

BESTÄNDIGKEIT DER DENTINHAFTUNG VON KOMPOSIT UND KOMPOMER – EINE *IN-VITRO*-STUDIE ÜBER SECHS MONATE

BERND HALLER und MICHAEL O. JAKOB

Poliklinik für Zahnerhaltung, Parodontologie und Kinderzahnheilkunde, Universität Ulm

Zusammenfassung

Die Beständigkeit der Dentinhaftung von Komposit und Kompomer bei Verwendung verschiedenartiger Haftvermittler wurde im Langzeitversuch überprüft. Untersucht wurden vier Mehrkomponenten-Adhäsive mit Total Etching (ALL All-Bond 2, GL2 Gluma 2000plus, OPT OptiBond, SMP Scotchbond Multipurpose), zwei Mehrkomponenten-Adhäsive mit selbstkonditionierenden Primern (ART A.R.T. Bond, SYN Syntac) sowie zwei Einkomponenten-Haftvermittler mit Kompomer (COM Compoglass, DYR Dyract). Mit jeder Materialkombination wurden 20 Proben hergestellt. Die Ausstoss-Haftfestigkeit wurde bei jeweils der Hälfte der Proben ca. 3 Stunden nach Lichthärtung der Füllungsmaterialien gemessen, bei der anderen Hälfte nach 6 Monaten Wasserlagerung bei 37 °C mit mehrmaligem Thermocycling (TC). Initial erzielten ART (40,1 MPa) und OPT (37,6 MPa) die höchsten, GL2 (22,9 MPa) und SMP (16,1 MPa) die niedrigsten Haftwerte. Im Langzeitversuch lagen OPT (47,8 MPa), SYN (46,9 MPa) und ART (45,9 MPa) mit mehr als 12 MPa Abstand vor den anderen getesteten Materialien. Die künstliche Alterung führte bei SYN und SMP zu einer signifikanten Zunahme, bei DYR zu einer signifikanten Abnahme der Haftwerte. Bei den anderen Adhäsiven waren die

Werte unverändert oder nicht signifikant erhöht. Im Langzeitversuch stellte sich bei ALL, ART und GL2 eine Zunahme der Randspaltbildung ein, während die Kompomere (COM, DYR) eine perfekte Randadaptation aufwiesen. Den Resultaten zufolge unterscheiden sich handelsübliche Dentinadhäsive sowohl in ihrer initialen Wirksamkeit als auch in der Beständigkeit des Verbundes.

Einleitung

Der Einsatz von Dentinadhäsiven ist aus der modernen restaurativen Therapie mit zahnfarbenen Füllungswerkstoffen (Komposit, Kompomer, Keramik) nicht mehr wegzudenken. Dentinadhäsive verbessern nicht nur Retention und Randschluss (LUTZ et al. 1993), sie bewirken auch eine Versiegelung der Dentinwunde (COX & SUZUKI 1994) und eine Stabilisierung der Restauration (DERAND 1991). Die Wirkung von Dentinadhäsiven beruht bei Schmier-schichtentfernung mit Säuren auf der Penetration von Monomeren in eröffnete Dentinkanälchen sowie in Mikrohohlräume zwischen den demineralisierten Kollagenfasern. Ein ähnliches Haftprinzip kommt bei der Verwendung maleinsäurehaltiger, selbstkonditionierender Primer zum Tragen, wo die Schmier-schicht nicht restlos entfernt, sondern nur vorübergehend aufgelöst wird. Bei Erhaltung der Schmier-schicht wird diese durch Monomerinfiltration modifiziert und in die Dentinhaftung einbezogen (HALLER 1992, VAN MEER-BEEK et al. 1992). Seit kurzem wird versucht, die Funktionen von Primer und Adhäsiv in Form sogenannter Einkomponenten-Haftvermittler oder «One-Bottle-Bonds» zu kombinieren. Dieser Haftvermittler-Typ wurde ursprünglich für Kompomere entwickelt, findet heute jedoch zunehmend auch für Composite Verwendung (HALLER 1996). Als Kompomere bezeichnet man kompositähnliche Polymerwerkstoffe mit einer relativ hydrophilen Kunststoffmatrix und modifizierten Füllern, die zum Teil nicht silanisiert sind und Fluoridionen freisetzen (HICKEL 1996).

Während sich die meisten Studien mit der initialen Wirksamkeit von Adhäsivsystemen befassen, liegen nur wenige Langzeituntersuchungen über die Beständigkeit des Verbundes vor. Es ist denkbar, dass das Eindringen von

Acta Med Dent Helv 3: 15–22 (1998)

Schlüsselwörter: Dentinhaftung, marginale Adaptation, Komposit, Kompomer, Wasserlagerung

Zur Veröffentlichung angenommen: 28. November 1997

Korrespondenzadresse:

Prof. Dr. B. Haller, Poliklinik für Zahnerhaltung,
Parodontologie und Kinderzahnheilkunde, Universität
Ulm, Albert-Einstein-Allee 11, D-89070 Ulm
Tel.: 0049-731-502 3671, Fax: 0049-731-502 3673
E-Mail: bernd.haller@medizin.uni-ulm.de

Wasser, Sauerstoff und Enzymen in Verbindung mit der relativ hohen Temperatur in der Mundhöhle zur Schädigung der Verbundschicht und auf Dauer zu einem partiellen oder vollständigen Verlust der Dentinhaftung führt (JANDA 1990, WATANABE & NAKABAYSHI 1994). So wurde bei Total-Etch-Adhäsiven eine Wassereindringung in das demineralisierte, aber nur unvollständig mit Monomer infiltrierte Kollagen nachgewiesen, welche als «Nanoleakage» bezeichnet wird (SANO et al. 1995). Wie bereits früher gezeigt wurde, können bezüglich der Beständigkeit des Komposit-Dentinverbundes erhebliche Unterschiede zwischen den Adhäsivsystemen bestehen (HALLER et al. 1993).

Ziel der vorliegenden Untersuchung war es, am Beispiel aktueller Dentinadhäsive mit unterschiedlichem Wirkungsmechanismus die Beständigkeit des Dentinverbundes von Komposit und Kompomer bei sechsmonatiger künstlicher Alterung zu überprüfen.

Material und Methoden

Aus insgesamt 160 in 1% Chloramin gelagerten extrahierten füllungs- und kariesfreien Weisheitszähnen wurden durch zwei senkrecht zur Zahnachse verlaufende parallele Sägeschnitte ca. 2,5 mm dicke Zahnscheiben herausgetrennt. In diese wurde mit einem kugelförmigen Diamantschleifer mit 2,3 mm Durchmesser (mittlere Korngrösse 40 µm, Nr. 806104001514023, Komet, D-Lemgo) je eine zylindrische «Kavität» senkrecht zur Schnittfläche präpariert. Für die Studie wurden acht Adhäsivsysteme ausgewählt: vier Mehrkomponenten-Adhäsive mit Säureätzung des Dentins als separater Arbeits-

schritt (All-Bond 2, Gluma 2000plus, OptiBond Dual Cure, Scotchbond Multipurpose) und zwei Mehrkomponenten-Adhäsive mit selbstkonditionierendem, maleinsäurehaltigem Primer (A.R.T. Bond, Syntac) in Kombination mit Feinhybridkompositen sowie zwei Einkomponenten-Adhäsive in Kombination mit den dazugehörigen Kompomeren (Compoglass, Dyract). Die genaue Verarbeitung der Adhäsive ist in Tabelle I beschrieben. Nach Applikation der Adhäsive wurden die Dentinscheiben auf eine runde Plexiglasscheibe gelegt. Diese wies einen zentralen, ca. 0,2 mm hohen Zapfen mit 2,3 mm Durchmesser auf, der in die zylindrischen Kavitäten ragte und als «Kavitätenboden» ein Überstopfen von Füllungsmaterial an der Probenunterseite verhinderte. Die Mantelfläche der Bohrlöcher bildete somit die für die Dentinhaftung relevante Kavitätenwand. Die zylindrischen Kavitäten wurden in einer Schicht mit den entsprechenden Kompositen bzw. Kompomeren gefüllt. Zur Optimierung der Materialadaptation wurde ein Glasobjektträger auf die Oberseite der Proben gedrückt. Anschliessend wurden die Komposite bzw. Kompomere mit einer Polymerisationslampe (Translux CL, Kulzer, D-Wehrheim) je 60 s von der Ober- und Unterseite lichtgehärtet und die Füllungsoberseiten nach Abnehmen der Glasobjektträger mit flexiblen Scheiben (Soflex, 3M Medica, D-Borken) ausgearbeitet und poliert. Nähere Angaben zur Herstellung der Ausstossproben finden sich in einer früheren Arbeit (HALLER et al. 1993). Von den 20 Proben pro Restaurationssystem kam jeweils eine Hälfte ca. 3 Stunden nach Aushärtung des Komposites bzw. Kompomers (Kurzzeitversuch), die andere Hälfte nach sechsmonatiger Lagerung in destilliertem

Tab. 1 Untersuchte Testmaterialien und Verarbeitung der Haftvermittler.

Dentinadhäsiv/Komposit (Hersteller)	Code	Verarbeitungsanleitung für die Haftvermittler
All-Bond 2/Brilliant (Bisco, Itasca, USA/Coltène, CH-Altstätten)	ALL	<i>All-Etch</i> (10% H ₃ PO ₄) 15 s einwirken lassen, 15 s absprayen, mit kurzen Druckluftstössen nur grosse Wasserüberschüsse entfernen. <i>Primer A</i> und <i>Primer B</i> 1:1 mischen, in 5–6 Lagen auf das feuchte Dentin auftragen; Überschüsse leicht verblasen. All-Bond 2 Dentin/Enamel Resin Bond in dünner Schicht auftragen, leicht verblasen, 20 s lighthärten.
A.R.T. Bond/Brilliant (Coltène, CH-Altstätten)	ART	Dentin gut trocknen, <i>Primer A</i> und <i>Primer B</i> 5 s im Verhältnis 1:1 mischen, 30 s reibend auftragen, 15 s mit Druckluft trocknen. <i>A.R.T. Bond</i> 20 s einmassieren, vorsichtig zu dünner Schicht verblasen, 20 s lighthärten.
Compoglass SCA/ Compoglass (Vivadent, D-Ellwangen)	COM	1. Schicht <i>SCA</i> auftragen, 20 s ungestört einwirken lassen, mit Druckluft trocknen, 20 s lighthärten. 2. Schicht <i>SCA</i> auftragen, ohne Warten verblasen, 20 s lighthärten.
Gluma 2000plus/Pekafill (Bayer Dental, D-Dormagen)	GL2	<i>Gluma 1 Conditioner</i> (1,6% Oxalsäure, 2,6% Al-Nitrat, 2,7% Glycin) 15 s reibend auftragen, 20 s einwirken lassen, 15 s absprayen, mit Druckluft vorsichtig trocknen. <i>Gluma 2 Adhesive</i> , 30 s einwirken lassen, Überschuss vorsichtig mit Druckluft entfernen, gründlich trocknen. <i>Gluma 4 Sealer</i> in dünner Schicht auftragen, Überschuss verblasen, 30 s lighthärten.
OptiBond Dual Cure/ Herculite XRV (Kerr, D-Karlsruhe)	OPT	<i>Kerr Gel Etchant</i> (37,5% H ₃ PO ₄) 15 s einwirken lassen, 15 s absprayen, mit Druckluft trocknen. <i>Prime</i> 30 s reibend auftragen, mit Druckluft trocknen, 20 s lighthärten. <i>Dual Cure</i> (<i>3A Activator</i> und <i>3B Resin Paste</i>) mischen, in dünner Schicht auftragen, nicht mit Druckluft verblasen, 30 s lighthärten.
PSA Dyract/Dyract, (DeTrey Dentsply, D-Konstanz)	DYR	1. Schicht <i>PSA</i> auftragen, 30 s ungestört einwirken lassen, verblasen, 10 s lighthärten. 2. Schicht <i>PSA</i> auftragen, ohne Warten verblasen, 10 s lighthärten.
Scotchbond Multipurpose/Z100 (3M Medica, D-Borken)	SMP	<i>Etchant</i> (10% Maleinsäure) 15 s einwirken lassen, 15 s absprayen, mit Druckluft trocknen. <i>Primer</i> auftragen, trockenblasen bis Oberfläche matt glänzt. <i>Adhesive</i> in 3 Lagen auftragen, leicht verblasen, 10 s lighthärten.
Syntac/Tetric (Vivadent, D-Ellwangen)	SYN	<i>Primer</i> auftragen, 15 s einwirken lassen, mit Druckluft trocknen. <i>Adhesive</i> auftragen, 10 s einwirken lassen, mit Druckluft verblasen. <i>Heliobond</i> auftragen, 5 s einwirken lassen, zu dünner Schicht verblasen, 20 s lighthärten.

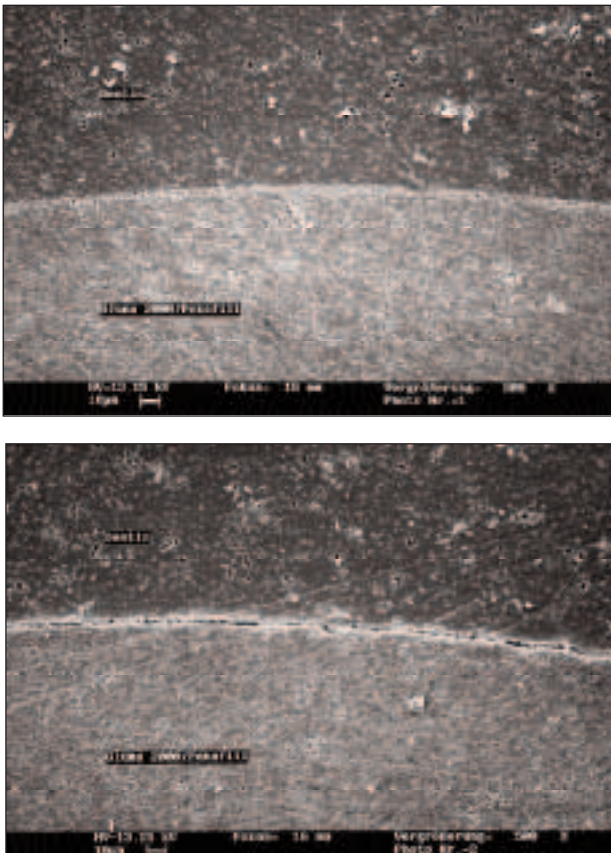


Abb. 1 Komposit-Dentinrand von Ausstossproben für die REM-Randanalyse am Beispiel von Gluma 2000plus/Pekafill. a) Initiale Randsituation drei Stunden nach Aushärtung des Komposites. b) Randsituation nach sechsmonatiger Wasserlagerung und Thermocycling. REM-Aufnahmen. Originalvergrößerung $\times 500$.

Wasser bei 37 °C (Langzeitversuch) zur Testung. Im Langzeitversuch wurden die Proben zusätzlich zur Wasserlagerung einem fünfmaligen Thermocycling (1440 \times 5 °C/55 °C) ausgesetzt, erstmalig im Anschluss an die Ausarbeitung der Proben und weiter in sechswöchigen Abständen. Unmittelbar vor Durchführung der Ausstossversuche wurden die polierten Probenoberflächen mit einem dünnfließenden additionsvernetzenden Silikon (President Light Body, Coltène, CH-Altstät-

ten) abgeformt. Die aus den Abdrücken hergestellten Kunstharzreplikas (Araldit, Ciba-Geigy, D-Wehr) wurden mit Gold leitfähig besputtert (Emitech K550, Röntgenanalytik Messtechnik, D-Taunusstein/Neuhof) und im REM (DSM 940, Zeiss, D-Oberkochen) bei 500facher Vergrößerung auf Spaltbildungen zwischen Füllungsmaterial und Dentin untersucht. Bei jeder Probe wurden die Längen der Randspalten addiert und als prozentualer Anteil des gesamten Füllungsumfanges registriert. Die Verbundfestigkeitsmessungen wurden in einer Universalprüfmaschine (UPM 1445 03, Zwick, D-Ulm) bei einer Traversengeschwindigkeit von 0,5 mm pro Minute durchgeführt. Hierzu wurden die Komposit- bzw. Kompomer-«Füllungen» mit einem zylindrischen Stempel mit 2,2 mm Durchmesser senkrecht zur Probenoberfläche solange belastet, bis sie sich vom Dentin lösten. Die Verbundfestigkeit S [MPa] wurde als Quotient aus der hierzu erforderlichen Kraft F_{\max} und der Mantelfläche A der extrudierten Komposit- bzw. Kompomerzylinder berechnet. Letztere wurde durch Vermessen der Zylinderhöhe für jede Probe individuell ermittelt ($S = F_{\max}/2\pi \times r \times h = F_{\max}/7,23 \times h$).

Bei der statistischen Auswertung der Messdaten wurde der Einfluss der Testmaterialien sowie der künstlichen Alterung auf die Verbundfestigkeit mit Hilfe der zweifaktoriellen Varianzanalyse überprüft. Statistisch signifikante Unterschiede zwischen den einzelnen Restaurationssystemen wurden mit Hilfe multipler Mittelwertvergleiche nach dem STUDENT-NEWMAN-KEULS-TEST erfasst. Der Einfluss der Adhäsivsysteme auf den Anteil an spaltfreiem Rand wurde mit Hilfe des KRUSKAL-WALLIS-H-Tests, diesbezügliche Unterschiede zwischen den Versuchsmaterialien durch paarweise Vergleiche mit dem MANN-WHITNEY-U-Test unter Anwendung des Korrekturverfahrens nach BONFERRONI überprüft. Der Einfluss der künstlichen Alterung auf Haftfestigkeit und Randadaptation wurde mit Hilfe des MANN-WHITNEY-U-Tests untersucht. Alle statistischen Vergleiche wurden auf dem Signifikanzniveau von $p < 0,05$ durchgeführt.

Resultate

Die Ergebnisse der Haftfestigkeitsmessungen einschliesslich der statistischen Vergleiche sind in Tabelle II dargestellt. Mit Hilfe der zweifaktoriellen Varianzanalyse liess sich sowohl ein Einfluss der untersuchten Restaurationssysteme als auch der künstlichen Alterung auf die Haftfestigkeit signifikant bestätigen. Im Kurzzeitversuch zeig-

Tab. II Mittlere Verbundfestigkeiten im Ausstossversuch (Standardabweichungen). Mit Hilfe des STUDENT-NEWMAN-KEULS-Tests wurden in beiden Versuchsreihen (Kurzzeit-, Langzeitversuch) Materialien mit nicht signifikant unterschiedlichen Mittelwerten zu gleichen Signifikanzgruppen (jeweils A–D) zusammengefasst. Vergleich der Kurzzeit- und Langzeitwerte mit Hilfe des U-Tests (n.s. $p > 0,05$)

Dentinadhäsiv/ Komposit	Initiale Verbundfestigkeit [MPa]	Verbundfestigkeit im Langzeitversuch [MPa]	Zu-/Abnahme gegen- über Initialwert	Vergleich initial/Lang- zeitversuch (U-Test)
All-Bond 2/Brilliant	30,8 (6,0) ^{B,C}	30,2 (5,0) ^B	–2,0%	n.s.
A.R.T. Bond/Brilliant	40,1 (10,0) ^A	45,9 (13,2) ^A	+14,5%	n.s.
Compoglass SCA/Compoglass	29,5 (9,4) ^{B,C}	31,4 (10,5) ^B	+6,4%	n.s.
Dyract PSA/Dyract	29,7 (5,3) ^{B,C}	25,3 (3,4) ^B	–14,8%	$p = 0,0280$
Gluma 2000plus/Pekafill	22,9 (5,1) ^{C,D}	21,5 (5,3) ^B	–6,1%	n.s.
OptiBond Dual Cure/Herculite XRV	37,6 (7,9) ^{A,B}	47,8 (13,0) ^A	+27,1%	n.s.
Scotchbond Multipurpose/Z100	16,1 (8,5) ^D	29,3 (7,4) ^B	+82,0%	$p = 0,0023$
Syntac/Tetric	33,2 (9,0) ^{A,B}	46,9 (15,5) ^A	+41,3%	$p = 0,0023$

Tab. III Ergebnisse der REM-Randanalysen. Prozentuale Anteile an spaltfreiem Rand. Mittelwerte (Standardabweichungen) in [%]. Statistische Vergleiche der Kurzzeit- und Langzeitergebnisse mit Hilfe des U-Tests (n.s. $p > 0,05$)

Dentin-adhäsiv/ Komposit	spaltfreier Rand initial [%]	spaltfreier Rand nach Langzeit- versuch [%]	U-Test
All-Bond 2/ Brilliant	99,9 (0,5)	54,7 (36,1)	$p = 0,0001$
A.R.T. Bond/ Brilliant	100,0 (0,0)	82,7 (19,1)	$p = 0,0130$
Compoglass SCA/ Compoglass	100,0 (0,0)	100,0 (0,0)	n.s.
Gluma 2000plus/ Pekafill	100,0 (0,0)	77,1 (21,4)	$p = 0,0019$
OptiBond Dual Cure/ Herculite XRV	99,9 (0,3)	93,4 (12,4)	n.s.
PSA Dyract/ Dyract	99,4 (1,5)	100,0 (0,0)	n.s.
Scotchbond Multipurpose/ Z100	97,9 (6,4)	91,3 (12,7)	n.s.
Syntac/ Tetric	99,9 (0,1)	95,9 (11,7)	n.s.

ten A.R.T. Bond/Brilliant (40,1 MPa), OptiBond Dual Cure/Herculite XRV (37,6 MPa) und Syntac/Tetric signifikant höhere Haftfestigkeiten als Gluma 2000plus/Pekafill (22,9 MPa) und Scotchbond Multipurpose/Z100 (16,1 MPa). Weitere signifikante Unterschiede zwischen den untersuchten Materialien gehen aus Tabelle II hervor. Im Langzeitversuch waren die Haftfestigkeiten von OptiBond Dual Cure/Herculite XRV (47,8 MPa), Syntac/Tetric (46,9 MPa) und A.R.T. Bond/Brilliant (45,9 MPa) signifikant höher als die der anderen Versuchsmaterialien, die sich untereinander nicht signifikant unterschieden. Die künstliche Probenalterung führte bei den meisten Testmaterialien zu einer Zunahme der Verbundfestigkeit. Diese war im Falle von Scotchbond Multipurpose/Z100 und Syntac/Tetric statistisch signifikant. Eine signifikante Herabsetzung der Haftwerte wurde bei Dyract beobachtet (Tab. II).

Die Ergebnisse der REM-Randanalysen sind in den Tabellen III und IV zusammengestellt. Abbildung 1 zeigt exemplarisch eine Randsituation im REM vor und nach

künstlicher Alterung. Initial zeigten alle Testmaterialien eine nahezu perfekte Randadaptation. Im Gegensatz dazu liessen sich nach künstlicher Alterung signifikante Unterschiede zwischen einigen Testmaterialien nachweisen (Tab. IV). Die schlechteste Randqualität wies All-Bond 2 (54,7% spaltfreier Rand) auf, gefolgt von Gluma 2000plus (77,1%; Abb. 1b). Die künstliche Probenalterung bewirkte bei allen untersuchten Restaurationssystemen mit Ausnahme der Kompomere eine Zunahme des Randspaltanteils, die bei All-Bond 2/Brilliant, A.R.T. Bond/Brilliant und Gluma 2000plus/Pekafill statistisch signifikant war.

Diskussion

Besonderheiten des Ausstossversuches

Die Festigkeit des Komposit-Dentinverbundes wurde in der vorliegenden In-vitro-Studie mit Hilfe des Ausstossversuches überprüft. Dieses Verfahren wurde erstmals von KIMURA (1986) beschrieben und seither wiederholt erfolgreich zur Evaluation von Dentinadhäsiven eingesetzt (HALLER et al. 1991, HALLER et al. 1993, FRANKENBERGER et al. 1996 ab). Ein Vorteil des Ausstossversuches gegenüber herkömmlichen Scher- und Zugversuchen liegt darin, dass an den verwendeten Komposit-Dentinproben nicht nur die Haftfestigkeit, sondern auch die Randadaptation bestimmt werden kann (HALLER 1992). Die bei der Polymerisation auftretenden Schrumpfungsspannungen wirken sich beim Ausstossversuch aufgrund des grösseren Verhältnisses von gebundenen zu freien Kompositflächen (C-Faktor; FEILZER et al. 1987) stärker aus als bei konventionellen Trennverfahren mit planen Klebeflächen (WATANABE & NAKABAYASHI 1994). Die hier verwendeten zylindrischen «Kavitäten» wiesen einen C-Faktor von 1,74 auf. Dieser hätte bei identisch dimensionierten Scherproben lediglich 0,22 betragen. Eine schrumpfungsbedingte Dehnung oder lokale Zerreiung der Verbundschicht könnte die Eindringung von Wasser und Sauerstoff und damit die Degradation dieser Schicht verstärken (JANDA 1990, PASHLEY et al. 1994). Der Ausstossversuch erscheint daher für die Prüfung der Verbundbeständigkeit besonders gut geeignet (HALLER et al. 1993, FRANKENBERGER et al. 1996b). In der vorliegenden Studie wurden ähnlich wie bei anderen Ausstossversuchen höhere Haftwerte gemessen als üblicherweise bei herkömmlichen Scher- und Zugversuchen. Als Ursache hierfür kommt zum einen eine homogenere Spannungsverteilung entlang der Verbundfläche und eine dadurch erzielte Reduktion von Biegemomenten und Kerbspannungen in Betracht. Zu berücksichtigen ist auch ein möglicher Einfluss der Rau-

Tab. IV Paarweise Vergleiche der untersuchten Restaurationssysteme hinsichtlich Randadaptation nach künstlicher Alterung (% spaltfreier Rand). Ergebnisse der U-Tests nach BONFERRONI-Korrektur (n.s. $p > 0,05$). Codierung der Testmaterialien s. Tabelle I.

	ALL	GL2	ART	SMP	OPT	SYN	COM	DYR
ALL		n.s.	n.s.	n.s.	0,0231	0,0049	0,0007	0,0007
GL2			n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	0,0133	0,0133
ART				n.s.	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
SMP					n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
OPT						n.s.	n.s.	n.s.
SYN							n.s.	n.s.
COM								n.s.
DYR								

higkeit des präparierten Dentins, die bei konventionellen Trennverfahren nur eine untergeordnete Rolle spielt (MOWERY et al. 1987).

Wirksamkeit der untersuchten Dentinadhäsive

Für die vorliegende Studie wurden unterschiedliche Arten von Dentinadhäsiven ausgewählt, um mögliche Zusammenhänge zwischen dem Haftmechanismus und der Verbundfestigkeit bzw. deren Beständigkeit zu erkennen. Die verwendeten Dentinadhäsive hatten sowohl initial als auch nach künstlicher Alterung einen signifikanten Einfluss auf die gemessene Haftfestigkeit. Im Kurzzeitversuch traten fließende Übergänge zwischen den besten und schlechtesten Versuchsmaterialien auf, so dass kein eindeutiges Ranking der Materialien vorgenommen werden konnte. In der Gruppe der Dentinadhäsive mit separater Säurekonditionierung (sog. Total-Etch-Systeme) zeigte OptiBond (Dentinätzung mit 37,5% Phosphorsäure) signifikant höhere initiale Haftfestigkeiten als Gluma 2000plus (Ätzung mit 1,6% Oxalsäure/2,7% Glycin/2,6% Al-Nitrat) und Scotchbond Multipurpose (Ätzung mit 10% Maleinsäure), während All-Bond 2 (Ätzung mit 10% Phosphorsäure) eine Zwischenstellung einnahm. Für das unterschiedliche Abschneiden der Total-Etch-Systeme kann zum einen eine unterschiedliche Qualität der Kunststoff-Dentin-Interdiffusionszone verantwortlich sein, hervorgerufen durch unterschiedliche Wirkung der verwendeten Konditionierungsmittel oder durch unterschiedliche Penetrationsfähigkeit der anschliessend applizierten Monomere. Einen weiteren wichtigen Faktor stellt die Adhäsivschicht dar, insbesondere deren Schichtstärke und Eigenfestigkeit. Eine ausreichend dicke Adhäsivschicht kann aufgrund des niedrigen Elastizitätsmoduls als Stressabsorber wirken und zu einer Kompensation der bei Polymerisationsschrumpfung auftretenden Zugspannungen beitragen (KEMPSCHOLTE & DAVIDSON 1990, VAN MEERBEEK et al. 1993). Andere Autoren beobachteten bei Klasse-I-Kavitäten eine geringere Tendenz zur Ablösung des Komposites vom Dentin an Stellen mit grosser Schichtdicke des Adhäsives (PERDIGAO et al. 1996). Eine ausreichende Filmbildung wird durch Verwendung gefüllter Adhäsive und Verzicht auf Verblasen des Adhäsives mit Druckluft, wie im Falle von OptiBond Dual Cure, begünstigt. Durch den Füllstoffgehalt des Adhäsives wird auch dessen Eigenfestigkeit gegenüber den bei Polymerisationsschrumpfung auftretenden Zugspannungen erhöht.

Auffallend war, dass Scotchbond Multipurpose im Gegensatz zu anderen Studien (CHAPPELL & EICK 1994, FORTIN et al. 1994, HOLTAN et al. 1994, TRIOLO et al. 1995, FRANKENBERGER et al. 1996a) deutlich niedrigere Haftwerte zeigte als zum Beispiel OptiBond oder Syntac. In den meisten dieser Untersuchungen wurden die Messungen nach eintägiger Wasserlagerung bei 37 °C durchgeführt, während die initialen Messungen in der vorliegenden Studie etwa drei Stunden nach Lichthärtung erfolgten. Aus früheren, mit derselben Methodik durchgeführten Studien ist bekannt, dass es bei manchen Adhäsiven innerhalb von 24 Stunden nach der Lichthärtung zu einem Anstieg der Ausstoss-Verbundfestigkeit kommen kann, möglicherweise als Folge einer Nachpolymerisation in der Kunststoff-Dentin-Interdiffusionszone (HALLER et al. 1991, HALLER et al. 1993).

Wenig beachtet wurden bisher die direkten und indirekten Einflüsse der mechanischen Eigenschaften der verwendeten Füllungswerkstoffe, speziell des Elastizitätsmoduls, auf die gemessenen Haftfestigkeiten. Ein Einfluss des Elastizitätsmoduls auf die gemessene Verbundfestigkeit ist sowohl für konventionelle Trennverfahren

als auch für den Ausstossversuch beschrieben (VAN NOORT et al. 1989, SOLTESZ & BAUDENDISTEL 1990). Im Ausstossversuch macht sich ein erhöhter Elastizitätsmodul in einer Herabsetzung der gemessenen Haftwerte bemerkbar. In früheren Ausstossversuchen zeigten Mikrofüllerkomposite deutlich höhere Verbundfestigkeiten, als die in der vorliegenden Arbeit verwendeten Feinhybridkomposite (HALLER et al. 1991, HALLER et al. 1993). Diese weisen einen deutlich höheren Elastizitätsmodul auf als Mikrofüllerkomposite (BRAEM et al. 1986). Im Vergleich zu den anderen untersuchten Mehrkomponenten-Adhäsiven ergab Scotchbond Multipurpose sowohl initial als auch nach künstlicher Alterung relativ niedrige Haftwerte. Hierzu kann beigetragen haben, dass der Elastizitätsmodul von Z100 um ca. 30–40% höher liegt als bei den anderen hier verwendeten Feinhybridkompositen (WILLEMS et al. 1993). Der Elastizitätsmodul polymerer Füllungsmaterialien bestimmt auch das Ausmass der Schrumpfungsspannungen. Diese, und damit auch die Gefahr initialer Verbunddefekte, sind bei Kompositen mit höherem Elastizitätsmodul grösser als bei solchen mit niedrigerem Elastizitätsmodul (FEILZER et al. 1990). Aufgrund der bereits ausgeführten Unterschiede im C-Faktor der Komposit-Dentinproben kommt dieser Effekt jedoch nur beim Ausstossversuch, nicht dagegen bei herkömmlichen Scher- und Zugversuchen zum Tragen. Im Langzeitversuch könnte es zu einer Relaxation des Komposites (FEILZER et al. 1990) und damit zu einer geringeren Vorspannung der Verbundschicht mit der Folge einer höheren Verbundfestigkeit gekommen sein.

Die Mehrkomponenten-Adhäsive mit selbstkonditionierendem Primer (A.R.T. Bond, Syntac) zeigten in Übereinstimmung mit anderen Autoren keine signifikanten Unterschiede in der Haftfestigkeit (FRANKENBERGER et al. 1997). Im Vergleich mit den untersuchten Total-Etch-Adhäsiven erwiesen sie sich als gleichwertig oder gar überlegen. Auch bezüglich der nicht signifikant unterschiedlichen Haftfestigkeiten von Dyract und Compoglass stimmen die Resultate der vorliegenden Studie gut mit den Ergebnissen anderer Ausstossversuche überein (FRANKENBERGER et al. 1996a). In einer anderen Untersuchung wurden dagegen mit SCA/Compoglass signifikant höhere Haftwerte gemessen als mit PSA/Dyract (PEUTZFELD 1996). Um die in der vorliegenden Studie ermittelte Komposit-Dentinhaftung richtig einordnen zu können, muss berücksichtigt werden, dass ein niedriger Elastizitätsmodul des Füllungsmaterials aus bereits genannten Gründen eine höhere Ausstoss-Verbundfestigkeit zur Folge hat. Komposmere verfügen mit 7–9 GPa (Angaben aus Produktinformationen zu Dyract und Compoglass) über einen niedrigeren Elastizitätsmodul als die meisten Feinhybridkomposite mit ca. 14–17 GPa (WILLEMS et al. 1993). Demnach wäre zu erwarten gewesen, dass Komposmere – bei gleichem Potential der Haftvermittler – höhere Haftwerte ergeben als Komposite. Dass dies durch die Versuche nicht bestätigt wurde, lässt den Schluss zu, dass die Haftmechanismen der beiden Einkomponenten-Adhäsive (Compoglass SCA, Dyract PSA) weniger effektiv sind als die der besten Mehrkomponenten-Adhäsive.

Folgen der künstlichen Alterung

Nach sechsmonatiger Probenalterung (Langzeitversuch) liessen sich die hier geprüften Restaurationssysteme hinsichtlich der gemessenen Haftfestigkeiten klar in zwei Gruppen trennen. A.R.T. Bond/Brilliant, OptiBond/Heraculite XRV und Syntac/Tetric zeigten mit Mittelwerten von über 45 MPa erneut die höchsten Verbundfestigkeiten. Mit deutlichem Abstand von 12 MPa und mehr folg-

ten die übrigen Versuchsmaterialien, die sich untereinander nicht signifikant unterschieden. Die künstliche Probenalterung bewirkte bei Syntac/Tetric und Scotchbond Multipurpose/Z100 eine signifikante, bei A.R.T. Bond/Brilliant und OptiBond/Herculite XRV eine nicht signifikante Zunahme der Verbundfestigkeit. In welchem Zeitraum sich diese Veränderungen vollzogen, lässt sich anhand der vorliegenden Daten nicht klären, da die Messungen nur im Anschluss an die Lichthärtung und nach sechsmonatiger Probenalterung durchgeführt wurden. Andere Autoren fanden bei verschiedenen Ein- und Mehrkomponenten-Adhäsiven, darunter auch vier der hier untersuchten Systeme (Syntac/Tetric, Scotchbond Multipurpose/Z100, SCA/Compoglass, PSA/Dyract) keine signifikanten Unterschiede zwischen den Ausstoss-Verbundfestigkeiten nach 24 Stunden und sechs Monaten Wasserlagerung mit Thermocycling (FRANKENBERGER et al. 1996 a). Als mögliche Ursachen für die hier festgestellte Zunahme der Haftfestigkeit nach sechsmonatiger Wasserlagerung sind eine Nachpolymerisation (LEUNG et al. 1983, JOHNSTON et al. 1985), ein Abbau von Schrumpfungsspannungen durch hygroskopische Expansion (FEILZER et al. 1990) und Quellungsvorgänge innerhalb der Verbundschicht zu diskutieren.

Angesichts der bei einigen Adhäsiven beobachteten Steigerung der Haftfestigkeit im Langzeitversuch stellt sich die Frage, ob das Fehlen einer solchen im Fall von Gluma 2000plus und All-Bond 2 nicht als eine Verschlechterung interpretiert werden muss. Hierfür spricht auch die bei diesen Materialien beobachtete signifikante Zunahme der Randspaltbildung. Die beiden genannten Adhäsive zeigten auch in Klasse-V-Kavitäten eine unbefriedigende marginale Adaptation (LUTZ et al. 1993). Andere Autoren fanden für All-Bond 2 nach sechsmonatiger Wasserlagerung eine Herabsetzung der Scherhaftfestigkeit um 25%, jedoch keine Verschlechterung der Randqualität (GWINNETT & YU 1994). Als mögliche Ursache von Haftverlusten bei Dentinadhäsiven mit Total Etching ist eine unvollständige Monomerinfiltration des demineralisierten intertubulären Dentins mit nachfolgender Wassereindringung in Betracht zu ziehen. Dieses auch als Nanoleakage bezeichnete Phänomen (SANO et al. 1994, SANO et al. 1995) kann sowohl den Abbau von Polymeren als auch die Degradation des entblösten Kollagens begünstigen.

Angesichts der Konfiguration der Ausstossproben kann nicht grundsätzlich ausgeschlossen werden, dass es infolge einer Wasseraufnahme des Füllungsmaterials zu einem Anpressen der Füllung an die Dentinwände (MOMOI & McCABE 1994) und damit zu einer künstlichen, mechanisch bedingten Erhöhung der Messwerte ohne eigentliche Steigerung der Verbundfestigkeit kommt. Allerdings wurde schon früher gezeigt, dass selbst eine sechsmonatige Wasserlagerung bei Dentinadhäsiven mit schlechter Initialhaftung keinerlei Zunahme der Ausstoss-Verbundfestigkeit bewirkte (HALLER et al. 1993). Weiterhin spricht die bei manchen Adhäsiven bereits nach dreimonatiger Wasserlagerung beobachtete signifikante Herabsetzung der Haftfestigkeit (HALLER et al. 1993) gegen eine grobe Verfälschung der Ergebnisse durch quellungsbedingte Pfropfphänomene. Eine Beeinflussung der Langzeit-Messwerte durch Wasseraufnahme der Füllung wäre in der vorliegenden Untersuchung am ehesten bei den Kompomeren zu erwarten gewesen, da diese über eine relativ hydrophile Polymermatrix verfügen. Bei Compoglass war jedoch die Dentinhaftung nach künstlicher Probenalterung praktisch unverändert, im Falle von PSA/Dyract kam es sogar zu einer signifikanten Herabsetzung der Haftfestigkeit. Die-

ses Problem scheint vor allem solche Adhäsive zu betreffen, bei denen die Schmierschicht erhalten und durch Imprägnierung mit schwach sauren Monomeren nur geringfügig modifiziert wird (HALLER et al. 1993). Bei einem dieser Haftvermittlersysteme wurden Mikrolekkagen entlang des Interface Schmierschicht-Dentin nachgewiesen, die sich von dort aus sowohl in die Schmierschicht als auch ins Dentin ausbreiteten (YU et al. 1992). Es ist denkbar, dass die Eindringung von Wasser und Sauerstoff in eine unvollständig kunststoffimprägnierte Schmierschicht durch Dehnung und Porenbildung bei der Polymerisationskontraktion begünstigt wird. Auf der anderen Seite wiesen die beiden Kompomere nach sechsmonatiger Probenalterung von allen untersuchten Restaurationssystemen die beste Randadaptation auf, und auch klinische Studien belegen eine hohe Erfolgsrate von Klasse-V- und Klasse-III-Füllungen mit dem Kompomer Dyract (BARNES et al. 1996, VAN DIJKEN 1996).

Schlussfolgerung

Mit einigen der modernen Mehrkomponenten-Dentinhaftvermittlern lässt sich sowohl eine hohe initiale Verbundfestigkeit als auch eine überzeugende Beständigkeit des Komposit-Dentinverbundes erzielen. Derartige Adhäsivsysteme sollten dort bevorzugt werden, wo die makromechanische Verankerung der Restaurationen gering ist und die dauerhafte Retention überwiegend durch den adhäsiven Verbund gesichert werden muss, insbesondere wenn dieser mechanischen Belastungen ausgesetzt ist. Kompomere ermöglichen eine ausgezeichnete Randschlussqualität, obwohl ihre Haftwerte nicht an die der besten Mehrkomponenten-Komposit-Dentinadhäsive herankommen. Dies und die beobachteten Unterschiede zwischen den Mehrkomponentenadhäsiven spricht dafür, dass für die marginale Adaptation neben der Haftfestigkeit noch andere Faktoren prägend sein müssen. Hierzu zählt in erster Linie die Reduktion bzw. Kompensation von Schrumpfungsspannungen durch eine ausreichende Flexibilität des Füllungsmaterials bzw. der Verbundschicht.

Verdankung

Die Autoren bedanken sich bei den Herstellern für die Bereitstellung der Testmaterialien.

Summary

HALLER B, JAKOB M O: Durability of the composite-dentin and compomer-dentin bond – An *in vitro* study over six months (in German). Acta Med Dent Helv 3: 15–20 (1998)

This long-term study investigated the durability of the composite-to-dentin bond as mediated by adhesives with different bonding mechanisms. Four multi-component total-etching adhesives (ALL All-Bond 2, GL2 Gluma 2000plus, OPT OptiBond, SMP Scotchbond Multipurpose) and two multi-component adhesives with self-conditioning primers (ART A.R.T. Bond, SYN Syntac) in combination with fine particle hybrid composites, as well as two single-component adhesives in combination with compomers (COM Compoglass, DYR Dyract) were selected. Bond strength was measured using an extrusion debonding test. Ten specimens per adhesive were tested three hours after light curing, another ten specimens were subjected to a 6-months water storage at 37 °C including thermocycling (TC) prior to bond strength measurements. The highest initial bond strengths were mea-

sured with ART (40.1 MPa) and OPT (37.6 MPa), the lowest with GL2 (22.9 MPa) and SMP (16.1 MPa). After six months of water storage/TC, OPT (47.8 MPa), SYN (46.9 MPa) and ART (45.9 MPa) showed significantly higher bond strengths than the other materials which were not significantly different from each other. After six months, the bond strengths of SYN and SMP were significantly higher than immediately after light curing. In contrast, the bond strength of DYR decreased significantly. As a result of water storage/TC, gap formation between composite and dentin increased in ALL, ART and GL2, while the compomers (COM, DYR) exhibited perfect marginal adaptation. It is concluded that some multi-component adhesives are able to establish a durable composite-dentin bond, which is particularly important in mechanically loaded restorations with little macromechanical retention.

Résumé

Le but de cette étude à long terme était de déterminer la constance d'adhésion de la composite et du compomer à la dentine, sous usage de différents adhésifs. Quatre adhésifs à plusieurs composantes avec «Total Etching» (ALL All-Bond 2, GL2 Gluma 2000plus, OPT OptiBond, SMP Scotchbond Multipurpose), deux adhésifs à plusieurs composantes avec des primers à autoconditionnement (ART A.R.T. Bond, SYN Syntac), ainsi que deux adhésifs à une composante avec du compomer (COM Compoglass, DYR Dyract) ont été examinés. Avec chaque combinaison de matériaux on a conçu 20 spécimens. La force d'adhésion à l'essai d'expulsion a été mesurée pour une moitié des spécimens environ trois heures après leur polymérisation à la lumière et pour l'autre après un stockage de six mois sous l'eau à 37 °C avec thermocyclage (TC) répété. Les valeurs d'adhésion les plus élevées ont initialement été atteintes par ART (40,1 MPa) et OPT (37,6 MPa), les plus basses par GL2 (22,9 MPa) et SMP (16,1 MPa). Aux essais de longue durée le trio de pointe OPT (47,8 MPa), SYN (46,9 MPa) et ART (45,9 MPa) se trouvait à une distance de >12 MPa nettement en avance sur les autres matériaux testés. Le stockage sous l'eau avec TC a entraîné pour SYN et SMP une augmentation significative, pour DYR une réduction significative des valeurs d'adhésion. Les autres adhésifs ne montraient aucun changement en ce qui concernait leurs valeurs, ou toutefois une augmentation insignifiante. Après le stockage sous l'eau, on a pu observer une augmentation des fissures marginales, tandis que les compomers (COM, DYR) montraient une adaptation parfaite. Il est conseillé de préférer pour les restaurations compliquées des adhésifs ayant fait leurs preuves au cours des essais de longue durée.

Literatur

- BARNES D M, BLANK L W, GINGELL J C, BARNES C A: A clinical evaluation of Dyract light cured compomer restorative. *J Dent Res* 75 (Spec Iss): 293, Abstr. No. 2205 (1996)
- BRAEM M, LAMBRECHTS P, VAN DOREN V, VANHERLE G: The impact of composite structure on its elastic response. *J Dent Res* 65: 648–653 (1986)
- CHAPPELL M R P, EICK J D: Shear bond strength and scanning electron microscopic observation of six current dentinal adhesives. *Quintessence Int* 25: 359–368 (1994)
- COX C F, SUZUKI S: Re-evaluating pulp protection: calcium hydroxide liners vs. cohesive hybridization. *J Am Dent Assoc* 125: 823–831 (1994)

- DERAND T: Stress analysis of cemented or resin bonded loaded porcelain inlays. *Dent Mater* 7: 21–24 (1991)
- FEILZER A J, DE GEE A J, DAVIDSON C L: Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *J Dent Res* 66: 1636–1639 (1987)
- FEILZER A J, DE GEE A J, DAVIDSON C L: Relaxation of polymerization contraction shear stress by hygroscopic expansion. *J Dent Res* 69: 36–39 (1990)
- FORTIN I D, SWIFT E J, DENEHY G E, REINHARDT J W: Bond strength and microleakage of current dentin adhesives. *Dent Mater* 10: 253–258 (1994)
- FRANKENBERGER R, KRÄMER N, SINDEL J: Haftfestigkeit und Zuverlässigkeit der Verbindung Dentin-Komposit und Dentin-Kompomer. *Dtsch Zahnärztl Z* 51: 556–560 (1996a)
- FRANKENBERGER R, KRÄMER N, SINDEL J: Zuverlässigkeit der Komposit-Dentin-Verbindung mit zwei experimentellen Dentinhaftvermittlern. *Dtsch Zahnärztl Z* 51: 206–210 (1996b)
- FRANKENBERGER R, SINDEL J, KRÄMER N, PELKA M, PETSCHL A: A new testing design to determine bond strength to dentin. *J Dent Res* 76 (Spec Iss): 416, Abstr. No. 3220 (1997)
- GWINNETT A J, YU S: Effect of long-term water storage on dentin bonding. *Am J Dent* 8: 109–111 (1995)
- HALLER B: Untersuchungen zum Mechanismus und zur Wirksamkeit von Komposit-Dentinhaftmitteln. *Med Habil Würzburg* 1992
- HALLER B: Einkomponenten-Adhäsive – Aktueller Entwicklungsstand. In: Heidemann D (Hrsg.): *Deutscher Zahnärztekalendar* 1997, S. 169–188. Hanser München 1996
- HALLER B, HOFMANN N, KLAIBER B, PFANNKUCH A: Beständigkeit des Komposit-Dentinverbundes bei künstlicher Alterung. *Dtsch Zahnärztl Z* 48: 100–104 (1993)
- HALLER B, THULL R, TEUBER M: An extrusion test for determination of bond strength to dentin. *J Dent Res* 70 (Spec. Iss.): 525, Abstr. No. 2070 (1991)
- HICKEL R: Kompomere. *Quintessenz* 47: 1581–1589 (1996)
- HOLTAN J R, NYSTROM G P, OLIN P S, PHELPS R A, PHILLIPS J J, DOUGLAS W H: Bond strength of six dentinal adhesives. *J Dent* 22: 92–96 (1994)
- JANDA R: *Kunststoffverbundsysteme. Grundlagen, Anwendung, Verarbeitung, Prüfung.* VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim 1990
- JOHNSTON W M, LEUNG R L, FAN P L: A mathematical model for post-irradiation hardening of photoactivated composite resins. *Dent Mater* 1: 191–194 (1985)
- KEMP-SCHOLTE C M, DAVIDSON C L: Complete marginal seal of class V resin composite restorations effected by increased flexibility. *J Dent Res* 69: 1240–1243 (1990)
- KIMURA N: Reduction of the bond strength obtained by the proposed push-out method. *J Jap Dent Mater* 5: 559–565 (1986)
- LEUNG R L, FAN P L, JOHNSTON W M: Post-irradiation polymerization of visible light-activated composite resin. *J Dent Res* 62: 363–365 (1983)
- LUTZ F, KREJCI I, SCHÜPBACH P: Adhäsivsysteme für zahnfarbene Restaurationen. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 103: 537–549 (1993)
- MOMOI Y, MCCABE J F: Hygroscopic expansion of resin based composites during 6 months of water storage. *Br Dent J* 176: 91–96 (1994)
- MOWERY A S, PARKER M, DAVIES E L: Dentin bonding. The effect of surface roughness on shear bond strength. *Oper Dent* 12: 91–94 (1987)
- PASHLEY D H, CIUCCHI B, SANO H: Dentin as a bonding substrate. *Dtsch Zahnärztl Z* 49: 760–763 (1994)

- PERDIGAO J, LAMBRECHTS P VAN MEERBEEK B, BRAEM M, YILDIZ E, TANER Y, VANHERLE G: The interaction of adhesive systems with human dentin. *Am J Dent* 9: 167–173 (1996).
- PEUTZFELD A: Compomers and glass ionomers: Bond strength to dentin and mechanical properties. *Am J Dent* 9: 259–263 (1996)
- SANO H, SHONO T, TAKATSU T, HOSODA H: Microporous dentin zone beneath resin-impregnated layer. *Oper Dent* 19: 59–64 (1994)
- SANO H, TAKATSU T, CIUCCHI B, HORNER J A, MATTHEWS W G, PASHLEY D H: Nanoleakage: Leakage within the hybrid layer. *Oper Dent* 20: 18–25 (1995)
- SOLTESZ U, BAUDENDISTEL E: Konzepte zur Ermittlung der Festigkeit des Verbundes Knochen-Implantat. *Wiss Ber W 1/90*, Fraunhofer-Institut für Werkstofftechnik, Freiburg 1990
- TRIOLO P T, SWIFT E J, BARKMEIER W W: Shear bond strength of composite to dentin using six dental adhesive systems. *Oper Dent* 20: 46–50 (1995)
- VAN DIJKEN J W V: 3-year clinical evaluation of a compomer, a resin-modified glass ionomer and a resin composite in Class-III-restorations. *Am J Dent* 9: 195–198 (1996)
- VAN MEERBEEK B, VANHERLE G, LAMBRECHTS P, BRAEM M: Dentin- and enamel-bonding agents. *Curr Opin Dent* 2: 117–127 (1992)
- VAN MEERBEEK B, WILLEMS G, CELIS J P, ROOS J R, BRAEM M, LAMBRECHTS P, VANHERLE G: Assessment by nano-indentation of the hardness and elasticity of the resin-dentin bonding area. *J Dent Res* 72: 1434–1442 (1993)
- VAN NOORT R, NOROOZI S, HOWARD I C, CARDEW G: A critique of bond strength measurements. *J Dent* 17: 61–67 (1989)
- WATANABE I, NAKABAYASHI N: Measurement methods for adhesion to dentine: the current status in Japan. *J Dent* 22: 67–72 (1994)
- WILLEMS G, LAMBRECHTS P, BRAEM M, VANHERLE G: Composite resins in the 21st century. *Quintessence Int* 24: 641–658 (1993)
- YU X Y, DAVIS E L, JOINT R B, WIECZKOWSKI G: Origination and progression of microleakage in a restoration with a smear layer-mediated dentinal bonding agent. *Quintessence Int* 23: 551–555 (1992)