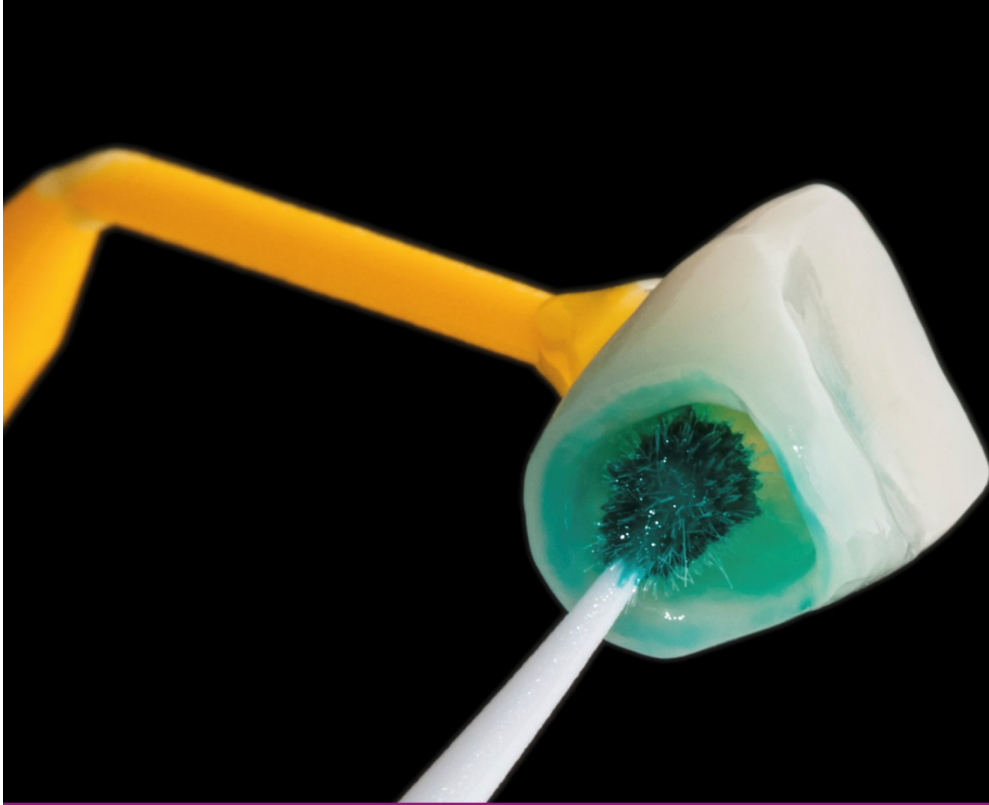


# Monobond<sup>®</sup> Etch & Prime

Der selbstätzende Glaskeramik-Primer



Wissenschaftliche  
Dokumentation



  
**ivoclar**  
**vivadent**<sup>®</sup>  
passion vision innovation

# Inhaltsverzeichnis

|       |   |    |
|-------|---|----|
| 1.    | Einleitung.....   | 2  |
| 1.1   | Erfolgsgeschichte der Glaskeramik.....  | 2  |
| 1.2   | Monobond-Produktfamilie .....   | 3  |
| 1.3   | Flusssäureätzung .....  | 4  |
| 1.4   | Monobond Etch & Prime .....   | 5  |
| 1.5   | Wirkmechanismus .....   | 7  |
| 2.    | Technische Daten für Monobond Etch & Prime.....                                       | 9  |
| 3.    | Materialtechnische und physikalische Untersuchungen .....                             | 10 |
| 3.1   | Haftung auf Restaurationsmaterialien .....  | 10 |
| 3.1.1 | Zughaftung auf unterschiedlichen Substraten.....                                      | 10 |
| 3.1.2 | Zughaftung verschiedener Adhäsive und Primer auf IPS e.max CAD .....                  | 12 |
| 3.1.3 | Scherhaftung verschiedener Adhäsive und Primer auf IPS e.max CAD .....                | 13 |
| 3.1.4 | Scherhaftung auf IPS e.max CAD .....  | 14 |
| 3.1.5 | FAZIT:.....   | 15 |
| 3.2   | Die Ätzwirkung von Monobond Etch & Prime im Vergleich zu Flusssäure-Ätzung .<br>..... | 15 |
| 3.2.1 | Elektronenmikroskopische Untersuchung.....  | 15 |
| 3.2.2 | Mechanische Eigenschaften (Biegefestigkeit) .....                                     | 17 |
| 3.3   | Kontaminationstoleranz .....  | 18 |
| 3.4   | Anwendertoleranz.....   | 19 |
| 4.    | Biokompatibilität.....  | 20 |
| 4.1   | Einleitung.....   | 20 |
| 4.2   | Zytotoxizität .....   | 20 |
| 4.3   | Genotoxizität.....  | 20 |
| 4.4   | Hautreizung und -schädigung .....   | 20 |
| 4.5   | Sensibilisierung.....   | 21 |
| 4.6   | Schlussfolgerungen: .....   | 21 |
| 4.7   | Toxikologische Daten.....   | 21 |
| 5.    | Referenzen .....  | 22 |

# 1. Einleitung

## 1.1 Erfolgsgeschichte der Glaskeramik

Seit der Einführung von IPS Empress in den 1990er Jahren ist die Glaskeramik zur erfolgreichen Alternative zu Amalgam sowie Metallinlays und –onlays bei restaurativen Behandlungen im Seitenzahnbereich geworden. Klinische Langzeitstudien belegen diesen Erfolg [1,2,3]. Dieses Ergebnis wurde jedoch nicht durch Zufall erreicht. Bei früheren Glaskeramik-Inlays, wie z. B. bei Dicor (Dentsply), traten nach der Eingliederung mit Glasionomercementen eine hohe Anzahl von Frakturen auf [4]. Durch die Einführung eines adhäsiven Befestigungsprotokolls konnte die Überlebensrate von IPS Empress und anderer Glaskeramikmaterialien massiv verbessert werden [5].



Abb. 1: Behandlung der Zähne Nr. 16 und 17 mit Amalgam



Abb. 2: Behandlung der Zähne Nr. 16 und 17 mit einem Glaskeramik-Onlay

Für die adhäsive Befestigung werden jeweils ein Befestigungscomposite und ein Adhäsiv benötigt, das mit dem Dentin und Schmelz eine Haftung aufbaut. Die Anwendung besteht entweder mit der Etch & Rinse Technik mit Phosphorsäure oder mit einem selbstätzenden Adhäsiv. Der Verbund zur Glaskeramik-Oberfläche wird durch Ätzen und Silanisieren erzielt. Durch Flusssäureätzung kann auf der Oberfläche der Glaskeramik ein mikroretentives Ätzmuster erzeugt werden, da die volumige Glasphase empfänglicher auf die Säure reagiert als die Kristallphase. In der Folge entsteht eine raue Oberfläche.

In einem zweiten Schritt wird mittels Silanisierung ein chemischer Verbund geschaffen. Im Allgemeinen kommt dabei ein funktionelles Methacrylat mit einer Trimethoxysilan-Endgruppe zum Einsatz.

Dieses Verfahren erlaubt

- eine optimale Versiegelung der Grenzfläche zwischen Schmelz und Dentin
- einen starken Verbund zur Restauration
- eine hohe Festigkeit des Zements und dadurch eine Verringerung der Zugbelastung innerhalb der Keramikstruktur

Adhäsiv befestigte Keramikinlays und –onlays im Seitenzahnbereich bieten eine Anzahl von Vorteilen gegenüber anderen Restaurationsalternativen wie z.B. Amalgam, Glasionomercement oder Composite.

- Keramik ist als ein bioinertes Material bekannt.
- Keramik ist weniger anfällig auf Verschleiss und Verfärbung.
- Dank seiner Steifheit und schmelzähnlichen Härte weist Keramik eine gute Adaption an die bestehenden Zahnwände auf.

## 1.2 Monobond-Produktfamilie

Die Haftung von Composite an Glaskeramik erfolgt mittels Silanisierung. Als Wirkstoff dient dabei Silanmethacrylat, das einen starken chemischen Verbund mit der Silikatoberfläche bildet (siehe Abb. 2). Die restliche Methacrylatgruppe reagiert mit der Compositematrix während der Aushärtung. Zusätzlich zum chemischen Verbund wird durch die Silanisierung auch die Benetzbarkeit der hydrophilen Keramikoberfläche verbessert, was die Adaption des organischen Composites erleichtert.

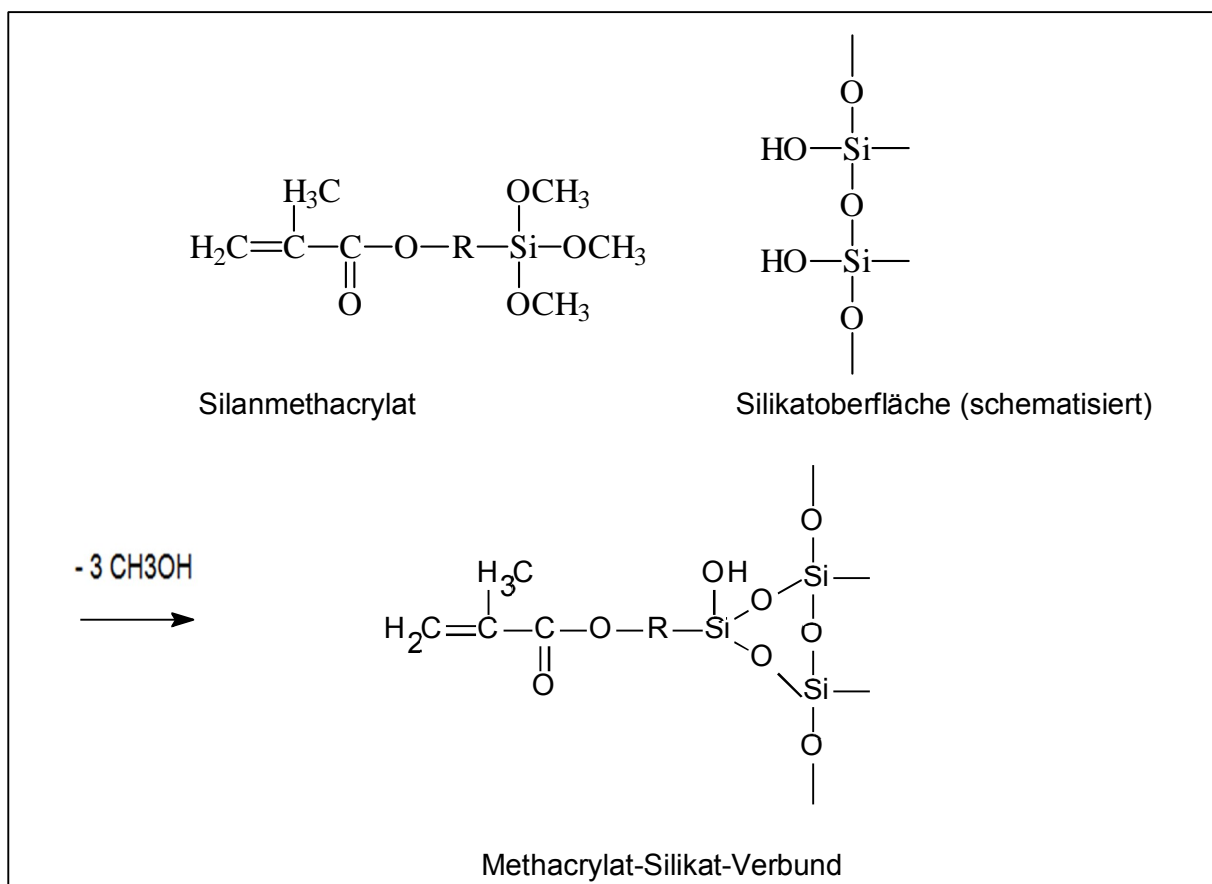


Abb. 3: Schematische Darstellung des Silanisierungsmechanismus

Ivoclar Vivadent führte im Jahr 1991 den Haftvermittler Monobond S als ein Silanisierungsmittel auf der Grundlage von Trimethoxypropylmethacrylat und Lösungsmittel auf dem Markt ein. Die klinische Wirksamkeit dieses Materials wurde in einer Anzahl von Untersuchungen nachgewiesen [1] und in Kombination mit Variolink II oder Dual Cement trug es zum Erfolg von glaskeramischen Restaurationen bei.

Im Jahr 2009 wurde Monobond Plus eingeführt. Monobond Plus eignet sich zur Konditionierung unterschiedlicher restaurativer Materialien. Es enthält neben Silan noch Phosphorsäuremethacrylat und ein Disulfid-Methacrylat in einer Flasche. Die Wirksamkeit dieses Haftvermittlers wurde in mehreren Studien belegt [6].



### 1.3 Flusssäureätzung

Die Kombination von Silanisierung und Flusssäureätzung führte auf glaskeramischen Oberflächen zum wirksamsten Verbund zwischen Befestigungscomposite und Glaskeramik [7]. Durch das Anätzen mit verdünnter Flusssäure wird ein mikroretentives Ätzmuster geschaffen, indem die in der Glasphase enthaltenen Siliziumionen herausgelöst werden. Silizium hat eine grosse chemische Affinität zu Fluoridionen. Die dabei entstandenen Siliziumfluoridverbindungen sind wasserlöslich und können schnell mit Wasser abgespült werden. Das Glaskeramikätzen mit Flusssäure ist ein bewährtes Verfahren, das häufig von Zahntechnikern im Dentallabor angewendet wird. Aber auch in der Zahnarztpraxis ist diese Technik bekannt.

Leider handelt es sich bei der Flusssäure jedoch um ein starkes Gift – auch in verdünntem Zustand [8]. Flusssäure ist eine schwache Säure und kann auf der Haut zu Verätzungen führen. Nachdem die Flusssäure von der Haut aufgenommen worden ist, dringt sie schnell in tiefere Gewebeschichten vor und setzt dabei leicht dissoziierbare Fluoridanionen frei. Fluorid ist aufgrund der hohen Reaktivität sehr giftig. Es reagiert mit dem Calcium und Magnesium der Zellen und bildet dabei wasserunlösliche Salze. Dadurch kann es zum Zelltod und zu Nekrosen kommen. Hautkontakt mit Flusssäure (auch in verdünnter Lösung) kann zu schmerzhaften Verätzungen führen, die nur sehr langsam abheilen. Latente Schäden treten ebenfalls auf, da die Fluoridionen durch alle Schichten der Epidermis, der Dermis und durch tiefere subkutane Gewebeschichten dringen können und durch Decalcifizierung am darunterliegenden Knochen schwere Schädigungen, Nekrosen und Läsionen verursachen können.

Das hohe toxische Potential ist der Grund, wieso in einigen Ländern die Anwendung von Keramikätzgelen verboten ist. Eine weniger risikoreiche aber ebenso effiziente Alternative wäre daher für den Anwender von grossem Nutzen.

#### 1.4 Monobond Etch & Prime



Monobond Etch & Prime ist ein Einkomponenten-Keramikprimer, der Glaskeramik-Oberflächen in einem Arbeitsgang ätzt und silanisiert. Es enthält Trimethoxypropylmethacrylat für die Silanisierung und ein neues Polyfluorid für den Ätzzvorgang. Durch das Ätzen wird die Oberfläche aufgeraut. Diese Aufrauung ist zwar weniger ausgeprägt als bei der Ätzung mit einem HF-Gel, vermittelt jedoch einen genauso effizienten Haftverbund. Die darauffolgende Silanisierungsreaktion ist ähnlich wie bei Monobond S oder Monobond Plus. Die Wirksamkeit von Monobond Etch & Prime wurde in einer Anzahl von internen und externen Haftfestigkeitstesten belegt (siehe Kapitel 3).

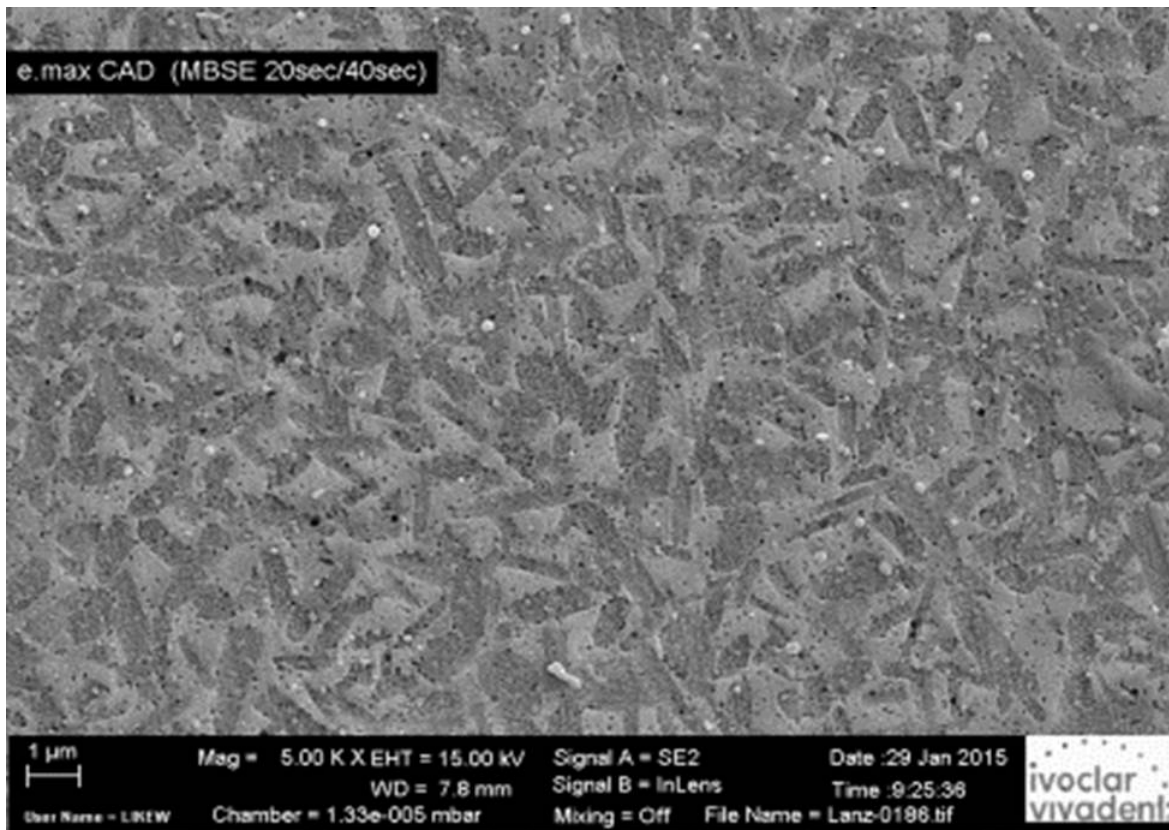


Abb. 4: REM-Aufnahme des Ätzmusters von IPS e.max Press nach der Behandlung mit Monobond Etch & Prime. F&E Ivoclar Vivadent AG, Schaan, FL

Mit Monobond Etch & Prime erfolgt die Vorbehandlung glaskeramischer Oberflächen für die adhäsive Befestigung rascher, da weniger Arbeitsschritte notwendig sind. Zudem ist die Anwendung durch die Vermeidung von Flusssäure weniger gefährlich. Monobond Etch & Prime hat zwar eine ätzende Wirkung, aber mit einem in einem XTT-Test gemessenen  $XTT_{50}$ -Wert von 1970.1  $\mu\text{g/ml}$  weist es eine geringere Zytotoxizität auf als viele allgemein akzeptierte zahnmedizinische Produkte. Das Gesundheitsrisiko für den Anwender ist auf akzeptablem Niveau.

Wegen der mildereren Wirkung besteht keine Beschädigungsgefahr für Sanitärkeramiken. Eine Neutralisierung vor der Entsorgung ist nicht notwendig. Monobond Etch & Prime ist bei Raumtemperatur stabil.

## 1.5 Wirkmechanismus

Das Anwendungsverfahren von Monobond Etch & Prime ist an dessen Reaktionsmechanismus geknüpft:

Monobond Etch& Prime mit einem Microbrush auf die Klebefläche auftragen und 20 Sekunden einreiben.

- Entfernung von Speichel und Silikonverunreinigungen durch Monobond Etch & Prime

Monobond Etch & Prime für eine ausreichende Wirkung weitere 40 Sekunden auf der Oberfläche belassen.

- Ammoniumpolyfluorid reagiert mit der gereinigten keramischen Oberfläche und erzeugt dabei ein raues Ätzmuster.
- Durch die auf diese Weise geschaffene vergrößerte Oberfläche findet eine Aktivierung der keramischen Fügefläche statt.

Monobond Etch & Prime gründlich mit Wasser abspülen und danach mit Luftstrom während weiteren 10 Sekunden trocknen.

- Entfernung des Polyfluorids und der mit der Keramik gebildeten Reaktionsprodukte
- Die Reaktion zwischen dem Silan und der aktivierten Glaskeramik beginnt.
- Eine chemisch gebundene dünne Schicht aus Silan bleibt zurück.

Die Zusammensetzung von Monobond Etch & Prime ist durch dessen Anwendungszweck bestimmt (Tabelle 1).

| Zweck           | Inhaltsstoff  |
|-----------------|---|
| Ätzen           | Ammoniumpolyfluorid                                   |
| Silanisierung   | Silansystem auf Basis von Trimethoxypropylmethacrylat |
| Handhabung      | Lösungsmittel: Alkohole und Wasser                    |
| Sichtbarmachung | Lebensmittelfarbstoff: Fast Green                     |

Tabelle 1: Zusammensetzung von Monobond Etch & Prime



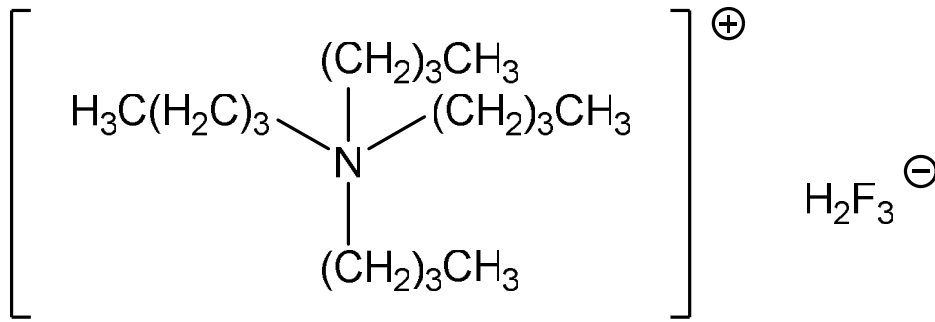


Abb. 5: Strukturformel von Ammoniumpolyfluorid

Aufgrund der hohen chemischen Affinität zwischen Silizium und Fluorid reagiert Ammoniumpolyfluorid mit dem Silizium der Glaskeramik, ohne dass dabei HF freigesetzt wird. Mittels  $^{19}\text{F}$ -NMR-Spektroskopie konnte die Abwesenheit von HF bestätigt werden (siehe Abb. 6).

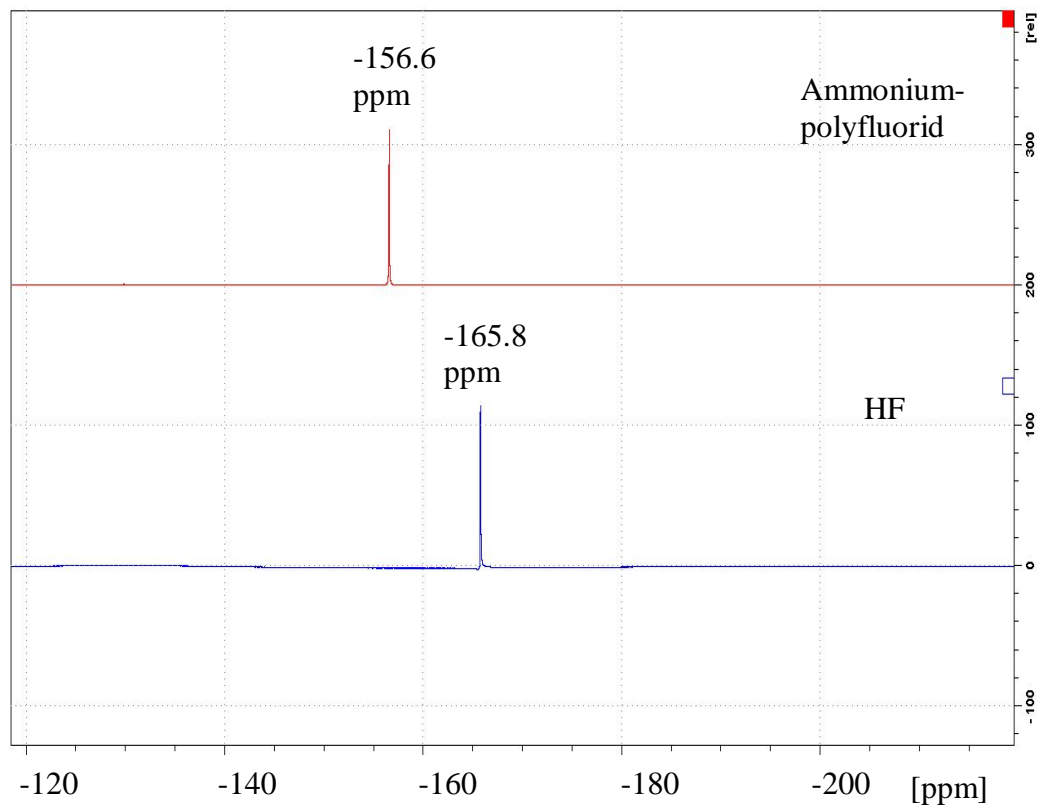


Abb. 6:  $^{19}\text{F}$ -NMR-Spektrum von Ammoniumpolyfluorid und HF ( $\text{D}_2\text{O}/\text{EtOD}$ ). F&E Ivoclar Vivadent AG, Schaan, FL

Die verbleibende Flüssigkeit wird nach der extraoralen Applikation gründlich abgewaschen. Nach dem Trocknen verbleibt eine dünne Silanschicht in molekularem Massstab auf der Klebefläche (siehe Abb. 3), die beim Aushärten über die Methacrylatgruppe mit dem Befestigungscomposite reagiert.

## 2. Technische Daten für Monobond Etch & Prime

|                       |                                  |
|-----------------------|----------------------------------|
| Produkt               | Produktkategorie                 |
| Monobond Etch & Prime | Primer für Silikatglas-Keramiken |

| Funktion | Wirkstoff/Bestandteil | Gewicht |
|----------|-----------------------|---------|
|----------|-----------------------|---------|

|               |                     |         |
|---------------|---------------------|---------|
| Ätzmittel     | Ammoniumpolyfluorid | 15 - 25 |
| Silan         | Silanmethacrylat    |         |
| Lösungsmittel | Alkohol und Wasser  | 75 - 85 |
| Pigmente      | Farbstoff           | < 1     |

| Eigenschaften <sup>1</sup> | Messgrösse | Spezifikation | Beispielwert    |
|----------------------------|------------|---------------|-----------------|
| Verbundstärke <sup>2</sup> | MPa        | ≥ 20          | 49 <sup>3</sup> |

<sup>1</sup> Physikalische Eigenschaften

<sup>2</sup> Zugfestigkeit (24 h), lichtgehärtet, mit dualhärtendem, zahnärztlichem Befestigungscomposite

<sup>3</sup> IPS e.max CAD, Multilink Automix

### 3. Materialtechnische und physikalische Untersuchungen

#### 3.1 Haftung auf Restaurationsmaterialien

Als Haftvermittler muss Monobond Etch & Prime einen starken und beständigen Haftverbund zwischen Restaurationsmaterial (Keramik) und Befestigungscomposite schaffen. Deshalb wurde die Haftung von Monobond Etch & Prime in unterschiedlichen Materialkombinationen und Testbedingungen ausführlich getestet.

Die Haftung wird mittels verschiedener Testaufbauten gemessen, häufig werden Scherhaftung (SBS) und Zugfestigkeit (TBS) gemessen. In Scherhaftungstests wird die Belastung parallel zur Verbundfläche ausgeübt, während in Zugfestigkeitstests die Belastung rechtwinklig zur Verbundfläche ausgeübt wird.

Zugfestigkeitsmessungen sollten geringere Streuungen als Scherhaftmessungen aufweisen, da sie weniger von der Oberflächenstruktur des Materials abhängig sind. Auf einen präparierten flachen, retentionsfreien Substratblock (z.B. Restaurationsmaterial) wird Befestigungsmaterial nach Vorgabe aufgetragen und ein Block mit vorher definierter Grösse adhäsiv befestigt. Mittels einer entsprechenden Universalprüfmaschine wird dann die Zugfestigkeit ermittelt.

Da die Testergebnisse sehr von dem Testaufbau und der Testmethode (z.B. dem Durchmesser der Prüfkörper) abhängen, können die Ergebnisse unterschiedlicher Testserien nur eingeschränkt miteinander verglichen werden [9, 10].

Die unten stehende Abbildung zeigt den typischen Aufbau eines Zughaftungsprüfkörpers für Befestigungsmaterialien.

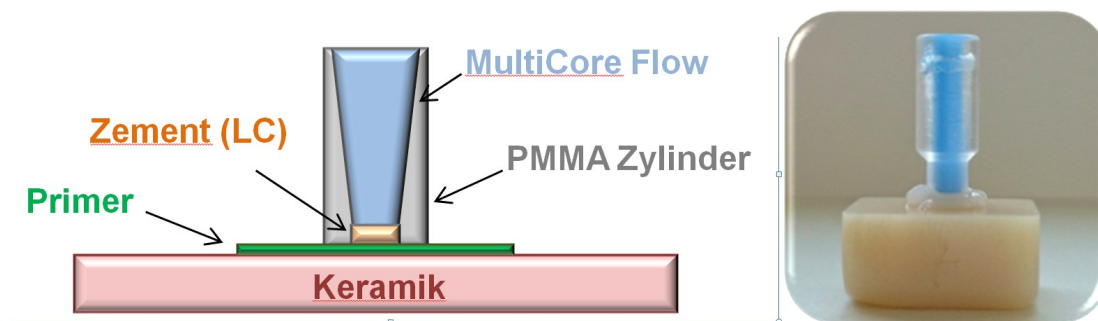


Abb. 7: Prüfkörper für Zughaftungstests.

##### 3.1.1 Zughaftung auf unterschiedlichen Substraten

F&E Ivoclar Vivadent AG, Schaan, FL

Der Haftverbund von Monobond Etch & Prime wurde auf verschiedenen Keramiksubstraten untersucht. Als Referenz dienten Prüfkörper, die mit Flusssäure geätzt und mit Monobond Plus silanisiert wurden.

Dazu wurden Keramikprüfkörper aus Lithiumdisilikat (IPS e.max CAD, IVAG), Leuzit (IPS Empress CAD, IVAG), Lithiummetasilikat (Celtra, Dentsply), Feldspat (Mark II, Vita) gemäss Gebrauchsinformation mit 5%igem Flusssäure-Gel (IPS Ceramic Etching Gel) und Monobond Plus bzw. mit Monobond Etch & Prime behandelt und anschliessend mit Variolink

Esthetic mit einem Zylinder aus Multicore Flow verklebt (siehe Abb. 7). Im Gegensatz zur Flusssäureätzung war die Einwirkzeit von Monobond Etch & Prime auf allen Keramiken identisch (20s einreiben, 40s einwirken).

Ein Teil der Prüfkörper wurde durch Thermowechselbelastungen (10'000 Zyklen zwischen 5 und 55°C) künstlich gealtert um die Alterungsbeständigkeit der Klebeverbindung zu simulieren. Mit einer Universal-Prüfmaschine (Z010, Zwick-Roell) wurde dann die Zughaftung bestimmt.

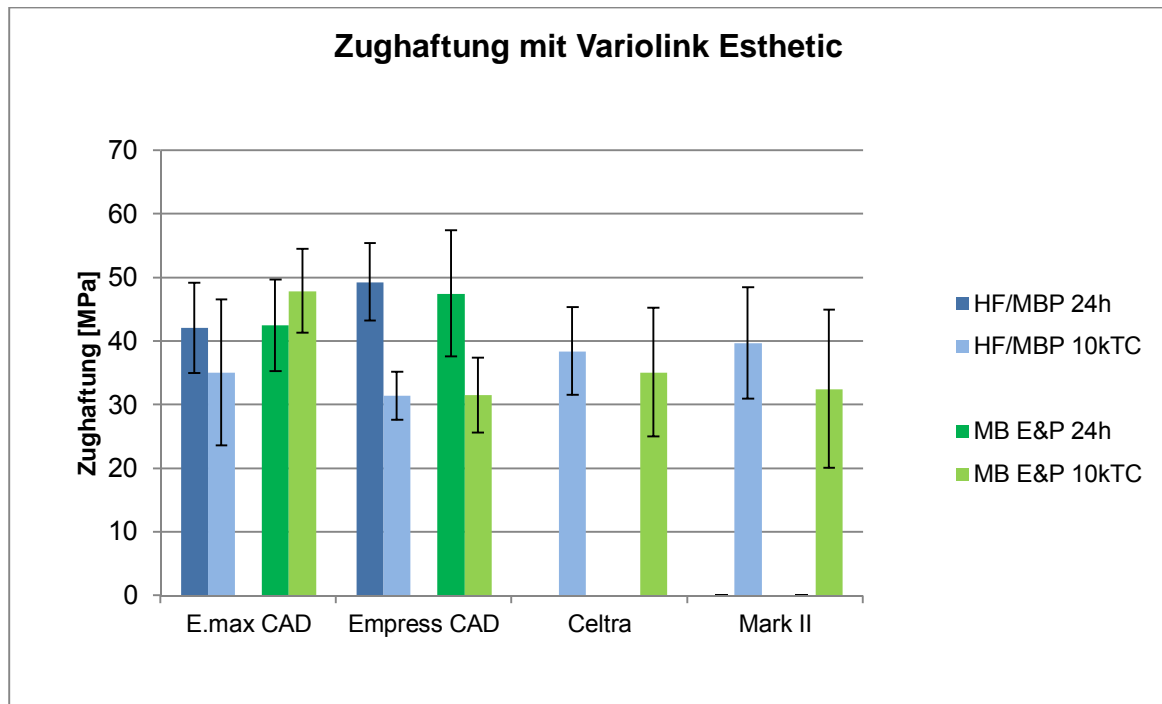


Abb. 8: Zughaftung von Monobond Etch & Prime ( MB E&P) im Vergleich zu Monobond Plus (MBP) mit Flusssäure-Ätzung (HF) in Kombination mit Variolink Esthetic auf unterschiedlichen Restaurationsmaterialien. Die Prüfkörper wurden entweder nach 24 Stunden Wasserlagerung (24h) oder nach 10'000 Thermowechselbelastungen zwischen 5 und 55°C (10k TC) getestet.

Analog wurde Monobond Etch & Prime in Kombination mit Multilink Automix auf IPS e.max CAD und IPS Empress CAD getestet. Auch in diesen Materialkombinationen zeigte Monobond Etch & Prime eine vergleichbar hohe Zughaftung wie das etablierte System aus Flusssäureätzung und Monobond Plus.

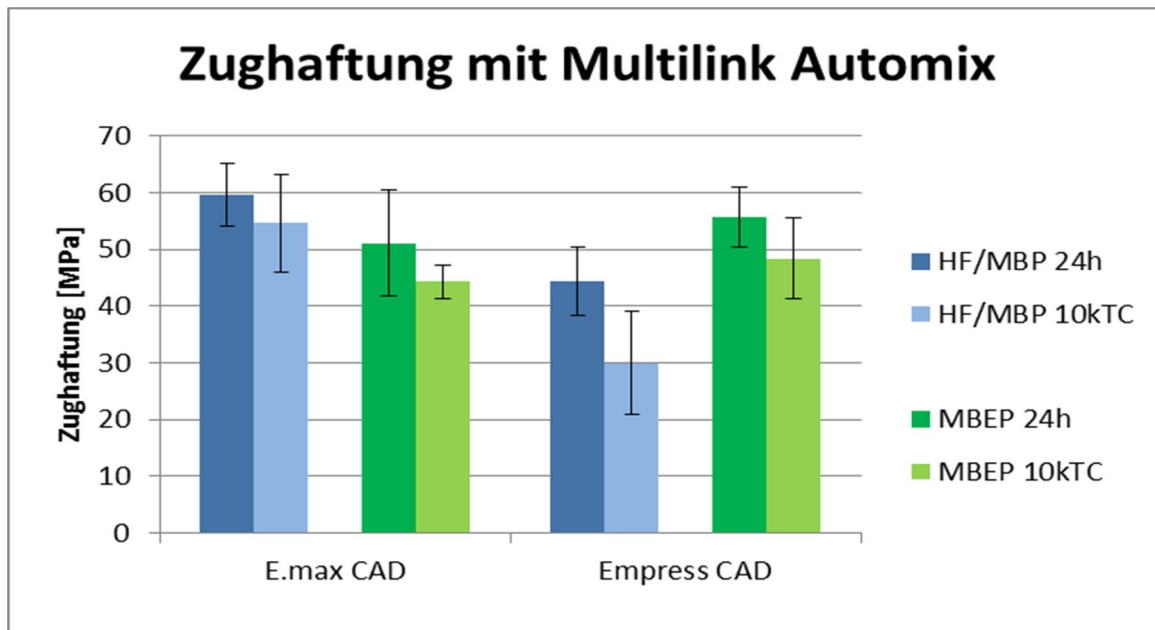


Abb. 9: Zughaftung von Monobond Etch & Prime (MBEP) im Vergleich zu Monobond Plus (MBP) mit Flußsäure-Ätzung (HF) in Kombination mit Multilink Automix auf unterschiedlichen Restaurationsmaterialien. Die Prüfkörper wurden entweder nach 24 Stunden Wasserlagerung (24h) oder nach 10'000 Thermowechselbelastungen zwischen 5 und 55°C (10k TC) getestet.

**FAZIT:** Monobond Etch & Prime erreicht auf unterschiedlichen Keramiken eine gleich hohe alterungsbeständige Haftung wie Monobond Plus nach Flußsäureätzung.

### 3.1.2 Zughaftung verschiedener Adhäsive und Primer auf IPS e.max CAD

F&E Ivoclar Vivadent AG, Schaan, FL

Einige Hersteller postulieren für ihre Universaladhäsive, dass sie nicht nur auf Zahnhartsubstanz sondern auch auf Restaurationsmaterial einen ausreichenden Verbund schaffen und sich daher auch als Haftvermittler auf Keramiken nach Flußsäureätzung eignen. Die Haftung der Kombination aus Adhäsiv / Primer und Befestigungscomposite wurde für folgende Produkte untersucht:

| Hersteller       |         | Primer / Adhäsiv      | Befestigungscomposite |
|------------------|---------|-----------------------|-----------------------|
| 3M ESPE          | HF      | Scotchbond Universal  | RelyX Ultimate        |
| Kerr             | HF      | Optibond XTR          | Nexus NX-3            |
| BISCO            | HF      | Allbond Universal     | Duolink               |
| Ivoclar Vivadent | HF      | Monobond Plus         | Variolink Esthetic DC |
|                  | Kein HF | Monobond Etch & Prime |                       |

Tabelle 2

Folgende Ergebnisse wurden für die Zughaftmessung auf sandgestrahltem bzw. sandgestrahltem & anodisiertem Titan nach 24h bzw. 10k TC gemessen.

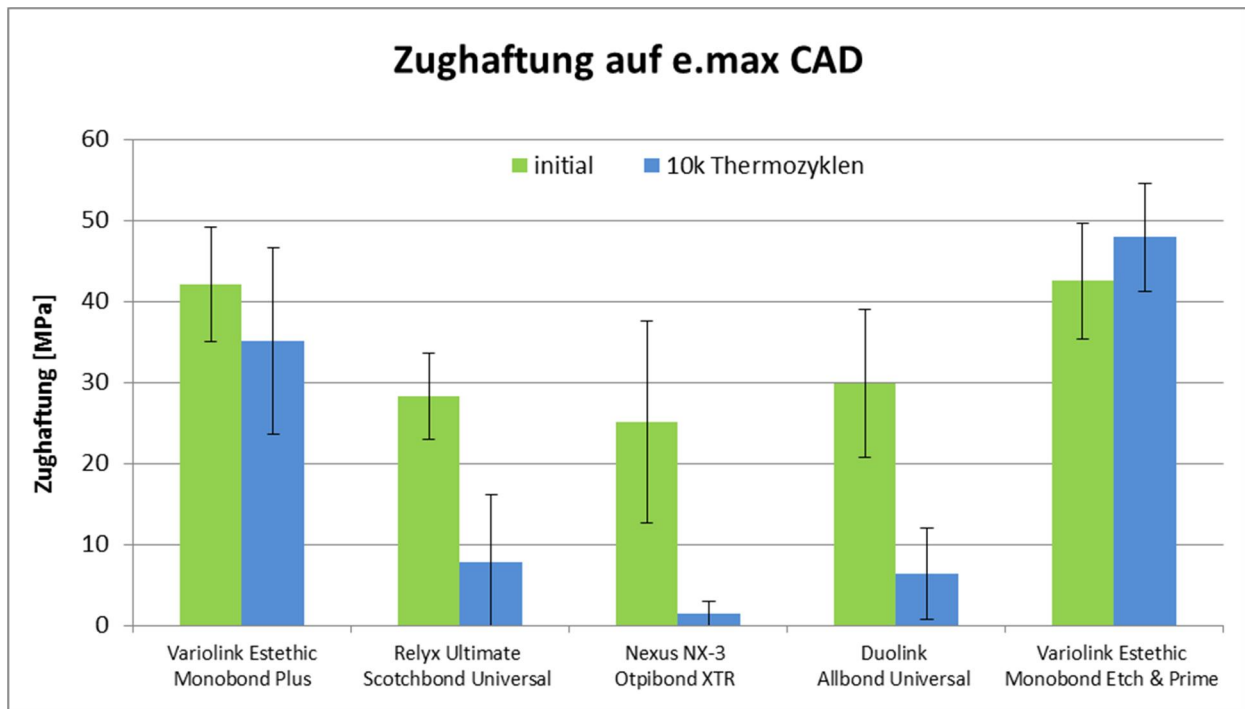


Abb. 10: Zughaftung unterschiedlicher Primer und Adhäsive auf IPS e.max CAD.

\* RU/SBU, DL/ABU: jeweils 1 debond (mit 0 MPa in Mittelwert eingerechnet)

\*\* NX3/OBX: 2 debonds (jeweils mit 0 MPa in Mittelwert eingerechnet)

**Fazit:** Die Untersuchung zeigte, dass der Keramikprimer Monobond Etch & Prime einen vergleichbar starken und beständigen Haftverbund auf Glaskeramik schafft wie Monobond Plus nach Flusssäureätzung. Der Verbund der Universaladhäsive war dagegen deutlich weniger beständig; bei einigen Prüfkörper versagte der Verbund spontan während der Thermowechselbelastung.

### 3.1.3 Scherhaftung verschiedener Adhäsive und Primer auf IPS e.max CAD

F&E Ivoclar Vivadent AG, Schaan, FL

Analog zur Untersuchung der Zughaftung in Kapitel 3.1.2 wurde auch die Scherhaftung im Vergleich zu anderen Systemen untersucht. Folgende Primer und Befestigungscomposites wurden getestet:

| Hersteller       |         | Primer / Adhäsiv      | Befestigungscomposite |
|------------------|---------|-----------------------|-----------------------|
| 3M ESPE          | HF      | Scotchbond Universal  | RelyX Ultimate        |
| Kerr             | HF      | Optibond XTR          | Nexus NX-3            |
| BISCO            | HF      | Allbond Universal     | Duolink               |
| Ivoclar Vivadent | HF      | Monobond Plus         | Multilink Automix     |
|                  | Kein HF | Monobond Etch & Prime |                       |

Tabelle 3

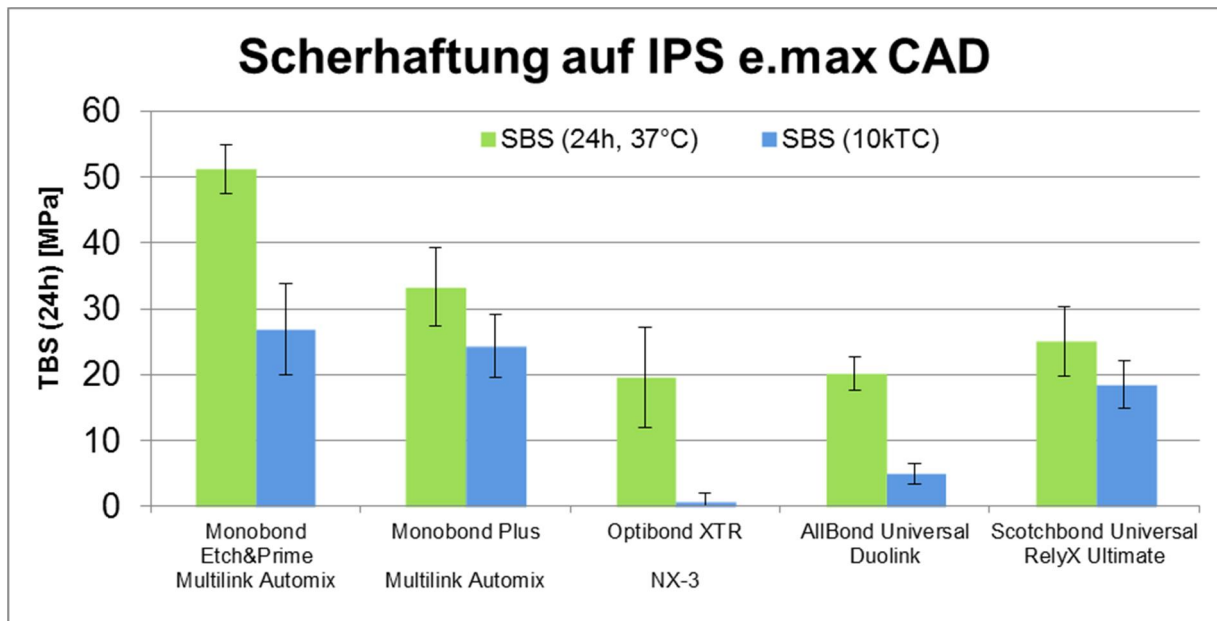


Abb. 11: Vergleich der Scherhaftung von Monobond Etch & Prime und Monobond Plus (HF) mit Universaladhäsiven auf IPS e.max CAD.

Bei der Scherhaftung zeigte sich ein ähnliches Bild wie bei der Zughaftung: die höchsten und beständigsten Haftwerte wurden mit Monobond Plus bzw. Monobond Etch & Prime erreicht. Bei Universaladhäsiven – bis auf Scotchbond Universal – war der Haftverbund nicht beständig gegen Thermowechselbelastungen.

#### 3.1.4 Scherhaftung auf IPS e.max CAD

M. Irie, Universität Okayama, Japan

Die Scherhaftung von Monobond Etch & Prime auf IPS e.max CAD wurde auch von Prof. Irie an der Universität Okayama untersucht. Die Haftwerte wurden mit 3,6-mm-Prüfkörpern gemäss ISO TR 11405: 2003 ermittelt (Munksgaard 1985; Irie 2010). Aus diesem Grund können die Ergebnisse nicht direkt mit anderen Scherhaftungswerten, die mit anderen Methoden ermittelt wurden, verglichen werden.

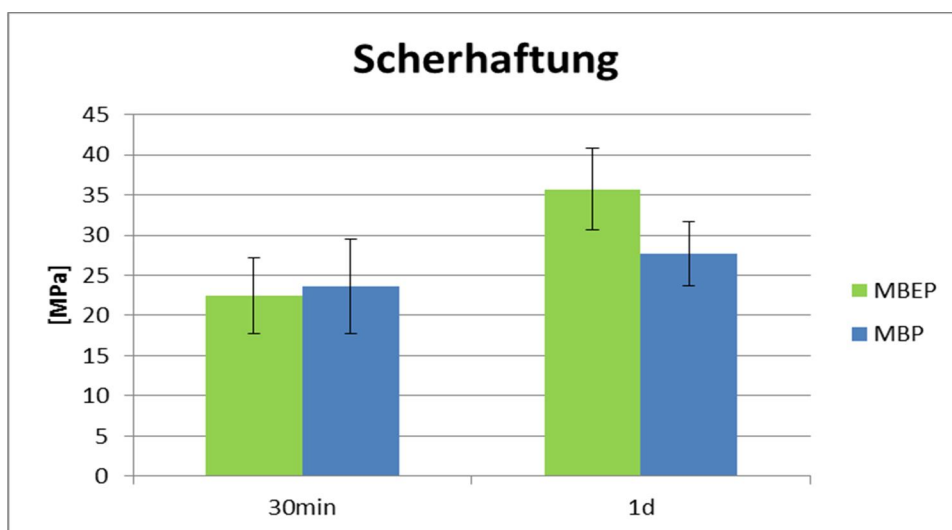


Abb. 12: Scherhaftung von Monobond Etch & Prime (MBEP) und Monobond Plus (MBP) auf IPS e.max CAD.

Auch in dieser Untersuchung zeigte sich, dass Monobond Etch & Prime und Monobond Plus sowohl initial nach 30min als auch nach 24 Stunden vergleichbar hohe Haftwerte auf IPS e.max CAD erreichen.

### 3.1.5 FAZIT:

Zughaft- und Scherhaftuntersuchungen zeigen deutlich, dass für einen alterungsbeständigen Verbund zu Glaskeramik spezielle Primer deutlich besser geeignet sind als Universaladhäsive.

## 3.2 Die Ätzwirkung von Monobond Etch & Prime im Vergleich zu Flusssäure-Ätzung

Monobond Etch & Prime ersetzt zwei herkömmliche Verfahren zur Keramikconditionierung in einem Schritt: das Ätzen mit verdünnter Flusssäure (1) und das Primieren mit Monobond Plus (2). Die Ätzung der Keramik sorgt dabei für eine vergrößerte mikroretentive Oberfläche. Unterschiedliche Keramiken erfordern unterschiedliche Einwirkzeiten von Flusssäure um eine gute Oberflächenstruktur zu erzielen, für Monobond Etch & Prime hingegen ist die Anwendung auf allen Keramiken gleich: 20s einmassieren und 40s einwirken lassen.

### 3.2.1 Elektronenmikroskopische Untersuchung

F&E Ivoclar Vivadent AG, Schaan, FL

Mittels rasterelektronenmikroskopischer Untersuchung wurde die Ätzwirkungen von Monobond Etch & Prime und Flusssäure direkt verglichen. Dazu wurden plangeschliffene Keramikprüfkörper aus Lithium Disilikat (IPS e.max CAD, IVAG), Leuzit (IPS Empress CAD, IVAG), Lithium Metasilikat (Celtra, Dentsply), Feldspat (Mark II, Vita) gemäss Gebrauchsinformation mit IPS Ceramic Etch Gel bzw. Monobond Etch & Prime behandelt und dann mit Wasser abgespült. Die Proben wurden zusätzlich mit Alkohol abgespült und im Ultraschallbad gereinigt. Anschliessend wurden die Oberflächen im Rasterelektronenmikroskop (REM) analysiert.

Die verwendeten Keramiken und Behandlungen sind in Tabelle 4 beschrieben:

| Keramik         | IPS Ceramic Ätzgel         | MonobondEtch&Prime  |
|-----------------|----------------------------|---|
| IPS e.max CAD   | 20s<br>abspülen mit Wasser | 20s einmassieren,<br>40s einwirken lassen<br>abspülen mit Wasser<br>trockenblasen |
| IPS Empress CAD | 60s<br>abspülen mit Wasser |   |
| Celtra          | 30s<br>abspülen mit Wasser |   |
| Mark II         | 60s<br>abspülen mit Wasser |   |

Tabelle 4



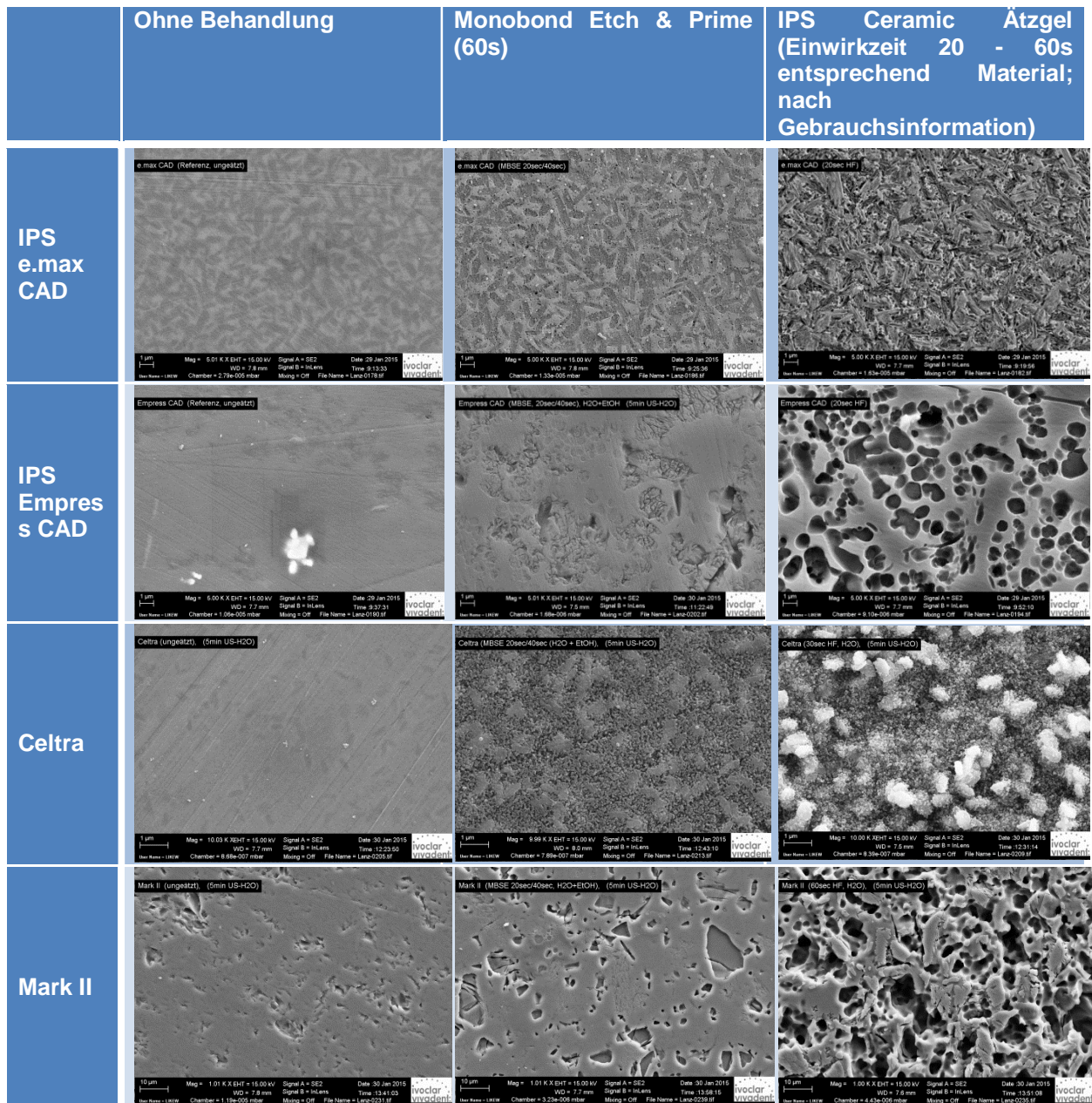


Abb. 13: REM-Aufnahmen von Glaskeramiken nach der Behandlung mit Flusssäure bzw. Monobond Etch&Prime

Monobond Etch & Prime erzeugte ein deutliches Ätzmuster auf allen untersuchten Keramiken, die Ätzwirkung war allerdings deutlich geringer als bei Flusssäure-Ätzung. Die geringere Ätzwirkung von Monobond Etch & Prime genügt allerdings um eine ausreichende Mikroretention für einen zuverlässigen Haftverbund zu schaffen, wie die Haftwert-Untersuchungen (siehe Abschnitt 3.1) zeigen.

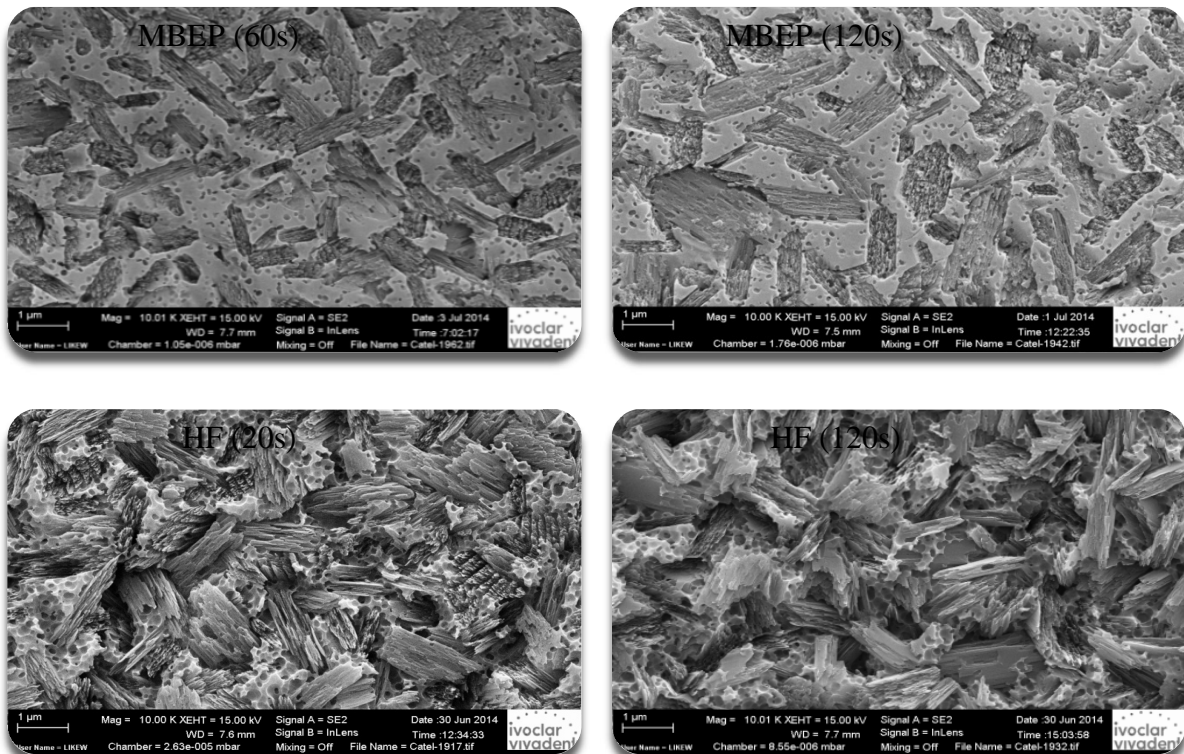


Abb. 14: REM-Aufnahmen der IPS e.max CAD Oberflächen nach unterschiedlichen Einwirkzeiten von 5% Flußsäure (HF) und Monobond Etch & Prime (MBEP)

Die elektronenmikroskopische Untersuchung zeigte deutlich, dass auch bei verlängerter Einwirkzeit (120 s) Monobond Etch & Prime die Keramikoberfläche nicht überätzt. Bei 120 s Einwirkzeit ätzt 5%ige Flußsäure die Keramik deutlich stärker als nach der empfohlenen Einwirkzeit (20s).

### 3.2.2 Mechanische Eigenschaften (Biegefestigkeit)

F&E Ivoclar Vivadent AG, Schaan, FL

Die Biegefestigkeit einer Keramik kann durch Ätzen geschwächt werden. Deshalb wurde der Einfluss von Monobond Etch & Prime und Flußsäure-Ätzung auf die Biegefestigkeit von IPS e.max CAD untersucht.

Die Keramik-Prüfkörper wurden entweder 20s mit Ceramic Etch Gel geätzt oder 60s mit Monobond Etch & Prime behandelt. Als Referenz diente unbehandelte Keramik.

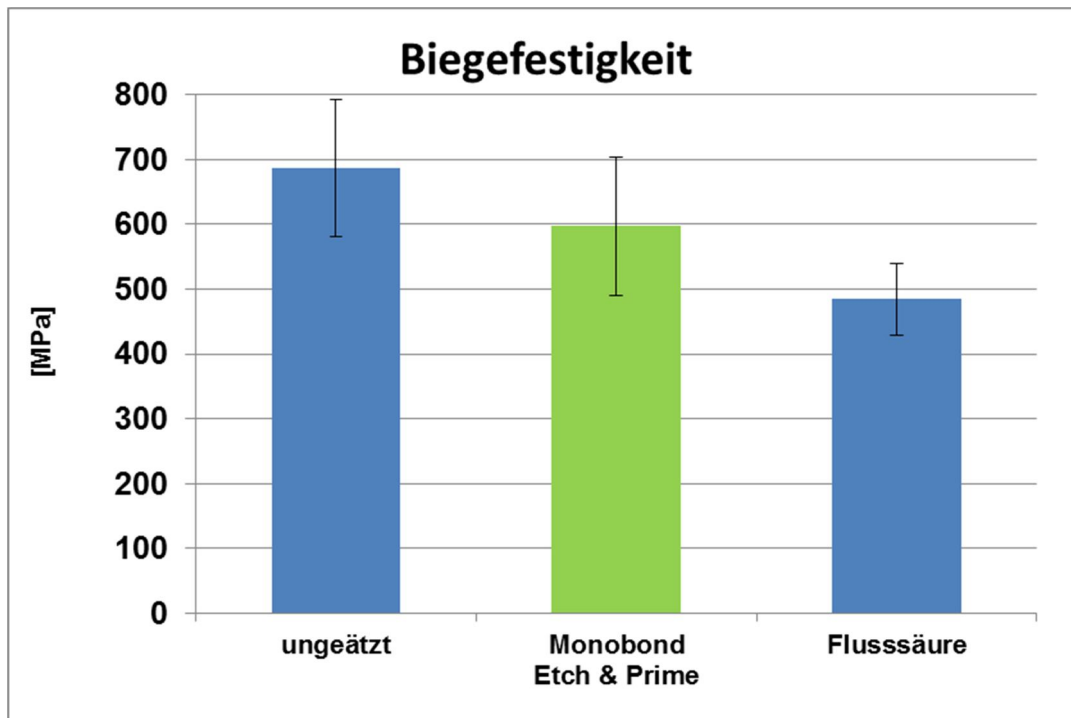


Abb. 15: Biegefestigkeit IPS e.max CAD unbehandelt sowie nach Behandlung mit Monobond Etch&Prime, Flusssäure oder Flusssäure und Monobond Etch & Prime

Die Biegefestigkeit von IPS e.max CAD wird durch Monobond Etch & Prime nur unwesentlich beeinflusst und unterscheidet sich nicht signifikant von der unbehandelten Referenz.

Die Schwächung der Keramik durch das Ätzen ist allerdings gering; Untersuchungen haben gezeigt, dass nach der Applikation von Composite wieder das ursprüngliche Niveau erreicht wird [13].

### 3.3 Kontaminationstoleranz

F&E Ivoclar Vivadent AG, Schaan, FL

Bei der Einprobe einer Keramikrestauration ("Try-In") kommt es häufig zu einer Kontamination mit Speichel, die nicht immer vollständig entfernt wird. Des Weiteren kann bei der Passungskontrolle („fit-check“) die Keramikoberfläche mit silikonhaltigem Material verunreinigt werden. Die dabei zurückbleibenden Silikonrückstände sind schwer zu entfernen und können den Haftverbund vermindern. Daher ist es wichtig, dass Monobond Etch & Prime auch nach Kontamination mit Speichel oder silikonhaltigem Material einen guten Haftverbund erreicht.

Um die Toleranz gegenüber Speichelkontaminationen zu testen, wurden die IPS e.max CAD Prüfkörper vor der Applikation von Monobond Etch & Prime mit frisch gesammeltem Humanspeichel verunreinigt und mit Wasser abgespült.

Um die Toleranz von Monobond Etch & Prime gegen die Silikonrückstände sicherzustellen, wurde die Keramik mit Virtual Extra Light Body für 7.5 Minuten kontaktiert und anschliessend

das Abformmaterial entfernt. Es wurde vor der Applikation von Monobond Etch & Prime kein weiterer Reinigungsschritt durchgeführt.

Anschliessend wurden die Prüfkörper mit Monobond Etch & Prime gemäss Gebrauchsinformation behandelt und mit Variolink Esthetic DC verklebt.

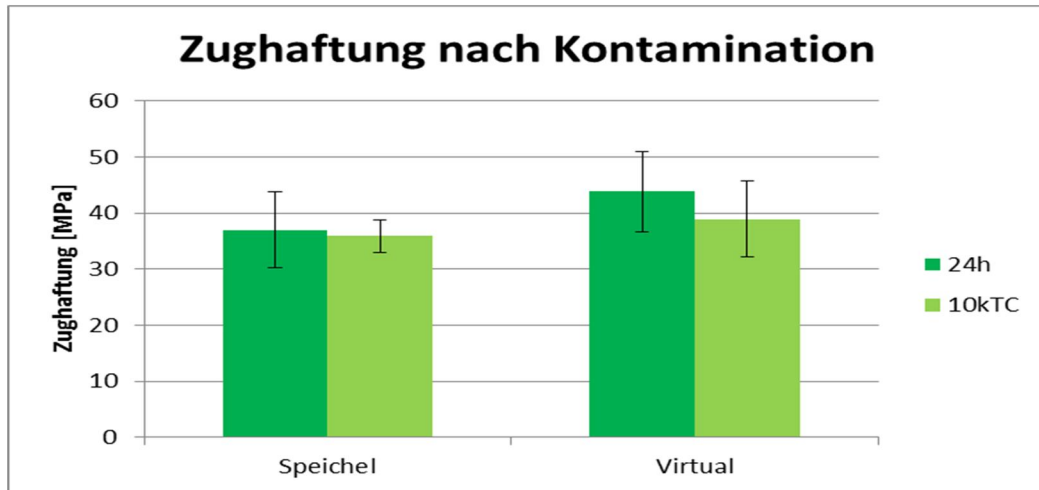


Abb. 16: Zughaftung von Monobond Etch & Prime / Variolink Esthetic auf IPS e.max CAD nach Kontamination mit Speichel bzw. Virtual Extra Light Body

Die Ergebnisse zeigen, dass der Haftverbund von Monobond Etch & Prime tolerant gegenüber den klinisch zu erwartenden Kontaminationen im Behandlungsablauf ist.

### 3.4 Anwendertoleranz

F&E Ivoclar Vivadent AG, Schaan, FL

Um bei mehrgliedrigen Restaurationen einen vereinfachten Arbeitsablauf zu ermöglichen, sollte die Überschreitung der Einwirkzeit von Monobond Etch & Prime keine Verschlechterung der Haftung von zur Folge haben. Ebenso sollte es möglich sein, die Restauration schon einige Zeit vor der Eingliederung vorzubehandeln. Deshalb wurde die Zugfestigkeit nach verlängerter Applikationszeit (2 Minuten) sowie nach 2-wöchiger Lagerung der mit Monobond Etch & Prime vorbehandelten Keramik untersucht.

| Substrat      | Protokoll                   | Zughaftwert [MPa] |
|---------------|-----------------------------|-------------------|
| IPS e.max CAD | 2 Minuten Applikationsdauer | 43.0 ± 5.9        |
|               | 2 Wo Lagerung geprimter PK  | 46.0 ± 6.3        |

Tabelle 5: Zughaftwerte für die Anwendertoleranz von Monobond Etch & Prime mit Variolink Esthetic DC

Wie Tabelle 5 zeigt, wurden zuverlässig Zughaftwerte erhalten, welche über dem geforderten Akzeptanzkriterium von 20 MPa liegen. Der Einsatz von Monobond Etch & Prime ist daher als ausreichend tolerant gegenüber 2 Wochen Lagerung geprimter Oberflächen und einer verdoppelten Applikationsdauer anzusehen.

## **4. Biokompatibilität**

### **4.1 Einleitung**

Medizinprodukte sind strengen Anforderungen unterworfen, die darauf abzielen, Patienten und Anwender vor möglichen biologischen Risiken zu schützen. Die ISO Norm 10993 „Biologische Beurteilung von Medizinprodukten“ gibt vor, wie die biologische Sicherheit eines Medizinproduktes zu evaluieren ist. Des Weiteren unterstehen Medizinprodukte der ISO Norm 7405 „Beurteilung der Biokompatibilität von in der Zahnheilkunde verwendeten Medizinprodukten“. Die Biokompatibilität von Monobond Etch & Prime wurde anhand dieser Normen untersucht.

### **4.2 Zytotoxizität**

Zytotoxizität ist die Zell-schädigende Wirkung einer Substanz oder eines Substanzgemisches. Im sogenannten XTT-Zytotoxizitätstest wird in Zellkultur untersucht, ob eine Substanz Zelltod oder Hemmung der Zellvermehrung auslöst. Der XTT<sub>50</sub>-Wert ist dabei die Konzentration einer Substanz, die die Zellzahl auf die Hälfte reduziert. Je geringer der XTT<sub>50</sub>-Wert, desto Zell-schädigender ist eine Substanz.

Monobond Etch & Prime wurde in vitro auf Zytotoxizität gemäss ISO 10993-5 getestet (1). Monobond Etch & Prime ist gut wasserlöslich und zeigt erst bei sehr hohen Konzentrationen eine zytotoxische Wirkung auf die untersuchte Zelllinie L929. Der berechnete XTT<sub>50</sub>-Wert betrug 1979.1 µg/ml. In Anbetracht der geringen verwendeten Menge pro Anwendung und der extraoralen Verwendung von Monobond Etch & Prime ist das zytotoxische Risiko für den Patienten und Anwender sehr gering.

### **4.3 Genotoxizität**

Genotoxizität ist die Gen-schädigende Wirkung einer Substanz oder eines Substanzgemisches.

Mit Monobond Etch & Prime wurden unterschiedliche Mutagenitätstests zur Beurteilung einer möglichen gen-schädigenden Wirkung durchgeführt. Weder im sogenannten Ames-Test noch im Maus Lymphoma Zellkulturtest (MLA) zeigte Monobond Etch & Prime eine genschädigende Wirkung (2, 3): Aufgrund der Ergebnisse dieser Untersuchungen kann davon ausgegangen werden, dass Monobond Etch & Prime kein mutagenes Potential besitzt.

### **4.4 Hautreizung und -schädigung**

Die reizende Wirkung von Monobond Etch & Prime wurde in Haut-Gewebekultur (EpiDerm) untersucht (4). Dazu wurde unverdünntes Monobond Etch & Prime für 60 Minuten direkt auf EpiDerm aufgetragen und die reizende Wirkung ausgewertet. In diesem Test zeigte Monobond Etch & Prime ein reizendes Potential.

In einem weiteren Haut-Gewebekultur-Test wurde die ätzende Wirkung von Monobond Etch & Prime untersucht (5). Nach 3-minütiger Applikation von Monobond Etch & Prime war der Effekt gering, nach einer Stunde war die Ätzwirkung stärker.

Monobond Etch & Prime soll keramische Oberflächen ätzen, daher ist auch eine reizende und ätzende Wirkung auf Haut zu erwarten. Die Ergebnisse zeigen auch, dass kurzzeitiger Kontakt die Haut nicht schädigt.

Nach dem Ätzen der Keramikoberfläche wird Monobond Etch & Prime von der Restauration abgespült. Deshalb wird der Patient durch die Ätzwirkung nicht gefährdet. Die Anwender werden in der Gebrauchsanleitung und Hinweise auf der Verpackung auf die Ätzwirkung hingewiesen. Zudem ist Monobond Etch & Prime weit weniger ätzend als die üblicherweise zur Keramikätzung gebräuchliche Flusssäure. Daher ist davon auszugehen, dass der Anwender im Umgang mit ätzenden Substanzen geübt ist.

#### **4.5 Sensibilisierung**

Monobond Etch & Prime enthält Methacrylat- Derivate. Diese Materialien können reizend wirken und zu Sensibilisierungen führen. Dies kann zu allergischer Kontaktdermatitis führen. Allergische Reaktionen sind äusserst selten bei Patienten, kommen jedoch häufiger beim Dentalpersonal vor, das täglich mit unausgehärtetem Composite arbeitet. Diese Reaktionen können durch saubere Arbeitsbedingungen und das Vermeiden von Hautkontakt mit unpolymerisiertem Material reduziert werden. Handelsübliche Handschuhe wie z.B. Latex- oder Vinylhandschuhe bieten keinen wirksamen Schutz gegen den sensibilisierenden Effekt solcher Bestandteile.

#### **4.6 Schlussfolgerungen:**

- Monobond Etch & Prime ist leicht zytotoxisch.
- Als Glasskeramic-Ätzmittel ist Monobond Etch & Prime naturgemäss ätzend. Die ätzenden Bestandteile werden nach der extraoralen Applikation abgewaschen und kommen daher nicht mit dem Patienten in Kontakt.
- Monobond Etch & Prime enthält Methacrylate die sensibilisierend wirken können; allergische Reaktionen bei Patienten sind allerdings sehr selten.
- Aufgrund der vorliegenden Informationen kann Monobond Etch & Prime als nicht genotoxisch betrachtet werden.

Die Ergebnisse zeigen, dass Monobond Etch & Prime für die Anwendung an Menschen sicher ist, sofern das Produkt gemäss Gebrauchsinformation angewendet wird. Mögliche Risiken sind gegenüber dem Gesamtnutzen, den das Produkt bietet, vernachlässigbar.

#### **4.7 Toxikologische Daten**

- (1)Heppenheimer A. Cytotoxicity assay in vitro (XTT-Test). Harlan Report No. 1626302. 16 June 2014.
- (2)Sokolowski A. Salmonella typhimurium and Escherichia coli reverse mutation assay Harlan Report No. 1626301. 10 July 2014.
- (3)Wollny H-E. Cell mutation assay at the thymidine kinase locus (TK+/-) in mouse lymphoma L5178Y cells Harlan Report No. 1642302. 02 September 2014.
- (4)Heppenheimer A. In vitro skin irritation test: human skin model test Harlan Report No. 1642303. 26 August 2014.
- (5)Heppenheimer A. In vitro skin corrosion test: human skin model test. Harlan Report No. 1642304. 28 August 2014.

## 5. Referenzen

- [1] R. Frankenberger, M. Taschner, F. Garcia-Godoy, A. Petschelt, N. Krämer: Leucit-reinforced glass ceramic inlays and onlays after 12 years; *J. Adhes. Dent.* 10, 393 (2008)
- [2] A. A. Galiatsatos, D. Bergou: Six-year clinical evaluation of ceramic inlays and onlays; *Quintessence Int.* 39, 407 (2008)
- [3] P. C. Güß, C. F. Selz, A. Voulgarakis, S. Stampf, C. F. Stappert: Prospective clinical study of press-ceramic overlap and full veneer restorations: 7-year results; *Int. J. Prosthodont.* 27,355 (2014)
- [4] R. Stenberg, L. Matsson: Clinical evaluation of glass ceramic inlays (Dicor); *Acta Odontol. Scand.* 51, 91 (1993)
- [5] A. Della Bona, J. R. Kelly: The clinical success of all-ceramic restorations; *J. Am. Dent. Assoc.* 139, 8S (2008)
- [6] A. Attia, M. Kern: Long-term resin bonding to zirconia ceramic with a new universal primer; *J. Prosthet. Dent.* 105, 319 (2011)
- [7] X. F. Meng, K. Yoshida, N. Gu: Chemical adhesion rather than mechanical retention enhances resin bond durability of a dental glass-ceramic with leucite crystallites; *Biomed. Mater.* 5, 044101 (2010)
- [8] M. Özkan, A. Allahbeickaraghi, M. Düндür: Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review; *Clin. Oral. Invest.* 16, 15 (2012)
- [9] S.D. Heintze, V. Rousson (2011). Pooling of dentin microtensile bond strength data improves clinical correlation. *J Adhes Dent* 13:107-10.
- [10] S.S .Scherrer, P.F. Cesar, M.V. Swain (2010). Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater* 26:e78-93.
- [11] M. Irie, Y. Maruo, G. Nishigawa, K. Suzuki, D.C. Watts (2010). Physical properties of dual-cured luting-agents correlated to early no interfacial-gap incidence with composite inlay restorations. *Dent Mater* 26:608-15.
- [12] E.C Munksgaard, M. Irie, E. Asmussen (1985). Dentin-polymer bond promoted by Gluma and various resins. *J Dent Res* 64:1409-11.
- [13] L. Xiaoping, R. Dongfeng, N. Silikas; *Dent. Mater.* 30, e330 (2014)

Wir stehen nicht für die Genauigkeit, den Wahrheitsgehalt oder die Zuverlässigkeit der von Dritten stammenden Informationen ein. Für den Gebrauch der Informationen wird keine Haftung übernommen, auch wenn wir gegenteilige Informationen erhalten. Der Gebrauch der Informationen geschieht auf eigenes Risiko. Sie werden Ihnen "wie erhalten" zur Verfügung gestellt, ohne explizite oder implizite Garantie betreffend Brauchbarkeit oder Eignung (ohne Einschränkung) für einen bestimmten Zweck.

Die Informationen werden kostenlos zur Verfügung gestellt und weder wir, noch eine mit uns verbundene Partei, können für etwaige direkte, indirekte, mittelbare oder spezifische Schäden (inklusive aber nicht ausschliesslich Schäden auf Grund von abhanden gekommener Information, Nutzungsausfall oder Kosten, welche aus dem Beschaffen von vergleichbaren Informationen entstehen) noch für pönale Schadenersätze haftbar gemacht werden, welche auf Grund des Gebrauchs oder Nichtgebrauchs der Informationen entstehen, selbst wenn wir oder unsere Vertreter über die Möglichkeit solcher Schäden informiert sind.

Ivoclar Vivadent AG  
Forschung und Entwicklung  
Wissenschaftlicher Dienst  
Bendererstrasse 2  
FL - 9494 Schaan  
Liechtenstein

Inhalt: Dr. Thomas Völkel und Dr. Erik Braziulis

Ausgabe: April 2015