

Aus dem Zentrum für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde  
der Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf  
Westdeutsche Kieferklinik  
Poliklinik für Zahnerhaltung und Präventive Zahnheilkunde  
Direktor: Univ.-Prof. W.H.-M. Raab

**Verbundfestigkeiten der Befestigungskomposite mit Feldspatkera-  
mik nach Behandlung mit verschiedenen Verbundverfahren vor und  
nach dem Temperaturlastwechsel**

**Dissertation**

zur Erlangung des Grades eines Doktor der Zahnmedizin

Der Medizinischen Fakultät der Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf

vorgelegt von

Lilli Fries  
(2008)

Als Inauguraldissertation gedruckt mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät der  
Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf  
gez: Univ.- Prof. Dr. med Joachim Windolf

Dekan: Univ.-Prof. Dr.med. Dr.rer.nat. Bernd Nürnberg

Referent: Prof. Dr. rer.nat. Ralf Janda

Korreferent: Univ.-Prof. Dr. Stüttgen

---

<b>Inhaltsverzeichnis</b>	<b>Seite</b>
<b>1. Einleitung</b>	<b>7</b>
<b>2. Literaturübersicht</b>	<b>9</b>
2.1. Keramiken	9
2.1.1. Silikatkeramiken	11
2.1.2. Nicht-silikatische Keramiken	14
2.2. Verarbeitungsverfahren für Dentalkeramiken	15
2.2.1. Sinterverfahren	16
2.2.2. Gießverfahren	17
2.2.3. Pressverfahren	17
2.2.4. Fräsverfahren	19
2.3. Kompositmaterialien	22
2.3.1. Befestigungskomposite	23
2.4. Adhäsivtechnik bei vollkeramischen Restaurationen	24
2.4.1. Konditionierung von Schmelz und Dentin	24
2.4.2. Konditionierung der keramischen Restauration durch Silanisierung	27
2.5. Verbundverfahren	28
2.5.1. Vergleichsverfahren	28
2.5.2. Cojet-System	29
2.5.3. Pyrosil Pen	30
2.5.4. Nexus-System	31
2.5.5. Panavia-System	32
<b>5. Problemstellung</b>	<b>34</b>
<b>4. Material und Methode</b>	<b>35</b>
4.1. Überblick über das Versuchskonzept	35
4.1.1. Grobe bildliche Darstellung der Prüfkörperherstellung	36

4.2. Materialien und Verbundverfahren	37
4.2.1. Feldspatkeramik	37
4.2.2. Monobond S	38
4.2.3. Silanzubereitung A	39
4.2.4. Silanzubereitung B	39
4.2.5. Cojet-System	39
4.2.6. Pyrosil Pen	40
4.2.7. Nexus-System	41
4.2.8. Panavia F 2.0.-System	42
4.2.9. Befestigungskomposit	43
4.2.10. Materialliste	46
4.3. Versuchsdurchführung	49
4.4. Handversuche	50
4.5. Prüfkörperherstellung für die Vergleichsserie 1	50
4.5.1. Vorbereitung der Prüfkörper für die Vergleichsserie und Testserie	50
4.5.2. Ätzen und Silanisieren der Vergleichserie	51
4.5.3. Applikation des Befestigungskomposits	51
4.6. Trockenlagerung	51
4.7. Temperaturlastwechsel	52
4.8. Prüfkörperherstellung für die Testserien	52
4.8.1. Oberflächenbearbeitung und Silanisierung der Testserie 1	52
4.8.1. Oberflächenbearbeitung und Silanisieren der Testserie 2 und 3	53
4.8.2. Oberflächenbearbeitung und Silanisieren mit dem Cojet-System	53
4.8.3. Oberflächenbearbeitung und Silanisieren mit dem Pyrosil Pen	54
4.8.4. Oberflächenbearbeitung und Silanisieren mit dem Nexus-System	54
4.8.6. Oberflächenbearbeitung und Silanisieren mit dem Panavia F 2.0-System	55
4.9. Applikation des Befestigungskomposit für Panavia F 2.0- und Nexus-System	55

4.10. Trockenlagerung	55
4.11. Temperaturlastwechsel	56
4.12. Universalprüfmaschine	56
4.13. Vergleichsserie und Testserie	56
4.14. Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung	57
4.15. Statistik	57
<b>5. Resultate</b>	<b>58</b>
5.1. Resultate der Scherfestigkeitsmessungen	58
5.1.1. Vergleichsserie	58
5.1.1.1. Silikatkeramik / 60 s Flusssäureätzung / Silanisierung	58
5.1.2. Testserien	59
5.1.2.1. Silikatkeramik / 30 s Flusssäureätzung / Silanisierung	59
5.1.2.2. Silanzubereitung A	60
5.1.2.3. Silanzubereitung B	61
5.1.2.4. Cojet-System	62
5.1.2.5. Pyrosil Pen	62
5.1.2.6. Panavia F 2.0-System	63
5.1.2.7. Nexus-System	63
5.2. Signifikanzvergleich zwischen der Vergleichsserie und den Testserien	64
5.2.1. Signifikanzvergleich nach 24 h Trockenlagerung bei 23 °C	64
5.2.2. Signifikanzvergleich nach 5000 Temperaturlastwechsel (+ 5%+ 55 °C)	66
5.3. Frakturanalyse	67
5.4. Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung	68
<b>6. Diskussion</b>	<b>73</b>
6.1. Vergleichsserie	73

6.2. 30 s Flusssäureätzung / Silanisierung / Befestigungskomposit	74
6.3. Silanzubereitung A und B	75
6.4. Cojet-System	76
6.5. Pyrosil Pen	76
6.6. Panavia F 2.0-System	77
6.7. Nexus-System	78
6.8. Klinische Aspekte	79
<b>7. Schlussfolgerungen</b>	<b>81</b>
<b>8. Zusammenfassung</b>	<b>83</b>
<b>9. Literaturverzeichnis</b>	<b>85</b>
<b>10. Anhang</b>	<b>96</b>
10.1. Messwertprotokoll	96
10.2. Danksagung	100
10.3. Curriculum vitae	101

## 1. Einleitung

Seit Ende des 20. Jahrhunderts hat der Begriff der Ästhetik in unserer Gesellschaft signifikant an Bedeutung gewonnen. Die Zahnärzte sind demnach gefordert, die „Natürlichkeit der Zähne“ individuell zu erhalten. Dies erweist sich allerdings nicht als leicht, da jeder Patient, jeder Zahnarzt oder Zahntechniker den Begriff der Ästhetik unterschiedlich definiert. Aus diesem Grund muss der Zahnarzt ein Mittelmaß finden, das den Ansprüchen des Patienten und seiner eigenen Vorstellung entspricht. Daher versucht man Materialien zu entwickeln, die zum einem biokompatibel und mundbeständig sind und zum anderen den ästhetischen Ansprüchen der Patienten gerecht werden. Allerdings muss dabei immer darauf geachtet werden, dass es zu keinem Verlust der eigentlichen Funktion kommt. Das Spektrum der verfügbaren Materialien, das in der Klinik Anwendung findet, hat in den letzten Jahren beträchtlich zugenommen. Eines der bekanntesten Materialien ist das Amalgam, das bis vor einigen Jahren noch einen hohen Stellenwert in der Zahnmedizin hatte. Schon in den 70er Jahren versuchte man Amalgamfüllungen durch die Überdeckung mit Komposit zu kaschieren (J. R. Duman, 1971), um die Ästhetik in den Vordergrund zu bringen. Doch durch die negative Presse über die gesundheitlichen Risiken des Quecksilbergehalts, wie beispielsweise Haut- und Schleimhautveränderungen, Autoimmunität, Nierentoxizität (Gesundheitswesen 2005), kam es zusätzlich zu dem Aspekt der nicht ästhetischen Seite des Amalgams zur Ablehnung dieser Art der Füllungstherapie durch die Patienten. Laut Bundesinstitut für Arzneimittel und Medizinprodukte (BfArM-Information: 2005) sind die Zweifel der Patienten unbegründet, doch trotzdem wird empfohlen Amalgam nicht bei Patienten mit Nierenfunktionsstörungen, Kindern oder Schwangeren anzuwenden. Neben der Verwendung von Amalgam wurden auch Goldgussrestorationen durchgeführt. Viele Patienten wollten Goldgussrestorationen, da sie ein Symbol des Wohlstandes darstellten, aber in der heutigen Zeit

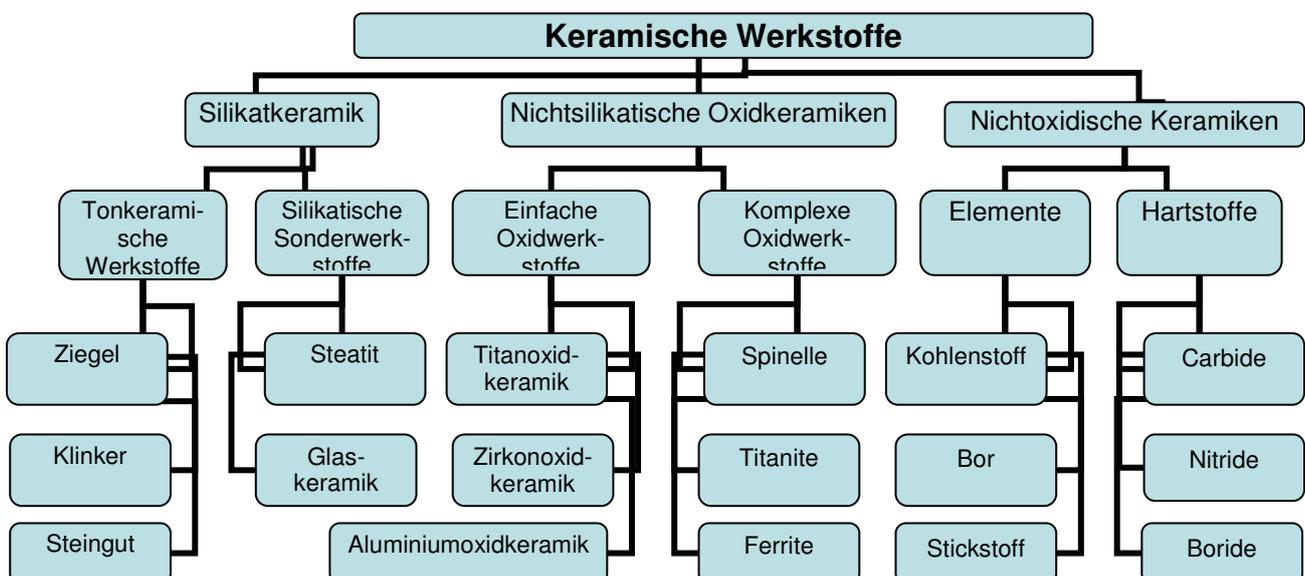
sind diese nicht mehr ästhetisch (Eisler, 2004). Alternative Materialien, die den ästhetischen Voraussetzungen überwiegend gerecht werden, ist die Verwendung von Komposit oder Keramik. Die zurzeit verwendeten Kompositmaterialien für Restaurationen im Frontzahnbereich, sind ästhetisch akzeptabel und weisen eine gute Randadaptation auf (Hoyer, Gängler, Krehan, Weinert, 1989). Ein weiteres Mittel der Wahl ist Keramik, da sie hoch biokompatibel ist (Manhart et al., 2000). Aufgrund effektiver Fortschritte in der Keramikentwicklung ist es möglich, die keramischen Massen an die natürlichen Zahnfarben anzupassen. Durch die Weiterentwicklung der keramischen Materialien, als auch der Befestigungsmöglichkeiten durch die Kombination der Säureätzung und der anschließenden Applikation eines Adhäsives wird es möglich den ästhetischen Ansprüchen auch im Seitenzahnbereich gerecht zu werden. Doch aus funktioneller Sicht besteht immer noch die Problematik der Verbundfestigkeit. Daher wird die Technologie der Verbundtechnik von Befestigungsmaterialien und Keramik weiter erforscht und entwickelt, um neue Möglichkeiten bzw. Verfahren in den Vordergrund zu stellen.

Ziel dieser Arbeit ist es, die Verbundfestigkeiten der Befestigungskomposite mit Feldspatkeramik nach Behandlung mit verschiedenen Verbundverfahren vor und nach dem Temperaturlastwechsel zu ermitteln und im Anschluss daran mit dem bis heute bekannten Standardsystem (Flusssäureätzung/Silanisierung/Befestigungskomposit) zu vergleichen.

## 2. Literaturübersicht

### 2.1. Keramiken

Bis ca. zur 2. Hälfte des 19. Jahrhunderts wurde Zahnersatz aus Elfenbein, Knochen oder menschlichen Zähnen hergestellt. Da sich aber diese Art der zahnärztlichen Versorgung nicht bewährte, suchte man ständig weiter nach Materialien, die sowohl mundbeständig als auch ästhetisch waren. Ca. 700 n. Chr. entdeckte man in China das Porzellan. Es ist eine Mischung, die aus ca. 50 % Koalin, 25 % Quarz und 25 % Feldspat (J. Geis-Gerstorfer, 1996) besteht. Bereits 1709 stellte J.F. Böttcher erstmals Porzellan her und Alex Duchâteau ließ sich anschließend im Jahre 1774 ein Porzellangebiss in der Porzellanmanufaktur in Sèvres brennen (W. Hoffman-Axthelm, 1985). Zur damaligen Zeit war es ein großer Fortschritt, doch bei weitem noch nicht ein zufrieden stellendes Ergebnis. So wurden auf der Grundlage der Porzellanherstellung basierend keramische Massen entwickelt. Der Begriff „Keramik“ stammt aus dem altgriechischen „Keramos“ und war die Bezeichnung für Ton. Heute wird Keramik definiert als ein Erzeugnis aus den Ausgangsmaterialien Feldspat, Quarz und Koalin. Erst durch die Entdeckung des Herstellverfahrens keramischer Werkstoffe, realisierte man wie wertvoll Keramik ist und wie vielfältig einsetzbar.



**Abb. 1.** Abgeänderte Darstellung keramischer Werkstoffe von H.W. Hennicke, S. Klein

So weckte die Keramik auch das Interesse der Zahnmediziner. 1940 wurde erstmals Keramik unter Vakuum von der Wienand Zahnfabrik in Dreieich (Deutschland) hergestellt, wodurch die Porosität der Werkstücke reduziert und das ästhetische Erscheinungsbild verbessert wurde. 25 Jahre später entdeckten McLean und Hughes (L. Pröbster, 1996), dass die Zugabe von Aluminiumoxid die Festigkeit der Keramik signifikant erhöht. 1986 wurde dann Zahnersatz durch Heißumformungen (pressen, gießen) von Glaskeramik hergestellt (McCulloch, 1968). Durch die Entwicklung vollkeramischer Restaurationssysteme, als auch verschiedener Herstellungsverfahren (z.B. Sintern), erlangten die Keramiken heute ihre positiven Eigenschaften, wie beispielsweise:

- Gewebefreundlichkeit
- Natürliches Aussehen
- Hohe Biokompatibilität
- Farbbeständigkeit
- Härte
- Chemische Widerstandsfähigkeit.

Da es allerdings immer noch negative Aspekte der Keramik gibt, wie beispielsweise Frakturgefahr, versucht man die Zusammensetzung der keramischen Werkstoffe als auch die Befestigungsmöglichkeiten zu optimieren. Durch die Weiterentwicklung der Dentalkeramiken, kann man diese generell unterteilen in:

- Silikatkeramiken,
- Aluminiumoxidkeramiken,
- Glasinfiltrierte Aluminiumoxidkeramiken,
- Zirkoniumoxidverstärkte glasinfiltrierte Aluminiumoxidkeramiken,
- YTZP (Yttrium-stabilized tetragonal zirconia polycrystals) - Zirkoniumoxidkeramiken.

### 2.1.1. Silikatkeramiken

Die Silikatkeramiken enthalten als Hauptkomponente Siliziumdioxid ( $\text{SiO}_2$ ). Dieses Siliziumdioxid ist überwiegend Bestandteil der Tonminerale der keramischen Massen. Die traditionell verwendete Dentalkeramik besteht aus einer amorphen transparenten Glasphase, in die kristalline Partikel eingelagert sind. Beispiele für Silikatkeramiken sind die Feldspat- und Glaskeramiken, die als Rohstoffe Feldspat, Quarz und Kaolin enthalten.

Die dentalen Keramiken basierend auf Feldspat finden Verwendung in der metallkeramischen Restauration. Feldspat besteht aus Mischkristallen und besitzt von allen natürlichen Silikaten die niedrigste Erweichungstemperatur. Der Schmelzpunkt liegt bei ca.  $1290^\circ\text{C}$  und nimmt nach dem Schmelzvorgang durch die Leuzitkristallbildung einen glaskeramischen Zustand ein. Die physikalischen Eigenschaften der Masse werden durch die  $\text{SiO}_2$ -Ketten in der Schmelze bestimmt. Da sich die physikalischen Eigenschaften nach jedem Schmelzvorgang ändern, macht man sich diese bei der Keramikherstellung in der Zahnmedizin zu nutze. Ein wichtiger Aspekt der Feldspatkeramik ist die Größe und Dichte der eingelagerten Kristalle, denn durch die Lichtstreuung und -absorption wird so eine zahnähnliche Farbe und Transluzenz erreicht. Man versucht die Dichte der Kristalle so gering wie möglich zu halten, denn je größer die Kristalldichte der Keramik ist, desto weißlich opaker und unästhetischer wirkt diese. Generell kann man Feldspat in drei Modifikationen unterteilen:

1. Kalifeldspat (Orthoklas) :  $\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6 \text{SiO}_2$
2. Natronfeldspat (Albit) :  $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6 \text{SiO}_2$
3. Kalkfeldspat (Anorthit) :  $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2 \text{SiO}_2$

Die zweite Komponente der Dentalkeramiken ist der bereits erwähnte Quarz. Er wird in Form von Quarziten, Stückquarzen und Quarzsand verwendet. Quarz beginnt bei ca. 1400°C zu schmelzen (Salmang und Scholze, 1986) und erhöht beim Brennen die Viskosität der Keramik. Je nach Quarzgehalt kann man die Festigkeit, die Wärmeausdehnung, Trübung und Temperaturwechselbeständigkeit der Dentalkeramik beeinflussen (J. Geis-Gerstorfer, 1996). Eine weitere Komponente ist das Koalin, dass nur sehr gering, wenn überhaupt (0 - 5 %) in den Dentalkeramiken vertreten ist (R. Marxkors/H. Meiners, 2001).

Eine bedeutende Untergruppe der Silikatkeramiken ist die Glaskeramik. Diese sind in der Zahnmedizin besonders geeignet für die Herstellung vollkeramischer Restaurationen. Ihre Ausgangsstoffe sind unter anderem folgende Oxide:  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ . Durch das Schmelzen der Oxide wird eine Glasmatrix gebildet, in die einzelne Kristalle eingeschlossen sind. Durch die Kristalle wird die Rissfortpflanzung verlangsamt. Je nach Leuzitgehalt in der Keramik kann man die Festigkeit der Keramik erhöhen, indem sich die Leuzitkristalle mit der Glasmatrix verzahnen (Krumbholz, 1986). Im allgemeinen besitzen sie gute mechanische und physikalische Eigenschaften. In der Zahnmedizin werden zwei Arten der Glaskeramik verwendet. Zum einem die leuzitverstärkte Glaskeramik und zum anderen die Glimmerverstärkte Glaskeramik, z. B. Optec, Empress (J. Fischer, 1996).

Einige der bekanntesten Herstellungsverfahren der Glaskeramik sind unter anderem (L. Pröbster, 1996):

**a) Cerapearl - Technik**

(Hobo & Iwata, 1985)

Dieses Verfahren ähnelt dem gleich weiter unten beschriebenen Dicor-Verfahren. Der einzige Unterschied ist das hier ein Hydroxylapatitglas verwendet wird. Es wird

gegossen und keramisiert. Nachteil dieses Herstellverfahrens ist, dass die Festigkeit der Keramik nicht ausreichend ist und aus diesem Grunde vom Markt genommen wurde.

#### **b) Dicor-System**

(Adair & Grossman, 1984; Malament & Grossmann, 1990)

Dieses System wurde von den Firmen Corning Glassworks, Biocor und Dentsply International (Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Germany) entwickelt. Dieses Verfahren enthält mehrere Arbeitsschritte, wobei der zweite eine entscheidende Rolle spielt. In diesem wird das Gussstück keramisiert, so dass die optischen Eigenschaften verändert und die Festigkeit erhöht wird. Dies bedeutet, dass der Glaszustand als Kalium-Magnesium-Silikatglas vorliegt und sich Glimmerkristalle bilden. Im Anschluss daran folgt die farbabweisende Schichtung der keramischen Massen auf die Glaskeramik. Dicor war eine der ersten verwendeten Keramiken in der Zahnmedizin. Diese ist heute weitgehend durch andere Keramiken wie unter anderem „Empress“ ersetzt worden.

#### **c) IPS-Empress-System**

(Vivadent-Ivoclar AG, Schaan, Liechtenstein)

Das ist das z.Z. bewährteste Verfahren im Bereich der Glaskeramikerstellung (Dong et al., 1992; Wohlwend & Schärer 1990). Durch die Kombination der Wachsausschmelzmethode und der Heißpresstechnik kann man Porositäten weitgehend vermeiden. Dieses Verfahren verstärkt die Glaskeramik ebenfalls durch die gesteuerte Kristallisation von Leuzit. Die Befestigung der Restauration erfolgt mit der Adhäsivtechnik. Vorteile dieser Technik sind unter anderem gute Passgenauigkeit und individuelles ästhetisches Erscheinungsbild.

## 2.1.2. Nicht-silikatische Keramiken

Die nicht-silikatischen Keramiken sind rein kristalline Werkstoffe. In der Zahnmedizin finden vor allem 2 bestimmte Oxide Anwendung:

Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ),

Zirkoniumoxid ( $\text{ZrO}_2$ ).

Aluminiumoxid ist unter dem Namen „Korund“ bekannt. Es wird überwiegend als Schleifmittel und Feuerfestmaterial eingesetzt. Zirkonium als metallisches Element findet man in Vulkangestein oder Granat. Es kann als freies Oxid oder in Verbindung mit Siliziumdioxid als Zirkon vorliegen. Durch die Zugabe von kristallinen Verstärkern, wie beispielsweise Aluminiumoxid, Zirkonium und Leuzit in den keramischen Werkstoff, konnte eine Erhöhung der Druck-, Zug-, und Bruchfestigkeit erzielt werden. 1965 führten erstmals McLean und Hughes die  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -verstärkten Dentalkeramiken ein (G. Gehre, 1996). Aluminiumoxidkeramiken können in fünf verschiedenen Variationen auftreten (Roulet und Janda, 2004):

§ Reines Aluminiumoxid

§ Aluminiumoxid zuerst gesintert und dann glasinfiltriert (In-Ceram Vita)

§ Aluminiumoxid mit Glas modifiziert (Cicero)

§ Spinell ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) (In-Ceram Spinell, Vital).

YTZP (Yttrium-stabilized tetragonal zirconia polycrystals)- Zirkoniumoxidkeramiken sind die zurzeit festesten Keramiken und werden auch als Hochleistungskeramik bezeichnet. Die Bearbeitung dieser Keramik erweist sich jedoch nicht als leicht. Zirkonoxid ist ein sehr abrasives Material, daher wurden spezielle Geräte zur Verarbeitung dieses Werkstoffs entwickelt. Bis jetzt gibt es nur drei CAD/CAM-Systeme mit denen man Zirkonoxid bearbeiten kann (Roulet und Janda, 2004), wie beispielsweise das DCS-Precident-System (DCS Dental AG, Allwill, Schweiz), Procera All-Ceram (Nobelpharma, Schweden) und DigiDent (Girrbach Dental, Pforzheim, Deutschland).

Trotz des Vorteils der erhöhten Festigkeit der Keramik und somit der verbesserten Stabilität und weniger anfälligen Rissfortpflanzung haben all diese nicht-silikatischen Keramiken einen Nachteil. Die Kristallphasen von den verstärkenden Oxiden rufen eine erhöhte Opazität hervor. Aus diesem Grund können diese Keramiken eher als „Grundmasse“ verwendet werden und sollten im Anschluss daran mit einer Silikatkeramik oberflächlich noch beschichtet werden.

## **2.2. Verarbeitungsverfahren für Dentalkeramiken**

Die Herstellung von zahnfarbenen Restaurationen aus keramischen Massen kann durch verschiedene Verfahren erfolgen:

Sinterverfahren,

Gießverfahren,

Pressverfahren,

Fräsverfahren.

Zu Beginn eines jedes Verfahren werden die mechanisch aufbereiteten Ausgangsmaterialien je nach der gewünschten Keramikart gemischt und dann zu einer Fritte gebrannt. Das Fritten bewirkt eine Verringerung der kristallinen Phase des Feldspates. Mit jedem Brennvorgang ändert sich die physikalische Eigenschaft und es kommt zur Strukturänderung (Körber und Ludwig, 1982). Der Brennvorgang erfolgt solange, bis ein stabiles Stadium erreicht wird und es nicht mehr zu gravierenden Strukturänderungen innerhalb des Materials kommt. Anschließend wird die Schmelze abgeschreckt und das keramische Material zu Pulver gemahlen.

## 2.2.1. Sinterverfahren

Das Sinterverfahren findet heute überwiegend Anwendung in der Verblendtechnologie, da es einen additiven Schichtaufbau zur Form- und Farbgestaltung von keramischen Restaurationen ermöglicht.

Zu Beginn werden ein Sägemodell und ein Duplikat des Stumpfes aus einer feuerfesten Masse hergestellt. Der Stumpf wird für circa 20-25 min gewässert, damit dem Schlicker nicht allzu viel Wasser entzogen wird. Dann wird das zuvor gefrittete Pulver mittels einer speziellen wässrigen Lösung oder auch mit entionisiertem Wasser zu einem Schlicker angerührt. Dieser wird dann schichtweise auf den Stumpf aufgetragen und in die gewünschte Form modelliert. Beim Bearbeiten der Masse, sollte man diese so gut wie möglich kondensieren, um der späteren Sinterschrumpfung ein wenig entgegenzuwirken. Die Sinterschrumpfung liegt bei ca. 20 - 35 % und um diese so niedrig wie möglich zu halten, hat es sich bewährt die keramischen Massen schichtweise zu sintern. Denn der Schwund ist umso kleiner, je höher die Packungsdichte der Teilchen vor dem Brennen und je größer die Porosität nach dem Brand ist (Marxkors und Meiners, 1988). Anschließend wird der Stumpf mit der keramischen Masse in die Brennkammer eingefahren. Dort wird das ganze erstmals vorgetrocknet und dann gebrannt. Es kommt zum Erweichen der Glasphase des Feldspates, so dass die Pulverkörner an der Oberfläche zunächst erstmal verkleben und sich mehr und mehr verdichten. Nach den einzelnen Sintervorgängen kommt es zur Ausbildung eines Festkörpers. Die heute verwendeten Produkte sind unter anderem Vitadur® N, Hi-Ceram®, In-Ceram® (Vita, Bad Säckingen, Deutschland).

Bei der Keramik In-Ceram® handelt es sich um eine glasinfiltrierte Aluminiumoxidkeramik. Der Herstellungsprozess lehnt sich an dem oben beschriebenen Sinterprozess an. Der einzige Unterschied besteht darin, dass hier zunächst reine, feinstgepulverte  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Partikel auf dem Gipsstumpf schichtweise aufgetragen werden. Diese Partikel

verschmelzen beim Sintern nicht, sondern lagern sich dichter an. Erst beim Infiltrationsbrand verschmilzt das Lanthanglas mit dem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Gerüst. So entsteht ein zwei-zeitig hochfestes glasinfiltriertes  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Gerüst (Sadoun 1988; Claus 1990; Futterknecht 1990; Kappert et al., 1991, Fischer et al., 1992).

## **2.2.2. Gießverfahren**

Das bekannteste Produkt des Gießverfahrens war Dicor (DeTrey Dentsply, Dreieich, Deutschland), bei dem Tetrasilizium-Flour-Glimmer-Kristalle entstehen. Bei diesem Verfahren werden zuerst Glasrohlinge mit einer amorphen Glasstruktur hergestellt. Der Guss erfolgt in Gusszentrifugen bei Schmelztemperaturen zwischen 1350 und 1400 °C. Anschließend wird das Gussobjekt keramisiert, d.h. dass es zur feinkörnigen Kristallisation des Materials kommt. Dadurch verliert das Material seine Transparenz und die Festigkeit wird gesteigert.

Eine weitere gießbare Keramik ist das Produkt Cerapearl (Kyocera Bioceram, San Diego, USA). Die kristalline Phase dieser Keramik bestand hauptsächlich aus Hydroxylapatit. Durch das Gießverfahren wurde die Gestaltbarkeit von Okklusalfächen, approximalen Kontakten und zervikalen Randzonen erleichtert (Reuling und Siebert, 1989). Allerdings hat sich diese Technik heute nicht mehr bewährt und wurde weitestgehend durch das Pressverfahren abgelöst.

## **2.2.3. Pressverfahren**

1972 hat sich Dröge mit der Presstechnik der Keramik befasst (G. Gehre, 1996). Dröge stellte erstmals dicksahnige keramische Schlickermassen her, die er in eine Hohlform goss und anschließend nach Vortrocknung brannte. So entstanden die ersten Keramikrohlinge. Dieses Verfahren wurde mit den Jahren weiterentwickelt. Heute

werden blockartige Keramikrohlinge nur erweicht und nicht mehr verflüssigt und dann unter hohem Druck in bestimmte Hohlformen gepresst. Einige bekannte Presskeramiken sind unter anderem Empress (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) und Optec OPC 3G (Jeneric Pentron, Kusterdingen, Deutschland). Die Biegefestigkeit liegt hier bei circa 300 MPa. Aufgrund dieser Eigenschaft eignet sich die Presskeramik nicht nur zur Herstellung von Einzelkronen, Veneers, Inlays und Onlays, sondern auch von kleineren Frontzahnbrücken. Als Nachteil zu sehen ist, dass Presskeramik unter anderem nur als Grundgerüst gestaltet werden kann. Das Grundgerüst muss anschließend mit geeigneten Keramikmassen beschichtet und in der Sintertechnik komplettiert werden (Schwikkerath 1986, Geller und Kwiatkowski 1987, Lüthy et al., 1990).

Das leuzitverstärkte Glaskeramikrohling Empress wird in einen speziellen Ofen auf 1180 °C erhitzt und dann mit einem Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Kolben unter einem Druck von 5 bar in die gewünschte Form gepresst. Dadurch wird die Sinterschrumpfung vermieden (Wohlwend und Schärer, 1990). Empress ist vor allem auch für die Herstellung von kleineren Brücken im Seitenzahnbereich geeignet.

Eine weitere bekannte Presskeramik ist Empress 2 (Ivoclar Vivadent AG Schaan, Liechtenstein), die seit 1998 auf dem Markt erhältlich ist. Empress 2 kann zur Herstellung von dreigliedrigen Frontzahnbrücken bis hin zu Onlays und Seitenzahnkronen verwendet werden (R. Janda, 2006). Es handelt sich hierbei um eine Lithium-Disilikat-Glaskeramik, ein opakes polykristallines Keramikmaterial. Diese Keramik wird auch als Schichttechnik-Keramik bezeichnet. Sie besteht aus einer Gerüst- und einer Schichtglaskeramik. Hauptbestandteil dieser Keramik ist das Siliziumoxid. Es bildet ein so genanntes Netzwerk aus. Dieser Masse wird dann ein basisches Oxid beigemischt, das in diesem Falle das Lithiumoxid ist. Das Oxid ist in der Lage das dreidimensionale Netzwerk aufzulösen (R. Janda, 2007). In dieses Netzwerk können

sich so wesentlich leichter Lithiumdisilikat-Kristalle als auch Lithiumorthophosphatkristalle einlagern. Die Verarbeitung der Keramik verläuft analog zu der oben beschriebenen Empress-Keramik. Der einzige Unterschied besteht darin, dass bei der Herstellung von Empress 2 die Presstemperatur bei 920°C liegt. Grund für die niedrigere Schmelztemperatur ist das beigemengte Lithiumoxid. Als basisches Oxid führt es zur Absenkung des Schmelzintervalls (R. Janda, 2007). Nach dem Pressvorgang kann mit der Verblendung der Lithiumdisilikatkeramik mit einer Sinterglaskeramik bei einer Verarbeitungstemperatur von 800°C begonnen werden. Diese Glaskeramik enthält hauptsächlich Fluorapatit-Kristalle als kristalline Phase. Zweck dieser Kristalle liegt darin, die optischen Eigenschaften zu verbessern (Wissenschaftlicher Dienst, F&E Ivoclar, Schaan, Liechtenstein, 1999). Vorteil von Empress 2 ist die hohe Biegefestigkeit von 350 MPa, so dass auf ein Metallgerüst vollständig verzichtet werden kann.

#### **2.2.4. Fräsverfahren**

Das Fräsverfahren ist eines der heute weit verbreitetsten Alternativverfahren zur Herstellung von keramischen Restaurationen. Durch die Weiterentwicklung der speziell hergestellten Fräsmaschinen ist es gelungen Kronen und Brücken für den Front- als auch Seitenzahnbereich herzustellen. Einige der weltweit bekannten Bearbeitungssysteme sind:

- § CAD/CAM-Systeme wie CEREC® (Sirona, Bensheim, Deutschland)
- § Celay® (Mikrona® Technology AG, Spreitenbach, Schweiz)
- § Cercon® (DeguDent, Hanau, Deutschland)
- § Digident® (Girrbach, Pforzheim, Deutschland)
- § Procera® (Nobel Biocare, Köln, Deutschland)
- § DCS® (DCS-Dental AG, Allschwil, Schweiz).

Die verwendeten Keramiken in der Frästechnik kann man unterteilen in (H. F. Kapert, 1996):

- § Glaskeramiken, wie Vita Blocks® Mark II, ProCad® für die Herstellung von Inlays bis Kronen
- § Infiltrationskeramik wie Vita Blocks® Alumina, Spinell für die Herstellung von Kronen und Brücken
- § Aluminiumoxidverstärkte Keramik wie Synthoceram für die Herstellung von Kronen und Brücken
- § Zirkoniumoxidkeramik wie DCS® und Cercon® für die Herstellung von Kronen und Brücken.

Das CAD/CAM-Verfahren (CAD = Computer Aided Design; CAM = Computer Aided Manufacturing) war erstmals die Idee von Francois Duret 1971 (Gesellschaft für Zahngesundheit, Funktion und Ästhetik, 2006). Durch dieses Verfahren wird mittels einer Kamera eine dreidimensionale Ausgangssituation im Mund erfasst und dann mit einem Softwareprogramm die erwünschte Restauration am Computer erstellt. Dieser Entwurf wird dann an eine gesteuerte Fräsmaschine übermittelt, die dann aus einem Rohling die gewünschte Restauration fräst. 1980 wurde dann von Prof. W. Mörmann und Dr. M. Brandestini erstmal das CAD/CAM-System „CEREC®“ entwickelt und auf den Markt eingeführt. Mit dem Cerec-1-System war es erstmals möglich keramische Inlays, Onlays und Veneers in einer Sitzung herzustellen. Das Anwendungsspektrum war mit diesem System noch ziemlich eingeschränkt, so dass nach weiteren Entwicklungen Cerec 2 auf dem Markt eingeführt wurde. Mit diesem System wurde es möglich Kronen und Brücken für den Front- als auch Seitenzahnbereich herzustellen. Für beide Systeme wurde unter anderem speziell die Keramik Vita Mark II (Vita, Bad Säckingen, Deutschland) entwickelt. Vita Mark II ist eine feinkörnige, homogene Feldspatkeramik. Diese kann mittels Flusssäureätzung oder mittels Sand-

strahlung mit Aluminiumoxid vorbehandelt werden, um eine retentive Oberfläche zu erhalten. Die Retentionsoberfläche wird für die adhäsive Weiterbehandlung benötigt. Die positive Eigenschaft von Vita Mark II ist, dass sie ähnliche Abrasionwerte aufweist wie Schmelz (D. J. Fasbinder, 2002; R. Giordano, 2006). Prinzipiell kann man heute die dentalen CAD/CAM-Fertigungsverfahren in subtraktive, indirekte sowie additive, direkte Verfahren unterteilen. Bei den subtraktiven Verfahren werden die Restaurationen aus vorgefertigten Keramikblöcken gefräst. Additive Verfahren hingegen bauen die gewünschte Restauration mittels Lasersintern oder Stereolithographie schichtweise auf (S. Quaas, A. Weber, R. G. Luthardt, Dresden, 2006). Jedoch hat sich im Laufe der Jahre nicht allzu viel geändert. Generell werden bei der Herstellung von Kronen- und Brücken mittels CAD/CAM-Systemen überwiegend Gerüste angefertigt, die im nach hinein noch individuell verblendet werden müssen.

Ein weiteres bekanntes System ist CELAY (Mikrona Technologie AG, Spreitenbach, Schweiz). Es handelt sich hier um ein Kopierfräsverfahren. Hier wird zu Beginn auf direktem oder indirektem Wege eine temporäre Restauration aus Kunststoff hergestellt. Diese wird dann mittels Kamera abgetastet und kann nach Datenübertragen von der Fräsmaschine aus einem vorgefertigten Keramikblock angefertigt werden. Dieses Verfahren eignet sich für die Herstellung von Inlays, Onlays und Veneers. Seit 1994 können aufgrund der Entwicklung von In-Ceram-Alumina-Blöcken mehrgliedrige Brücken sowie Suprakonstruktionen für Implantate angefertigt werden (Leonhardt, 1995). Aufgrund der Erfolgsrate bei der Herstellung von Restaurationen durch CAD/CAM-Systeme wurde als nächstes Ziel die Herstellung von festsitzendem Zahnersatz angestrebt. So setzte Williams et. al. im Jahre 2006 ein Gerüst, das durch ein CAD/CAM-System aus CrCo hergestellt wurde, als abnehmbarer Zahnersatz ein. In Zukunft werden noch Weiterentwicklungen bezüglich festsitzendem Zahnersatz und Implantaten angestrebt.

## 2.3. Kompositmaterialien

Bereits in den sechziger Jahren verstärkte sich der Wunsch nach zahnfarbenen Restaurationen. Bowen entwickelte 1962 ein neues Monomer, das so genannte Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat (Bis-GMA), das ein wesentlicher Baustein der Kompositmaterialien wurde. Dieses Dimethacrylat wurde mit anorganischen Füllstoffpartikeln, wie beispielsweise Quarzmehl, versehen. Durch Silanisierung konnte ein Verbund zwischen organischer Matrix und den anorganischen Füllstoffen hergestellt werden. Heute werden Kompositmaterialien als zusammengesetzte, zahnfarbene mit anorganischen Füllstoffen verstärkte Füllungsmaterialien, mit einer Kunststoffmatrix, definiert (Hellwig, Klimek, Attin, 2003)

Prinzipiell kann bei den Kompositen unterschieden werden unter:

Makrofüllerkomposite

Mikrofüllerkomposite

Hybridkomposite

Orcomere

Kompomere.

Makrofüllerkompositmaterialien werden heute nicht mehr verwendet.

Die Indikationen für Füllungskomposite können heute grob folgendermaßen zusammengefasst werden (M. Wolfgang, Boer, 1998):

Fissurenversiegelung (erweitert)

Füllungen der Klasse I/ II/ III/ IV und V

Veneers

Verbreiterung von Schneidezähnen als Lückenschluss

Direkte Verblockung bei parodontalen oder kieferorthopädischen Behandlungen

Zahnfarbenen Aufbaufüllungen für keramische Inlays und Kronen.

### 2.3.1. Befestigungskomposite

Zum Festsetzen von vollkeramischen Restaurationen werden Befestigungskomposite verwendet. Befestigungskomposite weisen im Wesentlichen eine identische Zusammensetzung mit der der Kompositmaterialien auf. Es besteht lediglich ein Unterschied darin, dass die Befestigungskomposite einen geringeren Füllstoffgehalt besitzen und somit ihre Viskosität niedriger ist. Um einen Verbund zwischen Keramik und dem Befestigungskomposit herzustellen, müssen die Oberfläche der Keramik als auch des Zahnes mittels geeigneter Methoden vorbehandelt werden. Näheres dazu wird in Kapitel 2.4. beschrieben. Die Befestigungskomposite können unterteilt werden in:

- lichthärtende Ein-Komponenten-Systeme
- selbthärtende Zwei-Komponenten-Systeme
- dualhärtende Zwei-Komponenten-Systeme
- dualhärtende für die Ultraschalleinsetztechnik
- selbstätzende Befestigungskomposite.

Die dualhärtenden Befestigungskomposite haben sich im Laufe der Jahre als vorteilhaft erwiesen. Dabei handelt es sich um Zwei-Komponenten-Systeme, die sowohl licht- als auch selbthärtend sind. Sie enthalten ein Redoxinitiatorsystem und die bekannten Photoinitiatoren, die eine Polymerisationsauslösung durch Lichteinwirkung mit anschließender Selbsthärtung bewirken. Aufgrund des Selbsthärtungsmechanismus wird eine bessere Aushärtung in tiefer liegenden Bereichen und beim adhäsiven Befestigen von Wurzelkanalstiften gewährleistet. Auf dem Markt erhältliche dualhärtende Kompositmaterialien sind unter anderem Variolink II als auch Calibra (Ivoclar Vivadent, Schaan, Lichtenstein).

Neuere Verarbeitungstechniken, wie beispielsweise die Ultraschalltechnik, ermöglichen das Festsetzen von Inlays mit hochviskösen dualhärtenden Kompositmaterialien.

lien. Die Wirkung des Ultraschalls liegt darin, die Viskosität des Materials vorübergehend deutlich herabzusetzen, so dass das Inlay leicht und ohne Druck in die Kavität eingebracht werden kann. Vorteile dieses Verfahrens sind unter anderem (Janda, 2007):

- verminderte Bruchgefahr durch druckloses Einsetzen der Restauration
- leichteres Entfernen von Überschüssen vor der Aushärtung
- optimale Penetration des Materials in die mikroretentiven Ätzmuster des Schmelzes und der Keramikoberfläche aufgrund der Ultraschalleinwirkung.

Durch Weiterentwicklung sind auch so genannte selbstätzende Befestigungskomposit, wie beispielsweise das RelyX Unicem® (3M ESPE AG, Seefeld, Germany) auf dem Markt erhältlich. Bei diesem Produkt entfällt die Konditionierung des Werkstückes als auch des Zahnes, sowie das Auftragen eines gesonderten Adhäsivsystems. Nachteile der selbstätzenden Befestigungskomposite sind unter anderem (De Munk et al, 2004):

- Entstehung eines oberflächlichen Verbundes zwischen Restauration und der Zahnhartsubstanz
- Niedrige Haftwerte
- Druckaufwand beim Einsetzen

## **2.4. Adhäsivtechnik bei vollkeramischen Restaurationen**

### **2.4.1 Konditionierung von Schmelz und Dentin**

Im Jahre 1957 führte BUONOCORE die Schmelz-Ätz-Technik ein und beschrieb die mikromechanische Retention von PMMA an dem mit Phosphorsäure angeätztem Schmelz (S. Szep, 2005). Heute wird eine 37 % Orthophosphorsäure für 30 bis 60

Sekunden auf die Schmelzoberfläche aufgetragen, um ein ausreichendes Ätzmuster der Schmelzprismen zu erreichen. Durch das Ätzen der Schmelzoberfläche kommt es so zu einem Substanzverlust von ca. 10 µm bei einer Ätztiefe von 50 µm (R. Hahn, C. Löst, 1996). Dadurch wird die Entstehung eines mikroretentiven Schmelz-ätzmuster garantiert. Jetzt kann ein Schmelz-Adhäsiv, das aus einer Mischung von hochmolekularen Dimethacrylat-Monomeren besteht, aufgetragen werden.

Im Gegensatz zum Schmelz erweist sich die Konditionierung des Dentins wesentlich schwieriger. Dentin weist eine komplexere Struktur als Schmelz auf und enthält überwiegend Kollagen und kollagenartige Verbindungen. Histologisch können folgende Strukturen im Dentin nachgewiesen werden (H.E. Schroeder, 1992):

Odontoblasten mit seinen Zellfortsätzen

Dentintubuli mit periodontoblastischem Raum und dem Dentinliquor

Intertubuläres Dentin

Peritubuläres Dentin

Wasser und Dentinliquor.

Bei der mechanischen Bearbeitung des Dentins entsteht eine Schmierschicht, auch Smear Layer genannt. Diese Schmierschicht verschließt die Dentintubuli und verhindert so die Verbindung zwischen einem Kompositmaterial und dem Dentin. Aus diesem Grund wurden verschiedene Bondingsysteme entwickelt, die die Schmierschicht auflösen und somit eine retentive Verankerung zwischen dem Kompositmaterial und Dentin gewährleisten sollen. Prinzipiell unterscheidet man heute zwei Verfahren, die zur Auflösung der Schmierschicht verwendet werden können (U. Blunck, B. Haller, 1999):

1. Komplette Entfernung der Schmierschicht mittels Säuren oder Konditionierungsmitteln = „Total-Etch-Technik“

## 2. Modifizierung der Schmierschicht mittels selbstkonditionierenden Monomerlösungen = „Self-Etch-Technik“.

In den späten Achtzigern wurde das „Total-Etch-Verfahren“ bei dem Schmelz und Dentin zusammen geätzt werden durch Fusayama et. al eingeführt (E.-J. Swift, 2002). Die Schmierschicht wird bei dieser Technik komplett entfernt. Man verwendet ein 37 %iges wässriges Phosphorsäure-Gel, das für ca. 45 s auf dem Schmelz und ca. 15 s auf dem Dentin belassen wird. Die Gesamtätzzeit beträgt 60 s. Anschließend wird die Säure 60 s lang mit Wasser abgespült. Durch den Ätzvorgang werden die Dentintubuli geöffnet und das intertubuläre Dentin bis in eine Tiefe von 10 bis 30 µm demineralisiert (U. Blunck, B. Haller, 1999 / Hellwig, Klimek, Attin, 2003). Bei der Ätzung des Dentins sollte darauf geachtet werden, dass die Ätzzeit von 15 s nicht überschritten wird, damit es nicht zum Kollabieren des Kollagenfasergeflechtes kommt (R. Frankenberger, 2006). Eine zu lange Verweildauer der Säure auf dem Dentin kann durch die Applikation von Primer und Adhäsiv nicht mehr ausgeglichen werden, was zur Folge hat, dass die Dentinversiegelung sich signifikant verschlechtert (R. Frankenberger, N. Kramer, A. Petschelt, 2000). Im Anschluss an die Säureätzung wird ein Primer aufgetragen, der hydrophile Monomere enthält. Dieser dringt in die Dentintubuli und in das freigelegte Kollagen ein und verhindert so das Kollabieren des Kollagenfasernetzes. Gleichzeitig bewirkt der Primer eine Erhöhung der Oberflächenenergie, als auch den Erhalt der Dentinfeuchtigkeit (E. J. Swift, 2002). Anschließend wird ein Adhäsiv aufgetragen, das Methacrylate, wie beispielsweise Bis-GMA, enthält. Es entsteht eine Hybridschicht, die einen Verbund zwischen dem hydrophilen Dentin und dem hydrophoben Kompositmaterial herstellt (Nakabayashi et al., 1982). Die andere Option der Dentinvorbehandlung ist die Modifikation der Schmierschicht, durch die Verwendung von selbstkonditionierenden Primer-Adhäsiven. Bei diesen Systemen wird ein saures Primer-Adhäsiv-Gemisch aufgetragen. Dieses Gemisch

kann unter anderem als Zusatz Maleinsäure oder methacrylierte Polyacrylsäure enthalten. Durch dieses Gemisch werden die Schmelz- und Dentinoberfläche konditioniert.

## **2.4.2. Konditionierung der Keramikrestauration durch Silanisierung**

Um einen Verbund zwischen Befestigungskomposit und der Keramikrestauration zu erzeugen, muss die Keramik vorbehandelt werden. Zuerst wird die Keramik mittels Lösungsmitteln wie beispielsweise Alkohol entfettet. Anschließend wird eine ca. 10%ige Flusssäure für ca. 60 s aufgetragen, um die Keramikoberfläche anzuätzen. Dann wird die Säure ca. 60 s lang mit Wasser abgespült. Dieser Vorgang gewährleistet die Entstehung eines mikroretentiven Reliefs. Dieses Verfahren funktioniert nur bei Silikatkeramiken. Diese weisen einen höheren Anteil an amorpher Glasphase im Gegensatz zur Aluminiumoxid- und Zirkonoxidkeramik auf. Die Flusssäure greift die eingelagerten Kristallite in der Glasphase an, so dass es zur Ausbildung eines mikroretentiven Reliefs kommt (Dellabona, 2005). Nach dem Ätzzvorgang wird ein Silan-Haftvermittler aufgetragen. Silane sind bifunktionelle, siliziumorganische Verbindungen. Es handelt sich hierbei meistens um 3-Methacryloyloxypropyltrimethoxysilan. Das Silan ist als ein Ein- oder Zweikomponenten-System erhältlich. Bei den Zweikomponenten-Systemen ist in der einen Komponente das Silan zu ca. 20 % in einem Lösungsmittel gelöst und in der zweiten Komponente ist Wasser und Essigsäure enthalten. Beide Komponenten werden im Verhältnis von 1:1 gemischt und das Silan wird dann zu Silanol umgewandelt. Diese Mischung wird auf die Keramikoberfläche aufgetragen und die Silanole gehen unter Wasserabspaltung mit den OH-Gruppen der Keramikoberfläche eine Verbindung ein (J.F. Roulet, S. Herder, 1989)

Bei den Einkomponenten-Systemen ist das Silan in einem organischen Lösungsmittel gelöst und kann direkt auf die vorgeätzte Keramik aufgetragen werden (Janda, 1994). Über die Polymerisationsreaktion kann es jetzt zu einem festen Verbund zwischen dem Keramik gebundenem Silan und dem Befestigungskomposit kommen.

## **2.5. Verbundverfahren**

### **2.5.1. Vergleichsverfahren**

In den letzten Jahren wurden viele verschiedene Produkte auf den Markt eingeführt, die die Herstellung eines Verbundes zwischen einer Keramikoberfläche und einem Kompositmaterial ermöglichen. Angefangen von der Vorbereitung der Keramik durch Säureätzung bis hin zur Sandbestrahlung und anschließender Verwendung von Ein- oder Zweikomponenten Adhäsivsystemen. Im Rahmen dieser Arbeit haben wir uns unter anderem auf das Produkt "Monobond S" als Einkomponenten-Adhäsivsystem konzentriert und dieses Verbundverfahren als Vergleichsserie für die unten aufgeführten Testverfahren verwendet. Es handelt sich hierbei um einen Haftvermittler zwischen Keramik und Kompositmaterial. Um einen Verbund zwischen der Keramikoberfläche und der Kompositoberfläche herstellen zu können, muss die Keramikoberfläche durch Flusssäure vorher angeätzt werden. Dieses Verbundverfahren hat sich bis jetzt in Bezug auf Silikatkeramiken als klinisch geeignet bewährt. Durch den Ätzvorgang mittels Flusssäure, als auch die Applikation eines Silans, kann ein ausreichend starker und dauerhafter Verbund zwischen der Keramik und dem Befestigungskomposit erreicht werden (Blatz, Sadan, Kern, 2003). In der Literatur wird immer wieder bestätigt, dass durch die Flusssäureätzung und das anschließende silanisieren der Keramikoberfläche, hohe Haftwerte erzielt werden (Frankenberger et al., 2007; Magni et al., 2007). Wird die Keramikoberfläche mittels Flusssäure und dem

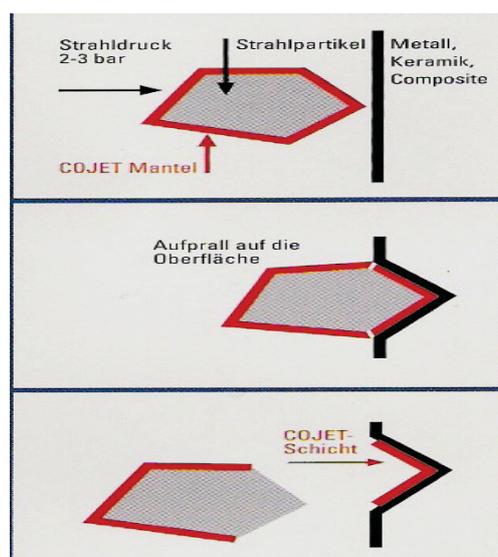
Silan „Monobond S“ vorbereitet und anschließend das Kompositmaterial „Variolink II“ aufgetragen, so werden sogar nach dem Temperaturlastwechsel im Vergleich zu anderen Verfahren signifikant hohe Haftwerte von ca. 51.5 MPa erreicht (Ide et al., 2005). Ebenfalls wird in der Literatur empfohlen bei der Verwendung von CAD-CAM-Keramiken die Vorbehandlung mit Flusssäure anstatt mit Phosphorsäure durchzuführen, da bei der Flusssäure die Haftfestigkeit signifikant höher ist (Pneumans et al., 2007).

Der Durchführung des Verfahrens wird unter Punkt 4.2.2. genau beschrieben.

## 2.5.2. Cojet-Verfahren

Das Cojet System (Hager & Werken GmbH & Co. KG, Duisburg, Deutschland) ist ein Verbundsystem für die intraorale adhäsive Reparatur und leitet sich von dem extraoralen Rocatec-System (3M Deutschland GmbH, Neuss, Deutschland) ab.

Bei der Verwendung des Cojet-Systems wird durch die Aufprallenergie der Sandkörner auf der Keramikoberfläche eine keramikähnliche Beschichtung erzeugt. Man spricht bei diesem Vorgang auch von tribochemischer Silikatisierung.



(Die Schritte der tribochemischen Silikatisierung - Firmenfoto)

Der genaue Verfahrensablauf wird im Kapitel 4.2.5. beschrieben.

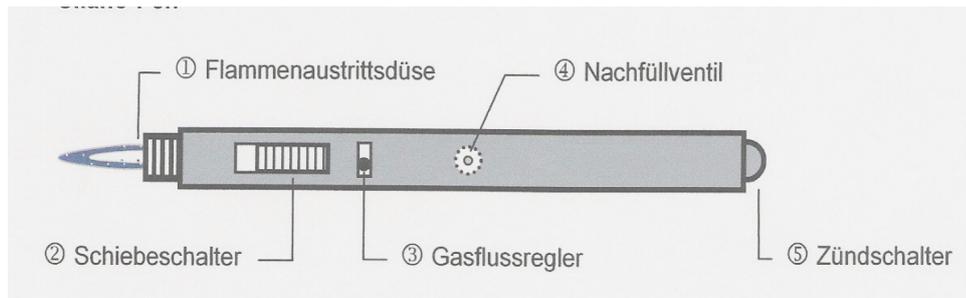
Die tribochemische Silikatisierung steigert die mechano-chemische Adhäsion durch einen geringen Substanzabtrag und säubert gleichzeitig die zu konditionierende Keramikoberfläche (Edelhoff & Marx, 1995). Das Verfahren der intraoralen Silikatisierung wird als eine mittelfristige und geeignete Alternative für die Reparatur von abgeplatzten Keramikrestorationen beschrieben (Magne, 2002, Frankenberger et al., 2000). Weiterhin wird in der Literatur belegt, dass durch die Sandbestrahlung der Keramikoberfläche die Haftfestigkeit zwischen den Befestigungskompositen (Panavia F, Variolink II) und der Aluminiumoxidkeramik signifikant erhöht wird (Valandro et al., 2004; Bitter et al., 2006). Ebenfalls konnten hohe Haftwerte durch die tribochemische Silikatisierung bei Zirkonoxidkeramik erzielt werden (Atsu et al., 2006).

### **2.5.3. Pyrosil Pen**

Der Pyrosil Pen (SurA Instruments GmbH, Jena, Deutschland) ermöglicht einen chemisch-physikalischen Verbund zwischen lichthärtenden oder autopolymerisierenden Kunststoffen, Dentallegierungen und Keramiken. Es wird zur Oberflächenvorbehandlung bei der Herstellung, Reparatur oder Verarbeitung von Kronen, Brücken, Brackets, Modellgussgerüsten, Geschiebearten, Inlays, Onlays und Veneers angewendet.

Die drei wesentlichen chemischen Abläufe während des Beflammens nach TILLER sind:

- (1) Haftung des Silikats auf der Substratoberfläche durch chemische Bindung und Adhäsion
- (2) Durch Hitzeentwicklung der Flamme wird der enge molekulare Kontakt zwischen Silanbruchstücken und Objekt Oberfläche garantiert
- (3) Chemischer Verbund des Silans mit der Silikatschicht und dem anschließend applizierten Kunststoff.



(Firmenfoto)

Durch das Beflammen wird das Silan in Bruchstücke verbrannt, die sich als Silikatschicht auf der Objektoberfläche niederschlagen. Die Silanbruchstücke haften durch chemische Bindung und Adhäsion auf der Substratoberfläche, so dass eine Silikatschicht entsteht (Tiller et al., 2001). Diese Silikatschicht führt zu:

- (1) Erhöhung der Oberflächenenergie
- (2) Hydrophilierung der Oberfläche
- (3) Ausbildung einer definierten chemischen Oberflächenstruktur.

Bis zum heutigen Stand der Kenntnisse konnten ausreichend hohe Haftwerte bei Aluminiumoxid-, Zirkonoxid- und Lithiumdisilikatkeramiken durch die Anwendung des Pyrosil Pens erzielt werden (Janda et al., 2004).

## 2.5.4. Nexus-System

Das Nexus System von der Firma Kerr GmbH (Karlsruhe, Deutschland) ist ein universelles Befestigungssystem, das laut Hersteller zur Befestigung von Keramik- und Kunststoffrestorationen als auch Adhäsivbrücken geeignet ist. Stewart et al. (2002) beschreibt, dass durch die Anwendung von Phosphorsäure, die Silan- und Kompositapplikation des Nexus-Systems bei einer Feldspatkeramik nach 24 h und nach 6 Monaten signifikant hohe Haftwerte erzielt werden konnten. Im Gegensatz dazu, besagt Lüthy et al., 2006, dass das Nexus-System nach dem Versuch des Temperatur-

lastwechsels zu niedrige Haftwerte aufwies und somit unter den Mindestanforderungen lag.

## **2.5.5. Panavia-System**

Das Panavia F 2.0 System von der Firma Kuraray Europe GmbH (Düsseldorf, Germany) kann laut Hersteller angewendet werden bei folgenden Konstruktionen:

Kronen, Brücken, In- & Onlays aus Metall, Keramik und Kunststoff

Kunststoff-Veneers

Wurzelstiften und Aufbauten.

Laut Hersteller wird durch das im Primer enthaltene Monomer MDP (= 10-Methacryloyloxydecyldihydrogenphosphat) eine zuverlässige Adhäsion von Schmelz und Dentin mit den entsprechenden In- & Onlays, Kronen und Brücken garantiert. Dieser Primer löst die Schmierschicht an und dringt in die Mikrostrukturen des Schmelzes und Dentins ein. Dadurch werden Kalziumionen gelöst und die Säure des Primers neutralisiert und die Zahnhartsubstanz geschont.

Das Panavia F 2.0 härtet sowohl über ein lichtempfindliches Initiatorsystem, als auch über einen Selbsthärtungsmechanismus unter Ausschluss von Sauerstoff. Beide Initiatoren führen gleichzeitig auch zur Aushärtung des im Primer enthaltenen Monomers. Dadurch wird die Adhäsion laut Hersteller nochmals verstärkt.

In der Literatur wird unter anderem von Begazo et al. (2004) belegt, dass bei der Vorbehandlung einer Aluminiumoxidkeramik durch Säureätzung oder Silanisierung oder Sandbestrahlung und der anschließenden Applikation des Panavia F. 2.0.-Befestigungskompositmaterials man zufriedenstellende Haftwerte erreicht. Gleichzeitig besagt Begazo et al.(2004) auch, dass man bei der Verwendung des Befestigungskomposit „Panavia F“ die Haftwerte signifikant erhöhen kann, indem man die Keramikoberfläche zuerst mittels Säure anätzt, dann sandbestrahlt und ein Silan auf-

trägt. In der Literatur wird mehrmals bestätigt, dass durch die Kombination von tribochemischer Silikatisierung und die Applikation eines Silans bei Aluminiumoxidkeramiken signifikant höhere Haftwerte erzielt werden können (Valandro et al., 2005/ Leite, Valandro et al., 2004). Ebenfalls konnten signifikant erhöhte Haftwerte allein durch tribochemischer Silikatisierung oder die Kombination dieser mit der Applikation eines Silans bei Zirkonoxidkeramiken erzielt werden (Bottino et al., 2005/Atsu et al., 2006).

Im Gegensatz dazu beschrieben Kumbuloglu et al. (2005), dass das Panavia F-System im Vergleich zu anderen Befestigungskompositmaterialien vor als auch nach dem Temperaturlastwechsel wesentlich schlechtere Haftwerte bei Lithiumdisilikatkeramiken aufwies und die Verwendung des Panavia F-Systems sich bei dieser nicht bewährt hat.

### 3. Problemstellung

Ziel dieser Arbeit ist es, die Scherhaftfestigkeit zwischen einem Befestigungskomposit und Feldspatkeramik, die mit unterschiedlichen Silanisierungsverfahren behandelt wurden, vor und nach einem Temperaturlastwechselversuch zu ermitteln.

Folgende Silanisierungsmethoden wurden angewendet:

- § 30 s Flusssäureätzung / Monobond S/ Variolink II (Vita Zahnfabrik, Schaan, Lichtenstein)
- § Pyrosil Pen (SurA Instruments, Jena, Germany)
- § Nexus-System (Kerr GmbH, Karlsruhe, Germany)
- § Panavia F 2.0. System (Kuraray GmbH, Düsseldorf, Germany)
- § Cojet-System (3M ESPE AG, Seefeld, Germany)
- § Silan A (Laborprodukt, HHU Düsseldorf, Germany)
- § Silan B (Laborprodukt, HHU Düsseldorf, Germany).

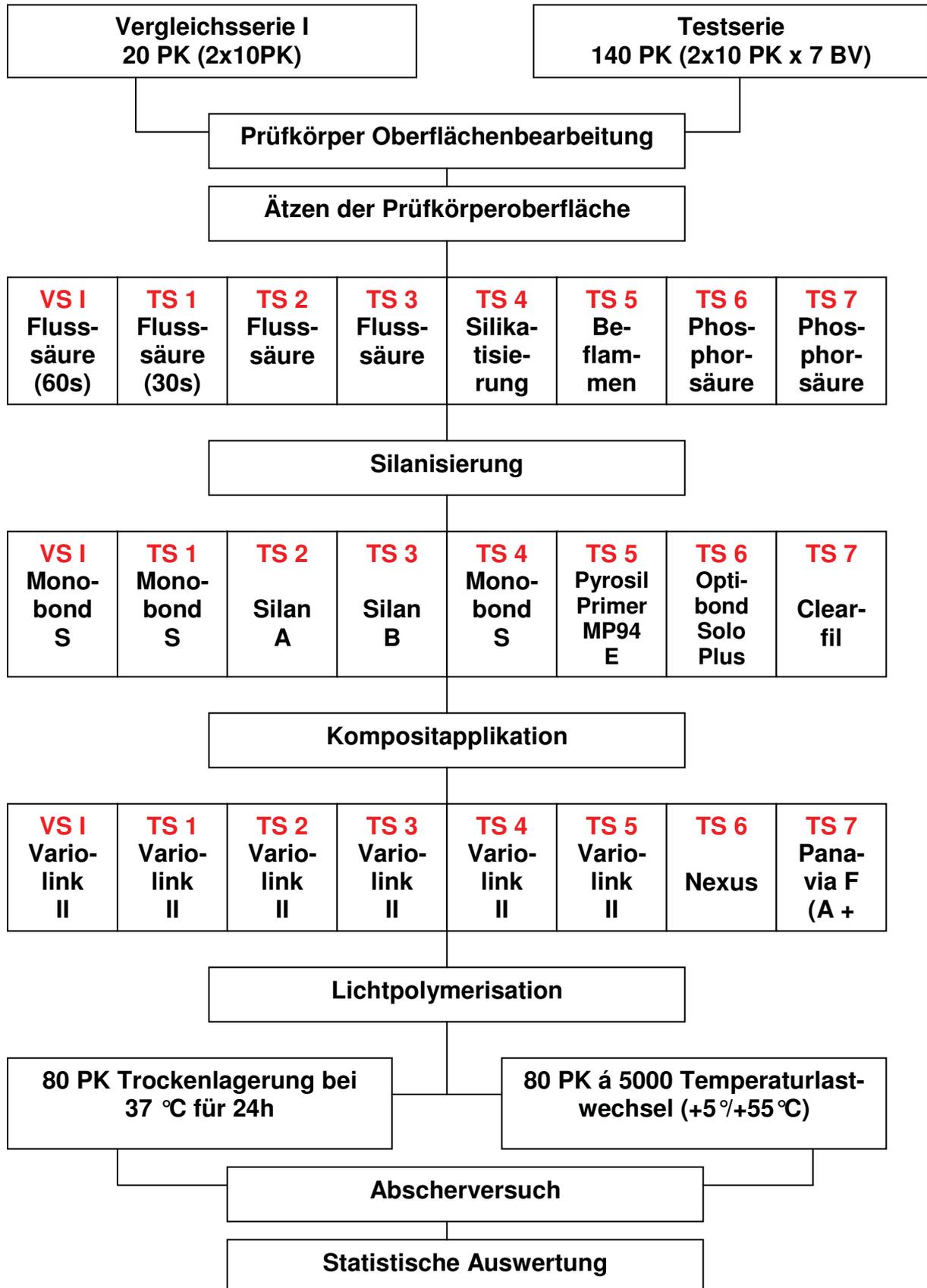
Als Vergleich diene das Standardsystem: 60 s Flusssäureätzung/Monobond S/Variolink II.

Folgende Faktoren werden untersucht und verglichen:

- 3.1. Art der Verbundsysteme
- 3.2. Lagerungsmedium (trocken bei 23°C; nass)
- 3.3. Lagerungszeit (24h)
- 3.4. Temperaturlastwechsel (5000 Lastwechsel bei +5/+55°C)
- 3.5. Scherfestigkeiten zwischen Keramik und Komposit nach den unterschiedlichen Behandlungs- und Lagerungsmethoden im Vergleich zu einem Standardsystem
- 3.6. Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung der Keramikoberflächen nach dem Scherversuch zur Beurteilung der Bruchart.

## 4. Material und Methode

### 4.1. Überblick über das Versuchskonzept



PK = Prüfkörper

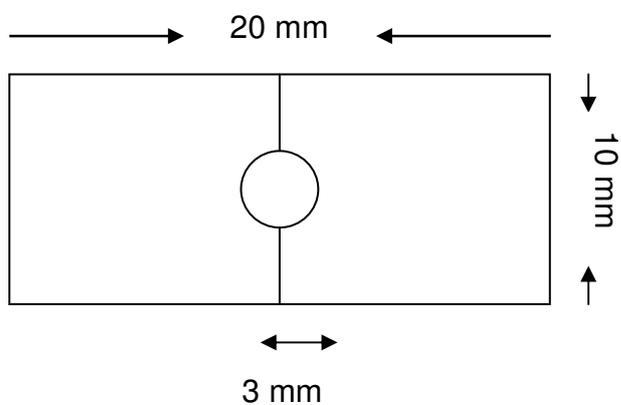
BV = Behandlungsverfahren

TS = Testserie

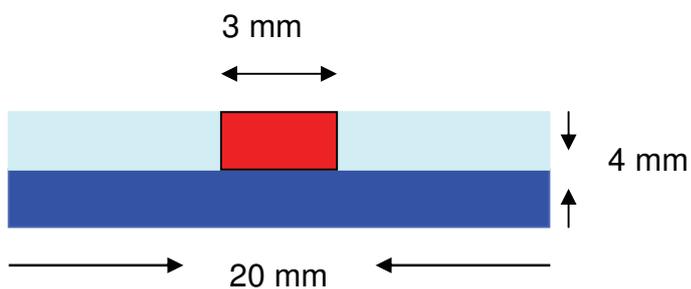
VS = Vergleichsserie

### 4.1.1. Grobe bildliche Darstellung der Prüfkörperherstellung

#### a) Aufsicht auf Prüfkörper



#### b) Querschnitt des Prüfkörpers



 Vitablock Mark II (10 ± 1) x (20 ± 1) x (2 ± 0,1) mm

 Vorgefertige Formplatte von (10 ± 1) x (20 ± 1) x (2 ± 0,1) mm mit einer Bohrung von 3 mm ø

 Befestigungskomposit 3 mm x 2 mm

## 4.2. Materialien und Verbundverfahren

### 4.2.1. Feldspatkeramik

Für die vorliegende Studie wurden die Vitablocks Mark II verwendet. Diese wurden in den Abmessungen  $(10 \pm 1) \times (20 \pm 1) \times (2 \pm 0,1)$  mm freundlicherweise von der Vita Zahnfabrik GmbH (Bad Säckingen, Deutschland) zur Verfügung gestellt. Hierbei handelt es sich um eine Feinstruktur-Feldspatkeramik. Folgende chemische Zusammensetzung für die Vitablocks Mark II wird seitens des Herstellers angegeben:

Oxide	% Anteil
SiO <sub>2</sub>	56 - 64
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20 - 23
Na <sub>2</sub> O	6 - 9
K <sub>2</sub> O	6 - 8
CaO	0,3 - 0,6
TiO <sub>2</sub>	0,0 - 0,1

Ein positiver Aspekt nach Angaben des Hersteller ist, dass durch die feine Kristallstruktur der Keramik ein sehr geringer Abrieb am Schmelz durch die Vitablocks Mark II verursacht wird

Weiter physikalische Eigenschaften in Anlehnung an die ISO 6872:1995/Amd.1:1997 an „Dentalkeramiken“ gibt der Hersteller an:

Eigenschaften	Maßeinheit	Wert
Volumenanteile kristalliner Feldspatartikel im Gefüge	Vol %	≈ 30
Dichte	g/cm <sup>3</sup>	2,44 ± 0,01
Wärmeausdehnungskoeffizient ( $\alpha$ 20 - 500 °C)	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	9,4 ± 0,1

Transformationsbereich	°C	780 - 790
Vickershärte HV 0,1/15		640 ± 20
Biegebruchfestigkeit ( H. Schwickerath, Das Festigkeitsverhalten von CEREC, Quintessenz 43, S. 669-667, 1992)	MPa	154 ± 15
Biegebruchfestigkeit(1,2x4x15mm Prüfkörper, von der CEREC-Maschine bearbeitete Oberfläche, 0,5 mm/min)	MPa	113 ± 10
E-Modul	GPa	63,0 ± 0,5

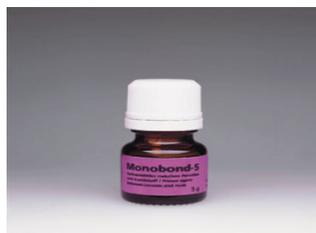
#### 4.2.2. Monobond S

Die Silanisierungsflüssigkeit Monobond S wurde freundlicherweise von der Ivoclar Vivadent GmbH (Ellwangen, Deutschland) zur Verfügung gestellt. Der Hersteller gibt folgende Zusammensetzung für 1g an:

3-Methacryloyloxypropyltrimethoxysilan (1 Gew. %)

Wasser/Ethanol (99 Gew. %)

Mit Essigsäure auf PH 4 eingestellt



Folgende Vorteile gibt der Hersteller an:

Lösungsmittelbasis Ethanol-Wasser (Acetonfrei)

Kompatibel mit allen gängigen Kompositen auf Methacrylbasis

Verwendbar als Keramik-Komposit-Haftvermittler und für Keramikreparaturen.

### **4.2.3. Silanzubereitung A**

Die Silanzubereitung A wurde im Labor der Abteilung für Zahnerhaltung der HHU hergestellt. Die enthaltenen Chemikalien stammen von der Sigma Aldrich GmbH (Taufkirchen, Deutschland). Die Zusammensetzung ist:

Komponente A: 2,5 % 3-Methacryloyloxypropyltrimethoxysilan, 97,5 % Ethylacetat p.a.

Komponente B: 2,5 % Essigsäure 100 %ig p.a., 97,5 % Ethanol abs.

### **4.2.4. Silanzubereitung B**

Die Silanzubereitung B wurde ebenfalls im Labor der Abteilung für Zahnerhaltung der HHU hergestellt. Die Chemikalien stammen von der Firma Wacker Chemie GmbH (München, Deutschland). Die Zusammensetzung ist:

2,5 % Methacryloylmethyltrimethoxysilan.

### **4.2.5. Cojet-System**

Das Cojet-Verbundverfahren (Hager & Werken GmbH & Co. KG, Duisburg, Deutschland) dient der intraoralen Silikatisierung bei Reparaturen von abgeplatzten Verbundungen. Dieses System wird vom Hersteller in folgender Paketzusammenstellung angeboten:

Cojet Sand als Beschichtungsstrahlmittel für die Silikatisierung

ESPE Sil<sup>TM</sup> als Silanflüssigkeit

Visio Bond<sup>TM</sup> als Haftvermittler zwischen Keramik- oder Kompositrestaurationen

Sinfony<sup>TM</sup> Opaquer als Abdeckmittel für Metallgerüste.

Das Cojet-Verbundsystem eignet sich für die:

Vorbehandlung von Metallrestaurationen vor dem Anbringen von Komposit

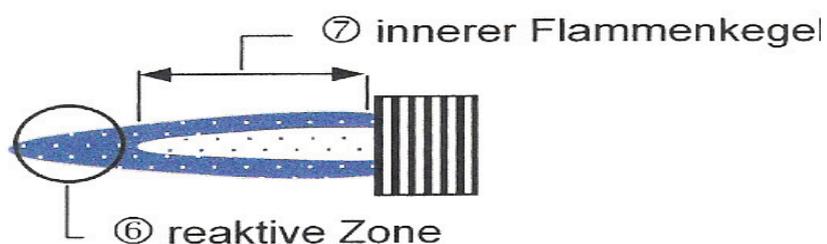
Vorbehandlung von Komposit/Keramik vor der adhäsiven Befestigung

Reparatur von Restaurationen.

#### 4.2.6. Pyrosil Pen

Der Pyrosil Pen (SurA Instruments GmbH, Jena, Deutschland) wurde freundlicherweise von der Firma SurA Instruments GmbH für die Untersuchungen zur Verfügung gestellt. Der Pyrosil Pen ist ein Gasbrenner in der Größe eines Kugelschreibers, der einen Gastank mit einer Kartusche enthält. Die Kartusche ist mit einem Silan dotierten Spezialgas gefüllt. Dieses Spezialgas wird mittels eingebautem Piezoelement angezündet. Anschließend wird die Oberfläche beflammt. Die empfohlene Beflammungszeit beträgt etwa 5 - 10  $\text{scm}^{-2}$ . Wichtig ist, dass man während der Beflammung das Objekt und den Pyrosil Pen so hält, dass die Wärme frei nach oben abziehen kann und nicht auf das Objekt und den Pen zurückschlägt. Ebenfalls sollte man das Objekt während der Beflammung im reaktiven Bereich der Flamme halten, das heißt in dem Bereich der Flammenspitze.

#### Reaktive Flammenzone



(Firmenfoto)

Nach dem Beflammen wird das Silan „Pyrosil Primer MP 94 E“ (3-Methacryloyloxypropyltrimethoxysilan) auf die Silikatschicht aufgetragen, das den Verbund zu dem später applizierten Komposit „Variolink II“ gewährleistet. Wichtig ist auch, die Objektoberfläche vor dem Beflammen vorzubehandeln. Laut Hersteller wird die Sandstrahlung mit 130 µm Aluminiumoxid empfohlen. Vorteile des Pyrosil Pen sind laut Hersteller unter anderem:

Einfache Anwendung

Geeignet für „Chairside“-Einsatz

Keine komplizierten Vorbehandlungen notwendig.

#### **4.2.7. Nexus-System**

Das Nexus System wurde freundlicherweise von der Firma Kerr GmbH (Karlsruhe, Deutschland) zur Verfügung gestellt. Es ist ein universelles Befestigungssystem, dass zur Befestigung von:

Porzellan- und Kunststoffrestaurationen

Adhäsivbrücken

geeignet ist.

Das Nexus System besteht aus:

Kerr Gel Etchant (37,5% Phosphorsäure)

Silan Primer

Kompositmaterial (Basismaterial + Katalysator).



(Firmenfoto)

#### 4.2.8. Panavia F 2.0-System

Für die weiteren Untersuchungen bezüglich der Verbundfestigkeit wurde freundlicherweise das Panavia F 2.0 System von der Firma Kuraray Europe GmbH (Düsseldorf, Germany) zur Verfügung gestellt. Das Panavia F 2.0-System besteht aus folgenden Materialien:

K-etchant Gel (37,5% Phosphorsäure)

Silanisierungsflüssigkeit (Clearfil Porcelain Bond Activator + Clearfil SE Bond Primer)

Kompositmaterial (Paste A + B).

Der Hersteller gibt folgende technischen Eigenschaften des Komposits an:

Füllstoffgehalt	78 wt%
Mindestgröße	0.04 $\mu\text{m}$
Maximalgröße	18 $\mu\text{m}$
Flouridfreisetzung	Ja
Schichtdicke	18 $\mu\text{m}$

Druckfestigkeit	231 MPa
<b>Biegebruchfestigkeit bei der:</b>	
Halogenlampe / LED-Lampe	79 MPa
Chemische Aushärtung	77 MPa
Elastizitätsmodul	9,2 GPa

#### 4.2.9. Befestigungskomposit

Das Befestigungskomposit „Variolink II“ (Ivoclar Vivadent GmbH, Schaan, Liechtenstein) wurde für folgende Untersuchungen verwendet:

Vergleichsserie I & II (Flusssäureätzung, Monobond S)

Cojet-System (Silikatisierung, Monobond S)

Pyrosil Pen (Beflammung, Pyrosil Primer MP 94 E)

Silan A

Silan B.

Variolink II ist ein röntgenopakes, dualhärtendes Komposit-Befestigungssystem. Es dient zur adhäsiven Befestigung von keramischen:

Inlays / Onlays

Veneers

Kronen

Brücken

Wurzelstiften.

Variolink II besteht aus 2 Komponenten:

**a)** Katalysator: 2 Farben (transparent/gelb)

2 Konsistenzen (hoch- und niedrigviskös)

**b)** Base: 1 Konsistenz

6 Farben (bleach XL, transparent, weiß, gelb, braun, weiß opak).

Für die vorliegende Untersuchung wurde die Basispaste 2.5g, gelb/yellow (210/A3), LOT H20794 und die Katalysatorpaste 2.5g, low viscosity/yellow (210/A3), LOT H19677 verwendet. Folgende Standard-Zusammensetzung (in Masse-%) gibt der Hersteller an:

	Base	Catalyst hoch- viskös	Catalyst niedrig- viskös
Bis-GMA	13.1	11.0	13.9
Urethandimethacrylat	6.6	5.5	7.0
Triethylenglycoldimethacrylat	6.6	5.5	7.0
Bariumglasfüller silanisiert	38.4	42.2	36.2
Ytterbiumtrifluorid	25.0	25.0	25.0
Mischoxid, silanisiert	5.0	5.0	5.0
Ba-Al-Fluoro-Silikatglas	5.0	5.0	5.0
Katalysatoren und Stabilisatoren	0.3	0.8	0.9
Pigmente	<0.1	<0.1	<0.1

In Anlehnung an DIN EN ISO 4049 (Dentistry - Polymer-based crown and bridge materials) gibt der Hersteller folgende physikalische Eigenschaften an:

1. Biegefestigkeit	lichthärtend Base	115 Nmm <sup>-2</sup>
	lichthärtend Base und Catalyst	110 Nmm <sup>-2</sup>
	selbsthärtend Base und Catalyst	85 Nmm <sup>-2</sup>
2. Elastizitätsmodul	lichthärtend Base	8300 Nmm <sup>-2</sup>
	lichthärtend Base und Catalyst	8300 Nmm <sup>-2</sup>
	selbsthärtend Base und Catalyst	6000 Nmm <sup>-2</sup>
3. Druckfestigkeit		240 Nmm <sup>-2</sup>
4. Aushärtungstiefe	Base opak/weiß/gelb	2,0/6,0/5,6
	braun/transparent	4,4/6,0
5. Röntgenopazität		450 % Al
6. Transparenz	Base transparent	15,0 ± 1,5 %
	weiss, gelb, braun	12,0 ± 1,5 %
	opak	1,5 ± 0,5 %
7. Verarbeitungszeit (37 °C)		4 ± 0,5 Min.
8. Vickershärte (HV 0.5/30)		500 Nmm <sup>-2</sup>
9. Wasseraufnahme		25,0 µgmm <sup>-3</sup>
10. Wasserlöslichkeit		1,0 µgmm <sup>-3</sup>

Biegebruchfestigkeit(1,2x4x15mm Prüfkörper,

von der CEREC-Maschine MPa 113 ± 10

bearbeitete Oberfläche, 0,5 mm/min)

E-Modul GPa 63,0 ± 0,5

## 4.2.10. Materialliste

Nr.	Produkt	LOT	Inhalt/Zusammensetzung	Hersteller
1	Vitablocks Mark II	31630	Feldspat-Keramik	Vita Zahnfabrik GmbH Bad Säckingen, Germany
2	Variolink II	H 23213	Universal 6g / Base Paste & Katalysator	Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein
3	Monobond S	14892	3-Methacryloxypropyl-trimethoxysilan (1%)	Ivoclar Vivadent AG
4	IPS Ceramic Ätzgel	H 22513	< 5% Fluorwasserstoffsäure	Ivoclar Vivadent AG
	"Refill"			
5	CoJet	172562	CoJet Sand 30 m (40g)	3M ESPE AG, Seefeld, Germany
6	Clearfil SE Bond	00576B	HEMA, MDP, Wasser, Dimethacrylate, Photoinitiatoren	Kuraray Europe GmbH, Düsseldorf
	Primer			Germany
7	Clearfil Porcelain	00167A	HEMA, MDP, Wasser, Dimethacrylate, Photoinitiatoren	Kuraray Europe GmbH, Düsseldorf
	Bond Activator		Bis-GMA,	Germany
8	K-etchant Gel	00366B	40 % Phosphorsäure	Kuraray Europe GmbH, Düsseldorf
				Germany
9	AirSonic Mini	Nr. 3408	Handstück	Hager & Werken GmbH, Duisburg,
	Sandblaster			Germany

10	Pyrosil Pen	/	Handstück	SurA Instruments GmbH, Jena
				Germany
11	Panavia F	0016 2A	Universal / Paste A	Kuraray Europe GmbH, Düsseldorf
		0009 2A	Universal / Paste B	Germany
12	Nexus 2	4333 09	Base Paste / yellow	Kerr Corporation, W. Col- lins Orange,
		4289 92	Katalysator Paste / yellow	CA, USA
13	Gel Etchant	0036 6B	37,5 % Phosphorsäure	Kerr Corporation, W. Col- lins Orange,
				CA, USA
14	Silan Primer	3048 25	Ethanol, Organosilanester	Kerr Corporation, W. Col- lins Orange,
				CA, USA
15	Silan A : Fla- sche 1	/	2.5 % 3-methacryloyl- oxypropyl-trimethoxysilan	Merck GmbH, Darmstadt, Germany
			97.5 % ethyl-acetate, p.a.	
	Silan A : Fla- sche 2	/	2.5 % acetic acid, p.a.	Merck GmbH, Darmstadt, Germany
			97.5 % ethanol, p.a.	
16	Silan B	/	2.5 % methacryloyl-oxymethyl- trimethoxy-silan	Wacker Chemie GmbH, München,
				Germany
			97.5 % ethyl-acetate, p.a.	Sigma Aldrich GmbH
17	OPTOSIL- XANTO-	2402 06	Aktivator Paste 60 ml	Heraeus Kulzer GmbH & Co. KG,
	PREN- Aktivator			Hanau, Germany

18	OPTOSIL.P-PLUS	240091	Base (Putty Consistenz, EN ISO 4823,	Heraeus Kulzer GmbH & Co. KG,
	Base		Type 0, Poly-siloxane	Hanau, Germany

### 4.3. Versuchsdurchführung

Die Versuchsdurchführung erfolgte analog der DIN EN ISO 10477 (Dentistry - Polymer-based crown and bridge materials; Amd. 1:1998). Laut Vorschrift gelten folgende Arbeitsschritte:

1. Prüfkörperherstellung laut Angaben des Herstellers des Verbundsystems
2. Applikation und Polymerisation des Haftvermittlers nach Herstellerangaben,
3. Anbringen einer Form für das Befestigungskomposit im konditionierten Bereich des Prüfkörpers mit einer Applikationsöffnung von 3 mm  $\varnothing$ ,
4. Befestigungskomposit applizieren,
5. Befestigungskomposit mit einer Polyesterfolie abdecken,
6. Befestigungskomposit laut Herstellerangaben auspolymerisieren,
7. Eine Prüfkörperserie: Trockenlagerung bei 37° C für 24 h,
8. Eine Prüfkörperserie: 5000 Temperaturlastwechsel
9. Scherfestigkeitsmessung mittels Abschervorrichtung bei einer Vorschubgeschwindigkeit von 1 mm/min,
10. Dokumentation der Messergebnisse,
11. Berechnung der Haftfestigkeit entsprechend der folgenden Formel:

$$B = F/S$$

B: Haftfestigkeit [MPa]

F: Scherkraft [N]

S: Adhäsivfläche [mm<sup>2</sup>]

## **4.4. Handversuche**

Um Übung im Umgang mit den einzelnen Werkstoffen als auch den Geräten zu erlangen, wurden vor der definitiven Prüfkörperherstellung einige Vorversuche durchgeführt. Zu Beginn wurden 20 Prüfkörper (s. Kapitel 4.4.1. - 4.4.3) hergestellt. Jedoch zuerst mit einer Form mit 5 mm Durchmesser. Nach der Trockenlagerung von 10 Prüfkörpern und 10 Prüfkörper, die dem Temperaturlastwechsel unterzogen wurden, erfolgte die Ermittlung der Scherhaftfestigkeit. Da bei jeder Messung die Keramik komplett in mehrere Einzelteile zerbrach, wurden weitere 10 Prüfkörper mit einer Form von 3 mm Durchmesser hergestellt. Bei dieser Messung konnten kohäsive als auch adhäsive Brüche festgestellt werden. Da diese Ergebnisse zufrieden stellend waren, konnte die Herstellung der definitiven Prüfkörper beginnen.

## **4.5. Prüfkörperherstellung für die Vergleichserie**

Für die Vergleichserie wurden 20 Prüfkörper mit dem Befestigungskomposit „Variolink II“ (Ivoklar Vivadent GmbH, Schaan, Lichtenstein) verwendet.

### **4.5.1. Vorbereiten der Prüfkörper für die Vergleichs- und Testserien**

Um sowohl eine plane Prüfkörperoberfläche, als auch ein einheitliches Schlibfbild zu erhalten, wurden die Prüfkörperoberflächen für alle Untersuchungen mit einem Schleifpapier unterschiedlicher Stärken (Körnung 800, 1000) geschliffen. Das ganze erfolgte ca. 60 s bei einem Druckaufwand zwischen 1400 und 2000 g.

### **4.5.2. Ätzen und Silanisieren der Vergleichsserie**

Die Oberfläche von 20 Prüfkörper der Vergleichsserie wurden nach den Empfehlungen des Herstellers mit der Flusssäure (IPS Keramik Ätzgel; Ivoclar Vivadent GmbH, Schaan, Liechtenstein) für 60 s geätzt. Anschließend wurde diese für 60 s mit destilliertem Wasser abgesprüht und die Oberfläche leicht mit einem Luftpüster getrocknet.

Im Anschluß daran wurde auf allen 20 angeätzten Prüfkörpern das Silan „Monobond S“ mit einem Pinsel in dünner Schicht appliziert und für 60 s trocknen gelassen.

### **4.5.3. Applikation des Befestigungskomposites**

Damit immer identisch große Befestigungskompositproben auf den Prüfkörpern gewährleistet waren, wurde eine Formplatte von  $(10 \pm 1) \times (20 \pm 1) \times (2 \pm 0,1)$  mm mit einer Bohrung von 3 mm  $\varnothing$  auf die Prüfkörper angebracht. In diese Bohrung wurde das Befestigungskomposit „Variolink II“ eingebracht und mit einer Polyesterfolie abgedeckt. Dadurch wurde die Ausbildung einer Sauerstoffinhibitionsschicht verhindert. Die Polymerisation erfolgte mittels Halogenlampe (Spectrum® 800, DENTSPLY De-Trey GmbH, Konstanz, Deutschland) für 40 s. Die Haftfläche betrug 7,07 mm<sup>2</sup> (DIN EN ISO 10477, Amd. 1:1998).

## **4.6. Trockenlagerung**

Gemäß DIN EN ISO 10477 (Amd. 1:1998) wurden 80 Prüfkörper bei 37 °C für 24h trocken gelagert. Durch die thermische Dauerbelastung versucht man den Ermüdungsprozess nachzuahmen

## **4.7. Temperaturlastwechsel**

Gemäß der DIN EN ISO 10477 (Amd. 1:1998) wurden 80 Prüfkörper einer wechselnden Temperaturbelastung ausgesetzt. Dazu wurden die Prüfkörper im Wechsel für 30 s in destilliertes Wasser mit einer Temperatur von +5°C und +55°C eingetaucht. Den Transfer von einem Tauchbad ins andere übernahm ein mikroporzessorgesteuertes Gerät. Die Eintauchzeit betrug auf jeder Temperaturstufe 30 s. Die Transferdauer betrug 5 s. Insgesamt wurden alle Prüfkörper 5000 Temperaturlastwechseln unterzogen. Ziel dieses Versuches war es, die mechanische Belastung der Verbundfläche durch den Flüssigkeitseinfluss und den Temperaturwechsel darzustellen. Durch diese Versuchsanordnung wurde ein thermischer Ermüdungsprozess an der Verbundfläche zwischen Keramik und Komposit erzielt.

## **4.8. Prüfkörperherstellung für die Testserien**

Alle Prüfkörper für die Testserien wurden ebenfalls analog wie bei der Vergleichsserie Punkt 4.4.1. vorbehandelt.

### **4.8.1. Oberflächenbearbeitung und Silanisierung der**

#### **Testserie 1**

Die Oberfläche von 20 Prüfkörpern der Testserie 1 wurden mit der Flusssäure (IPS Keramik Ätzgel, Ivoclar Vivadent GmbH, Schaan, Liechtenstein) aber nur für 30 s geätzt. Ebenfalls für 30 s mit Wasser abgesprüht und mit einem Luftpüster leicht getrocknet. Anschließend wurde das Silan „Monobond S“ aufgetragen und dann das Befestigungskomposit „Variolink II“ appliziert und 40 s lichtgehärtet.

## **4.8.2. Oberflächenbearbeitung und Silanisierung der Testserie 2 und 3**

Die Prüfkörperoberfläche beträgt laut DIN EN ISO 10477 (Amd. 1:1998) 2 cm<sup>2</sup>. Diese Oberfläche wurde zuerst mit der Flusssäure „IPS Keramik Ätzgel“ (Firma Ivoklar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) für 60 s angeätzt und dann nochmals 60 s mit Wasser abgespült.

Testserie 2: Im Anschluss an die Oberflächenätzung wurden die beiden Komponenten der Silanzubereitung A (s. Kap. 4.2.3.) im Verhältnis von 1:1 gemischt und dann mit einem Pinsel dünn auf die Keramikoberfläche aufgetragen. Das Werkstück ließ man für 60 s trocknen, damit das Silan richtig in das Mikrorelief der Werkstoffoberfläche eindringen konnte. Anschließend wurde das Komposit Variolink II aufgetragen und 40 s lichtgehärtet

Testserie 3: Nach der Oberflächenätzung wurde auch hier eine dünne Schicht der Silanzubereitung B (s. Kap. 4.2.4.) mit einem Pinsel aufgetragen und für 60 s getrocknet.

Anschließend wurde bei beiden Testserien das Komposit „Variolink II“ appliziert und jeweils für 40 s lichtgehärtet.

## **4.8.3. Oberflächenbearbeitung und Silanisierung mit dem Cojet-System**

Die Werkstoffoberfläche wurde laut Herstellerangaben in einem Abstand von 2 mm – 10 mm senkrecht zur Oberfläche für 15 s gleichmäßig mit dem CoJet Sand bestrahlt. Anschließend wurde das Silan „Monobond S“ mit einem dünnen Pinsel aufgetragen.

Das ganze ließ man 60 s lang trocknen. Auch hier wird das Komposit „Variolink II“ analog zum Punkt 4.4.3 verwendet.

#### **4.8.4. Oberflächenbearbeitung und Silanisierung mit dem Pyrosil Pen**

Die Prüfkörperoberfläche beträgt 2 cm<sup>2</sup> und wurde für 5 s auf einer feuerfesten Unterlage mit dem Pyrosil Pen beflammt. Die Beflammung erfolgte laut Herstellerangaben im reaktiven Bereich der Flamme. Nach dem Beflammen ließ man den Prüfkörper ungefähr 3 min abkühlen. Danach wurde das Silan „Pyrosil Primer MP 94 E“ (SurA Instruments, Jena, Deutschland) mit einem Einmalpinsel aufgetragen. Das ganze ließ man für etwa 120 s lufttrocknen. Bei diesem Verfahren wurde auch das Komposit „Variolink II“ verwendet.

#### **4.8.5. Oberflächenbearbeitung und Silanisierung mit dem Nexus-System**

Zu Beginn wurde die Prüfkörperoberfläche 15 s lang mit Kerr Gel Etchant (37,5 %ige Phosphorsäure) angeätzt. Anschließend wurde das Ätzgel 10 s lang mit Wasser abgespült und die Oberfläche leicht getrocknet. Als nächstes wurde die Oberfläche mit dem „Silan Primer“ bearbeitet und 60 s lang trocknen gelassen.

#### **4.8.6. Oberflächenbearbeitung und Silanisierung mit dem Panavia F 2.0-System**

Bei der Verwendung des Panavia F 2.0-Systems wurden die Prüfkörperoberflächen analog zum Nexus-System 15 s lang mit Kerr Gel Etchant (37,5 %ige Phosphorsäure) angeätzt und 10 s mit Wasser abgespült. Die Oberfläche ließ man leicht trocknen. In der Zwischenzeit wurden die Silanflüssigkeiten „Clearfil Porcelain Bond Activator“ und „Clearfil SE Bond Primer“ im Verhältnis 1:1 gemischt. Diese Mischung applizierte man auf die Prüfkörperoberfläche und ließ es für 60 s einwirken.

#### **4.9. Applikation des Befestigungskomposit für das Panavia F 2.0 - und Nexus-System**

Bei diesen beiden Untersuchungen wurde das dazugehörige Befestigungskomposit verwendet. Bei dem Panavia F 2.0 System wurden die Paste A und B in einem Mischverhältnis 1:1 gemischt und anschließend in die Bohrung aufgetragen. Anschließend wurde wieder eine Polyesterfolie aufgelegt und das ganze 40 s lichtgehärtet. Die Applikation erfolgte hier auch in 2 Schichten.

Bei dem Nexus-System wurden ebenfalls die Basispaste und der Katalysator in einem Mischverhältnis von 1:1 gemischt und in die Bohrung appliziert. Das Befestigungskomposit wird mit der Polyesterfolie abgedeckt und alles für 40 s lichtgehärtet. Auch hier wurde die Inkrementtechnik verwendet (2Schichten).

#### **4.10. Trockenlagerung**

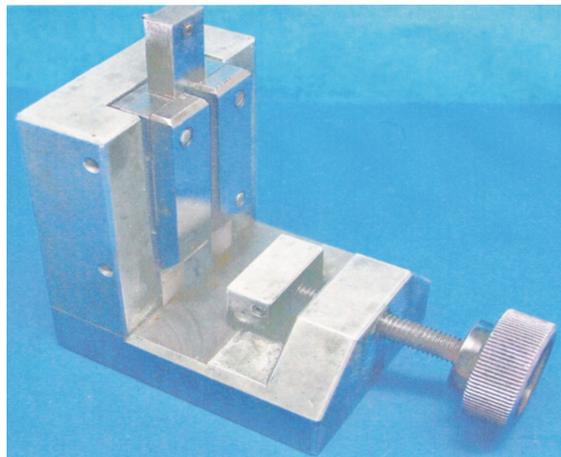
Dieser Vorgang erfolgte mit jeweils 10 Prüfkörpern aus jeder Testserie analog zum Punkt 4.4.4.

## 4.11. Temperaturlastwechsel

Dieser Vorgang erfolgte mit jeweils 10 Prüfkörpern aus jeder Testserie analog zum Punkt 4.5.

## 4.12. Universalprüfmaschine

Die Scherkraft wurde mit der Universalprüfmaschine Modell 106 2 der Firma Test (Düsseldorf, Deutschland) ermittelt. Gemäß der DIN EN ISO 10477 (Amd. 1:1998) betrug die Vorschubgeschwindigkeit 1 mm/s, die Vorkraft 0,1 N. Für die Scherkraftermittlung wurde die unten aufgeführte Abschervorrichtung verwendet.



## 4.13. Vergleichsserien und Testserien

Insgesamt wurden 160 Prüfkörper nach den oben beschriebenen Verfahren hergestellt. 10 Prüfkörper aus der Vergleichsserie 1, als auch 70 Prüfkörper aus den 7 verschiedenen Testserien wurden für 24h trocken gelagert. Die restlichen 10 Prüfkörper der Vergleichsserie 1, als auch die restlichen 70 Prüfkörper aus den jeweiligen Testserien wurden dem Temperaturlastwechsel unterzogen. Nach dieser Behandlung wurde unter Verwendung der Prüfmaschine die Scherkraft ermittelt.

#### 4.14. Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung

Um signifikante Unterschiede auf der Keramikoberfläche zu ermitteln, wurden mittels eines Rasterelektronenmikroskops die einzelnen Oberflächen während des kompletten Versuchsablaufes visualisiert. Die Prüfkörper wurden dazu mit Hilfe eines Leit-Tabs auf einen Probenteller mit einem Durchmesser von 12mm geklebt (Plano GmbH, Wetzlar, Deutschland). Anschließend wurden die Proben im Auto-Modus sofort gesputtert (Cressington 108auto, Cressington Scientific Instruments, Watford, Großbritannien), so dass eine Goldschicht mit einer Dicke von ca. 25nm die Oberfläche der Proben bedeckte. Die Proben wurden im High Vakuum Modus unter dem S-3000N-Rasterelektronenmikroskop (Hitachi, Japan) untersucht (25,0kV; 95µA). In folgenden Vergrößerungen 40x, 100x, 300x, 700x und 1000x wurden im „Scan-Modus“ des REM Aufnahmen zur weiteren Auswertung eingescannt (Scan Speed: 200s; Resolution: 1280x960).

#### 4.15. Statistik

Die statistische Analyse wurde mit der Software SPSS 12.1 (SPSS Software, München, Deutschland) durchgeführt. Mittelwerte und Standardabweichungen wurden berechnet. Die Ergebnisse wurden auf signifikante Kommastellen gerundet. Die Normalverteilung der Messwerte wurde nach Kolmogoroff-Smirnoff geprüft. Die Mehrfachvergleiche zwischen den Mittelwerten der unterschiedlichen Verbundverfahren wurden mittels der univariaten ANOVA gefolgt vom Bonferroni post hoc Test gerechnet. Zur Berechnung signifikanter Unterschiede zwischen den Mittelwerten der bei 24 h trocken gelagerten und dem Temperaturlastwechsel ausgesetzten Prüfkörper des jeweiligen Verbundverfahrens, wurde der T-Test gerechnet. Das statistische Signifikanzniveau für alle Tests ist  $p < 0,05$ .

## 5. Resultate

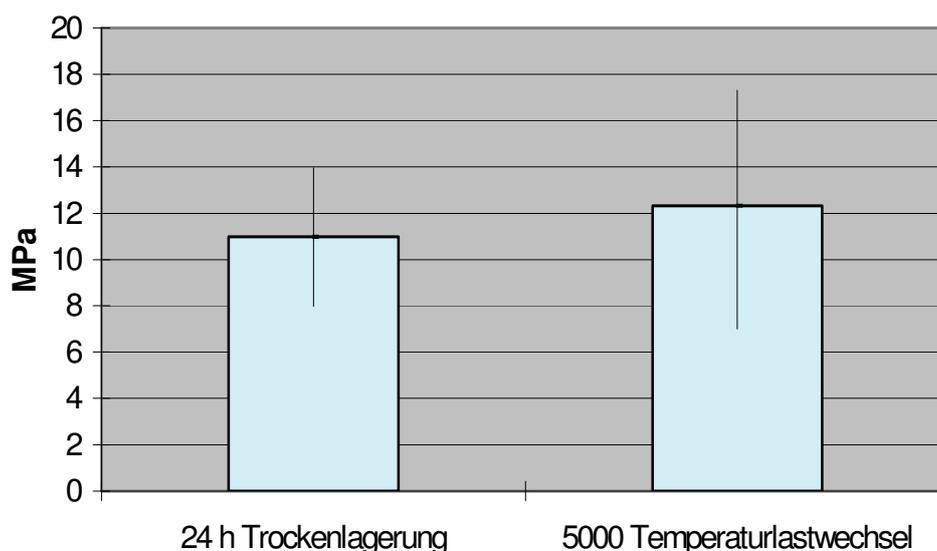
### 5.1. Resultate der Scherfestigkeitsmessungen

Die einzelnen Scherfestigkeitsmesswerte sind tabellarisch im Kapitel 10 aufgeführt.

#### 5.1.1. Vergleichsserie

##### 5.1.1.1. Silikatkeramik/60 s Flusssäureätzung/Silanisierung

Die Mittelwerte der Scherhaftfestigkeit des klinisch bewährten Standardsystems Silikatkeramik / 60 s Flusssäureätzung / Silanisierung / Befestigungskomposit sind in Abbildung 5.1. dargestellt. Das Standardsystem diente in dieser Studie als Kontrolle. Bei allen Prüfkörpern der Kontrolle lagen Kohäsivbrüche im Substrat vor, so dass die Scherfestigkeitswerte nicht als Absolutwerte der Haftfestigkeit angesehen werden können. Dies besagt, dass die Verbundfestigkeit über der Eigenfestigkeit der Keramik liegt.



**Abb. 5.1.** Darstellung der durchschnittlichen Haftfestigkeit der Vergleichsserie 1 (60 s Anätzzeit) mit Fehlerindikator der Standardabweichung

## 5.1.2. Testserien

Die Scherfestigkeitswerte folgender Verbundverfahren wurden nach 24 h Trockenlagerung bei 23 °C und nach 5000 Temperaturlastwechseln (+ 5 / + 55 °C) bestimmt:

Testserie 1: 30 s Flußsäureätzung/ Monobond S/ Variolink II

Testserie 2: Silanzubereitung A

Testserie 3: Silanzubereitung B

Testserie 4: Cojet-System

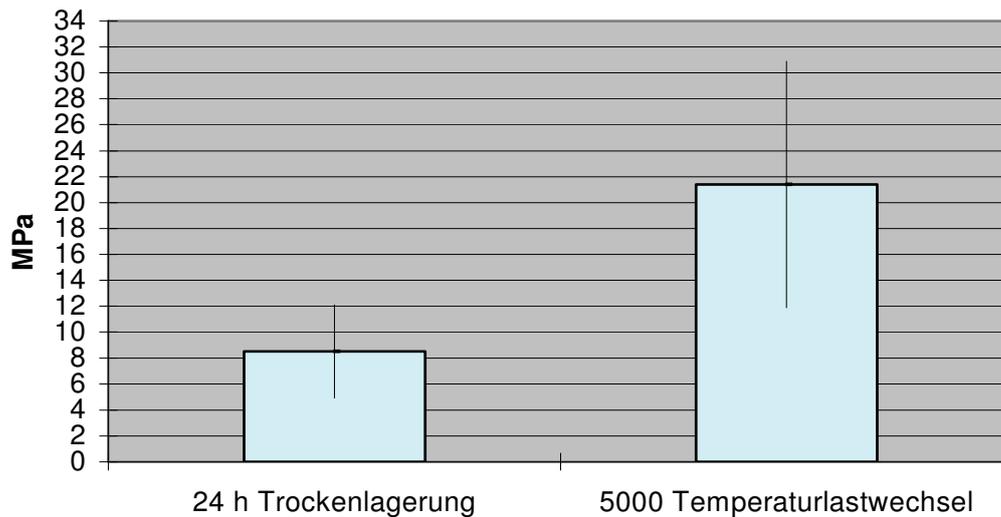
Testserie 5: Pyrosil Pen

Testserie 6: Panavia F 2.0-System

Testserie 7: Nexus-System

### 5.1.2.1. Silikatkeramik/Flusssäureätzung 30 s/Silanisierung

In dieser Untersuchung wurde das klinisch bewährte Standardsystem Silikatkeramik/ 60 s Flusssäureätzung / Silanisierung/ Befestigungskomposit in Bezug auf die Ätzzeit verändert. Die Ätzzeit wurde auf 30 s reduziert, um zu überprüfen ob es signifikante Unterschiede der Haftfestigkeit bei reduzierter Ätzdauer gibt. Die durchschnittlichen Scherfestigkeitswerte werden in Abbildung 5.2. dargestellt. Es konnten hier signifikante Unterschiede festgestellt werden. Es lagen wie bei der oben beschriebenen Vergleichserie Kohäsivbrüche im Substrat vor.

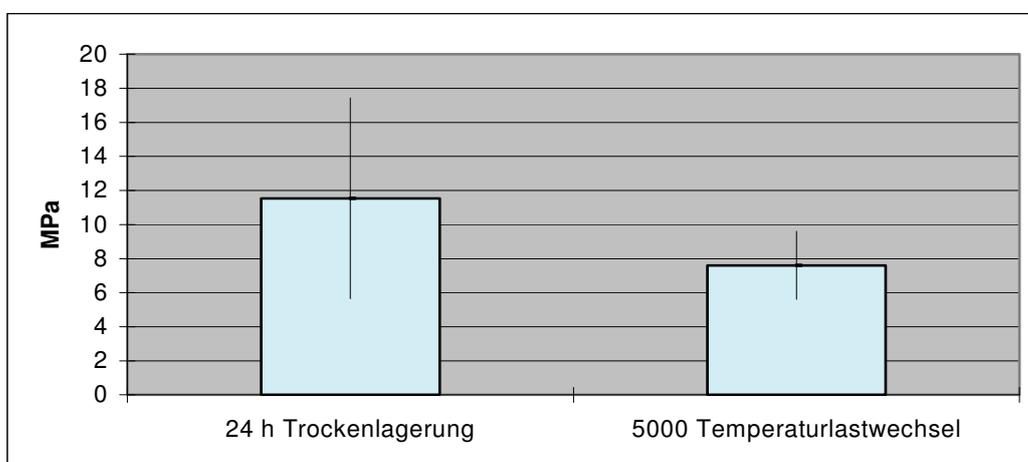


**Abb. 5.2.** Darstellung der durchschnittlichen Haftfestigkeit der Vergleichsserie 1 (30 s Anätzzeit) mit Fehlerindikator der Standardabweichung

### 5.1.2.2. Silanzubereitung A

Die Abbildung 5.3. zeigt die Mittelwerte und die Standardabweichungen der Haftfestigkeiten nach Trockenlagerung und Temperaturlastwechsel zwischen der mit der Silanzubereitung A silanisierter Keramikoberfläche und dem Befestigungskomposit.

Die statistische Analyse der Messwerte ergab keine signifikante Abnahme der Haftfestigkeit zwischen der Trockenlagerung und dem Temperaturlastwechsel. Es lagen hier 100 % kohäsive Brüche in der Keramik vor.

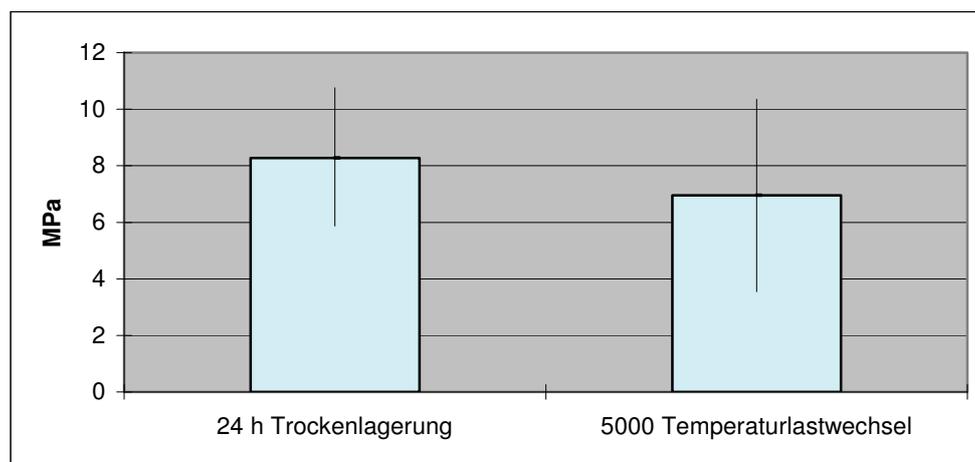


**Abb. 5.3.** Mittelwerte und Standardabweichungen der Haftfestigkeiten der Silanzubereitung A mit dem Fehlerindikator der Standardabweichung

### 5.1.2.3. Silanzubereitung B

In Abbildung 5.4. werden die Mittelwerte und Standardabweichungen der Haftfestigkeiten bei Anwendung der Silanzubereitung B dargestellt.

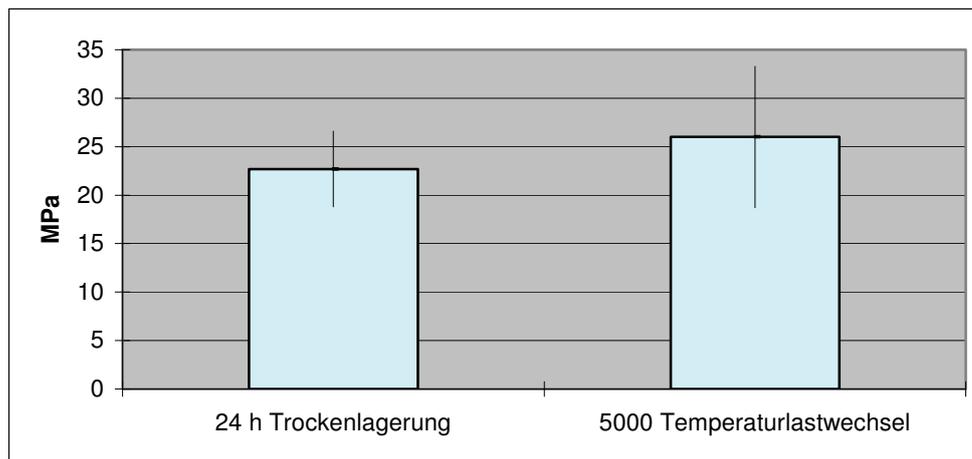
Die statistische Analyse der Messwerte ergab, wie bei der oben beschriebenen Silanzubereitung A, keine signifikanten Unterschiede. Bei der Frakturanalyse lagen ebenfalls 100 % kohäsive Brüche in der Keramik vor.



**Abb. 5.4.** Mittelwerte und Standardabweichungen der Haftfestigkeiten bei Anwendung der Silanzubereitung B

### 5.1.2.4. Cojet-System

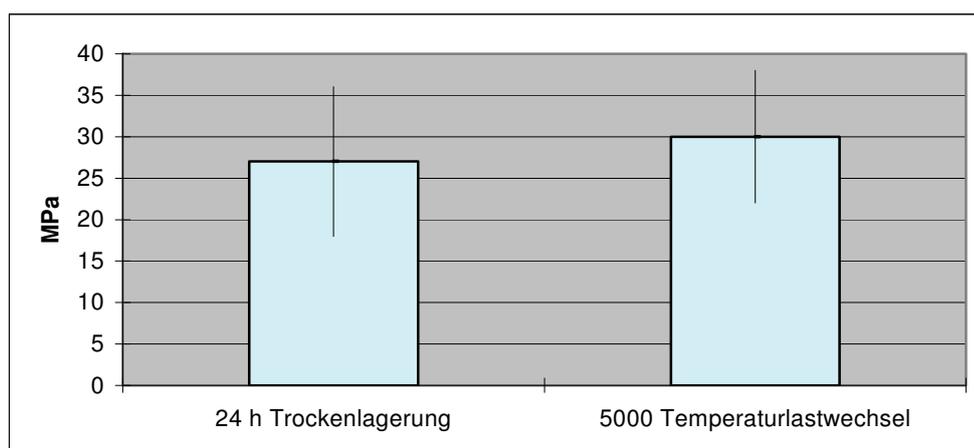
In Abbildung 5.5. werden die Mittelwerte und Standardabweichungen der Haftfestigkeiten nach 24 h Trockenlagerung und Temperaturlastwechsel dargestellt. Die statistische Analyse der Messwerte ergab keine signifikanten Unterschiede. Hier lagen ebenfalls 100 % kohäsive Brüche in der Keramik vor.



**Abb. 5.5.** Mittelwerte und Standardabweichung der Haftfestigkeiten bei Anwendung des Cojet-Verfahrens

### 5.1.2.5. Pyrosil Pen

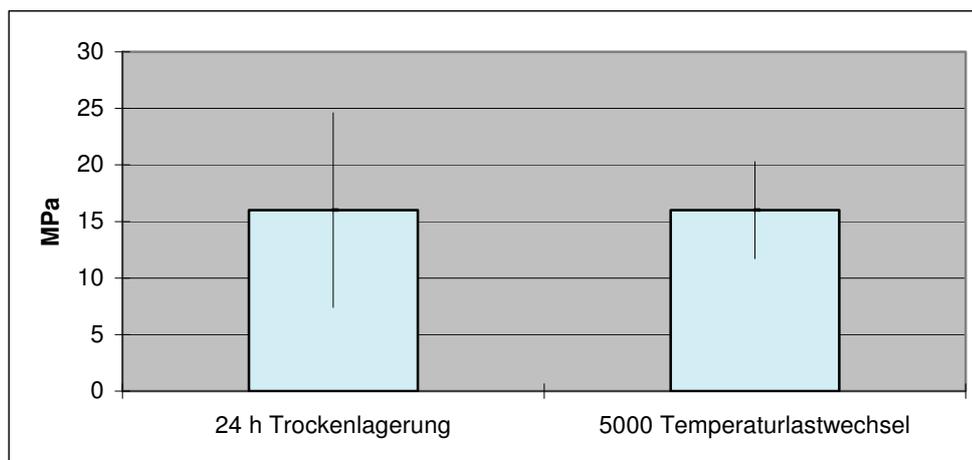
Die Mittelwerte und Standardabweichungen werden in Abbildung 5.6. dargestellt. Es konnten keine signifikanten Unterschiede zwischen der Trockenlagerung und dem Temperaturlastwechsel festgestellt werden. Es lagen auch hier 100 % kohäsive Brüche in der Keramik vor.



**Abb. 5.6.** Mittelwerte und Standardabweichungen der Haftfestigkeiten bei Anwendung des Pyrosil Pens

### 5.1.2.6. Panavia F 2.0.-System

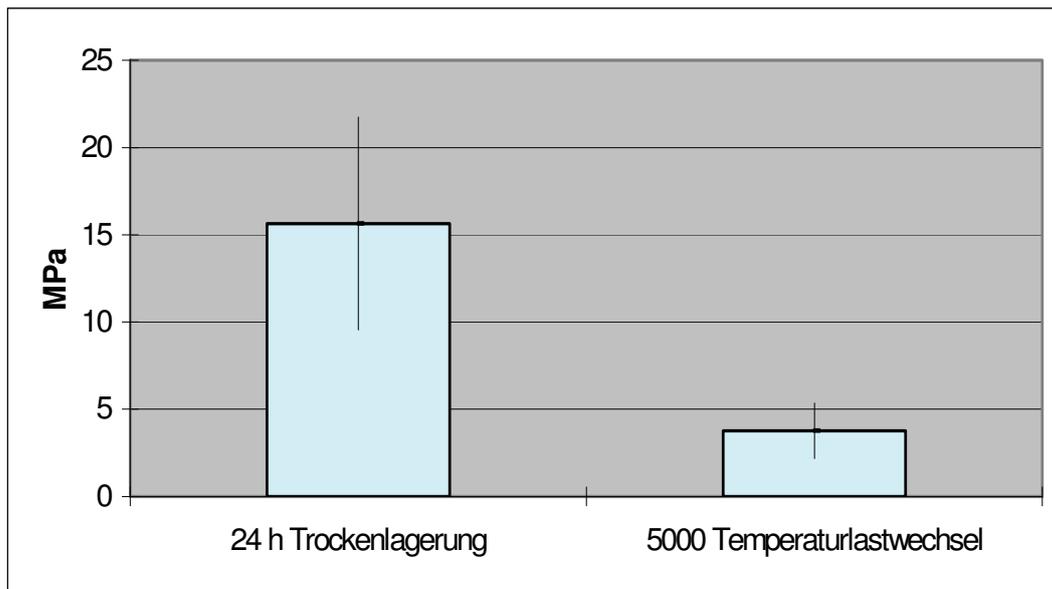
Die Mittelwerte und Standardabweichungen der Haftfestigkeiten bei Anwendung des Panavia F 2.0.-Systems können aus der unten aufgeführten Grafik entnommen werden. Hier lagen ebenfalls keine signifikanten Unterschiede vor. Es konnten hier 70 % adhäsive Brüche an der Keramikoberfläche nach 24 h Trockenlagerung und 30 % kohäsive Brüche in der Keramik nach Temperaturlastwechsel festgestellt werden.



**Abb. 5.7.** Mittelwerte und Standardabweichungen der Haftfestigkeiten bei Anwendung des Panavia F 2.0.-Systems mit dem

### 5.1.2.7. Nexus-System

Nach der Anwendung des Nexus-Systems konnten die in der unten dargestellten Grafik gezeigten Haftfestigkeiten ermittelt werden. Es lagen hier signifikante Unterschiede nach der Trockenlagerung als auch nach dem Temperaturlastwechsel vor. Bei der Frakturanalyse lagen nach der Trockenlagerung 100 % kohäsive Brüche in der Keramik und nach dem Temperaturlastwechsel 100 % adhäsive Brüche vor.

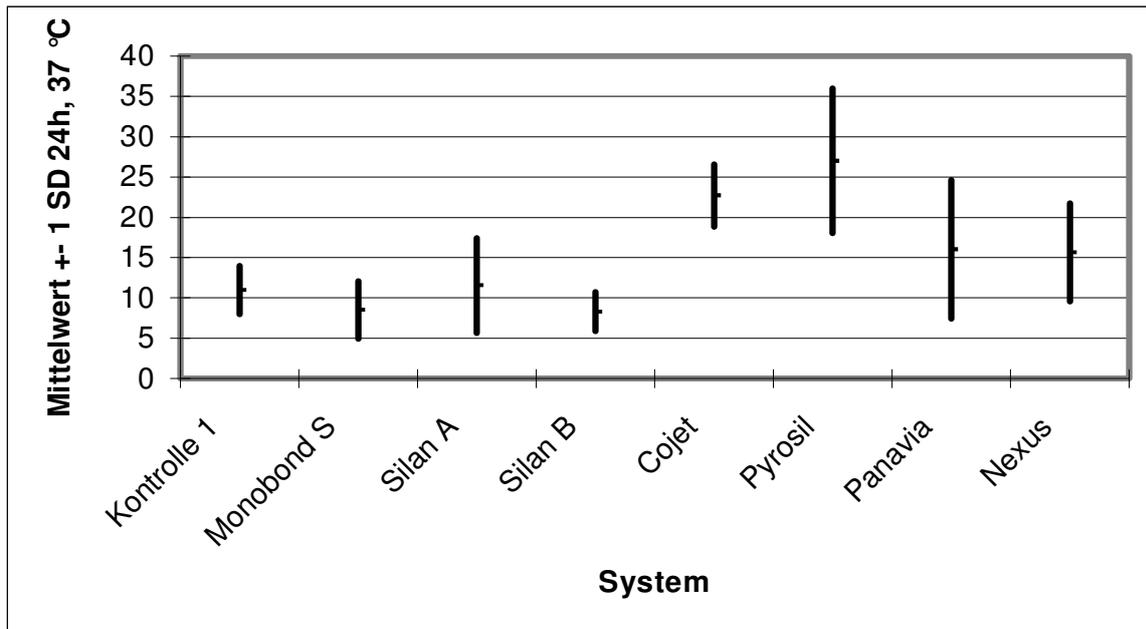


**Abb. 5.8.** Mittelwerte und Standardabweichungen der Haftfestigkeiten bei Anwendung des Nexus-Systems mit dem

## 5.2. Signifikanzvergleich zwischen der Vergleichsserie und den Testserien

### 5.2.1. Signifikanzvergleich nach 24 h Trockenlagerung bei 23 °C

Nach dem Vergleich der einzelnen Verbundverfahren mit der Kontrolle (60 s Flusssäureätzung/Silanisierung/Befestigungskomposit) konnte eine signifikante Erhöhung der Haftfestigkeiten der Testserien „Cojet-System“ und „Pyrosil Pen“ nach 24 h Trockenlagerung festgestellt werden.



Gruppe	1	2	3	4	5	6	7	8
1	0.50	1.00	1.00	1.00	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	1.00	1.00
2	1.00	<u>0.00</u>	1.00	1.00	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	0.16	0.25
3	1.00	1.00	0.06	1.00	<u>0.01</u>	<u>0.00</u>	1.00	1.00
4	1.00	1.00	1.00	0.56	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	0.12	0.18
5	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	<u>0.01</u>	<u>0.00</u>	0.29	1.00	0.46	0.20
6	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	1.00	0.36	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>
7	1.00	0.16	1.00	0.12	0.46	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	1.00
8	1.00	0.25	1.00	0.20	0.22	<u>0.00</u>	1.00	1.00

Gruppe 1: Kontrolle (60 s Flussäureätzung/ Silanisierung/Befestigungskomposit)

Gruppe 2: Monobond S (30 s Flussäureätzung/ Silanisierung/Befestigungskomposit)

Gruppe 3: Silanzubereitung A

Gruppe 4: Silanzubereitung B

Gruppe 5: Cojet-System

Gruppe 6: Pyrosil Pen

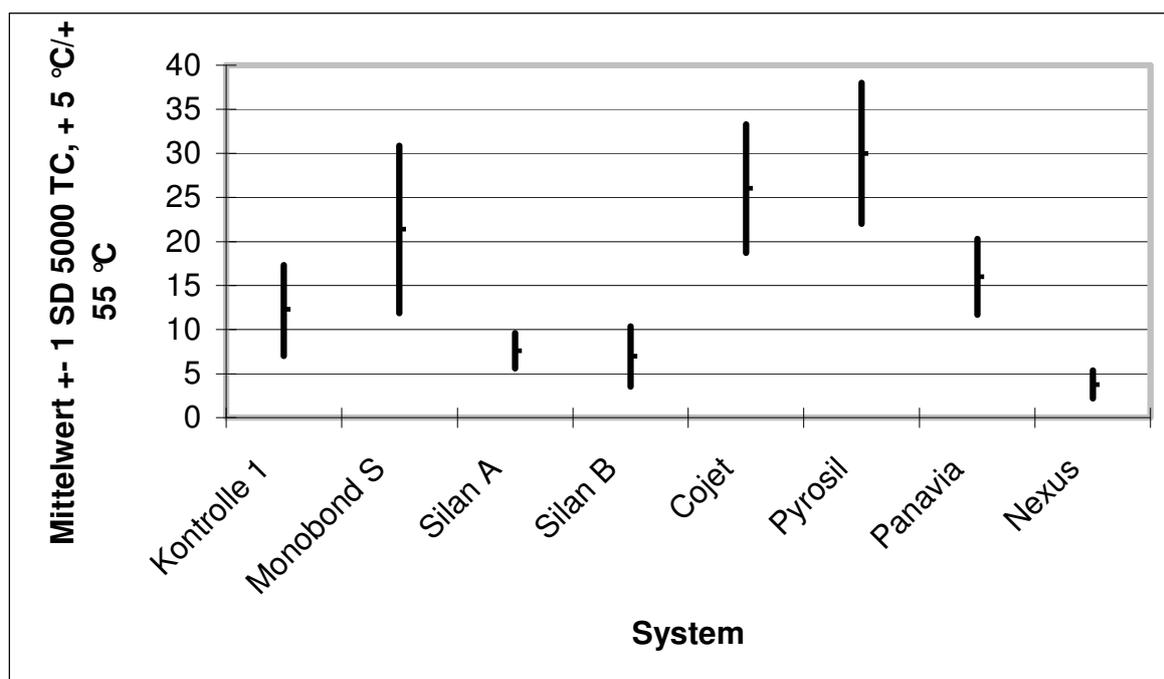
Gruppe 7: Nexus-System

Gruppe 8: Panavia F 2.0.-System

## 5.2.2. Signifikanzvergleich nach 5000 Temperaturlastwechsel (+ 5 °C/+ 55 °C)

Nach dem Vergleich der einzelnen Testserien mit der Kontrolle 1 (60 s Flusssäureätzung/Silanisierung/Befestigungskomposit) konnte nach dem Temperaturlastwechsel eine signifikante Erhöhung der Haftfestigkeit bei den Testserien „Cojet-System“ und „Pyrosil Pen“ festgestellt werden. Im Gegensatz dazu kam es bei der Testserie „Nexus-System“ zu einer signifikanten Abnahme der Haftfestigkeit.

Gruppe	1	2	3	4	5	6	7	8
1	0.50	<u>0.03</u>	1.00	1.00	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	<u>0.05</u>	1.00
2	<u>0.02</u>	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	1.00	<u>0.02</u>	<u>0.00</u>	0.92
3	1.00	<u>0.00</u>	0.06	1.00	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	1.00	0.17
4	1.00	<u>0.00</u>	1.00	0.56	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	1.00	0.10
5	<u>0.00</u>	1.00	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	0.29	1.00	<u>0.00</u>	<u>0.01</u>
6	<u>0.00</u>	<u>0.03</u>	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	1.00	0.36	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>
7	<u>0.01</u>	<u>0.00</u>	1.00	1.00	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	0.00
8	1.00	0.92	<u>0.04</u>	<u>0.02</u>	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	<u>0.00</u>	1.00



Gruppe 1: Kontrolle (60 s Flussäureätzung/ Silanisierung/Befestigungskomposit)

Gruppe 2: Monobond S (60 s Flussäureätzung/ Silanisierung/Befestigungskomposit)

Gruppe 3: Silanzubereitung A

Gruppe 4: Silanzubereitung B

Gruppe 5: Cojet-System

Gruppe 6: Pyrosil Pen

Gruppe 7: Nexus-System

Gruppe 8: Panavia F 2.0.-System

### **5.3. Frakturanalyse**

Bei der Frakturanalyse wurden 100 % kohäsive Brüche in der Keramik vor und nach dem Temperaturlastwechsel bei folgenden Verbundverfahren festgestellt:

Vergleichsserie 1 (60 s Flussäureätzung)

Monobond S (30 s Flussäureätzung)

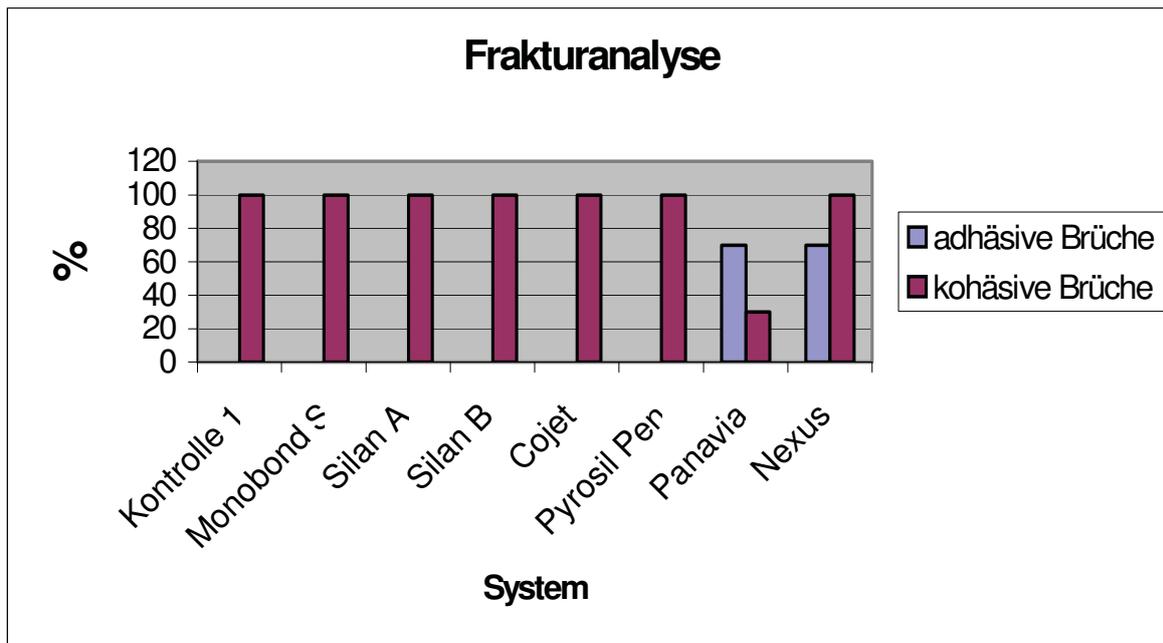
Cojet-System

Pyrosil Pen

Silanzubereitung A

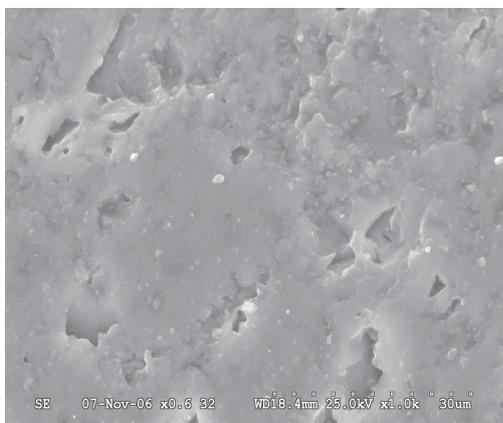
Silanzubereitung B.

Bei den Verbundverfahren Nexus 2 und Panavia F 2.0 lagen 70 % adhäsive Brüche auf der Keramikoberfläche nach 24 h Trockenlagerung vor. Außerdem wurden beim Nexus-System noch 100 % adhäsive Brüche auf der Keramikoberfläche nach dem Temperaturlastwechsel festgestellt

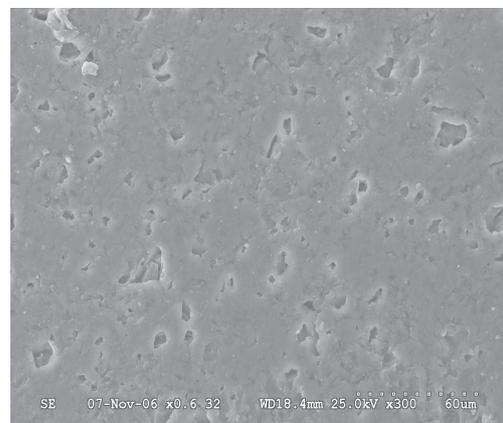


## 5.4. Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung

Die Abbildungen 5.9. bis 5.24. zeigen repräsentative rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der behandelten Prüfkörper in 40-, 100- 300-, 700- und 1000-facher Vergrößerung. Die Aufnahmen zeigen die unbehandelte Keramikoberfläche, die Keramikoberfläche nach dem beschleifen mit 1000 grit Schleifpapier, nach Anwendung der einzelnen Testverfahren und die Brüche in der Keramik nach Messung der Scherkraft.

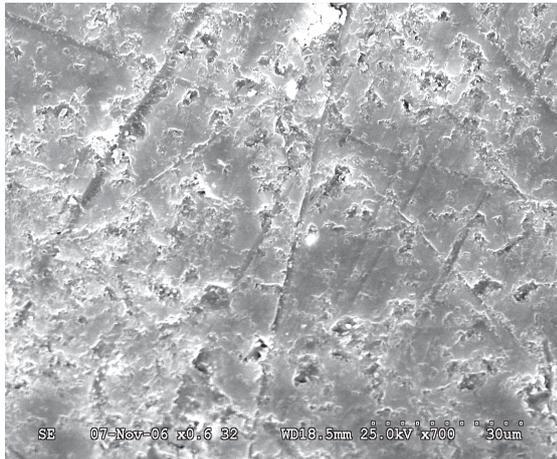


**Abb. 5.9.** Unbehandelte Keramikoberfläche Vitablock Mark II (1000 x)

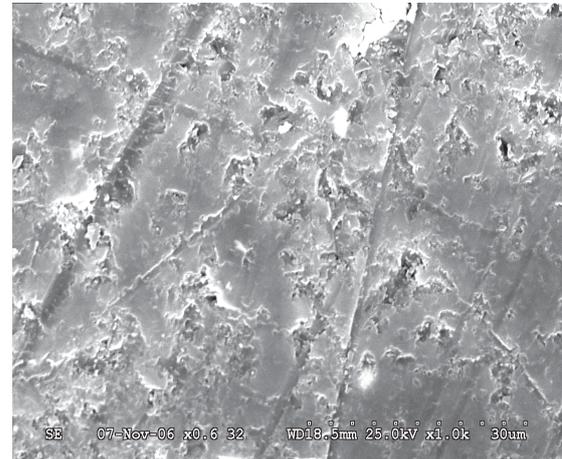


**Abb. 5.10.** Unbehandelte Keramikoberfläche Vitablock Mark II (300 x)

Um bei allen Prüfkörpern die gleichen Grundvoraussetzungen zu haben, wurden die Keramikoberflächen zuerst mit 800 grit und dann mit 1000 grit Schleifpapier vorbe-handelt. Die Abbildungen 5.11. und 5.12. visualisieren die beschliffenen Keramik-oberflächen.

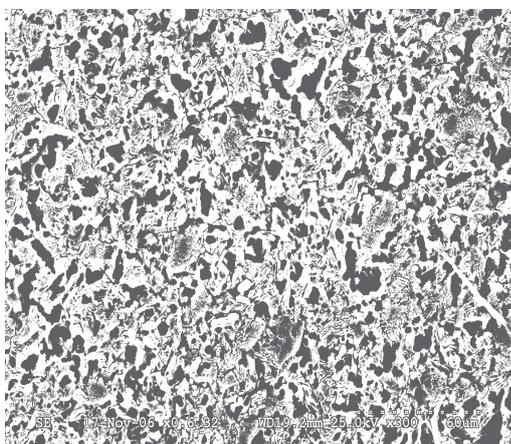


**Abb. 5.11.** Vitablock Mark II, geschliffen  
(800 & 1000 grit) 700 x

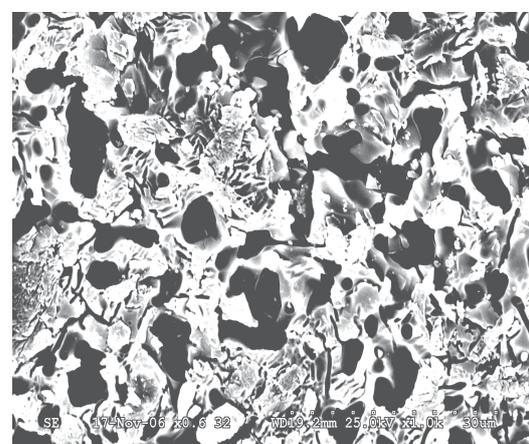


**Abb. 5.12.** Vitablock Mark II, geschliffen  
(800 & 1000 grit) 1000 x

Die Abbildungen 5.13. und 5.14. zeigen die rasterelektronenmikroskopischen Auf-nahmen eines Prüfkörpers nach 60 s Flussäureätzung. Die Ätzung erfolgte ohne an-schließende Silanisierung des Prüfkörpers. Die Ätzmuster sind in Vergrößerung dar-gestellt und zeigen die mikroretentive Oberfläche, die für die später angewandte Ad-häsivtechnik genutzt wird.

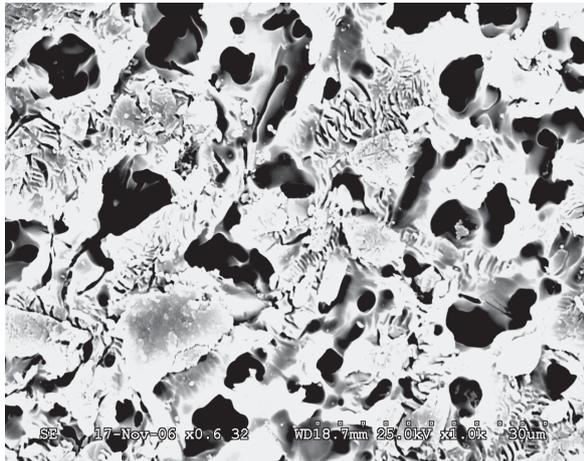


**Abb. 5.13.** Vitablock Mark II 60 s HF-geätzt  
300 x



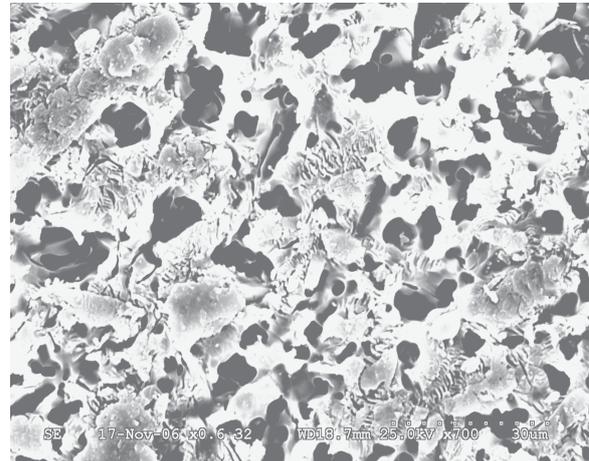
**Abb. 5.14.** Vitablock Mark II 60 s HF-geätzt  
1000 x

Im Vergleich dazu zeigen die Abbildungen 5.15. und 5.16. die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen die mikroretentive Oberfläche nach 30 s Flusssäureätzung. Durch den Vergleich konnte nach 30 s Flusssäureätzung eine gleichmäßigeres Ätzmuster festgestellt werden, als auch nicht so tief geätzte Krater.



**Abb. 5.15.** Vitablock Mark II 30 s HF-geätzt

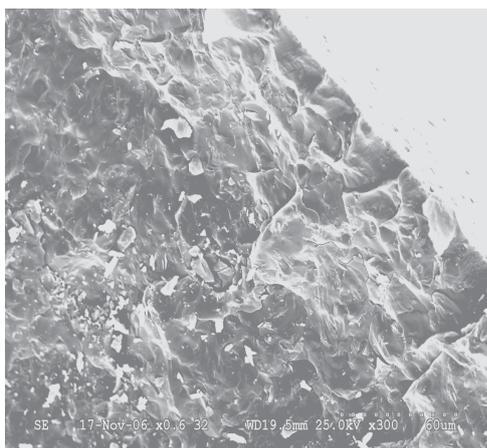
1000 x



**Abb. 5.16.** Vitablock Mark II 30 s HF-geätzt

700 x

Die Abbildung 5.17. und 5.18. stellen das Ätzmuster der Keramikoberfläche nach 60 s Flusssäureätzung im Querschnitt dar.



**Abb. 5.17.** Vitablock Mark II HF-geätzt

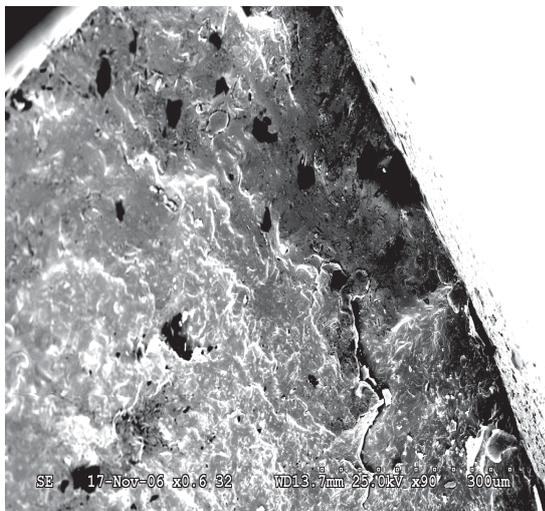
Querschnitt, 300 x



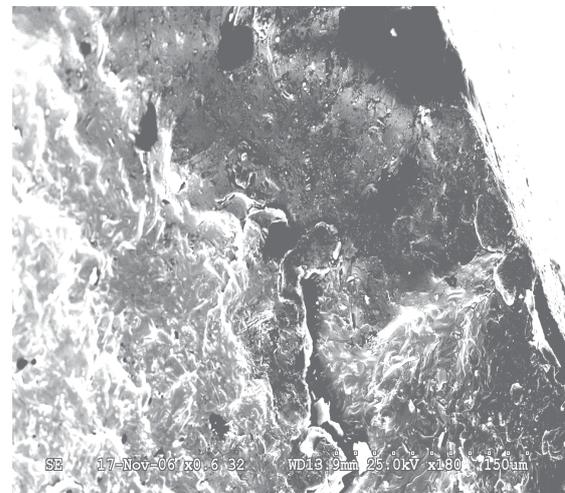
**Abb. 5.18.** Vitablock Mark II HF-geätzt

Querschnitt, 1000 x

Die Abbildungen 5.19. und 5.20. stellen das Ätzmuster nach 30 s Flußsäureätzung im Querschnitt dar.

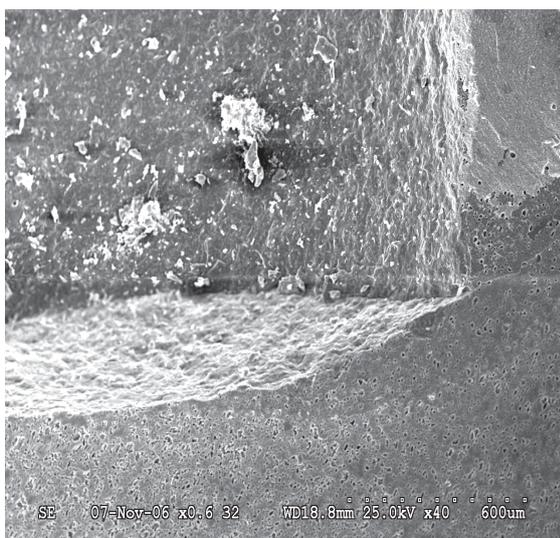


**Abb. 5.19.** Vitablock Mark II 30 s HF-geätzt  
Querschnitt, 90 x

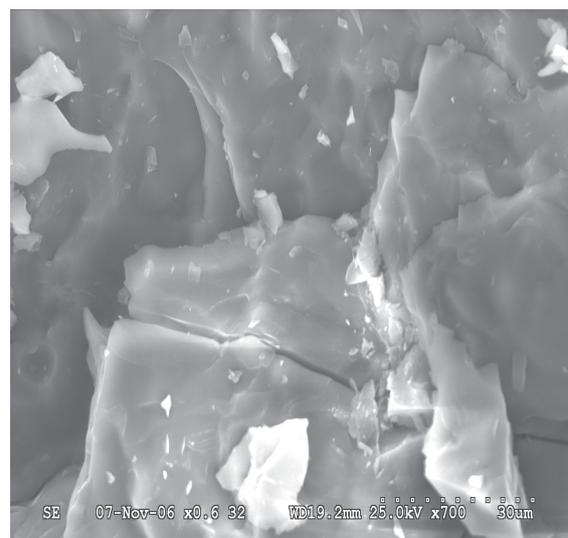


**Abb. 5.20.** Vitablock Mark II 30 s Hf-geätzt  
Querschnitt, 300 x

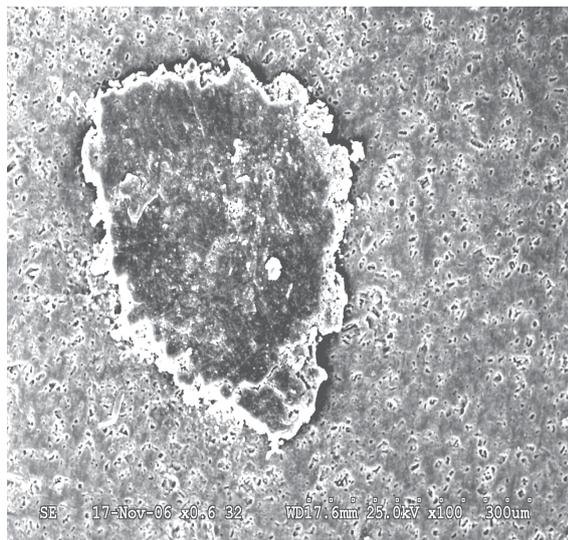
Es wurden rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen, Abbildungen 5.21. bis 5.24., zur Beurteilung des kohäsiven Bruches in der Keramik bei den Prüfkörpern nach 30 s und nach 60 s Flußsäureätzung gemacht. Dabei konnte festgestellt werden, dass die Bruchstelle nach 60 s Flußsäureätzung wesentlich tiefer als auch gleichmäßiger verläuft als nach 30 s Ätzung.



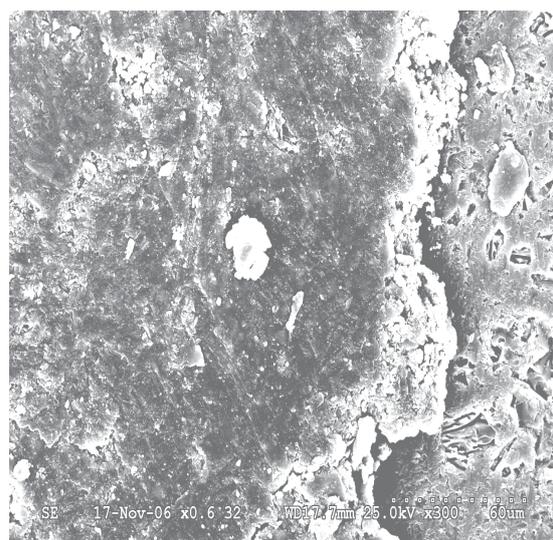
**Abb. 5.21.** Vitablock Mark II, 60 s geätzt  
Kohäsive Bruchstelle, 40 x



**Abb. 5.22.** Vitablock Mark II, 60 s geätzt  
kohäsive Bruchstelle, 700 x



**Abb. 5.23.** Vitablock Mark II, 30 s HF-geätzt  
Kohäsive Bruchstelle, 100 x



**Abb. 5.24.** Vitablock Mark II, 30 s HF geätzt  
kohäsive Bruchstelle, 300 x

## 6. Diskussion

Die steigende Nachfrage nach zahnfarbenen keramischen Restaurationen und die ständige Weiterentwicklung auf diesem Gebiet fordert eine stetige Optimierung der Adhäsivtechnologie. Ziel ist es, auf einfachstem Wege, eine hohe Haftfestigkeit zwischen der Keramikoberfläche und dem Befestigungsmaterial zu erhalten. Dabei wird versucht auf die Anwendung von Flusssäure zu verzichten. In dieser Studie wurden verschieden Verbundverfahren, die zur Zeit auf dem Markt etabliert sind, auf ihre Haftfestigkeiten vor und nach Temperaturlastwechsel untersucht. Als Kontrolle wurde das bis jetzt klinisch bewährte Standardsystem (Flusssäureätzung/Silanisierung/Befestigungskomposit) verwendet.

### 6.1. Vergleichsserie

Das Standardsystem, bei dem die Keramikoberfläche mittels Flusssäure geätzt und anschließend silanisiert wird, hat sich bis heute klinisch bewährt. In der Literatur wird immer wieder bestätigt, dass man durch die vorherige Anwendung einer Flusssäure und der anschließenden Applikation eines Silans deutlich höhere Haftwerte erzielt (Blatz, Sadan, Kern, 2003; Frankenberger et al., 2007; Magnie et al., 2007). Ebenfalls konnten Ide et al. im Jahre 2005 belegen, dass durch die Anwendung von Flusssäure und die Applikation des Silans „Monobond S“ nach dem Temperaturlastwechsel hohe Haftwerte erzielt werden können. Die vorliegende Studie konnte die Aussagen der Literatur bestätigen. So konnten Haftfestigkeitswerte zwischen 15-20 MPa nach vorheriger Flusssäureätzung und Silanisierung einer Feldspatkeramik gemessen werden.

## **6.2. 30 s Flusssäureätzung /Silanisierung/ Befestigungskomposit**

Seit der Entwicklung der silikat-keramischen Restaurationen war die Vorbehandlung der Keramikoberfläche mittels Flusssäure Grundvoraussetzung, um einen Verbund zwischen der Keramik und dem Befestigungskomposit herzustellen. Ebenfalls wusste man, dass die Ätzzeit als auch das jeweilige Adhäsivsystem einen Einfluss auf die Haftfestigkeit hat. Im Jahre 1998 hatten Chen et al. den Einfluss der Ätzzeit auf den Verbund zwischen Keramik und Befestigungskomposit überprüft. Die Untersuchungen besagen, dass der Verzicht auf die Flusssäureätzung als auch eine Ätzzeit unter 30 s gar keinen Verbund beziehungsweise so niedrige Haftwerte erzielt werden, dass er sich klinisch nicht bewähren würde. Jedoch eine Ätzdauer von mehr als 30 s in Verbindung mit der Applikation eines Silans bewirkt einen dauerhaften Verbund. Die höchsten Haftwerte konnten bei einer Ätzdauer von 120 s erzielt werden, da so die Mikrostruktur der Keramikoberfläche die besten Voraussetzungen mit sich bringt (Chen, Matsumura, Atsuta, 1998). Diese Aussage wurde von Güler et al, 2006, ebenfalls bestätigt. Ihre Untersuchungen ergaben ebenfalls, dass eine Ätzdauer unter 30 s zu niedrige Haftwerte aufweist und die optimalen Haftwerte bei einer Ätzdauer von über 120 s erzielt werden. Die vorliegende Studie kann die Aussagen der vorliegenden Literatur bestätigen. Es konnte festgestellt werden, dass die Haftwerte nach einer Ätzdauer von 30 s und nach 24 h Trockenlagerung bei 23 °C im Vergleich zu den Verbundverfahren „Cojet-System“ und „Pyrosil Pen“ signifikant niedriger war. Wurde die Haftfestigkeit der Prüfkörper nach dem Temperaturlastwechsel bewertet, so konnte eine signifikante Zunahme der Haftfestigkeit im Vergleich zur 60 s Ätzdauer, zur „Silanzubereitung A und B“, „Nexus-System festgestellt werden. Die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung zeigte, dass die Mikrostruktur der Keramikober-

fläche bei einer Ätzdauer von 30 s nur minimal verändert wird und kein starkes retentives Oberflächenmuster entsteht. Dies würde zum Einem auch erklären, warum die Haftwerte nach der 24 h Trockenlagerung signifikant niedriger als nach 60 s Ätzung sind. Dass allerdings die Haftwerte nach dem Temperaturlastwechsel gegenüber der 24 h Trockenlagerung signifikant ansteigen, lässt keine eindeutige Erklärung zu. Man kann nur vermuten, dass es durch den Temperatureinfluss zu einer besseren Aushärtung des Befestigungskomposits kommt. Eine andere Erklärung wäre, dass durch den Temperatureinfluss die Reaktionsbereitschaft des Silans mit der Keramikoberfläche verbessert wird. Daraus kann man schließen, dass man mit der 30 s Ätzdauer nach dem Temperaturlastwechsel genauso zufriedenstellende Haftwerte erzielen kann wie nach 60 s Ätzzeit.

### **6.3. Silanzubereitung A und B**

Bei der Silanzubereitung A und B handelt es sich um zwei experimentelle Silanisierungsmittel, die nach vorheriger Flusssäureätzung verwendet wurden, um einen Verbund zwischen der Keramikoberfläche und dem Befestigungskomposit herzustellen. Die Silanzubereitung A enthält als Hauptsubstanz das 3-metharyloyl-oxypropyl-trimethoxysilan, die selbe Substanz des Produktes „Monobond S“, das bei der Vergleichsserie verwendet wird. Als Zusatz enthält es im Gegensatz zur Silanzubereitung B noch Essigsäure. Die Untersuchungen dieser Studie wiesen bei der Scherkraftmessung 100 % kohäsive Brüche auf, genau wie bei dem klinisch bewährten Standardsystem. Ebenfalls konnten keine signifikanten Unterschiede im Vergleich zur Kontrolle vor als auch nach dem Temperaturlastwechsel festgestellt werden. Man hatte sich erhofft signifikant höhere Haftwerte bei der Silanzubereitung A aufgrund des Zusatzes der Essigsäure zu erzielen, was sich jedoch als Irrtum erwies.

## 6.4. Cojet-System

Mit diesem Verfahren konnte, trotz des Verzichts auf die Vorbehandlung der Keramikoberfläche mittels Flusssäure, ein Verbund zwischen der Keramikoberfläche und dem Befestigungskomposit erzielt werden. Dieses Verfahren beruht auf die tribochemische Silikatisierung. Schon im Jahre 1998 konnten Edelhoff und Marx belegen, das durch die tribochemische Silikatisierung die mechanische Adhäsion durch einen geringen Substanzabtrag an der Keramikoberfläche gesteigert werden kann. Durch dieses Verfahren können die Haftwerte bei Aluminiumoxidkeramiken als auch bei Zirkonoxidkeramiken signifikant erhöht werden (Bitter et al., 2006; Valandro, 2006). Bei Aluminiumoxidkeramik konnten Haftwerte bis zu 33 MPa und bei Zirkonoxidkeramiken zwischen 18,5 und 31,2 MPa erzielt werden (Valandro, 2004, 2006). In der vorliegenden Studie konnte nachgewiesen werden, das die Haftkraft bei Feldspatkeramiken durch vorherige tribochemische Silikatisierung im Vergleich zu Flusssäureätzung signifikant erhöht wird. So konnten Haftwerte bis zu 30 MPa gemessen werden, die wiederum auch die 100 % vorliegenden kohäsiven Brüche erklären würden. Berücksichtigt man die vorliegenden Ergebnisse der Literatur und die Ergebnisse dieser Studie, so kann man darauf zurückschließen, dass durch die Ätzung der Keramikoberfläche mit Flusssäure, es zu einer Schwächung der Keramik kommt. Dies wiederum hat zur Folge das der Adhäsionsbereich ebenfalls geschwächt wird und somit die Haftkraft sinkt.

## 6.5. Pyrosil Pen

Wie bei dem oben beschriebenen „Cojet-System“, wird bei der Anwendung des Pyrosil Pen ebenfalls auf die vorherige Ätzung der Keramikoberfläche mit Flusssäure verzichtet. Dieses Verfahren beruht auf das Beflammen der Keramikoberfläche, wo-

bei einer Silikatschicht entsteht, die einen chemisch-physikalischen Verbund zum Befestigungskomposit ermöglicht. Die Literatur belegt, dass dieses Verfahren eine geeignete Methode für die Oberflächenbehandlung von Aluminiumoxid- und Zirkonoxidkeramiken ist und Haftwerte, je nach Art der Keramik, bis zu 27 MPa erzielt werden können (Janda et al., 2003). Die vorliegende Studie bestätigt, dass dieses Verfahren im Vergleich zu dem klinisch bewährten Standardverfahren auch für Feldspatkeramik geeignet ist. Nach der Messung der Scherkraft konnten vor als auch nach dem Temperaturlastwechsel signifikant erhöhte Haftwerte festgestellt werden, die wiederum mit 100 % kohäsiver Brüche in der Keramik einhergehen. So konnten Haftwerte bis zu 31 MPa ermittelt werden. Dies beweist, dass es Verbundverfahren gibt, bei denen man auf die vorherige Flusssäureätzung verzichten und eine Schwächung der Keramik umgehen kann.

## **6.6. Panavia F 2.0-System**

Wie bei dem klinisch bewährten Standardsystem wird bei dem Panavia F 2.0-System nicht auf die Säureanwendung verzichtet. Allerdings wird hier anstelle der Flusssäure eine 37,5 % Phosphorsäure verwendet. Mit der Phosphorsäure wird nicht wie bei der Flusssäureätzung ein mikroretentives Oberflächenmuster erzeugt, sondern eine Art „Säuremilieu“. Dadurch wird die Reaktionsbereitschaft des Silans gesteigert. Pneumans et al. (2007) belegt in der Literatur, dass in Bezug auf die Haftwerte keine signifikanten Unterschiede zu erkennen waren, jedoch bei Anwendung von Phosphorsäure 100 % adhäsive Brüche vorlagen. Im Gegensatz dazu lagen bei der Anwendung von Flusssäure überwiegend kohäsive Brüche in der Keramik vor, so dass er bei der Verwendung des Panavia F 2.0-Systems die Anwendung von Flusssäure empfiehlt. In Bezug auf Aluminiumoxid- und Zirkonoxidkeramiken konnten mittels der Phosphorsäureätzung und der anschließenden Applikation eines Silans zufriedenstellende

Haftwerte erzielt werden (Begazo et al., 2004; Bottino et al., 2005). Die Literatur belegt, dass durch die Vorbehandlung der Aluminiumoxid-Keramikoberfläche mittels Säure, anschließender tribochemischer Silikatisierung und die Applikation eines Silans signifikant erhöhte Haftwerte erzielt werden können (Valandro et al., 2005). Im Gegensatz dazu belegt Kumbuloglu im Jahre 2005, dass bei der Anwendung des Panavia F 2.0-Systems bei einer Lithiumdisilikatkeramik signifikant erniedrigte Haftwerte erzielt werden. In der vorliegenden Studie wurde die Anwendung des Panavia F 2.0-Systems in Bezug auf Feldspatkeramik untersucht und mit dem klinisch bewährten Standardsystem untersucht. Festgestellt wurde, dass trotz der Anwendung einer 37,5 %-igen Phosphorsäure es zu keinen signifikanten Unterschieden kam. Die Haftwerte lagen um die 16 MPa, die in diesem Falle zufriedenstellend waren. Bei der Frakturanalyse konnte die Aussage von Pneumans et al. (2007) bestätigt werden. Es lagen hier nach 24 h Trockenlagerung 70 % adhäsive Brüche auf der Keramikoberfläche vor, im Vergleich zur Kontrolle mit 100 % kohäsive Brüchen. Dieses Ergebnis belegt, dass es besser wäre, bei der Verwendung von Feldspatkeramik auf die Flusssäureätzung zurückzugreifen, um so einen dauerhaften Verbund zu erzielen.

## 6.7. Nexus-System

Bei dem Nexus-System wird ebenfalls eine 37,5 %-ige Phosphorsäure verwendet, mit dem Ziel eine Art „Säuremilieu“ auf der Keramikoberfläche zu erzeugen. Dies soll die Reaktionsbereitschaft des Silans mit der modifizierten Keramikoberfläche steigern. Stewart et al. (2002) untersuchte dieses Verbundverfahren und belegte in der Literatur, dass bei Anwendung dieser Methode bei Feldspatkeramiken signifikant hohe Haftwerte nach 24 h Trockenlagerung als auch nach 6 Monaten erzielt werden konnten. Im Gegensatz dazu belegt Lüthy et al. (2006), dass nach dem Temperaturlastwechsel mit dem Nexus-Verbundsystem signifikant niedrigere Haftwerte erzielt

wurden, die nicht einmal den Mindestanforderungen entsprachen. Die vorliegende Studie kann bestätigen, dass nach Temperaturlastwechsel die Haftwerte signifikant niedriger als bei der Kontrolle waren. Ebenfalls wurde bei der Frakturanalyse festgestellt, dass es sowohl vor als auch nach dem Temperaturlastwechsel zu adhäsiven Brüchen kam. Die Anwendung des Nexus-Systems ohne vorheriger Flusssäureätzung ist bezüglich der Feldspatkeramik kein geeignetes Verbundverfahren.

## 6.8. Klinische Aspekte

Um klinisch relevante Aussagen zu den jeweiligen Verbundverfahren machen zu können, müssen die Werkstoffparameter genau bewertet werden. Da der, in der DIN EN ISO 10477 (Amd. 1:1998), festgelegte Minimalwert der Haftfestigkeit von 5 MPa sich nur auf den Metall-Kunststoff-Verbund bezieht, kann dieser nicht als Vergleichswert für die Ergebnisse der einzelnen Verbundverfahren herangezogen werden. Deshalb wird in dieser Studie, zur Beurteilung der gemessenen Haftwerte auf ein klinisch bewährtes adhäsives Standardverfahren (60 s Flusssäureätzung / Silanisierung / Befestigungskomposit) zurückgegriffen. In der Literatur wird immer wieder belegt, dass dieses Verfahren eine geeignete Methode ist, um eine dauerhafte und ausreichende Haftfestigkeit bei Silikatkeramiken zu erzielen (Blatz et al., 2005; Frankenberger et al., 2007). Durch die Flusssäureätzung einer Feldspatkeramik (Silikatkeramik) können Haftwerte zwischen 15 und 21 MPa erzielt werden (Stewart et al., 2002). In der vorliegenden Arbeit wurden Haftfestigkeiten zwischen 15 - 20 MPa bei flusssäuregeätzter Feldspatkeramik und Befestigungskomposit ermittelt. Dies bestätigt, dass das Standardverfahren bis heute immer noch ein klinisch anwendbares und geeignetes Verfahren für Silikatkeramiken ist. Allerdings sollte berücksichtigt werden, dass dieses Verfahren auch Risiken in sich birgt. Die Flusssäure ist sehr stark ätzend und toxisch, so dass eine „chair-side“ Anwendung immer problematisch ist. In der

Regel erfolgt die vorherige Ätzung der Keramikoberfläche im Labor. Nachteilig wäre der Zeitaufwand, den man dafür aufbringen muss, da nicht jede Praxis über ein hauseigenes Labor verfügt. Ein weiterer negativer Aspekt ist, dass immer die Gefahr besteht, die zuvor geätzte Keramikoberfläche zu kontaminieren. Dies führt zu einer Schwächung des Haftverbundes. Aus diesen Gründen versucht man, Verbundverfahren zu entwickeln, die problemlos und sicher in ihrer Anwendung sind. Mittlerweile sind einige Verfahren auf dem Markt, wie unter anderem das Cojet-System und der Pyrosil Pen, die ohne Flusssäureätzung angewandt werden. Bei diesen Verfahren wird eine Silikatschicht auf der Keramikoberfläche erzeugt, die einen chemischen Verbund mit dem danach appliziertem Silan eingeht. Erst dann kann ein Verbund zum Befestigungskomposit hergestellt werden. Beide Verbundverfahren haben in dieser Studie belegt, dass trotz des Verzichtes auf die Flusssäureätzung, sehr hohe Haftwerte erzielt werden. Diese Haftwerte liegen im Vergleich zur Kontrolle vor als auch nach dem Temperaturlastwechsel im Bereich von 24 – 31 MPa. Bei der Frakturanalyse konnten bei beiden Verfahren 100 % kohäsive Brüche festgestellt werden, die den sehr guten Verbund bestätigen. Aus klinischer Sicht betrachtet, könnte die Anwendung des Cojet-Systems oder des Pyrosil Pen ein erheblicher Fortschritt sein, da ausreichend hohe Haftwerte ohne vorherige Flusssäureätzung erreicht werden. Die Anwendung beider Verfahren ist kostengünstig, zeitsparend, leicht zu erlernen und kann in der Behandlungseinheit erfolgen.

## 7. Schlussfolgerungen

Aus den Ergebnissen der vorliegenden Untersuchung lassen sich folgende Schlussfolgerungen und Empfehlungen ableiten:

1. Die Anwendung einer Flusssäure und die anschließende Applikation eines Silans ist eine hochwirksame Methode zur Haftungsvermittlung zwischen Feldspatkeramik und Befestigungskomposit.
2. Flusssäureätzung bewirkt eine mechanische Schwächung der Feldspatkeramik.
3. Eine Ätzdauer von 30 s nach Temperaturlastwechsel erzielt genauso gute Haftwerte wie nach 60 s Ätzdauer und schwächt die Feldspatkeramik nicht so stark.
4. Die experimentellen Silanzubereitungen A und B erzielen einen ausreichend, dauerhaften Verbund und könnten eventuell das konventionelle Silan 3-Methacryloyloxypropyltrimethoxysilan ersetzen.
5. Tribochemische Silikatisierung mittels Cojet-Systems und die Silikatschichtherstellung mittels Pyrosil Pen erzielen signifikant höhere Haftwerte bei Feldspatkeramiken als das Standardsystem mit Flusssäureätzung, ohne einer Schwächung der Keramik.
6. Auf die Handhabung des Cojet-Systems und des Pyrosil Pens muss genau geachtet werden, um einen sicheren Verbund gewährleisten zu können.

7. Die Anwendung des Nexus-Systems ohne Flusssäureätzung der Feldspatkeramik ist kein geeignetes Verbundverfahren.
  
8. Bei der Anwendung des Panavia F 2.0.-Systems wird ebenfalls eine Flusssäureätzung empfohlen, da diese zu deutlich besseren Verbundfestigkeiten der Feldspatkeramik führt.

## 8. Zusammenfassung

Ziel dieser Arbeit war es, die Verbundfestigkeiten der Befestigungskomposite mit Feldspatkeramik nach Behandlung mit verschiedenen Verbundverfahren vor und nach dem Temperaturlastwechsel zu ermitteln und diese mit dem klinisch bewährten Standardsystem (Flusssäureätzung/Silanisierung/Befestigungskomposit) zu vergleichen. In der vorliegenden Studie wurde die Feldspatkeramik Vitablocks Mark II verwendet. Folgende Verbundverfahren wurden untersucht:

- § 30 s Flusssäureätzung / Monobond S / Variolink II
- § Pyrosil Pen
- § Nexus-System
- § Panavia F 2.0. System
- § Cojet-System
- § Silanzubereitung A
- § Silanzubereitung B.

Nachdem die Scherkraft ermittelt wurde, folgte die Frakturanalyse der einzelnen Prüfkörper. Dabei wurde ausschließlich bewertet, ob es sich um Adhäsiv- oder Kohäsivbrüche handelte. Nachdem die Haftfestigkeiten nach Anwendung der einzelnen Verbundverfahren ermittelt und mit dem klinisch bewährten Standardsystem verglichen wurden, konnte folgendes festgehalten werden:

Durch die vorherige 60 s Flusssäureätzung einer Feldspatkeramik und die anschließende Silanisierung kann ein ausreichend starker Haftverbund erreicht werden. Nachteil dieses Verfahrens ist, dass es zu einer mechanischen Schwächung der Feldspatkeramik kommt. Diesem kann durch eine 30 s Ätzdauer entgegen gewirkt werden. Sehr gute Haftwerte konnten mit 30 s Flusssäureätzung nach dem Temperaturlastwechsel ermittelt werden. Mit den experimentellen Silanzubereitungen A und B, konnte ebenfalls ein dauerhafter Verbund hergestellt, als auch 100 % kohäsive

Brüche in der Keramik festgestellt werden. Diese Werte sind im Vergleich zur Kontrolle zufriedenstellend.

Bei den Verbundverfahren Panavia F 2.0 und Nexus wurde anstelle der Flusssäure eine 37,5 %-ige Phosphorsäure verwendet. Diese bewirkt nicht, wie die Flusssäure, die Herstellung eines mikroretentiven Reliefs, sondern stellt einen Verbund zum Silan durch die Entstehung eines Säuremilieus auf der Keramikoberfläche her. Bei beiden lagen zwischen 70 und 100 % adhäsive Brüche auf der Keramikoberfläche vor. Daher sollte auf die Flusssäureätzung zurückgegriffen werden, um einen dauerhaften Verbund zu erzielen. Allerdings ist die Flusssäureanwendung nicht problemlos, so dass unter anderem Verbundverfahren wie das Cojet-System und der Pyrosil Pen untersucht wurden, die auf eine vorherige Flusssäureätzung verzichten. Bei diesen Verfahren wird eine Silikatschicht auf der Keramikoberfläche erzeugt, die nach anschließender Applikation eines Silans einen Verbund zu einem Befestigungskomposit ermöglicht. Diese Verfahren erzielten in dieser Studie mit Abstand die besten Haftfestigkeitswerte im Vergleich zur Kontrolle. Auch bei der Frakturanalyse konnten 100 % kohäsive Brüche festgestellt werden. Entscheidend ist somit, dass durch tribochemischer Silikatisierung und die Silikatschichtherstellung mittels Pyrosil Pen geeignete Verfahren entwickelt wurden, um einen dauerhaften Verbund zwischen Feldspatkeramik und Befestigungskomposit herstellen zu können. Diese Verfahren sind hocheffektiv, zeitsparend und können vor allem auch zum Chairside-Einsatz verwendet werden. Jedoch sollte man sich vorher mit der Handhabung der einzelnen Verbundverfahren vertraut machen, die aber leicht zu erlernen sind.

## 9. Literaturverzeichnis

1. Atsu S.S., Kilicarslan M.A., Kucukesmen H.C., Aka P.S.  
Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin  
J Prosthet Dent. 2006 Jun; 95 (6): 430-6
2. Begazo C.C., de Boer H.D., Kleverlaan C.J., van Waas M.A., Feilzer A.J.  
Shear bond strength of different types of luting cements to an aluminum oxide-reinforced glass ceramic core material  
Dent Mater 2004 Dec; 20 (10): 901-7
3. Bitter K., Paris S., [Hartwig C.](#), Neumann K., Kielbassa A.M.  
Shear bond strengths of different substrates bonded to lithium disilicate ceramics  
Dent Mater J. 2006 Sept; 25 (3): 493-502
4. Blunck U., Haller B.  
Klassifikation von Bondingsystemen  
Quintessenz 50, 10, 1999, S. 1021-1033
5. Wolfgang-M. Boer  
Überblick über die Möglichkeiten der ästhetischen Zahnheilkunde mit direkten Kompositfüllungen  
Quintessenz 49, 9, 1998, S. 871-881
6. Bottino M.A., Valandro L.F., Scotti R., Buso L.  
Effect of surface treatments on the resin bond to zirconium-based ceramic  
Int J Prosthodont. 2005 Jan-Feb; 18(1): 60-5.
7. Bundesinstitut für Arzneimittel und Medizinprodukte  
Amalgam in der zahnärztlichen Therapie  
BfArM Informationsschrift, 2005

8. Chen J.H., Matsumura H., Atsuta M.  
Effect of different etching periods on the bond strength of a composite resin to a machinable porcelain.  
*J Dent.* 1998 Jan; 26(1): 53-8
9. Chen J.H., Matsumura H., Atsuta M.  
Effect of etchant, etching period and silane priming on bond strength to porcelain of composite resin.  
*Oper Dent.* 1998 Sept-Oct; 23 (5): 250-7
10. Craig R.G., Powers J.M., Wataha J.C.  
Zahnärztliche Werkstoffe  
Urban & Fischer, 2006
11. Dietschi D., Spreafico R.  
Adhäsive metallfreie Restaurationen  
Quintessenz Bibliothek, 1997
12. Durnan J. Richard  
Esthetic dental amalgam-composite resin restorations for posterior teeth  
*J. Prosth Dent* Feb. 1971, 175-176
13. Edelhoff D., Marx R.  
Adhäsion zwischen Vollkeramik und Befestigungskomposit nach unterschiedlicher Oberflächenbehandlung  
*Dtsch Zahnärztl. Z.* 50, S. 112-117, 1995
14. Edelhoff D., Marx R. Yildirim R., Spiekermann H.  
Klinische Einsatzmöglichkeiten der intraoralen Silikatisierung  
*Dtsch Zahnärztl. Z.* 54, S. 745-752, 1999

15. Eichner Karl  
Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung Band 1: Grundlagen und Verarbeitung  
Hüthig Verlag Heidelberg, 1996
16. Eichner Karl  
Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung Band 2: Werkstoffe unter klinischen Aspekten  
Hüthig Verlag Heidelberg, 1985
17. Fasbinder D. J.  
Restorative Material Options for CAD/CAM Restorations  
Compend Contin Educ. Dent 2002 Oct; 23(10): 911-6
18. Fischer J.  
Mikrostruktur und Verstärkungsmechanismen dentalkeramischer Werkstoffe  
Vollkeramik- Werkstoffkunde- Zahntechnik- Klinische Erfahrung, Quintessenz  
Bibliothek, 1996
19. Frankenberger, Roland  
Bonding 2006 - Zeitersparnis versus Langzeiterfolg  
Quintessenz 2006, 57 (5): 485-495
20. Frankenberger R., Lohbauer U., Schaible R. B., Nikolaenko S. A., Naumann M  
Luting of ceramic inlays in vitro: Marginal quality of self-etch and etch-and-rinse  
adhesives versus self-etch cements.  
Dent. Mater. 2007 May, 31
21. Frankenberger R., Taschner M., Lohbauer U., Krämer N. H., Rosenbusch S.,  
Reich S. M.  
Aktuelle Aspekte der intraoralen Keramikreperatur  
ZWR 2006, 115: 70-75

22. Frankenberger R., Krämer N., Sindel J.  
Repair strength of etched vs silica-coated metal-ceramic and all-ceramic restorations  
Oper Dent. 2000 May-Jun; 25 (3): 209-15
  
23. Gehre G.  
Keramische Werkstoffe  
Karl Eichner, H. F. Kappert; Titel: Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung Band 1: Grundlagen und Verarbeitung; Hüthig Verlag Heidelberg, 1996
  
24. Geis-Gerstorfer J.  
Vom Rohstoff zur Dentalkeramik  
Quintessenz Bibliothek 1996 aus H.F. Kappert „Vollkeramik-Werkstoffkunde, zahntechnik, klinische Erfahrung
  
25. Giordano R.  
Materials for Chairside CAD/CAM-produced restorations  
J. Am. Dent. Assoc. Sept. 2006, Vol. 137, S 12-21
  
26. Grossman David G.  
Der Werkstoff Gussglas-Keramikmaterial  
Perspektiven der Dentalkeramik, Quintessenz-Bibliothek, 1989
  
27. Güler A. U., Yilmaz F., Yenisey M., Güler E., Ural C.  
Effect of acid etching time and a self-etching adhesive on the shear bond strength of composite resin to porcelain  
J Adhes Dent. 2006 Feb; 8 (1): S. 21-5
  
28. Hahn R., Claus Löst  
Adhäsiv befestigte Keramikeinlagefüllungen: Grundlagen, Indikation, Vorgehensweise  
Georg Thieme Verlag Stuttgart, New York, 1996

29. Hellwig E., Klimek J., Attin T.  
Einführung in die Zahnerhaltung  
Urban & Fischer, 3. Auflage 2003
30. Hennicke H. W., Klein S.  
Nicht metallisch-anorganische Werkstoffe im Dentalbereich  
Quintessenz-Verlag, 1996 aus H. F. Kappert „Vollkeramik“
31. Hoffman-Axthelm, Walter  
Die Geschichte der Zahnheilkunde  
Quintessenz Bibliothek, 1985, S. 283-319
32. Hoyer I., Gängler F., Krehan F., Niemela S., Weinert W.  
Biologische Prüfung und klinische Bewertung von Komposit-Füllungen  
Dtsch Zahnärztl Z 44, S. 100-105 (1989), Heft 2
33. Ide T., Tanoue N., Yanagida H., Atsuta M., Matsumura H.  
Effectiveness of bonding systems on bonding durability of a prefabricated porcelain material  
Dent Mater J. 2005 Jun; 24 (2): S. 257-60
34. Janda R.  
Vollkeramiken: Klassifikation, Eigenschaften, Anwendung, Wertung  
DFZ 12/2006
35. Janda R.  
Gläser, Glaskeramiken und Keramiken Teil 1: Grundlagen  
Quintessenz Zahntech 2006; 32 (11): 1264-1273
36. Janda R.  
Gläser, Glaskeramiken und Keramiken Teil 2: Grundlagen  
Quintessenz Zahntech 2007; 33 (2): 186-194

37. Janda R.  
Vollkeramiken: Zusammensetzung, Eigenschaften, Anwendung, Wertung  
Quintessenz Zahntech 2007; 33 (1): 46-60
38. Janda R.  
Chemie und Physik zahnärztlicher Kunststoffe  
K. Eichner, H.F. Kappert; Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung Band  
1: Grundlagen und Verarbeitung, Hüthig Verlag Heidelberg, 1996
39. Janda R.  
Der Stand der Entwicklung auf dem Gebiet der Zahnfüllungskunststoffe (I)  
Die Quintessenz 6, 1988, S. 1073-1076
40. Janda R.  
Der Stand der Entwicklung auf dem Gebiet der Zahnfüllungskunststoffe (I)  
Die Quintessenz 7, 1988, S. 1243-1253
41. Janda R.  
Adhäsivtechnik für zahnfarbende, laborgefertigte Restaurationen  
Dental. labor XLII, Heft 11/94
42. Janda R., Roulet J. F., Wulf M., Tiller H. J.  
A new adhesive technology for all ceramics  
Dent mat. 19 (2003): S 567 – 573
43. Janda R.  
Die Konditionierung der Zahnhartsubstanzen mit Säuren und Komplexbildnern  
Teil II: Das Dentin  
Phillip Journal 5, 1988, S. 265-274
44. Kappert H. F.  
Vollkeramik: Werkstoffkunde, Zahntechnik, Klinische Erfahrung  
Quintessenz Bibliothek, 1996

45. Kappert H. F.  
Perspektiven für metallfreie Seitenzahnversorgung mit Kronen und Brücken  
Vollkeramik-, Werkstoffkunde-, Zahntechnik-, Klinische Erfahrung, Quintessenz  
Bibliothek, 1996
46. Kappert H. F.  
Keramik als zahnärztlicher Werkstoff  
Curriculum Prothetik Band II; Quintessenz-Verlag GmbH, 2005
47. Kim B. K., Bae H. E., Shim J. S., Lee K. W.  
The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of  
composite resin to all-ceramic coping materials  
Prosthet. Dent. 2005 Oct.; 94 (4): S. 357-62
48. Kumbuloglu O., Lassila L. V., User A., Toksavul S., Vallittu P. K.  
Shear bond strength of composite resin cements to lithium disilicate ceramics  
J Oral Rehabil. 2005 Feb.; 32 (2): 128-33
49. Lösche G. M., Blunck U.  
Die Schmelz-Ätz-Technik  
Zahnärztliche Welt 97; 1988; S. 838-841
50. Ludwig, Biffar, Fischer  
Lexikon der zahnmedizinischen Werkstoffkunde  
Urban & Fischer, 2000
51. Lüthy H., Loeffel O., Hammerle C. H.  
Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic  
Dent Mater. 2006 Feb.; 22 (2): 195-200

52. Magni E., Mazzitelli C., Papacchini F., Radovic I., Goracci C., Coniglio I., Ferrari M.  
Adhesion between fiber posts and resin luting agents: a microtensile bond strength test and an SEM investigation following different treatments of the post surface  
J Adhes Dent. 2007 Apr.; 9 (2): 195-202
53. Manhart J., Scheibenbogen-Fuchsbrunner A., Chen H. Y., Hikkel R.  
A 2 year clinical study of composite and ceramic inlays  
Clin Oral Invest (2000) 4: 192-198
54. Manhart J.  
Charakterisierung direkter zahnärztlicher Füllungsmaterialien für den Seitenzahnbereich  
Quintessenz 2006, 57 (5): 465-481
55. R. Marxkors/H. Meiners  
Taschenbuch der zahnärztlichen Werkstoffkunde  
Deutscher zahnärzte Verlag, 5. Auflage, 2001 S. 166-181
56. Nah G., Marx R. , Spiekermann H., Tinschert J.  
Metallfreie Frontzahnbrücken aus Hochleistungskeramik!  
Dental-Labor Fachbuchreihe: Vollkeramik, 2002
57. Pneumans M., Hikita K., De Munch J., Van Landuyt K., Poitevin A., Lambrechts P., Van Meerbeck B.  
Effects of ceramic surface treatments on the bond strength of an adhesive luting agent to CAD-CAM ceramic  
J Dent. 2007 Apr.; 35 (4): 282-8
58. Posselt A.  
Langzeitverhalten von CAD/CAM-gefertigten Keramikrestorationen  
ZWR 113 Jahrg 2004, Nr.4

59. Preston Jack D.  
Perspektiven der Dentalkeramik  
Quintessenz-Bibliothek, 1989
60. Pröbster L, Groten M  
Vollkeramische Restaurationssysteme für die zahnärztliche Praxis  
Ästh. Zahnmed. Heft 3, Jahrg. 9. 2006, S. 8-15
61. Pröbster L.  
Klinische Erfahrung mit vollkeramischen Zahnersatz – Ein Rückblick  
Quintessenz Bibliothek 1996 aus H. F. Kappert „Vollkeramik-Werkstoffkunde,  
Zahntechnik, Klinische Erfahrung“
62. Quaas S., Weber A., Luthardt R. G.  
Die Anwendung dentaler CAD/CAM-Verfahren in der Praxis  
ZWR 115 Jahrg. 2006, Nr. 11
63. Roulet J. F., Janda R.  
Keramiksysteme der Zukunft  
Quintessenz Zahntech 30, 9, S.986-1006, (2004)
64. Roulet J. F., Herder S.  
Seitenzahnversorgung mit adhäsiv befestigten Keramikinlays  
Quintessenz Bibliothek, 1989
65. Schäffer H., Dumfahrt H., Gausch K.  
Oberflächenstruktur und Substanzverlust beim ätzen keramischer Materialien  
Schweiz Monatsschr Zahnmed, Vol 99:5/1989, S. 530-543
66. Schmidt A., Walter M., Böning K.  
CAD/CAM/CIM-Systeme in der restaurativen Zahnmedizin  
Quintessenz 49, 11, 1998, S. 1111-1122

67. Schroeder H. E.  
Orale Strukturbiologie  
Georg Thieme, 4. Auflage, Stuttgart 1992
  
68. Stewart G. P., Jain P., Hodges J.  
Shear bond strength of resin cements to both ceramic and dentin  
J Prosthet Dent. 2002 Sep.; 88 (3): 277-84
  
69. Strub J. R., Türb J. C. , Witkowski S., Hürzeler M. B., Kern M.  
Curriculum Prothetik Band II  
Quintessenz-Verlag GmbH, 2005
  
70. Sura Instruments GmbH  
Pyrosil Pen Technologie zur Erzeugung haftverbessender Oberflächen  
Jean 2000, Werksbeschreibung
  
71. Swift Edward J.  
Detin/Enamel adhesives: Review of the literature  
Pediatric Dentistry 24: 5, 2002, S. 456-461
  
72. Susanne Szep  
Komposit Materialkunde Teil 1: Herkömmliche Komposite  
Quintessenz Team Journal 35 (2005) 203-210
  
73. Susanne Szep  
Komposit Materialkunde Teil 2: „Neue“ Komposite  
Quintessenz Team Journal 35 (2005) 273-278
  
74. Tiller H. J., Wulf M., Roulet J. F.  
Der Silano Pen, Ein „ Mini-Silicoater“ oder ein neues Verbundsystem  
Quintessenz Zahntech 27, 2001, S 316-320

75. Touati B., Miara P., Nathanson D.  
Ästhetische Zahnheilkunde und keramische Restaurationen  
Urban & Fischer Verlag Münschen, Jena, 2001
76. Vaidyananthan T. K., Vaidyananthan J., Prasad A., Rosenblum M.  
Festigkeitssteigerung von Feldspatkeramik durch Leuzit-Keimbildung und –  
Dispersion  
Quintessenz Bibliothek 1996 aus H. F. Kappert „Vollkeramik-Werkstoffkunde,  
Zahntechnik, Klinische Erfahrung
77. Valandro L. F., Leite F. P., Scotti R., Bottino M. A., Niesser M. P.  
Effect of ceramic surface treatment on the microtensile bond strength between  
a resin cement and an alumina-based ceramic  
J Adhes Dent. 2004 Winter; 6 (4): 327-32
78. Valandro L. F., Della Bona A., Antonio Bottino M., Neisser M. P.  
The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina  
ceramic  
J Prosthet Dent. 2005 Mar; 93 (3): 253-9
79. Valandro L. F., Özcan M., Bottino M. C., Bottino M. A., Scotti R., Bona A. D.  
Bond Strength of a Resin Cement to High-alumina and Zirconia-reinforced Ce-  
ramics: The Effect of Surface Conditioning  
J Adhes Dent. 8 (2006); Nr. 3.; S. 175-181
80. Magdalena Wey  
IP-Empress 2  
Wiss. Dienst, F&E Ivoclar, Schaan, Liechtenstein, Jan 1999

## 10. Anhang

### 10.1. Messwertprotokoll

Spalte „PK-Nr.“: laufende Nummern der Prüfkörper (PK) 1-

Spalte „Serie“: 1. Vergleichsserie 1, 60 s Ätzzeit

2. Vergleichsserie 2, 30 s Ätzzeit

3. Testserie 1, Silanzubereitung A

4. Testserie 2, Silanzubereitung B

5. Testserie 3; Cojet-System

6. Testserie 4, Pyrosil-Pen

7. Testserie 5, Panavia-System

8. Testserie 6, Nexus-System

Spalte „Lagerung“: 1. 24 h Trockenlagerung bei 37 °C

2. 5000 Temperaturlastwechsel (+5 °C/+55 °C)

Spalte „Wert N“: Scherkräfte der einzelnen Prüfkörper [N]

Spalte „Wert MPa“ Haftkräfte [MPa], Berechnung s. Kapitel 4.3.

<u>PK-Nr.</u>	<u>Serie</u>	<u>Lagerung</u>	<u>Wert N</u>	<u>Wert MPa</u>
1	1	1	85	12,02
2	1	1	68,4	9,67
3	1	1	110	15,56
4	1	1	39,5	5,59
5	1	1	100	14,14
6	1	1	66,1	9,35
7	1	1	74,9	10,59
8	1	1	57,6	8,15
9	1	1	74,7	10,57
10	1	1	99,5	14,07
11	1	2	44,5	6,29

---

12	1	2	50	7,07
13	1	2	94,7	13,39
14	1	2	51	7,21
15	1	2	60,6	8,57
16	1	2	161,3	22,8
17	1	2	120,9	17,1
18	1	2	102,2	14,46
19	1	2	109,2	15,45
20	1	2	75,9	10,74
21	2	1	32,6	4,61
22	2	1	63,4	8,97
23	2	1	102,6	14,51
24	2	1	58,3	8,25
25	2	1	93,3	13,2
26	2	1	21,9	3,1
27	2	1	38,1	5,39
28	2	1	60,8	8,6
29	2	1	63,6	8,99
30	2	1	67,8	9,59
31	2	2	154,4	21,84
32	2	2	260,8	36,89
33	2	2	118,6	16,78
34	2	2	142,1	20,1
35	2	2	131,2	18,56
36	2	2	141,7	20,04
37	2	2	56,1	7,93
38	2	2	275,1	38,91
39	2	2	101	14,29
40	2	2	130,8	18,5
41	3	1	59,6	8,43
42	3	1	60,6	8,57
43	3	1	45,9	6,49
44	3	1	128,2	18,13
45	3	1	153,5	21,71
46	3	1		
47	3	1	64,3	9,09
48	3	1	136	19,24
49	3	1	44	6,22
50	3	1	96	13,58
51	3	2		
52	3	2	67,1	9,49
53	3	2	24,9	3,52
54	3	2	58	8,2
55	3	2	51,9	7,34
56	3	2	74,1	10,48
57	3	2	45,8	6,48
58	3	2	57,7	8,16
59	3	2	65,1	9,21
60	3	2	62,5	8,84
61	4	1	93	13,15
62	4	1	45	6,36

---

63	4	1	40	5,66
64	4	1	70,3	9,94
65	4	1	52,9	7,48
66	4	1	50,5	7,14
67	4	1	47,9	6,78
68	4	1	48,1	6,8
69	4	1	57	8,06
70	4	1	80	11,32
71	4	2	75,8	10,72
72	4	2	64,9	9,18
73	4	2	49,5	7
74	4	2	11,1	1,56
75	4	2	80	11,32
76	4	2	31,3	4,43
77	4	2	38,7	5,47
78	4	2		
79	4	2	79,2	11,2
80	4	2	44,6	6,31
81	5	1	150,6	21,3
82	5	1	155,8	22,04
83	5	1	160,4	22,69
84	5	1	166,4	23,54
85	5	1	188,8	26,7
86	5	1	160,9	22,76
87	5	1	102,4	14,48
88	5	1	170,7	24,14
89	5	1	206,2	29,17
90	5	1	141,9	20,07
91	5	2	139,5	19,73
92	5	2	235,4	33,3
93	5	2	249	35,22
94	5	2	216,6	30,64
95	5	2	100,6	14,23
96	5	2	192	27,16
97	5	2	123,7	17,5
98	5	2	199,9	28,27
99	5	2	213	30,13
100	5	2	136,8	19,35
101	6	1	220,9	31,24
102	6	1	124,4	17,6
103	6	1	274,4	38,81
104	6	1	130,2	18,42
105	6	1	106,7	15,09
106	6	1	211	29,84
107	6	1	216,1	30,57
108	6	1	119,6	16,92
109	6	1	263,5	37,27
110	6	1	231,4	32,73
111	6	2	167,7	23,72
112	6	2	248,7	35,18
113	6	2	133	18,81

---

114	6	2	198,5	28,08
115	6	2	208,5	29,49
116	6	2	183,2	19,55
117	6	2	276,9	39,17
118	6	2	222,4	31,46
119	6	2	294,7	41,68
120	6	2	260,7	36,87
121	7	1	163,3	23,1
122	7	1	91,7	12,97
123	7	1	97,5	13,79
124	7	1	80	11,32
125	7	1	44,9	6,35
126	7	1	102,9	14,55
127	7	1	258,6	36,58
128	7	1	59,5	8,42
129	7	1	91,7	12,97
130	7	1	106,8	15,12
131	7	2	64,9	9,18
132	7	2	109,5	15,49
133	7	2	106,3	15,04
134	7	2	160,5	22,7
135	7	2	70,4	9,96
136	7	2	131,2	18,56
137	7	2	134,4	19,01
138	7	2	112,2	15,87
139	7	2	131,2	18,56
140	7	2	85,3	12,07
141	8	1		
142	8	1	128	18,1
143	8	1	147,9	20,92
144	8	1	158,2	22,38
145	8	1	150,9	21,34
146	8	1	132,2	18,7
147	8	1	120,9	17,1
148	8	1	34,1	4,82
149	8	1	61	8,63
150	8	1	93,3	13,2
151	8	2	39,2	5,54
152	8	2	18	2,55
153	8	2	16,1	2,28
154	8	2	20,7	2,93
155	8	2	23	3,25
156	8	2	12,4	1,75
157	8	2	39	5,52
158	8	2	46,1	6,52
159	8	2	31,5	4,46
160	8	2	20,5	2,9

## 10.2. Danksagung

Die vorliegende Dissertation wäre nicht zustande gekommen, wenn ich nicht die breite Unterstützung und Hilfe gehabt hätte.

An erster Stelle möchte ich mich bei Prof. Dr. Raab für die Möglichkeit der Ausführung der Dissertation bedanken.

Anschließend möchte ich mich bei Prof. Dr. habil. Ralf Janda für die Überlassung des Dissertationsthema bedanken. Außerdem bin ich ihm für die intensive Betreuung, wertvollen Ratschläge, Korrekturen als auch Verbesserungen an der Struktur dieser Arbeit, den Telefongesprächen sowie für die aufgebrachte Geduld zu tiefem Dank verpflichtet.

Oberarzt Dr. Stefan Rüttermann danke ich für die freundliche Unterstützung als auch für die Bereitstellung vieler Artikel.

Bei Dr. Marion Seltmann möchte ich mich für die intensive Unterstützung im Labor sowie für die vielen Ratschläge bedanken.

Zum Schluss möchte ich mich bei meinen Eltern und meinem Grossvater für die Unterstützung, Geduld und Aufmunterung während meiner gesamten Studienzzeit bedanken.

Ebenso sei all denen ein Dankeschön ausgesprochen, die nicht namentlich Erwähnung fanden, aber zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

## 10.3. Curriculum vitae

### Persönliche Daten

Name	Fries
Vorname	Lilli
Geburtsdatum	02.06.1980
Geburtsort	Leverkusen
Staatsangehörigkeit	deutsch
Eltern	Johann Fries, Betriebsleiter Valentina Fries, Kauffrau

### Schulbildung

1986-1990	Grundschule Scharnhorststrasse
1990-1996	Realschule Am Stadtpark
1996-1998	Städtisch Kaufmännische Schule, 01.08.1998 Fachhochschulreife
1998-2001	Landrad-Lucas-Gymnasium, 06.06.2001 Hochschulreife

### Studium

WS 01/02	Studium der Zahnmedizin an der Westdeutschen Kieferklinik der Heinrich-Heine-Universität in Düsseldorf
10/2002	Naturwissenschaftliche Vorprüfung
04/2005	Zahnärztliche Vorprüfung
03/2006-12/2007	März '06 – Dez '07 Studentische Hilfskraft im zahnärztlichen Notdienst der Westdeutschen Kieferklinik
08/2006 // 02/2007	Famulatur in zahnärztlichen Praxen
19.8.2005	Überlassung des Dissertationsthema „Verbundfestigkeiten der Befestigungskomposite mit Feldspatkeramik nach Behandlung mit verschiedenen Verbundverfahren vor und nach dem Temperaturlastwechsel“ Doktorvater: Prof. Dr. habil. Ralf Janda
02/2008	Gesuch um Zulassung zur Zahnärztlichen Prüfung

## EIDESSTATLICHE ERKLÄRUNG

Hiermit erkläre ich, die vorliegende Arbeit in allen Teilen selbstständig verfasst zu haben. Es wurden keine anderen, als die angegebenen Hilfsmittel und Quellen genutzt.

Lilli Fries

## Abstract

Ziel dieser Arbeit war es, die Verbundfestigkeiten der Befestigungskomposite mit Feldspatkeramik nach Behandlung mit verschiedenen Verbundverfahren vor und nach dem Temperaturlastwechsel zu ermitteln und diese mit dem klinisch bewährten Standardsystem (Flusssäureätzung/Silanisierung/Befestigungskomposit) zu vergleichen. In der vorliegenden Studie wurde die Feldspatkeramik Vitablocks Mark II verwendet. Folgende Verbundverfahren wurden untersucht:

- § 30 s Flusssäureätzung / Monobond S / Variolink II
- § Pyrosil Pen
- § Nexus-System
- § Panavia F 2.0. System
- § Cojet-System
- § Silanzubereitung A
- § Silanzubereitung B.

Nachdem die Scherkraft ermittelt wurde, folgte die Frakturanalyse der einzelnen Prüfkörper. Dabei wurde ausschließlich bewertet, ob es sich um Adhäsiv- oder Kohäsivbrüche handelte. Nachdem die Haftfestigkeiten nach Anwendung der einzelnen Verbundverfahren ermittelt und mit dem klinisch bewährten Standardsystem verglichen wurden, konnte folgendes festgehalten werden:

Durch die vorherige 60 s Flusssäureätzung einer Feldspatkeramik und die anschließende Silanisierung kann ein ausreichend starker Haftverbund erreicht werden. Nachteil dieses Verfahrens ist, dass es zu einer mechanischen Schwächung der Feldspatkeramik kommt. Diesem kann durch eine 30 s Ätzdauer entgegen gewirkt werden. Sehr gute Haftwerte konnten mit 30 s Flusssäureätzung nach dem Temperaturlastwechsel ermittelt werden. Mit den experimentellen Silanzubereitungen A und B, konnte ebenfalls ein dauerhafter Verbund hergestellt, als auch 100 % kohäsive Brüche in der Keramik festgestellt werden. Diese Werte sind im Vergleich zur Kontrolle zufriedenstellend.

Bei den Verbundverfahren Panavia F 2.0 und Nexus wurde anstelle der Flusssäure eine 37,5 %-ige Phosphorsäure verwendet. Diese bewirkt nicht, wie die Flusssäure, die Herstellung eines mikroretentiven Reliefs, sondern stellt einen Verbund zum Silan durch die Entstehung eines Säuremilieus auf der Keramikoberfläche her. Bei beiden lagen zwischen 70 und 100 % adhäsive Brüche auf der Keramikoberfläche vor. Daher sollte auf die Flusssäureätzung zurückgegriffen werden, um einen dauerhaften Verbund zu erzielen. Allerdings ist die Flusssäureanwendung nicht problemlos, so dass unter anderem Verbundverfahren wie das Cojet-System und der Pyrosil Pen untersucht wurden, die auf eine vorherige Flusssäureätzung verzichten. Bei diesen Verfahren wird eine Silikatschicht auf der Keramikoberfläche erzeugt, die nach anschließender Applikation eines Silans einen Verbund zu einem Befestigungskomposit ermöglicht. Diese Verfahren erzielten in dieser Studie mit Abstand die besten Haftfestigkeitswerte im Vergleich zur Kontrolle. Auch bei der Frakturanalyse konnten 100 % kohäsive Brüche festgestellt werden. Entscheidend ist somit, dass durch tribochemischer Silikatisierung und die Silikatschichtherstellung mittels Pyrosil Pen geeignete Verfahren entwickelt wurden, um einen dauerhaften Verbund zwischen Feldspatkeramik und Befestigungskomposit herstellen zu können. Diese Verfahren sind hocheffektiv, zeitsparend und können vor allem auch zum Chairside-Einsatz verwendet werden. Jedoch sollte man sich vorher mit der Handhabung der einzelnen Verbundverfahren vertraut machen, die aber leicht zu erlernen sind.

