

AUS DEM LEHRSTUHL
FÜR ZAHNÄRZTLICHE PROTHETIK
PROF. DR. G. HANDEL
DER MEDIZINISCHEN FAKULTÄT
DER UNIVERSITÄT REGENSBURG

In-vitro-Verbundfestigkeit von Zirkoniumdioxidkeramik und
verschiedenen Befestigungskompositen nach unterschiedlicher
Oberflächenkonditionierung

Inaugural – Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Zahnmedizin

der
Medizinischen Fakultät
der Universität Regensburg

vorgelegt von
Sabine Langriege

2010

Dekan:	Prof. Dr. Bernhard Weber
1. Berichterstatter:	Prof. Dr. M. Behr
2. Berichterstatter:	Prof. Dr. Dr. P. Proff
Tag der mündlichen Prüfung:	27. April 2010

Hinweis:

Die im Text genannten Gebrauchsnamen, Handelsnamen und Warenbezeichnungen sind zum teil patent- und urheberrechtlich geschützt. Aus dem Fehlen eines besonderen Hinweises bzw. des Zeichens ® darf nicht geschlossen werden, dass kein Schutz besteht.

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis.....	5
1. Einleitung	7
2. Grundlagen	9
2.1 Keramik in der Zahnheilkunde.....	9
2.1.1 Einteilung der Dentalkeramiken.....	9
2.1.1.1 Silikatkeramiken.....	10
2.1.1.2 Oxidkeramiken	12
2.1.2 Zirkoniumdioxidkeramik	13
2.1.2.1 Namensgebung und Begriffsklärung.....	14
2.1.2.2 Struktur und Eigenschaften	15
2.1.2.3 Verarbeitung.....	17
2.1.3 CAD/CAM-Technologie bei der Keramikverarbeitung.....	18
2.1.3.1 Prozessablauf.....	19
2.2. Befestigung von keramischen Restaurationen	20
2.2.1 Konventionelle Zementierung.....	20
2.2.2 Adhäsive Befestigung	21
2.2.2.1 Befestigungskomposite	22
2.2.3 Oberflächenkonditionierung von Dentalkeramik.....	24
2.2.3.1 Ätzen mit Flusssäure	24
2.2.3.2 Korundstrahlen und Befestigungskomposite mit MDP	25
2.2.3.3 Tribochemische Beschichtung	25
2.2.3.4 Silanisieren	26
3. Fragestellung	27
4. Material und Methoden	28
4.1 Die Prüfkörper.....	28
4.1.1 Herstellung der Zylinder	28
4.1.2 Herstellung der Keramikplättchen	29
4.2 Versuchsdurchführung	32
4.2.1 Vorbereitung der Prüfkörper	33
4.2.2 Klebevorgang	34
4.2.3 Die Produkte und deren Verarbeitung.....	35
4.2.4 Alterung der Proben	42
4.2.5 Bestimmung der Scherfestigkeit	42
4.2.6 Bruchflächenanalyse	43
4.3 Statistische Auswertung der Ergebnisse	44
4.4 Geräte und Materialien.....	45
4.4.1 Geräte	45
4.4.2 Materialien	46
4.4.3 Inhaltsstoffe der verwendeten Produkte.....	47
5. Ergebnisse	50
5.1 Ergebnisse des Scherversuchs.....	50
5.1.1 Kolmogorov-Smirnov-Test: Untersuchung der Verteilungsform.....	50
5.1.2 Mittelwertvergleiche	50
5.1.2.1 Vergleich von Mittelwerten innerhalb einer Serie	51
5.1.2.2 Mittelwertvergleich der Serien der dritten Versuchsreihe	67
5.1.2.3 Mittelwertvergleich der Serien der vierten Versuchsreihe.....	71

5.2 Untersuchung der Bruchflächen.....	75
5.2.1 Bruchart nach 24 h Wasserbad.....	75
5.2.2 Bruchart nach 30 d Wasserbad.....	76
5.2.3 Bruchart nach 90 d Wasserbad.....	77
5.2.4 Bruchart nach Thermocycling.....	78
5.2.5 Zusammenfassung der Bruchflächenanalyse	79
6. Diskussion	80
6.1 Diskussion der Methodik	80
6.2 Diskussion der Ergebnisse	87
6.2.1 Kontrollgruppe: Variolink® II (ohne Haftvermittler).....	87
6.2.2 Serien mit selbstadhäsivem Befestigungskomposit	87
6.2.3 Serien mit Haftvermittler	90
6.2.4 Serien mit Rocatec™.....	92
6.2.5 Diskussion des Bruchverhaltens.....	93
7. Zusammenfassung.....	95
8. Literaturverzeichnis.....	97
9. Anhang	106
9.1 Abkürzungsverzeichnis	106
9.2 Lebenslauf	107
9.3 Danksagung	108

1. Einleitung

Der Bedarf an vollkeramischen Restaurationen ist in den letzten Jahren erheblich gestiegen. [Yoshida et al. 2006] [Atsu et al. 2006] Mit der Entwicklung von hochfesten Oxidkeramiken konnten die Indikationen von metallfreiem Zahnersatz deutlich erweitert werden. Mittlerweile sind mehrspannige Brücken im Seitenzahnbereich aus Zirkonoxidkeramik möglich. Das Material zeichnet sich durch eine ausgezeichnete Biokompatibilität und hervorragende mechanische Eigenschaften aus. Mit einer Biegefestigkeit von über 900 N/mm² (=MPa) kann die Hochleistungskeramik konventionell zementiert werden. [Kern et Kern 2008] Bei Adhäsivbrücken jedoch und bei geringer Retention, z.B. bei kurzen klinischen Kronen [Edelhoff et al. 2000] [Blatz et al. 2007] oder großem Neigungswinkel, ist die Verwendung eines adhäsiven Befestigungsmaterials erforderlich. Zusätzlich wird durch die adhäsive Befestigung der marginale Verbund verbessert. [Blatz et al. 2004] [Blatz et al. 2007] [Oyagüe et al. 2009/b]

Vor allem bei Einzelzahnücken mit unversehrten Nachbarzähnen [Kern et Kerschbaum 2007] [Pospiech 1999] sind Adhäsivbrücken eine sinnvolle Alternative zu Implantaten oder Brücken, vor allem, wenn ein chirurgischer Eingriff abgelehnt wird. Die einflügelige Variante kann bereits im Wachstum angewendet werden. Außerdem sind mit der Entscheidung für eine Adhäsivbrücke alle anderen Restaurationen später immer noch möglich. [Kern 2005] [Mehl et al. 2007] Als Gerüstmaterial stehen Cobalt-Chrom-Molybdän-Stahl oder Oxidkeramik zur Verfügung. Allerdings kann ein gräulich durchschimmerndes Metallgerüst besonders im Frontzahnbereich die Ästhetik beeinträchtigen. Daher ist bei transluzenten Schneidekanten eher die vollkeramische Version zu empfehlen. [Kern 2005]

Adhäsivbrücken haben in der Regel zwei Klebeflügel. Bei Vollkeramik im Frontzahnbereich scheint jedoch nach neueren Erkenntnissen die einflügelige Variante überlegen zu sein. [Kern 2005] [Kern et Kerschbaum 2007] Der Vorteil besteht darin, dass es, im Gegensatz zur herkömmlichen Form, nicht zum unbemerkten Lösen von nur einem Flügel kommen kann. Das Kariesrisiko ist somit deutlich verringert. [Kern 2005] [Mehl et al. 2007] Außerdem wird der Klebeverbund nicht durch Spannungen aufgrund unterschiedlicher Pfeilerauslenkung strapaziert.

Der Erfolg von Adhäsivbrücken, ohne jegliche mechanische Retention, ist unmittelbar von einem dauerhaften adhäsiven Verbund abhängig. Bisher gibt es unterschiedliche Meinungen bezüglich der Haftung verschiedener Kompositzemente auf Zirkonoxidkeramik. Der Effekt diverser Verfahren zur Oberflächenkonditionierung (Silanisieren, Silikatisieren) wird kontrovers diskutiert. [Edelhoff et al. 2000] Vor allem die tribochemische Beschichtung steht im Mittelpunkt der Diskussion. Außerdem ist unklar, in wie weit auch Materialien ohne das Monomer MDP zur adhäsiven Befestigung von Zirkonoxidkeramiken geeignet sind.

Das Ziel dieser In-vitro-Studie bestand darin, den Verbund zwischen Zirkonoxidkeramik und verschiedenen Kompositzementen nach künstlicher Alterung zu untersuchen. Es wurden selbstadhäsive Befestigungskomposite und Kompositzemente, die eine zusätzliche Oberflächenvorbehandlung benötigen, verwendet. Zusätzlich wurden bei einigen Materialien Haftvermittler und Konditionierungsverfahren variiert. Als Prüfmethode diente der Scherversuch, der nach 24 Stunden, 30 Tagen und 90 Tagen Wasserbad, sowie nach 12000 Temperaturlastwechseln durchgeführt wurde.

2. Grundlagen

2.1 Keramik in der Zahnheilkunde

Der Begriff Keramik bezeichnet eine Gruppe von anorganischen, nichtmetallischen Werkstoffen, die ganz oder teilweise kristallin aufgebaut sind und durch Sintern hergestellt werden. Dabei werden poröse Formkörper zu einem dichten Festkörper überführt. [Pospiech et al. 2004]

Keramiken werden in der Zahnmedizin zur Verblendung von Metallgerüsten oder als Vollkeramik (ohne Metallunterstützung) verwendet. Diese findet Anwendung bei Veneers, Inlays, Kronen, Brücken, Primärkronen, Abutments, Implantaten und Wurzelstiften. [Wegner et Kern 2000] [Kumbuloglu et al. 2006] [Blatz et al. 2007]

Die Verarbeitungsmöglichkeiten von Keramiken sind sehr vielseitig. Dazu zählen das Sintern von pulverförmigen Massen, die plastische Verformung von industriell gefertigten Blöcken, spanende Bearbeitung mit CAD/CAM-Verfahren oder die Glasinfiltration von vorgefertigten Strukturen. [Strub et al. 2005]

Typische Eigenschaften von Keramik sind eine hohe Härte, Formbeständigkeit und Biokompatibilität, sowie eine geringe Wärmeleitfähigkeit. [Kunzelmann et al. 2007] Außerdem können sie auf Druck zehnmal stärker belastet werden als auf Zug oder Biegung. [Pospiech et al. 2004] Vor allem die sehr gute biologische Verträglichkeit und das natürliche Aussehen machen Vollkeramiksysteme attraktiv. [Strub et al. 2005] [Lauer et Weigl 2005] Ein weiterer Vorteil von glasierten Keramikoberflächen ist die geringe Plaqueakkumulation. [Abboud et Stark 2003] [Pospiech et al. 2004] Negative Eigenschaften von keramischen Werkstoffen sind deren Sprödigkeit und die Neigung zum unterkritischen Risswachstum. [Ludwig et al. 2004]

2.1.1 Einteilung der Dentalkeramiken

Neben verschiedenen anderen Einteilungsmöglichkeiten (z.B. nach dem Herstellungsverfahren oder dem Anwendungsbereich) ist für Dentalkeramiken besonders die Differenzierung nach dem chemischen Aufbau sinnvoll. Festigkeits-Unterschiede werden dabei ebenfalls berücksichtigt. Eine Übersicht ist in Abb. 1 zu sehen. [Pospiech et al. 2004]

Nach Pospiech werden zwei Hauptgruppen unterschieden – die Silikatkeramiken und die Oxidkeramiken. Die erste Gruppe wird wiederum in die Feldspatkeramiken und die Glaskeramiken eingeteilt. Bei den Oxidkeramiken differenziert man zwischen den polykristallinen und den glasinfiltrierten Formen.

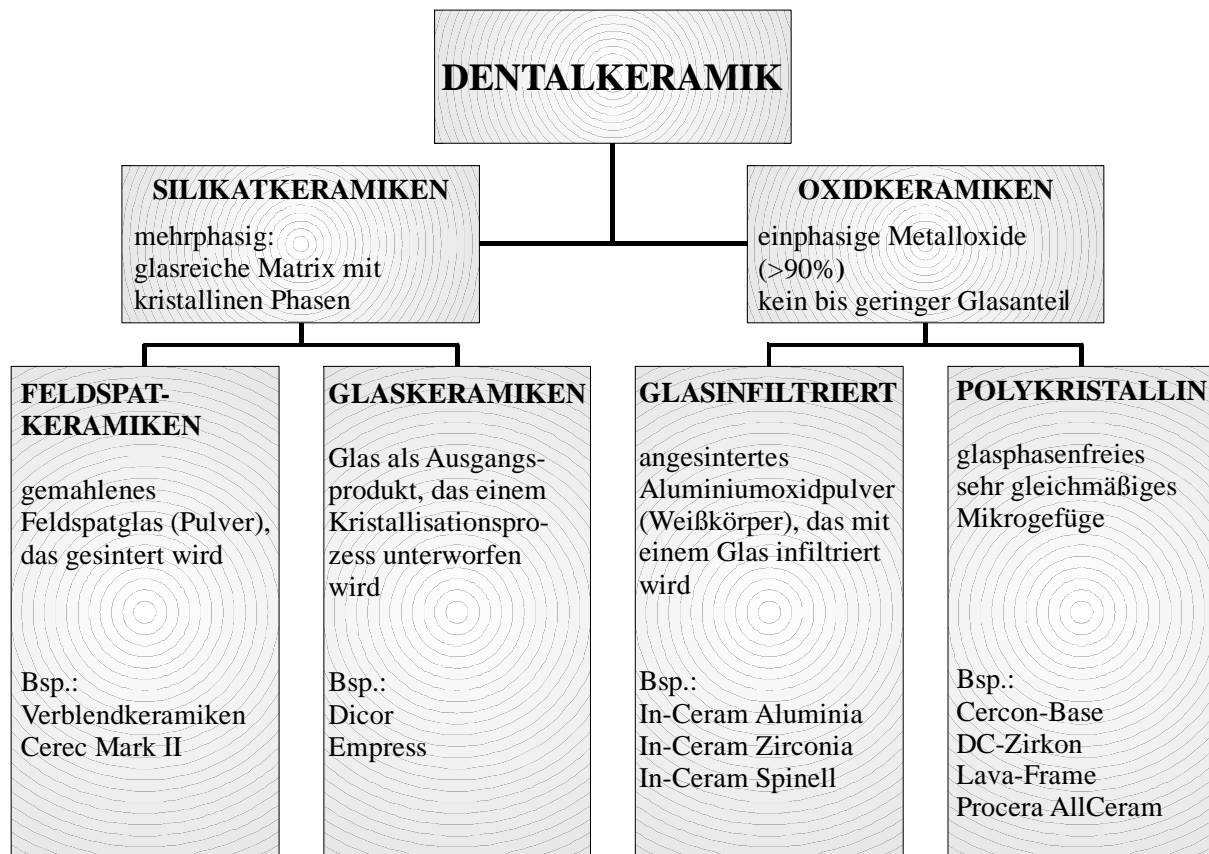


Abbildung 1: Einteilung der Dentalkeramiken [Pospiech et al. 2004]

2.1.1.1 Silikatkeramiken

Silikatkeramiken bestehen aus Feldspat, Quarz und Kaolin (<3 Gew.%) und gehören somit zu den traditionellen Dentalkeramiken. [Reich et al. 2005] Sie setzen sich aus einer Glasphase und darin eingelagerten Leuzitkristallen zusammen, die in der Regel weniger als 20% ausmachen. Die Biegefestigkeit beträgt 50 - 200 MPa und die Bruchzähigkeit weniger als 2,5 MPam^{0,5}. Aus ästhetischen Gründen eignen sie sich besonders für Verblendungen oder für Veneers, Inlays und Teilkronen. Eine adhäsive Befestigung ist allerdings erforderlich. [van der Zel 2007] In der Literatur werden die Begriffe Silikatkeramik, Feldspatkeramik und Glaskeramik oft synonym benutzt.

Feldspatkeramik:

Bei den Feldspatkeramiken handelt es sich um die üblichen Verblendkeramiken und die klassischen Jacket-Kronen-Massen.

Während des Sinterprozesses entstehen aus der Feldspatphase (Kalifeldspat) Leuzitkristalle. [Pospiech et al. 2004] Diese gewährleisten die Standfestigkeit beim Brennen, erhöhen die Endfestigkeit und trüben die transparente Glasphase.

Es werden sowohl Metallgerüste als auch Keramikgerüste verblendet. Die Stabilität wird durch den Verbund zum Gerüst erreicht. [Strub et al. 2005]

Glaskeramik:

Die Glaskeramiken sind den Feldspatkeramiken sehr ähnlich. Allerdings bestehen sie anfänglich nur aus einer Glasphase. Die kristallinen Strukturen werden erst sekundär in einem kontrollierten Prozess durch Wärmezufuhr gebildet. So erreicht die Keramik eine höhere Stabilität. [Pospiech et al. 2004] [Ludwig et al. 2004]

Vertreter der Glaskeramik sind die Presskeramiken Empress® und Empress®2 (Ivoclar Vivadent®). Bei Empress® ist die Glasphase durch einen erhöhten Leuzitgehalt verstärkt und zählt somit zu den leuzitverstärkten Glaskeramiken. [Strub et al. 2005] Der kristalline Anteil beträgt ca. 35%. [Ludwig et al. 2004] Die Indikationen reichen vom Veneer bis zur Frontzahnkrone. [Strub et al. 2005]

Besonders stabil ist die Empress®2-Keramik, die als Gerüstkeramik fungiert. Sie erzielt Biegefestigkeitswerte zwischen 300 und 400 MPa und eine Risszähigkeit von 2,8 - 3,5 MPam^{0,5}. [Raigrodski 2004] [Reich et al. 2005] Die kristalline Verstärkung, mit einem Anteil von 60%, wird durch Lithiumdisilikat und Lithiumorthophosphat erreicht. [Ludwig et al. 2004] Somit können dreigliedrige Endpfilerbrücken bis zum Prämolarenbereich gefertigt werden. [Reich et al. 2005] [Tinschert et al. 2006] Besonders wichtig ist allerdings eine Verbinderquerschnittsfläche von mindestens 16 mm². [Lauer et Weigl 2005]

2.1.1.2 Oxidkeramiken

Bei den Oxidkeramiken handelt es sich um einphasige, keramische Materialien, die aus Oxiden bestehen. Der Glasanteil ist in der Regel sehr klein. [Pospiech et al. 2004] [Strub et al. 2005] Typische Oxide sind Al_2O_3 , MgO , ZrO_2 , MgAl_2O_4 und TiO_2 . [Strub et al. 2005]

Glasinfiltrierte Oxidkeramik:

Hauptvertreter der glasinfiltrierten Oxidkeramiken sind Vita In-Ceram® Spinell, Vita In-Ceram® Alumina und Vita In-Ceram® Zirconia. [Reich et al. 2005]

Bei dieser Keramikgruppe wird ein zunächst poröses Oxidkeramikgerüst nachträglich mit Lanthanglas infiltriert. Das Oxidgerüst kann durch Modellation mit einer Pulver-Flüssigkeits-Suspension (Schlicker) und anschließender Sinterung oder durch Formschleifen aus industriell gefertigten Blöcken hergestellt werden. Tabelle 1 zeigt die technischen Daten der verschiedenen In-Ceram® Keramiken. Bei allen drei Varianten handelt es sich um reine Gerüstmaterialien, so dass eine anschließende Verblendung obligat ist. In-Ceram® Spinell hat die höchste Transluzenz, aber auch die geringste Biegefestigkeit und Risszähigkeit. Somit ist diese Variante vor allem für Frontzahnkronen geeignet. [Pröbster et Groten 2008] Dreigliedrige Seitenzahnbrücken sind mit In-Ceram® Zirconia möglich. Die erhöhte Festigkeit geht jedoch mit einer verringerten Transluzenz einher. In-Ceram® Alumina nimmt bezüglich Festigkeit und Ästhetik eine Mittelstellung ein. Es können maximal Endpfilerbrücken im Frontzahnbereich angefertigt werden. [Reiber et al. 2008]

Tabelle 1: Zusammensetzung und mechanische Eigenschaften der VITA In-Ceram®-Keramiken [Pröbster et Groten 2008]

Materialeigenschaften	VITA In-Ceram Spinell	VITA In-Ceram Alumina	VITA In-Ceram Zirconia
Zusammensetzung [Gew.%]	78% MgAl_2O_4 22% Infiltrationsglas	75% Al_2O_3 25% Infiltrationsglas	56% Al_2O_3 24% ZrO_2 20% Infiltrationsglas
initiale Biegefestigkeit [MPa]	400	500	600
Risszähigkeit [$\text{MPam}^{0.5}$]	2,7	3,9	4,4

Polykristalline Oxidkeramik:

Polykristalline Oxidkeramiken sind Hochleistungskeramiken aus Aluminiumdioxid oder Zirkoniumdioxid. Sie werden in verschiedenen technischen Bereichen wie z.B. in der Hüftgelenkprothetik schon lange erfolgreich eingesetzt. [Suttor et al. 2001] [Strub et al. 2005] Die Struktur dieser Keramiken ist homogen kristallin [Reiber et al. 2008], eine Glasphase ist nicht bzw. nur in äußerst geringem Ausmaß enthalten. [Pospiech et al. 2004] [Strub et al. 2005] [Pilathaadka et al. 2007] Oxidkeramiken können derzeit nur aus industriell gefertigten Keramikblöcken gefräst werden. [Lauer et Weigl 2005]

Wegen der starken Opazität werden sie ausschließlich als Gerüstmaterialien angewendet. [Pospiech et al. 2004]

Dichtgesintertes Aluminiumdioxid ist für Einzelkronen und kleine Brückengerüste geeignet. [Reich et al. 2005] Es hat eine Risszähigkeit von $4,5 - 6 \text{ MPam}^{0,5}$ und eine initiale Biegefestigkeit von 487 - 699 MPa. [Raigrodski 2004] [Reich et al. 2005] Diese Keramik wird seit Jahren von Procera AllCeram (Nobel Biocare) angewendet. [Lauer 2003] Bei diesem System wird der Modellstumpf im Labor gescannt, und das Kronengerüst anschließend in einem Fertigungszentrum hergestellt. Dort wird ein um ca. 25% vergrößerter Metallstumpf gefräst und Aluminiumoxidpulver aufgepresst. Danach wird aus dem gepressten Rohling die individuelle äußere Form gefräst. Im Anschluss erfolgt die Sinterung. [Schirra et Hegenbarth 1998] [Lauer et Weigl 2005] [Zitzmann et al. 2007]

Brücken aus Procera AllCeram können nicht in einem Stück hergestellt werden. Das Brückenglied wird sekundär mit einer Glasschmelze eingefügt. [Lauer 2003] [Tinschert et al. 2006]

Auf die Zirkoniumdioxidkeramik soll im Folgenden näher eingegangen werden.

2.1.2 Zirkoniumdioxidkeramik

Keramiken auf der Basis von Zirkoniumdioxid weisen im Vergleich zu Aluminiumoxid eine deutlich erhöhte Festigkeit auf. [Pospiech et al. 2004] Deshalb sind sie besonders für hochbelastete Restaurationen wie z.B. drei- und mehrgliedrige Brücken, Wurzelstifte, Abutments und Implantate geeignet. [Raigrodski 2004] [Pilathaadka et al. 2007]

2.1.2.1 Namensgebung und Begriffsklärung

Die Bezeichnungen für Zirkoniumdioxidkeramik sind oft unterschiedlich und nicht immer richtig. Deshalb sollen hier einige gebräuchliche Begriffe geklärt werden.

Zirkon:

Dieser Name steht für das Mineral Zirkonsilikat (ZrSiO_4). Es dient als Ausgangsprodukt für die Keramikherstellung. [Schweiger 2004]

Zirkonoxid, Zirkondioxid, ZrO_2 :

Auch diese häufig verwendeten Begriffe sind nicht ganz korrekt, denn aus reinem ZrO_2 kann keine dichte und feste Oxidkeramik hergestellt werden. Es sind unbedingt weitere stabilisierende Oxide (z.B. Y_2O_3 , CeO_2 , CaO) erforderlich, damit das Sinterprodukt nicht beim Abkühlvorgang zerspringt. Im folgenden Kapitel werden diese Beziehungen genauer erklärt. [Schweiger 2004]

Zirconia:

Dies ist der englische Begriff für Zirkoniumoxid. [Schweiger 2004]

3Y-TZP:

Diese Abkürzung steht für 3 mol% yttria stabilized tetragonal zirconia polycrystal. Es ist eine exakte Werkstoffbezeichnung, da die stabilisierende Komponente (Y_2O_3) und deren Menge angegeben sind. Es handelt sich somit bei dieser Zirkonoxidkeramik um ein vollständig tetragonal-polykristallines Gefüge, das mit 3 mol% Y_2O_3 stabilisiert ist. [Pospiech et al. 2004] [Kelly et Dernry 2008]

3Y-TZP ist die zur Zeit am meisten benutzte ZrO_2 -Keramik [Schweiger 2004] und findet z.B. bei dem System Cercon® (DeguDent) Anwendung. [Pilathaadka et al. 2007]

PSZ:

PSZ bedeutet partially stabilized zirconia. Diese Keramik hat nur einen bestimmten Anteil an tetragonaler Phase, die in eine kubische Matrix eingelagert ist. [Kelly et Dernry 2008] [Pospiech et al. 2004] PSZ hat eine geringere Festigkeit als TZP-Keramik. Ein Beispiel für diese Materialsorte ist Leolux von DCS. [Schweiger 2004]

FSZ:

FSZ steht für fully stabilized zirconia. Bei dieser Zirkonoxidkeramik ist die kubische Kristallphase bis auf Raumtemperatur stabilisiert. [Pospiech et al. 2004] Die Konzentration der Stabilisierungsoxide ist entsprechend hoch. Eine Umwandlungsverstärkung (siehe folgendes Kapitel) ist hier nicht möglich. [Schweiger 2004]

ATZ:

Diese Abkürzung bedeutet alumina toughened zirconia. Durch die Zugabe von 20-25 Gew% Al_2O_3 kann Y-TZP nochmals verstärkt werden.

2.1.2.2 Struktur und Eigenschaften

Reines ZrO_2 kann je nach Temperatur in drei verschiedenen Kristallphasen vorliegen. [Schweiger 2004] [Pospiech et al. 2004] [Manicone et al. 2007] Eine Übersicht findet sich in Tabelle 2.

Tabelle 2: Kristallstruktur von Zirkoniumdioxid in Abhängigkeit von der Temperatur [Schweiger 2004] [Pospiech et al. 2004] [Pilathaadka et al. 2007] [Manicone et al. 2007] [Kelly et Dernry 2008]

Temperaturbereich	Kristallstruktur
RT - 1173°C	monoklin
1173°C - 2370°C	tetragonal
2370°C - 2716°C (Smp.)	kubisch

Mit einer Sintertemperatur von 1500 - 1600°C kommt es zwangsläufig zu einer Phasentransformation von monoklin zu tetragonal und umgekehrt. Dies geht mit einer sprunghaften Volumenabnahme (ca. 3% bei 1173°C) in der Aufheizphase und einer

Expansion (ca 3% bei 950°C, bis RT insgesamt 4,9%) in der Abkühlphase einher. Die Folge sind hohe Spannungen und Risse, die das gesinterte Objekt zerstören. [Pilathaadka et al. 2007]

Durch die Zugabe von Y_2O_3 oder anderen stabilisierenden Oxiden (CeO_2 , CaO , MgO) kann im Abkühlvorgang die Umwandlung von tetragonal zu monoklin vermieden werden. [Pospiech et al. 2004] [Kelly et Dernry 2008] Die Phasen-Umwandlungstemperatur wird so unterhalb Raumtemperatur verschoben und es kommt zu einer Stabilisierung des tetragonalen Gefüges. Für ein stabiles Kristallgitter sind zusätzlich die Korngröße [Pospiech et al. 2004] und der Oxidanteil entscheidend. Besonders geeignet sind 3 mol% Y_2O_3 bei einer Korngröße von 0,3 - 0,4 μm oder 12 - 20 mol% CeO_2 bei einer Korngröße 2 - 3 μm . [Schweiger 2004]

3Y-TZP-Keramik zeichnet sich durch Biegefestigkeitswerte von 900 - 1200 MPa [Pospiech et al. 2004] [Manicone et al. 2007] und Bruchzähigkeiten von $9 - 10 \text{ MPam}^{0,5}$ aus [Raigrodski 2004]. Die Ursache für diese hervorragenden Materialeigenschaften ist die Umwandlungsverstärkung beim Auftreten von Mikrorissen. Die Spannungen an der Risspitze induzieren in diesem Bereich eine Phasenumwandlung von tetragonal zu monoklin. Es kommt lokal zu einer Volumenzunahme, wodurch die Rissflanken aneinandergedrückt werden und der Rissfortschritt gebremst wird. [Suttor et al. 2001] [Schweiger 2004] [Raigrodski 2004] [Pospiech et al. 2004] [Reich et al. 2005] [Klink 2006] [van der Zel 2007] [Pilathaadka et al. 2007] [Mörmann et al. 2007] [Manicone et al. 2007]

Ebenso wie die mechanischen Eigenschaften sind die neutral weiße Farbe und eine gewisse Transluzenz (Lava) im Durchlicht [Raigrodski 2004] wichtige Kriterien für die dentale Anwendung. [Schweiger 2004] Zusätzlich ist das Einfärben der Keramik möglich. [Raigrodski 2004]

Die biologische Verträglichkeit ist lange bewährt, da Zirkonoxidkeramik bereits seit 1969 als Hüftgelenksimplantate eingesetzt wird. [Pilathaadka et al. 2007] [van der Zel 2007] [Manicone et al. 2007] [Mörmann et al. 2007]

2.1.2.3 Verarbeitung

Zirkoniumdioxidkeramik wird mit der CAD/CAM-Technologie hergestellt, da sie mit den traditionellen zahntechnischen Verfahren nicht verarbeitet werden kann. [van der Zel 2007] Dies ist auf drei Arten möglich – die Grün- bzw. Weiß-Bearbeitung, die Hartbearbeitung und das Verfahren von Procera (Nobel Biocare). [Schweiger 2004]

Grün- bzw. Weiß-Bearbeitung:

Der Keramikblock ist porös teil-gesintert und hat im Vergleich zu dicht-gesintertem Zirkonoxid ein um ca. 25% vergrößertes Volumen. [Mörmann et al. 2007] [Pilathaadka et al. 2007] Das Material hat eine geringe Festigkeit und ist so schnell und leicht zu bearbeiten. [Schweiger 2004] [Lauer et Weigl 2005] Jeder Rohling ist via Strichkode mit dem exakten Porositätsgrad gekennzeichnet. [Mörmann et al. 2007] Damit kann die Schleifsoftware das Gerüst entsprechend linear vergrößern, um die spätere Sinterschrumpfung zu kompensieren. Der Sinterprozess erfolgt nach dem Formschleifen in einem Hochtemperaturofen. [Mörmann et al. 2007]. Für ideale mechanische sowie optische Eigenschaften muss das Sinterprogramm exakt gesteuert sein. Die Passgenauigkeit hängt ebenfalls von diesem Vorgang ab.

Der Unterschied zwischen Grün- und Weißkörper besteht in der Porosität. Beim Grünling handelt es sich um einen Presskörper mit einer offenen Porosität von 50 - 60%. Er erhält seine Eigenfestigkeit durch ein organisches Bindemittel. Beim Sinterprozess kommt es zu einer Schrumpfung von 50 - 60%. In der Dentaltechnik wird der Pressblock in der Regel vorgebrannt. Es entsteht der Weißkörper, der keine organischen Bestandteile mehr enthält. Der Sinterschwund wird so ebenfalls verringert. [Schweiger 2004]

Die Weiß-Bearbeitung wird z.B. bei den Systemen Cercon® (Degudent) und Lava (3M ESPE) angewendet. [Schweiger 2004] [Lauer et Weigl 2005] [Pilathaadka et al. 2007]

Hartbearbeitung:

Es wird industriell dicht gesintertes Zirkoniumoxid verwendet. Der Keramikrohling ist durch den HIP-Prozess (HIP = Hot Isostatic Pressing) nachvergütet. Bei diesem Verfahren wird das Gefüge unter hohem Druck (500 - 2000 bar) und hoher Temperatur (1500°C) nochmals

verdichtet. [Schweiger 2004] Da dieses Material sehr hart ist, erfordert die Bearbeitung mit der Schleifmaschine einen hohen Werkzeugverschleiß und eine lange Schleifzeit. [Lauer et Weigl 2005] [Klink 2006] [Pilathaadka et al. 2007]

Beispiele für Hartbearbeitungssysteme sind Precident (DCS), Digident (Girrbach), oder Everest (KaVo). [Schweiger 2004] [Lauer et Weigl 2005]

Procera-Verfahren:

Es wird nicht die Restauration, sondern eine Pressform mittels CAD/CAM-System hergestellt. Damit wird das ZrO_2 -Pulver geformt und anschließend gesintert. [Schweiger 2004]

2.1.3 CAD/CAM-Technologie bei der Keramikverarbeitung

Unter der Abkürzung CAD/CAM werden computergestützte Verfahren zur Konstruktion (CAD) und Herstellung (CAM) von Zahnersatz verstanden. Dabei bedeutet CAD Computer Aided Design und CAM Computer Aided Manufacturing. [Pospiech et al. 2004]

Es werden zwei unterschiedliche Konzepte unterschieden – die Chairside-Systeme und die Labside-Systeme. [van der Zel 2007] Beim Chairside-Verfahren wird die Präparation direkt intraoral eingescannt und die Restauration in der gleichen Sitzung hergestellt und eingesetzt. Ein Beispiel dafür ist das Cerec-System. Beim Labside-Verfahren wird die Präparation im Labor an einem Gipsmodell vermessen. Ein Beispiel für diese Arbeitsweise ist das Cercon®-System. [Stawarczyk et al. 2008]

Weiterhin unterscheidet man zwischen computerunterstützten Verfahren und analogen Verfahren. Bei der ersten Variante erfolgt der Herstellungsprozess weitgehend automatisiert durch den Einsatz von digitaler Datenaufbereitung und -weiterverarbeitung (z.B. Cerec, Cercon®). Bei den analogen Verfahren (z.B. Celay) wird eine vorgegebene Form, z.B. eine Wachsmodellation, kopiert. [Mehl et al. 2007]

Die CAD/CAM Technologie bietet viele Vorteile bei der Keramikherstellung. Es kann sowohl Silikat- als auch Oxidkeramik verarbeitet werden. [Mehl et al. 2007] Die verwendeten Rohlinge sind industriell hergestellt und besitzen somit ein kontrolliert gleichmäßiges Gefüge. Dies ist entscheidend für die Qualität und Festigkeit eines Werkstoffes. [Pospiech et al. 2004] [Klink 2006] [Mehl et al. 2007]

Außerdem ermöglicht CAD/CAM die Verarbeitung von Hochleistungskeramiken wie z.B. Zirkoniumdioxidkeramik, was sonst mit der traditionellen Zahntechnik nicht möglich wäre. [Pospiech et al. 2004] [Klink 2006] [van der Zel 2007] [Mehl et al. 2007] Ferner sollen die Qualität optimiert und der Arbeitsprozess beschleunigt werden. [Mehl et al. 2007]

2.1.3.1 Prozessablauf

Am Anfang steht die digitale Datenerfassung. Dies kann intraoral (immer optisch) oder am Modell stattfinden und ist optisch oder mechanisch durch Abtasten möglich.

Nach der Digitalisierung wird am PC die Präparationsgrenze festgelegt, und anschließend die äußere Form, die Kaufläche und Brückenglieder konstruiert. Für eine bessere Passung kann ein Bissregistrator oder der Gegenkiefer eingescannt werden.

Anschließend wird der Rohling mit einer CNC-Maschine gefräst. Dabei kann die Keramik im dicht gesinterten oder porös gesinterten Zustand bearbeitet werden. (s. 2.1.2.3)

Schließlich wird das gefräste Objekt manuell nachbearbeitet und falls erforderlich gesintert. [Mehl et al. 2007]

2.2. Befestigung von keramischen Restaurationen

Ein Befestigungszement hat die Aufgabe, die Klebefuge zwischen Zahn und Restauration abzudichten, die Kräfte von der Restauration auf den Zahn zu übertragen, die Restauration zu stabilisieren und deren Lage zu sichern. [Rosenstiel et al. 1998] [Behr 2007]

Für die Befestigung von Keramikrestaurationen stehen grundsätzlich zwei Methoden zur Wahl – konventionelle Zementierung oder adhäsive Befestigung. Für die Entscheidung ist sowohl die Art der Keramik als auch die Retention am Zahnstumpf ausschlaggebend. Ferner spielen ästhetische Kriterien und die klinischen Verhältnisse (Trockenheit, Zugänglichkeit des Arbeitsfeldes) eine Rolle. [Behr 2007]

Keramiken mit einer Biegefestigkeit unter 350 MPa müssen zur Stabilisierung adhäsiv zementiert werden. Hochfeste Keramiken mit einer Biegefestigkeit über 350 MPa können je nach Retention konventionell oder adhäsiv befestigt werden. [Kern et Kern 2008]

Die Lithiumdisilikatkeramik nimmt eine Sonderstellung ein. Mit einer Biegefestigkeit von bis zu 360 MPa kann sie mit Glasionomierzement konventionell zementiert werden. [Kern et Kern 2008] Eine adhäsive Befestigung wird jedoch empfohlen, um Festigkeit und Haltbarkeit zu verbessern. [Raigrodski 2004]

2.2.1 Konventionelle Zementierung

Für die konventionelle Zementierung stehen Zinkoxidphosphatzement, Glasionomierzement und kunststoffmodifizierter Glasionomerezemente zur Verfügung. [Geiselhöringer et Holst 2007]

Die Befestigung erfolgt mechanisch-retentiv durch Erhöhung der Reibung zwischen Restauration und präparierten Zahn. Entscheidend ist dabei die Retentionsform und -höhe des Pfeilerzahns. [Geiselhöringer et Holst 2007] Es besteht kein kraft- und spannungsschlüssiger Verbund. Daher hängt die Belastbarkeit von der Eigenfestigkeit der Restauration ab. Diese wird bestimmt von den physikalischen Eigenschaften der Keramik und von der Geometrie der Restauration. Konventionell zementierte Restaurationen erfordern deshalb eine möglichst hohe Eigenfestigkeit und eine retentive Präparation. [Frankenberger et Kern 2004] [Pröbster et Groten 2006]

2.2.2 Adhäsive Befestigung

Bei der adhäsiven Befestigung finden Kompositzemente mit ihren korrespondierenden Adhäsivsystemen oder selbstkonditionierende universale Befestigungskomposite Anwendung. Adhäsivrestaurationen sind dadurch gekennzeichnet, dass sie durch einen kraftschlüssigen und dauerhaften Verbund an der Zahnhartsubstanz verankert werden. Dadurch stellt die Restaurations-Innenseite keine mechanische Grenzfläche mehr dar, an der rissauslösende Zugspannungen wirksam werden können. Dies führt zu einer erhöhten Belastbarkeit von Zahn und Restauration. [Blatz et al. 2002] [Abboud et Stark 2003] [Frankenberger et Kern 2004] [Kunzelmann et Kern 2005] [Pröbster et Groten 2006] [Kern et Kern 2008] Somit werden minimal invasive Restaurationen ohne retentive Präparation, wie z.B. Veneers oder Klebebrücken, ermöglicht. [Blatz et al. 2002] Eine adhäsive Befestigung verbessert zusätzlich die marginale Adaption [Blatz et al. 2002] [Blatz et al. 2003] [Geiselhöringer et Holst 2007] und die Ästhetik [Pospiech et al. 2004]. Der klinische Verbund ist bewährt, doch die adhäsive Befestigung ist sehr zeitaufwendig, kostenintensiv und fehleranfällig. [Frankenberger et Kern 2004] [Kern et Eschbach 2008]

Wesentliche Voraussetzungen für einen soliden Klebeverbund sind eine gute Eigenfestigkeit des Klebstoffes (Kohäsion) und eine optimale Annäherung zwischen Kleboberfläche und Klebermolekülen (Adhäsion). Dafür sind eine Oberflächenvergrößerung und –aktivierung unerlässlich. Nur wenn die Adhäsionskräfte größer als die Kohäsionskräfte des Klebstoffs sind, ist ein gutes Anfließen an die Kleboberfläche möglich. Dieser Effekt kann je nach Keramik durch Korundstrahlen, Ätzen oder Silikatisieren (Rocatec®, 3M Espe) erreicht werden. Des Weiteren sollen die Klebeflächen sauber und fettfrei sein und nach der Konditionierung ohne Verzug verklebt werden. [Pospiech 1999] [Pospiech et al. 2004] Die Begriffe Kohäsion und Adhäsion sind schematisch in Abb. 2 dargestellt. [Fleischmann 2007]

Um den Therapieerfolg nicht zu beeinträchtigen, ist eine absolute Trockenlegung des Arbeitsfeldes notwendig. [Behr et Rosentritt 2003] [Geiselhöringer et Holst 2007]

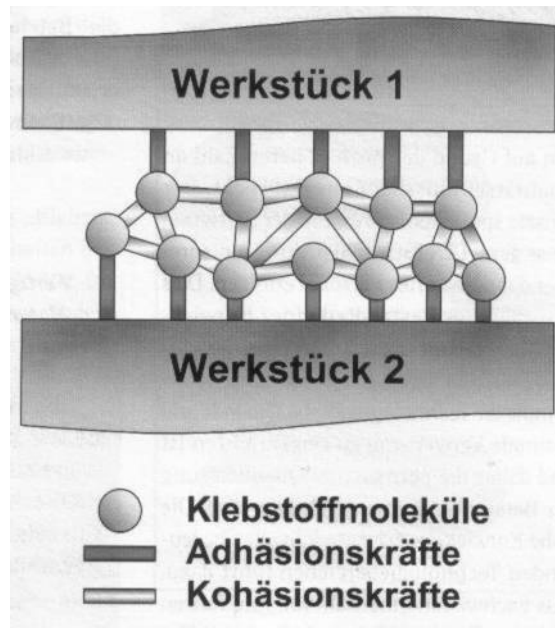


Abbildung 2: Schematische Darstellung von Adhäsions- und Kohäsionskräften [Fleischmann 2007]

2.2.2.1 Befestigungskomposite

Befestigungskomposite bestehen aus einer Kunststoffmatrix und anorganischen Füllkörpern. [Caughman et al. 2001] Die Matrix ist aus Bis-GMA und weiteren kleineren Methacrylaten (TEGDMA, HEMA) aufgebaut. Die Füller, mit einem Anteil von 50 bis 70 Gew.-%, sind hauptsächlich SiO_2 , Gläser und Quarze. Sie verringern die Polymerisationsschrumpfung und erhöhen die Druck- und Abrasionsfestigkeit. Die Polymerisation wird durch Initiatoren gestartet. Dies sind in der Regel Ketone bzw. Campherchinon bei der Lichthärtung, und basische Amine bei der Autopolymerisation oder Dualhärtung. [Behr et Rosentritt 2003]

Der Verbund zum Zahn wird durch Säure-Ätz-Technik und meist mehrschrittigen Adhäsivsystemen erzeugt. Dies ist mit einem deutlich höheren Aufwand verbunden als bei der Anwendung von konventionellen Zementen. [Pospiech et al. 2004] Auf Details zum Haftmechanismus wird hier nicht näher eingegangen.

Selbstadhäsive Befestigungskomposite:

Neuere Materialien zur adhäsiven Befestigung sind die selbstkonditionierenden Befestigungskomposite. Bei dieser Materialgruppe entfällt die aufwendige Konditionierung von Schmelz und Dentin.

Der erste Vertreter dieser Klasse ist RelyX™ Unicem (3M ESPE). Dieser dualhärtende Zement enthält mehrfach phosphorylierte Methacrylate, die sowohl mit Apatit als auch mit den basischen Füllkörpern reagieren. Dabei wird Wasser freigesetzt, das mit überschüssigen Säuregruppen abreagiert und bei der anschließenden Zementreaktion mit den Füllkörpern verbraucht wird. Die Matrix wechselt von hydrophil zu hydrophob. Eine schematische Darstellung des Haftmechanismus und der Neutralisationsreaktion ist in Abb. 3 zu sehen. RelyX™ Unicem enthält wegen des anfangs niedrigen pH-Werts ein neues Initiatorsystem, das über einen breiten pH-Bereich wirksam ist. [RelyX™ Unicem, Technisches Produktprofil]

Ebenfalls selbstkonditionierende Befestigungskomposite sind Multilink® Sprint (Ivoclar-Vivadent) und Maxcem™ (Hawe-Kerr). [Behr 2007] Details über Haftmechanismus bzw. funktionelle Gruppen der Monomere stehen bei diesen Materialien nicht zur Verfügung.

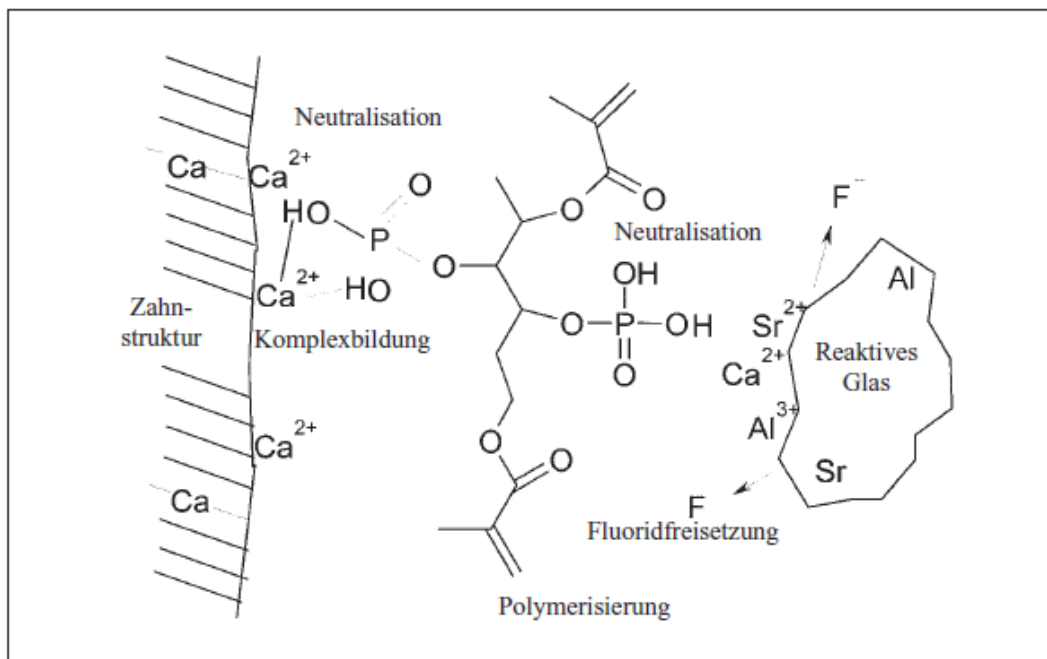


Abbildung 3: Schematische Darstellung des Haftmechanismus und der Neutralisationsreaktion von RelyX™ Unicem [RelyX™ Unicem, Technisches Produktprofil]

Befestigungskomposite mit MDP:

1983 wurde von Kuraray der Phosphatmonoester MDP (10-Methacryloyloxydecylidihydrogenphosphat) entwickelt. Dieses Monomer bindet wirksam an Schmelz, Dentin und alle dentalen Restaurationsmaterialien (Keramik, Metalle, Komposit). MDP bindet dabei ebenso chemisch an die Metalloxide Aluminium- oder Zirkoniumoxid.

[Blatz et al. 2003] [Lüthy et al. 2006] [Geiselhöringer et Holst 2007] Enthalten ist das Phosphatmonomer z.B. in Panavia™, Panavia™ F2.0 und Alloy Primer. Abb. 4 zeigt schematisch den Verbundmechanismus von MDP an Nichtedelmetallen. [<http://www.kuraray-dental.eu>]

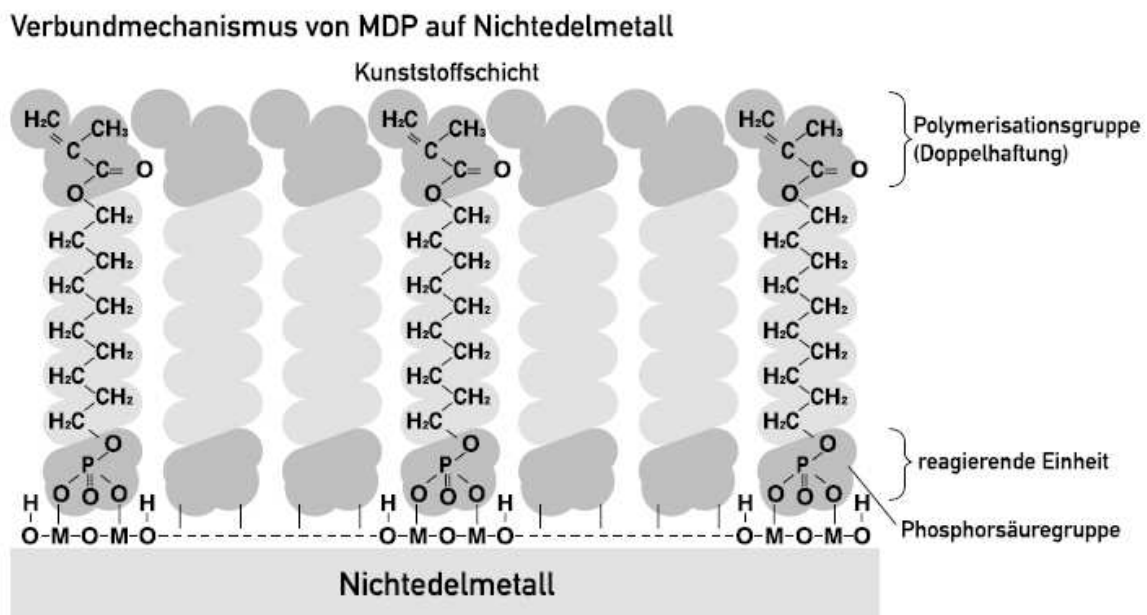


Abbildung 4: Schematische Darstellung des Verbunds zwischen MDP und Nichtedelmetallen
[<http://www.kuraray-dental.eu>]

2.2.3 Oberflächenkonditionierung von Dentalkeramik

Der optimale Verbund wird durch eine mikromechanische Verankerung in Kombination mit einer chemischen Bindung erreicht. Allerdings ist je nach Keramiksorte ein unterschiedliches Vorgehen bei der Oberflächenkonditionierung nötig.

2.2.3.1 Ätzen mit Flusssäure

Bei Silikatkeramiken kann die Oberfläche durch das Ätzen mit Flusssäure angeraut und vergrößert werden. Dabei wird die Glasmatrix oberflächlich herausgelöst und die kristallinen Strukturen freigelegt. Es entsteht ein mikroretentives Ätzmuster. Anschließend sorgt ein Silan für den chemischen Verbund. Es geht mit dem SiO_2 der Keramik eine Si-O-Si-Bindung ein.
[Blatz et al. 2002] [Blatz et al. 2003] [Kunzelmann et Kern 2005] [Kern et Eschbach 2008]

Aufgrund der fehlenden Glasphase ist dies bei Oxidkeramiken nicht möglich. [Kern et Wegner 1998] [Blatz et al. 2002] [Özcan et Vallittu 2003] [Klink 2006] [Kern et Eschbach 2008] [Kern et Kern 2008] Ebenso kann die Oberfläche von glasinfiltrierten Oxidkeramiken durch Flusssäure nur unzureichend angeraut werden. [Blatz et al. 2003]

2.2.3.2 Korundstrahlen und Befestigungskomposite mit MDP

Korundstrahlen bewirkt bei glasinfiltrierten Oxidkeramiken und polykristallinen Oxidkeramiken eine Vergrößerung und Aktivierung der Oberfläche. [Blatz et al. 2003] [Geiselhöringer et Holst 2007] [Kern et Eschbach 2008] Die Größe der Korundpartikel (50 µm, 110 µm) hat dabei keinen signifikanten Einfluss auf den Verbund. [Phark et al. 2009]

Im Anschluss kann mit einem Befestigungskomposit, welches das Phosphatmonomer MDP enthält, wie z.B. Panavia™ 21, Panavia™ F und Panavia™ F2.0 von Kuraray ein dauerhafter Verbund erzeugt werden. [Kern et Wegner 1998] [Wegner et Kern 2000] [Wegner et al. 2002] [Blatz et al. 2003] [Blatz et al. 2004] [Lüthy et al. 2006] [Wolfart et al. 2007] [Aboushelib et al. 2007] [Kern et Eschbach 2008] [Kern et Kern 2008]

Dies ist jedoch nur nach Oberflächen-Anrauhung möglich. Im Vergleich mit polierten oder unbehandelten Oberflächen erzielten sandgestrahlten Prüfkörper signifikant bessere Haftfestigkeitswerte. [Friederich et Kern 2002] [Hummel et Kern 2004] [Yoshida et al. 2007] [Blatz et al. 2007] [Wolfart et al. 2007] [Phark et al. 2009]

2.2.3.3 Tribochemische Beschichtung

Beim Rocatec®-Verfahren wird durch einen Strahlprozess eine Silikatschicht erzeugt. Das Strahlmittel enthält dazu geeignete Siliziumverbindungen. Durch die hohe kinetische Energie beim Aufprall des Strahlmittels wird das Silizium in die Oberfläche des Strahlgutes implantiert. Dieser Vorgang wird als tribochemische Beschichtung bezeichnet. Im Anschluss wird ein Haftsilan aufgetragen, welches chemisch an die Silikatschicht bindet. [Kerschbaum et al. 1995] [Beldner et Marx 1992]

Bei glasinfiltrierter Oxidkeramik kann dadurch ein dauerhafter Verbund zu Kompositen erzeugt werden. [Blatz et al. 2003]

Bei polykristalliner Oxidkeramik sind die Ergebnisse der Studien widersprüchlich. Häufig konnte eine signifikante Steigerung der Haftfestigkeit bzw. dauerhafte Verbundwerte beobachtet werden. [Edelhoff et al. 2000] [Göbel et al. 1998] [Lohbauer et al. 2008] [Blatz et al. 2007] [Valandro et al. 2005] In anderen vergleichbaren Untersuchungen kam es jedoch nach Silikatisieren und Silanisieren zum Versagen des Klebeverbunds. [Kern et Wegner 1998] [Wegner et Kern 2000] [Wegner et al. 2002] [Friederich et Kern 2002] [Oyagüe et al. 2009/b]

2.2.3.4 Silanisieren

Haftsilane sind bifunktionelle Moleküle, die einerseits mit den Silanolgruppen einer silikatischen Schicht und andererseits mit Kunststoff eine Bindung eingehen können. Dieser Vorgang ist in Abb. 5 graphisch dargestellt. [Beldner et Marx 1992]

Eine Silan-Applikation auf geätzter Silikatkeramik bewirkt somit eine chemische Bindung [Kern et Eschbach 2008] und erhöht die Benetzbarkeit der Keramik. [Blatz et al. 2003] [Kunzelmann et Kern 2005]

Bei glasinfiltrierten Oxidkeramiken kann Silanisieren lediglich die Oberflächenbenetzbarkeit erhöhen. Eine chemische Bindung ist nur in Kombination mit dem Rocatec®-Verfahren möglich. [Blatz et al. 2003]

Bei polykristallinen Oxidkeramiken wird die Effektivität von Silanen kontrovers diskutiert. Nur wenige Studien konnten einen Verbund fördernden Effekt beobachten. [Edelhoff et al. 2000] [Hummel et Kern 2004] Die meisten Untersuchungen erzielten jedoch keine beständigen Haftwerte nach Silanisieren. [Kern et Wegner 1998] [Wegner et Kern 2000] [Friederich et Kern 2002] [Yoshida et al. 2007] [Yoshida et al. 2007] [Aboushelib et l. 2007]

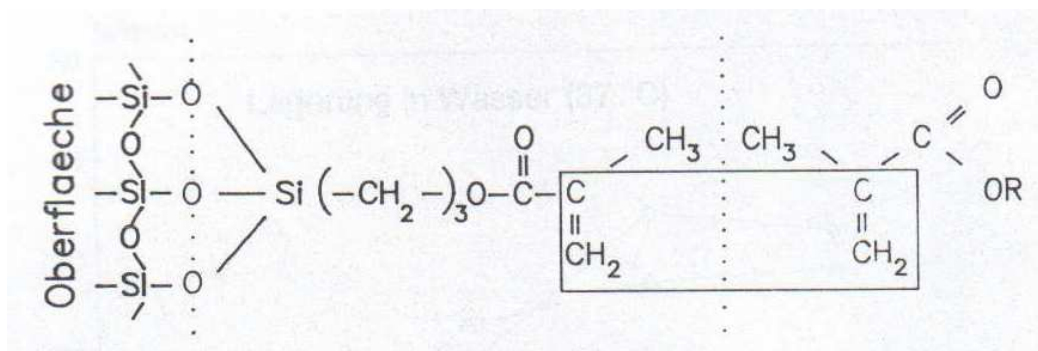


Abbildung 5: Reaktion des Silans mit den Silanol-Gruppen der silikatischen Schicht (links) und dem Monomer des Bis-GMA-Kunststoffes (rechts) [Beldner et Marx 1992]

3. Fragestellung

Das Ziel dieser In-Vitro-Studie bestand darin, den Verbund zwischen Zirkonoxidkeramik und verschiedener Kompositzemente nach künstlicher Alterung zu testen. Als Prüfmethode diente der Scherversuch. Es wurden selbstadhäsive Befestigungskomposite und Kompositzemente in Kombination mit Haftvermittler verwendet. Außerdem wurde bei vier Serien eine tribochemische Beschichtung mit Rocatec™ durchgeführt. Die Scherfestigkeit wurde nach 24h, 30d und 90d Wasserbad, sowie nach 12000 Temperaturlastwechseln (5°C/ 55°C) ermittelt. Anschließend folgte die Analyse der Bruchflächen.

Folgende Fragen sollten im Einzelnen geklärt werden:

1. Wie verändert sich die Scherfestigkeit nach künstlicher Alterung?
2. Wie unterscheiden sich die Scherfestigkeitswerte bei verschiedenen Befestigungskompositen?
3. Welchen Effekt haben, bei gleichem Zement, die unterschiedlichen Haftvermittler?
4. Kann die tribochemische Beschichtung (Rocatec™) den Verbund dauerhaft fördern?
5. Welcher Art ist das Versagen des Keramik- Komposit-Verbunds?

4. Material und Methoden

4.1 Die Prüfkörper

Als Prüfkörper dienten 128 Zylinder aus einer Co-Cr-Legierung und Plättchen aus Zirkoniumdioxidkeramik. Wie in Abb. 6 zu sehen ist, hatten die Zylinder eine Höhe von 9 mm und einen Durchmesser von 5 mm. Die Zirkonoxidplättchen hatten eine Breite von 13 mm, eine Länge von 19 mm und eine Höhe von 2 mm. Abb. 7 zeigt eine Photographie der Prüfkörper.

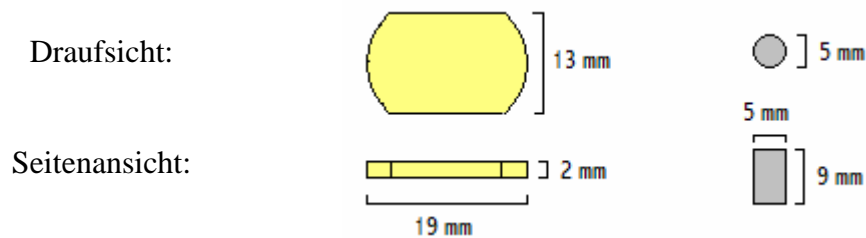


Abbildung 6: Darstellung und Maße der Prüfkörper



Abbildung 7: Photographie der Prüfkörper

4.1.1 Herstellung der Zylinder

Wachsstangen (Yeti Dental IQ Sticks, Yeti Dentalprodukte, Engen, D) wurden mit einer Modellsäge in ca. 1 cm lange Stücke abgelängt. Die Stirnflächen wurden mit einer geraden Skalpellklinge geglättet. Die entstandenen Zylinder hatten einen Durchmesser von 5 mm und eine Höhe von 9 mm.

Die Probekörper wurden in Präzisionseinbettmasse (Heravest M 2000, Heraeus Kulzer, Hanau, D) eingebettet. Die Verarbeitung der Einbettmasse erfolgte nach Herstellerangaben. Der Guss erfolgte in der Hochfrequenzschleuder Globucast® (Krupp Medizintechnik, Essen, D) mit der Dentallegierung Wisil (Elephant Dental, Hamburg, D). Diese hat folgende Zusammensetzung: Co 63,5%, Cr 30%, Mo 5%, Rest: Mn, Si, C.

Nach dem Abkühlen der Muffel wurde das Gussgut ausgebettet und mit Korund (Spezial-Edelkorund EW60/250 µm, Harnisch + Rieth, Winterbach, D) abgestrahlt. Die Gusskanäle wurden mit einer Diamanttrennscheibe abgetrennt und die Zylinder mit Heatless-Steinchen bzw. Hartmetallfräsen versäubert. Im Anschluss wurden die Stirnflächen der Zylinder mit einem Schleifgerät (Reco GMT 5330, Ritter, Karlsruhe, D) und Sandpapier der Körnung 120 geglättet.

4.1.2 Herstellung der Keramikplättchen

Als Ausgangsform dienten, wie in Abb. 8 zu sehen ist, die Zirkonoxidrohlinge Cercon® Base (Degudent, Hanau, D). Die exakte Bezeichnung des Materials lautet: Yttrium Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystals (=Y-TZP). Y-TZP hat folgende Zusammensetzung: Zirkoniumdioxid, Yttriumoxid 5%, Hafniumoxid < 2%, Aluminium- und Siliciumoxid < 1%. [<http://www.cercon-smart-ceramics.de>]



Abbildung 8: Cercon® Base Keramikblöcke
[<http://www.cercon-smart-ceramics.de>]

Die Herstellung der Keramikplättchen ist schematisch in Abb 9 a-j dargestellt. Zunächst wurden mit einer Trennscheibe die Kunststoffstege (Abb. 9a) vom Cercon® Base Keramikblock entfernt (Abb. 9b). Im Anschluss wurden mit dem Schleifgerät (Reco GMT 5330, Ritter, Karlsruhe, D) zwei parallele Flächen getrimmt, so dass diese einen Abstand von ca. 18mm hatten (Abb. 9c).

Für die Weiterverarbeitung wurde der Keramik-Block halbiert (Abb. 9d) und dünn (ca. 0,5 mm) mit Impregum™ Penta™ (3M ESPE, Seefeld, D) bestrichen (Abb. 9e).

Danach wurde der Zirkonoxidblock mittig auf dem Objektträger der Innenlochsäge positioniert (Abb. 9f). Anschließend wurde der Objektträger mit Papier ummantelt (Abb. 9g) und der Keramikblock in Kunststoff (Paladur, Heraeus Kulzer, Hanau, D) eingebettet (Abb. 9h). Die Verarbeitung der Materialien erfolgte nach Herstellerangaben.

Nach dem Aushärten des Kunststoffs wurde das Papier entfernt und der Objektträger mit dem Kunststoff-Keramikblock in die Innenlochsäge (LEICA SP1600, Leica Instruments, Hussloch, D) eingespannt. In der Säge befand sich eine Diamantlochscheibe (Winter Diamantwerkzeuge, Norderstedt, D). Schließlich wurden damit aus dem Kunststoff-Keramik-Block 3 mm dicke Scheiben geschnitten (Abb. 9i). Im Anschluss wurden Kunststoff und Impregum™ von den Keramikplättchen mit Trennscheibe und Messer entfernt (Abb. 9j).

Durch das Einbetten konnte während des Schneidens eine Fraktur der ungesinterten Keramikplättchen vermieden werden.

Schließlich wurden die Zirkonoxidteilchen im Keramikofen (Cercon® heat, Degudent, Hanau, D) bei 1350°C für ca. 7h gesintert. Dies bewirkte bei der Keramik einen Schrumpf von 30%.

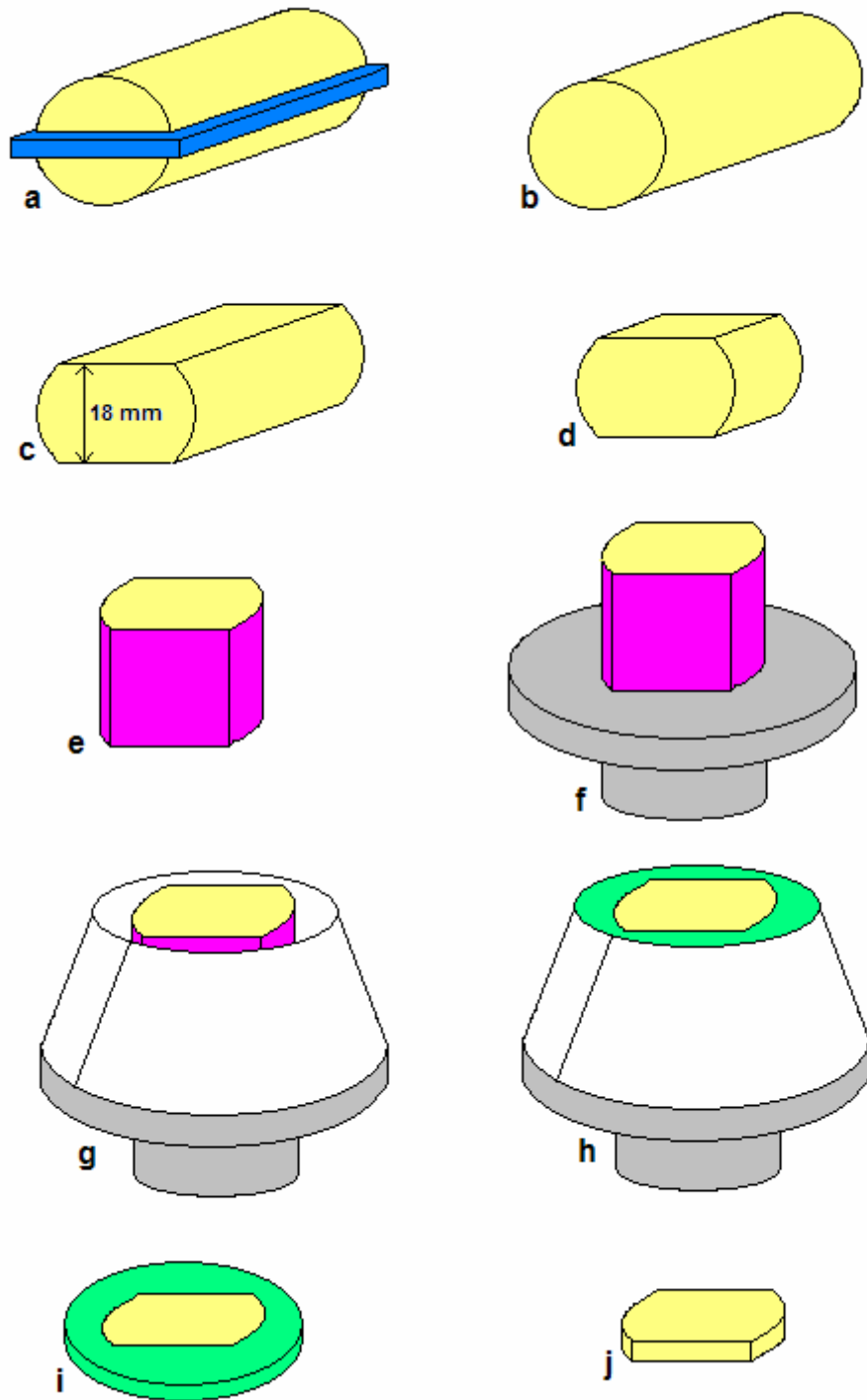


Abbildung 9 a -j: Schematische Darstellung der Plättchenherstellung

4.2 Versuchsdurchführung

Pro Serie wurden unter Verwendung verschiedener Zemente/ Haftvermittler jeweils 8 Keramikplättchen und 8 Metallzylinder miteinander verklebt. Eine Skizze vom Klebevorgang ist in Abb. 10 zu sehen.

Es wurden 4 Versuchsreihen mit je 16 Serien durchgeführt. Die Versuchsreihen unterschieden sich in der Art der künstlichen Alterung. Abb. 11 zeigt ein Baumdiagramm der Versuchsdurchführung. Eine Übersicht der verwendeten Materialien ist in Tabelle 3 zu finden. Nach der Alterung wurde die Druckscherfestigkeit der Klebeverbindung ermittelt und eine Analyse der Bruchflächen durchgeführt.

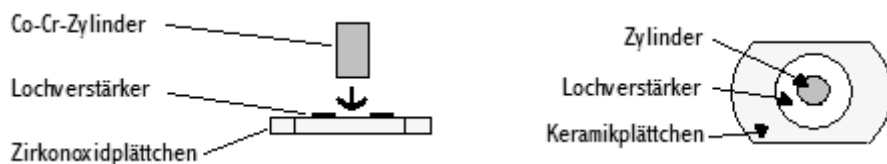


Abbildung 10: Schematische Darstellung des Klebevorgangs (links Seitenansicht, rechts Draufsicht)

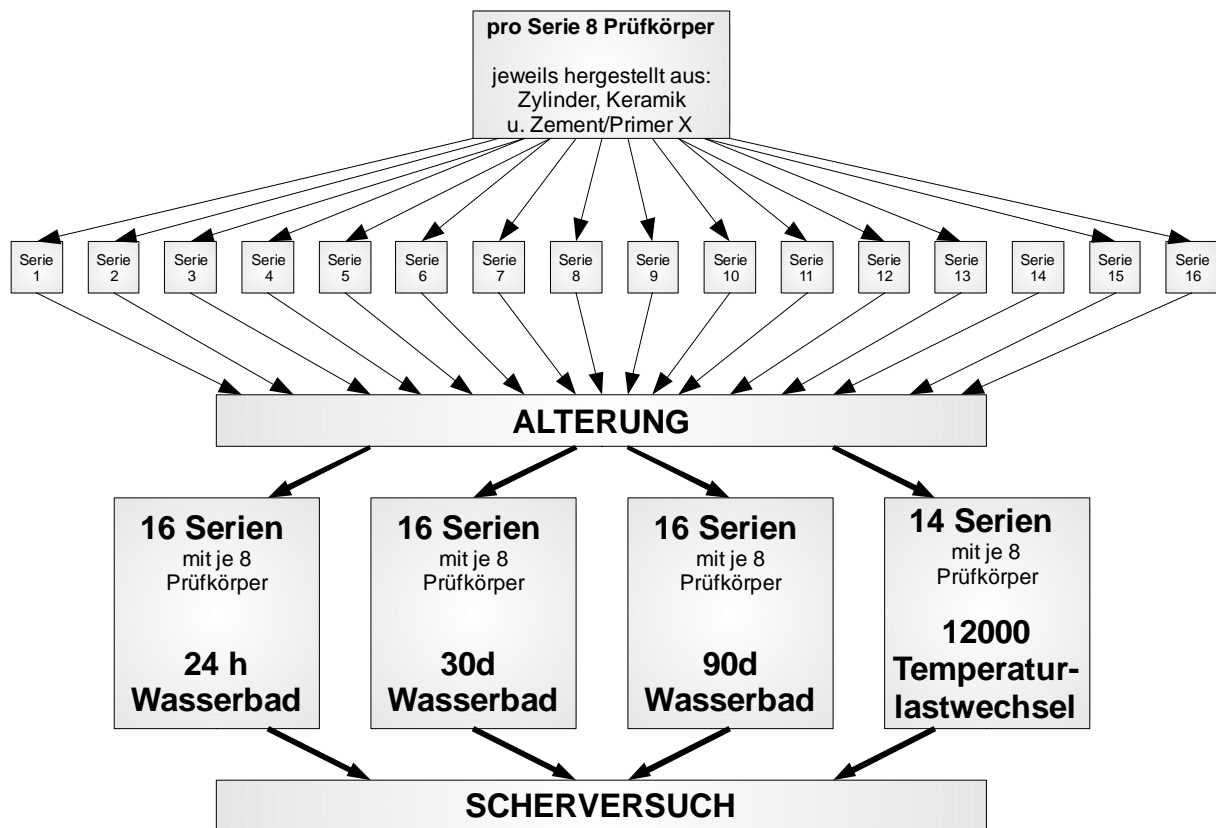


Abbildung 11: Ablauf der Versuchsdurchführung als Baumdiagramm

Tabelle 3: Übersicht der Serien und der verwendeten Haftvermittler, Befestigungskomposite und Mischmodi, sowie der jeweiligen Verbundkomponente (in Tabelle 4 – 19 sind Hersteller und LOT-Nr. zu finden)

Serie	Haftvermittler	Befestigungs-komposit	Mischmodus	Verbund-komponente
1	Calibra® silane coupling agent + XP Bond™	Calibra®	manuell	Silan
2	Rocatec™ Plus + ESPE™ Sil	Calibra®	manuell	Silikatschicht + Silan
3	Zirkonoxid Primer	Zirkonoxidzement	manuell	Phosphat-gruppen
4	Zirkonoxid Primer	Zirkonoxidzement	Mischkanüle	Phosphat-gruppen
5	---	Maxcem™	Mischkanüle	Phosphat-gruppen
6	---	Multilink® Sprint	Mischkanüle	Phosphon-gruppen
7	Rocatec™ Plus + Espe™ Sil	Multilink® Sprint	Mischkanüle	Silikatschicht + Silan
8	---	Panavia™ F2.0	manuell	Phosphatester (MDP)
9	ED Primer II (liquid A + liquid B)	Panavia™ F2.0	manuell	Phosphatester (MDP)
10	Zirkonoxid Primer	Panavia™ F2.0	manuell	Phosphat-gruppen
11	---	Rely X™ Unicem Clicker™	manuell	Phosphat-gruppen
12	---	Rely X™ Unicem Aplicap	maschinell	Phosphat-gruppen
13	Rocatec™ Plus + Espe™ Sil	Rely X™ Unicem Aplicap	maschinell	Silikatschicht + Silan
14	---	Variolink® II	manuell	---
15	Rocatec™ Plus + Espe™ Sil	Variolink® II	manuell	Silikatschicht + Silan
16	SR-Link	Multilink®	manuell	Phosphat-gruppen

4.2.1 Vorbereitung der Prüfkörper

Die Klebeflächen der Keramikplättchen und der Metallzylinder wurden mit Aluminiumoxid (Spezial-Edelkorund Klasse 60B/120 µm; Harnisch + Rieth, Winterbach, D) bei 2,8 bar für ca. 10 Sekunden abgestrahlt. Danach wurden die Prüfkörper mit Alkohol (2-Propanol, 70%, B.Braun Melsungen, Melsungen, D) entfettet und anschließend getrocknet.

4.2.2 Klebevorgang

Zuerst wurden Lochverstärker (Zweckform) mit einem Innendurchmesser von 5 mm auf die Keramikplättchen geklebt, um eine definierte Klebefläche (19,6 mm²) sicherzustellen. In den Serien 2, 8, 13, 16 wurden die Zirkonoxidplättchen mit dem RocatecTM-System tribochemisch beschichtet. Bei diesen Serien wurde der Lochverstärker erst nach dem Silikatisieren und Silanisieren aufgeklebt.

Die Stirnfläche der Zylinder wurde mit Alloy Primer (Kuraray, Osaka, J, LOT 00194A) benetzt. Im Anschluss wurde je nach System ein Haftvermittler auf die Keramik aufgetragen und die Zemente angemischt. Es handelte sich hierbei mit Ausnahme von Multilink® (Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein) um dualhärtende Kompositzemente. Multilink® härtet durch Autopolymerisation. Die Stirnfläche des CoCr-Zylinders wurde dünn mit Zement bestrichen und in die Mitte des Lochverstärkers auf das Plättchen gesetzt. Die Prüfkörper wurden sofort mit einem Gewicht von 1 kg für 5 min beschwert. Dieser Vorgang ist in Abb. 12 dargestellt. Währendessen wurden die Proben von zwei Seiten mit einer Polymerisationslampe (Elipar® TriLight, ESPE, Seefeld, D) im Standard-Programm für je 40s gehärtet. Die Zemente wurden dabei für jede Probe nacheinander einzeln angemischt und gehärtet. Nach dem Klebevorgang wurden die Prüfkörper 5 min bei 37°C inkubiert (Brutschrank, B6, Heraeus Instruments, Hanau, D). Anschließend wurden die Proben in destilliertes Wasser gelegt und in den Brutschrank gegeben.

Die Verklebung der Prüfkörper wurde im Gelblichraum (Universitätsklinikum Regensburg, D) bei Raumtemperatur durchgeführt. Durch das gelbe Licht konnte eine vorzeitige Lichthärtung des Befestigungskomposits vermieden werden.

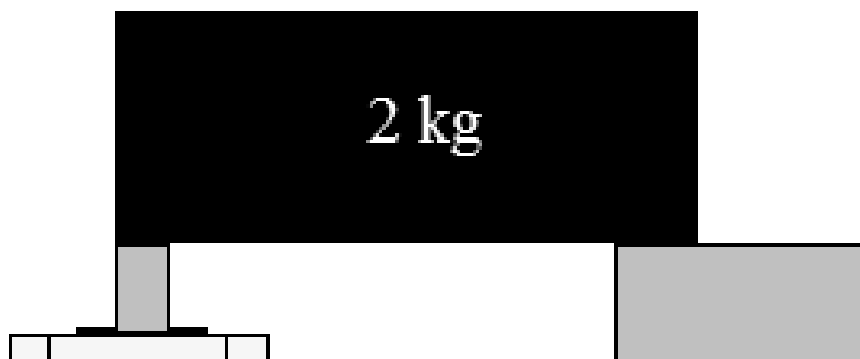


Abbildung 12: Beschwerung der Prüfkörper (auf die Prüfkörper wirkt durch die Stütze ein Gewicht von 1kg)

4.2.3 Die Produkte und deren Verarbeitung

Serie 1: Calibra® + Calibra® Silane + XP Bond™

Tabelle 4: Produkte und LOT-Nummern der Serie 1

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
Haftvermittler:	Calibra® silane coupling agent	0508121	Dentsply, Konstanz, D
	XP Bond™ Universal Total Etch Adhesive	0609001329	Dentsply, Konstanz, D
Zement:	Calibra® esthetic resin cement Base Shade Translucent	061005	Dentsply, Konstanz, D
	Calibra® esthetic resin cement High Viscosity Catlysat	060605	Dentsply, Konstanz, D

Verarbeitung:

Das Silan wurde dünn auf die Klebefläche des Plättchens aufgetragen und 60 Sekunden abgelüftet. Anschließend wurde XP Bond™ dünn aufgepinselt und 40 Sekunden polymerisiert (Elipar® TriLight, Std. Programm). Die Basispaste und der Katalysator des Zements wurden im Verhältnis 1:1 mit einem Spatel manuell angemischt. Produkte und LOT-Nummer sind in Tabelle 4 zu finden

Serie 2: Calibra® + Rocatec™

Tabelle 5: Produkte und LOT-Nummern der Serie 2

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
tribochemische Beschichtung:	Rocatec™ Pre Blasting Material	236512	3M Espe, Seefeld, D
	Rocatec™ Plus Special Surface Coating Blasting Material	213461	3M Espe, Seefeld, D
Silanisierung:	ESPE™ Sil Silane Coupling Agent	180448	3M Espe, Seefeld, D
Zement:	Calibra® esthetic resin cement Base Shade Translucent	051102 (24h) 061005 (30T, 90T, TC)	Dentsply, Konstanz, D
	Calibra® esthetic resin cement High Viscosity Catlysat	0509091 (24h) 060605 (30T, 90T, TC)	Dentsply, Konstanz, D

Verarbeitung:

Nach Reinigung der Zirkonoxidplättchen wurden diese mit dem Rocatec™-System tribochemisch beschichtet. Dabei wurden die Klebeflächen in einem speziellen Strahlgerät

(Rocatec® delta, ESPE, Seefeld, D) zunächst 10 Sekunden mit Rocatec™ Pre und danach 13 Sekunden mit Rocatec™ Plus abgestrahlt. Die Strahlrichtung war mit einem Abstand von 10 mm senkrecht zum Keramikplättchen. Überschüssige Strahlpartikel wurden mit dem Luftbläser des Strahlgeräts entfernt. Danach wurde das Silan aufgespritzt und für 5 min abgelüftet. Anschließend wurde der Lochverstärker aufgeklebt.

Die Basispaste und der Katalysator des Zements wurden im Verhältnis 1:1 manuell mit einem Zementspatel angemischt. Die verwendeten Materialien und deren LOT-Nummern sind in Tabelle 5 zu sehen.

Serie 3: Zirkonoxidzement (manuelle Mischung) + Zirkonoxidprimer

Tabelle 6: Produkte und LOT-Nummern der Serie 3

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
Haftvermittler:	Zirkonoxid Primer (Muster zur klinischen Prüfung)	2004002898 (24h) 2007002907 (30T, 90T)	GDF, Rosbach, D
Zement:	Zirkonoxidzement farblos (Muster)	Zirkon1a/b (24h) Zirkon2a/b (30T, 90T)	GDF, Rosbach, D

Verarbeitung:

Der Zirkonoxid Primer wurde zwei Mal aufgetragen und abgelüftet. Der Lochverstärker wurde bei dieser Serie erst danach aufgeklebt. Der Zement wurde im Verhältnis 1:1 manuell mit einem Zementspatel angemischt. Materialien und LOT-Nummern sind Tabelle 6 zu entnehmen.

Serie 4: Zirkonoxidzement (Mischkanüle) + Zirkonoxidprimer

Tabelle 7: Produkte und LOT-Nummern der Serie 4

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
Haftvermittler:	Zirkonoxid Primer (Muster zur klinischen Prüfung)	2004002898 (24h) 2007002907 (30T, 90T)	GDF, Rosbach, D
Zement:	Zirkonoxidzement farblos (Muster)	Zirkon1a/b (24h) Zirkon2a/b (30T, 90T)	GDF, Rosbach, D

Verarbeitung:

Der Zirkonoxid Primer wurde zwei Mal aufgetragen und abgelüftet. Der Lochverstärker wurde bei dieser Serie erst danach aufgeklebt. Der Zement wurde mit einer Mischkanüle angemischt. Die verwendeten Materialien sind in Tabelle 7 zu finden.

Serie 5: Maxcem™ (pur)

Tabelle 8: Produkte und LOT-Nummern der Serie 5

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
Zement:	Maxcem™ clear	420326	Kerr, Orange, CA, USA

Verarbeitung:

Es wurde kein Haftvermittler verwendet. Der Zement wurde mit einer Automix-Doppelspritze im Verhältnis 4:1 angemischt. [„Technisches Datenblatt“ Maxcem™] Die LOT-Nr. ist in Tabelle 8 zu finden.

Serie 6: Multilink® X Press (pur)

Tabelle 9: Produkte und LOT-Nummern der Serie 6

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
Zement:	Multilink® XPress Transparent	RZG031 (24h, 30d, 90d)	Ivoclar-Vivadent, Schaan, FL
	Multilink® Sprint Self adhesive universal resin cement	J26111 (TC)	Ivoclar-Vivadent, Schaan, FL

Verarbeitung:

Es wurde kein Haftvermittler verwendet. Der Zement wurde mit einer Mischkanüle angemischt. Materialien und deren LOT-Nummern sind in Tabelle 9 zu finden. Bei den ersten drei Versuchsreihen (24h, 30d, 90d) wurde Multilink® XPress verwendet. Es handelt sich hierbei um eine Vorserie von Multilink® Sprint, welches in der letzten Versuchsreihe (TC) verwendet wurde.

Serie 7: Multilink® X Press + Rocatec™

Tabelle 10: Produkte und LOT-Nummern der Serie 7

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
tribochemische Beschichtung:	Rocatec™ Pre Blasting Material	236512	3M Espe, Seefeld, D
	Rocatec™ Plus Special Surface Coating Blasting Material	213461	3M Espe, Seefeld, D
Silanisierung:	ESPE™ Sil Silane Coupling Agent	180448	3M Espe, Seefeld, D
Zement:	Multilink® X Press Transparent	RZG031 (24h, 30T, 90T)	Ivoclar-Vivadent, Schaan, FL
	Multilink® Sprint Self adhesive universal resin cement	J26111 (TC)	Ivoclar-Vivadent, Schaan, FL

Verarbeitung:

Die tribochemische Beschichtung und die Silanisierung erfolgten wie in Serie 2. Der Zement wurde mit einer Mischkanüle angemischt. Die Materialien und deren LOT-Nummern sind in Tabelle 10 zu sehen.

Serie 8: Panavia™ F 2.0 (pur)

Tabelle 11: Produkte und LOT-Nummern der Serie 8

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
Zement:	Panavia™ F 2.0 Paste A	00155B	Kuraray, Osaka, J
	Panavia™ F 2.0 Paste B	00082A	Kuraray, Osaka, J

Verarbeitung:

Es wurde kein Haftvermittler verwendet. Der Zement (Paste A, Paste B) wurde im Verhältnis 1:1 manuell mit einem Spatel angemischt. Produkte und LOT-Nummern sind Tabelle 11 zu entnehmen.

Serie 9: Panavia™ F 2.0 + Ed Primer II*Tabelle 12: Produkte und LOT-Nummern der Serie 9*

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
Haftvermittler:	ED Primer II liquid A Panavia™ F2.0	00213B	Kuraray, Osaka, J
	ED Primer II liquid B Panavia™ F2.0	00093A	Kuraray, Osaka, J
Zement:	Panavia™ F 2.0 Paste A	00155B	Kuraray, Osaka, J
	Panavia™ F 2.0 Paste B	00082A	Kuraray, Osaka, J

Verarbeitung:

Liquid A und Liquid B des Primers wurden im Verhältnis 1:1 gemischt, dünn aufgetragen und abgelüftet. Der Zement (Paste A, Paste B) wurde im Verhältnis 1:1 manuell angemischt. Die Materialien und deren LOT-Nummern sind in Tabelle 12 zu finden.

Serie 10: Panavia™ F 2.0 + Zirkonoxid Primer*Tabelle 13: Produkte und LOT-Nummern der Serie 10*

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
Haftvermittler:	Zirkonoxid Primer (Muster zur klinischen Prüfung)	2004002898	GDF, Rosbach, D
Zement:	Panavia™ F 2.0 Paste A	00155B	Kuraray, Osaka, J
	Panavia™ F 2.0 Paste B	00082A	Kuraray, Osaka, J

Verarbeitung:

Der Zirkonoxid Primer wurde zwei Mal aufgetragen und abgelüftet. Der Lochverstärker wurde bei dieser Serie erst danach aufgeklebt. Der Zement (Paste A, Paste B) wurde im Verhältnis 1:1 manuell angemischt. Die Produkte, sowie LOT-Nummern sind in Tabelle 13 zu sehen.

Serie 11: Rely X™ Unicem Clicker™ (pur)*Tabelle 14: Produkte und LOT-Nummern der Serie 11*

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
Zement:	Rely X™ Unicem Clicker™ Self adhesive universal resin cement Base Paste/ Catalysat Paste	274070 (24h, 30T, 90T) 282897 (TC)	3M Espe, Seefeld, D

Verarbeitung:

Es wurde kein Haftvermittler verwendet. Der Zement wurde manuell mit einem Zementspatel angemischt. Die Materialien und LOT-Nummern sind in Tabelle 14 dargestellt.

Serie 12: Rely X™ Unicem Aplicap (pur)

Tabelle 15: Produkte und LOT-Nummern der Serie 12

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
Zement:	Rely X™ Unicem Aplicap Translucent	271147 (24h, 30T) 285373 (90T TC)	3M Espe, Seefeld, D

Verarbeitung:

Es wurde kein Haftvermittler verwendet. Die Zementkapsel wurde nach vorangegangener Aktivierung mit dem Silamat S5 (Vivadent, Schaan, FL) 15s angemischt. Produktnamen, sowie LOT-Nummern sind in Tabelle 15 zu finden.

Serie 13: Rely X™ Unicem Aplicap + Rocatec™

Tabelle 16: Produkte und LOT-Nummern der Serie 13

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
tribochemische Beschichtung:	Rocatec™ Pre Blasting Material	236512	3M Espe, Seefeld, D
	Rocatec™ Plus Special Surface Coating Blasting Material	213461	3M Espe, Seefeld, D
Silanisierung:	ESPE™ Sil Silane Coupling Agent	180448	3M Espe, Seefeld, D
Zement:	Rely X™ Unicem Aplicap Translucent	271147 (24h, 30T, TC) 285373 (90T)	3M Espe, Seefeld, D

Verarbeitung:

Die tribochemische Beschichtung und die Silanisierung erfolgten wie in Serie 2. Die Zementkapsel wurde nach vorangegangener Aktivierung mit dem Silamat S5 (Vivadent, Schaan, FL) 15s angemischt. Die verwendeten Materialien und LOT-Nummern sind in Tabelle 16 angegeben.

Serie 14: Variolink® II (pur)*Tabelle 17: Produkte und LOT-Nummern der Serie 14*

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
Zement:	Variolink® II Base transparent	G27318 (24h, 90T) J01878 (30T, TR)	Ivoclar-Vivadent, Schaan, FL
	Variolink® II Catalysat transparent, dünnflüssig	G27068 (24h, 30T) G25509 (90T, TR)	Ivoclar-Vivadent, Schaan, FL

Verarbeitung:

Es wurde kein Haftvermittler verwendet. Der Zement wurde manuell im Verhältnis 1:1 angemischt. Die LOT-Nummern und Produktnamen sind in Tabelle 17 zu finden.

Serie 15: Variolink® II + Rocatec™*Tabelle 18: Produkte und LOT-Nummern der Serie 15*

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
tribochemische Beschichtung:	Rocatec™ Pre Blasting Material	236512	3M Espe, Seefeld, D
	Rocatec™ Plus Special Surface Coating Blasting Material	213461	3M Espe, Seefeld, D
Silanisierung:	ESPE™ Sil Silane Coupling Agent	180448	3M Espe, Seefeld, D
Zement:	Variolink® II Base transparent	G27318 (24h, 30T) J01878 (90T, TR)	Ivoclar-Vivadent, Schaan, FL
	Variolink® II Catalysat transparent, dünnflüssig	G27068 (24h, 30T) G25509 (90T, TR)	Ivoclar-Vivadent, Schaan, FL

Verarbeitung:

Die tribochemische Beschichtung und die Silanisierung erfolgten wie in Serie 2. Der Zement wurde manuell mit einem Spatel im Verhältnis 1:1 angemischt. Die Materialien, sowie LOT-Nummern sind in Tabelle 18 zu sehen.

Serie 16: Multilink® + SR-Link*Tabelle 19: Produkte und LOT-Nummern der Serie 16*

	Produkt	LOT	Hersteller, Ort
Haftvermittler:	SR-Link	H32733	Ivoclar-Vivadent, Schaan, FL
Zement:	Multilink®	G15780	Ivoclar-Vivadent, Schaan, FL

Verarbeitung:

SR-Link wurde dünn aufgepinselt und abgelüftet. Der Zement wurde mit einer Mischkanüle angemischt. Die Produkte und LOT-Nummern sind in Tabelle 19 angegeben.

4.2.4 Alterung der Proben

Die Prüfkörper der ersten Versuchsreihe wurden 24 h, die zweite Versuchsreihe 30 d und die dritte Versuchsreihe 90 d in destilliertem Wasser im Brutschrank (B6, Heraeus Instruments, Hanau, D) bei 37°C gelagert. Die Proben der vierten Versuchsreihe wurden einer Temperaturwechselbelastung unterzogen. Es erfolgten 12000 Temperaturlastwechsel zwischen 5°C und 55°C mit einer Zyklusdauer von 2 Minuten. Dies dauerte für die 12000 Zyklen 17d. Die Wechselbeanspruchung verursachte aufgrund der unterschiedlichen WAK-Werte der Werkstoffe Spannungsspitzen an der Grenzfläche der Verbundpartner. [Ludwig et al. 2005]

4.2.5 Bestimmung der Scherfestigkeit

Nach Alterung der Proben wurde überschüssiger Zement vorsichtig mit einem Skalpell entfernt. Ebenso wurden die Lochverstärker abgelöst. Die Prüfkörper wurden in einer speziellen Einspannvorrichtung fixiert, so dass der Abscherstempel den Zylinder berührte. Anschließend wurde die Haltevorrichtung zentral unter dem Prüfstempel der Universalprüfmaschine Zwick 1446 (Zwick, Ulm, D) positioniert. Eine Skizze der Einspannvorrichtung ist in Abb. 13 zu sehen. Der Stempel bewegte sich mit einer konstanten Vorschubgeschwindigkeit von 1mm/min nach unten. Aufgrund der Einspannvorrichtung erfolgte die Abscherung parallel zur Klebefläche. Die Bruchkraft F_{Bruch} sowie die Maximalkraft F_{max} wurden für jede Abscherung von einem PC aufgezeichnet.

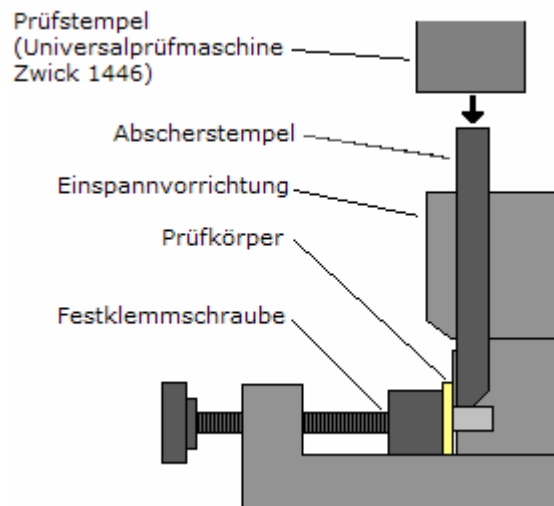


Abbildung 13: Skizze der Scherversuch-Einspannvorrichtung

Die Scherfestigkeit konnte mit folgender Formel berechnet werden:

$$\tau = F_{\text{Bruch}} / A$$

τ : Scherfestigkeit [$\text{N/mm}^2 = \text{MPa}$]

F_{Bruch} : Bruchkraft [N]

A : Klebfläche [mm^2]

4.2.6 Bruchflächenanalyse

Die Analyse der Bruchfläche erfolgte mit Hilfe einer Lupenbrille (Zeiss, 2-fache Vergrößerung). Der Bruch wurde als kohäsiv bezeichnet, wenn mehr als 75% des Zements an der Keramik hafteten. Adhäsiv wurde benannt, wenn mehr als 75% des Zements am Zylinder verblieb. Alle anderen Fälle wurden als Mixbruch eingestuft. Eine schematische Darstellung von Kleberesten ist in Abb. 14 zu sehen.

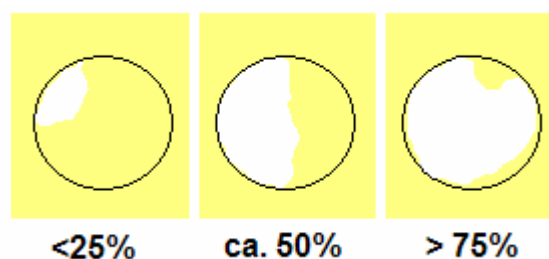


Abbildung 14: Beispiel einer Bruchflächenanalyse;
schematische Darstellung von Kleberesten auf Keramikplättchen
(links: adhäsiver Bruch, mittig: Mixbruch, rechts kohäsiver Bruch)

4.3 Statistische Auswertung der Ergebnisse

Die statistische Auswertung erfolgte mit dem Programm SPSS 15.0 für Windows. Die Normalverteilung wurde mit dem Kolmogorov-Smirnov –Test durchgeführt. Mittels ANOVA wurden multiple Mittelwertvergleiche vorgenommen. Dabei wurde der Tukey-Test angewendet. Des Weiteren wurden Fehlerbalken mit diesem Programm graphisch dargestellt.

4.4 Geräte und Materialien

4.4.1 Geräte

Tabelle 20: verwendeten Geräte

Multivac® 4 Vakuumanmischgerät	Degussa, Frankfurt, D
Vibrator R2 Rüttler	Degussa, Frankfurt, D
Dentatherm F12 Vorwärmofen	Krupp Dental
Globucast® Hochfrequenzschleuder	Krupp Medizintechnik, Essen, D
P-G400 Punktstrahlgerät	Harnisch + Rieth, Winterbach, D
Reco GMT 5330 Schleifgerät	Ritter, Karlsruhe, D
LEICA SP 1600 Diamant-Innenlochsäge SP 1600	Leica Instruments, Hussloch, D
Cercon® heat Keramikofen	Degussa Dental, Hanau, D
Rocatector® delta	ESPE, Seefeld, D
Silamat S5	Vivadent, Schaan, FL
Elipar® Tri Light Polymerisationslampe	ESPE, Seefeld, D
B6 Brutschrank	Heraeus Instruments, Hanau, D
Zwick 1446 Universalprüfmaschine	Zwick, Ulm , D
Modellsäge	
Technikerhandstück	

4.4.2 Materialien

Tabelle 21: verwendeten Materialien

Yeti Dental IQ Sticks Wachstangen rot, hart, Ø 5mm	Yeti Dentalprodukte, Engen, D
Heravest® M 2000 (grafitfreie, phosphatgebundene Präzisionseinbettmasse zur Schnellaufheizung) LOT 2653252	Heraeus Kulzer, Hanau, D
Wisil D Typ IV (Dentallegierung für herausnehmbare Restaurationen auf Kobalt-Basis ISO 6871-1) Gusszylinder Farbe weiß Ref. 7610517029 LOT 0600008004	Elephant Dental B.V, Hoorn, NL
Spezial-Edelkorund 60B/250 ym	Harnisch + Rieth, Winterbach, D
Cercon® Base 30 REF 66030005 LOT 20022243	Degudent, Hanau, D
Cercon® Base 38 REF 66040005 LOT 20020628	Degudent, Hanau, D
Cercon® Base 30 colored REF 66030015 LOT 20022560	Degudent, Hanau, D
Cercon® Base 30 REF 66030005 LOT 20023357	Degudent, Hanau, D
Impregum™ Penta™ Polyether Impression Material	3M ESPE, Seefeld, D
Paladur Kunststoff für Prothesen Reparaturen (Pulver und Flüssigkeit)	Heraeus Kulzer, Hanau, D
Spezial-Edelkorund Klasse 60B / 120 ym	Harnish & Rieth, Winterbach, D
2 Propanol, 70% Art.Nr. 3889017, Ch-B.5294M15 PZN8505455	B. Braun Melsungen, Melsungen, D
Verstärkungsringe Ø 13 mm	Zweckform, D
Heatless-Steinchen	
Hartmetallfräsen	
Mischkanülen	
Brush/Pinsel	
Trennscheibe	
Sandpapier (Körnung 120)	
Anmischblock	

4.4.3 Inhaltsstoffe der verwendeten Produkte

Tabelle 22: Inhaltsstoffe der verwendeten Produkte

[Gebrauchsanweisung Multilink®] [Gebrauchsanweisung Multilink® Sprint] [Gebrauchsanweisung Variolink® II] [Gebrauchsanweisung Calibra®] [Gebrauchsanweisung XP Bond™] [Gebrauchsanweisung RelyX™ Unicem Clicker™] [Gebrauchsanweisung PANA VIA™ F 2.0] [<http://www.kuraray-dental.de>] [<http://solutions.3m.com>] [<http://www.kuraray-dental.de>] [Technisches Datenblatt Variolink II] [Technical Data Sheet RelyX™ Unicem] [Experimenteller selbsthaftender Zement Multilink XPress: Beschreibung] [Maxcem „technisches Datenblatt“] [SR Link: EG-Sicherheitsdatenblatt (15.7.2004)]

Produkt	Hersteller	Beschreibung	Inhaltsstoffe
Calibra® Base	DENTSPLY De Trey, Konstanz, D	sichtbar lichthärtendes, dualhärtendes oder selbsthärtendes Harzkomposit	Dimethacrylat Harze, Kampferquinone (CQ) Photoinitiator, Stabilisatoren, Glasfüller, Fumed Silika Titanium Dioxide, Pigmente
Calibra® Catalysat			Dimethacrylat Harze, Katalysator, Stabilisator, Glasfüller, Fumed Silika
Calibra® Silane	DENTSPLY De Trey, Konstanz, D		Aceton, Ethylalkohol, Organo Silane
XP Bond™	DENTSPLY De Trey, Konstanz, D	universeller, selbstprimender Haftvermittler	Carbonsäure-modifiziertes Dimethacrylat (TCB-Harze), Phosphorsäure-modifiziertes Arylatharz (PENTA), Urethan-Dimethacrylat (UDMA), Triethylenglycol-Dimethacrylat (TEGDMA), 2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), Butyliertes Benzendiol (Stabilisator), Ethyl-4-Dimethylaminobenzoat, Kampferchinon, funktionalisierte amorphes Siliciumoxid, t-Buatanol
RelyX™ Unicem Clicker™	3M ESPE, Seefeld, D	dualhärtender, selbstadhäsiver Composit-Befestigungszement für die Handanmischung	bifunktionelle (Meth-)Acrylate, anorganische Füllkörper: 70 Gew.% (Korngröße (D 90%) 12,5 µm)

RelyX™ Unicem Aplicap	3M ESPE, Seefeld, D	dualhärtender selbstadhäsiver universaler Composite Befestigungszement in der Kapsel	mehrfachfunktionelle phosphorsaure (Meth-)acrylate, basische anorganische Füllkörper 72 Gew.% (Korngröße < 9,5 µm) Filmstärke: 16±2 µm	
PANAVIA™ F 2.0	KURARAY MEDICAL INC, Okayama, Japan	dualhärtendes (chemisch und mit Licht) Zementsystem auf Kunststoffbasis	MDP (s. 9.1)	
PANAVIA™ ED PRIMER II (Liquid A / Liquid B)	KURARAY MEDICAL INC, Okayama, Japan		HEMA, 5-NMSA, MDP	
Variolink® II Base	Ivoclar Vivadent, Schaan, FL	dualhärtendes (licht- und selbsthärtendes) Befestigungscomposite-System mittlere Partikelgröße: 0,7 µm Filmdicke: 22 µm Wasseraufnahme (7 Tage): 25,0 µg/mm ³	Monomer: 26,3 Gew.% Füller: 73,4 Gew.%	Bis-GMA (s. 9.1) 13,1 Gew.%, Urethandimethacrylat 6,6 Gew.%, Triethylenglycoldimethacrylat 6,6 Gew.%, silanisierte Bariumglasfüller 38,4 Gew.%, Ytterbiumtrifluorid 25,0 Gew.%, Ba-Al-Fluorsilikatgals 5,0 Gew.%, silanisiertes Mischoxid 5,0 Gew.%, Katalysatoren, Stabilisatoren 0,3 Gew.%, Pigmente < 0,3 Gew.%
Variolink® II Katalysator dünnflüssig			Monomer: 27,9 Gew.% Füller: 71,2 Gew.%	Bis-GMA 13,9 Gew.%, Urethandimethacrylat 7,0 Gew.%, Triethylenglycoldimethacrylat 7,0 Gew.%, silanisierter Bariumglasfüller 36,2 Gew.%, Ytterbiumtrifluorid 25,0 Gew.%, Ba-Al-Fluorsilikatgals 5,0 Gew.%, silanisiertes Mischoxid 5,0 Gew.%, Katalysatoren, Stabilisatoren 0,9 Gew.%, Pigmente < 0,1 Gew.%
Multilink® Sprint	Ivoclar Vivadent, Schaan, FL	universelles, dualhärtendes, selbstadhäsives Befestigungscomposite	Dimethacrylate, saure Monomere, Bariumglas, Ytterbiumfluorid, Siliziumdioxid mittlere Partikelgröße: 5 µm, anorganischer Füller: 48 Vol.%	

Multilink® XPress	Ivoclar Vivadent, Schaan, FI	universelles, dualhärtendes, selbstadhäsives Befestigungskomposit	Dimethacrylate, saure Monomere, Bariumglas, Ytterbiumfluorid, Siliziumdioxid
Multilink®	Ivoclar Vivadent, Schaan, FI	selbsthärtendes und selbstätzendes Befestigungssystem	ethoxyliertes Bis-EMA, UDMA, Bis-GMA, HEMA, Bariumglas, Ytterbiumtrifluorid, shäroides Mischoxid
ALLOY PRIMER	KURARAY MEDICAL INC, Okayama, Japan	zur Konditionierung von Metall	VBATDT, MDP
ESPE™ Sil	3M ESPE, Seefeld, D	erzeugt die Silanschicht auf der silikatisierten Oberfläche	
Maxcem™	Kerr, Orange, CA, USA	self-etch / self-adhesive Kompositzement	Glycerindimethacrylat-Dihydrogenphosphat, mono-, di-, trifunktionelle Methacrylatmonomere, selbsthärtender Redoxinitiator, Fotoinitiator, Stabilisator (Filmstärke: 12 µm)
SR-Link	Ivoclar Vivadent, Schaan, FI	Haftvermittler	Mischung aus Dimethacrylaten, Alkohol, Keton, Phosphatester und Initiator
Zirkonoxidzement	GDF, Rosbach, D		
Zirkonoxidprimer	GDF, Rosbach, D		

5. Ergebnisse

5.1 Ergebnisse des Scherversuchs

5.1.1 Kolmogorov-Smirnov-Test: Untersuchung der Verteilungsform

Die Ergebnisse des Scherversuchs wurden mit dem Kolmogorov-Smirnov-Test auf Normalverteilung geprüft. Das Signifikanzniveau betrug $p = 0,05$. In keiner Serie gab es eine signifikante Abweichung von der Normalverteilung. Somit waren die Scherfestigkeiten bei allen Serien hinreichend normalverteilt. [Bühl et Zöfel 2000]

5.1.2 Mittelwertvergleiche

Die Mittelwerte der Scherfestigkeiten wurden mit der einfaktoriellen ANOVA (Tukey-Test) verglichen. Das Signifikanzniveau wurde auf $\alpha = 0,05$ festgelegt.

5.1.2.1 Vergleich von Mittelwerten innerhalb einer Serie

Serie 1: Calibra™ + Calibra™ silane + XP Bond™

Tabelle 23 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeit, die Standardabweichungen, sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests bei unterschiedlicher Alterung. Abb. 15 stellt die Mittelwerte mit 95% Konfidenzintervall dar. Anhand der Signifikanzwerte ist zu sehen, dass die unterschiedliche Alterung keinen signifikanten Einfluss auf die Scherfestigkeit hatte.

Tabelle 23: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 1

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
				30 d	90 d	TC
24 h Wasserbad	20,3	11,6	24 h	n.s.	n.s.	n.s.
30 d Wasserbad	21,8	9,5	30 d	---	n.s.	n.s.
90 d Wasserbad	19,1	9,6	90 d		---	n.s.
Thermocycling	20,1	11,6				n.s.

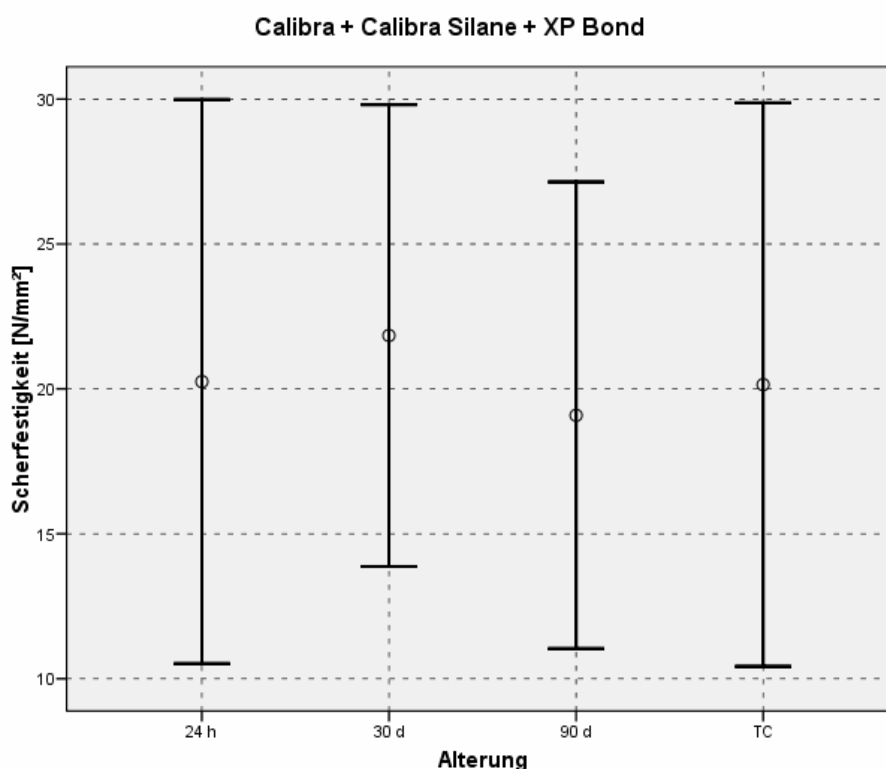


Abbildung 15: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 1

Serie 2: Calibra™ + Rocatec™

Tabelle 24 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests. Abb. 16 stellt die Mittelwerte und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall dar. Während sich die Ergebnisse nach 24 h bzw. nach 90 d Wasserbad kaum unterschieden, war der 30 d-Wert signifikant höher. Die Scherfestigkeiten nach Thermocycling lagen annähernd zwischen den 24 h und 30 d-Werten.

Tabelle 24: : Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 2

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
24 h Wasserbad	22,0	16,3		30 d	90 d	TC
30 d Wasserbad	41,2	17,1	24 h	0,046	n.s.	n.s.
90 d Wasserbad	20,6	10,1	30 d	---	0,029	n.s.
Thermocycling	32,4	10,5	90 d		---	n.s.

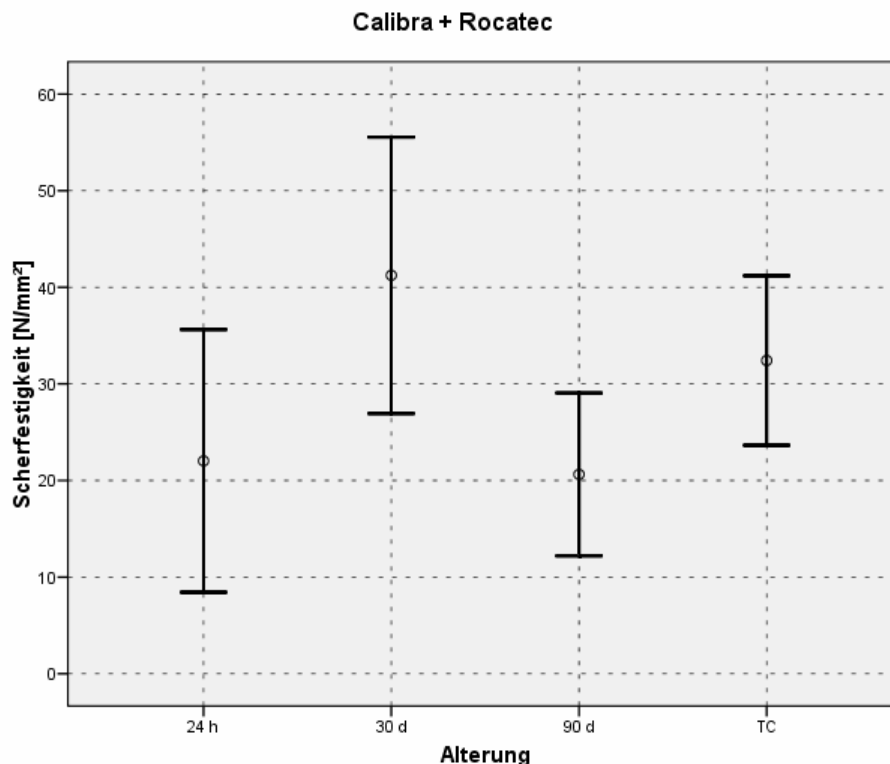


Abbildung 16: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 2

Serie 3: Zirkonoxidzement (manuell gemischt) + Zirkonoxidprimer

Tabelle 25 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten nach unterschiedlicher Alterung, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests. In Abb. 17 sind die Mittelwerte und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall dargestellt. Es zeigte sich eine signifikante Abnahme der Scherfestigkeit von 24 h nach 90 d Wasserbad. (Es wurde kein Thermocycling durchgeführt)

Tabelle 25: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 3

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
24 h Wasserbad	34,1	12,8		30 d	90 d	
30 d Wasserbad	29,9	11,2	24 h	n.s.	0,031	
90 d Wasserbad	19,0	8,7	30 d	---	n.s.	
			90 d		---	

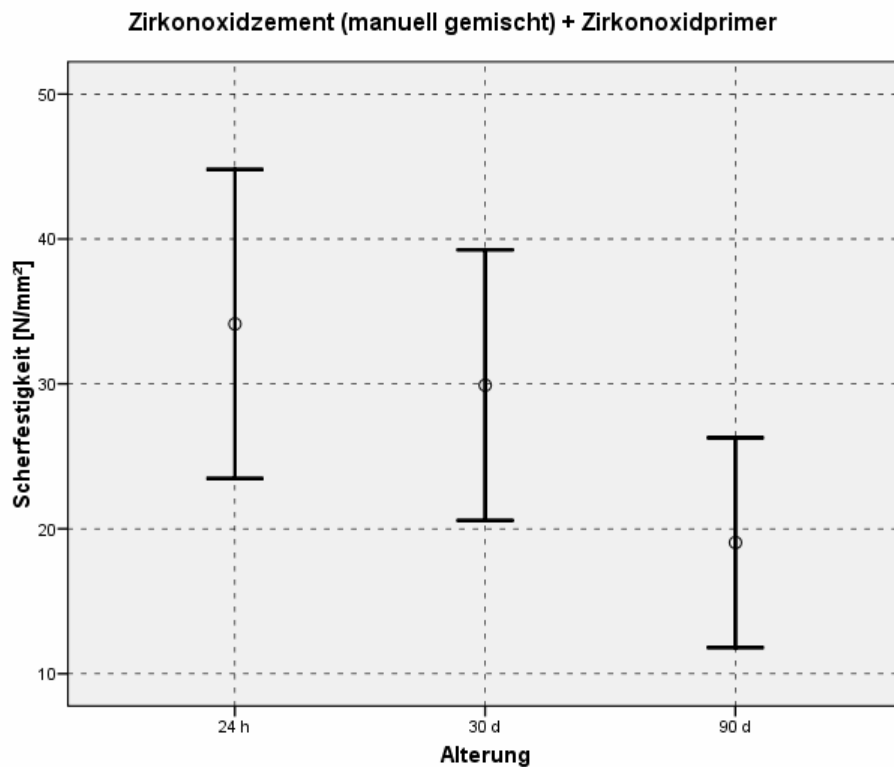


Abbildung 17: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 3

Serie 4: Zirkonoxidzement (mit Kanüle gemischt) + Zirkonoxidzement

Tabelle 26 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten nach unterschiedlicher Alterung, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests. In Abb. 18 sind die Mittelwerte und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall dargestellt. Es ist ebenso wie in Serie 3 ein deutlicher Abfall der Scherfestigkeitswerte nach 90 d Wasserbad zu beobachten. Allerdings wurde das Signifikanzniveau verfehlt.

Tabelle 26: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 4

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
24 h Wasserbad	33,2	15,6		30 d	90 d	
30 d Wasserbad	27,4	11,6	24 h	n.s.	n.s.	
90 d Wasserbad	16,7	12,1	30 d	---	n.s.	
			90 d		---	

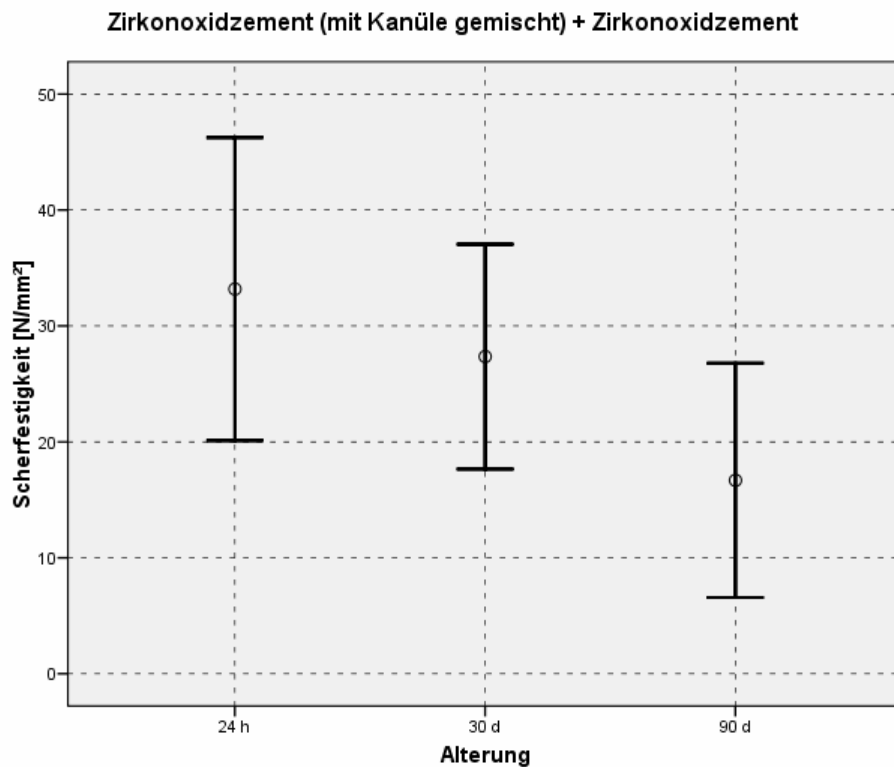


Abbildung 18: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 4

Serie 5: Maxcem™

Tabelle 27 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten nach unterschiedlicher Alterung, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests. In Abb. 19 sind die Mittelwerte und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall zu sehen. Sowohl Thermocycling als auch Lagerung im Wasserbad für 30 d und 90 d hatten im Vergleich zum 24-h-Wert einen hoch signifikanten Abfall der Scherfestigkeit zur Folge. Besonders auffällig war, dass sich der Verbund aller 8 Proben nach Thermocycling löste, so dass eine Durchführung des Scherversuchs nicht mehr möglich war.

Tabelle 27: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 5

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
				30 d	90 d	TC
24 h Wasserbad	16,9	10,4				
30 d Wasserbad	3,0	3,2	24 h	0,000	0,000	0,000
90 d Wasserbad	2,9	2,0	30 d	---	n.s.	n.s.
Thermocycling	0	0	90 d		---	n.s.

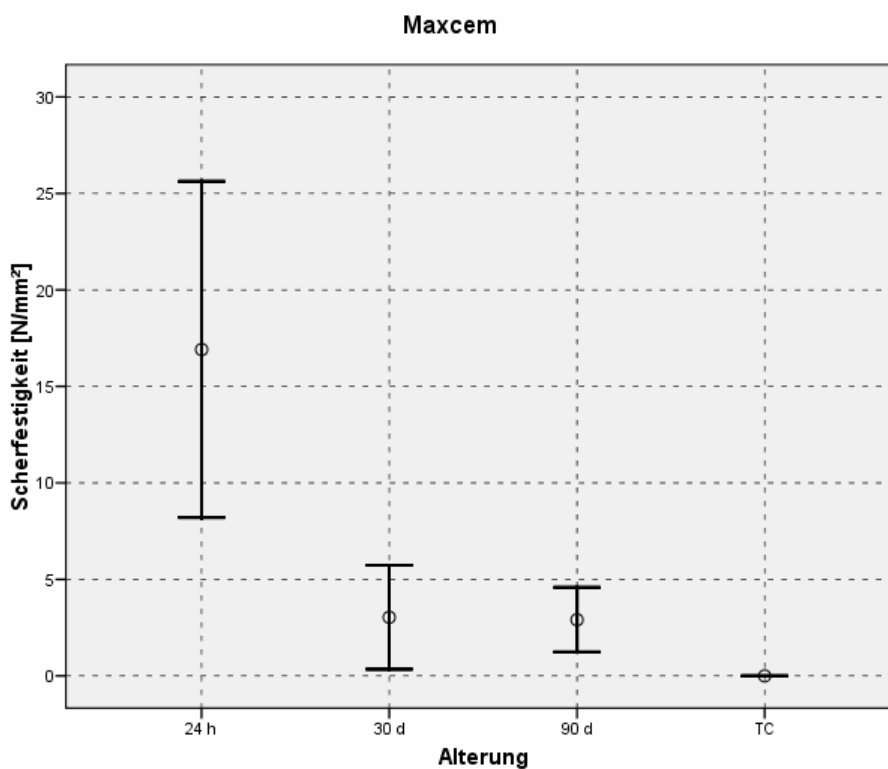


Abbildung 19: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 5

Serie 6: Multilink® Xpress (pur)

Tabelle 28 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten nach unterschiedlicher Alterung, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests. Abb. 20 stellt die Mittelwerte und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall dar. Es gab keine signifikanten Unterschiede nach verschiedener Alterung, allerdings waren die Ergebnisse des Scherversuchs nach 30 Tagen Wasserbad am schlechtesten. Am besten waren die Werte nach Thermocycling

Tabelle 28: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 6

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
24 h Wasserbad	37,3	17,3		30 d	90 d	TC
30 d Wasserbad	24,4	15,6	24 h	n.s.	n.s.	n.s.
90 d Wasserbad	35,7	13,9	30 d	---	n.s.	n.s.
Thermocycling	41,8	16,2	90 d		---	n.s.

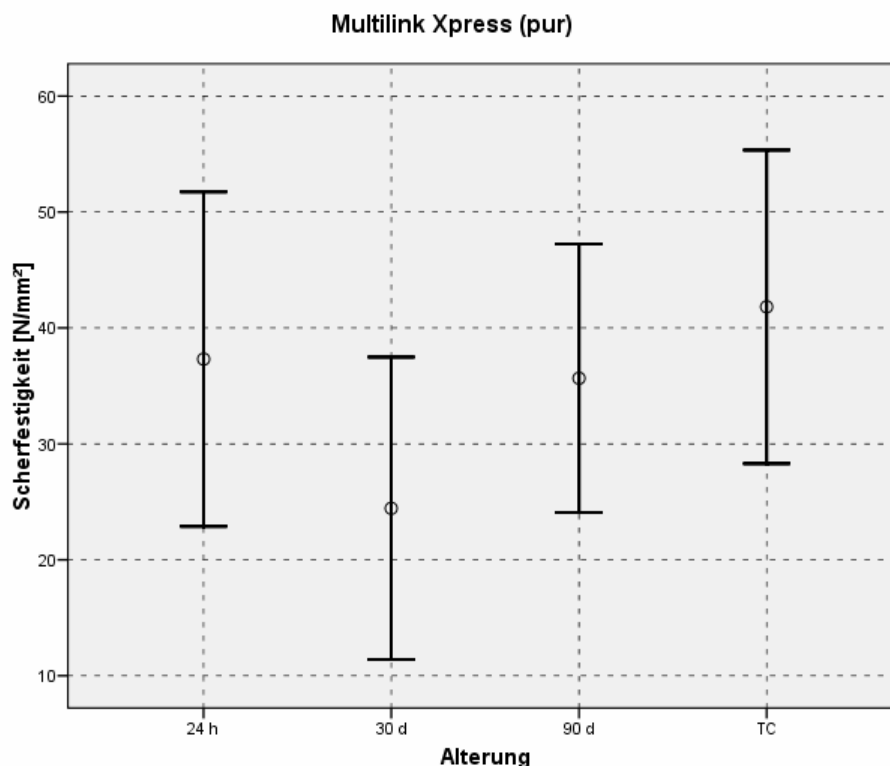


Abbildung 20: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 6

Serie 7: Multilink® XPress + Rocatec™

Tabelle 29 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten nach unterschiedlicher Alterung, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests. In Abb. 21 sind die Mittelwerte und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall abgebildet. Die unterschiedliche Alterung hatte keinen signifikanten Einfluss auf die Scherfestigkeit. Am besten waren die Werte nach 30 d Wasserbad. Die Resultate nach 24 h und 90 d waren ähnlich. Die Ergebnisse nach Thermocycling lagen zwischen den 24-h- und 30-d-Werten.

Tabelle 29: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 7

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
				30 d	90 d	TC
24 h Wasserbad	35,8	11,6	24 h	n.s.	n.s.	n.s.
30 d Wasserbad	40,5	14,2	30 d	---	n.s.	n.s.
90 d Wasserbad	35,5	11,6	90 d		---	n.s.
Thermocycling	37,0	16,9				

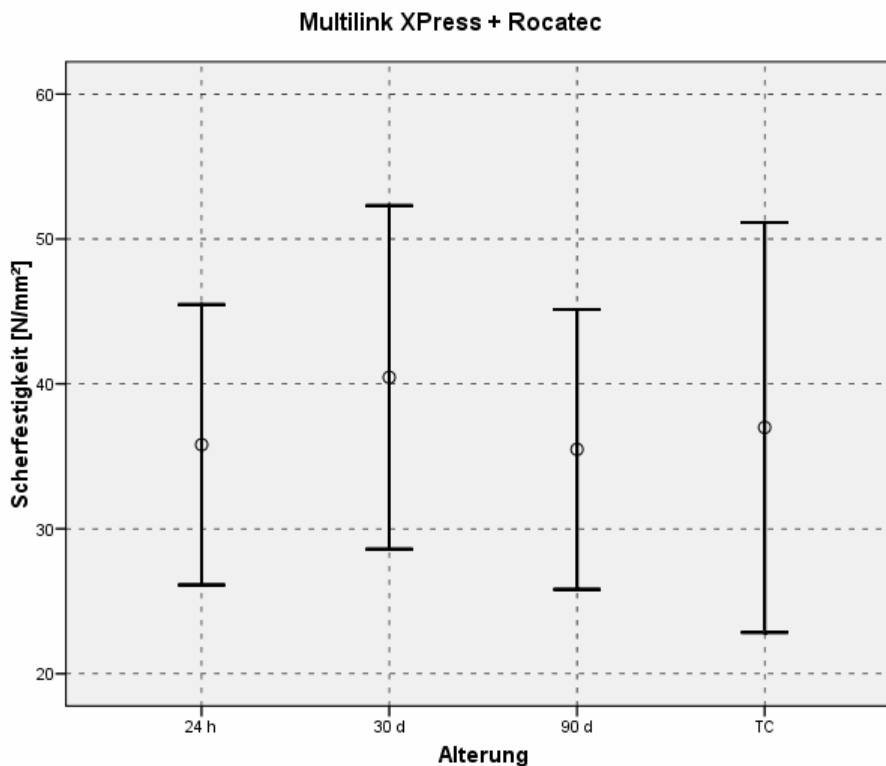


Abbildung 21: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 7

Serie 8: Panavia™ F2.0 (pur)

Tabelle 30 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten nach unterschiedlicher Alterung, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests. In Abb. 22 sind die Mittelwerte mit 95% Konfidenzintervall zu sehen. Es lagen keine signifikanten Unterschiede vor, obwohl der 30-d-Wert am niedrigsten war. Die Ergebnisse nach Thermocycling entsprachen weitgehend denen nach 24 h Wasserbad.

Tabelle 30: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 8

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
24 h Wasserbad	28,9	11,0		30 d	90 d	TC
30 d Wasserbad	19,5	6,9	24 h	n.s.	n.s.	n.s.
90 d Wasserbad	23,6	10,9	30 d	---	n.s.	n.s.
Thermocycling	28,4	10,8	90 d		---	n.s.

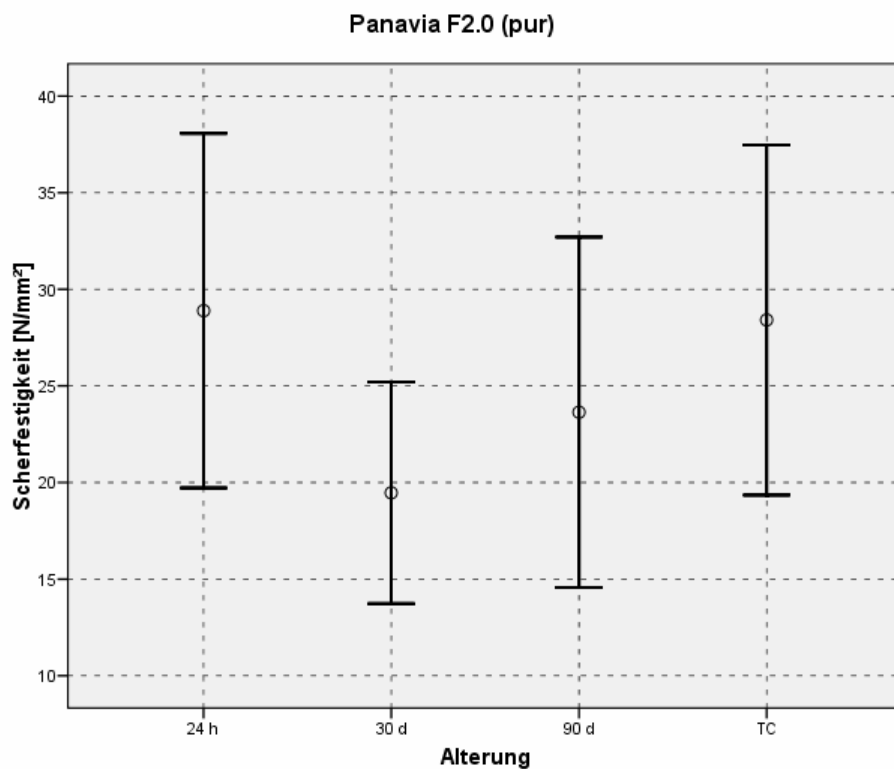


Abbildung 22: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 8

Serie 9: Panavia™ F2.0 + ED Primer II

Tabelle 31 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests. Abb. 23 stellt die Mittelwerte und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall dar. Die Scherfestigkeiten nach Thermocycling entsprachen den 24-h-Werten. Die Ergebnisse nach 30 bzw. 90 d Wasserbad lagen signifikant darunter. Deutlich am geringsten war der 90-d-Wert.

Tabelle 31: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 9

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
				30 d	90 d	TC
24 h Wasserbad	32,7	9,9	24 h	0,009	0,000	n.s.
30 d Wasserbad	16,3	9,9	30 d	---	n.s.	0,006
90 d Wasserbad	4,6	4,8	90 d		---	0,000
Thermocycling	33,5	12,1				

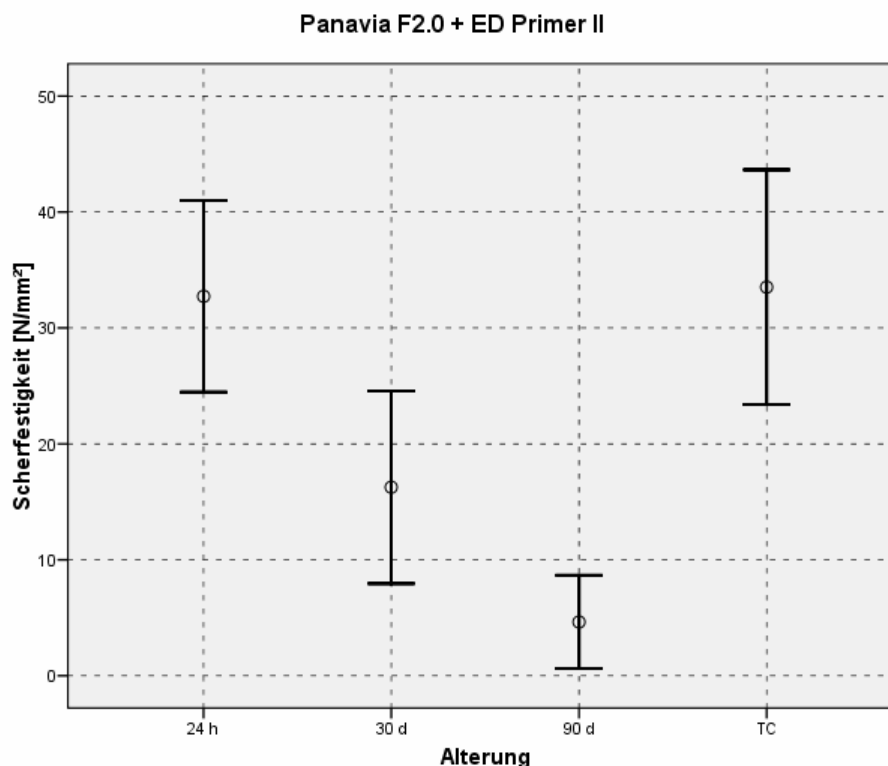


Abbildung 23: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 9

Serie 10: Panavia™ F2.0 + Zirkonoxidprimer

Tabelle 32 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey Tests. In Abb. 24 sind die Mittelwerte und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall zu sehen. Es gab keine signifikanten Unterschiede zwischen den verschiedenen Lagerungen. Am höchsten war der Wert nach 90 Tagen Wasserbad.

Tabelle 32: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 10

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
24 h Wasserbad	21,0	10,4		30 d	90 d	TC
30 d Wasserbad	19,2	11,7	24 h	n.s.	n.s.	n.s.
90 d Wasserbad	25,6	13,8	30 d	---	n.s.	n.s.
Thermocycling	22,6	7,9	90 d		---	n.s.

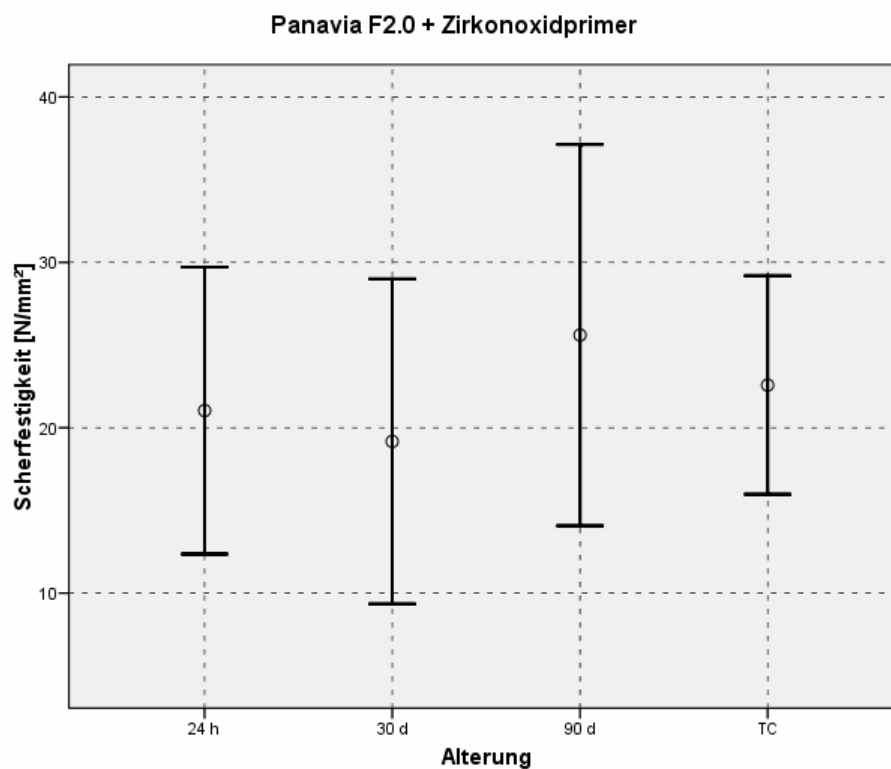


Abbildung 24: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 10

Serie 11: Rely X™ Unicem Clicker™ (pur)

Tabelle 33 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten nach unterschiedlicher Alterung, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests. In Abb. 25 sind die Mittelwerte und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall dargestellt. Es gab keine signifikanten Unterschiede nach verschiedener Lagerung. Am höchsten war der 30-d-Wert. Die Scherfestigkeiten nach Thermocycling glichen den Ergebnissen nach 90 d Wasserbad.

Tabelle 33: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 11

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
				30 d	90 d	TC
24 h Wasserbad	29,8	12,6	24 h	n.s.	n.s.	n.s.
30 d Wasserbad	36,7	19,0	30 d	---	n.s.	n.s.
90 d Wasserbad	23,9	15,6	90 d		---	n.s.
Thermocycling	24,9	8,5				n.s.

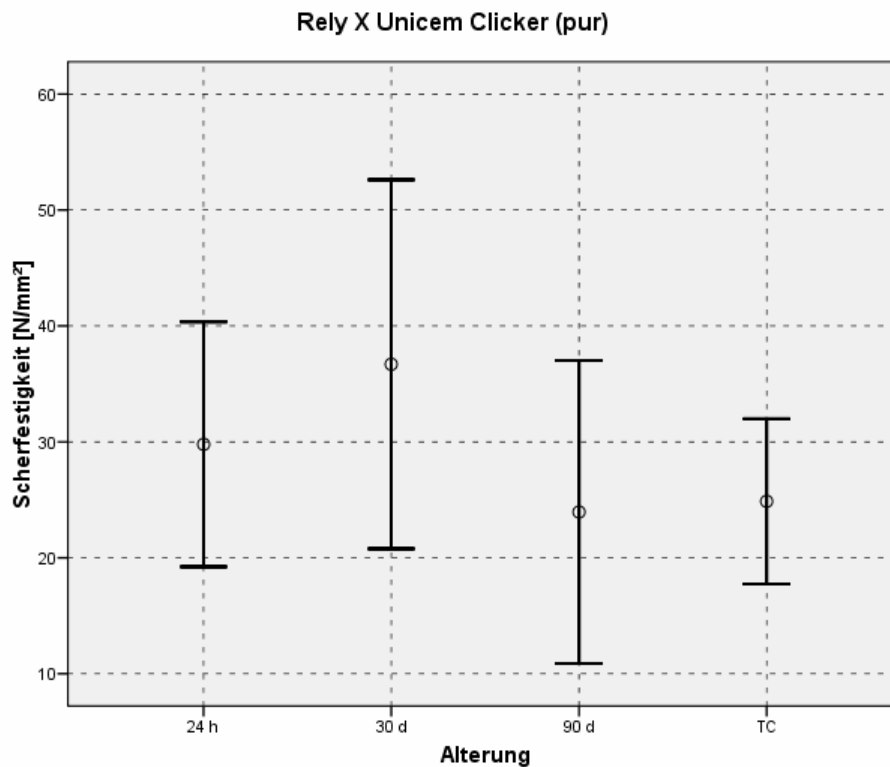


Abbildung 25: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 11

Serie 12: Rely X™ Unicem Aplicap (pur)

Tabelle 34 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten nach unterschiedlicher Alterung, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests. In Abb 26 sind die Mittelwerte und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall abgebildet. Es waren keine signifikanten Veränderungen nach unterschiedlicher Lagerung zu beobachten. Nach 30 d Wasserbad waren die Werte am höchsten.

Tabelle 34: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 12

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
24 h Wasserbad	25,6	10,1		30 d	90 d	TC
30 d Wasserbad	36,5	18,5	24 h	n.s.	n.s.	n.s.
90 d Wasserbad	23,9	14,6	30 d	---	n.s.	n.s.
Thermocycling	22,0	16,9	90 d		---	n.s.

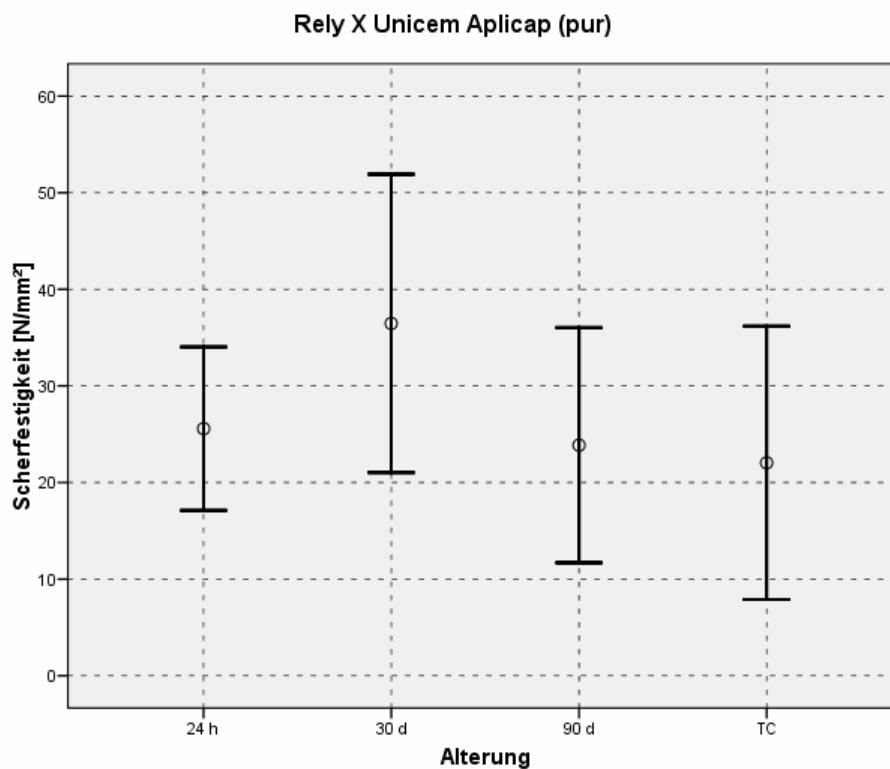


Abbildung 26: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 12

Serie 13: Rely X™ Unicem Aplicap + Rocatec™

Tabelle 35 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten nach unterschiedlicher Alterung, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests. Abb. 27 stellt die Mittelwerte und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall dar. Die Mittelwerte der Scherfestigkeit nach Thermocycling und 30 d Wasserbad waren am höchsten und nach 90 d Lagerung am geringsten. Von den Konfidenzintervallen ausgehend lagen die Thermocycling-Werte zwischen den Ergebnissen nach 24 h und 30 d.

Tabelle 35: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 13

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
				30 d	90 d	TC
24 h Wasserbad	27,5	14,2	24 h	n.s.	n.s.	n.s.
30 d Wasserbad	34,7	21,3	30 d	---	n.s.	n.s.
90 d Wasserbad	24,2	4,5	90 d		---	n.s.
Thermocycling	37,0	12,1				

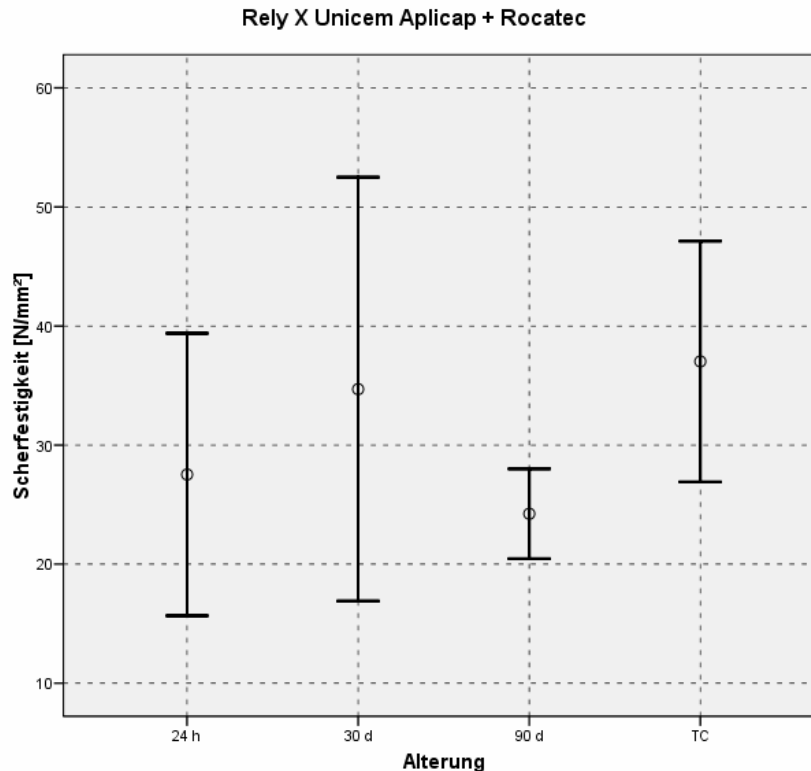


Abbildung 27: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 13

Serie 14: Variolink® II (pur)

Tabelle 36 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten nach unterschiedlicher Alterung, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests. In Abb. 28 sind die Mittelwerte und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall zu sehen. Die Ergebnisse nach Thermocycling und nach 30 bzw. 90 d Wasserbad lagen hoch signifikant unter den Werten nach 24 h Lagerung in Wasser.

Tabelle 36: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 14

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
				30 d	90 d	TC
24 h Wasserbad	16,8	7,2	24 h	0,000	0,001	0,001
30 d Wasserbad	5,1	5,3	30 d	---	n.s.	n.s.
90 d Wasserbad	6,0	3,5	90 d		---	n.s.
Thermocycling	5,2	3,8				n.s.

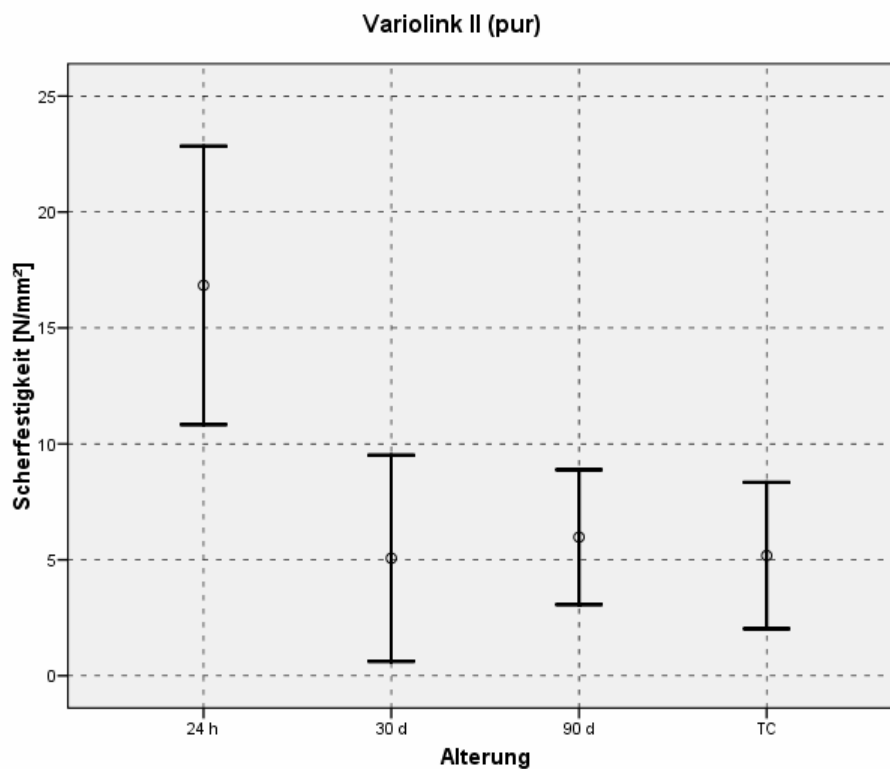


Abbildung 28: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 14

Serie 15: Variolink® II + Rocatec™

Tabelle 37 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten nach unterschiedlicher Alterung, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests. Abb. 29 stellt die Mittelwerte und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall dar. Am niedrigsten waren die 24-h-Werte. Die Ergebnisse nach Thermocycling und 30 d Wasserbad waren gleich hoch. Nach 90 d Lagerung war ein Abfall der Werte zu beobachten. Allerdings gab es keine signifikanten Unterschiede.

Tabelle 37: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 15

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
				30 d	90 d	TC
24 h Wasserbad	25,4	16,8	24 h	n.s.	n.s.	n.s.
30 d Wasserbad	44,6	15,0	30 d	---	n.s.	n.s.
90 d Wasserbad	34,6	14,7	90 d		---	n.s.
Thermocycling	44,6	14,8				n.s.

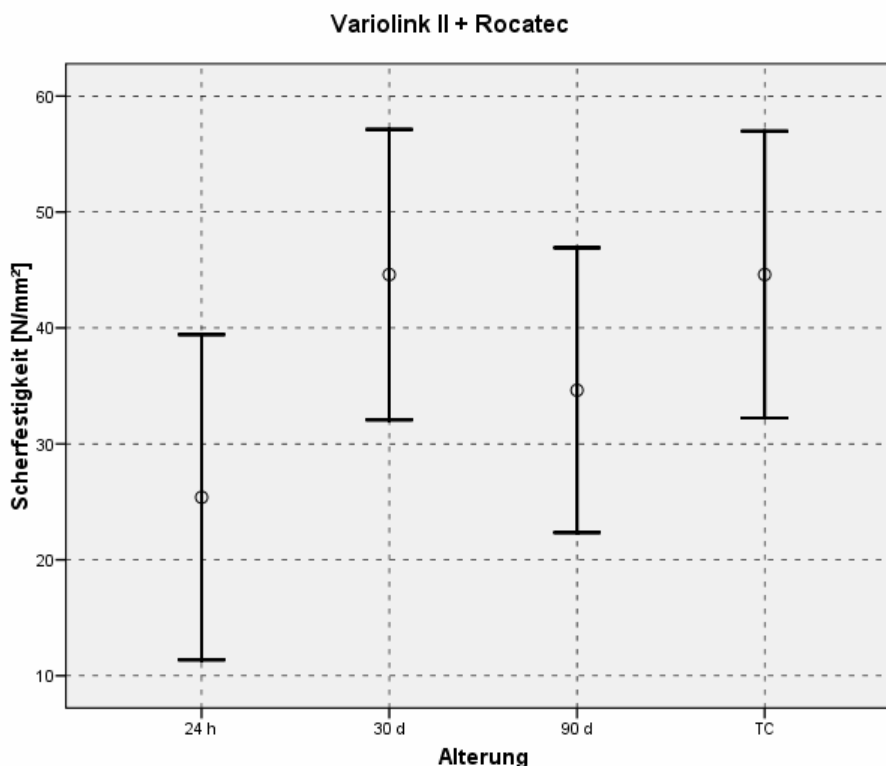


Abbildung 29: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 15

Serie 16: Multilink® + SR-Link

Tabelle 38 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten nach unterschiedlicher Alterung, die Standardabweichungen sowie die Ergebnisse des Tukey-Tests. In Abb. 30 sind die Mittelwerte und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall abgebildet. Es lagen keine signifikanten Unterschiede vor. Am höchsten waren die 24-h-Werte am niedrigsten die Ergebnisse nach 30 d Wasserbad. Die Scherfestigkeiten nach 90 d Lagerung und nach Thermocycling waren ähnlich.

Tabelle 38: Mittelwerte, Standardabweichungen und Ergebnisse des Tukey-Tests der Serie 16

Alterung	Mittelwert der Scherfestigkeit [N/mm ²], n=8	Standardabweichung	Signifikanz (Tukey-Test)			
				30 d	90 d	TC
24 h Wasserbad	26,1	14,5	24 h	n.s.	n.s.	n.s.
30 d Wasserbad	13,1	7,4	30 d	---	n.s.	n.s.
90 d Wasserbad	23,8	14,4	90 d		---	n.s.
Thermocycling	22,9	11,7				

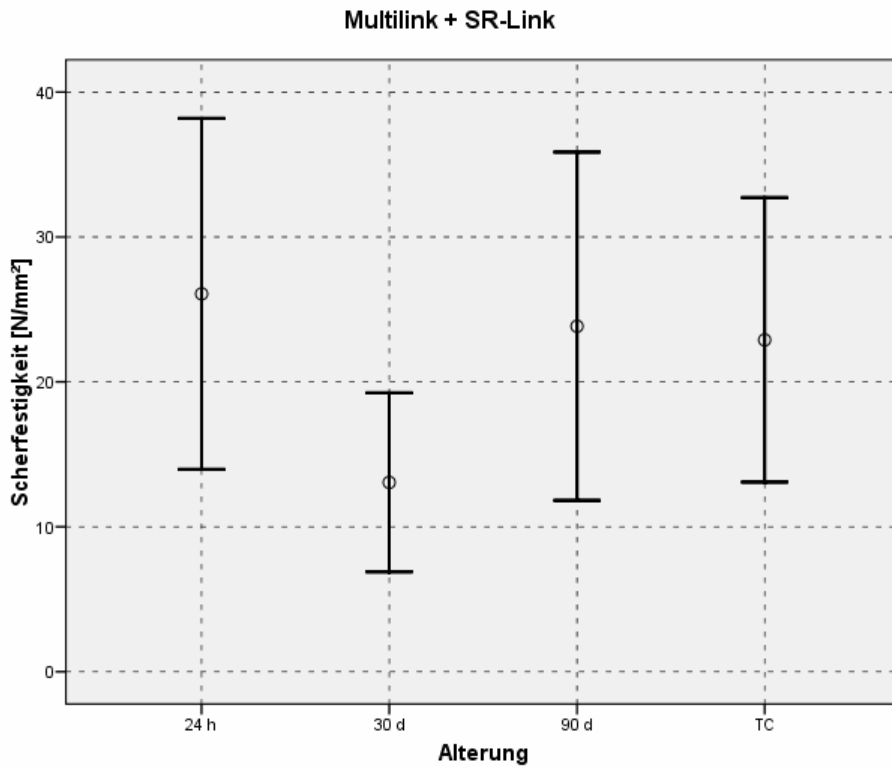


Abbildung 30: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der Serie 16

5.1.2.2 Mittelwertvergleich der Serien der dritten Versuchsreihe

Abb. 31 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall der Serien 1 bis 16 nach 90 d Wasserbad. Die Werte der Serien 6 (Multilink® Xpress, pur), 7 (Multilink® Xpress + Rocatec™) und 15 (Variolink® II + Rocatec™) waren am höchsten. Die schlechtesten Ergebnisse lieferten Serie 5 (Maxcem™), 14 (Variolink®, pur) und 9 (Panavia™ F2.0 + ED Primer II).

Dabei lagen die Werte der Serie 5 (Maxcem™) signifikant unter denen der Serien

- 6 (Multilink® Xpress, pur),
- 7 (Multilink® Xpress + Rocatec™),
- 8 (Panavia F2.0 (pur),
- 10 (Panavia F2.0 + Zirkonoxidprimer,
- 11 (Rely X™ Unicem Clicker™),
- 12 (Rely X™ Unicem Aplicap, pur),
- 13 (Rely X™ Unicem Aplicap + Rocatec™),
- 15 (Variolink® II + Rocatec™) und
- 16 (Multilink® + SR-Link).

Die Ergebnisse der Serie 14 (Variolink® II, pur) waren signifikant niedriger als die der Serien

- 6 (Multilink® Xpress, pur),
- 7 (Multilink® Xpress + Rocatec),
- 10 (Panavia™ F2.0 + Zirkonoxidprimer) und
- 15 (Variolink® + Rocatec™).

Die Serie 9 (Panavia™ F2.0 + ED Primer II) lieferte signifikant niedrigere Werte als die Serien

6 (Multilink® Xpress, pur),

7 (Multilink® Xpress + Rocatec™),

10 (Panavia™ F2.0 + Zirkonoxidprimer),

13 (Rely X™ Unicem Aplicap + Rocatec™) und

15 (Variolink® II + Rocatec™).

Die Ergebnisse des Tukey-Tests sind der Tabelle 39 zu entnehmen.

Nach 90 Tagen Wasserbad scheint nur noch bei Variolink® II (Serien 14 und 15) und bei Panavia™ F2.0 (Serien 8-10) die unterschiedliche Vorbehandlung bzw Mischweise eine Rolle zu spielen. Mit Ausnahme von Variolink® II (Serie 15) schnitten die Serien mit Rocatec nicht besser ab als die Serien der gleichen Zemente ohne Vorbehandlung.

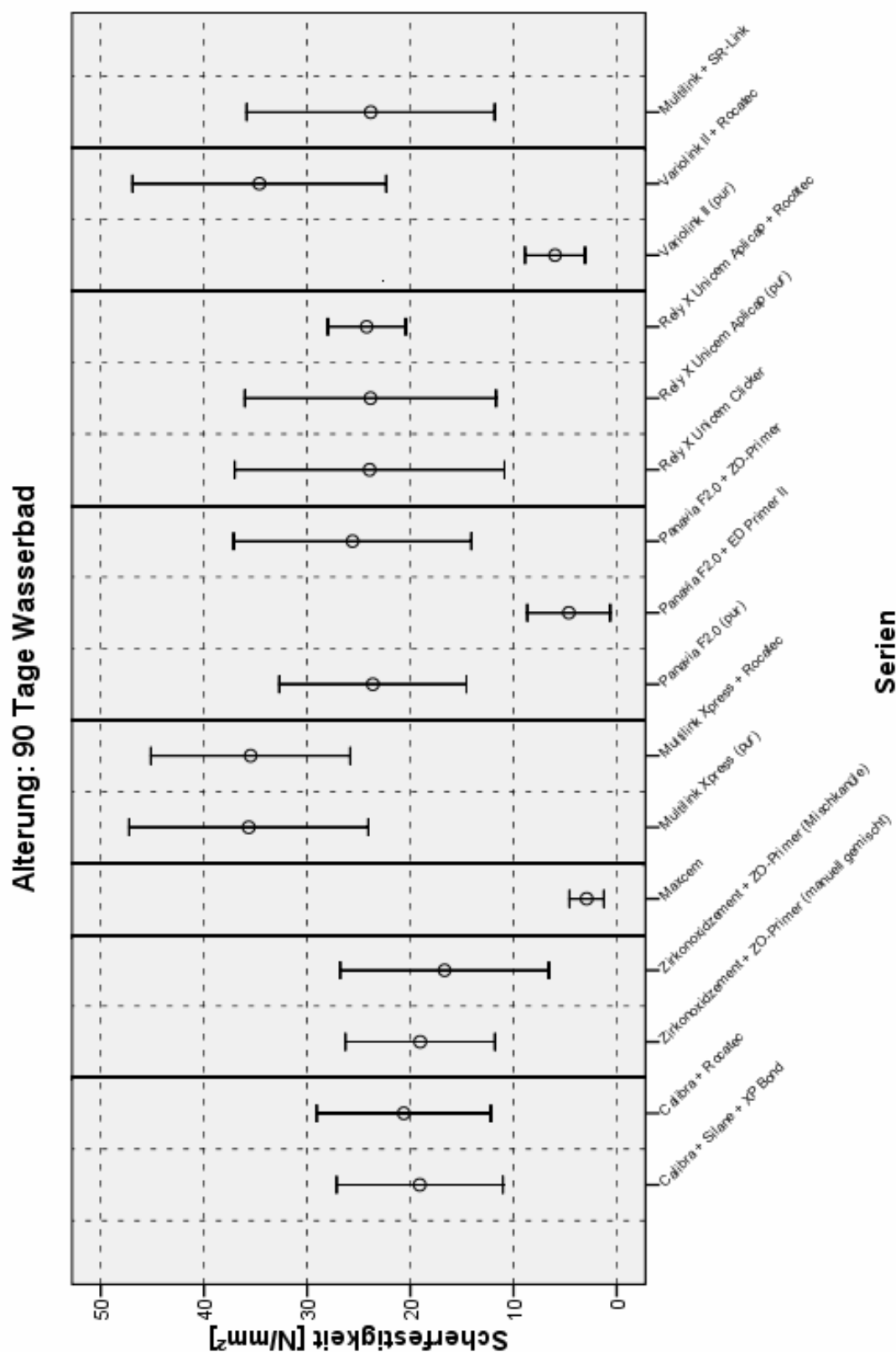


Abbildung 31: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der dritten Versuchsreihe mit 90 d künstlicher Alterung

Tabelle 39: Ergebnisse des Tukey-Tests der dritten Versuchsreihe nach 90 d künstlicher Alterung

Alterung: 90 Tage Wasserbad	Calibra + Rocatec	Zirkonoxidzement (manuell gemischt) + Zirkonoxidprimer	Zirkonoxidzement (Mischkanüle) + koroxidprimer	Maxcem (pur)	Multilink Xpress (pur)	Multilink Xpress + Rocatec	Panavia F2.0 (pur)	Panavia F2.0 + ED Primer II	Panavia F2.0 + Zirkonoxidprimer	Rely X Unicem Clicker (pur)	Rely X Unicem Aplicap (pur)	Rely X Unicem Aplicap + Rocatec	Variolink II (pur)	Variolink II + Rocatec	Multilink + SR-Link
Calibra + Calibra Silane + XP Bond	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .
Calibra + Rocatec	xxx	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .
Zirkonoxidzement (manuell gemischt) + Zirkonoxidprimer		xxx	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .
Zirkonoxidzement (Mischkanüle) + Zirkonoxidprimer			xxx	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .
Maxcem (pur)				xxx	,000	,000	,026	n.S .	,008	,022	,023	,019	n.S .	,000	,023
Multilink Xpress (pur)					xxx	n.S .	n.S .	,000	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	,000	n.S .	n.S .
Multilink Xpress + Rocatec						xxx	n.S .	,000	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	,000	n.S .	n.S .
Panavia F2.0 (pur)							xxx	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .
Panavia F2.0 + ED Primer II								xxx	,023	n.S .	n.S .	,048	n.S .	,000	n.S .
Panavia F2.0 + Zirkonoxidprimer									xxx	n.S .	n.S .	n.S .	,048	n.S .	n.S .
Rely X Unicem Clicker (pur)										xxx	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .
Rely X Unicem Aplicap (pur)											xxx	n.S .	n.S .	n.S .	n.S .
Rely X Unicem Aplicap + Rocatec												xxx	n.S .	n.S .	n.S .
Variolink II (pur)													xxx	,000	n.S .
Variolink II + Rocatec														xxx	n.S .

5.1.2.3 Mittelwertvergleich der Serien der vierten Versuchsreihe

Abb. 32 zeigt die Mittelwerte der Scherfestigkeiten und Fehlerbalken mit 95% Konfidenzintervall der Serien der vierten Versuchsreihe nach 17 d Thermocycling (12000 Zyklen). Die besten Ergebnisse lieferten Serie 6 (Multilink® Xpress, pur) und 15 (Variolink® II + Rocatec™). Wie in den anderen Versuchsreihen waren die Werte der Serie 5 (Maxcem™) und 14 (Variolink® II, pur) am niedrigsten. Besonders auffällig war, dass bei Serie 5 (Maxcem™) die Klebeverbindung schon während der Thermozyklisierung versagte und daher kein Scherversuch durchführbar war.

So war Serie 5 (Maxcem™) signifikant schlechter, als die Serien

- 2 (Calibra™ + Rocatec™),
- 6 (Multilink® Xpress, pur),
- 7 (Multilink® Xpress + Rocatec™),
- 8 (Panavia™ F2.0, pur),
- 9 (Panavia™ F2.0 + ED Primer II),
- 10 (Panavia™ F2.0 + Zirkonoxidprimer),
- 11 (Rely X™ Unicem Clicker™),
- 12 (Rely X™ Unicem Aplicap, pur),
- 13 (Rely X™ Unicem Aplicap + Rocatec™),
- 15 (Variolink® II + Rocatec™) und
- 16 (Multilink® + SR-Link).

Die Ergebnisse der Serie 1 (Calibra™ + Calibra™ Silane + XP Bond™) waren signifikant niedriger, als die der Serien

- 6 (Multilink® Xpress, pur) und
- 15 (Variolink® II + Rocatec™).

Serie 14 (Variolink® II, pur) lieferte signifikant geringere Werte, als die Serien

- 2 (Calibra™ + Rocatec™),
- 6 (Multilink® Xpress, pur),
- 7 (Multilink® Xpress + Rocatec™),
- 8 (Panavia™ F2.0, pur),
- 9 (Panavia™ F2.0 + ED Primer II),
- 11 (Rely X™ Unicem Clicker),
- 13 (Rely X™ Unicem Aplicap + Rocatec™) und
- 15 (Variolink® II + Rocatec™).

Die Scherfestigkeitswerte der Serie 15 (Variolink® II + Rocatec™) waren zusätzlich noch signifikant höher als die der Serien

- 10 (Panavia™ F2.0 + Zirkonoxidprimer),
- 12 (Rely X™ Unicem Aplicap, pur) und
- 16 (Multilink® + SR-Link).

Die Ergebnisse des Tukey-Tests sind in Tabelle 40 abgebildet.

Zwischen den Serien mit gleichen Zementen, aber unterschiedlicher Vorbehandlung bzw. Mischart, waren nach Thermocycling stärkere Schwankungen als bei den anderen Versuchsreihen zu beobachten. Bei Calibra™ (Serien 1 und 2), Rely X™ Unicem (Serien 11-13) und Variolink® II (Serien 14 und 15) waren die Rocatec™-Werte jeweils am höchsten. Bei Multilink® Xpress waren die Scherfestigkeiten mit Rocatec™ (Serie 7) etwas niedriger als die ohne Vorbehandlung (Serie 6). Bei Panavia™ F2.0 waren die Werte mit Zirkonoxidprimer (Serie 10) am niedrigsten, mit ED Primer II (Serie 9) am höchsten.

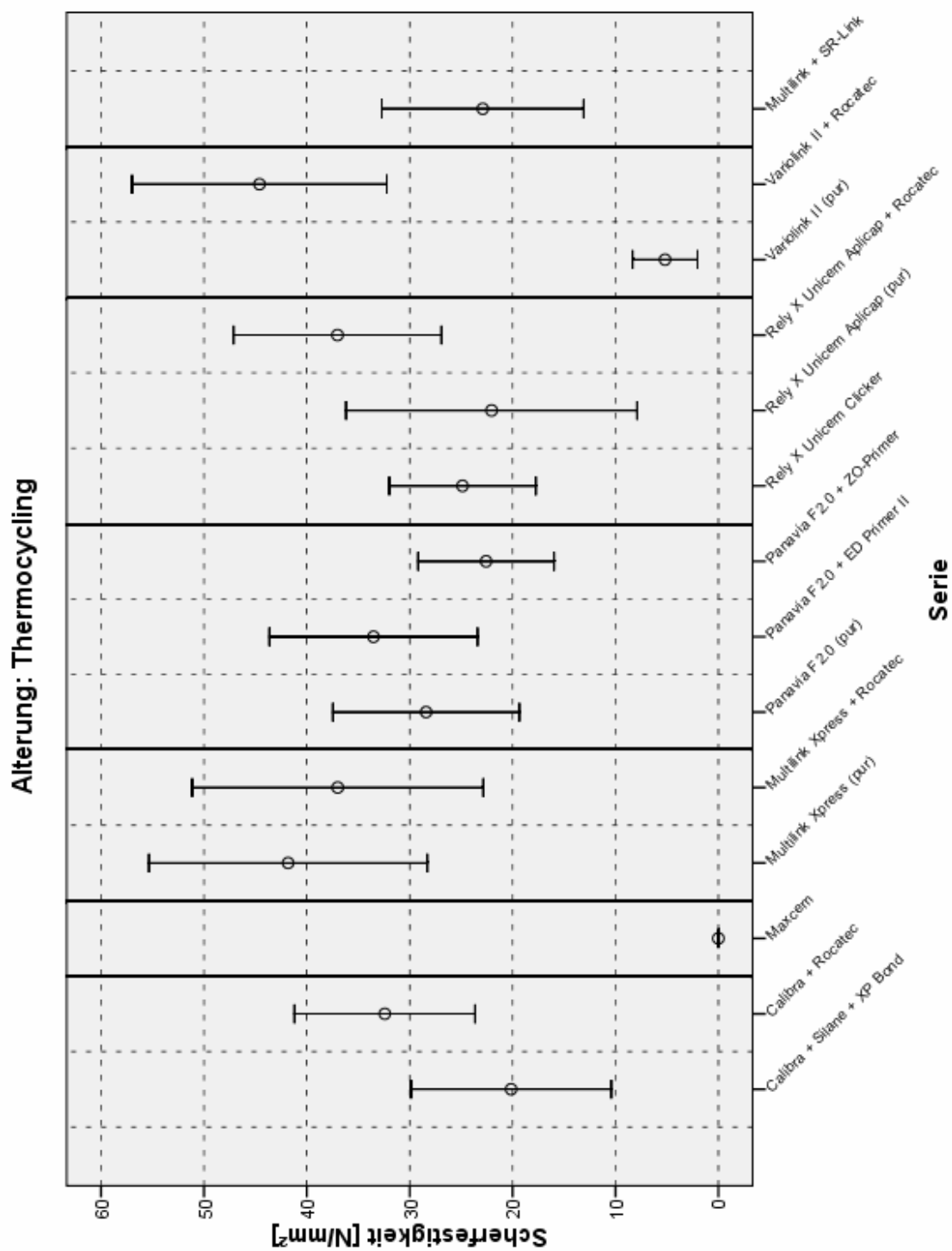


Abbildung 32: Mittelwerte und Fehlerbalken (95% Konfidenzintervall) der vierten Versuchsreihe nach 17 d Thermocycling (12000 Zyklen)

Tabelle 40: Ergebnisse des Tukey-Tests der vierten Versuchsreihe nach 17 d Thermocycling (12000 Zyklen)

Alterung: Thermo- cycling	Calibra + Rocatec	Maxcem (pur)	Multilink Xpress (pur)	Multilink Xpress + Rocatec	Panavia F2.0 (pur)	Panavia F2.0 + ED Primer II	Panavia F2.0 + Zirkonoxidprimer	Rely X Unicem Clicker (pur)	Rely X Unicem Aplicap (pur)	Rely X Unicem Aplicap + Rocatec	Variolink II (pur)	Variolink II + Rocatec	Multilink + SR-Link
Calibra + Calibra Silane + XP Bond	n.S.	n.S.	,029	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	,006	n.S.
Calibra + Rocatec	xxx	,000	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	,001	n.S.	n.S.
Maxcem (pur)		xxx	,000	,000	,001	,000	,018	,005	,024	,000	n.S.	,000	,015
Multilink Xpress (pur)			xxx	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	,000	n.S.	n.S.
Multilink Xpress + Rocatec				xxx	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	,000	n.S.	n.S.
Panavia F2.0 (pur)					xxx	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	,974	,013	n.S.	n.S.
Panavia F2.0 + ED Primer II						xxx	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	,001	n.S.	n.S.
Panavia F2.0 + Zirkonoxidprimer							xxx	n.S.	n.S.	n.S.	n.S.	,024	n.S.
Rely X Unicem Clicker (pur)								xxx	n.S.	n.S.	,074	n.S.	n.S.
Rely X Unicem Aplicap (pur)									xxx	n.S.	n.S.	,018	n.S.
Rely X Unicem Aplicap + Rocatec										xxx	,000	n.S.	n.S.
Variolink II (pur)											xxx	,000	n.S.
Variolink II + Rocatec												xxx	,028

5.2 Untersuchung der Bruchflächen

5.2.1 Bruchart nach 24 h Wasserbad

Abb. 33 zeigt das Bruchverhalten nach 24 h Wasserbad. Sieben Serien weisen ein rein adhäsives Bruchverhalten auf. Dabei reichen die Scherfestigkeitswerte von 17 MPa (Maxcem™, Variolink® II pur) bis 33 MPa (Panavia™ F2.0 + ED-Primer).

Cohäsive und Mix-Brüche sind bei neun Serien zu finden. Die Scherfestigkeitswerte liegen bei diesen Serien zwischen 20 (Calibra™ + Silan + XP Bond™) und 37 MPa (Multilink® XPress).

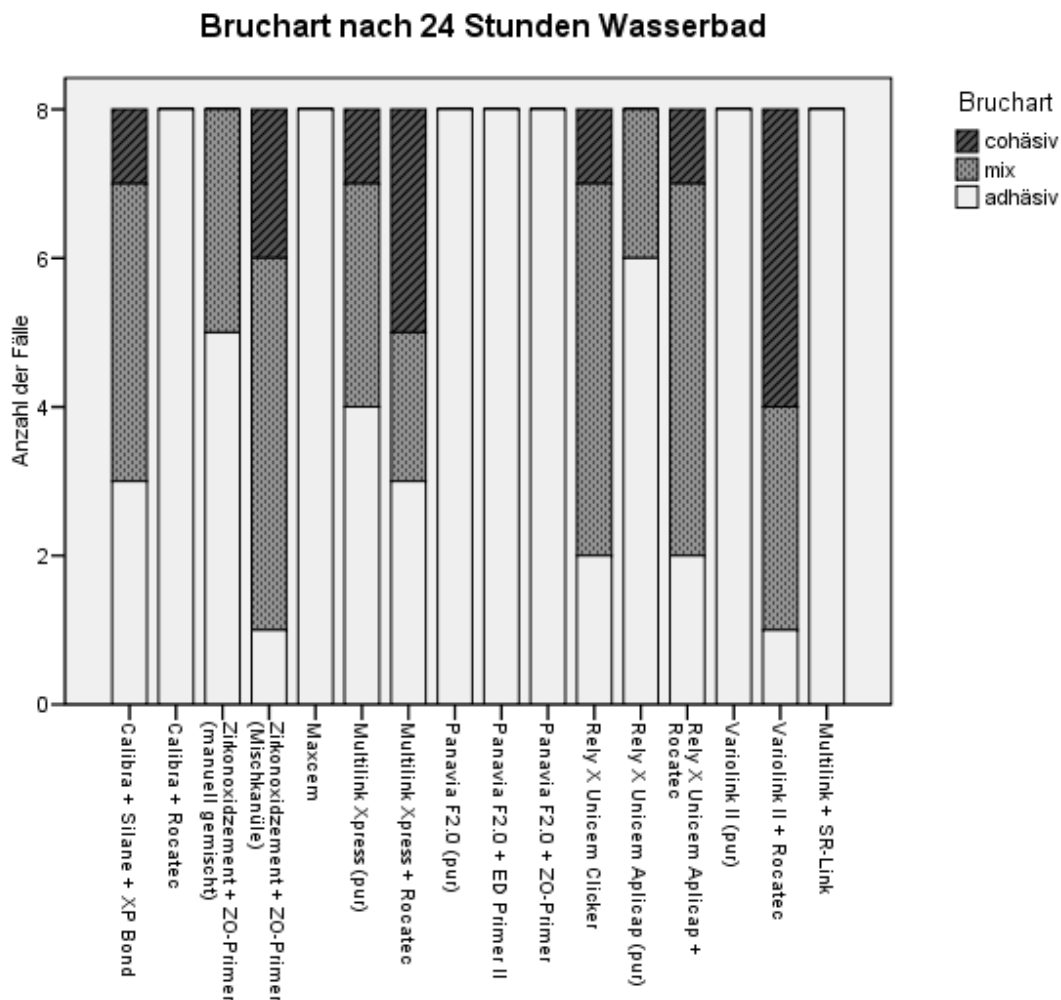


Abbildung 33: Bruchverhalten der ersten Versuchsreihe nach 24 h künstlicher Alterung

5.2.2 Bruchart nach 30 d Wasserbad

Das Bruchverhalten nach 30 d ist der Abb. 34 zu entnehmen. Rein adhäsive Brüche sind bei sieben Serien zu finden. Die durchschnittlichen Scherfestigkeitswerte liegen zwischen 3 (Maxcem™) und 37 MPa (Rely X™ Unicem Cilicker™).

Bei 9 Serien kommen cohäsive und Mix-Brüche vor. Die mittleren Scherfestigkeitswerte reichen hier von 5 bis 46 MPa. Die Serie7 (Multilink® Xpress + Rocatec™) hat mit 50% die meisten cohäsiven Brüche.

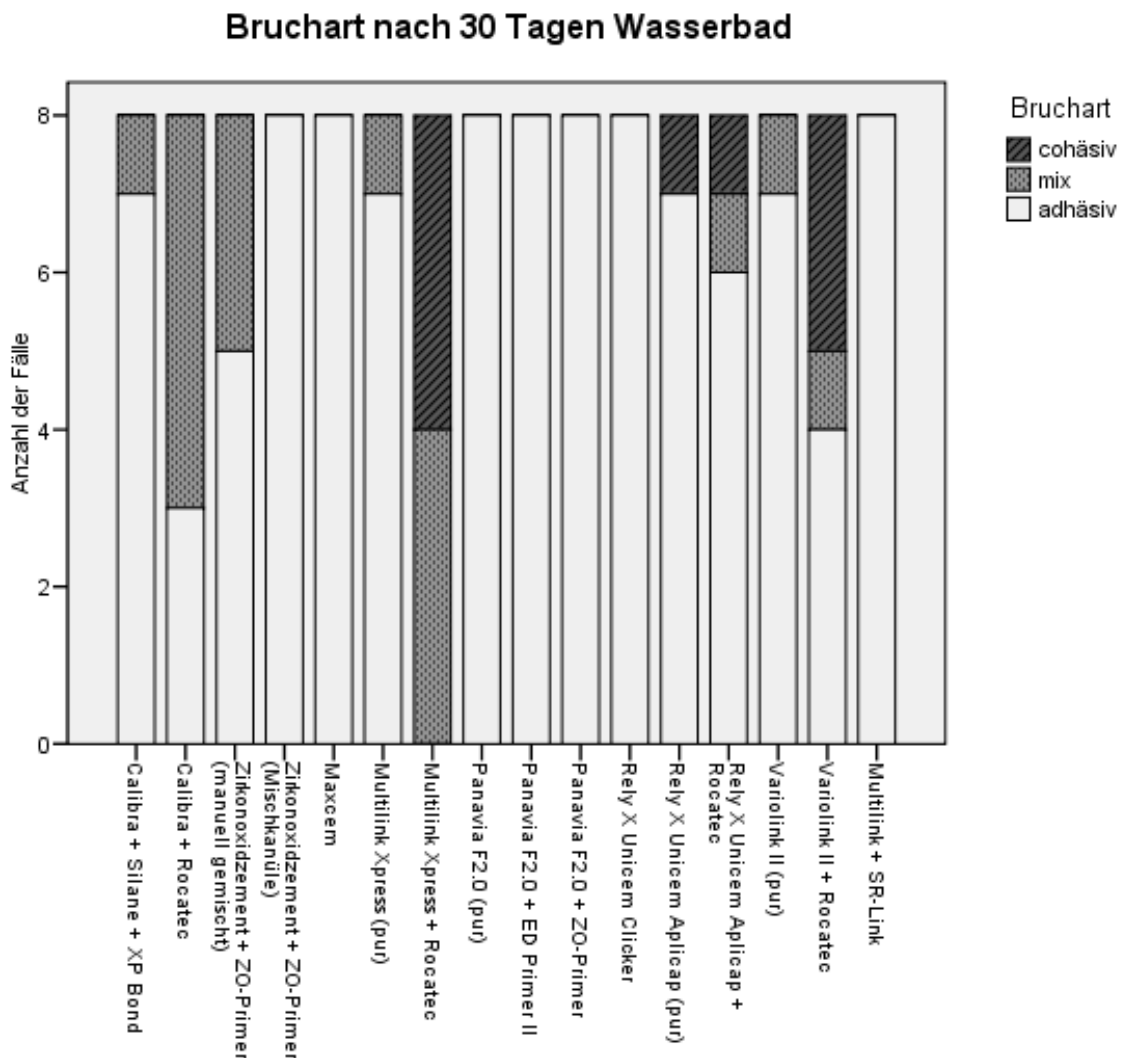


Abbildung 34: Bruchverhalten der zweiten Versuchsreihe nach 30 d künstlicher Alterung

5.2.3 Bruchart nach 90 d Wasserbad

Nach 90 Tagen Wasserbad haben sechs Serien rein adhäsive Brüche. Die Scherfestigkeitswerte reichen von 3 (Maxcem™) bis 26 MPa (Panavia™ F2.0 + ZO-Primer). Ein cohäsives Bruchverhalten oder Mixbrüche sind bei zehn Serien zu finden, wobei cohäsive Brüche nur bei Serie 7 (Multilink® XPress + Rocatec) vorkommen. Die Scherfestigkeitswerte liegen zwischen 17 (Zirkonoxidzement, Mischkanüle) und 36 MPa (Multilink® XPress, pur). Eine Übersicht des Bruchverhaltens nach 90 d Wasserbad ist Abb. 35 zu entnehmen.

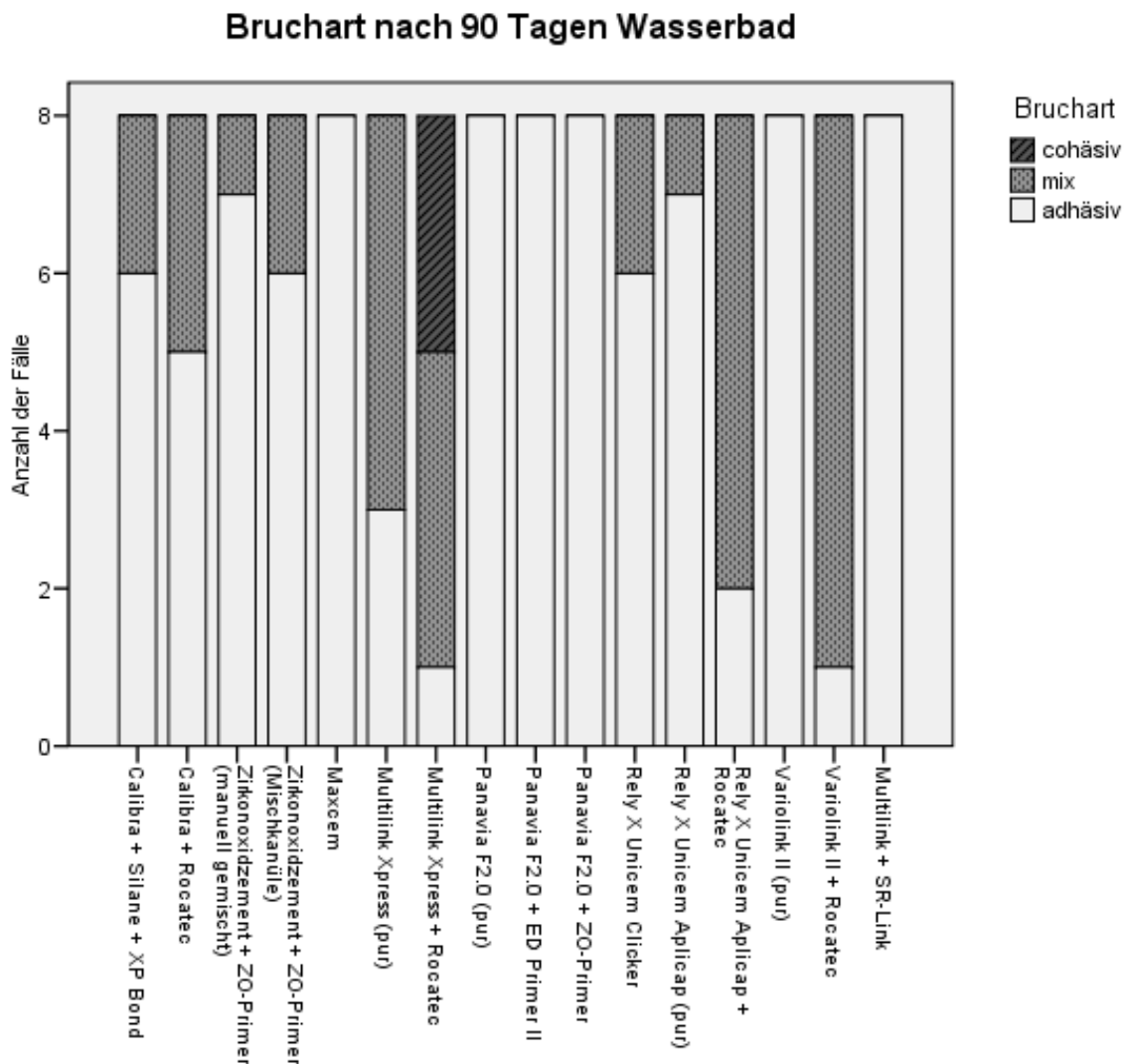


Abbildung 35: Bruchverhalten der dritten Versuchsreihe nach 90 d künstlicher Alterung

5.2.4 Bruchart nach Thermocycling

Abb. 36 zeigt das Bruchverhalten nach 12000 Temperaturlastwechsel. Sieben Serien haben rein adhäsive Brüche. Die Scherfestigkeitswerte reichen von 0 (Maxcem™) bis 42 MPa (Multilink™ XPress, pur). Cohäsive und Mix-Brüche sind ebenfalls bei sieben Serien zu finden. Dabei liegen die mittleren Scherfestigkeitswerte zwischen 20 (Calibra™+Silane+XP Bond™) und 45 MPa (Variolink® II+ Rocatec™).

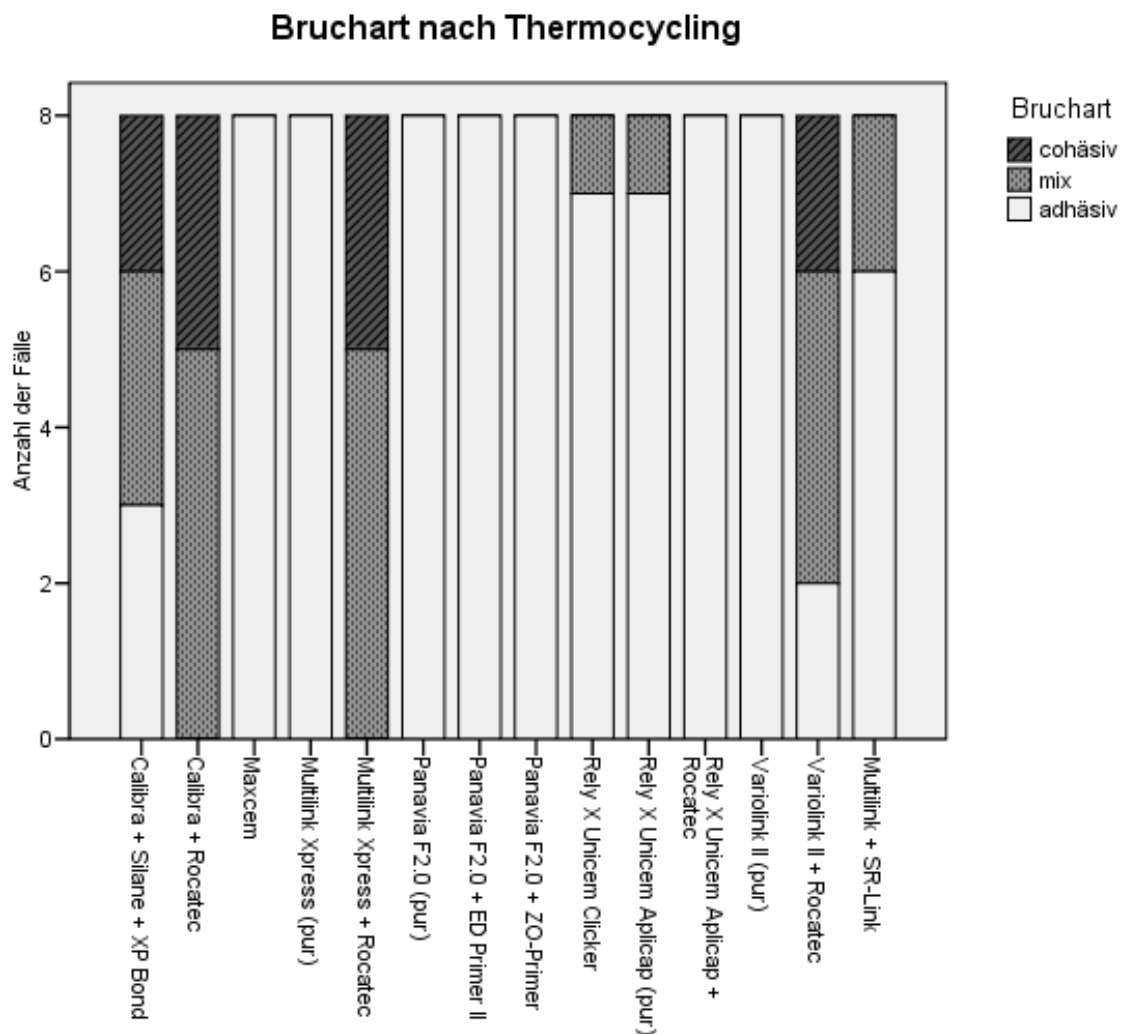


Abbildung 36: Bruchverhalten der vierten Versuchsreihe nach 17 d Thermocycling (12000 Zyklen)

5.2.5 Zusammenfassung der Bruchflächenanalyse

Insgesamt ist zu sehen, dass der Anteil an cohäsiven sowie Mix-Brüchen mit zunehmender Alterung abnimmt. Des Weiteren fällt auf, dass nach Thermocycling noch drei Serien ein cohäsives Bruchverhalten besitzen, während nach 90 d Wasserbad nur noch eine Serie ein cohäsives Bruchverhalten aufweist.

Alle Gruppen mit Panavia™ F2.0 (Serien 8-10) haben, unabhängig von der Länge der künstlichen Alterung, immer nur adhäsive Brüche

Nach 90 d Wasserbad haben die Serien mit Rocatec™ vergleichsweise mehr Mixbrüche als die anderen Serien. Multilink® Sprint in Kombination mit Rocatec™ hatte sogar zu ca. 1/3 ein cohäsives Bruchverhalten. Zusätzlich besitzt die Serie 6 (Multilink® Sprint, pur) einen relative hohen Anteil an Mixbrüche.

6. Diskussion

6.1 Diskussion der Methodik

Tribochemische Beschichtung:

Beim Rocatec™-Verfahren wird durch einen Strahlvorgang eine oberflächliche Silikatschicht erzeugt. Durch die hohe kinetische Energie der Körnchen kommt es beim Aufprall zu einem Verschmelzen der Silikatteilchen mit der behandelten Oberfläche. [Beldner et Marx 1992] [Kerschbaum et al. 1995] Eine Fehlermöglichkeit dabei sind Abweichungen im Strahldruck. Durch Verstopfen oder internen Verschleiß (Erweiterung) der Düse kann der Strahldruck unbemerkt ansteigen oder abfallen. Außerdem können, wenn der Strahlabstand zu gering ist, Oberflächendefekte entstehen. Dies kann in beiden Fällen die Streuung der Messwerte verstärken.

Die Ergebnisse der Studien, die das Rocatec™-Verfahren benutzen, unterscheiden sich teilweise erheblich. Während einige Forschungsgruppen einen Verbund-verbessernden Effekt [Göbel et al. 1998] [Edelhoff et al. 2000] [Kim et al. 2005] [Atsu et al. 2006] [Blatz et al. 2007] [Nothdurft et al. 2008] [Lohbauer et al. 2008] beobachten, kommt es in anderen Arbeiten nach dem Silikatisieren mit Rocatec™ zum Versagen des Klebeverbunds. [Kern et Wegner 1998] [Wegner et Kern 2000] [Wegner et al. 2002] Allerdings fällt auf, dass die Anwendung des Rocatec™-Systems in vergleichbaren Studien unterschiedlich ist. Bei unserer Arbeit wurde Rocatec™ Pre (zur Reinigung und Aktivierung der Oberfläche), Rocatec™ Plus (Silikatisierung) und anschließend ein Silan (Silanisierung) aufgetragen. [Guggenberger 1998] Teilweise wird jedoch auf den letzten Schritt, die Silanisierung, verzichtet. [Oyagüe et al. 2009/b] Blatz et al. und Kim et al. verwendeten nicht Rocatec™ Pre und Rocatec™ Plus sondern Rocatec™ Soft. [Kim et al. 2005] [Blatz et al. 2007] Bei einigen Studien wurden die Keramikteilchen nach der tribochemischen Beschichtung im Ultraschallbad gereinigt, [Kern et Wegner 1998] [Kumbuloglu et al. 2006] [Matinlinna et al. 2006] [Senyilmaz et al. 2007] während wir überschüssiges Strahlgut mit der Pressluft des Rocatectores™ entfernten. Eine potentielle Fehlerursache dabei ist die Verunreinigung der Pressluft mit Maschinenöl.

Mischprozess:

Bei den hier verwendeten Kompositzementen handelt es sich um Zwei-Komponenten-Systemen. Die beiden Pasten (Basispaste und Katalysatorpasten) wurden je nach Produkt entweder manuell mit Spatel oder mithilfe einer Mischkanüle angemischt. Beim manuellen Anmischen kann es zu Abweichungen im Mischverhältnis kommen, da die benötigten Mengen nicht abgewogen, sondern mit Augenmaß (gleiche Stranglänge) dosiert werden. Da es der gängigen Praxis entspricht, wurde diese Methode auch bei dieser Studie angewendet. Allerdings waren hier aufgrund der kleinen Klebefläche die benötigten Zementmengen sehr klein (\varnothing ca. $\frac{1}{2}$ cm). Somit wirken sich Unterschiede in der Stranglänge verhältnismäßig stärker aus, als bei größeren Portionen.

Zusätzlich besteht die Gefahr, dass die beiden Pasten unvollständig durchmischt oder durch eine falsche Technik Luftblasen eingearbeitet werden. [Caughman et al. 2001] Dies kann im Kunststoff Porositäten und eine geringere Eigenfestigkeit bewirken. Die Ergebnisse dieser Untersuchung zeigen jedoch keine Abhängigkeit der Scherfestigkeit von der Mischweise.

Weitere Fehlermöglichkeiten sind bei der Anwendung der Haftvermittler vorhanden. Diese können zu dick aufgetragen oder zu kurz abgelüftet werden. Außerdem können saure Dentinadhäsive den Abbindemechanismus von chemisch härtenden Zementen beeinflussen, da häufig basische Amine als Initiatoren verwendet werden. [Behr et Rosentritt 2003]

Größe und Schichtstärke der Klebefuge:

Beim Klebevorgang wurde der Zylinder in die Mitte des Lochverstärkers gesetzt und anschließend mit einem Gewicht beschwert.

Das Gewicht von 1kg sollte dabei bei allen Prüfkörpern eine gleichmäßig dicke Klebefuge bewirken. Die optimale Schichtstärke liegt bei 100 – 200 μm . Werte darüber oder darunter haben einen Abfall der Verbundfestigkeit zur Folge. Der Grund dafür ist, dass bei steigender Klebstoffdicke die Eigenfestigkeit des Komposits und die Polymerisationsschrumpfung zunehmend an Bedeutung gewinnen. Bei einer dünneren Klebefuge können die Spitzen der angerauten Fügeflächen Kerbspannungen im Komposit erzeugen und den Verbund schwächen. [Kerschbaum et al. 1995] Die Stärke der Klebefuge wurde in dieser Studie nicht gemessen. Daher ist nicht klar, wie nah sich diese dem Optimum nähert. Da allerdings nicht die absoluten Scherfestigkeitswerte, sondern deren Vergleich im Vordergrund stand, ist dies für die Aussage der Untersuchung nicht wichtig.

Vielmehr sind die Passung zwischen Zylinder und Loch des Lochverstärkers von Bedeutung. Im Idealfall sind beide Durchmesser identisch. Dies ist jedoch in der Realität kaum möglich, wodurch je nach Zylinderdurchmesser unterschiedliche Dicken der Klebefuge entstehen. Wenn der Zylinderdurchmesser größer ist, fungiert der Lochverstärker als zusätzlicher Abstandhalter zur Keramik, was eine dickere Kunststoff-Schichtstärke zur Folge hat, als bei kleinerem Zylinderdurchmesser. Dieser Sachverhalt kann die Ergebnisse verfälschen bzw. deren Streuung vergrößern.

Ein weiteres Problem ist, wenn der Zylinder beim Beschwenken auf dem Lochverstärker verrutscht. Somit wird die Schichtstärke durch die Kippung des Zylinders ungleichmäßig und die Größe der Klebefläche verringert. Wird dies bei der Berechnung der Scherfestigkeit nicht berücksichtigt, kommt es zu verkleinerten Werten. Die Folge ist ebenfalls eine größere Streuung und Ungenauigkeit der Ergebnisse.

Eine mögliche Abhilfe besteht in der Vergrößerung des Zylinderdurchmessers. Dadurch fungiert der Lochverstärker bei jedem Prüfkörper als Abstandhalter und ein geringes Verrutschen spielt keine weitere Rolle. Die Größe der Klebefläche wird dann rein vom Lochverstärker und die Schichtstärke nur durch das Gewicht bestimmt. Somit könnte die Techniksensitivität bzw. die Streuung der Haftfestigkeitswerte verringert werden.

Alterung:

Im wässrigen Milieu nehmen Komposite permanent Wasser auf und die Wassermoleküle diffundieren durch den Kunststoff als permeables Medium. [Kerschbaum et al. 1995] Eine Sättigung ist laut Craig nach 7 [Craig 1997], nach Pearson nach 14 [Pearson 1979] und laut Pospiech erst nach 150 Tagen [Pospiech 1999] erreicht. Dabei findet eine Hydrolyse des Komposits statt, die den Verbund schwächt und die Festigkeit beeinträchtigt. [Pospiech 1999] Die Hauptursache für den Abfall der Verbundfestigkeit ist die Hydrolyse an der Grenzfläche zwischen Komposit und Keramik und innerhalb des Kunststoffes zwischen Matrix und Füllkörper. [Wegner et al. 2002]

Aus diesem Grund ist für die Verbundprüfung besonders die künstliche Alterung der Prüfkörper wichtig. Für gewöhnlich kommen Langzeit-Wasserlagerung und Thermocycling zur Anwendung. Selten werden andere Methoden (Kochtest [Göbel et al. 1998], trockene Bedingungen [Lohbauer et al. 2008] [Aboushelib et al. 2008], Lagerung in korrosivem Medium [Edelhoff et al. 2000], Alterung mit Speichel [Kim et al. 2005]) benutzt. Das Intervall von 5 - 55°C beim Thermocycling entspricht den auftretenden Temperaturen in der

Mundhöhle. Durch die Temperaturwechsel kommt es zu festigkeitsmindernden Spannungen innerhalb der Klebeschicht. [Kerschbaum et al. 1995] [Pospiech 1999] Dabei entsprechen 10000 Temperaturlastwechsel etwa einer einjährigen Belastung unter klinischen Bedingungen. [Kappert et al. 1989] Wegner et al. stellten fest, dass Thermocycling bei den meisten Befestigungskompositen und Konditionierungsmethoden einen stärkeren Einfluss auf die Haftfestigkeit hat, als Wasserlagerung allein. Hierbei schwächten 37000 Temperaturlastwechsel (entspricht 31 Tagen Wasserbad) den Verbund mehr, als 150 Tage Lagerung in destilliertem und temperierten Wasser. [Wegner et al. 2002]

In unserer Studie wurden die Prüfkörper 30 und 90 Tage bei 37°C in destilliertem Wasser gelagert, bzw. 12000 Temperaturlastwechsel unterzogen. Als Vergleichsgruppe diente eine Serie mit 24-stündigem Wasserbad. Diese Zeit wurde gewählt, um die vollständige Polymerisation des Komposits sicherzustellen. [Beldner et Marx 1992] [Kerschbaum et al. 1995]

Im Vergleich mit anderen Studien sind große Unterschiede bei der Alterung der Prüfkörper zu finden, was eine Gegenüberstellung der Ergebnisse erheblich erschwert. Häufig werden kürzere Alterungsperioden (24h [Atsu et al. 2006] [Senyilmaz et al. 2007] [Lohbauer et al. 2008] [Oyagüe et al. 2009/a], 48h [Nothdurft et al. 2008]) bzw eine geringe Anzahl an Temperaturlastwechsel angewendet, während einige Forschungsgruppen die Prüfkörper 150 Tage [Kern et Wegner 1998] [Wegner et al. 2002] [Wolfart et al. 2007] oder sogar 180 Tage [Blatz et al. 2004] [Blatz et al. 2007] [Oyagüe et al. 2009/b] künstlich im Wasserbad alterten. Wegner et al. benutzen sogar zwei Jahre Wasserbad und 37500 Temperaturlastwechsel zur Alterung. [Wegner et Kern 2000]

Zum besseren Vergleich wären für unsere Untersuchung ebenfalls Versuchsreihen mit 150 oder 180 Tagen Wasserbad interessant. Dies gilt ebenso für die anderen Studien.

Scherversuch:

Bei dieser Studie wurde der Scherversuch zur Untersuchung des Verbunds von Kompositzementen und Zirkoniumdioxidkeramik angewendet.

Adhäsivkonstruktionen sind im Mund sowohl Zug- als auch Scherkräften ausgesetzt. Daher stellt der Schertest meist eine praxisnahe Belastung dar. [Beldner et Marx 1992] [Marx et Haass 1992]

Bei Adhäsivrestaurationen ist vor allem die Oberflächenbearbeitung entscheidend. Allerdings spricht laut Marx der Zugtest sensibler auf Änderungen in der Oberfläche an, als der Schertest. [Beldner et Marx 1992] [Kerschbaum et al. 1995] Außerdem kann bei hoher Verbundfestigkeit die Scherbelastung nicht mehr auf die Grenzfläche übertragen werden und es kommt zum Versagen im Kunststoff. Folglich begünstigt laut Marx der Scherversuch eher ein kohäsives Versagen, während der Zugtest eher ein adhäsives Versagen fördert. [Marx et Haass 1992] [Kerschbaum et al. 1995] Dies konnte in unseren Untersuchungen jedoch nicht beobachtet werden. Tiller hingegen misst dem Scherversuch die größte praktische Bedeutung zu. [Tiller et al. 1988] [Eichner et Kappert 2005] Allerdings ist zu beachten, dass die Verbundfestigkeit von der Größe der Grenzfläche beeinflusst wird. Am Rand der Verbundfläche wirken höhere Kräfte als im Zentrum, somit ist die gemessene Scherkraft abhängig von der abzuscherenden Länge. Außerdem ist sie umso größer je kleiner die Grenzfläche ist. Des Weiteren spielt die Vorschubgeschwindigkeit der Prüfmaschine eine Rolle. Die Stempelvorschubgeschwindigkeit muss gering genug sein, um den Aufbau eines stationären Kraftfeldes zu ermöglichen. Die hier verwendete Geschwindigkeit von 1 mm/min ist dabei ausreichend. Zusätzlich werden bei angerauten Oberflächen die Kräfte teilweise durch auftretende Zug- und Druckkräfte senkrecht zur Grenzfläche verbraucht. [Tiller et al. 1988]

Des Weiteren spielt die Zugfestigkeit des Plättchenmaterials beim Scherversuch eine Rolle. Della Bona et al. stellten fest, dass bei der Zylinder-auf-Plättchen-Versuchsanordnung große Zugkräfte im Plättchen nahe der Grenzfläche erzeugt werden. Bei Materialien mit geringer Zugfestigkeit, wie z.B. Feldspatkeramik, kann es daher zu einem kohäsiven Bruch innerhalb des Plättchens und nicht innerhalb der Verbundfläche kommen. Dies bedeutet, dass in diesem Fall nicht die Verbundfestigkeit sondern die Zugfestigkeit des Plättchenmaterials gemessen wird. [Della Bona et Van Noort 1995] Dieser Sachverhalt dürfte hier allerdings keine Rolle spielen, da die Zugfestigkeit von Zirkoniumdioxidkeramik deutlich größer ist, als die von Feldspatkeramik und in dieser Studie auch kein kohäsiver Bruch innerhalb der Keramik stattgefunden hat.

Besonders entscheidend ist beim Scherversuch der Abstand von Grenzfläche und Kraftansatzpunkt. Je größer dieser ist, desto größer wird das auftretende Biegemoment, und desto inhomogener ist die Spannungsverteilung an der Grenzfläche. [Van Noort et al. 1989] Durch eine Verzerrung der Zylinder kann der Abstand des Kraftansatzpunktes variieren, somit die Ergebnisse verfälschen und eine größere Streuung verursachen. Abb. 37 soll diesen Aspekt graphisch veranschaulichen. Da die Zylinder durch Handarbeit hergestellt

wurden, ist in jedem Fall mit einer Verzerrung zu rechnen. Eine Alternative können Zylinder sein, die industriell mit einer Drehmaschine hergestellte werden.

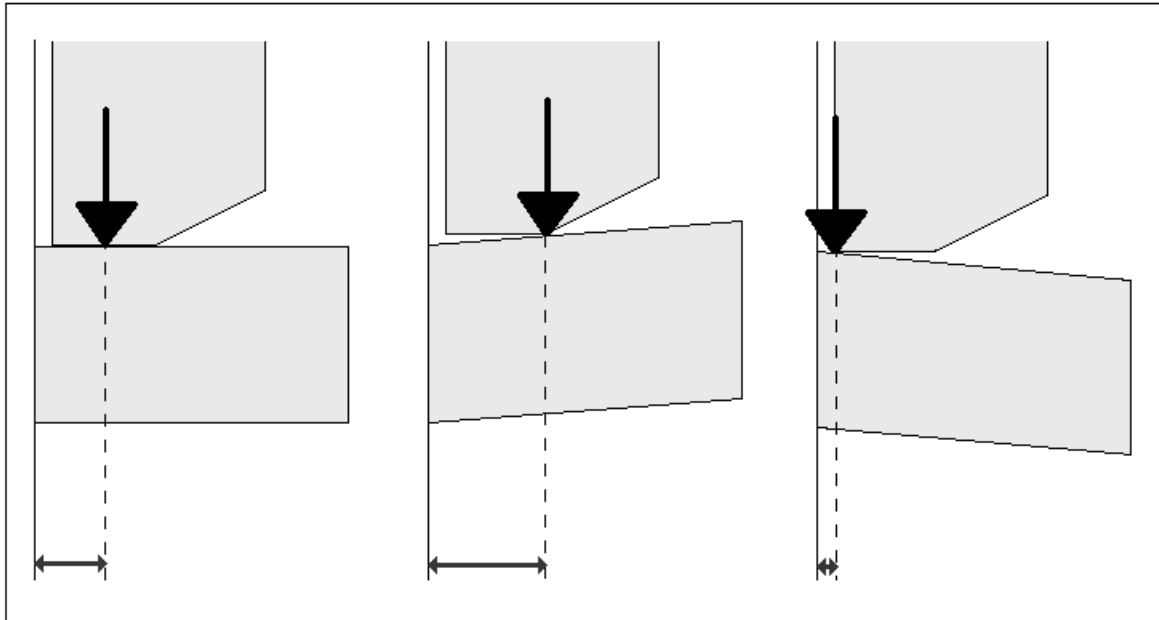
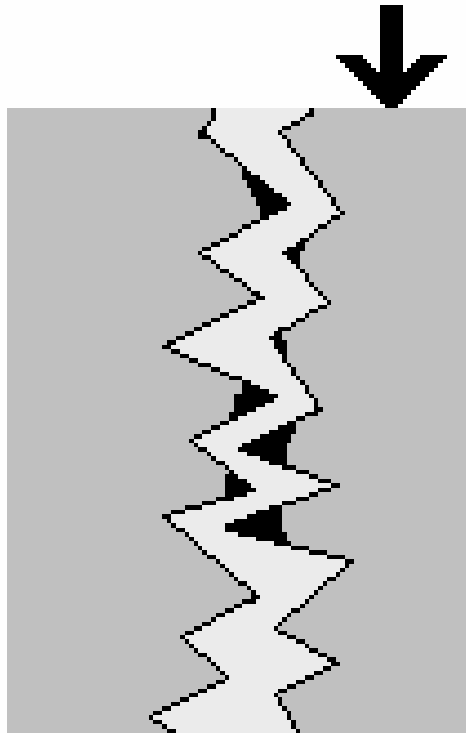


Abbildung 37: Durch eine Verzerrung des Zylinders kann der Abstand des Kraftansatzpunktes variieren.

Ebenso kann der Scherversuch durch die Rauigkeit der Prüfkörper beeinflusst werden. Die Rauigkeit wird in dieser Untersuchung durch die Korngröße des Strahlguts bestimmt. Um eine Analogie mit dem Rocatec™-Verfahren (Rocatec™ Pre = 110 µm) herzustellen, wurden 120 µm gewählt. Wie in Abb. 38 zu sehen ist, kann die hohe Rauigkeit zu einer Verhakung zwischen den Klebeflächen führen. Dadurch wird der Bruchzeitpunkt verzögert oder, wenn Spitzen brechen, beschleunigt. Die Folge sind eine hohe Streuung und wenig signifikante Unterschiede, was auch in unserer Studie auffällt.



*Abbildung 38: Verhakung der Klebeflächen
als Ursache der hohen Rauigkeit*

Weitere Tests zur Verbundprüfung sind der Zugversuch [Kern et Wegner 1998] [Wegner et Kern 2000] [Friederich et Kern 2002] [Wegner et al. 2002] [Kim et al. 2005] [Wolfart et al. 2007] [Lohbauer et al. 2008], der Mikrozugversuch [Valandro et al. 2005] [Aboushelib et al. 2007] [Oyagüe et al. 2009/b] [Oyagüe et al. 2009/a], der Dreipunkt-Biegeversuch [Edelhoff et al. 2000] oder der Ring-Durchstoßversuch. Bei letzterem haben allerdings die chemische und mikromechanische Haftung eine untergeordnete Rolle, da der Ring als zusätzliche Retention dient. Die Folge ist, dass bei dieser Versuchsanordnung adhäsive und konventionelle Befestigung gleich erfolgreich sind. [Göbel et al. 1998]

Da jeder Prüftest ganz spezifische Eigenschaften hat, sind die Ergebnisse untereinander nicht vergleichbar. Nur innerhalb eines Prüfprogramms sind vergleichende Aussagen möglich. [Tiller et al. 1988] [Eichner et Kappert 2005]

6.2 Diskussion der Ergebnisse

6.2.1 Kontrollgruppe: Variolink® II (ohne Haftvermittler)

Die Serie 14 diente in dieser Studie als Kontrollgruppe. Hier wurde das Befestigungskomposit Variolink® II pur, ohne Bonding oder zusätzlichen Haftvermittler, auf die Keramikplättchen aufgetragen. Die künstliche Alterung bewirkte einen signifikanten Abfall der Scherfestigkeit auf 5 – 6 MPa. Somit hatte diese Serie, gemeinsam mit Serie 5 (Maxcem™) und Serie 9 (Panavia™ F2.0 + ED Primer II) die niedrigsten Haftwerte.

Dies zeigt, dass für Befestigungskomposite ohne adhäsive Gruppen bzw. selbstadhäsives Monomer Korundstrahlen keine ausreichende Konditionierung darstellt. Ähnliche Resultate erzielten sowohl zahlreiche Langzeit-Studien [Kern et Wegner 1998] [Wegner et Kern 2000] [Wegner et al. 2002] [Blatz et al. 2007] [Wolfart et al. 2007] als auch Untersuchungen mit kurzer Alterungsperiode [Lüthy et al. 2006] [Lohbauer et al. 2008] [Nothdurft et al. 2008]. Auch die Anwendung eines dünnfließenden Bondings konnte keine ausreichenden Verbundwerte bewirken. [Kern et Wegner 1998] [Wegner et al. 2002] [Wolfart et al. 2007] [Blatz et al. 2007] Ebenso konnten bei Studien mit hochfester Aluminiumoxidkeramik nur geringe Haftwerte festgestellt werden. [Friederich et Kern 2002] [Hummel et Kern 2004] [Piwowarczyk et al. 2004] Nach Dérand et al. ist mittels aufgesinteter Glasperlen oder mit Plasmaspray eine Verbesserung des Haftverbunds möglich. [Dérand et al. 2005]

Somit ist eindeutig, dass für einen adäquaten Verbund mit Zirkoniumdioxidkeramik nicht auf die Anwendung zusätzlicher Haftvermittler bzw. Konditionierungsverfahren verzichtet werden kann.

6.2.2 Serien mit selbstadhäsivem Befestigungskomposit

Serie 5: Maxcem™

Das Kompositzement Maxcem™ erreichte in dieser Studie, im Vergleich mit den anderen Serien, nach Alterung die geringsten Haftwerte (3 MPa nach 90d). Thermocycling bewirkte sogar eine Spontanablösung. Senyilmaz et al. stellten bereits nach 1000 Temperaturlastwechsel ebenfalls sehr geringe Verbundwerte von Maxcem™ auf Zirkoniumdioxidkeramik fest. [Senyilmaz et al. 2007] Dies zeigt, dass die künstliche Alterung

einen erheblichen Einfluss auf das Material besitzt. Folglich scheint Maxcem™ zur Zementierung von Zirkonoxidkeramik nicht geeignet zu sein.

Serie 6: Multilink® Sprint

Multilink® Sprint hatte nach Alterung in dieser Untersuchung die höchsten Scherfestigkeitswerte von 36 MPa (90d) bzw. 42 MPa (TC). Nach 30d konnte ein Minimum von 24 MPa beobachtet werden. Eine Ursache dafür können, aufgrund der langsamen Diffusion, unterschiedliche Wassermengen in der Klebeschicht sein. Der ungleichmäßige Wassergehalt erzeugt Spannungen, die den Verbund schwächen. [Pospiech 1999] Die endgültige und höhere Verbundfestigkeit wird erst später erreicht. Dies deutet auf einen stabilen Verbund in feuchter Umgebung hin. [Beldner et Marx 1992]

Da keine weiteren vergleichbaren Studien zur Verfügung stehen, ist eine Wertung dieser Ergebnisse nicht möglich.

Serie 8: Panavia™ F2.0

Das Befestigungskomposit Panavia™ F2.0 enthält das Phosphatmonomer MDP, welches eine chemische Affinität zu Zirkonoxid besitzt. Dabei sollen Hydroxylgruppen des MDPs mit Hydroxylgruppen an der Oberfläche der Zirkonoxidkeramik reagieren. [Yoshida et al. 2006] Das Material wurde hier sowohl pur (Serie 8) als auch mit Haftvermittler (Serie 9 und 10) angewendet.

Auch nach künstlicher Alterung zeigte Panavia™ F2.0 stabile Scherfestigkeitswerte von 24 MPa (90d) bzw. 28 MPa (TC). Nach 30 Tagen Wasserbad ist ebenfalls ein Minimum bei der Verbundfestigkeit zu erkennen. Dies deutet, wie oben bereits erwähnt, auf Spannungen wegen des ungleichmäßigen Wassergehalts hin.

Dauerhaft stabile Haftfestigkeitswerte mit MDP-haltigen Kompositzementen konnten ebenfalls in zahlreichen anderen Studien nachgewiesen werden. Dabei waren häufig diese Befestigungskomposite sowohl in Langzeitstudien [Kern et Wegner 1998] [Wegner et Kern 2000] [Wolfart et al. 2007] als auch in Untersuchungen mit kurzer Alterungsperiode [Lüthy et al. 2006] den anderen verwendeten Materialien bzw. Konditionierungsverfahren überlegen. Zu einem gegenteiligen Ergebnis kamen Atsu et al. und Kumbuloglu et al [Atsu et al. 2006] [Kumbuloglu et al. 2006.] Allerdings waren bei diesen Untersuchungen die Alterungszeiträume mit 7d bzw. 24h nur kurz.

Auch bei der Verwendung von hochfester Aluminiumoxidkeramik waren Befestigungskomposite mit MDP, im Vergleich zur Rocatec™-Konditionierung oder anderen Kompositzementen, in verschiedenen Studien überlegen. [Friederich et Kern 2002] [Piwowarczyk et al. 2004] Im Gegensatz dazu konnten Hummel und Kern auch mit Alloy Primer und Monobond S (beide kombiniert mit Heliobond und Variolink®II) vergleichbare Haftwerte wie mit Panavia™21 erreichen [Hummel et Kern 2004] Valandro et al. konnten bei Panavia™ F die Mikrozugfestigkeit mittels Rocatec™ und CoJet™ steigern. [Valandro et al. 2005]

Die Ergebnisse unserer Untersuchung, sowie die der meisten anderen Studien bestätigen somit die Affinität von MDP und Zirkoniumdioxid- bzw. Aluminiumoxidkeramik. Auch bei unterschiedlichem Versuchsdesign scheinen Panavia™, Panavia™ 21, Panavia™ F oder Panavia™F2.0 einen dauerhaft stabilen Verbund zu Oxidkeramik zu erreichen. Zu beachten ist jedoch dass hier nur in-vitro-Studien untersucht wurden und somit der klinische Erfolg nicht bewiesen ist.

Serien 11 und 12: Rely X™ Unicem Clicker™ und Rely X™ Unicem Aplicap

Das selbstadhäsive Befestigungskomposit Rely X™ Unicem wurde sowohl manuell (Serie 11), als auch in einer Kapsel (Serie 12) angemischt. Nach unterschiedlicher Alterung sowie zwischen den beiden Serien konnten keine signifikanten Unterschiede festgestellt werden. Die Mischart besitzt somit keinen Einfluss auf die Verbundfestigkeit.

Nach 30d erreichte Rely X™ Unicem in beiden Serien die maximale Haftfestigkeit. Das Maximum kann daran liegen, dass die Endhärte nach 24 h noch nicht erreicht ist, oder dass die Wasseraufnahme bei diesem Material eher zum Spannungsabbau führt.

Auch nach Langzeit-Alterung und Thermocycling waren die Haftwerte stabil und reichten von 22 bis 25 MPa.

In anderen Studien konnten mit Rely X™ Unicem ebenfalls stabile Verbundwerte auf Zirkoniumdioxidkeramik [Lüthy et al. 2006] [Senyilmaz et al. 2007] sowie auf Aluminiumoxidkeramik [Piwowarczyk et al. 2004] festgestellt werden.

Folglich konnten bisher in vergleichbaren Untersuchungen nur positive Resultate festgestellt werden. Es bleibt jedoch offen, ob klinische Tests diese viel versprechenden Ergebnisse bestätigen. Bezüglich der idealen Konditionierung (mit oder ohne Silikatisierung) besteht allerdings Uneinigkeit. Auf diesen Sachverhalt wird jedoch im Folgenden näher eingegangen.

6.2.3 Serien mit Haftvermittler

Serie 1: Calibra™ + Calibra™ silane + XP Bond™

Serie 1 hatte auch nach künstlicher Alterung stabile Haftwerte von 19 MPa (90d) bzw. 20 MPa (TC).

Im Gegensatz dazu stellten Oyagüe et al. bei Calibra™ in Kombination mit einem Silan auf korundgestrahlter Zirkonoxidkeramik nach 6 Monaten Wasserbad eine spontane Ablösung fest. [Oyagüe et al. 2009/b]

Bei unserer Untersuchung wurde allerdings zuerst das Adhäsiv und anschließend das Silan aufgetragen. Somit kann lediglich die Kombination der beiden Präparate als erfolgreich beurteilt werden.

Aufgrund der unterschiedlichen Resultate sollten vor eine Empfehlung weitere Studien abgewartet werden.

Serien 3 und 4: Zirkonoxidzement (manuell gemischt/ Mischkanüle) + Zirkonoxidprimer

Die Alterung im Wasserbad führte bei dieser Materialkombination zu einem deutlichen Abfall der Scherfestigkeit, bei Serie 3 sogar signifikant. Die Werte liegen bei 19 MPa (Serie3) und 17 MPa (Serie 4).

Bei Serie 10 konnten in Kombination mit Panavia™ F2.0 mit demselben Primer höhere Verbundwerte erzielt werden (25 MPa). Somit ist festzustellen, dass nicht allein der Primer sondern die Kombination aus Zement und Haftvermittler für den Verbund entscheidend sind. Außerdem konnte gezeigt werden, dass eine manuelle Anmischung nicht zwangsläufig zu schlechteren Haftfestigkeitswerten führt.

Da es sich um experimentelle Materialien handelt, sind in der Literatur keine weiteren Studien zu finden.

Serie 9: Panavia™ F2.0 + ED Primer II und Serie 10 Panavia™ F2.0 + Zirkonoxidprimer

Panavia™ F2.0 wurde sowohl pur als auch mit Haftermittler angewendet. In Serie 9 bewirkte die Kombination mit ED Primer II einen signifikanten Abfall der Scherfestigkeit auf 5 MPa

nach 90 d Wasserbad. Auffällig ist, dass Thermocycling keinen Abfall der Haftwerte bewirkte. Dies zeigt, dass hier die Dauer der Alterung einen größeren Einfluss besitzt als die Temperaturlastwechsel. Da der ED Primer II ebenfalls das adhäsive Monomer MDP enthält, ist zu sehen, dass dieses Molekül allein kein Garant für einen dauerhaften Verbund ist. Ebenfalls konnten Senyilmaz et al. mit ED Primer II/ Panavia™ F2.0 bereits nach 24h ebenfalls einen signifikanten Abfall der Scherfestigkeit beobachten. [Senyilmaz et al. 2007]

Serie 10 mit Zirkonoxidprimer hatte auch nach Alterung stabile Haftwerte von 26 MPa (90d) und 23 MPa (TC). Diese Werte entsprechen denen ohne zusätzlichen Haftvermittler.

Somit konnte in dieser Studie durch die Anwendung zusätzlicher Haftvermittler nicht profitiert werden. Dies kann durch die Literatur nur zum Teil bestätigt werden. Während Atsu et al. bei Panavia™ durch die Anwendung zusätzlicher Haftvermittler keine Erhöhung der Haftwerte erreichen konnte, erzielten Blatz et al. und Edelhoff et al. eine Verbundsteigerung. [Edelhoff et al. 2000] [Blatz et al. 2004] [Atsu et al. 2006]

Serie 16: Multilink® + SR-Link

Serie 16 hatte nach Alterung stabile Haftwerte von 24 MPa (90d) bzw. 23 MPa (TC). Der Verbund wird dabei durch die Phosphatester des Haftvermittlers bewirkt. [SR Link EG-Sicherheitsdatenblatt 2004] Die geringste Scherfestigkeit ist mit 13 MPa nach 30d zu finden. Dies liegt mutmaßlich an Spannungen in der Klebeschicht, die durch den ungleichmäßigen Wassergehalt verursacht werden. [Pospiech 1999]

Lohbauer et al. konnte bei Multilink® mittels Rocatec™ und Silan oder Piranha-Lösung und Silan eine Verbundsteigerung beobachten. Allerdings wurde in dieser Studie keine künstliche Alterung durchgeführt. [Lohbauer et al. 2008]

Vergleichbare Untersuchungen mit SR-Link sind in der Literatur nicht zu finden. Anhand unserer Ergebnisse scheint die Kombination mit Multilink jedoch erfolgreich zu sein.

6.2.4 Serien mit Rocatec™

Die Silikatisierung und anschließende Silanisierung erfolgte in Kombination mit den Zementen Calibra™ (Serie 2), Multilink® Sprint (Serie 7), Rely X™ Unicem (Serie 13) und Variolink® II (Serie 15).

Bei allen vier Serien war die Verbundfestigkeit nach 30 Tagen Wasserbad am größten. Dies deutet darauf hin, dass der zunehmende Wassergehalt in der Klebeschicht zunächst eher stabilisierend wirkt. Eine weitere Möglichkeit ist, dass die Ausbildung der Silanolbrücken länger als 24 h dauert und somit nach dieser Zeit die maximale Verbundfestigkeit noch nicht erreicht ist.

Nach Thermocycling und Langzeitwasserlagerung haben alle Serien eine stabile Scherfestigkeit von über 20 MP.

Bei Variolink® II (Serie 15) konnte (im Gegensatz zu den drei anderen Serien) die Haftfestigkeit durch tribochemische Beschichtung signifikant gesteigert werden. Dies konnte ebenfalls in einer Studie von Nothdurft et al. beobachtet werden. [Nothdurft et al. 2008]

Bei Calibra™ (Serie 2) führte die Silikatisierung zu keiner Veränderung der Scherfestigkeit. Die Werte sind nach Alterung stabil, entsprechen aber denen der Serie 1. In einer Untersuchung von Oygüer et al. lösten sich nach Alterung die Prüfkörper nach Verwendung von Supradental mit Calibra™ und Silan spontan ab. [Oygüer et al. 2008 B]

Bei Multilink® Sprint (Serie 7) konnte die Scherfestigkeit durch Rocatec™ ebenfalls nicht zusätzlich gesteigert werden. Vergleichbare Resultate aus der Literatur sind nicht vorhanden.

Auch bei Rely X™ Unicem (Serie 13) bewirkte die zusätzliche Vorbehandlung keine Verbesserung der Haftwerte. In der Fachliteratur wurden sowohl Verbundsteigerung [Kumbuloglu et al. 2006] [Blatz et al. 2007] als auch keine Veränderung [Senyilmaz et al. 2007] [Nothdurft et al. 2008] bzw. Verringerung der Haftfestigkeit [Oygüer et al. 2008/b] nach tribochemischer Beschichtung festgehalten.

In vielen Studien wurde die tribochemische Beschichtung (Rocatec™, CoJet™) mit einem Produkt der Panavia™-Serie kombiniert. Dabei konnten Atsu et al. eine signifikante Steigerung der Scherfestigkeit beobachten. [Atsu et al. 2006] Im Gegensatz dazu erkannten Blatz et al. und Nothdurft et al. keine Steigerung der Verbundwerte. [Blatz et al. 2007] [Nothdurft et al. 2008] Senyilmaz et al. stellten nach künstlicher Alterung sogar einen signifikanten Abfall der Scherfestigkeit fest. [Senyilmaz et al. 2007]

Des Weiteren konnten Göbel et al. (Rocatec™ + Twinlook) und Kim et al. (Rocatec™ soft + OneStep) positive Resultate bei der Anwendung von Rocatec™ beobachten. [Göbel et al. 1998] [Kim et al. 2005]

Bei Kombination von diversen Befestigungskompositen mit tribochemischer Beschichtung konnten im direkten Vergleich mit Panavia™ sowohl schlechtere [Kern et Wegner 1998] [Wegner et Kern 2000] [Wegner et al. 2002] [Lüthy et al. 2006], als auch höhere [Edelhoff et al. 2000] [Kumbuloglu et al. 2006] [Lohbauer et al. 2008] Haftwerte erzielt werden.

Ebenso uneinheitlich sind die Ergebnisse bei Verwendung von Aluminiumoxidkeramik. Während Valandro et al. [Valandro et al. 2005] bei Rocatec™ und CoJet™ eine Steigerung der Verbundwerte beobachteten, konnten Friederich et Kern [Friederich et Kern 2002] und Hummel et Kern [Hummel et Kern 2004] keine positiven Resultate feststellen.

Aufgrund der zahlreichen unterschiedlichen Resultate, die in der Literatur beschrieben wurden, kann die tribochemische Beschichtung von hochfester Oxidkeramik nur bedingt empfohlen werden. Es fällt jedoch auf, dass bei Langzeitstudien (Alterung 2-24 Monate) die negativen Ergebnisse überwiegen. Allerdings sollte beachtet werden, dass ein Großteil davon zur gleichen Forschungsgruppe (Kern et. al.) gehört. Bei diesen Studien wurde immer ein Zugversuch angewendet. Mutmaßlich schneidet Rocatec™ bei dieser Testgeometrie eher schlechter ab.

6.2.5 Diskussion des Bruchverhaltens

Betrachtet man das Bruchverhalten in Abhängigkeit von der Scherfestigkeit, so fällt auf, dass Serien mit ausschließlich adhäsivem Bruchverhalten nicht zwangsläufig niedrigere Scherfestigkeitswerte aufweisen, als Serien mit cohäsiven oder Mix-Brüchen. Allerdings ist die Spannweite der Ergebnisse der Serien mit adhäsivem Bruchmuster niedriger als die Spannweite der mittleren Scherfestigkeitswerte der anderen Serien. Tabelle 41 zeigt die Spannen der Scherfestigkeitswerte in Abhängigkeit vom Bruchverhalten.

Tabelle 41: Scherfestigkeitswerte bei adhäsivem und cohäsivem (mix) Bruchverhalten

	mittlere Scherfestigkeitswerte der Serien mit rein adhäsivem Bruchverhalten	mittlere Scherfestigkeitswerte der Serien mit cohäsivem und Mix -Brüchen
24 h Wasserbad	17-23 MPa	20-37 MPa
30 d Wasserbad	3-37 MPa	5-46 MPa
90 d Wasserbad	3-26 MPa	17-36 MPa
Thermocycling	0-42 MPa	20-45 MPa

Des Weiteren nimmt die Anzahl der Serien mit cohäsivem Bruchverhalten mit zunehmender Alterung kontinuierlich ab. Einzig Multilink® Sprint in Kombination mit Rocatec™ hat bei allen vier Versuchsreihen einen Anteil an cohäsiven Brüchen. Maxcem™ und alle drei Serien mit Panavia™ F2.0 weisen ausschließlich adhäsive Brüche auf. Dies widerspricht den Ergebnissen von einigen anderen Studien, bei denen bei Panavia™ hauptsächlich cohäsive Brüche gefunden wurden. [Kern et Wegner 1998] [Wegner et Kern 2000] [Wegner et al. 2002] [Lüthy et al. 2006] [Wolfart et al. 2007] Kumbuloglu et al. und Blatz et al. konnten ebenfalls nur adhäsives Bruchverhalten bei Panavia F feststellen. [Blatz et al. 2004] [Kumbuloglu et al. 2006]

Allgemein wurde bei unserer Untersuchung überwiegend ein adhäsives Bruchmuster beobachtet. Dies ist eigentlich ein Zeichen für eine geringe Oberflächenhaftung., während cohäsive Brüche hohe Haftkräfte symbolisieren. [Behr et al. 2005] Die Scherfestigkeitswerte in unserer Studie sind jedoch relativ hoch. Dies bedeutet, dass Bruchmuster und Scherkräfte eigentlich nicht zueinander passen.

Somit ist die Bruchart vermutlich nicht unbedingt ein Indikator für die Höhe der Verbundfestigkeit. Vielmehr scheinen die Testgeometrie oder Fehlstellen in der Verbundschicht eine Rolle für den Ort des Versagens zu spielen. Nach Marx et Haass würde der Zugtest die adhäsiven Eigenschaften eines Verbundsystems besser widerspiegeln als der hier verwendete Scherversuch. Beim Schertest kann durch erhöhte Spannungen innerhalb der Zementschicht die Scherkraft schlechter auf die Klebefläche übertragen werden. [Marx et Haass 1992] [Behr et al. 2005] Außerdem kann, wie bereits erwähnt, eine Verhakung der Fügeflächen die Scherfestigkeit fälschlicherweise erhöhen.

7. Zusammenfassung

Das Ziel dieser In-vitro Studie bestand darin, den Verbund von Befestigungskompositen und Zirkoniumdioxidkeramik weiter zu untersuchen. Dazu wurden Plättchen aus der Zirkonoxidkeramik Cercon® Base und Zylinder aus Cobalt-Chrom-Molybdän-Stahl hergestellt. Diese wurden anschließend mit unterschiedlichen Befestigungskompositen miteinander verklebt. Zusätzlich wurden Oberflächenkonditionierung der Keramik, sowie Haftvermittler variiert. Es kamen selbstadhäsive Kompositzemente, konventionelle Befestigungskomposite und Kunststoffzemente mit adhäsivem Phosphatmonomer zur Anwendung. Außerdem wurde eine tribochemische Beschichtung mit dem Rocatec™-System durchgeführt. Im Anschluss wurden die Prüfkörper 24h, 30d oder 90d in 37°C warmem Wasserbad gealtert. Des Weiteren wurde eine Serie mit 12000 Temperaturlastwechsel (5°C - 55°C) durchgeführt. Nach der künstlichen Alterung wurde schließlich mit einer Universalprüfmaschine ein Druck-Scherversuch durchgeführt und die Scherfestigkeit berechnet.

Nach 90d Wasserbad erzielten Multilink® Sprint (pur oder mit Rocatec™) sowie Variolink® II mit Rocatec™ die besten Ergebnisse mit mittleren Scherfestigkeiten von über 35 MPa. Die geringsten Haftwerte (<6 MPa) wurden bei Maxcem™, Variolink® II (pur) und Panavia™ F2.0 mit ED Primer II festgestellt. Alle anderen Gruppen lieferten Werte zwischen 16 und 26 MPa. Es wurden vier verschiedene Kompositzemente (Calibra™, Multilink® Sprint, Rely X™ Unicem, Variolink® II) in Kombination mit dem Rocatec™-Verfahren angewendet. Allerdings konnte dadurch nur bei Variolink® II die Scherfestigkeit signifikant gesteigert werden. Bei den anderen drei Gruppen wurden ähnliche Ergebnisse wie bei den entsprechenden Materialien ohne Rocatec™ festgestellt.

Somit erscheinen nur die drei Materialien bzw. Materialkombinationen mit Scherfestigkeiten unter 6 MPa als ungeeignet. Alle anderen Gruppen erzielten nach 90d Wasserbad akzeptable Scherfestigkeiten von über 16 MPa. Man sollte jedoch beachten, dass die Ergebnisse einer großen Streuung unterlagen und nur wenig signifikante Unterschiede beobachtet wurden. Die Ursache liegt vermutlich in der Testgeometrie. Beim Scherversuch kann die Kraft durch Spannungen innerhalb der Klebeschicht nur schlecht auf die Verbundfläche übertragen

werden. Des Weiteren ist, bedingt durch die hohe Rauigkeit, ein Verhaken der Fügeflächen möglich. Eine Wiederholung der Untersuchung mit einem Zugversuch wäre daher interessant. Ferner können nur klinische Langzeit-Untersuchungen den Erfolg der Materialien sicher nachweisen.

8. Literaturverzeichnis

Abboud M, Stark H.

Vollkeramische Restaurationen im Front- und Seitenzahnbereich.

Quintessenz 2003; 54: 1295-1302

Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ.

Selective infiltration-etching technique for a strong and durable bond of resin cements to zirconia-based materials.

J Prosthet Dent 2007; 98: 379-388

Aboushelib MN, Matinlinna JP, Salameh Z, Ounsi H.

Innovations in bonding to zirconia-based materials: Part I.

Dental Materials 2008; 24: 1268-1272

Atsu SS, Kilicarslan MA, Kucukesmen HC., Aka PS.

Effect of zirconium-oxide ceramic surface treatments on the bond strength to adhesive resin.

J Prosthet Dent. 2006; 95: 430-436

Behr M.

Adhäsiv oder konventionell zementieren.

ZM 2007; 97: 40-44

Behr M, Rosentritt M.

Zemente in der Zahnmedizin.

Quintessenz 2003; 54: 829-837

Behr M, Rosentritt M, Bettermann K, Handel G.

Influence of electron beam irradiation on the alloy-to-resin bond strength.

Eur J Oral Sci 2005; 113: 429-435

Beldner W, Marx R.

Silikatisieren als Oberflächenkonditionierung von Metallen für den hydrolysebeständigen Verbund mit Kunststoff.

Quintessenz 1992; 43: 103-115

Blatz MB, Chiche G, Holst S, Sadan A.

Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia.

Quintessence Int 2007; 38: 745-753

Blatz MB, Sadan A, Kern M.

Resin-ceramic bonding: a review of the literature.

J Prosthet Dent 2003; 89: 268-274

Blatz MB, Sadan A, Martin J, Lang B;

In vitro evaluation of shear bond strengths of resin to densely-sintered high-purity zirconium-oxide ceramic after long-term storage and thermal cycling.

J Prosthet Dent 2004; 91: 356-362

- Blatz MB, Sadan A, Kern M.
Adhäsive Befestigung silikatkeramischer Restaurationen.
Quintessenz 2002; 53: 827-835
- Bühl A, Zöfel P.
SPSS Version 10 Einführung in die moderne Datenanalyse unter Windows.
7. Auflage, Addison Wesley Verlag, München, 2000, ISBN 3-8273-1673-1
- Caughman WF, Chan DCN, Rueggeberg FA.
Curing potential of dual-polymerizable resin cements in simulated clinical situations.
J Prosthet Dent 2001; 85: 479-484
- Craig RG.
Restaurative Dental Materials.
10 ed. St Louis; CV Mosby, 1997: 44-45, 254
- Della Bona A, Van Noort R.
Shear vs. Tensile Bond Strength of Resin Composite Bonded to Ceramic.
J Dent Res 1995; 74: 1591-1596
- Dérand P, Dérand T.
Bond Strength of Luting Cements to Zirconium Oxide Ceramics.
Int J Prosthodont 2000; 13: 131-135
- Derand T, Molin M, Kvam K.
Bond strength of composite luting cement to zirconia ceramic surfaces.
Dental Materials 2005; 21: 1158-1162
- Derand T, Molin M, Kvam K.
Bond strength of a composite luting agent to alumina ceramic surfaces.
Acta Odontologica Scandinavica 2006; 64: 227-230
- Edelhoff D, Abuzayeda M, Yildirim M, Spiekermann H, Marx R.
Adhäsion von Kompositen an hochfesten Strukturkeramiken nach unterschiedlicher Oberflächenbehandlung.
Dtsch Zahnärztl Z 2000; 55: 617-623
- Eichner K, Kappert HF (Hrsg).
Zahnärztliche Werkstoffkunde und ihre Verarbeitung. Band 1: Grundlagen und Verarbeitung.
8.Auflage, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 2005, ISBN 3-13-127148-5
- Fleischmann W.
Einführung in die Klebetechnik.
Technik in Bayern 2007; 11/3: 8-9
- Frankenberger R, Kern M.
Battle of the Bottles.
ZWL 2004; 05 (*Quelle AG Keramik, keine Seitenangabe*)

- Friederich R, Kern M.
Resin Bond Strength to Desely Sintered Alumina Ceramic.
Int J Prosthodont 2002; 15: 333-338
- Geiselhöringer H, Holst S.
Zementierungsmöglichkeiten hochfester Oxidkeramiken – eine Übersicht über das Procera©-System.
ästhetische zahnmedizin 2007; 10/4: 28-31
- Göbel R, Luthardt R, Welker D.
Experimentelle Untersuchungen zur Befestigung von Restaurationen aus Zirkonoxid und Titan.
Dtsch Zahnärztl Z 1998; 53: 295-298
- Guggenberger R.
Das Rocatec-System – Haftung durch tribochemische Beschichtung.
Dtsch Zahnärztl Z 1989; 44: 874-876
- Hummel M, Kern M.
Durability of the resin bond strength to the alumina ceramic Procera.
Dental Materials 2004; 20: 498-508
- Janda R, Roulet JF, Wulf M, Tiller HJ.
A new adhesive technology for all-ceramics.
Dental Materials 2003;19: 567-573
- Kappert HF, Schreck U, Prünke H, Barucha A, Erpelding E, Banholzer M.
Prüfung von Metall-Kunststoff-Verbundsystemen durch Scher-, Biege- und axialen Zugversuch.
Dtsch Zahnärztl Z 1989; 44: 879-881
- Kelly JR, Derrry I.
Stabalized zirconia as a structural ceramic: An overview.
Dental Materials 2008; 24: 289-298
- Kern M.
Clinical long-term survival of two-retainer and single-retainer all-ceramic resin-bonded fixed partial dentures.
Quintessence Int 2005; 36: 141-147
- Kern M.
Einflügelige Adhäsivbrücken und Adhäsivattachments – Innovation mit Bewährung.
ZM 2005; 95: 54-60
- Kern M, Eschbach S.
Kleben-Neue Wege in der Prothetik.
ZM 2008; 98: 44-50
- Kern M, Kern M.
So hält keramischer Stahl.
Dental Magazin 2008; 1: 28-34

- Kern M, Kerschbaum T.
Adhäsivbrücken, Stellungnahme der DGZMK.
ZM 2007; 97: 60-62
- Kern M, Wegner SM.
Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability.
Dent Mater 1998; 14: 64-71
- Kerschbaum T (Hrsg).
Adhäsivprothetik Brücken Attachments Schienen Veneers.
Urban & Schwarzberg, München, 1995, ISBN 3-541-16541-3
- Kim BK, Bae HE, Shim JS, Lee KW.
The influence of ceramic surface treatments on the tensile bond strength of composite resin to all-ceramic coping materials.
J Prothet Dent 2005; 94: 357-62
- Klink A.
CAD/CAM-Restaurationen aus Zirkonoxid.
ZMK 2006; 22: 268-276
- Kumbuloglu O, Lassila LVJ, User A, Vallittu PK.
Bonding of resin composite luting cements to zirconium oxide by two air-particle abrasion methods.
Oper Dent. 2006; 31: 248-55
- Kunzelmann KH, Kern M.
Adhäsive Befestigung stabilisiert Veneers.
aesthetische Zahnmedizin 2005; 8/4: 34-39
- Kunzelmann KH, Pospiech P, Kern M.
Hat sich Vollkeramik bewährt? Eine Positionspeilung in der Kons und Prothetik.
dentalfresh 2007; 2 *Quelle AG Keramik, keine Seitenangabe*
- Lauer HC.
Vollkeramische Restaurationen in der Hand des Generalisten.
ZM 9/2003 *Quelle zm online, keine Seitenangabe*
- Lauer HC, Weigl P.
Heidemann D (Hrsg.).
Vollkeramische Kronen und Brücken – Potential zur Routinetherapie?.
Deutscher Zahnärztlicher Kalender 2005, Deutscher Zahnärzte Verlag, 2005
- Lohbauer U, Zipperle M, Rischka K, Petschelt A, Müller FA.
Hydroxylation of Dental Zirconia Surfaces: Characterization and Bonding Potential.
J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater 2008; 87B: 461-467
- Ludwig K (Hrsg.).
Lexikon der Zahnmedizinischen Werkstoffkunde.
1. Auflage; Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin, 2005, ISBN 3-87652-310-9

- Lüthy H, Loeffel O, Hammerle CHF.
Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic.
Dental Materials 2006; 22: 195-200
- Manicone PF, Iommetti PR, Raffaelli L.
An overview of zirconia ceramics: Basic Properties and clinical applications.
Journal of Dentistry 2007; 35: 819-826
- Marx R, Haass C.
Zug- oder Schertest – welcher Test ist für den Verbund Metall/Kunststoff aussagekräftiger?.
Dtsch Zahnärztl Z 1992; 47: 165-168
- Matinlinna JP, Heikkinen T, Özcan M, Lassila LVJ, Vallittu PK.
Evaluation of resin adhesion to zirconia ceramic using some organosilanes.
Dental Materials 2006; 22: 824-831
- Mehl A.
CAD/CAM und Keramik Eine Symbiose der neuen Entwicklungen.
Ästhetische Zahnmedizin 2004; 5: 260-267
- Mehl C, Sommer T, Kern M.
Einflügelige vollkeramische Adhäsivbrücken – minimalinvasive Ästhetik.
aesthetische zahnmedizin, 2007; 10/4: 22-27
- Mörmann WH, Ender A, Durm E, Michael J, Wolf D, Bindl A.
Zirkonoxidgerüste bei Kronen und Brücken: aktueller Stand.
Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift 2007; 62: 141-148
- Nothdurft FP, Motter PJ, Pospiech PR.
Effekt of surface treatment on the initial bond strength of different luting cements to zirconium oxide ceramic.
Clin Oral Investig 2008; Aug 30. [Epub ahead of print]
- Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R.
Influence of surface treatments and resin cement selection on bonding to densely-sintered zirconium-oxide ceramic.
Dental Materials 2009; 25: 172-179 (a)
- Oyagüe RC, Monticelli F, Toledano M, Osorio E, Ferrari M, Osorio R.
Effect of water aging on microtensile bond strength of dual-cured resin cements to pre-treated sintered zirconium-oxide ceramics.
Dental Materials 2009; 25: 392-399 (b)
- Özcan M, Pfeiffer P, Nergiz I.
A brief history and current status of metal- and ceramic surface-conditioning concepts for resin bonding in dentistry.
Quintessenz Int 1998; 29: 713-724
- Özcan M, Vallittu PK.
Effect of surface conditioning methods on the bond strength of luting cement to ceramics.
Dental Materials 2003; 19: 725-731

Pearson GJ.

Long term water sorption and solubility of composite filling materials.

J Dent 1979; 7: 64-86

Phark J, Duarte S, Blatz M, Sadan A.

An in vitro evaluation of the long-term resin bond to a new densely sintered high-purity zirconium-oxide ceramic surface.

J Prosthet Dent 2009; 101: 29-38

Pilathadka S, Vahalová D, Vosáhlo T.

The Zirconia: a new Dental Ceramic Material. An Overview.

Prague Medical Report 2007; 108: 5-12

Piwowarczyk A, Lauer HC, Sorensen JA.

In vitro shear bond strength of cementing agents to fixed prosthodontic restorative materials.

J Prosthet Dent 2004; 92: 265-73

Pospiech P.

Werkstoffkundliche und klinische Untersuchungen zur vollkeramischen Klebebrücke, (Habilitationsschrift).

Quintessenz-Verlags-GmbH., Berlin, 1999, ISBN 3-87652-406-7

Pospiech P, Tinschert J, Raigrodski A.

Keramik – Vollkeramik.

Ein Kompendium für keramikgerechte Anwendung vollkeramischer Systeme in der Zahnmedizin

3M ESPE, Ref. Type Catalog, 2004

Pröbster L, Groten M.

VITA Vollkeramik, VITA In-Ceram®, Leitfaden für vollkeramische Restaurationen in der zahnärztlichen Praxis.

3. Auflage, Nr. 1323, Stand 07-08

Pröbster L, Groten M.

Vollkeramische Restaurationssysteme für die zahnärztliche Praxis.

aesthetische Zahnmedizin 2006; 9/3: 8-15

Raigrodski AJ.

Contemporary materials and technologies for all-ceramic fixed partial dentures: A review of the literature.

J Prosthet Dent 2004; 92: 557-562

Reiber T, Gehre G, Reich S.

Vollkeramik – was ist reif für die Praxis?.

ZBB (Zahnärzteblatt Brandenburg) 2008; 3: 16-20

Reich S, Wichmann M, Lohbauer U.

Vollkeramische Restaurationen – Eine Übersicht.

ZAHN PRAX 2005; 7,8: 370-373

Rosenstiel SF, Land MF, Crispin BJ.
dental luting agents: a review of the current literature.
J Prosthet Dent 1998; 80: 280-301

Schirra C, Hegenbarth EA.
Individuell CAD/CAM-hergestellte Aluminiumoxidkeramikprothesen für vollkeramische
Restorationen auf Zähnen und Implantaten.
Quintessenz 1998; 49: 33-42

Schweiger M.
Zirkondioxid Hochfeste und bruchzähe Strukturkeramik.
Ästhetische Zahnmedizin 2004; 5: 248-257

Senyilmaz DP, Palin WM, Shortall ACC, Burke FJT.
The Effect of Surface Preparation and Luting Agent on Bond Strength to a Zirconium-based
Ceramic.
Operative Dentistry 2007; 32: 623-630

Stawarczyk B, Trottmann A, Fischer J.
Bruchlast konventionell oder mittels CAD/CAM hergestellter Brücken-Provisorien.
Quintessenz Zahntechnik 2008; 34: 412-421

Strub JR, Türp JC, Witkowski S, Hürzeler MB, Kern M.
Curriculum Prothetik, Band II ;
3. Auflage, Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin, 2005, ISBN 3-87652-439-3

Suttor D, Hoescheler S, Hauptmann H, Hertlein G, Bunke K.
LAVA® - das neue System von 3M ESPE für vollkeramische ZrO₂- Kronen- und
Brückengerüste.
Quintessenz 2001; 52: 805-808

Tiller HJ, Eichler D, Musil R.
Prüftests für Kunststoff-Metall-Verbunde Bedeutung und Probleme der Anwendung.
dental-labor 1988; 36: 1425-1430

Tinschert J, Natt G, On HS, Spiekermann H.
Vollkeramische Brücken – Ein aktueller Überblick zur klinischen Anwendung und
Bewährung.
ästhetische Zahnmedizin 2006; 9/3: 32-41

Valandro LF, Della Bona A, Bottino MA, Neisser MP.
The effect of ceramic surface treatment on bonding to densely sintered alumina ceramic.
J Prosthet Dent 2005; 93: 253-259

van der Zel JM.
CAD/CAM-Technologie forciert den Einsatz von Zirkondioxid in der restaurativen
Zahnheilkunde.
DIGITAL_DENTALNEWS 2007; 1/4: 46-53

Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G.
A critique of bond strength measurement.
J. Dent 1989; 17: 61-67

Wegner SM, Kern M.
Long-term Resin Bond Strength to Zirconia Ceramic.
J Adhesive Dent 2000; 2: 139-147

Wegner SM, Gerdes W, Kern M.
Effect of Different Artificial Aging Conditions on Ceramic Composite Bond Strength.
Int J Prosthodont 2002; 15: 267-272

Wolfart M, Lehmann F, Wolfart S, Kern M.
Durability of resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods.
Dental Materials 2007; 23: 45-50

Yang B, Lange-Jansen HC, Scharnberg M, Wolfart S, Ludwig K, Adelung R, Kern M.
Influence of saliva contamination on zirconia ceramic bonding.
Dental Materials 2008; 24: 508-513

Yoshida K, Tsuo Y, Atsuta M.
Bonding of dual-cured resin cement to zirconia ceramic using phosphate acid ester monomer and zirconate coupler.
J Biomed Mater Res Part B Appl Biomater 2006; 77: 28-33

Yoshida K, Tsuo Y, Meng X, Atsuta M.
Mechanical Properties of Dual-Cured Resin Luting Agents for Ceramic Restoration.
J Prosthodont 2007; 16: 370-376

Zitzmann NU, Hagmann E, Rohner U, Krastl G.
Klinische Anwendung von Vollkeramikkrone mit dem Procera-AllCeram-System.
Quintessenz 2007; 58: 145-158

Internetseiten:

<http://de.wikipedia.org/wiki/Kolmogorov-Smirnov-Test>
http://de.wikipedia.org/wiki/Normalverteilung#Testen_auf_Normalverteilung
http://www.kuraray-dental.de/int/downloads/leaflets/alloy_primer/alloy_primer_d.pdf
http://solutions.3m.com/wps/portal/3M/de_DE/3M-ESPE/dental-professionals/products/category/lab-digital/rocatc-jr/materials
http://www.kuraray-dental.de/int/downloads/leaflets/panavia_2_f/panavia_2_d.pdf
http://www.cercon-smart-ceramics.de/Zahnmediziner/Der_Werkstoff/Zirkonoxid.htm

Gebrauchsanweisungen und Datenblätter:

RelyX Unicem

Selbstadhäsiver universaler Composite-Befestigungszement

Technisches Produktprofil; 3M Espe

SR Link: EG-Sicherheitsdatenblatt (15.7.2004)

Technisches Datenblatt Variolink II

Technical Data Sheet RelyX™ Unicem

Maxcem „technisches Datenblatt“

Experimenteller selbsthaftender Zement Multilink XPress: Beschreibung

Gebrauchsanweisung Multilink®

Gebrauchsanweisung Multilink® Sprint

Gebrauchsanweisung Variolink® II

Gebrauchsanweisung Calibra®

Gebrauchsanweisung XP Bond™

Gebrauchsanweisung RelyX™ Unicem Clicker™

Gebrauchsanweisung PANAVIA™ F 2.0

9. Anhang

9.1 Abkürzungsverzeichnis

Abb.	Abbildung
h	Stunde
d	Tag
MPa	Megapascal
Gew. %	Gewichtsprozent
WAK	Wärmeausdehnungskoeffizient
MDP	10-Methacryloyloxydecyldihydrogenphosphat
Bis-GMA	2,2-Bis[4(3'-methacryloyl-oxy-2'-hydroxy)propoxyphenyl]propan
TEGDMA	Triethylen-glykol-dimethacrylat
HEMA	2-Hydroxyethylmethacrylat
Y-TZP	Yttrium Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystals

9.2 Lebenslauf

Persönliches:

Name:	Sabine Langrieger
Geburtsdatum/-ort	30.08.1983 in Altötting

Schulausbildung:

1990 – 1993	Grundschule Oberflossing
1993 – 1994	Mädchen-Heimvolksschule Heiligenstadt
1994 – 2003	Maria-Ward-Gymnasium Altötting
2003	Abitur

Studium:

2003 – 2008	Zahnmedizin (10 Semester)
	Universität Regensburg
07-2008 – 11-2008	Staatsexamen

Berufstätigkeit:

seit 02-2009	Vorbereitungsassistentin (Gemeinschaftspraxis Dres. Binner, Wald)
--------------	--

9.3 Danksagung

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. M. Behr für die Überlassung des interessanten Themas, die intensive Betreuung und Hilfestellung bei allen technischen und inhaltlichen Fragen.

Außerdem möchte ich mich bei allen Technikern und wissenschaftlichen Mitarbeitern des Lehrstuhls für zahnärztliche Prothetik bedanken, die mich während der Erstellung der Arbeit unterstützt haben.