

**Aus der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie  
der Klinik und Polikliniken für Zahn-, Mund- und Kieferkrankheiten der  
Universität Würzburg  
Direktor: Professor Dr. med. dent. Bernd Klaiber**

**Mikrohärteprüfung an der Grenzschicht zwischen  
Befestigungskomposit und Dentin**

**Inaugural-Dissertation  
zur Erlangung der Doktorwürde der  
Medizinischen Fakultät  
der  
Bayerischen Julius-Maximilians-Universität zu Würzburg  
vorgelegt von  
Peter Pilz  
aus Marburg/ Lahn**

**Würzburg, Juli 2006**

**Referent: Priv.-Doz. Dr. Norbert Hofmann**

**Korreferent: Dipl.-Ing. Prof. Dr. Roger Thull**

**Dekan: Prof. Dr. Georg Ertl**

**Tag der mündlichen Prüfung: 24.11.2006**

**Der Promovend ist Zahnarzt.**

Meinen lieben Eltern

---

**Inhaltsverzeichnis**

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>1.1</b>	<b>Adhäsive Restaurationen</b>	<b>1</b>
<b>1.2</b>	<b>Dentinadhäsion</b>	<b>1</b>
1.2.1	Klassifikation der DHV	2
1.2.2	Adhäsionsmechanismus	3
<b>1.3</b>	<b>Befestigungskomposite</b>	<b>5</b>
1.3.1	Zusammensetzung	5
1.3.2	Aushärtungsarten	6
<b>1.4</b>	<b>Eingliederung</b>	<b>8</b>
1.4.1	Konventionelle Eingliederungstechnik	8
1.4.2	Resin-Coating-/ Dual-Bonding-Technik	9
1.4.3	Dualhärtender Dentinhaftvermittler	11
<b>1.5</b>	<b>Methoden zur Messung plastisch-elastischer Parameter</b>	<b>12</b>
1.5.1	Klassische Methoden	12
1.5.2	Kraft-Eindringtiefen-Verfahren	13
1.5.3	Theoretische Grundlagen	14
1.5.3.1	Definition des Parameters Härte	15
1.5.3.2	Definition des Parameters E-Modul	16
1.5.4	Kraft-Weg-Kurve	17
1.5.5	Eindringkörper	19
1.5.6	Der Berkovich-Nanoindenter	20
<b>1.6</b>	<b>Rasterkraftmikroskopie</b>	<b>21</b>
1.6.1	Rastertunnelmikroskopie	23
1.6.2	Rasterkraftmikroskopie	23
1.6.3	Magnetic Force Microscopy	24
1.6.4	Lateral Force Microscopy	24
<b>1.7</b>	<b>Problemstellung</b>	<b>24</b>

---

<b>2</b>	<b>Material und Methoden</b>	<b>26</b>
<b>2.1</b>	<b>Probenkörperherstellung</b>	<b>26</b>
2.1.1	Probenherstellung „Kontrollgruppe“	27
2.1.2	Probenherstellung „dualhärtender Dentinhaftvermittler“	29
2.1.3	Probenherstellung „Resin-Coating-Gruppe“	29
2.1.4	Probenherstellung Endfertigung	31
<b>2.2</b>	<b>Messung elastisch-plastischer Parameter am AFM</b>	<b>32</b>
2.2.1	Aufbau der Messvorrichtung	32
2.2.1.1	Die AFM-Basis	32
2.2.1.2	Der TriboScope™ Transducer	33
<b>2.3</b>	<b>Versuchsdurchführung am AFM</b>	<b>35</b>
2.3.1	Annäherung	36
2.3.2	Oberflächenscan	37
2.3.3	Indentieren	37
<b>2.4</b>	<b>Mikromorphologische Beurteilung der Komposit-Dentin- Grenzfläche</b>	<b>40</b>
<b>2.5</b>	<b>Statistische Auswertung</b>	<b>40</b>
<b>3</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>41</b>
<b>3.1</b>	<b>Härte in den unterschiedlichen Versuchsgruppen</b>	<b>41</b>
3.1.1	Härte an der Grenzschicht	41
3.1.2	Entwicklung der Härte in der Peripherie	42
<b>3.2</b>	<b>E-Modul in den unterschiedlichen Versuchsgruppen</b>	<b>43</b>
3.2.1	E-Modul an der Grenzschicht	43
3.2.2	Entwicklung des E-Moduls in der Peripherie	45
<b>3.3</b>	<b>Bilder</b>	<b>46</b>
3.3.1	Bilder der Kontrollgruppe	47
3.3.2	Bilder der Excite DSC-Gruppe	48
3.3.3	Bilder der Resin-Coating-Gruppe	50

---

<b>4</b>	<b>Diskussion</b>	<b>52</b>
<b>4.1</b>	<b>Diskussion der Methode</b>	<b>52</b>
4.1.1	Untersuchungsmethoden in vitro	52
4.1.2	Mikrohärteprüfung im AFM	54
<b>4.2</b>	<b>Diskussion der Ergebnisse</b>	<b>57</b>
4.2.1	Überprüfung der ersten Hypothese: Die Anwendung der RC-Technik oder die Verwendung eines dualhärtenden DHV-Systems verbessern die Polymerisation an der Grenzfläche.	57
4.2.1.1	Allgemeine Problematik von Ein-Flaschen-Adhäsiven	58
4.2.1.2	Allgemeine Problematik eines dualhärtenden Adhäsivs	60
4.2.1.3	Allgemeine Problematik der Resin-Coating-Technik	62
4.2.2	Überprüfung der zweiten Hypothese: Die Keramiksichtstärke hat einen Einfluss auf die Polymerisation an der Grenzfläche zwischen DHV und Dentin.	65
<b>4.3</b>	<b>Schlussfolgerungen</b>	<b>67</b>
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>69</b>
<b>6</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>72</b>
<b>7</b>	<b>Anhang</b>	<b>83</b>
	<b>Danksagung</b>	
	<b>Lebenslauf</b>	

## 1 Einleitung

### 1.1 Adhäsive Restaurationen

Seit der Beschreibung der Schmelzätztechnik durch *Buonocore* (1955) und der Einführung von hochviskösen Diacrylatmonomeren durch *Bowen* (1965) stellt die Erzielung eines möglichst optimalen Verbundes zwischen Zahnhartsubstanz und Restaurationsmaterial die zentrale Problemstellung auf diesem Gebiet dar.

Neben der Möglichkeit der Versorgung mit direkten Kompositrestaurationen nehmen indirekte adhäsiv eingegliederte Restaurationen einen ebenfalls hohen Stellenwert in der konservierenden Zahnheilkunde ein.

Einfluss auf den Verbund zum Dentin nehmen bei beiden Versorgungsarten die Wahl des Dentinhaftvermittlersystems, des Befestigungs- bzw. Füllungskomposites und die Methode der Eingliederung bzw. Applikation (*Frankenberger et al.* 1999b).

Bei indirekten Einlagefüllungen aus Keramik muss stets aufgrund des Herstellungsprozesses eine gewisse Zeitspanne zwischen Präparation und Einsetzen in Kauf genommen werden. Hierbei stellen sich im Vergleich zur direkten Füllungstechnik einige zusätzliche Probleme, für die unterschiedliche Lösungen vorgeschlagen werden.

Methoden zur Eingliederung werden mehrere beschrieben, die sich auf den Polymerisationsgrad an der Grenzschicht des Dentins zum Komposit und somit auf die Verbundfestigkeit unterschiedlich auszuwirken scheinen (*Blatz et al.* 2003).

### 1.2 Dentinadhäsion

Ausschlaggebend für die Mechanismen der Dentinadhäsion ist der strukturelle Aufbau des Dentins. Es besteht zu ca. 50 % aus anorganischen Verbindungen, zu ca. 30 % aus organischen Substanzen wie Kollagen und etwa zu 20 % aus Wasser. Die während der Präparation entstehende Schmierschicht („Smearlayer“) gestaltet sich je nach Präparationstechnik in ihrer Dicke (1-5  $\mu\text{m}$ ) und Beschaffenheit unterschiedlich

(*Brännström 1979, Haller 1988, Pashley 1984*). So ist bis zum heutigen Tag der Verbund zwischen Dentin und Komposit schwieriger zu erreichen als zum relativ homogenen und aus etwa 98 % anorganischem Material bestehenden Zahnschmelz. Entscheidend ist außerdem die Art und Weise der Vorbereitung des Dentins. Die zentralen Komponenten sind der Konditionierer, der Primer und das Bonding. Eine Vielzahl unterschiedlicher Systeme befindet sich auf dem Markt. So erfolgt die Klassifikation der Dentinadhäsive aus verschiedenen Blickwinkeln.

### 1.2.1 Klassifikation der DHV

Nach dem Entwicklungsstand gehören die neuen Produkte bereits zur vierten oder fünften Generation.

Betrachtet man die Darreichungsform, spricht man von Ein-, Zwei- oder Drei-Flaschen-Systemen.

*Haller* stellte 1994 eine Klassifikation gemäß der Dentinvorbehandlung auf: 1. lediglich Applikation eines Primers ohne Konditionierung, 2. Konditionierung und anschließende Primeranwendung, 3. Verwendung eines selbstkonditionierenden Primers.

*Van Meerbeek* klassifizierte 1998 die Dentinhaftvermittler (DHV)-Systeme in drei Gruppen: 1. Schmierschicht modifizierend, 2. Schmierschicht auflösend, 3. Schmierschicht entfernend. Die aktuelle Nomenklatur von Van Meerbeek teilt ein in selbstkonditionierende Adhäsive einerseits und Etch & Rinse Adhäsive andererseits; zusätzlich wird die Anzahl der verwendeten Materialkomponenten unterschieden (*Van Meerbeek et al. 2003*).

### 1.2.2 Adhäsionsmechanismus

Der Status quo geht von einer mikromechanischen Verankerung zwischen dem Adhäsiv und dem Dentin aus. Modifikationen entstehen durch die Wahl verschiedener Behandlungsschritte bzw. der oben angeführten Komponenten.

Der Konditionierer entfernt den Smearlayer und sorgt für die retentive Oberfläche. Er entmineralisiert das oberflächliche peri- und intertubuläre Dentin. Man verwendet hierfür entweder Komplexbildner wie EDTA oder Säuren wie Phosphorsäure, Maleinsäure, Salpetersäure, Zitronensäure und Oxalsäure, die das Dentin bis in eine Tiefe von 2-5 µm demineralisieren und Hohlräume von ca. 20 nm zwischen den freigelegten Kollagenfasern schaffen (Eick 1997). Ein Überätzen sollte vermieden werden, da das freigelegte Kollagengeflecht eher kollabiert und von Monomeren nur schwer penetriert werden kann. Es kann dadurch zum so genannten „Nanoleakage“ und somit zu Randundichtigkeiten und postoperativen Beschwerden kommen (Sano *et al.* 1994b, Sano *et al.* 1995).

Der Primer ist für eine benetzbare Oberfläche verantwortlich. Er bereitet das hydrophile Dentin für die Aufnahme hydrophober Kunststoffmonomere vor, indem er das Wasser verdrängt und das entstandene Kollagengeflecht aufrichtet bzw. erweitert. Hauptbestandteile sind zum einen die Lösungsmittel Wasser, Aceton oder Alkohol. Im Hinblick auf die Adhäsion sei Aceton gegenüber Wasser aufgrund seiner polymerisationshemmenden Wirkung der Vorzug zu geben (Eick 1997, Jacobsen & Söderholm 1995). Zum anderen bestimmen funktionelle (carboxylierte Methacrylate, PENTA) und nicht-funktionelle Monomere (HEMA, HPMA, PEGDMA, BPDMA) die Eigenschaften eines Primers. Das eher hydrophile Hydroxyethylmethacrylat (HEMA) erleichtert die Monomerdiffusion und die Entstehung einer Hybridschicht (Nakabayashi & Takarada 1992). Um das Überätzen und die oben beschriebenen Folgen zu verhindern und eine bessere Adhäsion zu realisieren, werden heutzutage vermehrt selbstkonditionierende Primer (z.B. OptiBond FL) empfohlen. Sie entfernen die Schmierschicht und demineralisieren nur die oberste Schicht des Dentins. Monomere penetrieren das Kollagengeflecht. Vorher aufgelöste anorganische Dentinbestandteile fallen aus und partizipieren am Verschluss der Hohlräume zwischen den

Kollagenfasern. Das daraufhin applizierte Bonding Agent kopolymerisiert mit den Primermonomeren. Es entsteht die so genannte Hybridschicht. Sie besteht aus Dentin und Kunststoff und weist eine Dicke von ca. 1-2  $\mu\text{m}$  auf (*Nakabayashi & Takarada 1992, Yang et al. 2005*).

Das Bonding bzw. Adhäsiv besteht aus amphiphilen Mono- und Dimethacrylaten wie NPGGMA, 4-META und PMMA und phosphonierten Mono-, Di- und Polymethacrylaten. Des Weiteren sind Mono- und Dimethacrylate wie BisGMA, TEGDMA, UDMA, HEMA und PEGDMA vorhanden. Diese Stoffe penetrieren das Kollagengeflecht und füllen die Öffnungen der Dentintubuli unter Bildung von Zotten (Tags) aus. Es kommt zur Bildung der Hybridschicht und der mikromechanischen Verankerung für Komposit- bzw. Keramikrestorationen.

Einen Kollaps des essentiellen Kollagengeflechts soll das „wet bonding“ verhindern. Dabei sollte die Kavität niemals vollständig getrocknet werden, um eine suffiziente Penetration von Primer und Bonding zu gewährleisten (*Charlton & Beatty 1994, Plasmans et al. 1993*). Bei einigen Produkten wie OptiBond FL handelt es sich anstelle eines ungefüllten Bonding Agents um ein niedrigvisköses gefülltes System zur Erzielung einer besseren Randdichte. Das in einigen Produkten enthaltene Glutaraldehyd wird kontrovers diskutiert. Zum einen werden ihm gewisse antibakterielle Effekte und eine Kollagengeflecht stabilisierende Wirkung zugeschrieben (*Haller 1994*). Zum anderen macht man es für die Mutagenität einiger Dentinadhäsive verantwortlich, mit klinisch wohl eher geringer Relevanz (*Schweikl 1994*).

Eine suffiziente Adhäsion durch alleinige Verwendung eines Primers ist nicht zu erwarten. Der Verbund würde sich nur auf die Kohäsion der Smearlayer und deren Halt auf dem Dentin stützen. Heute verwendete DHV beinhalten deshalb entweder Systeme mit vorheriger Konditionierung und anschließender Primerapplikation oder ein Verfahren mit selbstkonditionierendem Primer (*Hickel 1997*).

### 1.3 Befestigungskomposite

#### 1.3.1 Zusammensetzung

Die in der restaurativen Zahnheilkunde heutzutage verwendeten Komposite lassen sich nach ihrem Einsatzgebiet in zwei Gruppen einteilen, und zwar in Komposite für direkte Restaurationstechniken und Komposite für indirekte Restaurationen. In der zuletzt genannten Gruppe spielen die Befestigungskomposite zur Fixation von Komposit- und Keramikinlays die tragende Rolle. Dabei weisen beide Gruppen im Hinblick auf die Werkstoffkunde dieselben Charakteristika auf. Sie bestehen hauptsächlich aus drei Teilen, einer organischen Matrix, den anorganischen Füllern (disperse Phase) und einer Verbundphase (*Lutz 1983*).

Die organische Matrix enthält im nicht ausgehärteten Zustand Monomere (BisGMA, UEDMA u. a.) und Komonomere (Verdüner wie TEGDMA, EGDMA), Initiatoren (Katalysatoren), Inhibitoren und Fotostabilisatoren. Die Polymerisation der Monomere stellt die ausschlaggebende Reaktion für die Aushärtung und die Härte der Komposite dar. Außerdem sind sie verantwortlich für die durch den Aushärtungsvorgang verursachte unerwünschte Polymerisationsschrumpfung (*Hickel et al. 1998*). Die zugesetzten Komonomere schaffen eine Verdünnung und lassen den Fülleranteil bei modernen Feinpartikel-Hybridkompositen auf über 85 % ansteigen. Sie sind in die Kunststoffmatrix fest eingebaut und stellen den größten Anteil an Restmonomeren dar (*Spahl et al. 1991*). Um die Fließeigenschaften zu optimieren, wurde bei den Befestigungskompositen der Prozentsatz an Füllerbestandteilen in geringem Maße reduziert. Als Beispiel aufgrund seiner Anwendung in dieser Arbeit sei das Produkt Variolink II High Viskosity (Vivadent) genannt mit 72 – 79 Gewichtsprozent an Füllern (*Braga et al. 2002, Krämer & Frankenberger 2000, Krämer et al. 2000*).

Durch die Initiatoren wird die Härtung des Komposits in Gang gebracht. Sie werden auf chemischem oder physikalischem Wege aktiviert und zerfallen zu energiereichen Molekülen. Die Polymerisation der Monomere zu Polymerketten läuft ab. Je mehr Monomere schließlich umgesetzt wurden, d. h. je höher der Polymerisationsgrad ist, desto bessere mechanische als auch physikalische Eigenschaften sind zu erwarten. Um

sich nicht allein auf die rein fotochemische Härtung zu verlassen, werden häufig lichthärtende und chemisch härtende Befestigungskomposite wie Variolink II benutzt. Sie sind dualhärtend. Die reine Fotopolymerisation erfolgt durch den Initiator Kampferchinon, der bei einer Wellenlänge von ca. 470 nm aktiviert wird. Chemisch härtende Systeme bestehen zumeist aus einem Zwei-Pasten-System, wobei die Katalysatorpaste den Initiator (z.B. Dibenzoylperoxid), die Basispaste oft einen Akzelerator (ein tertiäres Amin) enthält.

Die disperse anorganische Phase wird zur Verbesserung der mechanischen und physikalischen Eigenschaften der Komposite hinzugefügt und beträgt heutzutage generell über 50 Gewichtsprozent. Man versucht, den unerwünschten Eigenschaften der organischen Matrix, wie Polymerisationsschrumpfung und Wasseraufnahme, entgegen zu wirken und Eigenschaften, wie Druck-, Zug- und Abriebfestigkeit, zu erhöhen (*Geurtsen 1989, Söderholm 1985*). Man verwendet Makrofüller ( $> 0,1 - 100 \mu\text{m}$ ) wie Quarz, Glas und Keramik und Mikrofüller ( $< 0,1 \mu\text{m}$ ) wie  $\text{SiO}_2$ -Partikel.

Die Verbindung der organischen mit der anorganischen Phase, sozusagen der Brückenschlag, wird durch Verbundstoffe herbeigeführt, die sowohl hydrophile als auch hydrophobe Eigenschaften aufweisen. Zumeist handelt es sich um das Silan 3-Methacryloxypropyl-Trimethoxysilan. Es bindet chemisch an den Füller und wird mit seinen hydrophoben Gruppen in das Polymergeflecht der organischen Matrix eingegliedert.

### 1.3.2 Aushärtungsarten

Chemisch härtende, lichthärtende und dualhärtende Befestigungskomposite stehen uns zur Verfügung.

Autopolymerisierende Komposite werden aus zwei verschiedenen Pasten angemischt. Dabei ist darauf zu achten, dass möglichst wenig Lufteinschlüsse hineingemischt und die Aushärtung unter Sauerstoffausschluss (z.B. Sauerstoffschutzgel- oder Matrizenanwendung) stattfindet, da Sauerstoff die Polymerisation inhibiert. Im Vergleich zu lichthärtenden Materialien zeigen Autopolymerisate eine geringere Druck-

und Abrasionsfestigkeit und neigen stärker zu Verfärbungen (*De Gee et al.* 1989). Der Vorteil an chemisch härtenden Kompositen ist die gleichmäßige Polymerisation der Restauration oder des Befestigungskomposits unabhängig von der Schichtdicke des Materials. So finden sie dort Anwendung, wo rein lichthärtende Stoffe insuffizient sind, wie z.B. bei Wurzelstiften, Metallkonstruktionen, metallkeramischen Restaurationen. Der Nachteil an diesen Kompositen ist die im Vergleich geringere Konversionsrate und damit ein höherer Restmonomergehalt, womöglich herabgesetzte Pulpaverträglichkeit und schlechtere mechanische Eigenschaften (*Geurtsen* 1989).

Die optimalen Einsatzgebiete für rein lichthärtende Komposite sind Restaurationen, bei denen die Lichtintensität nicht beeinträchtigt wird, wie z. B. bei direkten Füllungen oder Veneerbefestigungen. Der Vorteil liegt außerdem in der Steuerbarkeit des Beginns der Polymerisation. Der Nachteil bei rein lichthärtenden Kompositen ist deren Abhängigkeit von Abstand und Qualität der Lichtquelle, Schichtdicke des Restaurationskörpers bzw. Restaurationsmaterials und der Zusammensetzung, Farbe und Transluzenz von Keramik bzw. Komposit (*Leloup et al.* 2002, *Rueggeberg et al.* 1994, *Yoon et al.* 2002). So gibt es verschiedene Möglichkeiten des Verlusts an Polymerisationseffizienz (*Braga et al.* 2002, *Söderholm & Reetz* 1996): 1. durch Streuung und Absorption des Lichts bei zu großen Schichtstärken, 2. durch Diskrepanz zwischen Emissionsspektrum der Polymerisationslampe und dem Absorptionsmaximum des Initiatorsystems, 3. durch falsche Handhabung des Gerätes und fehlerhafte Verarbeitung des Komposits seitens des Behandlers (*Forsten* 1984, *Fowler et al.* 1994, *Geurtsen* 1989, *Swartz et al.* 1983).

Dualhärtende Komposite wurden unter dem Vorsatz entwickelt, die Vorteile von rein chemisch härtenden bzw. lichthärtenden Materialien zu vereinen. Studien haben gezeigt, dass man bei dualhärtenden Kompositen stets eine Lichtpolymerisation zusätzlich zum chemischen Aushärtungsprozess durchführen sollte (*Krämer et al.* 2000). Der besondere Vorteil besteht darin, dass man nach der Lichtpolymerisation sofort mit der Ausarbeitung beginnen kann, während die Polymerisation in lichtunzugänglichen Arealen chemisch vollendet wird (*Braga et al.* 2002). Der Nachteil bei Unterlassung der Lichthärtung liegt in vergleichsweise schlechteren Härtewerten, die auf eine schlechtere Konversionsrate zurückzuführen sind (*Braga et al.* 2002,

*Harashima et al.* 1991, *Hasegawa et al.* 1991), und in teilweise bemerkenswerten Farbveränderungen aufgrund von Wassereinlagerung in das Komposit (*Asmussen* 1981, *Brauer* 1988, *Peutzfeld & Asmussen* 1990). Allerdings war die Verschlechterung der Materialparameter durch Unterlassung der Lichtpolymerisation nicht bei allen dualhärtenden Materialien gleich ausgeprägt (*Hofmann et al.* 2001).

## 1.4 Eingliederung

Optimale Härtewerte und Verbundfestigkeit bei der Adhäsivtechnik können durch die Konditionierung von frisch präpariertem Dentin und anschließender Applikation eines Dentinhaftvermittlersystems am besten realisiert werden (*Bertschinger et al.* 1996). Dies kann jedoch bei indirekten Restaurationstechniken nicht gewährleistet werden, da zum einen zwischen Präparation und Eingliederung eine gewisse Zeitspanne vergeht, zum anderen die Kavität während dieser Zeit durch ein nicht adhäsiv eingegliedertes Provisorium geschützt wird. Vor der Eingliederung muss der provisorische Zement tadellos entfernt werden, da seine fettigen und öligen Bestandteile den adhäsiven Verbund gravierend stören. Rückstandslose Reinigung kann jedoch nicht immer gewährleistet werden (*Paul & Schärer* 1997). Mehrere Möglichkeiten der Eingliederungstechnik werden in der Literatur genannt.

### 1.4.1 Konventionelle Eingliederungstechnik

Bei dieser wohl am weitesten verbreiteten Technik erfolgt nach der Entfernung des Provisoriums, der Reinigung der Kavität, der Überprüfung der Passung des Inlays und der absoluten Trockenlegung die Vorbereitung der Kavität und des Restaurationskörpers. Die bloße Schmelz-Dentinoberfläche wird konditioniert, danach werden Primer und schließlich der DHV appliziert. Hierauf erfolgt das Einbringen des Befestigungskomposites und des vorbehandelten Inlays. Erst danach werden unter Applikation von Glyzerinigel auf die Zementfuge, zur Verhütung von oberflächlicher

Vernetzungsinhibition durch Luftsauerstoff, Adhäsiv und Komposit gemeinsam ausgehärtet. Es erfolgt eine fotoinduzierte Polymerisation durch Lichtapplikation. Ein vorheriges Aushärten des DHV würde den Verbund verbessern (*Paul & Schärer 1997*). Dies zeigt uns die Füllungstechnik. Beim Einsetzen von Keramikinlays (KI) wird dieses Vorgehen jedoch nicht empfohlen, da eine zu dicke Schicht des ausgehärteten DHV das Einsetzen eines sehr passgenauen KI bis in seine Endposition behindern könnte.

Bei Anwendung der konventionellen Eingliederungstechnik wird demzufolge der DHV nach der Applikation des KI allein durch das durchdringende Licht aktiviert. Teilweise setzt sich außerdem die Polymerisationsreaktion des Komposits im DHV fort. Die Suffizienz dieser Lichtaktivierung vermindert sich aber mit zunehmender Keramikschichtstärke.

Ein weiterer kritischer Aspekt der konventionellen Eingliederungstechnik besteht in der Notwendigkeit einer provisorischen Versorgung der Kavität, da oftmals eugenolhaltige temporäre Zemente benutzt werden. Die Kontamination der nackten Dentinoberfläche mit Eugenol ist als negativ einzuordnen. Eugenolrückstände beeinträchtigen die Polymerisation und schwächen so den Verbund zwischen Dentin und Komposit. Es wurde gezeigt, dass durch solche provisorischen Zemente kein suffizienter Dentinverbund gewährleistet werden kann. Eine Penetration des Dentins durch Mikroorganismen trotz eines korrekt eingegliederten Provisoriums konnte nachgewiesen werden (*Ganss & Jung 1998*).

Als Lösungsansatz für diese Probleme werden die Verwendung dualhärtender DHV und die Resin-Coating-Technik (RC-Technik) vorgeschlagen.

#### 1.4.2 Resin-Coating-/ Dual-Bonding-Technik

Der Dentinhaftvermittler wird bei diesem Verfahren vor der Applikation des Befestigungskomposites ausgehärtet. Hierbei gibt es zwei Möglichkeiten für die Anwendung dieser Technik in Bezug auf den Zeitpunkt der Polymerisation. Die erste Variante besteht darin, das Dentinbonding vor der Abdrucknahme aufzutragen und auszuhärten. Es erfolgen die Abdrucknahme und die Versorgung der Kavität mit einem

Provisorium. Direkt vor dem Eingliedern der Keramikrestauration und nach der Kavitätensäuberung wird nochmals Bonding Agent aufgetragen und zusammen mit dem Befestigungskomposit beim Einsetzen des KI auspolymerisiert. Bei der zweiten Variante des Pre-Curing wird der Dentinhaftvermittler erst nach der Abdrucknahme kurz vor dem Eingliedern der Restauration polymerisiert. Beide Methoden treten an, um die Verbundfestigkeit zwischen Dentin und Befestigungskomposit zu verbessern (*Paul & Schärer 1997*). Die Vorteile der Resin-Coating-Technik, unabhängig welcher Modus gewählt wird, liegen in der Beschaffenheit des erzeugten Verbunds. So konnten einige Studien eine signifikante Erhöhung der Verbundfestigkeit und der Integrität an der Dentin-Komposit-Grenzschicht erkennen (*Bertschinger et al. 1996, Bouillaguet et al. 2001, Frankenberger et al. 1999b, Jayasooriya et al. 2003, McCabe & Rusby 1994, Öztürk & Aykent 2003, Paul & Schärer 1997*). Durch diese Verbesserung des Verbundes konnten sogar die während der Polymerisationsschrumpfung entstehenden Kontraktionskräfte teilweise kompensiert werden. *Peter et al.* führten dies 1997 darauf zurück, dass ein Austreten von Dentinliquor aus den eröffneten Tubuli verhindert und so einem Nanoleakage entgegengewirkt wird. Eine weitere Annahme besagt, dass durch den Druck, der während der Eingliederung über das Inlay und das Befestigungskomposit auf die Dentinoberfläche wirkt, ein Kollaps der demineralisierten, nicht durch Adhäsiv fixierten Kollagenfasern hervorgerufen wird. Dies behindere die Entstehung einer Hybridschicht (*Öztürk & Aykent 2003, Paul & Schärer 1997*). Ein Pre-Curing wird empfohlen, um diesen negativen Effekt zu verhindern. Weitere Vorteile der RC-Technik werden in einem Schutz des Pulpa-Dentin-Systems und in der Verminderung der postoperativen Sensibilität gesehen (*De Goes et al. 2000, Sato et al. 1994*).

Die Nachteile dieser Technik bestehen darin, dass bei der Applikation und der Polymerisation des Bondings vor der Abdrucknahme das Problem der Kontamination durch Provisoriumzement nicht gelöst ist. Außerdem besteht die Gefahr der Beschädigung des adhäsiven Pulpa-Dentinschutzes während der Entfernung des Provisoriums und der anschließenden Reinigung. Ein schlechterer Verbund wäre die Folge (*Bertschinger et al. 1996*). Des Weiteren wird durch die zweimalige Applikation des DHV die Klebefugenbreite vergrößert. Wenn das Dentinbonding erst nach der

Abdrucknahme aufgetragen und polymerisiert wird, kommt es unweigerlich zu einer schlechteren Passung der Restauration und somit ebenfalls zu einer vergrößerten Klebefuge und zu einer Bisserrhöhung. Deshalb wird oft diese Art des Pre-Curing abgelehnt (*Frankenberger et al. 1999b*).

#### 1.4.3 Dualhärtender Dentinhaftvermittler

Häufig wird die Anwendung von dualhärtenden Dentinhaftvermittlern empfohlen, wenn mit indirekten Restaurationen gearbeitet wird. Sie können direkt vor der Eingliederung appliziert und müssen nicht getrennt vom Befestigungskomposit ausgehärtet werden. So wird den unerwünschten Effekten einer vergrößerten Klebefuge beim Pre-Curing, wie einer verschlechterten Passung des KI (*Frankenberger et al. 1998a*), eventuell zusammen mit einer Bisserrhöhung, vorgebeugt. Dualhärtende DHV und Befestigungskomposite gewährleisten Polymerisation und Aushärtung unabhängig von einer Lichtexposition. Lokalisation und Entfernung von einer Lichtquelle sind dafür ebenfalls unerheblich. Studien haben jedoch gezeigt, dass eine Lichthärtung beim Einsetzen von Keramikrestaurationen und Glasfaserstiften den Dentinverbund und die Endhärte des Befestigungsmaterials signifikant erhöhen (*Darr & Jacobsen 1995, Hasegawa et al. 1991*). Eine alleinige chemische Aushärtung ergibt wesentlich schlechtere Werte (*Hasegawa et al. 1991*). Ebenso werden Wasseraufnahme und Löslichkeit signifikant reduziert (*Foxton et al. 2003, Tanoue et al. 2003*). Der adhäsive Verbund stützt sich auch bei dualhärtenden DHV wie bei rein lichthärtenden Materialien nach suffizienter Konditionierung auf essentielle Strukturen wie die Hybridschicht, Tags und deren lateralen Verästelungen (*Vichi et al. 2001*). Bei der Verwendung solcher DHV ist zu beachten, dass die chemische Komponente der Aushärtung der limitierende Faktor in Bezug zur Verarbeitungszeit ist. Lassen sich rein lichthärtende DHV in relativ behandlerbestimmten Zeitintervallen vor einer Lichtapplikation bearbeiten, so ist der Behandler bei dualhärtenden Kompositionen zeitlich enger limitiert (*Shortall et al. 1993*). Dualhärtende Systeme scheinen insgesamt

betrachtet Vorteile zu zeigen im Vergleich mit rein lichthärtenden DHV (*Frankenberger et al.* 1998b).

## 1.5 Methoden zur Messung plastisch-elastischer Parameter

### 1.5.1 Klassische Methoden

Eine Vielzahl von Methoden zur quantitativen Härtemessung wurde während der Entwicklung der werkstoffkundlichen Forschung beschrieben.

Zu den frühesten, von Mohs und Breithaupt mitentwickelten Verfahren, gehört das Ritzverfahren. So wurde der zu untersuchende Werkstoff durch ein anderes hartes Material angeritzt und über die Messung der Tiefe der Kratzer seine mechanische Widerstandsfähigkeit festgelegt. Hierbei erhielt Talkum den Härtegrad 1 und Diamant den Härtegrad 10 (*Hangen* 2001).

Aus diesem Ritzverfahren entwickelte sich eine Reihe von so genannten Kratztests.

Auch heute noch werden zur Messung der Härte dynamische Verfahren herangezogen. Es handelt sich um Falltests, die Fall-, Schlag- und Rücksprunghärtetests beinhalten. Konstante Parameter sind Gewicht und Material des Fallkörpers (vorzugsweise Diamant) sowie die Fallhöhe. Über die einwirkende Energie, den zurückbleibenden Eindruck und die Höhe der elastischen Rückfederung lässt sich so die Härte bestimmen (*Bhushan* 1998, *D'Ans* 1949).

In Bezug auf eine zurückbleibende Deformation im untersuchten Material nach Eindruckversuchen hat Tabor Mitte des 20. Jahrhunderts Grundlagenforschung für statische Verfahren betrieben (*Tabor* 1948). Eine Vielzahl solcher Verfahren hat darin ihren Ursprung. Ein bestimmter Eindringkörper mit definierter Kraft und bekannter Indentergeometrie wird senkrecht in ein Testmaterial gepresst. Die Härte berechnet sich nun aus der Fläche des mikroskopisch vermessenen Indents und der bekannten Parameter.

Verschiedene Materialien wie Stahl, Wolframcarbid und Diamant und unterschiedliche Indentergeometrien wie Kugel, Kegel, Pyramide werden in der Literatur genannt.

Wie *D'Ans* 1949 bemerkte, bestand das Problem bisher darin, dass lediglich Aussagen über die plastische Komponente eines Eindruckversuchs, nicht aber über die elastischen Anteile getroffen werden konnten, da Begutachtungen einer Messung lediglich nach dem abgelaufenen Experiment durchgeführt werden mussten (*D'Ans* 1949).

Der Vorteil der heutzutage angewendeten quasistatischen Verfahren nach dem Kraft-Eindringtiefen-Prinzip besteht darin, dass während des Versuchsablaufs eine Datenaufzeichnung stattfinden kann. So wird der Eindringkörper mit bekannter Geometrie und bekannter Kraft in das Testmaterial gedrückt und der von ihm zurückgelegte Weg (=Eindringtiefe) aufgezeichnet. Dadurch ist es möglich, sowohl den plastischen als auch den elastischen Anteil eines Eindruckversuchs zu analysieren (*Bhushan* 1998).

Diese Verfahrensart kam bei unserer Arbeit in Form der Mikrohärteprüfung zum Einsatz. Sie hat den Vorteil, dass man aufgrund der geringen Größe der Eindrücke (Indents) exakte Feinanalysen an Grenzflächen durchführen kann. Dies ist bei konventionellen Techniken in Bezug auf die Genauigkeit nicht realisierbar. (*Akimoto et al.* 2001, *Oliveira et al.* 2004, *Schulze et al.* 2005).

Die Indents liefern uns die Werte der Härte und des E-Moduls exakt an der Stelle des Eindrucks. Die Polymerisation bzw. der Polymerisationsgrad ist ein essentieller Aspekt dieser Arbeit. Studien haben gezeigt, dass eine enge Korrelation zwischen der Härte und dem Polymerisationsgrad besteht. Härtemessungen dienen hier als indirekter Parameter für die Polymerisation (*Darr & Jacobsen* 1995, *Ferracane* 1985, *Ferracane & Greener* 1986).

Weitere Vorteile der Kombination der Rasterkraftmikroskopie (AFM) mit der Technik der Mikrohärteprüfung werden im vierten Teil dieser Arbeit, der Diskussion, Kapitel 4.1.2., besprochen.

### 1.5.2 Kraft-Eindringtiefen-Verfahren

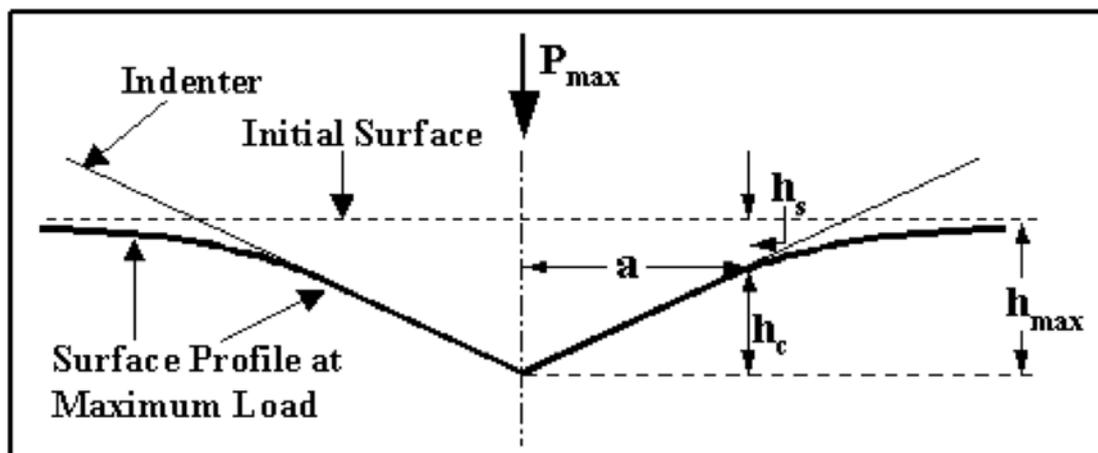
Über das Kraft-Eindringtiefen-Verfahren werden Härtemessungen durchgeführt, die charakterisiert sind durch das senkrechte Eindringen eines Körpers bekannter Form mit

definierter Normalkraft in ein Prüfmaterial. Die Zeit, die einwirkende Kraft und der vom Indenter zurückgelegte Weg stellen dabei die Eckdaten dar, die während der Messung kontinuierlich aufgezeichnet werden. Aus der Aufzeichnung dieser Werte können so genannte Prüfkraft-Eindringtiefen-Kurven erstellt werden. Sie liefern die plastischen und elastischen Daten zu den jeweiligen Prüfmaterialien. In dieser Arbeit erfolgten die Messungen kraft geregelt. Es besteht ebenfalls die Möglichkeit, den Prüfvorgang eindringtiefengeregelt ablaufen zu lassen.

Bei der von uns gewählten Variante steht die Kraft als definierte Größe, deren Änderung in Abhängigkeit von der Zeit durch die Maschine selbst gesteuert wird. Die Eindringtiefe stellt dabei die zu messende Größe dar.

### 1.5.3 Theoretische Grundlagen

Der Wert der Härte ist der Quotient aus Prüfkraft und Eindruckfläche unter wirkender Maximalkraft. Die unten gezeigte Abbildung 1 gibt einen Eindruck über die einzelnen zu beachtenden Komponenten, die zur Berechnung der Härte notwendig sind.



**Abb. 1.** Illustration einer Indent-Geometrie bei Maximalkraft unter Gebrauch einer idealen konischen Indenterspitze (nach *Van Landingham* 2003) .

$h_{max}$  = tatsächliche Eindringtiefe relativ zur Oberfläche (elastischer + plastischer Anteil) [nm]

$h_s$  = elastische Eindringtiefe (elastischer Anteil unter Belastung) [nm]

$h_c$  = Kontakttiefe (plastischer Anteil unter Belastung) [nm]

Aus der Abbildung ist ersichtlich, dass sowohl die plastischen als auch die elastischen Anteile einer Kraft-Eindringtiefen-Messung zu beachten sind. Wählte man allein  $h$  zur Berechnung der Härte, führte dies zu einem zu geringen Wert. Wählte man  $h_s$ , führte das zu einem zu hohen Wert für die Härte.

*Oliver und Pharr* legten den Grundstein zur Bestimmung elastisch-plastischer Parameter, deren Gesetzmäßigkeiten auch für pyramidale Spitzen zutreffen (*Bhushan* 1998, *Oliver & Pharr* 1992). So gilt für das elastische Eindringen eines Körpers in ein Material während der Rücknahme der Prüfkraft folgendes:

$$F = A^* \cdot (h - h_f)^n$$

$F$  = Kraft [ $\mu\text{N}$ ]

$h$  = Eindringtiefe

$h_f$  = endgültige Eindringtiefe nach Rücknahme der Prüfkraft [ $\text{nm}$ ]

$A^*, n$  = empirisch zu ermittelnde Konstanten, abhängig von Indentergeometrie und Material

Dies gilt für das Entlastungsverhalten bei Eindruckexperimenten für nahezu alle Indentergeometrien und für fast alle Materialien. Die Messwerte des Entlastungsabschnittes aus einem Indent können so mittels Least-Squares-Methode (= kleinste Fehlerquadrate) angenähert werden.

### 1.5.3.1 Definition des Parameters Härte

Die Härte  $H$  ist definiert als der Widerstand eines Materials gegen eine bleibende plastische Veränderung, verursacht durch das Eindringen eines härteren Gegenstandes.  $H$  ist dem mittleren Druck äquivalent, der unter dem eindringenden Körper bestehen muss, um eine permanente Impression zu formen. Dies ist eine von vielen Definitionen für den Wert der Härte (*Doerner & Nix* 1986).

Nach dieser Definition berechnet sich  $H$  als Quotient aus der maximalen Prüfkraft ( $F_{\max}$ ) und der Fläche ( $A$ ) der bleibenden plastischen Verformung. Man kann die Fläche

über die Geometrie der benutzten Indenterspitze berechnen, da sie eine Funktion der Eindringtiefe ( $h$ ) ist. Als Formel steht dafür:

$$H = \frac{F_{\max}}{A} = \frac{F_{\max}}{f(h)}$$

H = Härte [GPa]

$F_{\max}$  = maximale Prüfkraft [mN]

A = Fläche des Eindrucks in Abhängigkeit der Eindringtiefe [ $\mu\text{m}^2$ ]

$f(h)$  = Flächenfunktion des Eindringkörpers

### 1.5.3.2 Definition des Parameters E-Modul

Der Elastizitätsmodul ist ein Maß für den materialspezifischen Widerstand eines Werkstoffes gegen elastische Deformation. Bei gleicher Belastung wird ein Material mit hohem E-Modul weniger gedehnt (elastisch deformiert) als ein Material mit niedrigerem E-Modul (*Meiners* 1993).

Bei der Definition des E-Moduls muss zwischen linear-elastischen und elastisch-plastischen Materialien unterschieden werden.

Der Unterschied bei plastisch-elastischen Materialien besteht darin, dass sie sich oberhalb der Fließgrenze ( $\sigma_F$ ) nicht mehr rein elastisch deformieren. Verformungen bei Indentversuchen nach dem Kraft-Eindringtiefen-Verfahren enthalten plastische und elastische Anteile.

Anhand der Kraft-Weg-Diagramme kann der E-Modul nach folgender Formel berechnet werden (*Bhushan* 1998, *Oliver & Pharr* 1992):

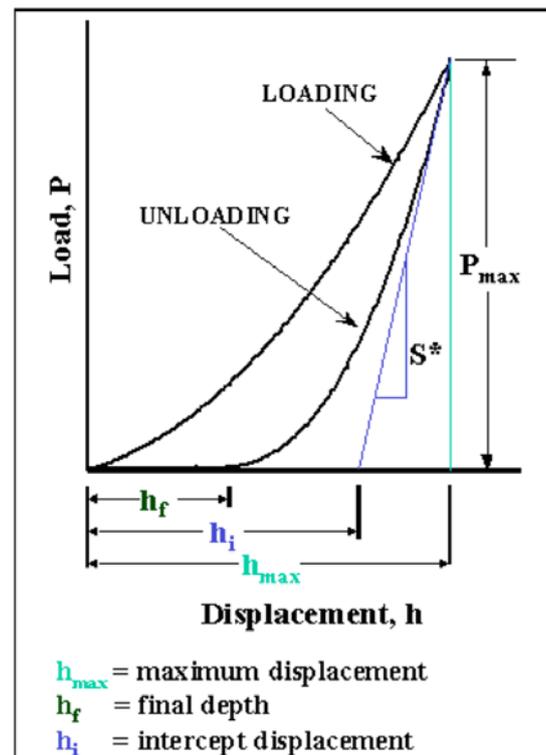
$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A}}$$

- $E_r$  = reduzierter E-Modul ohne Berücksichtigung der Spitzenverformung [GPa]  
 $S$  = Kontaktsteifigkeit der Probe, die aus der Steigung der Tangente an den Entlastungsschenkeln der Kraft-Weg-Kurve im Punkt  $F_{\max}$  berechnet wird [ $\mu\text{N}/\text{nm}$ ]  
 $A$  = Eindruckfläche des Indenters auf der Probe [ $\mu\text{m}^2$ ]

$E_r$  stellt den reduzierten E-Modul dar. Die elastische Deformation, die die Spitze während des Materialkontaktes erfährt, ist nicht berücksichtigt. Da das Indentermaterial aus Diamant besteht, ist der elastische Anteil der Spitze an der Verformung so gering, dass er zu vernachlässigen ist.

#### 1.5.4 Kraft-Weg-Kurve

Die bei einer Indentierung aufgezeichnete Messwertkurve gibt Aufschluss über den Zusammenhang zwischen wirkender Kraft und zurückgelegter Wegstrecke des Indenters in der Probe. Eine solche Kurve besteht aus einer Be- und einer Entlastungsphase (*Oliver & Pharr* 1992). Die untere Abbildung zeigt ein Beispiel eines solchen Diagramms. Man kann ihm alle Parameter entnehmen, die zur Berechnung plastisch-elastischer Werte nötig sind.



$P$  = Kraft  $F$  [ $\mu\text{N}$ ]

$S^*$  =  $S$

$h_i$  =  $h_c$

**Abb. 2.** Darstellung einer Indent-Messwertkurve mit Be- und Entlastungsphase nach den Grundlagen von Oliver und Pharr (nach *VanLandingham* 2003).

Ziel ist die Quantifizierung der Härte und des Youngschen Moduls (E-Modul). Ein Prüfzyklus liefert die erforderlichen Größen  $F_{\max}$ ,  $h_c$  und  $S$ . Die Kontaktsteifigkeit  $S$  der Probe wird dabei aus der Steigung der Tangenten errechnet, die an den Entlastungsschenkeln der Kraft-Weg-Kurven im Punkt  $F_{\max}$  angelegt werden.

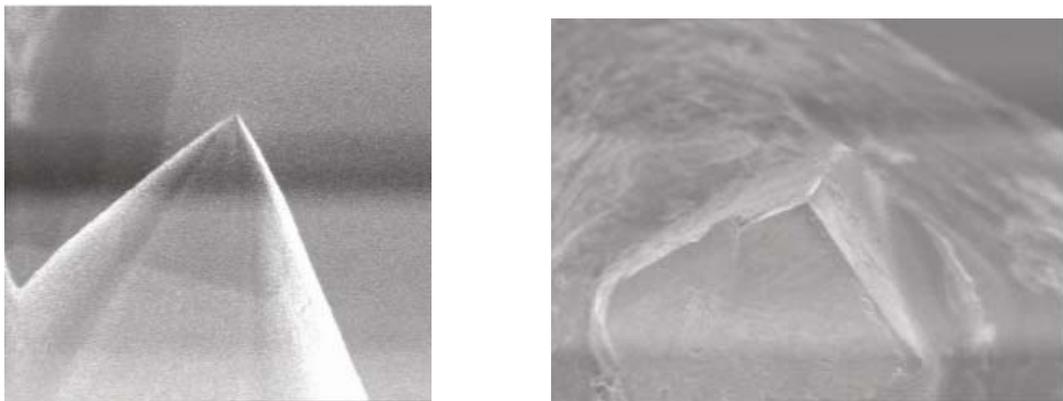
Eine Aufspaltung von plastischen und elastischen Anteilen an der Verformung des Materials ist ebenfalls durch die Berechnung der Flächen unterhalb der Messkurven möglich (*Malzbender & de With* 2000).

### 1.5.5 Eindringkörper

Es gibt eine Vielzahl handelsüblicher und in der Forschung etablierter Eindringspitzen. Die Wahl des Indenters richtet sich nach den Anforderungen, die das Experiment stellt. Bei Kratzversuchen sollte man einen abgerundeten Indenter benutzen, da hier der Verschleiß geringer ausfällt (*Bhushan 1999a*). Für Versuche mit graziilen Eindrücken auf dünnen Materialien eignen sich hingegen spitze Indenter mit geringem Öffnungswinkel besser.

Generell werden heute zumeist Eindringkörper aus Diamant verwendet. Diamant bietet einen hohen Elastizitätsmodul und geringe plastische Verformbarkeit. Er ist spröde und hart. Deformationen beim Eindringen sind zu vernachlässigen. Sein geringer Verschleiß ist gepaart mit einer genau zu definierenden Geometrie während der Herstellung.

Man unterscheidet zwischen kugel- und kegelförmigen Geometrien mit unterschiedlichen Spitzenradien und drei- und vierseitigen Pyramiden mit verschiedenen Öffnungswinkeln als Indenterform (*Li et al. 2004*). Die Abbildung 3 zeigt einige handelsübliche Eindringkörper.



**Abb. 3.** REM-Aufnahmen eines Rockwell-Indenters links und eines Cube-Corner-Indenters rechts (nach *Barnes 2003* ).

Die einzelnen Geometrien sind kritisch zu betrachten. Bei der Verwendung eines kugeligen Eindringkörpers, wie dem Rockwell-Indenter, wird man durch Beschleifen immer nur einen Vielflächner und keine ideale Kugelform erhalten.

Der Vickers- und der Knoop-Indenter als vierseitige Pyramide werden nie eine exakte Spitze aufweisen. Es bleibt immer eine Art Dachkante unterschiedlicher Größe zurück (*Weiler & Behncke* 1990).

Selbst bei einem dreiseitigen Berkovich-Indenter wird man nie eine ideale Spitze erzeugen können.

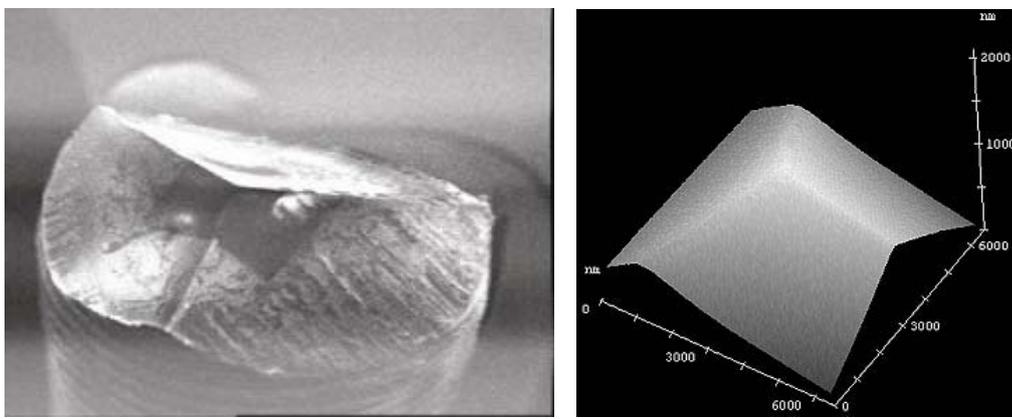
Diese Imperfektionen müssen bei der Auswertung berücksichtigt werden, um systematische Fehler zu vermeiden. Aufgrund dessen und aufgrund von Verschleißerscheinungen muss zu Anfang und in regelmäßigen Abständen eine Kalibrierung des Indenters erfolgen (*Bhushan* 1999b, *Oliver & Pharr* 1992).

#### 1.5.6 Der Berkovich-Nanoindenter

Von dem für diese Versuche benutzten Eindringkörper werden möglichst ideale Eigenschaften verlangt. So sollte er neben einer hohen Elastizität auch eine hohe Materialhärte aufweisen, die eine elastisch-plastische Verformung des Indenters beim Eindringen verhindern. Eine hohe Verschleißfestigkeit muss ebenso gewährleistet sein wie eine genau definierte beständige Geometrie.

Als Standard für Eindruckexperimente hat sich die sogenannte „Berkovich-Spitze“ entwickelt (*Berkovich* 1951). Es handelt sich um eine dreiseitige Diamantpyramide, die als Basis ein gleichseitiges Dreieck hat und einen totalen Öffnungswinkel von  $142,3^\circ$  aufweist. Der Winkel zwischen der Normalen (=Höhe) und der Seitenfläche beträgt  $65,35^\circ \pm 0,3^\circ$ , derjenige von der Höhe zur Pyramidenkante  $76,9^\circ \pm 0,3^\circ$ . Die typische Spitzenverrundung (=Krümmungsradius) des Berkovich wird vom Hersteller mit 100 – 200 nm angegeben (*Bhushan* 1999b, *Hysitron* 1999). Da sich drei nicht parallele Seitenflächen immer in einem Punkt treffen, lässt sich der Indenter aufgrund seiner Geometrie sehr gut zu einer punktförmigen Spitze schleifen.

Indenter mit einer vierseitigen Geometrie, wie der Vickersindenter, neigen dagegen immer zur Ausbildung einer „Dachkante“, die unweigerlich zu Messfehlern führt. Aufgrund seiner hohen Verschleißfestigkeit wird der Berkovich-Indenter nicht nur für Versuche nach dem Kraft-Eindring-Verfahren benutzt, sondern auch für Kratzversuche. Eine Berkovich-Spitze, wie sie auch in dieser Arbeit zum Einsatz kam, zeigt Abbildung 4.



**Abb. 4.** Darstellung einer REM-Aufnahme (links) und einer SFM-Aufnahme (rechts) eines Berkovich-Nanoindenters (nach *Barnes 2003, Randall 1997*).

Der Berkovich-Indenter hinterlässt plastische Eindrücke, die im Idealfall die Form gleichseitiger Dreiecke aufweisen.

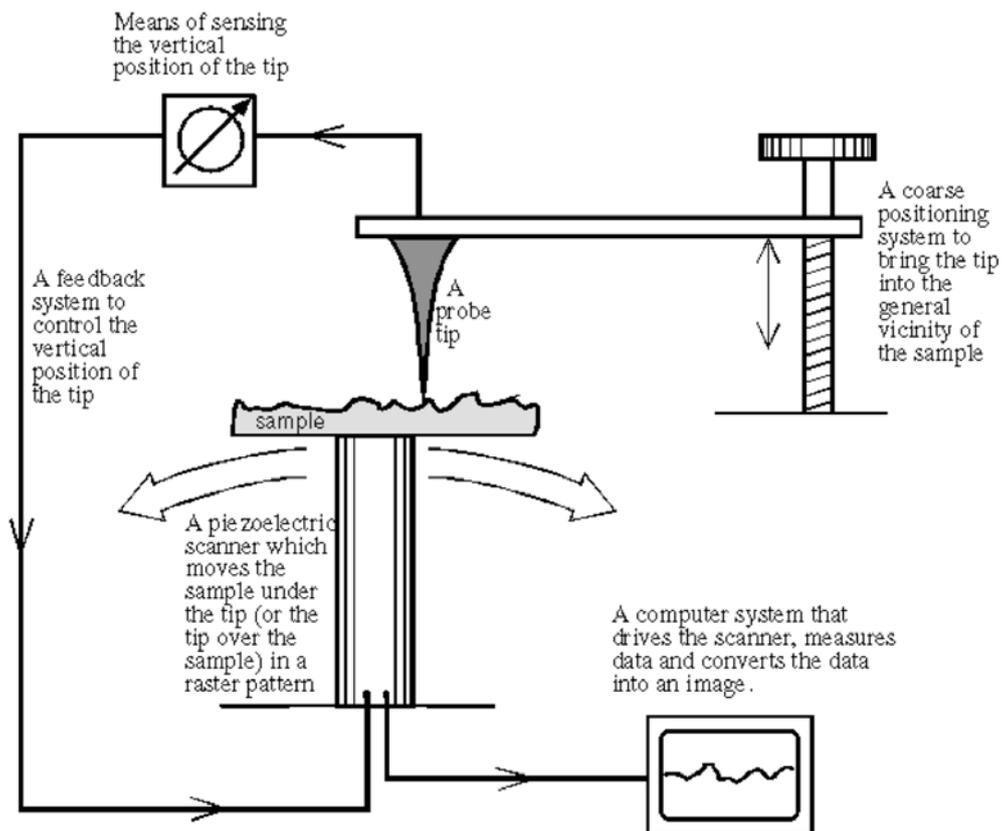
## 1.6 Rasterkraftmikroskopie

In den frühen 80er Jahren setzten Rasterkraftmikroskope, Scanning Probe Microscopes (SPMs), neue Maßstäbe mit den ersten realen Raumbildern der Oberfläche von Silizium. Heutzutage wird diese Technik in einer Vielzahl von Disziplinen, die sich mit fundamentaler Oberflächenanalyse und dreidimensionaler Darstellung von Oberflächen beschäftigen, eingesetzt (*Bhushan 2001, Gogolinskii & Reshetov 1998, Schiffmann 2002*).

Die Technik der Rasterkraftmikroskopie spannt den Bogen vom optischen Mikroskop zum Elektronenmikroskop, wobei wir es hier nicht nur mit einer bildgebenden Technik zu tun haben, sondern ebenfalls Untersuchungen hinsichtlich physikalischer und werkstoffkundlicher Parameter eine zentrale Rolle spielen. Die Dimension reicht vom Atomaren bis hin zum Mikro-Level.

Eine Vielzahl von unterschiedlichen SPM-Techniken wurde im Laufe der letzten Jahrzehnte entwickelt. Im Folgenden seien die bedeutendsten dieser Verfahren genannt (*Park Scientific* 2000).

Einige Komponenten sind allen SPMs gemeinsam. Abbildung 5 zeigt dazu ein Schema.



**Abb. 5.** Schemazeichnung der generellen Komponenten eines SPM (*Park Scientific* 2000).

### 1.6.1. Rastertunnelmikroskopie

Das Rastertunnelmikroskop, Scanning Tunneling Microscope (STM), ist der Urvater aller SPMs. Es wurde von Binnig und Rohrer 1981 entwickelt. 1986 bekamen sie dafür den Physik-Nobelpreis. Es war das erste Instrument, mit dem reale räumliche Bilder von Oberflächen in Auflösung auf atomarer Ebene erstellt werden konnten. STMs gebrauchen eine geschärfte leitende Spitze, an die eine Spannung angelegt ist. Durch diese Spannung kommt es zu Wechselwirkungen zwischen Indenterspitze und Probenoberfläche. Ab einer Entfernung von 10 Å zur Probe kommt es zu einem Austausch von Elektronen von der Probe zur Spitze und umgekehrt, abhängig vom Vorzeichen der angelegten Spannung. Dieser Vorgang wird als „tunneling“ bezeichnet. Der resultierende Stromfluss variiert korrespondierend mit dem Abstand der Scan-Spitze zur Probe. Aufgrund dieser sich verändernden Signale wird ein STM-Bild erstellt. Sowohl das Material der Probe als auch das der Spitze müssen entweder Leiter oder Halbleiter sein. Das STM kann im Gegensatz zum AFM keine isolierenden Materialien scannen.

### 1.6.2. Rasterkraftmikroskopie

Das Rasterkraftmikroskop, Atomic Force Microscope (AFM), untersucht Oberflächen einer Probe mittels einer scharfen Spitze, die selten länger als einige Mikrometer ist. Ihr Durchmesser beträgt weniger als 100 Å. Die Spitze befindet sich am Ende eines Cantilevers, der 100 bis 200 µm lang ist. Die Kräfte zwischen der Spitze und der Probe führen zur Durchbiegung oder zur Ablenkung des Cantilevers. Ein Detektor misst die Durchbiegung des Cantilevers, während die Spitze über das Material fährt. Die gesammelten Daten erlauben die Erstellung einer Art Landkarte der Oberflächentopographie. AFMs können sowohl zur Erforschung von Leitern, Halbleitern als auch von nicht leitenden Materialien eingesetzt werden. Van-der-Waals-Kräfte spielen bei der Durchbiegung des Cantilevers die entscheidende Rolle.

### 1.6.3. Magnetic Force Microscopy

Ein Magnetic Force Microscope (MFM) macht sich die räumlich unterschiedlich orientierten magnetischen Kräfte auf der Probenoberfläche zu Nutze, um Bilder zu erzeugen. Die Messspitze ist hierzu von einem dünnen ferromagnetischen Film überzogen. Die Spitze hat keinen direkten Kontakt zur Oberfläche der Probe. Messdaten entstehen entsprechend der Frequenz der Bewegungen des Cantilevers, hervorgerufen durch die Beschaffenheit der unterschiedlichen magnetischen Felder auf der Probe, über die die Spitze fährt. MFMs werden benutzt, um natürlich vorkommende und vorsätzlich gekennzeichnete Strukturen auf magnetischen Materialien bildlich darzustellen. Bei diesem System geben die Messdaten sowohl Aufschluss über die Topographie als auch über die magnetische Beschaffenheit des Probenmaterials.

### 1.6.4. Lateral Force Microscopy

Das LFM misst die laterale Ablenkung und Verdrehung eines Cantilevers. Diese entstehen durch Kräfte, die auf den parallel zur Probenoberfläche wandernden Cantilever wirken. LFM Studien werden besonders dann durchgeführt, wenn Schwankungen der Oberflächenfraktion eines Materials untersucht werden sollen, oftmals hervorgerufen durch Inhomogenitäten in Oberflächenmaterialien.

## 1.7 Problemstellung

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Überprüfung der Hypothese, dass durch Anwendung der Resin-Coating-Technik oder durch Verwendung eines dualhärtenden Dentinhaftvermittlers die Polymerisation an der Grenzfläche zwischen Dentin und Befestigungskomposit verbessert wird. Hierbei wurde die Eingliederung von indirekten Keramikrestorationen unterschiedlicher Schichtstärke an Echtzähnen simuliert. Anschließend wurde die Grenzschicht zwischen Dentin und Befestigungskomposit

unter dem Rasterkraftmikroskop untersucht. Dabei wurden Messungen plastisch-elastischer Parameter mittels Mikrohärteprüfung durchgeführt. Eine Analyse der Topographie am Interface durch bildgebende Verfahren am AFM schloss sich an. Insbesondere sollten folgende Fragen genauer untersucht werden:

1. Verbessern eine separate Lichthärtung eines lichthärtenden DHV oder die Verwendung eines dualhärtenden DHV die Polymerisation am Übergang zwischen DHV und Dentin im Vergleich zu rein lichthärtenden DHV ohne separate Lichtpolymerisation?
2. Welchen Einfluss hat die Keramikschichtstärke auf die Polymerisation am Übergang zwischen DHV und Dentin bei den in dieser Arbeit angewendeten Eingliederungsverfahren?

## 2 Material und Methoden

### 2.1 Probenkörperherstellung

Die Hypothese dieser Arbeit sollte anhand der Untersuchung von drei unterschiedlichen Versuchsgruppen überprüft werden.

Zur Untersuchung dienten extrahierte dritte Molaren. Voraussetzungen für die verwendeten Zähne waren ein unversehrter Zustand und Kariesfreiheit.

Es sollten sechs Zähne pro Gruppe am Rasterkraftmikroskop (Autoprobe CP, Veeco Instruments GmbH) vermessen werden.

Um die jeweilige Schmelz- und Dentinschichtstärke bestimmen zu können, wurde von jedem Molaren ein Röntgenzahnfilm konventioneller Art angefertigt.

Die Molaren wurden bis zum Zeitpunkt ihrer Verarbeitung in 1 % Chloramin-T-Lösung aufbewahrt. 24 h vor dem Herstellungsbeginn wurden sie in einem Wärmeschrank (Tv 30, Fa. Memmert) bei konstant 37° Celsius in einer physiologischen NaCl-Lösung aufbewahrt.

In der Wurzelregion wurden die Molaren in Autopolymerisat (Paladur, Heraeus-Kulzer) eingebettet, um ein Halteelement für den späteren Schneidevorgang zu erzeugen.

Nach der Bestimmung der Lage der Schnittebene wurde jeder Molar in die Trennschleifmaschine (WOCO 50med, WOCO) eingespannt, die mit einem Diamantschneideblatt (WOCO 90/3, WOCO) bestückt war. Die Schnittebene sollte mitten im koronalen Dentin liegen und horizontal bzw. sagittal verlaufen.

Entsprechend der Funktionen der uns zur Verfügung stehenden Trennschleifmaschine erfolgte der Schneidevorgang in der Einstellung der minimalsten Geschwindigkeit, um eine möglichst glatte und ebene Schnittfläche zu erhalten.

Nach dem Schneidevorgang war ein koronales Plateau entstanden. Man erkannte den von der Schmelzschicht umgebenen Dentinkern.

Um die Lichtpolymerisation durch konventionelle „mod Empress-Keramikinlays“ zu simulieren, standen Empress-Keramikscheiben zur Verfügung, die mehrmals verwendbar waren.

Es wurden Keramikscheiben in zwei unterschiedlichen Dicken benutzt: 2,5 mm dicke Scheiben zur Simulation einer durchschnittlichen okklusalen Inlayschichtstärke und 5,0 mm dicke Scheiben zur Simulation einer durchschnittlichen approximalen Inlayschichtstärke.

Die Keramikscheiben waren zuvor im zahntechnischen Labor angefertigt worden.

Es erfolgte nun die Probenherstellung gemäß der drei unterschiedlichen Versuchsreihen.

### 2.1.1 Probenherstellung „Kontrollgruppe“

Zunächst erfolgte die Konditionierung der Oberfläche nach der Total-Etch-Technik mit 35 % Phosphorsäure (Ultra-Etch, Ultradent Products). Dabei wurden der Schmelz 60 Sekunden und das Dentin 15 Sekunden geätzt. Nach Ablauf der Zeit wurde die Säure sorgfältig für 30 Sekunden mit Wasserspray entfernt. Überstehendes Wasser wurde mittels einer chirurgischen Kanüle (Surgitip, Roeko) abgesaugt.

Anschließend wurde der Primer (OptiBond FL Primer, Kerr) für 15 Sekunden auf der geätzten Oberfläche einmassiert. Primer-Überschüsse wurden mit einer chirurgischen Kanüle abgesaugt bzw. mit einem Applikator (Microbrush superfine, Microbrush International) ausgewischt. Das im Primer befindliche Lösungsmittel wurde mit einem sehr feinen Luftstrom aus dem Sprayansatz verdunstet, ohne die Oberfläche zu trocknen.

Daraufhin wurde das Adhäsiv (OptiBond FL Adhesive, Kerr) für 15 Sekunden mit Hilfe eines Applikators auf die Schmelz-/ Dentinoberfläche einmassiert. Die Überschüsse entfernte man ebenfalls mit einer chirurgischen Kanüle oder mit einem Applikator.

Um den nicht beabsichtigten Beginn der Polymerisation zu verhindern, wurde der konditionierte Molar gegen Lichteinstrahlung abgedeckt, ohne die Adhäsivfläche zu berühren. Hierzu diente eine aus schwarzem Kunststoff bestehende lichtundurchlässige Box.

Nun wurde das Befestigungskomposit (Variolink II High Viscosity, Vivadent) mit Hilfe eines Zementspatels (1058A, Hu-Friedy) in Ausstreichtechnik angemischt.

Nach dem Anmischvorgang applizierte man das Befestigungskomposit mit einer Applikationspistole (Kompositpistole 1910, KerrHawe) und einem Zentrix-Spritzensystem (Composite-Gun Tubes and Plugs, KerrHawe) in einer kleinen Portion auf das Zentrum der konditionierten Schmelz-/ Dentinoberfläche.

Um eine durchschnittliche Schichtstärke des Befestigungskomposits zu simulieren und zu gewährleisten, flankierten zwei Metallligaturen (Remanium Ligaturendraht, Dentaforum) der Stärke 0,2 mm die Variolink-II-Portion in der Peripherie des konditionierten Plateaus. Des Weiteren wurde auf die Variolink-II-Portion eine Kunststoffmatrize (Matrix Strips, 8 mm, DEL) gelegt, deren Aufgabe es war, die Keramikscheibe gegen das Befestigungskomposit zu isolieren.

Nun wurde die Applikation eines Keramikinlays in eine Kavität simuliert, indem die Keramikscheibe auf das Variolink II gelegt und mit gleichmäßigem Fingerdruck das Befestigungskomposit auf eine Schichtstärke von 0,2 mm ausgedrückt wurde. Dabei wurde entweder die Keramikscheibe von 2,5 mm oder die von 5 mm Schichtstärke verwendet. Die Keramikscheibe wurde für den nun folgenden Polymerisationsvorgang in situ belassen.

Um die Entstehung einer Sauerstoffinhibitionsschicht zu verhindern, wurde die Zementfuge mit Glyceringel (Airblock, Dentsply DeTrey) eingefasst.

Anschließend wurde das Befestigungskomposit durch die Keramikscheibe hindurch für 40 Sekunden lichtpolymerisiert. Wir benutzten hierfür eine Polymerisationslampe der Modellreihe Elipar Highlight, Fa. Espe.

Nach dem Polymerisationsvorgang wurde das Glyceringel behutsam mit Wasserspray abgewaschen. Die Keramikscheibe, die Kunststoffmatrize als auch die Drahtligaturen wurden vorsichtig entfernt.

### 2.1.2 Probenherstellung „dualhärtender Dentinhaftvermittler“

Zunächst erfolgte die Konditionierung der Oberfläche nach der Total-Etch-Technik mit 35 % Phosphorsäure (Ultra-Etch, Ultradent Products). Dabei wurden der Schmelz 60 Sekunden und das Dentin 15 Sekunden geätzt. Nach Ablauf der Zeit wurde die Säure sorgfältig für 30 Sekunden mit Wasserspray entfernt. Überstehendes Wasser wurde mittels einer chirurgischen Kanüle (Surgitip, Roeko) abgesaugt.

Der für diese Versuchsreihe zur Verfügung stehende dualhärtende Dentinhaftvermittler (Excite DSC, Vivadent) wurde in seiner Schutzhülle aktiviert, mit einigen Bewegungen des Applikators durchmischt und für 15 Sekunden auf die Schmelz-Dentinoberfläche einmassiert.

Der mit Excite DSC versorgte Molar wurde ebenfalls gegen jeglichen Lichteinfall kontaktfrei abgedeckt.

Das weitere Vorgehen deckt sich mit der Probenherstellung der Kontrollgruppe.

### 2.1.3 Probenherstellung „Resin-Coating-Gruppe“

Zu Beginn erfolgte die Konditionierung der Oberfläche nach der Total-Etch-Technik mit 35 % Phosphorsäure (Ultra-Etch, Ultradent Products) und dem Primer-/ Adhäsiv-System von OptiBond FL gemäß der Probenherstellung der Standardtechnik.

Dabei wurden der Schmelz 60 Sekunden und das Dentin 15 Sekunden geätzt. Nach Ablauf der Zeit wurde die Säure sorgfältig für 30 Sekunden mit Wasserspray entfernt. Überstehendes Wasser wurde mittels einer chirurgischen Kanüle (Surgitip, Roeko) abgesaugt.

Anschließend wurde der Primer (OptiBond FL Primer, Kerr) für 15 Sekunden auf der geätzten Oberfläche einmassiert. Primer-Überschüsse wurden mit einer chirurgischen Kanüle abgesaugt bzw. mit einem Applikator (Microbrush superfine, Microbrush International) ausgewischt. Das im Primer befindliche Lösungsmittel wurde mit einem sehr feinen Luftstrom aus dem Sprayansatz verdunstet, ohne die Oberfläche zu trocknen.

Daraufhin wurde das Adhäsiv (OptiBond FL Adhesive, Kerr) für 15 Sekunden mit Hilfe eines Applikators in die Schmelz-/ Dentinoberfläche einmassiert. Die Überschüsse entfernte man ebenfalls mit einer chirurgischen Kanüle oder mit einem Applikator.

Nun folgte der für die „Resin-Coating-Gruppe“ spezifische Teil der Probenherstellung. Der Dentinhaftvermittler wurde direkt für 40 Sekunden mit einer Elipar Highlight Polymerisationslampe lichtpolymerisiert. Als Nächstes wurde die mit Dentinhaftvermittler versorgte Oberfläche mit einer Polyethergummimasse (Impregum, Fa. Espe) abgeformt. Nach sieben Minuten Abbindezeit wurde der Molar vorsichtig aus der Abformmasse entfernt und behutsam mit Wasserspray benetzt. Das Wasser wurde wiederum mit einer chirurgischen Kanüle abgesaugt bzw. mit einem feinen Luftstrom verblasen.

Um die provisorische Versorgung einer Inlaykavität bis zum Zeitpunkt des Einsetzens zu simulieren, wurde die mit Dentinhaftvermittler beschichtete Oberfläche mit einem entsprechenden Komposit (Systemp-Onlay, Vivadent) versehen. Es wurde ebenfalls für 40 Sekunden lichtpolymerisiert.

Diese Probe kam nun für 7 Tage bei 37° Celsius in den Wärmeschrank. Sie wurde in physiologischer NaCl-Lösung aufbewahrt. Nach Ablauf dieser Zeit wurde die Probe dem Wärmeschrank entnommen und das Systemp-Onlay mittels eines Heidemannspatels (PFIHS1, #422444, Hu-Friedy) vorsichtig entfernt. Danach wurde die Oberfläche mit Hilfe eines Polierkelches (RA brush type, Produits dentaires SA) und einer Polierpaste (Clean-Polish, KerrHawe) von Resten des Systemp-Onlays gereinigt, mit Wasserspray gesäubert und mit einem feinen Luftstrom getrocknet.

Es erfolgte die Konditionierung der gereinigten Oberfläche mit 35 % Phosphorsäure für 15 Sekunden. Danach entfernten wir mittels eines 30 Sekunden andauernden Wassersprays die Säure und trockneten mit einem Luftstrom.

Erneut wurden die Komponenten des OptiBond FL Systems, wie oben beschrieben, aufgetragen, jedoch nicht lichtpolymerisiert.

Die sich nun anschließende Versorgung der Oberfläche mit dem Befestigungskomposit Variolink II geschah entsprechend den Beschreibungen in 2.1.1 und 2.1.2.

#### 2.1.4 Probenherstellung Endfertigung

Dieser Teil der Probenherstellung verlief für jede der drei Versuchsgruppen identisch.

Der entsprechend der Versuchsgruppe versorgte Molar wurde in Autopolymerisat (Orthocryl, Dentaureum) eingebettet. Die Formgebung gewährleistete ein zylindrischer Kunststoffring (Spectratray, Ivoclar) mit einem Innendurchmesser von 19 mm.

Um beim späteren Poliervorgang einen möglichst gleichmäßigen und planparallelen Substanzabtrag zu erzielen, wurden vor dem Einbetten drei Stücke von Empress Gusskanälen (Durchmesser 3 mm) abgetrennt und mit Hilfe von Sekundenkleber (Nr. 1733, Renfert GmbH) mesial, okklusal und distal der Probe fixiert.

Nach dem Aushärten des Autopolymerisats wurde der Probenzylinder in die Schleifmaschine eingespannt und bei minimaler Geschwindigkeit in mesio-distaler Richtung zerteilt. Es wurde so gesägt, dass, ausgehend von der mesio-distalen Achse, zwei einheitliche, gleichmäßig dicke Probenscheiben entstanden. Dadurch stand bei jedem Molaren eine Ersatzprobe zur Verfügung.

Die Probenscheiben wurden nun auf ihrer Rückseite mit Sekundenkleber auf einem kreisrunden Objektträger aus Metall (Durchmesser 19 mm) fixiert.

Um die Proben vor Austrocknung zu bewahren, wurden sie bis zum Beginn des sich direkt anschließenden Poliervorganges in Zellstofftücher gewickelt, die mit physiologischer NaCl-Lösung durchtränkt waren.

Vor Beginn des Poliervorganges erfolgte eine Begutachtung der Proben auf Unversehrtheit unter einem Lichtmikroskop (Laborlux 12 ME S, Leitz). Besonderes Augenmerk wurde dabei der Grenzfläche „Dentin – DHV – Befestigungskomposit“ geschenkt.

Um die Oberfläche der Proben mit ihren verschiedenen Schichten zu glätten und zu polieren, wurden sie an einer Poliermaschine (TF 250 Automata Pressair, Fa. Jean Wirtz) bearbeitet. Der sichere Halt der Proben während des Poliervorganges wurde durch einen gut zu fassenden Kunststoffzylinder gewährleistet, in den ein Magnet entsprechend der Größe der Objektträger eingelassen war.

Es wurde ein Schleifpapier (Waterproof Silicon Carbide Paper, Fa. Struers) der Körnung 2400 Grit benutzt.

Jede Probe wurde für 80 Sekunden unter kreisenden, drucklosen Bewegungen poliert. Nach der Hälfte der Zeit wurde die Stellung der jeweiligen Probe um 180° im Kreis verändert. Dafür wurde die Probe kurzzeitig abgehoben und auf dem Schleifpapier vorsichtig neu angesetzt. Für diesen Vorgang waren 5 Sekunden zusätzlich eingeplant. Das Ergebnis des Poliervorganges wurde jeweils unter dem Lichtmikroskop begutachtet.

Nun schlossen sich die Messungen plastisch-elastischer Parameter und die bildgebenden Verfahren am TriboScope™ an.

## **2.2 Messungen elastisch-plastischer Parameter am AFM**

### 2.2.1 Aufbau der Messvorrichtung

#### 2.2.1.1 Die AFM-Basis

Das gesamte Messsystem befand sich während der Versuchsdurchführung auf einem Luftkissentisch, um unerwünschte Schwingungen, Erschütterungen und Vibrationen von der Probe fernzuhalten.

Die Basis stellt ein NanoScope™ Contact Atomic Force Microscope dar, das über einen NanoScope™ Controller (Autoprobe CP, Veeco Instruments GmbH) angesteuert wird. Ein piezoelektrischer Röhrenscanner mit einem lateralen Scanbereich von 125 x 125 µm und einem vertikalen Scanbereich von 5 µm wird darauf fixiert. Dieser „vertical engage scanner“ neutralisiert Drift und seitliche Bewegungen der Probe während ihrer Annäherung an die Messspitze. Dadurch ist es möglich, die Lokalisation von einmal ausgewählten Oberflächen oder Indents auf einer Probe zu reproduzieren. Ein magnetisches Plättchen, das am oberen Ende des Röhrenscanners befestigt ist, hält die Probe.

Der Scanner kann vertikal über einen stufenlos steuerbaren Schrittmotor grob an die Probe angenähert werden. Der letzte Teil der Wegstrecke bis zum Erreichen des Nullpunktes auf der Probenoberfläche, dem sogenannten „Setpoint“, sollte aber mit

einer möglichst niedrigen Geschwindigkeit unter  $2 \mu\text{m/s}$  stattfinden. Deswegen wird die endgültige Annäherung des Indenters zur Probe vom Rechner selbst über die spannungsabhängige Ausdehnung des Piezoelementes geregelt.

Wie beschrieben, dient die hier erklärte Rasterkraftmikroskop-Basis der Annäherung der Proben an den Indenter. Außerdem kann damit die Probenoberfläche gezielt gescannt werden und so, mit einem höhensensitiven Messkopf, ein Bild der Topographie erstellt werden. Über dieses Verfahren werden die zu untersuchenden Areale der Grenzschicht ausgewählt, die sich zum Indentieren eignen.

Die Messwerterfassung geschieht über einen TriboScope™ Transducer (Hysitron Inc.). Mit diesem Messkopf wird im Abbildungsmodus ein Höhenbild erzeugt, außerdem werden die Messungen des Eindruckexperimentes im Indentmodus erstellt. Er arbeitet nach dem Prinzip der kapazitiven Wegmessung.

#### 2.2.1.2 Der TriboScope™ Transducer

Der TriboScope™ Transducer kann kapazitive Abstandsmessungen mit einer Auflösung im Subnanometerbereich ( $\approx 0,2 \text{ nm}$ ) ausführen. Dabei darf die maximale vertikale Auslenkung  $5 \mu\text{m}$  betragen. Der speziell entwickelte Beryllium-Kupfer-Plattenkondensator ermöglicht außerdem die Bestimmung der elektrostatisch erzeugten Normalkraft im Bereich von  $1 \mu\text{N}$  bis  $10 \text{ mN}$  mit einer Genauigkeit von  $100 \text{ nN}$ .

Zwei feststehende Außenelektroden und eine an Metallfedern beweglich aufgehängte Mittelelektrode bilden den Drei-Plattenkondensator. In die Mittelelektrode ist ein glasfaserverstärkter Kunststoffschacht über ein Gewinde eingedreht. Die eigentliche Diamantspitze (Indenter) ist auf einen Titanzylinder gelötet, der an einem Metallgewinde in den Kunststoffschacht eingedreht wird.

An die beiden fixierten Außenelektroden werden Wechselspannungen angelegt. Die vom Indenter zurückgelegte Wegstrecke kann bei bekannten Parametern kapazitiv gemessen werden. Die Wegstrecke entspricht der Änderung des Plattenabstandes zwischen Außen- und Mittelelektrode.

Neben solch einer Abstandsmessung kann man mit dem TriboScope™ auch Normalkräfte elektrostatisch messen und erzeugen. Es muss eine definierte Spannung zwischen Mittel- und Außenelektrode angelegt werden.

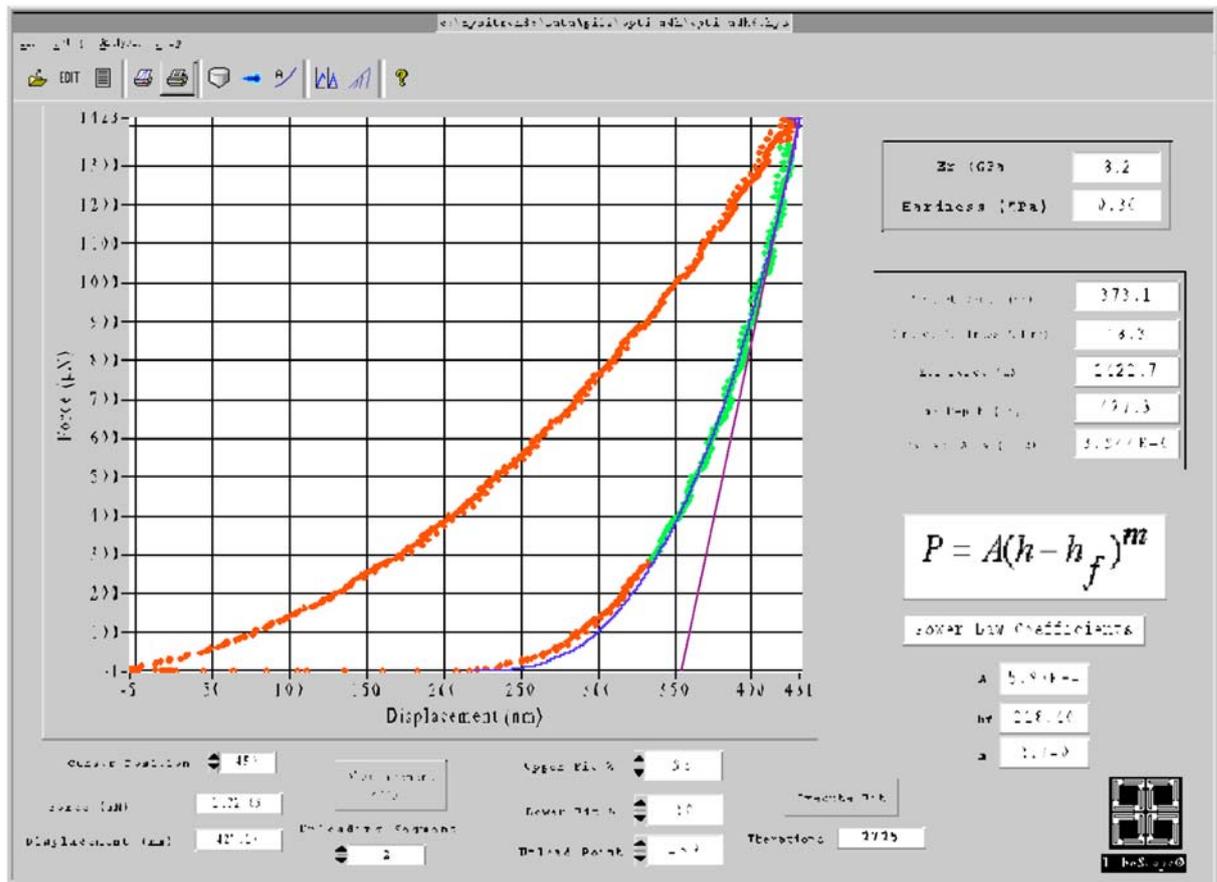
Eine Anziehung bzw. Abstoßung des Indenters wird also bewirkt, wenn man an nur eine der beiden Außenelektroden eine Spannung anlegt und diese eine entsprechende Auslenkung erzeugt. Diese Auslenkung ergibt sich aus der relativen vertikalen Wegänderung der mittleren Platte, da die beiden äußeren Platten fixiert sind.

Die elektrostatische Kraft wird nur über das Anlegen einer Spannung an die Außenelektrode erzeugt.

Wie schon oben angedeutet, ersetzt der TriboScope™ Transducer den Laserkopf des AFM und übernimmt die Wegmessung. Daher verwendet man anstelle des AFM-Datenausgangs des NanoScope™ den STM-Ausgang (scanning tunneling microscope). Es werden also reine Strom-Spannungssignale ausgewertet.

Im Abbildungsmodus ist es möglich, Oberflächen oder erzeugte Indents zu charakterisieren. Während ein bestimmtes Areal mit dem Scanner abgefahren wird, wird über die kapazitive Abstandsmessung ein dreidimensionales Höhenbild bzw. Topographiebild generiert. Dies geschieht mittels des NanoScope™-Controllers im so genannten Contact-Mode, in dem die Probe und die Spitze in direktem Kontakt stehen.

Im Indentmodus können Eindrucksexperimente durchgeführt werden. Dies geschieht über den TriboScope™-Rechner (Software-Version TriboScope™ 3.5, Hysitron Inc.) bei inaktiviertem AFM. In diesem Modus erfolgt sowohl die Wegmessung als auch die Aufzeichnung der wirksamen Normalkraft und die Registrierung der Messzeit. Man erhält so genannte Kraft-Eindringtiefen-Kurven. Abbildung 6 zeigt solch eine Kurve, wie sie bei jedem Indent von der Hysitron-Software erstellt wurde.



**Abb.6.** Typische Kraft-Eindringtieffen-Kurve der Hysitron-Software eines Indentvorgangs mit eingestellten Parametern und Messergebnissen.

### 2.3 Versuchsdurchführung am AFM

Um störungsfreies Messen ermöglichen zu können, musste vor jeder Sitzung zunächst der Luftkissentisch hochgefahren werden.

Anstelle des Laserkopfes wurde nun der magnetisch wirksame Edelstahlslitten in eine Schiene auf dem AFM eingeschoben. Nach dem Einschrauben des Berkovich-Nanoindenters in den Transducer wurde dieser in den Edelstahlslitten eingesetzt, dort über Magnetpunkte fixiert und mit der Steuereinheit (Controller) verbunden. Nach Anlegen der Netzspannung lässt man das ganze System 30 Minuten thermisch

stabilisieren und auf Betriebstemperatur kommen. Danach wurde jeweils die zu untersuchende Probe eingelegt und der Nanoindenter an der Steuereinheit kalibriert. Sowohl im Abbildungsmodus als auch im Indentmodus wird der STM (= scanning tunneling microscope) Kanal des NanoScope™ genutzt. Um konstante und miteinander vergleichbare Messungen durchführen zu können, müssen vorher einige Parameter über die Software festgelegt werden.

### 2.3.1 Annäherung

Die für die Annäherung der Probe zum Indenter wichtigsten Parameter sind:

#### 1. Setpoint:

Diese Angabe zeigt den Wert des Stromsignals, auf den die Auslenkung der mittleren Kondensatorplatte über Feedback-Schleifen gesteuert wird. Die Einheit ist [nA]. Die Höhe dieses Wertes gibt Auskunft darüber, wie groß die Kraft ist, mit der der Indenter auf der Probe gehalten wird. Der Wert für die durchgeführten Untersuchungen betrug 5.

#### 2. Gain:

Durch diesen Wert wird die Position der mittleren Kondensatorplatte über die Abweichung vom festgelegten Setpoint durch gezielte Strom-/ Spannungssignale gesteuert. Die Höhe dieses Wertes stellt quasi die Genauigkeit/ Empfindlichkeit der Korrekturmaßnahmen dar. Der in dieser Versuchsanordnung eingestellte Wert betrug jeweils zwischen 18 und 20.

Über den Schrittmotor wird die Probe nun idealerweise weniger als 100 µm an den Berkovich angenähert. Die letzte Wegstrecke bis zum Kontakt übernimmt das Piezoelement des NanoScope™ im so genannten Approach-Modus. In dem Moment, in dem der Kontakt entsteht, führt dies zu einem schlagartigen Kraftanstieg. Der Nullpunkt ist erreicht.

### 2.3.2 Oberflächenscan

Die für einen Oberflächenscan wichtigsten Parameter sind:

#### 1. Scan-Size

Dieser Wert gibt die Ausdehnung des Piezoscanners in xy-Richtung während des Scans an. Dies ist die Fläche, die vom Indenter auf der Probenoberfläche abgerastert wird. Entsprechend der gewünschten Größe der Fläche kann der Wert variiert werden. Die Einheit ist [ $\mu\text{m}$ ].

#### 2. Scan-Rate

Die Scan-Rate gibt die Anzahl der pro Sekunde aufgenommenen Linien an. Die Einheit ist [Hz]. Der hier gewählte Wert lag bei 0,5.

Über 1. und 2. wird die Auflösung bestimmt.

#### 3. x-Offset/ y-Offset

Diese Werte geben den Verfahrensweg des Scanners in x- und y-Richtung relativ zum Setpoint an. Eine freie Beweglichkeit auf der Oberfläche ist dadurch möglich. Der Wert ist daher frei wählbar.

Entsprechend den Vorgaben wird nun die Oberfläche in einem definierten Bereich abgerastert. Das Höhenrelief der Probe an dieser Stelle wird deutlich, indem die mittlere Kondensatorplatte relativ zum Setpoint ausgelenkt wird. Diese Auslenkung wird als Strom- bzw. Spannungssignal ausgegeben und beschreibt das Höhenrelief. Es kann so ein dreidimensionales Topographiebild entstehen, welches im Image-Processing-Programm (IP-Programm) erstellt und analysiert werden kann.

### 2.3.3 Indentieren

Die zum Indentieren wichtigsten Parameter sind:

#### 1. Load

Dieser Wert bezeichnet die vom TriboScope™-Messkopf über die angelegte Spannung generierte Normalkraft in z-Richtung. Sie hat die Einheit [ $\text{mV}/\mu\text{m}$ ] = [mN]. Der

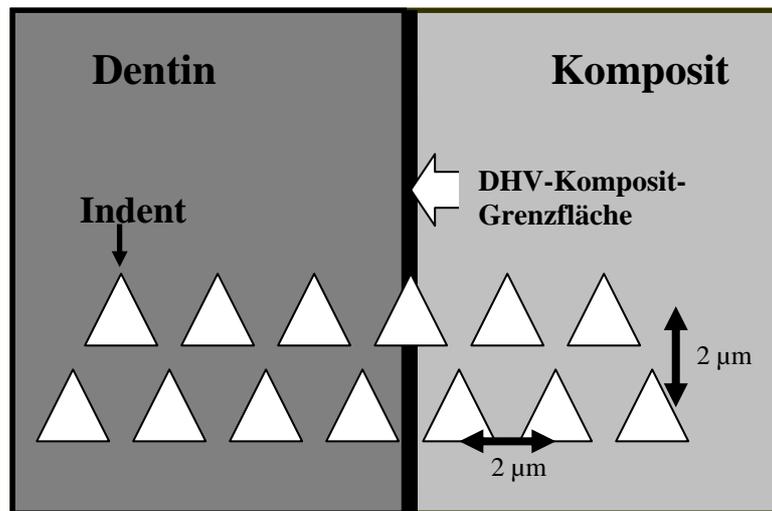
angelegte Wert lag zwischen 1 – 2 mN. Er zeigt das Kraftmaximum an, mit der die Berkovich-Diamantspitze letztendlich in das Probenmaterial gedrückt wird.

## 2. Displacement

Es handelt sich hierbei um die Auslenkung der mittleren Kondensatorplatte in z-Richtung, welche über die Registrierung der Spannung quantifiziert wird. Die Einheit ist [nm]. Dieser Wert zeigt die Eindringtiefe des Nanoindenters in das Probenmaterial an.

Nachdem eine geeignete Stelle zum Indentieren gefunden ist, wird in den Indentmodus umgeschaltet. Hierzu muss die Scan Size auf 0 nm eingestellt sein. Nun kann man über den x-/y-Offset einen genau definierten Punkt bestimmen, an dem das Eindruckexperiment durchgeführt werden soll.

Mittels eines 80 x 80 µm Übersichtsscans wurde ein bestimmtes Areal auf der Probe festgelegt, in dem indentiert werden sollte. Über einen weiteren 40 x 40 µm Scan in diesem Bereich wurde der genaue Punkt am Interfacebereich zwischen Dentin und Adhäsiv festgelegt, an dem die jeweiligen Versuchsreihen beginnen sollten. Von diesem Punkt aus wurden sowohl in die Richtung des Dentins als auch in die Richtung des Befestigungskomposites jeweils 16 Indents im Abstand von 1 µm gemacht. Um einen ausreichenden Abstand zwischen den Messpunkten einzuhalten, wurden die Messungen in zwei Reihen durchgeführt. In jeder Reihe hatten die benachbarten Messpunkte einen Abstand von 2 µm. Die zwei Reihen hatten voneinander ebenfalls einen Abstand von 2 µm. In den zwei Reihen waren die Messpunkte um jeweils 1 µm gegeneinander versetzt. Die Abbildung 7 veranschaulicht die Lage zweier Indentreihen zueinander und zur Grenzschicht zwischen Dentin und Befestigungskomposit.



**Abb. 7.** Skizze eines Ausschnittes zweier Indentreihen an der Grenzschicht zwischen Dentin und Befestigungskomposit.

Für jede Probe wurden zwei solcher Messreihen durchgeführt. Für jeden Abstand wurden die zwei Messwerte einer Probe gemittelt.

Nach Festlegung der nötigen Parameter und nach Abschalten des Scan-Prozesses und der Feedback-Mechanismen kann der Indentvorgang beginnen. Ein Indent besteht aus jeweils einer Be- und Entlastungsphase von je 20 s.

Bei der Wahl der zu erreichenden Maximalkraft („maximum load“) sollte darauf geachtet werden, dass sich die daraus ergebenden Indents im gleichen Eindringtiefenbereich bis maximal 500 nm befinden.

Während des Indentierungsvorganges wird eine Kraft-Weg-Kurve aufgezeichnet, über die sich die plastisch-elastischen Parameter berechnen lassen. Die Eigenschaften des untersuchten Materials lassen sich im Hinblick auf diese Parameter daraufhin charakterisieren.

Nach dem Abschluss der Indentreihen wurden erneut Scans des Testgebietes durchgeführt und dreidimensionale Topographiebilder des Areal mit den Indentreihen erstellt.

Die durch die Indentierung gewonnenen Kraft-Weg-Kurven werden nach der von Oliver und Pharr entwickelten Systematik mathematisch ausgewertet (*Oliver & Pharr* 1992).

## **2.4 Mikromorphologische Beurteilung der Komposit-Dentin-Grenzfläche**

Zur Darstellung der Komposit-Dentin-Grenzflächen im Rasterelektronenmikroskop wurden von jeder Versuchsgruppe zwei schon unter dem AFM vermessene Proben mit einem niedrigviskösen Silikon (President light-body, Coltène) in zwei Phasen abgeformt. Zuerst wurde eine dünne Schicht des Silikons auf jeder Probe appliziert und vorsichtig auf der Oberfläche verblasen, um die Oberflächenstruktur so deutlich wie möglich wiedergeben zu können. Danach wurde eine dickere Schicht des Silikons ergänzt, um die gesamte Probe zu fassen. Mit dem fließfähigen Kunstharz Araldit CW2215 (Ciba), vermischt mit dem Härter HY5162 (Göbl + Pfaff), wurden die Silikonabdrücke ausgegossen. Diese mussten 24 h im Wärmeschrank bei 37° Celsius aushärten. Nachdem die Kunstharzabgüsse mit Graphitphase auf REM-Probenhaltern fixiert worden waren, wurde die Oberfläche im REM-Evakuator konditioniert. Danach wurden die Proben in das REM eingesetzt, die Grenzschicht zwischen Dentin und Befestigungskomposit begutachtet und die drei Gruppen miteinander verglichen. Es wurden von den REM-Proben jeder Versuchsgruppe mehrere Bilder erstellt.

## **2.5 Statistische Auswertung**

Für die statistische Auswertung wurde das Computerprogramm SPSS 11.5 (SPSS) für Windows benutzt. Für jede Kombination der Versuchsparameter Dentinhaftvermittler (OptiBond FL, Excite DSC, Resin-Coating) und Keramiksichtstärke (2,5 mm, 5,0 mm) wurden sechs Proben hergestellt und jeweils zwei Messreihen durchgeführt. Die sich daraus ergebenden Werte der Härte und des E-Moduls wurden analysiert. Gruppenunterschiede wurden mit der zweifaktoriellen Varianzanalyse auf statistische Signifikanz überprüft. Unterschiede zwischen den Messwerten der unterschiedlichen Dentinhaftvermittlergruppen wurden mittels des Tukey-Tests auf Signifikanz überprüft. Die Entwicklung der Messwerte (Härte, E-Modul) der Indentreihen vom Interface in Richtung des Dentins bzw. in Richtung des Befestigungskomposits wurde mit Hilfe des T-Tests auf Signifikanz getestet.

## 3 Ergebnisse

### 3.1 Härte in den unterschiedlichen Versuchsgruppen

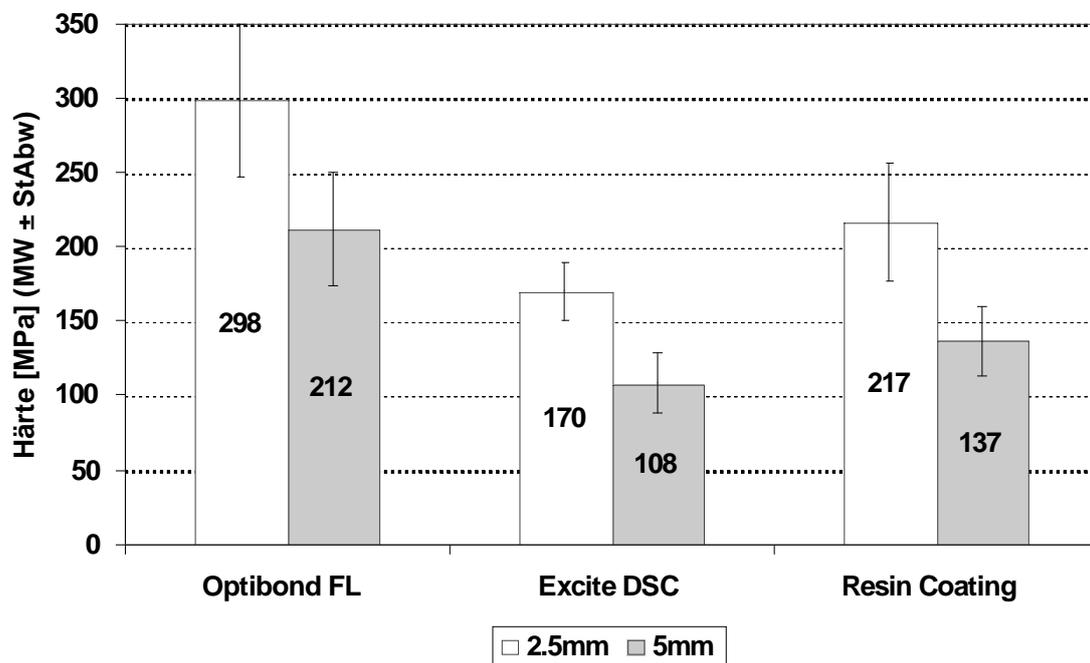
#### 3.1.1 Härte an der Grenzschicht

Abbildung 8 zeigt die Härte am Übergang zwischen Dentin und DHV separat für die einzelnen Kombinationen der Versuchsparameter DHV und Keramikschichtstärke.

Für eine Keramikschichtstärke von 2,5mm hat die Optibond FL Kontrollgruppe die höchsten Werte ( $298,3 \pm 51,1$  MPa). Es folgt die Resin-Coating Gruppe ( $216,7 \pm 39,2$  MPa) vor der Gruppe mit Excite DSC ( $170,0 \pm 19,5$  MPa).

Für eine Keramikschichtstärke von 5,0mm zeigen sich ähnliche Verhältnisse. Für die Kontrollgruppe ( $211,7 \pm 38,4$  MPa) ergaben sich die höchsten Härtewerte vor Resin-Coating ( $136,7 \pm 23,4$  MPa) und Excite DSC ( $108,3 \pm 20,2$  MPa).

In der zweifaktoriellen Varianzanalyse sind die Unterschiede zwischen den Dentinhaftvermittlern und zwischen den Keramikschichtstärken statistisch höchstsignifikant ( $P < 0,001$ ). Eine signifikante Wechselwirkung zwischen den Parametern wurde nicht beobachtet. Der Multiple Mittelwertvergleich (Tukey-Test) zeigt, dass die Kontrollgruppe eine höhere Härte erreichte als die Versuchsgruppen Excite DSC und Resin-Coating ( $P < 0,005$ ).



**Abb. 8.** Vergleich der Härtewerte mit Standardabweichung in [MPa] der drei Versuchsgruppen für 2,5 und 5,0 mm Keramikschichtstärke.

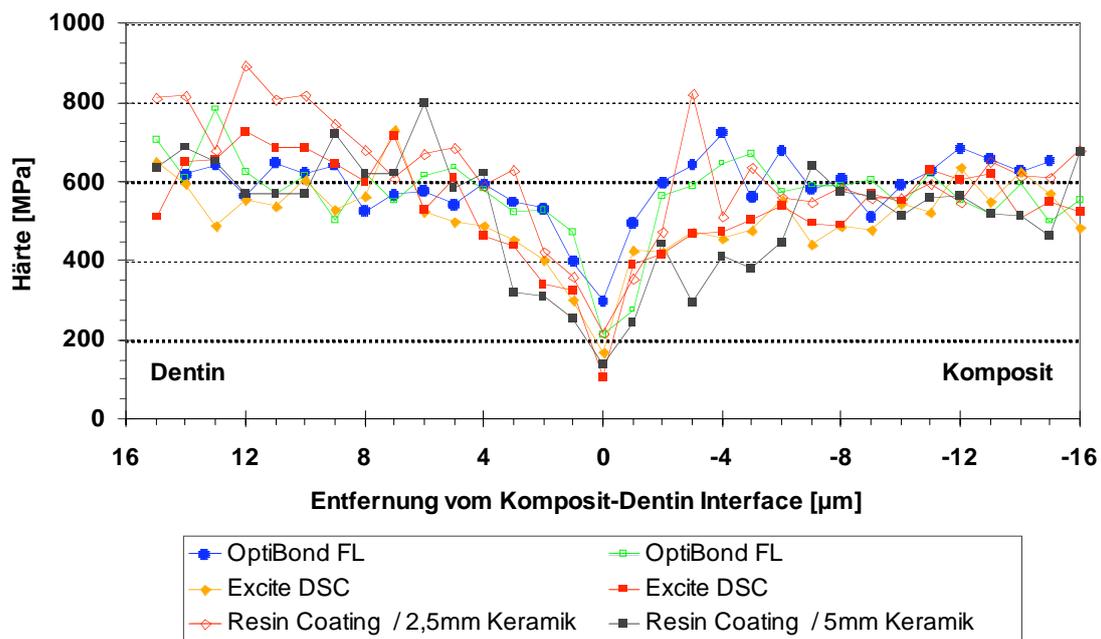
### 3.1.2 Entwicklung der Härte in der Peripherie

Abbildung 9 zeigt die Härtewerte in unterschiedlichem Abstand vom Übergang zwischen Dentin und Komposit sowohl in Richtung des Dentins als auch in Richtung des Befestigungskomposites.

Die niedrigste Härte wurde jeweils direkt an der Grenzfläche beobachtet. In der Peripherie lagen die Werte auf einem höheren und, von Streuungen abgesehen, ähnlichen Niveau. Sie fielen auf der Dentinseite ab einem Abstand von 5  $\mu\text{m}$ , auf der Kompositseite ab einem Abstand von ca. 4  $\mu\text{m}$  von der Grenzfläche zu dieser hin ab.

Zur Überprüfung wurden auf jeder Seite die Mittelwerte der äußersten 2, 3, 4 usw. Messpunkte berechnet und mit Hilfe des T-Tests mit dem nächsten zentraleren Nachbarmesspunkt verglichen. Auf der Dentinseite war die Härte an den Messpunkten 1, 2, 3 und 4  $\mu\text{m}$  signifikant niedriger als die mittlere Härte an den jeweils weiter außen liegenden Messpunkten. Ab 5  $\mu\text{m}$  von der Grenzfläche bestand kein signifikanter

Unterschied zum Mittelwert der weiter außen liegenden Messpunkte mehr. Entsprechendes gilt auf der Kompositseite ab dem Messpunkt 3  $\mu\text{m}$ . Hier waren die Werte noch geringer als die Mittelwerte der weiter peripher liegenden Punkte. Ab einem Abstand von 4  $\mu\text{m}$  von der Grenzfläche galt dies nicht mehr.



**Abb. 9.** Entwicklung der Härtewerte [MPa] von der Komposit-Dentin-Grenzschicht ausgehend in Richtung Komposit und Dentin in [ $\mu\text{m}$ ]-Schritten.

### 3.2 E-Modul in den unterschiedlichen Versuchsgruppen

#### 3.2.1 E-Modul an der Grenzschicht

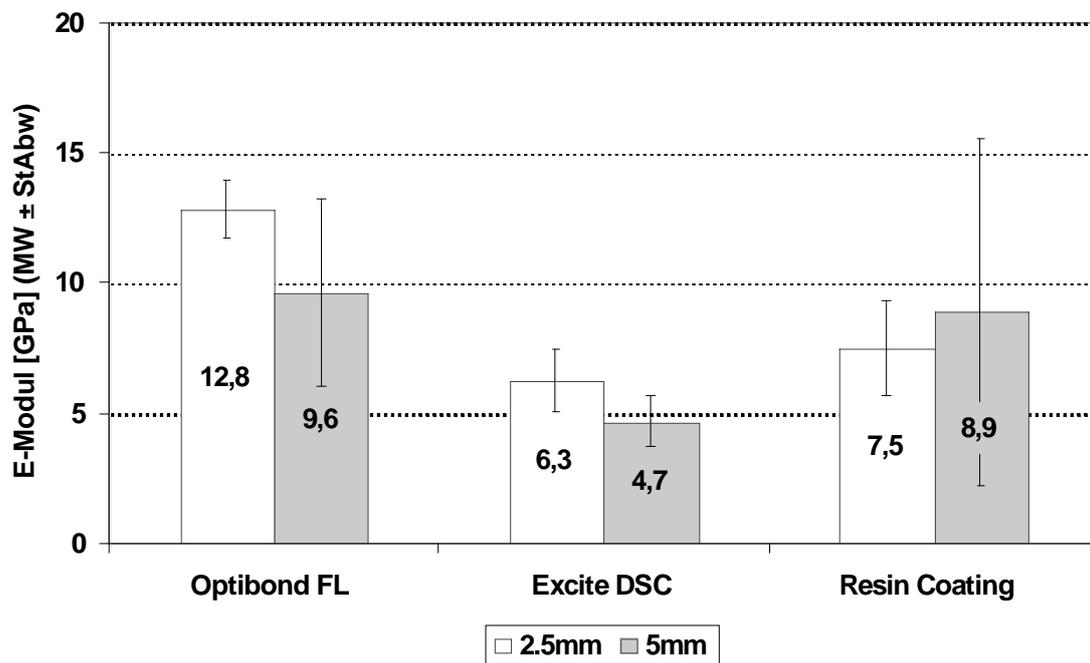
Die Mittelwerte des E-Moduls am Interface mit Standardabweichung, aufgeteilt in DHV-Versuchsgruppen und Keramikschichtstärken, sind in Abbildung 10 als Balkendiagramm ersichtlich.

Nach der Höhe der mittleren Härte geordnet, stellen sich die Ergebnisse wie folgt dar (in Klammern der mittlere E-Modul  $\pm$  Standardabweichung in GPa; n=6):

Bei einer Keramikdicke von 2,5 mm zeigt wiederum die Kontrollgruppe die höchsten Werte ( $12,8 \pm 1,1$ ), gefolgt von der Resin-Coating Gruppe ( $7,5 \pm 1,8$ ) und zuletzt der Excite DSC Gruppe ( $6,3 \pm 1,2$ ).

Die Versuchsreihen mit der 5,0 mm Keramik haben die gleiche Reihenfolge. Zuerst kommt die Kontrollgruppe ( $9,6 \pm 3,6$ ), danach Resin-Coating ( $8,9 \pm 6,7$ ) und Excite DSC ( $4,7 \pm 1,0$ ).

Der Unterschied zwischen den DHV-Gruppen ist höchstsignifikant ( $P < 0,001$ ). Der Multiple Mittelwertvergleich (Tukey-Test) zeigt, dass sich nur die Resultate der Gruppen OptiBond FL und Excite DSC signifikant voneinander unterscheiden ( $P < 0,05$ ). Der Unterschied zwischen den Keramikschichtstärken erreicht nicht das Niveau statistischer Signifikanz ( $P > 0,05$ ). Eine signifikante Wechselwirkung konnte ebenfalls nicht beobachtet werden.

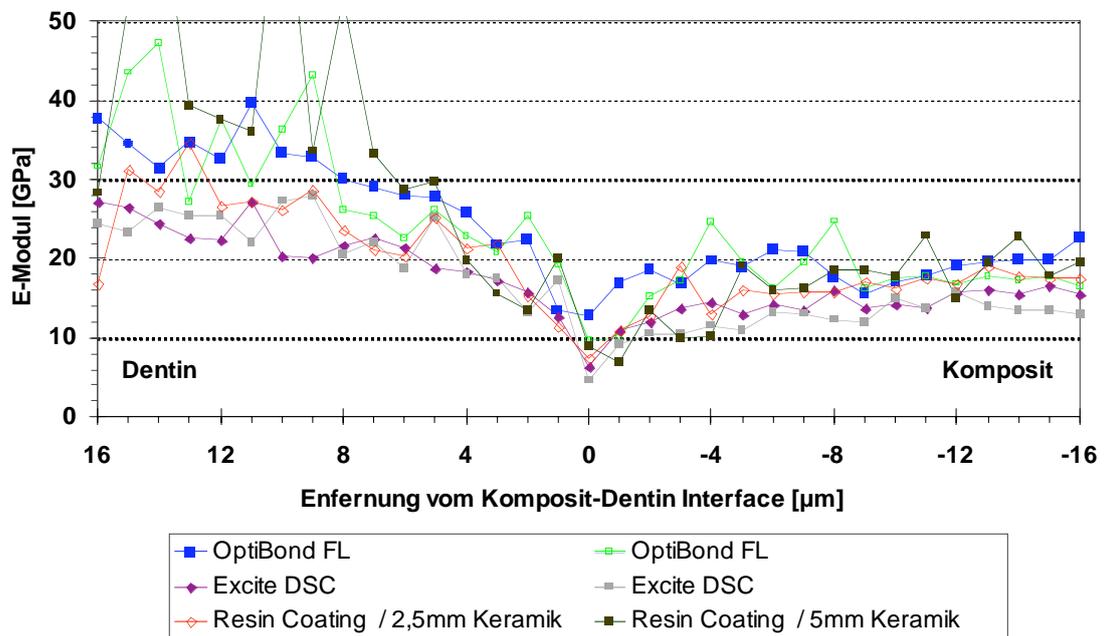


**Abb. 10.** Vergleich der E-Modulmittelwerte mit Standardabweichung in [GPa] der drei Versuchsgruppen für 2,5 und 5,0 mm Keramikschichtstärke.

### 3.2.2 Entwicklung des E-Moduls in der Peripherie

Abbildung 11 zeigt die E-Modul-Werte in unterschiedlichem Abstand vom Übergang zwischen Dentin und Komposit. Der niedrigste E-Modul wurde jeweils direkt an der Grenzfläche beobachtet. In der Peripherie lagen die Werte auf einem höheren und, von Streuungen abgesehen, ähnlichen Niveau. Sie fielen auf der Dentinseite ab einem Abstand von 8  $\mu\text{m}$ , auf der Kompositseite ab einem Abstand von 4  $\mu\text{m}$  von der Grenzfläche zu dieser hin ab.

Zur Überprüfung wurden auf jeder Seite die Mittelwerte der äußersten 2, 3, 4 usw. Messpunkte berechnet und mit Hilfe des T-Tests mit dem nächsten zentraleren Nachbarmesspunkt verglichen. Auf der Dentinseite war der E-Modul an den Messpunkten 1, 2, 3, 4, 5, 6 und 7  $\mu\text{m}$  signifikant niedriger als die mittlere Härte an den jeweils weiter außen liegenden Messpunkten. Ab 8  $\mu\text{m}$  von der Grenzfläche bestand kein signifikanter Unterschied zum Mittelwert der weiter außen liegenden Messpunkte mehr. Entsprechendes gilt auf der Kompositseite ab dem Messpunkt 3  $\mu\text{m}$ . Hier waren die Werte noch geringer als die Mittelwerte der weiter peripher liegenden Punkte. Ab einem Abstand von 4  $\mu\text{m}$  von der Grenzfläche galt dies nicht mehr.

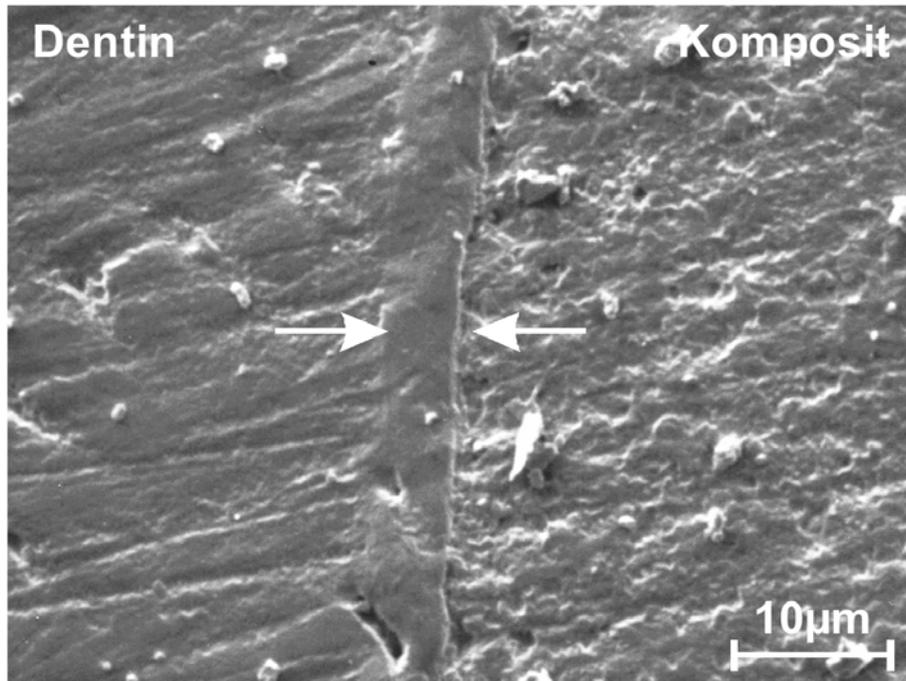


**Abb. 11.** Entwicklung der E-Modulwerte [MPa] von der Komposit-Dentin-Grenzschicht ausgehend in Richtung Komposit und Dentin in [μm]-Schritten.

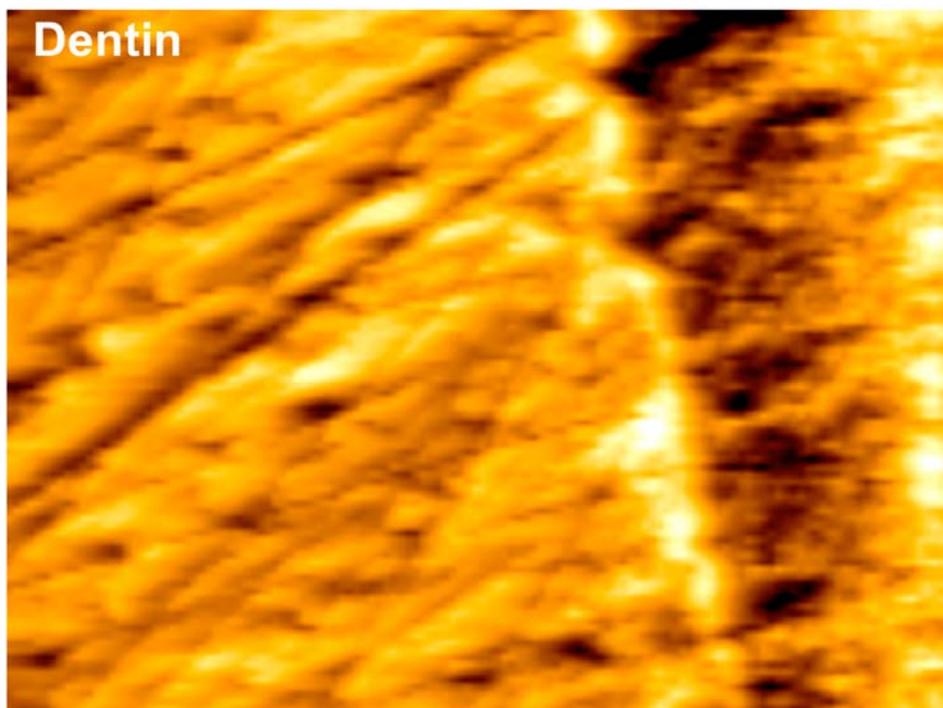
### 3.3 Bilder

Die Abbildungen 12 bis 20 zeigen repräsentative Ausschnitte der Grenzschicht zwischen Dentin und Befestigungskomposit im REM und AFM. In den AFM-Aufnahmen sind neben Dentin, Grenzschicht und Befestigungskomposit auch die durch den Berkovich-Nanoindenter erzeugten Indentreihen zu erkennen.

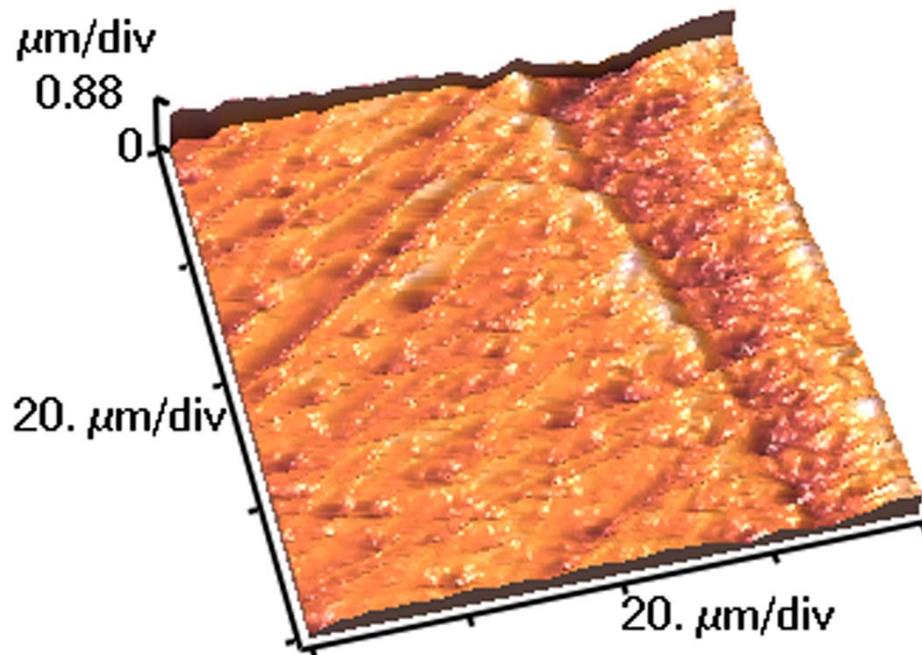
## 3.3.1 Bilder der Kontrollgruppe



**Abb. 12.** REM-Bild der Grenzschicht der Kontrollgruppe; Pfeile zeigen die Grenzschicht.

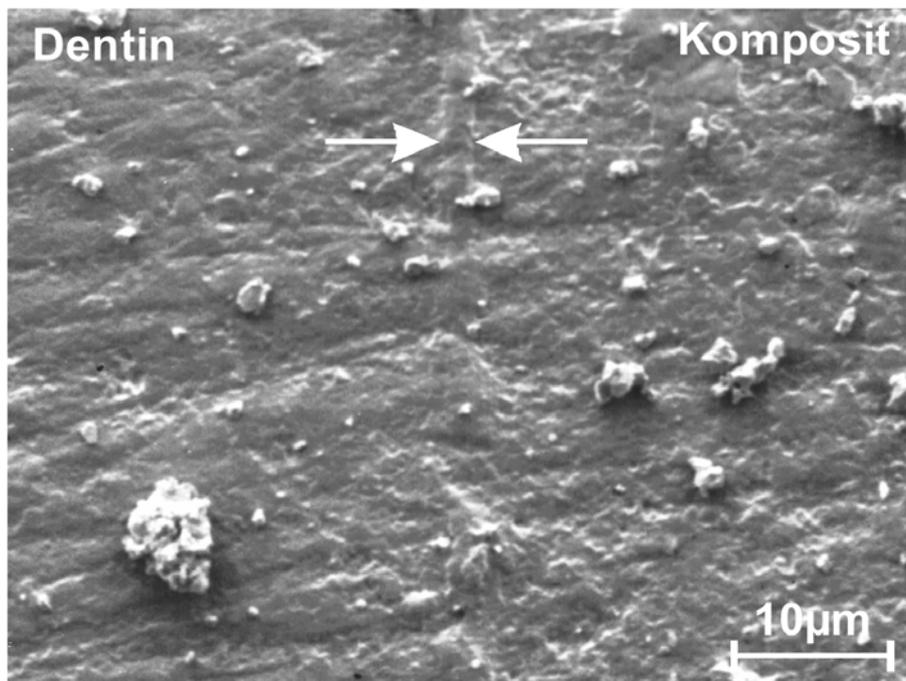


**Abb. 13.** AFM-Aufnahme von der Grenzschicht der Kontrollgruppe.



**Abb. 14.** 3-D-Ansicht der Grenzschichtregion mit Höhen-, Breiten- und Tiefenskala.

### 3.3.2 Bilder der Excite DSC-Gruppe



**Abb. 15.** REM-Bild der Grenzschicht der Excite DSC-Gruppe; Pfeile zeigen die Grenzschicht.

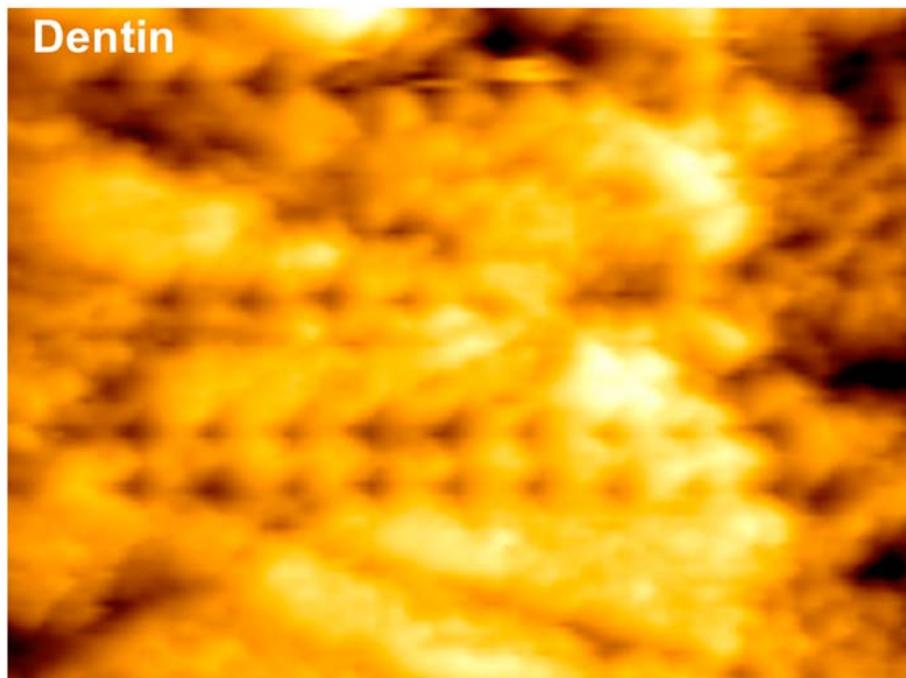


Abb. 16. AFM-Aufnahme von der Grenzschicht der Excite DSC-Gruppe.

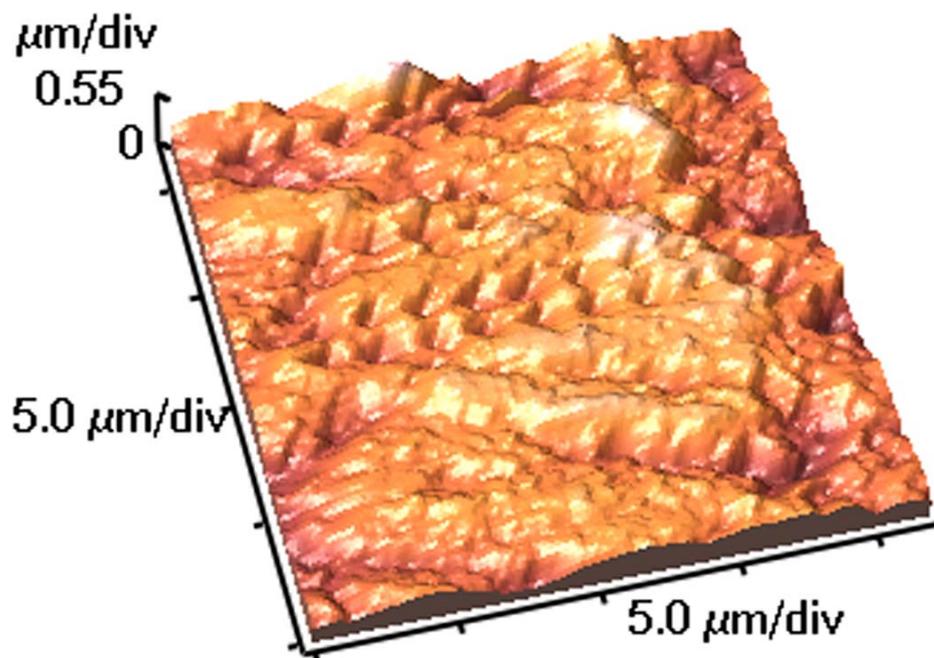
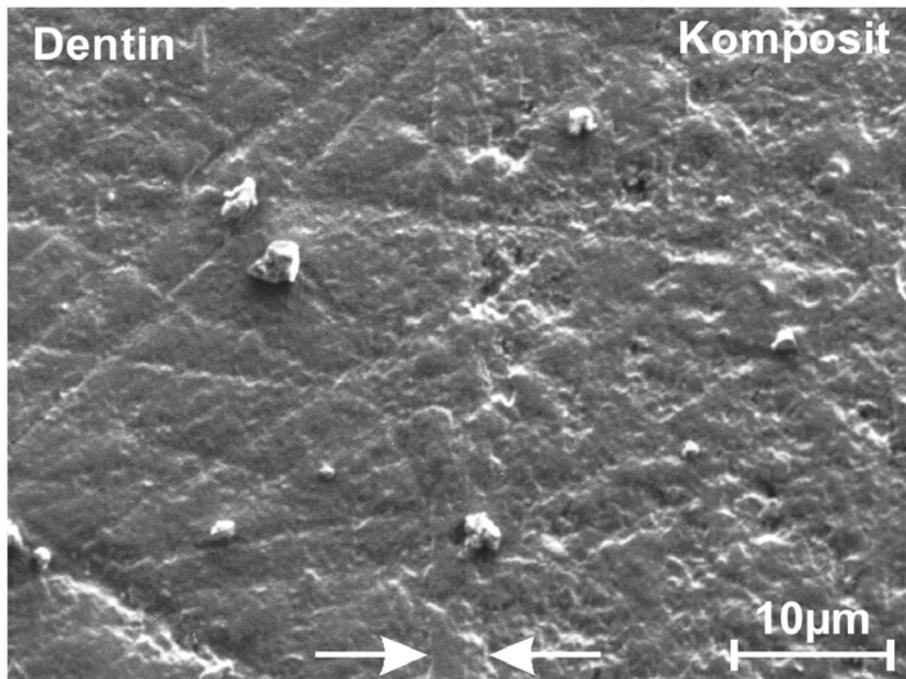
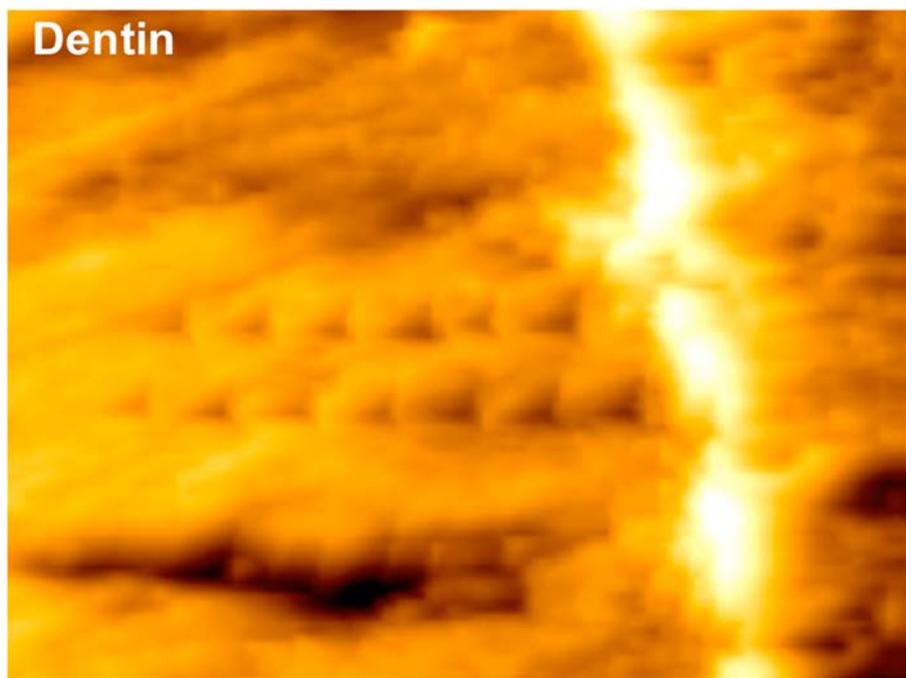


Abb. 17. 3-D-Ansicht der Grenzschichtregion mit Höhen-, Breiten- und Tiefenskala.

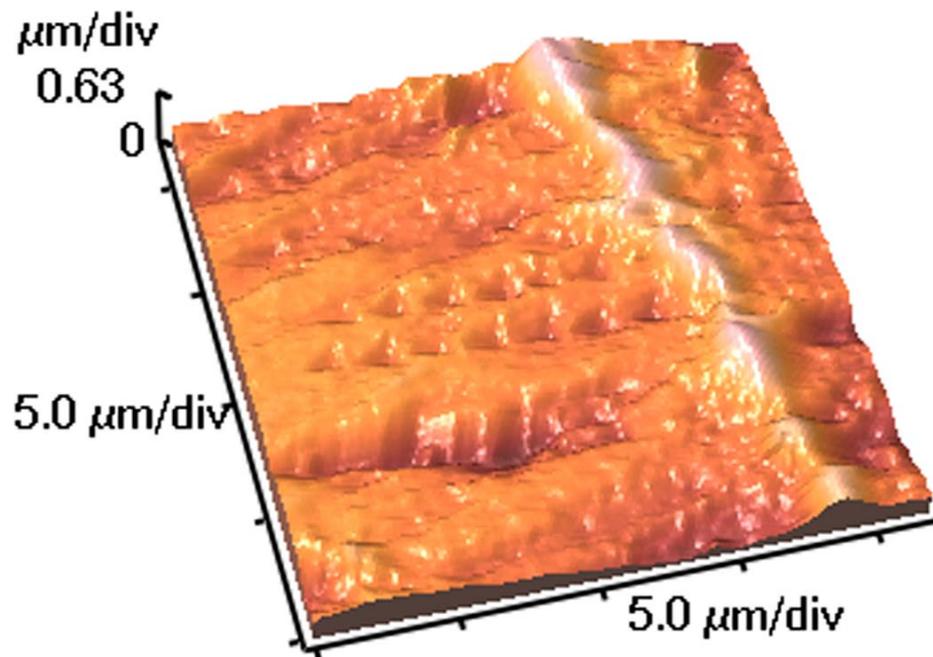
## 3.3.3 Bilder der Resin-Coating-Gruppe



**Abb. 18.** REM-Bild der Grenzschicht der Resin-Coating-Gruppe; Pfeile zeigen die Grenzschicht.



**Abb. 19.** AFM-Aufnahme von der Grenzschicht der Resin-Coating-Gruppe.



**Abb. 20.** 3-D-Ansicht der Grenzschichtregion mit Höhen-, Breiten- und Tiefenskala.

## 4 Diskussion

### 4.1 Diskussion der Methode

#### 4.1.1 Untersuchungsmethoden in vitro

In dieser Arbeit wurde ein In-vitro-Verfahren angewendet. Die Resultate eines solchen Verfahrens können erfahrungsgemäß nur annäherungsweise auf die entsprechende In-vivo-Situation übertragen werden (*Pashley 1991*). Vor- und Nachteile eines In-vitro-Verfahrens seien hier diskutiert.

Bei der Untersuchung von adhäsiven Dentalwerkstoffen scheint diese Methode durchaus die Methode der Wahl zu sein. Der Vorteil besteht hierbei in der schnellen Durchführbarkeit unter relativ geringem Aufwand. Ein Grund hierfür ist die Unabhängigkeit von jeglicher Compliance von Probanden. Außerdem ist eine Reproduzierbarkeit solcher Studien ohne weiteres gewährleistet.

Unter klinischen Bedingungen wird demgegenüber das Arbeiten unter konstanten Parametern erschwert. Die Trockenlegung und die Zugänglichkeit zum Arbeitsfeld während der einzelnen Arbeitsschritte, von der Präparation bis zur Polymerisation, sind von Fall zu Fall unterschiedlich. Dies macht den Vergleich von gewonnenen Resultaten in vivo nur unter Einschränkungen möglich.

Studien haben gezeigt, dass unter bestimmten Voraussetzungen die Ergebnisse von In-vivo- und In-vitro-Studien vergleichbar sind. Dies belegen Untersuchungen mit Dentinadhäsiven zur Entstehung der Hybridschicht und Entwicklung von Kompositzotten in den Dentinkanälchen (*Ferrari et al. 1996, Gwinnett & Kanca 1992*). Da die Situation im Labor mit der in der Klinik oftmals schwer vergleichbar ist, können In-vitro-Studien zumeist lediglich konkrete Hinweise auf das Verhalten der untersuchten Werkstoffe geben (*Haller 1994*).

So wurden in dieser Studie extrahierte menschliche Zähne, also totes Gewebe, verwendet. Wir bedienen uns menschlichen Dentins, da seine Eignung für Untersuchungen adhäsiver Werkstoffe als deutlich günstiger bewertet wird als

beispielsweise bovine Zahnschmelze (*Retief et al.* 1990). Bei Untersuchungen am Patienten arbeitet man mit zumeist vitalen Zähnen und einem intakten Pulpa-Dentin-System. In diesem Zusammenhang kann nach erfolgter Präparation der Ausstrom von Dentinliquor nicht unbeachtet bleiben. Er beeinträchtigt die Adaptation hydrophober Monomere an der Zahnhartsubstanz (*Qvist & Qvist* 1985). Da durch die in dieser Studie verwendeten Dentinadhäsivsysteme die präparationsbedingte Schmierschicht aufgrund der Dentinkonditionierung entfernt wird, kommt es zu einer Erhöhung der Dentinpermeabilität. Dies ist natürlich auch bei vitalen Zähnen der Fall (*Haller et al.* 1992, *Pashley* 1984, *Pashley* 1992). Bei diesen kommt es nun wegen des intrapulpalen Flüssigkeitsdruckes von 20 – 30 mmHg zu einem erhöhten Ausstrom von Dentinliquor. In den vorliegenden Versuchen wurde der hydrostatische Druck jedoch nicht simuliert. Die Effekte dieses Druckes können in vivo aufgrund des unterschiedlichen Alters der Zähne, des unterschiedlichen Sklerosierungsgrades und der Reizdentinbildung stark variieren. In vivo wird der intrapulpalen Flüssigkeitsdruck durch die meisten Lokalanästhetika gemindert (*Haller* 1994). Das Alter der Testzähne und die damit verbundenen strukturmorphologischen Variabilitäten müssen berücksichtigt werden (*Mixson et al.* 1993). Da ausschließlich defektfreie Zähne für die vorliegende Studie benutzt wurden, muss davon ausgegangen werden, dass es sich zum Teil um retinierte Molaren junger Patienten handelte. Junges Dentin solcher Molaren zeigt eine höhere Permeabilität als sklerotisches Dentin durchgebrochener Zähne älterer Patienten, da dessen Tubuli zu einem gewissen Teil von mineralischen Kristallen verlegt sind (*Pashley et al.* 1995). Das Dentin von Molaren mit sklerotischen Arealen ist schlechter konditionierbar als unsklerotisiertes Dentin (*Van Meerbeek et al.* 1994b). So unterscheidet sich nicht nur die Dentinstruktur, sondern auch der Fluoridgehalt von durchgebrochenen und retinierten Zähnen, wodurch zum einen das Anätzen der Zahnhartsubstanz und zum anderen die Polymerisation des Komposits beeinträchtigt werden.

Auch durch die Lagerung extrahierter Zähne werden grundlegend andere Bedingungen geschaffen, verglichen zur In-vivo-Situation. Diesen sollte Rechnung getragen werden (*O'Brien et al.* 1988). In dieser Studie wurden die Testzähne, gemäß der gängigen Lehrmeinung, in 1 % Chloramin-T-Lösung aufbewahrt. Ab dem Zeitpunkt des

Versuchsstarts wurden die Proben im Wärmeschrank unter Wasserdampfsättigung bei 37° C gelagert. Weiteren dem Mundmilieu entsprechenden Parametern, wie Temperatur- und pH-Wert-Schwankungen sowie anderen biologischen und chemischen Effekten, wurde nicht Rechnung getragen. Die verwendeten Werkstoffe, die Arbeitsschritte und eine Lagerung unter provisorischer Versorgung bis zum Zeitpunkt der simulierten Eingliederung entsprechen der gängigen klinischen Praxis. Aufgrund der Gleichbehandlung aller Testzähne ist eine interne Einschränkung der Vergleichbarkeit der Daten der einzelnen Gruppen auszuschließen. Dies wird zusätzlich dadurch unterstützt, dass ausschließlich unversehrte, karies- und füllungsfreie dritte Molaren verwendet wurden.

So lässt sich zusammenfassend sagen, dass die klinische Situation durch eine In-vitro-Studie nicht bis ins letzte Detail realistisch simuliert werden kann. Untersuchungen physikalischer Parameter wie E-Modul und Härte lassen sich in vitro wesentlich besser realisieren als Langzeitstudien zur Praxistauglichkeit in vivo. So erreichen Versuche um adhäsive Werkstoffe oftmals in vitro bessere Ergebnisse als in der Praxis (*Söderholm* 1991). Die In-vitro-Studie bietet uns die Möglichkeit, die Ziele unserer Arbeit exakt, reproduzierbar, in angemessenem Aufwand und praxisrelevant zu erreichen.

#### 4.1.2 Mikrohärteprüfung im AFM

In den letzten Jahrzehnten wurden auf dem Gebiet der adhäsiven Zahnheilkunde verschiedenste Methoden zur Untersuchung der Tiefenhärtung, des Polymerisations- und Konversionsgrads etc. entwickelt. Optische Methoden (*Murray et al.* 1981), Kratz-Tests (*Leung et al.* 1984), Infrarotspektroskopie (*Asmussen* 1982) und Knoop- und Wallace-Härtemessungen (*Ferracane* 1985) wurden etabliert und miteinander verglichen (*DeWald & Ferracane* 1987, *Rueggeberg & Craig* 1988).

Die Technik der Mikrohärteprüfung, kombiniert mit den Möglichkeiten der Rasterkraftmikroskopie, hat sich in den letzten Jahren als adäquate Methode zur

Untersuchung von Schmelz- und Dentinstrukturen in Verbindung mit dentalen Werkstoffen etabliert (*Barbour et al.* 2003, *Finke et al.* 2001).

In dieser Arbeit wurde die Technik der Mikrohärteprüfung mit ihren Vorzügen auf praxisnahe Sachverhalte der Adhäsivtechnik übertragen. Die mit der Indentechnik in den letzten Jahren entwickelte registrierende Prüfungstechnik für physikalische Parameter dient uns zur Charakterisierung des elastisch-plastischen Verhaltens harter Filme und dünner Schichten im unteren Mikro- und Nanometerbereich (*Behncke* 1993, *Bhushan* 1999b, *Kulkarni & Bhushan* 1996, *Oliver & Pharr* 1992). Durch sie ist es uns möglich gewesen, Härte und E-Modul an den von uns definiert ausgesuchten dünnen Schichten reproduzierbar zu messen. Gerade die Mikrohärteprüfung wird von vielen Autoren in solch einem Einsatzbereich empfohlen (*Doerner & Nix* 1986, *Willems et al.* 1993). Bei der Erzeugung von Indents im Nanometerbereich bei gleichzeitiger kontinuierlicher Registrierung der Normalkraft gegen die Eindringtiefe stehen nicht nur fixe Endwerte der Härte und des E-Moduls als Ergebnis, sondern es werden plastische und elastische Vorgänge während der Messung transparent dargestellt. So können z. B. zeitabhängige plastische Effekte wie Kriechen beobachtet werden. Dies ist der Vorteil gegenüber allen Eindruckversuchen, die zur Familie der statischen Messversuche gehören. Ein wesentlicher Nachteil besteht darin, dass hierbei die Eindruckfläche erst nach der Rücknahme der Prüfkraft optisch bestimmt werden kann (*D'Ans* 1949). Elastische Charakteristika der untersuchten Struktur können nicht berücksichtigt werden.

Weitere Vorteile gegenüber konventionellen Messmethoden für Mikrohärte, wie Vickers und Knoop, bestehen in der höchst präzisen Positionierung und Bestimmung des Messareals des Indenters innerhalb von 0,2 nm, einer Tiefengenauigkeit von 0,2 nm und der Regulierung der Kraft in 0,2 µN-Schritten (*Van Meerbeek et al.* 1993). Diese Möglichkeiten kamen unseren Versuchen, reproduzierbare Untersuchungen an feinsten Schichten durchzuführen, sehr entgegen. Der Vergleich von Messwerten der Nanohärte mit denen der Mikrohärte in identischem Material sollte kritisch betrachtet werden. Aufgrund der unterschiedlichen Herleitung der Härtewerte bei diesen Methoden ist damit zu rechnen, dass die konventionelle Härte eines speziellen Materials als signifikant höher zu erwarten ist als seine Mikrohärtedaten. Konventionelle Härtewerte

basieren auf der Auswertung der hinterlassenen Deformation auf einem Material nach erzeugter Krafteinwirkung, während sich die Daten der Mikrohärtprüfung, wie schon oben erwähnt, aus dem gesamten Indentvorgang ergeben (*Pashley et al.* 1985, *Van Meerbeek et al.* 1993). Dieser Effekt wurde in der vorliegenden Arbeit nicht bestätigt. Dies mag an dem durch die unterschiedliche Fragestellung sehr speziellen Versuchsaufbau gelegen haben.

Negativen Effekten aufgrund von Fehlstellen, Anrissen oder Brüchen kann bei Indentexperimenten mit Eindringtiefen von wenigen Nanometern wohl auch eine untergeordnete Rolle zugewiesen werden. Sollten sie dennoch auftreten, so ist ihre Identifizierung anhand von irregulär auftretenden Sprüngen („pop-ins“) in den Kraft-Weg-Kurven leicht (*Mann & Pethica* 1999).

Der große Vorteil der Rasterkraftmikroskopie am AFM ist die Verbindung von Messversuchen an Oberflächen und die Darstellung der Topographie innerhalb eines Versuchsaufbaus. Die Auflösung des AFM liegt im atomaren Bereich und ist so ideal geeignet für Eindruckversuche von nur wenigen Nano- bzw. Mikrometern Tiefe. Die sofortige Betrachtung von Oberflächen vor und nach der Indentierung zur Begutachtung von Veränderungen und speziellen Phänomenen ist möglich. Große Beachtung und Sorgfalt muss äußeren Einflussfaktoren geschenkt werden, wenn man Ergebnisse mit hinreichender Genauigkeit und Reproduzierbarkeit erzielen will. Diese Faktoren müssen ausgeschaltet oder kontrolliert werden. Die Temperatur sollte konstant gehalten werden. Studien auf diesem Gebiet bewiesen, dass mit Temperaturschwankungen Veränderungen der Härte und des E-Moduls einhergehen (*Wolf & Paufler* 1999, *Wolf* 2000). Die Art und das Ausmaß der Beanspruchung der zu untersuchenden Oberfläche müssen definiert sein. So erzeugen unterschiedliche Indentergeometrien unterschiedliche Spannungsfelder bei der Durchführung eines Indents (*Nix & Gao* 1998). Ebenfalls muss eine konstante Beanspruchungsgeschwindigkeit gewährleistet sein. Studien haben gezeigt, dass mit sich verändernder Verformungsgeschwindigkeit auch die Messwerte variieren können (*Heermant & Dengel* 1995).

So zeigt sich, dass sich die Technik der Mikrohärtprüfung, verbunden mit den Möglichkeiten der Rasterkraftmikroskopie, ideal an die Anforderungen unserer Studie

anpasst. Der Sensibilität und möglichen Fehleranfälligkeit dieses Systems muss durch höchste Sorgfalt und Präzision bei der Versuchsdurchführung Rechnung getragen werden.

## 4.2 Diskussion der Ergebnisse

### 4.2.1 Überprüfung der ersten Hypothese:

Die Anwendung der RC-Technik oder die Verwendung eines dualhärtenden DHV-Systems verbessern die Polymerisation an der Grenzfläche.

Der Polymerisationsgrad eines Befestigungskomposites oder eines DHV ist von vielen Faktoren abhängig. Die Füllerkomposition, die chemische Zusammensetzung der Matrix, die Materialkombination, die Farbe, die Transluzenz und die Dicke der Keramik, die Intensität der Lichtquelle, die Aushärtungszeit und verschiedenste Variablen während der Behandlung beeinflussen die endgültigen Materialeigenschaften der Restauration (*DeWald & Ferracane 1987, Matsumoto et al. 1986, Tay et al. 2003a*). Die Qualität der Grenzschicht von Dentin und DHV ist die neuralgische Stelle einer jeden Restauration und gleichzeitig ihr schwächstes Glied (*Frankenberger et al. 2005*). Eine stetige Verbesserung dieser anfälligen Verbundzone ist essentiell für den Erfolg von indirekten Restaurationen.

Als Referenzmaterial für einen Zwei-Schritt-Dentinhaftvermittler mit separater Ätzung diente OptiBond FL. Es erwies sich in der Kontrollgruppe beider Keramikdicken für die Härte und den E-Modul sowohl der Resin-Coating-Technik als auch dem dualhärtenden Ein-Schritt-Dentinhaftvermittler Excite DSC mit separater Ätzung als überlegen. Die Härte und der E-Modul eines Komposits stehen in direkter Korrelation mit seinem Polymerisationsgrad bzw. seiner Konversionsrate (*Ferracane 1985, Ferracane & Greener 1986, Rueggeberg & Craig 1988*). Damit muss festgestellt werden, dass die Kontrollgruppe unter OptiBond FL in Bezug auf den Polymerisationsgrad an der Grenzschicht am besten abschneidet. Die Verwendung eines dualhärtenden DHV und die separate Lichthärtung von OptiBond FL konnten die

Polymerisation nicht signifikant verbessern. In der vorliegenden Studie zeigten sich bei den eben genannten Gruppen sogar schlechtere Werte als bei der Kontrollgruppe. Statistisch betrachtet liefern die E-Modulwerte im Tukey-Test signifikante Unterschiede zwischen der Kontrollgruppe und Excite DSC. Homogene Untergruppen, und damit nicht signifikant verschieden, werden auf der einen Seite von Excite DSC und der Resin-Coating-Gruppe (RC) auf der anderen Seite von RC und der Kontrollgruppe gebildet. Deutlichere Unterschiede gibt es im Tukey-Test bei den Härtewerten. Hier bilden alle drei Gruppen unterschiedliche Untergruppen und sind untereinander signifikant verschieden.

Bei der Interpretation der Härte- und der E-Modul-Werte der vorliegenden Studie muss selbstverständlich beachtet werden, dass nur die Ergebnisse der Kontroll- und der Resin-Coating-Gruppe absolut vergleichbar sind. Es handelt sich jeweils um das gefüllte Adhäsivsystem OptiBond FL, das in den beiden Gruppen zur Anwendung kam. Bei der Betrachtung und dem Vergleich der Ergebnisse der Messwerte des ungefüllten Adhäsivsystems Excite DSC mit den beiden anderen Versuchsgruppen ist zu beachten, dass es sich um ein zu OptiBond FL unterschiedliches Produkt handelt. Somit ist Excite DSC nicht ohne Einschränkung mit den anderen Versuchsgruppen direkt vergleichbar. Die niedrigeren Härte- und E-Modul-Werte der Excite DSC-Gruppe können sowohl aus einem niedrigeren Polymerisationsgrad als auch aus der Tatsache resultieren, dass es sich bei Excite DSC um ein ungefülltes DHV-System handelt.

#### 4.2.1.1 Allgemeine Problematik von Ein-Flaschen-Adhäsiven

Aus den Ergebnissen dieser Studie können gewisse Parallelen zu Untersuchungen gezogen werden, die zwar nicht den gleichen Versuchsaufbau wie die vorliegende Studie aufweisen, sich aber ebenfalls mit der Problematik der Ein-Flaschen-Adhäsivsysteme beschäftigen (*Frankenberger et al. 2001, Frankenberger et al. 2003, Tay et al. 2004*). *Tay et al.* untersuchten 2004 in vivo mehrere Ein-Flaschen-Adhäsive, u. a. Excite DSC, und erkannten, dass sich ausnahmslos alle Materialien nach ihrer Applikation auf die präparierte Dentinoberfläche wie semipermeable Membranen

verhielten. Der Nachweis von Dentinliquor auf der adhäsiven Oberfläche war von der Quantität signifikant höher als auf der Schmierschicht von unbehandeltem Dentin. Der Flüssigkeitsdurchtritt durch die adhäsive Schicht wurde sowohl nach der Applikation und Lichtpolymerisation einer zweiten Schicht des DHV als auch nach der Entfernung der provisorischen Versorgung der Präparation festgestellt. So kann auf längere Sicht weder ein hermetischer Verschluss noch ein sicherer Verbund gewährleistet werden. Diese Erkenntnisse wurden *in vitro* bestätigt (Tay *et al.* 2001, Tay *et al.* 2002, Tay *et al.* 2003a). Man fand Einschlüsse von Dentinliquor nicht nur an der Grenzfläche des Dentins zum DHV, sondern auch an der Grenzschicht des Adhäsivs zum Befestigungskomposit. Diese winzigen Gruben und Blasen können als Spannungskonzentrationsstellen wirken und zu Fehlerhaftigkeit im adhäsiven Verbund der Restauration führen (Nordenvall 1978). Auch Van Meerbeek *et al.* fanden 1994 heraus, dass es bei der Verwendung von Ein-Flaschen-Adhäsiven durch den Einstrom von Dentinliquor zu einer Verschlechterung des adhäsiven Verbundes kommen kann. Ein-Schritt-Adhäsive sind dafür gedacht, sich direkt mit dem Befestigungskomposit zu verbinden, ohne dass eine weitere hydrophobe Bondingschicht hinzugefügt wird (Van Meerbeek *et al.* 2003). Dies führt einerseits dazu, dass die Filmdicke des DHV relativ dünn gehalten wird, andererseits bleiben ionische und hydrophile Gruppen, die in den Adhäsivmonomeren enthalten sind, in der Adhäsivschicht zurück (Eliades *et al.* 2001, Spencer & Wang 2002). Sie könnten zu einer anhaltenden Wasseraufnahme während und nach der Polymerisation führen (Tay *et al.* 2003a). Dieses Verhalten wurde in einer zweiten Studie von Tay auch für Ein-Flaschen-Adhäsive mit separater Schmelz-Dentin-Ätzung nachgewiesen (Tay *et al.* 2003b).

Gewisse Inkompatibilitäten zwischen vereinfachten sauren Ein-Schritt-Adhäsiven und selbst- und dualhärtenden Kompositen mit basischen tertiären Aminen wurden durch oben genannte und weitere Studien belegt (Sanares *et al.* 2001).

In anderen Arbeiten wurde gezeigt, dass selbstkonditionierende Ein-Flaschen-Adhäsive die Verbundfestigkeit von herkömmlichen Mehr-Schritt-DHV nicht erreichen (Frankenberger *et al.* 1999a). Verantwortlich dafür sind eine äußerst reduzierte oder teilweise nicht vorhandene Hybridschicht und die schwierige Applikation. Beim vorsichtigen Verblasen des Lösungsmittels, entsprechend der Herstellerangaben,

tauchen matte Areale und trockene Stellen auf, auf denen der DHV zu dünn ist, um erfolgreich fotopolymerisiert zu werden (*Frankenberger et al.* 2001).

*Abdalla & Garcia-Godoy* berichten ebenfalls, dass mit Ein-Flaschen-Adhäsiven nur schmalere Hybridschichten erzielt werden. Sie führen dies darauf zurück, dass sich beim Vermischen der einzelnen Phasen die Viskosität des DHV so stark erhöht, dass das freigelegte Kollagen nicht vollständig durchtränkt werden kann (*Abdalla & Garcia-Godoy* 2002).

Eine Studie von *Frankenberger et al.* von 2001 verglich ein Ein-Flaschen-Adhäsiv mit zwei Mehr-Flaschen-Adhäsiven in Bezug auf die Verbundfestigkeit und die Morphologie an der Grenzfläche zwischen DHV und Dentin. Sie ergab, dass nur veränderte und erweiterte Applikationsprotokolle im Hinblick auf die schlechteren Ergebnisse des Ein-Flaschen-Adhäsivs, wie die Applikation in mehreren Schichten oder eine Ergänzung mit Flowable-Kompositen, die Ergebnisse im Vergleich zu den etablierten Mehr-Flaschen-Adhäsiven verbessern können. Eine Hybridschicht konnte bei der Anwendung des Ein-Flaschen-Adhäsivs in den meisten Fällen festgestellt werden. Eine im Durchschnitt dünnere und teilweise nicht vorhandene Hybridschicht wurde jedoch ebenfalls beobachtet. Dies lässt gewisse Parallelen zu unserer Studie und den im Vergleich niedrigen Härte- und E-Modulwerten für Excite DSC erkennen.

Für den Kliniker kann dies die vom Hersteller versprochene Arbeitserleichterung durch Ein-Flaschen-Systeme in Frage stellen. Wenn die Anzahl der Arbeitsschritte erhöht werden muss, um bessere Ergebnisse zu erzielen, so tragen Ein-Schritt-DHV-Systeme ihren Namen zu Unrecht. Der angestrebte Zeitvorteil solcher Systeme würde sich relativieren. Die Effektivität von DHV mit getrennten Arbeitsschritten bleibt bisher unerreicht. Man sollte eher auf diese bewährten Systeme zurückgreifen, um verlässlichere Resultate zu erreichen (*Frankenberger et al.* 2001).

#### 4.2.1.2 Allgemeine Problematik eines dualhärtenden Adhäsivs

Betrachtet man den Einsatz von Excite DSC in seiner Funktion als dualhärtenden DHV, so gehen die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit teilweise nicht konform mit anderen

Studien, die sich mit der Untersuchung verschiedener DHV-Systeme und Befestigungskomposite beschäftigen (*Frankenberger et al.* 1998a, *Frankenberger et al.* 1998b). Hierbei muss berücksichtigt werden, dass sich die genannten Studien teilweise nur auf den Vergleich von verschiedenen Befestigungskompositen und von Excite DSC verschiedenen DHV-Systemen beziehen. Allen gemeinsam ist die Betrachtung und Bewertung von dualhärtenden Materialien. Unter Berücksichtigung dieses Aspekts können zu der vorliegenden Arbeit gewisse Parallelen aber auch Unterschiede erkannt werden. Insbesondere wurden in anderen Studien größere Härtewerte im Verbund bei dualhärtenden DHV gemessen (*Cardash et al.* 1993). Auch andere Arbeiten kamen zu dem Ergebnis, dass mit dualhärtenden Kompositen höhere Härtewerte am Interface zu erreichen sind als mit allein lichthärtenden Materialien (*Darr & Jacobsen* 1995). Ab einer Keramikschichtstärke von 2,0 mm werden von ihnen dualhärtende DHV empfohlen, um durch die ergänzende chemische Polymerisation eine vollständige Durchhärtung zu erreichen. Geringere Schwankungen der Messwerte durch Dicke und Farbe der Restauration und eine Verbesserung physikalischer Parameter traten dabei auf (*Venz & Antonucci* 1988).

Wenn man die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit und die weiterer Studien betrachtet, ist das Thema dualhärtende Komposite durchaus ambivalent zu diskutieren. So stellt *Van Meerbeek* fest, dass das E-Modul von lichthärtenden Adhäsiven signifikant höher ist als das von dualhärtenden DHV (*Van Meerbeek et al.* 1993). Bei der Vermischung von Base und Katalysator kommt es unweigerlich zu Sauerstoffeinschlüssen. Dieser Sauerstoff verstärkt die Polymerisationsinhibition und es kommt zu einem verringerten Härtegrad. Der nachteilige Effekt der Sauerstoffinhibitionsschicht auf die Verbundfestigkeit wurde eindeutig nachgewiesen (*Rueggeberg & Margeson* 1990). Dies wird durch andere Studien gestützt, die besagen, dass sich bei abnehmender Konversionsrate eines Komposits neben anderen physikalischen Parametern auch der E-Modul verringert (*Ferracane* 1985, *Ferracane & Greener* 1986, *Mehl et al.* 1997).

Allein die chemische Komponente der dualhärtenden DHV kann eine vollständige Polymerisation nicht gewährleisten. Bei einer Studie mit Keramikinlays waren die allein chemisch aushärtenden Proben in den ersten 30 min nicht indentierbar, da sie zu weich waren (*Darr & Jacobsen* 1995). Dies korrespondiert insofern mit unseren

Ergebnissen, als dass die Proben von Excite DSC den Lichtintensitätsverlust durch die KI-Restauration nicht ausgleichen konnten. Die Folgen wären ansonsten Härte- und E-Modulwerte gewesen, die bedeutend näher zur Kontrollgruppe oder höher gelegen hätten. Die Lichtpolymerisation ist unabdingbar für den Erfolg indirekter Restaurationen und bestimmt die Endhärte und damit den Polymerisationsgrad auch bei dualhärtenden Materialien (*Hasegawa et al.* 1991).

#### 4.2.1.3 Allgemeine Problematik der Resin-Coating-Technik

Die Arbeitshypothese der Überlegenheit der Resin-Coating-Technik konnte durch die vorliegenden Daten nicht gestützt werden. Zwar war die Resin-Coating-Technik hinsichtlich der Härte am Übergang zum Dentin dem dualhärtenden Haftvermittler überlegen, erreichte aber nicht das Niveau der Kontrollgruppe. Hinsichtlich des E-Moduls war die Resin-Coating-Gruppe von keiner der Vergleichsgruppen verschieden. Berichten in der Literatur zufolge wären bei der Resin-Coating-Gruppe eine höhere Härte und ein höherer E-Modul zu erwarten gewesen (*Bertschinger et al.* 1996, *Frankenberger et al.* 1998a). *Öztürk & Aykent* zeigten darüber hinaus, dass durch Anwendung der RC-Technik die Verbundfestigkeit zwischen Dentin und DHV bei Keramikinlays in Klasse-I-Kavitäten ansteigt (*Öztürk & Aykent* 2003). Untersuchungen an der Grenzschicht zeigten eine signifikante Verminderung der Rissbildung an der Grenzschicht zwischen Dentin und Komposit (*Jayasooriya et al.* 2003). Im Gegensatz zu unserer Studie wurde in diesem Fall jedoch zusätzlich zum gefüllten DHV noch ein gefüllter Liner zur RC-Schicht hinzugefügt.

Betrachtet man die Technik der separaten Aushärtung des DHV an sich, so ist dem Kliniker davon abzuraten, diese Vorgehensweise direkt vor dem Einsetzen des KI anzuwenden. Es entsteht zwar eine signifikant höhere Dentinhaftung (*Frankenberger et al.* 1997, *McCabe & Rusby* 1994), jedoch muss mit einer signifikant höheren Fugenbreite als bei der herkömmlichen Technik gerechnet werden. Hierbei ist zu befürchten, dass das KI nicht mehr in seine Endposition zu bringen ist. Durch erhöhten Einsetzdruck könnte das KI frakturieren oder sich die Gefahr einer Höckerfraktur

erhöhen (*Frankenberger et al.* 1998a). Es bestünde ebenfalls die Gefahr einer verbreiterten Klebefuge oder einer okklusalen Fehlbelastung durch Vorkontakte, die zu überdurchschnittlicher Belastung auf Keramikinlay, Klebefuge und Zahnhartsubstanz führen könnten. Damit wäre die Integrität der Restauration des Zahnes gefährdet. Um diese Risikofaktoren zu minimieren, wurde die Resin-Coating-Technik vor der Abdrucknahme und der Versorgung mit einem Provisorium durchgeführt. Dennoch erzielte die RC-Technik keine besseren Ergebnisse als die Kontrollgruppe.

Zunächst scheint bei der Anwendung der RC-Technik die Art des verwendeten DHV entscheidend zu sein. Hierbei geht es um die Anzahl der Arbeitsschritte und um die Zusammensetzung des Adhäsivsystems. In der Literatur wird berichtet, dass ungefüllte DHV eher ungeeignet für das RC sind. Es entsteht eine zu dünne Schicht des Adhäsivs (*Magne & Douglas* 1999). In der eben erwähnten Studie wurde die Kavitätenoberfläche des KI leicht angeraut. Dies reichte aus, um die Adhäsivschicht teilweise zu entfernen und die darunter liegende Hybridschicht zu zerstören. Ein mangelhafter Verbund war das Resultat. Unterstützend muss erwähnt werden, dass sich das Vorhandensein und der Gehalt an Füllern positiv auf die Härte und besonders auf den E-Modul auswirkt. Ein unterschiedlicher Füllergehalt manifestiert sich deutlicher anhand der E-Modulwerte als an anderen physikalischen Parametern (*Craig et al.* 1992, *Roulet* 1987, *Zhao et al.* 1997). OptiBond FL ist ein gefülltes Adhäsiv. Es konnten demnach von OptiBond FL höhere Härte- und E-Modulwerte erwartet werden als von einem ungefüllten DHV. *Frankenberger et al.* stellten jedoch fest, dass Zwei-Schritt-DHV schlechtere Ergebnisse in ihrer Verbundfestigkeit an der Grenzschicht zwischen Komposit und Dentin erzielen als Drei-Schritt-DHV (*Frankenberger et al.* 1999b). Generell ist die sorgfältige Auswahl der verwendeten Materialien, insbesondere die Wahl der Abdruck- und Provisorienmaterialien, ausschlaggebend für den Erfolg der RC-Technik (*Takada et al.* 1995, *Takano et al.* 2001). So eignet sich nicht jede DHV-Befestigungskomposit-Kombination für die RC-Technik (*Nikaido et al.* 2003).

Die Integrität der vor der Abdrucknahme erzeugten Adhäsivschicht ist von höchster Bedeutung. Diese stellt jedoch den Schwachpunkt der RC-Technik dar, da gerade diese Schicht durch Abdrucknahme, Provisorienmaterial (PV), Belastung während der

Provisorienzeit, Reinigung nach PV-Entfernung und Einsetzprotokoll am stärksten belastet wird.

*Frankenberger et al.* konnten keine negative Beeinflussung der Dentinhaftung durch Abformmasse beobachten (*Frankenberger et al.* 1998a). Allerdings benutzten sie Silikonabformmasse und keine Polyethermasse; OptiBond FL gehörte ebenfalls nicht zu den untersuchten Materialien. Ein möglicher Grund für die unerwartet niedrigen Werte der RC-Gruppe könnte in der Wasseraufnahme der Adhäsivschicht während der Lagerung bis zum Einsetzen des KI sein. Ein weiterer Grund für die schlechten RC-Werte am Interface könnte eine höhere Verbundfestigkeit des DHV zum Provisorienmaterial als zum Dentin sein. Die Entfernung des Provisoriums und die anschließende moderate Reinigung hätten die Adhäsivschicht ebenfalls schädigen können. Das Einsetzen des KI wäre dann in einer Kavität geschehen, die eine beschädigte Adhäsivschicht mit irregulärer Hybridschicht präsentiert. Dies resultiert unweigerlich in einer verringerten Verbundfestigkeit (*Bertschinger et al.* 1996).

Generell gesprochen ist wohl eine weitere Ursache für die unterschiedlichen Ergebnisse dieser zu anderen Studien darin zu suchen, dass unterschiedliche Versuchsaufbauten, Versuchsmaterialien und Verarbeitungsprotokolle gewählt wurden (*Abdalla* 2004). So berichten *Ciucchi et al.* aus ihrer Erfahrung, dass in Versuchen unterschiedlicher Kliniker widersprüchliche Ergebnisse in Bezug auf die Verbundfestigkeit gewonnen wurden, obwohl mit identischen adhäsiven Systemen gearbeitet wurde (*Ciucchi et al.* 1997). Eine weitere Ursache für abweichende Ergebnisse in der RC-Gruppe kann im individuellen Aufbau und der unterschiedlichen Struktur des Dentins zu finden sein. Die Quantität und Qualität anorganischer Bestandteile, die Dichte und die Oberflächenbearbeitung des Dentins weisen eine sehr große Bandbreite auf (*Bouillaguet et al.* 2001, *Jayasooriya et al.* 2003, *Pereira et al.* 1999, *Sano et al.* 1994a).

Zumindest in Bezug auf den E-Modul kann man sagen, dass die herkömmliche Technik der RC-Technik nicht überlegen ist. Bezüglich der Konversionsrate steht fest, dass die Ergebnisse des E-Moduls von der Konversionsrate eines Komposits abhängig sind. Sie werden umso größer, je größer der Umsatz an Doppelbindungen ist (*Mehl et al.* 1997). So lassen sich nach den Ergebnissen dieser Studie die RC-Technik und die einfache

Applikation des DHV direkt vor dem Einsetzen des KI miteinander vergleichen. Dies wird besonders deutlich, wenn man die E-Modulwerte unter 5,0 mm Keramik betrachtet.

#### 4.2.2 Überprüfung der zweiten Hypothese:

Die Keramikschichtstärke hat einen Einfluss auf die Polymerisation an der Grenzfläche zwischen DHV und Dentin.

Die Hypothese, dass am Übergang zum Dentin bei Belichtung durch eine dünnere Keramikschicht hindurch eine höhere Härte und ein höherer E-Modul erzielt werden als bei Lichthärtung durch eine dickere Keramikschicht, wurde durch die vorliegenden Daten bestätigt. Diese Beobachtung war aufgrund mehrerer Studien zu erwarten. Dort wurde nämlich gezeigt, dass eine enge Korrelation zwischen der Härte und dem E-Modul eines Komposits und seinem Polymerisationsgrad besteht. Härte- und E-Modulmessungen sind ein indirekter Parameter für die Polymerisation bzw. für den Konversionsgrad (*Asmussen 1982, Darr & Jacobsen 1995, Ferracane 1985, Ferracane & Greener 1986, Harashima et al. 1991, Rueggeberg & Craig 1988*).

Schon aufgrund werkstoffkundlicher Voraussetzungen muss von einem Keramikinlay eine gewisse Mindestschichtstärke erwartet werden. So liegt diese im Seitenzahnbereich, abhängig vom verwendeten Material, zwischen 1,5 und 2,0 mm (*Fuzzi et al. 1989, Fuzzi & Rappelli 1999*). Es muss also zwangsläufig mit einer Einflussnahme der Restauration auf die Polymerisation gerechnet werden.

Dies zeigt auch eine Studie von Hasegawa (*Hasegawa et al. 1991*), der nach Lichtpolymerisation die Endhärte direkt belichteter Kompositproben mit der Endhärte unter Inlayrestaurationen verglich. Generell wurde durch mehrere Arbeiten gezeigt, dass der Polymerisationsgrad beeinflusst bzw. herabgesetzt wird, wenn das von der Lichtquelle emittierte Licht Materialien wie Schmelz, Dentin, Komposit oder Keramik passieren muss (*Chan & Boyer 1985, Ferracane et al. 1986, Matsumoto et al. 1986*). Das bestätigen auch die gemessenen Härtewerte der einzelnen Versuchsgruppen unterschiedlicher Keramikschichtstärke unserer Arbeit. *Strang et al.* gehen davon aus,

dass 40 – 50 % der Energie des Polymerisationslichtes durch Keramikrestaurationen absorbiert werden (*Strang et al.* 1987).

Wenn der Effekt der Farbe bei Keramikveneers von 0,5 – 1,5 mm Dicke eher zu vernachlässigen ist (*Strang et al.* 1987), so spielt die Farbe ab einer Dicke von 2,0 mm bei der Absorption des Lichts eine wichtige Rolle in Bezug auf die Verminderung des Polymerisationsgrads. Besonders bei sehr dunklen Farben wie A4 oder C4 mussten Verminderungen im Polymerisationsgrad im Vergleich zu anderen Farben nach Lichthärtung gemäß Herstellerangaben hingenommen werden (*Cardash et al.* 1993).

Unterschiedliche Ergebnisse im Härtegrad des Befestigungskomposits unter Keramikrestaurationen zeigten sich ab bestimmten Materialdicken, wenn Feldspatporzellan oder Glaskeramik verwendet wurde (*Blackman et al.* 1990). Unter der Glaskeramik wurden durchweg höhere Härtewerte gemessen als unter einem Porzellan mit gleicher Materialstärke.

Bei den in der vorliegenden Arbeit verwendeten Inlays handelte es sich um unbemalte IPS-Empress-TC-2-Keramik. Unter Verwendung dieser leuzitverstärkten Glaskeramik ohne Glanzbrand war von einer verhältnismäßig guten Lichtdurchlässigkeit auszugehen. Dennoch wurde die Lichtintensität durch die 2,5 mm und 5,0 mm Keramikscheiben unterschiedlich stark beeinflusst. Bei einer Schichtstärke von 3,0 mm sinkt die Endhärte von dualhärtendem Befestigungskomposit, das durch Keramik lichtpolymerisiert wird, signifikant (*el-Mowafy et al.* 1999). Die in der vorliegenden Arbeit gewählten Keramiksichtstärken lagen um diesen kritischen Wert. Bei den hier eingesetzten Materialien handelte es sich mit Variolink II High Viscosity und Excite DSC um dualhärtende Werkstoffe. Die damit erzielten Ergebnisse bestätigen el-Mowafys Untersuchungen. Dies zeigt u. a., dass durch die chemisch härtende Komponente der verwendeten Materialien der Verlust an kinetischer Energie für die Fotopolymerisation durch die Absorption von Licht nicht kompensiert werden konnte. Die Härte in den oberen Schichten der Klebefuge war größer als die Härte in den unteren Schichten in Richtung des Dentins (*Hasegawa et al.* 1991). Außerdem wird bestätigt, dass bei dualhärtenden Befestigungskompositen und DHV die Lichthärtung der entscheidende Schritt für einen rapiden Anstieg der Polymerisation und Härte ist, insbesondere in den ersten 30 min nach Eingliederung der Keramik. Rein chemisch

härtende Systeme weisen höchstsignifikant niedrigere Härtewerte auf und sind teilweise nicht messbar (*Darr & Jacobsen 1995, Rueggeberg & Caughman 1993*).

Durch die in dieser Studie gewonnenen Daten finden andere Arbeiten in Bezug auf die Länge der Lichtpolymerisation indirekt Bestätigung. Bei größeren Keramikschriftstärken sind verlängerte Lichthärtungszeiten notwendig, um die vollständige Polymerisation des Befestigungskomposit und des DHV zu gewährleisten. Ein Maximum an Härte wird schneller unter dünneren als unter dickeren Keramikschriftstärken erreicht (*Blackman et al. 1990, Nathanson & Hasan 1987, Warren 1990*). Dies gilt mit Sicherheit nicht nur für dualhärtende Systeme, sondern auch für rein lichthärtende DHV, wie diese Arbeit zeigt. Da man sich nicht allein auf die chemische Härtung verlassen kann, sollte in der Praxis kein großer Unterschied im Umgang mit dual- und rein lichthärtenden Komposit- und DHV-Materialien bestehen (*Hasegawa et al. 1991*). Nicht bestätigt werden konnte in dieser Arbeit die in einigen Studien beschriebene Überlegenheit von dualhärtendem zu rein lichthärtendem DHV. Dort zeigten dualhärtende Materialien höhere Polymerisationsgrade (*Nathanson & Hasan 1987, Nathanson & Riis 1993*). Die Gründe sind wahrscheinlich im unterschiedlichen Versuchsaufbau und Verarbeitungsprotokoll zu suchen (*Abdalla 2004, Ciucchi et al. 1997*).

### 4.3 Schlussfolgerungen

Die niedrigste Härte und das niedrigste E-Modul wurden an der Grenzschicht von Befestigungskomposit und Dentin beobachtet.

Die Lichtpolymerisation durch das dickere Overlay resultierte in einer geringeren Härte am Interface.

Die Hypothese der Studie wurde nicht bestätigt: Im Vergleich zum dualhärtenden DHV und der Resin-Coating-Technik zeigte die Kontrollgruppe überlegene Härte- und E-Modul-Werte. Die Resin-Coating-Gruppe bestätigte nicht die zu erwartende Überlegenheit in Bezug auf die gewonnenen Härtewerte. Dies ist womöglich auf die Vielzahl von Arbeitsschritten zurückzuführen, die zwischen der Lichthärtung der ersten

DHV-Schicht und der letztendlichen Eingliederungsprozedur durchlaufen werden mussten. Die Unterschiede zwischen den beiden DHV scheinen außerdem auf ihre unterschiedliche Zusammensetzung zurückzuführen zu sein.

Weitere Studien zu dieser Thematik sollten folgen.

## 5 Zusammenfassung

Dentinadhäsive sollten vor der Applikation weiterer Schichten von Polymermatrixkompositen lichtgehärtet werden, um optimale Verbundfestigkeit zu erreichen.

Im Zuge einer adhäsiven Befestigung indirekter Restaurationen wird eine separate Lichthärtung des Dentinadhäsivs nicht generell gefordert, da die Entstehung dicker Dentinadhäsivschichten verhindert werden soll. Durch solche Schichten kann der exakte Sitz der Restauration in ihrer ursprünglichen Endposition in der Kavität verhindert werden. Die Anwendung von selbsthärtenden Dentinhaftvermittlern und der Resin-Coating-Technik (Applikation und Lichthärtung einer ersten Dentinhaftvermittlerschicht vor der Herstellung der Restauration) wurde empfohlen, um diese Probleme zu umgehen.

In der hier präsentierten Studie wird die Mikrohärtigkeit an der Grenzschicht zwischen Dentin und Befestigungskomposit in den oben angeführten unterschiedlichen Vorgehensweisen untersucht. Hierzu wird die Technik der Mikrohärtigkeitprüfung angewandt.

Extrahierte menschliche dritte Molaren (n=36) wurden parallel zur okklusalen Oberfläche gesägt. Das koronale Dentin wurde dadurch freigelegt.

Dentin wurde geätzt (35 % Phosphorsäuregel, 15 s), gründlich abgespült und vorsichtig getrocknet.

Als Kontrollgruppe wurde ein Zwei-Schritt etch & rinse Adhäsiv (OptiBond FL, Kerr) appliziert, jedoch nicht lichtgehärtet. Ein dualhärtendes Befestigungskomposit (Variolink II high viscosity, Vivadent) wurde angemischt, appliziert, mit einem Kunststoffmatrizenband abgedeckt, zu einer Schicht von 0,2 mm ausgepresst und durch Keramikoverlays (IPS Empress, Vivadent) mit der Dicke 2,5 bzw. 5,0 mm lichtgehärtet (40s, 850 mW/cm<sup>2</sup>, Elipar HiLight, 3M ESPE).

Für die Gruppe „dualhärtendes Dentinadhäsiv“ (DC DBA) wurde ein Ein-Schritt-Dentinadhäsivsystem (Excite DSC, Vivadent) mit separater Ätzung anstatt OptiBond FL benutzt.

In der Resin-Coating-Gruppe wurde das Zwei-Schritt-Dentinadhäsivsystem (OptiBond FL) lichtgehärtet.

Um die für eine indirekte Restauration typischen klinischen Arbeitsschritte zu simulieren, wurde an den Proben eine Abdrucknahme (Impregum, 3M ESPE) durchgeführt. Danach wurden die Proben mit einem Provisorienmaterial (Systemp Onlay, Vivadent) versorgt. Nach einem Aufenthalt in physiologischer Kochsalzlösung für sieben Tage bei 37° C wurden die Probenoberflächen mit einem Polierkelch und Prophylaxepaste (Clean Polish) gereinigt, nochmals geätzt und nach dem Vorgehen entsprechend der Kontrollgruppe versorgt.

Schnittproben der adhäsiven Grenzschicht (Interface) wurden zugeschnitten und poliert. Für die Nassschliffpolitur wurde ein Silikon-Karbid-Papier bis zu einer finalen Korngröße von 2400 benutzt. Die Härte am Interface wurde mittels eines Rasterkraftmikroskops (Atomic Force Microscope, Autoprobe CP, Park Scientific Instruments) bestimmt, das mit einer Einheit zur Mikrohärtprüfung (Triboscope, Hysitron) und mit einem Berkovich-Nanoindenter ausgestattet war. Für jede Kombination von Bondingapplikationsart und Keramikdicke wurden sechs Proben angefertigt. Unterschiede zwischen den Versuchsgruppen wurden mit Hilfe der zweifachen Varianzanalyse ANOVA gemessen.

In der zweifaktoriellen Varianzanalyse sind die Unterschiede zwischen den Dentinhaftvermittlern und zwischen den Keramikschichtstärken statistisch höchstsignifikant ( $P < 0,001$ ). Die Lichthärtung durch das 5,0 mm Overlay resultierte in geringerer Härte bei allen Gruppen. Eine signifikante Wechselwirkung zwischen den Parametern wurde nicht beobachtet. Der Multiple Mittelwertvergleich (Tukey-Test) ergibt, dass die Kontrollgruppe eine höhere Härte erreichte als die Versuchsgruppen Excite DSC und Resin-Coating ( $P < 0,005$ ). Excite DSC erreichte die geringsten Härtewerte.

Betrachtet man die Werte des E-Moduls, sind die Unterschiede zwischen den DHV-Gruppen höchstsignifikant ( $P < 0,001$ ). Der Multiple Mittelwertvergleich (Tukey-Test)

zeigt, dass sich nur die Resultate der Gruppen OptiBond FL und Excite DSC signifikant voneinander unterscheiden ( $P < 0,05$ ). Der Unterschied zwischen den Keramikschichtstärken erreicht nicht das Niveau statistischer Signifikanz ( $P > 0,05$ ). Eine signifikante Wechselwirkung konnte ebenfalls nicht beobachtet werden.

Die Unterschiede zwischen den beiden DHV scheinen in ihren voneinander abweichenden Zusammensetzungen begründet zu sein. Die Resin-Coating-Gruppe bestätigte nicht die zu erwartende Überlegenheit in Bezug auf die gewonnenen Härtewerte. Dies ist womöglich auf die Vielzahl von Arbeitsschritten zurückzuführen, die zwischen der Lichthärtung der ersten DHV-Schicht und der letztendlichen Eingliederungsprozedur durchlaufen werden mussten.

## 6 Literaturverzeichnis

Abdalla AI, Garcia-Godoy F: Morphological characterization of single bottle adhesives and vital dentin interface. *Am J Dent* 15, 31-34 (2002)

Abdalla AI: Microtensile and tensile bond strength of single-bottle adhesives: a new test method. *J Oral Rehabil* 31, 379-384 (2004)

Akimoto N, Yokoyama G, Ohmori K, Suzuki S, Kohno A, Cox CF: Remineralization across the resin-dentin interface: In vivo evaluation with nanoindentation measurements, EDS, and SEM. *Quintessence Int* 32, 561-570 (2001)

Asmussen E: An accelerated test for colour stability of restorative resins. *Acta Odontol Scand* 39, (1981)

Asmussen E: Hardness and strength vs. quantity of remaining double bonds. *Scand J Dent Res* 90, 484-489 (1982)

Barbour ME, Parker DM, Allen GC, Jandt KD: Enamel dissolution in citric acid as a function of calcium and phosphate concentrations and degree of saturation with respect to hydroxyapatite. *Eur J Oral Sci* 111, 428-433 (2003)

Behncke HH: Bestimmung der Universalhärte und anderer Kennwerte an dünnen Schichten, insbesondere Hartstoffschichten. *Härterei Technische Mitteilung HTM* 48, 304-311 (1993)

Berkovich ES: Three-faceted diamond pyramid for micro-hardness testing. *Industrial Diamond Review* 11, 129-133 (1951)

Bertschinger C, Paul SJ, Lüthy H, Schärer P: Dual application of dentin bonding agents: effect on bond strength. *Am J Dent* 9, 115-119 (1996)

Bhushan B: Micro/nanotribology using atomic force microscopy/friction force microscopy: state of the art. *Proc Inst Mech Eng Part J-J Eng Tribol* 212, 1-18 (1998)

Bhushan B: Nanoscale tribophysics and tribomechanics. *Wear* 229, 465-492 (1999a)

Bhushan B: *Handbook of Micro/Nanotribology*. CRC-Press. Boca Raton 1999b

Bhushan B: Nano- to microscale wear and mechanical characterization using scanning probe microscopy. *Wear* 250, 1105-1123 (2001)

Blackman R, Barghi N, Duke E: Influence of ceramic thickness on the polymerization of light-cured resin cement. *J Prosthet Dent* 63, 295-300 (1990)

- Blatz M, Sadan A, Kern M: Resin-ceramic bonding: a review of literature. *J Prosthet Dent* 89, 268-274 (2003)
- Bouillaguet S, Ciucchi B, Jacoby T, Wataha JC, Pashley D: Bonding characteristics to dentin walls of Class II cavities, *in vitro*. *Dent Mater* 17(4), 316-321 (2001)
- Bowen RL: Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues. I. Method of determining bond strength. *J Dent Res* 44, 690-695 (1965)
- Braga RR, Cesar PF, Gonzaga CC: Mechanical properties of resin cements with different activation modes. *J Oral Rehabil* 29, 257-262 (2002)
- Brännström M, Glantz, P.O., Nordenvall, K.J.: The effect of some cleaning solutions on the morphologie of dentin prepared in different ways: an *in vitro* study. *J Dent Child* 46, (1979)
- Brauer GM: Colour changes of composites on exposure to various energy sources. *Dental Mater* 4, (1988)
- Buonocore MG: A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 34, 849-853 (1955)
- Cardash HS, Baharav H, Pilo R, Ben-Amar A: The effect of porcelain color on the hardness of luting composite resin cement. *J Prosthet Dent* 69, 620-623 (1993)
- Chan KC, Boyer D: Curing light-activated composite resins through dentin. *J Prosthet Dent* 54, 643-645 (1985)
- Charlton DG, Beatty MW: The effect of dentin surface moisture on bond strength to dentin bonding agents. *Oper Dent* 19, 154-158 (1994)
- Ciucchi B, Bouillaguet S, Russell C: Dentin bonding by general practitioners. *J Dent Res* 76, 136, Abstr. No. 981 (1997)
- Craig RG, O'Brien S, Powers JM: *Dental materials - properties and manipulation*. Mosby, St. Louis 1992
- D'Ans J, Lax, E.: *Taschenbuch für Chemiker und Physiker*. Springer-Verlag, Berlin, Göttingen, Heidelberg, 1949
- Darr AH, Jacobsen PH: Conversion of dual cure luting cements. *J Oral Rehabil* 22, 43-47 (1995)
- De Gee AJ, Ten Harkel HC, Davidson CL: The influence of mixing ratio on the working time, strength and wear of composites. *Aust Dent J* 34, (1989)

- De Goes MF, Nikaido T, Pereira PNR, Tagami J: Early bond strengths of dual-cured resin cement to resin-coated dentin. *J Dent Res* 79, 453 (2000)
- DeWald JP, Ferracane JL: A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light-activated composites. *J Dent Res* 66, 727-730 (1987)
- Doerner MF, Nix WD: A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *J Mater Res* 1, 601-609 (1986)
- Eick JD, Gwinnett, A.J., Pashley, D.H., Robinson, S.J.: Current concepts of adhesion to dentin. *Crit Rev Oral Biol Med* 8, (1997)
- Eliades G, Vougiouklakis G, Palaghias G: Heterogeneous distribution of single-bottle adhesive monomers in the resin-dentin interdiffusion zone. *Dent Mater* 17, 277-283 (2001)
- el-Mowafy OM, Rubo MH, el-Badrawy WA: Hardening of new resin cements cured through a ceramic inlay. *Oper Dent* 24, 38-44 (1999)
- Ferracane JL: Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater* 1, 11-14 (1985)
- Ferracane JL, Aday P, Matsumoto H, Marker V: Relationship between shade and depth of cure of light-activated dental composite resins. *Dent Mater* 2, 80-84 (1986)
- Ferracane JL, Greener EH: The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res* 20, 121-131 (1986)
- Ferrari M, Cagidiaco MC, Kugel G, Davidson C: Dentin infiltration by three adhesive systems in clinical and laboratory conditions. *Am J Dent* 9, 240-244 (1996)
- Finke M, Hughes JA, Parker DM, Jandt KD: Mechanical properties of in situ demineralised human enamel measured by AFM nanoindentation. *Surf Sci* 491, 456-467 (2001)
- Forsten LC: Curing depth of visible light activated composites. *Acta Odontol Scand* 42, (1984)
- Fowler CS, Swartz ML, Moore BK: Efficacy testing of visible light curing units. *Oper Dent* 19, (1994)
- Foxton RM, Nakajima M, Tagami J, Miura H: Bonding of photo and dual-cure adhesives to root canal dentin. *Oper Dent* 28, 543-551 (2003)

Frankenberger R, Sindel J, Krämer N, Petschelt A: Dentinhaftung von Keramikinlays in simulierten Kavitäten. *Dtsch Zahnärztl Z* 53, 507-512 (1998a)

Frankenberger R, Sindel J, Krämer N, Petschelt A: Push-out dentin bond strength of ceramic inlays using different luting modes. *J Dent Res* 77, 815, Abstr. No. 1469 (1998b)

Frankenberger R, Krämer N, Petschelt A: Fatigue behaviour of different dentin adhesives. *Clin Oral Investig* 3, 11-17 (1999a)

Frankenberger R, Sindel J, Krämer N, Petschelt A: Dentin bond strength and marginal adaptation: direct composite resins vs ceramic inlays. *Oper Dent* 24, 147-155 (1999b)

Frankenberger R, Perdigao J, Rosa BT, Lopes M: "No-bottle" vs "multi-bottle" dentin adhesives--a microtensile bond strength and morphological study. *Dent Mater* 17, 373-380 (2001)

Frankenberger R, Strobel WO, Krämer N, Lohbauer U, Winterscheidt J, Winterscheidt B, Petschelt A: Evaluation of the fatigue behavior of the resin-dentin bond with the use of different methods. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 67, 712-721 (2003)

Frankenberger R, Pashley DH, Reich SM, Lohbauer U, Petschelt A, Tay FR: Characterisation of resin-dentine interfaces by compressive cyclic loading. *Biomaterials* 26, 2043-2052 (2005)

Fuzzi M, Bonfiglioli R, Difebo G, Manin C, Caldari R, Tonelli M: Posterior porcelain inlay: clinical procedures and laboratory technique. *Int J Periodont Rest Dent* 9, 275-287 (1989)

Fuzzi M, Rappelli G: Ceramic inlays: clinical assessment and survival rate. *J Adhes Dent* 1, 71-79 (1999)

Ganss C, Jung M: Effect of eugenol-containing temporary cements on bond strength of composite to dentin. *Oper Dent* 23, 55-62 (1998)

Geurtsen W: *Klinik der Kompositfüllung*. Hanser-Fachbuch. München 1989

Gogolinskii KV, Reshetov VN: Use of scanning probe microscopes for analysis of the structure and mechanical properties of materials at a submicrometer and nanometer resolution (review). *Ind Lab* 64, 385-397 (1998)

Gwinnett AJ, Kanca J: Micromorphological relationship between resin and dentin in vivo and in-vitro. *Am J Dent* 5, 19-21 (1992)

Haller B, Hofmann N, Klaiber B, Dürner U: Dentinpermeabilität nach Vorbehandlung mit Cleansern und Primern. *Dtsch Zahnärztl Z* 47, (1992)

Haller B: Mechanismen und Wirksamkeit von Dentinhaftvermittlern. Dtsch Zahnärztl Z 49, (1994)

Haller B, Klaiber, B.: Mikromorphologie unfinierter und finierter Schmelz- und Dentinflächen nach unterschiedlicher Vorbehandlung. Schweiz Monatsschr Zahnmed 98, (1988)

Hangen UD: A comparison of nano-hardness and scratch-resistance on mohs minerals. Z Metallk 92, 1074-1077 (2001)

Harashima I, Nomata R, Hirasawa T: Degree of conversion of dual-cured composite luting cements. Dental Mater 10, (1991)

Hasegawa EA, Boyer DB, Chan DC: Hardening of dual-cured cements under composite resin inlays. J Prosthet Dent 66, 187-192 (1991)

Hickel R: Moderne Füllungswerkstoffe. Dtsch Zahnärztl Z 52, (1997)

Hickel R, Dasch W, Janda R, Tyas M, Anusavice KJ: New direct restorative materials. FDI Commission Project. Int Dent J 48(1), 3-16 (1998)

Hofmann N, Papsthart G, Hugo B, Klaiber B: Comparison of photo-activation versus chemical or dual-curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. J Oral Rehabil 28, 1022-1028 (2001)

Hysitron: Hysitron TriboScope™ Product Catalog: Probe Tip selection Guide. In (Hrsg): Mineapolis, USA 1999, 6-9

Jacobsen T, Söderholm KJ: Some effects of water on dentin bonding. Dent Mater 11, 132-136 (1995)

Jayasooriya PR, Pereira PN, Nikaido T, Burrow MF, Tagami J: The effect of a "resin coating" on the interfacial adaptation of composite inlays. Oper Dent 28, 28-35 (2003)

Krämer N, Frankenberger R: Leucite-reinforced glass ceramic inlays after six years: wear of luting composites. Oper Dent 25, 466-472 (2000)

Krämer N, Lohbauer U, Frankenberger R: Adhesive luting of indirect restorations. Am J Dent 13, 60D-76D (2000)

Kulkarni AV, Bhushan B: Nano/picoindentation measurements on single-crystal aluminum using modified atomic force microscopy. Mater Lett 29, 221-227 (1996)

Leloup G, Holvoet PE, S. B, Devaux J: Raman scattering determination of the depth of cure of light-activated composites: influence of different clinically relevant parameters. *J Oral Rehabil* 29, 510-515 (2002)

Leung RL, Kahn RL, Fan PL: Comparison of depth of polymerisation evaluation methods for photo-activated composite. *J Dent Res* 63, 292, Abst. No.1095 (1984)

Li M, Chen WM, Liang NG, Wang LD: A numerical study of indentation using indenters of different geometry. *J Mater Res* 19, 73-78 (2004)

Lutz F, Phillips, R.W., Roulet, J.-F., Imfeld, T.: Komposits - Klassifikation und Wertung. *Schweiz Monatsschr Zahnheilk* 93, (1983)

Magne P, Douglas WH: Porcelain veneers: dentin bonding optimization and biomimetic recovery of the crown. *Int J Prosthodont* 12, 111-121 (1999)

Malzbender J, de With G: The use of the loading curve to assess soft coatings. *Surf Coat Technol* 127, 266-273 (2000)

Mann AB, Pethica JB: The effect of tip momentum on the contact stiffness and yielding during nanoindentation testing. *Philos Mag A-Phys Condens Matter Struct Defect Mech Prop* 79, 577-592 (1999)

Matsumoto H, Gres J, Marker V, Okabe T, Ferracane JL, Harvey G: Depth of cure of visible light-cured resin: clinical simulations. *J Prosthet Dent* 55, 574-578 (1986)

McCabe JF, Rusby S: Dentine bonding--the effect of pre-curing the bonding resin. *Br Dent J* 176, 333-336 (1994)

Mehl A, Hickel R, Kunzelmann KH: Physikal properties and gap formation of light-cured composites with and without "softstart-polymerization". *J Dent* 25, 321-330 (1997)

Meiners H: Taschenbuch der zahnärztlichen Werkstoffkunde. Hanser-Verlag, München 1993

Mixson JM, Richards ND, Mitchell RJ: Effects of dentin age and bonding on microgap formation. *Am J Dent* 6, 72-76 (1993)

Murray GA, Yates JL, Newman SM: Ultraviolet light and ultraviolet light-activated composite resins. *J Prosthet Dent* 50, 31-35 (1981)

Nakabayashi N, Takarada K: Effect of HEMA on bonding to dentin. *Dent Mater* 8, 125-130 (1992)

- Nathanson D, Hasan FB: Effect of etched porcelain thickness on resin-porcelain bond strength. *J Dent Res* 66, 245, Abstr. No. 1107 (1987)
- Nathanson D, Riis D: Advances and current research in ceramic restorative materials. *Curr Opin Cosmet Dent* 34-40 (1993)
- Nikaido T, Cho E, Nakajima M, Tashiro H, Toba S, Burrow MF, Tagami J: Tensile bond strengths of resin cements to bovine dentin using resin coating. *Am J Dent* 16 Spec No, 41A-46A (2003)
- Nix WD, Gao HJ: Indentation size effect in crystalline materials: a law for strain gradient plasticity. *J Mech Phys Solids* 46, 411-425 (1998)
- Nordenvall KJ: Enamel bond composite fillings in etched cavities. The appearance of resin surfaces facing enamel and dentin. *Swed Dent J* 2, 141-150 (1978)
- O'Brien JA, 3rd, Retief DH, Bradley EL, Denys FR: Shear bond strength of a new dentin bonding restorative system. *Dent Mater* 4, 179-183 (1988)
- Oliveira SS, Marshall SJ, Habelitz S, Gansky SA, Wilson RS, Marshall GW, Jr.: The effect of a self-etching primer on the continuous demineralization of dentin. *Eur J Oral Sci* 112, 376-383 (2004)
- Oliver WC, Pharr GM: An improved technique for determining hardness and elastic-modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J Mater Res* 7, 1564-1583 (1992)
- Öztürk N, Aykent F: Dentin bond strengths of two ceramic inlay systems after cementation with three different techniques and one bonding system. *J Prosthet Dent* 89, 275-281 (2003)
- Park Scientific I: A Practical Guide to Scanning Probe Microscopy. Thermomicroscopes, 2000
- Pashley D: Smear layer: Physiological considerations. *Oper Dent Sup*.3, 13-29 (1984)
- Pashley D, Okabe A, Parham P: The relationship between dentin microhardness and tubule density. *Endod Dent Traumatol* 1, 176-179 (1985)
- Pashley DH: In vitro simulations of in vivo bonding conditions. *Am J Dent* 4, (1991)
- Pashley DH: Smear layer: overview of structure and function. *Proc Finn Dent Soc* 88 Suppl 1, 215-224 (1992)
- Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM: Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dent Mater* 11, 117-125 (1995)

- Paul SJ, Schärer P: The dual bonding technique: a modified method to improve adhesive luting procedures. *Int J Periodontics Restorative Dent* 17, 536-545 (1997)
- Pereira PN, Okuda M, Sano H, Yoshikawa T, Burrow MF, Tagami J: Effect of intrinsic wetness and regional difference on dentin bond strength. *Dent Mater* 15, 46-53 (1999)
- Peter A, Paul SJ, Luthy H, Schärer P: Film thickness of various dentine bonding agents. *J Oral Rehabil* 24, 568-573 (1997)
- Peutzfeld A, Asmussen E: Colour stability of three composite resins used in the inlay/onlay technique. *Scand J Dent Res* 98, (1990)
- Plasmans PJ, Reukers EA, Vollenbrock-Kuipers L, Vollenbrock HR: Air humidity: a detrimental factor in dentine adhesion. *J Dent* 21, 228-233 (1993)
- Qvist V, Qvist J: Replica patterns on composite restorations performed in vivo with different acid-etch restorative procedures. *Scand J Dent Res* 93, 360-370 (1985)
- Retief DH, Mandras RS, Russell CM, Denys FR: Extracted human versus bovine teeth in laboratory studies. *Am J Dent* 3, 253-258 (1990)
- Roulet JF: Degradation of dental polymers. Karger, Basel 1987
- Rueggeberg FA, Craig RG: Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res* 67, 932-937 (1988)
- Rueggeberg FA, Margeson DH: The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. *J Dent Res* 69, 1652-1658 (1990)
- Rueggeberg FA, Caughman WF: The influence of light exposure on polymerization of dual-cure resin cements. *Oper Dent* 18, 48-55 (1993)
- Rueggeberg FA, Caughman GB, Curtis JW: Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Oper Dent* 19, (1994)
- Sanares AM, Itthagarun A, King NM, Tay FR, Pashley DH: Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites. *Dent Mater* 17, 542-556 (2001)
- Sano H, Ciucchi B, Matthews WG, Pashley D: Tensile properties of mineralized and demineralized human and bovine dentin. *J Dent Res* 73, 1205 (1994a)
- Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH: Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater* 10, 236-240 (1994b)

- Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Russell CM, Pashley DH: Tensile properties of resin-infiltrated demineralized human dentin. *J Dent Res* 74, 1093-1102 (1995)
- Sato M, Inai N, Nikaido T, Tagami J, Inokoshi S, Yamada T, Takatsu T: How to use Liner Bond System as a dentin and pulp protector in indirect restorations. *Japanese Journal of Conservative Dentistry* 12, 41-47 (1994)
- Schiffmann KI: Scanning probe techniques in material science: Methods and applications. *Prakt Metallogr-Pract Metallogr* 39, 82-99 (2002)
- Schulze KA, Oliveira SA, Wilson RS, Gansky SA, Marshall GW, Marshall SJ: Effect of hydration variability on hybrid layer properties of a self-etching versus an acid-etching system. *Biomaterials* 26, 1011-1018 (2005)
- Schweickl H, Schmalz, G., Bey, B.: Mutagenicity of dentin bonding agents. *J Biomed Mater Res* 28, (1994)
- Shortall AC, Baylis RL, Fisher SE, Harrington E: Operating variables affecting the working time of a dual-cure composite luting cement. *Eur J Prosthodont Restor Dent* 1, 185-188 (1993)
- Söderholm KJ: Correlation of in vivo and in vitro performance of adhesive restorative materials: a report of the ASC MD156 task group on test methods for the adhesion of restorative materials. *Dent Mater* 7, 74-83 (1991)
- Söderholm K-JM: Filler systems and resin interface. Vanherle, G., Smith, D.C., 1985
- Söderholm K-JM, Reetz EA: Factors affecting reliability of a resin-based cement joint. *Gen Dent* 44, (1996)
- Spahl W, Budzikiewicz H, Geurtsen W: [Study on the residual monomer contents of different light curing hybrid composite resins]. *Dtsch Zahnärztl Z* 46, 471-475 (1991)
- Spencer P, Wang Y: Adhesive phase separation at the dentin interface under wet bonding conditions. *J Biomed Mater Res* 62, 447-456 (2002)
- Strang R, McCrosson J, Muirhead M, Richardson S: The setting of visible-light-cured resins beneath etched porcelain veneers. *Br Dent J* 163, 149 (1987)
- Swartz ML, Phillips RW, Rhodes B: Visible light activated resins - depth of cure. *J Am Dent Assoc* 106, (1983)
- Tabor D: A simple theory of static and dynamic hardness. *Proc R Soc London Ser A-Math Phys Eng Sci* 192, 247-274 (1948)

- Takada T, Nikaido T, Koh Y, Inokoshi S, Takatsu T: Effect of temporary filling materials on adhesion of resin cement to dentin. *Japanese Journal of Conservative Dentistry* 38, 422-427 (1995)
- Takano Y, Nikaido T, Tagami J: Visual and SEM observation of resin coated dentine after taking impression. *Japanese Journal of Conservative Dentistry* 19(2), 117-124 (2001)
- Tanoue N, Koishi Y, Atsuta M, Matsumura H: Properties of dual-curable luting composites polymerized with single and dual curing modes. *J Oral Rehabil* 30, 1015-1021 (2003)
- Tay FR, King NM, Suh BI, Pashley DH: Effect of delayed activation of light-cured resin composites on bonding of all-in-one adhesives. *J Adhes Dent* 3, 207-225 (2001)
- Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A: Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent* 30, 371-382 (2002)
- Tay FR, Pashley DH, Yiu CK, Sanares AM, Wei SH: Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etching adhesive. *J Adhes Dent* 5, 27-40 (2003a)
- Tay FR, Suh BI, Pashley DH, Prati C, Chuang SF, Li F: Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and self-cured or dual-cured composites. Part II. Single-bottle, total-etch adhesive. *J Adhes Dent* 5, 91-105 (2003b)
- Tay FR, Frankenberger R, Krejci I, Bouillaguet S, Pashley DH, Carvalho RM, Lai CN: Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. I. In vivo evidence. *J Dent* 32, 611-621 (2004)
- Van Meerbeek B, Willems G, Celis JP, Roos JR, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G: Assessment by nano-indentation of the hardness and elasticity of the resin-dentin bonding area. *J Dent Res* 72, 1434-1442 (1993)
- Van Meerbeek B, Peumans M, Verschueren H, Gladys S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G: Clinical status of ten dentin adhesive systems. *J Dent Res* 73, 1690-1702 (1994a)
- Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G: Morphological characterization of the interface between resin and sclerotic dentin. *J Dent* 22, 141-146 (1994b)
- Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G: Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 28, 215-235 (2003)

- Venz S, Antonucci JM: Physical and chemical characteristics of dual-cured dental composites. *J Dent Res* 67, 225 (1988)
- Vichi A, Grandini S, Ferrari M: Clinical procedure for luting glass-fiber posts. *J Adhes Dent* 3, 353-359 (2001)
- Warren K: An investigation into the microhardness of a light cured composite when cured through varying thicknesses of porcelain. *J Oral Rehabil* 17, 327-334 (1990)
- Weiler W, Behncke HH: Anforderungen an Eindringkörper für die Universalhärteprüfung. *Materialprüfung* 32, 301-303 (1990)
- Willems G, Celis JP, Lambrechts P, Braem M, Vanherle G: Hardness and young modulus determined by nanoindentation technique of filler particles of dental restorative materials compared with human enamel. *J Biomed Mater Res* 27, 747-755 (1993)
- Wolf B, Paufler P: Mechanical properties of icosahedral AlPdMn probed by indentation at variable temperatures. *Phys Status Solidi A-Appl Res* 172, 341-361 (1999)
- Wolf B: Inference of mechanical properties from instrumented depth sensing indentation at tiny loads and indentation depths. *Cryst Res Technol* 35, 377-399 (2000)
- Yang B, Adelung R, Ludwig K, Bossmann K, Pashley DH, Kern M: Effect of structural change of collagen fibrils on the durability of dentin bonding. *Biomaterials* 26, 5021-5031 (2005)
- Yoon TH, Lee YK, Lim BS, Kim CW: Degree of polymerization of resin composites by different light sources. *J Oral Rehabil* 29, 1165-1173 (2002)
- Zhao D, Botsis J, Drummond J: Fracture studies of selected dental restorative composites. *Dent Mater* 13, 198-207 (1997)

## 7 Anhang

Abformmasse:	Impregum 3M Espe AG Dental Products D-82229 Seefeld  President®Light Body surface activated Coltène/Whaledent GmbH + Co. KG Raiffeisenstrasse 30, D-89129 Langenau
Absaugkanüle:	Surgitip Lot Nr. 38771 Roeko Raiffeisenstrasse 30, D-89122 Langenau
Airflow-Aufsatz:	Prophyflex 2 2012 KaVo Dental GmbH Bismarckring 39, D-88400 Biberach/Riss
Applikationspistole:	Kompositapplikationspistole 1910 DENTSPLY DeTrey GmbH De-Trey-Straße 1, D-78467 Konstanz
Applikatoren:	Microbrush superfine Microbrush International 1376 Cheyenne Ave. Grafton, WI 53024                      USA Omnitips Omnident GmbH Gutenbergring 7-9, 63110 Rodgau Nieder-Roden

---

Autopolymerisat :	Paladur Transparent Heraeus Kulzer GmbH & CO. KG Philipp-Reis-Strasse 8/13, D-61273 Wehrheim/Ts.  Orthocryl Dentaurum J.P. Winkelstroeter KG Turnstr. 31, D-75228 Ispringen
Composite Gun-Kanülen:	Hawe Composite Gun tubes and plugs orange, low viscosity, Lot Nr. 70303386 Hawe Neos Dental SA, PO 268, Zona Strecce , CH-6934 Bioggio Schweiz
Computerprogramme:	Excel 2003 Word 2003, Microsoft Corp.  SPSS for Windows 11.5 SPSS Inc., Chicago  ProScan Version 1.51b ©1993-1998 Park Scientific Instruments TriboScope ®3.5 Image Processing and Data Analysis Version 2.0.0 ThermoMicroscopes ©1998, 1999
Einwegpinsel:	d <sup>s</sup> -Pinseleinsätze weich Art.-Nr.: 6198670 Demedis GmbH Pittlerstr. 48-50, D-63225 Langen

---

	Art. Nr. 533670 Ivoclar Vivadent AG Bendererstrasse 2, FL-9494 Schaan Liechtenstein
Glyzeriringel:	Airblock-Gel, Lot Nr. 0203001173 DENTSPLY DeTrey GmbH De-Trey-Straße 1, D-78467 Konstanz
Keramik:	IPS-Empress-TC (tooth colour)-2-Rohlinge Lot Nr. E 31110 Ivoclar Vivadent AG Bendererstrasse 2, FL-9494 Schaan Liechtenstein
Keramikätzgel:	IPS Ceramic Refill Lot F 57451 Ivoclar Vivadent AG Bendererstrasse 2, FL-9494 Schaan Liechtenstein
Komposite:	Variolink II (Basispaste): high viscosity, gelb, 210/A3, universal, Lot D 08992, E 18678 Variolink II (Katalysatorpaste): high viscosity, gelb, 210/A3, Lot C 15156, E 15129  Ivoclar Vivadent Dental GmbH Industriegebiet Neunstadt D-73471 Ellwangen  Optibond FL Primer F-Lot Nr. 011284 Optibond FL Adhesive F-Lot Nr. 010399 Kerr Corp.  1717 West Collins, Orange, CA 92867 USA

---

	Excite DSC soft touch single dose refill regular, Lot E 56531 Ivoclar Vivadent AG Bendererstrasse 2, FL-9494 Schaan Liechtenstein
	Systemp Onlay Cavifil universal Refill, Lot F 09464 Ivoclar Vivadent AG Bendererstrasse 2, FL-9494 Schaan Liechtenstein
Kontrollpaste:	Empress Kontrollpaste Lot Nr. D 54639, E 22564 Ivoclar Vivadent AG Bendererstrasse 2, FL-9494 Schaan Liechtenstein
Kunstharz:	Araldit CW 2215 Ciba Spezialitätenchemie Lampertheim GmbH Chemiestraße, D-68623 Lampertheim
	Härter HY5162 Göbl + Pfaff GmbH Münchener Str. 13, D-85123 Karlskron
Lichtpolymerisationsgerät:	Elipar Trilight 3M Espe AG Dental Products ESPE Platz, D-82229 Seefeld
Ligaturendraht:	Remanium Ligaturendraht 0,2 mm Dentaurum J.P. Winkelstroeter KG Turnstr. 31, D-75228 Ispringen

---

Matrizen:	Matrix Strips, 8,0 mm Dental Exports of London West Hanworth, Feltham Middlesex, TW13 6DH      England
Mikroskop:	Laborlux 12 ME S Ernst Leitz GmbH Ernst-Leitz-Str. 17-37, D-35578 Wetzlar
Modelliermasse, lichthärtend:	Spectratray Ivoclar Vivadent AG Bendererstrasse 2, FL-9494 Schaan    Liechtenstein
Modellierwachs:	braunes Zervikalwachs und gelbes Modellierwachs Wieland Dental & Technik GmbH & Co. KG Schwenninger Strasse 13, D-75179 Pforzheim
Poliermaschine:	Automata Pressair TF 250 Jean Wirtz, Buehler GmbH In der Steele 2, D-40599 Düsseldorf
Polierkelche:	RA brush type Produits Dentaires S.A. Rue des Bosquets 18, CH-1800 Vevey 1    Schweiz
Polierpaste:	Clean-Polish Hawe Neos Dental SA, PO 268, Zona Strecce, CH-6934 Bioggio    Schweiz

- Rasterkraftmikroskop: NanoScope™Contact  
Atomic Force Microscope  
Autoprobe CP  
Veeco Instruments Inc., Corporate Headquarters  
100 Sunnyside Blvd. Ste. B  
Woodbury, New York USA
- TriboScope™Transducer  
Hysitron Inc.  
10025 Valley View Road  
Minneapolis, MN 55344 USA
- Schleifkörper: Für Kavitätenpräparation:  
abgerundete Walze FG 3080,  
abgerundete Walze Finierer Rotring FG 3025
- Intensiv SA  
Via al Molino 107  
P.O. Box/Postfach 741  
CH-6916 Grancia Schweiz
- Zum Inlay-Aufpassen:  
Diamanttrennscheibe: Nr. H 350 220  
Horico  
Gardeschützenweg 82, D-12203 Berlin
- Diamantschleifkörper: Nr. 205 845 KR 314 025;  
205 8845 KR 314 025; 205 845 KR EF 314 025;  
879 134 014 8879,  
KOMET GROUP GmbH  
Zeppelinstrasse 3, D-74354 Besigheim

Schleifpapier für Poliermaschine: Waterproof Silicon Carbide Paper Grid 800 - 4000  
Struers A/S  
Pederstrupvej 84, DK-2750 Ballerup Dänemark

Schmelzätzgel: Ultra Etch Nr. 1-800-552-5512  
Ultradent Products Corp.  
Stahlgruberring 26, D-81829 München

Sekundenkleber: Artikel Nr. 1733-2000, Lot-Nr. 031212  
Renfert GmbH  
Untere Gießwiesen 2, D-78247 Hilzingen

Silanhaftvermittler: Monobond S, Lot F 86984  
Ivoclar Vivadent AG  
Bendererstrasse 2, FL-9494 Schaan Liechtenstein

Silberlack: Purargent  
SW-Dental GmbH  
Weyberhöfe 1-3  
D-63877 Sailauf

Spatel: Zementspatel 1058A;  
Heidemannspatel PFIHS1, #422444  
Hu-Friedy Mfg. Co., Inc.  
Zweigniederlassung Deutschland  
Rudolf-Diesel-Straße 8, D-69181 Leimen

Superhartgips: GC Fuji-Rock EP  
GC Germany GmbH  
Paul-Gerhardt-Allee 50, D-81245 München

---

Timer:	Quartz Countdown-Timer No Name
Trennscheibe:	Diamantschneideblatt WOCO 90/3 Conrad/ PreTec GmbH Schalker Weg 17, D-38678 Clausthal-Zellerfeld
Trennschleifmaschine:	WOCO 50/Med Conrad/ PreTec GmbH Schalker Weg 17, D-38678 Clausthal-Zellerfeld
Wachstrennmittel:	Isolit Art. Nr. 25140001 Degussa AG Bennigsenplatz 1, D-40474 Düsseldorf
Wärmeschrank:	Tv 30 Memmert Memmert GmbH & Co.KG Äußere Rittersbacher Str. 38 D-91126 Schwabach
Winkel- und Handstücke:	KaVo Schnellläufer-Winkelstück B 20 C, rot KaVo Dental GmbH Bismarckring 39, D-88400 Biberach/Riss  W&H Handstück Nr. 945 W&H Dentalwerk Bürmoos GmbH PO Box 1, A-5111 Bürmoos Österreich

## **Danksagung**

Herrn Professor Dr. Bernd Klaiber danke ich für die Überlassung des Themas und die fachkundige Beratung.

Herrn Professor Dr. Roger Thull danke ich herzlich für die Übernahme des Korreferats.

Mein besonderer Dank gilt Herrn PD OA Dr. Norbert Hofmann für seine vorbildliche, intensive und konstruktive Betreuung der gesamten Arbeit. Ohne seine hohen Fachkenntnisse und sein großes Engagement wäre die vorliegende Arbeit in dieser Form nicht möglich gewesen.

Herzlicher Dank geht ebenfalls an Prof. Dr. Roger Thull und die Mitarbeiter der Abteilung für Funktionswerkstoffe der Medizin und Zahnheilkunde der Universität Würzburg.

Besonderer Dank gilt Herrn Dr. Michael Hofmann, Universität Birmingham, für die Betreuung am Atomic Force Microscope.

Besondere Unterstützung in der praktischen Realisierung fand ich bei unseren Zahntechnikern Herrn Halbleib und Herrn Mödl. Bei der Literaturrecherche wurde ich von unserer Bibliotheksleiterin Frau Martin zuverlässig und bestens unterstützt. Auch standen mir meine promovierten Kolleginnen und Kollegen mit Rat und Tat zur Seite.

Für das unermüdliche Sammeln der extrahierten Molaren bedanke ich mich sehr bei den niedergelassenen Kolleginnen und Kollegen und ihren Praxisteam.

Besonderer Dank geht an meine lieben Eltern. Sie haben mir meinen Werdegang ermöglicht.

## **Lebenslauf**

### **Persönliche Informationen**

Name	Peter Roland Pilz
Geburtsdatum	27.12.1975
Eltern	Roland und Wilma Pilz
Geburtsort	Marburg/ Lahn
Familienstand	ledig
Konfession	römisch-katholisch

### **Schullaufbahn**

1982 – 1986	Grundschule Vellmar
1986 – 1995	Engelsburg-Gymnasium Kassel

### **Zivildienst**

09 / 1995 – 09 / 1996	Rettungsdienst der Johanniter-Unfall-Hilfe Kassel
--------------------------	---

### **Studium**

10 / 1996	Beginn des Studiums der Zahnheilkunde an der Julius-Maximilians-Universität Würzburg
II / 1997	Naturwissenschaftliche Vorprüfung
II / 1999	Zahnärztliche Vorprüfung
I / 2002	Zahnärztliche Prüfung
07/ 2002	Approbation als Zahnarzt

### **Beruf**

seit 02 / 2003	wissenschaftlicher Mitarbeiter an der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der Universität Würzburg (Direktor Prof. Dr. med. dent. B. Klaiber).
----------------	--

## **Wissenschaft**

10 / 2005

Posterbeitrag auf der Jahrestagung der Deutschen Gesellschaft für Biomaterialien (DGBM) e. V. mit dem Thema „Hardness at the Interface between Luting Composite and Dentine Evaluated by Nano-Indentation“ mit Veröffentlichung eines Abstracts unter gleich lautendem Titel in der Zeitschrift „BIOMaterialien“, 6. Jahrgang, Heft 3, S. 246, Oktober 2005.

A handwritten signature in blue ink, consisting of the name 'Peter' followed by a stylized monogram that appears to be 'H.'.