

Aus der  
**Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie**  
**der Universität Würzburg**

Direktor: Prof. Dr. med. dent. Gabriel Krastl

**Verbund zwischen Reparatur- und Füllungskomposit nach  
unterschiedlichen Konditionierungsmaßnahmen  
(In vitro)**

**Inauguraldissertation**

Zur Erlangung der Doktorwürde der  
Medizinischen Fakultät  
der  
Julius-Maximilians-Universität Würzburg

Vorgelegt von  
Moritz Valentin Conrath  
aus Wiesentheid

Würzburg, November 2019

**Referent:**

Priv.-Doz. Dr. med. dent. Norbert Hofmann

**Korreferent:**

Prof. Dr. rer. nat. Uwe Gbureck

**Dekan:**

Prof. Dr. med. Matthias Frosch

**Tag der Mündlichen Prüfung:**

**03.06.2020**

**Der Promovend ist Zahnarzt**

**Meiner Familie und allen Weggefährten  
in großer Dankbarkeit**



<b>Abkürzungsverzeichnis .....</b>	<b>III</b>
<b>1 Einleitung und Problemstellung .....</b>	<b>1</b>
1.1 Rolle der Komposite.....	1
1.2 Intraorale Einflüsse auf Kompositfüllungen .....	1
1.2.1 Wie lange sind Kompositfüllungen suffizient? .....	2
1.2.2 Wo versagen Kompositfüllungen? .....	3
1.3 Füllungsaustausch oder Reparatur .....	3
1.3.1 Füllungsaustausch .....	3
1.3.2 Reparatur einer Kompositfüllung.....	4
1.4 Der Komposit-Verbund.....	5
1.4.1 Der Verbund Schmelz-Komposit.....	5
1.4.2 Der Verbund Dentin-Komposit .....	6
1.4.3 Der Verbund Komposit-Komposit.....	8
1.4.3.1. Makromechanische Retention .....	8
1.4.3.2. Mikromechanische Retention.....	9
1.4.3.3. Chemisch-adhäsive Verbundtechniken .....	14
1.4.4 Oberflächensituation bei einer Komposit-Reparatur .....	17
1.5 Zielsetzung der vorliegenden Arbeit.....	18
<b>2 Material und Methoden .....</b>	<b>19</b>
2.1 Herstellen der Proben für den Zugversuch .....	19
2.2 Herstellen der Proben der Reparaturgruppen .....	19
2.2.1 Herstellen der Kompositscheiben .....	19
2.2.2 Planschleifen.....	20
2.2.3 Einbetten.....	21
2.2.4 Konditionierungsprotokolle .....	22
2.2.5 Durchführung der Reparatur .....	24

2.3	Herstellung der Proben der positiven Kontrollgruppe.....	26
2.4	Temperaturwechselbelastung (Thermocycling) .....	26
2.5	Zugversuch .....	27
2.6	Versagensart der Verbindung .....	29
2.7	REM-Aufnahmen .....	29
2.7.1	Vorbereitung der Substratscheiben.....	30
2.7.2	Vorbereitung der Probekörper nach Zugversuch .....	30
2.8	Errechnung der Verbundfestigkeit.....	31
2.9	Statistische Auswertung.....	32
<b>3</b>	<b>Ergebnisse.....</b>	<b>33</b>
3.1	Verbundfestigkeit .....	33
3.1.1	Filtek Supreme- Gruppen.....	33
3.1.2	EvoCeram-Gruppen.....	35
3.2	Versagensmodus .....	38
3.2.1	Filtek Supreme-Gruppen.....	38
3.2.2	EvoCeram-Gruppen.....	40
3.3	Analyse der REM-Aufnahmen.....	42
3.3.1	Konditionierungsarten mit und ohne Partikelstrahlgerät.....	42
3.3.2	Versagensarten Beispiele .....	50
<b>4</b>	<b>Diskussion.....</b>	<b>56</b>
4.1	Diskussion von Material und Methode .....	56
4.1.1	Art der Proben (Pos-Neg Kontrollgruppe) .....	56
4.1.2	Herstellung der Proben .....	57
4.1.3	Alterung der Proben.....	58
4.1.4	Zugversuch .....	60
4.1.5	Anwendung der REM-Aufnahmen .....	63

4.1.6	Übertragbarkeit von In-vitro-Studien auf die Praxis.....	64
4.2	Diskussion der Ergebnisse.....	65
4.2.1	Einfluss von Strahltechniken auf die Verbundfestigkeit.....	65
4.2.2	Einfluss von Phosphorsäure-Ätzung auf die Verbundfestigkeit.....	69
4.2.3	Einfluss des Adhäsivs auf die Verbundfestigkeit.....	70
4.3	Schlussfolgerung .....	73
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung .....</b>	<b>75</b>
<b>6</b>	<b>Anlage .....</b>	<b>77</b>
<b>7</b>	<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>78</b>
7.1	Abbildungsverzeichnis .....	88
7.2	Tabellenverzeichnis .....	91
7.3	Herstellerverzeichnis.....	91

## Abkürzungsverzeichnis

A	Verbundfläche
BisEMA	methoxyliertes Bisphenol-A Dimethacrylat
BisGMA	Bisphenylglycidyl Dimethacrylat
F <sub>max</sub>	Bruchkraft
γ –MPS	3-Methacryloxypropyltrimethoxysilan
GPDM	Glycerolphosphatdimethacrylat
HEMA	Hydroxyethylmethacrylat
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Phosphorsäure
ml/min	Milliliter/Minute

mm/min	Millimeter/Minute
mm <sup>2</sup>	Quadratmillimeter
µm	Mikrometer
MPa	Megapascal
mW/cm <sup>2</sup>	Milliwatt / Quadratzentimeter
N/mm <sup>2</sup>	Newton/Quadratzentimeter
nm	Nanometer
PAMA	Phtalsäure-monomethacrylat
PEGDMA	Poly(Ethylenglycol) Dimethacrylat
PMMA	Polymethymethacrylat
R <sub>z</sub>	Zugfestigkeit
TEGDMA,	Triethylen Glycol Dimethacrylat
UDMA	Urethan Dimethacrylat
10-MDP	10-Methacryloyloxydecylidihydrogen Phosphat



# 1 Einleitung und Problemstellung

## 1.1 Rolle der Komposite

Komposite spielen unter den modernen Restaurationsmaterialien in der Zahnheilkunde eine elementare Rolle. Durch stete Weiterentwicklung seit deren Einführung konnten enorme Fortschritte und Verbesserungen erreicht werden, welche es möglich machten Kompositrestaurationen als Standardverfahren in der täglichen Zahnheilkunde zu etablieren.

Die Entwicklung der Adhäsivtechnik, der ‚Verklebung‘ des Restaurationsmaterials an die Zahnschmelze wurde durch die Komposite nötig und ermöglichte immer umfangreichere Anwendungsmöglichkeiten jener Materialien.

Mittlerweile können alle Restaurationsklassen mit Kompositen versorgt werden.

## 1.2 Intraorale Einflüsse auf Kompositfüllungen

Kompositrestaurationen sind langwierig intraoralen Einflüssen ausgesetzt, durch deren Einwirkung es zur Schwächung des Füllungsmaterials kommen kann.

Hierbei kann zwischen chemischer, physikalischer und mechanischer Degradation unterschieden werden (Ferracane 1994), wobei untereinander synergistische Effekte entstehen können.

Chemische Angriffe auf das Füllungsmaterial finden durch Wasser im Speichel, durch biochemische Prozesse im Zahnbelag, auf Komposit-Oberflächen sowie durch direkte pH-Veränderung statt (Santerre et al. 2001; Fucio et al. 2008). Auf diesem Weg wird besonders die Matrix auf Grund von Oxidationsprozessen und Hydrolyse geschwächt (Söderholm et al. 1984; Ferracane 2006). So werden aus dem Füllungsmaterial langfristig Methacrylate hydrolysiert, deren Ausschwemmung noch bis zu 6 Monate nach der Polymerisation nachgewiesen werden kann (Örtengren et al. 2001; Ferracane 2006).

## Einleitung und Problemstellung

Physikalisch verursacht besonders die Diffusion von Wassermolekülen in die Matrix hinein negative Veränderungen des Füllungsmaterials. Über Quellung entstehen Dimensionsveränderungen und Materialerweichung (Ferracane 2006). Sarkar (2000) führte den schnellen Verlust bzw. das Auflösen von oberflächlichen Füllern auf diesem Zusammenhang zurück. Aber auch durch thermische Dimensionsveränderungen entstehen Spannungen im Restaurationsmaterial und an der Verbundfläche zur Zahnschubstanz, deren Folge Risse im Komposit oder ein Versagen des Verbundes sein können (Gale und Darvell 1999; Brendeke und Özcan 2007).

Der Begriff der mechanischen Abnutzung von Kompositrestorationen fasst Abrasion der Oberfläche, Korrosion innerhalb des Materials, Adhäsionsverlust zu den Füllerbestandteilen und allgemeine Materialermüdung zusammen. Durch Abnutzung kann die anatomische Form, die Funktion, und die Integrität der Restauration abhandenkommen (Mair et al. 1996).

### 1.2.1 Wie lange sind Kompositfüllungen suffizient?

Untersuchungen mit Bezug auf die Haltbarkeit von direkten Komposit-Restorationen sind zahlreich. Eine aktuelle Review-Studie von Demarco et al. (2012) fasste 34 Langzeitstudien zusammen und ermittelte durchschnittliche jährliche Verlustraten zwischen 1% und 3% für Klasse I und II Füllungen. Diese Ergebnisse stehen im Einklang mit dem Ergebnis eines früheren Reviews von Manhart et al. (2004) mit jährlichen Verlustraten direkter Kompositrestorationen von 3,6%.

Daher kann davon ausgegangen werden, dass ca. 70% der Restorationen ein Alter von 10 Jahren erreichen.

Diverse Co-Faktoren haben einen starken Einfluss auf die Haltbarkeit einer Kompositrestauration.

Parameter, wie niedriges Patientenalter, hohes Kariesrisiko, Mehrflächigkeit der Füllung sowie deren Platzierung in Molaren, besonders im Unterkiefer, erhöhen die Wahrscheinlichkeit für ein vorzeitiges Versagen der Restauration (Pallesen und Qvist 2003).

### 1.2.2 **Wo versagen Kompositfüllungen?**

Kompositrestaurationen sind schwächenden Einflüssen ausgesetzt, welche jedoch nicht gleichmäßig auf die komplette Restauration wirken. Folglich existieren für alternde Kompositrestaurationen typische Versagensmuster.

In der Literatur werden Sekundärkaries, Füllungs- oder Zahnfraktur als häufigste Kriterien beschrieben, welche zur Einstufung einer Kompositrestaurationen als „defekt“ führen (Demarco et al. 2012). Manhart et al. (2004) stuften in einem früheren Review zusätzlich Füllungsranddefekte als Hauptkriterium ein.

Es besteht ein Zusammenhang zwischen Alter und Versagensgrund der Restauration. Es ist auffällig, dass Füllungs- bzw. Zahnfrakturen initial häufiger vorkommen und mit steigendem Füllungsalter seltener beobachtet werden. Umgekehrt steigt der Anteil der durch Sekundärkaries betroffenen Füllungen deutlich mit dem Füllungsalter an.

Hieraus folgert Drummond (2008), dass ein frühes Versagen der Restauration innerhalb der ersten 5 Jahre eher auf eine Materialschwäche oder einen Behandlungsfehler hinweist, während im späteren Verlauf besonders sekundäre Prozesse wie Karies an Bedeutung gewinnen.

Somit liegen mit steigendem Füllungsalter die häufigsten Defekte am Füllungsrand bzw. am Übergang von Komposit zur Zahnschubstanz.

## 1.3 **Füllungsaustausch oder Reparatur**

Durch die begrenzte Haltbarkeit und die daraus folgenden typischen Defekte von Kompositrestaurationen (Burke et al. 2001) stellt die insuffiziente Primärrestauration eine häufige Ausgangssituation der aktuellen Therapieplanung dar (Sarrett 2005). Als Behandlungsalternativen muss abschließend zwischen komplettem Füllungsaustausch und der Reparatur der Füllung entschieden werden.

### 1.3.1 **Füllungsaustausch**

Im Rahmen des Austauschs der Füllung muss die komplette bestehende Restauration entfernt und erneuert werden.

Baur und Ilie (2013) beschrieben die Problematik des Entfernens von zahnfarbenen Füllungsmaterialien. Sie belegten in diesem Zusammenhang einen Verlust an gesunder Zahnhartsubstanz, welcher sich bei der Entfernung von Komposit als doppelt so hoch erwies wie bei anderen plastischen Füllungsmaterialien. Gleichzeitig stellt das vollständige Entfernen des Füllungsmaterials eine zeitintensive Anforderung dar, welche nicht immer sicher erfüllt werden kann (Krejci et al. 1995).

Im Zuge eines Füllungsaustauschs ist auffällig, dass vom Versagensgrund entfernt liegende Zahnhartsubstanz deutlich stärker entfernt wird als Bereiche in der Nähe der Defektstelle (Gordan 2001). Somit dehnt sich die Restauration zunehmend aus, wodurch wiederum Füllungsrän-der in tendenziell weniger günstige Bereiche verschoben werden.

Es muss die Frage gestellt werden, ob derartiges (Be-)Handeln den Grundsätzen einer modernen minimalinvasiven Zahnheilkunde entspricht.

### **1.3.2 Reparatur einer Kompositfüllung**

Bei einer Füllungsreparatur wird nicht die komplette Restauration entfernt. Dies setzt voraus, dass der Defekt nur Teile der Restauration betrifft und diese ansonsten erhaltungswürdig ist. In Abhängigkeit von Ausdehnung und Art des Defektes werden entweder ganze Teile der Füllung entfernt oder die Füllung wird lediglich erweitert (Blum et al. 2011).

Die entstandene Kavität bedarf einer Konditionierung, also einer Vorbereitung der freigelegten Oberflächen, um einen sicheren Verbund zum darauffolgend applizierten Reparaturkomposit herzustellen (Loomans et al. 2011b; Puckett et al. 1991). Dieses Ziel ist umso schwieriger zu erreichen, je mehr unterschiedliche Substrate freigelegt werden, da für jedes Substrat unterschiedliche optimale Konditionierungen bekannt sind (Frankenberger 2013).

Trotz dieser technischen Schwierigkeit stellt die Reparatur einen besonders konservativen Behandlungsansatz dar (Gordan et al. 2006; Moncada et al. 2006). Pulpale Reizungen können so besser vermieden werden (Mjör 1993), was zu besserer Compliance führt. Auch wirtschaftlich ist die Reparatur eine

interessante Alternative zum Füllungsaustausch. Verringerter Materialaufwand und Zeitersparnis führen zu einer kostengünstigeren Behandlung (Mjör 1993; Nahsan et al. 2011; Demarco et al. 2012).

### 1.4 Der Komposit-Verbund

Mit Einführung der Komposite in der adhäsiven Zahnheilkunde hat sich gezeigt, dass Oberflächen für den Verbund mit Kompositen vorbehandelt, also konditioniert werden müssen. Diese Konditionierung muss sich nach der Art der Oberfläche richten, sodass unterschiedliche Verfahren für die verschiedenen dentalen Strukturen und Restaurationsmaterialien existieren. Im folgenden Abschnitt wird die Konditionierung von Oberflächen aus Schmelz, Dentin und Komposit behandelt.

#### 1.4.1 Der Verbund Schmelz-Komposit

Mit der Einführung der Schmelz-Ätz-Technik durch Buonocore hat sich die Behandlung der Schmelzoberfläche mit 30-40%tiger Phosphorsäure als der „Goldstandard“ der Schmelzkonditionierung etabliert (Buonocore 1963; Van Meerbeek et al. 2003).

Durch die unterschiedliche Löslichkeit der Prismenbereiche entsteht nach einer Einwirkzeit von 30 Sekunden eine um bis zu 300% vergrößerte Oberfläche, welche starke retentive Eigenschaften besitzt (Baier 1992).

Die Oberflächenenergie des geätzten, gereinigten und getrockneten Schmelzes nimmt deutlich zu, was zu einer guten Benetzbarkeit mit einem niedrig-viskösen Adhäsiv führt (Soetopo et al. 1978; Gwinnett 1988; Baier 1992).

Nach Aushärtung des Adhäsivs hat sich durch Umhüllung der freigelegten Kristalle bis in eine Tiefe von 10 -30 µm eine Verbundschicht gebildet (Gwinnett 1971; Lutz et al. 1993; Frankenberger und Tay 2005).

Diese innige Verbundschicht führt zu hohen Haftwerten auf Schmelz, welche selbst die kohäsive Festigkeit des Schmelzes überschreiten können.

### 1.4.2 Der Verbund Dentin-Komposit

Durch die Präparation im Dentin entsteht an der Oberfläche des beschliffenen Dentins eine sog. Schmierschicht. Diese besteht aus zerkleinertem Dentinabtrag, welcher komprimiert der Dentinoberfläche aufliegt und die Dentintubuli verschließt. Um einen zuverlässigen Verbund zwischen Dentin und Komposit zu erreichen, ist es nötig, diese Schmierschicht zu entfernen. Zusätzlich bewirkt der Wassergehalt des Dentins von ca. 20% seine eher hydrophilen Eigenschaften, welche im Kontrast zu den als hydrophob einzustufenden Monomeren der Komposit-Matrix stehen. Durch diese Umstände wird die Notwendigkeit einer besonderen Konditionierung des Dentins deutlich. Diese muss in der Lage sein, die Schmierschicht zu entfernen und gleichzeitig das hydrophile Milieu des Dentins auf den Verbund mit hydrophoben Monomeren vorzubereiten (Van Meerbeek et al. 1992; De Munck et al. 2005). Diese Ziele werden durch zwei unterschiedliche Methoden erreicht.

- Die ‚Etch and Rinse‘ –Methode erfüllt diese Anforderungen in zwei Schritten. Zunächst wird die Auflösung der Schmierschicht mit 30-40%er Phosphorsäure erreicht (Buonocore 1955). Gleichzeitig demineralisiert die Säure das peritubuläre Dentin im Öffnungsbereich der Tubuli und das intertubuläre Dentin bis zu einer Tiefe von ca. 3-5  $\mu\text{m}$ . So wird das Kollagen-Geflecht des intertubulären Dentins freigelegt. Es entsteht eine stark retentive, aber hydrophile Oberfläche, welche nach 15 Sekunden von Ätz-gel gereinigt werden muss und nicht komplett getrocknet werden darf. Im zweiten Schritt folgt die Applikation eines Primers aus Gemischen hydrophiler Monomere in wässriger, alkoholischer oder Acetonhaltiger Lösung. Durch den Kapillareffekt begünstigt, durchdringen diese Monomere das Kollagengeflecht, das partiell demineralisierte intertubuläre Dentin, sowie die freigelegten Dentintubuli, und bereiten diese Strukturen für den Verbund mit dem Adhäsiv vor (Frankenberger 2013).

In wieweit der Primer bis in die Tiefe des Ätzmusters vorgedrungen ist, lässt sich bei diesem Verfahren nicht kontrollieren. Dies birgt die Gefahr einer unvollständigen Hybridisierung, sodass Flüssigkeit die freigelegten aber nicht von Monomeren ausgefüllten Räume ausfüllen kann. Diese

sogenannte „Nanoleakage“ kann zum Verlust des Verbundes führen (Sano et al. 1994).

- Bei der Anwendung von selbstätzenden Primern tritt dieses Problem nicht auf. Diese Primer bestehen aus Säure-modifizierten Monomeren, also Methacrylaten mit sauren Gruppen in meist wässriger Lösung. Die sauren Gruppen sind in der Lage, ein suffizientes Ätzmuster auf Dentin oder auch auf Schmelz zu erzeugen. Auf diese Weise kann die vorherige Phosphorsäure-Anwendung teilweise oder vollständig entfallen. Gleichzeitig mit der Demineralisierung der Zahnschmelz dringen die Monomere des Primers bis an die Demineralisationsfront vor und konditionieren sukzessiv das komplette Ätzmuster bis in die Tiefe (Frankenberger 2013).

Die so konditionierte Dentinoberfläche wird durch leichtes Verblasen der Lösungsmittel des Primers für die Applikation des Adhäsivs vorbereitet.

Der eigentliche Haftvermittler, das Adhäsiv, enthält vor allem Monomere, teilweise Füllstoffe und (Photo-) Initiatoren. Durch die niedrige Viskosität kann das Monomer-Gemisch die vorbehandelten Strukturen erreichen, versiegelt die Dentinoberfläche und stabilisiert diese durch die Polymerisation. Die mikromechanische Verzahnung der Methacrylat-Matrix mit dem Ätzmuster im Dentin bildet die so genannte Hybridschicht (Pióch et al. 1998).

Die Oberfläche des Adhäsivs stellt auch nach Polymerisation ein reaktives Substrat dar, mit welchem Komposite einen stabilen chemischen Verbund eingehen können, der für das komplette System bis zu 69 MPa betragen kann (De Munck et al. 2003; Ermis et al. 2008).

### 1.4.3 Der Verbund Komposit-Komposit

Die Verbindung neuen Komposits zu gealtertem Komposit kann durch unterschiedliche Methoden erreicht werden. Sie unterteilen sich in retentive Verfahren, welche makromechanische und / oder mikromechanische Verzahnung der Materialien untereinander erzeugen sowie chemisch-adhäsive Verfahren, welche einen Verbund auf molekularer Ebene schaffen.

#### 1.4.3.1. Makromechanische Retention

Sie kann durch Unterschnitte, Bohrungen oder Aufrauen mittels Diamant-Fräse erreicht werden.

- Retentionen, Unterschnitte und Bohrungen

Unterschnitte und Retentions-Bohrungen etablierten sich bei der Anwendung von Amalgam und anderen nicht adhäsiv befestigten Füllungsmaterialien. In der Adhäsiv Technik sind makromechanische Unterschnitte oder Bohrungen jedoch problematisch. Im zu reparierenden Komposit können diese Strukturen nicht sicher komplett gefüllt werden und zeigen dadurch Inhomogenität und unter Belastung lokal hohe Spannungsspitzen. Die Verbundfestigkeit ist dementsprechend deutlich herabgesetzt (Shen 2004). Für die Kompositreparatur müssen daher makromechanische Unterschnitte und Bohrungen als ungeeignet angesehen werden.

- Aufrauen durch Beschleifen

Durch die Bearbeitung mit diamantierten Schleifkörpern können unterschiedlich raue Oberflächen des Substrats erreicht werden. Die Rautiefe ( $R_t$ ) dieser Oberflächenbearbeitung auf Komposit ist abhängig von der Körnung des Schleifkörpers, zu der sie sich annähernd proportional verhält (da Costa et al. 2012). Auf der Kompositoberfläche entstehen so Schleiffrillen neben Bereichen von komprimiertem Abtrag (Fawzy et al. 2008). Eine mit der Korngröße des Schleifkörpers steigende Belastbarkeit von Kompositreparaturen auf dieser Oberfläche wird der Kombination von sowohl makro- als auch mikroretentiven Elementen zugeschrieben (da Costa et al. 2012). So wurden in einer Untersuchung verschiedener Reparaturprotokolle einer Kompositreparatur im Scherversuch von



Bonstein et al. (2005) höchste Verbundwerte für mit Diamant geschliffene Kompositproben ermittelt. Zu einem vergleichbarem Ergebnis im Zugversuch kommt eine Studie von Fawzy et al. (2008) bei der Anwendung eines Korundsteins in Kombination mit Silan. Da die Präparation mit rotierenden Instrumenten in der modernen Zahnheilkunde verbreitet zum Einsatz kommt, stellen diese Ergebnisse eine interessante Lösung der Verbundproblematik ohne zusätzliche Schritte dar.

Mehrere Untersuchungen konnten jedoch zeigen, dass die Reparaturfestigkeit oberflächlich beschliffener Komposite durch die Anwendung von Partikelstrahltechnik signifikant gesteigert werden konnte (Papacchini et al. 2007a; Loomans et al. 2011b; da Costa et al. 2012).

.

### **1.4.3.2. Mikromechanische Retention**

Sie wird erreicht durch die Behandlung mit Säuren oder durch Sandstrahlen.

- Die Behandlung der Kompositoberfläche mit Säuren

Hierbei muss zwischen einer starken Säure, wie z.B. Flusssäure, und einer schwächeren Säure wie Phosphorsäure unterschieden werden.

Die Verfahren mit starken Säuren beruhen auf Vergrößerung der Kompositoberfläche durch Anlösen oder völliges Auflösen der Füllerbestandteile an der Oberfläche. Die geätzte Oberfläche tritt nach dem Abspülen der Säure als poröse Struktur mit Hohlräumen und Unterschnitten in Erscheinung, welche als retentive Elemente genutzt werden (Loomans et al. 2011a).

Phosphorsäure als milderes Ätzmittel zeigt reinigende Wirkung an der Oberfläche und löst Füller nicht bzw. nicht ganz auf (Papacchini et al. 2007a).

Es existieren Reparaturprotokolle mit beiden Arten von Säuren und unterschiedlichen Konzentrationen. Die geläufigsten Kombinationen sind folgende:

## Einleitung und Problemstellung

1. Die aus der Keramikconditionierung bekannte Flusssäure als Gel in einer Konzentration von 9,5% (Brosh et al. 1997; Rodrigues Jr. et al. 2009; Yesilyurt et al. 2009; Loomans et al. 2011a) .
2. Eine mildere Konzentration der Flusssäure von 3% im Ätzel. (Loomans et al. 2011b).
3. Phosphorsäure-Gel in 30-40%-iger Konzentration. (Özcan et al. 2007; Yesilyurt et al. 2009).

Die Untersuchungen kommen zu widersprüchlichen Ergebnissen, besonders die Anwendung von Flusssäure betreffend. Mit Flusssäure behandelte Komposite zeigten signifikant gesteigerte Reparaturwerte (Yesilyurt et al. 2009; Loomans et al. 2011b) oder nicht signifikant verschiedene / niedrigere Werte (Brosh et al. 1997; Lucena-Martín et al. 2001; Özcan et al. 2005).

Eine Ursache für diese Streuung wird in der unterschiedlichen Ätzbarkeit der Füller der behandelten Komposite gesehen.

So werden Barium-, Boraluminiumsilikat-, Silikat-, Strontium- und Zinkglasfüllpartikel durch Flusssäure umfangreicher zersetzt als Quarz, Kieselsäure und Lithiumaluminiumsilikate (Özcan et al. 2005). Zirkoniumoxid-Füller hingegen sind nicht ätzbar durch Flusssäure (Rodrigues Jr. et al. 2009).

Neben der Art der Füller sind die Konzentration und die Einwirkdauer der Flusssäure von Bedeutung (Loomans et al. 2011a).

Für das vorwiegend mit Bariumglas gefüllte Hybrid-Komposit Clearfil AP-X konnten nach 3% Flusssäure für 20 s unregelmäßige Auflösung der Glasfüller an der Oberfläche und besonders entlang der Füller-Matrix-Grenze beobachtet werden. Wurde die Ätzdauer auf 120 s erhöht entstand ein stärker tiefgreifendes Ätzmuster. Die Anwendung von 9,6% Flusssäure zeigte ein aggressiveres Ätzmuster mit mehrheitlicher Auflösung der oberflächlichen mittleren Füllkörper und vollständiger Auflösung der Mikrofüller. Lediglich die poröse, hochgradig irregulär geformte Matrix blieb erhalten und schien nicht betroffen. Dieses Bild war identisch nach einer Ätzdauer von 20 s und 120 s.

## Einleitung und Problemstellung

Das mit Siliziumoxid/Zirkoniumoxid-Partikeln gefüllte Nanokomposit Filtek Supreme hingegen zeigte keinen sichtbaren Unterschied in der Oberfläche nach Anwendung von 3% Flusssäure für 20 s oder 120 s. Jedoch erzeugte 9,6% Flusssäure nach 20 s ein oberflächliches Ätzmuster, welches besonders um die Nano-Cluster sichtbar wurde. Die gesteigerte Ätzdauer von 120 s mit 9,6% Flusssäure führte zum vollständigen Auflösen der Nano-Cluster und hinterließ eine poröse Matrix. Loomans et al. führen die Entstehung des Ätzmusters darauf zurück, dass die Zirkonoxid-Partikel von einer Phase aus  $\text{SiO}_2$  umgeben sind, wobei die letztere von der Flusssäure aufgelöst wird und die Zirkonoxid-Partikel in der Folge aus der Oberfläche herausfallen können.

In einer Untersuchung zur Reparaturfestigkeit konnten für die beiden oben genannten Komposite keine klaren Empfehlungen zur Anwendung von Flusssäure gegeben werden (Loomans et al. 2011b). So konnte für Clearfil AP-X die Reparaturfestigkeit bezogen auf die negative Kontrollgruppe nach der Anwendung von 3% Flusssäure für 20 s signifikant gesteigert werden. Vergleichbares gilt für die Gruppen mit 9,6% Flusssäure und 20 s bzw. 120 s. Für Filtek Supreme erreichte lediglich die Gruppe mit 9,6% Flusssäureätzung für 120 s signifikant bessere Reparaturfestigkeit.

Auch Özcan et al. (2005) stellten fest, dass die Reparaturfestigkeit von mit Flusssäure behandelten Kompositen variiert.

Durch diese Ungewissheit und die Gefahr von Schleimhautverletzung durch Kontakt mit Flusssäure wird von der Anwendung von Flusssäure in intraoralen Reparaturprotokollen abgeraten (Rodrigues Jr. et al. 2009; Özcan et al. 2012).

Es existieren Studien mit der Anwendung von Phosphorsäure in den Reparaturprotokollen, jedoch hier am häufigsten nach Anschleifen mit Diamantschleifern (Rathke et al. 2009; Loomans et al. 2011b; Melo et al. 2011). Den vorliegenden Studien fehlen jedoch die Vergleichsgruppen ohne Ätzung, sodass der Nutzen der Ätzung nicht beurteilt werden kann. Lediglich bei Papacchini und Polimeni (2006) wurden Gruppen mit und ohne Ätzung nach Anschleifen untersucht, wobei hier kein signifikanter Unterschied in der Zugfestigkeit ermittelt werden konnte.

## Einleitung und Problemstellung

In Untersuchungen zur Veränderung der Oberfläche durch  $H_3PO_4$  –Ätzung auf zuvor angeschliffenen Kompositproben stellten Fawzy et al. (2008) eine Steigerung der Rauheit  $R_q$  fest. Gleichzeitig nahm die Größe der Oberfläche ab. Diese Ergebnisse werden mit der reinigenden Wirkung der Säure begründet, wodurch Schleifstaub und verdichteter Schliffabtrag entfernt wurden. Eine tiefgreifende Veränderung der Oberfläche konnte nicht beobachtet werden (Papacchini et al. 2007a; Loomans et al. 2011b).

- Sandstrahlen

Das Prinzip des Sandstrahlens beruht auf der abrasiven Wirkung von Partikeln, welche entweder mit Druckluft oder einem Gemisch aus Druckluft und Wasser beschleunigt werden und mit einer Geschwindigkeit von bis zu 1000km/h (3M 2001) auf die zu behandelte Oberfläche auftreffen. Im technischen Bereich ist das Verfahren zur Oberflächenbehandlung weit verbreitet und gilt als sehr effizient.

Zur dentalen Anwendung wurde das Sandstrahlen zunächst zum Aufräumen von Metalloberflächen im Laborbereich eingeführt. Durch die hohe kinetische Energie von großen Partikeln (110 $\mu$ m) kann eine hohe Rauigkeit erreicht werden. Dieses Verfahren etablierte sich bei der Herstellung verblendeter Metallrestaurationen im Labor. Jedoch erwies sich die Abrasivität (vor allem an filigranen Strukturen weicher Materialien) durch die Energiedichte als zu hoch, was zur Einführung feinerer Strahlmittel führte.

Mittlerweile sind viele unterschiedliche Strahlmittel und -methoden für den dentalen Bereich verbreitet, die sich hinsichtlich mehrerer Aspekte unterscheiden, welche im Folgenden behandelt werden.

Ein für die Strahltechnik wichtiger Faktor ist die Dimensionierung der Partikel im Strahlgut. Mit der Masse der Partikel steigt bei gleichem Luftdruck die kinetische Energie an, was zu höherer Abrasivität führt. In der Literatur sind für intraorale Anwendung von Aluminiumoxid Partikelgrößen von 25  $\mu$ m (Microetcher/Danville), 27  $\mu$ m (Rondoflex/KaVo) und 30  $\mu$ m (CoJet/3M ESPE) bis hin zu 50  $\mu$ m (Microetcher/Danville) angegeben.

## Einleitung und Problemstellung

Die kinetische Energie der Partikel kann neben der Korngröße auch über den beschleunigenden Luftdruck beeinflusst werden. Für die intraorale Oberflächenbehandlung, zum Beispiel bei Verblendungsreparaturen, wird für den Luftdruck ein Richtwert von 2-3 bar angegeben (3M 2012). Es werden aber auch Anwendungen mit bis zu 11 bar Luftdruck beschrieben, welche über ihre starke Abrasivität vermehrt zur sog. kinetischen Kavitätenpräparation genutzt werden (Wright 1999). Für Reparaturanwendungen besteht das Strahlmittel aus Aluminium(tri)oxid. Auf Grund der Härte von 9 nach Mohs und einer Dichte von  $3,9 \text{ g/cm}^2$  erzeugt es eine deutlich gesteigerte Oberflächenrauigkeit. Der hierdurch erreichbare Verbund lässt sich auch durch Anwendung von starken Säuren nicht signifikant steigern (Swift et al. 1992).

Die Partikel von bestimmten Strahlmitteln (Rocatec, Cojet, 3M ESPE) sind mit Kieselsäure (Silikat) behandelt und erreichen so neben der abrasiven zusätzlich noch silikatisierende Wirkung auf der behandelten Oberfläche. Diese Kombination aus thermo-mechanischer Bearbeitung und chemischer Behandlung wird tribochemische Behandlung genannt (3M 2012). Ergänzt wird dieses tribochemische Verfahren durch die Applikation eines Silanes.

Mit der Entwicklung der Strahltechnik für den intraoralen Gebrauch etablierten sich Reparaturprotokolle, welche diese Verfahren zum Aufrauen der Kompositoberfläche nutzen. (Swift et al. 1992; Brosh et al. 1997; Rathke et al. 2009; Bouschlicher et al. 1997).

In frühen Untersuchungen von Swift et al. (1992) wurden mit  $50 \mu\text{m}$  Partikeln Reparaturfestigkeiten von bis zu 75% der kohäsiven Festigkeit an Komposit erreicht.

Bouschlicher et al. (1997) führten Kompositreparaturen mit verschiedenen, gängigen Partikelstrahl-Techniken mit 27, 30 und  $50 \mu\text{m}$  Partikelgröße und korrespondierendem Luftdruck von 2,3-11 bar durch. Es zeigte sich, dass silikatisierte  $30 \mu\text{m}$  Partikel (CoJet) bei 2,3 bar die höchsten Verbundwerte ergaben, wohingegen die energiereicheren Methoden mit  $50 \mu\text{m}$  bzw.  $27 \mu\text{m}$  Partikeln unter 5,5 bar bzw. 11 bar Luftdruck deutlich schwächere Ergebnisse erreichten. Mit den oben beschriebenen Parametern ließ sich die Oberflächenrauheit von

finierten Kompositproben nach Rinastiti et al. (2010a) mit silikatisiertem 30 µm Strahlgut (CoJet) reproduzierbar um den Faktor 50 erhöhen. Die Reparaturfestigkeit für alle untersuchten Komposite war nach Silikatisierung signifikant höher als die der negativen Kontrollgruppe.

### **1.4.3.3. Chemisch-adhäsive Verbundtechniken**

Hier muss unterschieden werden zwischen Verfahren, welche an die Füller des Komposits binden und solchen, die an die (Polymer-) Matrix zwischen den Füllern binden.

Zur adhäsiven Verbindung an die Kompositmatrix werden nach Reymus et al. (2018) drei unterschiedliche Ansätze diskutiert:

Die Wasserstoffbrückenbindung ist eine relativ schwache Bindung. Sie findet statt zwischen Hydroxyl – oder Aminogruppen eines Haftvermittlers und entsprechenden chemischen Gruppen in der Oberfläche der Matrix. Diese Verbindung ist als hydrolytisch instabil einzustufen (Ferracane 2006).

Eine andere Möglichkeit der Adhäsion liegt in der Fähigkeit von Monomeren im Primer, in die Matrix des Komposits hinein zu wandern und dort miteinander zu polymerisieren. Dieser Prozess wird als Bildung eines ‚interpenetrating network‘ bezeichnet (Vallittu 2009).

Neue kovalente Bindungen können als weitere Verbindungsmöglichkeit genutzt werden. Dies setzt voraus, dass in der Kompositmatrix freie C-C Doppelbindungen vorhanden und zugänglich sind, welche mit Monomeren des Primers reagieren können (Saunders 1990). Dieses direkte Anpolymerisieren erzeugt besonders hohe Verbundwerte bis hin zum materialspezifischen Kohäsiv-Wert des Komposits (Vankerckhoven et al. 1982).

Ferracane (1994) konnte zwar zeigen, dass freies Restmonomer aus Kompositmaterialien ausgewaschen wird, die messbare Gesamtmenge an freien C-C Doppelbindungen dadurch jedoch nur geringfügig sinkt. Der Autor kommt zu dem Schluss, dass ein Großteil der C-C Doppelbindungen auch weiterhin in der Matrix eingeschlossen ist oder als bireaktives Molekül nur an einer Seite gebunden ist während das andere Ende reaktiv bleiben kann.

## Einleitung und Problemstellung

In einer Untersuchung zur Konversionsrate, also der prozentualen Umsetzung der reaktiven C-C Doppelbindungen in Kompositen, konnten Özcan et al. (2013) zeigen, dass Tetric EvoCeram und Filtek Supreme Werte von 71 % bzw. 58 % erreichten. Durch Thermocycling änderten sich diese Werte je nur um 3%. Diese Studie zeigt, dass selbst nach künstlicher Alterung ca. 30-40 % reaktive C-C Doppelbindungen in der Matrix verbleiben. Welcher Anteil davon teilweise gebunden oder nur räumlich eingeschlossen ist, wurde nicht untersucht.

Turner und Meiers (1993) argumentieren, eine hohe Konversionsrate, welche auf der einen Seite wegen besserer Materialeigenschaften des Füllungsmaterials erwünscht sei, könne gerade bei der Kompositreparatur von Nachteil sein und die erreichbare Verbundfestigkeit senken. Hinzu komme, dass durch Alterungsprozesse der Matrix und der damit abnehmenden Reaktivität ein Anpolymerisieren zu fortschreitend niedrigeren Verbundwerten führen müsse. Saunders (1990) beschreibt die ersten 24 Stunden nach der Polymerisation eines Komposites als die reaktivsten, ohne dies jedoch durch eigene Ergebnisse oder Literaturzitate zu belegen, wobei zu bedenken bleibt, dass die meisten Kompositreparaturen nach deutlich längerer intraoraler Verweildauer der Füllung stattfinden.

Der chemisch adhäsive Verbund zu Füllkörpern im Komposit wird durch Silane erzielt.

Über diese bifunktionellen Moleküle kann eine molekulare Verbindung von einer anorganischen Oberfläche, wie z.B. die der Füllerpartikel, zu den organischen Acrylatgruppen der Monomere der Komposite erreicht werden. Sie dienen also als Brücke zwischen unterschiedlichen Materialien und gleichzeitig erhöhen sie die Benetzbarkeit der behandelten Oberfläche, was eine innige Verbindung der unterschiedlichen Stoffe fördert. So werden z.B. erhöhte Fülleranteile in Kompositen möglich und die Materialfestigkeit erhöht (Wilson et al. 2005; Chen 2010).

Aufgrund dieser Eigenschaften sind Silane neben der Polymermatrix und den Füllern als sogenannte Verbundphase in dentalen Kompositen enthalten (Chen 2010).

## Einleitung und Problemstellung

Das geläufigste Silan im dentalen Bereich ist 3-Methacryloxypropyltrimetoxysilan ( $\gamma$ -MPS). Durch seine Struktur kann es sowohl kovalent an Hydroxyl-Gruppen an der Oberfläche von Siliziumdioxid-Partikeln im Restaurationsmaterial binden, als auch radikalisch an die freien oder endständigen Methacrylmethylsäureester der Methacrylatmatrix anknüpfen (Matinlinna et al. 2004).

Um eine Verbindung mit der anorganische Oberfläche einzugehen muss das Silan zum einen hydrolysiert vorliegen und zum anderen müssen an der Oberfläche bindungsfähige Hydroxylgruppen zugänglich sein. Im letztgenannten Punkt jedoch unterscheiden sich die Füllkörper unterschiedlicher Komposite (siehe z.B. Materialliste Tabelle 3). Zu Kieselsäure ( $\text{SiOH}_4$ ) ist die Verbundkraft von Silan am höchsten. Diese Verbundkraft sinkt allerdings auf Quarz gefolgt von Gläsern, Aluminium-Silikaten, Silizium und anorganischen Oxiden kontinuierlich ab (Matinlinna et al. 2018).

Vor diesem Hintergrund wundert es nicht, dass über die alleinige Silanapplikation im Zusammenhang mit der Kompositreparatur kontroverse Ergebnisse veröffentlicht wurden. Es wurden steigernde Einflüsse dokumentiert (Tabatabaei 2013) und nicht Steigernde bzw. Negative (Swift et al. 1994; Hamano et al. 2011; Melo et al. 2011).

Aus dieser Problematik heraus hat sich die Silikatisierung von Oberflächen vor Silanapplikation etabliert (3M 2001). Diese sogenannte tribochemische Silikatisierung nutzt ein spezielles Strahlmittel (s.o. Sandstrahlen), um Siliziumoxid in der behandelten Oberfläche anzureichern, welches wiederum vorteilhaft mit  $\gamma$ -MPS reagiert. Es wird argumentiert, dass durch die Anreicherung der Oberfläche mit Silizium-Oxid das Silan flächendeckend und nicht nur an die Füller binden (Rinastiti et al. 2010a) Zusätzlich steigt die Oberflächenenergie und die Benetzbarkeit an, was die Wirksamkeit des funktionellen Silans erhöht (Bouschlicher et al. 1997).

Die Hydrolysierbarkeit der Silan-Verbindung, besonders wenn kurzkettige Silane verwendet werden, stellt immer noch ein großes Problem der Anwendung im dentalen Bereich dar. Jedoch wird diese Problematik von verschiedenen Auto-



ren unterschiedlich bewertet (Lung und Matinlinna 2012). Aktuelle Ergebnisse deuten darauf hin, dass mit langkettigen Silanen oder Mischungen verschiedener Silane die dauerhafte Verbundfestigkeit zu verbessern ist (Matinlinna et al. 2018).

### 1.4.4 **Oberflächensituation bei einer Komposit-Reparatur**

Durch die Art der häufigsten Defekte an Komposit-Füllungen (siehe Abs.:1.2.2) ergibt sich für die Komposit-Reparatur eine spezielle räumliche Situation bezüglich zu konditionierender Oberflächen.

Nach Exkavation einer Sekundärkaries oder eines verfärbten Füllungsrandes liegen in nächster räumlicher Nähe Komposit-, Schmelz- und nicht selten auch Dentin-Oberflächen nebeneinander. Durch konventionelle Möglichkeiten gelingt es dadurch nicht, gezielt einzelne Oberflächen zu erreichen, sondern es muss von einer Mitkonditionierung benachbarter Kavitäten-Oberflächen ausgegangen werden (Frankenberger 2013). Diese Problematik fordert das Bestreben eine Konditionierungsmethode zu ermitteln, welche weitestgehend jedem Substrat gerecht wird und suffiziente Verbundwerte für die Kompositreparatur erzeugen kann.

## 1.5 Zielsetzung der vorliegenden Arbeit

Ziel dieser In-vitro-Arbeit war es, die Verbundfestigkeit von Kompositreparaturen zu untersuchen. Der Fokus wurde bei dieser Untersuchung auf die Verbundfestigkeit von Reparaturkomposit zu gealtertem Komposit gerichtet. (Parallel laufen weitere Studien zum Verbund von Reparaturkomposit zu Schmelz bzw. Dentin.) Dazu wurden zwei Komposite (Filtek Supreme XTE und Tetric EvoCeram) getrennt voneinander untersucht. In den Reparaturgruppen wurden 3 unterschiedliche Adhäsivprotokolle verglichen:

1. Silikatisierung und Verwendung eines Universaladhäsivs, das MDP und Silan enthält (Scotchbond Universal)
2. Silikatisierung und Applikation des systemzugehörigen Silans und Verwendung eines Standard Dentin-Haftvermittlers (Optibond FL)
3. Aufrauen mit Aluminiumoxid-Strahltechnik und Verwendung eines Standard Dentin- Haftvermittlers (Optibond FL)

Um den Einfluss weiterer Konditionierungsschritte zu überprüfen, welche zwar nicht für das Komposit, wohl aber für Schmelz und Dentin in der Reparaturkavität erforderlich sind, wurden weitere Proben mit 37% Phosphorsäure geätzt und zwar vor oder nach Silikatisierung bzw. Anrauen.

Als Kontrollgruppen dienten Gruppen ohne Silikatisierung bzw. Anrauen, sowie monolithische Proben zur Bestimmung der Zugfestigkeit der Komposite

Folgende Fragestellungen sollten dabei behandelt werden:

1. Steigert der Einsatz von Partikelstrahltechnik die Verbundfestigkeit der Kompositreparatur?
2. Steigert die Silikatisierung und Silanisierung die Reparaturfestigkeit?
3. Beeinflusst die zusätzliche Ätzung mit Phosphorsäure den Reparaturverbund?
4. Hat die Art des Adhäsivs einen Einfluss auf die Verbundfestigkeit der Kompositreparatur?

## 2 Material und Methoden

### 2.1 Herstellen der Proben für den Zugversuch

Der Versuchsaufbau forderte die Herstellung spezieller Proben. (siehe Abbildung 1)

- Die Reparaturgruppen bestanden aus einer fixierten Kompositscheibe und einem darauf befestigten konischen Körper aus Reparaturkomposit
- Die Kohäsiv-Gruppen (Positive Kontrollgruppen) bestanden aus einem fixierten Komposit-Stab dessen freies Ende konisch geformt war.

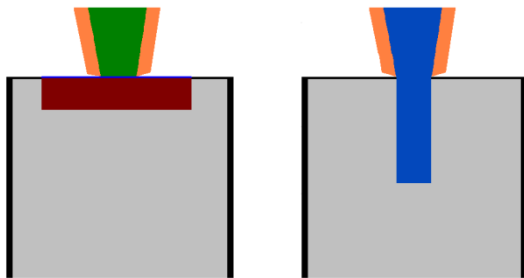


Abbildung 1 Skizze Querschnitt Reparaturprobe (links) und Kohäsiv-Probe (rechts) vor Zugversuch

Reparaturprobe: rot: Kompositscheibe, grün: Reparaturkomposit, gelb: Messingform, hellgrau: Einbettkunststoff, schwarz: Messinghohlzylinder

Kohäsiv-Probe: blau: Komposit-Stab, gelb: Messingform, hellgrau: Einbettkunststoff

Die Probenherstellung erfolgte vom 17.09.-03.12.2012 im materialkundlichen Labor der Polikliniken für Zahnerhaltung und Parodontologie der ZMK Uni Würzburg.

### 2.2 Herstellen der Proben der Reparaturgruppen

Im Folgenden wird der Arbeitsablauf dieser Probenherstellung geschildert.

#### 2.2.1 Herstellen der Kompositscheiben

Es wurden 220 zylindrische Kompositproben hergestellt. Für jeweils 110 Kompositscheiben wurde das Nanokomposit Filtek Supreme XTE in Farbton A3B bzw. das Nano hybrid-Komposit Tetric EvoCeram in Farbton A3 genutzt. Die

Herstellung der Scheiben erfolgte mit Hilfe einer 3 mm dicken Platte aus Abformsilikon, die eine Aussparung von 8 mm Durchmesser aufwies. Die unterseitige Öffnung wurde durch einen Matrizenstreifen (Mylar strip) abgedeckt und die Folie auf einem gläsernen Objektträger platziert. Mit Hilfe eines Plastischen Füllungsinstrumentes (AESCULAP DF270 R) wurde die so entstandene Kavität zunächst ca. 1,5 mm hoch mit Füllungsmaterial aufgefüllt. Anschließend erfolgte die Polymerisation für 20 s unter Einsatz des Lichtgerätes Elipar Freelight 2 (3M Espe) mit Lichtleiter „Turbo“ (8 mm Durchmesser) und einer angegebenen Strahlungs-Flussdichte von ca.  $1200 \text{ mW/cm}^2$  bei einer Wellenlänge von 430-480 nm. Die Strahlungsflussdichte wurde im Abstand von jeweils 10 Proben mit einem Photometer (Curing Radiometer Model 100) überprüft und lag zuverlässig über  $1000 \text{ mW/cm}^2$ . Die Lichtpolymerisation erfolgte rechtwinklig aus einer Distanz von weniger als 2 mm. Zum Erzielen einer glatten Oberfläche wurden nach Einbringen der zweiten Lage Komposit ein Matrizenstreifen und ein Objektträger auf die Silikonform aufgelegt und durch eine Spannvorrichtung kontrolliert parallel angedrückt. Durch Objektträger und Matrize hindurch erfolgte die Lichtpolymerisation analog zur ersten Schicht. Die Kompositscheiben wurden aus der Silikonplatte entnommen und für 14 Tage bei  $37^\circ\text{Celsius}$  in deionisiertem Wasser gelagert.

### 2.2.2 Planschleifen

Die Kompositscheiben wurden dem Lagerungsmedium entnommen, mit einer der beiden Kreisflächen auf einen Objektträger geklebt (Sekundenkleber 1733 Renfert) und in den parallel verschiebbaren Schlitten der Planschliff-Vorrichtung montiert. Dieser Schlitten führte den Träger reproduzierbar im Abstand von 2,5 mm an der um die senkrechte Achse rotierenden Feinkorn-Diamantwalze entlang (Komet 882L 314 014, Diamant-Körnung  $46 \mu\text{m}$ ). Die Walze war in ein Rotring-Winkelstück (KaVo) eingespannt und durch die Labor Untertischeinheit (sirona C4) bei voller Drehzahl unter Wasserkühlung (Dreistrahspraykopf 50 ml/min) angetrieben. Durch gleichmäßigen manuellen Vorschub entstanden so einheitliche Oberflächengüten der Kompositscheiben. Die geschliffenen Kompositscheiben wurden mit Hilfe eines Einmalskalpells (Nr.20 HS) von dem Objektträger gelöst und umgehend eingebettet.

### 2.2.3 Einbetten

Die Kompositscheiben wurden mit der plan geschliffen Fläche auf einen Objektträger platziert. Zur Isolation wurde vorher ein kleiner Tropfen Glyceringel (Air-Block) aufgetragen. Darüber wurde ein Messing-Hohlzylinder mit 1 mm Wandstärke, 12 mm Höhe und 14 mm Aussendurchmesser so auf dem Objektträger platziert, dass die Komposit Scheibe genau in seiner Mitte zu liegen kam. Die Kompositscheiben wurden mit klarem, kalt polymerisierendem PMMA (Paladur, Heraeus Kulzer) eingebettet. Die Verarbeitung des Kunststoffes erfolgte nach Herstellerangaben.

### 2.2.4 Konditionierungsprotokolle

Die jeweils 110 Probezylinder der Kompositgruppen „FT“ (Filtek Supreme) und „Evo“ (Tetric EvoCeram) wurden per Zufall den Konditionierungsgruppen 1 bis 11 zugeteilt. Im Anschluss wurden sie durch Eingravieren der Gruppenkennung in den Boden markiert und bis zum Konditionieren der Testoberflächen in deionisiertem Wasser bei 37° Celsius gelagert.

**Tabelle 1 Konditionierungsprotokolle Gruppen 1-12;**

**Abkürzungen:**

**A: Ätzen, Co: Silikatisierung (CoJet), Alo: Aluminiumoxid, ES: Silan (Espe Sil), Opti: Dentinhaftvermittler (Optibond FL Primer+Bonding), Uni: Universaladhäsiv (Scotchbond Universal), Ko: Kohäsivprobe**

Filtek Supreme			EvoCeram		
Gruppen	Protokoll	Markierung	Gruppen	Protokoll	Markierung
1	Ä-Co-Uni	F1	1	Ä-Co-Uni	E1
2	Co-Ä-Uni	F2	2	Co-Ä-Uni	E2
3	Co-Uni	F3	3	Co-Uni	E3
4	Co-ES-Ä-Opti	F4	4	Co-ES-Ä-Opti	E4
5	Ä-Co-Es-Opti	F5	5	Ä-Co-Es-Opti	E5
6	Co-Es-Opti	F6	6	Co-Es-Opti	E6
7	Ä-Alo-Opti	F7	7	Ä-Alo-Opti	E7
8	Alo-Ä-Opti	F8	8	Alo-Ä-Opti	E8
9	Alo-Opti	F9	9	Alo-Opti	E9
10	Uni	F10	10	Uni	E10
11	Opti	F11	11	Opti	E11
12	Ko	F12	12	Ko	E12

Die Vorbehandlung der in die Probezylinder eingebetteten Kompositoberflächen folgte der Gruppeneinteilung in Tabelle 1. Als Oberflächenbehandlung kam Partikelstrahlung mit CoJet- bzw. Rondoflex-Sand zum Einsatz, bestimmte Oberflächen wurden silanisiert. Das Ätzen mit Phosphorsäure-Gel war ein weiterer Bestandteil der Vorbehandlung. Zuletzt wurde ein Adhäsiv aufgetragen. Hierbei wurde zwischen Optibond FL und Scotchbond Universal unterschieden. Nachfolgend werden die speziellen Schritte beschrieben.

## Material und Methoden

- Silikatisierung mit CoJet (Co)

Mit Hilfe des Pulverstrahlgerätes Dento-Prep (Ronvig Dental Mfg.) wurden die Oberflächen mit CoJet Sand gestrahlt, welcher aus 30 µm messenden, silikatbeschichteten Aluminiumoxid-Körnern besteht. Der Druck der vollständig entölten Luft betrug 2,3 bar. Die Testoberflächen wurden gleichmäßig und senkrecht im Abstand von 10 mm für 15 s abgestrahlt, um eine homogene Konditionierung zu erreichen. Abschließend wurde die Oberfläche mit entölter Druckluft gereinigt.

- Aufrauen mittels Aluminiumoxid-Partikelstrahltechnik Rondoflex (Alo)

Analog zum CoJet-Verfahren wurde die Oberfläche unter Einsatz des Pulverstrahlgerätes Dento-Prep (Ronvig Dental Mfg.) mit 27 µm messenden, Aluminiumoxid-Körnern (Rondoflex Pulver) gestrahlt. Der Druck der vollständig entölten Luft betrug 2,3 bar. Die Testoberflächen wurden gleichmäßig und senkrecht im Abstand von 10 mm für 15 s abgestrahlt, um eine homogene Konditionierung zu erreichen. Abschließend wurde die Oberfläche mit entölter Druckluft gereinigt.

- Silanisierung (ES)

Mit einem Einmalapplikator (Kerr Applikator Tip) wurde Espe-Sil als dünner Film auf die Testoberfläche aufgetragen. Nach einer Einwirkdauer von 60 s wurde die Silanschicht für 30 s mit einem sanften Luftstrom getrocknet.

- 37% Phosphorsäure-Ätzel (Ä)

Das Phosphorsäure-Gel wurde aus einer Kolbenspritze mit stumpfer Kanüle direkt auf die Testoberfläche aufgebracht. Nach einer Einwirkdauer von 30 s wurde die Oberfläche für 45 s mit Wasser gespült und anschließend mit vollständig entölter Druckluft getrocknet.

- Universaladhäsiv Scotchbond Universal (Uni)

Das selbstkonditionierende Primer-Adhäsiv wurde mit einem Einmal-Applikator für 20 s auf die Oberfläche aufgetragen. Durch behutsames Ver-

blasen für 5 s wurde das Lösungsmittel verdunstet und die Oberfläche für 10 s mit Hilfe des Lichtpolymerisationsgerätes Elipar Freelight 2 ausgehärtet.

- Standardadhäsiv Optibond FL (Opti)  
Der Primer wurde mit einem Einmal-Applikator appliziert und für 20 s in die Oberfläche einmassiert. Im Anschluss wurde das Lösungsmittel mit leichtem Luftstrom verdunstet. Das Adhäsiv wurde mit einem Einmal-Applikator gleichmäßig dünn auf der Testoberfläche aufgetragen, sodass es zu keiner Pfützen-Bildung kommen konnte, und für 15 s mit dem Lichthärtungsgerät Elipar Feelight 2 ausgehärtet

### 2.2.5 Durchführung der Reparatur

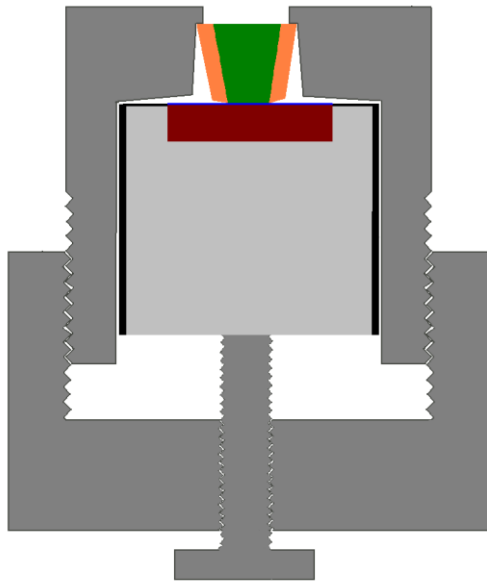
Zur Aufnahme des Reparaturkomposits und gleichzeitigen Eingrenzung der Klebefläche diente eine Messingform in Form eines Kegelstumpfes (Höhe: 3 mm; Aussendurchmesser der Grundfläche: 5 mm; Aussendurchmesser der Deckfläche: 4 mm; Wandstärke: 0,5 mm). Der Rand der Deckfläche war leicht nach aussen abgeschrägt, sodass innen ein scharfer Rand entstand, der auf die Kompositprobe mit einem gewissen Druck aufgesetzt wurde und die Klebefläche eingrenzte. Durch diese „Messerkante“ sollte ein Verpressen des Reparaturkomposits über die Klebefläche hinaus vermieden werden. Der Durchmesser der Klebefläche betrug 3 mm.

Die Klebelehre bestand aus zwei miteinander verschraubten einseitig offenen Hohlzylindern (siehe Abbildung 2). Der obere Hohlzylinder wies auf der Stirnseite zusätzlich eine Stufenbohrung auf (Durchmesser auf der Innenseite: 5 mm, Durchmesser auf der Aussenseite: 4mm; Höhe der Stufe: 1 mm). In diese Bohrung wurde von der Innenseite her die Messingform für das Reparaturkomposit eingesetzt. Anschließend wurde die in den Messinghohlzylinder (s.o.) eingebettete und bereits konditionierte Kompositprobe in den oberen Teil der Klebelehre eingesetzt. Durch Verschrauben mit dem unteren Teil wurde die Klebelehre geschlossen. Eine Schraube in der Stirnfläche des unteren Teils der Klebelehre erlaubte die feste Fixierung der Substratprobe gegen die Form für das Reparaturkomposit.



## Material und Methoden

Das Reparaturkomposit wurde in 2 Schichten zu je 1,5 mm mit Hilfe eines Modellierinstruments in die konische Form appliziert und für jeweils 20 s aus kleinstmöglicher Entfernung lichtgehärtet (Elipar Freelight 2). Die fertigen Proben lagerten bis zum Thermocycling bei 37 °C in deionisiertem Wasser.



**Abbildung 2** Skizze teilbare Klebelehre zum Zentrieren der Messingform für das Reparaturkomposit

dunkelgrau: Teilbare Klebelehre mit Konterschraube, hellgrau: Einbettkunststoff, rot: Kompositscheibe, grün: Reparaturkomposit, schwarz/gelb: Messinghülse / Messinghohlzylinder

Die beiden Reparaturgruppen je Komposit welche lediglich durch Bondingapplikation konditioniert wurden (Gruppen Opti und Uni), dienen in der vorliegenden Arbeit als negative Kontrollgruppen.

### **2.3 Herstellung der Proben der positiven Kontrollgruppe**

Für jedes der zwei verwendeten Komposite wurden 10 Kohäsiv-Proben hergestellt. Als Form diente ein 8 mm hoher weißer Teflon-Block, welcher mit einer senkrechten Bohrung von 3 mm Durchmesser versehen war. Die oberen 3 mm der Bohrung erweiterten sich konisch bis auf 4 mm Durchmesser an der Oberfläche. Die untere Öffnung wurde mit einem durchsichtigen Matrizenband abgedeckt und der Block auf einer planen Glasplatte platziert. Diese Negativform wurde nun in 4 Schritten mit je 2 mm Komposit unter Zuhilfenahme eines Modellierinstruments gefüllt. Für jede Schicht erfolgte die Lichtpolymerisation für 20 s von der Oberfläche der Form (Elipar Freelight 2). Abschließend wurde die Probe für weitere 20 s von der Unterseite der Form polymerisiert. Die fertigen Kompositproben wurden von unten aus der Form herausgedrückt und für 14 Tage bei 37 °C in deionisiertem Wasser gelagert. Nach der Entnahme wurden die Proben durch die obere Öffnung der Messingkonusformen geschoben, bis der konische Teil der Kompositprobe der Innenseite der konischen Messingform formschlüssig anlag. Die nachfolgende Einbettung in die zylindrischen Messinghülsen (s.o.; Höhe: 12 mm, Durchmesser: 14 mm, Wandstärke: 1 mm) erfolgte mit Hilfe eines Silikonschlüssels. Die Proben waren so exakt axial in der Messinghülse zentriert. Der konische Teil mit Messingkonus ragte aus der oberen Öffnung des Probezylinders heraus. Als Einbettkunststoff diente Paladur glasklar (Heraeus). Die Verarbeitung erfolgte gemäß Herstellerangaben. Die fertigen Proben wurden durch Eingravieren der Gruppenkennung im Boden markiert und bis zum Thermocycling in deionisiertem Wasser bei 37°C gelagert.

### **2.4 Temperaturwechselbelastung (Thermocycling)**

Alle Probekörper wurden einem Thermocycling unterzogen, welches 5000 Zyklen umfasste. Die Probezylinder wurden mit der reparierten Fläche nach oben in den Transfer-Behälter übertragen, welcher über einen pneumatischen Zylinder verschiebbar, absenkbar und mit einem Zählwerk verbunden war. Jeder Zyklus umfasste 30 s Verweilen im Warmbad bei 55 °C (Lauda MT), 30 s Verweilen im Kaltbad bei 5° C (Lauda UKT 600) und jeweils 10 s Transferzeit. Somit dauerte

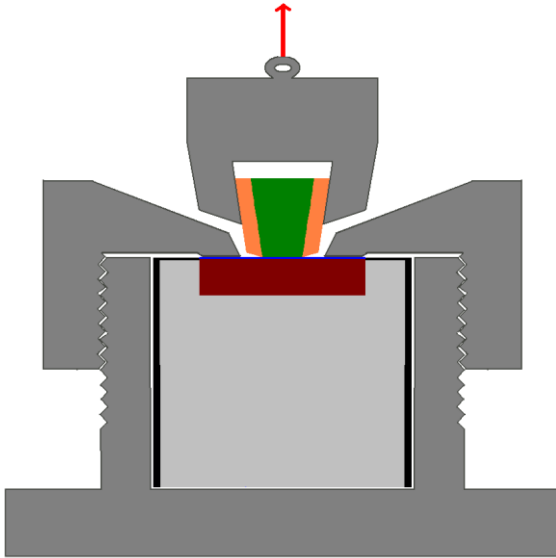
jeder Zyklus 80 s. Nach Durchlauf der Zyklen wurden die Proben für 14 Tage in deionisiertem Wasser bei 37 °C gelagert.

### 2.5 Zugversuch

Im Anschluss folgte der Zugversuch bis zum Versagen des Verbundes des Probekörpers in einer Universalprüfmaschine (Zwick 1445). Die Probekörper wurden auf der unteren Traverse in eine Halterung eingesetzt und mit einer Überwurfmutter fixiert. Die Abzugsvorrichtung bestand aus einem modifizierten Bohrfutter, das über ein Stahlseil an der oberen Traverse befestigt war. Das Bohrfutter wurde geöffnet, bei entspanntem Stahlseil über der konischen Messingform, die das Reparaturkomposit enthält, positioniert und soweit geschlossen, dass eine Kraftübertragung auf die konische Messingform möglich wurde, die Probe aber zunächst noch nicht belastet wurde. Nach Start des Zugversuchs richteten sich das Bohrfutter und das Stahlseil im Sinne eines selbstzentrierenden Systems aus und übten eine Zugkraft auf die Probe senkrecht zur Klebefläche aus. Die dabei entstehende Kraft wurde mit Hilfe der 5 kN Wägezelle Typ U2A (Hottinger Baldwin Messtechnik) gemessen.

Die Vorschubgeschwindigkeit der Maschine wurde auf 1 mm/min eingestellt. Ein Abfall des Kraft-Messwertes um 30 % wurde willkürlich als Versagen der Verbindung festgelegt und die bis dahin aufgewendete maximale Zugkraft als Messwert registriert.

## Material und Methoden



**Abbildung 3 Probe im Zugversuch**

**dunkelgrau: Halterung und Abzugsvorrichtung; roter Pfeil: Zugrichtung**

**übrige Details: s. Abbildung 2**

Die Daten wurden in das Tabellenkalkulationsprogramm Excel 2010 (Microsoft) aufgenommen und zur folgenden statistischen Analyse formatiert.

## 2.6 Versagensart der Verbindung

Anhand des Verlaufs der Bruchlinie durch den Prüfkörper wurde der Versagensmodus der Proben unter dem Auflichtmikroskop Leica EZ4 D bei 12-facher Vergrößerung untersucht. Es erfolgte die Zuteilung in die folgenden Gruppen:

adhäsiv:	Substratoberfläche vollständig von Adhäsiv bedeckt ohne Reste von Reparaturkomposit
adhäs+kohäs Subst:	Substratoberfläche von Adhäsiv bedeckt und teilweise ( $\leq 50$ Flächen %) ausgebrochene Substratscherben
adhäs+kohäs Rep:	Substratoberfläche von Adhäsiv bedeckt und teilweise ( $\leq 50$ Flächen %) Reste von Reparaturkomposit
kohäsiv Subst:	Vorwiegend ( $> 50$ Flächen %) Kohäsives Versagen im Substrat.
kohäsiv Rep:	Vorwiegend ( $> 50$ Flächen %) Kohäsives Versagen im Reparaturkomposit
rein kohäsiv:	monolithische Proben der pos. Kontrollgruppen

## 2.7 REM-Aufnahmen

Die Anfertigung der REM-Aufnahmen der Oberflächen erfolgte am Raster-Elektronen-Mikroskop (Zeiss DSM 940) des Lehrstuhls für Funktionswerkstoffe der Medizin und der Zahnheilkunde der Universität Würzburg. Die Substratscheiben und die Probekörper nach Zugversuch erforderten unterschiedliche Vorbereitungen für die Aufnahmen.

### 2.7.1 Vorbereitung der Substratscheiben

Pro Komposit wurden 5 Substratscheiben hergestellt und plan geschliffen. Die weitere Bearbeitung der Oberflächen richtete sich nach Tabelle 2 unter Einhaltung der in Kapitel 2.2.4 beschriebenen Anweisungen.

**Tabelle 2 Konditionierung der Substrate für REM-Aufnahme**

Probe	Planschliff	Partikelstrahlen	Phosphorsäure- Ätzung	Kennung Kom- posit	Kennung Ober- fläche
1	X	CoJet-Sand	X	<i>Evo/Ft</i>	<i>Co+ Hx</i>
2	X	CoJet-Sand		<i>Evo/Ft</i>	<i>Co</i>
3	X	Rondoflex-Sand	X	<i>Evo/Ft</i>	<i>Al<sub>o</sub>+Hx</i>
4	X	Rondoflex-Sand		<i>Evo/Ft</i>	<i>Al<sub>o</sub></i>
5	X			<i>Evo/Ft</i>	

Die Substratscheiben wurden mit Hilfe von dünnflüssigem Karbonklebstoff (Plano Carbon, Plano GmbH) auf Stiftprobenteller aus Aluminium befestigt. Die Probenteller wurden markiert und in Vakuum mit Gold gesputtert (EMI Tech K550). Es wurden Aufnahmen mit 500-, 1000-, und 3000facher Vergrößerung angefertigt. Die Digitalisierung der Aufnahmen erfolgte im Anschluss.

### 2.7.2 Vorbereitung der Probekörper nach Zugversuch

Nach Durchführung des Zugversuchs wurden pro Komposit und Versagensmodus je eine Probe ausgewählt und deren Versagensfläche analysiert. Dazu wurden die ausgewählten Probekörper auf 3 mm Höhe reduziert und analog zu obigem Punkt auf Stiftprobentellern befestigt und besputtert. Es wurden Aufnahmen mit 20- und 50-facher Vergrößerung angefertigt. Die Digitalisierung der Aufnahmen erfolgte im Anschluss.

## 2.8 Errechnung der Verbundfestigkeit

Die Zugfestigkeit  $R_z$  (N/mm<sup>2</sup>) wurde wie folgt berechnet:

Durch die Messdose wurde die Versuchskraft  $F_{max}$  aufgenommen, welche zum Versagen der Verbindung der Probe führte. Diese Kraft gibt bezogen auf die Verbundfläche die Zugfestigkeit an.

$$R_z = F_{max}/A$$

$R_z$ : Zugfestigkeit [MPa] (= N/mm<sup>2</sup>)

$F_{max}$ : Bruchkraft [N]

$A$ : Verbundfläche [mm<sup>2</sup>]

Der Durchmesser der unteren Öffnung der Messingkonus-Formen betrug  $d=3,0$ mm mit einem entsprechenden Radius von  $d/2 = 1,5$  mm. Die Verbundfläche errechnete sich schließlich wie folgt:

$$A = \pi r^2 \text{ bzw. } A = \pi (d/2)^2 = 7,069 \text{ mm}^2$$

## 2.9 Statistische Auswertung

Die Statistische Auswertung erfolgte mit dem Computerprogramm SPSS Statistics 21 (IBM). Die beiden Komposite wurden getrennt ausgewertet, die ermittelten Zugfestigkeitswerte in einem ersten Schritt deskriptiv analysiert. So erfolgten Vergleiche von Verteilungs- und Streuungsmaßen. Im Anschluss folgte als nicht-parametrischer Test der Kruskal Wallis-Test (Verbundfestigkeit gegen Gruppe). Der Nemenyi-Test wurde als post-hoc-Verfahren für multiplen Mittelwertvergleich unabhängiger Gruppen angewandt ( $p < 0,05$ ).

Die grafische Darstellung der statistischen Verteilung der Daten erfolgt mit Hilfe von Boxplots. Abbildung 4 zeigt den Aufbau eines Boxplots. Der untere Rand der Box gibt den Wert der 25% Perzentile an, wohingegen der obere Rand der Box den Wert der 75% Perzentile anzeigt. Der Medianwert teilt die Box, er ist durch einen Querstrich dargestellt und veranschaulicht die Verteilung der Daten. Die Streuungslinien stellen den 10%- bzw. 90% Perzentil-Wert dar.

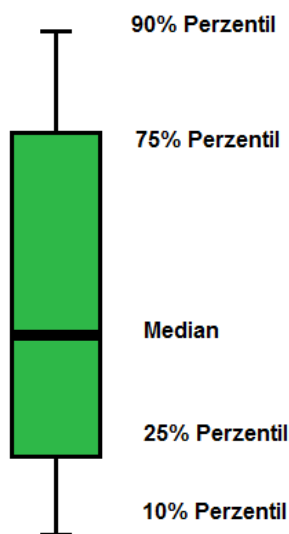


Abbildung 4 Beschreibung eines Boxplots



## 3 Ergebnisse

### 3.1 Verbundfestigkeit

#### 3.1.1 Filtek Supreme- Gruppen

Abbildung 5 zeigt die Verbundfestigkeitswerte der Reparaturgruppen (grün, gelb und orange), und der positiven Kontrollgruppe (blau) bzw. der negativen Kontrollgruppen (rot) von Filtek Supreme. (Kruskal-Wallis-Test  $p < 0,001$ , gleiche Buchstaben kennzeichnen nicht signifikant verschiedene Gruppen nach Nemenyi  $p < 0,05$ ). Im Folgenden werden neben dem Medianwert das 25%- und 75%-Perzentil in der Form X1 MPa (X2-X3 MPa) angegeben.

In der positiven Kontrollgruppe (Kohäsivgruppe, blau; 23,6 MPa (19,9 – 24,9 MPa)) wurden signifikant höhere Verbundfestigkeitswerte erreicht als in den negativen Kontrollgruppen mit reiner Bonding-Applikation des Universaladhäsivs (rot 12,9 MPa (12,8-14,3 MPa)) bzw. des Standardadhäsivs (rot; 12,9 MPa(11,2 – 14,3Mpa))

Die Werte der Reparaturgruppe mit Silikatisierung und Universaladhäsiv (grün; 14,2 MPa (13,9 – 16 MPa)) unterschieden sich nicht signifikant von der negativen Kontrollgruppe, und waren nicht signifikant höher als die der Gruppe Silikatisierung und Standardadhäsiv (grün; 13,8 MPa (12,7-14,5 MPa)). Die Werte der Gruppe Anrauen und Standardadhäsiv (grün: 17,1 MPa (16,5 – 17,8 MPa)) waren signifikant höher als die Werte der Gruppe Silikatisierung und Standardadhäsiv, zusätzlich war der Unterschied zur positiven Kontrollgruppe nicht signifikant.

Wurde auf die Gruppen mit Silikatisierung und Universaladhäsiv vor bzw. nach der Silikatisierung eine zusätzliche Ätzung angewandt, steigerte sich die Verbundfestigkeit signifikant (Ätzung - Silikatisierung und Universaladhäsiv, gelb; 19,2 Mpa (18,4 – 19,9 MPa)) bzw. nicht signifikant (Silikatisierung- Ätzung und Universaladhäsiv, orange; 17,6 MPa (16,3 – 18,3 MPa)). Sie unterschieden sich beide nicht signifikant von der positiven Kontrollgruppe.

## Ergebnisse

Für die Gruppen mit Silikatisierung und Standardadhäsiv wirkte sich die zusätzliche Ätzung tendenziell positiv auf die Verbundfestigkeit aus. Für die Gruppe Silikatisierung - Ätzung und Standardadhäsiv (gelb; 15,4 Mpa (14,4 – 15,6 Mpa)) ergab sich jedoch keine signifikante Steigerung zur negativen Kontrollgruppe. Die Gruppe Ätzung- Silikatisierung und Standardadhäsiv (orange; 16,2 Mpa (15,8 – 16,6 MPa)) unterschied sich ebenfalls nicht signifikant von der negativen Kontrollgruppe und der Reparaturgruppe ohne Ätzung. Es bestand jedoch ein nicht signifikanter Unterschied im Vergleich zur positiven Kontrollgruppe.

Die Gruppen mit Anrauen und Standardadhäsiv zeigten keine signifikant höhere Verbundfestigkeitswert für Ätzung vor Anrauen und Standardadhäsiv (gelb; 17,8 MPa (17,3 – 18,2 MPa)) bzw Ätzung nach Anrauen und Standardadhäsiv (orange 15,4 MPa (14,2 – 16,6 MPa)). Die letztgenannte Gruppe war nicht signifikant verschieden von der negativen Kontrollgruppe.

In allen 3 untersuchten Reparaturgruppen wurden für die negativen Kontrollgruppen median die niedrigsten Werte ermittelt. Diese waren aber nicht signifikant niedriger als alle Gruppen mit Silikatisierung und Standardadhäsiv. Lediglich die Gruppen mit Silikatisierung und Universaladhäsiv und Ätzung vor bzw. nach Silikatisierung und die Gruppe mit Aufrauen bzw. Ätzen vor Aufrauen unterschieden sich signifikant von der negativen Kontrollgruppe.

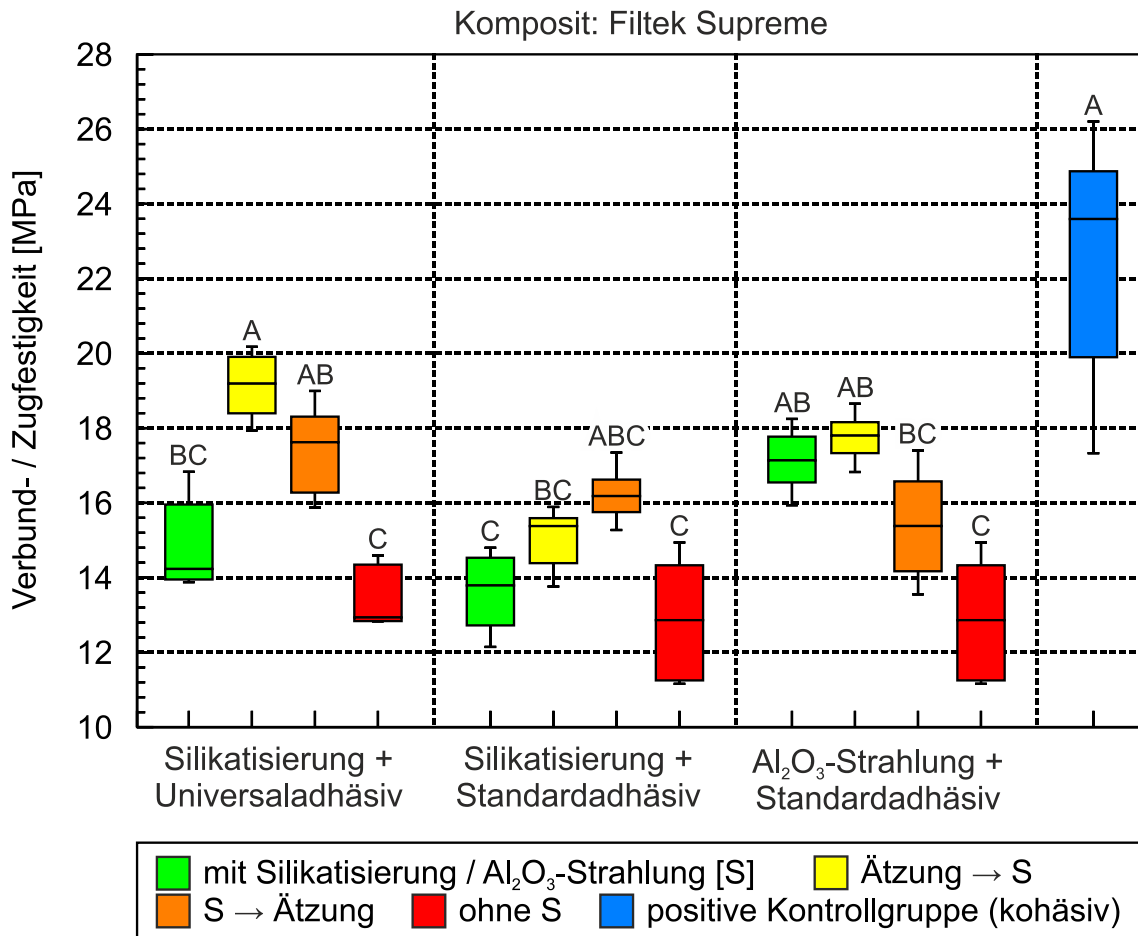


Abbildung 5 Boxplots der Verbundfestigkeit der Gruppen mit Filtek Supreme; gleiche Buchstaben kennzeichnen Gruppen, welche nicht signifikant verschieden sind (multipler Mittelwertvergleich nach Nemenyi  $p > 0,05$ ) Gruppenabkürzung siehe Tabelle 1

### 3.1.2 EvoCeram-Gruppen

Abbildung 6 zeigt die Verbundfestigkeitswerte der Reparaturgruppen (grün, gelb und orange), und der positiven Kontrollgruppe (blau) bzw. der negativen Kontrollgruppen (rot) von Tetric EvoCeram. (Kruskal-Wallis-Test  $p < 0,001$ , gleiche Buchstaben kennzeichnen nicht signifikant verschiedene Gruppen nach Nemenyi  $p < 0,05$ ) Im Folgenden werden neben dem Medianwert das 25%- und 75%-Perzentil in der Form X1 MPa (X2-X3 MPa) angegeben.

In der positiven Kontrollgruppe (Kohäsivgruppe, blau; 21,3 MPa (20,4 – 22 MPa)) wurden signifikant höhere Verbundfestigkeitswerte erreicht als in den

## Ergebnisse

negativen Kontrollgruppen mit reiner Bonding-Applikation des Universaladhäsivs (Scotchbond Universal, rot ;13,8 MPa (13,6 – 15 MPa)) bzw. des Standardadhäsivs (Optibond FL, rot; 14,2 MPa (13,1 – 15,3 MPa))

Die Werte der Reparaturgruppe mit Silikatisierung (CoJet) und Universaladhäsiv (grün; 19,5 MPa (18,7 – 20,5 MPa)) unterschieden sich nicht signifikant von der positiven Kontrollgruppe, waren aber signifikant höher als die der Gruppen Silikatisierung und Standardadhäsiv (grün; 15,2 MPa (15,1 – 15,5 MPa)) und Anrauen ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Partikelstrahlung) und Standardadhäsiv (grün: 15,3 MPa (14,7 – 16,3 MPa)). Die beiden letztgenannten Gruppen waren nicht signifikant verschieden von den negativen Kontrollgruppen.

Wurde auf die Gruppen mit Silikatisierung und Universaladhäsiv vor bzw. nach der Silikatisierung eine zusätzliche Ätzung (Phosphorsäure 37%) angewandt, reduzierte sich die Verbundfestigkeit jeweils (Ätzung -Silikatisierung und Universaladhäsiv, gelb; 19 MPa (18,5 – 19,4 MPa)) bzw. (Silikatisierung- Ätzung und Universaladhäsiv, orange; 16,8 MPa (16,7 – 17,5 MPa)). Sie unterschieden sich jedoch nicht signifikant von der Gruppe ohne Ätzung.

Für die Gruppen mit Silikatisierung und Standardadhäsiv wirkte sich die zusätzliche Ätzung jeweils positiv auf die Verbundfestigkeit aus. Die Gruppe Ätzung-Silikatisierung und Standardadhäsiv (gelb; 16,1 Mpa(15 – 16,7 MPa)) unterschied sich aber nicht signifikant von der negativen Kontrollgruppe. Gleiches gilt für die Gruppe Silikatisierung - Ätzung und Standardadhäsiv ( orange ; 17.7 Mpa (16.9 - 18.3 Mpa)). Diese Gruppe ist jedoch nicht signifikant niedriger als die positive Kontrollgruppe.

Die Gruppen mit Anrauen und Standardadhäsiv zeigten keine signifikant höheren Verbundfestigkeitswerte für Ätzung vor Anrauen und Standardadhäsiv (gelb; 15,2 MPa (14,8 – 15,9 MPa)) bzw. Anrauen- Ätzung und Standardadhäsiv (orange 16,1 MPa (15,5 – 17 MPa)). Beide Gruppen waren nicht signifikant verschieden von der negativen Kontrollgruppe.

In allen 3 untersuchten Reparaturgruppen erreichten die Mediane der negativen Kontrollgruppen die niedrigsten Werte. Diese waren aber nicht signifikant nied-

## Ergebnisse

riger als alle Gruppen mit Aufrauen bzw. alle Gruppen mit Silikatisierung + Standardadhäsiv. Lediglich alle Gruppen mit Silikatisierung und Universaladhäsiv unterschieden sich signifikant von der negativen Kontrollgruppe.

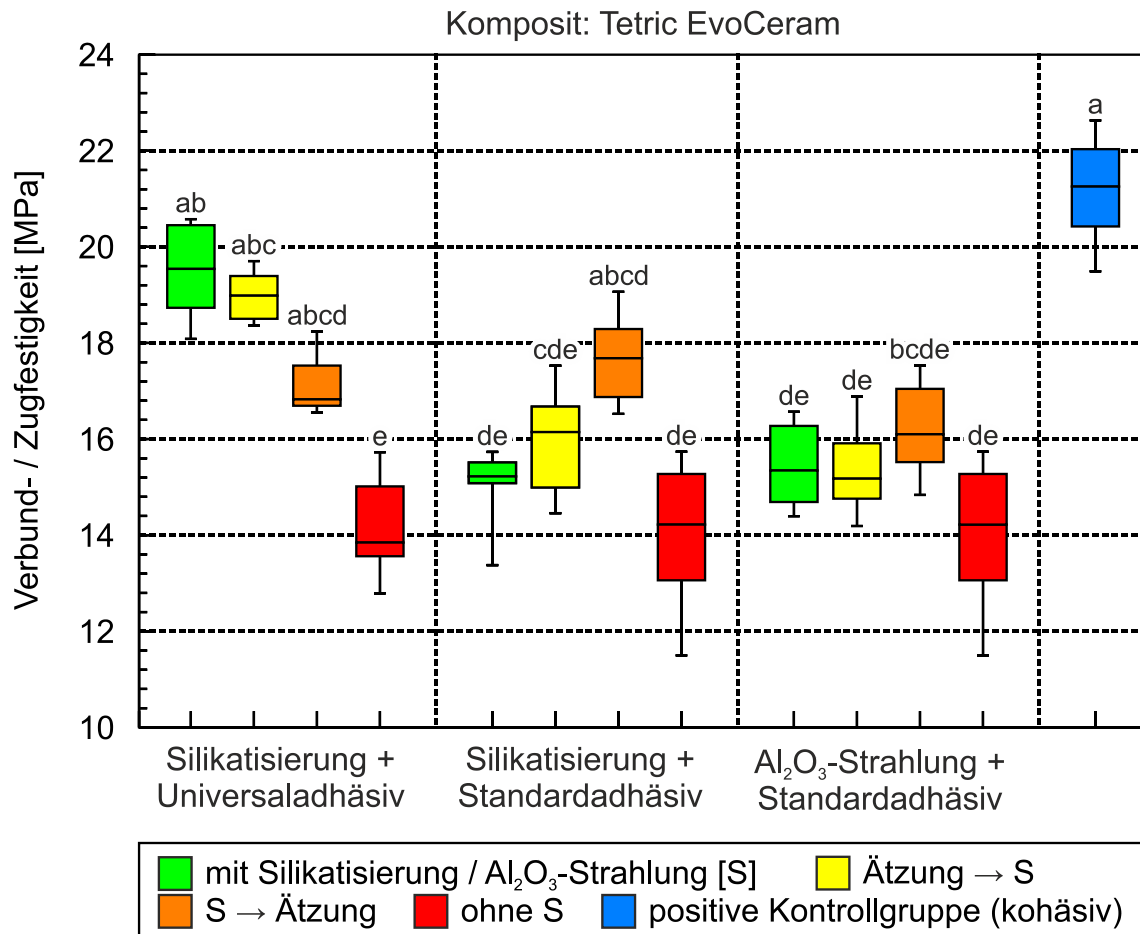


Abbildung 6 Boxplots der Verbundfestigkeit von Gruppen mit EvoCeram; gleiche Buchstaben kennzeichnen Gruppen, welche nicht signifikant verschieden sind (multipler Mittelwertvergleich nach Nemenyi  $p > 0,05$ ) Gruppenabkürzung siehe Tabelle 1

## 3.2 Versagensmodus

### 3.2.1 Filtek Supreme-Gruppen

Abbildung 7 zeigt die Darstellung der Versagensanalyse der untersuchten Gruppen aus Filtek Supreme

Die Proben der silikatisierten und mit Universaladhäsiv behandelten Reparaturgruppe zeigten vorwiegend adhäsives bzw. gemischt adhäsiv - kohäsives Versagen. Die Gruppe mit Silikatisierung und Standardadhäsiv zeigte vergleichbare Versagemuster mit einem etwas geringeren Anteil rein adhäsiven Versagens. Die gestrahlte und mit Standardadhäsiv behandelte Gruppe zeigte häufig rein kohäsives Versagen im Substrat jedoch auch einen geringen Anteil rein adhäsiven Versagens.

Wurden diese Reparaturgruppen einer zusätzlichen Ätzbehandlung unterzogen, zeigte sich für die jeweilige Ätzung vor Silikatisierung oder  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Strahlung keine Zunahme rein adhäsiven Versagens. Konkret zeigte die Gruppe mit Silikatisierung und Universaladhäsiv eine Reduktion rein adhäsiven Versagens bei Ätzung vor Silikatisierung und eine weitere Reduktion dieses Versagemusters bei Ätzung nach Silikatisierung.

Wurden die Reparaturgruppen mit Silikatisierung und Standardadhäsiv zusätzlich geätzt, wurde kein adhäsives Versagen beobachtet sowohl bei Ätzung vor bzw. nach Silikatisierung. Der Großteil der Proben dieser beiden Gruppen versagte kohäsiv.

Die zusätzliche Ätzung der  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -gestrahlten Gruppen hatte keinen Einfluss auf die Anzahl der beobachteten adhäsiv versagenden Proben. Der große Anteil kohäsiven Versagens wurde durch gemischt adhäsiv-kohäsives Versagen im Reparaturkomposit abgelöst.

Die beschliffenen negativen Kontrollgruppen versagten bei Anwendung des Universaladhäsivs adhäsiv und adhäsiv-kohäsiv im Reparaturkomposit. Die negativen Kontrollgruppen mit Standardadhäsiv ergaben ein identisches Versagemuster

# Ergebnisse

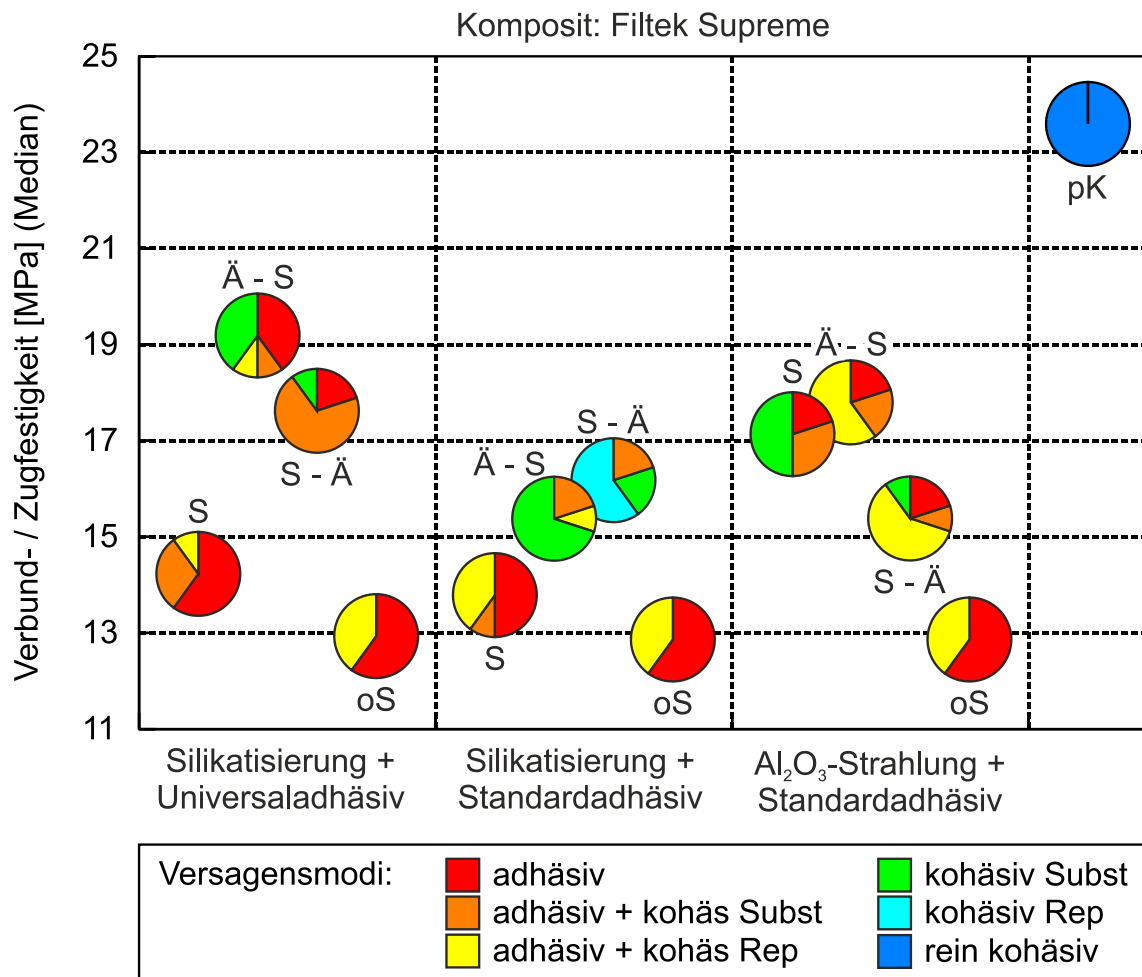


Abbildung 7 Darstellung der Verteilung der Versagensmodi. Der Ort der Darstellung der Tortengrafik über der X-Achse entspricht dem Median der Verbundfestigkeit.

Abkürzungen: S: Silikatisierung/Aufräuen (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); Ä: Ätzen; oS: Ohne Silikatisierung/Aufräuen (Al<sub>2</sub>O<sub>2</sub>); pK: positive Kontrollgruppe

### 3.2.2 EvoCeram-Gruppen

Abbildung 8 zeigt die Darstellung der Versagensanalyse der untersuchten Gruppen aus Tetric Evo Ceram.

Die Proben der silikatisierten und mit Universaladhäsiv behandelten Reparaturgruppe zeigten ausschließlich kohäsives bzw. gemischt adhäsiv-kohäsives Versagen. Die Gruppe mit Silikatisierung und Standardadhäsiv zeigte vergleichbare Versagensmuster. Die gestrahlte und mit Standardadhäsiv behandelte Gruppe versagte vergleichbar zu den vorgenannten Gruppen, zeigt jedoch auch einen geringen Anteil rein adhäsives Versagen.

Wurden diese Reparaturgruppen einer zusätzlichen Ätzbehandlung unterzogen, zeigte sich für die jeweilige Ätzung vor Silikatisierung oder  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Strahlung keine Zunahme von rein adhäsivem Versagen. Im Gegensatz dazu ergab die Ätzbehandlung nach Silikatisierung oder  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Strahlung eine deutliche Zunahme an rein adhäsivem Versagen in allen Gruppen für Tetric Evo Ceram.

Die lediglich beschliffenen negativen Kontrollgruppen versagten bei Anwendung des Universaladhäsivs vorwiegend adhäsiv. Die negativen Kontrollgruppen mit Standardadhäsiv ergaben ein vergleichbares Versagensmuster, zeigten jedoch auch einen geringen Anteil rein kohäsiven Versagens.



# Ergebnisse

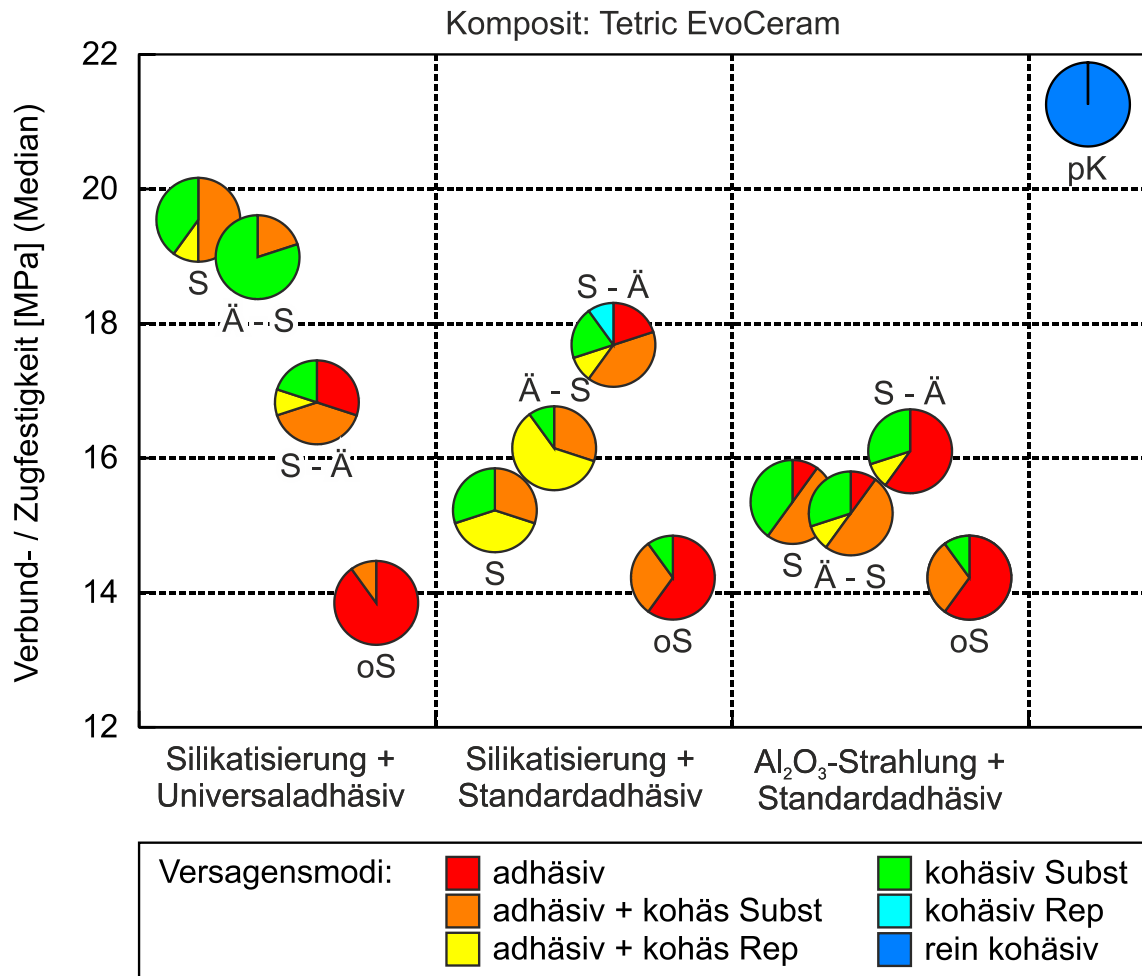


Abbildung 8 Darstellung der Verteilung der Versagensmodi. Der Ort der Darstellung der Tortengrafik über der X-Achse entspricht dem Median der Verbundfestigkeit.

Abkürzungen: S: Silikatisierung/Aufrauen (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); Ä: Ätzen; oS: Ohne Silikatisierung/Aufrauen (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>); pK: positive Kontrollgruppe

### 3.3 Analyse der REM-Aufnahmen

#### 3.3.1 Konditionierungsarten mit und ohne Partikelstrahlgerät

Im folgenden Abschnitt soll die sichtbare Wirkung einer abrasiven Oberflächenbehandlung der Substratscheiben veranschaulicht werden. Es werden folgende Oberflächenbehandlungen unterschieden:

- Finieren mit Feinkorn-Diamantwalze
- Silikatisierung bzw.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Strahlen
- Silikatisierung bzw.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Strahlen, mit zusätzlichem Ätzen mit 37% Phosphorsäure-Ätzel.

Aus Gründen der besseren Übersicht wird zur Darstellung der Schleifspuren als kleinere Vergrößerung die 500-fache Vergrößerung gewählt, während die Oberflächen nach Silikatisierung bzw.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Strahlung mit der 1000-fachen Vergrößerung als kleinster Vergrößerung dargestellt werden.

## Ergebnisse

Das Nanokomposit Filtek Supreme zeigt bei 500facher Vergrößerung (vgl. Abbildung 9) nach Finierung Furchenbildung und Porosität. Bei 3000facher Vergrößerung (vgl. Abbildung 10) wird die Riefenbildung deutlicher und zusätzlich fällt ein Kamm aus komprimiertem, abgetragenem Material auf, welcher 'schollenartig' der bearbeiteten Oberfläche aufliegt

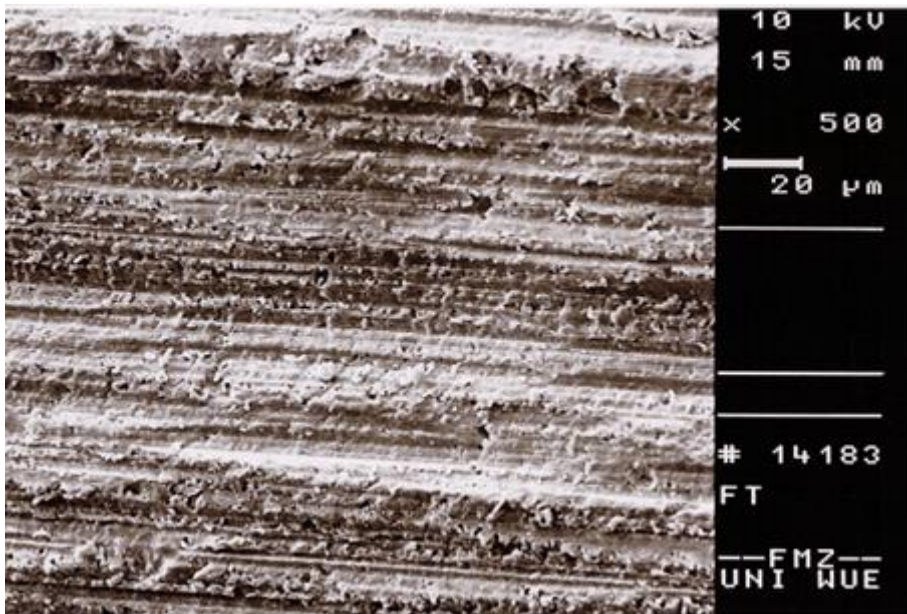


Abbildung 9 REM-Aufnahme finiertes Substrat 500fache Vergrößerung, Filtek Supreme

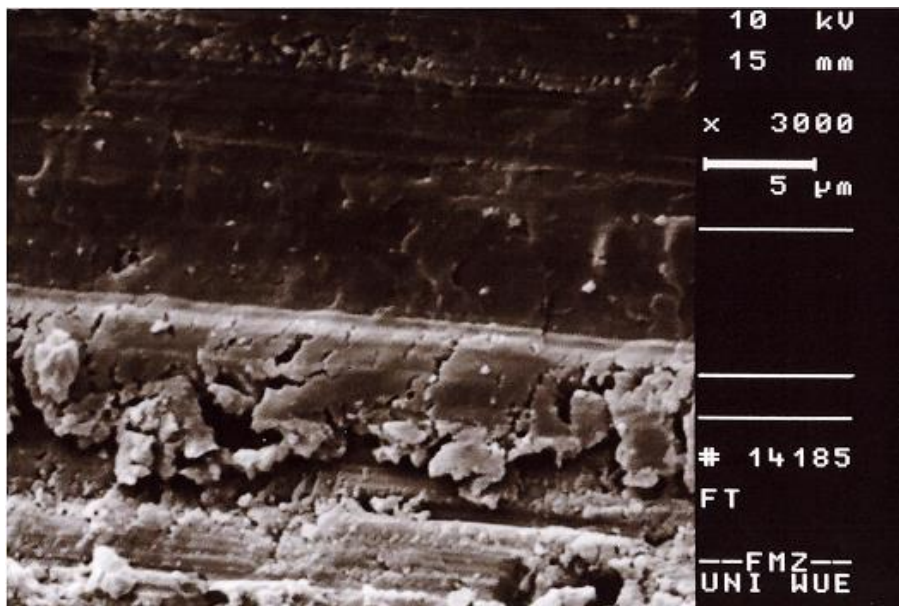


Abbildung 10 REM-Aufnahme finiertes Substrat 3000fache Vergrößerung, Filtek Supreme

## Ergebnisse

Finiertes Substrat des Nanohybrid-Komposits Tetric EvoCeram zeigt bei 500facher Vergrößerung (vgl. Abbildung 11) unregelmäßige Riefen, bei 3000facher Vergrößerung (vgl. Abbildung 12) zeigt sich der Präparationsabtrag als lockerer, großflächiger Belag auf der finierten Fläche.

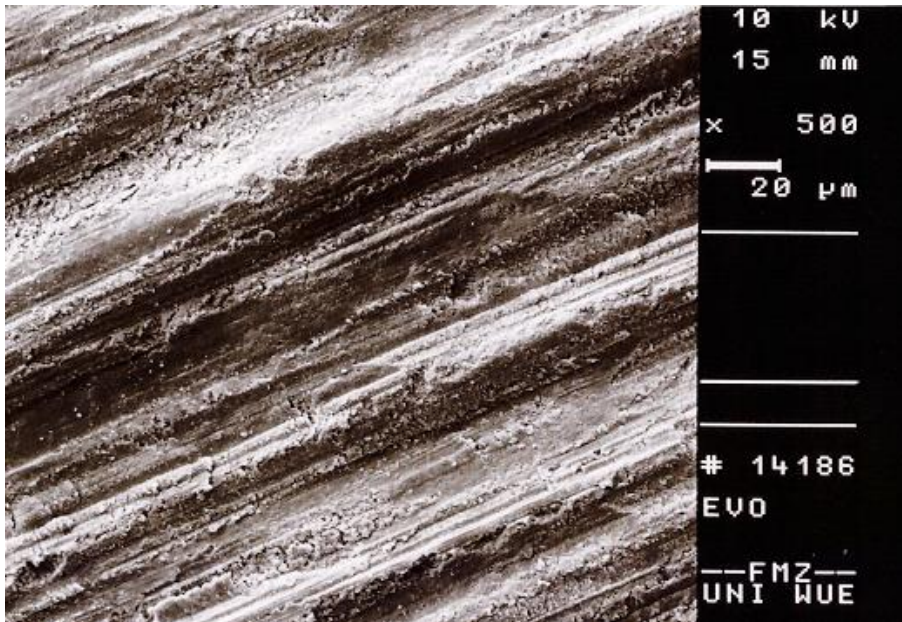


Abbildung 11 REM-Aufnahme finierte Kompositprobe 500fache Vergrößerung, EvoCeram

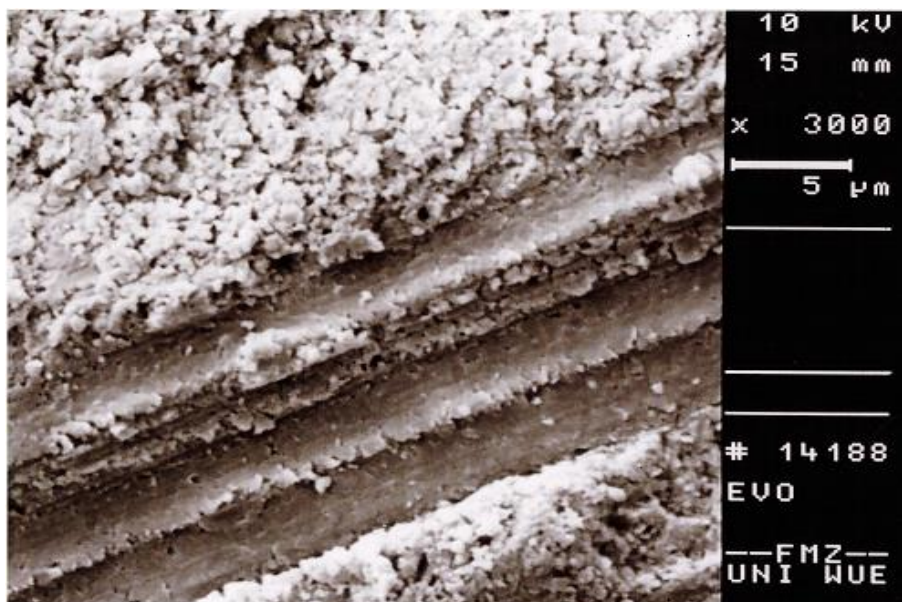


Abbildung 12 REM-Aufnahme finierte Kompositprobe 3000fache Vergrößerung, EvoCeram

## Ergebnisse

Nach Silikatisierung mit CoJet wird eine aufgeraute Oberfläche deutlich (vgl. Abbildung 13 bis Abbildung 16). Es sind Krater und unregelmäßige Erhöhungen erkennbar. Die Oberfläche wirkt aber geschlossener als nach  $\text{Al}_3\text{O}_2$ -Strahlung (Abbildung 17 und Abbildung 18 ). Spuren des Schleifvorganges sind nicht mehr erkennbar.

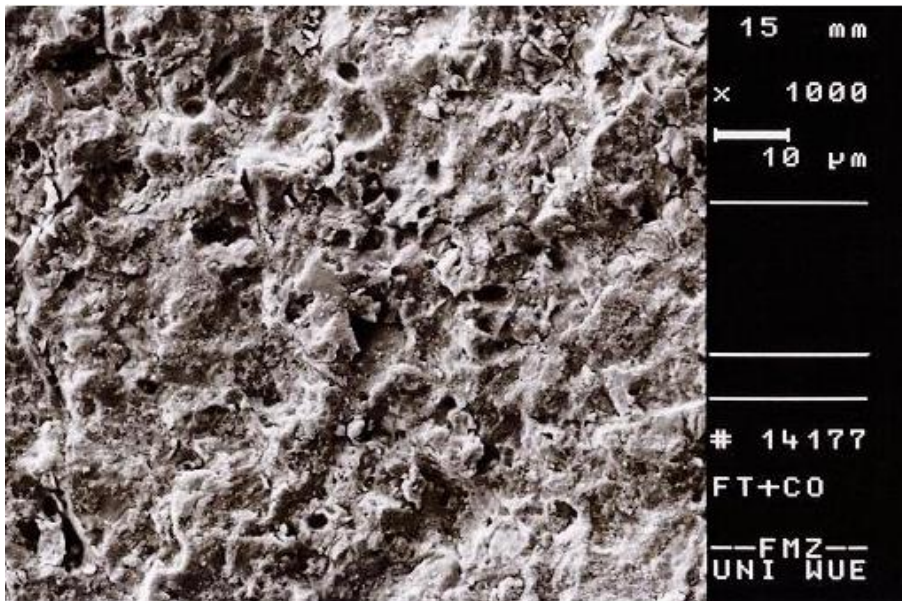


Abbildung 13 REM-Aufnahme Silikatisierung 1000fache Vergrößerung, Filtek Supreme

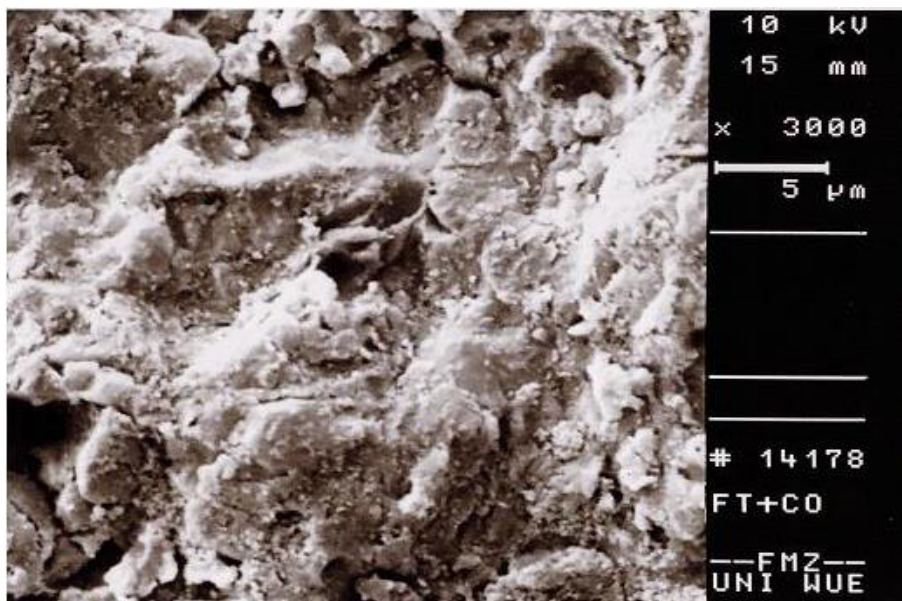


Abbildung 14 REM-Aufnahme Silikatisierung 3000fache Vergrößerung, Filtek Supreme

## Ergebnisse

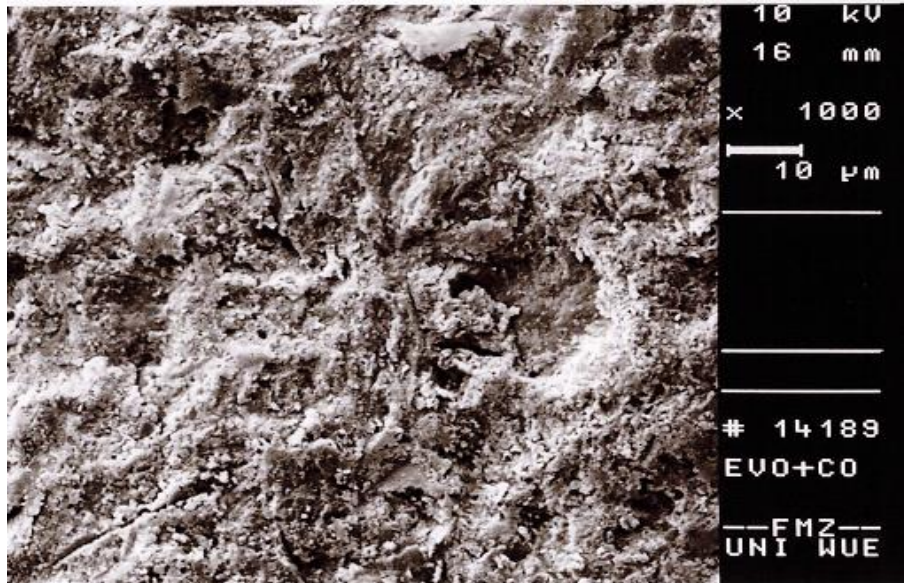


Abbildung 15 REM-Aufnahme Silikatisierung 1000fache Vergrößerung, EvoCeram

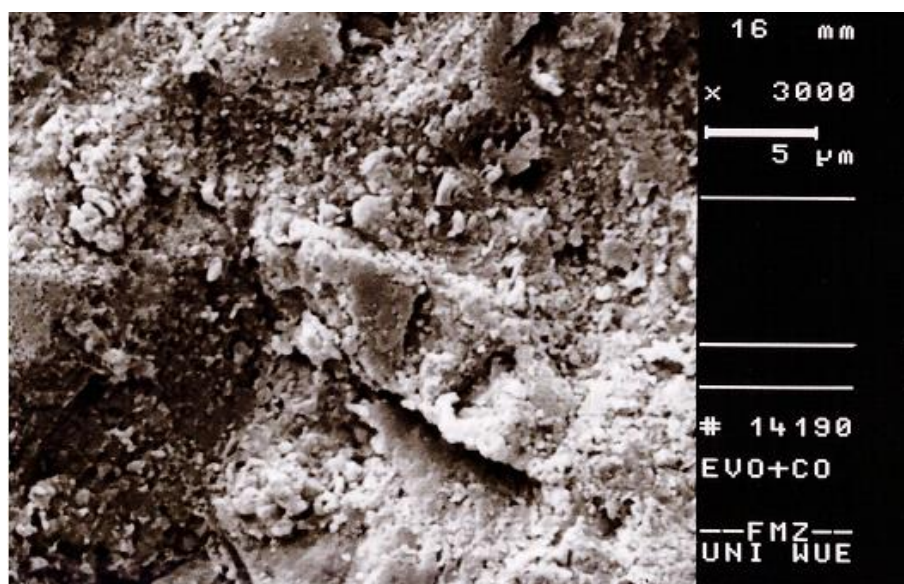


Abbildung 16 REM-Aufnahme Silikatisierung 3000fache Vergrößerung, EvoCeram

## Ergebnisse

Nach Partikelstrahlung der Oberflächen mit Aluminiumoxid zeigen die Aufnahmen hohe Rauigkeit mit tendenziell tieferen Furchen und einer offeneren Oberfläche verglichen mit den silikatisierten Proben. Dieser Eindruck entsteht für beide untersuchten Komposite gleichermaßen. Auch sind keine Spuren des Schleifvorgangs mehr zu erkennen.

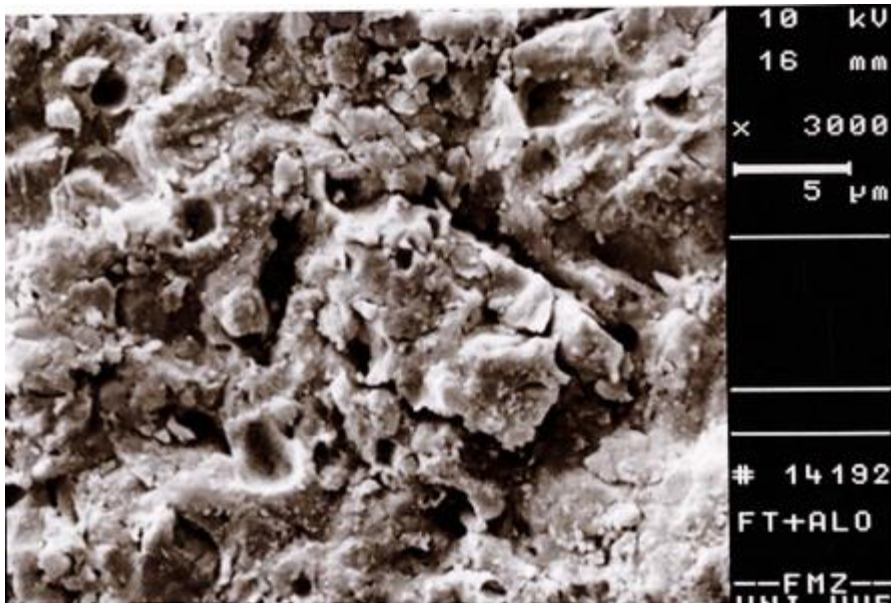


Abbildung 17 REM-Aufnahme  $\text{Al}_3\text{O}_2$ -gestrahlt 3000fache Vergrößerung, Filtek Supreme

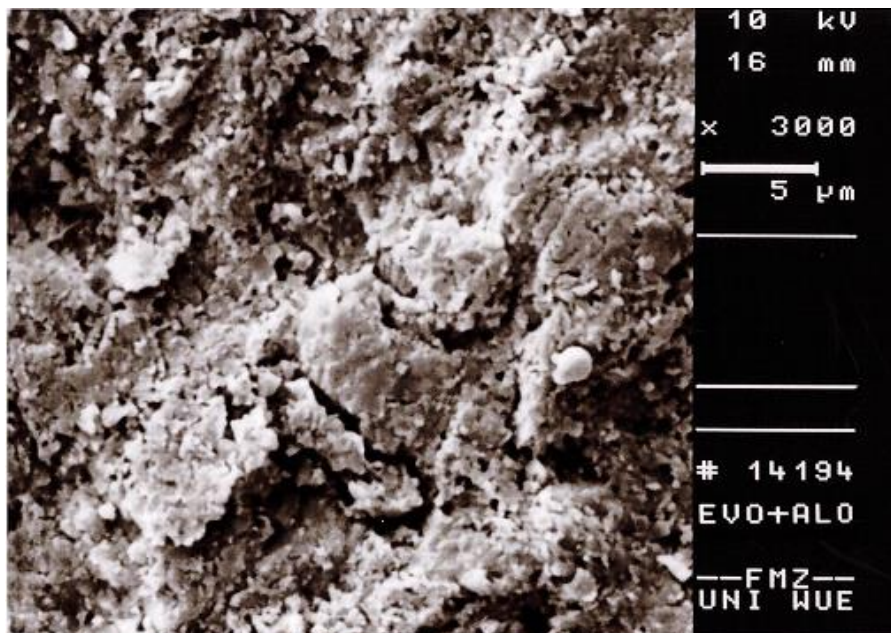


Abbildung 18 REM-Aufnahme  $\text{Al}_3\text{O}_2$ -gestrahlt 3000fache Vergrößerung, EvoCeram

## Ergebnisse

Nach Ätzen zeigten die silikatisierten Probenoberflächen keine sichtbaren Unterschiede zu jenen der nicht geätzten Proben. Die Oberfläche wirkt gleichermaßen rau und körnig geschlossen, wobei Tetric EvoCeram mehr feinere Strukturen an der Oberfläche aufweist als Filtek Supreme.

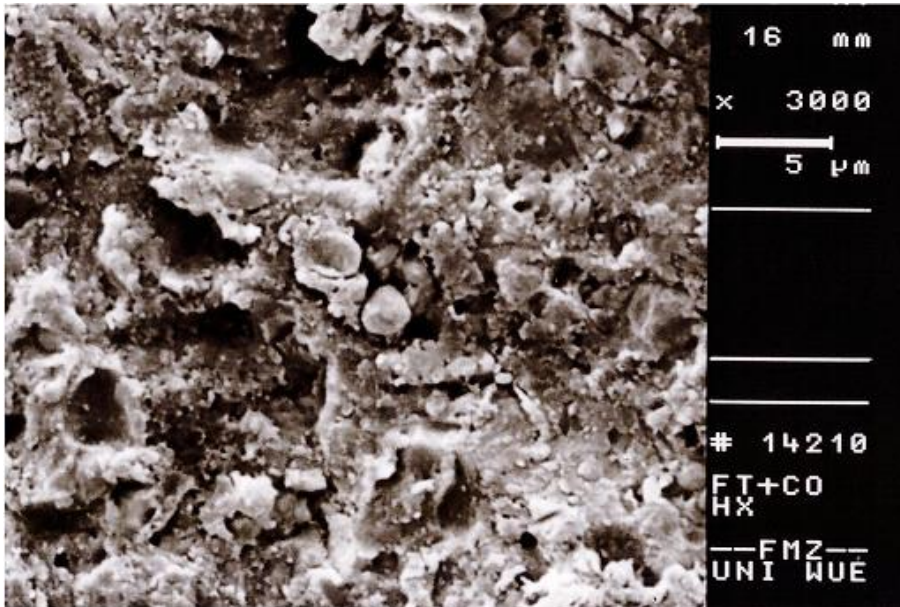


Abbildung 19 REM-Aufnahme CoJet Behandlung +  $H_3PO_4$  3000fache Vergrößerung Filtek Supreme

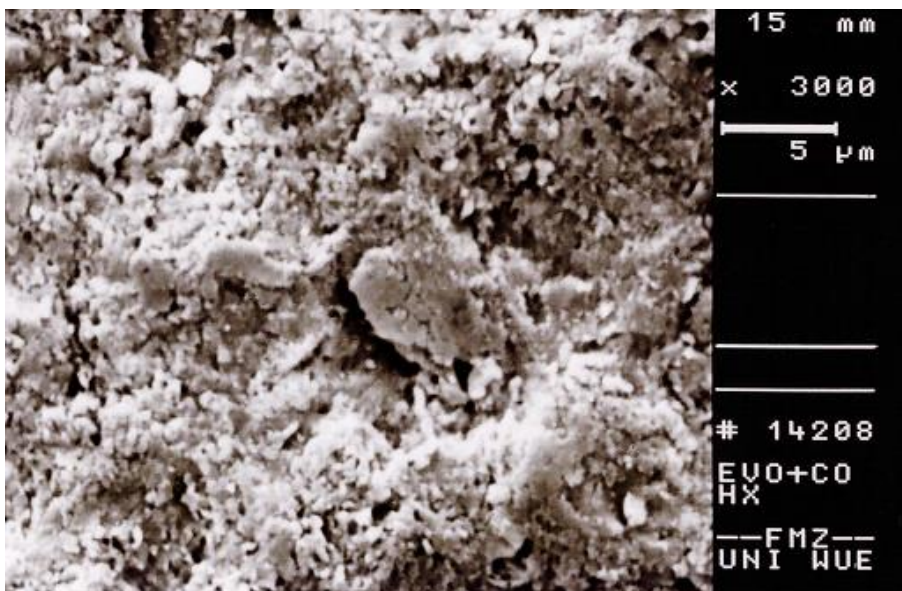


Abbildung 20 REM-Aufnahme CoJet Behandlung +  $H_3PO_4$  3000fache Vergrößerung EvoCeram



## Ergebnisse

Die mit  $\text{Al}_3\text{O}_2$ -gestrahlten Probenoberflächen zeigten nach Ätzung ein vergleichbares Bild wie die silikatisierten Gruppen nach Ätzung. Es kann aber eine Tendenz zu weniger aufgelagerten bzw. oberflächlich eingelagerten Strukturen erkannt werden. Die Oberfläche von Filtek Supreme wirkt etwas homogener verglichen mit der silikatisierten und geätzten Gruppe.

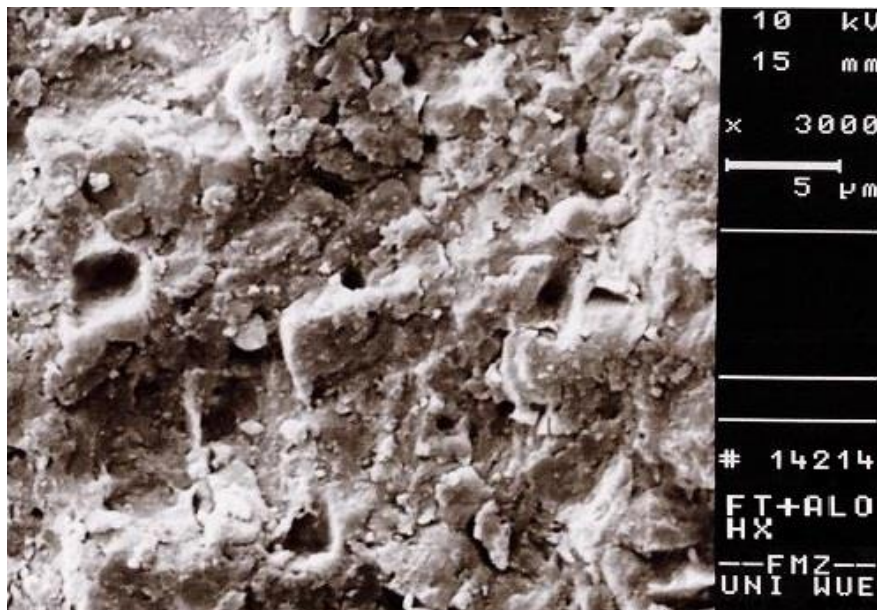


Abbildung 21 REM-Aufnahme  $\text{Al}_3\text{O}_2$ -gestrahlt +  $\text{H}_3\text{PO}_4$  3000fache Vergrößerung Filtek Supreme

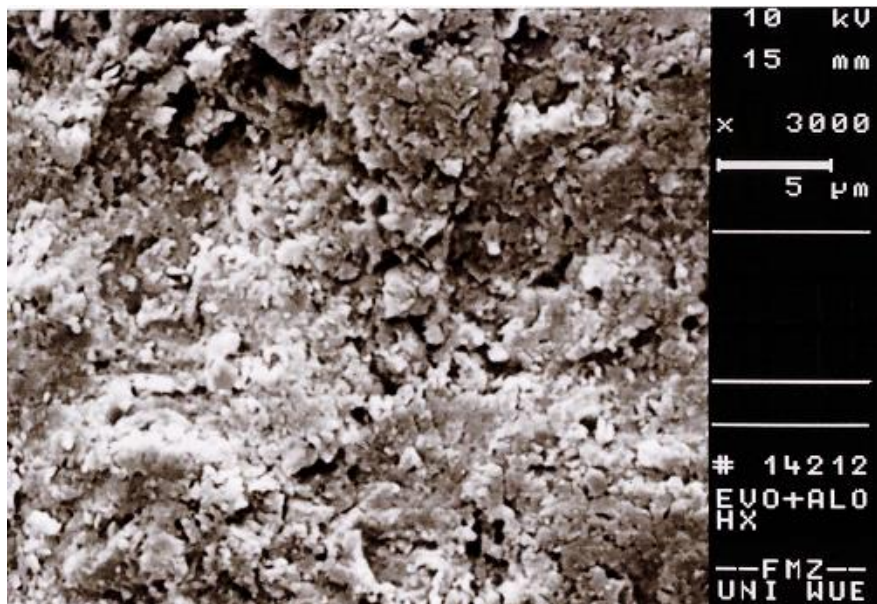


Abbildung 22 REM-Aufnahme  $\text{Al}_3\text{O}_2$ -gestrahlt +  $\text{H}_3\text{PO}_4$  3000fache Vergrößerung Evo Ceram

### 3.3.2 Versagensarten Beispiele

Abbildung 23 zeigt ein typisches Beispiel der Bruchoberfläche nach adhäsivem Versagen. Deutlich adhäsives Versagen mit der Grenzfläche Adhäsiv-Substrat bzw. Adhäsiv-Reparaturkomposit als Schwachstelle ist zu erkennen. Die geschliffene Oberfläche zeigt keine sichtbaren Veränderungen.

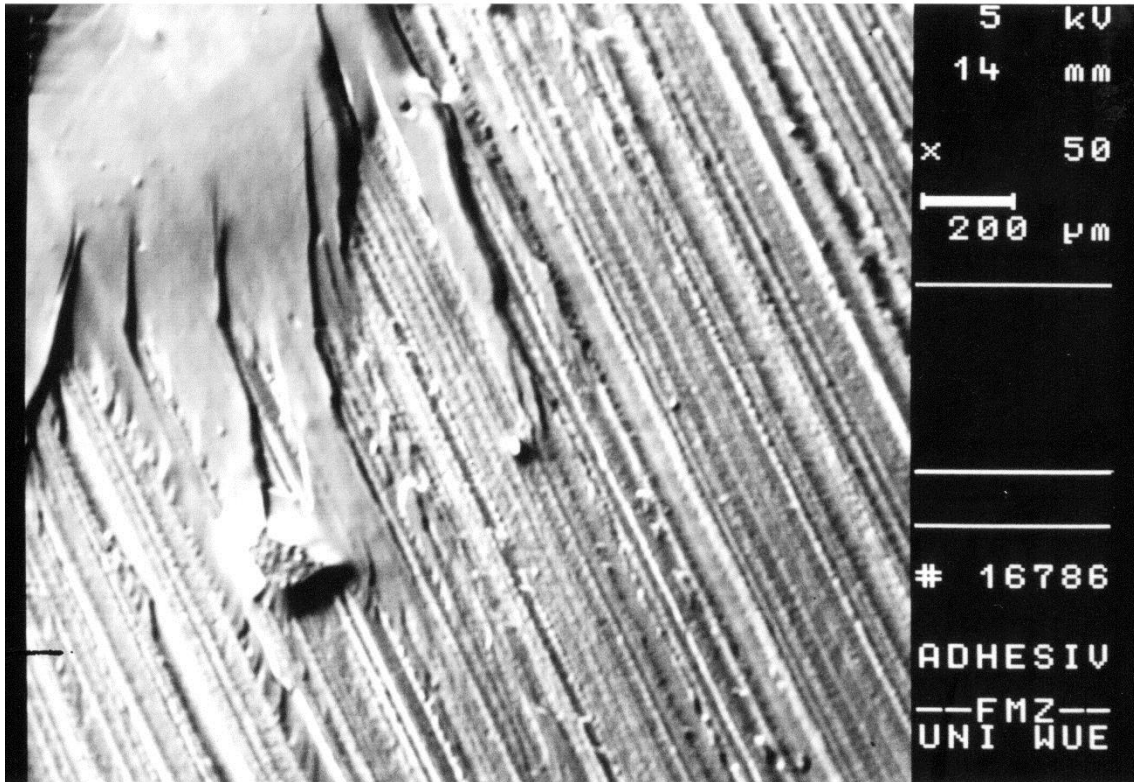


Abbildung 23 Beispielbild: Adhäsives Versagen mit Resten von Bonding auf intakter, finierter Oberfläche 50fache Vergrößerung (Gruppe Uni auf Filtek Supreme)

## Ergebnisse

Abbildung 24 zeigt ein typisches Beispiel der Bruchoberfläche nach adhäsivem Versagen. Man erkennt deutlich adhäsives Versagen (Markierung a) mit der Grenzfläche Bonding-Substrat bzw. Bonding-Reparaturkomposit als Schwachstelle. Das Substrat (Markierung b) zeigt kleinflächige Materialausbrüche. Neben deutlichen Riefen sind viele kleine Porositäten zu erkennen welche von herausgebrochenen Präpolymerisatsplittern herrühren könnten.

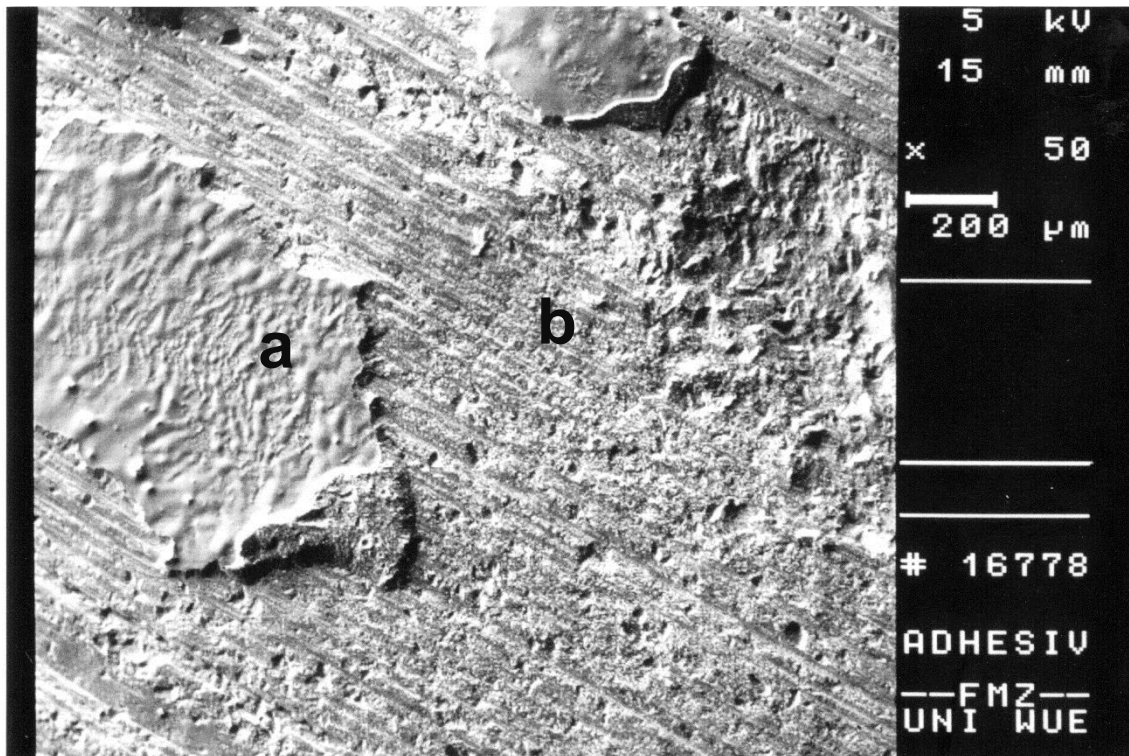


Abbildung 24 Beispielbild: Adhäsives Versagen mit Resten von Bonding (Markierung a) auf vorwiegend intakter, finierter Oberfläche (Markierung b) 50fache Vergrößerung (Gruppe Opti auf EvoCeram)

## Ergebnisse

Abbildung 25 zeigt ein typisches Beispiel der Bruchfläche nach kohäsivem Versagen. Rein kohäsives Versagen der positiven Kontrollgruppen führte zu homogenen Versagensflächen ohne erkennbare Porositäten oder Sprünge.

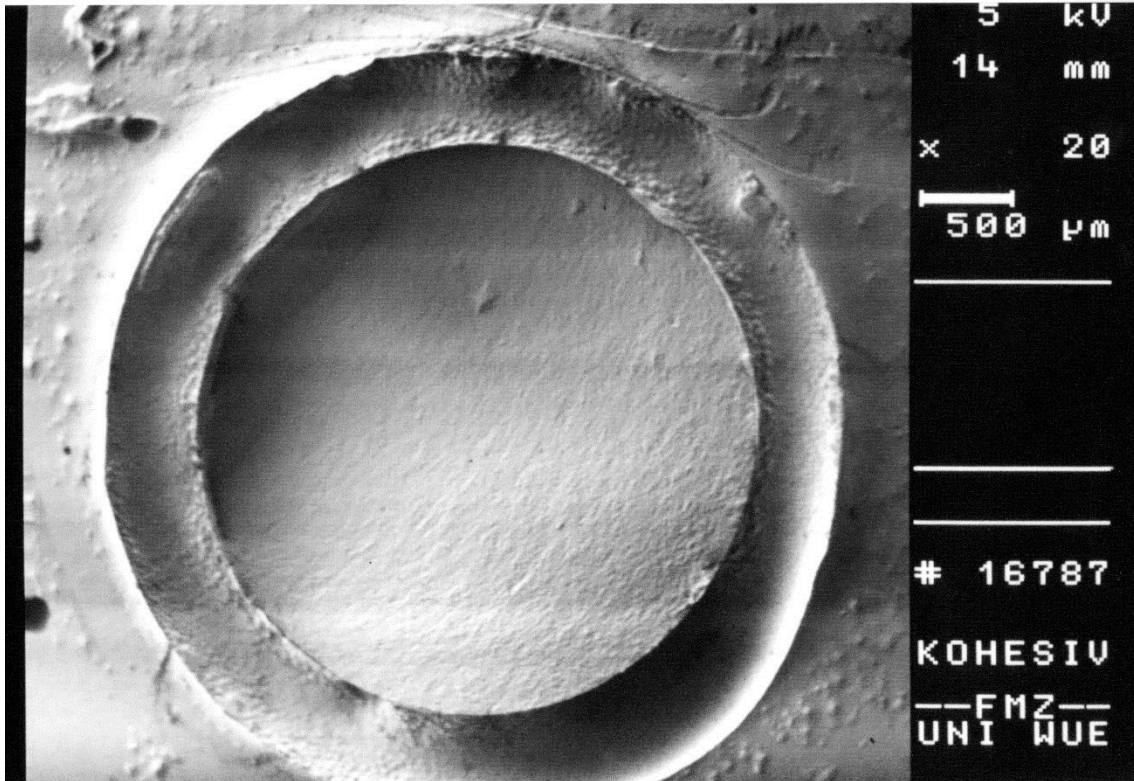


Abbildung 25 Beispielbild: Kohäsives Versagen einer positiv-Kontrollgruppe 20fache Vergrößerung (Gruppe kohäsiv, Filtek Supreme)

## Ergebnisse

Abbildung 26 zeigt ein Beispiel gemischt adhäsiv-kohäsiven Versagens im Substrat. Neben glatter Adhäsiv-Oberfläche (Markierung a) erkennt man kohäsives Versagen im Substrat (Markierung b). Auffällig ist die Inhomogenität des Substrates an der Versagensfläche mit freiliegenden Präpolymerisat-Splittern innerhalb der Matrix.

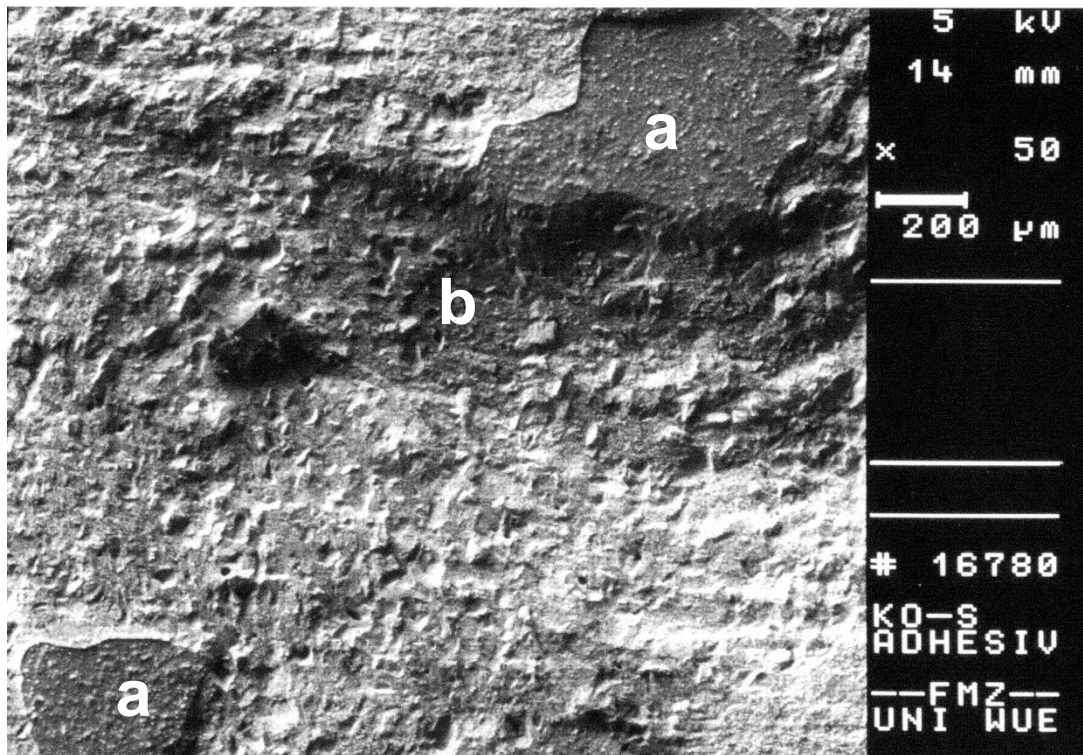


Abbildung 26 Beispielbild: gemischt adhäsives Versagen (Markierung a) mit kohäsivem Versagen im Substrat (Markierung b); 50fache Vergrößerung (Gruppe Co-ES-Ä-Opti auf Evo Ceram)

## Ergebnisse

Abbildung 27 zeigt ein Beispiel gemischt adhäsiv-kohäsiven Versagens im Reparaturkomposit. Auf glatter Adhäsiv-Oberfläche (Markierung a) sind Anteile des Reparaturkomposits (Markierung b) zu erkennen. Weiter fallen feine bläschenartige Hohlräume an der Versagensfläche des Reparaturkomposits auf.

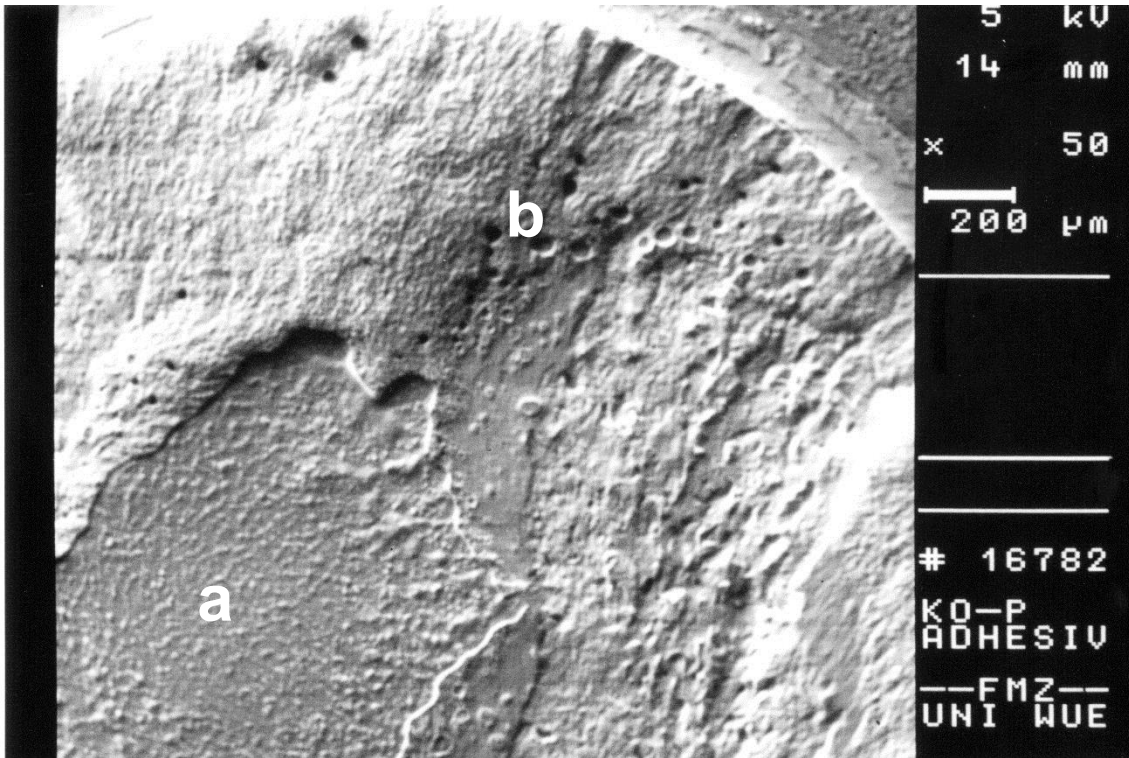


Abbildung 27 Beispielbild: gemischt adhäsives Versagen (Markierung a) mit kohäsivem Versagen im Reparaturkomposit (Markierung b) 20fache Vergrößerung (Gruppe Co-ES-Ä-Opti auf Filtek Supreme)

## Ergebnisse

Abbildung 28 zeigt ein Beispiel gemischt adhäsiv-kohäsiven Versagens. Die Bruchlinie verläuft anteilig sowohl im Substrat (Markierung a), als auch im Reparaturkomposit (Markierung b) sowie zwischen Adhäsiv und Reparaturkomposit (Markierung c). Es sind mehrere Porositäten an der kohäsiven Versagensfläche im Substrat und im Reparaturkomposit erkennbar.

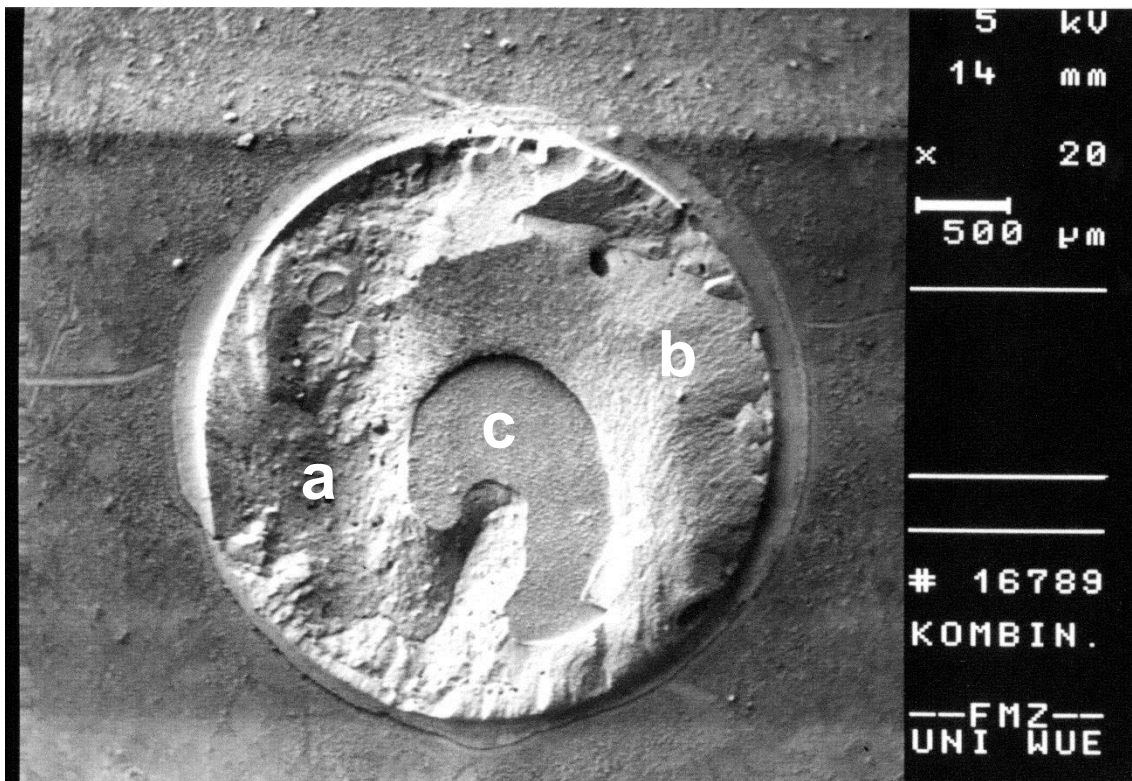


Abbildung 28 Beispielbild: gemischt adhäsives Versagen mit kohäsivem Versagen im Substrat und Reparaturkomposit 20fache Vergrößerung (Gruppe Co-ES-Ä-Opti auf Filtek Supreme)

## 4 Diskussion

### 4.1 Diskussion von Material und Methode

#### 4.1.1 Art der Proben (Pos-Neg Kontrollgruppe)

Es existieren viele Studien zum Reparaturverbund von Komposit zu Komposit, in denen unterschiedliche Einflüsse auf die Verbundfestigkeit untersucht wurden. In diesem Zusammenhang ist die Betrachtung von Kontrollgruppen wichtig. Die positive Kontrollgruppe ermittelt den maximal möglichen Verbund des Materials, welcher dem kohäsiven Materialwert entspricht. Der Wert der negativen Kontrollgruppe repräsentiert dagegen den Ausgangswert der Verbundfestigkeit, den es zu steigern gilt.

Während einige Untersuchungen zumindest eine positive Kontrollgruppe (Lucena-Martín et al. 2001; Cavalcanti et al. 2007) oder eine negative Kontrollgruppe enthalten (Brosh et al. 1997; Bonstein et al. 2005; Yesilyurt et al. 2009; Sousa et al. 2013), fehlen diese bei anderen komplett (Frankenberger et al. 2003; Papacchini et al. 2007a; Papacchini et al. 2007b; Rodrigues Jr. et al. 2009). Im Gegensatz dazu haben wenige Studien beide Kontrollgruppen in ihre Untersuchungen einbezogen (Shahdad und Kennedy 1998; Fawzy et al. 2008; Loomans et al. 2011b).

Diese Arbeit beinhaltet sowohl eine positive, als auch eine negative Kontrollgruppe je untersuchtem Komposit, sodass es möglich ist, den Nutzen der angewandten Konditionierung zu interpretieren. Der erreichte Reparaturverbund kann so an der kohäsiven Festigkeit gemessen werden, während der Vergleich mit der negativen Kontrollgruppe das die Verbundfestigkeit steigernde Potential des jeweiligen Reparaturprotokolls aufzeigt. Diese Betrachtung ist besonders interessant, da es noch keine absoluten Richtwerte für die Mindestfestigkeit einer Kompositreparatur gibt (Lucena-Martín et al. 2001).

Verglichen mit der negativen Kontrolle lassen sich durch geeignete Reparaturmethoden Verbundfestigkeits-Steigerungen um bis zu 37% bei Filtek Supreme



und 50% bei Tetric EvoCeram erzielen. Die Reparaturwerte erreichen so 87% bzw. 92% der kohäsiven Verbundfestigkeit der jeweiligen Komposite.

### 4.1.2 Herstellung der Proben

Die Methode der Probenherstellung richtete sich nach den Verarbeitungsanweisungen der Hersteller der jeweiligen Materialien. Die Methode wurde in mehreren Probeläufen eingeübt und dokumentiert.

Die konstante Leistung der Lichtpolymerisationsgerätes wurde vor Versuchsbeginn und in regelmäßigen Abständen mit einem Photometer (Curing radiometer Model 100) kontrolliert. Sie lag über  $1000\text{mW}/\text{cm}^2$  und übertraf somit die von den Herstellern geforderte Strahlungsflussdichte. Seitens der Hersteller wird möglichst geringer Abstand des Lichtleiters zur Kompositoberfläche gefordert (3M ESPE). Bei der Herstellung der Substratscheiben wurde der größte Abstand zur Kompositoberfläche durch die Dicke des gläsernen Objektträgers bestimmt, durch welchen die letzte Schicht ausgehärtet wurde. Seine Stärke betrug 1 mm, der beeinflussende Faktor dürfte als sehr gering eingestuft werden.

Im Gegensatz hierzu bestimmte die Reparaturvorrichtung den minimalen Abstand des Lichtleiters zum Reparaturkomposit. Insgesamt vergrößerte sich so der Abstand beim Härten der ersten Lage Reparaturkomposits auf 2,5 mm. Die Öffnung der Messingform betrug 4 mm und reduzierte sich auf 3 mm Durchmesser. Eine Verschattung durch die Form kann somit ausgeschlossen werden. Beim Belichten der zweiten Schicht wird die Erste nochmals mitbelichtet, so dass eine Durchhärtung dieser ersten Schicht Reparaturkomposits als gesichert angenommen werden kann.

In diesem Zusammenhang ermittelte eine Untersuchung zur Durchhärtungstiefe für Filtek Supreme in einer vergleichbaren Metallform eine mittlere Durchhärtungstiefe von 3 mm nach 10 s Polymerisation (Hammerfald 2009).

In der vorliegenden Arbeit wurde jede der beiden Lagen für 20 Sekunden polymerisiert, was einer vierfachen Lichtmenge entspricht. Somit kann davon aus-

gegangen werden, dass das Reparaturkomposit -selbst in 3 mm Tiefe- vollständig polymerisieren konnte.

Das Auftreten kohäsiven Versagens zumindest anteilig im Substrat bei 30-50% der Proben dieser Arbeit bestärkt diese Hypothese.

### 4.1.3 Alterung der Proben

Untersuchungen haben gezeigt, dass die Verbundfestigkeit einer Kompositreparatur stark von der Dauer, über welche das zu reparierende Komposit (simulierten) intraoralen Einflüssen ausgesetzt ist, abhängig ist (Lloyd et al. 1980; Melo et al. 2011; Rinastiti et al. 2011).

Gegenstand dieser Studie ist der Reparaturverbund an bestehenden Kompositrestaurationen. Aus diesem Grund wurden die Substrate vor der Reparatur einem Alterungsprozess unterzogen.

In Protokollen von In-vitro-Studien wurde dieser Alterungsprozess durch Lagerung in warmem Wasser (Rodrigues Jr. et al. 2009; da Costa et al. 2010) oder durch Thermocycling simuliert (Özcan et al. 2010; Loomans et al. 2011b; Baur und Ilie 2013).

Besonders die kohäsive Festigkeit von Kompositen wird durch Wasseraufnahme in die Matrix verringert (Söderholm et al. 1984). Da es sich hierbei um Diffusionsprozesse handelt, scheint die ausreichend lange Wasserlagerung bei 37° C ein effizientes Verfahren darzustellen (Kalachandra 1989), wobei die größte Wasseraufnahme innerhalb der ersten 7 Tage ermittelt wurde (Örtengren et al. 2001).

Basierend auf den Erkenntnissen von Kalachandra (1989) wurde eine Sättigungstiefe von 2,5 mm angestrebt, um beim späteren (0,5 mm tiefen) Beschleifen der Substrate mit Sicherheit nur mit Wasser gesättigtes Komposit freizulegen. Mit einem niedrigen Diffusionskoeffizienten ergab die Kalkulation anhand des Fickschen Diffusionsgesetzes eine Lagerungszeit von 14 Tagen. Um dem

## Diskussion

oralen Temperaturumfeld gerecht zu werden, betrug die Wassertemperatur 37° Celsius.

Die Reparatur einer Kompositrestauration soll das Potential haben, die Haltbarkeit der ursprünglichen Restauration zu verlängern. So liegt es nahe, auch im Experiment durch zusätzliche künstliche Alterung nach erfolgter Reparatur die Haltbarkeit dieser Intervention auf die Probe stellen (Gordan 2009; Özcan et al. 2010; Opdam et al. 2012).

Ziel dieser künstlichen Alterung ist es, die Verbundphase zwischen den Kompositen zu belasten und so die Widerstandsfähigkeit des Verbundes zu testen (Baier 1992; De Munck et al. 2005). Um diesem Faktor in In-vitro-Versuchen gerecht zu werden, hat sich auch hierfür die Anwendung von Thermocycling oder die Wasserlagerung nach erfolgter Reparatur etabliert. (Bouschlicher et al. 1997; Brosh et al. 1997; Fawzy et al. 2008; Loomans et al. 2011b; Shahdad und Kennedy 1998)

Themocycling stellt ein anerkanntes Verfahren zur Materialtestung dar. Die rhythmischen Temperaturwechsel verursachen durch die unterschiedlichen Expansionskoeffizienten von z.B. Komposit und Zahnschmelze Spannungen in der Verbundphase. Diese können eventuell zu Randspalten führen (Gale und Darvell 1999). Es wird gefolgert, dass Schwach- oder Fehlstellen in der Verbundphase durch Themocycling stärker geschwächt werden, als durch reine Wasserlagerung.

Im Gegensatz dazu nimmt die Lagerung in Wasser besonders über hydrolytische Prozesse Einfluss auf die Matrix der verbundenen Komposite und deren Verbundphase. Hier liegen folglich verschiedene Wirkmechanismen zugrunde, welche berücksichtigt werden müssen (Özcan et al. 2010).

Aus diesem Grund wurden die reparierten Proben dieser Arbeit einem Thermocycling mit 5000 Zyklen ausgesetzt, welches ein wechselndes Verweilen von je 30 Sekunden in Wasser von 5 und 55°Celsius einschloss. Zusätzlich wurden die Proben nachfolgend für 14 Tage in deionisiertem Wasser bei 37°Celsius gelagert.

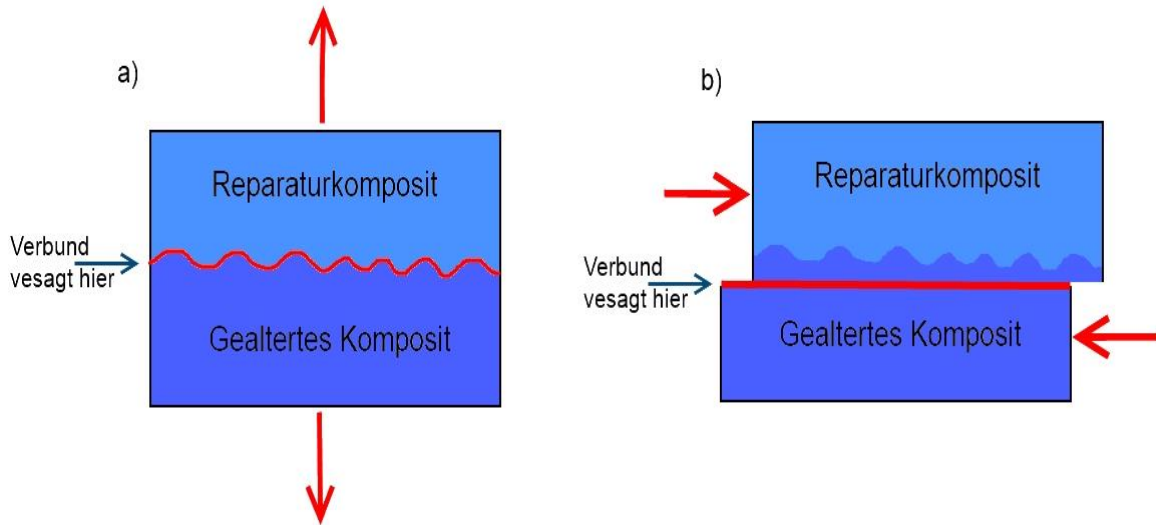
Dieses Alterungsprotokoll soll eine intraorale Alterung simulieren. Ob es wirklich dazu fähig ist, bedarf der weiteren Überprüfung. Es wurde aber deutlich, dass bei intraoraler Alterung vielfältige zusätzliche Einflüsse auf die Materialien einwirken und somit hier lediglich von einem Modell ausgegangen werden kann (Gale und Darvell 1999).

### 4.1.4 Zugversuch

Im Rahmen der Verbundfestigkeitsprüfung stellt sich die Frage nach einer geeigneten Prüfmethode. Häufige Anwendung finden Zugversuche (Cavalcanti et al. 2007; Rodrigues Jr. et al. 2009; Özcan et al. 2013), aber auch Untersuchungen mit Scherversuchen wurden veröffentlicht (Lucena-Martín et al. 2001; Bonstein et al. 2005; Rinastiti et al. 2011; Melo et al. 2011)

Eine vergleichende Untersuchung zur Reparaturfestigkeit mit Zug- und Scherversuch hat gezeigt, dass beide Verfahren deutlich unterschiedliche Ergebnisse liefern (Rinastiti 2010). Es wurden im Scherversuch bis zu dreifach niedrigere Werte als im Zugversuch ermittelt. Dennoch zeigten die Proben im Scherversuch gehäuft kohäsives Versagen im gealterten Komposit, wobei die gleichen Proben im Zugversuch eher in der Adhäsivschicht brachen.

## Diskussion



**Abbildung 29** Schematische Darstellung von vorwiegend adhäsivem Versagen nach Zugversuch (a) und vorwiegend kohäsivem Materialversagen nach Scherversuch (b). Nachzeichnung nach: Rinastiti, Comparison of Shear and Microtensile Failure in the Repair of Dental Composite Restorations, 2010

Dieser Unterschied kann mit der im Scherversuch stark ungleichmäßigen Verteilung der Belastung des Prüfkörpers erklärt werden, welche sich besonders auf das Substrat in der Nähe der Krafteinwirkung auswirkt (DeHoff et al. 1995). Zusammenfassend ist der Zugversuch dem Scherversuch möglicherweise überlegen (Della Bona und van Noort 1995; Pashley et al. 1999; Rinastiti et al. 2010a).

In der vorliegenden Studie wurde die Verbundfestigkeit der Probe über die Zugfestigkeit bis zum Versagen der Verbindung gemessen. Die Krafteinwirkung war exakt rechtwinklig zur Verbundfläche. Durch den Aufbau wurden laterale Kräfte ausgeschlossen. Eine exakt runde Verbundfläche im kleinsten Querschnitt der Probe zwischen gealtertem Komposit und Reparaturkomposit wurde durch den angeschliffenen Rand des Messingkonus gewährleistet, welcher das Reparaturkomposit aufnahm.

Durch diese runde Verbundfläche kann von einer homogeneren Belastung des Verbundes ausgegangen werden als dies bei Proben mit rechteckiger Verbundfläche möglich wäre (Phrukkanon et al. 1998).

Das Probendesign machte so auch das nachträgliche Beschleifen oder Zuschneiden überflüssig, wie es für Zugversuche mehrfach veröffentlicht wurde

## Diskussion

(Pashley et al. 1999; De Munck et al. 2003; Cavalcanti et al. 2007; Loomans et al. 2011b). Diese Technik ist nicht unumstritten, da die mechanische Bearbeitung Mikrorisse im Material initiieren kann, wodurch eine künstliche Schwächung der Probe eintritt und folglich stark Untersucher-abhängige Ergebnisse ermittelt werden (Sadek et al. 2006; Van Meerbeek et al. 2010).

Auch die Größe der untersuchten Verbundfläche hat einen Einfluss auf den ermittelten Zugfestigkeitswert. Aktuelle Untersuchungen mit Zugversuchen nutzen vorwiegend Proben mit sehr kleinen Verbundflächen (ca.  $1 \text{ mm}^2$  und kleiner), aus diesem Grund auch Mikrozugversuche genannt. Sano et al. (1994) konnten schon früh zeigen, dass die im Zugversuch messbare Verbundfestigkeit mit abnehmender Größe der Verbundfläche steigt. Der Verbund der Materialien ist immer nur so stark wie die schwächste Stelle. Die Wahrscheinlichkeit einer Schwachstelle steigt aber mit der Größe der Verbundfläche, welche untersucht wird. Die Verbundfläche der in dieser Arbeit untersuchten Proben betrug  $7,068 \text{ mm}^2$ . So ist es nicht verwunderlich, dass die ermittelten Zugfestigkeitswerte niedriger ausfallen als in Vergleichstudien mit Mikrozugversuchen. Insgesamt werden die ermittelten Messwerte stark durch die gewählte Methode bestimmt und sind auch nur innerhalb dieser Untersuchung vergleichbar. Selbst der Vergleich der relativen Festigkeitswerte verschiedener Studien kann auf Grund unterschiedlicher Methoden scheitern (Van Meerbeek et al. 2010). Dieser Umstand verleiht der Forderung nach einheitlicher Methodik Gewicht, wenn vergleichbare Ergebnisse erreicht werden sollen.

### 4.1.5 Anwendung der REM-Aufnahmen

Die Oberflächenanalyse mittels REM stellt ein verbreitetes Verfahren dar, welches zur visuellen Auswertung von Oberflächenstrukturen an Probekörpern genutzt wird (Lucena-Martín et al. 2001; Özcan et al. 2005; Fawzy et al. 2008; Rinastiti et al. 2010b; Loomans et al. 2011a). Diese Aufnahmen sind aufschlussreich, wenn die mikroskopische Homogenität einer Oberfläche beurteilt werden soll. Zusätzlich kann über visuelle Vergleiche die Wirkung von mechanischer Oberflächenveränderung verdeutlicht werden. Hierbei kann also nur deskriptiv vorgegangen werden. Aussagekräftige quantitative Rückschlüsse auf die für die Reparatur erreichbare Rauigkeit können nicht gezogen werden.

Die zusätzliche mikroskopische Untersuchung der Bruchfläche der Probekörper nach Durchführung des Zugversuchs wird vereinzelt angewandt (Hamano et al. 2011; Özcan et al. 2013) und dient meist der Zuordnung der Probe zu einem speziellen Versagensmuster.

Die Kombination beider Aufnahmen, die der konditionierten Oberfläche einerseits und die der Bruchfläche nach Zugversuch andererseits, ermöglichen zusätzliche Interpretationsmöglichkeiten. Die Analyse der Bruchoberfläche gibt Aufschluss über die Belastbarkeit der am Verbund beteiligten Strukturen. Es kann davon ausgegangen werden, dass der Verbund in der Schicht versagen wird, welche am wenigsten belastbar ist.

Eine homogen in einer Schicht verlaufende Bruchlinie zeigt somit deutlich die Schwachstelle der Verbindung auf. Häufiges Versagen der Adhäsivschicht zum Substrat deutet z.B. auf eine insuffiziente Konditionierung hin. Verläuft der Bruch jedoch an der Oberfläche des Adhäsives, muss von insuffizientem chemischem Verbund zum Reparaturkomposit ausgegangen werden. (vgl. Abbildung 23)

Zusätzlich können lokale Defekte wie Lufteinschlüsse oder Inhomogenität im Komposit als zusätzliche Schwachstellen interpretiert werden. Es sei aber darauf hingewiesen, dass diese rein visuell nicht als Auslöser des Bruchs identifiziert werden können.

#### 4.1.6 Übertragbarkeit von In-vitro-Studien auf die Praxis

Ergebnisse aus In-vitro-Untersuchungen können den Anspruch an vollständige Vergleichbarkeit mit solchen klinischer Untersuchungen nicht erfüllen. Dennoch können wichtige Tendenzen abgeleitet werden, wenn der Versuchsaufbau möglichst isolierte Faktoren untersucht (Van Meerbeek et al. 2010). In diesem Review konnte auch gezeigt werden, dass besonders Untersuchungen mit gealterten Proben im Zugversuch mit klinischen Ergebnissen aus Klasse V-Kavitäten korrelieren.

Einen weiteren Ansatz zur Verbesserung der Aussagekraft stellt die relative Verbundfestigkeit im Zugversuch, also das Verhältnis der Reparaturfestigkeit zur materialspezifischen Festigkeit (positive Kontrollgruppe) dar (Loomans et al. 2011b).

Es ist dennoch unumgänglich, aus In-vitro-Untersuchungen erlangte Ergebnisse durch klinische Studien zu kontrollieren, da nur so alle intraoralen Bedingungen erfüllt werden können um zuverlässige Empfehlungen zu stützen (Van Meerbeek et al. 2003; Rathke et al. 2009; Melo et al. 2011).



## 4.2 Diskussion der Ergebnisse

### 4.2.1 Einfluss von Strahltechniken auf die Verbundfestigkeit

Alle Gruppen mit Anwendung einer der beiden Strahltechniken erzielten im Median höhere Verbundfestigkeitswerte als Gruppen ohne Strahltechnik. Diese Unterschiede waren nicht immer signifikant. Eine die Verbundfestigkeit steigernde Wirkung der Strahltechniken konnte dennoch klar belegt werden, wobei die Wahl des Strahlmittels keinen signifikanten Einfluss auf die Verbundfestigkeit hatte. Dieses Ergebnis ist bemerkenswert, da neben der abrasiven Wirkung ein Strahlmittel zusätzlich die behandelte Oberfläche silikatisierte. Der Ursprung für dieses Ergebnis muss in der durch den Strahlvorgang veränderten Oberfläche der Proben liegen. Im Folgenden werden die Besonderheiten dieser Oberflächenveränderung diskutiert:

#### Die Oberflächenrauigkeit

Mit korrekt angewandter Strahltechnik kann eine reproduzierbar hohe Rauigkeit der Substratoberfläche erreicht werden. Bei der Kompositreparatur ermittelten zwar da Costa et al. (2012) vergleichbare mittlere Rautiefen ( $R_a$ ) für mit grobem Diamant beschliffene bzw. mit Aluminiumoxid gestrahlte Kompositproben. Die Oberflächen unterschieden sich jedoch wesentlich in der Topographie, ähnlich den hier vorliegenden Ergebnissen (siehe Absatz 3.3). Die obige Untersuchung ergab eine deutliche Oberflächenvergrößerung durch Anwendung der Strahltechnik verglichen mit reinem Anschleifen. Die gestrahlten Oberflächen zeigten sich schroffer und feiner zerklüftet als die Geschliffenen mit ihren eher regelmäßigen Rillen und Furchen. Die Schmierschicht aus komprimiertem Schliffabtrag, wie in den Schliffpräparaten zu erkennen, fehlte. Die gestrahlten Proben ergaben die höchsten Verbundwerte in dieser Untersuchung, was wiederum auf die Wichtigkeit der mikromechanischen Retention hinweist (Papacchini et al. 2007a; Rodrigues Jr. et al. 2009; Özcan et al. 2013; Özcan et al. 2010). Die Beschreibungen der REM-Aufnahmen nach Konditionierung in unserer Untersuchung decken sich mit denen von da Costa et al. (2012) wobei zu bemerken ist, dass hier mit Feinkornfinierdiamant ( $46\ \mu\text{m}$ ) geschliffene Proben mit etwas kleineren Partikeln gestrahlt wurden ( $27/30\ \mu\text{m}$  vs.  $50\ \mu\text{m}$ ). Die optisch erkennba-

ren leichten Unterschiede in der Oberflächentextur nach Silikatisierung oder reiner  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - Strahlung können nicht mit signifikanten Änderungen der Reparaturfestigkeit in Bezug gesetzt werden. Auch lässt sich optisch keine Änderung der Oberfläche durch zusätzliche Ätzung auf silikatisierten oder gestrahlten Proben nachweisen.

### Mehr anorganische Substanz an der Oberfläche

Ein weiterer Grund für die gesteigerte Verbundfestigkeit des gealterten und gestrahlten Komposits wird in der elementaren Zusammensetzung der konditionierten Oberfläche gesehen. Hierfür ermittelten Rinastiti et al. (2010a) über Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) die vorhandenen chemischen Elemente auf der Oberfläche von Kompositproben vor und nach Silikatisierung. Vor Silikatisierung unterschieden sich die Proben aus Tetric EvoCeram und Filtek Supreme in der elementaren Zusammensetzung von Silizium, Sauerstoff und Kohlenstoff an der Oberfläche. Der ermittelte Kohlenstoffanteil lag bei 70- bzw. 69%. Nach Silikatisierung zeigten die beiden Komposite in der Konzentration dieser drei Elemente keine signifikanten Unterschiede mehr. Der Kohlenstoffanteil sank jedoch auf unter 50%, wohingegen Silizium von 4% auf 15% angereichert ermittelt wurde.

Dieser erhöhte Silizium(-oxid)-anteil birgt in Kombination mit  $\gamma$ -MPS die Möglichkeit der direkten chemischen Anbindung an das Adhäsiv (Lung und Matinlinna 2012). Kontrovers diskutiert wird jedoch, wie stark dieser Effekt zu hohen Reparaturwerten beiträgt und ob dieser Verbund hydrolytisch stabil ist. Auf der einen Seite führte die Anwendung des Silans auf der gealterten Kompositoberfläche zu erhöhten Haftwerten (Swift et al. 1994; Fawzy et al. 2008; Tabatabaei 2013), auf der anderen Seite wurden verminderte Verbundwerte oder kein positiver Einfluss ermittelt (Özcan et al. 2005; El-Askary 2012).

Erklären kann man dieses Phänomen dadurch, dass eine unterschiedlich haltbare Verbindung entsteht, je nachdem welche chemischen Elemente an der Oberfläche des zu reparierenden Komposits frei zugänglich sind (Matinlinna et

## Diskussion

al. 2018). Zusätzlich wird die Funktion des Silans durch diverse Faktoren, wie z.B. die Art und Dauer der Applikation, die Umgebungstemperatur und die Lagerungsform des Silans, beeinflusst (Rinastiti et al. 2011). Diese multifaktoriellen Einflüsse erschweren den wissenschaftlichen Konsens die Silananwendung betreffend.

Eine verbesserte Benetzung der gestrahlten Oberfläche durch das Silan konnte in der vorliegenden Untersuchung nicht durch bessere Verbundwerte bestätigt werden. Der direkte Vergleich von gestrahlten und silanisierten bzw. nur gestrahlten Oberflächen wurde in dieser Untersuchung zwar nicht angestellt. Es zeigen sich aber keine signifikante Steigerung der Verbundfestigkeit bei Gruppen mit Silikatisierung und Silan zu denen mit Aluminiumoxidsand ohne Silan bei Gruppen mit Standardadhäsiv.

Gleichzeitig existiert je eine Reparaturgruppe mit Applikation von Ätzelgel unmittelbar nach erfolgter Silanisierung (Co-ES-Ä-Opti). Hier erwartet man durch die hydrolytische Inaktivierung des Silans (Matinlinna et al. 2004) eine deutliche Einbuße in der Verbundfestigkeit; diese blieb aber aus. Im Median lagen diese Werte über denen der korrespondierenden ungeätzten Gruppen. In dieser Situation scheint die reinigende Wirkung des Ätzelgels eine wichtigere Rolle zu spielen als die chemische Adhäsion über das Silan.

### Hohe Oberflächenenergie

Die Anreicherung der Kompositoberfläche mit anorganischen, kristallinen Partikeln des Strahlguts erhöht neben der Rauigkeit auch die Oberflächenenergie des Komposits (Rinastiti et al. 2010a) und macht die Notwendigkeit eines sufficient benetzenden Adhäsivs deutlich. Dieses Adhäsiv muss niedrig viskos und hydrophob genug sein, um in die Unterschnitte hinein und um die oberflächlichen Körner herum zu diffundieren. Hoch viskose Füllungskomposite sind hierzu nicht in der Lage (Vankerckhoven et al. 1982; Papacchini und Polimeni 2006). Während der Polymerisationsschrumpfung entstehen so Spalten und Porositäten an der Grenzschicht, welche eine ungleichmäßige Krafteinwirkung mit lokal hohen Spannungsspitzen verursachen und den Verbund schwächen.

## Diskussion

Die in der vorliegenden Untersuchung eingesetzten Adhäsivsysteme Optibond FL und Scotchbond Universal werden als niedrig viskose Adhäsive eingestuft und besitzen hydrophobe Komponenten. Ein suffizientes Ausfließen der Oberflächenstrukturen sollte somit gewährleistet sein.

Visuell konnte die Analyse der REM-Aufnahmen der Probenoberflächen nach Versagen im Zugversuch keine Porositäten oder Spalten innerhalb der Adhäsivschicht zeigen. Sowohl das Substrat, als auch das Reparaturkomposit bildeten vereinzelt blasige Porositäten, welche innerhalb der Frakturlinie erkennbar wurden (siehe Abbildung 27 und Abbildung 28).

#### 4.2.2 Einfluss von Phosphorsäure-Ätzung auf die Verbundfestigkeit

Zunächst ist an dieser Stelle klarzustellen, dass in der vorliegenden Studie die Ätzung mit 35 %-iger Phosphorsäure nicht mit dem Ziel einbezogen wurde, die Verbundfestigkeit zu erhöhen, sondern um abzuklären, ob diese Ätzung die Wirksamkeit der anderen Schritte beeinflusst. In der klinischen Anwendung werden Kompositreparaturen in der Regel nicht an isolierten Kompositflächen durchgeführt, sondern in komplexen Kavitäten, deren Oberflächen neben dem Komposit der alten Füllung auch unterschiedlich große Anteile an Zahnschmelz und Dentin aufweisen. Für diese Substrate ist die Phosphorsäureätzung die gängigste und am besten dokumentierte Massnahme. In einer solchen Reparaturkavität ist es realistischerweise nicht möglich, selektiv nur Schmelz und / oder Dentin zu ätzen, ohne die Kompositflächen mit Phosphorsäure zu kontaminieren. Deshalb sollten in der vorliegenden Studie der Einfluss der Phosphorsäureätzung, die ja in den Kompositreparaturprotokollen nicht vorgesehen ist, und ein eventueller Einfluss der Reihenfolge der Arbeitsschritte untersucht werden.

Eine alleinige Phosphorsäureanwendung führt zu keiner veränderten Mikroretention und folglich zu keiner gesteigerten Verbundfestigkeit auf Komposit. Zu diesem Schluss kommen die Untersuchungen von Bonstein et al. (2005) mit Kompositproben im Scherversuch.

Eine jüngere Studie von Fawzy et al. (2008) beobachtete bei angeschliffenen Kompositproben nach anschließender Ätzung mit  $H_3PO_4$ -Ätzgel eine geringfügige Verkleinerung der Oberfläche. Gleichzeitig nahm die Rauheit zu. Die zugehörige REM- Aufnahme bestätigt das flachere Relief und zeigt freiliegende Füllpartikel. Die Schmierschicht wurde entfernt. Die hier ermittelte reinigende Wirkung der Säure steht im Einklang mit Ergebnissen der vorliegenden Untersuchung. Das Entfernen der Schmierschicht nach der Kompositbearbeitung mit rotierenden Instrumenten ist für den Verbund essenziell, da das Adhäsiv nicht in der Lage ist, durch diese Schicht einen sicheren Verbund zum Reparaturkomposit zu erzielen. Ein hoher Anteil von adhäsivem Versagen bei den Negativen

## Diskussion

Kontrollgruppen (siehe Abs.3.2) kombiniert mit deren niedrigen Verbundwerten spricht für diese These.

Einen visuellen Effekt der Säureeinwirkung auf gestrahlten Kompositoberflächen konnte jedoch durch die vorliegenden REM-Aufnahmen nicht bestätigt werden (siehe Abbildung 19 bis Abbildung 22). Gruppen mit gestrahlten und geätzten Oberflächen ergaben aber immer höhere Verbundfestigkeiten als die negativen Kontrollgruppen.

Loomans et al. (2011b) beobachteten bei alleiniger Säureanwendung mit anschließender Silanisierung Reparaturwerte im Mikrozugversuch von bis zu 88% der kohäsiven Festigkeit des jeweiligen Komposits. Die Autoren vermuten, dass es durch die Säureanwendung zu einer Oberflächenaktivierung der silikatisierten Füllkörper und somit zu einer gesteigerten Reaktivität mit Silanen kommen könnte. Lezteres konnte hier nicht durch die gemessenen Verbundwerte bestätigt werden. Das Silan-haltige Scotchbond Universal zeigte verglichen mit der ungeätzten Gruppe keine signifikant höheren Verbundwerte auf silikatisiertem Substrat, welches im Anschluss geätzt wurde. Der Grund für diese Inkongruenz kann im Versuchsaufbau (micro-Zug von geschliffenem Substrat vs. Zugversuch von gestrahltem Substrat) und unterschiedlichen Alterungsprotokollen zu finden sein (Thermocycling (TC) vor Reparatur und 7 d Wasserlagerung nach Reparatur vs. 14d Wasserlagerung vor Reparatur und TC und 14d Wasserlagerung nach Reparatur).

### 4.2.3 Einfluss des Adhäsivs auf die Verbundfestigkeit

Es besteht Einigkeit darüber, dass für den Reparaturverbund von Kompositen der Einsatz eines niedrig viskosen Adhäsivs mit hydrophoben Eigenschaften ausgesprochen wichtig ist (Vankerckhoven et al. 1982; Shahdad und Kennedy 1998; Shen 2004; da Costa et al. 2010; Özcan et al. 2013).

Da für die Dentinhaftung in einer Reparaturkavität diese beiden Anforderungen in gleicher Weise gelten (zusätzlich zur Umwandlung der Oberfläche von hydrophil zu hydrophob), wurden in dieser Untersuchung ein geläufiges Standardad-

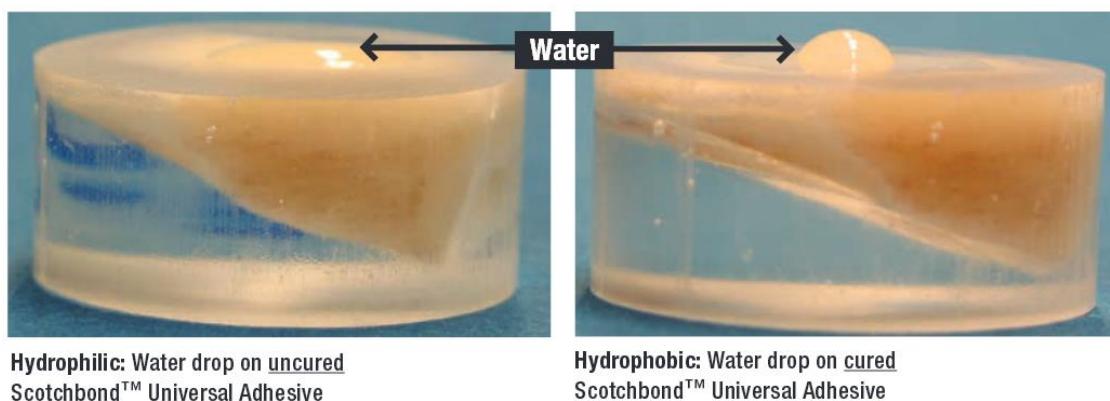
## Diskussion

häsiv als etch-and-rinse System (Optibond FL) und ein neues Universaladhäsiv (Scotchbond Universal) untersucht.

Beide Adhäsivsysteme sind niedrig viskos und wandeln die durch sie behandelte Oberfläche von hydrophil nach deutlich hydrophob um. Die gefüllten Adhäsive fließen in die Rauigkeiten und Unterschnitte in den Kompositoberflächen und füllen diese aus, wobei eine glatte und reaktive Oberfläche entsteht.

An behandelten Oberflächen ist visuell kein Unterschied zwischen Optibond FL und Scotchbond Universal zu ermitteln. Der Vergleich der Adhäsivoberflächen der REM-Aufnahmen nach dem Zugversuch (siehe Abbildung 24 und Abbildung 26) zeigt für beide Adhäsive eine ebene Oberfläche mit regelmäßigen, gerundeten Erhebungen. Diese stellen wahrscheinlich oberflächliche Partikel oder Schliffabtrag dar, welche in der Adhäsivschicht eingebettet sind.

Als Maß für die Hydrophobizität wird der Kontaktwinkel zwischen der behandelten Oberfläche und einem definiert großen Wassertropfen gemessen. Für Optibond FL wurde in einer Untersuchung von Asmussen und Peutzfeldt (2005) ein Kontaktwinkel von 38 Grad ermittelt. Für Scotchbond Universal sind auch von Hersteller-Seite keine Messwerte verfügbar. Die unten stehende Abbildung 30 veranschaulicht auf der rechten Seite den hydrophoben Charakter der mit Scotchbond Universal behandelten und polymerisierten Oberfläche.



**Abbildung 30** mit Sotchbond Universal behandelte Oberfläche vor Polymerisation hydrophil nach Polymerisation hydrophob, Veranschaulichung durch einen Wassertropfen auf der Oberfläche (Abbildung aus wissenschaftlichem booklet zu Scotchbond Universal 3M, Freigabe erteilt am:11.09.2015 3M ESPE)

## Diskussion

Neben einem Silan enthält das all-in-one Adhäsiv Scotchbond Universal den Phosphatester 10-MDP, welcher in der Lage ist, einerseits chemisch an Aluminium- und Zirkonoxid bzw. Calcium und Aminogruppen der Zahnhartsubstanz zu binden und andererseits über freie Doppelbindungen ein Anpolymerisieren an Methacrylate gewährleistet (Kuraray).

Im vorliegenden Versuchsaufbau mit gestrahlten oder finierten Kompositoberflächen ergibt sich verglichen mit der Situation an der Zahnhartsubstanz eine calcium- und stickstoffärmere Umgebung (Rinastiti et al. 2010a). Für MDP waren diese Strukturen also nicht zugänglich. Der quantitative Einfluss von MDP auf die Verbundfestigkeit der Kompositreparatur war nicht Gegenstand dieser Untersuchung, es wird aber angenommen, dass er geringer ausfällt als auf Zahnhartsubstanz. In Kombination mit Silikatisierung erreicht Scotchbond Universal auf EvoCeram zwischen 81- und 90% der kohäsiven Festigkeit, bei Filtek Supreme wurden 61-87% relative Festigkeit erzielt. Es erreicht ein Drittel der Reparaturprotokolle je Komposit mit Scotchbond Universal signifikant höhere Verbundwerte als deren korrespondierende Gruppen mit Optibond FL. Signifikant höhere Verbundwerte als die negative Kontrollgruppe erreicht Scotchbond Universal auf EvoCeram zuverlässig, und auf Filtek Supreme in zwei von drei Gruppen.



## Diskussion

Auf lediglich finiertem Substrat erzielte Scotchbond Universal vergleichbare, niedrige Werte wie Optibond FL. Dies spricht dafür, dass das selbstkonditionierende saure MDP Monomer nicht in der Lage war, die Schmierschicht auf dem finierten Substrat zu stabilisieren. Vor dem Hintergrund des mildereren pH/Wertes von Scotchbond Universal (pH ca. 2,7) verglichen mit der Orthophosphorsäure (pH ca. 1) scheint ein An- / oder Auflösen der Schmierschicht nicht stattgefunden zu haben.

Optibond FL erzielt auf gestrahlten Oberflächen von EvoCeram keine signifikanten Verbundfestigkeitssteigerungen verglichen mit der negativen Kontrollgruppe. Für Filtek Supreme ergeben sich nur auf mit Aluminiumoxid behandelten Oberflächen signifikante Steigerungen. Hierbei sind aber lediglich 2 von 3 Gruppen betroffen.

In der Effektivität der Behandlung muss Optibond FL als dem Scotchbond Universal unterlegen eingestuft werden. Dies gilt zumindest im vorliegenden Versuchsaufbau für die Komposite Tetric EvoCeram und Filtek Supreme.

Die zusätzliche Anwendung von Phosphorsäure auf der zu behandelnden Oberfläche beeinflusst den Reparaturverbund nicht negativ. Betrachtet man die weiteren potentiellen Substrate Dentin und Schmelz, kann dies als viel versprechender Ansatz für die Füllungsreparatur gewertet werden.

### 4.3 Schlussfolgerung

Die Strahltechnik mit bzw. ohne Silikatisierung erzielt gute Reparaturwerte auf gealtertem Kompositoberflächen, wenn diese mit einem niedrig viskosen Adhäsiv kombiniert angewendet werden. Bei korrekter Anwendung ergeben sich reproduzierbare Oberflächenverhältnisse, wobei die zusätzliche Ätzung mit Phosphorsäure den Verbund zum gestrahlten Komposit nicht negativ beeinflusst. Die Ätzung steht somit aus unserer Sicht für die Behandlung des angrenzenden Zahnschmelzes zur Verfügung. Um die Situation an Schmelz- bzw. Dentinober-

## Diskussion

flächen beurteilen zu können, müssen die Ergebnisse der laufenden Untersuchungen mit gleichem Versuchsaufbau abgewartet werden.

Um bei intraoraler Anwendung der Strahltechnik dem Patientenschutz gerecht zu werden, muss das freie Strahlgut durch gute Absaugung und Kofferdamm aufgefangen werden (Roeters 2000).

Die vorliegenden Ergebnisse sollten weiterhin durch klinische Studien gestützt werden.

## 5 Zusammenfassung

Komposite sind ein wesentlicher Bestandteil moderner Füllungstherapie. Gute Haltbarkeit und Ästhetik der Restauration führten zu vermehrter Anwendung in der täglichen Praxis.

Die chemische und physikalische Materialstabilität der Komposite ist seit der Einführung konstant gestiegen. Langfristig schwächstes Element der Restauration ist der Verbund des Komposits zu dem darunter liegenden Substrat. So liegen Defekte an alternden Kompositrestaurationen vornehmlich am Füllungsrand und betreffen Schmelz-, Dentin- und Kompositoberflächen. Für Dentin und Schmelz sind klinisch erprobte Konditionierungsverfahren bekannt. Für Kompositoberflächen wird die Strahltechnik mit Aluminiumoxid empfohlen. In der Reparaturkavität liegen diese unterschiedlichen Oberflächen nah beieinander. So ist nicht auszuschließen, dass die jeweils falsche Oberfläche durch ein Verfahren kontaminiert wird.

Ziel der Studie war es die Wirkung unterschiedlicher Konditionierungen von gealterten Kompositoberflächen auf die Verbundfestigkeit zu Reparaturkomposit zu untersuchen. Weitere Untersuchungen zur Schmelz- bzw. Dentinkonditionierung mit gleichem Versuchsaufbau laufen derzeit. Im Fokus standen zwei Partikelstrahltechniken mit bzw. ohne silikatisierende Wirkung, ein Universaladhäsiv sowie ein Standardadhäsiv. Als weiterer Konditionierungsschritt wurden einzelne Gruppen mit Phosphorsäure-Ätzel gel behandelt. Die Probeoberflächen wurden zentral auf einer kreisrunden Fläche von 3 mm Durchmesser mit Reparaturkomposit überschichtet. Nach einer Lagerungsphase von 14 Tagen in destillem Wasser und anschließendem Thermocycling (5°-55°, 5000x) erfolgte der Zugversuch rechtwinklig zur Oberfläche bis zum Versagen der Verbindung.

Nach dem Zugversuch wurde das Versagensmuster der Proben mikroskopisch beurteilt. Hierbei fiel auf, dass auf beiden Kompositen reine Bonding-Applikation hauptsächlich in adhäsivem Versagen resultierte (EvoCeram 75% und Filtek Supreme 60%). Wurde jedoch vorher die Kompositoberfläche mit den Strahl-

## Zusammenfassung

techniken behandelt, reduzierte sich der durchschnittliche adhäsive Versagensanteil auf unter 7% bei EvoCeram und 30% bei Filtek Supreme. Besonders der Anteil kohäsiven Versagens stieg deutlich mit Anwendung der Strahltechniken. Hierbei lag die Frakturlinie der Proben fast ausschließlich im gealterten Komposit, was als Hinweis auf die hohe erzielte Verbundstabilität der Reparatur gewertet werden kann.

Höchste Verbundwerte konnten bei Gruppen mit Strahltechnik und zusätzlichem Ätzen ermittelt werden - unabhängig vom Komposit. Die Reihenfolge von Ätzen vor oder nach Strahlen hatte keinen signifikanten Einfluss auf die Ergebnisse. Die Verbundwerte der Gruppen mit CoJet und Scotchbond Universal lagen bei 85% der Gruppen über denen der korrespondierenden Gruppen mit Optibond FL.

Auf beiden Kompositen erzielt Scotchbond Universal die höchsten Zugfestigkeitswerte. (Der Unterschied ist jedoch nur bei Filtek Supreme mit Silikatisierung, Ätzung und Scotchbond Universal signifikant.)

Die zusätzliche Ätzung mit Phosphorsäure kompromitierte den erzielbaren Verbund nicht. Der nahe liegende, reinigende Effekt der Ätzung mit Phosphorsäure ist weder optisch noch statistisch nachweisbar. Der Silan-Anwendung in Kombination mit Silikatisierung und Standardadhäsiv muss bei der Kompositreparatur eine untergeordnete Rolle zugeschrieben werden.

## 6 Anlage

Tabelle 3 Materialliste

Material	Zusammensetzung	Verarbeitung	Hersteller	Lot.Nr./MHD
TetricEvoCeram A3	Matrix: Dimethacrylate (17-18 gw.%) Füller: Bariumglas, Ytterbiumfluorid Mischoxid, Praepolymer 40-3000nm, Im Mittel 550 nm, (82-83 Gw%)	max. 2mm Schichten 20 s Lichthärten (>500mw/cm2) bei 400-500 nm	Ivoclar Vivadent Schaan Liechtenstein	R50367 2016-06
Filtek Supreme XTE A3D	Matrix: BisGMA, UDMA, TEGDMA, PEGDMA, BisEMA (27,5 Gw%) Füller: aggregiertes Silizium(20nm) Zirkonium(4-11nm), Clustergröße 600-10000nm), nicht aggregiertes Silizium (20nm), Zirkonium (4-11nm), (72,5 Gw%)	max. 2mm Schichten 20 s Lichthärten (>400mw/cm2) bei 400-500 nm	3M / Espe St.Paul, MN USA	N388215 2015-02
Scotchbond Universal	10-MDP, Dimethacrylate, HEMA, Vitrebond Copolymer, Füller, Ethanol, Wasser, Initiatoren Silan	Schmelz 15 s anätzen, 10 s in Schmelz/ Dentin einmassieren, Leichtes Verblasen, 10 s Lichthärten (>500mW/cm2)	3M / Espe St.Paul, MN USA	484421 2014-06
Optibond FL Primer	HEMA 30%, GPDM, PAMA, Ethanol 25%, Wasser, Initiatoren	20 s einmassieren, leichtes Verblasen,		4564115 2014-06
Optibond FL Adhäsiv	Bis GMA 26% HEMA 19%, GPDM 6%, Ba-Al-Silikat 42%, Mikrofüller 3%, NaSiF6 2%, Campherchinon 0,3%	15s in geätztes Schmelz/ Dentin einmassieren leichtes Verblasen, 10s Lichthärten (>500mW/cm2)	Kerr Orange, CA USA	4174413 2013-03
Espe Sil	3-Methacryloxypropyltrimethoxysilan, Ethanol	auftragen, 30s trocknen lassen	3M / Espe St.Paul, MN USA	491621 2015-08
Co-Jet Sand	Aluminiumoxydpartikel (30µm), Silikat	10 s rechtwinklig strahlen, 5mm Abstand 2-3 bar	3M / Espe St.Paul, MN USA	480903 2015-08
Rondoflex Sand	Aluminiumoxydpartikel (27 µm)	10 s rechtwinklig strahlen, 5mm Abstand 2-3 bar	3M / Espe St.Paul, MN USA	901151
Total Etch	37% H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	20 s einwirken lassen, mit Luft-Wasserspray entfernen, Trocknen	Omnicent	b9dkm 2017-02

## 7 Literaturverzeichnis

- 3M ESPE (2012): CoJet System. Adhäsive Reparatur und Vorbehandlung zur Befestigung.
- 3M ESPE (2017): Produktdatenblatt Filtek Supreme XTE
- 3M ESPE (2001): Produktdatenblatt Rocatec. Rocatec Bonding System, S. 25.
- Asmussen, E.; Peutzfeldt, A. (2005): Resin composites. strength of the bond to dentin versus surface energy parameters. *Dental Materials* 21 (11), S. 1039–1043.
- Baier, R. E. (1992): Principles of adhesion. *Operative Dentistry* Suppl 5, S. 1–9.
- Baur, V.; Ilie, N. (2013): Repair of dental resin-based composites. *Clinical Oral Investigations* 17 (2), S. 601–608.
- Blum, I.; Jagger, D. C.; Wilson, N. H. (2011): Defective dental restorations: to repair or not to repair? Part 1: direct composite restorations. *Dental Update* 38 (2), 78-80, 82-4.
- Bonstein, T.; Garlapo, D.; Donarummo, J.; Bush, P. J. (2005): Evaluation of varied repair protocols applied to aged composite resin. *The Journal of Adhesive Dentistry* 7 (1), S. 41–49.
- Bouschlicher, M. R.; Reinhardt, J. W.; Vargas, M. (1997): Surface treatment techniques for resin composite repair. *American Journal of Dentistry* 10 (6), S. 279–283.
- Brendeke, J.; Özcan, M. (2007): Effect of physicochemical aging conditions on the composite-composite repair bond strength. *The journal of Adhesive Dentistry* 9 (4), S. 399–406.
- Brosh, T.; Pilo, R.; Bichacho, N.; Blutstein, R. (1997): Effect of combinations of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. *Journal of Prosthetic Dentistry* 77 (2), S. 122–126.

Buonocore, M. G. (1955): A Simple Method of Increasing the Adhesion of Acrylic Filling Materials to Enamel Surfaces. *Journal of Dental Research* 34 (6), S. 849–853.

Buonocore, M. G. (1963): Principles of adhesive retention and adhesive restorative materials. *Journal of the American Dental Association (1939)* 67, S. 382–391.

Burke, F. J.; Wilson, N. H.; Cheung, S. W.; Mjor, I. A. (2001): Influence of patient factors on age of restorations at failure and reasons for their placement and replacement. *Journal of Dentistry* 29 (5), S. 317–324.

Cavalcanti, A. N.; Lima, A. F. de; Peris, A. R.; Mitsui, F. H.; Marchi, G. M. (2007): Effect of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* 19 (2), 90-8; discussion 99.

Chen, M-H (2010): Update on dental nanocomposites. *Journal of Dental Research* 89 (6), S. 549–560.

da Costa, T.; Ferreira, S. Q.; Klein-Júnior, C. A.; Loguercio, A. D.; Reis, A. (2010): Durability of surface treatments and intermediate agents used for repair of a polished composite. *Operative Dentistry* 35 (2), S. 231–237.

da Costa, T.; Serrano, A. M.; Atman, A.; Loguercio, A. D.; Reis, A. (2012): Durability of composite repair using different surface treatments. *Journal of Dentistry* 40 (6), S. 513–521.

De Munck, J.; van Landuyt, K.; Peumans, M.; Poitevin, A.; Lambrechts, P.; Braem, M.; Van Meerbeek, B. (2005): A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue. methods and results. *Journal of Dental Research* 84 (2), S. 118–132.

De Munck, J.; Van Meerbeek, B.; Satoshi, I.; Vargas, M.; Yoshida, Y.; Armstrong, Steven et al. (2003): Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *American Journal of Dentistry* 16 (6), S. 414–420.

DeHoff, P. H.; Anusavice, K. J.; Wang, Z. (1995): Three-dimensional finite element analysis of the shear bond test. *Dental Materials* 11 (2), S. 126–131.

Della Bona, A.; van Noort, R. (1995): Shear vs. tensile bond strength of resin composite bonded to ceramic. *Journal of Dental Research* 74 (9), S. 1591–1596.

Demarco, F. F.; Correa, M. B.; Cenci, M. S.; Moraes, R. R.; Opdam, N.J.M. (2012): Longevity of posterior composite restorations. not only a matter of materials. *Dental Materials* 28 (1), S. 87–101.

Drummond, J. L. (2008): Degradation, fatigue, and failure of resin dental composite materials. *Journal of Dental Research* 87 (8), S. 710–719.

El-Askary, F. S. (2012): Immediate vs Delayed Repair Bond Strength of a Nanohybrid Resin Composite. *The Journal of Adhesive Dentistry* 14 (3), S. 265–274.

Ermis, R. B.; De Munck, J.; Cardoso, M. V.; Coutinho, E.; van Landuyt, K.; Poitevin, A. et al. (2008): Bond strength of self-etch adhesives to dentin prepared with three different diamond burs. *Dental Materials* 24 (7), S. 978–985.

.

Fawzy, A. S.; El-Askary, F. S.; Amer, M. A. (2008): Effect of surface treatments on the tensile bond strength of repaired water-aged anterior restorative micro-fine hybrid resin composite. *Journal of Dentistry* 36 (12), S. 969–976.

Ferracane, J. L. (1994): Elution of leachable components from composites. *Journal of Oral Rehabilitation* 21 (4), S. 441–452.

Ferracane, J. L. (2006): Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dental Materials* 22 (3), S. 211–222.

Frankenberger, R. (2013): Adhäsive Zahnheilkunde. Wissenschaft und Praxis ; 16 Tabellen ; Köln: Dt. Ärzte-Verlag

Frankenberger, R.; Kramer, N.; Ebert, J.; Lohbauer, U.; Käppel, S.; Weges, S.; Petschelt, A. (2003): Fatigue behavior of the resin-resin bond of partially re-



placed resin-based composite restorations. *American Journal of Dentistry* 16 (1), S. 17–22.

Frankenberger, R.; Tay, F. R. (2005): Self-etch vs etch-and-rinse adhesives. effect of thermo-mechanical fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations. *Dental Materials* 21 (5), S. 397–412.

Fucio, Suzana B. P.; Carvalho, F. G.; Sobrinho, L. C.; Sinhoreti, M. A.-C.; Puppin-Rontani, R. M. (2008): The influence of 30-day-old *Streptococcus mutans* biofilm on the surface of esthetic restorative materials—an in vitro study. *Journal of Dentistry* 36 (10), S. 833–839.

Gale, M. S.; Darvell, B. W. (1999): Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *Journal of Dentistry* 27 (2), S. 89–99.

Gordan, V. V. (2001): Clinical evaluation of replacement of class V resin based composite restorations. *Journal of Dentistry* 29 (7), S. 485–488.

Gordan, V. V. (2009): A Long-Term Evaluation of Alternative Treatments to Replacement of Resin-based Composite Restorations. *Journal of the American Dental Association* 140 (12), S. 1476–1484.

Gordan, V. V.; Shen, C.; Riley, J. L.; Mjör, I. A. (2006): Two-year clinical evaluation of repair versus replacement of composite restorations. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* 18 (3), 144-53.

Gwinnett, A. J. (1971): Histologic changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents. *Archives of Oral Biology* 16 (7), S. 731–738.

Gwinnett, A. J. (1988): Bonding of restorative resins to enamel. *International Dental Journal* 38 (2), S. 91–96.

Hamano, N.; Chiang, Y.; Nyamaa, I.; Yamaguchi, H.; Ino, S.; Hickel, R.; Kunzelmann, K.-H. (2011): Effect of different surface treatments on the repair strength of a nanofilled resin-based composite. *Dental Materials Journal* 30 (4), S. 537–545.

Hammerfald, D. (2009): Durchhärtungstiefe von Kompositen nach Belichtung mit unterschiedlichen Lichtpolymerisationsgeräten. Dissertation. Julius-

## Anlage

Maximilian-Universität, Würzburg. Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie.

Kalachandra, S. (1989): Influence of fillers on the water sorption of composites. *Dental Materials* 5 (4), S. 283–288.

Krejci, I.; Lieber, C. M.; Lutz, F. (1995): Time required to remove totally bonded tooth-colored posterior restorations and related tooth substance loss. *Dental Materials* 11 (1), S. 34–40.

Kuraray: MDP Monomer.

Lloyd, C. H.; Baigrie, D. A.; Jeffrey, I. W. (1980): The tensile strength of composite repairs. *Journal of Dentistry* 8 (2), S. 171–177.

Loomans, B.A.C.; Cardoso, M. V.; Opdam, N.J.M.; Roeters, F.J.M.; De Munck, J.; Huysmans, M-C.; Van Meerbeek, B. (2011a): Surface roughness of etched composite resin in light of composite repair. *Journal of Dentistry* 39 (7), S. 499–505.

Loomans, B.A.C.; Cardoso, M. V.; Roeters, F.J.M.; Opdam, N.J.M.; De Munck, J.; Huysmans, M-C.; Van Meerbeek, B. (2011b): Is there one optimal repair technique for all composites? *Dental Materials* 27 (7), S. 701–709.

Lucena-Martín, C.; González-López, S.; Navajas-Rodríguez, J. M. (2001): The effect of various surface treatments and bonding agents on the repaired strength of heat-treated composites. *Journal of Prosthetic Dentistry* 86 (5), S. 481–488.

Lung, C. Y.; Matinlinna, J. P. (2012): Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry. an overview. *Dental Materials* 28 (5), S. 467–477.

Lutz, F.; Krejci, I.; Schupbach, P. (1993): Adhäsivsysteme für Zahnfarbene Restaurationen. *Schweizer Monatsschrift für Zahnmedizin* 103 (5), S. 537–549.

Mair, L. H.; Stolarski, T. A.; Vowles, R. W.; Lloyd, C. H. (1996): Wear. mechanisms, manifestations and measurement. Report of a workshop. *Journal of Dentistry* 24 (1-2), S. 141–148.

Manhart, Juergen; Chen, Hongyan; Hamm, Gerald; Hickel, Reinhard (2004): Buonocore Memorial Lecture. Review of the clinical survival of direct and indirect restorations in posterior teeth of the permanent dentition. *Operative Dentistry* 29 (5), S. 481–508.

Matinlinna, J. P.; Lassila, L. V.; Ozcan, M.; Yli-Urpo, A.; Vallittu, P. K. (2004): An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *International Journal of Prosthodontics* 17 (2), S. 155–164.

Matinlinna, Jukka Pekka; Lung, Christie Ying Kei; Tsoi, James Kit Hon (2018): Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dental Materials* 34 (1), S. 13–28.

Melo, R. M.; Moysés, M. R.; Santos, S. G.; Alcântara, C.; Ribeiro, J. C. (2011): Effects of different surface treatments and accelerated artificial aging on the bond strength of composite resin repairs. *Brazilian Oral Research* 25 (6), S. 485–491.

Mjör, I. A. (1993): Repair versus replacement of failed restorations. *International Dental Journal* 43 (5), S. 466–472.

Moncada, G. A.; Martin, J.; Fernandez, E.; Vildosola, P. G.; Caamano, C.; Caro, M. J. et al. (2006): Alternative treatments for resin-based composite and amalgam restorations with marginal defects. a 12-month clinical trial. *General Dentistry* 54 (5), S. 314–318.

Nahsan, F. P.; Oliveira, G. U.; Medina-Valdivia, J. R.; Franco, E. B.; Mondelli, R. F.; Wang, L. (2011): Conservative approaches for the management of failed resin-based posterior restorations. a case report. *Quintessence International* 42 (10), S. 823–827.

Opdam, N.J.M.; Bronkhorst, E.; Loomans, B.A.C.; Huysmans, M-C. (2012): Longevity of repaired restorations. a practice based study. *Journal of Dentistry* 40 (10), S. 829–835.

Örtengren, U.; Wellendorf, H.; Karlsson, S.; Ruyter, I. E. (2001): Water sorption and solubility of dental composites and identification of monomers released in an aqueous environment. *Journal of Oral Rehabilitation* 28 (12), S. 1106–1115.

Özcan, M.; Alander, P.; Vallittu, P. K.; Huysmans, M-C.; Kalk, W. (2005): Effect of three surface conditioning methods to improve bond strength of particulate filler resin composites. *Journal of Materials Science. Materials in Medicine* 16 (1), S. 21–27.

Özcan, M.; Allahbeickaraghi, A.; Dündar, M. (2012): Possible hazardous effects of hydrofluoric acid and recommendations for treatment approach: a review. *Clinical Oral Investigations* 16 (1), S. 15–23.

Özcan, M.; Barbosa, S.; Melo, R. M.; Galhano, G. A.; Bottino, M. (2007): Effect of surface conditioning methods on the microtensile bond strength of resin composite to composite after aging conditions. *Dental Materials* 23 (10), S. 1276–1282.

Özcan, M.; Corazza, P. H.; Marocho, S. M.; Barbosa, S.; Bottino, M. (2013): Repair bond strength of microhybrid, nanohybrid and nanofilled resin composites. effect of substrate resin type, surface conditioning and ageing. *Clinical Oral Investigations* 17 (7), S. 1751–1758.

Özcan, M.; Cura, C.; Brendeke, J. (2010): Effect of aging conditions on the repair bond s... [J Adhes Dent. 2010] - PubMed - NCBI. *The Journal of Adhesive Dentistry* J Adhes Dent. 2010 Dec;12(6):451-9. (12), 451-9.

Pallesen, U.; Qvist, V. (2003): Composite resin fillings and inlays. An 11-year evaluation. *Clinical Oral Investigations* 7 (2), S. 71–79.

Papacchini, F; Dall'Oca, S.; Chieffi, N.; Goracci, C.; Sadek, F. T.; Suh, B. I. et al. (2007a): Composite-to-composite microtensile bond strength in the repair of a microfilled hybrid resin. effect of surface treatment and oxygen inhibition. *The Journal of Adhesive Dentistry* 9 (1), S. 25–31.

Papacchini, F; Polimeni, A. (2006): A study into the materials and techniques for improving the composite-repair bond.

Papacchini, F; Toledano, M.; Monticelli, F.; Osorio, R.; Radovic, I.; Polimeni, A. et al. (2007b): Hydrolytic stability of composite repair bond. *European Journal of Oral Sciences* 115 (5), S. 417–424.

Pashley, D. H.; Carvalho, R. M.; Sano, H.; Nakajima, M.; Yoshiyama, M.; Shono, Y. et al. (1999): The microtensile bond test. a review. *The Journal of Adhesive Dentistry* 1 (4), S. 299–309.

Phrukkanon, S.; Burrow, M. F.; Tyas, M. J. (1998): The influence of cross-sectional shape and surface area on the microtensile bond test. *Dental Materials* 14 (3), S. 212–221.

Pioch, T.; Stotz, S.; Buff, E.; Duschner, H.; Staehle, H. J. (1998): Influence of different etching times on hybrid layer formation and tensile bond strength. *American Journal of Dentistry* 11 (5), S. 202–206.

Puckett, A. D.; Holder, R.; O'Hara, J. W. (1991): Strength of posterior composite repairs using different composite/bonding agent combinations. *Operative Dentistry* 16 (4), S. 136–140.

Rathke, A.; Tymina, Y.; Haller, B. (2009): Effect of different surface treatments on the composite–composite repair bond strength. *Clinical Oral Investigations* 13 (3), S. 317–323.

Reymus, M.; Roos, M.; Eichberger, M.; Edelhoff, D.; Hickel, R.; Stawarczyk, B. (2018): Bonding to new CAD/CAM resin composites. influence of air abrasion and conditioning agents as pretreatment strategy. *Clinical Oral Investigations*.

Rinastiti, M. (2010): The effect of aging on composite-to-composite repair strength, Dissertation, Universität Groningen, Medizinische Fakultät

Rinastiti, M.; Özcan, M.; Siswomihardjo, W.; Busscher, H. J. (2010a): Immediate repair bond strengths of microhybrid, nanohybrid and nanofilled composites after different surface treatments. *Journal of Dentistry* 38 (1), S. 29–38.

Rinastiti, M.; Özcan, M.; Siswomihardjo, W.; Busscher, H. J. (2011): Effects of surface conditioning on repair bond strengths of non-aged and aged microhybrid, nanohybrid, and nanofilled composite resins. *Clinical Oral Investigations* 15 (5), S. 625–633.

Rinastiti, M.; Özcan, M.; Siswomihardjo, W.; Busscher, H. J.; Van der Mei, H C (2010b): Effect of biofilm on the repair bond strengths of composites. *Journal of Dental Research* 89 (12), S. 1476–1481.

- Rodrigues Jr., S. A.; Ferracane, J. L.; Della Bona, A. (2009): Influence of surface treatments on the bond strength of repaired resin composite restorative materials. *Dental Materials* 25 (4), S. 442–451.
- Roeters, J. J. (2000): A simple method to protect patient and environment when using sandblasting for intraoral repair. *The Journal of Adhesive Dentistry* 2 (3), S. 235–238.
- Sadek, F. T.; Monticelli, F.; Muench, A.; Ferrari, M.; Cardoso, P. E. (2006): A novel method to obtain microtensile specimens minimizing cut flaws. *Journal of Biomedical Materials Research* 78 (1), S. 7–14.
- Sano, H.; Shono, T.; Sonoda, H.; Takatsu, T.; Ciucchi, B.; Carvalho, R. M.; Pashley, D. H. (1994): Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength—evaluation of a micro-tensile bond test. *Dental Materials* 10 (4), S. 236–240.
- Santerre, J. P.; Shajii, L.; Leung, B. W. (2001): Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Critical Reviews in Oral Biology and Medicine* 12 (2), S. 136–151.
- Sarkar, N. K. (2000): Internal corrosion in dental composite wear. *Journal of Biomedical Materials Research* 53 (4), S. 371–380.
- Sarrett, D. (2005): Clinical challenges and the relevance of materials testing for posterior composite restorations. *Dental Materials* 21 (1), S. 9–20.
- Saunders, W. P. (1990): Effect of fatigue upon the interfacial bond strength of repaired composite resins. *Journal of Dentistry* 18 (3), S. 158–162.
- Shahdad, S.A; Kennedy, J.G (1998): Bond strength of repaired anterior composite resins. *Journal of Dentistry* 26 (8), S. 685–694.
- Shen, C. (2004): The effect of mechanical undercuts on the strength of composite repair. *Journal of the American Dental Association* 10 (135), 1406-12;1467-8.

Söderholm, K. J.; Zigan, M.; Ragan, M.; Fischlschweiger, W.; Bergman, M. (1984): Hydrolytic degradation of dental composites. *Journal of Dental Research* 63 (10), S. 1248–1254.

Soetopo; Beech, D. R.; Hardwick, J. L. (1978): Mechanism of adhesion of polymers to acid-etched enamel. Effect of acid concentration and washing on bond strength. *Journal of Oral Rehabilitation* 5 (1), S. 69–80.

Sousa, A. B.; Silami, F. D.; da Garcia, L.; Naves, L. Z.; Pires-de-Souza, F. (2013): Effect of various aging protocols and intermediate agents on the bond strength of repaired composites. *The Journal of Adhesive Dentistry* 15 (2), S. 137–144.

Swift, E. J.; Cloe, B. C.; Boyer, D. B. (1994): Effect of a silane coupling agent on composite repair strengths. *American Journal of Dentistry* 7 (4), S. 200–202.

Swift, E. J.; LeValley, B. D.; Boyer, D. B. (1992): Evaluation of new methods for composite repair. *Dental Materials* 8 (6), S. 362–365.

Tabatabaei, M. H. (2013): Effect of Various Surface Treatment on Repair Strength of Composite Resin. *Journal of Dentistry, Tehran University of Medical Sciences* 1 (4).

Turner, C. W.; Meiers, J. C. (1993): Repair of an aged, contaminated indirect composite resin with a direct, visible-light-cured composite resin. *Operative Dentistry* 18 (5), S. 187–194.

Vallittu, P. K. (2009): Interpenetrating Polymer Networks (IPNs) in Dental Polymers and Composites. *Journal of Adhesion Science and Technology* 23 (7-8), S. 961–972.

Van Meerbeek, B.; Munck, J. de; Yoshida, Y.; Inoue, S.; Vargas, M.; Vijay, P. et al. (2003): Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Operative dentistry* 28 (3), S. 215–235.

Van Meerbeek, B.; Peumans, M.; Poitevin, A.; Mine, A.; Van Ende, A.; Neves, A.; De Munck, J. (2010): Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental Materials* 26 (2), e100–e121.

Van Meerbeek, B.; Vanherle, G.; Lambrechts, P.; Braem, M. (1992): Dentin- and enamel-bonding agents. *Current Opinion in Dentistry* 2, S. 117–127.

Vankerckhoven, H.; Lambrechts, P.; Van Beylen, M.; Davidson, C. L.; Vanherle, G. (1982): Unreacted methacrylate groups on the surfaces of composite resins. *Journal of Dental Research* 61 (6), S. 791–795.

Wilson, K. S.; Zhang, K.; Antonucci, J. M. (2005): Systematic variation of interfacial phase reactivity in dental nanocomposites. *Biomaterials* 26 (25), S. 5095–5103.

Wright, G. Z. (1999): The safety and efficacy of treatment with air abrasion technology. *International Journal of Paediatric Dentistry* (2), 133-40.

Yesilyurt, C.; Kugotz, A.; Bayram, M. (2009): Initial Repair Bond Strength of a Nano-filled Hybrid Resin. Effect of Surface Treatments and Bonding Agents. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* 21 (4), S. 251–260.

## 7.1 **Abbildungsverzeichnis**

Abbildung 1 Skizze Querschnitt Reparaturprobe (links) und Kohäsiv-Probe (rechts) vor Zugversuch .....	19
Abbildung 2 Skizze teilbare Klebelehre zum Zentrieren der Messingform für das Reparaturkomposit .....	25
Abbildung 3 Probe im Zugversuch .....	28
Abbildung 4 Beschreibung eines Boxplots .....	32
Abbildung 5 Boxplots der Verbundfestigkeit der Gruppen mit Filtek Supreme; gleiche Buchstaben kennzeichnen Gruppen, welche nicht signifikant verschieden sind (multipler Mittelwertvergleich nach Nemenyi $p > 0,05$ ) Gruppenabkürzung siehe Tabelle 1 .....	35
Abbildung 6 Boxplots der Verbundfestigkeit von Gruppen mit EvoCeram; gleiche Buchstaben kennzeichnen Gruppen, welche nicht signifikant	



## Anlage

verschieden sind (multipler Mittelwertvergleich nach Nemenyi $p > 0,05$ ) Gruppenabkürzung siehe Tabelle 1 .....	37
Abbildung 7 Darstellung der Verteilung der Versagensmodi. Der Ort der Darstellung der Tortengrafik über der X-Achse entspricht dem Median der Verbundfestigkeit.....	39
Abbildung 8 Darstellung der Verteilung der Versagensmodi. Der Ort der Darstellung der Tortengrafik über der X-Achse entspricht dem Median der Verbundfestigkeit.....	41
Abbildung 9 REM-Aufnahme finiertes Substrat 500fache Vergrößerung, Filtek Supreme .....	43
Abbildung 10 REM-Aufnahme finiertes Substrat 3000fache Vergrößerung, Filtek Supreme .....	43
Abbildung 11 REM-Aufnahme finierte Kompositprobe 500fache Vergrößerung, EvoCeram .....	44
Abbildung 12 REM-Aufnahme finierte Kompositprobe 3000fache Vergrößerung, EvoCeram .....	44
Abbildung 13 REM-Aufnahme Silikatisierung 1000fache Vergrößerung, Filtek Supreme .....	45
Abbildung 14 REM-Aufnahme Silikatisierung 3000fache Vergrößerung, Filtek Supreme .....	45
Abbildung 15 REM-Aufnahme Silikatisierung 1000fache Vergrößerung, EvoCeram .....	46
Abbildung 16 REM-Aufnahme Silikatisierung 3000fache Vergrößerung, EvoCeram .....	46
Abbildung 17 REM-Aufnahme $Al_3O_2$ -gestrahlt 3000fache Vergrößerung, Filtek Supreme .....	47
Abbildung 18 REM-Aufnahme $Al_3O_2$ -gestrahlt 3000fache Vergrößerung, EvoCeram .....	47
Abbildung 19 REM-Aufnahme CoJet Behandlung + $H_3PO_4$ 3000fache Vergrößerung Filtek Supreme .....	48
Abbildung 20 REM-Aufnahme CoJet Behandlung + $H_3PO_4$ 3000fache Vergrößerung EvoCeram .....	48

## Anlage

Abbildung 21 REM-Aufnahme $\text{Al}_3\text{O}_2$ -gestrahlt + $\text{H}_3\text{PO}_4$ 3000fache Vergrößerung Filtek Supreme .....	49
Abbildung 22 REM-Aufnahme $\text{Al}_3\text{O}_2$ -gestrahlt + $\text{H}_3\text{PO}_4$ 3000fache Vergrößerung Evo Ceram .....	49
Abbildung 23 Beispielbild: Adhäsives Versagen mit Resten von Bonding auf intakter, finierter Oberfläche 50fache Vergrößerung (Gruppe Uni auf Filtek Supreme) .....	50
Abbildung 24 Beispielbild: Adhäsives Versagen mit Resten von Bonding (Markierung a) auf vorwiegend intakter, finierter Oberfläche (Markierung b) 50fache Vergrößerung (Gruppe Opti auf EvoCeram) .....	51
Abbildung 25 Beispielbild: Kohäsives Versagen einer positiv-Kontrollgruppe 20fache Vergrößerung (Gruppe kohäsiv, Filtek Supreme) .....	52
Abbildung 26 Beispielbild: gemischt adhäsives Versagen (Markierung a) mit kohäsivem Versagen im Substrat (Markierung b); 50fache Vergrößerung (Gruppe Co-ES-Ä-Opti auf Evo Ceram) .....	53
Abbildung 27 Beispielbild: gemischt adhäsives Versagen (Markierung a) mit kohäsivem Versagen im Reparaturkomposit (Markierung b) 20fache Vergrößerung (Gruppe Co-ES-Ä-Opti auf Filtek Supreme) .....	54
Abbildung 28 Beispielbild: gemischt adhäsives Versagen mit kohäsivem Versagen im Substrat und Reparaturkomposit 20fache Vergrößerung (Gruppe Co-ES-Ä-Opti auf Filtek Supreme) .....	55
Abbildung 29 Schematische Darstellung von vorwiegend adhäsivem Versagen nach Zugversuch (a) und vorwiegend kohäsivem Materialversagen nach Scherversuch (b). Nachzeichnung nach: Rinastiti, Comparison of Shear and Microtensile Failure in the Repair of Dental Composite Restorations, 2010 .....	61
Abbildung 30 mit Scotchbond Universal behandelte Oberfläche vor Polymerisation hydrophil nach Polymerisation hydrophob, Veranschaulichung durch einen Wassertropfen auf der Oberfläche (Abbildung aus wissenschaftlichem booklet zu Scotchbond Universal 3M, Freigabe erteilt am:11.09.2015 3M ESPE) .....	71

## 7.2 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1 Konditionierungsprotokolle Gruppen 1-12; .....	22
Tabelle 2 Konditionierung der Substrate für REM-Aufnahme.....	30
Tabelle 3 Materialliste .....	77

## 7.3 Herstellerverzeichnis

Auflichtmikroskop	Leica EZ4 D Leica Mikrosystems gmbh Ernst-Leitz-Straße 17-37 35578 Wetzlar
Cyanacrylatkleber	Sekundenkleber 1733-2000 Renfert GmbH 78247 Hilzingen
Einmalapplikator	Kerr-Applikator Tip Kerr GmbH 76158 Karlsruhe
Einmalskalpell	Surgical Blade Nr 20 Henry Schein Inc. Melville NY 11747 USA
Kaltpolymerisat	Paladur glasklar Heraeus Kulzer GmbH 63450 Hanau

## Anlage

Umlaufkühler	UKT 600 LAUDA DR. R. WOBSER GmbH & Co. KG 97912 Lauda-Königshofen
Kohlenstoffkleber	Planocarbon N650 Plano GmbH 3577 Wetzlar
Komposite	Tetric EvoCeram (C.Nr.:R50367) Ivoclar Vivadent GmbH 73479 Ellwangen Filtek Supreme XTE (A3B C.Nr:N388215) 3M ESPE AG 82229 Seefeld
Laborbehandlungseinheit	Sirona C4+ Sirona Dental Systems GmbH 64625 Bensheim
Lichtpolymerisationsgerät	Elipar Freelight 2 3M Espe Deutschland GmbH 41453 Neuss
Messdose	Wägezelle Typ U2A Hottinger Baldwin Messtechnik 64293 Darmstadt

Anlage

Objekträger	Exact GmbH 22851 Nordersted
Photometer	Curing radiometer Model 100 Demetron Danbury CT, USA
Modellierinstrument	DF 270R AESCULAP 78532 Tuttlingen
Präparierdiamanten	feinkörniger, zylinderförmiger Finierdiamand (882L 314 014) Gebr. Brasseler GmbH & Co.KG 32657 Lemgo
Rasterelektronenmikroskop	DSM 940 Carl Zeiss AG 73447 Oberkochen
REM Objekträger	0.5" Aluminium Specimen Stubs Agar Scientific Ltd. Essex CM24 8GF England
Schnellläufer-Winkelstück	INTRAmatic Lux 3 25LH KaVo Dental GmbH Bismarckring 39 88400 Biberach a.d. Riss

## Anlage

Software zur Materialprüfung	ZWICK PC-Software Version 5.18 ZWICK GmbH & Co. KG 89079 Ulm
Software zur Statistischen Auswertung	SPSS Statistics 21 SPSS GmbH Software / IBM Company Theresienhöhe 13 80339 München
Software für Tabellen- Kalkulation	Excel 2010 Microsoft Cooperation Redmond, WA 98052-6399 USA
Sputtergerät	Emitech K 550 Quorum Technologies Ltd. East Sussex BN8 6BN England
Statische Materialprüfmaschine	Zwick 1445 (Geräte-Nr:157513) ZWICK GmbH & Co. KG 89079 Ulm
Wasserbad	Mini-Wasserbad MWB I/3 Julabo GmbH 77960 Seelbach
Warmwassergerät	LAUDA MT LAUDA DR. R. WOBSER GmbH & Co. KG 97912 Lauda-Königshofen

## Danksagung

An dieser Stelle möchte ich all jenen Menschen danken ohne deren Unterstützung diese Dissertation sicher nicht zustande gekommen wäre:

Mein großer Dank gilt zunächst Herrn Priv. Doz. Dr. med. dent. Norbert Hofmann für die freundliche Überlassung des Dissertationsthemas und die umfangreiche Unterstützung von Beginn an. Die stets freundlichen Gespräche förderten meine kritische Auseinandersetzung mit der Thematik und erweiterten den Horizont der Arbeit wesentlich. Auch für die statistische Auswertung der Versuchsergebnisse und das kritische Korrekturlesen danke ich sehr.

Prof. Dr. rer. nat. Uwe Gbureck danke ich herzlich für die wissenschaftliche Betreuung und die unkomplizierte Übernahme des Korreferates.

Für die technische und feinmechanische Umsetzung des Versuchsaufbaus bedanke ich mich herzlich bei Herrn Hofmann und Herrn Hümpfer, Claudia und Dieter Kautenburger sowie der Firma TEGRAL.

Frau Friedlein danke ich für die Unterstützung bei der Anfertigung der elektronenmikroskopischen Aufnahmen.

Außerordentlicher Dank gilt meiner Familie und insbesondere meinen Eltern die mir schon immer mit wertvollem Rat und selbstloser Tat zur Seite stehen. Ohne diese wichtigen Impulse wäre mein Lebensweg sicher ein anderer und diese Arbeit nie entstanden.

Ganz besonders danken möchte ich meiner Ehefrau Katharina für die unglaubliche Geduld und die aufbauenden Worte. Sie an meiner Seite zu wissen hat mir einen wesentlichen Teil der Kraft gegeben diese Dissertation zu vollenden.