

Über die Reparaturfähigkeit polymerisierter Kompositoberflächen

Der Medizinischen Fakultät / Dem Fachbereich Zahnerhaltung und
Parodontologie
der Friedrich-Alexander-Universität
Erlangen-Nürnberg
zur
Erlangung des Doktorgrades Dr. med. dent.
vorgelegt von
Reinhard Panzer
aus Weißenhorn

**Als Dissertation genehmigt von der
Medizinischen Fakultät der Friedrich-Alexander-Universität
Erlangen-Nürnberg**

Vorsitzender des Promotionsorgans: Prof. Dr. med. Dr. h.c. J. Schüttler

Gutachter: Prof. Dr. U. Lohbauer

Gutachter: Prof. Dr. A. Petschelt

Tag der mündlichen Prüfung: 16. Oktober 2015

Meiner Freundin Elena und meinen Eltern gewidmet

Inhaltsverzeichnis

1	Zusammenfassung.....	1
2	Summary.....	3
3	Einleitung	5
4	Literaturrecherche	6
4.1	Konditionierung polymerisierter Kompositoberflächen	6
4.1.1	Einfluss der Rauheit	6
4.1.2	Einfluss des aufgetragenen Adhäsives/Primers	8
4.1.3	Silikatisieren und Silanisieren.....	9
4.2	Einfluss der Sauerstoffinhibitionsschicht auf den inkrementellen Kompositverbund	12
4.3	In vitro Alterung von Kompositen	14
4.4	Konversionsrate von Kompositen und ihre Messung	15
5	Fragestellung	19
6	Material und Methode	20
6.1	Verwendetes Komposit	20
6.2	Probenherstellung.....	20
6.3	Beschleifen der gelagerten Proben	22
6.4	Die unterschiedlichen Versuchsgruppen.....	24
6.5	Aufmodellieren der Stäbchen.....	24
6.6	Positive und negative Referenzgruppen.....	26
6.7	Zugversuche	26
6.8	Nachuntersuchung der geprüften Proben im Lichtmikroskop	28
6.9	Oberflächenprofilometrische Untersuchungen	28
6.10	FTIR Untersuchungen.....	29
6.11	Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen	30
6.12	Statistik	30

II

7	Ergebnisse	32
7.1	Ergebnisse der Zugversuche	32
7.2	Ergebnisse der Messung der Konversionsraten.....	34
7.3	Oberflächenprofilometrische Ergebnisse.....	35
7.4	Auswertung der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen	37
8	Diskussion.....	39
8.1	Resultate der einzelnen Vorbehandlungsarten	39
8.1.1	Adhäsiv/Bonding	39
8.1.2	Einfluss der mechanischen Konditionierungsarten.....	40
8.1.3	Phosphorsäuregel	41
8.1.4	Cojet.....	42
8.1.5	Silan	43
8.2	Überlegungen zu den relativ geringen Zugfestigkeiten	44
8.3	Einfluss der Kompositlagerung in destilliertem Wasser.....	46
8.4	Probenherstellung.....	46
8.5	Studiendesign	48
8.6	Klinischer Bezug und Schlussfolgerung	49
9	Abbildungsverzeichnis.....	56
10	Tabellenverzeichnis	58
11	Verwendete Materialien.....	59
12	Anhang.....	60

1 Zusammenfassung

Zielsetzung

In der klinischen Praxis gibt es Situationen, in denen es nötig wird, an bereits in situ befindliche Kompositoberflächen neues Material anzutragen, z.B. zu Reparaturzwecken. Damit dies gelingt, muss eine Vorbehandlung dieser Oberflächen erfolgen. Ziel der vorliegenden Arbeit war es, diese Konditionierungsmaßnahmen auf ihre resultierende Haftkraft hin zu untersuchen und daraus ein klinisch empfehlenswertes Prozedere für die Füllungsreparatur abzuleiten.

Material und Methode

Es wurden 220 Kompositstäbchen der Maße 3 x 3 x 9,5 mm aus dem Nano-hybridkomposit *GrandioSO* (VOCO, Cuxhaven, Deutschland) der Farbe A4 hergestellt und für 30 Tage bei 37°C in destilliertem Wasser gelagert. Anschließend wurden die Stäbchen in 11 Versuchsgruppen à 20 Proben aufgeteilt und je nach Gruppe auf einer Fläche mit einem Rotring- bzw. Blauring-Diamantschleifer aufgeraut. Daraufhin erfolgten gruppenweise weitere Konditionierungsmaßnahmen wie Phosphorsäureätzung, Sandstrahlen mit AL_2O_3 , Silikatisieren mit *Cojet* (3M Deutschland, Neuss, Deutschland), Silanisieren mit *Monobond Plus* (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) und Applikation von Adhäsiven bzw. Bonding des *Syntac Systems* (Ivoclar Vivadent) in unterschiedlichen Kombinationen.

Anschließend wurde mit Hilfe einer Probenform auf die vorbehandelten Oberflächen frisches *GrandioSO* der Farbe A1 aufpolymerisiert. Dieser Verbund wurde nun auf seine Zugfestigkeit hin untersucht und die Versagensmuster (kohäsiv, adhäsiv oder kombiniert) ermittelt. Zusätzlich wurden Kompositproben analog einer inkrementellen Füllung hergestellt und dienten als positiver Referenzwert. Sie wurden ebenfalls der Zugprüfung unterzogen.

Ergebnisse

Diejenigen Versuchsgruppen, welche mit einem Adhäsiv/Bonding behandelt wurden, erreichten die höchsten Zugfestigkeiten der Arbeit. Außerdem zeigten sie keine signifikanten ($p > 0,05$) Unterschiede verglichen mit der positiven Referenz. Die höchste aller im Versuch gemessenen Zugfestigkeiten erzielte mit 11,33 MPa die Gruppe, bei der das gealterte Komposit nacheinander mit Phosphorsäure, *Syntac Primer*, *Syntac Adhesive* und *Heliobond* (alle Ivoclar Vivadent) behandelt wurde. Silikatisieren und anschließendes Silanisieren (7,75 MPa), Sandstrahlen mit Aluminiumoxid (7,91 MPa) und Aufrauen mit einem Blauring-Diamanten (7,15 MPa) unterschieden sich in ihren resultierenden Zugfestigkeiten nicht signifikant ($p > 0,05$)

Schlussfolgerungen

Bei der Versuchsgruppe, welche die größte Zugfestigkeit zeigte, wurde das gealterte Komposit wie Dentin vor dem Legen einer Füllung behandelt. Dies ist insofern von klinischer Relevanz, als diese Konditionierungsschritte in der Lage sind sowohl eine Haftung an der Zahnhartsubstanz als auch an Kompositoberflächen herzustellen. Weiterhin zeigen Silikatisieren mit anschließendem Silanisieren bzw. Sandstrahlen mit Aluminiumoxid, wie eben erwähnt, keine signifikanten Vorteile gegenüber einem Anrauen mittels Blauringdiamanten. Für den Kliniker bedeutet dies, dass er auf die erstgenannten, zeitaufwändigen Verfahren verzichten kann ohne ein schlechteres Ergebnis zu erhalten.

2 Summary

Objectives

In clinical practice sometimes it becomes necessary to apply additional material to composite surfaces which are already in situ, e.g. for repair purposes. To achieve this, one has to pretreat these surfaces. The goal of this study was to test the different means of pretreatment for their resulting bond strength and to derive from this a clinically recommendable procedure for repairing fillings.

Materials and Methods

220 composite sticks measuring 3 x 3 x 9.5 mm were made out of the nano-hybrid composite GrandioSO (VOCO, Cuxhaven, Germany) in color A4 and stored in distilled water of 37° Celsius for 30 days. Afterwards the sticks were divided in 11 groups of 20 pieces each and, depending on their group, roughened by a redring or bluing diamond bur on one side. After that, the different groups underwent further pretreatment. These were phosphoric acid etching, sandblasting with AL₂O₃, silica coating with Cojet (3M Deutschland, Neuss, Deutschland), silane (Monobond Plus, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) application and the use of adhesives/bonding of the Syntac system (Ivoclar Vivadent) in different combinations.

Afterwards a mold was used to graft additional composite in color A1 on the pretreated surfaces. This interface was tested for its bond strength and mode of breaking (cohesive, adhesive or combined). Additional specimens were prepared like incremental fillings. These were also tested for their bond strength and represented the positive reference.

Results

The specimens treated with adhesive/bond reached the highest bond strength within this study. Furthermore, they showed no significant ($p>0.05$) differences compared to the positive reference. The highest bond strength (11.33 MPa) among all groups was achieved by treating the aged composite consecutively with phosphoric acid, Syntac Primer, Syntac Adhesive and Heliobond (all Ivoclar Vivadent). Silica coating followed by silane application (7.75 MPa) sand blasting with aluminum oxide (7.91 MPa) and roughening by a bluering diamond bur (7.15 MPa) did not show significant ($p>0.05$) differences in their resulting bond strength.

Conclusions

The specimens of the group reaching the highest bond strength were treated like dentine during a filling. This is of clinical relevance because these steps of pretreatment achieve a reasonable bond to both hard tooth tissue and composite surfaces. Furthermore silica coating followed by silane application or sand blasting with aluminum oxide showed no significant advantages over roughening with a bluering diamond bur. The consequence for the clinician is that he can skip the former pretreatments without getting a worse result.

3 Einleitung

Zur täglichen zahnärztlichen Praxis gehört das Legen von direkten, plastischen Füllungen. Als hierfür verwendetes Material hat sich Komposit etabliert. Dessen klinische Anwendung ist jedoch relativ techniksensibel, vor allem eine Kontamination der zu behandelnden Oberflächen beispielsweise mit Speichel oder Blut muss unbedingt vermieden werden. Auch während des schrittweisen Aufbaus einer Füllung darf es zu keiner Verunreinigung kommen. Dies würde die Verbindung der einzelnen Inkremente schwächen.

Wenn nun eine bereits bestehende Füllung repariert und nicht komplett ausgetauscht werden soll, müssen ebenso oben genannte Fehlerquellen vermieden werden. Zusätzlich gilt es, eine Haftung zwischen dem schon im Zahn befindlichen und dem frisch applizierten Füllungsmaterial herzustellen. Hierbei ist zu beachten, dass das Komposit der ‚alten‘ Füllung schon über mehr oder weniger lange Zeit dem Mundmilieu ausgesetzt gewesen ist und daher Alterungserscheinungen zeigt. Weiterhin fehlt auf seiner Oberfläche die Sauerstoffinhibitionsschicht, welche eine Rolle beim Verbund der einzelnen Inkremente einer Füllung spielt.

Um die genannten, für die Haftung negativen Einflüsse zu kompensieren, muss der Zahnarzt das gealterte Komposit vorbehandeln. Hierbei gibt es viele Möglichkeiten der mechanischen oder chemischen Konditionierung, weiterhin können unterschiedlichste Adhäsive bzw. Adhäsivsysteme zur Anwendung kommen. Für den Kliniker ist es daher schwierig zu entscheiden, welche Vorbehandlungsschritte einer bestehenden Füllung effektiv und sinnvoll sind. Daher hat die vorliegende Arbeit das Ziel, ausgehend von der Untersuchung des Einflusses einzelner Konditionierungsschritte, dem Behandler/der Behandlerin auf die Klinik übertragbare Möglichkeiten der Kompositreparatur zu liefern.

4 Literaturrecherche

4.1 Konditionierung polymerisierter Kompositoberflächen

Eine Haftung an polymerisierten Kompositoberflächen zu erreichen ist das Ziel vieler in der Zahnmedizin angewandter Verfahren. Die dabei verwendeten Konditionierungsmethoden lassen sich grob in mechanisches Aufrauen und Aufbringen von verschiedensten Adhäsiven bzw. Adhäsivsystemen gliedern. Eine Sonderrolle nimmt das kombiniert mechanisch-chemische *Rocatec* bzw. *Cojet*-Verfahren (beide 3M Deutschland, Neuss, Deutschland) ein, auf das folglich gesondert eingegangen wird.

4.1.1 Einfluss der Rauheit

Ein Aufrauen der Oberfläche wird, verglichen mit der chemischen Oberflächenkonditionierung bzw. Adhäsivapplikation, von vielen Autoren als der entscheidendere Faktor für die Haftung an auspolymerisiertem, gealtertem Komposit gesehen [13, 51, 58]. Auch zeigt sich, dass eine raue Oberfläche – verglichen mit einer mechanisch unbehandelten – einen positiven Einfluss auf die Haftung hat. So erreichen da Costa et al. durch Aufrauen unabhängig von der verwendeten Methode jeweils eine höhere Haftung als bei mechanisch unbehandeltem Komposit [12, 13]. Zu einem analogen Ergebnis kommen Yesilyurt et al. und betonen die Wichtigkeit einer rauen Oberfläche für die mikromechanische Verzahnung von altem und neuem Komposit [58].

Im zahnärztlichen Bereich stehen rotierende Instrumente wie Diamantschleifer unterschiedlicher Körnung, Siliciumcarbid- oder Korund-Steinchen zur Verfügung. Weiterhin gibt es chairside die Möglichkeit, Oberflächen mit unterschiedlichen Partikeln sandzustrahlen. Ein Ätzen der Oberfläche mit Phosphorsäure ist ebenfalls möglich.

Ein Ätzen mit 36 – 40%iger Phosphorsäure führt zu keinen nachweisbaren Oberflächenveränderungen [15, 18, 32]. Damit lässt sich auch erklären, dass mehrere Studien keinen positiven Einfluss auf die Haftung an auspolymerisierten Kompositen sehen [9, 15, 18, 32] bzw. dieses Verfahren als ausschließlichen Konditionierungsschritt klinisch nicht empfehlen [30, 35, 38, 56]. Eine

Studie misst durch ein oberflächliches Ätzen mit Phosphorsäure sogar eine Verschlechterung der Haftung [30].

Andere Autoren geben an, dass man das Phosphorsäuregel dennoch einsetzen kann, um die Oberfläche des Komposits zu reinigen [12, 15, 18, 32, 34]. Mit diesem Effekt erklären sich auch Loomans et al. in einer Studie den positiven Einfluss einer Phosphorsäureapplikation auf die Haftung [34].

Dall'Oca et al. erreichen in einer Studie durch Phosphorsäureätzung höhere Haftkräfte als mit Diamantschleifern bzw. Sandstrahlen. Allerdings muss hierbei beachtet werden, dass an nur 24h gelagerte Kompositstäbchen anpolymerisiert worden ist und die Autoren sich die guten Ergebnisse durch chemische Bindung erklären. Weiterhin zeigt auch diese Studie, dass eine mechanische Oberflächenveränderung durch Phosphorsäure zu vernachlässigen ist [15].

Das Beschleifen mit einem Diamantschleifer führt zu Oberflächen, welche inhomogen sind und sowohl Makro- als auch Mikroretentionen aufweisen [8, 9, 46, 58]. Sandstrahlen hingegen führt zu sehr gleichmäßigen, mikroretentiven Oberflächen [8, 9, 32, 43, 46]. Die letztgenannte Vorbehandlungsmaßnahme wird von einigen Studien als die bessere der beiden angesehen, da sich mit ihr eine größere Haftung erzielen lässt [12, 15, 43]. Es werden meist Al_2O_3 -Partikel in einer Größe zwischen 30 und 50 μm verwendet, wobei die Haftung nach Bestrahlung mit größeren Partikeln minimal besser zu sein scheint [10, 43]. Lucena-Martín et al. heben außerdem hervor, dass mit Sandstrahlen unabhängig vom zu behandelnden Komposit eine Verbesserung der Haftung erreicht werden kann [35].

Jedoch führt auch eine Behandlung mit einem rotierenden Diamantschleifer zu guten Ergebnissen und wird von einigen Autoren als ebenbürtig zum Sandstrahlen angesehen [32, 58]. Die jeweiligen Körnungen der Schleifer scheinen nicht entscheidend zu sein [13]. Eine andere Studie hat das Beschleifen mit einem rotierenden Siliciumcarbidgeinstrument untersucht und hierdurch sogar eine höhere Haftung erreicht – verglichen mit einem Sandstrahlen der Oberfläche [8].

Es lässt sich feststellen, dass ein Aufrauen der Oberfläche generell zu besseren Haftungswerten auf auspolymerisiertem, gelagertem Komposit führt. Weiterhin ist Sandstrahlen eine Methode, die sich bewährt hat und mit den unterschiedlichsten Kompositen zu funktionieren scheint, was allein die große Zahl an Studien beweist, in denen dieses Verfahren zu guten Ergebnissen geführt hat.

4.1.2 Einfluss des aufgetragenen Adhäsives/Primers

Auch wenn die mechanische Oberflächenkonditionierung einen großen Einfluss auf die spätere Haftung zu haben scheint, sollte die Wirkung eines Adhäsivs/Primers nicht unterschätzt werden. Studien zeigen dessen positiven Einfluss auf die Haftung an auspolymerisierten, gealterten Kompositen [43, 51]. Man kann hierbei von einer synergistischen Wirkung zusammen mit dem Aufrauen der Oberfläche sprechen [58], da erst durch ein appliziertes Adhäsiv die Rauigkeiten des vorbehandelten Komposits aufgefüllt werden und somit die vollständige mikromechanische Verankerung erreicht wird [43]. Ohne die Benutzung eines Adhäsives können also die Vorteile der mikromechanischen Vorbehandlung nicht vollständig genutzt werden [32, 36]. Umgekehrt bringt eine Adhäsivapplikation ohne vorherige mechanische Oberflächenbehandlung kaum Vorteile [39].

Die Benetzung der Oberfläche des auspolymerisierten Komposits scheint hier eine große Rolle zu spielen [36]. Daher sehen es mehrere Studien als Vorteil an, wenn das verwendete Adhäsiv eine möglichst geringe Viskosität hat [27, 35, 36]. Eine andere Studie misst einen Vorteil in der Verwendung eines hydrophilen Adhäsives auf Wasserbasis. Dieser wird allerdings ebenso auf eine, verglichen mit hydrophoben Adhäsiven, in der Regel niedrigere Viskosität zurückgeführt [58].

Staxrud et al. sehen mehrstufige Adhäsivsysteme im Vorteil, bei denen hydrophile und hydrophobe Primer/Adhäsive nacheinander aufgebracht werden, allerdings sind die gemessenen Vorteile gegenüber einstufigen Systemen statistisch nicht signifikant [51]. Eine andere Studie misst bei der Verwendung eines hydrophilen, dünnflüssigen und eines hydrophoben, dickflüssigeren Adhäsives ebenfalls keine signifikanten Unterschiede im Hinblick auf die Haftung

[12]. Rathke et al. kommen zu einem ähnlichen Ergebnis, sie sehen keine signifikanten Unterschiede bei Verwendung zweier unterschiedlich hydrophober Adhäsive und eines hydrophilen Primers [43]. Ein weiterer, in diesem Kontext interessanter Aspekt ist, dass sich jedoch durch eine Beimengung von Silanen zu Adhäsiven die Oberflächenbenetzung des bereits polymerisierten Komposits steigern lässt [54].

Generell ist die Literatur, welche unterschiedliche Bondings bzw. Adhäsive im Hinblick auf die Reparatur von Kompositen hin untersucht, überschaubar [12, 13, 58]. Ein Punkt, der von mehreren Autoren genannt wird, ist allerdings, wie erwähnt, der wahrscheinlich positive Einfluss einer niedrigen Viskosität. Ob die Art des verwendeten Adhäsives generell entscheidend ist, kann anhand der Studienlage nicht abschließend beurteilt werden, da hier zu widersprüchliche Daten vorliegen.

4.1.3 Silikatisieren und Silanisieren

4.1.3.1 Silikatisieren

Das *Rocatec*-Verfahren (3M Deutschland) bietet eine Möglichkeit, extraoral Metall-, Kunststoff- und Oxidkeramikoberflächen mit einer Silikatschicht zu versehen. Für den später in dieser Arbeit beschriebenen Versuch ist vor allem die Beschichtung von Kompositen von Interesse, die vom Hersteller ausdrücklich als Indikation angegeben wird [1].

Die zu beschichtende Oberfläche wird anfangs mit einem Korundpulver der Korngröße 110 μm bestrahlt, um eine Reinigungswirkung zu erzielen und eine mikroretentive Oberfläche zu erhalten. Dann erfolgt die eigentliche Silikatisierung. Hier kommt ein Strahlsand zur Anwendung, der aus 110 μm Korundpartikeln, die mit einer dünnen SiO_2 -Schicht überzogen sind, besteht. Das *Rocatec*-Verfahren bedient sich der Tribochemie, welche die kinetische Energie der auf die Oberfläche treffenden Partikel nutzt. Dies führt durch Impuls- und Energieübertragung zu lokal sehr hohen Temperaturen, welche ein regelrechtes Aufschmelzen des Silikats auf die bestrahlte Oberfläche bewirken.

Das *Cojet*-System hingegen besteht aus nur einem einzigen Strahlpulver. Hierbei handelt es sich analog zu *Rocatec* um Korundpartikel mit Silikatüberzug, allerdings mit einer Korngröße von 30µm. Die grundsätzliche Funktionsweise der beide Systeme ist gleich, jedoch liegt die Besonderheit von *Cojet* darin, dass es im Gegensatz zu *Rocatec* auch intraoral angewendet werden kann [2]. Eine von mehreren möglichen Indikationen ist die Komposit-Füllungsreperatur [3].

4.1.3.2 Silanisieren

Silane sind grundsätzlich bifunktionelle Moleküle, welche einerseits an die organische Kunststoffmatrix und andererseits an verschiedene anorganische Oberflächen chemisch binden können [37]. Die Silane, die verwendet werden, um einen Verbund zwischen Kompositmatrix und silikatisierter Oberfläche herzustellen, sind meist Methacrylatmonomere mit Alkoxysilan-Gruppen [10]. Diese funktionellen Gruppen binden an die Silikatoberfläche, eine C=C-Doppelbindung vermittelt die Matrixbindung [29].

Zum oben genannten *Cojet*-System gehört ein passendes Silan, das sogenannte *ESPE-Sil* (3M Deutschland GmbH). Dieses enthält ebenfalls ein Methacrylatmonomer mit Alkoxysilan-Gruppe [1].

4.1.3.3 Studienlage

Loomans et al. haben unterschiedliche Komposite unter anderem auf deren Reparaturfähigkeit mittels *Cojet*-System hin untersucht. Dabei hat sich gezeigt, dass *Cojet* bei 4 von 5 getesteten Kompositen einen positiven Einfluss auf die Zugfestigkeit der Proben hat. In einem Fall hat die *Cojet*-Behandlung allerdings für eine Verschlechterung gesorgt. In allen 5 Fällen ist eine Silanierung der Oberflächen erfolgt. Insgesamt bleibt festzustellen, dass *Cojet* bei den verwendeten 5 Materialien große Schwankungen hinsichtlich seiner Effizienz zeigt [34]. Außerdem bleibt unklar, ob die Wirksamkeit nicht allein auf dem mechanischen Aufrauen der Oberfläche durch *Cojet* beruht.

Andere Studien berichten davon, dass die Haftung durch eine *Cojet*-Bestrahlung im Vergleich zu einfachem Sandstrahlen nicht erhöht wird und gehen von einer rein mechanischen Wirkung der *Cojet*-Behandlung aus [10, 43, 46].

Ozcan et al. halten ein Konditionieren der Kompositoberfläche mit einem Bonding für genauso praktikabel wie die Verwendung von *Cojet* in Verbindung mit einem Silan. Sie raten dazu, entweder das eine oder das andere Verfahren anzuwenden [40].

In einer anderen Arbeit wurde die Reparatur von Komposit mittels Phosphorsäureätzung und anschließendem Bonding mit der Behandlung durch *Cojet* und *ESPE-Sil* verglichen. Hier zeigt die letztgenannte Gruppe signifikant höhere Zugfestigkeiten [39]. Allerdings ist zu erwähnen, dass dabei eine Gruppe ohne mechanische Oberflächenkonditionierung und eine Gruppe mit mechanischer Oberflächenkonditionierung miteinander verglichen worden sind. Auch Rinastiti et al. haben vielversprechende Ergebnisse mit *Cojet* und anschließender Silanapplikation erzielt. Dabei ist jedoch als Vergleichswert die Reparatur ausschließlich mittels Adhäsiv herangezogen worden. Es ist also analog zur eben genannten Arbeit nicht berücksichtigt worden, dass der *Cojet*-Sand neben einer tribochemischen auch eine mechanische Veränderung der bestrahlten Oberfläche bewirkt [45].

In einer weiteren Arbeit sind Kompositoberflächen unter anderem auf deren elementare Oberflächenzusammensetzungen vor und nach Silikatisierung mittels *Cojet* untersucht worden. Der Prozentsatz an Si an der Oberfläche hat sich dabei je nach verwendetem Komposit auf das 1,5- bis 4-fache des Ursprungswertes gesteigert [44]. Demgegenüber stellen Rathke et. al keinen Unterschied in der Zusammensetzung von Kompositoberflächen, die entweder mit *Cojet* oder mit Alu-Oxid sandgestrahlt wurden, fest [43]. Es ist daher denkbar, dass sich der gesteigerte Si-Gehalt der Kompositoberfläche in der erstgenannten Studie durch eine Freilegung von Silikatfüllern erklären lässt. Diese Vermutung stützt sich auf zwei Beobachtungen. Zum einen war der gemessene prozentuale Anstieg an Si an der Oberfläche stark vom verwendeten Komposit abhängig. Zum anderen berichteten die Autoren, dass bedingt durch den Herstellungsprozess ihrer Proben, der Matrixanteil an der Oberfläche deutlich höher als im restlichen Komposit gelegen hat. So könnte also das erfolgte Abtragen eben jener äußeren Schicht die Messwerte erklären.

Eine Silanisierung führte in der Literatur mehrfach zu keiner signifikanten Erhöhung der Haftkraft [8, 10, 13, 32, 38]. Andere Studien kamen wiederum zu dem Ergebnis, dass das Aufbringen von Silan auf mechanisch konditioniertem Komposit die Haftkraft erhöht [18, 27, 30, 43]. Selbst ein umfassendes, wenn auch etwas älteres Literatur-Review aus dem Jahre 2004 kommt zu dem Ergebnis, dass keine einheitliche Studienlage vorliegt [37].

Daher muss man zusammenfassend feststellen, dass die Studienlage widersprüchlich und unübersichtlich ist. Des Weiteren kann man sagen, dass keine der genannten Studien die bessere Wirksamkeit des *Cojet/Silan*-Systems verglichen mit anderen mechanischen Konditionierungsverfahren zweifelsfrei belegen kann. Diejenigen Studien, die einen positiven Einfluss sehen, berücksichtigen die mechanische Komponente durch das Bestrahlen mit *Cojet*-Sand nicht. Wenn man nur die Silanisierung an sich betrachtet ist die Datenlage wie oben erwähnt ebenfalls widersprüchlich.

4.2 Einfluss der Sauerstoffinhibitionsschicht auf den inkrementellen Kompositverbund

Bei dem Legen einer Füllung werden die einzelnen Inkremente nacheinander polymerisiert. Die jeweils frisch hinzugefügte Kompositportion hat dabei Kontakt zum Luftsauerstoff. Dadurch entsteht eine oberflächliche Sauerstoffinhibitionsschicht, die erst auspolymerisiert, nachdem das darauffolgende Inkrement aufgebracht worden ist und somit kein Luftkontakt mehr besteht. Sauerstoff ist ein starker Inhibitor, indem er reaktive Radikale in Peroxy-Radikale verwandelt. Diese wiederum sind deutlich weniger reaktionsfreudig gegenüber Doppelbindungen. Das Resultat ist eine Verzögerung der Reaktionsgeschwindigkeit bis hin zu einem kompletten Abbruch der Polymerisation [14]. Das Korrelat dieses Prozesses ist die eben beschriebene Sauerstoffinhibitionsschicht, deren Dicke je nach verwendetem Komposit im Bereich von ca. 10 bis 20 μm liegt [50].

In der klinischen Praxis wird die Existenz einer Sauerstoffinhibitionsschicht als zwingend erachtet, wenn es darum geht inkrementelle Füllungen zu legen.

Diese Annahme wird durch Studien gestützt. Sie ergaben, dass die Zugfestigkeit bzw. Scherfestigkeit eines inkrementell aufgebauten Kompositblocks beim Vorhandensein von Sauerstoffinhibitionsschichten zwischen den Inkrementen höher liegt, als wenn diese Schichten fehlen [31, 55]. Die eben zitierte Studie von Truffier-Bountry et al. [55] hat sich zur Vermeidung der Sauerstoffinhibitionsschicht jedoch einer Glasplatte bedient und so auch die mechanische Oberflächenbeschaffenheit verändert.

Es existieren demgegenüber auch Untersuchungen, die im Hinblick auf die Zug- bzw. Scherfestigkeit des inkrementellen Kompositverbundes keine Unterschiede zwischen vorhandener oder fehlender Sauerstoffinhibitionsschicht sehen [14, 41, 45, 50, 52]. In den genannten Studien ist jeweils unter Sauerstoff- bzw. Stickstoff-Atmosphäre polymerisiert worden. Dies erscheint sinnvoll um, mikromechanische Einflüsse auf die Haftung auszuschließen und sich nur auf die Sauerstoffinhibition an sich zu konzentrieren [14].

Eliades und Caputo haben in einer Arbeit gezeigt, dass sich durch das Entfernen der Sauerstoffinhibitionsschicht mittels Aceton die interinkrementelle Komposithaftung sogar steigern lässt. Anders betrachtet sehen sie die Sauerstoffinhibitionsschicht als Inhomogenität im Kompositverbund an, die diesen als Ganzes schwächt [17]. Auch Suh et al. sprechen unter bestimmten Umständen von einer Schwächung des Kompositverbundes durch eine vorhandene Sauerstoffinhibitionsschicht. So deuten sie an, dass eine zu lange Polymerisation einzelner Inkremente zu einer Abnahme des Photoinitiators Campherchinon in der Sauerstoffinhibitionsschicht führt. Das wiederum hat zur Folge, dass nach Aufbringen und Polymerisieren des nächsten Inkrements die (ursprüngliche) Sauerstoffinhibitionsschicht nicht vollständig auspolymerisiert werden kann [52].

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die weit verbreitete Auffassung, eine Sauerstoffinhibitionsschicht sei unerlässlich für den interinkrementellen Kompositverbund, nicht mehr haltbar ist. Vielmehr scheint die Zeit, welche zwischen der Polymerisation zweier Inkremente vergeht, ausschlaggebend für deren Haftung zu sein [14, 43]. So hat sich gezeigt, dass man innerhalb einer

14-tägigen Zeitspanne an Komposite ohne Sauerstoffinhibitionsschicht inkrementell anpolymerisieren kann. Nach dieser Zeit lässt die Haftung des angebrachten Inkrements allerdings signifikant nach [14]. Eine weitere Arbeit stützt diese These. Hier wurden bei Kompositproben, an die nach nur 24h Wasserverlagerung anpolymerisiert wurde, keine Vorteile einer mechanischen Oberflächenbehandlung gesehen. Die Autoren erklären sich diese Beobachtung ebenfalls durch eine chemische Restaktivität der Matrix [9].

4.3 In vitro Alterung von Kompositen

Die Alterung von Komposit unter Laborbedingungen dient dem Zweck, die in der Mundhöhle stattfindende, sich über Jahre erstreckende [34] Materialbelastung unter Versuchsbedingungen nachzuempfinden. Das dort herrschende feuchte Milieu führt zu einer Sättigung des Komposits mit Wasser, weiterhin endet nach einiger Zeit die radikalische Aktivität der Matrix [22, 36, 54]. Neben der genannten Wasseraufnahme spielt zudem die Hydrolyse des Matrix-Füller-Interfaces eine entscheidende Rolle bei der Alterung von Kompositen [53]. Auch werden Matrixbestandteile insbesondere zu Beginn der Lagerung eines Komposits in Wasser ausgewaschen [20, 22]. Jedoch steigt während der Lagerung die Konversionsrate des Komposits an [22], was als positiver Einfluss auf die werkstoffkundlichen Eigenschaften des Materials zu sehen ist.

Verschiedenste Verfahren werden herangezogen, um Kompositproben für wissenschaftliche Versuche zu altern. Die verwendeten Lagermedien sind Luft [14], destilliertes Wasser [7, 9, 18, 19, 22, 36, 44, 54], Salzlösungen [12, 42, 43] oder Zitronensäure [44]. Das am häufigsten verwendete Medium ist destilliertes Wasser. Die Alterungsdauer reicht von einem Tag [9, 43], einer Woche [12, 44], 30 Tagen [18, 36, 42] über 8 Wochen [7] bis zu einem halben Jahr [43, 44].

Manche Studien verwenden einen Thermocycler [10, 34, 40, 44], um die thermische Wechselbelastung, der die Komposite in der Mundhöhle ausgesetzt sind, nachzubilden. Andere Autoren benutzen Wärmeschränke bei 37°C [7, 9, 12, 18, 42, 43, 54] bzw. 60°C [36]. Auch Spezialvorrichtungen anderer Fachgebiete werden zweckentfremdet, so beispielsweise ein Wettersimulationsge-

rät, welches das Komposit auf unterschiedliche Arten (UV-Strahlung, Temperaturerhöhung, Wasserberieselung) altert [58]. Auch eine kombinierte Druck- und Hitzeapplikation [35] oder Kochen in Wasser [25, 54] sind in der Literatur dokumentiert.

Anhand dieser Daten ist ersichtlich, dass es kein einheitliches Protokoll für die Alterung von Kompositen zu Versuchszwecken gibt [54]. Es kann allerdings geschlussfolgert werden, dass die Lagerung in destilliertem Wasser im Wärmeschrank bei 37°C die am weitesten verbreitete Methode ist, wenngleich die Verwendung eines Thermocyclers effektiver zu sein scheint [39, 45].

4.4 Konversionsrate von Kompositen und ihre Messung

Die Konversionsrate ist ein Maß für die durch Polymerisation umgesetzten Doppelbindungen in einem Komposit. Es muss hier betont werden, dass die Anzahl verbliebener, freier Doppelbindungen nicht mit der Anzahl übriger Monomere gleichzusetzen ist. Dies erklärt sich durch die Verwendung von multifunktionellen Monomeren [16].

Bei der Entwicklung dentaler Komposite versucht man in aller Regel eine möglichst vollständige Umsetzung der Doppelbindungen zu erreichen, was zu erstrebenswerten mechanischen Eigenschaften führt. Die ideale Konversionsrate von 100% ist in der Praxis allerdings nicht zu erreichen [11]. Daher ist es wichtig, auf eine verlässliche Messmethode zur Bestimmung des Konversionsgrades zurückgreifen zu können. Grundsätzlich lässt sich die Konversionsrate sowohl indirekt als auch direkt messen. Die indirekte Messung stützt sich auf Veränderungen der mechanischen Eigenschaften eines Komposits, über die dann Rückschlüsse auf die Konversionsrate gezogen werden [4, 28]. Im Folgenden soll jedoch nur auf Verfahren eingegangen werden, die es ermöglichen, die Konversionsrate direkt zu messen. Solche Messungen der Konversionsrate von Kompositen können auf unterschiedliche Weise erfolgen. Eine Möglichkeit ist die Verwendung eines Raman-Spektrometers [40, 55], eine weiter verbreitete ist die Messung mittels eines Fourier-Transformations-Infrarot-Spektrometers (FTIR) [4, 5, 11, 16, 24, 28, 31, 47].

Messungen mit Hilfe des FTIR-Spektrometers

Beim FTIR-Verfahren bedienen sich manche Autoren einer Transmissionsmessung [21], bei dem die zu messende Probe durchstrahlt wird. Eine andere Möglichkeit ist die Verwendung der sogenannten Attenuated Total Reflection Technik, kurz ATR genannt, welche in vielen Studien Verwendung findet [4, 5, 11, 16, 47, 52] und auf einer abgeschwächten Reflektion an der Probenoberfläche beruht.

Interessant ist bei der Bestimmung der Konversionsrate das Absorptionsmaximum (Peak) der aliphatischen Kohlenstoffdoppelbindung bei ca. 1639 cm^{-1} . Dieses entspricht der Menge an freien, nicht polymerisierten Kohlenstoffdoppelbindungen [48]. Vergleicht man nun eine Absorptionsmessung von unpolymerisiertem mit einer von polymerisiertem Komposit, so kann man daraus die prozentuale Abnahme der Doppelbindungen errechnen [21].

Dies setzt allerdings voraus, dass beide Messungen unter exakt gleichen Rahmenbedingungen stattgefunden haben. Um diesen möglichen Ungenauigkeitsfaktor auszuschließen, kann man einen Absorptionspeak, welcher sowohl im unpolymerisierten als auch im polymerisierten Komposit unverändert bleibt, zur Kalibration verwenden [47]. Hierfür werden von verschiedenen Autoren der Peak der Carbonylgruppe (ca. 1715 cm^{-1}) [4, 11], der Peak der Amidgruppe (ca. 1537 cm^{-1}) [24] oder der Peak der aromatischen Kohlenstoffdoppelbindung (ca. 1610 cm^{-1}) [5, 11, 16, 19, 22, 47, 48] genutzt. Letztgenannter Peak dient in der überwiegenden Mehrheit der Fälle als Referenz, eine aktuelle Studie empfiehlt dieses Vorgehen [11]. Eine ältere Studie ist jedoch bei der Verwendung des Amidpeaks bei 1537 cm^{-1} zu besseren Ergebnissen gekommen [24]. Auch muss beachtet werden, dass bei Kompositen, deren Monomere größtenteils keine Aromatischen Ringe beinhalten (z.B. bei sehr hohem TEGDMA-Anteil), der Peak der Carbonylgruppe bei ca. 1715 cm^{-1} anstatt des Peaks der aromatischen Kohlenstoffdoppelbindung bei 1610 cm^{-1} verwendet werden sollte [4, 11].

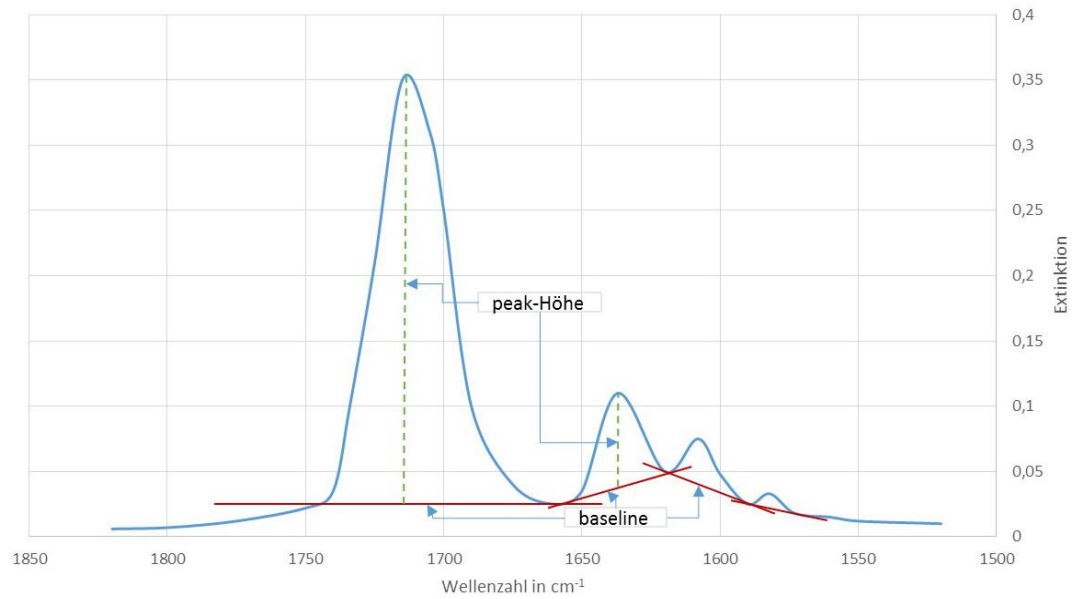


Abb. 1 Darstellung von Peak-Höhe und Baseline an einem idealisierten Absorptionsspektrum eines Komposites

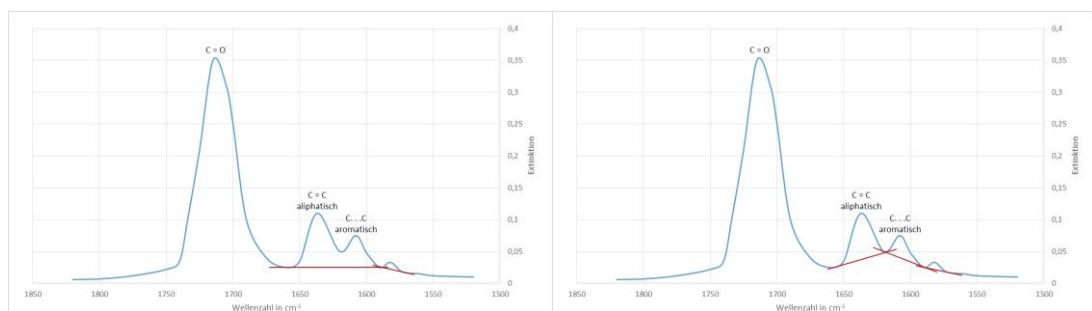


Abb. 2 von Rueggberg et al. präferierte baseline-Methode

Abb. 3 von Collares et al. präferierte baseline-Methode

Obwohl das FTIR-Verfahren sehr häufig in Studien zum Gebrauch kommt, um Konversionsraten von Kompositen zu messen, ist kaum etwas über die jeweils verwendeten Verfahren bei der Auswertung der Spektren dokumentiert. Eine grundsätzliche Schwierigkeit ist dabei die Frage, wie die Peak-Höhe zu messen ist. Hier ist vor allem von Interesse, wo die Baseline liegt, auf deren Basis der jeweilige Peak gemessen wird (Abb. 1).

Rueggberg et al. haben 10 verschiedene Methoden verglichen und sind zu dem Ergebnis gekommen, dass der Peak der aliphatischen und der der aromatischen Kohlenstoffdoppelbindung verbunden werden sollten [47] (Abb. 2).

In einer bereits weiter oben zitierten, neueren Studie kommen die Autoren zu dem Schluss, dass die eben genannten Peaks getrennt auszuwerten sind [11] (Abb. 3, Seite 17).

Bei der Berechnung der Konversionsrate mittels Referenzpeak herrscht Einheitlichkeit unter vielen Studien. Wie erwähnt wird meist der Peak der aromatischen Kohlenstoffdoppelbindung zur Kalibrierung und der Peak der aliphatischen Kohlenstoffdoppelbindung als Messvariable verwendet [4, 5, 16, 19, 21, 23].

Aus den eben dargestellten Überlegungen ergibt sich folgende Gleichung [21]:

$$\text{Restdoppelbindungsgehalt} = \frac{[\text{Abs}(C = C) / \text{Abs}(C \dots C)]_{\text{polymer}}}{[\text{Abs}(C = C) / \text{Abs}(C \dots C)]_{\text{monomer}}} \quad (1)$$

Hierbei steht $(C = C)$ für die aliphatische, $(C \dots C)$ für die aromatische Kohlenstoffdoppelbindung und *Abs* für Absorption.

Anhand der berechneten Abnahme der freien Doppelbindungen lässt sich dann durch Subtraktion von 100% die Konversionsrate berechnen [21]. Es ergibt sich folgende Formel:

$$\text{Konversionsrate} = 1 - \frac{\text{Abs}(C = C)_{\text{pol.}} * \text{Abs}(C \dots C)_{\text{mon.}}}{\text{Abs}(C = C)_{\text{mon.}} * \text{Abs}(C \dots C)_{\text{pol.}}} \quad (2)$$

Wobei *mon.* für die Messung von unpolymerisiertem (vgl. Monomer) und *pol.* für die Messung von polymerisiertem Komposit steht.

5 Fragestellung

Vorliegende Arbeit untersucht unterschiedliche Möglichkeiten der Oberflächenkonditionierung von gelagertem Komposit mit dem Ziel neues Komposit anzutragen. Der Fokus liegt hierbei darauf, praktisch anwendbare Vorgehensweisen für die Füllungsreparatur zu erarbeiten. Hierzu werden unterschiedliche Haftvermittler, mechanische und chemische Konditionierungsmaßnahmen von gealtertem Komposit untersucht. Deren Wirksamkeit wird anhand eines Zugversuchs ermittelt. Weiterhin werden die einzelnen Proben auf ein adhäsives, kohäsives und adhäsiv-kohäsives Versagensmuster hin untersucht. Die an die Klinik angelehnte Herstellung und Behandlung der Kompositproben soll hierbei eine leichte Übertragbarkeit der Ergebnisse in die Praxis ermöglichen.

6 Material und Methode

6.1 Verwendetes Komposit

Für den gesamten Versuch wurde als Probenmaterial *GrandioSO* (VOCO, Cuxhaven, Deutschland) verwendet (Tab. 1). Es ist der Klasse der Nano-Hybrid Komposite zuzuordnen und enthält sowohl Nano- als auch Mikrofüller. Als Indikationen nennt der Hersteller unter anderem Füllungen der Klassen I bis V und Komposit-Inlays [57].

Füllkörper	Glaskeramikfüllkörper der Größe 1µm, funktionalisierte Siliziumdioxid Nanopartikel der Größe 20 – 40 nm, Farbpigmente (Eisenoxid, Titandioxid)
Organische Matrix	BisGMA, BisEMA, TEGDMA
Füllkörpergehalt	89 Gew.%, 73 Vol.%

Tab. 1 Informationen zu dem im gesamten Versuch verwendeten Komposit [57]

6.2 Probenherstellung

Die Proben aus Komposit benötigten eine längliche Quaderform mit einem Querschnitt von 3 x 3 mm. Dies ergab sich aus dem Aufbau für den Zugversuch, der später beschrieben wird. Die Probenformen mussten einerseits eine Herstellung der Komposit-Stäbchen an sich erlauben. Andererseits mussten sie es ermöglichen, in einem zweiten Schritt jeweils ein weiteres auf das bereits hergestellte Stäbchen um 90° gedreht aufzumodellieren. Das Ziel der Probenherstellung war es, kreuzförmige Proben zu erhalten. Dies wurde durch ineinandersteckbare *Delrin*-Formen realisiert, die in einen Stahl-Formenhalter eingespannt wurden (Abb. 5, Seite 21). Die *Delrin*-Teile wurden zur besseren Entformbarkeit der Proben L-förmig gestaltet (Abb. 4, Seite 21).

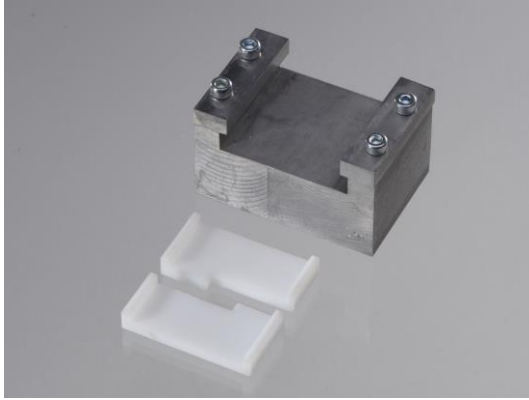


Abb. 4 Probenform in Einzelteilen

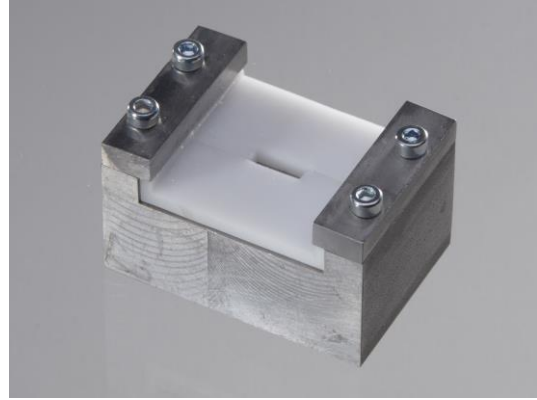


Abb. 5 Probenform montiert

Zuerst wurden Stäbchen der Kompositfarbe A4 hergestellt. Dazu wurde auf den Probenhalter aus Stahl zuerst eine Isolierfolie (Platzhalterfolie, Scheu-Dental, Iserlohn, Deutschland) aufgelegt. Anschließend wurden die Delrin-Probenformen in die Apparatur eingeschoben und mit 4 Inbusschrauben fixiert (Abb. 5). Das Kompositmaterial wurde mit einem Heidemannspatel in die Form eingebracht, minimal überstopft und mit einer weiteren Isolierfolie abgedeckt. Nach abschließendem Planpressen des Komposits mit einer transparenten PMMA-Platte wurde das Stäbchen mit einer Polymerisationslampe (Elipar Tri-light, 3M Espe, Seefeld, Deutschland) bei 800 mW/cm^2 für 40 s auspolymerisiert. Durch diese Vorgehensweise entstand auf keiner Fläche des Kompositstäbchens eine Sauerstoffinhibitionsschicht.

Um die Proben leichter entnehmen zu können, wurden die Formen nach jeweils ca. 5 hergestellten Stäbchen mit einem Isolierstift (SIGNUM insulating pen II, Heraeus Kulzer, Hanau, Deutschland) behandelt und vor der Weiterverwendung 2 Minuten trocknen lassen. Nach Entnahme der Kompositproben wurden diese in dem Lichthärteofen (Unilux AC, Kulzer, Wehrheim, Deutschland) für weitere 5 Minuten fotopolymerisiert. Anschließend wurden sie für 30 Tage in einem Wärmeschrank (Mettler B80, Memmert, Schwabach, Deutschland) bei 37°C in destilliertem Wasser gelagert. Dieses wurde einmal wöchentlich ausgewechselt.

6.3 Beschleifen der gelagerten Proben

Die nun gelagerten Kompositstäbchen hatten durch das weiter oben erwähnte leichte Überstopfen nicht exakt die geforderten 3 x 3 mm Querschnitt. Sie maßen in der Höhe nicht 3,0 mm, sondern zwischen 3,2 mm und 3,3 mm. Die Stäbchen wurden nun auf einer Fläche beschliffen, um wie ein Zahnarzt bei der Reparatur einer Füllung vorzugehen. Um hierbei reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, wurde eine Winkelstück-Parallelschleifvorrichtung verwendet (Abb. 6). Alle Stäbchen wurden um 0,3 mm reduziert, es wurde jeweils die überstopfte oder deren gegenüberliegende Seite beschliffen, sodass Stäbchen der Maße 3 x 3 x 9,5 mm entstanden. Diese wurden in Gruppen zu je 20 Stück aufgeteilt und auf unterschiedliche Arten konditioniert. Eine Probengruppe stellte eine Ausnahme zum genannten Vorgehen dar, hier wurde anstatt des Rotring- ein Blauring-Diamant verwendet.



Abb. 6 Winkelstück-Parallelschleifvorrichtung

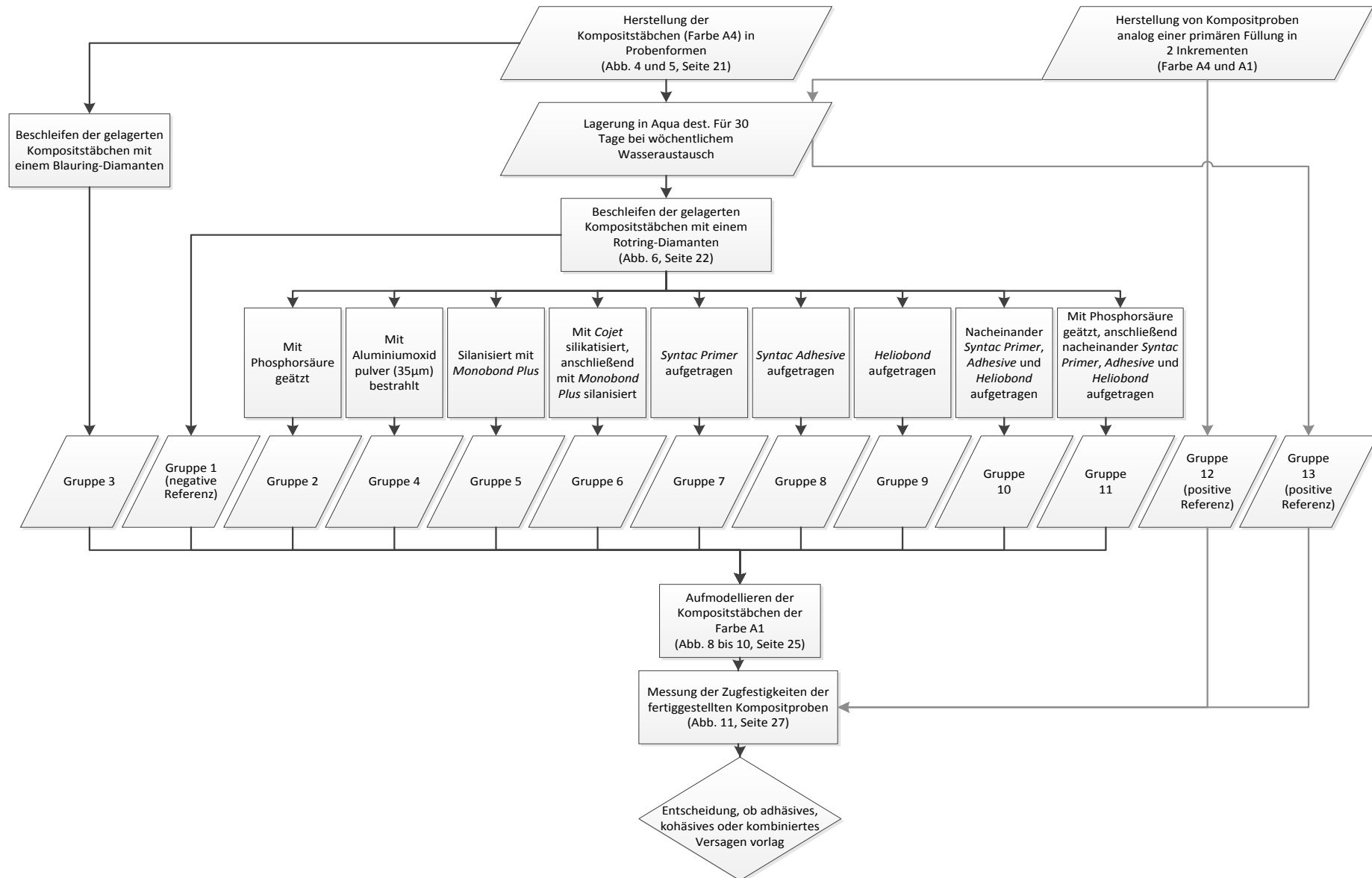


Abb. 7 Flussdiagramm zur Darstellung des Hauptversuches und der Versuchsgruppeneinteilung

6.4 Die unterschiedlichen Versuchsgruppen

Die verschiedenen Gruppen zu je 20 Stäbchen wurden nun auf der bereits beschliffenen Seite mit Ausnahme der Gruppen 1 und 3 weiter behandelt (Abb. 7, Seite 23). Zur besseren Übersichtlichkeit der Versuchsgruppen und deren Oberflächenkonditionierungen sind diese in einem Flussdiagramm dargestellt (Abb. 7, Seite 23).

Zum Ätzen wurde ein 40%iges Phosphorsäuregel (Henry Schein, Melville, NY 11747, USA) verwendet und dieses nach 15 s Einwirkdauer mit Wasserspray von der jeweiligen Probe entfernt. Sowohl das Aluminiumoxidpulver aus auch der *Cojet*TM Sand wurden mit 2,8 bar Druck aus einer Entfernung von ca. 10 mm aufgebracht. Die Silanlösung *Monobond Plus* (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) wurde mittels Microbrush (Henry Schein) dünn auf die Proben appliziert und nach 60 s Einwirkzeit mit dem Luftpuster einer zahnärztlichen Einheit verblasen. Die Komponenten des *Syntac*-Systems (Ivoclar Vivadent) wurden ebenfalls mit einem Microbrush aufgebracht. *Syntac Primer* wurde nach 10 s, *Syntac Adhesive* nach 15 s Einwirkzeit und *Heliobond* direkt nach dem Aufbringen verblasen. *Helibond* wurde zusätzlich für 20 s bei 800 mW/cm² photopolymerisiert (Elipar Trilight).

6.5 Aufmodellieren der Stäbchen

Die wie oben beschrieben konditionierten Kompositstäbchen wurden mit der konditionierten Seite nach oben wieder in die Probenform gelegt, in der sie hergestellt worden waren. Anschließend wurde darüber eine zweite, ebenfalls zweiteilige Delrinform gelegt (Abb. 8, Seite 25) und mittels Stahlrahmen und 4 Inbusschrauben auf dem Probenhalter fixiert (Abb. 9, Seite 25). Dieser Aufbau ermöglichte nun eine Probenherstellung analog zu oben mit dem Unterschied, dass nun Komposit um 90° gedreht und auf das eingelegte Stäbchen aufmodelliert werden konnte. Des Weiteren wurde nun Material der Farbe A1 verwendet, um bei den folgenden Zugversuchen leichter beurteilen zu können, ob jeweils ein adhäsives oder ein kohäsives Versagen des Interfaces vorlag. Die Fotopolymerisation erfolgte analog zum ersten Schritt für 40 s bei 800 mW/cm² (Elipar Trilight). Ebenso schloss sich eine Polymerisation im Lichtofen (Unilux AC) für 5 Minuten an. Die Probenherstellung war zu diesem Zeitpunkt also

abgeschlossen. Das Resultat waren Kompositkreuze, die aus zwei Kompositstäbchen der Farben A1 bzw. A4 bestanden (Abb. 10).



Abb. 8 Probenform für die Kompositkreuz-Herstellung in Einzelteilen

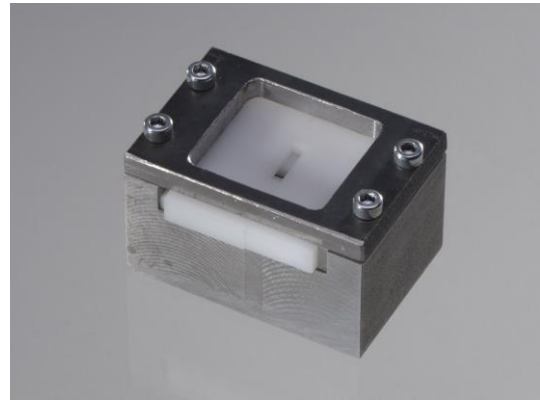


Abb. 9 Probenform für die Kompositkreuz-Herstellung montiert

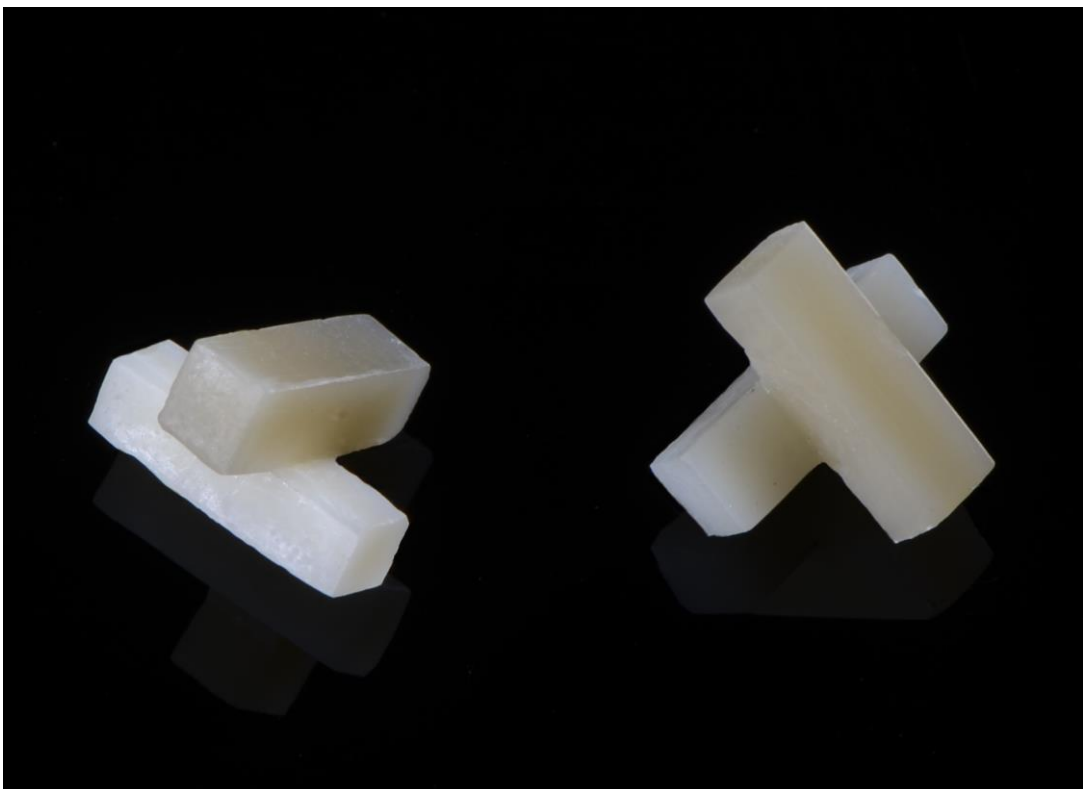


Abb. 10 Fertiggestellte Kompositproben

6.6 Positive und negative Referenzgruppen

An dieser Stelle muss kurz auf die Proben, welche als positive bzw. negative Referenz bei der Auswertung dienen, eingegangen werden. Als negative Referenz diente die Gruppe, deren gelagerte A4-Stäbchen ausschließlich durch Beschleifen mit einem Rotring-Diamanten konditioniert wurden (Gruppe 1).

Als positive Referenz wurde eine Probengruppe erstellt, deren A4-Stäbchen im Gegensatz zu den anderen Gruppen eine Sauerstoffinhibitionsschicht aufwiesen. Dies wurde dadurch erreicht, dass bei der Herstellung von 40 A4-Stäbchen auf eine Abdeckung mit einer Isolationsfolie auf der Oberseite verzichtet und das Kompositmaterial lediglich möglichst plan mit dem Heidemann-Spatel in die Probenform eingebracht wurde. Diese Stäbchen wurden nicht wassergelagert, sondern direkt nach der Herstellung die A1-farbenen Stäbchen auf die Fläche mit der Sauerstoffinhibitionsschicht modelliert und die Kreuze im Lichtofen (Unilux AC) für 5 Minuten fotopolymerisiert. Bei diesen Proben ging man also vor als würde man als Zahnarzt eine Füllung mit 2 Inkrementen legen. Die Hälfte dieser 40 Kreuze wurde nun als Versuchsgruppe 12 festgelegt. Die restlichen 20 wurden anschließend für 30 Tage in destilliertem Wasser gelagert und gingen als Gruppe 13 in die Auswertung ein.

6.7 Zugversuche

Der bei den Zugversuchen verwendete Aufbau wurde von Lohbauer et al. übernommen. Er ermöglicht es, jegliche Scherbelastung der Proben zu eliminieren und damit eine reine Zugprüfung durchzuführen [33].

Die Zugfestigkeit jeder Probe wurde mit Hilfe einer Zugprüfmaschine (Z25/TN1, Zwick-Roell, Ulm, Deutschland) ermittelt. Ein Stäbchen der Probe wurde dabei im unten befindlichen Probenhalter fixiert. Dieser bestand aus 2 Stahl-Klemmbacken, die durch einen Spindeltrieb geschlossen werden konnten (Abb. 11, Seite 27). Weiterhin wurden die Klemmflächen mit einem Geweberücken-Schleifpapier Körnung 320 (Klingspor, Haiger, Deutschland) beklebt, um die Probe auch bei moderaten Klemmkraften sicher fixieren zu können. Das zweite Stäbchen der Probe wurde an beiden Enden in eine Schlaufe

bestehend aus geflochtenem, hochstifem Angelseil (Dyneema SK75, Koninklijke DSM, Heerlen, Niederlande) geföhrt. Dieses Angelseil war über eine Umlenkrolle an der Kraftmessdose der Zugprüfmaschine fixiert (Abb. 11). Durch diese Umlenkrolle wurde sichergestellt, dass beide Enden des oberen Kompositstübchens mit der gleichen Zugkraft belastet wurden. Daraus ergab sich, dass das Interface zwischen beiden Stübchen genau lotrecht belastet wurde.

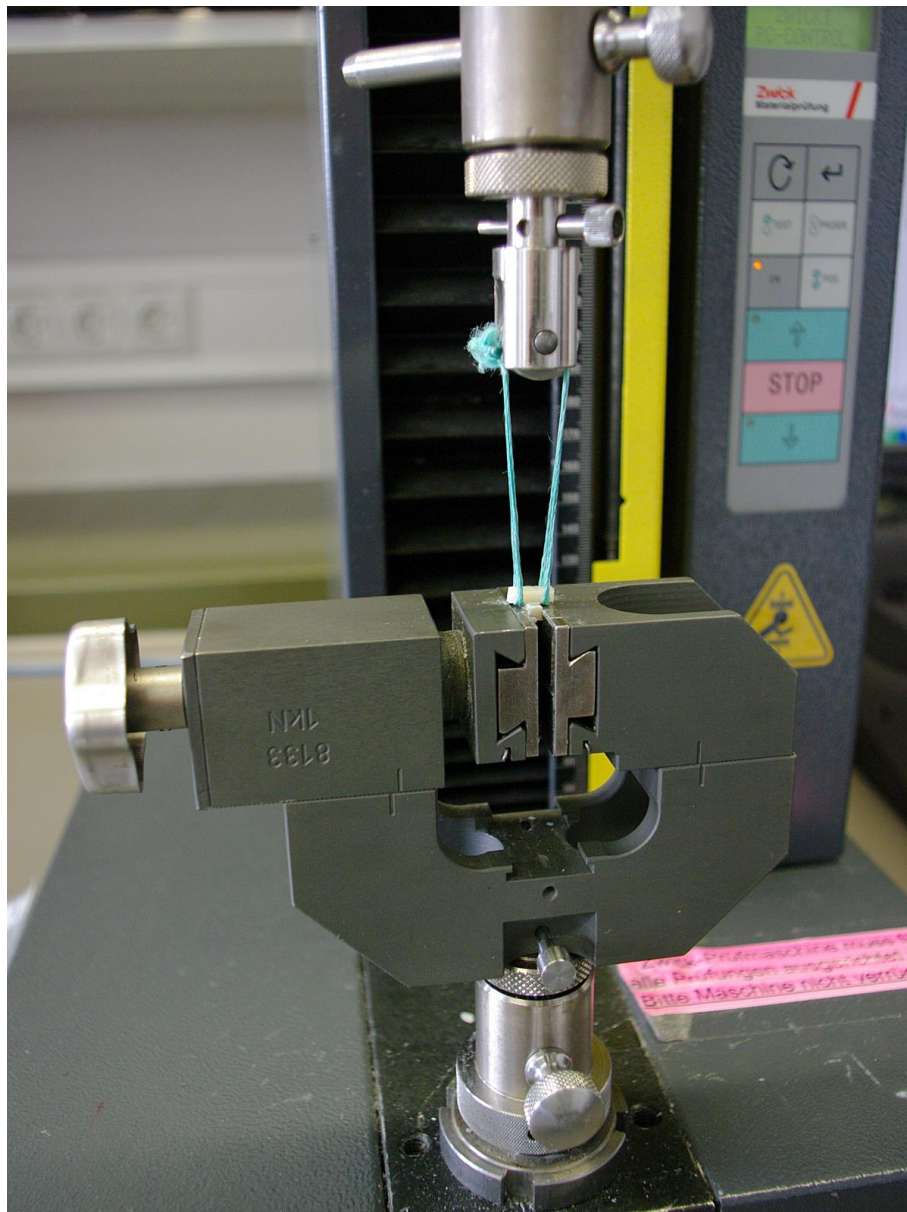


Abb. 11 Versuchsaufbau für die Zugprüfung

Bei der Zugprüfung wurde die Probe zuerst mit einer Vorkraft von 2 N und einer Geschwindigkeit von 5 mm/min belastet, um die Zeit, bis das Angelseil gespannt war, zu verkürzen. Sobald die Vorkraft von 2 N erreicht war, erfolgte automatisch eine Verringerung der Prüfgeschwindigkeit auf 1 mm/min und die Messung wurde bis zum Versagen der Probe und damit dem Erreichen der Zugfestigkeit fortgeführt. Als Kraftabschaltsschwelle für die Messung wurde 50% der bereits erreichten Maximalkraft gewählt.

Bedingt durch den Aufbau des Probenhalters wurde das Stäbchen, welches am Angelseil befestigt war, bei Erreichen der Zugfestigkeit der Halterung geschleudert. Daher wurde an der Zugprüfmaschine eine Abdeckung aus einer weichen Transparentfolie installiert, um die Probenteile auffangen und weiter untersuchen zu können.

6.8 Nachuntersuchung der geprüften Proben im Lichtmikroskop

Die Probenfragmente wurden im Lichtmikroskop (Stemi SV 6, Zeiss, Göttingen, Deutschland) darauf untersucht, ob ein adhäsives Versagen der Grenzfläche, ein kohäsives Versagen oder eine Mischung aus beidem vorlag. Dabei wurde auch die Bruchfläche auf mögliche große Blasen oder andere Materialfehler kontrolliert; solche Proben wurden aussortiert.

6.9 Oberflächenprofilometrische Untersuchungen

Für die Untersuchung der Rauheit im Oberflächenprofilometer wurden 15 gelagerte Kompositstäbchen in 5 Gruppen zu je 3 Stück vorbereitet. Die Konditionierung entsprach jeweils den Gruppen 1 bis 4 des Hauptversuchs und einer zusätzlichen Gruppe, die nach dem Beschleifen mit einem Rotring-Diamanten mit *Cojet*-Sand bestrahlt wurde (keine Silanapplikation). Jede der 15 Proben wurde nun an 4 Stellen auf einer Fläche von 1 x 1 mm² auf einem kontaktlosen Oberflächenprofilometer (CT100, cyberscanTECHNOLOGIES, Ingolstadt, Deutschland) mittels konfokalem Weißlichtsensor untersucht. Die laterale Schrittweite der Messung betrug 10 µm, die Auflösung des Sensorkopfes 0,01 µm.

Die so entstandenen quadratischen Oberflächenprofile wurden mit der Software Scan Suite 8 (cyberscanTECHNOLOGIES) ausgewertet. Hierbei wurden wie oben erwähnt 4 Areale pro Probe analysiert, sodass pro Versuchsgruppe 12 Messwerte entstanden. Es wurden jeweils die mittlere Rauheit R_a und die gemittelte Rautiefe R_z bestimmt.

6.10 FTIR Untersuchungen

Um die Auswirkungen der Wasserlagerung auf die Konversionsrate des Komposits zu untersuchen, wurden je 10 gelagerte und ungelagerte Stäbchen verglichen. Die ersteren wurden, wie weiter oben beschrieben, für 30 Tage in destilliertem Wasser gelagert. Letztere wurden ca. 16 h vor der Messung hergestellt.

Sowohl gelagerte als auch ungelagerte Proben mussten für die Untersuchung im FTIR vorbereitet werden. Hierzu wurden sie auf Nassschleifpapier um 0,3 mm reduziert, um den Proben des Zugversuchs entsprechend vorzugehen. Weiterhin wurde die Kompositoberfläche immer feiner bis zur Abschlusskörnung von FEPA P 4000 poliert, um eine saubere Reflexion im ATR-Einsatz des FTIR zu gewährleisten. Anschließend wurden die Proben mit Wasserspray gesäubert und mit dem Luftpuster getrocknet.

Die eigentliche Messung folgte im FTIR-Gerät (Impact 420, Nicolet Instruments, Madison, WI, USA) unter Verwendung eines ATR-Einsatzes (Dura-Sampl/R II, SensIR Technologies, Danbury, CT, USA). Vor dem Einspannen der Probe wurde zur Vermeidung einer Luftschicht zwischen ATR-Einsatz und Komposit ein Spezialöl (Nujol, Speacac, Slough, UK) aufgetragen. Unpolymerisiertes Komposit wurde ebenfalls gemessen, um bei der Berechnung der Konversionsrate einen Parameter für die Kalibrierung zur Verfügung zu haben. Es wurde analog zu den polymerisierten Proben mit Nujol (Speacac) auf den ATR-Einsatz aufgebracht und mit einer aufliegenden Glasplatte eingespannt. Das Spektrum wurde im Bereich von 4000 bis 660 cm^{-1} aufgezeichnet, für jede Probe wurde die Messung 64-mal durchgeführt.

Bei der grafischen Auswertung wurde die Baseline-Methode nach Collares [11] verwendet, um die entsprechenden Peaks zu bestimmen (Abb 3,

Seite 17). Der Peak der aliphatischen Kohlenstoffdoppelbindung bei ca. 1637 cm^{-1} korreliert mit den freien Doppelbindungen und wurde daher als Messgröße verwendet. Zur Kalibration der Messung wurde der Peak der aromatischen Kohlenstoffdoppelbindung bei ca. 1608 cm^{-1} verwendet, der bei Messungen unpolymerisierter und polymerisierter Proben konstant bleibt. Die Berechnung der jeweiligen Konversionsrate erfolgte anhand einer bereits erwähnten Formel (Nr. 2, Seite 18).

6.11 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen

Für die Untersuchung im Rasterelektronenmikroskop (REM) wurden jeweils 3 analog der Versuchsgruppen 1 bis 4 vorbehandelte Komposit-Stäbchen untersucht. Zusätzlich wurden noch 3 Proben hergestellt, deren Oberfläche nach dem Beschleifen mit einem Rotring-Diamanten mit *Cojet* sandgestrahlt wurde. Es wurden also Oberflächen nach den eben genannten unterschiedlichen Konditionierungsschritten betrachtet und keine fraktografischen Bilder erstellt. Die fraktografische Auswertung erfolgte, wie bereits oben erwähnt, im Lichtmikroskop.

Alle Proben wurden nach dem jeweiligen Konditionieren im Ultraschallbad in destilliertem Wasser für 3 min gereinigt, auf Aluminiumträger fixiert und im Sputtergerät SCD 050 (BAL-TEC SCD 050, BAL-TEC AG, Balzers, Liechtenstein) mit Gold beschichtet. Anschließend wurden die Aufnahmen in einem Rasterelektronenmikroskop (ISI-SR-50, Akashi Seisakusho, Tokio, Japan) erstellt.

6.12 Statistik

Zur Auswertung der erhobenen Messwerte wurde die Software *IBM SPSS Statistics 21* (IBM, Armonk, NY, USA) verwendet. Hierbei wurden im ersten Schritt mittels eines *Kolmogorov-Smirnov*-Anpassungstests alle Messwerte der einzelnen Versuchsgruppen auf deren Normalverteilung hin untersucht. Unter Berücksichtigung der extremsten Differenzen innerhalb der Gruppen und des Signifikanzniveaus ($p < 0,05$) konnte eine Normalverteilung der Messwerte nicht widerlegt werden. Die Messwerte waren im Hauptversuch unabhängig

voneinander erhoben worden, somit waren die Voraussetzungen für eine ein-faktorielle Varianzanalyse (ANOVA) gegeben. Diese zeigte auf hochsignifikan-tem Niveau, dass es Unterschiede zwischen den Mittelwerten der unterschied-lichen Gruppen gab. Abschließend wurden die Versuchsgruppen in einem Post-Hoc-Test (*Student-Newman-Keuls-Test*) in homogene Untergruppen ge-gliedert.

7 Ergebnisse

7.1 Ergebnisse der Zugversuche

Die in den Zugversuchen ermittelten Zugfestigkeiten und Standardabweichungen sind in dem folgenden Diagramm dargestellt (Abb. 12).

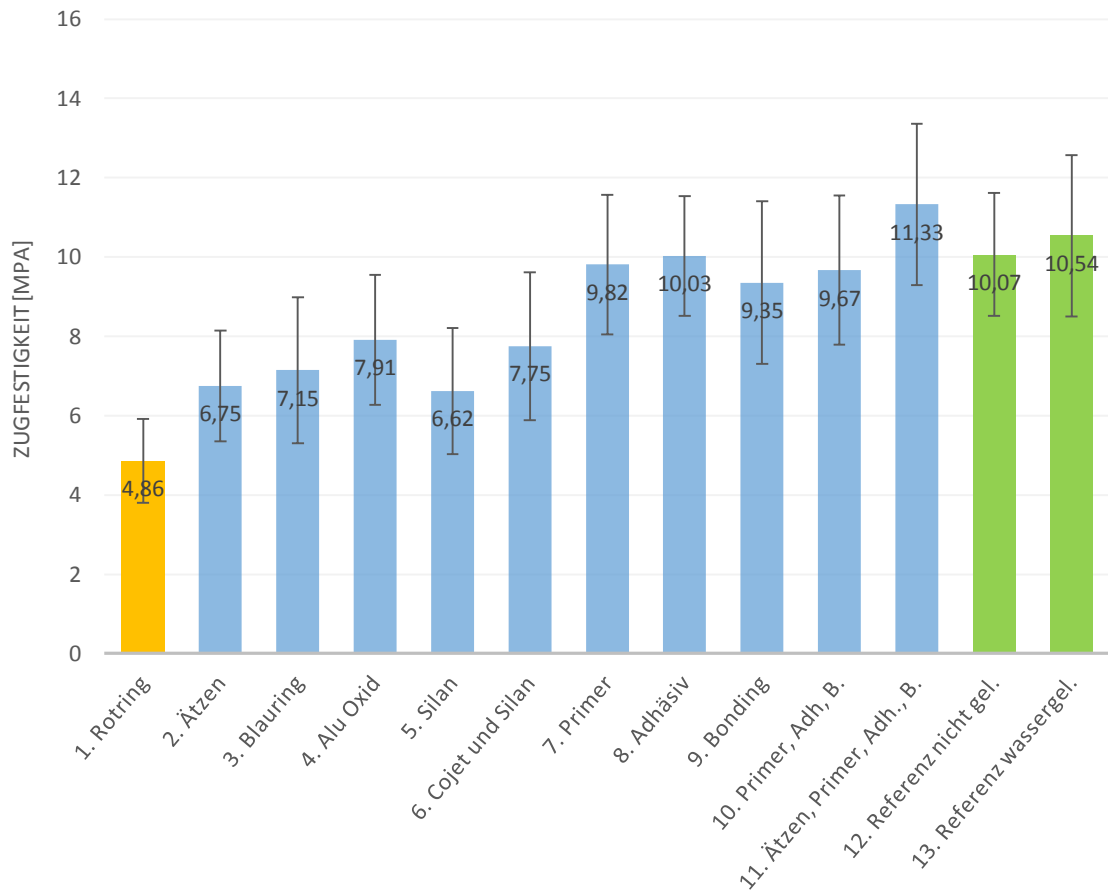


Abb. 12 Mittlere gemessene Zugfestigkeiten – die negative (orange) und die positiven (grün) Referenzgruppen sind farblich gekennzeichnet

Gruppe 1, die gleichzeitig auch als negative Referenz dient, zeigt eine signifikant ($p < 0,05$) geringere Zugfestigkeit als alle anderen Gruppen (Tab. 2, Seite 33). 5 Gruppen unterscheiden sich nicht signifikant ($p > 0,05$) von den beiden positiven Referenzgruppen. Es sind diejenigen 5 Gruppen, bei denen ein Bonding/Adhäsiv zum Einsatz gekommen ist.

Gruppennummer	Mittlere Zugfestigkeit in MPa	Gruppen- index
1. Rotring	4,86 ± 1,06	a
2. Ätzen	6,75 ± 1,40	b
3. Blauring	7,15 ± 1,85	b
4. Alu Oxid	7,91 ± 1,64	b
5. Silan	6,62 ± 1,59	b
6. <i>Cojet</i> und Silan	7,75 ± 1,87	b
7. Primer	9,82 ± 1,76	c, d
8. Adhäsiv	10,03 ± 1,51	c, d
9. Bonding	9,35 ± 2,05	c
10. Primer, Adh., Bonding	9,67 ± 1,88	c, d
11. Ätzen, Primer, Adh., Bonding	11,33 ± 2,03	d
12. Referenz nicht gelagert	10,07 ± 1,54	c, d
13. Referenz wassergelagert	10,54 ± 2,04	c, d

Tab. 2 Mittlere Zugfestigkeiten der unterschiedlichen Versuchsgruppen.

Die Indices kennzeichnen jeweils durch den Post-Hoc-Test ermittelte homogene Gruppen, deren Werte sich nicht signifikant voneinander unterscheiden.

Untersuchung auf Art des Versagens

Die im Lichtmikroskop untersuchten Bruchflächen gaben Aufschluss über die Art des Probenversagens (Abb.13, Seite 34). Außer bei den beiden Referenzgruppen ist es in keiner Gruppe zu einem rein kohäsiven Versagen einer Probe gekommen. Die überwiegende Mehrheit aller Proben hat rein adhäsiv versagt, wobei nur Gruppe 11 ein gehäuftes adhäsiv/kohäsives Versagemuster gezeigt hat.

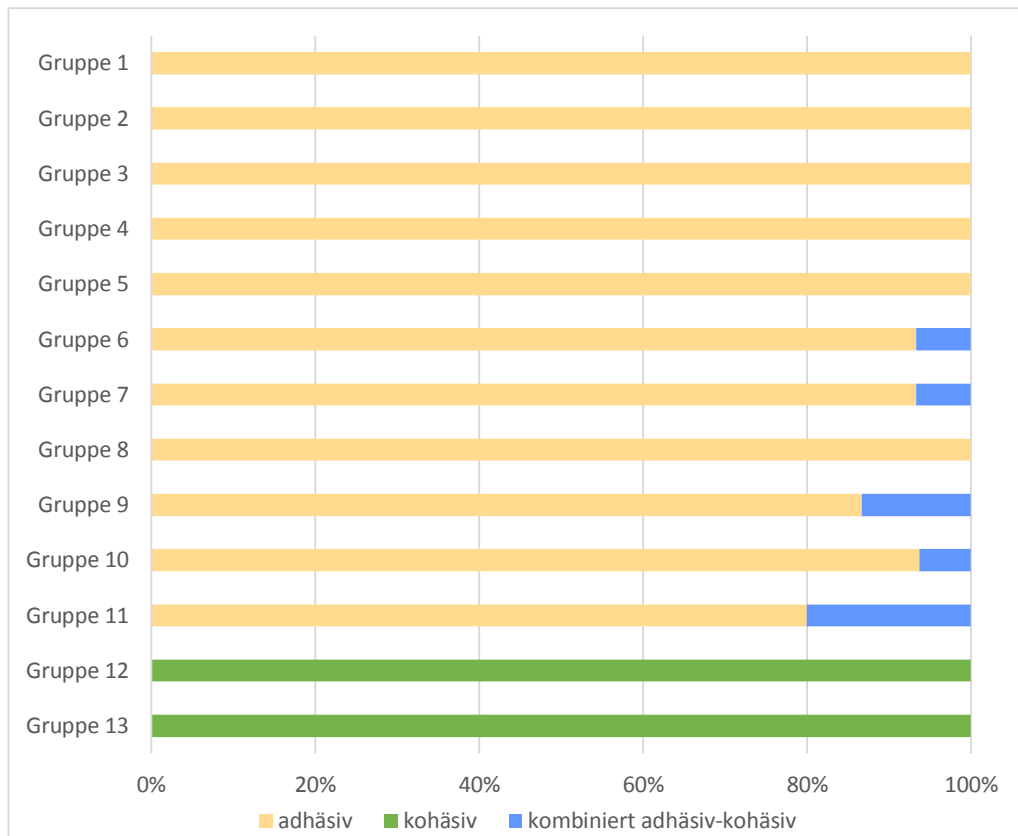


Abb. 13 Darstellung der Versagensmuster bei der Zugprüfung in den jeweiligen Gruppen

7.2 Ergebnisse der Messung der Konversionsraten

Nach der Messung der Konversionsraten im FTIR (Abb. 14, Seite 35) sind jeweils die Mittelwerte der 10 ungelagerten und der 10 gelagerten Proben gebildet worden. Diese lauten wie folgt:

Konversionsrate der ungelagerten Proben: $58,7 \pm 5,1\%$

Konversionsrate der gelagerten Proben: $70,4 \pm 1,5\%$

Dem entsprechend ist die radikalische Aktivität der Kompositmatrix deutlich zurückgegangen und die freien Doppelbindungen sind im Verlauf der Lagerung reduziert worden.

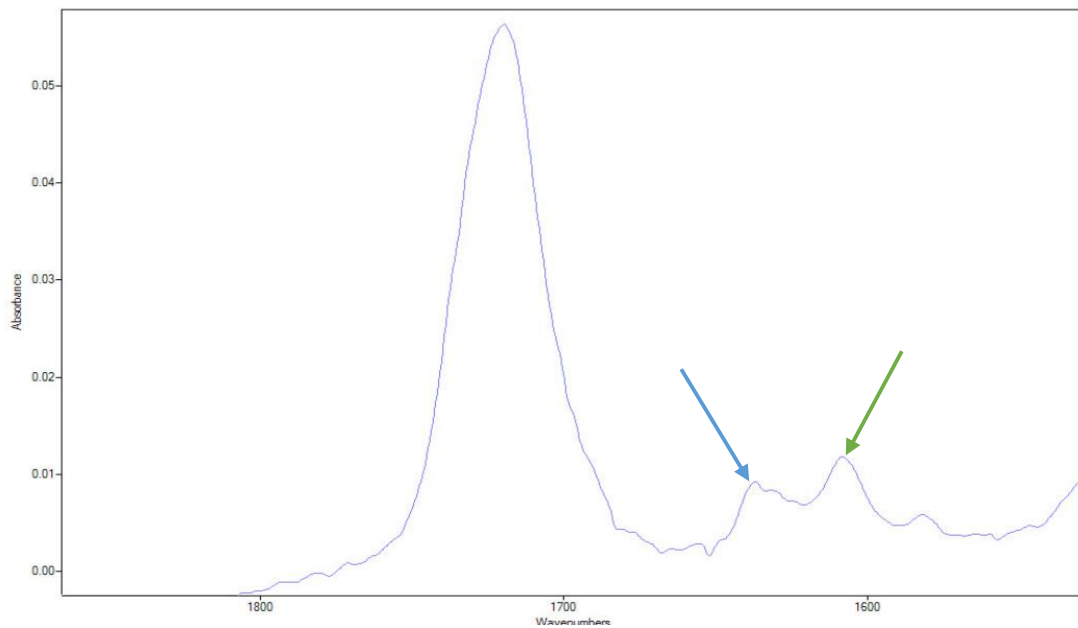


Abb. 14 Ausschnitt aus dem Absorptionsspektrum von *GrandioSO*;
Pfeile zeigen die Peaks bei 1637 cm^{-1} (Messwert; blau) und bei 1608 cm^{-1}
(Referenzwert; grün)

7.3 Oberflächenprofilometrische Ergebnisse

Für jede der 5 Probengruppen ist der Mittelwert der jeweils 12 erfolgten Messungen errechnet worden (Tab. 3, Seite 36). Die niedrigste Rauheit weisen die sandgestrahlten Proben auf, die höchste die mit einem Blauring-Diamant beschliffenen Proben. Die Phosphorsäureätzung hat die Oberfläche mechanisch nicht messbar verändert.

Konditionierungsart	Ra (mittlere Rauheit)	Rz (gemittelte Rautiefe)
Rotring	1,07 ± 0,05 µm	3,69 ± 0,25 µm
Rotring und Phosphorsäure	1,15 ± 0,21 µm	3,92 ± 0,77 µm
Rotring und Alu Oxid	0,73 ± 0,05 µm	2,5 ± 0,18 µm
Rotring und <i>Cojet</i>	0,81 ± 0,07µm	2,81 ± 0,21µm
Blauring	3,36 ± 0,51µm	10,36 ± 1,55µm

Tab. 3 Mittlere Rauheit und gemittelte Rautiefe vorbehandelter Kompositoberflächen

Die grafisch dargestellten Oberflächenprofile sind im Anhang dieser Arbeit zu finden.

7.4 Auswertung der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen

Bei genauem Vergleich der Aufnahmen der Proben, die mit *Cojet*-Sand (Abb. 15) bzw. mit Aluminiumoxid-Sand (Abb. 16) vorbehandelt wurden, fallen kleine Unterschiede auf. So sind in der *Cojet*-Gruppe deutlich mehr kleine Partikel ($<1\mu\text{m}$) zu erkennen, die über die gesamte Oberfläche verstreut sind und

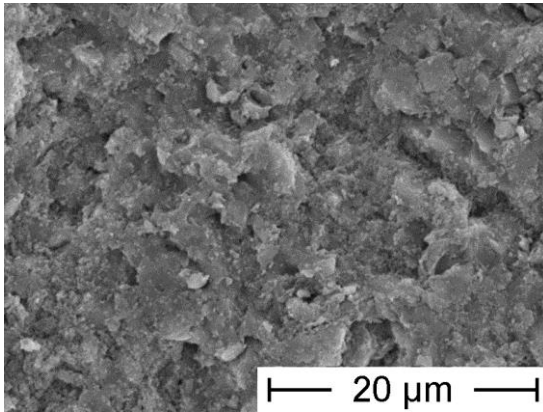


Abb. 15 Mit *Cojet* sandgestrahlte Kompositoberfläche im Detail

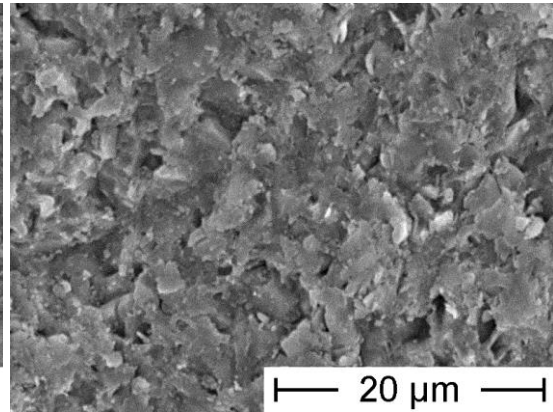


Abb. 16 Mit Alu-Oxid sandgestrahlte Kompositoberfläche im Detail

in Vertiefungen gehäuft auftreten. Die generelle Oberflächenbeschaffenheit auf den Bildern stellt sich jedoch bei beiden genannten Gruppen sehr ähnlich und in beiden Fällen homogen dar.

Bei einer Gegenüberstellung von den mit Rotring- (Abb. 17) bzw. Blauring-Diamanten (Abb. 18) vorbehandelten Proben zeigt sich eine tiefere und gröber strukturierte Oberfläche bei Verwendung von letztgenanntem Schleifer.

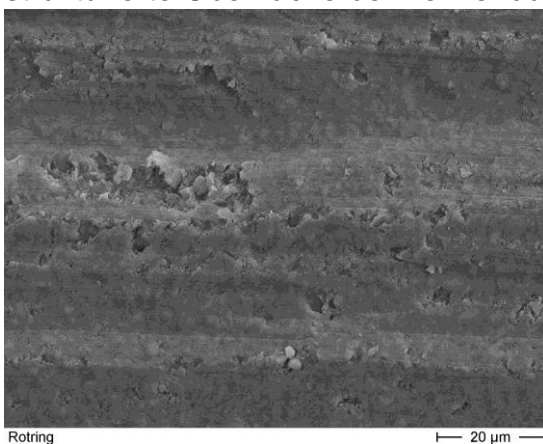


Abb. 17 Mit Rotring-Diamant beschliffene Kompositoberfläche

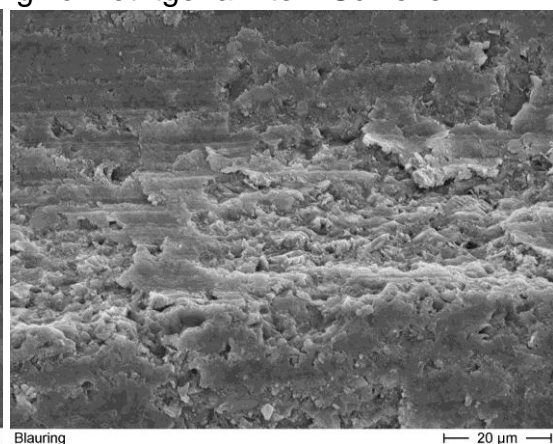


Abb. 18 Mit Blauring-Diamant beschliffene Kompositoberfläche

Auch bei der Oberflächenbeschaffenheit der nur mit Rotring-Diamant (Abb. 19) beschliffenen Proben und der mit anschließender Phosphorsäurebehandlung (Abb. 20) gibt es leichte Unterschiede. So fällt bei genauer Betrachtung der geätzten Oberfläche eine leichte Krakelierung auf, die bei der Rotring Gruppe fehlt. Die generelle Oberflächenbeschaffenheit erscheint hinsichtlich Furchen-tiefe und Struktur jedoch gleich.

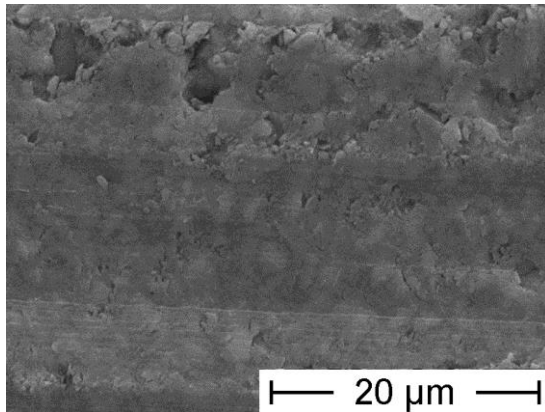


Abb. 19 Mit Rotring-Diamant beschliffene Kompositoberfläche im Detail

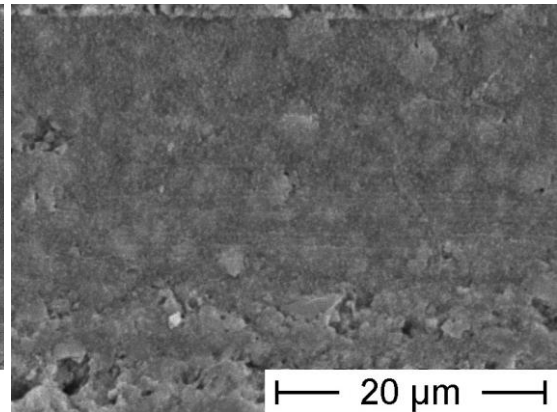


Abb. 20 Mit Rotring-Diamant beschliffene und mit Phosphorsäure geätzte Kompositoberfläche im Detail

8 Diskussion

8.1 Resultate der einzelnen Vorbehandlungsarten

8.1.1 Adhäsiv/Bonding

Die Versuchsgruppen 7 bis 11, also diejenigen, bei denen ein Adhäsiv bzw. Bonding zum Einsatz kommt, erreichen Zugfestigkeiten zwischen 9,35 und 11,33 MPa. Dies unterscheidet sich nicht signifikant ($p > 0,05$) von den beiden positiven Referenzgruppen (10,07 bzw. 10,54 MPa). Auch sind die Ergebnisse der Gruppen 7 bis 11 signifikant ($p < 0,05$) besser als die der übrigen Konditionierungsvarianten. Dies lässt den Schluss zu, dass die Verwendung eines Adhäsives/Bondings einen positiven Einfluss auf die Zugfestigkeit der Proben hat, was im Einklang mit anderen Arbeiten steht [43, 51]. Hierbei muss beachtet werden, dass in der vorliegenden Studie alle Gruppen mechanisch mit einem Rotring- oder Blauring-Diamantschleifer vorbehandelt worden sind. Es haben daher die bereits in der Literaturübersicht genannten positiven Wechselwirkungen zwischen aufgerauter Oberfläche und Adhäsiv bzw. Bonding gegriffen [43, 58].

Die Art des verwendeten Adhäsives/Bondings hat keinen signifikanten Einfluss auf die gemessenen Zugfestigkeiten wie ein Vergleich der Gruppen 7, 8 und 9 zeigt. Dies ist eine Übereinstimmung mit anderen Autoren [12, 43]. Es kann also kein signifikant positiver Effekt ($p > 0,05$) einer geringeren Viskosität gemessen werden, wie dies in anderen Arbeiten der Fall ist [27, 35, 36, 58]. Auch die Verwendung des kompletten *Syntac*-Systems (Ivoclar Vivadent) in Gruppe 10 zeigt keine weitere Verbesserung, was im Gegensatz zu einer Arbeit steht, die mehrstufige Adhäsivsysteme im Vorteil sieht [51].

Im Hinblick auf die Langzeitstabilität einer Kompositreparatur sollte auch beachtet werden, dass Adhäsive ein Lösungsmittel enthalten. Dies könnte mit der Zeit ausgewaschen werden und somit für eine Verschlechterung der Haftung sorgen. Da Costa et al. haben dies untersucht, indem sie die Haftung direkt nach der Reparatur und nach 6 Monaten Lagerung in Wasser verglichen ha-

ben. Sie messen hierbei keine Verschlechterung. Allerdings stellen sie auf rasterelektronischen Aufnahmen eine minimale Auswaschung des Adhäsives fest. Bei einem in der gleichen Arbeit untersuchten Bonding ist dies nicht zu erkennen [13]. Dies erklärt sich durch das im Bonding nicht vorhandene Lösungsmittel.

8.1.2 Einfluss der mechanischen Konditionierungsarten

Zu aller erst lässt sich feststellen, dass jegliche andere mechanische Oberflächenbehandlungsmaßnahmen zu signifikant ($p < 0,05$) besseren Ergebnissen als das Beschleifen mit einem Rotring-Diamanten (4,86 MPa) geführt hat. Folglich zeigte auch die Verwendung eines grobkörnigeren Diamantschleifers Vorteile (7,15 MPa). Dieses Ergebnis steht im Widerspruch zu da Costa et al., die keinen Einfluss der Diamantkörnung der Schleifkörper auf die Haftkraft der Proben festgestellt haben [13].

Weiterhin zeigt sich in vorliegender Arbeit kein signifikanter Unterschied ($p > 0,05$) zwischen einem Sandstrahlen der Oberfläche (7,91 MPa) und dem Beschleifen mit einem Blauring-Diamanten (7,15 MPa). Manche Studien sehen Sandstrahlen als die bessere Art der mechanischen Oberflächenkonditionierung an [12, 15, 43], während andere analog zur vorliegenden Arbeit die Gleichwertigkeit des Beschleifens mit einem Diamantschleifer bestätigen [32, 58].

Die im Oberflächenprofilometer gemessenen Werte (Tab. 3, Seite 36) zeigen, dass durch die beiden verwendeten Sandstrahlpulver (Alu-Oxid und *Cojet*) sowohl die mittlere Rauheit (von 1,07 auf 0,73 bzw. 0,81 μm) als auch die gemittelte Rautiefe (von 3,69 auf 2,5 bzw. 2,81 μm) der zuvor beschliffenen Oberflächen verringert worden sind. Die ursprünglich mit dem Rotring-Diamant behandelte Fläche ist also eingeebnet worden, die Schliffacetten undeutlich. Die mit Abstand größte mittlere Rauigkeit zeigen mit 3,36 μm die mittels Blauring beschliffenen Proben. Auch sind hier die Schliffacetten am deutlichsten zu erkennen (s. Anhang). Diese Beobachtungen der sandgestrahlten Oberflächen stehen im Einklang mit einer Arbeit von Rodrigues et al. Sie haben ebenso bei der Verwendung eines groben Diamantschleifers die größten Rauheitswerte gemessen, diese jedoch nicht genau angeben können, da der

Messbereich des verwendeten Profilometers überschritten worden ist. Weiterhin messen sie eine mittlere Rauheit von ca. 0,8 bis 0,9 μm nach Sandstrahlen mit Aluminiumoxid [46], in vorliegender Arbeit liegt der Wert bei 0,73 μm .

Untersucht man zusätzlich zu den Rauheitswerten die REM-Aufnahmen der unterschiedlichen Konditionierungsmaßnahmen stellt man fest, dass die beiden sandgestrahlten Probengruppen homogene Oberflächen mit vielen mikro-mechanischen Retentionspunkten bieten. Demgegenüber zeigen die Rotring, vor allem aber die Blauring-Gruppe deutlich inhomogenere Oberflächen mit größeren Unterschnitten, wie auch Rodrigues et al. beobachtet haben [46]. Des Weiteren zeigt sich, dass die Oberfläche, welche das Sandstrahlen hinterlässt richtungsunabhängig, also isotrop ist. Demgegenüber hat die durch den Schleifer hervorgerufene Oberfläche unabhängig von der Körnung immer eine Richtungskomponente und ist somit anisotrop.

Wenn man nun die Zugfestigkeiten, die REM-Aufnahmen und die Oberflächenrauigkeiten zusammen betrachtet, zeigt sich, dass eine höhere mittlere Rauheit nicht zwingend mit einer besseren Retention und damit Zugfestigkeit einhergehen muss. Diese Korrelation zeigt sich nur beim Vergleich unterschiedlicher Körnungen gleichartiger Konditionierungsmaßnahmen; im vorliegenden Fall also Rotring- und Blauring-Diamantschleifer, in einer anderen Studie beispielsweise unterschiedliche grobe Aluminiumoxidstrahlsande [43]. Wenn jedoch unterschiedliche Oberflächenbehandlungsarten wie Sandstrahlen und Beschleifen miteinander verglichen werden, scheint die genannte Korrelation zwischen mittlerer Rauheit und Zugfestigkeit nicht gegeben zu sein. Daher ist eine gemeinsame Betrachtung von mikroskopischen Aufnahmen und gemessenem Oberflächenprofil stets sinnvoll, um die gemessenen Werte besser einordnen zu können [18].

8.1.3 Phosphorsäuregel

Alleiniges Ätzen mit 40%igem Phosphorsäuregel hat in einer signifikanten Erhöhung der Zugfestigkeit resultiert. Dies erscheint auf den ersten Blick überraschend, da bei der Messung der Oberflächenrauigkeit kein Effekt messbar gewesen ist, was auch Ergebnisse anderer Autoren bestätigen [18]. Jedoch erzielen auch Loomans et al. durch die Verwendung von Phosphorsäuregel

erhöhte Zugfestigkeiten [34]. Eventuell spielt hierbei die Reinigungswirkung der Säure [12, 15, 32, 34] eine Rolle, wie bereits an anderer Stelle vermutet [18].

Vergleicht man die Ergebnisse von Gruppe 10 und 11 zeigt sich auch hier ein Zuwachs der Zugfestigkeit durch die Verwendung der Phosphorsäure. Jedoch muss hierbei erwähnt werden, dass dieser Effekt knapp unterhalb des Signifikanzniveaus gelegen hat und daher nicht endgültig bewiesen worden ist. Eine Verschlechterung der Zugfestigkeit durch Phosphorsäureätzung, wie in anderen Arbeiten festgestellt, kann aber ausgeschlossen werden. Zusätzlich sollte an dieser Stelle angemerkt werden, dass eine Kombination aus Beschleifen, Ätzen und Adhäsivapplikation wie in Gruppe 11 auch in anderen Arbeiten mit die besten Ergebnisse erzielt hat [18, 43].

Interessant ist weiterhin, dass auf den im Rahmen dieser Studie angefertigten REM-Aufnahmen (Abb. 19 und 20, Seite 38) im Gegensatz zu denen von Dall'Oca et al. [15] durchaus ein erkennbarer Unterschied von unbehandelte und geätzte Oberfläche zu erkennen ist. Eventuell liegen diese minimalen Abweichungen aber in einer Größenordnung, die vom Oberflächenprofilometer nicht registriert wird oder sie sind nicht mechanischer Natur. Es ist daher anhand der gemessenen Daten nicht abschließend festzustellen, ob der signifikant positive Effekt der Phosphorsäureätzung auf einer reinen Reinigungswirkung oder auf der auf den REM-Bildern erkennbaren Oberflächenveränderung beruht. Dies ändert jedoch nichts an der Tatsache des positiven Einflusses einer Phosphorsäureätzung im vorliegenden Versuch.

8.1.4 Cojet

Wie bereits eingangs dieser Arbeit erwähnt ist die Studienlage bezüglich der *Cojet*-Applikation kontrovers. Dies spiegelt sich auch in den Messergebnissen der vorliegenden Studie wider. Eine *Cojet*- mit anschließender Silan-Applikation hat keine Vorteile gegenüber einer Bestrahlung mit Alu-Oxidpartikeln der Größe 35µm gebracht. Diese Beobachtung bestätigt die Ergebnisse von Rathke et al., die ebenfalls keine Vorteile dieser komplizierteren Vorgehensweise im Vergleich zu einfachem Sandstrahlen mit Alu-Oxid-Partikeln sehen

[43]. Auch die am Oberflächenprofilometer bestimmten Werte beider unterschiedlicher Strahlsande sind sehr ähnlich (Tab. 3, Seite 36) und bestätigen die Messungen anderer Autoren, welche zum Vergleich mit dem *Cojet*-Sand Alu-Oxid-Partikel der Größe 25 µm herangezogen haben [46]. Dies lässt den Schluss zu, dass der gegenüber der negativen Referenzgruppe signifikante Zugfestigkeitszuwachs von Gruppe 6 allein auf der mechanischen Veränderung der Kompositoberfläche beruht. Zu dieser Vermutung kommen auch andere Autoren [43]. Dennoch darf an dieser Stelle nicht unerwähnt bleiben, dass die REM-Aufnahmen von mit *Cojet* bzw Alu-Oxid bestrahlten Kompositoberflächen (Abb. 15 und 16, Seite 37) leichte Unterschiede aufweisen. Jedoch scheinen diese keinen Einfluss auf die Zugfestigkeit der Proben zu haben und sind daher für den praktischen Anwender zu vernachlässigen.

8.1.5 Silan

Die signifikant ($p < 0,05$) höhere Zugfestigkeit von Gruppe 5 (6,62 MPa) gegenüber Gruppe 1 (4,86 MPa) lässt im ersten Moment den Schluss zu, dass die Silanapplikation auf beschliffenes Komposit zu signifikant höheren Zugfestigkeiten führt. Jedoch zeigt, wie im vorherigen Abschnitt bereits erwähnt, Gruppe 6 keinen signifikanten ($p > 0,05$) Unterschied gegenüber der Zugfestigkeit der Proben in Gruppe 4. Dies wiederum widerlegt den Nutzen einer Silanapplikation, ja sogar des gesamten Systems aus Silikatisieren und Silanisieren.

Die oben erwähnten Ergebnisse von Gruppe 5 lassen sich möglicherweise mit einer Steigerung der Oberflächenbenetzbarkeit durch Silanapplikation erklären [54]. In Gruppe 6 bringt diese eventuell keine weiteren Vorteile gegenüber der bereits sandgestrahlten und damit sehr gut benetzbaren Oberfläche. Rodrigues et al. erklären sich den fehlenden Effekt einer Silanapplikation nach dem erfolgten Sandstrahlen eines Komposites mit *Cojet*-Sand anders. Sie haben beobachtet, dass bei dem Bestrahlen der Oberfläche überdurchschnittlich viele Füllkörper herausgeschlagen werden. Damit sinkt der Silikatanteil und damit die Angriffsfläche für die Silanmoleküle [46].

8.2 Überlegungen zu den relativ geringen Zugfestigkeiten

Die in dieser Arbeit gemessenen Zugfestigkeiten im Bereich von ca. 5 bis ca. 10 MPa sind verglichen mit anderen Studien, deren Messwerte von 22 bis 96 MPa reichen [9, 13, 15, 25, 34, 42], gering. Man kann dies auch nicht ausschließlich auf die Wasserlagerung der Kompositstäbchen zurückführen. Schließlich erreichen auch die positiven Referenzgruppen, deren Proben vor dem Aufbringen des zweiten Kompositstäbchens nicht in Wasser gelagert wurden, keine höheren Werte. Weiterhin werden auch in anderen Studien Proben vor dem Aufbringen von Komposit in Wasser gelagert und erreichen dennoch höhere Werte [13, 36, 46].

Viel mehr ist die Erklärung der vergleichsweise niedrigen Zugfestigkeiten in der Größe der verklebten Flächen zu suchen. Es scheint Einigkeit darüber zu herrschen, dass Zugversuche mit größeren Haftflächen zu geringeren Zugfestigkeitswerten führen als die weit verbreiteten Mikrozugversuche [6, 26, 49]. Unter einem Mikrozugversuch versteht man, dass die untersuchte Interface-Fläche kleiner als 1 mm^2 ist [6]. Alle oben genannten Studien, die deutlich größere Zugfestigkeiten zu Tage gefördert haben als diese Arbeit, haben sich eines solchen Mikrozugversuchs bedient.

In der vorliegenden Arbeit ist die Fläche jedoch mit 9 mm^2 deutlich größer. Diese Größe entspricht den in der Klinik auftretenden Fällen besser als der oben dargestellte Mikrozugversuch. Zum Ausmaß, inwieweit sich die untersuchte Größe des Interfaces auf die Zugfestigkeit auswirkt, gibt es unterschiedliche Angaben. Autoren sprechen bei Mikrozugversuchen von Zugfestigkeiten, die 2 – 5 mal größer sind als bei ‚normalen‘ Zugversuchen [6, 49]. Dies erklärt sich dadurch, dass es durch die geringere Probengröße auch weniger wahrscheinlich ist, dass eine Probe einen Materialfehler kritischer Größe aufweist [6, 15]. Auch liegen mögliche Materialdefekte bei kleineren Proben seltener in Positionen relativ zur Belastungsrichtung, die das Risswachstum begünstigen [6]. Rodrigues et al., die ebenfalls eine Klemmvorrichtung zur Fixierung der Proben im Zugversuch verwendet haben, geben darüber hinaus

zu bedenken, dass dadurch zusätzliche Druckspannungen in der Probe hervorgerufen werden. Auch diese könnten ein verfrühtes Versagen auslösen [46].

Hinzu kommt, dass nur etwa 30% aller Autoren angeben, wie mit Proben umgegangen worden ist, die bereits vor dem eigentlichen Versuch zerbrochen sind [49]. Es ist also davon auszugehen, dass diese Proben vielfach in der Statistik nicht berücksichtigt werden und somit die Ergebnisse größer ausfallen. Korrekterweise müssten diese Proben nämlich mit dem Wert 0 in die Auswertung eingehen [49].

Als Beleg für die eben genannte Erklärung der Ergebnisse mit Hilfe der Probengröße kann auch eine Studie dienen, in der analog zur vorliegenden Arbeit mit einer großen Interface-Fläche, nämlich 6 mm² gearbeitet worden ist. Dabei erreichen die Autoren Zugfestigkeiten von 2,9 bis 18,8 MPa [18]. Dies kann angesichts der Tatsache, dass die Fläche in der vorliegenden Arbeit nochmals 50% größer ist als durchaus vergleichbar gelten.

Wenn man nun das gerade diskutierte Problem bedenkt, erscheint es auch wenig sinnvoll, absolute Zugfestigkeitswerte als Maßstab für eine klinisch suffiziente Füllungsreparatur anzugeben. Yesilyurt et al. schreiben hier beispielsweise von einem Wert von 18 bis 20 MPa. Solche Werte wären eventuell mit der zusätzlichen Angabe des zugrundeliegenden Versuchs sinnvoll, jedoch wäre auch dann keine Vergleichbarkeit mit anderen Aufbauten wie z.B. Scherversuchen möglich. Eine andere Studie schlägt daher vor, die kohäsive Zugfestigkeit des untersuchten Komposits als Referenz für eine suffiziente Reparatur anzunehmen [18].

Jedoch fehlt bei der reinen Angabe der Zugfestigkeit eine weitere entscheidende Information – die Art des Probenversagens. So haben in der vorliegenden Arbeit mehrere Versuchsgruppen eine Zugfestigkeit erreicht, die sich nicht signifikant von derjenigen der positiven Referenzgruppen unterscheidet. Jedoch kam es nur in den Referenzgruppen zu ausschließlich kohäsivem Versagen.

8.3 Einfluss der Kompositlagerung in destilliertem Wasser

Ziel der Wasserlagerung der Proben für diese Arbeit ist es gewesen, eine Alterung von Komposit in der Mundhöhle zu simulieren. Neben anderen Lagerungs-Effekten ist in der Literatur eine Steigerung der Konversionsrate zu finden [22]. Diese ist in der vorliegenden Arbeit mit Hilfe der FTIR-Spektroskopie bestimmt worden und von $58,7 \pm 5,1\%$ vor auf $70,4 \pm 1,5\%$ nach der Lagerung angestiegen. Des Weiteren ist anzumerken, dass diese Veränderung nicht auf der Oberfläche, sondern in einer Schichttiefe von 0,3 mm gemessen worden ist. Die verwendete Methode der Wasserlagerung kann als effektiv gelten und hat die Zahl der freien Doppelbindungen in der Kunststoffmatrix reduziert. Somit wird auch deutlich, dass bei einem Anpolymerisieren an gealtertem Komposit der mechanischen Retention eine zentrale Rolle zukommt, was in anderen Studien ebenfalls Erwähnung findet [13, 51, 58].

Andere Autoren haben ihre Proben auch nach der Fertigstellung und vor dem Zugversuch erneut gelagert [18]. Dies ist in der vorliegenden Studie nur mit der Referenzgruppe erfolgt und hat zu keinen signifikanten Veränderungen der Zugfestigkeit geführt. Eine zusätzliche Wasserlagerung von fertiggestellten Proben jeder Versuchsgruppe hätte eine Untersuchung von deren Einfluss auf die Zugfestigkeit erlaubt. Jedoch wäre damit eine Verdopplung der Anzahl an Zugfestigkeit-Tests einhergegangen, was wiederum den Rahmen dieser Arbeit gesprengt hätte.

8.4 Probenherstellung

Eine Schwierigkeit bei der Herstellung der Kompositstäbchen ist deren Entnahme aus den Delrinformen gewesen. Trotz der Verwendung eines Isolierstiftes (SIGNUM insulating Pen II) ist es ab und an beim Entnehmen aus den Formen zu Absplitterungen an den Proben gekommen. Bei der Herstellung der Stäbchen der Farbe A4 hat dies kein Problem dargestellt, da hier die beschädigten Kompositstäbchen einfach verworfen werden konnten. Bei der nach der Wasserlagerung und Oberflächenkonditionierung erfolgten Applikation von Komposit der Farbe A1 ist eben genannte Situation jedoch von Bedeutung

gewesen, da hier bereits die Probenanzahl pro Versuchsgruppe auf 20 festgelegt worden war. Somit hat jede Absplitterung bei der Entformung den Verlust einer Probe bedeutet.

Im anschließenden Zugversuch kam es ab und an zu Probenverlusten durch vorzeitigen Abbruch der Zugfestigkeitsmessung. Der Grund hierfür ist, dass bei Verwendung eines neuen Angelseils sich der dort angebrachte Knoten gesetzt hat und die Prüfmaschine dies als ein Erreichen der Kraftabschalt-schwelle interpretiert hat. Diese Proben sind nicht erneut gemessen, sondern verworfen worden, um eine Verfälschung der Ergebnisse zu verhindern. Bei der Kontrolle der Bruchflächen im Lichtmikroskop sind anschließend noch Proben aussortiert worden, die deutliche Verarbeitungsfehler gezeigt haben (große Blasen in einer oder in beiden Kompositfarben).

So reduzierte sich die ursprüngliche Probenzahl je nach Versuchsgruppe von 20 auf 15 bis 17 Proben, die schlussendlich bei der statistischen Analyse berücksichtigt worden sind. Unabhängig von den eben aufgeführten Problemen bei der Probenherstellung muss erwähnt werden, dass es in keiner Gruppe zu einem Spontanversagen einer Probe vor dem eigentlichen Zugversuch gekommen ist.

Um die Konstanz bei der Herstellung einzelner Proben zu gewährleisten, ist jeder Arbeitsschritt immer von derselben Person ausgeführt worden. Hierdurch ist versucht worden, unbewusst unterschiedlichen Arbeitsabläufen und damit Ergebnisverfälschungen vorzubeugen. Jedoch muss eingeräumt werden, dass bei der Probenherstellung viele Freiheitsgrade gegeben waren. So hätte man im Nachhinein betrachtet beispielsweise den Stempeldruck beim Planpressen der Kompositproben vor der Polymersiation mittels standardisiertem Gewicht normen können, wie dies bereits andere Autoren gezeigt haben [9]. Auch ein μg -genaues Abwiegen der verwendeten Kompositportionen hätte eventuell eine weitere Verbesserung im Sinne einer geringeren Streuung der Ergebnisse erzielt.

8.5 Studiendesign

Zu dem verwendeten Studiendesign ist zu sagen, dass sich die angewandten Vorbehandlungen in einem Punkt von fast allen anderen vergleichbaren Arbeiten unterscheiden. Es sind alle Gruppen außer den positiven Referenzen mit einem Diamantschleifer bearbeitet worden, bevor eventuelle weitere Konditionierungsmaßnahmen folgten. Lediglich Hamano et al. sind ähnlich vorgegangen und haben alle Versuchsgruppen vor der weiteren Behandlung mit einem Siliciumschleifpapier behandelt, welches laut den Autoren eine mit dem Diamantschleifer vergleichbare Rauheit erzielt [25].

Das in der hier vorliegenden Studie verwendete Vorgehen hat zwar zum einen die Problematik mit sich gebracht, dass es in vielen Fällen keine genaue Entsprechung einer bestimmten Probengruppe in anderen Arbeiten gibt, was wiederum die Vergleichbarkeit mit anderen Autoren erschwert. Zum anderen lehnt sich das in dieser Arbeit verwendete Konditionierungsprotokoll jedoch der zahnärztlichen Praxis an. In dieser wird eine insuffiziente Kompositfüllung in aller Regel zuerst beschliffen, bevor andere Maßnahmen zur Vorbereitung einer Reparaturfüllung ergriffen werden. So ist versucht worden, möglichst einfach in die Praxis übertragbare Ergebnisse zu erzielen.

Zusammenfassend zeigt sich, dass Studien wie die vorliegende auf Grund der vielen möglichen Konditionierungsmöglichkeiten und -abfolgen sehr unterschiedlich konzipiert werden können. Dies bringt wie eben angedeutet das Problem der schwierigen Vergleichbarkeit mit sich. So können schon kleine Änderungen wie beispielsweise eine sehr kurze Alterungsdauer der Proben zu deutlich anderen Werten führen, weil in einem solchen Fall der chemischen Komponente bei der Haftung eine deutlich größere Rolle zukommt, was einer höheren Zahl an verbliebenen Doppelbindungen geschuldet ist. Dies ist allerdings nur eines von vielen Beispielen, wie eine Veränderung eines einzigen Studienparameters die Vergleichbarkeit einer ganzen Arbeit erschwert bzw. unmöglich macht.

Die generelle Konzeption der Versuchsgruppen mit der Erstellung positiver und negativer Referenzgruppen hat sich im Nachhinein betrachtet als sehr vorteilhaft herausgestellt. Vor dem Hintergrund der bereits diskutierten großen

Unterschiede gemessener Zugfestigkeiten einzelner Studien erscheint es sehr wichtig, positive und negative Referenzgruppen in eine Arbeit einzubeziehen. Viele Studiendesigns verwenden entweder nur eine negative [10, 12, 13, 15, 30, 42, 54], eine positive [35, 36, 38] oder gar keine Referenzgruppe [39, 43, 46] und lassen es so nur eingeschränkt zu, Schlussfolgerungen aus den gemessenen Daten zu ziehen. Auch für Vergleiche unterschiedlicher Arbeiten und deren Interpretation sind solche Bezugswerte eine große Hilfe. Auch Loomans et al. haben bereits auf die genannte Problematik und die Wichtigkeit von Referenzgruppen hingewiesen [34]. Hierdurch werden Aussagen, welche die Wirksamkeit einzelner Vorbehandlungsarten von Komposit betreffen, erst möglich. Dennoch wären, um weitere Ergebnisse präsentieren zu können, noch einige zusätzliche Versuchsgruppen von Vorteil gewesen. Dies hätte jedoch den Rahmen der vorliegenden Arbeit gesprengt.

Bei der Untersuchung der Wirksamkeit von Silanen wären zusätzliche Gruppen wie z. B. eine Gruppe, welche eine Alu-Oxid-Sandstrahlung mit anschließender Silanapplikation kombiniert, oder eine Gruppe mit *Cojet*-Bestrahlung ohne anschließende Silanisierung sinnvoll gewesen. So hätten gezieltere Aussagen über die Wirksamkeit von Silan per se und in Kombination mit *Cojet* getroffen werden können. Weiterhin hätten unterschiedliche Gruppen mit Silan- und anschließender Adhäsivapplikation zur besseren Vergleichbarkeit mit anderen Arbeiten beigetragen.

Hilfreich wäre es auch gewesen, bei der Untersuchung der verschiedenen mechanischen Oberflächenkonditionierungen zusätzlich die Gruppen 2, 3 und 4 mit einem oder mehreren Adhäsiv(-en) zu kombinieren. Damit wäre es möglich gewesen, etwaige Vorteile des Sandstrahlens durch vermehrte Mikroretentionen und leichtere Oberflächenbenetzbarkeit im Zusammenspiel mit einem Haftvermittler zu bestimmen.

8.6 Klinischer Bezug und Schlussfolgerung

Wenn in der klinischen Anwendung eine Kompositfüllung repariert werden soll, ist es durchaus möglich, dass sowohl Kompositoberfläche als auch Dentin und

Schmelz für die Füllung konditioniert werden müssen. Vor diesem Hintergrund ist das Ergebnis von Versuchsgruppe 11 erfreulich. Hierbei ist das Komposit entsprechend einer Dentinoberfläche bei einer primären Füllung behandelt worden. Es ist analog zur total etch Technik eine Phosphorsäureätzung mit anschließender Adhäsiv, Primer- und Bondapplikation erfolgt. Das Resultat ist der beste Zugfestigkeitswert aller in dieser Arbeit gemessener Gruppen, der sich weiterhin nicht signifikant ($p > 0,05$) von den positiven Referenzgruppen unterscheidet. Dieses Ergebnis, welches wie bereits erwähnt von anderen Autoren bestätigt wird [18, 43], zeigt, dass mit genannter Methode sowohl Dentin als auch benachbarte Kompositoberflächen analog konditioniert werden können. In der Praxis wäre es ohnehin sehr anspruchsvoll bis unmöglich, aneinandergrenzende Zahnhartsubstanz- und Kompositoberflächen unterschiedlich zu konditionieren, ohne dabei die jeweils andere mitzuerfassen.

Ein weiteres für den klinischen Alltag erfreuliches Ergebnis zeigt sich bei einem Vergleich der mechanischen Oberflächenkonditionierung mittels Blauringdiamanten bzw. Sandstrahlen mit Alu-Oxid-Partikeln. Hierbei haben sich keine signifikanten Unterschiede hinsichtlich der resultierenden Zugfestigkeiten gezeigt. Dies ist insofern positiv zu beurteilen, da ein Beschleifen verglichen mit Sandstrahlen intraoral schneller, einfacher und kostengünstiger zu realisieren ist. Des Weiteren sollte man nicht unterschätzen, dass von einigen Patienten Sandstrahlen als deutlich unangenehmer empfunden wird.

Aus der bereits von Rathke et al. [43] postulierten und in vorliegender Arbeit bestätigten Ineffizienz einer kombinierten *Cojet*- und Silan-Behandlung ergeben sich ebenso erfreuliche Konsequenzen für die Praxis. So müsste man bei Anwendung einer solchen Komposit-Behandlung, wie oben bereits angedeutet, angrenzende Zahnhartsubstanzen sehr konsequent vor Kontamination schützen, um eine adhäsive Verankerung daran nicht zu verhindern [43]. Auf Grund des fehlenden Mehrwerts kann man auf diesen zusätzlichen Aufwand jedoch verzichten.

Literaturverzeichnis

1. 3M Deutschland (2001) Rocatec Verbundsystem - Wissenschaftliches Produkt Profil [Online im Internet].

http://multimedia.3m.com/mws/mediawebserver?mwsId=66666UuZjcFSLXTtl8TcNxTaEVuQEcuZgVs6EVs6E666666--&fn=rocatec_tp_de.pdf [Stand: 20.05.14, 21:56].
2. 3M Deutschland (2004) CoJet - Intraoral Adhesive Repair System [Online im Internet].

[http://multimedia.3m.com/mws/mediawebserver?mwsId=SSSSSufSevTsZxtUnY_GM8mSevUqevTSevTSevTSevTSeSSSSSS--&fn=CoJet_Folder_EBU.pdf](http://multimedia.3m.com/mws/mediawebserver?mwsId=SSSSSufSevTsZxtUnY_GM8mSevUqevTSevTSevTSeSSSSSS--&fn=CoJet_Folder_EBU.pdf) [Stand: 20.05.2014, 21:57].
3. 3M Deutschland (2012) CoJet TM System [Online im Internet].

[http://multimedia.3m.com/mws/mediawebserver?mwsId=SSSSSufSevTsZxtUMx2Sm8_GevUqevTSevTSevTSevTSevTSeSSSSSS--&fn=cojet_system_ifu_we.pdf](http://multimedia.3m.com/mws/mediawebserver?mwsId=SSSSSufSevTsZxtUMx2Sm8_GevUqevTSevTSevTSevTSeSSSSSS--&fn=cojet_system_ifu_we.pdf) [Stand: 20.05.2014, 21:58].
4. Alshali RZ, Silikas N, Satterthwaite JD. Degree of conversion of bulk-fill compared to conventional resin-composites at two time intervals. *Dent Mater* 2013;29:e213-217.
5. Amirouche-Korichi A, Mouzali M, Watts DC. Effects of monomer ratios and highly radiopaque fillers on degree of conversion and shrinkage-strain of dental resin composites. *Dent Mater* 2009;25:1411-1418.
6. Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *Dent Mater* 2010;26:e50-62.
7. Baur V, Ilie N. Repair of dental resin-based composites. *Clin Oral Investig* 2013;17:601-608.
8. Brosh T, Pilo R, Bichacho N, Blutstein R. Effect of combinations of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. *J Prosthet Dent* 1997;77:122-126.
9. Cavalcanti AN, De Lima AF, Peris AR, Mitsui FH, Marchi GM. Effect of surface treatments and bonding agents on the bond strength of repaired composites. *J Esthet Restor Dent* 2007;19:90-98.
10. Cho SD, Rajitrangson P, Matis BA, Platt JA. Effect of Er,Cr:YSGG laser, air abrasion, and silane application on repaired shear bond strength of composites. *Oper Dent* 2013;38:E1-9.

11. Collares FM, Portella FF, Leitune VC, Samuel SM. Discrepancies in degree of conversion measurements by FTIR. *Braz Oral Res* 2014;28:9-15.
12. Costa TR, Ferreira SQ, Klein-Junior CA, Loguercio AD, Reis A. Durability of surface treatments and intermediate agents used for repair of a polished composite. *Oper Dent* 2010;35:231-237.
13. da Costa TR, Serrano AM, Faria AA, Loguercio AD, Reis A. Durability of composite repair using different surface treatments. *J Dent* 2012;40:513–521.
14. Dall'Oca S, Papacchini F, Goracci C, et al. Effect of oxygen inhibition on composite repair strength over time. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2007;81:493-498.
15. Dall'oca S, Papacchini F, Radovic I, Polimeni A, Ferrari M. Repair potential of a laboratory-processed nano-hybrid resin composite. *J Oral Sci* 2008;50:403-412.
16. Durner J, Obermaier J, Draenert M, Ilie N. Correlation of the degree of conversion with the amount of elutable substances in nano-hybrid dental composites. *Dent Mater* 2012;28:1146-1153.
17. Eliades GC, Caputo AA. The strength of layering technique in visible light-cured composites. *J Prosthet Dent* 1989;61:31-38.
18. Fawzy AS, El-Askary FS, Amer MA. Effect of surface treatments on the tensile bond strength of repaired water-aged anterior restorative micro-fine hybrid resin composite. *J Dent* 2008;36:969-976.
19. Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. In vitro aging of dental composites in water--effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. *J Biomed Mater Res* 1998;42:465-472.
20. Ferracane JL, Condon JR. Rate of elution of leachable components from composite. *Dent Mater* 1990;6:282-287.
21. Ferracane JL, Greener EH. Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins--methods comparison. *J Dent Res* 1984;63:1093-1095.
22. Ferracane JL, Hopkin JK, Condon JR. Properties of heat-treated composites after aging in water. *Dent Mater* 1995;11:354-358.
23. Ferracane JL, Marker VA. Solvent degradation and reduced fracture toughness in aged composites. *J Dent Res* 1992;71:13-19.
24. Guerra RM, Duran I, Ortiz P. FTIR monomer conversion analysis of UDMA-based dental resins. *J Oral Rehabil* 1996;23:632-637.

25. Hamano N, Chiang YC, Nyamaa I, et al. Effect of different surface treatments on the repair strength of a nanofilled resin-based composite. *Dent Mater J* 2011;30:537-545.
26. Heintze SD, Zimmerli B. Relevance of in vitro tests of adhesive and composite dental materials. A review in 3 parts. Part 3: in vitro tests of adhesive systems. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 2011;121:1024-1040.
27. Hisamatsu N, Atsuta M, Matsumura H. Effect of silane primers and unfilled resin bonding agents on repair bond strength of a prosthodontic microfilled composite. *J Oral Rehabil* 2002;29:644-648.
28. Imazato S, McCabe JF, Tarumi H, Ehara A, Ebisu S. Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR. *Dent Mater* 2001;17:178-183.
29. Ivoclar Vivadent (2011) Monobond Plus - Wissenschaftliche Dokumentation [Online im Internet].
www.ivoclarvivadent.de/zoolu-website/media/document/996/Monobond+Plus [Stand: 20.05.2014, 21:59].
30. Jafarzadeh Kashi TS, Erfan M, Rakhshan V, Aghabaigi N, Tabatabaei FS. An in vitro assessment of the effects of three surface treatments on repair bond strength of aged composites. *Oper Dent* 2011;36:608-617.
31. Kim JS, Choi YH, Cho BH, et al. Effect of light-cure time of adhesive resin on the thickness of the oxygen-inhibited layer and the microtensile bond strength to dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2006;78:115-123.
32. Lima AF, Ferreira SF, Catelan A, et al. The effect of surface treatment and bonding procedures on the bond strength of silorane composite repairs. *Acta Odontol Scand* 2014;72:71-75.
33. Lohbauer U, Zipperle M, Rischka K, Petschelt A, Muller FA. Hydroxylation of dental zirconia surfaces: characterization and bonding potential. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2008;87:461-467.
34. Loomans BA, Cardoso MV, Roeters FJ, et al. Is there one optimal repair technique for all composites? *Dent Mater* 2011;27:701-709.
35. Lucena-Martin C, Gonzalez-Lopez S, Navajas-Rodriguez de Mondelo JM. The effect of various surface treatments and bonding agents on the repaired strength of heat-treated composites. *J Prosthet Dent* 2001;86:481-488.
36. Maneenut C, Sakoolnamarka R, Tyas MJ. The repair potential of resin composite materials. *Dent Mater* 2011;27:e20-27.

37. Matinlinna JP, Lassila LV, Ozcan M, Yli-Urpo A, Vallittu PK. An introduction to silanes and their clinical applications in dentistry. *Int J Prosthodont* 2004;17:155-164.
38. Melo MA, Moyses MR, Santos SG, Alcantara CE, Ribeiro JC. Effects of different surface treatments and accelerated artificial aging on the bond strength of composite resin repairs. *Braz Oral Res* 2011;25:485-491.
39. Ozcan M, Barbosa SH, Melo RM, Galhano GA, Bottino MA. Effect of surface conditioning methods on the microtensile bond strength of resin composite to composite after aging conditions. *Dent Mater* 2007;23:1276-1282.
40. Ozcan M, Corazza PH, Marocho SM, Barbosa SH, Bottino MA. Repair bond strength of microhybrid, nanohybrid and nanofilled resin composites: effect of substrate resin type, surface conditioning and ageing. *Clin Oral Investig* 2013;17:1751-1758.
41. Papacchini F, Dall'Oca S, Chieffi N, et al. Composite-to-composite microtensile bond strength in the repair of a microfilled hybrid resin: effect of surface treatment and oxygen inhibition. *J Adhes Dent* 2007;9:25-31.
42. Papacchini F, Magni E, Radovic I, et al. Effect of intermediate agents and pre-heating of repairing resin on composite-repair bonds. *Oper Dent* 2007;32:363-371.
43. Rathke A, Tymina Y, Haller B. Effect of different surface treatments on the composite-composite repair bond strength. *Clin Oral Investig* 2009;13:317-323.
44. Rinastiti M, Ozcan M, Siswomihardjo W, Busscher HJ. Immediate repair bond strengths of microhybrid, nanohybrid and nanofilled composites after different surface treatments. *J Dent* 2010;38:29-38.
45. Rinastiti M, Ozcan M, Siswomihardjo W, Busscher HJ. Effects of surface conditioning on repair bond strengths of non-aged and aged microhybrid, nanohybrid, and nanofilled composite resins. *Clin Oral Investig* 2011;15:625-633.
46. Rodrigues SA, Jr., Ferracane JL, Della Bona A. Influence of surface treatments on the bond strength of repaired resin composite restorative materials. *Dent Mater* 2009;25:442-451.
47. Rueggeberg FA, Hashinger DT, Fairhurst CW. Calibration of FTIR conversion analysis of contemporary dental resin composites. *Dent Mater* 1990;6:241-249.
48. Ruyter IE, Svendsen SA. Remaining methacrylate groups in composite restorative materials. *Acta Odontol Scand* 1978;36:75-82.

49. Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV. Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dent Mater* 2010;26:e78-93.
50. Shawkat ES, Shortall AC, Addison O, Palin WM. Oxygen inhibition and incremental layer bond strengths of resin composites. *Dent Mater* 2009;25:1338-1346.
51. Staxrud F, Dahl JE. Role of bonding agents in the repair of composite resin restorations. *Eur J Oral Sci* 2011;119:316-322.
52. Suh BI. Oxygen-inhibited layer in adhesion dentistry. *J Esthet Restor Dent* 2004;16:316-323.
53. Takeshige F, Kawakami Y, Hayashi M, Ebisu S. Fatigue behavior of resin composites in aqueous environments. *Dent Mater* 2007;23:893-899.
54. Tezvergil A, Lassila LV, Vallittu PK. Composite-composite repair bond strength: effect of different adhesion primers. *J Dent* 2003;31:521-525.
55. Truffier-Boutry D, Place E, Devaux J, Leloup G. Interfacial layer characterization in dental composite. *J Oral Rehabil* 2003;30:74-77.
56. Vivas J, Yaman P, Taylor G. Effect of different surface treatments on the shear and flexural re-bond strengths of a micro-hybrid composite. *J Contemp Dent Pract* 2009;10:E001-008.
57. Voco GrandioSO - Wissenschaftliche Produktinformation [Online im Internet].
http://www.voco.de/de/products/_products/GrandioSO/20101006_GrandioSO_WP_DE_Ha.pdf [Stand: 21.05.2014, 14:38].
58. Yesilyurt C, Kusgoz A, Bayram M, Ulker M. Initial repair bond strength of a nano-filled hybrid resin: effect of surface treatments and bonding agents. *J Esthet Restor Dent* 2009;21:251-260.

9 Abbildungsverzeichnis

Abb. 1 Darstellung von Peak-Höhe und Baseline an einem idealisierten Absorptionsspektrum eines Komposites	17
Abb. 2 von Rueggberg et al. präferierte baseline-Methode.....	17
Abb. 3 von Collares et al. präferierte baseline-Methode	17
Abb. 4 Probenform in Einzelteilen.....	21
Abb. 5 Probenform montiert.....	21
Abb. 6 Winkelstück-Parallelschleifvorrichtung.....	22
Abb. 7 Flussdiagramm zur Darstellung des Hauptversuches und der Versuchsgruppeneinteilung.....	23
Abb. 8 Probenform für die Kompositkreuz-Herstellung in Einzelteilen	25
Abb. 9 Probenform für die Kompositkreuz-Herstellung montiert	25
Abb. 10 Fertiggestellte Kompositproben	25
Abb. 11 Versuchsaufbau für die Zugprüfung.....	27
Abb. 12 Mittlere gemessene Zugfestigkeiten – die negative (orange) und die positiven (grün) Referenzgruppen sind farblich gekennzeichnet.....	32
Abb. 13 Darstellung der Versagensmuster bei der Zugprüfung in den jeweiligen Gruppen	34
Abb. 14 Ausschnitt aus dem Absorptionsspektrum von <i>GrandioSO</i> ; Pfeile zeigen die Peaks bei 1637 cm^{-1} (Messwert; blau) und bei 1608 cm^{-1} (Referenzwert; grün)	35
Abb. 15 Mit <i>Cojet</i> sandgestrahlte Kompositoberfläche im Detail.....	37
Abb. 16 Mit Alu-Oxid sandgestrahlte Kompositoberfläche im Detail	37
Abb. 17 Mit Rotring-Diamant beschliffene Kompositoberfläche	37
Abb. 18 Mit Blauring-Diamant beschliffene Kompositoberfläche.....	37
Abb. 19 Mit Rotring-Diamant beschliffene Kompositoberfläche im Detail	38
Abb. 20 Mit Rotring-Diamant beschliffene und mit Phosphorsäure geätzte Kompositoberfläche im Detail	38
Abb. 21 Oberflächenprofil nach Beschleifen mit einem Blauring-Diamanten	60
Abb. 22 Oberflächenprofil nach Beschleifen mit einem Rotring-Diamanten.	60
Abb. 23 Oberflächenprofil nach Beschleifen mit einem Rotring-Diamanten und anschließender Phosphorsäureätzung	61

Abb. 24 Oberflächenprofil nach Beschleifen mit einem Rotring-Diamanten und anschließendem Sandstrahlen mit Alu-Oxid-Partikeln	61
Abb. 25 Oberflächenprofil nach Beschleifen mit einem Rotring-Diamanten und anschließendem Sandstrahlen mit <i>Cojet</i> -Sand	62

10 Tabellenverzeichnis

Tab. 1 Informationen zu dem im gesamten Versuch verwendeten Komposit [57].....	20
Tab. 2 Mittlere Zugfestigkeiten der unterschiedlichen Versuchsgruppen. Die Indices kennzeichnen jeweils durch den Post-Hoc-Test ermittelte homogene Gruppen, deren Werte sich nicht signifikant voneinander unterscheiden. ...	33
Tab. 3 Mittlere Rauheit und gemittelte Rautiefe vorbehandelter Kompositoberflächen	36

11 Verwendete Materialien

Material-Name und (-Art)	Hersteller	LOT-Nummer
GrandioSO, Farbe A4 (Komposit)	VOCO, Cuxhaven, Deutschland	1221238
GrandioSO, Farbe A1 (Komposit)	VOCO, Cuxhaven, Deutschland	1103472
<i>Syntac</i> Primer (Teil des Adhäsivsystems)	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	R35489
<i>Syntac</i> Adhesive (Teil des Adhäsivsystems)	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	R79315
Heliobond (Teil des Ad- häsivsystems)	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	R22281
Monobond Plus (Silan- lösung)	Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	R26662
Platzhalterfolie (Isolier- folie)	Scheu-Dental, Iserlohn, Deutschland	0408A
SIGNUM insulating pen II (Isolierstift)	Heraeus Kulzer, Ha- nau, Deutschland	5823

12 Anhang

Oberflächenprofile der unterschiedlichen Komposit-Vorbehandlungsarten

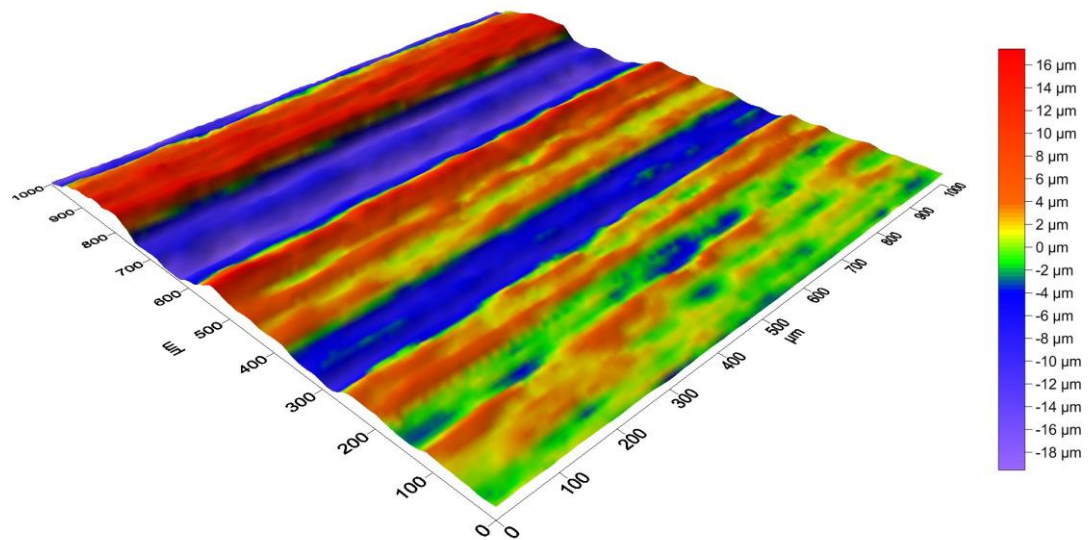


Abb. 21 Oberflächenprofil nach Beschleifen mit einem Blauring-Diamanten

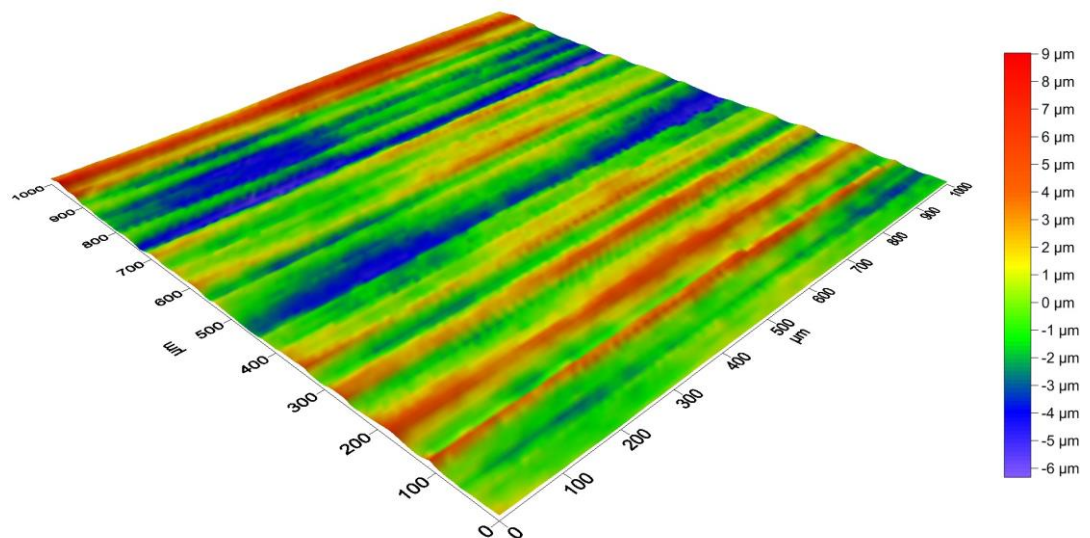


Abb. 22 Oberflächenprofil nach Beschleifen mit einem Rotring-Diamanten

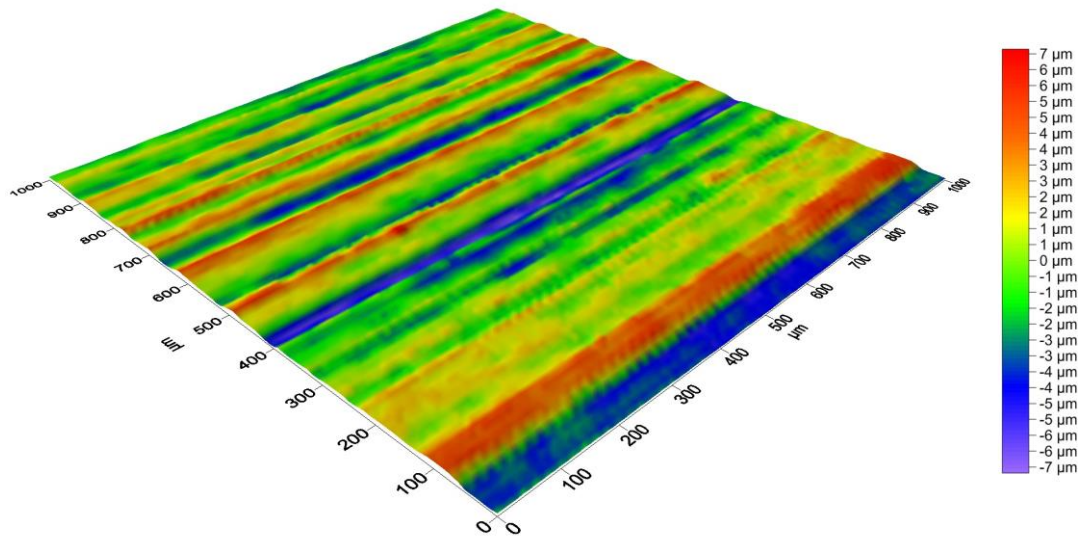


Abb. 23 Oberflächenprofil nach Beschleifen mit einem Rotring-Diamanten und anschließender Phosphorsäureätzung

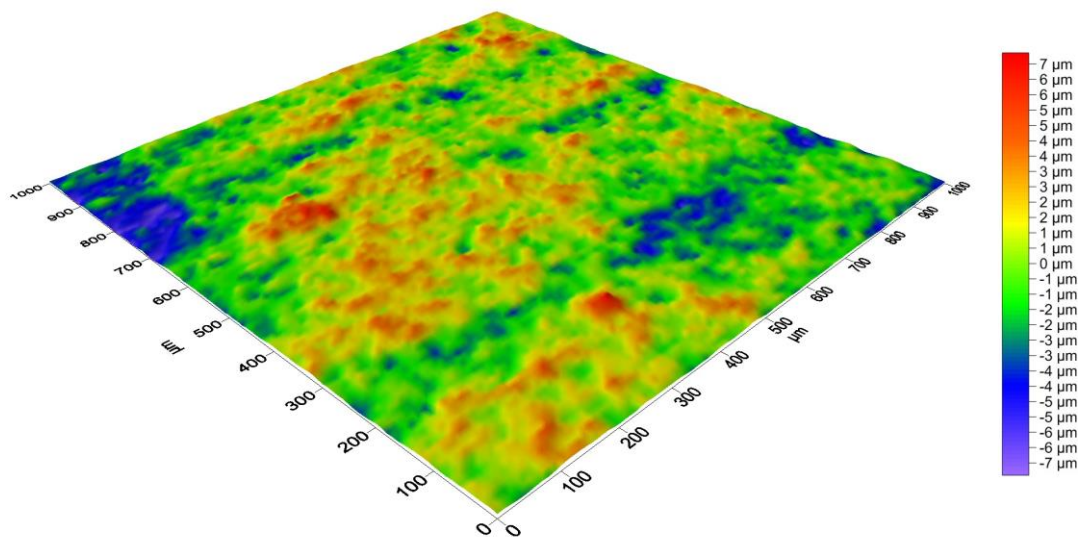


Abb. 24 Oberflächenprofil nach Beschleifen mit einem Rotring-Diamanten und anschließendem Sandstrahlen mit Alu-Oxid-Partikeln

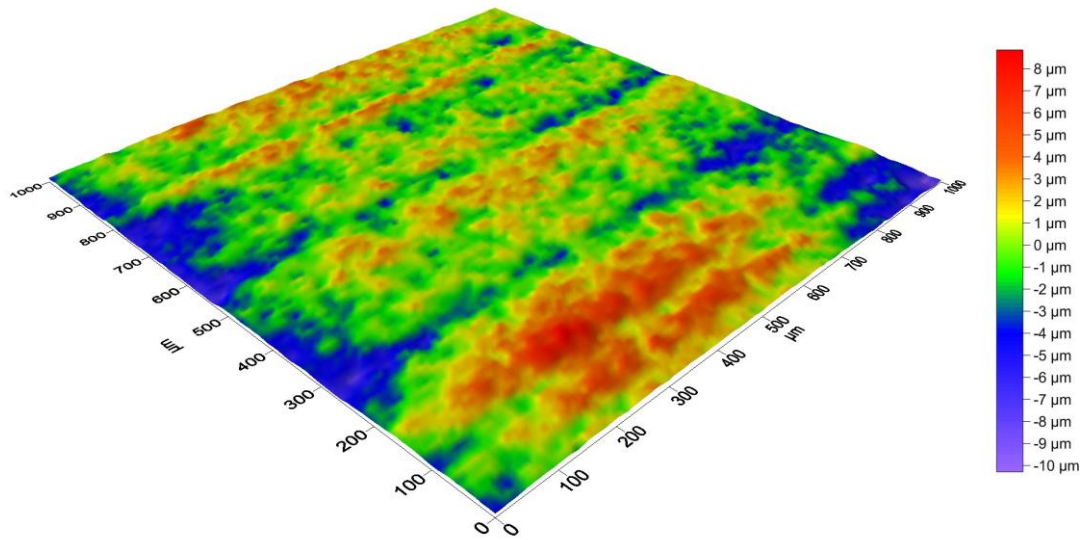


Abb. 25 Oberflächenprofil nach Beschleifen mit einem Rotring-Diamanten und anschließendem Sandstrahlen mit *Cojet*-Sand

Lebenslauf

NAME	Reinhard Werner Panzer
GEBURTSDATUM/-ORT	05.07.1989 in Weißenhorn/Bayern
FAMILIENSTAND	ledig
STAATSANGEHÖRIGKEIT	Deutsch

SCHULBILDUNG	1995 – 1999 Volksschule Bibertal
	1999 – 2008 Dossenberger Gymnasium Günzburg Abschluss: allgemeine Hochschul- reife
STUDIUM	2008 – 2013 Studium der Zahnmedizin an der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg Abschluss: Staatsexamen
AKTUELL	seit 2014 Assistenz Zahnarzt in der Praxisklinik Dres. Buchholz und Kollegen in Erlangen

Danksagung

Herrn Prof. Dr. Anselm Petschelt danke ich dafür, dass ich diese Arbeit an der Zahnklinik I für Zahnerhaltung und Parodontologie durchführen konnte.

Ganz besonders bedanken möchte ich mich bei meinem Doktorvater, Prof. Dr. Ulrich Lohbauer, für die Überlassung des Dissertationsthemas und die stets überaus freundliche und geduldige Betreuung meiner Arbeit.

Des Weiteren möchte ich mich bei den Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des werkstoffkundlichen Labors und bei Dr. José Zorzín bedanken. Sie alle standen mir bei aufkommenden Fragen mit Rat und Tat zur Seite.

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel benutzt habe. Die Stellen der Doktorarbeit, die anderen Quellen im Wortlaut oder dem Sinn nach entnommen wurden, sind durch Angaben der Herkunft kenntlich gemacht. Dies gilt auch für Zeichnungen, Skizzen, bildliche Darstellungen sowie für Quellen aus dem Internet.

Erlangen, den 04.01.2015

Reinhard Panzer