

Aus der Klinik für Zahnärztliche Prothetik, Propädeutik und Werkstoffkunde

(Direktor: Prof. Dr. M. Kern)

im Universitätsklinikum Schleswig-Holstein, Campus Kiel

an der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel

Beständigkeit des Klebeverbundes eines experimentellen  
Universalprimers zu verschiedenen prothetischen  
Restaurationsmaterialien

Inauguraldissertation

zur

Erlangung der Doktorwürde Zahnheilkunde

der Medizinischen Fakultät

der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel

vorgelegt von

**FARHAD AZIMIAN**

aus Ahwaz, Iran

Kiel 2019

1. Berichtersteller:	Prof. Dr. Matthias Kern
2. Berichtersteller:	Prof. Dr. Helge Fischer-Brandies
Tag der mündlichen Prüfung:	24.01.2020
Zum Druck genehmigt, Kiel, den	04.12.2019
Gez.	Prof. Dr. Hans-Jürgen Wenz

Für meine Eltern

# Inhaltsverzeichnis

I. Einleitung	1
1. Überblick	1
2. Restaurationsmaterialien	2
a) Keramiken	2
b) Metalle	2
3. Adhäsive Befestigung	2
4. Klebeverbund zum Zahn	3
a) Klebeverbund zum Schmelz	3
b) Klebeverbund zum Dentin	3
5. Klebeverbund zu Restaurationsmaterialien	4
a) Mikromechanischer Verbund	4
b) Chemischer Verbund	4
6. Primer	5
a) Silane (siliziumhaltige Primer)	5
b) Phosphatmonomerhaltige Primer	5
c) Schwefelhaltige Primer	6
d) Bisherige Kombinationspräparate	6
e) Universalprimer	6
7. Bisherige Studien zum Klebeverbund	7
8. Fragestellung	8
II. Material und Methoden	9
1. Material	9
1.1 Herstellung der Probekörper	9
a) Silikatkeramik	9
b) Zirkonoxidkeramik	10
c) Palladiumbasislegierung	11
d) Goldbasislegierung	11
1.2 Herstellung der Acrylglastuben	12
1.3 Tubenfüllmaterial	13
1.4 Kompositkleber	15

a) Variolink II _____	15
b) Multilink Automix _____	16
1.5 Primer _____	16
a) Universalprimer _____	17
b) Monobond S _____	17
c) Clearfil Ceramic Primer _____	17
d) Alloy Primer _____	17
1.6 Glyceringel _____	18
1.7 Flusssäuregel _____	18
1.8 LOT-Nummern der verwendeten Materialien _____	19
2. Methode _____	20
2.1 Einteilung der Versuchsgruppen _____	20
2.2 Vorbereitung der Klebeflächen _____	21
2.3 Konditionierung der Klebeflächen _____	21
a) Universalprimer _____	21
b) Kontrollgruppen _____	21
2.4 Verklebung _____	22
a) Füllen der Acrylglastuben _____	22
b) Klebevorrichtung _____	22
c) Klebevorgang _____	23
2.5 Lagerung _____	24
2.6 Debonding _____	24
2.7 Übersicht über das Versuchsdesign und Verteilung der Proben _____	26
2.8 Lichtmikroskopische Bruchflächenanalyse _____	27
2.9 Rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenanalyse _____	27
3. Statistische Auswertung _____	27
III. Ergebnisse _____	28
1. Shapiro-Wilk-Test _____	28
2. Deskriptive Statistik _____	29
3. Wilcoxon-Rangsummentest _____	30
4. Graphische Darstellung der Ergebnisse _____	31

5. Lichtmikroskopische Bruchflächenanalyse _____	32
6. Rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenanalyse _____	33
IV. Diskussion _____	37
1. Diskussion der Methodik _____	37
a) Auswahl der Oberflächenkonditionierung _____	37
b) Auswahl der Befestigungsmaterialien _____	38
c) Verklebung _____	38
d) Lagerungsbedingungen _____	39
a) 3 Tage _____	39
b) 167 Tage _____	39
e) Axialer Zugversuch _____	39
2. Diskussion der Ergebnisse _____	40
3. Schlussfolgerung und klinische Empfehlung _____	41
V. Zusammenfassung _____	42
VI. Summary _____	43
VII. Literaturübersicht _____	44
VIII. Einzelwerte _____	50
IX. Danksagung _____	51
X. Lebenslauf _____	52

## **I. Einleitung**

### **1. Überblick**

In der Zahnmedizin finden verschiedene restaurative Materialien Anwendung. Es werden Kronen und Teilkronen zur Versorgung größerer oder kleinerer Zahndefekte, Verblendschalen für hochästhetische Ansprüche und Brücken zum Lückenschluss hergestellt. Je nach Patientenanspruch und Restauraionsgröße werden verschiedene Restauraionsmaterialien ausgewählt. Für die Befestigung von festsitzendem Zahnersatz gewinnt die adhäsive Befestigung gegenüber der konventionellen Zementierung immer mehr an Bedeutung, da der Verbund zwischen dem Zahn und der Restauration stabiler und randdichter ist und der Behandler an weniger strenge Präparationsrichtlinien gebunden ist und somit defektorientierter und Zahnhartsubstanz schonender präparieren kann. Festsitzende Restaurationen können dabei aus verschiedenen Keramiken oder verschiedenen Legierungen hergestellt werden. Um einen dauerhaften Verbund zwischen den Restaurationen und dem Kleber zu schaffen, werden je nach Keramikart oder Legierung unterschiedliche Primer verwendet [1, 15, 23], die als Haftvermittler dienen. Der Primer stellt einen chemischen Verbund zwischen dem Kleber und den Restauraionsmaterialien dar [72, 76]. Zum Studienzeitpunkt war der Behandler gezwungen, verschiedene Primer für die unterschiedlichen Anwendungsbereiche zu benutzen [22], welches eine umfangreiche Bevorratung an Materialien in der Praxis erfordert. Ferner haben die Primer unterschiedliche Anwendungsprotokolle, welche exakt eingehalten werden müssen, da andernfalls infolge von Anwendungsfehlern der Klebeverbund stark geschwächt werden kann [51]. Dieser initial schlechtere Verbund wird außerdem durch die in der Mundhöhle vorkommenden ständigen thermischen, chemischen und mechanischen Wechselbelastungen weiter geschwächt. Der im Vergleich zum optimalen Vorgehen geringere Klebeverbund erhöht dann in der Folge die Gefahr der Entstehung von Sekundärkaries. Eine Simplifizierung der Klebprotokolle ist daher wünschenswert. Nachfolgend wird zunächst auf die individuellen materialkundlichen Aspekte der unterschiedlichen Restauraionsmaterialien und deren Befestigungsmechanismen zur Zahnhartsubstanz eingegangen.

## 2. Restaurationsmaterialien

### a) Keramiken

Keramiken sind nichtmetallische, anorganische Werkstoffe, deren Ausgangsmaterial im Wesentlichen Silikate und Metalloxide sind [5, 20]. Sie finden sowohl im abnehmbaren, als auch im festsitzenden Zahnersatz Verwendung, beispielsweise als Verblendung metallischer Gerüste, als Innenkronen bei Teleskoparbeiten, in Form vollkeramischer Abutments von essonalen Implantaten oder als vollkeramische Kronen und Brücken. In der Zahnmedizin unterscheidet man funktionell und chemisch zwischen Oxid- und Silikatkeramiken. Diese Keramiken weisen unterschiedliche physikalische und chemische Eigenschaften auf, welche bei der Befestigung von dentalen Restaurationen berücksichtigt werden müssen.

### b) Metalle

Reine Metalle, vor allem Gold, werden in der Zahnmedizin aufgrund der für den vorgesehenen Zweck ungeeigneten mechanischen Eigenschaften sehr selten verwendet. Legierungen hingegen bestehen aus unterschiedlichen Metallen, wodurch mittels Veränderung der Mengenverhältnisse auch deren physikalisch-chemische Eigenschaften beeinflusst werden können [32, 66]. Meist werden in der Zahnmedizin daher Legierungen verwendet. Sinnvollerweise unterscheidet man dabei zwischen hochgoldhaltigen, goldreduzierten und Nichtedelmetall-Legierungen. Für die Herstellung von Präzisionsarbeiten wie Doppelkronen werden beispielsweise hochgoldhaltige Legierungen verwendet und für Bereiche, wo starke mechanische Kräfte zu erwarten sind, wie bei Modellgussarbeiten, eher Nichtedelmetalllegierungen (beispielsweise CoCrMo). Aufgrund fortwährend steigender Edelmetallpreise rücken zudem goldreduzierte Legierungen immer mehr in den Vordergrund, die mit ihren mechanischen und chemischen Eigenschaften den hochgoldhaltigen Legierungen ähneln.

## 3. Adhäsive Befestigung

Adhäsive Befestigung erfolgt in der Zahnmedizin mittels spezieller Kompositkleber [16], welche sich materialkundlich aus dentalen Komposit-Füllungsmaterialien ableiten. Der Kleber stellt das Bindeglied zwischen dem Zahn und den Restaurationen her. Kompositkleber sind chemisch-, licht- oder dualhärtend, meist auf Bis-GMA-Basis und enthalten an den jeweiligen Enden zwei freie Methacrylatgruppen (Abbildung 1). Diese können durch Aufspaltung der endständigen Doppelbindung kovalente Bindungen zu weiteren Methacrylatgruppen ausbilden. Diese Reaktion wird ausgelöst durch chemische und/oder physikalische Initiatoren und führt über Kettenbildung zu einem Erstarren des Materials. Durch den so verringerten Molekülabstand kommt es im Vergleich zu den ungebundenen Monomeren zu einer materialspezifischen Volumenschrumpfung. Um dieser Schrumpfung entgegen zu wirken und somit die Randqualität zu erhöhen, werden dem Kompositkleber Mikrofüller aus Siliziumdioxid beigemischt und es wird gleichzeitig versucht, die Dicke der Klebefuge möglichst gering zu halten. Neben dem internen Verbund im Kleber hängt der Verbund jedoch auch vom adhäsiven Verbund zum Zahn und der Restauration ab [6, 31, 38]. Hierzu wird nachfolgend eingegangen.

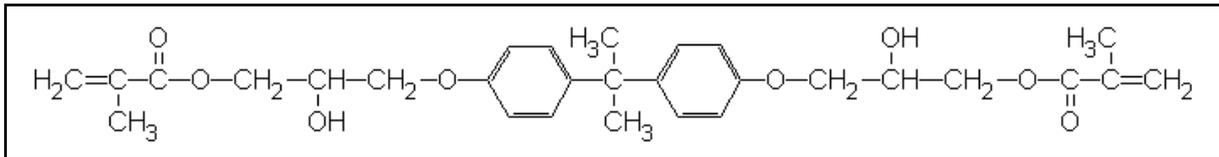


Abbildung 1: Strukturformel Bis-GMA

#### 4. Klebeverbund zum Zahn

Funktionell wird im Falle des Klebeverbunds zum Zahn das Verkleben zu Schmelz und zu Dentin voneinander unabhängig betrachtet.

##### a) Klebeverbund zum Schmelz

Um einen dauerhaften Verbund zwischen dem Schmelz und dem Kompositkleber zu schaffen, wird der Schmelz mit 35 – 40 %iger Phosphorsäure geätzt [8]. Dadurch steigt die Benetzbarkeit, die Schmelzoberfläche wird vergrößert und ein Mikrorelief wird geschaffen. Ferner wird die Oberfläche durch die Phosphorsäureätzung gereinigt. Der dünnfließende Kleber dringt nach Applikation dann infolge der zwischen den freigelegten Schmelzprismen herrschenden Kapillarwirkung nun in die deutlich vergrößerte interprismatische Schmelzoberfläche ein und geht nach dessen Aushärtung eine starke, primär mikroretentive Bindung zum Schmelz ein, welche deutlich über der Schmelzeigenfestigkeit (26 - 28 MPa) liegen kann [41].

##### b) Klebeverbund zum Dentin

Beim Dentin handelt es sich um ein hydrophiles Gewebe, welches unbehandelt keinen chemischen Verbund zum hydrophoben Befestigungskomposit eingehen kann [2, 4]. Um dies zu ermöglichen, wird ein Haftvermittler eingesetzt, welcher sowohl hydrophile, als auch hydrophobe Eigenschaften aufweist. Peritubuläres und oberflächliches Dentin wird hierzu zunächst mittels Säure angeätzt, wodurch eine Demineralisation des Dentins und die Freilegung sowohl der Kollagenfasern als auch der Dentintubuli erreicht wird. Die hydrophilen Monomere des Dentinhaftvermittlers können nun das feuchte Dentin mit den freigelegten Kollagenfasern imprägnieren und bereiten so das Dentin chemisch für die Applikation eines hydrophoben Adhäsivs vor, welches dann wiederum chemisch kompatibel zum nachfolgend aufgetragenen Befestigungskomposit ist [19].

## 5. Klebeverbund zu Restaurationsmaterialien

Ein Kompositkleber ist im Gegensatz zu den konventionellen Zementen in der Lage, zusätzlich zum mikromechanischen auch einen chemischen Verbund zum Restaurationsmaterial einzugehen.

### a) Mikromechanischer Verbund

Nichtsilikatische Materialien wie Metalllegierungen und Oxidkeramiken werden mittels Korundpulver (50 – 110  $\mu\text{m}$ ) bei 0,5 - 2,5 bar abgestrahlt [28]. Silikatkeramiken werden mit 5 %iger Flusssäure angeätzt [14]. Analog zur Schmelzätzung resultiert aus beiden Verfahren eine Oberflächenvergrößerung und ein Mikrorelief. In dem so geschaffenen Relief können sich Kompositkleber analog zu den konventionellen Zementen verankern [48].

### b) Chemischer Verbund

An den so mikromechanisch vorbehandelten Oberflächen liegen nun materialspezifisch bestimmte chemische Gruppen frei. Bei den Silikatkeramiken handelt es sich dabei um OH-Gruppen, bei den Hochgoldlegierungen primär um Edelmetalle, bei den Nichteledmetallen und Oxidkeramiken um Metalloxide. Aufgrund der Inkompatibilität dieser Gruppen zu den Methacrylatgruppen des Klebers wird jeweils ein materialspezifisches bifunktionelles Molekül (ein sogenannter Haftvermittler) eingesetzt, um die chemischen Bindungen zwischen den jeweiligen Restaurationen und dem Kleber zu vermitteln [15]. Jeder dieser Primer (Haftvermittler) besitzt auf der einen Seite eine Methacrylatgruppe, welche in der Lage ist eine kovalente Bindung zu dem Kompositkleber einzugehen [3, 44] und auf der anderen Seite eine materialspezifische Gruppe, die die Bindung zum jeweiligen Restaurationsmaterial vermittelt [16]. Ein Primer besteht oft aus mehreren verschiedenen Haftmolekülen bzw. bifunktionellen Molekülen [24].

## 6. Primer

Für die Silikatkeramiken werden siliziumhaltige Monomere (Silane) [14], für die Nichtedelmetalle und Oxidkeramiken werden Phosphatmonomere [30] und für die Edelmetalle werden schwefelhaltige Monomere verwendet [41, 63].

### a) Silane (siliziumhaltige Primer)

Im Folgenden wird Methacryloxypropyl-Trimethoxysilan, ein in der Zahnmedizin häufig verwendetes Silan, exemplarisch beschrieben. Dabei gilt der Grundaufbau auch für andere Silane. Die funktionelle Gruppe besteht aus einem zentralen Siliziumatom und drei anhängenden Hydroxymethylgruppen. Die Hydroxymethylgruppen des Silans reagieren unter Abspaltung von Methanol mit den OH-Gruppen der Silikatkeramik, woraus Sauerstoffbrückenbindungen zwischen dem Silan und der Silikatkeramik resultieren [13, 21, 29, 37].

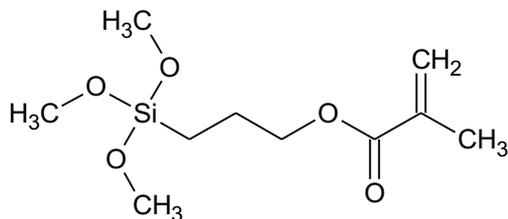


Abbildung 2: Strukturformel Methacryloxypropyl-Trimethoxysilan

### b) Phosphatmonomerhaltige Primer

Im Folgenden wird 10-Methacryloyloxydecyl-dihydrogenphosphat (MDP), eines der ersten für zahnmedizinische Zwecke kommerziell erhältlichen phosphathaltigen Monomere, beschrieben. Bei der funktionellen Gruppe handelt es sich um ein zentrales Phosphoratom mit zwei angehängten Hydroxygruppen und um ein über eine Doppelbindung angehängtes Sauerstoffatom. Die beiden angehängten Hydroxygruppen reagieren mit den OH-Gruppen der Oberfläche unedler Metalle und der Oberfläche der Oxidkeramiken unter Abspaltung von Wasser. Hieraus resultiert eine Sauerstoffbrückenbindung zwischen dem Primer und dem Restaurationsmaterial [34].

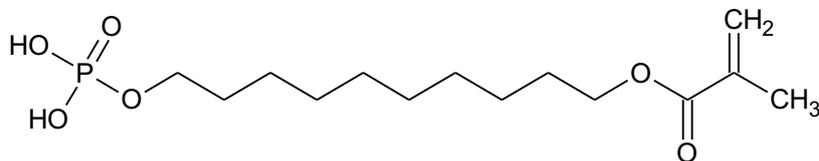


Abbildung 3: Strukturformel MDP

### c) Schwefelhaltige Primer

Im Folgenden wird 6-(4-vinylbenzyl-n-propyl) amino-1,3,5-triazin-2,4-dithion (VBATDT), ein ursprünglich nur in einem Primergemisch (Alloy Primer, Kuraray, Osaka, Japan) erhältlicher Primer, exemplarisch beschrieben. Bei der funktionellen Gruppe handelt es sich um einen Triazinring mit zwei angehängten Schwefelatomen. Der Verbund des Primers zu der Edelmetalloberfläche beruht auf einer nicht kovalenten Gold-Schwefel-Wechselwirkung, die schwächer ist als eine kovalente Bindung, wie sie bei den beiden anderen beschriebenen Primern vorliegt.

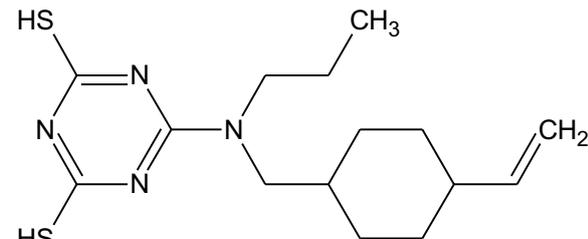


Abbildung 4 Strukturformel VBATDT

### d) Bisherige Kombinationspräparate

Zum Zwecke der Vereinfachung der Anwendung und der damit einhergehenden Fehlerreduktion wurden bislang Kombinationsprimer entwickelt, die gleichzeitig für mehrere Restaurationsmaterialien anwendbar waren. Beispielhaft dafür sind Clearfil Ceramic Primer [27] und Alloy Primer [7] (beide Kuraray, Osaka, Japan). Bei dem Clearfil Ceramic Primer handelt es sich um ein Kombinationsprimer [17], welcher sowohl Silan als auch MDP enthält. Dadurch kann dieser Primer eine kovalente Bindung mit Silikaten und eine kovalente Bindung mit Oxidkeramiken eingehen. Bei dem Alloy Primer handelt es sich um einen Kombinationsprimer, der sowohl MDP als auch VBATDT enthält. Dadurch besitzt dieser Primer die Fähigkeit an Edelmetalle und auch an Nichtedelmetalle zu binden. Zusätzlich wird der Haftverbund zu den Edelmetallen dadurch verbessert, dass auch die nichtedlen Anteile der Legierung eine Bindung zum Primer eingehen.

### e) Universalprimer

Neue Universalprimer sollen das Vorhalten mehrerer unterschiedlicher Primer obsolet machen [37, 59]. Hierbei handelt es sich um universelle Haftvermittler für alle restaurativen Materialien, welcher unterschiedliche adhäsive Monomere in einer Aufbereitung enthält, wobei die Applikationsart und die Applikationszeit für alle Restaurationsmaterialien gleich ist. Nach der Applikation sollen die jeweiligen chemisch adhären Monomere des Primers an die Oberfläche der Restauration binden. Die überschüssigen Monomere werden nach Ablauf der Einwirkzeit mit dem Lösungsmittel verblasen.

## 7. Bisherige Studien zum Klebeverbund

Der Klebeverbund zwischen Komposit und Schmelz ist ausreichend dokumentiert [33] und ist unabhängig vom Restaurationsmaterial. Bei einer Studie mit einem axialen Zugtest wurden Schmelzverklebungen bis zum Bruch belastet. In diesem Rahmen wurden Schmelzeigenfestigkeiten von 27,9 MPa ermittelt [46]. Die Verbundfestigkeit der zuvor beschriebenen adhäsiven Einzelmonomere zu verschiedenen dentalen Restaurationsmaterialien wurde schon ausreichend untersucht und dokumentiert. In einer Studie wurden Silikatkeramiken mittels eines Silans nach Flusssäureätzung verklebt und anschließend nach künstlicher Alterung bis zum Bruch auf Zug belastet. Die Verbundwerte betragen nach 150 Tagen Lagerung mit Thermowechselbelastung 30,6 MPa. In einer weiteren Studie wurden Proben aus Zirkonoxidkeramik mit unterschiedlichen Strahlrücken mit Korund abgestrahlt und mit Hilfe eines phosphorsäurehaltigen Primers verklebt. Nach künstlicher Alterung konnte kein signifikanter Unterschied zwischen den Strahlrücken ermittelt werden. Die erzielten Verbundwerte lagen bei 28,7 MPa bis 30,7 MPa [47]. In einer anderen Studie wurden Edelmetall-Legierungen ebenfalls korundgestrahlt und anschließend mit und ohne die Verwendung eines schwefelhaltigen Primers verklebt. Dabei zeigte sich, dass sich der Klebeverbund durch die Verwendung eines schwefelhaltigen Primers signifikant verbesserte [7].

Einige Hersteller haben - wie bereits beschrieben - Kombinationsprimer (z. B. Metal/Zirconia Primer, Alloy Primer und Clearfil Ceramic Primer) entwickelt, die für verschiedene Restaurationsmaterialien vorgesehen sind bzw. waren. Auch diese Kombinationspräparate wurden in einigen Studien untersucht. In einer solchen Studie wurden Proben aus Zirkonoxid mit Metal/Zirconia Primer bzw. mit Alloy Primer verklebt. Dabei erzielten die Verklebungen mit dem Metal/Zirconia Primer Haftwerte von 19,7 MPa und die Verklebungen mit dem Alloy Primer Haftwerte von 34,2 MPa. Clearfil Ceramic Primer wurde in einer anderen Studie zur Herstellung eines chemischen Haftverbundes zwischen einem Kompositkleber und Zirkonoxidkeramik verwendet. Die hierbei erzielten Verbundwerte lagen bei 30 MPa [75]. Studien zur Wirksamkeit des neuen Universalprimers Monobond Plus hingegen fehlten bisher.

## 8. Fragestellung

Die Verklebung dentaler Restaurationen mit Hilfe eines für alle in der Zahnmedizin verwendeten direkten Restaurationsmaterialien universell einsetzbaren Primers ist bisher noch nicht untersucht worden.

Das Ziel dieser Untersuchung war daher den Verbund eines Kompositklebers zu korundgestrahlten Oxidkeramiken, zu ebenfalls korundgestrahlten hochgoldhaltigen und goldreduzierten Legierungen sowie zu flusssäuregeätzten Silikatkeramiken nach Verwendung eines zum Studienzeitpunkt neu entwickelten Universalprimers bzw. nach Verwendung materialspezifischer Primer zu evaluieren.

Hierbei ergaben sich folgende Fragestellungen:

1. Ist der erzielbare Haftverbund eines Kompositklebers zu einer Silikatkeramikoberfläche unter Verwendung eines Universalprimers vergleichbar mit dem erzielbaren Haftverbund durch die Anwendung eines Silan-Monopräparates?
2. Ist der erzielbare Haftverbund eines Kompositklebers zu einer Oxidkeramikoberfläche unter Verwendung eines Universalprimers vergleichbar mit dem erzielbaren Haftverbund durch die Anwendung eines phosphorsäurehaltigen Primers?
3. Ist der erzielbare Haftverbund eines Kompositklebers zu einer goldreduzierten Legierung unter Verwendung eines Universalprimers vergleichbar mit dem erzielbaren Haftverbund durch die Anwendung eines schwefelhaltigen Primers?
4. Ist der erzielbare Haftverbund eines Kompositklebers zu einer hochgoldhaltigen Legierung unter Verwendung eines Universalprimers vergleichbar mit dem erzielbaren Haftverbund durch die Anwendung eines schwefelhaltigen Primers?

## II. Material und Methoden

### 1. Material

#### 1.1 Herstellung der Probekörper

##### a) Silikatkeramik

In dieser Studie wurden 32 Prüfkörper aus Silikatkeramik (IPS Empress Esthetic, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) verwendet. Die Prüfkörper wurden scheibenförmig mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Höhe von 3,4 mm hergestellt.

Um eine einheitliche Oberflächenstruktur und Klebefläche zu erzielen, wurden die Prüfkörperscheiben mithilfe einer Probenschleifmaschine (Metaserv Universal Polisher, Buehler GmbH, Düsseldorf) bei einer Geschwindigkeit von 100 Umdrehungen pro Minute unter Wasserkühlung mit Schleifscheiben (SiC Grinding Paper, Durchmesser 200 mm, Grit P600, Buehler GmbH, Düsseldorf) beidseitig parallel plangeschliffen [58].

*Tabelle 1: Die Zusammensetzung und physikalischen Eigenschaften von IPS Empress Esthetic waren wie folgt (alle Angaben sind Herstellerangaben):*

WAK (100–400°C) [ $*10^{-6}K^{-1}$ ]	16,6
WAK (100–500°C) [ $*10^{-6}K^{-1}$ ]	17,5
Biegefestigkeit (biaxial) [MPa] <sup>1</sup>	160
Löslichkeit [ $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ]	25
E-Modul [GPa]	62
Vickers Härte [MPa]	6.200
Zusammensetzung [in Gew.-%]	SiO <sub>2</sub> (60,0 - 65,0) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (16,0 - 20,0) K <sub>2</sub> O (10,0 - 14,0) Na <sub>2</sub> O (3,5 - 6,5) andere Oxide (0,5 - 7,0) Pigmente (0,2 - 1,0)

<sup>1</sup>gemäß ISO 6872

## b) Zirkonoxidkeramik

In dieser Studie wurden 32 Prüfkörper aus Zirkonoxidkeramik (e.max ZirCAD, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) verwendet. Die Prüfkörper wurden scheibenförmig mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Höhe von 3,4 mm hergestellt.

Um eine einheitliche Oberflächenstruktur und Klebefläche zu erzielen, wurden die Prüfkörperscheiben mithilfe einer Probenschleifmaschine (Metaserv Universal Polisher, Buehler GmbH, Düsseldorf) bei einer Geschwindigkeit von 100 Umdrehungen pro Minute unter Wasserkühlung mit Schleifscheiben (SiC Grinding Paper, Durchmesser 200 mm, Grit P600, Buehler GmbH, Düsseldorf) beidseitig parallel plangeschliffen.

*Tabelle 2: Die Zusammensetzung und physikalischen Eigenschaften von e.max ZirCAD waren wie folgt (alle Angaben sind Herstellerangaben):*

WAK (100–400°C) [ $*10^{-6}K^{-1}$ ]	10,8
WAK (100–500°C) [ $*10^{-6}K^{-1}$ ]	10,8
Biegefestigkeit (Biaxial) [MPa] <sup>1</sup>	900
Bruchzähigkeit [MPa m <sup>0.5</sup> ]	5,5
Vickers Härte [MPa]	13.000
chem. Löslichkeit [ $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ]*	1
Sintertemperatur [°C]	1.500
Zusammensetzung [in Gew.-%]	ZrO <sub>2</sub> (88,0 - 95,5) Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (< 4,5 - ≤ 6,0) HfO <sub>2</sub> (≤ 5,0) Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (≤ 1,0) andere Oxide (≤ 1,0)

<sup>1</sup>gemäß ISO 6872

## c) Palladiumbasislegierung

In dieser Studie wurden 32 Prüfkörper aus einer goldreduzierten Legierung (W1, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) verwendet. Die Prüfkörper wurden scheibenförmig mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Höhe von 3,4 mm analog zu Wachsmoellationen nach Herstellervorgaben zum W1 Schleudergussystem angestiftet, eingebettet und gegossen. Nach dem Ausbetten wurden die Gusskanäle mit rotierenden Instrumenten entfernt und die Prüfkörper fertiggestellt [40].

Um eine einheitliche Oberflächenstruktur und Klebefläche zu erzielen, wurden die Prüfkörperscheiben mithilfe einer Probenschleifmaschine (Metaserv Universal Polisher, Buehler GmbH, Düsseldorf) bei einer Geschwindigkeit von 100 Umdrehungen pro Minute unter Wasserkühlung mit Schleifscheiben (SiC Grinding Paper, Durchmesser 200 mm, Grit P600, Buehler GmbH, Düsseldorf) beidseitig parallel plangeschliffen.

*Tabelle 3: Die Zusammensetzung und physikalischen Eigenschaften von W-1 waren wie folgt (alle Angaben sind Herstellerangaben):*

Typ	4
Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	11,1
Schmelzintervall [°C]	1.185 – 1.270
Gusstemperatur [°C]	1.320 – 1.380
Elastizitätsmodul [MPa]	114.000
WAK (25–500 °C) [ $\cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$ ]	15,2
WAK (20–600 °C) [ $\cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$ ]	15,4
Bruchdehnung [%]	11,0
Vickers Härte [MPa]	240
0,2%-Dehngrenze [MPa]	450
Zusammensetzung [in Gew.-%]	Pd (53,3) Ag (37,7) Sn (8,5) In < (1,0) Ru < (1,0) Li < (1,0)

## d) Goldbasislegierung

In dieser Studie wurden 32 Prüfkörper aus Goldbasislegierung (d.SIGN 91, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) verwendet. Die Prüfkörper wurden scheibenförmig mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Höhe von 3,4 mm analog zu Wachsmoellationen nach Herstellervorgaben zum d.SIGN 91

Schleudergussystem angestiftet, eingebettet und gegossen. Nach dem Ausbetten wurden die Gusskanäle mit rotierenden Instrumenten entfernt und die Prüfkörper fertiggestellt [39].

Um eine einheitliche Oberflächenstruktur und Klebefläche zu erzielen, wurden die Prüfkörperscheiben mithilfe einer Probenschleifmaschine (Metaserv Universal Polisher, Buehler GmbH, Düsseldorf) bei einer Geschwindigkeit von 100 Umdrehungen pro Minute unter Wasserkühlung mit Schleifscheiben (SiC Grinding Paper, Durchmesser 200 mm, Grit P600, Buehler GmbH, Düsseldorf) beidseitig parallel plangeschliffen.

*Tabelle 4: Die Zusammensetzung und physikalischen Eigenschaften von d.SIGN 91 waren wie folgt (alle Angaben sind Herstellerangaben):*

Typ	4
Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	14,3
Schmelzintervall [°C]	1.175 – 1.305
Gusstemperatur [°C]	1.360 – 1.420
Elastizitätsmodul [MPa]	108.000
WAK (25–500 °C) [ $\cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$ ]	14,2
WAK (20–600 °C) [ $\cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$ ]	14,4
Bruchdehnung [%]	31,0
Vickershärte [MPa]	250
0,2%-Dehngrenze [MPa]	500
Zusammensetzung [in Gew.-%]	Au (60,0) Pd (30,6) In (8,4) Ga (1,0) Re < (1,0) Ru < (1,0)

## 1.2 Herstellung der Acrylglastuben

Zur Gewährleistung einer standardisierten Verklebung wurden bei dieser Studie Acrylglastuben verwendet. Um die Klebefläche konstant zu halten, wurden diese mithilfe einer CNC-Maschine hergestellt. Die Tuben waren rund und hatten einen Innendurchmesser von 3,2 mm, woraus sich eine Klebefläche von 8,04 mm<sup>2</sup> ergab. Die beiden Tubusenden waren parallel zueinander und hatten einen Winkel von 90° zur Tubuslängsachse. Dadurch konnten die Prüfkörper mit den Tuben senkrecht verklebt und auf Zug axial bis zum Bruch belastet werden. Um eine minimale Auflagefläche im Bereich des Klebeinterfaces zu erzielen, wurde die Eingangsfläche abgeschrägt. Die Tuben wurden mit einem dualhärtenden Kompositkunststoff gefüllt. Um eine gerichtete Abbindekontraktion zu erzielen, wurden

mittels eines 2 mm im Durchmesser messenden Rosenbohrer zwei Mulden auf der Innenseite in ca. 3 mm Abstand zum Tubusende angelegt. In der folgenden Abbildung sind die genauen Maße, die zur Herstellung der Tuben verwendet wurden, dargestellt.

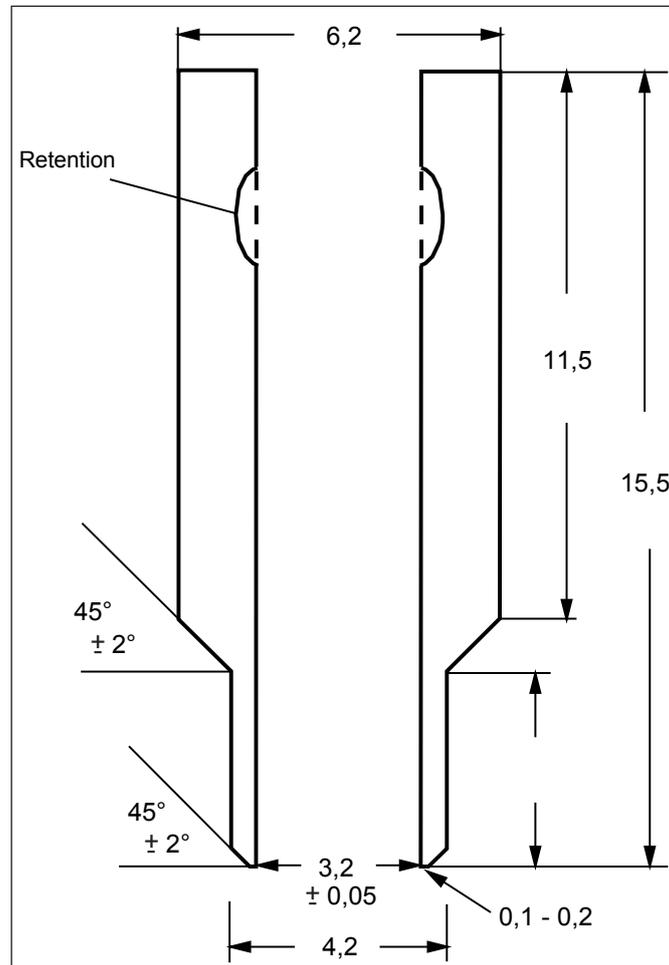


Abbildung 5: Querschnittszeichnung eines Acrylglastubus  
Alle Angaben in mm (bis auf die Winkelmaße)

### 1.3 Tubenfüllmaterial

Als Füllmaterial wurde Multicore Flow (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) verwendet. Multicore Flow ist ein dualhärtendes Stumpfaufbaumaterial, das in Kartuschen geliefert wird und mittels einer Applikationspistole appliziert wird. Die Kartuschen besitzen zwei gleich große Kammern mit Basis- und Katalysatorpaste für ein Mischverhältnis von 1:1. Die Aushärtung erfolgt chemisch und eine zusätzliche Lichtpolymerisation ist optional. Die physikalischen Eigenschaften und die Zusammensetzung sind im Folgenden aufgeführt (alle Angaben sind Herstellerangaben).

Tabelle 5: Die Zusammensetzung und physikalischen Eigenschaften von Multicore Flow waren wie folgt (alle Angaben sind Herstellerangaben):

Biegefestigkeit [MPa]	135 ± 10
Druckfestigkeit [MPa]	235 ± 20
Polymerisationsschrumpfung [%]	ca. 4
WAK [ $*10^{-6}K^{-1}$ ]	ca. 50 - 60
Wasseraufnahme 7 Tage [g/mm <sup>3</sup> ]	25
Biegemodul [MPa]	9.000
Vickers Härte [MPa]	510
Verarbeitungszeit bei 37 °C [s]	90 - 120
Röntgenopazität [%Al]	300
Zusammensetzung [in Gew.-%]	<p>Basis:</p> <p>Dimethacrylate (28,1)</p> <p>Bariumglasfüller, Ba-AlFluoro-Silikatglas,</p> <p>Hochdisperses Siliziumdioxid (54,9)</p> <p>Ytterbiumtrifluorid (16,4)</p> <p>Katalysatoren, Stabilisatoren und Pigmente (0,6)</p> <p>Katalysator:</p> <p>Dimethacrylate (28,4)</p> <p>Bariumglasfüller, Ba-AlFluoro-Silikatglas,</p> <p>Hochdisperses Siliziumdioxid (54,4)</p> <p>Ytterbiumtrifluorid (16,2)</p> <p>Katalysatoren, Stabilisatoren und Pigmente</p>

## 1.4 Kompositkleber

Zwei verschiedene Kompositkleber wurden in dieser Studie verwendet. Die Silikatkeramikprüfkörper wurden mit Variolink II (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) verklebt. Variolink II ist zahnfarben und bietet eine gute Farbstabilität, daher eignet er sich sehr gut für die Verklebung von relativ transparenten Silikatkeramiken im ästhetisch anspruchsvollen Bereich. Die Oxidkeramik-, Palladiumbasis- und Goldbasisprüfkörper waren nicht transparent und wurden daher mit Multilink Automix (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) verklebt. Multilink Automix ist in drei verschiedenen Pigmentierungen (gelb, transparent und opak) erhältlich.

### a) Variolink II

Das in dieser Studie verwendete Variolink II (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) ist ein selbsthärtendes, niedrigvisköses, röntgenopakes Befestigungskomposit mit optionaler Lichthärtung. Variolink II besteht aus jeweils einer Basis- und Katalysatorpaste. Die Basispaste ist in 6 Farben und die Katalysatorpaste in 2 Farben erhältlich, somit ergeben sich 12 Farbkombinationen. Die Basis- und Katalysatorpasten werden in einem Mischverhältnis von 1:1 manuell angemischt.

*Tabelle 6: Die Zusammensetzung und physikalischen Eigenschaften von Variolink II waren wie folgt (alle Angaben sind Herstellerangaben):*

Biegefestigkeit [MPa]	100 ± 15
Druckfestigkeit [MPa]	240
Polymerisationsschrumpfung [%]	ca. 3,5
WAK [ $\cdot 10^{-6} \cdot K^{-1}$ ]	ca. 40 - 50
Wasseraufnahme 7 Tage [g/mm <sup>3</sup> ]	25
Zusammensetzung [in Gew.-%]	Basis: Ytterbiumtrifluorid ( $\leq 25$ ) Bis-GMA (10 - < 25) Urethandimethacrylat (3 - < 10) Triethylenglycoldimethacrylat (3 - < 10) Katalysator: Ytterbiumtrifluorid (10 - < 25) Urethandimethacrylat (3 - < 10) Decandioldimethacrylat (3 - < 10) Dimethylbenzylhydroperoxid (1 - < 2,5)

## b) Multilink Automix

Multilink Automix (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) ist ein selbsthärtendes, niedrigvisköses, röntgenopakes Befestigungskomposit mit optionaler Lichthärtung. Multilink Automix ist in den Farben Transparent, Weiß, Gelb und Opak erhältlich und besteht aus zwei mit Katalysator- und Basispaste gefüllten Kammern. Bei der Applikation erfolgt die Mischung mit einem Mischverhältnis von 1:1 durch eine Doppelschubspritze in einer Mischkanüle. Die physikalischen Eigenschaften und die Zusammensetzung sind im Folgenden aufgeführt (alle Angaben sind Herstellerangaben):

*Tabelle 7: Die Zusammensetzung und physikalischen Eigenschaften von Multilink Automix waren wie folgt (alle Angaben sind Herstellerangaben):*

Biegefestigkeit [MPa]	110 ± 10
Druckfestigkeit [MPa]	240 ± 20
Polymerisationsschrumpfung [%]	ca. 4
WAK [ $*10^{-6}K^{-1}$ ]	ca. 50-60
Wasseraufnahme 7 Tage [g/mm <sup>3</sup> ]	25
Zusammensetzung [in Gew.-%]	<p>Basis:</p> <p>Dimethacrylate und HEMA (33,1)</p> <p>Bariumglasfüller, Ba-Al-Fluoro-Silikat-Glasfüller (37,4)</p> <p>Ytterbiumtrifluorid (23,0)</p> <p>Siliziumdioxidfüller (5,4)</p> <p>Katalysatoren und Stabilisatoren (1,0)</p> <p>Pigmente (&lt;0,03)</p> <p>Katalysator:</p> <p>Dimethacrylate und HEMA (32,4)</p> <p>Bariumglasfüller, Ba-Al-Fluoro-Silikat-Glasfüller (37,4)</p> <p>Ytterbiumtrifluorid (23,0)</p> <p>Siliziumdioxidfüller (5,4)</p> <p>Katalysatoren und Stabilisatoren (1,8)</p>

### 1.5 Primer

Jeweils die Hälfte der Prüfkörper jeder Versuchsgruppe wurde mit dem neuartigen Universalprimer Monobond Plus verklebt. Die andere Hälfte jeder Versuchsgruppe wurde als Kontrollgruppe mit dem jeweiligen bereits erprobten etablierten Goldstandard verklebt. Als Goldstandard wurden für die

Silikatkeramiken Monobond S (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), für die Oxidkeramiken Clearfil Ceramic Primer (Kuraray, Osaka, Japan) und für die Palladiumbasis- und Goldbasislegierungen Alloy Primer (Kuraray) verwendet.

#### a) Universalprimer

Der Universalprimer ist ein Einkomponentenhaftvermittler mit drei verschiedenen funktionellen Methacrylaten (Silanmethacrylat, Phosphorsäuremethacrylat und Sulfidmethacrylat) für Verklebungen an Keramiken und Legierungen. Er wird im Überschuss aufgetragen und nach einer Einwirkzeit von 60 Sekunden mit einem Luftbläser getrocknet.

*Zusammensetzung des Universalprimers (alle Angaben sind Herstellerangaben):*

Ethanol 96 %; Silanmethacrylat, Phosphorsäuremethacrylat und Sulfidmethacrylat 4 %

#### b) Monobond S

Monobond S ist ein Einkomponentensilan und dient als Haftvermittler zwischen Kompositkunststoff und Silikatkeramiken [6].

*Zusammensetzung des Monobond S (alle Angaben sind Herstellerangaben):*

Ethanol 50 – 52 %, Wasser, Silan und Essigsäure

#### c) Clearfil Ceramic Primer

Der Clearfil Ceramic Primer ist ein Einflaschenkonditionierungsmittel und dient als Haftvermittler für Silikatkeramiken und Oxidkeramiken. Zusätzlich wird er vom Hersteller auch für die Konditionierung von Kompositrestaurationen empfohlen.

*Zusammensetzung des Clearfil Ceramic Primers (alle Angaben sind Herstellerangaben):*

Ethanol > 80 %, 10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogenphosphat und 3-Methacryloxypropyl-Trimethoxysilan < 5 %

#### d) Alloy Primer

Der Alloy Primer dient als Haftvermittler bei metallischen Legierungen. Laut Hersteller wird durch das aktive Phosphatmonomer MDP der Verbund zwischen Komposit und Edelmetall optimiert.

*Zusammensetzung des Alloy Primers (alle Angaben sind Herstellerangaben):*

Azeton > 90 %, 10-Methacryloyloxydecyl-Dihydrogenphosphat, 6-(4-Vinylbenzyl-n-Propyl) Amino-1,3,5-Triazin-2,4Dithion (VBATDT)

## 1.6 Glyceringel

An den der Luft exponierten Flächen des Kompositklebers entsteht eine sogenannte Sauerstoffinhibitionsschicht [9], welche nicht abgebundene Kompositanteile enthält. Um der Sauerstoffzufuhr entgegenzuwirken, wurde an den dem Luftsauerstoff exponierten Anteilen der Klebefuge ein sauerstoffundurchlässiges Glyceringel aufgetragen (LiquidStrip, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Dies ermöglichte dann die vollständige Aushärtung des Kompositklebers auch an der Oberfläche.

*Zusammensetzung des LiquidStrips (alle Angaben sind Herstellerangaben):*

Glyzerin > 90 %, Siliziumdioxid und Aluminiumoxid

## 1.7 Flusssäuregel

IPS Ceramic Etching Gel (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) ist ein 5 %iges Hydrofluoridsäuregel und dient der Reinigung, sowie der Schaffung einer mikrorauen Klebefläche an der Silikatkeramik.

*Zusammensetzung des IPS Ceramic Etching Gels (alle Angaben sind Herstellerangaben):*

Fluorwasserstoffsäure < 5 %, Wasser, Verdickungsmittel und Farbpigmente

## 1.8 LOT-Nummern der verwendeten Materialien

Tabelle 8: Die Chargennummern der in der Studie verwendeten Materialien werden im Folgenden in einer Tabelle zusammengefasst:

Handelsname	Art des Materials	Hersteller	LOT-Nummer
IPS Empress Esthetic	Silikatkeramik	Ivoclar Vivadent	KM0286
IPS e.max ZirCAD	Zirkonoxidkeramik	Ivoclar Vivadent	K37901
W-1	Palladiumbasislegierung	Ivoclar Vivadent	K55614SK
d.SIGN 91	Goldbasislegierung	Ivoclar Vivadent	K52284ME
Variolink II	Kompositkleber	Ivoclar Vivadent	K37003
Multilink Automix	Kompositkleber	Ivoclar Vivadent	K57578
Multicore Flow	Füllungskomposit	Ivoclar Vivadent	K51968
IPS Ceramic Etching Gel	Flusssäuregel	Ivoclar Vivadent	K49827
Experimenteller Primer	Universalprimer	Ivoclar Vivadent	R-38-082-2
Monobond-S	Silan	Ivoclar Vivadent	K44252
Clearfil Ceramic Primer	Phosphatmonomerhaltiger Primer	Kuraray dental	15K
Alloy Primer	Schwefelhaltiger Primer	Kuraray dental	00304A
Liquid Strip	Glyceringel	Ivoclar Vivadent	K44713

## 2. Methode

### 2.1 Einteilung der Versuchsgruppen

Jede Restaurationsmaterialgruppe bestand aus 32 Proben. Jeweils 16 davon wurden mit dem Universalprimer und die anderen 16 als Kontrollgruppe mit dem jeweiligen materialspezifischen Goldstandard verklebt. Die Hälfte dieser Verklebungen wurde nach 3 Tagen und die andere Hälfte nach 167 Tagen bis zum Bruch axial belastet. Dadurch entstanden 16 Gruppen, die im Folgenden tabellarisch dargestellt werden:

*Tabelle 9: Einteilung der Versuchsgruppen*

Gruppe (n=16)	Restaurations-Material	Verbund-system	Codes	Zeitserie
1	Empress Esthetic	Universalprimer – Variolink II	EP-VAR003	003 Tage
2		Universalprimer – Variolink II	EP-VAR167	167 Tage
3		Monobond S – Variolink II	SIL-VAR003	003 Tage
4		Monobond S – Variolink II	SIL-VAR167	167 Tage
5	e.max ZirCAD	Universalprimer – Multilink Automix	EP-MA003	003 Tage
6		Universalprimer – Multilink Automix	EP-MA167	167 Tage
7		Clearfil Ceramic Primer – Multilink Automix	CCP-MA003	003 Tage
8		Clearfil Ceramic Primer – Multilink Automix	CCP-MA167	167 Tage
9	d.SIGN 91	Universalprimer – Multilink Automix	EP-MA003	003 Tage
10		Universalprimer – Multilink Automix	EP-MA167	167 Tage
11		Alloy Primer – Multilink Automix	AP-MA003	003 Tage
12		Alloy Primer – Multilink Automix	AP-MA167	167 Tage
13	W-1	Universalprimer – Multilink Automix	EP-MA003	003 Tage
14		Universalprimer – Multilink Automix	EP-MA167	167 Tage
15		Alloy Primer – Multilink Automix	AP-MA003	003 Tage
16		Alloy Primer – Multilink Automix	AP-MA167	167 Tage

## 2.2 Vorbereitung der Klebeflächen

Die Klebeflächen der Silikatkeramikprüfkörper wurden mit 5 %igem Flusssäuregel für 60 Sekunden angeätzt und anschließend 30 Sekunden lang mit Wasserspray gründlich abgesprüht und dann trocken geblasen. Die Klebeoberflächen der Oxidkeramiken wurden mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  der Korngröße 50  $\mu\text{m}$  (Edelkorund Weiß 50  $\mu\text{m}$ , 99,8 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Pluradent, Offenbach, D) bei einem Strahldruck von 1 bar (0,1 MPa) für 15 Sekunden aus 10 mm Entfernung korundgestrahlt (Punktstrahlgerät P-G 400, Harnisch + Rieth GmbH, Winterbach, D) und die restlichen Korundpartikel anschließend mit Luft abgeblasen. Die Palladiumbasis- und Goldbasisprüfkörper wurden auf die gleiche Weise - nur mit einem erhöhten Strahldruck von 2,5 bar (0,25 MPa) - ebenfalls korundgestrahlt. Die Flusssäureätzung und die Korundstrahlung erfolgten jeweils unmittelbar vor der Verklebung [63].

## 2.3 Konditionierung der Klebeflächen

Alle Prüfkörper wurden unmittelbar vor der Verklebung mit der Klebefläche nach unten zeigend in einem mit 96 %igem Isopropylalkohol gefüllten Prothesenreinigungsbecher auf einen Siebeinsatz gelegt und für drei Minuten mittels Ultraschall gereinigt.

### a) Universalprimer

Bei den Gruppen, die mit dem Universalprimer verklebt wurden, erfolgte unabhängig vom Restaurationsmaterial die Applikation des Universalprimers mit einem Microbrush im Überschuss. Nach 60 Sekunden Einwirkzeit wurde der verbliebene Überschuss mit einem Luftbläser vollständig verblasen.

### b) Kontrollgruppen

Die Klebeoberflächen der Silikatkeramikkontrollgruppe wurden mit Monobond S benetzt und nach einer Einwirkzeit von 60 Sekunden mittels Luftbläser getrocknet. Bei der Kontrollgruppe der Oxidkeramiken erfolgte die Konditionierung mit dem Clearfil Ceramic Primer. Dieser wurde ebenfalls mit einem Microbrush auf die Klebeoberfläche appliziert und nach 60 Sekunden Einwirkzeit mit einem Luftstrom verblasen. Die Konditionierung der Kontrollgruppen der Palladiumbasis- und der Goldbasislegierung erfolgte mit Alloy Primer. Der Primer wurde mit einem Microbrush aufgetragen. Die Einwirkzeit betrug 10 Sekunden ohne abschließendes Verblasen.

## 2.4 Verklebung

### a) Füllen der Acrylglastuben

Die vorbereiteten Acrylglastuben wurden unmittelbar vor dem Klebevorgang mit dem dualhärtenden Stumpfaufbaumaterial gefüllt. Dazu wurde die Tubenbasis mit einem Klebestreifen verschlossen und in eine dafür vorgesehene Haltevorrichtung eingesetzt. Nach Herstellerangaben wurde die Applikationspistole zusammengebaut und die Tuben wurden von der Basis her mit Multicore Flow (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) blasenfrei gefüllt. Die Kunststoffreste wurden anschließend mithilfe eines Kunststoffspatels und Schaumstoffpellets plan im Bereich des konisch zulaufenden Endes entfernt. Eine Aushärtezeit von 6 Minuten wurde eingehalten. Die im Vorfeld angebrachten Mulden im Tubusinneren ermöglichten dabei eine gerichtete Abbindeschumpfung des Kompositkunststoffs in Richtung der Tubusbasis. Dadurch war ein Niveauunterschied von ca. 50 - 100  $\mu\text{m}$  zwischen Tubusrand und der Kompositoberfläche nachweisbar [50].

### b) Klebevorrichtung

Für die Verklebung wurde in der Abbildung 6 dargestellte Klebevorrichtung verwendet. Dadurch konnten die Verklebungen axial und mit gleichem Anpressdruck erfolgen. Die Klebevorrichtung besteht aus einem Basisteil mit zwei Linearführungen. Zusätzlich befindet sich im oberen Teil ein Schlitten parallel zu der Basisplatte. Der Schlitten ist durch die parallele Linearführung mit dem Basisteil verbunden und hat ein Gesamtgewicht von 750 g, wodurch eine definierte Anpresskraft bei der Verklebung ermöglicht wird [46]. An der Unterseite des Schlittens befindet sich eine Aufnahme für den Acrylglastubus, welcher mit dem konischen Anteil nach unten zeigend und parallel zur Prüfkörperoberfläche mittels einer Feststellschraube (M2) fixiert wird. Durch das Lösen der in der linken Linearführung befindlichen Feststellschraube (M4) senkt sich der Schlitten. Die Prüfkörper werden mit der Klebeoberfläche nach oben auf ein Silikonkissen positioniert. Das Silikonkissen gleicht eventuelle Ungenauigkeiten an der Unterseite der Prüfkörper aus und sichert damit eine gleichmäßige axiale Belastung.

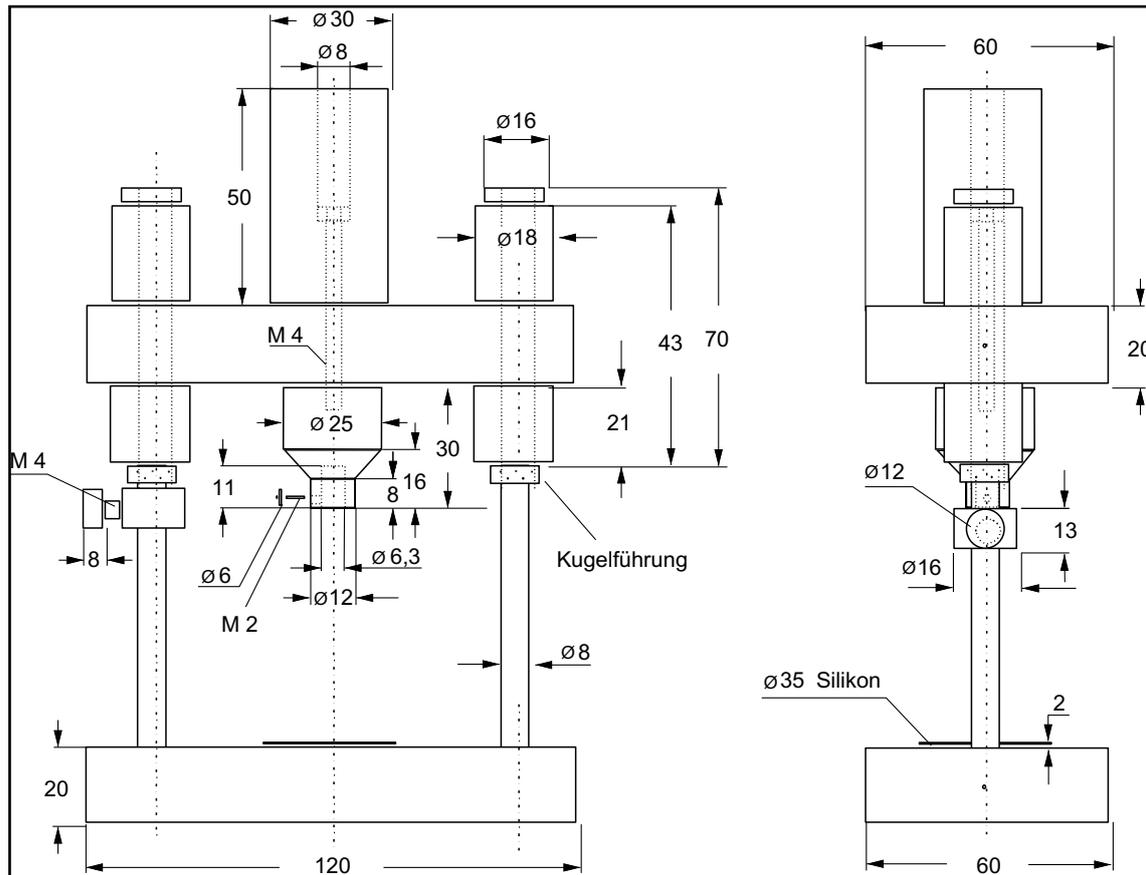


Abbildung 6: Konstruktionszeichnung der in dieser Studie verwendeten Klebevorrichtung  
Alle Angaben sind in mm mit Ausnahme der Feststellschrauben M2 und M4

### c) Klebevorgang

Für die Verklebung der Silikatkeramiken wurde wie bereits erwähnt Variolink II (Ivoclar Vivadent) und für die Verklebungen der anderen Restaurationsmaterialien Multilink Automix (Ivoclar Vivadent) verwendet.

Eine jeweils gleiche Menge an Variolink II-Basispaste und Katalysatorpaste wurde gemäß Herstellerangaben auf einen Anmischblock aufgetragen und mittels eines Kunststoffspatels 10 Sekunden lang homogen vermischt und anschließend glattgestrichen, um eine eventuelle Blasenbildung zu mindern. Dann wurde die verstrichene Paste mit dem Spatel aufgenommen und blasenfrei auf die Kompositfläche des konisch zulaufenden Endes des zuvor eingespannten Acrylglastubus aufgetragen. Durch das Lösen der Fixierungsschraube an der Linearführung konnte nun der Schlitten abgesenkt werden, so dass der mit Komposit versehene Tubus mittig und senkrecht auf dem Prüfkörper zum Erliegen kam. Überschüssige Kleberreste am Rand wurden mit Schaumstoffpellets sauber entfernt und zirkulär Glyceringel aufgetragen, um die Bildung einer Sauerstoffinhibitionsschicht zu verhindern. Die Proben wurden dann 2 Minuten nach Mischbeginn für jeweils 20 Sekunden von zwei gegenüberliegenden Seiten mit einer Halogenpolymerisationslampe (Demetron Optilux 501, Kerr Corporation, West Collinins, USA) lichtgehärtet und dann für 180 Sekunden im Lichtofen (UniXS,

Heraeus Kulzer, Hanau, D) weiterpolymerisiert. Anschließend folgte die Endpolymerisation der Prüfkörper für 5 Minuten in einem 37°C Wärmeofen.

Für die Applikation von Multilink Automix wurde gemäß Herstellerangaben eine Einmalmischkanüle aufgesetzt und ein geringer Teil des zuerst austretenden Komposits verworfen, um einen homogen gemischten Kleber zu erhalten. Anschließend folgte das Auftragen des Kompositklebers auf den Acrylglastubus. Die weiteren Arbeitsschritte entsprachen dem zuvor beschriebenen Vorgehen bei der Verwendung von Variolink II.

## 2.5 Lagerung

Die Prüfkörper jeder Testgruppe ( $n = 16$ ) wurden randomisiert in zwei verschiedene Untergruppen ( $n=8$ ) mit unterschiedlichen Lagerbedingungen unterteilt [71]. Eine Zeitserie wurde für 3 Tage in 37°C warmen Wasser gelagert. Die andere Zeitserie wurde für 167 Tage in 37°C warmen Wasser gelagert, wobei während dieser Zeit die Prüfkörper fünf Mal im Abstand von jeweils 3 Wochen in einer Thermocyclingapparatur (Willytec, München, D) einer Temperaturwechselbelastung mit jeweils 7.500 Zyklen (also insgesamt 37.500 Zyklen) ausgesetzt wurden. Ein Zyklus umfasste eine Wechsellast von 5°C auf 55°C und wieder zurück auf 5°C. Die Prüfkörper lagen dabei in einem speziellen wasserdurchlässigen Drahtgeflecht. Dieses Geflecht war an einem Schwenkarm befestigt. Der Schwenkarm bewegte das Geflecht aus einem 5°C kalten Wasserbad in ein 55°C warmes Wasserbad und vice versa. Dabei lagen die Prüfkörper jeweils 30 Sekunden lang in jedem Bad und die Übertragungszeit zwischen den Bädern betrug 6 Sekunden.

## 2.6 Debonding

In Anlehnung an DIN 53288 (Lösen der Klebung mittels Zugkraft axial senkrecht zur Klebefläche) wurden die Verklebungen unmittelbar nach der Lagerung durch einen axialen Zugversuch gelöst. Dafür wurden die Prüfkörper in einer speziellen Abzugsvorrichtung, die eine axiale Abzugsrichtung zur Klebefläche gewährleistete, befestigt und mittels einer Universalprüfmaschine (Zwick Z010/TN2A, Ulm, Deutschland) bei einer Vorschubgeschwindigkeit von 2 mm/min bis zum Bruch belastet [46]. Um eine momentfreie Krafteinleitung sicherzustellen, wurden die beiden Teile der Abzugsvorrichtung nicht direkt, sondern mittels Ketten an dem Arm bzw. der Basis der Materialprüfmaschine befestigt (Abbildungen 7 und 8) [25]. Die Verbundfestigkeit der Klebung wurde anschließend als Quotient aus der Gesamtkraft (N) und der Gesamtklebefläche ( $\text{mm}^2$ ) durch das zu der Abzugsvorrichtung gehörende Computerprogramm errechnet. Die daraus resultierenden Werte werden im Ergebnisteil in MPa (=  $\text{N}/\text{mm}^2$ ) angegeben.

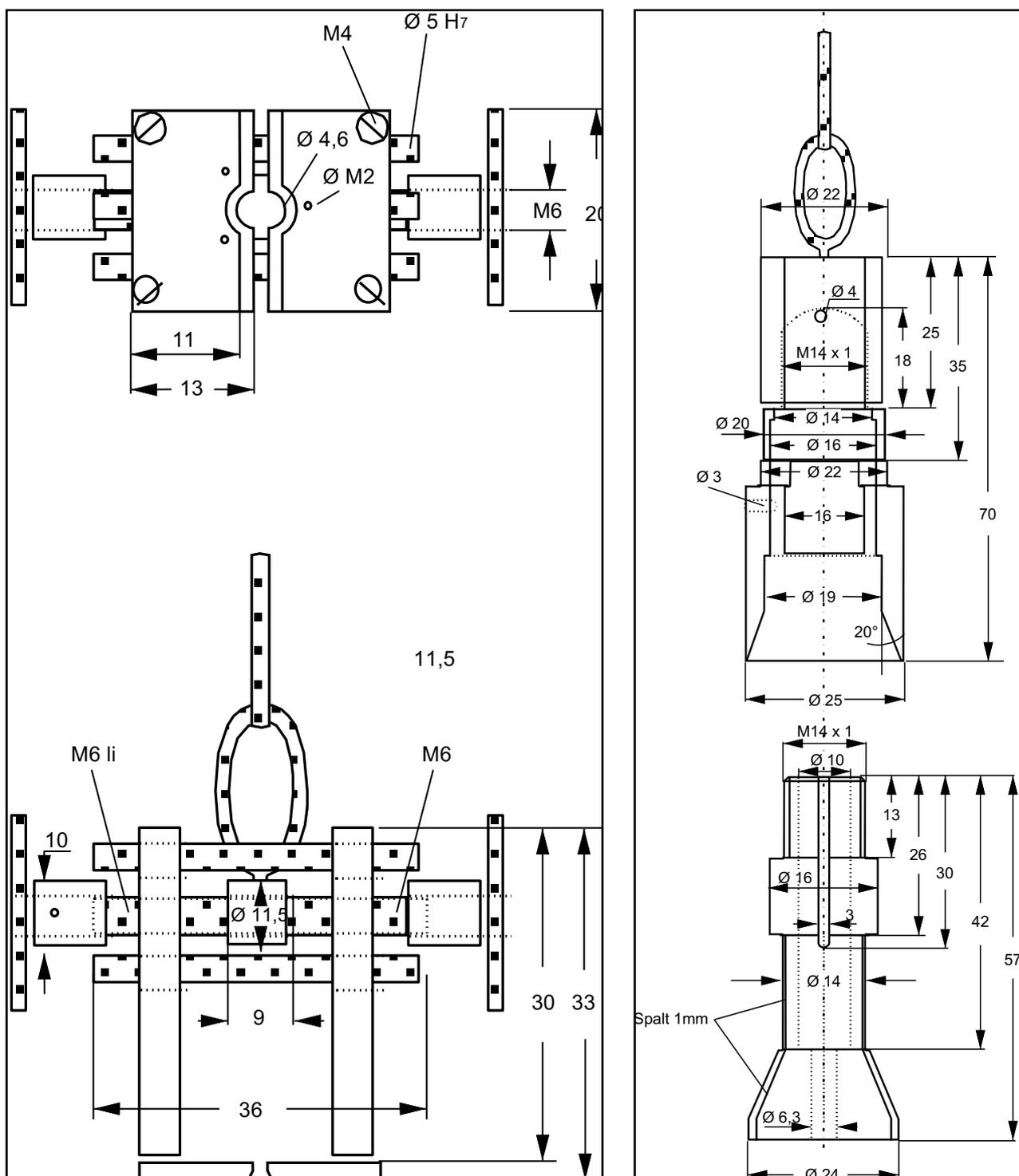


Abbildung 7 und 8 Konstruktionszeichnungen der in dieser Untersuchung verwendeten zweiteiligen Abzugsvorrichtung  
Alle Angaben in mm, sofern nicht in Grad angegeben.

## 2.7 Übersicht über das Versuchsdesign und Verteilung der Proben

Das Versuchsdesign wurde bereits 1993 von Kern und Thompson vorgestellt [46].

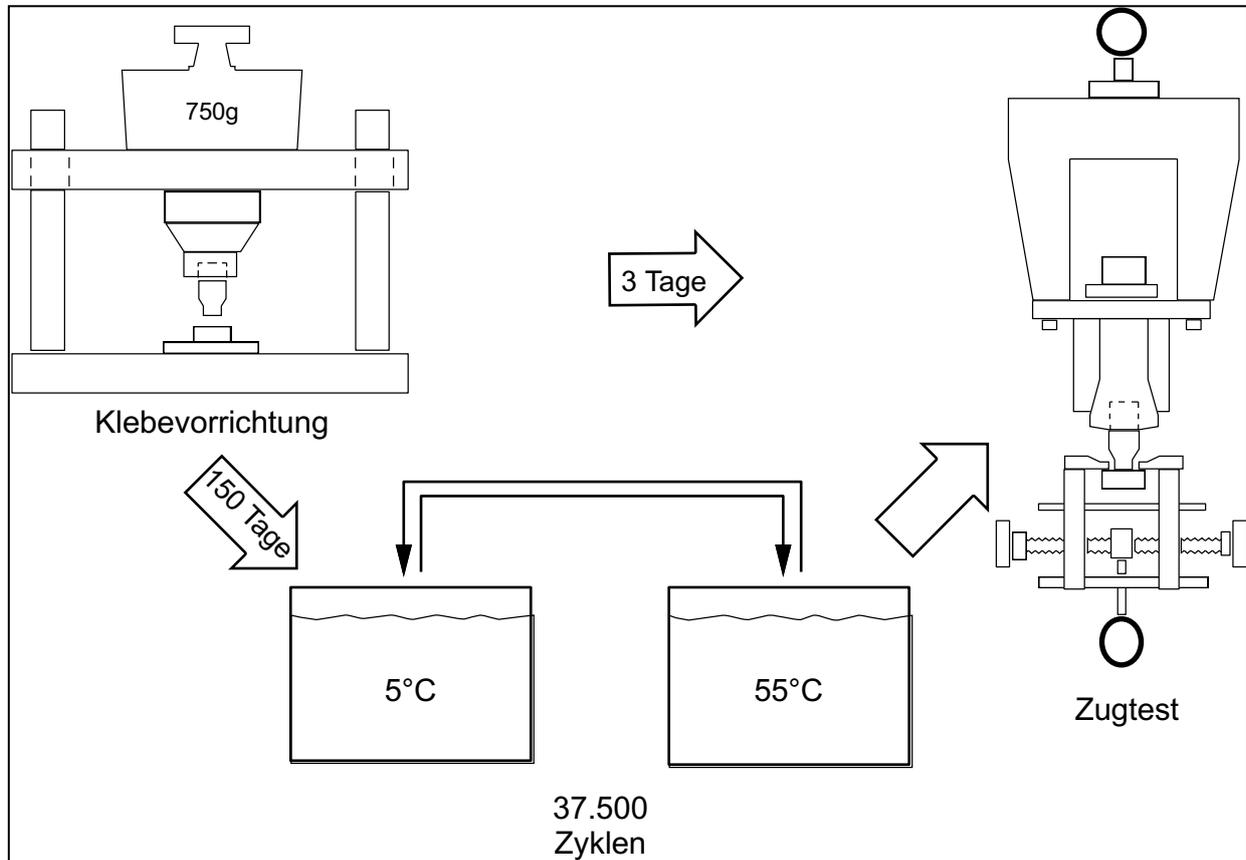


Abbildung 9: Schematische Darstellung des Versuchsdesigns

## **2.8 Lichtmikroskopische Bruchflächenanalyse**

Im Stereomikroskop (Zeiss S7, Carl Zeiss AG, Oberkochen) erfolgte die Auswertung aller Prüfkörper bei 30-facher Vergrößerung. Die Bruchmodi wurden in adhäsiv oder kohäsiv unterteilt. Adhäsiver Bruchmodus bedeutete hierbei, dass der Kompositkleber sich vom Restaurationsmaterial gelöst hatte. Falls der Bruch im Kompositkleber oder im Füllungsmaterial lag, wurde dieser als kohäsiv bezeichnet. Bei den Prüfkörpern, bei denen sowohl ein adhäsiver, als auch ein kohäsiver Bruchmodus vorlag, wurde der prozentuale Anteil des Bruchmodus von der Gesamtklebefläche in 10 %-Schritten abgeschätzt und dokumentiert. Diese Werte wurden für jede Versuchsgruppe zusammengefasst und das arithmetische Mittel hinsichtlich des Anteils der adhäsiven und kohäsiven Brüche ermittelt.

## **2.9 Rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenanalyse**

Nach der lichtmikroskopischen Bruchanalyse bei 30-facher Vergrößerung wurden aus jeder Gruppe drei repräsentative Prüfkörper entnommen und rasterelektronenmikroskopisch beurteilt. Dabei wurde auf die Prüfkörper eine ca. 15 nm dicke Goldschicht aufgesputtert. Im Anschluss wurden die REM-Bilder bei einer Spannung von 15 keV und einem Abstand von 10 mm aufgenommen (XL 30 CP, Philips, Eindhoven, Niederlande). Die REM-Bilder wurden bei 50-facher, 250-facher, 750-facher und 2000-facher Vergrößerung analysiert (bezogen auf das Computerdisplay).

## **3. Statistische Auswertung**

Die Daten der Zugversuche wurden mit dem Programm Statistiklabor in der Version 3.5.0.1 (<http://www.statistiklabor.de>, Center für Digitale Systeme, Freie Universität Berlin) ausgewertet, das als Frontend auf der statistischen Programmiersprache „R“ in der Version 2.0.1 (<http://www.r-project.org>) aufsetzt.

Jede einzelne Gruppe wurde zunächst mit dem Shapiro-Wilk-Test auf Normalverteilung hin überprüft. Hieraus ergab sich, dass einzelne Gruppen nicht normalverteilt waren. Daraufhin erfolgte die Durchführung des nichtparametrischen Kruskal-Wallis-Test über die Grundgesamtheit. Der Test wies statistisch signifikante Unterschiede zwischen einzelnen Gruppen nach. Deshalb folgte eine Überprüfung aller Proben in ausgewählten Konfigurationen paarweise mithilfe des Wilcoxon-Rangsummentest auf statistisch signifikante Unterschiede. Der Alpha-Fehler wurde nach Bonferroni-Holm korrigiert. Für jede Gruppe wurden deskriptiv Mittelwert, Median und Standardabweichung ermittelt.

### III. Ergebnisse

#### 1. Shapiro-Wilk-Test

Der Shapiro-Wilk Test zeigte, dass nicht alle Testgruppen normalverteilt waren. Die nachfolgenden Tabellen zeigen die ermittelten p-Werte aller Gruppen.

*Tabelle 10: Ergebnisse des Shapiro-Wilk-Tests*

Primer \ Material	Silikatkeramik		Zirkonoxidkeramik	
	3 Tage	167 Tage	3 Tage	167 Tage
“Goldstandard”	p=0,8682	p=0,3070	p=0,2757	p=0,6402
Universalprimer	p=0,2810	p=0,9216	p=0,8426	p=0,6368

Primer \ Material	Goldbasislegierung		Palladiumbasislegierung	
	3 Tage	167 Tage	3 Tage	167 Tage
“Goldstandard”	p=0,3766	p=0,4853	p=0,2211	p=0,2699
Universalprimer	p=0,4677	p=0,5846	p=0,01491	p=0,5511

## 2. Deskriptive Statistik

Die Tabelle 11 zeigt die Minima, Maxima, Mediane, sowie die ersten und dritten Quartile der Verbundwerte aller Testgruppen in MPa.

Tabelle 11: Deskriptive Statistik

Material	Primer	Lagerung	Minimum	1.Quart.	Median	3.Quart.	Maximum
Silikatkeramik	Goldstandard	3 Tage	32,9	38,8	42,2	45,4	50,3
		167 Tage	34,4	39,4	40,4	42,1	50,3
	Universalprimer	3 Tage	34,2	35,9	41,3	42,8	45,9
		167 Tage	28,1	35,1	37,2	41,1	48,1
Zirkonoxidkeramik	Goldstandard	3 Tage	31,7	41,8	46,8	50,0	51,6
		167 Tage	33,4	37,4	40,7	43,4	52,5
	Universalprimer	3 Tage	41,8	47,3	49,7	54,6	60,4
		167 Tage	30,5	36,3	40,6	46	50,2
Goldbasislegierung	Goldstandard	3 Tage	26	26,9	29,1	30,7	35,4
		167 Tage	9,8	16	19,7	22	23,6
	Universalprimer	3 Tage	13,7	18,7	25,9	28	35,4
		167 Tage	12,3	14,5	16,5	18,3	19,2
Palladiumbasis- legierung	Goldstandard	3 Tage	24,5	26	32,6	34	37,1
		167 Tage	10,3	15,7	20,3	21,5	23,4
	Universalprimer	3 Tage	18,7	27,4	29,9	30,2	32
		167 Tage	5,2	12,1	19,1	23,8	27,9

### 3. Wilcoxon-Rangsummentest

Die Tabelle 12 stellt die Mediane der Verbundwerte aus allen Gruppen paarweise gegenüber, wobei für jedes Restaurationsmaterial der Einfluss der künstlichen Alterung und des verwendeten Primers hinsichtlich der statistischen Signifikanz mittels Paarvergleich (Wilcoxon-Rangsummentest) errechnet wurde.

*Tabelle 12: Mediane der Verbundwerte und Ergebnisse des Wilcoxon-Rangsummentests. Die entsprechenden p-Werte stehen jeweils zwischen zwei verglichenen Medianen. Statistisch signifikante p-Werte ( $p \leq 0,05$ ) sind hier fett hervorgehoben.*

Primer \ Material	Silikatkeramik		Zirkonoxidkeramik	
	3 Tage	167 Tage	3 Tage	167 Tage
„Goldstandard“	42,2	(p=0,7209) 40,4	46,8	(p=0,2786) 40,7
	(p=0,4619)	(p=0,2786)	(p=0,1949)	(p=0,9591)
Universalprimer	41,3	(p=0,6454) 37,2	49,7	(p=0,01476) 40,6

Material \ Primer	Goldbasislegierung		Palladiumbasislegierung	
	3 Tage	167 Tage	3 Tage	167 Tage
„Goldstandard“	29,1	(p=0,000155) 19,7	32,6	(p=0,000155) 20,3
	(p=0,1304)	(p=0,1949)	(p=0,160)	(p=1)
Universalprimer	25,9	(p=0,03792) 16,5	29,9	(p=0,004662) 19,1

Während zwischen dem Universalprimer und dem „Goldstandard“-Primer keine signifikanten Unterschiede nachweisbar waren, hatte die künstliche Alterung mittels Temperaturwechselbelastung und Wasserlagerung über 167 Tage sowohl bei allen Metallgruppen als auch bei dem Universalprimer auf Zirkonoxidkeramik einen statistisch signifikanten Abfall der Haftwerte zur Folge. Bei den Gruppen der Silikatkeramik und bei „Goldstandard“-Primer auf Zirkonoxidkeramik war nach der künstlichen Alterung der Abfall der Verbundwerte nicht statistisch signifikant.

#### 4. Graphische Darstellung der Ergebnisse

Die im Rahmen der Zugversuche ermittelten Verbundwerte (MPa) können Abbildung 9 entnommen werden.

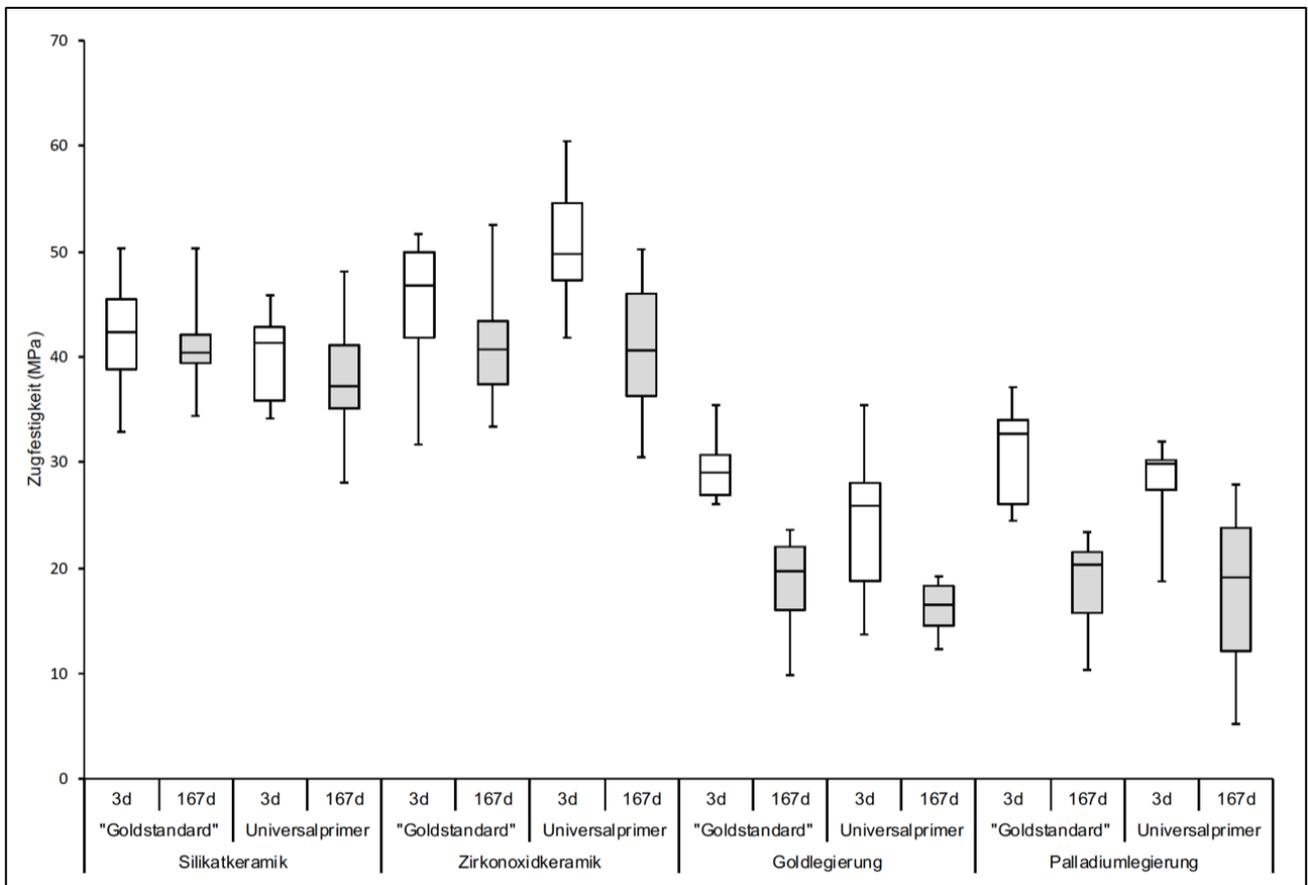


Abbildung 9: Boxplots der Verbundwerte (MPa) aller Kontroll- und Testgruppen aufgeteilt in Kurzzeitlagerung ohne künstliche Alterung und Langzeitlagerung mit künstlicher Alterung

Die graphische Darstellung zeigt, dass die Verbundwerte zu den Edelmetallen insgesamt deutlich geringer sind als zu den Keramiken und dass bei den Metallen ein stärkerer Abfall durch die künstliche Alterung mittels Temperaturwechselbelastung und Wasserlagerung über 167 Tagen zu verzeichnen ist.

## 5. Lichtmikroskopische Bruchflächenanalyse

Die im Rahmen der lichtmikroskopischen Auswertung ermittelten Bruchmodi können Abbildung 10 entnommen werden.

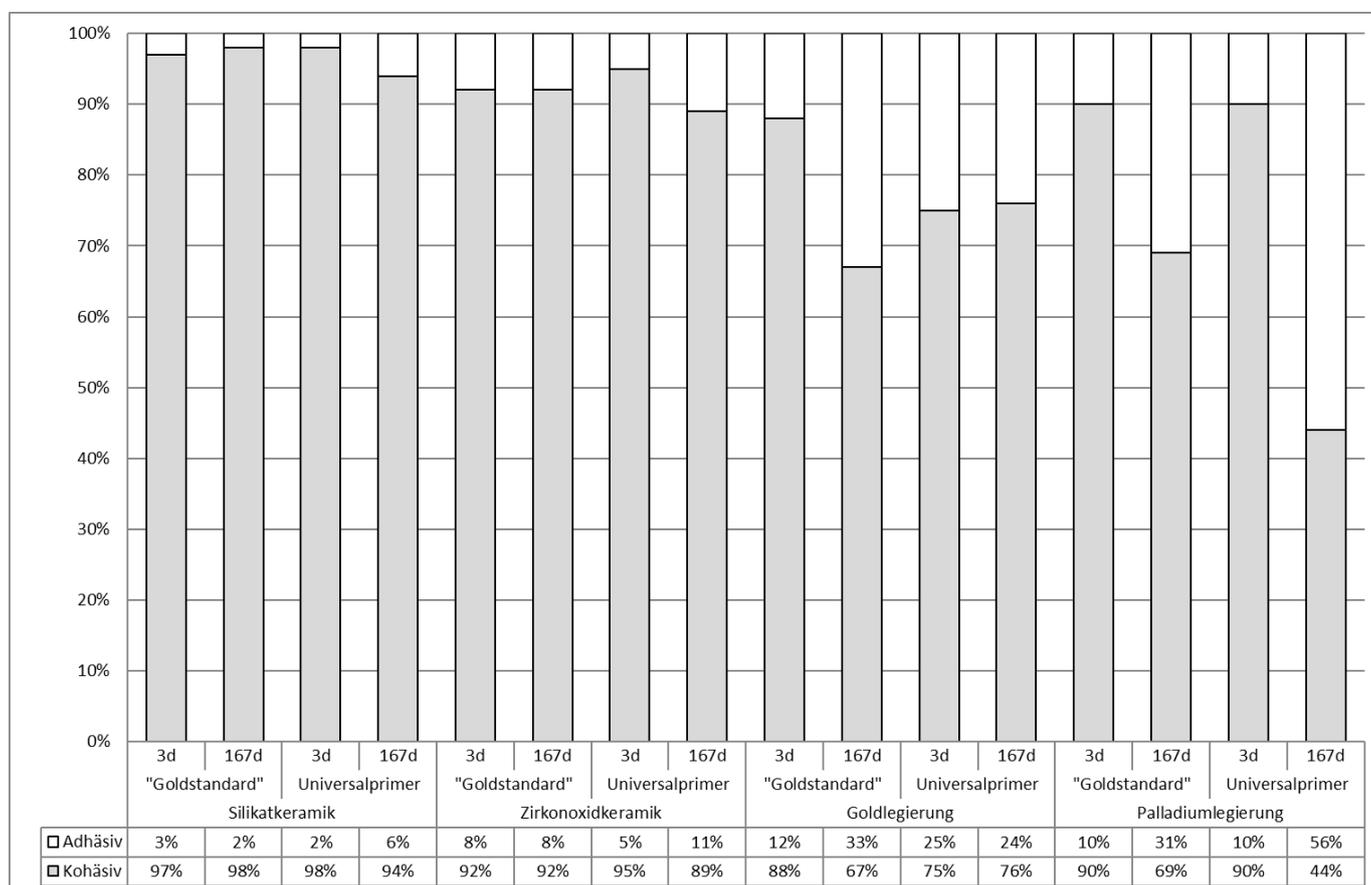
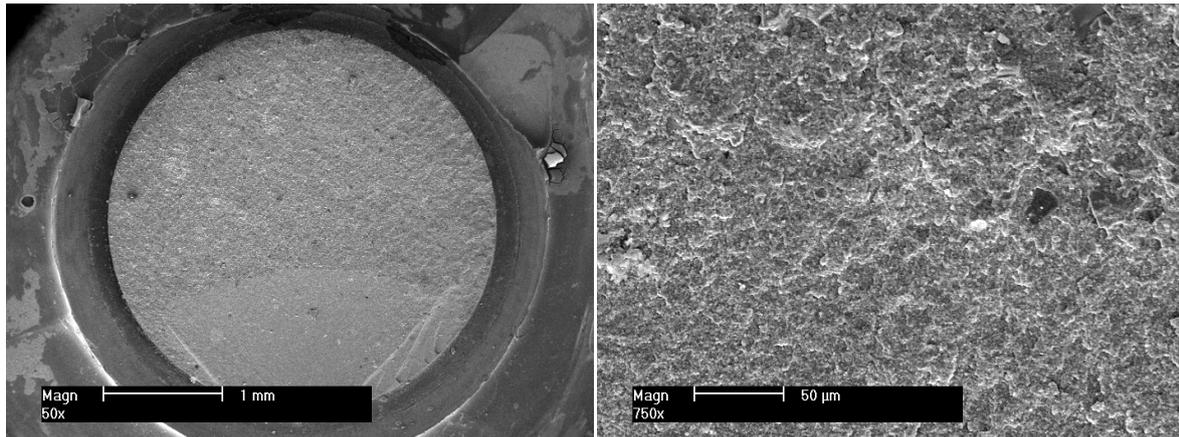


Abbildung 10: Bruchmodi (adhäsiv/kohäsiv, jeweils in %) aller Kontroll- und Testgruppen der untersuchten Restaurationsmaterialien - aufgeteilt in verwendete Primer, sowie unterteilt in Kurzzeitlagerung ohne künstliche Alterung und Langzeitlagerung mit künstlicher Alterung

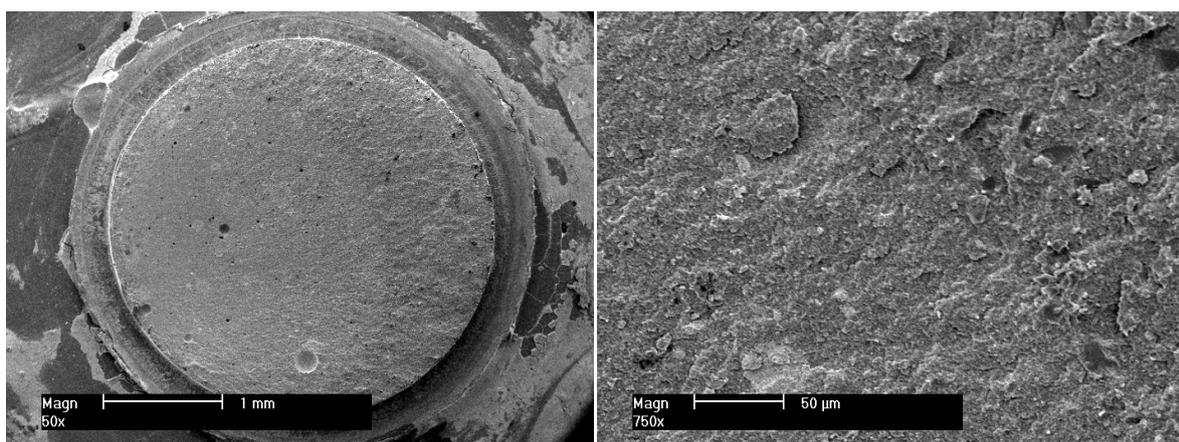
Die Abbildung zeigt, dass die Bruchmodi bei den Keramiken in allen Gruppen überwiegend kohäsiv und keine größeren Unterschiede erkennbar sind. Bei dem „Goldstandard“-Primer sowohl auf Goldbasislegierung als auch auf Palladiumbasislegierung und bei dem Universalprimer auf Palladiumbasislegierung ist ein Abfall der kohäsiven Anteile nach der künstlichen Alterung erkennbar.

## 6. Rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenanalyse

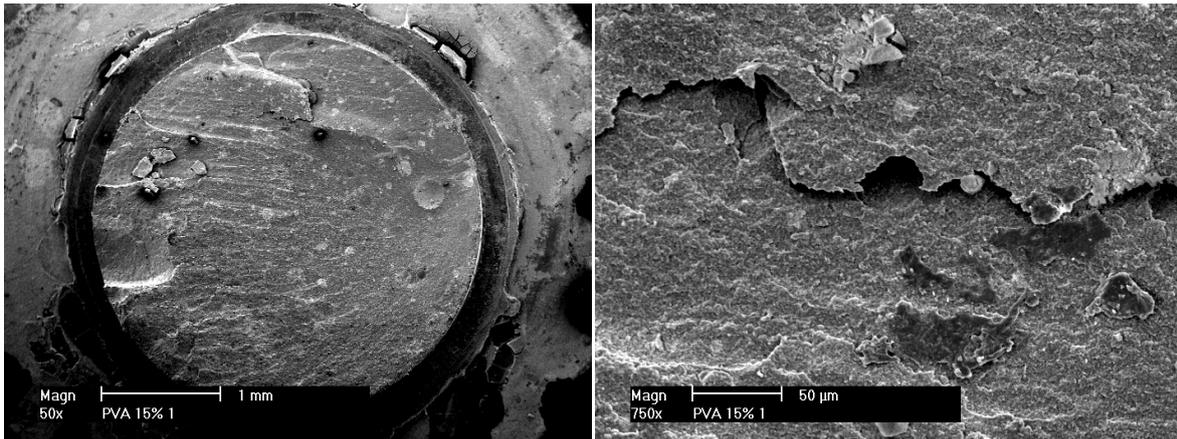
Die Ergebnisse aus der Untersuchung der ausgesuchten Proben im Rasterelektronenmikroskop (REM) entsprachen im Wesentlichen den Ergebnissen der lichtmikroskopischen Bruchflächenanalyse. Die folgenden REM-Bilder (Abb. 11-18) zeigen exemplarisch gemischt adhäsiv/kohäsive Brüche der verschiedenen Restaurationsmaterialien in 50-facher bzw. 750-facher Vergrößerung.



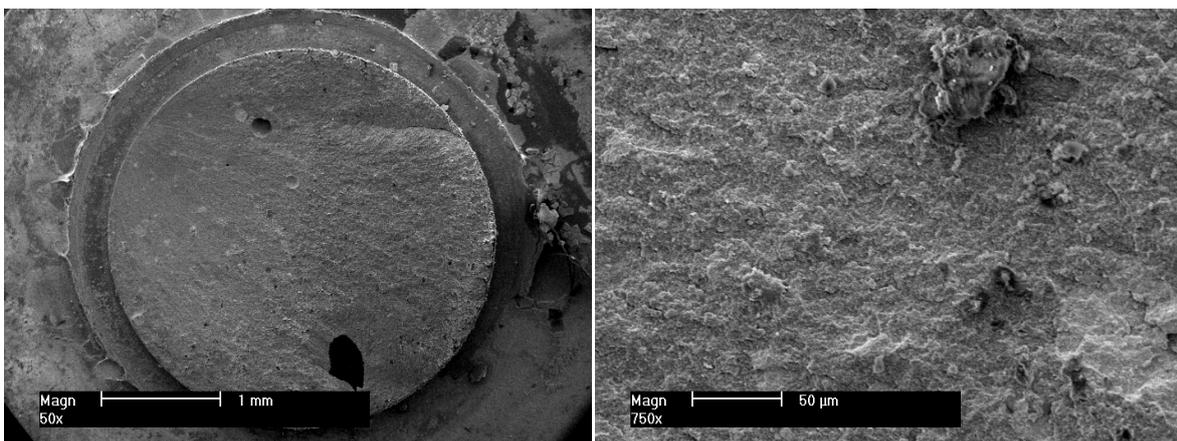
*Abbildung 11:* Rasterelektronenmikroskopische Darstellung einer gemischt adhäsiv/kohäsiven Bruchfläche aus der Gruppe Empress Esthetic-EP-VAR-167D in 50-facher bzw. 750-facher Originalvergrößerung. In der 750-fachen Vergrößerung ist die Bruchfläche mit kohäsiven Anteilen sichtbar. Bei der kleineren Vergrößerung sind die auf den gemeinsamen Punkt zulaufenden Bruchlinien erkennbar, die auf den adhäsiven Ursprung des Bruches hindeuten.



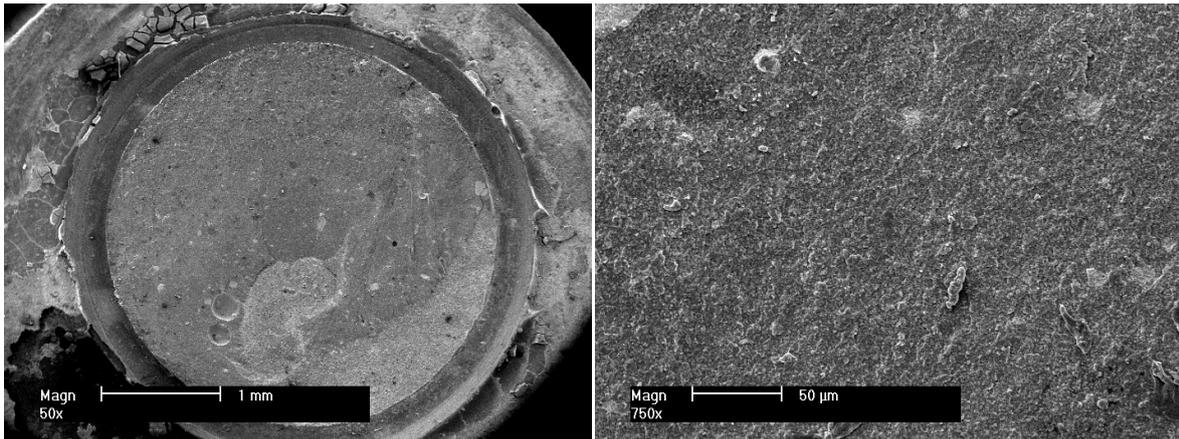
*Abbildung 12:* Rasterelektronenmikroskopische Darstellung einer Bruchfläche aus der Gruppe Empress Esthetic SIL-VAR-167D in 50-facher bzw. 750-facher Originalvergrößerung. Der Bruch ist rein kohäsiv.



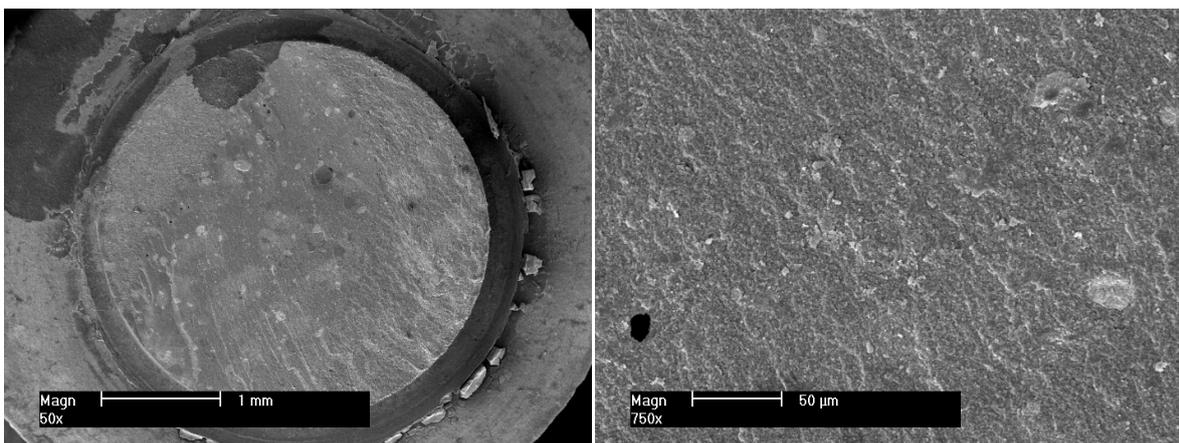
*Abbildung 13:* Rasterelektronenmikroskopische Darstellung einer Bruchfläche aus der Gruppe e.max ZirCAD-EP-MA-167D in 50-facher bzw. 750-facher Originalvergrößerung. In der 750-fachen Vergrößerung ist die Bruchkante innerhalb des kohäsiven Bruches sichtbar.



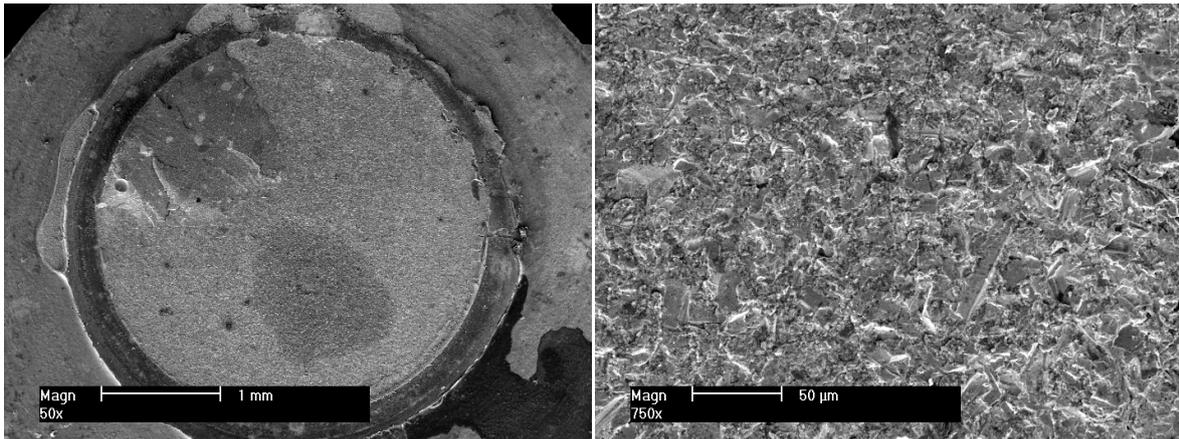
*Abbildung 14:* Rasterelektronenmikroskopische Darstellung einer Bruchfläche aus der Gruppe e.max ZirCAD-CCP-MA-167D in 50-facher bzw. 750-facher Originalvergrößerung. Der Bruch erschien in der lichtmikroskopischen Auswertung als rein kohäsiv. Bei der vorliegenden REM ist oben links ein adhäsiver Anteil erkennbar.



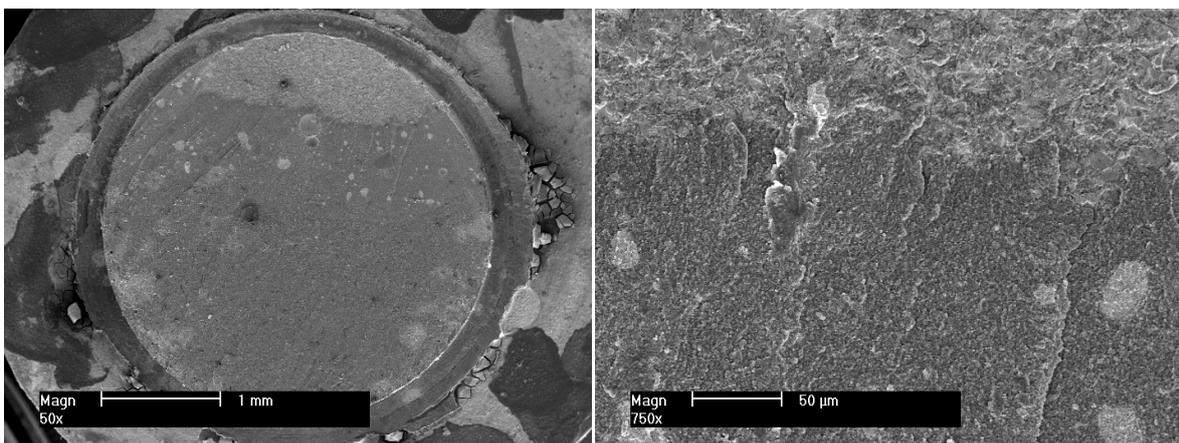
*Abbildung 15:* Rasterelektronenmikroskopische Darstellung einer Bruchfläche aus der Gruppe d.SIGN 91-EP-MA 167D in 50-facher bzw. 750-facher Originalvergrößerung. In 750-fachen Vergrößerung sind adhäsive Bruchanteile sichtbar.



*Abbildung 16:* Rasterelektronenmikroskopische Darstellung einer Bruchfläche aus der Gruppe d.SIGN 91-AP-MA 167D in 50-facher bzw. 750-facher Originalvergrößerung. In 50-fachen Vergrößerung ist oben der adhäsive Bruchanteil sichtbar.



*Abbildung 17:* Rasterelektronenmikroskopische Darstellung einer Bruchfläche aus der Gruppe W1-EP-MA 167D in 50-facher bzw. 750-facher Originalvergrößerung. In 50-fachen Vergrößerung sind überwiegend adhäsive Bruchanteile sichtbar.



*Abbildung 18:* Rasterelektronenmikroskopische Darstellung einer Bruchfläche aus der Gruppe W1-EP-MA 167D in 50-facher bzw. 750-facher Originalvergrößerung. In der 750-fachen Vergrößerung sind adhäsive Bruchanteile sichtbar.

## **IV. Diskussion**

Bis zum Studienzeitpunkt mussten für die Erzielung eines adhäsiven Verbundes verschiedene Primer für unterschiedliche Restaurationsmaterialien verwendet werden, wodurch es bei Nichteinhaltung des exakten Klebprotokolls leicht zu vermeidbaren Fehlern kommen konnte. Der neu entwickelte Universalprimer sollte diese Fehlerquelle nun eliminieren.

### **1. Diskussion der Methodik**

Das Ergebnis von Verbundfestigkeitsmessungen ist stark von dem jeweils angewendeten Versuchsaufbau abhängig [64]. Dementsprechend lassen sich die in dieser Studie ermittelten Werte nur als Absolutwerte auf Messungen anderer Studien übertragen, wenn diese ein ähnliches Versuchsdesign aufweisen. Vielmehr sind bei der vorliegenden Studie die Unterschiede zwischen den Versuchsgruppen und den Kontrollgruppen interessant und lassen ggf. eine Empfehlung für die Patientenbehandlung zu.

#### **a) Auswahl der Oberflächenkonditionierung**

Die Konditionierung der Oberflächen hing in den zahnärztlichen Praxen und den zahntechnischen Laboratorien bislang davon ab, welches Restaurationsmaterial vorlag und ob die Konditionierung intra- oder extraoral erfolgen sollte. Dadurch ergab sich eine Vielzahl von Konditionierungsmöglichkeiten. Alle diese Möglichkeiten in dieser Studie abzudecken, wäre nicht möglich gewesen. Zusammenfassend wurden daher in dieser Studie bereits in der internationalen Literatur erfolgreich getestete und als Goldstandard geltende silanhaltige [35, 42], phosphatmonomerhaltige [49] und schwefelhaltige Primer [70] als Kontrollgruppe verwendet. Der in dieser Studie getestete Universalprimer sollte diese Vielfalt ersetzen und (als Nullhypothese) einen vergleichbaren Haftverbund ähnlich der jeweiligen Goldstandards aufweisen. Die vor Primerapplikation erfolgende Oberflächenbehandlung blieb hierbei jedoch gleich.

## **b) Auswahl der Befestigungsmaterialien**

Variolink II wurde für die Befestigung der Silikatkeramiken ausgewählt. Dieser Kompositkleber ist dualhärtend und erzielt gute Haftwerte in der Literatur [2, 12, 26]. Das Anmischen erfolgte manuell, was besondere Sorgfalt bei der Einhaltung des Mischungsverhältnisses erforderte, da das Verhältnis von Katalysator- und Basispaste die mechanischen Eigenschaften des Klebers beeinflusst. Das Gemisch muss ferner beim Auftragen homogen und blasenfrei sein.

Für die Zirkonoxidkeramik, die Palladiumbasislegierung und die Goldbasislegierung wurde wie bereits in verschiedenen anderen Studien Multilink Automix verwendet [23, 53]. Wie vom Hersteller vorgegeben, wurde eine geringe Menge des zuerst austretenden Gemisches verworfen, so dass eine im Mischungsverhältnis homogene Masse für die Verklebung verwendet wurde. Um Luftblasen und individuelle Verarbeitungsfehler zu vermeiden, wurden vom Hersteller empfohlene Applikationsspitzen benutzt, die werkseitig genormte Windungen aufwiesen.

## **c) Verklebung**

Damit die gemessenen Verbundwerte in der Studie über alle Prüf- und Kontrollgruppen vergleichbar blieben, war es wichtig, ein standardisiertes Verfahren für die Verklebung aller Prüfkörper zu verwenden. Geringe Abweichungen vom Testdesign gefährden bereits die Validität der Untersuchung [57, 64, 69]. Um dies zu vermeiden, wurde eine in schon vielen Studien erprobte Methode angewendet [50, 61, 71, 73, 74]. Dabei erfolgten die Verklebungen in einer speziellen Klebevorrichtung, die eine axiale und verkantungsfreie Fügung mit einem Anpressdruck von 7,5 N ermöglichte [46]. Die Kompositkleber wurden gemäß Herstellerangaben aufgetragen und um die Ausbildung einer Sauerstoffinhibitionsschicht im Randbereich zu verhindern, wurde vor Lichthärtung ein Glyceringel zirkulär aufgebracht [9-11, 45].

Um einerseits eine möglichst praxisnahe, dennoch standardisierte Simulation einer intraoralen Verklebung zu gewährleisten und andererseits die Spannungen im Bereich der Klebefugen zu minimieren, wurde außerdem eine initiale Wartezeit vor der Lichthärtung von zwei Minuten eingehalten. Während dieser Wartezeit läuft im dualhärtenden Kleber bereits eine Autopolymerisation ab, wodurch der Stress auf die Klebefuge über ein deutlich breiteres Zeitfenster aufgebaut wird. Die anschließende Lichthärtung diente dann der maximalen Aushärtung [36, 52].

## **d) Lagerungsbedingungen**

### a) 3 Tage

Die Prüfkörper dieser Zeitserie wurden 3 Tage lang im 37°C warmen Wasser aufbewahrt. Die daraus resultierenden Verbundwerte entsprachen am ehesten dem initialen Haftverbund einer Verklebung und hatten daher keine Aussagekraft bezüglich der Langzeitstabilität.

### b) 167 Tage

In der Mundhöhle befindliche Restaurationsklebefugen sind dauerhaft einer chemischen und physikalischen Belastung ausgesetzt. Eine große Relevanz wird dabei der Temperaturwechselbelastung zugeteilt, die durch die Aufnahme von kalten und warmen Speisen und Getränken entsteht. Unter physiologischen Umständen befindet sich die Temperaturspanne und damit die Spanne der auf die Klebefuge einwirkenden Temperaturunterschiede zwischen 5°C bis 55°C [60]. Um diese Temperaturwechselbelastung und eine künstliche Alterung zu simulieren, wurden diese Prüfkörper 167 Tage im 37°C warmen Wasser gelagert. Während dieser Zeit wurden die Prüfkörper fünf Mal im Abstand von 3 Wochen in einer Thermocyclingtestapparatur (Willytec, München, D) einer Temperaturwechselbelastung mit 37.500 Temperaturwechselzyklen zwischen 5°C und 55°C ausgesetzt [71, 74]. Diese Belastung entspricht einer Materialbelastung von ca. 4 bis 5 Jahren in der Mundhöhle [43].

## **e) Axialer Zugversuch**

Mittels einer Materialprüfmaschine wurden die Proben mit einer definierten Zuggeschwindigkeit von 2 mm/min bis zum Bruch belastet. Bei einer Studie wurde gezeigt, dass Abzugsgeschwindigkeiten zwischen 0,5 – 5 mm/min keinen statistisch signifikanten Einfluss auf die Verbundwerte haben, jedoch erhöhen sich die Verbundwerte ab einer Abzugsgeschwindigkeit höher 5 - 10 mm/min [67]. Die bereits beschriebene Apparatur wurde gewählt, um eine Selbstjustierung der Proben zu gewährleisten. Dabei waren beide Enden der Apparatur mit Ketten an den Schenkeln der Prüfmaschine aufgehängt. Dadurch konnte ein Ausgleich von eventuell vorhandenen Rotationen und damit eine drehmomentfreie, rein axiale Belastung der Klebefuge gewährleistet werden [46].

## 2. Diskussion der Ergebnisse

Die in dieser Untersuchung beobachteten Verbundwerte der jeweiligen materialspezifischen Goldstandards wurden auch in vergleichbaren Studien erzielt [7, 50, 56, 75]. Mit dem Universalprimer konnte zu allen Restaurationsmaterialien ein zum Goldstandard vergleichbarer Verbund erzielt werden. Offensichtlich beeinflussen sich die drei im untersuchten Universalprimer verwendeten Komponenten (ein Silan, ein schwefelhaltiges und ein phosphathaltiges Monomer) nicht gegenseitig negativ.

Darüber hinaus war die in der vorliegenden Studie auffälligste Beobachtung, dass der auch unter Laborbedingungen maximal erzielbare adhäsive Verbund zu den verwendeten Legierungen (bis zu 32,6 MPa) deutlich unter dem der verwendeten Keramiken (bis zu 49,7 MPa) liegt. Die Erklärung hierzu dürfte multifaktorieller Natur sein. Zum einen bewirkt die Flusssäureätzung im Falle der Silikatkeramik eine stärkere Oberflächenvergrößerung mit zusätzlich vorhandenen Unterschnitten, wodurch der mikromechanische Anteil des Haftverbundes deutlich gestärkt werden dürfte. Zum anderen ist die Klebeoberfläche einer Zirkonoxidkeramik mit etwa 95% Zirkonoxidanteil deutlich homogener als im Falle der Legierungen, deren Bestandteile nicht alle auch Oxide bilden, welche für die starke Bindung phosphathaltiger Monomere allerdings vonnöten wären. Ferner nimmt mit steigendem Goldanteil einer Legierung auch die Bindung schwefelhaltiger Monomere zu, deren Thiolbindung deutlich schwächer als eine Phosphatbindung ist.

Im Falle der untersuchten Legierungen bewirkte die künstliche Alterung infolge eine signifikante Verringerung des Haftverbundes [3], während dies bei den Keramiken lediglich bei der mit dem Universalprimer konditionierten Zirkonoxidkeramik beobachtet werden konnte. Ferner waren die Verbundwerte nach künstlicher Alterung bei den untersuchten Keramiken (37,2 - 40,7 MPa) im Vergleich zu den untersuchten Legierungen (16,5 - 20,3 MPa) nahezu doppelt so hoch (s.o.). Außerdem zeigte die licht- und rasterelektronenmikroskopische Bruchflächenanalyse eine verstärkte Tendenz zu adhäsiv geprägten Bruchmodi nach künstlicher Alterung im Falle der Gruppen, die einen initial niedrigeren Haftverbund aufwiesen. Ein solch verstärkter negativer Einfluss der künstlichen Alterung auf primär niedrigere Verbundwerte konnte auch in anderen Studien nachgewiesen werden [50]. Eine mögliche Erklärung hierfür ist der erleichterte Zutritt von Wasser und daraus resultierende verstärkte Hydrolyse im Bereich des Klebeinterfaces bei initial niedrigen Verbundwerten. Der Abfall der Verbundwerte aller Testgruppen nach der künstlichen Alterung ist darauf zurück zu führen, dass es durch die Wassereinlagerung zu hydrolytischen Prozessen an der Verklebung kommt. Zudem kommt es im Kleber einerseits durch die Wasserlagerung zum Auflockern des Materialgefüges, hierbei treten freie, ungebundene Monomerteilchen nach außen und führen zu einer Gewichtsabnahme und einer Schrumpfung, andererseits kommt es durch die Wasserabsorption zu einer Gewichtszunahme und einer Schwellung der Matrix. Dies führt möglicherweise zur Lösung des Matrix-Füllerverbundes. Diese Expansion infolge der Wasseraufnahme wird als Quellung bezeichnet. Neben der Quellung besteht für das aufgenommene Wasser die Möglichkeit sich in Porositäten und Lufteinschlüssen einzulagern [54, 65]. Zusätzlich kommt es durch die Temperaturwechselbelastung aufgrund unterschiedlicher Wärmeausdehnungskoeffizienten zu Spannungen im Bereich des Klebeinterfaces, welche bei initial schwächerem Verbund infolge einer zunehmenden Spaltbildung und konsekutiv stärkerem

Wassereinstrom zu einer noch stärkeren Schwächung der Haftung führen dürften [18]. Dies wurde bereits in vielen Studien untersucht [50, 55, 62, 68, 71].

Eine mögliche Alternative für die Etablierung eines Haftverbundes zu Dentallegierungen wäre die Verwendung tribochemischer Verfahren, wie Silikatisierung mit nachfolgender Silanisierung. Da der mit den untersuchten Primern zu Keramiken auch nach künstlicher Alterung erzielbare Haftverbund über dem Klebeverbund zu Zahnschmelz und der Eigenfestigkeit von Zahnschmelz (26 – 28 MPa) liegt [46], erscheint die Verwendung alternativer Verfahren jedoch nicht notwendig.

### **3. Schlussfolgerung und klinische Empfehlung**

Der erzielbare Haftverbund eines Kompositklebers zu einer Silikatkeramik, einer Zirkonoxidkeramik, einer goldreduzierten Legierung und einer hochgoldhaltigen Legierung unter Verwendung des untersuchten Universalprimers ist vergleichbar mit dem erzielbaren Haftverbund durch die Anwendung der bisherigen materialspezifischen Goldstandards. Die Null-Hypothese ist somit anzunehmen.

Als abschließende klinische Empfehlung bietet der Universalprimer für den Praxisalltag eine gute Alternative zu den jeweiligen Goldstandards.

## V. Zusammenfassung

Ziel dieser Studie war die Evaluation der Beständigkeit des Klebeverbundes eines Kompositklebers zu verschiedenen restaurativen Materialien (Goldbasislegierung, Palladiumbasislegierung, Silikat- und Zirkonoxidkeramik) in Abhängigkeit von der Verwendung eines neuartigen Universalprimers verglichen mit dem jeweiligen materialspezifischen „Goldstandard“-Primer.

Es wurden 32 scheibenförmige Proben jedes Restaurationsmaterials plan geschliffen und vor ihrer Verklebung materialspezifisch vorbereitet (Silikatkeramik: Ätzung mit 5% Flusssäure für 60 s; alle anderen Materialien: Pulverstrahlen mit 50 µm Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bei 2,5 bar) und anschließend in 96 % Isopropanol mittels Ultraschalls für 3 Minuten gereinigt. Vor Verklebung wurden dann 16 Proben entweder mittels eines materialspezifischen „Goldstandards“ (Silikatkeramik: Silan; Zirkonoxidkeramik: Phosphatmonomerhaltiger Primer; Legierungen: Schwefelhaltiger Primer) oder mit dem Universalprimer konditioniert. Mit einem Aufbaukomposit gefüllte Plexiglastuben wurden mit einem Kompositkleber senkrecht auf die konditionierten Proben aufgeklebt. Seitlich aus dem Tubus austretende Kleberüberschüsse wurden mit Schaumstoffpellets entfernt und ein Sauerstoffschutzgel auf die Tubusränder aufgetragen. Die Probenränder wurden dann nach einer Wartezeit von 2 Minuten von zwei gegenüberliegenden Seiten mit einem Lichtpolymerisationsgerät für jeweils 20 Sekunden vopolymerisiert. Danach erfolgte die abschließende Endpolymerisation in einem Lichtofen für zusätzliche 180 Sekunden. Je 8 Proben jeder Testgruppe wurden randomisiert 3 bzw. 167 Tage in einem 37°C warmen Wasserbad gelagert. Die Proben der 167-Tagesserie wurden zusätzlich 37.500 Zyklen von Thermolastwechseln zwischen 5°C und 55°C ausgesetzt. Der Verbund des Klebers zum Probekörper wurde nach Ablauf der Lagerungsfrist im axialen Zugtest mit einer adjustierbaren Abzugsvorrichtung durchgeführt, die eine Abzugsrichtung senkrecht zur Klebefläche sicherstellte. Die Vorschubgeschwindigkeit der Prüfmaschine wurde auf 2 mm/min festgelegt und die Verbundwerte in MPa ermittelt. Die statistische Auswertung erfolgte mit dem Kruskal-Wallis-Test und dem Wilcoxon-Rangsummentest (korrigiert nach Bonferroni-Holm für multiples Testen).

Die medianen Verbund-Werte nach der künstlichen Alterung und der Temperaturwechselbelastung betragen bei den Keramiken etwa das doppelte verglichen mit den Verbundwerten der Metalle. Bei der Silikatkeramik betragen diese 40 MPa / 37 MPa (Goldstandard / Universalprimer), bei der Zirkonoxidkeramik 41 MPa / 41 MPa, bei der Goldbasislegierung 20 MPa / 17 MPa und bei der Palladiumbasislegierung 20 MPa / 19 MPa. Die statistische Auswertung zeigte keine statistisch signifikanten Unterschiede zwischen der Kontroll- und der Testgruppe. Allerdings führte die künstliche Alterung bei allen Gruppen, in denen Metalle verklebt wurden und bei der Zirkonoxidgruppe, welche mit Hilfe des Universalprimers verklebt wurde, zu einem statistisch signifikanten Abfall des Haftverbundes. Zudem zeigte sich bei den Metallen im Vergleich zu den Keramiken geringere Haftwerte und ein stärkerer Abfall der Verbundwerte nach der künstlichen Alterung und Temperaturwechselbelastung.

Die Ergebnisse dieser Studie zeigten, dass der untersuchte Universalprimer eine Alternative zu den etablierten Goldstandards bietet. Klinische Studien sind deshalb gerechtfertigt.

## VI. Summary

The purpose of this laboratory study was to evaluate the durability of the bond strength of a composite luting resin to various restorative materials (silicate ceramic, zirconia ceramic, gold based alloy and palladium based alloy) when using a newly developed universal primer or the respective material specific well-established method (“gold standard”).

Thirty two disk-like specimens made of each material were plane ground with abrasive paper and prepared for bonding (silicate ceramic: etching with 5% hydrofluoric acid for 60 s; the other materials: air-abrasion with 50  $\mu\text{m}$   $\text{Al}_2\text{O}_3$  at 2.5 bar) and then ultrasonically cleaned in 96% isopropanol for three minutes. Sixteen specimens of the materials were either primed with a universal primer or with a well-established method (silicate ceramic: silanization; zirconia ceramic: phosphate monomer-containing primer; alloys: sulfuric monomer-containing primer). Plexiglas tubes filled with a resin based core buildup material were bonded to the specimens perpendicular to their surface using a luting resin. The excess was removed with foam pellets and a glycerine based gel subsequently was applied to the tube margins. After two minutes, specimens were light-cured from each side for 20 seconds using a hand held light curing lamp and subsequently light-cured in a light polymerization oven for 180 seconds. Eight specimens of each test group were randomly selected for either 3 or 167 days storage in 37 °C tap water. The specimens of the 167 days storage group were additionally thermocycled for 37,500 cycles from 5 °C to 55 °C and vice versa. After storage, tensile bond strength (TBS) was measured in a universal testing machine at a crosshead speed of 2mm/min using a self-aligning apparatus. The statistical evaluation of the measured TBS values was done using the Kruskal-Wallis-test followed by the Wilcoxon rank-sum test (corrected with the Bonferroni-Holm-procedure for multiple testing).

Median TBS values after artificial aging for the ceramics groups were roughly twice as high as for the alloy groups. These values were (gold standard / universal primer): 40 MPa / 37 MPa (silicate ceramic); 41 MPa / 41 MPa (zirconia ceramic); 20 MPa / 17 MPa (gold based alloy); 20 MPa / 19 MPa (palladium based alloy). Statistical analysis revealed no significant differences between control groups and test groups. However, statistically significant decreases in bond strengths after artificial aging were observed for all metal groups and the zirconia group, which was conditioned with the universal primer. Furthermore, metal groups showed lower TBS in general and a higher decrease in bond strength after artificial aging with thermocycling when compared to the ceramic groups.

The universal primer seems to be a promising alternative compared to using three different primers for alloys, silicate and zirconia ceramics. Hence, clinical studies are justified.

## VII. Literaturübersicht

1. *Abdelaziz, K.M., Al-Qahtani, N.M., Al-Shehri, A.S., Abdelmoneam, A.M.*: Bonding quality of contemporary dental cements to sandblasted esthetic crown copings. *J. Investig. Clin. Dent.* 3, 142-147 (2012).
  
2. *Abo-Hamar, S.E., Hiller, K.A., Jung, H., Federlin, M., Friedl, K.H., Schmalz, G.*: Bond strength of a new universal self-adhesive resin luting cement to dentin and enamel. *Clin. Oral Investig.* 9, 161-167 (2005).
  
3. *Al-Akhali, M., Chaar, M.S., Elsayed, A., Samran, A., Kern, M.*: Fracture resistance of ceramic and polymer-based occlusal veneer restorations. *J Mech Behav Biomed Mater* 74, 245-250 (2017).
  
4. *Albashaireh, Z.S., Ghazal, M., Kern, M.*: Effect of dentin conditioning on retention of airborne-particle-abraded, adhesively luted glass fiber-reinforced resin posts. *J. Prosthet. Dent.* 100, 367-373 (2008).
  
5. *Albashaireh, Z.S., Ghazal, M., Kern, M.*: Two-body wear of different ceramic materials opposed to zirconia ceramic. *J. Prosthet. Dent.* 104, 105-113 (2010).
  
6. *Amaral, M., Belli, R., Cesar, P.F., Valandro, L.F., Petschelt, A., Lohbauer, U.*: The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. *J. Dent.* 42, 90-8 (2014).
  
7. *Antoniadou, M., Kern, M., Strub, J.R.*: Effect of a new metal primer on the bond strength between a resin cement and two high-noble alloys. *J. Prosthet. Dent.* 84, 554-560 (2000).
  
8. *Barkmeier, W.W., Shaffer, S.E., Gwinnett, A.J.*: Effects of 15 vs 60 second enamel acid conditioning on adhesion and morphology. *Oper. Dent.* 11, 111-116 (1986).
  
9. *Bergmann, P., Noack, M.J., Roulet, J.F.*: Marginal adaptation with glass-ceramic inlays adhesively luted with glycerine gel. *Quintessence Int.* 22, 739-744 (1991).
  
10. *Bergmann, P., Noack, M.J., Roulet, J.F.*: Verbesserung der Randqualität von adhäsiv befestigten glaskeramischen Inlays durch Anwendung von Glyceringel. *Quintessenz* 43, 761-770 (1992).
  
11. *Bergmann, P., Noack, M.J., Roulet, J.F.*: Das adhäsive Einsetzen von glaskeramischen Inlays mit Komposit unter Anwendung von Glyceringel. *Quintessenz* 43, 935-945 (1992).
  
12. *Bitter, K., Perdigao, J., Exner, M., Neumann, K., Kielbassa, A., Sterzenbach, G.*: Reliability of fiber post bonding to root canal dentin after simulated clinical function in vitro. *Oper. Dent.* 37, 397-405 (2012).
  
13. *Bitter K., N.K., Kielbassa A. M.*: Effect of pretreatment and thermocycling on bond strength of resin core materials to various fiber-reinforced composite posts. *J. Adhes. Dent.* 10, 481-9 (2008).
  
14. *Blatz, M.B., Sadan, A., Kern, M.*: Adhäsive Befestigung silikatkeramischer Restaurationen. *Quintessenz* 53, 827-835 (2002).

15. *Blatz, M.B., Alvarez, M., Sawyer, K., Brindis, M.*: How to bond zirconia: the APC concept. *Compend. Contin. Educ. Dent.* 37, 611-617; quiz 618 (2016).
16. *Blatz, M.B., Vonderheide, M., Conejo, J.*: The effect of resin bonding on long-term success of high-strength ceramics. *J. Dent. Res.* 97, 132-139 (2018).
17. *Bömicke, W., Schürz, A., Krisam, J., Rammelsberg, P., Rues, S.*: Durability of resin-zirconia bonds produced using methods available in dental practice. *J. Adhes. Dent.* 18, 17-27 (2016).
18. *Calais, J.G., Söderholm, K.-J.M.*: Influence of filler type and water exposure on flexural strength of experimental composite resins. *J. Dent. Res.* 67, 836-840 (1988).
19. *Cardoso, M.V., Yoshida, Y., van Meerbeek, B.*: Adhesion to Tooth Enamel and Dentin. A View on the Latest Technology and Future Perspectives. In: *Roulet, J.-F., Kappert, H.F.* (Hrsg.): *Statements. Diagnostics and Therapy in Dental Medicine Today and in the Future, Band Auflage.* Quintessence Publ. Co. Ltd., London 2009, S. 25-43.
20. *Carrabba, M., Keeling, A.J., Aziz, A., Vichi, A., Fabian Fonzar, R., Wood, D., Ferrari, M.*: Translucent zirconia in the ceramic scenario for monolithic restorations: A flexural strength and translucency comparison test. *J. Dent.* 60, 70-76 (2017).
21. *Carvalho, A.O., Bruzi, G., Anderson, R.E., Maia, H.P., Giannini, M., Magne, P.*: Influence of adhesive core buildup designs on the resistance of endodontically treated molars restored with lithium disilicate CAD/CAM crowns. *Oper. Dent.* 41, 76-82 (2016).
22. *Chen, L., Suh, B.I., Brown, D., Chen, X.*: Bonding of primed zirconia ceramics: evidence of chemical bonding and improved bond strengths. *Am. J. Dent.* 25, 103-108 (2012).
23. *Cura, C., Özcan, M., Isik, G., Saracoglu, A.*: Comparison of alternative adhesive cementation concepts for zirconia ceramic: glaze layer vs zirconia primer. *J. Adhes. Dent.* 14, 75-82 (2012).
24. *de Souza, G., Hennig, D., Aggarwal, A., Tam, L.E.*: The use of MDP-based materials for bonding to zirconia. *J. Prosthet. Dent.* 112, 895-902 (2014).
25. *DIN-Taschenbuch: DIN 53288 Prüfung von Metallklebstoffen und Metallklebungen: Zugversuch Kunststoffe.* 1. Auflage. Beuth Verlag, Berlin 1980.
26. *Dozic, A., Tsagkari, M., Khashayar, G., Aboushelib, M.*: Color management of porcelain veneers: influence of dentin and resin cement colors. *Quintessence Int.* 41, 567-573 (2010).
27. *Ebeid, K., Wille, S., Salah, T., Wahsh, M., Zohdy, M., Kern, M.*: Evaluation of surface treatments of monolithic zirconia in different sintering stages. *J Prosthodont Res* 62, 210-217 (2018).
28. *Edelhoff, D., Abuzayeda, M., Yildirim, M., Spiekermann, H., Marx, R.*: Adhäsion von Kompositen an hochfesten Strukturkeramiken nach unterschiedlicher Oberflächenbehandlung. *Dtsch Zahnärztl Z* 55, 617-623 (2000).
29. *El-Damanhoury, H.M., Gaintantzopoulou, M.D.*: Self-etching ceramic primer versus hydrofluoric acid etching: Etching efficacy and bonding performance. *J Prosthodont Res* 62, 75–83 (2018).

30. *Elsaka, S.E.*: Influence of surface treatments on the bond strength of resin cements to monolithic zirconia. *J. Adhes. Dent.* 18, 387-395 (2016).
31. *Elsayed, A., Younes, F., Lehmann, F., Kern, M.*: Tensile bond strength of so-called universal primers and universal multimode adhesives to zirconia and lithium disilicate ceramics. *J. Adhes. Dent.* 19, 221-228 (2017).
32. *Geis-Gerstorfer, J., Greener, E.H.*: Zum Einfluß des Mo-Gehaltes und des pH-Wertes auf das Korrosionsverhalten von Ni-20Cr-Mo-Dentallegierungen. *Dtsch. Zahnärztl. Z.* 44, 863-866 (1989).
33. *Gerbo, L.R., Lacefield, W.R., Wells, B.R., Russell, C.M.*: The effect of enamel preparation on the tensile bond strength of orthodontic composite resin. *Angle Orthod.* 62, 275-281 (1992).
34. *Gilbert, S., Keul, C., Roos, M., Edelhoff, D., Stawarczyk, B.*: Bonding between CAD/CAM resin and resin composite cements dependent on bonding agents: three different in vitro test methods. *Clin. Oral Investig.* 20, 227-236 (2016).
35. *Harder, S., Wolfart, S., Eschbach, S., Kern, M.*: Eight-year outcome of posterior inlay-retained all-ceramic fixed dental prostheses. *J. Dent.* 38, 875-881 (2010).
36. *Hofmann, N., Papsthart, G., Hugo, B., Klaiber, B.*: Comparison of photo-activation versus chemical or dual-curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness. *J. Oral Rehabil.* 28, 1022-1028 (2001).
37. *Ikemura, K., Endo, T., Kadoma, Y.*: A review of the developments of multi-purpose primers and adhesives comprising novel dithiooctanoate monomers and phosphonic acid monomers. *Dent. Mater. J.* 31, 1-25 (2012).
38. *Inokoshi, M., Poitevin, A., De Munck, J., Minakuchi, S., Van Meerbeek, B.*: Bonding effectiveness to different chemically pre-treated dental zirconia. *Clin. Oral Investig.* 18, 1803-1812 (2014).
39. *Ivoclar-Vivadent*: Verarbeitungsanleitung d.SIGN 91. Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein (2008).
40. *Ivoclar-Vivadent*: Verarbeitungsanleitung W-1. Ivoclar-Vivadent, Schaan, Liechtenstein (2010).
41. *Jagodin, S., Sasse, M., Freitag-Wolf, S., Kern, M.*: Influence of attachment design and material on the retention of resin-bonded attachments. *Clin. Oral Investig.* 23, 1217-1223 (2019).
42. *Janda, R., Roulet, J.F., Wulf, M., Tiller, H.J.*: A new adhesive technology for all-ceramics. *Dent. Mater.* 19, 567-573 (2003).
43. *Kappert, H.F., Schreck, U., Prünste, H., Barucha, A., Erpelding, E., Banholzer, M.*: Prüfung von Metall-Kunststoff-Verbundsystemen durch Scher-, Biege- und axialen Zugversuch. *Dtsch Zahnärztl Z* 44, 879-881 (1989).

44. *Karimipour-Saryazdi, M., Sadid-Zadeh, R., Givan, D., Burgess, J.O., Ramp, L.C., Liu, P.R.*: Influence of surface treatment of yttrium-stabilized tetragonal zirconium oxides and cement type on crown retention after artificial aging. *J. Prosthet. Dent.* 111, 395-403 (2014).
45. *Kern, M., Strub, J.R.*: Adhäsivbrücken: Stand der Technik und aktuelle Tendenzen. *Parodontol.* 1, 55-68 (1990).
46. *Kern, M., Thompson, V.P.*: Eine einfache Versuchsanordnung zur universellen Prüfung des Klebeverbundes im axialen Zugtest. *Dtsch Zahnärztl Z* 48, 769-772 (1993).
47. *Kern, M., Barloi, A., Yang, B.*: Surface conditioning influences zirconia ceramic bonding. *J. Dent. Res.* 88, 817-822 (2009).
48. *Khan, A.A., Al Kheraif, A.A., Jamaluddin, S., Elsharawy, M., Divakar, D.D.*: Recent trends in surface treatment methods for bonding composite cement to zirconia: A review. *J. Adhes. Dent.* 19, 7-19 (2017).
49. *Kitayama, S., Nikaido, T., Takahashi, R., Zhu, L., Ikeda, M., Foxton, R.M., Sadr, A., Tagami, J.*: Effect of primer treatment on bonding of resin cements to zirconia ceramic. *Dent. Mater.* 26, 426-432 (2010).
50. *Klosa, K., Wolfart, S., Lehmann, F., Wenz, H.J., Kern, M.*: The effect of storage conditions, contamination modes and cleaning procedures on the resin bond strength to lithium disilicate ceramic. *J. Adhes. Dent.* 11, 127-135 (2009).
51. *Klosa, K., Meyer, G., Kern, M.*: Clinically used adhesive ceramic bonding methods: a survey in 2007, 2011, and in 2015. *Clin. Oral Investig.* 20, 1691-1698 (2016).
52. *Kumbuloglu, O., Lassila, L.V., User, A., Vallittu, P.K.*: A study of the physical and chemical properties of four resin composite luting cements. *Int J Prosthodont* 17, 357-363 (2004).
53. *Lehmann, F., Kern, M.*: Durability of resin bonding to zirconia ceramic using different primers. *J. Adhes. Dent.* 11, 479-483 (2009).
54. *Martin, N., Jedynekiewicz, N.*: Measurement of water sorption in dental composites. *Biomaterials* 19, 77-83 (1998).
55. *Mathey, Y., Dubied, P., Geering, A.H.*: Vergleich der Haftfestigkeiten von ungealterten und gealterten Metall-Kunststoff-Verbundsystemen. *Schweiz. Monatsschr. Zahnmed.* 100, 401-407 (1990).
56. *Matsumura, H., Tanaka, T., Atsuta, M.*: Bonding of silver-palladium-copper-gold alloy with thiol derivative primers and tri-n-butylborane initiated luting agents. *J. Oral Rehabil.* 24, 291-296 (1997).
57. *Øilo, G.*: Bond strength testing - what does it mean? *Int. Dent. J.* 43, 492-498 (1993).
58. *Özdemir, H., Yanikoglu, N., Sagsöz, N.*: Effect of MDP-based silane and different surface conditioner methods on bonding of resin cements to zirconium framework. *J. Prosthodont.* 28, 79-84 (2017).

59. *Passia, N., Mitsias, M., Lehmann, F., Kern, M.*: Bond strength of a new generation of universal bonding systems to zirconia ceramic. *J Mech Behav Biomed Mater* 62, 268-274 (2016).
60. *Pfeiffer, P., Marx, R.*: Temperaturbelastung von Adhäsivbrücken und ihre Auswirkung auf die Verbundfestigkeit der Klebeverbindung. *Schweiz. Monatsschr. Zahnmed.* 99, 782-786 (1989).
61. *Quaas, A.C., Yang, B., Kern, M.*: Panavia F 2.0 bonding to contaminated zirconia ceramic after different cleaning procedures. *Dent. Mater.* 23, 506-512 (2007).
62. *Roulet, J.F., Söderholm, K.J., Longmate, J.*: Effects of treatment and storage conditions on ceramic/composite bond strength. *J. Dent. Res.* 74, 381-387 (1995).
63. *Samran, A., Al-Ammari, A., El Bahra, S., Halboub, E., Wille, S., Kern, M.*: Bond strength durability of self-adhesive resin cements to zirconia ceramic: An in vitro study. *J. Prosthet. Dent.* 121, 477-484 (2019).
64. *Sickfeld, J.*: Pull-off test, an internationally standardized method for adhesion testing. Assessment of the relevance of the test results. In: *Mittal, K.L.* (Hrsg.): *Adhesion Aspects of Polymeric Coatings*, Band Auflage. Plenum Press, New York 1983, S. 543-567.
65. *Söderholm, K.-J.*: Water sorption in bis (GMA)/TEGDM resin. *J. Biomed. Mater. Res.* 18, 271-279 (1984).
66. *Stümke, M.*: Edelmetall-Legierungen: Legierungen der Wahl, aber Qual der Auswahl. *ZMK, Magazin für Zahnheilkunde, Management und Kultur* 10, 6-16 (1994).
67. *Takemori, T., Chigira, H., Itoh, K., Hisamitsu, H., Wakumoto, S.*: Factors affecting tensile bond strength of composite to dentin. *Dent. Mater.* 9, 136-138 (1993).
68. *Tanaka, T., Kamada, K., Matsumura, H., Atsuta, M.*: A comparison of water temperatures for thermocycling of metal-bonded resin specimen. *J. Prosthet. Dent.* 74, 345-349 (1995).
69. *Van Noort, R., Noroozi, S., Howard, I.C., Cardew, G.*: A critique of bond strength measurements. *J. Dent.* 17, 61-67 (1989).
70. *Watanabe, I., Matsumura, H., Atsuta, M.*: Effect of two metal primers on adhesive bonding with type IV gold alloys. *J. Prosthet. Dent.* 73, 299-303 (1995).
71. *Wegner, S.M., Gerdes, W., Kern, M.*: Effect of different artificial aging conditions on ceramic/composite bond strength. *Int J Prosthodont* 15, 267-272 (2002).
72. *Wille, S., Lehmann, F., Kern, M.*: Durability of resin bonding to lithium disilicate and zirconia ceramic using a self-etching primer. *J. Adhes. Dent.* 19, 491-496 (2017).
73. *Wolfart, M., Lehmann, F., Wolfart, S., Kern, M.*: Durability of the resin bond strength to zirconia ceramic after using different surface conditioning methods. *Dent. Mater.* 23, 45-50 (2007).

74. Yang, B., Scharnberg, M., Wolfart, S., Quaas, A.C., Ludwig, K., Adelung, R., Kern, M.: Influence of contamination on bonding to zirconia ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 81, 283-290 (2007).
75. Yang, B., Barloi, A., Kern, M.: Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin. *Dent. Mater.* 26, 44-50 (2010).
76. Zhao, L., Jian, Y.T., Wang, X.D., Zhao, K.: Bond strength of primer/cement systems to zirconia subjected to artificial aging. *J. Prosthet. Dent.* 116, 790-796 (2016).

## VIII. Einzelwerte

Tabelle 13: Aufführung der Einzelwerte aus den Zugversuchen (MPa)

Restaurationsmaterialien	Gruppe	Lagerung	1	2	3	4	5	6	7	8
Empress Esthetic	EP-VAR	003D	45,1	36,4	42,1	34,2	34,2	45,9	40,6	42,0
		167D	37,5	35,2	36,9	34,8	40,1	28,1	48,1	44,1
	SIL-VAR	003D	42,4	44,2	39,3	49,3	50,3	32,9	37,3	42,1
		167D	40,1	41,8	40,8	50,3	34,4	38,9	42,8	39,6
e.max ZirCAD	EP-MA	003D	48,0	58,5	45,3	49,2	60,4	41,8	50,2	53,3
		167D	37,8	50,2	47,8	45,4	43,3	32,2	30,5	37,7
	CCP-MA	003D	38,3	31,7	50,6	49,7	51,6	47,8	45,7	43,0
		167D	33,4	42,9	38,1	44,6	43,0	38,5	35,0	52,5
d.SIGN 91	EP-MA	003D	25,6	14,2	26,2	26,2	35,4	13,7	20,2	33,3
		167D	19,2	18,2	12,3	17,3	14,9	13,4	18,6	15,6
	AP-MA	003D	35,4	28,1	30,6	31,2	26,0	26,4	27,1	30,1
		167D	16,6	19,1	14,3	23,0	20,2	9,76	21,7	23,6
W-1	EP-MA	003D	28,9	32,0	18,7	30,0	30,0	30,6	23,0	29,8
		167D	17,3	5,19	13,8	7,08	20,9	22,9	27,9	26,5
	AP-MA	003D	25,1	34,8	32,3	32,9	33,7	26,4	37,1	24,5
		167D	20,0	21,4	10,3	15,8	20,6	21,8	15,5	23,4

Tabelle 14: Aufführung der Einzelprozentsätze (adhäsiv/kohäsiv) der lichtmikroskopischen Bruchflächenanalyse.

Restaurationsmaterialien	Gruppe	Lagerung	1	2	3	4	5	6	7	8
Empress Esthetic	EP-VAR	003D	0/100	5/95	0/100	0/100	0/100	5/95	5/95	0/100
		167D	5/95	5/95	10/90	5/95	5/95	10/90	5/95	0/100
	SIL-VAR	003D	0/100	0/100	0/100	5/95	10/90	0/100	5/95	0/100
		167D	5/95	5/95	0/100	0/100	0/100	5/95	0/100	0/100
e.max ZirCAD	EP-MA	003D	5/95	5/95	5/95	5/95	5/95	5/95	0/100	10/90
		167D	5/95	10/90	20/80	5/95	10/90	5/95	10/90	20/80
	CCP-MA	003D	5/95	15/85	0/100	10/90	5/95	10/90	0/100	15/85
		167D	5/95	0/100	0/100	5/95	20/80	10/90	10/90	15/85
d.SIGN 91	EP-MA	003D	35/65	30/70	20/80	30/70	15/85	50/50	15/85	5/95
		167D	10/90	20/80	35/65	25/75	20/80	25/75	25/75	30/70
	AP-MA	003D	10/90	20/80	5/95	10/90	15/85	20/80	10/90	5/95
		167D	30/70	55/45	25/75	55/45	15/85	60/40	10/90	10/90
W-1	EP-MA	003D	5/95	10/90	5/95	20/80	10/90	10/90	10/90	10/90
		167D	70/30	90/10	45/55	80/20	35/65	60/40	45/55	20/80
	AP-MA	003D	20/80	5/95	5/95	5/95	10/90	15/85	5/95	15/85
		167D	70/30	20/80	25/75	30/70	25/75	10/90	45/55	25/75

## **IX. Danksagung**

Mein Dank gilt Herrn Professor Dr. Matthias Kern, Direktor der Klinik für Zahnärztliche Prothetik, Propädeutik und Werkstoffkunde der CAU Kiel für die Überlassung des Themas und für die wohlwollende Unterstützung sowohl theoretisch, als auch praktisch während meiner Tätigkeit als Assistenz Zahnarzt in seiner Abteilung.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr. Karsten Klosa für die stets verfügbare, wertvolle und freundliche Hilfestellung bei der Auswertung der Ergebnisse.

Herrn Dipl. Ing. Frank Lehmann danke ich für die exzellente technische Einweisung und Betreuung an sämtlichen Geräten.

Weiterhin gebührt der Firma Ivoclar-Vivadent Dank für die großzügige Überlassung der Materialien.

Von ganzem Herzen möchte ich mich bei meinen Eltern bedanken, die mich auf allen Lebenswegen begleitet und unterstützt haben.

Nicht zu vergessen sind an dieser Stelle meine Frau Susanne Azimian und meine drei Kinder Minu, Mila und Suri, die mich und mein Leben mit Glück erfüllen und mir die Kraft gaben, trotz der beruflichen Belastung an dieser Dissertation zu arbeiten.

## X. Lebenslauf

Eltern	Farkhondeh Esmaili und Karim Azimian
23.05.1978	Geboren in Ahwaz, Iran
1984-1991	Schulbesuch in Iran
1991-1994	Realschule an der Koblenzer Str. Bremen
1994-1995	Realschule an der Graubündener Str. Bremen, Realschulabschluss
1995-1998	Gymnasiale Oberstufe an der Walliser Str. Bremen, Allgemeine Hochschulreife
1999-2000	Informatikstudium in Hamburg
2000-2007	Studium der Zahnmedizin an der CAU zu Kiel
Dez 2007	Approbation als Zahnarzt
März 2008-Mai 2011	Wissenschaftlicher Mitarbeiter in der Klinik für zahnärztliche Prothetik, Propädeutik und Werkstoffkunde im Universitätsklinikum Schleswig-Holstein, Campus Kiel
Mai 2011-Sep 2012	Angestellter Zahnarzt in der Zahnarztpraxis Dres. Jatzek und Prättsch
seit Dez 2012	Selbstständiger Zahnarzt in Hamburg

Aus der Dissertation ist folgende Publikation hervorgegangen:

Azimian, F., Klosa, K., Kern, M.: Evaluation of a new universal primer for ceramics and alloys. J. Adhes. Dent. 14, 275-282 (2012).