

DISSERTATION

Alterungsbeständigkeit moderner 3D-gedruckter und gefräster
Hybridmaterialien: Eine In-vitro-Studie
Aging resistance of modern 3D-printed and milled hybrid
materials: an in vitro study

zur Erlangung des akademischen Grades
Doctor medicinae dentariae (Dr. med. dent.)

vorgelegt der Medizinischen Fakultät
Charité – Universitätsmedizin Berlin

von

Miriam Christin Carolin Albrecht

Erstbetreuung: PD Dr. Alexey Unkovskiy M.Sc.

Datum der Promotion: 20. Juni 2025

Inhaltsverzeichnis

Tabellenverzeichnis	iii
Abbildungsverzeichnis	iv
Abkürzungsverzeichnis	v
Zusammenfassung	1
Abstract	3
1 Einleitung	6
1.1 Herstellungsverfahren dentaler Restaurationen	6
1.2 3D-Druck in der Zahnmedizin	7
1.3 Aktueller Stand der Thematik und Fragestellung	9
2 Methodik	11
2.1 Probenherstellung	11
2.1.1 BEGO VarseoSmile Crown plus A3 (BV)	13
2.1.2 HarzLabs Dental Sand Pro A1-A2 (HL)	13
2.1.3 VOCO V-Print c&b temp A3 (VV)	13
2.1.4 VOCO Grandio Blocs (VG)	14
2.2 Oberflächenbehandlung	14
2.2.1 Hochglanzpolitur	16
2.2.2 Lackieren	17
2.3 Artificielle Alterung mittels Thermocycling	17
2.4 Messung der Oberflächenrauigkeit	17
2.5 Messung der Farbstabilität	17
2.6 Messung der Biokompatibilität mittels indirekter Methode	18
2.7 Messung der Biokompatibilität mittels direkter Methode	19
2.8 Rasterelektronenmikroskopische Analyse	20
2.9 Statistische Analyse	20
3 Ergebnisse	21

3.1	Rauigkeit und Rasterelektronenmikroskopische Analyse.....	21
3.2	Farbstabilität	24
3.3	Biokompatibilität.....	28
4	Diskussion	32
4.1	Kurze Zusammenfassung der Ergebnisse.....	32
4.2	Interpretation der Ergebnisse	33
4.3	Einbettung der Ergebnisse in den bisherigen Forschungsstand.....	33
4.4	Limitationen der Studie.....	35
4.5	Implikationen für Praxis und/oder zukünftige Forschung	36
5	Schlussfolgerungen.....	37
	Literaturverzeichnis	38
	Eidesstattliche Versicherung	41
	Anteilerklärung an den erfolgten Publikationen.....	42
	Druckexemplar der Publikation.....	43
	Lebenslauf.....	60
	Komplette Publikationsliste.....	62
	Danksagung	63

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Übersicht der in dieser Studie verwendeten keramisch gefüllten Hybridmaterialien und Lackmaterialien.....	11
Tabelle 2: Probenanzahl je Gruppe in dieser Studie.	16
Tabelle 3: Mittelwert \pm Standardabweichung (SD) der Farbwerte im CIE-Farbraum L* a* b* für die unbehandelten, polierten und lackierten Gruppen der vier keramisch gefüllten Hybridmaterialien.....	26

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schematische Darstellung der Funktionsweise von 3D-Druck mittels SLA und DLP.....	8
Abbildung 2: Flowchart der Studie.....	11
Abbildung 3: Vergleichende Übersichtsaufnahme der verschiedenen Proben.	15
Abbildung 4: Oberflächenrauigkeit (R_a) der unbehandelten, polierten und lackierten Gruppen der vier verschiedenen Materialien.....	21
Abbildung 5: Farbbilder als Tiefenansichten aus der optischen Rauigkeitsanalyse der Proben.....	22
Abbildung 6: Rasterelektronenmikroskopische Bilder bei 1000-facher Vergrößerung...	23
Abbildung 7: Farbänderungswerte (ΔE_{cmc}) für unbehandelte, polierte und lackierte Gruppen der vier verschiedenen Materialien.....	25
Abbildung 8: Farbunterschiede im CIE $L^* a^* b^*$ - Farbraum für unbehandelte, polierte und lackierte Gruppen der vier verschiedenen Materialien.....	26
Abbildung 9: Biokompatibilitätswerte für unbehandelte, polierte und lackierte Gruppen der vier verschiedenen Materialien im Vergleich zu der Negativkontrolle (Zellen in Zellkulturmedium), definiert als 100 %.....	29
Abbildung 10: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen mit Zellen bei 3000-facher Vergrößerung.	30
Abbildung 11: Keyence-Bilder von FDA-gefärbten Zellen auf Probenoberflächen.	31

Abkürzungsverzeichnis

CAD/CAM	Computer-Aided Design/Computer-Aided Manufacturing
3D	Dreidimensional
DLP	Digital Light Processing
SLA	Stereolithographie
STL	Surface Tessellation Language
BV	BEGO VarseoSmile Crown ^{plus} A3
HL	HarzLabs Dental Sand Pro A1-A2
VV	Voco V-Print c&b temp A3
VG	Voco Grandio blocs A3 LT
REM	Rasterelektronenmikroskopie

Zusammenfassung

Der nachfolgende Text wurde in Anlehnung an die Publikation „Comparative Analysis of Modern 3D-Printed Hybrid Resin-Ceramic Materials for Indirect Restorations: An In Vitro Study“ (1) durch die Autorin Albrecht, M. abgefasst.

Ziel: Ziel der In-vitro-Studie war es, die Alterungsbeständigkeit verschiedener dreidimensional (3D)-gedruckter und gefräster Hybridmaterialien nach Oberflächenbehandlung hinsichtlich der Oberflächenrauigkeit, Farbstabilität und Biokompatibilität zu untersuchen.

Material und Methodik: Aus drei Digital Light Processing (DLP)-gedruckten Materialien (HarzLabs Dental Sand Pro A1-A2 (HL), BEGO VarseoSmile Crown^{plus} A3 (BV), Voco V-Print c&b temp A3 (VV)) und einem gefrästen Hybridmaterial (Voco Grandio Blocs (VG)) wurden 225 Proben hergestellt. Sie wurden in drei Gruppen unterteilt: unbehandelt, hochglanzpoliert und lackiert. Zur Alterungssimulation wurden 5.000 thermische Zyklen durchgeführt. Neben der Untersuchung der Oberflächenrauigkeit und Farbstabilität wurde die Oberflächentopografie mittels Rasterelektronenmikroskopie analysiert. Die Biokompatibilität wurde in einer indirekten und direkten Methode mit L929-Zellen untersucht.

Ergebnisse: Die Oberflächenrauigkeit war signifikant unterschiedlich zwischen unbehandelten und den anderen Gruppen, wobei es keine Veränderungen vor und nach der Alterung gab. Unbehandelte 3D-gedruckte Proben waren signifikant rauer als unbehandelte gefräste Proben. Im polierten Zustand war HL rauer als andere Materialien, während im lackierten Zustand VV vor der Alterung und HL nach der Alterung die höchsten Rauigkeiten aufwies. Polierte und lackierte Proben waren glatter als unbehandelte Proben. Die Farbmessungen ergaben signifikante Unterschiede zwischen unbehandelten und oberflächenbehandelten und/oder gealterten Gruppen, die für lackierte Proben besonders hoch waren. Die höchsten Biokompatibilitätswerte wiesen unbehandeltes BV und poliertes VG auf. Zwischen gealterten Gruppen mit gleicher Oberflächenbehandlung wurden keine signifikanten Unterschiede festgestellt, und es wurde keine Zytotoxizität beobachtet.

Schlussfolgerung: Während 3D-gedruckte Materialien im unbehandelten Zustand rauer waren als das gefräste Referenzmaterial VG, wurde durch Polieren oder Lackieren die

Rauigkeit derart reduziert, dass die getesteten gedruckten und gefrästen Materialien vergleichbar wurden. Oberflächenbehandlungen führten bei allen Materialien zu Farbveränderungen, die bei lackierten Gruppen größer waren als bei polierten Gruppen. Es wurden akzeptable Biokompatibilitätswerte für alle untersuchten Materialien festgestellt. Die höchste relative zellmetabolische Aktivität wies poliertes VG auf. Eine künstliche Alterung mittels Thermocycling beeinflusste zwar die Farbstabilität und Biokompatibilität, nicht aber die Oberflächenrauigkeit. Die Farbveränderungen waren für alle Materialien akzeptabel und kein Material wies Zytotoxizität auf.

Abstract

Das nachfolgende Abstract entspricht einer Übersetzung der Zusammenfassung (Seiten 1-2) und wurde in Anlehnung an die Publikation „Comparative Analysis of Modern 3D-Printed Hybrid Resin-Ceramic Materials for Indirect Restorations: An In Vitro Study“ (1) durch die Autorin Albrecht, M. verfasst.

Objectives: The aim of the in vitro study was to investigate the aging resistance of various three-dimensional (3D)-printed and milled hybrid materials after surface treatments, with regard to their surface roughness, color stability and biocompatibility.

Material and methods: 225 samples were produced from three Digital Light Processing (DLP)-printed materials (HarzLabs Dental Sand Pro A1-A2 (HL), BEGO VarseoSmile Crown^{plus} A3 (BV), Voco V-Print c&b temp A3 (VV)) and a milled hybrid material (Voco Grandio Blocs (VG)). The samples were divided into three groups: untreated, high gloss polished and glazed. To simulate aging, 5,000 thermal cycles were performed. In addition to evaluating surface roughness and color stability, surface topography was analyzed using scanning electron microscopy. Biocompatibility was evaluated in both an indirect and a direct method with L929 cells.

Results: Surface roughness was significantly different between untreated and other groups, with no changes observed before and after aging. Untreated 3D-printed samples were significantly rougher than untreated milled samples. In the polished state, HL was rougher than the other materials, while in the glazed state, VV had the highest roughness before aging and HL after aging. Polished and glazed samples were smoother than untreated samples. Color measurements showed significant differences between untreated and surface-treated and/or aged groups, with the highest differences observed in glazed samples. The highest biocompatibility values were found for untreated BV and polished VG. No significant differences were found between aged groups with the same surface treatment, and no cytotoxicity was observed.

Conclusion: While 3D-printed materials were rougher than the milled reference material VG in the untreated state, polishing or glazing reduced the roughness to such an extent that the tested printed and milled materials became comparable. Surface treatments caused color changes in all materials, which were greater in the glazed groups than in

the polished groups. Acceptable biocompatibility values were found for all materials tested. Polished VG exhibited the highest relative cell metabolic activity. Artificial aging by thermocycling affected color stability and biocompatibility but did not impact surface roughness. The color changes were acceptable for all materials, and no material showed cytotoxicity.

Der nachfolgende Manteltext, die Tabellen und Abbildungen wurden in Anlehnung an die Publikation „Comparative Analysis of Modern 3D-Printed Hybrid Resin-Ceramic Materials for Indirect Restorations: An In Vitro Study“ (1) durch die Autorin Albrecht, M. erstellt.

1 Einleitung

1.1 Herstellungsverfahren dentaler Restaurationen

Neben der konventionellen Methode der Herstellung von Restaurationen eröffnete sich in den letzten Jahrzehnten die Möglichkeit, in einem digitalen Workflow dentale Restaurationen zu fertigen (2-4).

Gegenüber konventionellen Methoden ermöglicht eine digitale Verarbeitung, dass einerseits Fehler hinsichtlich der Anwendererfahrung und der Materialien reduziert werden können (5-7) und dass andererseits eine höhere Effizienz bezüglich der Herstellungszeit im dentalen Labor erzielt werden kann (8, 9).

Eine kürzlich durchgeführte Studie von Peroz et al. hat gezeigt, dass die digitale Herstellung von Zahnersatz im Vergleich zu dem analogen Verfahren ähnliche Ergebnisse in Bezug auf die mundgesundheitsbezogene Lebensqualität der Patient:innen lieferte, dabei jedoch einige Vorteile für die Patient:innen beobachtet werden konnten (10). So wurde eine deutlich kürzere Zeit für die Durchführung der labortechnischen und klinischen Prozesse im Rahmen der digitalen Zahnersatzherstellung festgestellt (10). Dies kann zu einer geringeren Anzahl von Terminen in der zahnärztlichen Einrichtung und einer verkürzten klinischen Stuhlzeit für die Patient:innen führen (11). Diese Vorteile könnten insbesondere für ältere Patient:innen wertvoll sein, die möglicherweise in ihrer Mobilität eingeschränkt sind, oder für solche, die weit entfernt von der zahnärztlichen Einrichtung wohnen. Ein weiterer Vorteil der digitalen Fertigung besteht darin, dass die digitalen Daten gespeichert werden können und somit für zukünftige zahnmedizinische Behandlungen oder Anpassungen zur Verfügung stehen (11).

Wird Zahnersatz mithilfe digitaler Technologie hergestellt, ist es wichtig, zwischen zwei grundlegenden Herstellungsverfahren zu unterscheiden: dem subtraktiven und dem additiven Verfahren (12).

Bei dem subtraktiven Herstellungsverfahren wird das gewünschte Objekt aus einem Block herausgefräst (12). Dieses Verfahren ist bereits gut erforscht und etabliert (13, 14). Ein Nachteil der subtraktiven Fertigung ist jedoch, dass dabei erhebliche Materialabfälle entstehen und dass die Freiheit bei der Gestaltung des Objekts durch die Geometrie des Fräsers limitiert ist (15).

Im Gegensatz dazu wurde die additive Fertigung als eine materialschonendere und somit kostengünstigere Alternative zu der subtraktiven Fertigung vorgeschlagen, und sie findet heutzutage in diversen Bereichen Anwendung, von dem industriellen Sektor bis hin zum Gesundheitswesen (16).

Seit einigen Jahren fokussiert sich auch im zahnmedizinischen Bereich sowohl die Forschung als auch die klinische Praxis zunehmend auf die verschiedenen Optionen der additiven Herstellung von Zahnersatz (4, 12).

Im Gegensatz zu der subtraktiven Fertigung wird bei dem additiven Herstellungsverfahren das gewünschte Objekt Schicht für Schicht aufgebaut (12). Dies erlaubt nicht nur eine höhere Materialeffizienz, da sich der Materialabfall meist auf die Hilfsstrukturen der Druckobjekte beschränkt, sondern auch eine größere Designfreiheit als bei der subtraktiven Herstellung (2, 17). So lassen sich durch das additive Verfahren auch komplexe und detailreiche Strukturen fertigen, wodurch neue Möglichkeiten für innovative zahnmedizinische Versorgungen eröffnet werden (18, 19).

Da es sich um eine neuere Technologie handelt, ist das additive Herstellungsverfahren mittels dreidimensionalem (3D)-Druck allerdings noch nicht so gut erforscht wie das subtraktive Verfahren mittels Fräsen (18).

1.2 3D-Druck in der Zahnmedizin

Die additive Fertigung umfasst eine Vielzahl von 3D-Drucktechniken, wie Stereolithographie (SLA), Digital Light Processing (DLP), Fused Deposition Modeling, Selektives Lasersintern, Photopolymer Jetting, Tintenstrahldruck und Powder Binder Printing (20, 21).

Die gängigsten 3D-Druckmethoden in der Zahnmedizin sind die Stereolithographie und das Digital Light Processing (17), bei denen es sich jeweils um Wannen-Photopolymerisationsverfahren handelt (15). Beide Druckverfahren beinhalten den schichtweisen Aufbau eines Objekts von einer zweidimensionalen Ebene (X- und Y-Richtungen) zu einer dreidimensionalen Struktur (Z-Richtung) (17).

Die SLA-Technologie ist die erste 3D-Druck-Technologie, die kommerziell verfügbar war (21). Sie zeichnet sich dadurch aus, dass ein Laser selektiv bestimmte Oberflächenbereiche eines flüssigen, photopolymerisierbaren Harzes bestrahlt und hiermit eine lokale Polymerisation hervorruft (17). Das Flüssigharz wird so schichtweise in das gewünschte 3D-Objekt umgewandelt (17).

Auch wenn die DLP-Technologie ähnlich funktioniert wie die SLA-Druckmethode, unterscheidet sie sich darin, dass statt eines Laserstrahls, der sich von Punkt zu Punkt bewegt und so das Harz selektiv aushärtet, eine Mikrospiegelvorrichtung mit einer Hochleistungslichtquelle zur Anwendung kommt (17, 21). Hierdurch können bei der DLP-Technologie ganze Schichten des photopolymerisierbaren Flüssigharzes gleichzeitig ausgehärtet werden (17).

Die unterschiedlichen Aushärtungsprozesse resultieren darin, dass die Detailgenauigkeit bei dem SLA-Verfahren höher ist als bei dem DLP-Verfahren, während andererseits mittels des DLP-Verfahrens ein zeitsparenderes 3D-Drucken ermöglicht wird (15, 21). Somit wird für den 3D-Druck sehr detailreicher Objekte das SLA-Verfahren empfohlen. Für den schnellen Druck größerer Objekte mit weniger Details birgt hingegen das DLP-Verfahren Vorteile (21).

Abbildung 1 stellt die grundlegende Funktionsweise des 3D-Drucks mittels der SLA-Technologie und der DLP-Technologie dar.

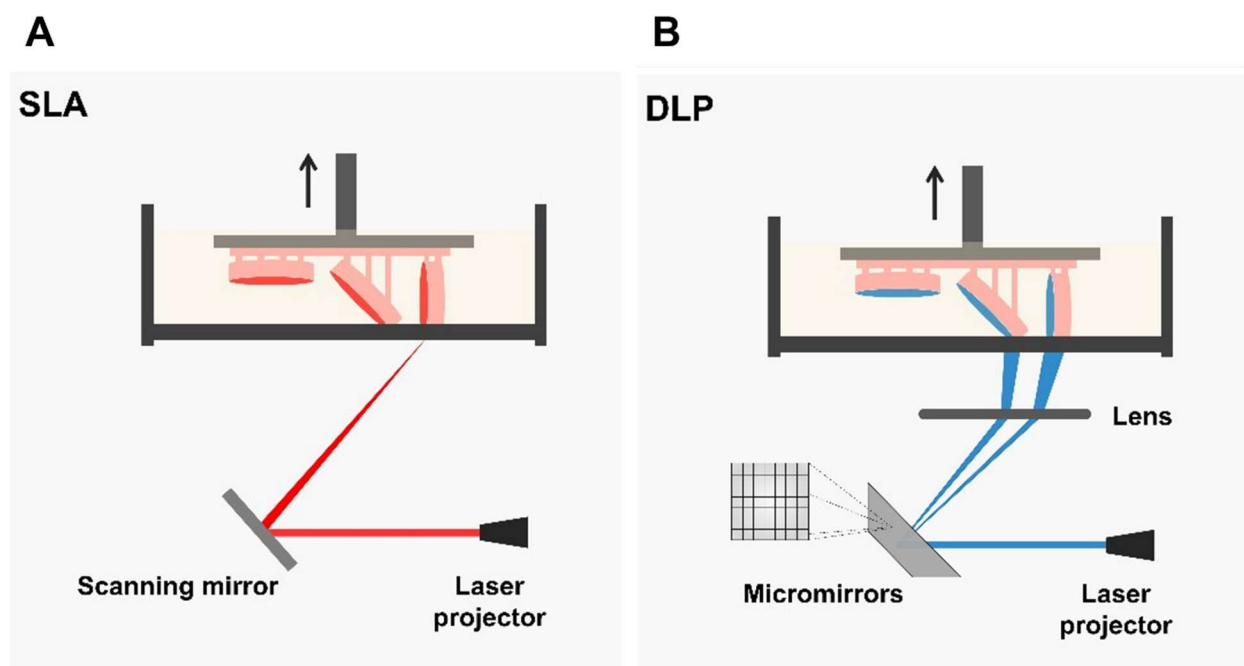


Abbildung 1: Schematische Darstellung der Funktionsweise des 3D-Drucks mittels SLA und DLP. A, SLA-Technologie. B, DLP-Technologie. Quellenangabe: modifiziert nach Li et al. (17).

Heutzutage sind diverse Materialien, wie Polymere, Keramiken, Komposite und Metalllegierungen (16, 20) in einem digitalen Verfahren mittels 3D-Druck verarbeitbar. Innerhalb der letzten Jahre wurden auch immer mehr keramisch gefüllte Hybridmaterialien für den 3D-Druck erhältlich.

Mit der Einführung der Hybridmaterialien für die CAD/CAM-Technik (Computer-Aided Design/Computer-Aided Manufacturing) verband sich das Ziel, die vorteilhaften Eigenschaften von Keramiken, wie Biokompatibilität, Farbstabilität und Haltbarkeit, mit denen von Kompositharzen, wie hoher Biegefestigkeit und geringer Abrasivität, zu kombinieren (22-24).

Hybridmaterialien bieten den Vorteil, dass sie in ihrer klinischen Anwendung als Langzeitprovisorien auch als Non-Prep-Restaurationen infrage kommen, da sie sehr dünn druckbar sind (2).

Die Anforderungen, die an Materialien für indirekte Restaurationen gestellt werden, sind allerdings hoch. Sollen hierfür keramisch gefüllte Hybridmaterialien zum Einsatz kommen, so müssen sie den hohen mechanischen Belastungen in der Mundhöhle und Verfärbungen während der gesamten Tragedauer standhalten, keine gesundheitsschädlichen Substanzen freisetzen und eine glatte Oberfläche aufweisen, um bakterielle Anlagerungen und Farbstoffanlagerungen zu verhindern (25).

1.3 Aktueller Stand der Thematik und Fragestellung

Kürzlich veröffentlichte Studien, die sich mit keramisch gefüllten Hybridmaterialien beschäftigen, geben überwiegend eine Empfehlung zu der mittel- bis langfristigen provisorischen Anwendung dieser Materialien (3, 4, 18).

Eine aktuelle Studie von Rosentritt et al. hat bereits die In-vitro-Performance und das Abriebverhalten von additiv und subtraktiv hergestellten Hybridmaterialien für temporäre und definitive Molarenkronen verglichen (26). Die Autoren konnten im Rahmen ihrer Studie zeigen, dass die getesteten Materialien eine ausreichende Abriebstabilität sowie akzeptable Bruchkräfte aufwiesen, die für den mittel- bis langfristigen klinischen Einsatz erforderlich sind (26).

Nam et al. untersuchten kürzlich zudem den Effekt der Oberflächenlackierung auf 3D-gedruckte Hybridmaterialien für definitive Versorgung und berichteten, dass das Lackieren der Kronenoberfläche die Oberflächenrauigkeit und die Proteinadsorption reduzierte und die mechanische Festigkeit, Farbstabilität und Zellkompatibilität dieser Materialien erhöhte (20).

Die Autoren einer vor Kurzem veröffentlichten Studie, die die Farbstabilität 3D-gedruckter, nicht-invasiver Restaurationen in-vivo untersuchte, berichteten, dass die Farbstabilität nach einem Jahr klinischer Anwendung deutlich reduziert war (2). Aus

dieser Beobachtung leiteten die Autoren ab, dass die im Rahmen ihrer Studie getesteten 3D-gedruckten Restaurationen für eine klinische Anwendung von etwa einem halben Jahr empfohlen werden können (2).

Mittlerweile ist eine Vielzahl von 3D-druckbaren und fräsbaren Hybridmaterialien auf dem Markt verfügbar, was es sinnvoll macht, sie alle untereinander zu vergleichen. Hierzu soll die in dieser Dissertation vorgestellte Studie einen Beitrag leisten.

Trotz der umfangreichen Studien zu keramisch gefüllten Hybridmaterialien hat bisher keine Studie die Auswirkungen einer Hochglanzpolitur und einer Oberflächenlackierung auf die Oberflächenrauigkeit, die optischen Eigenschaften und die biologischen Eigenschaften nach additiver beziehungsweise subtraktiver Fertigung untersucht.

Soweit uns bekannt ist, gibt es auch keine Studie, die den Effekt von Thermocycling auf die mechanischen und biologischen Eigenschaften von additiv und subtraktiv hergestellten Hybridmaterialien mit unterschiedlichen Oberflächenbehandlungen vergleicht.

Daher untersucht die im Folgenden dokumentierte Studie diese Aspekte.

In der Nullhypothese wurde angenommen, dass 3D-gedruckte und gefräste keramisch gefüllte Hybridmaterialien mit unterschiedlicher Oberflächenbehandlung sich hinsichtlich der Rauigkeit, Farbstabilität und Biokompatibilität vor und nach dem Altern nicht unterscheiden würden.

2 Methodik

2.1 Probenherstellung

Das Flowchart dieser In-vitro-Studie ist in Abbildung 2 dargestellt und die in dieser Studie verwendeten keramisch gefüllten Hybridmaterialien und Lacke können Tabelle 1 entnommen werden.

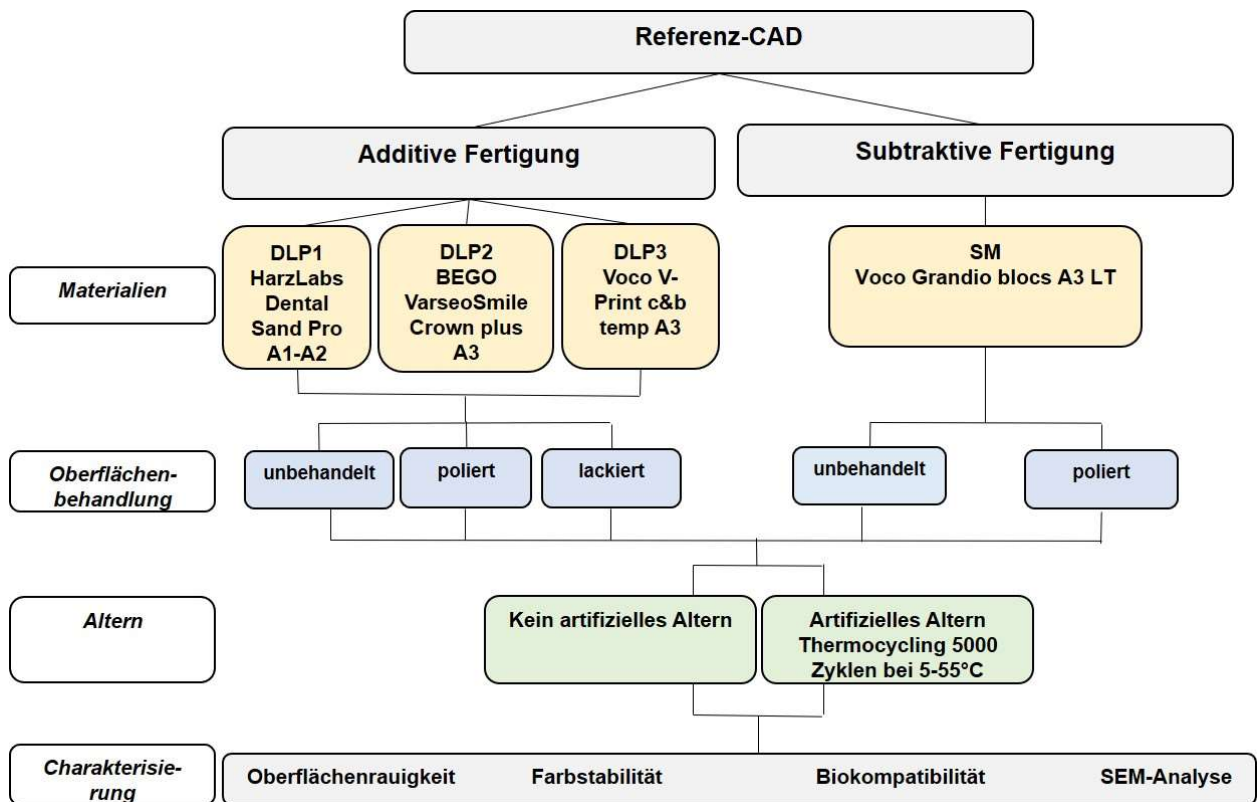


Abbildung 2: Flowchart der Studie. Quellenangabe: modifiziert nach Albrecht et al., 2024. (1).

Tabelle 1: Übersicht der in dieser Studie verwendeten keramisch gefüllten Hybridmaterialien und Lackmaterialien.

Herstellungsmethode	Material (Hersteller)	Code	Zusammensetzung
DLP-Druck	VarseoSmile Crown plus A3 (BEGO)	BV	Keramikgefülltes (30-50 Gew.-% anorganische Füllstoffe; Partikelgröße 0,7 µm) silanisiertes Dentalglas, Methylbenzoylformiat, Diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphinoxid-Hybridmaterial

DLP-Druck	HarzLabs Dental Sand Pro A1-A2 (HARZ Labs)	HL	Keramikgefülltes Kompositharz mit Urethanmethacrylat-Oligomer (50-70 %), Reaktivverdünner (30-50 %), 2-Hydroxypropylmethacrylat (1-5 %), Diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphinoxid (1-3 %), Füllstoffe (10-30 %)
DLP-Druck	Voco V-Print c&b temp A3 (VOCO)	VV	Keramikgefülltes (26 Gew.-% anorganische Füllstoffe) Hybridmaterial mit aliphatischem Urethandimethacrylat (>10-25 %), aliphatischem Acrylat (>2,5-10 %), Triethylenglykoldimethacrylat (>2,5-10 %), Diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphinoxid (max. 2,5 %)
Fräsen	Voco Grandio bloccs A3 LT (VOCO)	VG	Harz-Nanohybrid-Komposit (86 Gew.-% anorganische Füllstoffe), eingebettet in eine Polymermatrix (14 % Urethandimethacrylat+Dimethacrylat)
	Optiglaze Color Transparent (GC Corp.)		Methylmethacrylat (25-<50 %), Siliciumdioxid (5-<10 %), Diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphinoxid (3-<5 %)
	HARZ Labs Glaze (HARZ Labs)		Urethanmethacrylat-Oligomer (10-40 %), Vinylmonomer (10-15 %), Diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphinoxid (1-5 %), Lösungsmittel (5-40 %)
	Easy Glaze (VOCO)		Dipenta-Erythrit-Pentaacrylat (50-100 %), Methylmethacrylat (25-50 %), Initiatoren (2,5-5 %)

Aus: Sicherheitsdatenblätter und Gebrauchsanweisungen der Hersteller sowie Mao et al. (27).
Quellenangabe: modifiziert nach Albrecht et al., 2024. (1).

Zunächst wurden quaderförmige Proben mit den Maßen 12 × 9 × 2 mm mittels einer CAD-Software (FreeCAD Software) designt und in ein STL-Format exportiert. Die Proben wurden anschließend digital gefertigt:

2.1.1 BEGO VarseoSmile Crown plus A3 (BV)

Nach dem Import des STL-Designs in die Slicing-Software BEGO CAMcreator Print, der Probenausrichtung in einem 20-Grad-Winkel zu der Plattform und dem digitalen Anfügen von Stützstrukturen, wurden insgesamt 66 Proben mittels eines DLP-Druckers (Varseo XS, BEGO) hergestellt. Die voreingestellte Schichtdicke betrug 50 µm und je Druckvorgang wurden neun Proben generiert. Im Anschluss erfolgten eine Reinigung mit Ethanol (96 %) im Ultraschallbad für 3 Minuten in einer wiederverwendbaren Ethanollösung und für weitere 2 Minuten in einer frischen Ethanollösung, das Trocknen der Proben mit Druckluft und die Entfernung der Stützstrukturen. Abschließend wurden die Proben mit Perlablast Micro bei einem maximalen Druck von 1,5 bar sandgestrahlt und mit 2 × 1500 Blitzen in einem Lichthärtegerät (Otoflash, BEGO) polymerisiert.

2.1.2 HarzLabs Dental Sand Pro A1-A2 (HL)

Das STL-Design wurde in die Nesting-Software Netfabb Basic 2022.0 (Autodesk) hochgeladen und die Proben wurden im 20-Grad-Winkel zu der Plattform ausgerichtet. Nach dem Anfügen von Stützstrukturen wurden insgesamt 66 Proben in zwei Druckvorgängen mittels eines DLP-Druckers (DMG 3Demax) mit einer Schichtstärke von 50 µm additiv hergestellt. Die gedruckten Proben wurden anschließend zweimal 3 Minuten lang in Isopropanol (99 %) in einem Ultraschallbad gereinigt, für 20 Minuten bei 70 °C in einer Lichtkammer (FormCure, Formlabs) lichtgehärtet und von den Stützstrukturen befreit.

2.1.3 VOCO V-Print c&b temp A3 (VV)

Unter Anwendung der Slicing-Software Netfabb Basic 2023.1 (Autodesk) wurden die Proben in einem 20-Grad-Winkel zu der Plattform ausgerichtet und mit Stützstrukturen versehen. Mit einem DLP-Drucker (W2P-Solflex 163 Full HD) wurden die insgesamt 66 Proben anschließend mit einer Schichtdicke von 50 µm additiv hergestellt, wobei jeder Druckvorgang 15 Proben generierte. Die Nachbearbeitung umfasste die Reinigung der Proben mittels eines in Isopropanol (99 %) getränkten Pinsels, das Trocknen der Proben mit Druckluft, das Entfernen der Stützstrukturen und – nach einer 15-minütigen Wartezeit – die Polymerisation mit zweimal 2000 Blitzen in einem Lichthärtegerät (Otoflash, BEGO).

2.1.4 VOCO Grandio Blocs (VG)

Eine Gesamtzahl von 27 Proben wurde mittels einer 4-Achsen-Fräsmaschine für die Nassbearbeitung (N4, vhf camfacture) aus Blöcken der Größe 14L gefräst. Anschließend wurden die subtraktiv hergestellten Proben aus den Blöcken getrennt. Jeweils zwei Proben konnten aus einem Block generiert werden.

2.2 Oberflächenbehandlung

Im Anschluss an die additive beziehungsweise subtraktive Fertigung der Proben wurden diese entweder unbehandelt gelassen oder oberflächenbehandelt mittels einer Hochglanzpolitur oder des Aufbringens einer Schicht lichthärtenden Lackes. Abbildung 3 präsentiert eine vergleichende makroskopische Übersichtsaufnahme der Proben aller vier Materialien, während die Probenzahlen je Gruppe Tabelle 2 entnommen werden können.

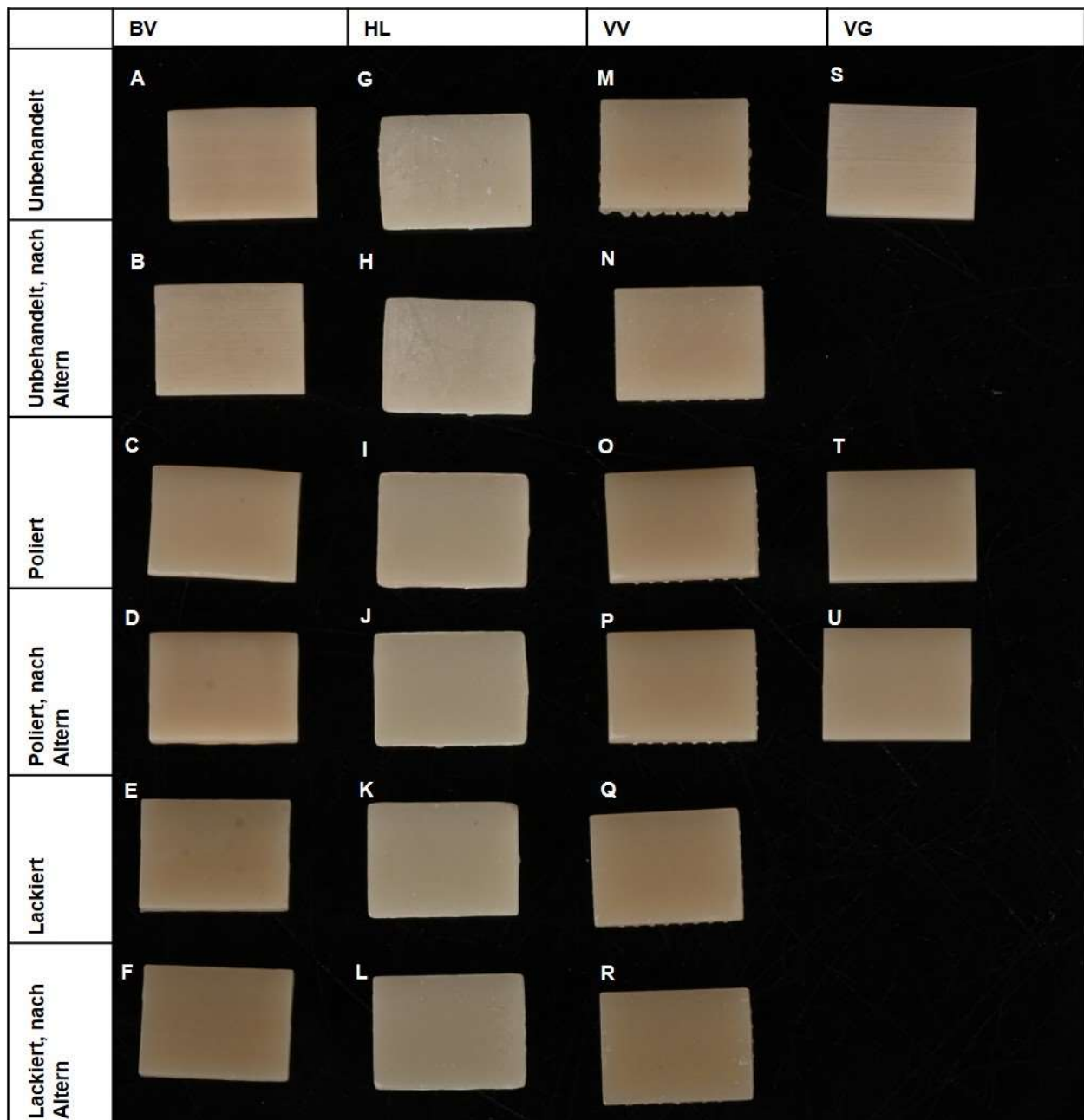


Abbildung 3: Vergleichende Übersichtsaufnahme der verschiedenen Proben. BV-Gruppe: A, unbehandelt. B, unbehandelt, nach Alterung. C, poliert. D, poliert, nach Alterung. E, lackiert. F, lackiert, nach Alterung. HL-Gruppe: G, unbehandelt. H, unbehandelt, nach Alterung. I, poliert. J, poliert, nach Alterung. K, lackiert. L, lackiert, nach Alterung. Gruppe VV: M, unbehandelt. N, unbehandelt, nach Alterung. O, poliert. P, poliert, nach Alterung. Q, lackiert. R, lackiert, nach Alterung. VG-Gruppe: S, unbehandelt. T, poliert. U, poliert, nach Alterung. Quellenangabe: modifiziert nach Albrecht et al., 2024. (1).

Tabelle 2: Probenanzahl je Gruppe in dieser Studie.

		Rauigkeit und Farbstabilität	Biokompatibilität (indirekt)	Biokompatibilität (direkt)
Additiv (BEGO VarseoSmile ohne Altern Crown plus A3: n=66)	Unbehandelt,	n=7	n=2	n=2
	Unbehandelt, nach Altern	n=7	n=2	n=2
HarzLabs Dental Sand Pro A1-A2: n=66	Poliert, ohne Altern	n=7	n=2	n=2
	Poliert, nach Altern	n=7	n=2	n=2
Voco V-Print c&b temp A3: n=66)	Lackiert, ohne Altern	n=7	n=2	n=2
	Lackiert, nach Altern	n=7	n=2	n=2
	Lackiert, nach Altern	n=7	n=2	n=2
Subtraktiv (Voco Grandio ohne Altern Blocs A3 LT: n=27)	Unbehandelt,	n=5	n=2	n=2
	Poliert, ohne Altern	n=5	n=2	n=2
	Poliert, nach Altern	n=5	n=2	n=2

Quellenangabe: modifiziert nach Albrecht et al., 2024. (1).

2.2.1 Hochglanzpolitur

Die Politur erfolgte gemäß dem Protokoll von Kraemer et al. (28). Zunächst wurden die Oberflächen der Proben mit Schleifpapier der Körnung 150 (Corund SC 150; Hager & Werken) und der Körnung 180 an einem Labormikromotor bearbeitet. An einer Poliereinheit (PE5; Degussa AG) wurden die Proben im Anschluss mit einer rotierenden Bürste (Abraso-Soft Acryl; Bredent) und Bimsstein-Suspension (Steribim super; BEGO) vorpoliert. Nach dem Gebrauch der rotierenden Borstenbürste wurden die Proben mit einem weichen Tuchrad (Polirapid; Dr. Montemerlo) und Polierpaste (Universal Polishing Paste; Ivoclar Vivadent) hochglanzpoliert. Eine Person führte die Politur durch, um individuelle Unterschiede bezüglich des Anpressdruckes zu minimieren.

2.2.2 Lackieren

Das Lackieren erfolgte mit einer dünnen Schicht photopolymerisierbaren Lackes. Während HL-Proben mit HARZ Labs Glaze (HARZ Labs) versehen wurden, wurden BV-Proben mit Optiglaze Color Transparent (GC Corporation) und VV-Proben mit Easy Glaze (VOCO) lackiert. Das Aufbringen und die Lichthärtung der Lacke erfolgten nach Herstellerangaben.

2.3 Artificielle Alterung mittels Thermocycling

Um eine Alterung von 6 Monaten zu simulieren, die gemäß Morresi et al. (16) 5000 thermischen Zyklen entspricht, wurde einigen Proben mittels eines Thermocyclers (JULABO) eine entsprechende Zahl an Thermozyklen zwischen 5 und 55 °C in destilliertem Wasser zugeführt. Die Verweildauer in jedem Bad lag bei 30 Sekunden.

2.4 Messung der Oberflächenrauigkeit

Ein optisches Rauheitsmessgerät (Infinite Focus G4; Alicona Imaging) ermöglichte die optische Beurteilung der Oberflächenrauheit der verschiedenen Proben. Hierfür wurde unter Verwendung von Standardlichtbedingungen in zwanzigfacher Vergrößerung eine Fläche von 0,71 x 0,54 mm aufgenommen und durch einen Gaußschen Filter (0,8 mm) gefiltert. Die 3D-Bildbetrachtungssoftware (Alicona GmbH) diente der Datenanalyse und der arithmetische Mittenrauwert (R_a) wurde anhand der erhaltenen 3D-Bilder entlang einer 4 mm Linie berechnet. Es erfolgten drei Messungen je Probe- in der Mitte der Probe, am mittleren oberen Rand und am mittleren unteren Rand. Der durchschnittliche R_a -Wert, der aus den drei Messungen je Probe errechnet wurde, wurde für die statistische Analyse verwendet.

2.5 Messung der Farbstabilität

Ein digitales Spektralphotometer (X-Rite Ci7600; X-Rite mit Color iQC10-Software) mit einer Blendenöffnung von 6 mm und einer D65-Beleuchtungskurve diente der Erfassung von Farbparametern der verschiedenen Proben. Nach den Kalibrierungen gemäß Herstellerangaben wurden je Probe fünf Messungen vor dem gleichen weißen Hintergrund im Reflexionsmodus durchgeführt. Die fünf Bereiche, in denen die

Farbmessungen durchgeführt wurden, waren jeweils die Mitte der Probe, der mittige rechte Rand, der mittige linke Rand, der mittige obere Rand und der mittige untere Rand. Das CIE L* a* b*-System diente in Verbindung mit dem Kalorimeter der Feststellung quantitativer Farbunterschiede. L* beschreibt hierbei die Helligkeit und Unterschiede zwischen Dunkelheit und Helligkeit, a* zeigt Unterschiede auf der Rot-Grün-Achse auf und b* kennzeichnet Unterschiede auf der Gelb-Blau-Achse. ΔL^* , Δa^* und Δb^* sind die Unterschiede in den Farbparametern L*, a* und b* zwischen den Mittelwerten der Messungen unbehandelter Proben vor künstlicher Alterung und den Werten von Proben desselben Materials nach Oberflächenbehandlung und/oder artifizierlicher Alterung. Für die Berechnung der Farbunterschiede (ΔE_{cmc}) diente die folgende CIE ΔE_{cmc} -Formel (29):

$$\Delta E_{cmc} = \sqrt{\left(\frac{\Delta L}{15L}\right)^2 + \left(\frac{\Delta C}{cS_C}\right)^2 + \left(\frac{\Delta H}{S_H}\right)^2} \quad (1)$$

2.6 Messung der Biokompatibilität mittels indirekter Methode

Nachdem die Proben mit 70 % Ethanol desinfiziert und 30 Minuten lang UV-sterilisiert worden waren, erfolgte die Vorbereitung der Extrakte gemäß DIN EN ISO 10993-12 (30) mit einem Zellkulturmedium für L929-Zellen, das aus 88 % Roswell Park Memorial Institute 1640-Medium (RPMI), 10 % fetalem Kälberserum (FBS), 1 % MEM NEAA (nicht essentielle Aminosäuren) und 1 % Penicillin/Streptomycin bestand. Es folgte eine Lagerung für 24 Stunden bei 37 °C und 5 % CO₂ im Inkubator. Anschließend wurden L929-Zellen ausgesät (Zellernte und Zellzählung von aufgetauten und subkultivierten Zellen - $1,09 \times 10^4$ Zellen pro Well in einer 96-Well-Platte).

Neben den Wells für die Probenextrakte wurden auch sogenannte Blanks, die zellfreies Medium beinhalteten, Negativkontroll-Wells mit Zellen im Zellkulturmedium und Positivkontroll-Wells mit Zellen im Zellkulturmedium und zugesetztem 10 % Dimethylsulfoxid vorbereitet. Es schloss sich eine Inkubation bei 37 °C und 5 % CO₂ für 24 Stunden an. Danach wurden die Extrakte verwendet. Nach dem Absaugen des Mediums in den Wells mit einer Glaspipette und dem Hinzupipettieren von 100 μ l der Extrakte erfolgte eine Inkubation bei 37 °C und 5 % CO₂ für 24 Stunden. Daran schloss sich das Absaugen der Extrakte in den Wells mithilfe einer Glaspipette an. 90 μ l RPMI und 10 μ l PrestoBlue (PrestoBlue™ Viability Reagent; ThermoFisher Scientific) wurden in jedes Well pipettiert, um die Zellviabilität zu messen. In Aluminiumfolie eingewickelt, wurden die 96-Well-Platten zunächst 5 Sekunden lang in einem Mikrotiterplatten-

Spektrophotometer (Thermo Scientific Multiscan GO Mikrotiterplatten-Spektrophotometer; Fisher Scientific) bei niedriger Stufe geschüttelt und anschließend für eine Stunde bei 37 °C und 5 % CO₂ inkubiert. Die Messung der Absorption mit dem Mikrotiterplatten-Spektrophotometer erfolgte bei Wellenlängen von 570 nm und 600 nm und es wurde eine Dreifachbestimmung durchgeführt. Mit der folgenden Formel, die den Herstellerangaben entstammt, erfolgte die Berechnung der Reduktion von PrestoBlue (in %):

$$\text{Reduction (\%)} = \frac{(O2 \times A1) - (O1 \times A2)}{(R1 \times N2) - (R2 \times N1)} \times 100 \quad (2)$$

O1 = molarer Extinktionskoeffizient des oxidierten PrestoBlue™-Reagenz bei 570 nm = 80586

O2 = molarer Extinktionskoeffizient des oxidierten PrestoBlue™-Reagenz bei 600 nm = 117216

R1 = molarer Extinktionskoeffizient des reduzierten PrestoBlue™-Reagenz bei 570 nm = 155677

R2 = molarer Extinktionskoeffizient des reduzierten PrestoBlue™-Reagenz bei 600 nm = 14652

A1 = Absorption der Testwells bei 570 nm

A2 = Absorption der Testwells bei 600 nm

N1 = Absorption der Wells mit Medium bei 570 nm

N2 = Absorption der Wells mit Medium bei 600 nm

2.7 Messung der Biokompatibilität mittels direkter Methode

Zusätzlich zu der indirekten Methode wurde die Biokompatibilität in einer direkten Methode bestimmt. Hierzu wurden die Proben zunächst mit 70 % Ethanol desinfiziert und 30 Minuten lang UV-sterilisiert. Es folgte die Aussaat von 1×10^5 L929-Zellen in 100 µl Medium auf die Proben in einer 24-Well-Platte. Nachdem 30 Minuten abgewartet worden waren, die der Sedimentation der Zellen dienten, wurde jedes Well vorsichtig mit 0,5 ml Medium befüllt. Die 24-Well-Platten wurden anschließend bei 37 °C und 5 % CO₂ inkubiert. Daraufhin wurde das Medium mit einer Glaspipette abgesaugt und es wurden 100 µl der Fluorescein-Diacetat (FDA)-Färbelösung (5 ml Zellkulturmedium ohne FBS, 8 µl FDA) in jedes Well gegeben. In Aluminiumfolie gewickelt, wurden die 24-Well-Platten anschließend im Dunkeln bei Raumtemperatur für 5 Minuten inkubiert. Danach wurde die Färbelösung vorsichtig mit einer Glaspipette abgesaugt, die Wells wurden einmal mit phosphatgepufferter Salzlösung (PBS) gewaschen und anschließend mit 0,5 ml Dulbecco's phosphatgepufferter Salzlösung (DPBS) befüllt. Für die mikroskopische Untersuchung wurden die Proben mit einer Pinzette aus den Wells entnommen und auf einen Objektträger gelegt. Im Anschluss wurde die Oberfläche jeder Probe mit einem

digitalen Mikroskop (VHX-5000; Keyence) und mit einem Fluoreszenzadapter (Adapter für Keyence; Nightsea) bei 30-facher und 200-facher Vergrößerung beobachtet.

Zusätzlich wurden die Proben rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Als Vorbereitung hierfür erfolgte eine Paraformaldehyd-Fixierung, eine Spülung in PBS, die Proben-Dehydratisierung in seriellen Ethanolkonzentrationen (50 %, 70 %, 90 %, 96 %, 100 %, 100 %) verdünnt in Wasser und die Probenlagerung in einem Exsikkator für 48 Stunden.

2.8 Rasterelektronenmikroskopische Analyse

Um die Oberflächentopographie der Proben zu charakterisieren, wurden die Proben mit Gold beschichtet. Anschließend wurde die Oberflächentopographie mittels Rasterelektronenmikroskopie (Phenom XL; Thermo Fisher) bei 15 kV mit Rückstreudetektor (BSD) analysiert.

2.9 Statistische Analyse

Die Berechnung aus der Pilotphase diente als Basis für die Fallzahlberechnung. Es zeigte sich, dass $n = 7$ ausreichend ist, um einen Unterschied von $0,07 \mu\text{m}$ in der R_a -Oberflächenrauigkeit mit einem Alpha von 5 %, einer Power von 80 % und einer Standardabweichung von $0,01 \mu\text{m}$ zu erkennen.

Die statistische Analyse der gesammelten Daten erfolgte in dem statistischen Softwareprogramm JMP 14 (SAS Corp.). Hierfür wurden die Daten durch den Shapiro-Wilk-Test auf Normalverteilung geprüft und für normal verteilte Daten der statistische Unterschied mittels einer Zwei-Wege-Varianzanalyse (ANOVA) analysiert. Hierbei galten die Materialart und die Oberflächenbehandlung als zwei unabhängige Faktoren. Für multiple Vergleichsanalysen wurde der Tukey-Test durchgeführt und ein p-Wert kleiner als 0,05 wurde als Schwelle für Signifikanz definiert.

3 Ergebnisse

3.1 Rauigkeit und Rasterelektronenmikroskopische Analyse

In Bezug auf die Oberflächenrauigkeit (R_a) war nach statistischer Auswertung mittels ANOVA ein signifikanter Unterschied zwischen unbehandelten und anderen Gruppen ($p < 0,0001$) erkennbar. Für kein Material bestanden signifikante Unterschiede vor und nach artifizierlicher Alterung. Die Tukey-Post-Hoc-Vergleiche zwischen allen Gruppen sind in Abbildung 4 veranschaulicht.

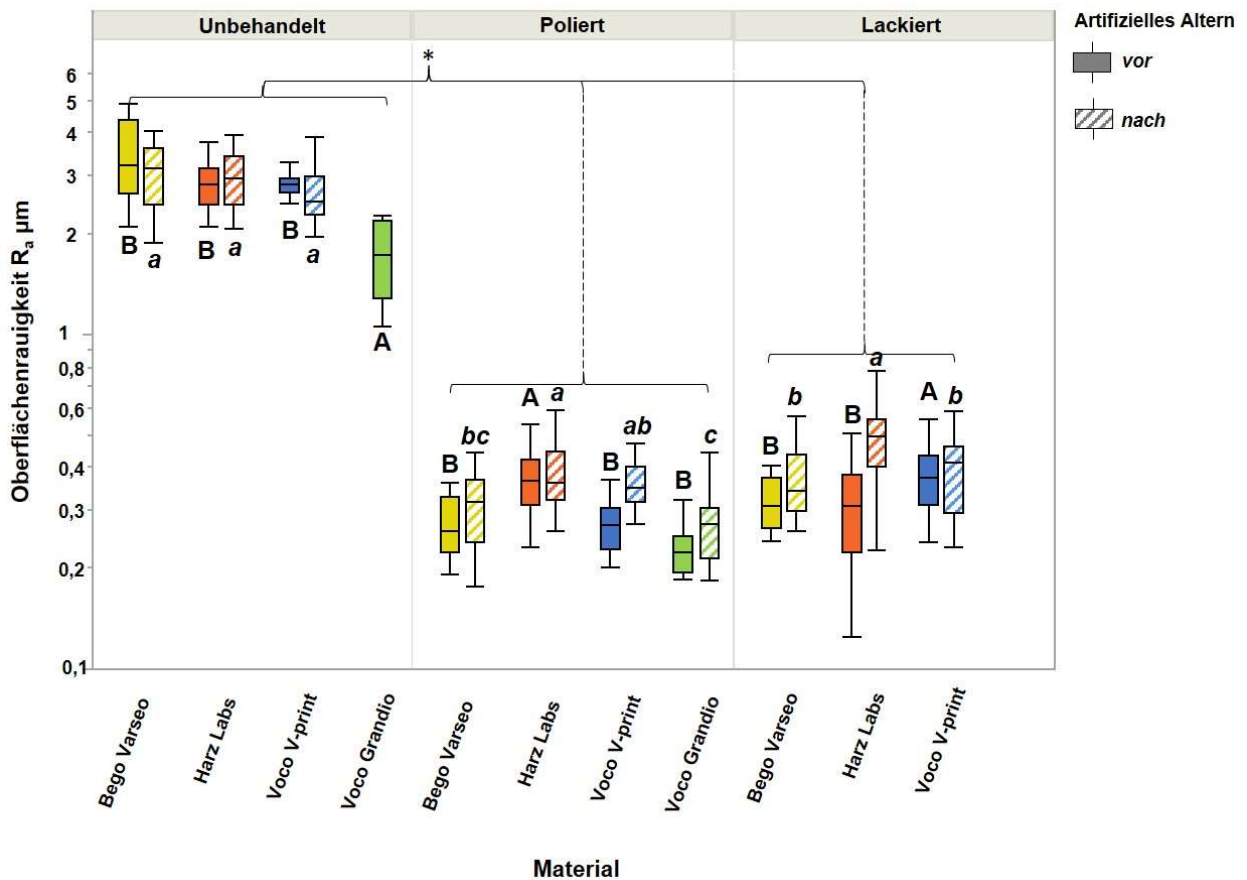


Abbildung 4: Oberflächenrauigkeit (R_a) der unbehandelten, polierten und lackierten Gruppen der vier verschiedenen Materialien. Das Sternchen kennzeichnet statistisch signifikante Unterschiede zwischen den Gruppen gemäß ANOVA. Die Buchstaben „A, a“ zeigen statistische Unterschiede innerhalb jeder Oberflächenbehandlungsgruppe für die verschiedenen Materialien gemäß Tukey-Test. Quellenangabe: modifiziert nach Albrecht et al., 2024. (1).

Im unbehandelten Zustand wies VG im Vergleich zu den 3D-gedruckten Proben eine signifikant niedrigere Oberflächenrauigkeit auf ($p < 0,0001$). Im hochglanzpolierten Zustand hatte HL im Vergleich zu allen anderen Materialien signifikant höhere R_a -Werte

($p < 0,0001$), sowohl vor als auch nach der Alterung. Im lackierten Zustand waren für VV die signifikant höchsten R_a -Werte zu erkennen ($p < 0,0001$), wobei nach künstlicher Alterung HL die höchsten R_a -Werte aufwies. Die Farbbilder als Tiefenansichten aus der optischen Rauigkeitsanalyse der Proben sind in Abbildung 5 dargestellt und repräsentative rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probenoberflächen sind in Abbildung 6 zu entnehmen.

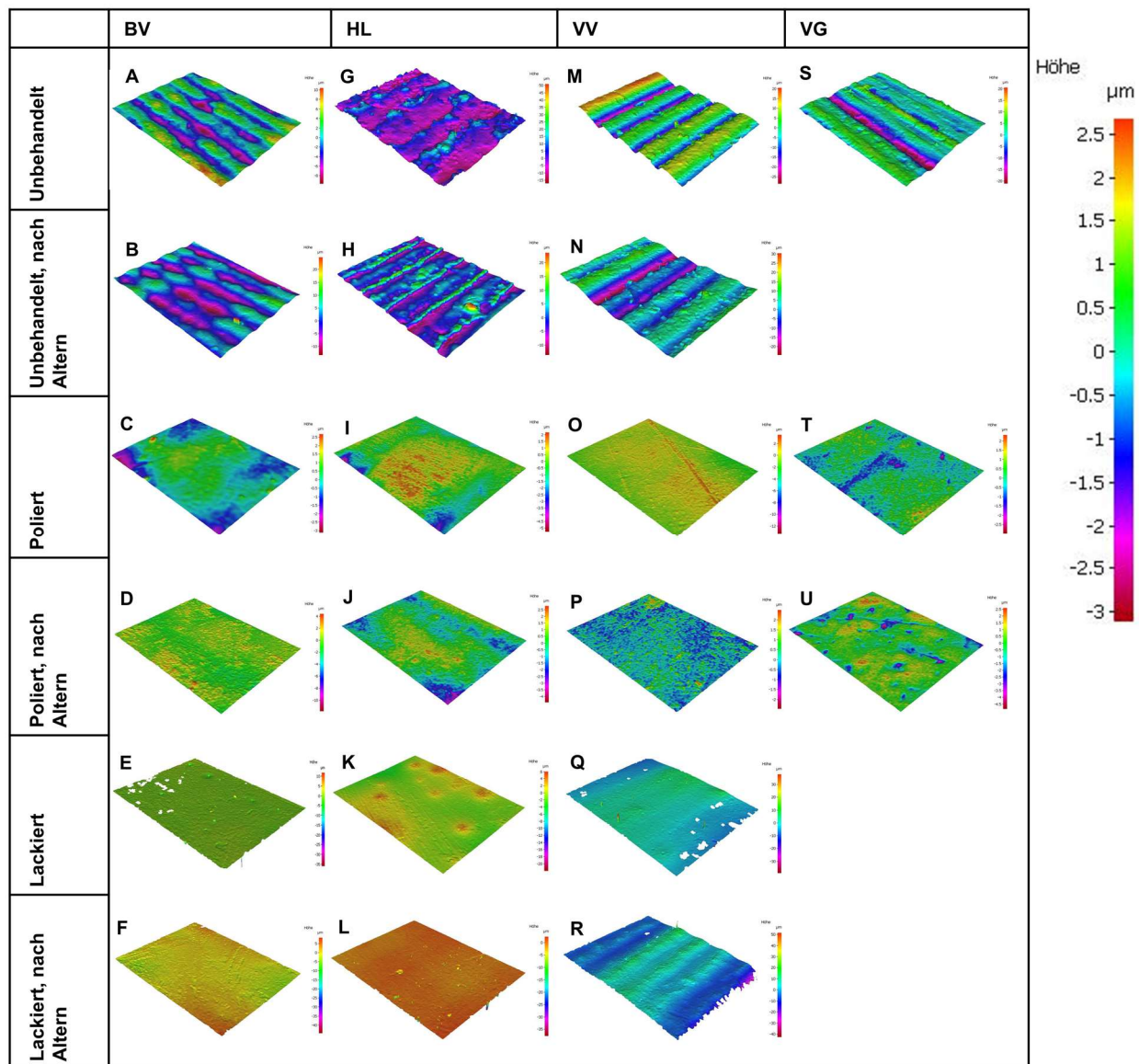


Abbildung 5: Farbbilder als Tiefenansichten aus der optischen Rauigkeitsanalyse der Proben. BV-Gruppe: A, unbehandelt. B, unbehandelt, nach Alterung. C, poliert. D, poliert, nach Alterung. E, lackiert. F, lackiert, nach Alterung. HL-Gruppe: G, unbehandelt. H, unbehandelt, nach Alterung. I, poliert. J, poliert, nach Alterung. K, lackiert. L, lackiert, nach Alterung. Gruppe VV: M, unbehandelt. N, unbehandelt, nach Alterung. O, poliert. P, poliert, nach Alterung. Q, lackiert. R,

lackiert, nach Alterung. VG-Gruppe: S, unbehandelt. T, poliert. U, poliert, nach Alterung. Quellenangabe: modifiziert nach Albrecht et al., 2024. (1).

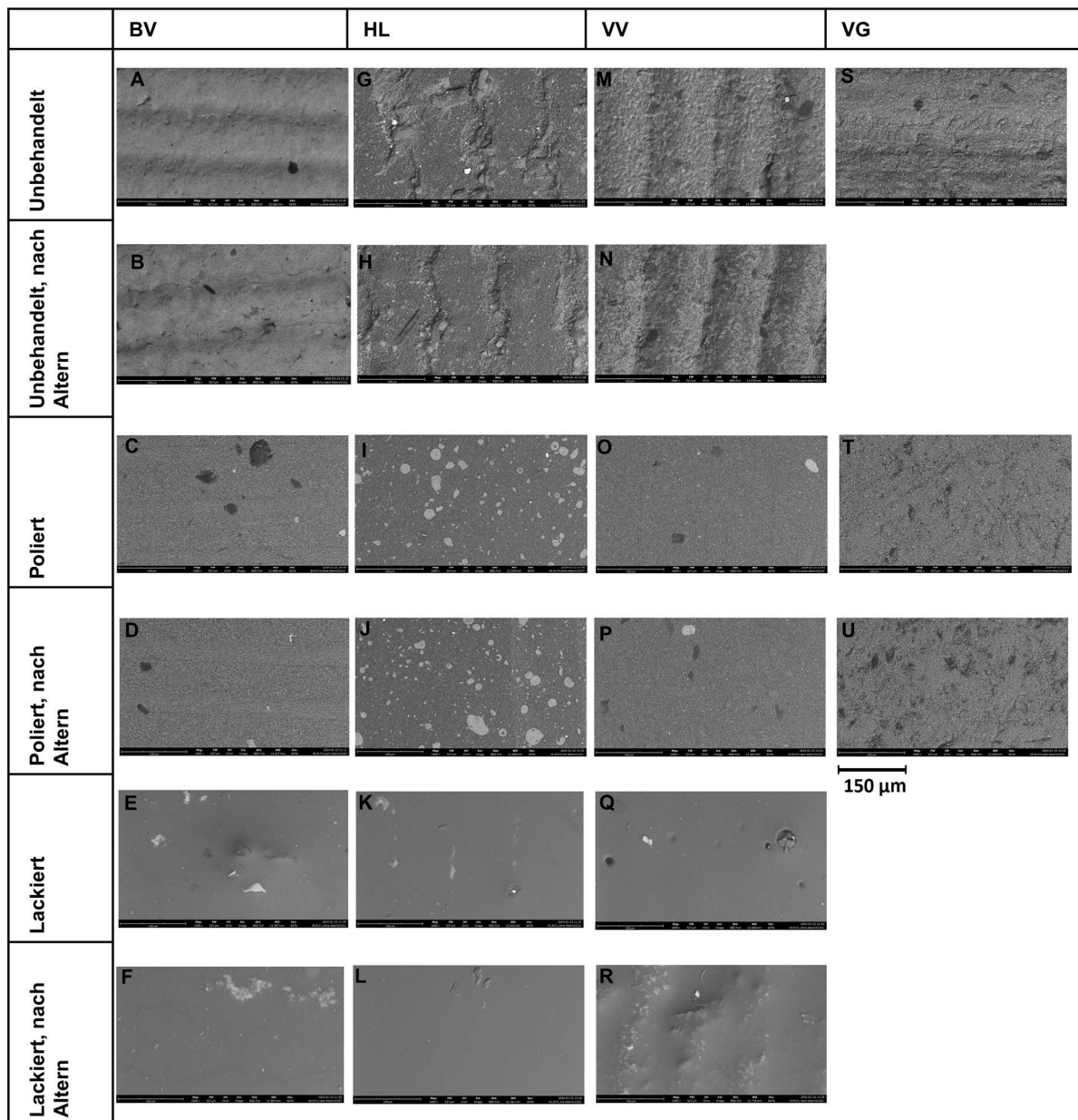


Abbildung 6: Rasterelektronenmikroskopische Bilder bei 1000-facher Vergrößerung. BV-Gruppe: A, unbehandelt. B, unbehandelt, nach Alterung. C, poliert. D, poliert, nach Alterung. E, lackiert. F, lackiert, nach Alterung. HL-Gruppe: G, unbehandelt. H, unbehandelt, nach Alterung. I, poliert. J, poliert, nach Alterung. K, lackiert. L, lackiert, nach Alterung. Gruppe VV: M, unbehandelt. N, unbehandelt, nach Alterung. O, poliert. P, poliert, nach Alterung. Q, lackiert. R, lackiert, nach Alterung. VG-Gruppe: S, unbehandelt. T, poliert. U, poliert, nach Alterung. Quellenangabe: eigene Darstellung von Albrecht, M.

Es ließen sich bei der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung erhebliche Unterschiede zwischen unbehandelten, hochglanzpolierten und lackierten Oberflächen erkennen. Unbehandelte Oberflächen der drei 3D-gedruckten Materialien zeigten horizontal orientierte Strukturen mit inhomogen verteilten, groben Partikeln (Abbildungen 6A, B, G, H, M, N). Dahingegen waren die gefrästen Oberflächen durch eine glattere Oberfläche mit vielen parallel ausgerichteten feinen Linien und kleineren Partikeln gekennzeichnet (Abbildung 6S). Die polierten Proben aller Gruppen hatten ein zueinander ähnliches Erscheinungsbild, waren im Vergleich zu den unbehandelten Proben glatter und wiesen unterschiedlich orientierte Muster auf (Abbildungen 6C, D, I, J, O, P, T, U). Die lackierten Oberflächen aller Materialien erschienen ebenfalls glatter als unbehandelte Oberflächen und waren durch kleine, ungleichmäßig verteilte Luftblasen gekennzeichnet (Abbildungen 6E, F, K, L, Q, R).

3.2 Farbstabilität

Die statistische Auswertung mittels ANOVA ergab für alle Materialien statistisch signifikante Farbunterschiede zwischen der jeweils unbehandelten, nicht gealterten Gruppe eines Materials und den gealterten und/oder oberflächenbehandelten Gruppen des gleichen Materials. Während Abbildung 7 die ΔE_{cmc} -Werte darstellt, zeigt Abbildung 8 die L^* -, a^* - und b^* -Abweichungen des Mittelwerts der gealterten und/oder oberflächenbehandelten Proben von dem Mittelwert der unbehandelten, nicht gealterten Proben im CIE $L^* a^* b^*$ -Farbraum.

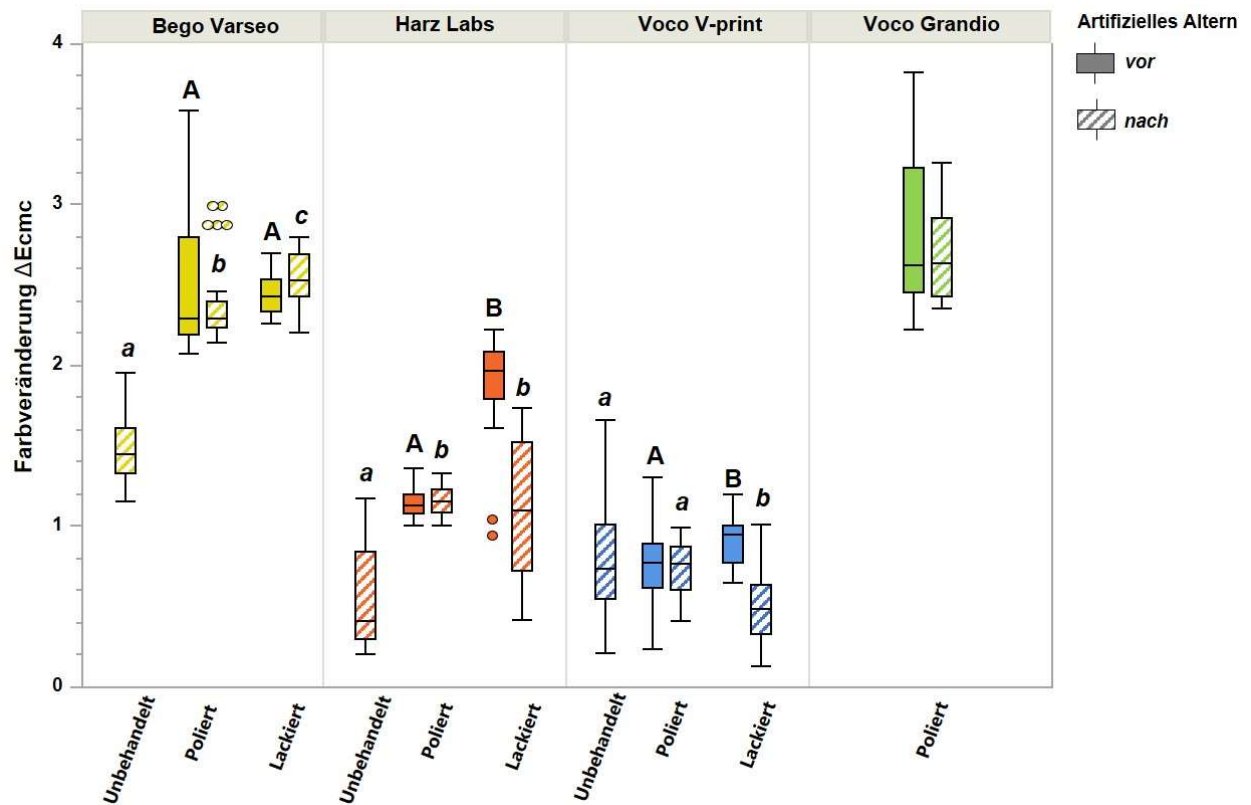


Abbildung 7: Farbänderungswerte (ΔE_{cmc}) für unbehandelte, polierte und lackierte Gruppen der vier verschiedenen Materialien. Die unbehandelte Gruppe vor der künstlichen Alterung gilt als Kontrollgruppe, die als Referenz für die ΔE_{cmc} -Werte für alle Messungen desselben Materials dient. Die Buchstaben „A, a“ kennzeichnen statistische Unterschiede für die verschiedenen Materialien gemäß Tukey-Test. Quellenangabe: modifiziert nach Albrecht et al., 2024. (1).

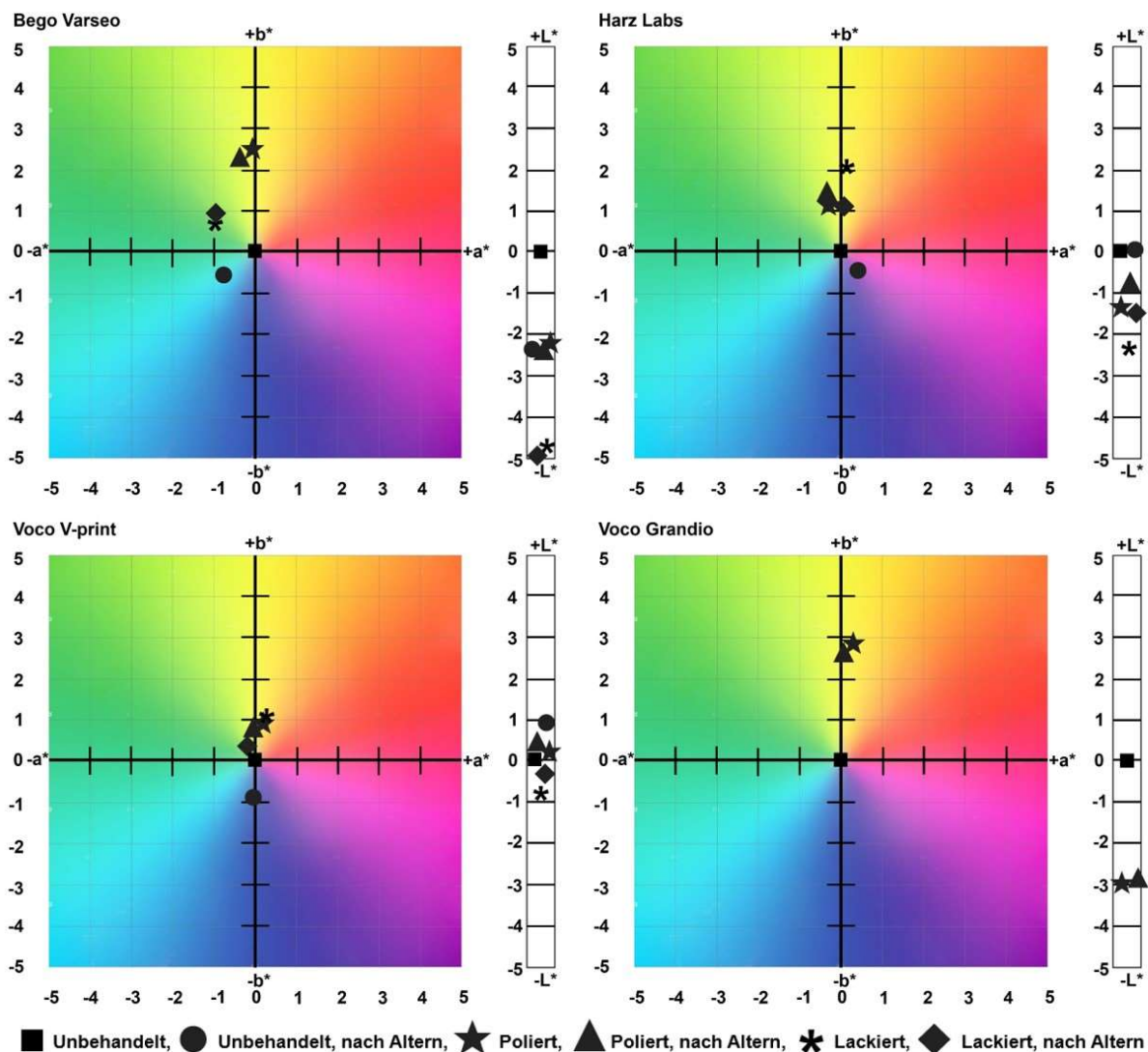


Abbildung 8: Farbunterschiede im CIE $L^* a^* b^*$ -Farbraum für unbehandelte, polierte und lackierte Gruppen der vier verschiedenen Materialien. Quellenangabe: modifiziert nach Albrecht et al., 2024. (1).

Die Mittelwerte \pm Standardabweichungen (SD) der Farbwerte in dem CIE $L^* a^* b^*$ -Farbraum für alle Gruppen sind in Tabelle 3 dargestellt.

Tabelle 3: Mittelwert \pm Standardabweichung (SD) der Farbwerte im CIE-Farbraum $L^* a^* b^*$ für die unbehandelten, polierten und lackierten Gruppen der vier keramisch gefüllten Hybridmaterialien.

Material	Altern?	Farbparameter	Unbehandelt (MW/SD)	Poliert (MW/SD)	Lackiert (MW/SD)
BV	Nein	L^*	$72,20 \pm 0,90$	$69,94 \pm 1,43$	$67,54 \pm 0,34$
		a^*	$2,17 \pm 0,60$	$2,02 \pm 0,76$	$1,19 \pm 0,18$
		b^*	$11,93 \pm 1,29$	$14,46 \pm 0,96$	$12,71 \pm 0,55$
	Ja	L^*	$69,87 \pm 0,58$	$69,80 \pm 0,99$	$67,28 \pm 0,43$

		a*	1,39 ± 0,13	1,77 ± 0,55	1,20 ± 0,15
		b*	11,37 ± 0,61	14,27 ± 0,63	12,92 ± 0,38
HL	Nein	L*	74,65 ± 0,38	73,29 ± 0,31	72,28 ± 0,34
		a*	-2,69 ± 0,10	-3,02 ± 0,09	-2,61 ± 0,07
		b*	11,56 ± 0,42	12,82 ± 0,16	13,65 ± 0,38
	Ja	L*	74,71 ± 0,56	73,94 ± 0,22	73,22 ± 0,35
		a*	-2,37 ± 0,15	-3,07 ± 0,04	-2,66 ± 0,11
		b*	11,15 ± 0,44	12,97 ± 0,14	12,70 ± 0,70
VV	Nein	L*	66,59 ± 0,48	66,88 ± 0,22	65,79 ± 0,22
		a*	0,75 ± 0,17	0,95 ± 0,16	1,00 ± 0,15
		b*	12,36 ± 0,37	13,25 ± 0,33	13,39 ± 0,20
	Ja	L*	67,51 ± 0,45	67,05 ± 0,38	66,22 ± 0,46
		a*	0,66 ± 0,10	0,68 ± 0,27	0,53 ± 0,15
		b*	11,52 ± 0,54	13,08 ± 0,45	12,69 ± 0,34
VG	Nein	L*	71,77 ± 0,42	68,78 ± 0,43	
		a*	1,23 ± 0,10	1,50 ± 0,12	
		b*	7,75 ± 0,58	10,58 ± 0,55	
	Ja	L*		68,97 ± 0,26	
		a*		1,32 ± 0,10	
		b*		10,40 ± 0,31	

MW: Mittelwert, SD: Standardabweichung. Quellenangabe: modifiziert nach Albrecht et al., 2024. (1).

Für BV galt, dass hochglanzpolierte und lackierte Proben zunächst keine signifikanten Unterschiede bezüglich der ΔE_{cmc} -Werte aufwiesen. Nach künstlicher Alterung zeigten lackierte Proben eine stärkere Farbveränderung als polierte Proben, die ihrerseits eine signifikant höhere Farbveränderung als unbehandelte Proben aufwiesen.

Die Farbunterschiede resultierten aus einer Verschiebung zu den dunkleren, grünlichen und blauen Bereichen des CIE L* a* b*-Farbraums, wenn unbehandelte Oberflächen künstlich gealtert wurden, und einer Verschiebung in den dunkleren, grünlichen und gelblichen Bereich des CIE L* a* b*-Farbraums, wenn die Proben oberflächenbehandelt wurden.

Bei HL wiesen die lackierten Proben vor der Alterung einen deutlich höheren ΔE_{cmc} -Wert auf als die hochglanzpolierten Proben. Nach der künstlichen Alterung wiesen sowohl die polierte als auch die lackierte Gruppe signifikant höhere Farbänderungswerte auf als die unbehandelte Gruppe. Die künstliche Alterung der unbehandelten Proben

fürte zu einer leichten Aufhellung und einer Verschiebung in den rötlichen, blauen Bereich. Die Hochglanzpolitur führte zu einem dunkleren, grünlich-gelblicheren Erscheinungsbild, während die Glasur durch eine Verschiebung in einen noch dunkleren, rötlichen und gelblichen Bereich gekennzeichnet war.

Bei VV ließ sich ein signifikanter Unterschied hinsichtlich des ΔE_{cmc} -Werts zwischen hochglanzpolierten und lackierten Proben vor und nach der Alterung feststellen. Nach der Alterung zeigten unbehandelte Proben keinen signifikanten Unterschied zu gealterten, hochglanzpolierten Proben, aber einen signifikanten Unterschied zu gealterten, lackierten Proben. Was die Farbverschiebungen betrifft, so waren gealterte, unbehandelte Proben heller, etwas grünlicher und bläulicher als die Referenzgruppe. Hochglanzpolierte Proben waren ebenfalls heller, rötlicher und gelblicher, während die Alterung dieser Proben zu einer Verschiebung in den grünlichen Bereich führte. Lackierte Proben erschienen dunkler, rötlicher und gelblicher. Auch hier führte die Alterung zu einer Verschiebung von dem rötlichen in den grünlichen Bereich.

Bei VG führte die Hochglanzpolitur zu einer dunkleren, rötlicheren und gelblicheren Oberfläche im Vergleich zu der Referenzgruppe, wobei die künstliche Alterung keine signifikanten Auswirkungen auf die Farbwerte hatte.

3.3 Biokompatibilität

Hinsichtlich der relativen zellmetabolischen Aktivität ergab die statistische Auswertung mittels ANOVA für alle Materialien einen statistisch signifikanten Unterschied bei der künstlichen Alterung.

Während vor der Alterung BV in der unbehandelten Gruppe die signifikant höchste Biokompatibilität aufwies, zeigte VG in der hochglanzpolierten Gruppe eine signifikant höhere Biokompatibilität als HL und VV. In der lackierten Gruppe gab es vor der Alterung keine signifikanten Unterschiede zwischen den verschiedenen Materialien.

Die künstliche Alterung verringerte die Biokompatibilität aller Materialien, aber es wurden keine statistisch signifikanten Unterschiede zwischen allen gealterten Gruppen mit der gleichen Oberflächenbehandlung festgestellt. Die post-hoc Mehrfachvergleiche zwischen allen Gruppen der vier Materialien sind in Abbildung 9 dargestellt.

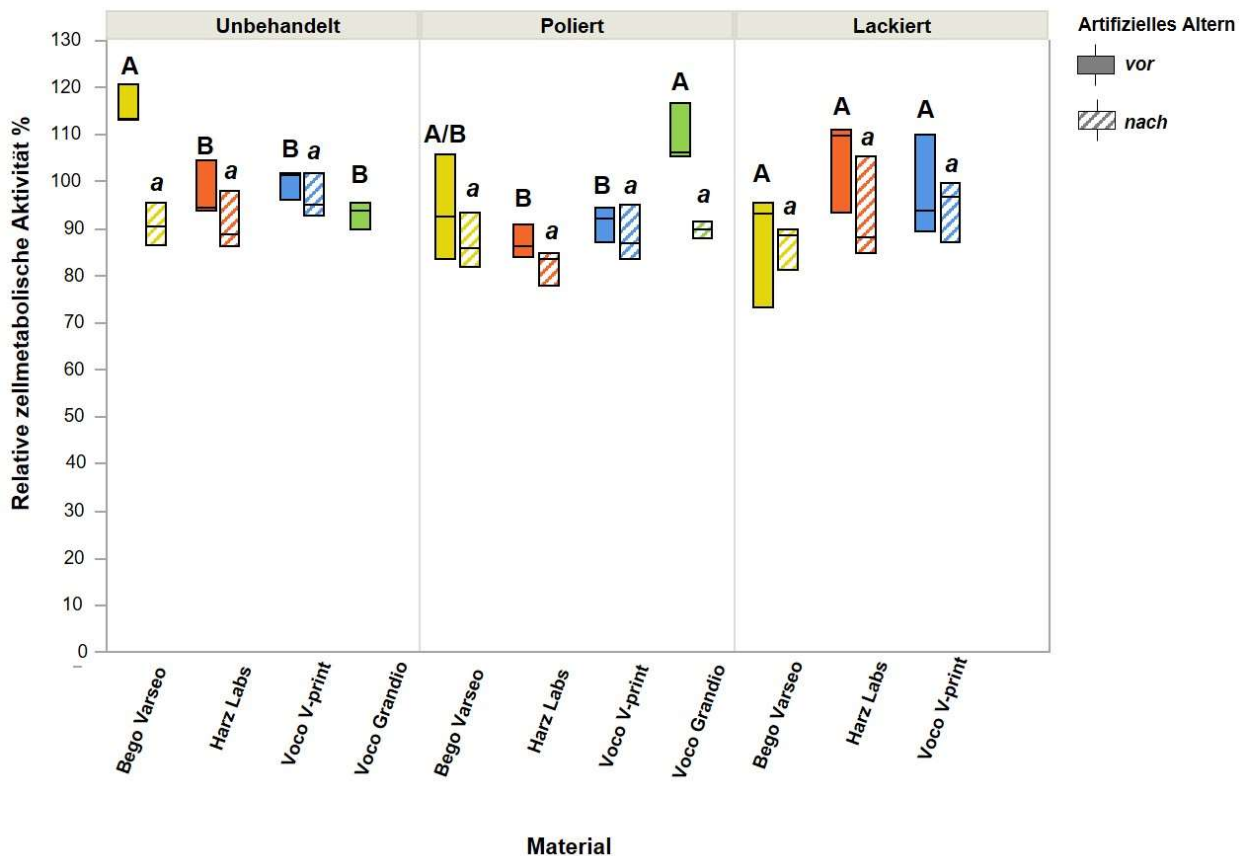


Abbildung 9: Biokompatibilitätswerte für unbehandelte, polierte und lackierte Gruppen der vier verschiedenen Materialien im Vergleich zu der Negativkontrolle (Zellen in Zellkulturmedium), definiert als 100 %. Die Buchstaben kennzeichnen statistische Unterschiede innerhalb jeder Oberflächenbehandlungsgruppe für die verschiedenen Materialien gemäß Tukey-Test. Quellenangabe: modifiziert nach Albrecht et al., 2024. (1).

Kein Material war gemäß DIN EN ISO 10993-05 (31) im Vergleich zu der Negativkontrolle (Zellen in Zellkulturmedium) zytotoxisch. Abbildung 10 zeigt rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Probenoberflächen mit Zellen im Rahmen des direkten Biokompatibilitätsversuches.

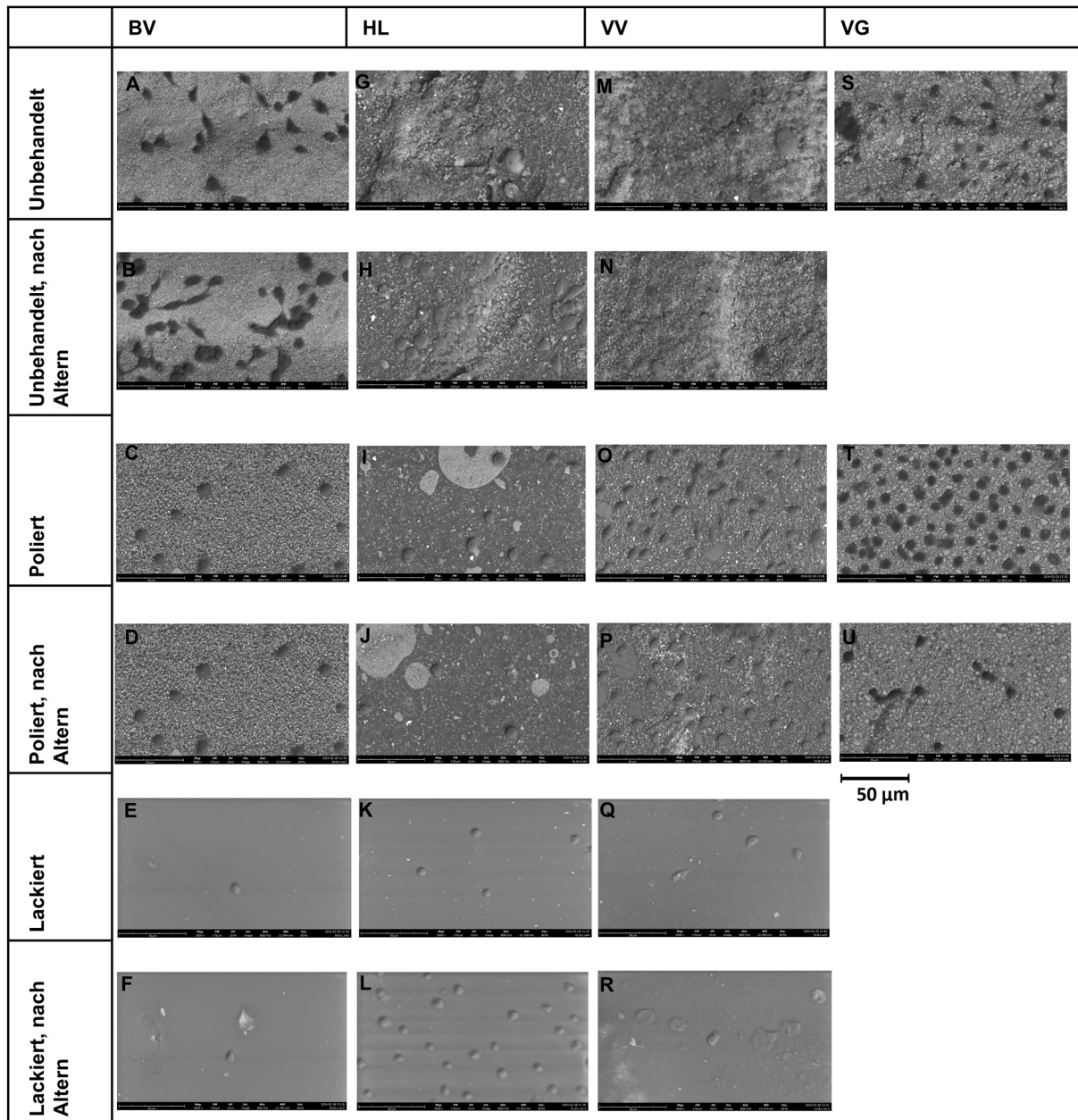


Abbildung 10: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen mit Zellen bei 3000-facher Vergrößerung. BV-Gruppe: A, unbehandelt. B, unbehandelt, nach Alterung. C, poliert. D, poliert, nach Alterung. E, lackiert. F, lackiert, nach Alterung. HL-Gruppe: G, unbehandelt. H, unbehandelt, nach Alterung. I, poliert. J, poliert, nach Alterung. K, lackiert. L, lackiert, nach Alterung. Gruppe VV: M, unbehandelt. N, unbehandelt, nach Alterung. O, poliert. P, poliert, nach Alterung. Q, lackiert. R, lackiert, nach Alterung. VG-Gruppe: S, unbehandelt. T, poliert. U, poliert, nach Alterung. Quellenangabe: modifiziert nach Albrecht et al, 2024. (1).

Auch wenn auf jeder Probe Zellen adhärten, ließ sich die beste Zelladhäsion auf der unbehandelten BV-Oberfläche (Abbildung 10A,B) und auf der gefrästen,

hochglanzpolierten VG-Oberfläche (Abbildung 10T) erkennen. Diese Beobachtung deckte sich mit der Untersuchung mittels des Keyence (Abbildung 11).

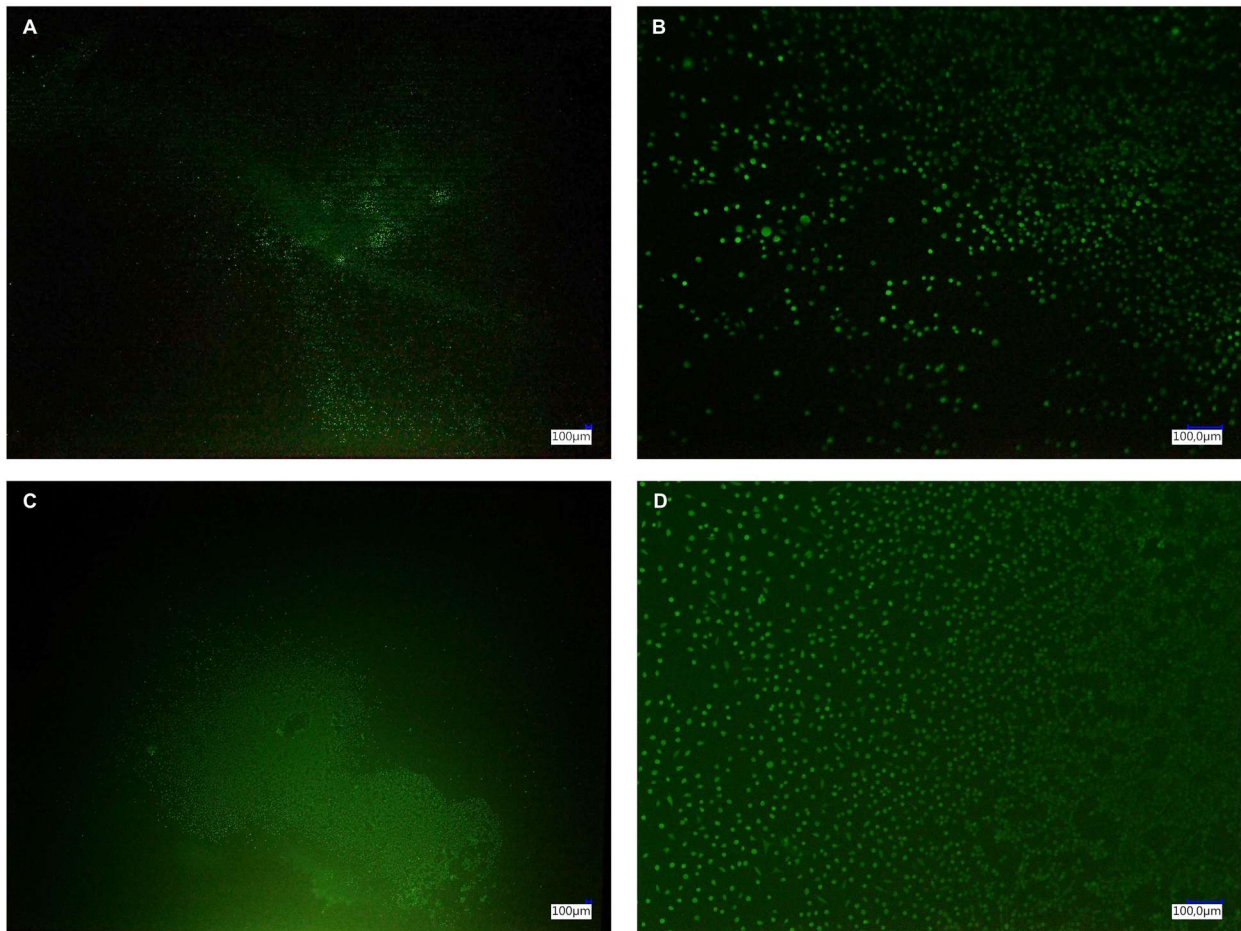


Abbildung 11: Keyence-Bilder von FDA-gefärbten Zellen auf Probenoberflächen. A, unbehandelte BV-Oberfläche bei 30-facher Vergrößerung. B, unbehandelte BV-Oberfläche bei 200-facher Vergrößerung. C, polierte VG-Oberfläche bei 30-facher Vergrößerung. D, polierte VG-Oberfläche bei 200-facher Vergrößerung. Quellenangabe: eigene Darstellung von Albrecht, M.

4 Diskussion

4.1 Kurze Zusammenfassung der Ergebnisse

Da signifikante Unterschiede zwischen den Materialien und Behandlungsprotokollen in dieser Studie auftraten, muss die Nullhypothese verworfen werden. Bezüglich der Oberflächenrauigkeit bestand ein signifikanter Unterschied zwischen unbehandelten und oberflächenbehandelten Gruppen, ohne signifikante Veränderungen vor und nach Alterung. Im unbehandelten Zustand zeigten gefräste Proben eine signifikant glattere Oberfläche als 3D-gedruckte Proben. Im polierten Zustand wiesen HL-Proben eine signifikant rauere Oberfläche als die anderen Materialien auf. Im lackierten Zustand zeigte VV vor der Alterung die höchste Rauheit, während HL nach der Alterung die höchste Rauheit aufwies. Die rasterelektronenmikroskopische Analyse zeigte grobe Partikel und horizontale Rillen auf unbehandelten 3D-gedruckten Proben, während unbehandelte gefräste Proben durch glattere Oberflächen mit feinen parallelen Linien gekennzeichnet waren. Proben, die poliert oder lackiert worden waren, wiesen eine glattere Oberfläche auf als unbehandelte Proben aller Materialien. In unserer Studie wurde kein Zusammenhang zwischen der Rauigkeit und der Farbstabilität festgestellt. Bezüglich der Farbwertanalyse ließen sich signifikante Unterschiede zwischen unbehandelten und oberflächenbehandelten/gealterten Gruppen feststellen. Während polierte und lackierte BV-Proben vor der Alterung signifikant gleiche Farbwerte aufwiesen, erhöhte die Alterung die Farbveränderungen, insbesondere bei lackierten Proben. Für HL galt vor der Alterung, dass die lackierte Gruppe signifikant höhere Farbveränderungen als die polierte Gruppe aufwies, während nach der Alterung sowohl polierte als auch lackierte Gruppen signifikant höhere Farbveränderungen zeigten als die unbehandelte Gruppe. Für VV zeigte sich ein signifikanter Unterschied zwischen polierten und lackierten Gruppen vor der Alterung. Nach der Alterung war dies ebenso, obgleich in diesem Zustand kein signifikanter Unterschied zwischen unbehandelten und polierten Gruppen erkennbar war. In Bezug auf VG machte sich kein signifikanter Unterschied zwischen den nicht gealterten und den gealterten hochglanzpolierten Proben bemerkbar.

Die Messung der Biokompatibilität ergab, dass unbehandeltes BV und poliertes VG die höchste zellmetabolische Aktivität aufwiesen. Der Vergleich zwischen allen gealterten

Gruppen mit der gleichen Oberflächenbehandlung ergab keine signifikanten Unterschiede. Es wurde für kein Material eine Zytotoxizität festgestellt.

4.2 Interpretation der Ergebnisse

Gefräste Materialien schienen glattere Oberflächen als gedruckte Materialien zu haben. Eine Oberflächenbehandlung mittels Politur und Lackieren der Proben ermöglichte allerdings eine derart hohe Reduktion der Oberflächenrauigkeit, dass gefräste und gedruckte Materialien vergleichbar wurden. Ein Zusammenhang zwischen der Rauigkeit und Farbstabilität konnte im Rahmen dieser Studie nicht festgestellt werden. Durch Oberflächenbehandlung und/oder Alterung der Materialien entstanden Farbveränderungen. Hierbei schien das Aufbringen eines Lackes stärkere Farbveränderungen zu verursachen als die Politur der Proben. Die Farbwertveränderungen aller Materialien durch Altern und/oder Oberflächenbehandlung lagen unterhalb der klinisch akzeptablen Grenze von $\Delta E_{cmc} = 3,3$ (32, 33). Hinsichtlich der biologischen Bewertung der Materialien zeigten alle Proben eine akzeptable Biokompatibilität, die bei unbehandeltem BV und hochglanzpoliertem VG am höchsten zu sein schien.

4.3 Einbettung der Ergebnisse in den bisherigen Forschungsstand

Die Beobachtung, dass unbehandelte Oberflächen gefräster Hybridmaterialien glatter als die der gedruckten Materialien waren, deckt sich mit den Studienergebnissen anderer Autoren (26, 34, 35). Mikrostrukturelle Untersuchungen mittels Mikro-Computertomographie und Rasterelektronenmikroskopie von Prause et al. zeigten, dass DLP-gedruckte Hybridmaterialien durch die schichtweise Polymerisation diverse Füllstoffagglomerate, Poren und eine geschichtete Makrostruktur aufwiesen (14). Gefräste Hybridmaterialien zeigten im Vergleich zu den gedruckten Hybridmaterialien einen höheren Füllstoffgehalt, kleinere Füllstoffe und eine homogenere Verteilung der Materialkomponenten (14), was mit besseren mechanischen Eigenschaften in Zusammenhang gebracht wird (18) und daher die vorteilhafte Oberflächenrauigkeit der gefrästen Materialien erklären könnte.

Unser Ergebnis, dass eine Politur oder das Aufbringen eines Lackes die Rauigkeit wesentlich reduzierte, deckt sich mit der Beobachtung einer Studie von Lask et al. (36), die kürzlich berichteten, dass 3D-gedruckte Hybridmaterialoberflächen nach der

Behandlung mit einer Ziegenhaarbürste oder GC-Lack glatter wurden, was auf das Füllen der Mikroporen und die resultierende geringere Oberflächenporosität zurückgeführt wurde. Eine glatte Oberfläche ist anzustreben, da sie mit einer reduzierten Plaqueanlagerung und einem kleineren Verfärbungsrisiko durch eine verminderte Farbstoffadsorption assoziiert wird (13, 37).

Rasterelektronenmikroskopische Analysen keramisch gefüllter Hybridmaterialien von Nam et al. (20) ließen ebenfalls auf eine deutlich glattere Oberfläche der lackierten Oberflächen im Vergleich zu unbehandelten Oberflächen schließen, was mit einer höheren Oberflächenschmierfähigkeit und einer verringerten Oberflächenporosität in Zusammenhang gebracht wird. Während andere Autoren von einer signifikanten Zunahme der Rauigkeit nach Alterung eines untersuchten keramisch gefüllten Hybridmaterials berichteten (38), konnte im Rahmen dieser Studie keine signifikante Veränderung der Oberflächenrauigkeit der untersuchten Materialien durch artifizielle Alterung beobachtet werden.

Bezüglich der Farbwertveränderungen berichteten auch andere Autoren einen Einfluss der Oberflächenbearbeitung und der Art des Restaurationsmaterials (32), wobei als klinisch akzeptabler ΔE^* -Wert für Farbveränderungen von dentalen Restaurationsmaterialien ein Wert von etwa 3,3 vorgeschlagen wurde (32, 33). Demnach zeigten die Mittelwerte aller Gruppen in dieser Studie eine akzeptable Farbstabilität. Auch Krajangta et al. (39) stellten für die von ihnen untersuchten gedruckten und gefrästen Hybridmaterialien nach 30 Tagen Wasserlagerung akzeptable Farbstabilitätswerte fest. Dass die optischen Eigenschaften allerdings signifikant durch einen Alterungsprozess beeinflusst wurden, konnte nicht nur im Rahmen unserer Studie festgestellt werden, sondern auch im Rahmen anderer In-vitro-Studien (9, 40).

Die Farbstabilität von gedruckten keramisch gefüllten Hybridmaterialien wurde auch bereits in vivo untersucht, mit dem Ergebnis, dass nach einem Zeitraum von einem Jahr klinischer Tragedauer bei den insgesamt 126 Restaurationen in den meisten Fällen keine offensichtlichen Farbveränderungen auftraten und technische Komplikationen sich selten zeigten (3). Bei keiner der 126 Restaurationen waren biologischen Komplikationen zu beobachten (3).

Einem Prüfgegenstand wird gemäß DIN EN ISO 10993-05 (31) ein zytotoxisches Potenzial zugeschrieben, wenn die Zellviabilität auf $< 70\%$ des Blindtests (Zellen mit Zellkulturmedium) reduziert ist. Demnach zeigte in unserer Studie kein Material Zytotoxizität. Wenn man davon ausgeht, dass die Oberflächenbehandlung das

Auslaugen unpolymerisierter Monomere mit zytotoxischer Wirkung verringert (41), läge es nahe anzunehmen, dass polierte und lackierte Proben eine höhere relative Zellstoffwechselaktivität aufweisen würden als unbehandelte Proben. Andere Studien haben diese Hypothese zwar bestätigt (20), die indirekte Biokompatibilitätsmessung in dieser Studie jedoch nicht. Alle getesteten Materialien waren nicht zytotoxisch und wiesen eine relative Zellstoffwechselaktivität von mindestens 81 % auf. Die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung im Rahmen der direkten Biokompatibilitätsuntersuchung zeigte zwar auf allen Oberflächen der getesteten Materialien adhärierende Zellen. Eine besonders gute Adhärenz konnte allerdings an unbehandelten BV-Oberflächen festgestellt werden, die besonders rau sind und somit gegebenenfalls eine besonders gute Zelladhäsion und –proliferation begründen (42). Dass polierte VG-Oberflächen ebenfalls eine sehr gute Zelladhäsion aufwiesen, könnte mit den Veränderungen hinsichtlich der Hydrophilie/Hydrophobie durch Oberflächenbehandlung zusammenhängen (43). Unsere Beobachtung, dass mit einer Alterung eine verringerte Biokompatibilität einherging, deckt sich mit der Beobachtung anderer Autoren (44).

4.4 Limitationen der Studie

Einschränkungen dieser Studie waren das In-vitro-Design und die Festlegung von 5.000 thermischen Zyklen bei 5-55 °C, die eine 6-monatige Alterung simulieren. Alternative künstliche Alterungsmodalitäten könnten zu anderen Ergebnissen führen. Zudem ist davon auszugehen, dass ein längerer Alterungszeitraum negative Auswirkungen auf die in dieser Studie verwendeten Lacke haben könnte. Weitere Studien sollten durchgeführt werden, um die Auswirkungen verschiedener künstlicher Alterungsmodalitäten auf die mechanischen und biologischen Eigenschaften von Restaurationen aus Hybridmaterialien mit unterschiedlichen Oberflächenbehandlungen zu bestimmen.

Obwohl die Stichprobengröße berechnet wurde, könnten künftige Studien zudem eine größere Stichprobe umfassen, um die durch die Probenherstellung bedingten Schwankungen zu verringern.

Die Proben wurden außerdem nur mit einer Druckausrichtung (20 Grad) gedruckt. In Hinblick darauf, dass die Druckrichtung die Materialeigenschaften und möglicherweise auch die Farbstabilität beeinflussen kann (14), sollten weitere Studien unterschiedliche Druckwinkel berücksichtigen.

Obwohl nur eine Person die Oberflächen der Proben polierte, um annähernd die gleiche Technik und den gleichen Druck der Polierwerkzeuge zu gewährleisten, könnte eine weitere Studie mit maschinengesteuertem Polieren durchgeführt werden, um Ergebnisse ohne individuelle Abweichungen zu erhalten.

Zu den Einschränkungen dieser Studie gehört auch, dass die Proben in dieser Studie nicht in verschiedene Färbemedien eingetaucht wurden, sodass nur die Auswirkungen des Behandlungsprotokolls untersucht wurden. In weiteren Studien kann die Verfärbung nach der Behandlung mit Färbemitteln untersucht werden.

4.5 Implikationen für Praxis und/oder zukünftige Forschung

Da alle polierten und lackierten Proben im Vergleich zu den unbehandelten Proben einen signifikant niedrigeren R_a -Wert aufwiesen, kann das Polieren und Lackieren für alle untersuchten Materialien empfohlen werden. Die Farbveränderungen, die im Rahmen dieser Studie festgestellt wurden, waren allesamt klinisch akzeptabel, weshalb die getesteten Materialien aus ästhetischen Gesichtspunkten zu empfehlen sind. Hierbei ist zu beachten, dass das Polieren im Allgemeinen zu geringeren Farbänderungen als das Lackieren führte. Alle untersuchten Materialien zeigten eine akzeptable Biokompatibilität. Es wäre nun die Durchführung einer In-vivo-Studie mit den gleichen Materialien anzuraten, da es sich bei unserer Studie um eine In-vitro-Untersuchung handelt, die nicht der realen oralen Umgebung mit all den klinischen, potenziell Einfluss nehmenden Faktoren entspricht.

5 Schlussfolgerungen

Im Rahmen dieser Studie wurde die Alterungsbeständigkeit eines gefrästen und dreier 3D-gedruckter Hybridmaterialien für festsitzende Versorgungen in Abhängigkeit von der Oberflächenbehandlung hinsichtlich der klinisch relevanten Parameter Oberflächenrauigkeit, Farbstabilität und Biokompatibilität untersucht.

Es konnte beobachtet werden, dass 3D-gedruckte Materialien im unbehandelten Zustand zwar rauer waren als das gefräste Referenzmaterial VG, jedoch durch Polieren oder Lackieren die Rauheit so stark reduziert werden konnte, dass die getesteten gedruckten und gefrästen Materialien vergleichbar wurden. Eine Politur oder das Aufbringen eines Lackes auf die Oberfläche führte bei allen Materialien zu Farbveränderungen, die für lackierte Proben allerdings größer waren als für polierte Proben. Für alle untersuchten Materialien wurden akzeptable Biokompatibilitätswerte festgestellt. Die höchste relative zellmetabolische Aktivität zeigte poliertes VG. Die artifizielle Alterung mittels Thermocycling beeinflusste zwar die Farbstabilität und Biokompatibilität, nicht aber die Oberflächenrauigkeit. Die im Rahmen dieser Studie gemessenen Farbveränderungen waren für alle Materialien akzeptabel und kein Material zeigte eine Zytotoxizität. Die Resultate dieser Studie weisen auf vielversprechende klinische Anwendungsmöglichkeiten der vier getesteten Hybridmaterialien hin, die nun durch Erkenntnisse aus klinischen Studien bereichert werden können.

Literaturverzeichnis

1. Albrecht M, Schmidt F, Menzel F, Yassine J, Beuer F, Unkovskiy A. Comparative Analysis of Modern 3D-Printed Hybrid Resin-Ceramic Materials for Indirect Restorations: An In Vitro Study. *Polymers*. 2024;16(22):3161.
2. Doumit M, Beuer F, Bose MWH, Nicic R, Hey J, Prause E. The colour stability of 3D-printed, non-invasive restorations after 24 months in vivo - esthetically pleasing or not? *J Dent*. 2024;150:105391.
3. Prause E, Schmidt F, Unkovskiy A, Beuer F, Hey J. Survival and complications of 3D-printed, non-invasive restorations for prosthetic rehabilitations: A 12-month preliminary observational study. *Int J Comput Dent*. 2023;0(0):0.
4. Daher R, Ardu S, di Bella E, Krejci I, Duc O. Efficiency of 3D printed composite resin restorations compared with subtractive materials: Evaluation of fatigue behavior, cost, and time of production. *J Prosthet Dent*. 2024;131(5):943-50.
5. Son K, Lee JH, Lee KB. Comparison of Intaglio Surface Trueness of Interim Dental Crowns Fabricated with SLA 3D Printing, DLP 3D Printing, and Milling Technologies. *Healthcare (Basel)*. 2021;9(8).
6. Ahn JJ, Bae EB, Lee JJ, Choi JW, Jeon YC, Jeong CM, Yun MJ, Lee SH, Lee KB, Huh JB. Clinical evaluation of the fit of lithium disilicate crowns fabricated with three different CAD-CAM systems. *J Prosthet Dent*. 2022;127(2):239-47.
7. Baba NZ, Goodacre BJ, Goodacre CJ, Muller F, Wagner S. CAD/CAM Complete Denture Systems and Physical Properties: A Review of the Literature. *J Prosthodont*. 2021;30(S2):113-24.
8. Muhlemann S, Benic GI, Fehmer V, Hammerle CHF, Sailer I. Randomized controlled clinical trial of digital and conventional workflows for the fabrication of zirconia-ceramic posterior fixed partial dentures. Part II: Time efficiency of CAD-CAM versus conventional laboratory procedures. *J Prosthet Dent*. 2019;121(2):252-7.
9. Muhlemann S, Stromeyer S, Ioannidis A, Attin T, Hammerle CH, Ozcan M. Change in Color and Gloss Parameters of Stained Monolithic Resin-Ceramic CAD/CAM Materials After Simulated Aging: An In Vitro Study. *Int J Prosthodont*. 2021;34(1):79-87.
10. Peroz S, Peroz I, Beuer F, Sterzenbach G, von Stein-Lausnitz M. Digital versus conventional complete dentures: A randomized, controlled, blinded study. *J Prosthet Dent*. 2022;128(5):956-63.
11. Beuer F, Schweiger J, Edelhoff D. Digital dentistry: an overview of recent developments for CAD/CAM generated restorations. *Br Dent J*. 2008;204(9):505-11.
12. Jain S, Sayed ME, Shetty M, Alqahtani SM, Al Wadei MHD, Gupta SG, Othman AAA, Alshehri AH, Alqarni H, Mobarki AH, Motlaq K, Bakmani HF, Zain AA, Hakami AJ, Sheayria MF. Physical and Mechanical Properties of 3D-Printed Provisional Crowns and Fixed Dental Prosthesis Resins Compared to CAD/CAM Milled and Conventional Provisional Resins: A Systematic Review and Meta-Analysis. *Polymers (Basel)*. 2022;:(13).
13. Paolone G, Mandurino M, De Palma F, Mazzitelli C, Scotti N, Breschi L, Gherlone E, Cantatore G, Vichi A. Color Stability of Polymer-Based Composite CAD/CAM Blocks: A Systematic Review. *Polymers (Basel)*. 2023;15(2).
14. Prause E, Hey J, Beuer F, Yassine J, Hesse B, Weitkamp T, Gerber J, Schmidt F. Microstructural investigation of hybrid CAD/CAM restorative dental materials by micro-CT and SEM. *Dent Mater*. 2024.
15. Saadat Sarmadi B, Schmidt F, Beuer F, Metin DS, Simeon P, Nicic R, Unkovskiy A. The Effect of Build Angle and Artificial Aging on the Accuracy of SLA- and DLP-Printed Occlusal Devices. *Polymers (Basel)*. 2024;16(12).
16. Valenti C, Isabella Federici M, Masciotti F, Marinucci L, Xhimitiku I, Cianetti S, Pagano S. Mechanical properties of 3D-printed prosthetic materials compared with milled and conventional processing: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *J Prosthet Dent*. 2022.
17. Li P, Fernandez PK, Spintzyk S, Schmidt F, Beuer F, Unkovskiy A. Effect of additive manufacturing method and build angle on surface characteristics and *Candida albicans* adhesion to 3D printed denture base polymers. *J Dent*. 2022;116:103889.

18. Prause E, Malgaj T, Kocjan A, Beuer F, Hey J, Jevnikar P, Schmidt F. Mechanical properties of 3D-printed and milled composite resins for definitive restorations: An in vitro comparison of initial strength and fatigue behavior. *J Esthet Restor Dent*. 2024;36(2):391-401.
19. Zhang F, Spies BC, Willems E, Inokoshi M, Wesemann C, Cokic SM, Hache B, Kohal RJ, Altmann B, Vleugels J, Van Meerbeek B, Rabel K. 3D printed zirconia dental implants with integrated directional surface pores combine mechanical strength with favorable osteoblast response. *Acta Biomater*. 2022;150:427-41.
20. Nam NE, Hwangbo NK, Kim JE. Effects of surface glazing on the mechanical and biological properties of 3D printed permanent dental resin materials. *J Prosthodont Res*. 2023.
21. Khorsandi D, Fahimipour A, Abasian P, Saber SS, Seyedi M, Ghanavati S, Ahmad A, De Stephanis AA, Taghavinezhaddilami F, Leonova A, Mohammadinejad R, Shabani M, Mazzolai B, Mattoli V, Tay FR, Makvandi P. 3D and 4D printing in dentistry and maxillofacial surgery: Printing techniques, materials, and applications. *Acta Biomater*. 2021;122:26-49.
22. Venturini AB, Prochnow C, Pereira GKR, Segala RD, Kleverlaan CJ, Valandro LF. Fatigue performance of adhesively cemented glass-, hybrid- and resin-ceramic materials for CAD/CAM monolithic restorations. *Dent Mater*. 2019;35(4):534-42.
23. Schlichting LH, Maia HP, Baratieri LN, Magne P. Novel-design ultra-thin CAD/CAM composite resin and ceramic occlusal veneers for the treatment of severe dental erosion. *J Prosthet Dent*. 2011;105(4):217-26.
24. Coldea A, Swain MV, Thiel N. Mechanical properties of polymer-infiltrated-ceramic-network materials. *Dent Mater*. 2013;29(4):419-26.
25. Grymak A, Aarts JM, Cameron AB, Choi JJE. Evaluation of wear resistance and surface properties of additively manufactured restorative dental materials. *J Dent*. 2024;147:105120.
26. Rosentritt M, Rauch A, Hahnel S, Schmidt M. In-vitro performance of subtractively and additively manufactured resin-based molar crowns. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2023;141:105806.
27. Mao Z, Schmidt F, Beuer F, Yassine J, Hey J, Prause E. Effect of surface treatment strategies on bond strength of additively and subtractively manufactured hybrid materials for permanent crowns. *Clin Oral Investig*. 2024;28(7):371.
28. Kraemer Fernandez P, Unkovskiy A, Benkendorff V, Klink A, Spintzyk S. Surface Characteristics of Milled and 3D Printed Denture Base Materials Following Polishing and Coating: An In-Vitro Study. *Materials (Basel)*. 2020;13(15).
29. Wee AG, Lindsey DT, Shroyer KM, Johnston WM. Use of a porcelain color discrimination test to evaluate color difference formulas. *J Prosthet Dent*. 2007;98(2):101-9.
30. EN ISO 10993-12:2021-08 DEI. Biological evaluation of medical devices - Part 12: Sample preparation and reference materials (ISO 10993-12:2021). ISO: Geneva, Switzerland, 2021.
31. EN ISO 10993-5:2009-10 DEI. Biological evaluation of medical devices - Part 5: Tests for in vitro cytotoxicity (ISO 10993-5:2009). ISO: Geneva, Switzerland, 2009.
32. Sirin Karaarslan E, Bulbul M, Yildiz E, Secilmis A, Sari F, Usumez A. Effects of different polishing methods on color stability of resin composites after accelerated aging. *Dent Mater J*. 2013;32(1):58-67.
33. Ruyter I, Nilner K, Möller B. Color stability of dental composite resin materials for crown and bridge veneers. *Dental Materials*. 1987;3(5):246-51.
34. Ozer NE, Sahin Z, Yikici C, Duyan S, Kilicarslan MA. Bacterial adhesion to composite resins produced by additive and subtractive manufacturing. *Odontology*. 2023.
35. Al-Qahtani AS, Tulbah HI, Binhasan M, Abbasi MS, Ahmed N, Shabib S, Farooq I, Aldahian N, Nisar SS, Tanveer SA, Vohra F, Abduljabbar T. Surface Properties of Polymer Resins Fabricated with Subtractive and Additive Manufacturing Techniques. *Polymers (Basel)*. 2021;13(23).
36. Lask M, Stawarczyk B, Reymus M, Meinen J, Mayinger F. Impact of varnishing, coating, and polishing on the chemical and mechanical properties of a 3D printed resin and two veneering composite resins. *J Prosthet Dent*. 2024.
37. Rutkunas V, Sabaliauskas V, Mizutani H. Effects of different food colorants and polishing techniques on color stability of provisional prosthetic materials. *Dent Mater J*. 2010;29(2):167-76.

38. Kim SH, Choi YS, Kang KH, Att W. Effects of thermal and mechanical cycling on the mechanical strength and surface properties of dental CAD-CAM restorative materials. *J Prosthet Dent.* 2022;128(1):79-88.
39. Krajangta N, Klaisiri A, Leeraponglit S, Intralawan N, Tiansuwan P, Pisethsalasai N. Color alteration of CAD/CAM 3D-printed, milled resin-ceramic hybrid material compared to enamel. *Dent Mater J.* 2024.
40. Ilie N. Altering of optical and mechanical properties in high-translucent CAD-CAM resin composites during aging. *J Dent.* 2019;85:64-72.
41. Thompson GA, Luo Q. Contribution of postpolymerization conditioning and storage environments to the mechanical properties of three interim restorative materials. *J Prosthet Dent.* 2014;112(3):638-48.
42. Rodrigues Pais Alves MF, Figueira Vaz Fernandes MH, Macario Barboza Daguano JK, Dorion Rodas AC, Vasconcelos Amarante JE, Santos CD. Effect of the surface finish on the mechanical properties and cellular adhesion in (Ce,Y)-TZP/Al(2)O(3) ceramic composites for denture implants. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2022;134:105363.
43. Kreve S, Dos Reis AC. Effect of surface properties of ceramic materials on bacterial adhesion: A systematic review. *J Esthet Restor Dent.* 2022;34(3):461-72.
44. Kim SY, Bae HJ, Lee HH, Lee JH, Kim YJ, Choi YS, Lee JH, Shin SY. The Effects of Thermocycling on the Physical Properties and Biocompatibilities of Various CAD/CAM Restorative Materials. *Pharmaceutics.* 2023;15(8).

Eidesstattliche Versicherung

„Ich, Miriam Christin Carolin Albrecht, versichere an Eides statt durch meine eigenhändige Unterschrift, dass ich die vorgelegte Dissertation mit dem Thema: *[Alterungsbeständigkeit moderner 3D-gedruckter und gefräster Hybridmaterialien: Eine In-vitro-Studie; Aging resistance of modern 3D-printed and milled hybrid materials: an in vitro study]* selbstständig und ohne nicht offengelegte Hilfe Dritter verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel genutzt habe.

Alle Stellen, die wörtlich oder dem Sinne nach auf Publikationen oder Vorträgen anderer Autoren/innen beruhen, sind als solche in korrekter Zitierung kenntlich gemacht. Die Abschnitte zu Methodik (insbesondere praktische Arbeiten, Laborbestimmungen, statistische Aufarbeitung) und Resultaten (insbesondere Abbildungen, Graphiken und Tabellen) werden von mir verantwortet.

Ich versichere ferner, dass ich die in Zusammenarbeit mit anderen Personen generierten Daten, Datenauswertungen und Schlussfolgerungen korrekt gekennzeichnet und meinen eigenen Beitrag sowie die Beiträge anderer Personen korrekt kenntlich gemacht habe (siehe Anteilserklärung). Texte oder Textteile, die gemeinsam mit anderen erstellt oder verwendet wurden, habe ich korrekt kenntlich gemacht.

Meine Anteile an etwaigen Publikationen zu dieser Dissertation entsprechen denen, die in der untenstehenden gemeinsamen Erklärung mit dem Erstbetreuer, angegeben sind. Für sämtliche im Rahmen der Dissertation entstandenen Publikationen wurden die Richtlinien des ICMJE (International Committee of Medical Journal Editors; www.icmje.org) zur Autorenschaft eingehalten. Ich erkläre ferner, dass ich mich zur Einhaltung der Satzung der Charité – Universitätsmedizin Berlin zur Sicherung Guter Wissenschaftlicher Praxis verpflichte.

Weiterhin versichere ich, dass ich diese Dissertation weder in gleicher noch in ähnlicher Form bereits an einer anderen Fakultät eingereicht habe.

Die Bedeutung dieser eidesstattlichen Versicherung und die strafrechtlichen Folgen einer unwahren eidesstattlichen Versicherung (§§156, 161 des Strafgesetzbuches) sind mir bekannt und bewusst.“

Datum

Unterschrift

Anteilserklärung an den erfolgten Publikationen

[Miriam Christin Carolin Albrecht] hatte folgenden Anteil an der folgenden Publikation:

Publikation 1: [Miriam Albrecht, Franziska Schmidt, Franziska Menzel, Jamila Yassine, Florian Beuer, Alexey Unkovskiy], [Comparative Analysis of Modern 3D-Printed Hybrid Resin-Ceramic Materials for Indirect Restorations: An In Vitro Study], [polymers], [2024]

Beitrag im Einzelnen: Die Fragestellung, das Konzept und das Protokoll der vorliegenden Publikation wurden von mir (Doktorandin Miriam Christin Carolin Albrecht) in enger Abstimmung mit den Ko-Autorinnen und Ko-Autoren Dr.-Ing. Franziska Schmidt (im Weiteren F.S. genannt), Franziska Menzel (im Weiteren F.M. genannt), Jamila Yassine (im Weiteren J.Y. genannt), Univ.-Prof. Dr. Florian Beuer MME (im Weiteren F.B. genannt) und PD Dr. Alexey Unkovskiy M.Sc. (im Weiteren A.U. genannt) entwickelt. Daraufhin erfolgten durch mich in Abstimmung mit A.U. und F.S. die Durchführung der Versuche, die Sammlung und Auswertung der Daten. Für die statistische Auswertung waren fachliche Erläuterungen durch F.S. und mich nötig, und sie erfolgte durch A.U. und mich. Die Interpretation der Daten erfolgte im Anschluss durch mich mit Unterstützung von A.U. und F.S. Alle Abbildungen und Tabellen (mit Ausnahme der Abbildung 1) wurden zur Verdeutlichung des Studienaufbaus, der Methodik und Ergebnisse durch mich angefertigt. Die Grafiken aus Abbildung 4, 7 und 9 entstammen dabei der statistischen Auswertung mit dem Programm JMP durch A.U. und mich. Die Abbildungen 2 bis 5 sowie 7 bis 10 und die drei Tabellen wurden bereits ähnlich in der Publikation verwendet, von mir übersetzt und mit einem Quellenverweis durch mich angepasst. Die Abbildungen 6 und 11 wurden von mir für die Verwendung in der vorliegenden Dissertation erstellt. Der Erstentwurf des Manuskripts erfolgte durch mich und wurde unter Supervision und kritischer Interpretation von insbesondere A.U., F.S. durch mich angepasst und überarbeitet. Auch F.M., J.Y. und F.B. lasen den Erstentwurf und ihre Vorschläge zu der Verbesserung des Manuskripts wurden von mir eingepflegt. Anmerkungen der Peer-Reviewer wurden durch mich vor der erfolgreichen Veröffentlichung umgesetzt und beantwortet.

Unterschrift, Datum und Stempel des/der erstbetreuenden Hochschullehrers/in

Unterschrift des Doktoranden/der Doktorandin

Article

Comparative Analysis of Modern 3D-Printed Hybrid Resin-Ceramic Materials for Indirect Restorations: An In Vitro Study

Miriam Albrecht ^{1,*}, Franziska Schmidt ¹, Franziska Menzel ¹, Jamila Yassine ¹, Florian Beuer ¹ and Alexey Unkovskiy ^{1,2}

¹ Department of Prosthodontics, Geriatric Dentistry and Craniomandibular Disorders, Charité—Universitätsmedizin Berlin, Alßmannshäuser Str. 4–6, 14197 Berlin, Germany; franziska.schmidt2@charite.de (F.S.); franziska.menzel@charite.de (F.M.); jamila.yassine@charite.de (J.Y.); florian.beuer@charite.de (F.B.); alexey.unkovskiy@charite.de (A.U.)

² Department of Dental Surgery, Sechenov First Moscow State Medical University, Bolshaya Pirogovskaya Street, 19c1, Moscow 119146, Russia

* Correspondence: miriam.albrecht@charite.de; Tel.: +49-30450662518

Abstract: The study investigated the impact of aging on surface roughness, color stability, and biocompatibility of hybrid resin-ceramic materials. A total of 225 specimens were produced from three three-dimensional (3D)-printed (HarzLabs Dental Sand Pro (HL), BEGO VarseoSmile Crown plus (BV), Voco V-Print c&b temp (VV)) and one milled material (Voco Grandio Blocs (VG)). Specimens were grouped into untreated, polished, and glazed surfaces. 5000 thermal cycles simulated aging. Surface roughness and color stability were analyzed, and surface topography was observed using scanning electron microscopy (SEM). Biocompatibility was evaluated with L929 cells. Surface roughness differed significantly between untreated and other groups, with no changes before and after artificial aging. Untreated milled samples were significantly smoother than 3D-printed ones. SEM analysis revealed roughest surfaces in untreated 3D-printed specimens. Polished and glazed specimens were smoother than untreated ones. Color values showed significant differences between untreated and treated/aged groups. No material showed cytotoxicity. In summary, untreated VG was smoother than 3D-printed materials, but polishing and glazing reduced roughness to levels comparable to VG. Surface treatments induced color changes, with glazing causing more changes than polishing. Aging affected color stability and biocompatibility but not surface roughness. All materials showed acceptable color changes and good biocompatibility.

Keywords: CAD/CAM; additive manufacturing; subtractive manufacturing; biocompatibility; composite resins; artificial aging; thermocycling; color stability; surface roughness; SEM



Citation: Albrecht, M.; Schmidt, F.; Menzel, F.; Yassine, J.; Beuer, F.; Unkovskiy, A. Comparative Analysis of Modern 3D-Printed Hybrid Resin-Ceramic Materials for Indirect Restorations: An In Vitro Study. *Polymers* 2024, 16, 3161. <https://doi.org/10.3390/polym16223161>

Academic Editors: Radovan Hudák, Andrej Thurzo, Marián Janek and Viktoria Rajtukova

Received: 28 October 2024

Revised: 11 November 2024

Accepted: 12 November 2024

Published: 13 November 2024



Copyright © 2024 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

1. Introduction

Computer-aided design (CAD) and computer-aided manufacturing (CAM) are still rapidly evolving technologies that have created the opportunity for the widespread application of digital technology in dentistry [1]. Compared to subtractive manufacturing, three-dimensional (3D) printing reduces material waste and allows complex geometries to be produced in a single step [2–6]. In addition, less waste of raw materials is associated with lower manufacturing costs [4,5]. Therefore, 3D printing has recently become an attractive alternative for the production of occlusal splints, dental models, surgical guides, and various dental restorations [2]. Three-dimensional printing also offers considerable interdisciplinary potential for complex dental and craniofacial applications for pediatric and elderly patients with facial defects [7,8]. This highlights the versatility and patient-specific adaptability of 3D-printed materials.

While various additive manufacturing (AM) techniques exist [1,2], resin-based materials are predominantly processed using digital light processing (DLP) printers [9,10]. DLP

utilizes a digital micromirror and high-power LED sources to build up photopolymerizable liquid resin layer by layer to receive the desired 3D object [10,11]. The requirements for dental crown bridge resins include mechanical properties that can prevent failure under functional loading in the oral cavity and maintain color stability [2,12], as well as biological properties that can ensure biocompatibility [2,13]. A low surface roughness should be aimed for, as it is associated with lower stain adhesion and thus a longer-term esthetic appearance of the restoration, as well as lower bacterial adhesion [14]. Several studies have investigated the performance of 3D-printed and milled resins, yielding varying results [1,4,9,15,16]. Most of these studies concentrated on just one material type, as there was a limited offer on the market. Recently, further resin-ceramic materials indicated for permanent restorations have been introduced. For these reasons, the present study aims to investigate the influence of aging on the mechanical and biological properties of three DLP-printed and one milled hybrid resin-ceramic materials. The null hypothesis of the study was that there would be no difference between the 3D-printed and milled hybrid resin-ceramic materials in terms of biocompatibility, surface roughness, and color stability before and after aging.

2. Materials and Methods

Figure 1 summarizes the entire experimental workflow.

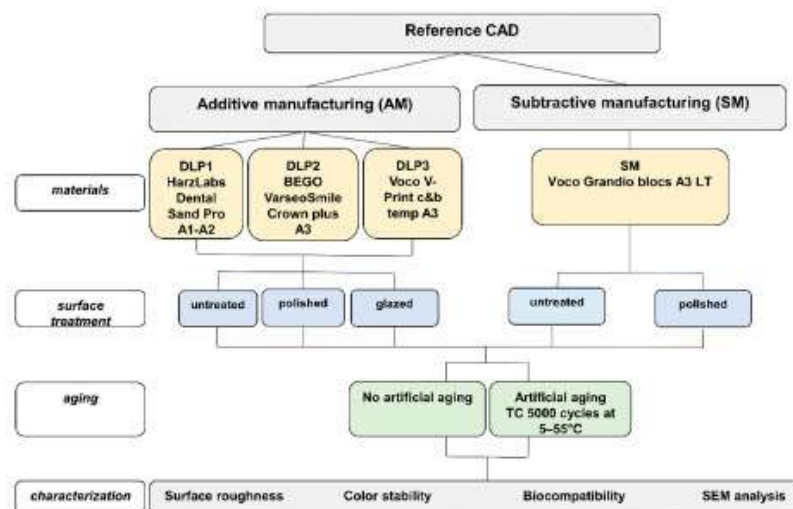


Figure 1. Study flowchart.

2.1. Specimen Design and Manufacturing

Specimens were designed as small bars ($12 \times 9 \times 2$ mm) using CAD software (FreeCAD-Software, Version 0.20) and exported in a Standard Tessellation Language (STL) format. Table 1 lists the materials, and Table 2 shows the manufacturing and post-processing methods.

Table 1. Investigated CAD/CAM hybrid materials and glazing materials of this study. Source: manufacturer's material safety data sheets, instructions for use, and Mao et al. [17].

Manufacturing Method	Material (Manufacturer)	Code	Composition
DLP printing	VarseoSmile Crown plus A3 (BEGO, Bremen, Germany)	BV	Ceramic-filled (30–50 wt% inorganic fillers; particle size 0.7 µm) silanized dental glass, methyl benzoylformate, diphenyl (2,4,6-trimethylbenzoyl) phosphine oxide hybrid material
DLP printing	HARZ Labs Dental Sand Pro A1-A2 (HARZ Labs, Riga, Latvia)	HL	Ceramic-filled composite resin with urethane methacrylate oligomer (50–70%), reactive diluent (30–50%), 2-hydroxypropyl methacrylate (1–5%), diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphine oxide (1–3%), filler (10–30%)
DLP printing	Voco V-Print c&b temp A3 (VOCO, Cuxhaven, Germany)	VV	Ceramic-filled (26 wt% inorganic fillers) hybrid material with aliphatic urethane dimethacrylate (>10–25%), aliphatic acrylate (>2.5–10%), triethylene glycol dimethacrylate (>2.5–10%), diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphine oxide (max. 2.5%)
Milling	Voco Grandio blocs A3 LT (VOCO, Cuxhaven, Germany)	VG	Resin nanohybrid composite (86 wt% inorganic fillers), embedded in a polymer matrix (14% urethane dimethacrylate + dimethacrylate)
	Optiglaze Color Transparent (GC Corp., Tokyo, Japan)		Methyl methacrylate (25 ≤ 50%), silicon dioxide (5 ≤ 10%), diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphine oxide (3 ≤ 5%)
	HARZ Labs Glaze (HARZ Labs, Riga, Latvia)		Urethane methacrylate oligomer (10–40%), vinyl monomer (10–15%), diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphine oxide (1–5%), solvent (5–40%)
	Easy Glaze (VOCO, Cuxhaven, Germany)		Dipenta-erythritol pentaacrylat (50–100%), methyl methacrylate (25–50%), initiators (2.5–5%)

Table 2. Manufacturing and post-processing methods.

Material (Code)	Machine	Printing Orientation	Settings	Post-Processing
BEGO Varseo Smile Crown plus A3 (BV)	Varseo XS, BEGO, Bremen, Germany (additive)	Angulation of 20 degrees on build platform using slicing software BEGO CAMcreator Print, Version 1.32, Bremen, Germany	50 µm print layer thickness, 9 specimens per print job	Cleaning: ultrasonic bath with ethanol (96%): 3 min in reusable solution, then 2 min in fresh solution; Drying: in compressed air; removal of support structures with a cutting wheel; Sandblasting: Perlablast Micro at maximum blasting pressure of 1.5 bar; Postcuring: light curing unit (Otoflash; BEGO) for 2 × 1500 flashes, turning specimens between exposure cycles
HARZ Labs Dental Sand Pro A1-A2 (HL)	3Demax, DMG, Hamburg, Germany (additive)	Angulation of 20 degrees on build platform using nesting software Netfabb Basic 2022.0, Autodesk	50 µm print layer thickness, 40 specimens per print job	Cleaning: ultrasonic bath with isopropanol (99%) twice for 3 min each; Drying: in compressed air; Postcuring: light chamber (FormCure; Formlabs), preheated to 70 °C for 20 min; Removal of support structures

Table 2. Cont.

Material (Code)	Machine	Printing Orientation	Settings	Post-Processing
Voco V-Print c&b temp A3 (VV)	W2P-Solflex 163 Full HD, W2P, Vienna, Austria (additive)	Angulation of 20 degrees on build platform using slicing software Netfabb Basic 2023.1, Autodesk	50 µm print layer thickness, 15 specimens per print job	Cleaning: with a brush soaked in isopropanol (99%); Drying: in compressed air; removal of support structures; drying for 15 min; Postcuring: light curing unit (Otoflash, BEGO, Bremen, Germany) with 2 × 2000 flashes with a 2 min break in between
Voco Grandio blocs A3 LT (VG)	N4, vhf manufacture, Ammerbuch, Germany (milling)		Wet conditions, 2 samples milled from each block (size 14 L)	No post-processing

2.2. Surface Treatment

Specimens were divided into three groups according to the surface treatment: (1) untreated, (2) high gloss polished, following the polishing protocol of Kraemer et al. [18], and (3) glazed. Table 3 shows the number of specimens for each group, and Figure 2 shows a comparative macroscopic photo of the samples.

Specimens were first pre-polished with grinding paper (Corund SC 150, Hager & Werken, Duisburg, Germany), followed by abrasive paper with a grain size of 180. The grinding paper was inserted into the laboratory micromotor with a straight hand piece and control box. Secondly, the specimens were brushed (Abraso-Soft Acryl, Bredent, Senden, Germany) with the pumice slurry (Steribim super, BEGO, Bremen, Germany) on the brushing machine (Poliereinheit PE5, Degussa AG, Hanau, Germany). After using the rotary bristle brush, the specimens were polished with a soft cloth wheel (Polirapid, Dr. Montemerlo, Singen, Germany) and polishing paste (Universal Polishing Paste, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) to achieve a high gloss.

Table 3. Number of specimens for each group in this study.

		Roughness and Color Stability	Biocompatibility (Indirect)	Biocompatibility (Direct)
Additive manufacturing (BEGO VarseoSmile Crown plus A3: n = 66 Harz labs Model Sand Pro A1–2: n = 66 Voco V-Print c&b temp A3: n = 66)	Untreated, no aging	n = 7	n = 2	n = 2
	Untreated, after aging	n = 7	n = 2	n = 2
	Polished, no aging	n = 7	n = 2	n = 2
	Polished, after aging	n = 7	n = 2	n = 2
	Glazed, no aging	n = 7	n = 2	n = 2
	Glazed, after aging	n = 7	n = 2	n = 2
Subtractive manufacturing (Voco Grandio Blocs A3 LT: n = 27)	Untreated, no aging	n = 5	n = 2	n = 2
	Polished, no aging	n = 5	n = 2	n = 2
	Polished, after aging	n = 5	n = 2	n = 2

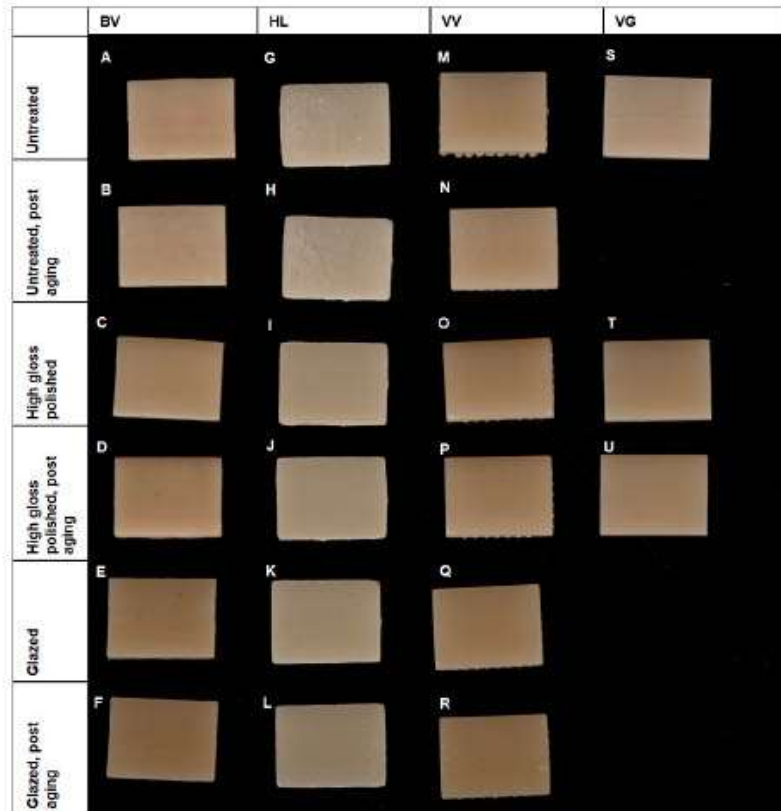


Figure 2. Comparative macroscopic photo of the samples. BV group: (A), untreated; (B), untreated, post-aging; (C), polished; (D), polished, post-aging; (E), glazed; and (F), glazed, post-aging. HL group: (G), untreated; (H), untreated, post-aging; (I), polished; (J), polished, post-aging; (K), glazed; and (L), glazed, post-aging. VV group: (M), untreated; (N), untreated, post aging; (O), polished; (P), polished, post aging; (Q), glazed; and (R), glazed, post aging. VG group: (S), untreated. (T), polished. (U), polished, post aging.

One-third of the 3D-printed samples were thinly coated with a single layer of glaze: HL with HARZ Labs Glaze (HARZ Labs), BV with Optiglaze Color Transparent (GC Corporation, Tokyo, Japan), and VV with Easy Glaze (VOCO), according to the manufacturer's instructions.

2.3. Thermocycling

To simulate aging, some samples underwent 5000 thermal cycles between 5 and 55 °C in distilled water in a thermocycling machine (JULABO GmbH, Seelbach, Germany) with a dwell time of 30 s in each bath. A total of 5000 thermal cycles have been reported to be equivalent to 6 months of clinical use [19].

2.4. Surface Roughness

Surface roughness was measured using an optical roughness measuring microscope (Infinite Focus G4, Alicona Imaging, Raaba/Graz, Austria). Each sample was scanned at $\times 20$ magnification under standard light conditions, and 3D image viewer software (Alicona, Raaba/Graz, Austria) was used for data analysis. An area of 0.71×0.54 mm was recorded and filtered through a Gaussian filter (0.8 mm). The average profile depth (R_a) was

calculated using the 3D images obtained along a 4 mm line. Three different measurements were taken for each sample. The average of these measurements was calculated. The average R_a values were used for statistical analysis.

2.5. Color Stability

Color values of the samples were recorded with a colorimeter (X-Rite Ci7600, X-Rite with Color iQC10 software, Grand Rapids, MI, USA). The digital spectrophotometer had an aperture size of 6 mm and a D65 illumination curve. Before testing, calibrations were performed according to the manufacturer's instructions. Color parameters of each sample were measured against a white background. Each sample was measured in reflectance mode against the same background in five different areas of the sample: the center, right center edge, left center edge, top center edge, and bottom center edge. The CIE $L^* a^* b^*$ system was used in conjunction with the colorimeter for quantitative measurements. The coordinates L^* (lightness and differences between darkness and brightness), a^* (differences in the red-green axis), and b^* (differences in the yellow-blue axis) of the samples were obtained. ΔL^* , Δa^* , and Δb^* are the differences in the color parameters L^* , a^* , and b^* between the mean values of the measurements of untreated samples before artificial aging and the values of samples of the same material with surface treatment and/or thermocycling. The color differences (ΔE_{cmc}) were calculated according to the CIE ΔE_{cmc} formula [20]:

$$\Delta E_{cmc} = \sqrt{\left(\frac{\Delta L}{S_L}\right)^2 + \left(\frac{\Delta C}{S_C}\right)^2 + \left(\frac{\Delta H}{S_H}\right)^2} \quad (1)$$

2.6. Biocompatibility

To investigate biocompatibility by indirect contact, specimens were disinfected with 70% ethanol and UV-sterilized for 30 min before preparation of the extracts according to DIN EN ISO 10993-12 [21]. The cell culture medium for L929 cells consisted of 88% RPMI (Roswell Park Memorial Institute 1640 Medium, gibco/Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA), 10% Fetal Bovine Serum (FBS), 1% MEM Non-Essential Amino Acid Solution and 1% Penicillin/Streptomycin. After 24 h at 37 °C and 5% CO₂ in the incubator, L929 cells were seeded (cell harvest and cell counting of thawed and subcultured cells— 1.09×10^4 cells per well in a 96-well plate). In addition to the wells for the sample extracts, there were also blanks (cell-free medium), negative control wells (cells in cell culture medium), and positive control wells (cells in cell culture medium with 10% dimethylsulfoxide). After incubation at 37 °C and 5% CO₂ for 24 h, the extracts were used. The medium in the wells was removed with a glass pipette, and 100 μ L of the extracts were added. This was followed by incubation at 37 °C and 5% CO₂ for 24 h. For measurement with PrestoBlue (PrestoBlue™ Viability Reagent, Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA), the extracts in the wells were removed with a glass pipette. Then 90 μ L RPMI and 10 μ L PrestoBlue were pipetted into each well. The 96-well plates were then wrapped in aluminum foil, shaken for 5 s in a microplate spectrophotometer (Thermo Scientific Multiskan GO Microplate Spectrophotometer, Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA) at low level and then incubated for 60 min at 37 °C and 5% CO₂. Absorbance was measured at wavelengths of 570 nm and 600 nm with the microplate spectrophotometer. A triple determination was chosen. The reduction of PrestoBlue (in %) was determined according to manufacturer's specifications using the following formula:

$$\text{Reduction (\%)} = \frac{(O_2 \times A_1) - (O_1 \times A_2)}{(R_1 \times N_2) - (R_2 \times N_1)} \times 100 \quad (2)$$

O_1 = molar extinction coefficient of oxidized PrestoBlue™ reagent at 570 nm = 80,586; O_2 = molar extinction coefficient of oxidized PrestoBlue™ reagent at 600 nm = 117,216; R_1 = molar extinction coefficient of reduced PrestoBlue™ reagent at 570 nm = 155,677; R_2 = molar extinction coefficient of reduced PrestoBlue™ reagent at 600 nm = 14,652; A_1 = absorbance

of test wells at 570 nm; A2 = absorbance of test wells at 600 nm; N1 = absorbance of media only wells at 570 nm; N2 = absorbance of media only wells at 600 nm.

To investigate biocompatibility by direct contact, samples were disinfected with 70% ethanol and UV sterilized for 30 min. Then, 1×10^5 L929 cells were seeded in 100 μ L of medium onto the samples in a 24-well plate. Half an hour was spent waiting. After that, each well was carefully filled with 0.5 mL of medium. After 24 h incubation at 37 °C and 5% CO₂, the medium was removed with a glass pipette, and 100 μ L of the Fluorescein diacetate (FDA) staining solution (5 mL cell culture medium without FBS, 8 μ L FDA) was added to each well. The plate was wrapped in aluminum foil and incubated at room temperature for 5 min. The staining solution was then carefully removed with a glass pipette and washed once with phosphate-buffered saline (PBS). A 0.5 mL amount of Dulbecco's phosphate-buffered saline (DPBS) was added to each well. Forceps were used to place the specimens on a microscope slide. Each specimen's surface was then observed using a digital microscope (VHX-5000, Keyence, Osaka, Japan) with a fluorescence adapter (adapter for Keyence, Nightsea, Hatfield, PA, USA) at $\times 30$ and $\times 200$ magnification. In addition, scanning electron microscopy (SEM) investigation was performed after paraformaldehyde fixation, rinsing in PBS, sample dehydration in serial ethanol concentrations diluted in water, and sample storage in a desiccator for 48 h.

2.7. SEM Analysis

For SEM analysis, samples were sputter-coated with gold to characterize the surface topography. The surface topography was then observed by SEM (Phenom XL, Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA) at 15 kV with back scattered detector (BSD).

2.8. Statistical Analysis

For statistical analysis, sample size was calculated based on the pilot phase, which demonstrated the $n = 7$ to be sufficient in order to detect the difference of 0.07 μ m in R_a surface roughness with an alpha 5%, a power of 80% and a standard deviation of 0.01 μ m. All gathered data were statistically analyzed in a statistical software program (JMP 14, SAS Corp., Cary, NC, USA). First, the data were normalized by goodness of fit using the Shapiro–Wilk test. For normally distributed data, the statistical difference was analyzed using a two-way analysis of variance (ANOVA) with material and surface treatment as two independent factors. Tukey test was performed for multiple comparison analysis. The threshold for significance was defined as a p -value less than 0.05.

3. Results

Regarding surface roughness, ANOVA revealed a statistically significant difference between untreated and other groups ($p < 0.001$). For all materials, there was no significant difference before and after aging. Figure 3 illustrates the Tukey post hoc multiple comparisons between all groups.

In the untreated group, VG had significantly lower R_a values compared to 3D-printed specimens ($p < 0.001$). In the polished group, HL had significantly higher R_a values compared to all other groups ($p < 0.001$). This effect persisted after artificial aging. In the glazed group, VV had significantly higher roughness ($p < 0.001$), while HL had the highest roughness after aging. The color images as depth views from the optical roughness analysis of the samples are shown in Figure 4.

SEM images (Figure 5) showed substantial differences regarding untreated, polished, and glazed surfaces. While the untreated surfaces of the 3D-printed materials showed coarse particles and repeated oblique ridges (Figure 5A,B,G,H,M,N), the untreated milled specimens were characterized by a smoother surface with many parallel-oriented fine lines (Figure 5S). The polished and glazed specimens in all groups were generally similar to each other and showed a smoother surface compared to untreated specimens. While the polished surfaces showed differently oriented patterns (Figure 5C,D,I,J,O,P,T,U), the

surfaces of glazed specimens were characterized by unevenly distributed air bubbles (Figure 5E,F,K,L,Q,R).

Regarding color changes, ANOVA revealed a statistically significant difference between the untreated pre-artificial aging group (reference) and the surface-treated and/or aged groups for all materials. For BV, there was no significant difference between polished and glazed groups before aging. Artificial aging of polished samples led to a significantly higher color change compared to untreated samples. This effect was even greater in the glazed group. For HL, the glazed group showed a significantly higher ΔE_{cmc} value before aging than the polished group. After artificial aging, the polished and glazed groups demonstrated significantly higher color change values compared to the untreated group. For VV, there was a significant difference between the polished and glazed groups before aging. This effect remained the same after artificial aging, whereby there was no significant difference in color stability between the untreated and polished groups after aging. With regard to VG, artificial aging had no significant negative effect on the polished samples. Figure 6 illustrates the post hoc multiple comparisons between the groups.

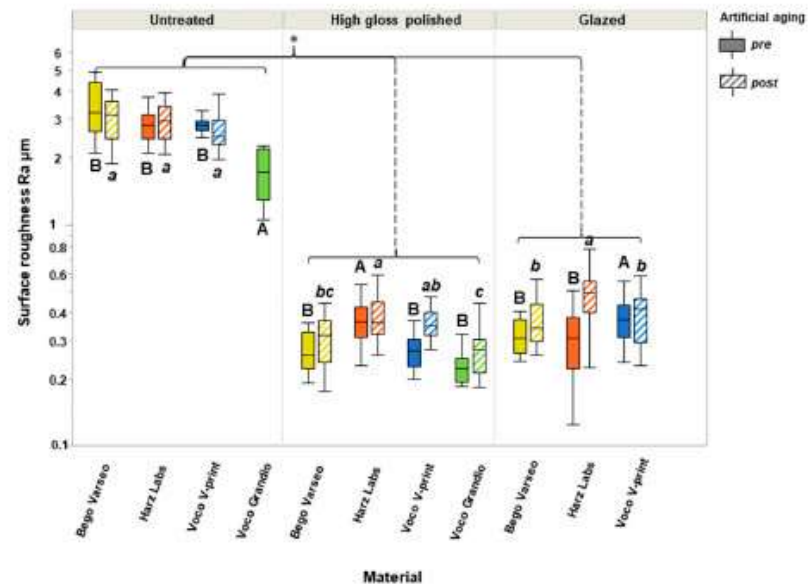


Figure 3. Surface roughness (Ra) values for untreated, polished, and glazed groups using four different materials. Asterisk indicates statistically significant differences between surface treatment groups using ANOVA. Letters “A, a” indicate statistical differences within each surface treatment group for various materials according to Tukey test.

Figure 7 shows the L^* , a^* , and b^* deviations of the mean value of the surface-treated and/or aged samples from the mean value of the untreated pre-aging samples in the CIE $L^* a^* b^*$ color space.

The mean \pm standard deviation (SD) of color values in the CIE $L^* a^* b^*$ color space for all groups is listed in Table 4.

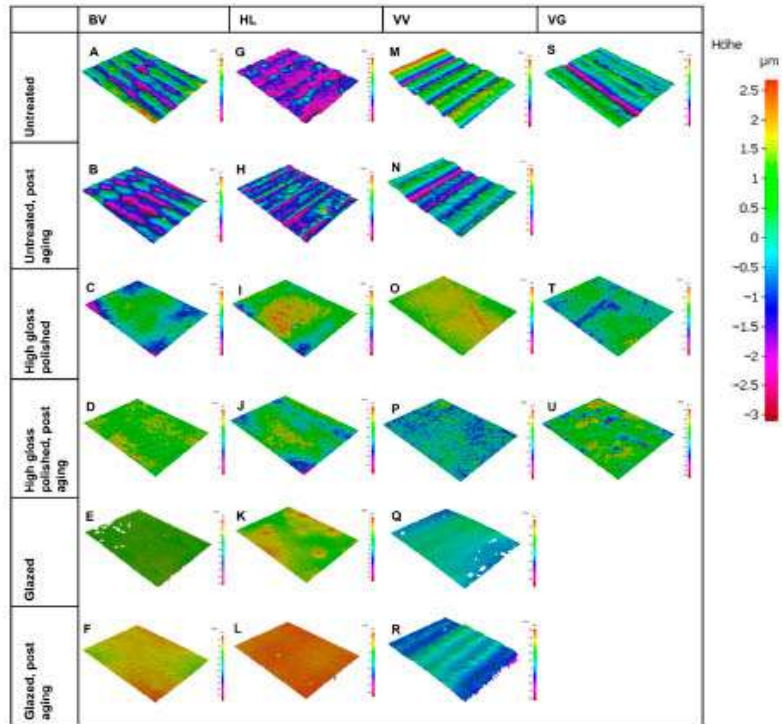


Figure 4. Color images as depth views from the optical roughness analysis of the samples.

Table 4. Mean ± standard deviation (SD) of color values in CIE L* a* b* color space for untreated, polished, and glazed groups using four different materials.

Material	Aging?	Color	Untreated (Mean/SD)	Polished (Mean/SD)	Glazed (Mean SD)
BV	No	L*	72.20 ± 0.90	69.94 ± 1.43	67.54 ± 0.34
		a*	2.17 ± 0.60	2.02 ± 0.76	1.19 ± 0.18
		b*	11.93 ± 1.29	14.46 ± 0.96	12.71 ± 0.55
	Yes	L*	69.87 ± 0.58	69.80 ± 0.99	67.28 ± 0.43
		a*	1.39 ± 0.13	1.77 ± 0.55	1.20 ± 0.15
		b*	11.37 ± 0.61	14.27 ± 0.63	12.92 ± 0.38
HL	No	L*	74.65 ± 0.38	73.29 ± 0.31	72.28 ± 0.34
		a*	-2.69 ± 0.10	-3.02 ± 0.09	-2.61 ± 0.07
		b*	11.56 ± 0.42	12.82 ± 0.16	13.65 ± 0.38
	Yes	L*	74.71 ± 0.56	73.94 ± 0.22	73.22 ± 0.35
		a*	-2.37 ± 0.15	-3.07 ± 0.04	-2.66 ± 0.11
		b*	11.15 ± 0.44	12.97 ± 0.14	12.70 ± 0.70
VV	No	L*	66.59 ± 0.48	66.88 ± 0.22	65.79 ± 0.22
		a*	0.75 ± 0.17	0.95 ± 0.16	1.00 ± 0.15
		b*	12.36 ± 0.37	13.25 ± 0.33	13.39 ± 0.20

Table 4. Cont.

Material	Aging?	Color	Untreated (Mean/SD)	Polished (Mean/SD)	Glazed (Mean SD)
VG	Yes	L*	67.51 ± 0.45	67.05 ± 0.38	66.22 ± 0.46
		a*	0.66 ± 0.10	0.68 ± 0.27	0.53 ± 0.15
		b*	11.52 ± 0.54	13.08 ± 0.45	12.69 ± 0.34
	No	L*	71.77 ± 0.42	68.78 ± 0.43	
		a*	1.23 ± 0.10	1.50 ± 0.12	
		b*	7.75 ± 0.58	10.58 ± 0.55	
Yes	L*		68.97 ± 0.26		
	a*		1.32 ± 0.10		
	b*		10.40 ± 0.31		

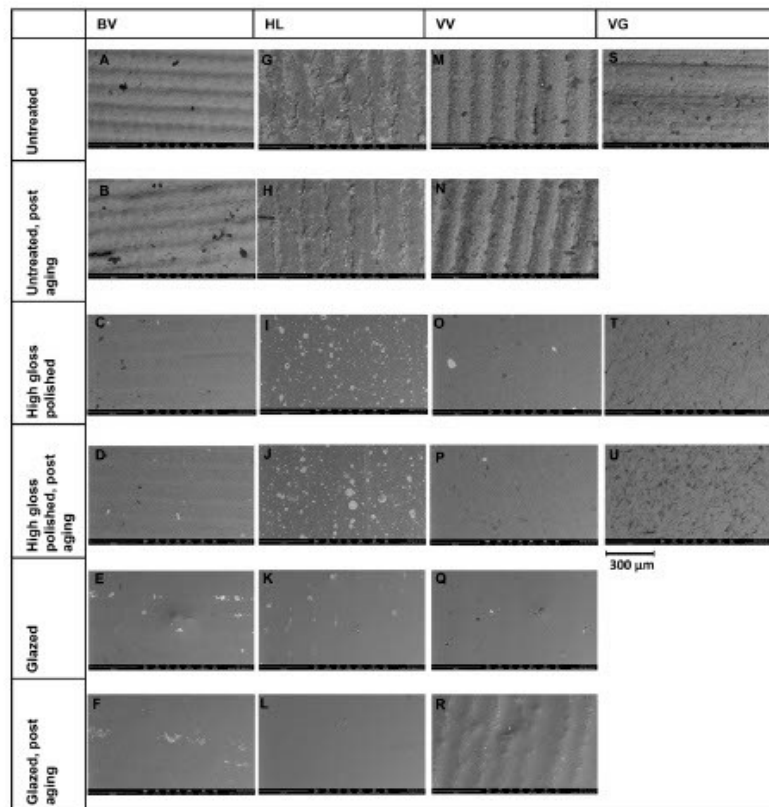


Figure 5. SEM images at ×500 magnification. BV group: (A), untreated; (B), untreated, post-aging; (C), polished; (D), polished, post-aging; (E), glazed; and (F), glazed, post-aging. HL group: (G), untreated; (H), untreated, post-aging; (I), polished; (J), polished, post-aging; (K), glazed; and (L), glazed, post-aging. VV group: (M), untreated; (N), untreated, post aging; (O), polished; (P), polished, post aging; (Q), glazed; and (R), glazed, post aging. VG group: (S), untreated; (T), polished; and (U), polished, post-aging.

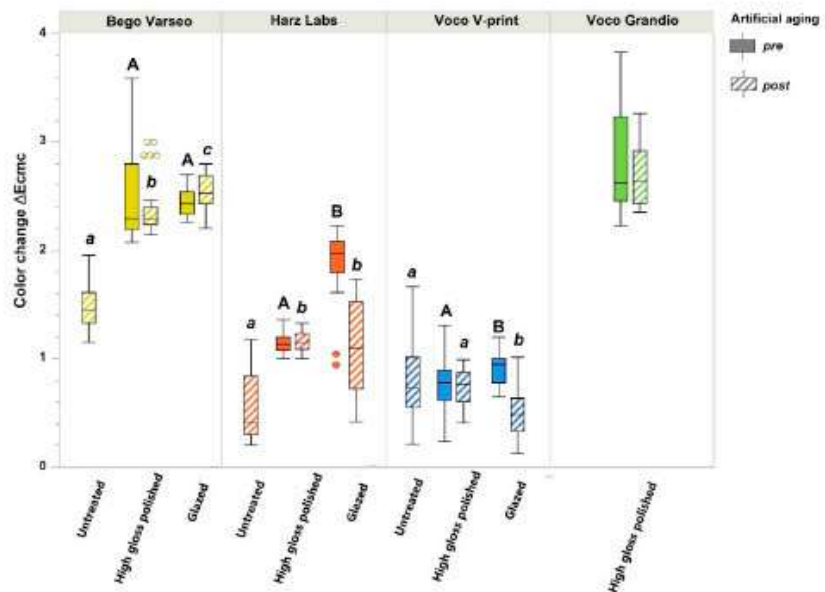


Figure 6. Color change (ΔE_{cmc}) values for untreated, polished, and glazed groups using four different materials. Untreated pre-artificial aging group set as control group, providing ΔE_{cmc} values for all measurements of the same material. Letters “A, a” indicate statistical differences within each surface treatment group for various materials according to Tukey test.

Regarding biocompatibility, ANOVA revealed a statistically significant difference in artificial aging for all materials. In the untreated group, BV demonstrated significantly higher biocompatibility before artificial aging compared to all other materials. In the polished group, VG showed significantly higher biocompatibility before artificial aging compared to HL and VV. In the glazed group, there were no significant differences between the different materials. No significant differences were found between all artificially aged groups with the same surface treatment. Figure 8 illustrates the post hoc multiple comparisons between all groups.

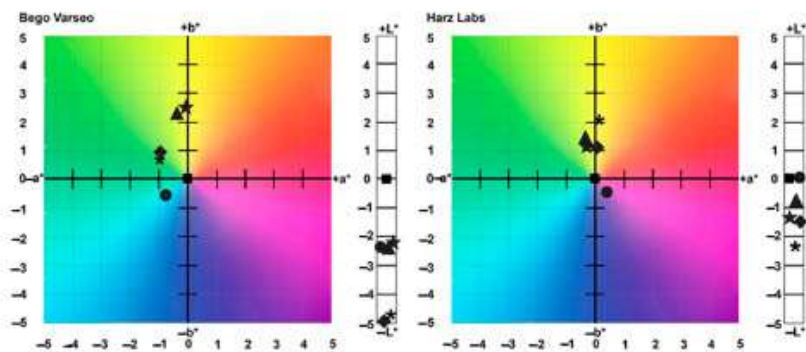


Figure 7. Cont.

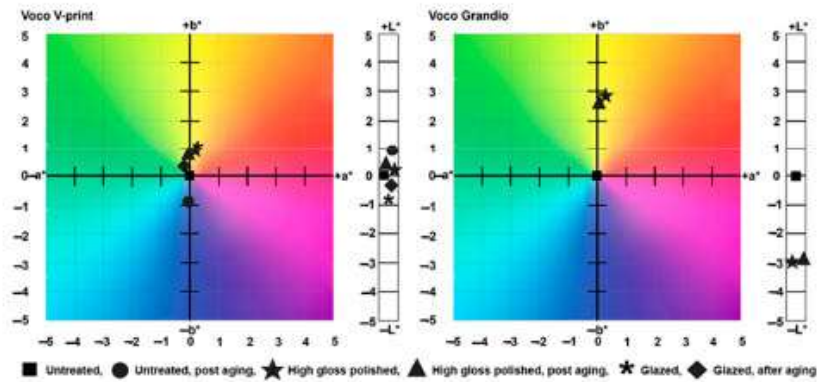


Figure 7. Color differences in the CIE L* a* b* color space for untreated, polished, and glazed groups using four different materials.

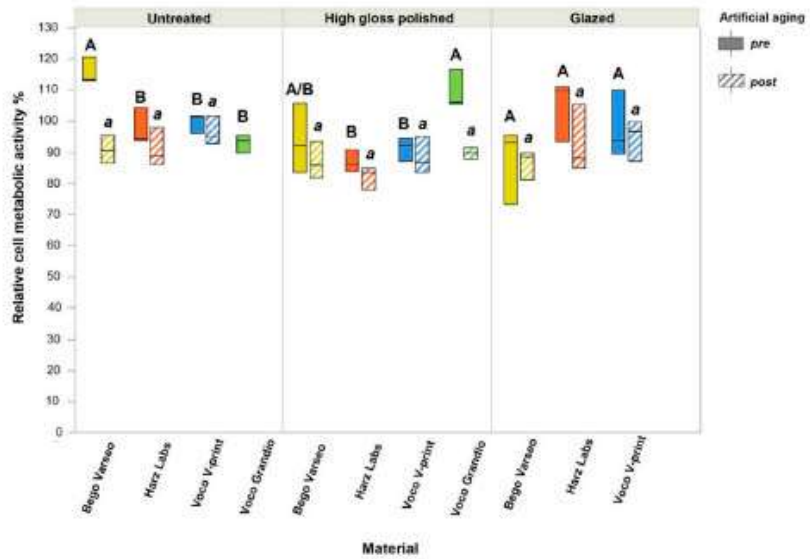


Figure 8. Biocompatibility values for untreated, polished, and glazed groups of four different materials relative to negative control (cells in cell culture medium), defined as 100%. Letters indicate statistical differences within each surface treatment group for various materials according to Tukey test.

Compared to the negative control (cells in cell culture medium), no group showed cytotoxicity according to DIN EN ISO 10993-05 [22]. Figure 9 shows representative SEM images of the specimen’s surfaces with cells.

Cells were found on every sample of the materials examined. However, it appears that cell adhesion was best on the untreated BV surface (Figure 9A,B) and on milled, polished VG surfaces (Figure 9T).

These observations were also made using the Keyence (Figure 10).

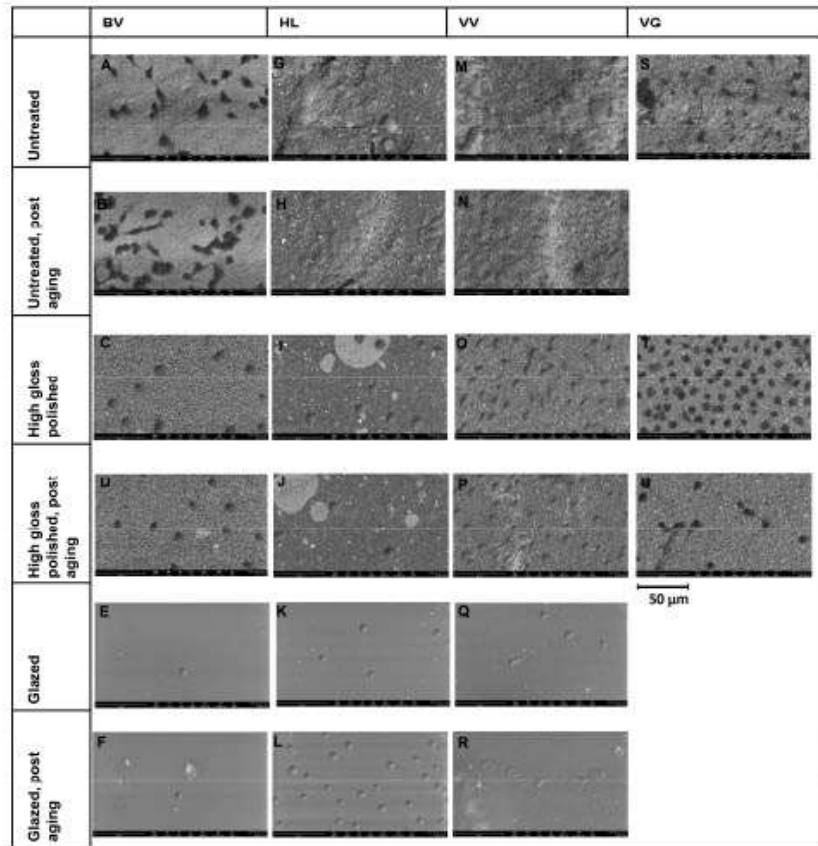


Figure 9. SEM images with cells at $\times 3000$ magnification. BV group: (A), untreated; (B), untreated, post-aging; (C), polished; (D), polished, post-aging; (E), glazed; and (F), glazed, post-aging. HL group: (G), untreated; (H), untreated, post-aging; (I), polished; (J), polished, post-aging; (K), glazed; and (L), glazed, post-aging. VV group: (M), untreated; (N), untreated, post-aging; (O), polished; (P), polished, post-aging; (Q), glazed; and (R), glazed, post-aging. VG group: (S), untreated; (T), polished; and (U), polished, post-aging.

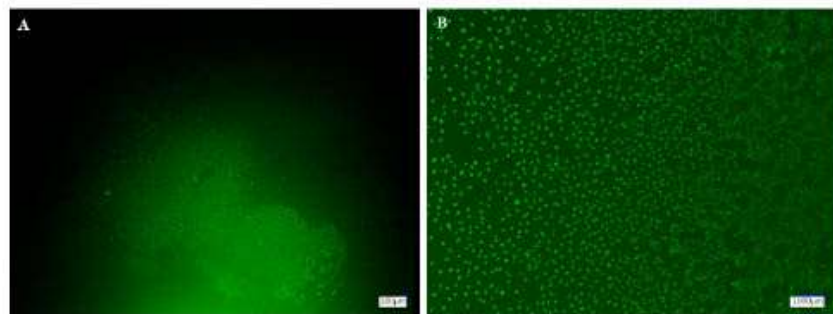


Figure 10. Keyence images of FDA-stained cells on polished VG specimen: (A), at $\times 30$ magnification and (B), at $\times 200$ magnification.

4. Discussion

Significant differences between various materials and treatment protocols were observed in this study. Thus, the null hypothesis was rejected. The results of the statistical analysis indicated that the R_a values were significantly affected by the surface treatment. In this study, specimens of the four hybrid resin-ceramic materials with untreated surfaces had the highest R_a value. The milled material VG had significantly lower R_a values than 3D-printed specimens when untreated. Other studies have reported similar results [9,23,24]. Regarding the different surface roughness values of untreated SM and AM samples, Prause et al. [25] recently investigated the microstructure of resin-ceramic materials. Using micro-computed tomography and SEM, they observed that a milled hybrid material had a more homogeneous filler distribution than a 3D-printed hybrid material, which had agglomerations, a layered macrostructure, and spherical pores due to layer-wise polymerization [25]. It has been reported that the higher, more homogeneous filler content and small particle size of milled hybrid materials may be advantageous in terms of mechanical properties compared to DLP-printed hybrid materials [6]. The favorable low surface roughness of VG compared to the 3D-printed resin-ceramic materials could, therefore, be related to the particular properties of VG, namely the higher proportion of inorganic fillers (86 wt%), the small particle size and the more homogeneous distribution of the components [6]. In this study, there was no significant difference between the R_a values of polished and glazed groups for all materials before and after artificial aging. All polished and glazed specimens had significantly lower R_a values than untreated specimens, making these treatments recommended to extend restoration life and reduce the adsorption of stains and plaque accumulation [26]. These findings were confirmed by an SEM examination. Untreated specimens of DLP-printed materials had coarse particles and ridges, which refer to the layer-by-layer printing process [18,25]. SEM images of untreated milled specimens indicated a smoother surface with parallel-oriented fine lines caused by the milling cutter [18]. Polished and glazed specimens had a smoother surface compared to specimens with untreated surfaces. The glazed specimens had unevenly distributed air bubbles. In this study, there was no correlation between surface roughness and color stability of the hybrid resin-ceramic materials. Color values differed significantly between untreated and treated/aged groups. Other studies have also reported an influence of surface treatment and material type on the ΔE^* values [27]. Assuming, as previously reported [27,28], that the clinically acceptable ΔE^* value for color change in dental restorative materials is less than approximately 3.3, all groups in this study showed acceptable color stability. This aligns with Krajangta et al. [29], who found an acceptable color change for printed and milled hybrid resin-ceramic materials after 30 days of water immersion. Another study found that the marginal adaptation of hybrid resin-ceramic restorations, as an important parameter for the development of secondary caries and stain retention, was comparable to that of lithium disilicate, both before and after artificial aging [30]. Aging in liquids leads to water absorption of the porous resin-ceramic materials, monomer elution, and, as a result of this change in the microstructure, an altered light interaction, visible as color change [29].

The *in vitro* results of this study may show a trend that has been confirmed *in vivo* [31]. Clinical use of 3D-printed resin-ceramic restorations for 12 months yielded promising results in terms of color stability, with most cases showing no obvious color changes [31]. No biological complications occurred in any restoration ($n = 171$), and technical complications were rare [31].

Biocompatibility was measured by the direct method and the indirect method with sample extracts. While BV showed the significantly highest biocompatibility in the untreated group and VG showed significantly higher biocompatibility than HL and VV in the polished group, no differences were found between the different materials in the glazed group before artificial aging. Artificial aging reduced the biocompatibility of all materials, but no statistically relevant differences were found between the aged materials within all treatment groups. According to DIN EN ISO 10993-05, the test item has a cytotoxic potential if the cell viability is reduced to <70% of the blank test (cells with cell culture

medium). No group showed cytotoxicity. The biocompatibility assessment using the direct method with staining and subsequent SEM analysis also showed that L929 cells adhered to the surfaces of all materials tested. Different cell morphologies are recognizable. While cell spreading indicates good adherence, cell rounding, and limited cell adhesion are signs of cell death [32]. One explanation for the observation that untreated BV surfaces showed particularly good cell adhesion in this study could be the finding from a previous study that rougher surfaces show the best cell adhesion and proliferation [33]. Changes in hydrophilicity or hydrophobicity due to different surface treatments may also affect cell adhesion [34]. As we have not investigated this in detail, further studies can focus on this aspect. We also did not test the immersion of samples in different staining solutions, so only the effects of the treatment protocol were tested.

This study clearly results in a recommendation for surface treatment, especially for high-gloss polishing of the fixed dental restoration made of hybrid resin-ceramic material, as a smoother surface can be achieved compared to glazing. If the surface roughness of the dental restoration is low, stains and plaque are less likely to adhere, which consequently reduces the risk of discoloration of the crown/bridge as well as the risk of gingivitis and secondary caries for the patient [14,26]. Although it can be argued that glazing might be a time-saving method for finishing the surface of dental restoration, our study showed that both mechanical polishing and glazing, can be considered to be a viable treatment option, as all tested materials demonstrated good biological properties in every surface condition, with no expected cytotoxic effects for the patient.

Limitations of this study included that all specimens were printed with only one printing orientation (20 degrees), as it has been described that the printing direction may affect material properties and potentially also color stability [25]. Further investigations should take this into account. In addition, tests were not performed in an environment that replicates the real oral environment; thus, a wide variety of clinical factors could influence the surface roughness, color stability, and biocompatibility of hybrid resin-ceramic restorations. Clinical studies are needed to determine if these findings align with clinical practice.

5. Conclusions

Based on the results of this in vitro study, also considering its limitations, the following conclusions were drawn:

1. In an untreated state, SM has an advantage over AM in terms of surface roughness. However, polishing and coating reduce the surface roughness, making it comparable to the SM group.
2. Color changes occur for all materials due to surface treatment, with glazing causing a higher color change than mechanical polishing.
3. All tested materials demonstrate acceptable biocompatibility.
4. Artificial aging of 5000 thermal cycles affects color stability and biocompatibility but not surface roughness. All materials show acceptable color changes and no cytotoxicity.

Author Contributions: Conceptualization, A.U., E.S., F.B., M.A., F.M., and J.Y.; methodology, A.U., E.S., and M.A.; software, A.U., E.S., and M.A.; validation, A.U., E.S., and M.A.; formal analysis, A.U., E.S., M.A., and F.M.; investigation, A.U., E.S., M.A., F.M., and J.Y.; resources, A.U., E.S., F.B., and J.Y.; data curation, A.U., E.S., and F.B.; writing—original draft preparation, M.A., A.U., and E.S.; writing—review and editing, A.U., E.S., M.A., F.B., F.M., and J.Y.; visualization, M.A., A.U., and E.S.; supervision, A.U., E.S., and F.B.; project administration, A.U., E.S., F.B., and M.A.; funding acquisition, A.U., E.S., and F.B. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

Funding: This research received no external funding.

Institutional Review Board Statement: Not applicable.

Data Availability Statement: The original contributions presented in the study are included in the article, further inquiries can be directed to the corresponding author.

Acknowledgments: The authors thank HARZ Labs, BEGO, and VOCO for their materials.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflicts of interest.

References

- Valenti, C.; Federici, M.I.; Masciotti, F.; Marinucci, L.; Xhimitiku, I.; Cianetti, S.; Pagano, S. Mechanical properties of 3D printed prosthetic materials compared with milled and conventional processing: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *J. Prosthet. Dent.* **2022**, *132*, 381–391. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Nam, N.E.; Hwangbo, N.K.; Kim, J.E. Effects of surface glazing on the mechanical and biological properties of 3D printed permanent dental resin materials. *J. Prosthodont. Res.* **2023**, *68*, 273–282. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Van Noort, R. The future of dental devices is digital. *Dent. Mater.* **2012**, *28*, 3–12. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Jain, S.; Sayed, M.E.; Shetty, M.; Alqahtani, S.M.; Al Wadei, M.H.D.; Gupta, S.G.; Othman, A.A.A.; Alshehri, A.H.; Alqarni, H.; Mobaraki, A.H.; et al. Physical and Mechanical Properties of 3D-Printed Provisional Crowns and Fixed Dental Prosthesis Resins Compared to CAD/CAM Milled and Conventional Provisional Resins: A Systematic Review and Meta-Analysis. *Polymers* **2022**, *14*, 2691. [[CrossRef](#)]
- Goodacre, B.J.; Goodacre, C.J. Additive Manufacturing for Complete Denture Fabrication: A Narrative Review. *J. Prosthodont.* **2022**, *31* (Suppl. S1), 47–51. [[CrossRef](#)]
- Prause, E.; Malgaj, T.; Kocjan, A.; Bueier, F.; Hey, J.; Jevnikar, P.; Schmidt, F. Mechanical properties of 3D-printed and milled composite resins for definitive restorations: An in vitro comparison of initial strength and fatigue behavior. *J. Esthet. Restor. Dent.* **2024**, *36*, 391–401. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Thurzo, A.; Sufliarsky, B.; Urbanová, W.; Čverha, M.; Strunga, M.; Varga, I. Pierre Robin Sequence and 3D Printed Personalized Composite Appliances in Interdisciplinary Approach. *Polymers* **2022**, *14*, 3858. [[CrossRef](#)]
- Unkovskiy, A.; Wahl, E.; Huettig, F.; Keutel, C.; Spintzyk, S. Multimaterial 3D printing of a definitive silicone auricular prosthesis: An improved technique. *J. Prosthet. Dent.* **2021**, *125*, 946–950. [[CrossRef](#)]
- Rosentritt, M.; Rauch, A.; Hahnel, S.; Schmidt, M. In-vitro performance of subtractively and additively manufactured resin-based molar crowns. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* **2023**, *141*, 105806. [[CrossRef](#)]
- Stansbury, J.W.; Idacavage, M.J. 3D Printing with polymers: Challenges among expanding options and opportunities. *Dent. Mater.* **2016**, *32*, 54–64. [[CrossRef](#)]
- Li, P.; Fernandez, P.K.; Spintzyk, S.; Schmidt, F.; Bueier, F.; Unkovskiy, A. Effect of additive manufacturing method and build angle on surface characteristics and *Candida albicans* adhesion to 3D printed denture base polymers. *J. Dent.* **2022**, *116*, 103889. [[CrossRef](#)]
- Grau, A.; Stawarczyk, B.; Roos, M.; Theelke, B.; Hampe, R. Reliability of wear measurements of CAD-CAM restorative materials after artificial aging in a mastication simulator. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* **2018**, *86*, 185–190. [[CrossRef](#)]
- Bayarsaikhan, E.; Gu, H.; Hwangbo, N.-K.; Lim, J.-H.; Shim, J.-S.; Lee, K.-W.; Kim, J.-E. Influence of different postcuring parameters on mechanical properties and biocompatibility of 3D printed crown and bridge resin for temporary restorations. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* **2022**, *128*, 105127. [[CrossRef](#)]
- Grymak, A.; Aarts, J.M.; Cameron, A.B.; Choi, J.J.E. Evaluation of wear resistance and surface properties of additively manufactured restorative dental materials. *J. Dent.* **2024**, *147*, 105120. [[CrossRef](#)]
- Corbani, K.; Hardan, L.; Skienhe, H.; Ozcan, M.; Alharbi, N.; Salameh, Z. Effect of material thickness on the fracture resistance and failure pattern of 3D-printed composite crowns. *Int. J. Comput. Dent.* **2020**, *23*, 225–233.
- Myagmar, G.; Lee, J.-H.; Ahn, J.-S.; Yeo, I.-S.L.; Yoon, H.-I.; Han, J.-S. Wear of 3D printed and CAD/CAM milled interim resin materials after chewing simulation. *J. Adv. Prosthodont.* **2021**, *13*, 144–151. [[CrossRef](#)]
- Mao, Z.; Schmidt, F.; Bueier, F.; Yassine, J.; Hey, J.; Prause, E. Effect of surface treatment strategies on bond strength of additively and subtractively manufactured hybrid materials for permanent crowns. *Clin. Oral Investig.* **2024**, *28*, 371. [[CrossRef](#)]
- Kraemer Fernandez, P.; Unkovskiy, A.; Benkendorf, V.; Klink, A.; Spintzyk, S. Surface Characteristics of Milled and 3D Printed Denture Base Materials Following Polishing and Coating: An In-Vitro Study. *Materials* **2020**, *13*, 3305. [[CrossRef](#)]
- Morresi, A.L.; D'Amario, M.; Capogreco, M.; Gatto, R.; Marzo, G.; D'Arcangelo, C.; Monaco, A. Thermal cycling for restorative materials: Does a standardized protocol exist in laboratory testing? A literature review. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* **2014**, *29*, 295–308. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Wee, A.G.; Lindsey, D.T.; Shroyer, K.M.; Johnston, W.M. Use of a porcelain color discrimination test to evaluate color difference formulas. *J. Prosthet. Dent.* **2007**, *98*, 101–109. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- EN ISO 10993-12:2021-08; D.E.I., Biological Evaluation of Medical Devices—Part 12: Sample Preparation and Reference Materials (ISO 10993-12:2021). ISO: Geneva, Switzerland, 2021.
- EN ISO 10993-5:2009-10; D.E.I., Biological Evaluation of Medical Devices—Part 5: Tests for in vitro cytotoxicity (ISO 10993-5:2009). ISO: Geneva, Switzerland, 2009.
- Ozer, N.E.; Sahin, Z.; Yikici, C.; Duyan, S.; Kilicarslan, M.A. Bacterial adhesion to composite resins produced by additive and subtractive manufacturing. *Odontology* **2023**, *112*, 460–471. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- Al-Qahtani, A.S.; Tulbah, H.I.; Binhasan, M.; Abbasi, M.S.; Ahmed, N.; Shabib, S.; Farooq, I.; Aldahian, N.; Nisar, S.S.; Tanveer, S.A.; et al. Surface Properties of Polymer Resins Fabricated with Subtractive and Additive Manufacturing Techniques. *Polymers* **2021**, *13*, 4077. [[CrossRef](#)]

25. Prause, E.; Hey, J.; Beuer, F.; Yassine, J.; Hesse, B.; Weitkamp, T.; Gerber, J.; Schmidt, F. Microstructural investigation of hybrid CAD/CAM restorative dental materials by micro-CT and SEM. *Dent. Mater.* **2024**, *40*, 930–940. [[CrossRef](#)]
26. Rutkunas, V.; Sabaliauskas, V.; Mizutani, H. Effects of different food colorants and polishing techniques on color stability of provisional prosthetic materials. *Dent. Mater. J.* **2010**, *29*, 167–176. [[CrossRef](#)]
27. Karaarslan, E.S.; Bulbul, M.; Yildiz, E.; Secilmis, A.; Sari, F.; Usumez, A. Effects of different polishing methods on color stability of resin composites after accelerated aging. *Dent. Mater. J.* **2013**, *32*, 58–67. [[CrossRef](#)]
28. Ruyter, I.; Nilner, K.; Möller, B. Color stability of dental composite resin materials for crown and bridge veneers. *Dent. Mater.* **1987**, *3*, 246–251. [[CrossRef](#)]
29. Krajangta, N.; Klaisiri, A.; Leelaponglit, S.; Intralawan, N.; Tiarsuwan, P.; Pisethsalasai, N. Color alteration of CAD/CAM 3D-printed, milled resin-ceramic hybrid material compared to enamel. *Dent. Mater. J.* **2024**, *43*, 386–393. [[CrossRef](#)]
30. Daher, R.; Ardu, S.; di Bella, E.; Krejci, I.; Duc, O. Efficiency of 3D printed composite resin restorations compared with subtractive materials: Evaluation of fatigue behavior, cost, and time of production. *J. Prosthet. Dent.* **2024**, *131*, 943–950. [[CrossRef](#)]
31. Prause, E.; Schmidt, F.; Unkovskiy, A.; Beuer, F.; Hey, J. Survival and complications of 3D-printed, non-invasive restorations for prosthetic rehabilitations: A 12-month preliminary observational study. *Int. J. Comput. Dent.* **2024**, *27*, 1–10.
32. Schmidt, F.; Kühbacher, M.; Gross, U.; Kyriakopoulos, A.; Schubert, H.; Zehbe, R. From 2D slices to 3D volumes: Image based reconstruction and morphological characterization of hippocampal cells on charged and uncharged surfaces using FIB/SEM serial sectioning. *Ultramicroscopy* **2011**, *111*, 259–266. [[CrossRef](#)]
33. Alves, M.F.R.P.; Fernandes, M.H.F.V.; Daguano, J.K.M.B.; Rodas, A.C.D.; Amarante, J.E.V.; dos Santos, C. Effect of the surface finish on the mechanical properties and cellular adhesion in (Ce,Y)-TZP/Al₂O₃ ceramic composites for denture implants. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* **2022**, *134*, 105363.
34. Kreve, S.; dos Reis, A.C. Effect of surface properties of ceramic materials on bacterial adhesion: A systematic review. *J. Esthet. Restor. Dent.* **2022**, *34*, 461–472. [[CrossRef](#)]

Disclaimer/Publisher's Note: The statements, opinions and data contained in all publications are solely those of the individual author(s) and contributor(s) and not of MDPI and/or the editor(s). MDPI and/or the editor(s) disclaim responsibility for any injury to people or property resulting from any ideas, methods, instructions or products referred to in the content.

Lebenslauf

Mein Lebenslauf wird aus datenschutzrechtlichen Gründen in der elektronischen Version meiner Arbeit nicht veröffentlicht.

Komplette Publikationsliste

Publikationsliste (Stand Januar 2025)

Miriam Christin Carolin Albrecht

Zahnärztin

E-Mail: miriam.albrecht@charite.de

Artikel

Albrecht M, Schmidt F, Menzel F, Yassine J, Beuer F, Unkovskiy A.
Comparative Analysis of Modern 3D-Printed Hybrid Resin-Ceramic
Materials for Indirect Restorations: An In Vitro Study. *Polymers*.
2024;16(22):3161

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich meinen herzlichsten Dank an all die Menschen richten, die mich in den verschiedenen Phasen der Anfertigung der Publikation und dieser Dissertation unterstützt und motiviert haben.

Mein besonderer Dank gilt Herrn PD Dr. Alexey Unkovskiy M.Sc. und Frau Dr.-Ing. Franziska Schmidt, die mir jederzeit als Ansprechpartner:innen zur Verfügung standen, die Durchführung dieser Studie überhaupt erst ermöglichten und auf deren Unterstützung ich immer zählen konnte.

Zudem möchte ich mich sehr herzlich bei Herrn Uni.-Prof. Dr. Florian Beuer MME für all seine Unterstützung bedanken.

Mein weiterer Dank gilt Frau Franziska Menzel und Frau Jamila Yassine, die mich bei der Durchführung dieser Studie unterstützt haben, sowie Herrn ZTM Robert Nicic und Herrn ZT Nico Henning, die die Durchführung dieser Studie ermöglichten durch die Bereitstellung diverser Materialien und die dankenswerte Unterstützung bei dem Fräsen und Nachbearbeiten der Proben.

Ebenfalls bedanke ich mich bei HARZ Labs, Bego und Voco für die Bereitstellung der Materialien, bei Herrn Dr. Uwe Blunck und Herrn Prof. Jeremias Hey M.Sc. für die freundliche Bereitstellung des Thermocyclers und des Spektralphotometers sowie bei Frau Michaela Maria Freitag M.Sc. für die Beratung bezüglich der statistischen Auswertung.

Abschließend möchte ich mich herzlich bei meiner Familie und meinen Freunden bedanken, die mich zu jeder Zeit bedingungslos unterstützt haben.