

4. Material und Methode

4.1. Materialien

4.1.1. Keramiksystem

Das IPS Empress System wurde 1991 auf dem Dentalmarkt eingeführt und hat sich seitdem klinisch bewährt. Es stellt ein Heisspressverfahren dar, bei dem das Gerüstmaterial Lithiumdisilikat (chem. Formel: $\text{Li}_2\text{O}\cdot 2\text{SiO}_2$) die Hauptkristallphase der Glaskeramik bildet. Die Lithiumdisilikatkristalle mit einer Größe von 0.5-4 μm haben einen Gesamtvolumenanteil von mehr als $70 \pm 5 \text{ Vol.}\%$. Ihre Verteilung und der Volumenanteil in der Restglasmatrix sind verantwortlich für die optischen und mechanischen Eigenschaften.

4.1.2. Befestigungsmaterialien

Excite DSC und Variolink II:

Variolink II ist ein dualhärtendes Kompositssystem zur adhäsiven Befestigung von indirekten Vollkeramikrestaurationen. Das Komposit besteht aus einem Katalysator und einer Base, welche manuell angemischt werden. Excite DSC ist ein dualhärtendes Adhäsiv aus einem Zwei-Komponenten-System, einer 37%igen Phosphorsäure und dem Adhäsiv. Die für die Dualhärtung notwendigen Initiatoren (Katalysator und Base) sind auf einer speziellen Applikationsbrush aufbeschichtet, die sich bei Kontakt mit der Adhäsivlösung und beim Auftragen des Adhäsivs auf die Zahnschicht auflösen.

Syntac Classic und Tetric Flow:

Tetric Flow ist ein fließfähiges, lighthärtendes Feinpartikel-Hybridkomposit für die Füllungstherapie und die adhäsive Befestigung von Keramik- und Kompositrestaurationen. Es härtet mit Licht der Wellenlänge im Bereich von 400-500 nm (Blauviolet) aus. Aufgrund seiner geringen Viskosität zeigt Tetric Flow eine ausgezeichnete Benetzung des Zahnes. Syntac Classic zählt wie im Kapitel 2.2.5. „Adhäsivsystem – Stand der Technik“ beschrieben zu den Systemen mit Drei-Schritt-Applikation und kann sowohl in die „dentinkonditionierende“ als auch Total-Etch-Gruppe eingeordnet werden. Es handelt sich um ein Vier-Komponenten-System, bestehend aus 37%iger Phosphorsäure, Primer, Adhäsiv und Bonding.

4.1.3. Aufbaumaterialien

MultiCore:

MultiCore ist ein dualhärtendes, fluoridhaltiges Komposit. Es härtet rein chemisch aus, die Lichthärtung ist optional. MultiCore ist abgefüllt in zwei Kartuschen (Base- und Katalysatorpaste) zum Handmischen für den Stumpfaufbau vitaler und wurzelkanalbehandelter Zähne in freier Modellierung.

Clearfil Core:

Clearfil Core ist ein selbsthärtendes Komposit, das speziell für den Stumpfaufbau entwickelt wurde und sich sowohl für die Behandlung vitaler Zähne als auch wurzelkanalbehandelter Strukturen eignet. Es besteht aus Base und Katalysator, welche per Hand zusammengemischt werden. Die Verarbeitung ist aufgrund der fließfähigen Konsistenz für die Matrizeintechnik vorgesehen. Dabei wird ein Metallband mit einem Halter um den Zahn gelegt und fixiert, um ein Wegfließen des Komposits während des Legens zu verhindern.

4.2. Methoden

4.2.1. Genereller Versuchsaufbau

Als genereller Versuchsaufbau wurde ein Druck-Scherversuch mit und ohne vorangegangene Stresssimulation (siebentägige Wasserlagerung und thermozyklische Belastung über 2000 Zyklen) gewählt. Die Prüfvorrichtung (Abb. 13) orientierte sich am Schmitz-Schulmeyer-Aufbau für die Metallkeramik-Materialprüfung. Die Versagenslastwerte wurden mit einer Universalprüfmaschine bestimmt.

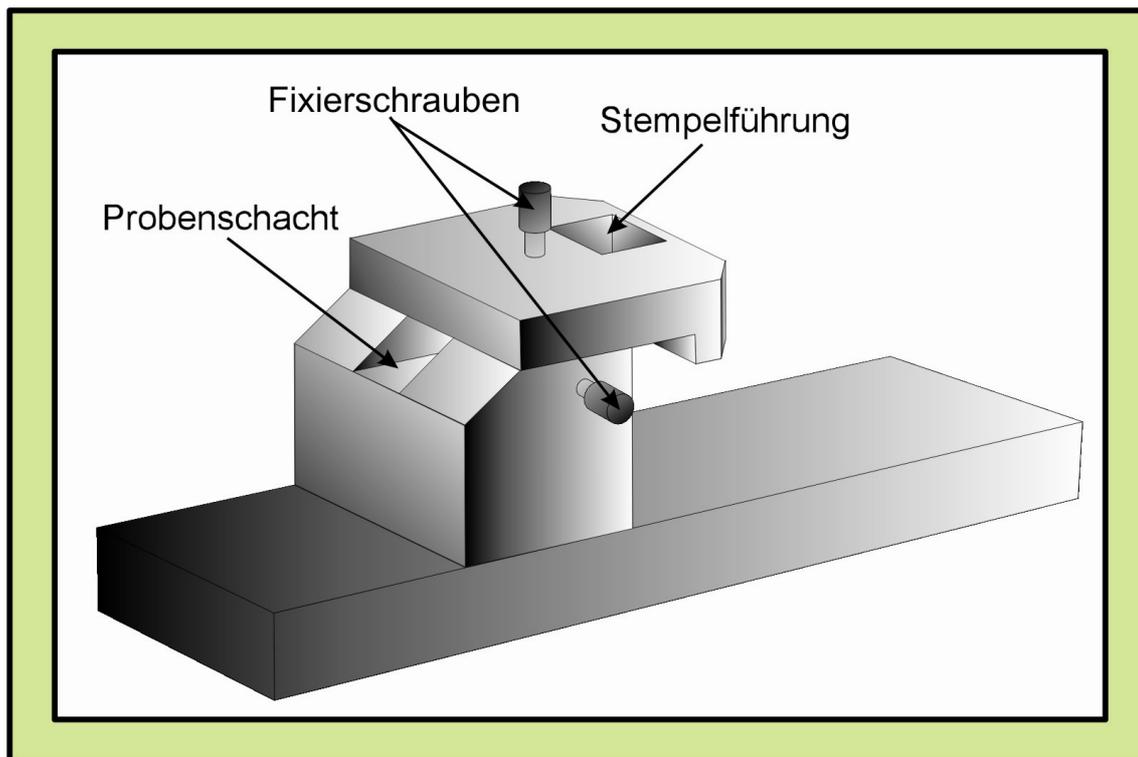


Abb. 13 Prüfvorrichtung für den Druck-Scherversuch in Anlehnung an die Versuchsvorrichtung nach Schmitz-Schulmeyer

4.2.2. Auswahl und Vorbereitung der Schmelz- und Dentinproben

Sowohl die Schmelz- als auch die Dentinproben wurden mit einer Trennscheibe (Transvident, Hopf, Ringleb & Co., Deutschland) und unter Größenkontrolle einer Mikrometerschraube (Mitutoyo Messgeräte GmbH, Neuss, Deutschland) jeweils auf $2,5 \times 2,5 \times 2,5 \text{ mm}^3$ aus karies- und füllungsfreien humanen 3. Molaren im Bereich des anatomischen Äquators bukkal oder oral entnommen. Um eventuelle Demineralisationen auszuschließen, erfolgte die Entnahme in

keinem Fall mesial oder distal. Anschließend wurden die Proben in einen vorgefertigten Prüfkörperhalter aus Technovit (Heraeus Kulzer GmbH, Hanau, Deutschland) eingebettet. Beim Technovit handelt es sich um Kunststoffeinbettssystem auf Basis von HEMA (2-Hydroxyethylmethacrylat). Es wird zur Einbettung von Geweben im Bereich der Medizin, Botanik, Zoologie und Industrie, in der Histologie für lichtmikroskopische Untersuchungen eingesetzt.

Nach dem Einbetten wurden die Proben mit einer Schleif- und Poliermaschine Phoenix Alpha (Wirtz-Buehler, Düsseldorf, Deutschland) und einem Siliziumcarbid-Nassschleifpapier P 600 (Wirtz-Buehler, Düsseldorf, Deutschland) plan poliert. P 600 entspricht mit 26 μm Körnung der Feinheit eines Rotringdiamanten (30 μm), der zum Finieren der Präparation einer Kavität am Patienten verwendet wird.

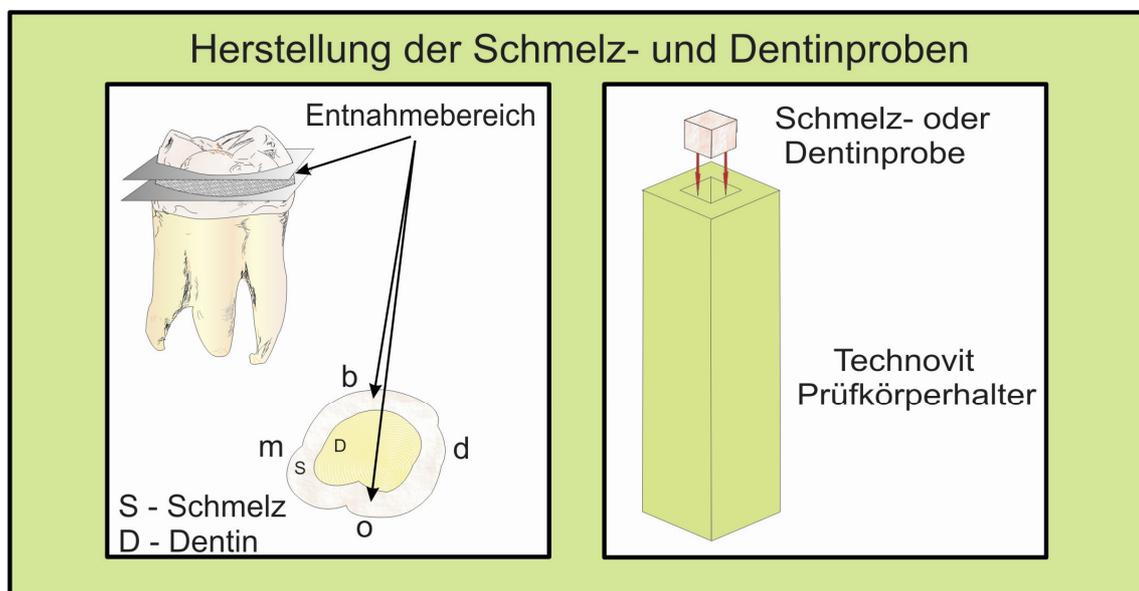


Abb. 14 Entnahmebereich der Schmelz- und Dentinproben im Bereich des anatomischen Äquators, jeweils bukkal oder oral.

Einbringen der Proben in den Technovit Probenhalter nach dem Trimmen der Proben auf eine Grundfläche von 2,5 x 2,5 x 2,5 mm³.

Anschließend wurden die Proben nach Herstellervorgaben für die Adhäsivsysteme vorbereitet und konditioniert. Die Ätzzeit (Total Etch) mit 37%iger Phosphorsäure (Ivoclar-Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) betrug für Schmelz 40 s und für Dentin 20 s, die Spülzeit jeweils 30 s.

Vorbereitung mit Excite DSC:

Nach kurzer Trocknungsphase erfolgte die Applikation des Excite DSC mit einer Microbrush (Ivoclar-Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) und Einmassieren für 10 s in die Oberfläche.

Anschließend wurde mit ölfreier Luft für 1-3 s bei einem Abstand von ca. 5 mm das Material verblasen und so eine Pfützenbildung vermieden sowie das Lösungsmittel entfernt. Zusätzlich wurden alle Überschüsse außerhalb der Grenzflächen ebenfalls mit einer Microbrush entfernt.

Vorbereitung mit Syntac Classic:

Der erste Schritt bestand in der Applikation des Syntac Primer (Einwirkzeit: 15 s) mit anschließendem gründlichem Trocknen. Das folgende Syntac Adhäsiv wurde nach 10 s mit einem Luftbläser gründlich getrocknet. Den dritten Schritt stellte die Applikation des Heliobonds dar, welches dünn verblasen wurde. Alle Überschüsse wurden mit einer Microbrush entfernt.

4.2.3. Herstellung und Vorbereitung der Aufbaumaterialproben

Die Aufbaumaterialien Clearfil Core (Aushärtezeit ca. 3 min) und MultiCore wurden im plastischen Zustand in den Prüfkörperhalter eingebracht. MultiCore als dualhärtendes Komposit wurde für 40 s mit einer Hochleistungshalogenlampe (1200 mW/cm², Astralis 10, Ivoclar-Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) polymerisiert. Beide Gruppen wurden analog zu den Zahnhartsubstanzen ebenfalls mit dem Siliziumcarbid-Nassschleifpapier P 600 plan poliert.

4.2.4. Vorbehandlungsmaßnahmen

4.2.4.1. Kontrollgruppe

Alle Kontrollgruppen wurden wie im Abschnitt: 4.2.2. „Auswahl und Vorbereitung der Schmelz- und Dentinproben“ nach den Herstellervorgaben für die beiden Adhäsivsysteme vorbereitet. Dabei erfolgte für beide Systeme eine 40 s lange Ätzphase mit Phosphorsäure. Nach kurzer Trocknungsphase erfolgte die Applikation des Excite DSC mit einer Microbrush und Einmassieren für 10 s in die Oberfläche. Anschließend wurde mit ölfreier Luft für 1-3 s bei einem Abstand von ca. 5 mm das Material verblasen und so eine Pfützenbildung vermieden sowie das Lösungsmittel entfernt. Zusätzlich wurden alle Überschüsse außerhalb der Grenzflächen mit einer Microbrush entfernt.

Bei Syntac Classic erfolgte zunächst die Applikation des Syntac Primer (Einwirkzeit: 15 s) und anschließendem gründlichen Trocknen. Das folgende Syntac Adhäsiv wurde nach 10 s mit einem Luftbläser gründlich getrocknet. Den dritten Schritt stellte die Applikation des Heliobonds dar, welches dünn verblasen wurde. Alle Überschüsse wurden mit einer Microbrush entfernt.

4.2.4.2. Fluorwasserstoff

Beide Aufbaumaterialien wurden mit 9,5%igem Fluorwasserstoff in Form eines Gels für 10 s konditioniert. Anschließend wurde das Gel 20 s lang unter fließendem Wasser abgespült. Die Aufbaumaterialien wurden nach Herstellervorgaben mit den beiden Adhäsivsystemen, aber ohne zusätzliche Ätzung mit Phosphorsäure vorbereitet. Die Applikation des Excite DSC erfolgte mit einer Microbrush. Das Material wurde für 10 s in die Oberfläche einmassiert. Das Verblasen mit ölfreier Luft für 1-3 s sollte eine Pfützenbildung vermeiden und das Lösungsmittel entfernen. Alle Überschüsse außerhalb der Grenzflächen wurden mit einer Microbrush entfernt. Der erste Schritt beim Syntac Classic bestand in der Applikation des Syntac Primer (Einwirkzeit: 15 s) mit anschließendem gründlichen Trocknen. Im zweiten Schritt wurde das Syntac Adhäsiv aufgetragen und nach 10 s mit einem Luftbläser ebenfalls gründlich getrocknet. Den dritten Schritt stellte die Applikation des Heliobonds dar, welches dünn verblasen wurde. Alle Überschüsse wurden mit einer Microbrush entfernt

4.2.4.3. Espe CoJet-System

Das CoJet-System wurde 1997 auf dem deutschen Markt eingeführt. Das verwendete Handstück (Abb. 15) kann dabei direkt an die Einheit angeschlossen und „chairside“ am Patienten angewendet werden. Es dient zur Vorbehandlung von Metallrestorationen vor der Zementierung, zur Vorbehandlung von Keramik- oder Kompositrestorationen vor der adhäsiven Befestigung und als Vorbehandlung zur Reparatur von defekten Restaurationen aus Metall, Keramik oder Kompositen.

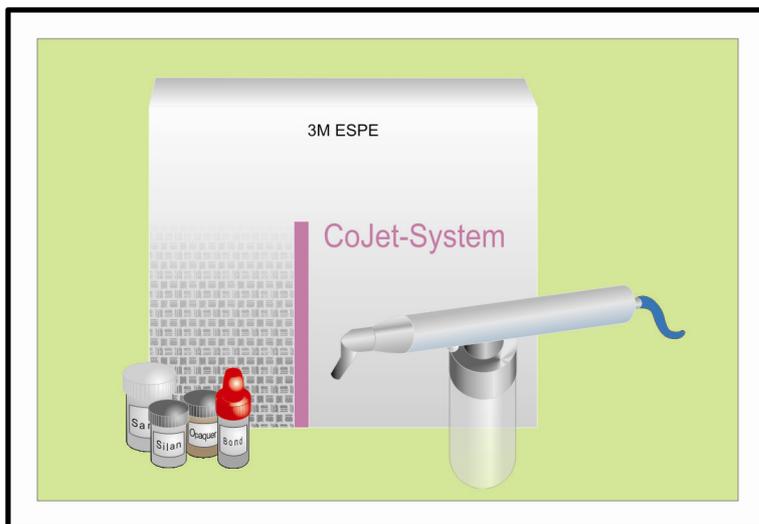


Abb. 15 Schematische Darstellung des CoJet-Handstücks. Mit einem Ladedruck von 2,3 bar wird der Sand, der sich in dem Glasgefäß befindet, auf die Oberfläche geschossen.

Das System arbeitet nach dem Prinzip der tribochemischen Oberflächenbehandlung und ist ein durch Sandstrahlen durchgeführter Beschichtungsschritt, bei dem mit einem silikatisierten Spezielsand einer Partikelgröße von 30 µm gearbeitet wird, welcher sich in einem Glasgefäß direkt am Handstück befindet (Abb. 15). Die Oberfläche wird aus einer Entfernung von 10 mm mit einem Druck von 2,3 bar behandelt.

Neben der physikalischen Haftung durch das Aufrauen der Oberfläche mit Hilfe der Sandpartikel, bei dem ein mikroretentives Relief entsteht, wird durch die hohe Energie bei deren Aufprall eine Silikatschicht auf die Oberfläche aufgebracht. Durch die anschließende Silanisierung (Espe Sil; 3M Espe, Seefeld, Deutschland) wird eine zusätzliche chemische Haftung mit anderen methacrylierten Monomersystemen ermöglicht. Die Aufbaumaterialienproben wurden für 2 s aus einer Entfernung von 10 mm bei einem Ladedruck von 2,3 bar sandgestrahlt.

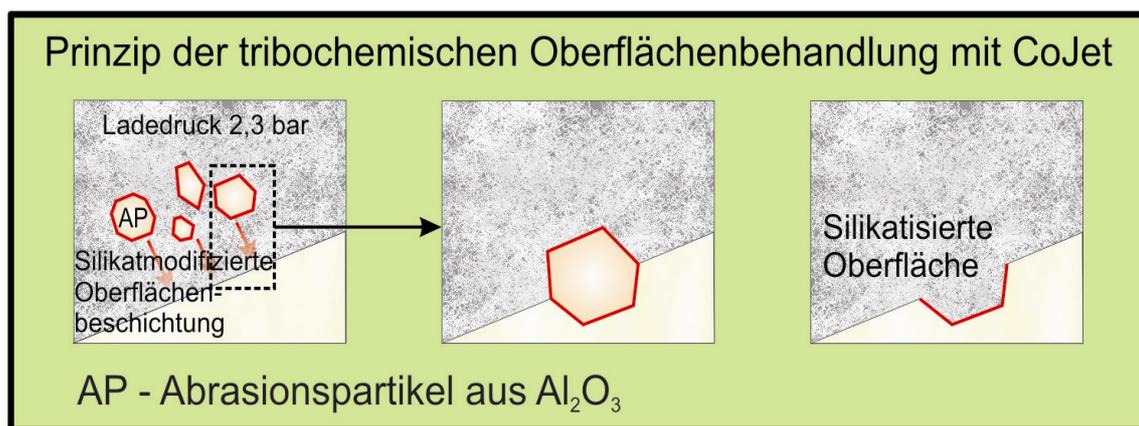


Abb. 16 Prinzip der tribochemischen Oberflächenbehandlung mit dem CoJet-System, bei der durch die hohe Aufprallgeschwindigkeit eine Silikatschicht auf die bestrahlte Oberfläche aufgebracht wird.

4.2.5. Herstellung und Vorbereitung der Keramikprüfkörper

Die Herstellung der insgesamt 320 Probenkörper ($2,5 \times 2,5 \times 2,5 \text{ mm}^3$) aus einer Lithiumdisilikat-Keramik des IPS Empress 2 Systems (Ivoclar-Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) erfolgte nach dem Heißpressverfahren. Die herzustellenden Prüfkörper wurden zunächst in Wachs (Schuler-Dental GmbH & Co. KG, Ulm, Deutschland) mit drei Abflussrillen für den Befestigungszement mit Hilfe einer Silikonform modelliert, angestiftet und anschließend im IPS Empress 2 Muffelsystem mit IPS Empress 2 Spezialeinbettmasse (Ivoclar-Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) eingebettet.

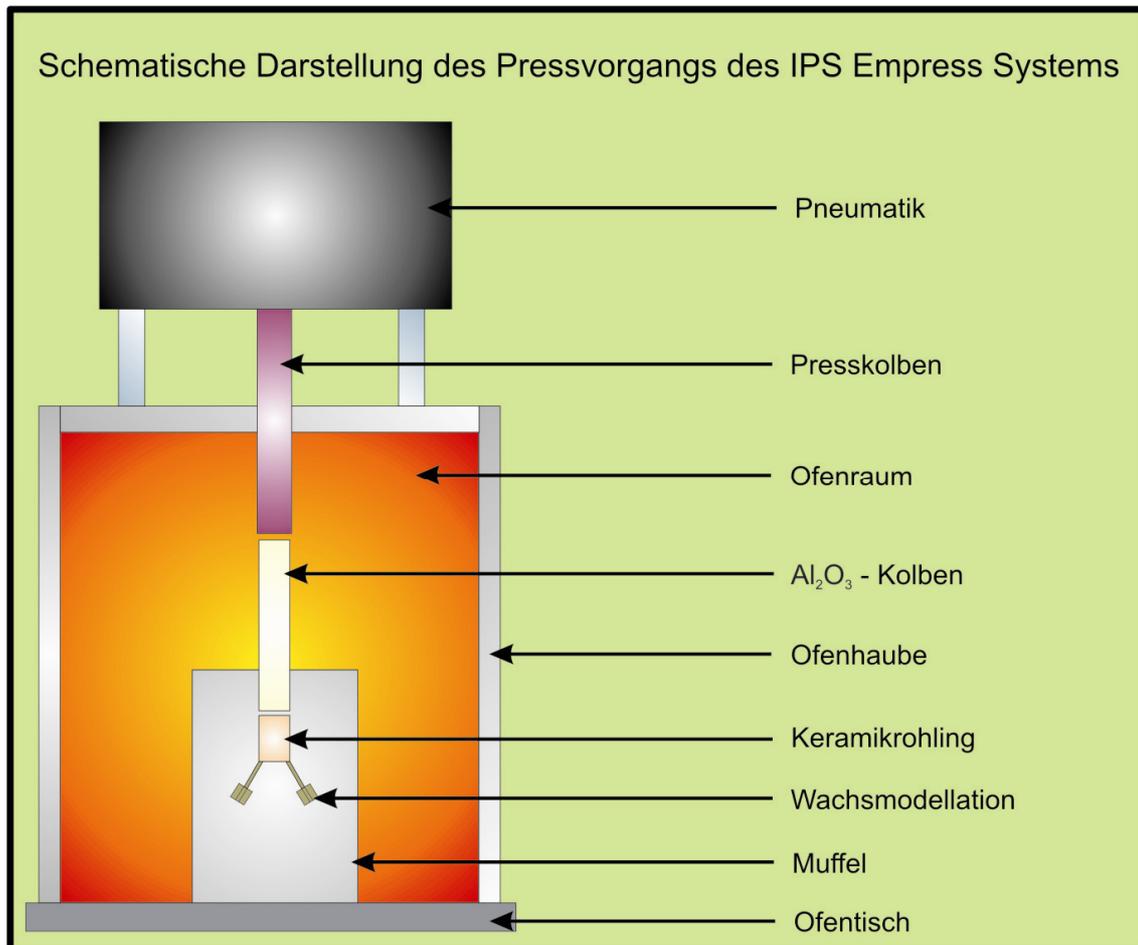


Abb. 17 Schematische Darstellung der Herstellung einer Presskeramik im „Lost Wax“-Verfahren, bei dem das Wachs rückstandslos verbrennt und die Hohlform für die Keramik freigibt.

Nach einer Abbindezeit von 1 h erfolgte das Vorwärmen im Spezialofen auf 700 °C, mit anschließendem Pressvorgang im Empress Pressofen (Ivoclar-Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) bei 920 °C. Bei diesem Herstellungsmodus handelt es sich um ein „Lost Wax“-Verfahren. Dabei verbrennt das Wachs im Ofen rückstandslos und gibt die Negativform für das spätere Werkstück frei, in die die Keramik dann eingepresst wird (Abb. 17). Die Grobausbettung erfolgte mit einem Glanzstrahlmittel (Perlablast micro 50 µm; Bego, Bremen, Deutschland) bei 4 bar und die Feinausbettung bei 2 bar. Im Anschluss daran wurde das Pressobjekt in der Invex-Flüssigkeit (IPS Empress 2 Invexliquid; Ivoclar-Vivadent) im Ultraschallgerät (Sonorex; Bandelin, Berlin, Deutschland) gesäubert, anschließend unter fließendem Wasser abgespült und mit ölfreier Luft getrocknet. Die entstandene Reaktionsschicht wurde mit einem Spezialstrahlmittel (Kavox; Bego, Bremen, Deutschland) aus Aluminiumoxidpartikeln (Partikelgröße 110 µm) bei 1 bar Ladedruck entfernt. Die Strahldauer betrug 15 s auf 10 mm, gefolgt von einer erneuten Reinigung im Ultraschallbad mit destilliertem Wasser für 10 min. Die

Vorbereitung der Keramik (Abb. 18) für die adhäsive Befestigung bestand in einer Ätzphase (20 s) mit 5%igem Fluorwasserstoff (IPS Keramik Ätzgel, Ivoclar-Vivadent), welches dann für ebenfalls 20 s unter fließendem Wasser abgespült wurde. Für den Verbund zwischen Keramik und Komposit wurde ein Haftvermittler in Form eines Silans (Monobond S; Ivoclar-Vivadent) aufgetragen und nach einer Einwirkzeit von 60 s mit ölfreier Luft getrocknet.

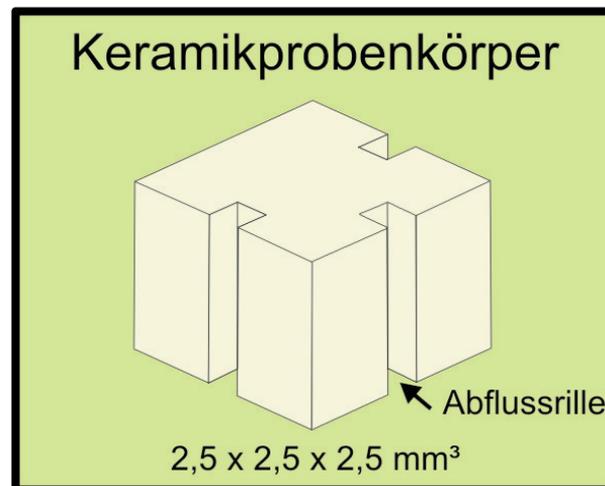


Abb. 18 Keramikprobenkörper mit senkrechten Abflussrillen

4.2.6. Applikation der Keramikprüfkörper

Um bei diesem Versuch eine definierte Zementfuge zu erhalten, wurden Vorversuche im Annäherungsmodus bei einer angestrebten Kompositschichtstärke von 50 µm durchgeführt. Das notwendige Gewicht, welches aus kleinen Bleikugeln in einer Fotodose bestand (Abb. 20, linkes Bild), wurde für das Erreichen dieser Schichtdicke durch die Einflussgrößen Gesamtklebefläche und Widerstand durch die Zementierhilfe (Abb. 19) in Kombination mit der Viskosität des Komposits bestimmt. Die selbstentworfene Zementierhilfe war so konstruiert, das die Keramik zentriert aufzubringen war und das Komposit nicht unkontrolliert, sondern über die Abflussrillen abfließen konnte. Der direkt begrenzende Anteil bestand aus einem lichtdurchlässigen Kunststoff, der eine gleichmäßige Polymerisation der Randbereiche gewährleisten sollte. Der äußere Bereich wurde aus einem Silikon gefertigt, welches das Aufbringen auf die Probenkörperhalter erleichterte.

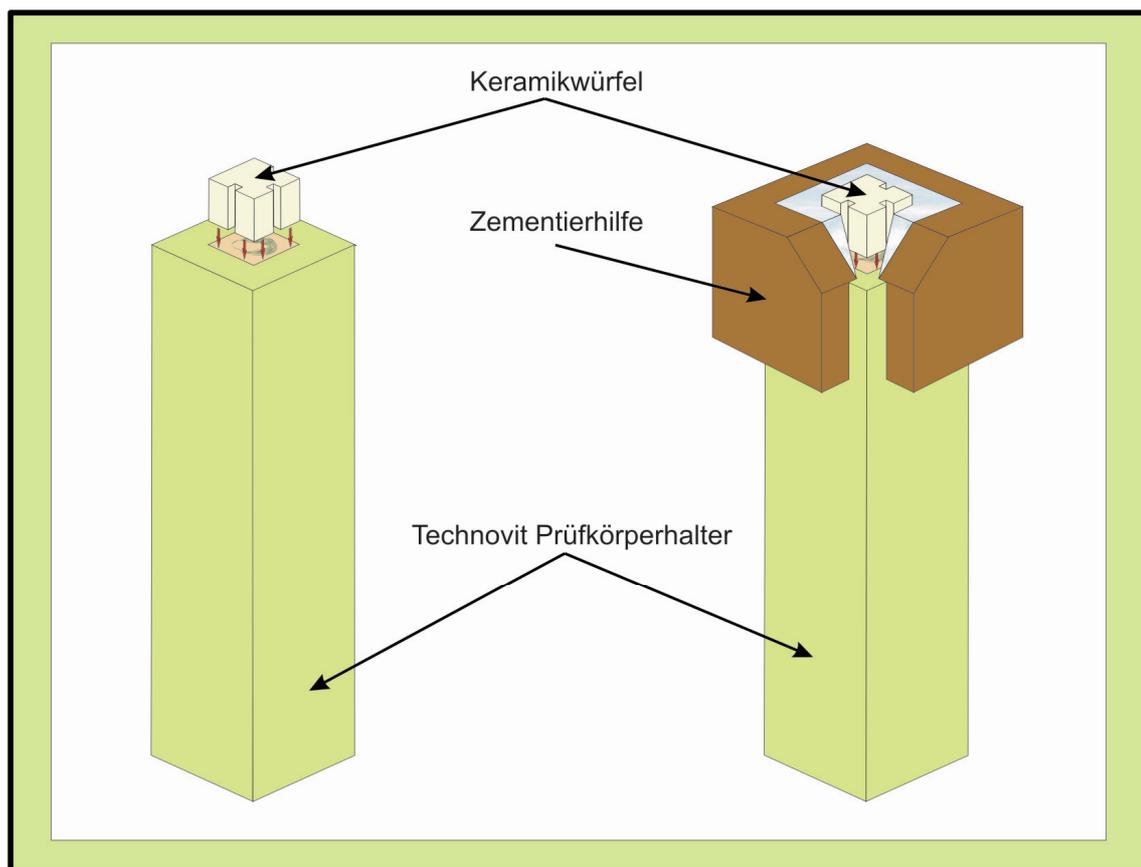


Abb. 19 Die Abbildung zeigt die Zementierhilfe, die eine zentrierte Applikation ermöglichte. Der innere Anteil bestand aus einem transparenten Kunststoff um eine gleichmäßige Belichtung zu gewährleisten

Mit Hilfe einer Mikrometerschraube wurde zunächst der Keramikwürfel in seiner Höhe gemessen, um einen Leerwert zu erhalten. Anschließend wurde der Würfel mit der Zementierhilfe in der verwendeten Zementiervorrichtung auf eine plan polierte Metalloberfläche zementiert. Diese Zementiervorrichtung (Abb. 19) hatte eine Zentrierhilfe für die Aufstellung der Prüfkörperhalter, einen Zementierstempel, dessen Kopf ebenfalls aus einem transparenten Kunststoff für eine gleichmäßige Belichtung der Probe bestand, und ein kleines Gefäß (Fotodose), in welches die bereits erwähnten Bleikugeln eingefüllt wurden. Nach der Polymerisation wurde die Probe vom Metall genommen und erneut eine Messung der Keramik mit der daran haftenden Kompositschicht durchgeführt. Der gemessene Wert konnte mit dem zuvor gemessenen Leerwert verrechnet werden und so die Kompositschichtstärke entsprechend der Viskosität bestimmt werden.

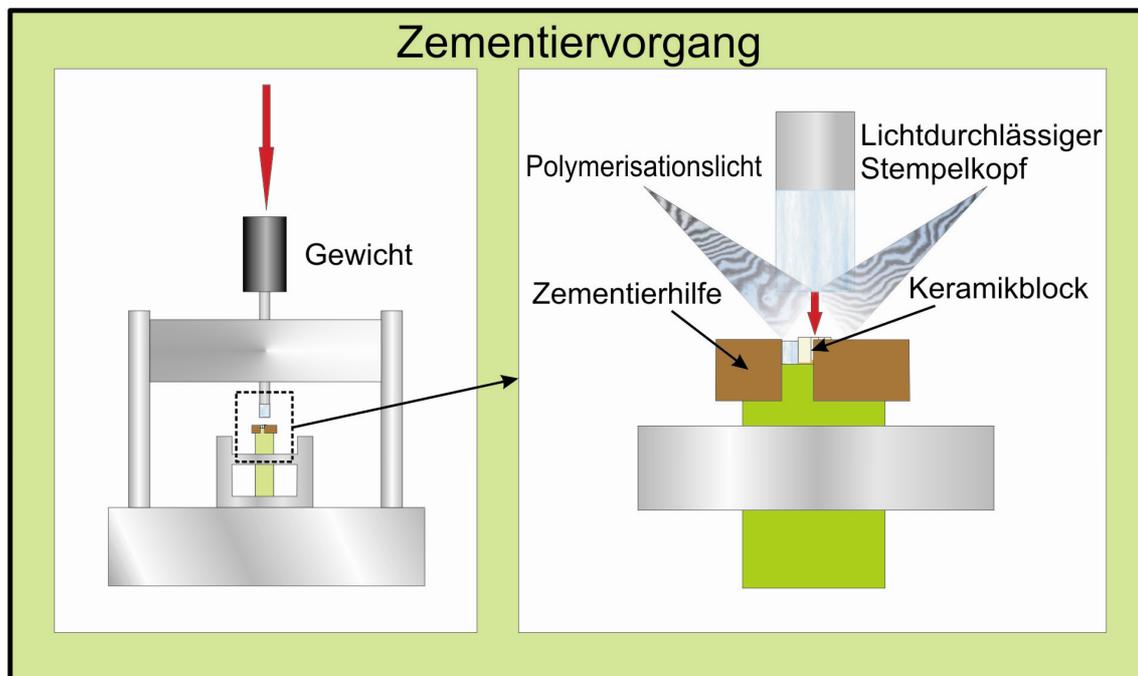


Abb. 20 Das notwendige Gewicht konnte mit Hilfe kleiner Bleikugeln in einer Fotodose an der Zementiervorrichtung bis auf das Zehntelgramm genau bestimmt werden.

Vergrößerung des Probenbereiches; auf die Proben in der Zementierhilfe (Vgl. Abb.19) wurde der Stempel aufgesetzt. Der Stempelkopf bestand aus einem transparenten Kunststoff, um eine Belichtung der Keramik analog zu einer klinischen Situation zu ermöglichen.

Für die Hauptversuche lag das notwendige Gewicht in der Syntac Classic/Tetric Flow-Gruppe mit 220 g gegenüber der Excite DSC/Variolink II-Gruppe mit 200 g aufgrund der unterschiedlichen Viskosität 20 g höher. Der Zementiervorgang wurde analog zu den Vorversuchen zur Bestimmung der Kompositschichtstärke auf die unterschiedlichen Oberflächen

angewendet. 10 s nach Aufsetzen des Gewichts begann in beiden Gruppen die Photopolymerisation (1200 mW/cm², Astralis 10; Ivoclar-Vivadent) für jeweils 30 s aus zwei Richtungen. Nach dem Aushärten und Entfernung der Zementierhilfe wurde die Probe versäubert und überschüssiges Material vorsichtig mit einem Skalpell entfernt.

Insgesamt wurden 320 Proben wie folgt hergestellt: 2 Hauptgruppen mit jeweils 160 Proben in der Gruppe mit initialer (I) und 160 in der Gruppe mit thermozyklischer Belastung (T). Die beiden Hauptgruppen setzten sich identisch aus 16 Untergruppen mit 10 Proben zusammen.

Kontrollgruppen Zahnhartsubstanz:

Gruppe 1	Schmelz (S)	Excite DSC/Variolink II (V)
Gruppe 2	Schmelz	Syntac Classic/Tetric Flow (T)
Gruppe 3	Dentin (D)	Excite DSC/Variolink II
Gruppe 4	Dentin	Syntac Classic/Tetric Flow

Aufbaumaterialien ohne Vorbehandlung (C):

Gruppe 5	MultiCore (MC)	Excite DSC/Variolink II
Gruppe 6	MultiCore	Syntac Classic/Tetric Flow
Gruppe 7	Clearfil (CF)	Excite DSC/Variolink II
Gruppe 8	Clearfil	Syntac Classic/Tetric Flow

Aufbaumaterialien mit dem CoJet-System (CJ) vorbehandelt:

Gruppe 9	MultiCore CoJet	Excite DSC/Variolink II
Gruppe 10	MultiCore CoJet	Syntac Classic/Tetric Flow
Gruppe 11	Clearfil CoJet	Excite DSC/Variolink II
Gruppe 12	Clearfil CoJet	Syntac Classic/Tetric Flow

Aufbaumaterialien mit Fluorwasserstoff (FS) geätzt:

Gruppe 13	MultiCore FS	Excite DSC/Variolink II
Gruppe 14	MultiCore FS	Syntac Classic/Tetric Flow
Gruppe 15	Clearfil FS	Excite DSC/Variolink II
Gruppe 16	Clearfil FS	Syntac Classic/Tetric Flow

4.2.7. Stressimulation

4.2.7.1. Wasserlagerung

In den Gruppen, in denen die initialen Haftwerte bestimmt werden sollten, wurden die Proben für 24 Stunden bei 37 °C in isotonischer Kochsalzlösung (DeltaSelect GmbH, Pfullingen, Deutschland) aufbewahrt und anschließend eine Druckscherprüfung durchgeführt. In den Gruppen, die einer thermozyklischen Belastung unterzogen werden sollten, wurden die Proben für sieben Tage unter gleichen Bedingungen gelagert.

4.2.7.2. Thermozyklische Belastung

Das Gerät für die thermozyklische Belastung bestand aus einem Kalt- und Warmwasserthermostat (Lauda, Lauda-Königshofen, Deutschland), bei denen die Temperatur frei wählbar war, und einem Schwenkarm (Eigenbau der Charité, Berlin, Deutschland), der die Proben zwischen den beiden Becken wechselweise hin und her transportierte (Abb. 21).



Abb. 21 Schematische Darstellung des in dieser Studie verwendeten Gerätes für die thermozyklische Belastung

Die thermozyklischen Belastungsparameter waren auf 2000 Zyklen pro Gruppe eingestellt. Ein Zyklus dauerte insgesamt 80 s und bestand aus einer 30 s Kaltwasserphase bei 5 °C, einem 20 s Transfer mit abschließender 30 s Warmwasserphase (55 °C).

4.2.8. Versuchsdurchführung

Der Versuch wurde mit der computergestützten Zwick-Universalprüfmaschine und einer 2,5 kn Messdose (Zwick, Ulm, Deutschland) durchgeführt. Dazu war eine Fixierung der Probenhalter über die horizontale und vertikale Spannschraube notwendig (Abb. 22a). Anschließend erfolgte eine direkte Belastung mit einem geraden Stempel (Abb. 22b). Dieser wurde erst kurz vor dem Auftreffen der Prüfmaschine aufgesetzt, um eine zeitlich vorgelagerte Belastung durch das Eigengewicht des Stempels zu vermeiden. Die Prüfgeschwindigkeit betrug 0,5 mm pro Minute und der Kraftabfall 10 %.

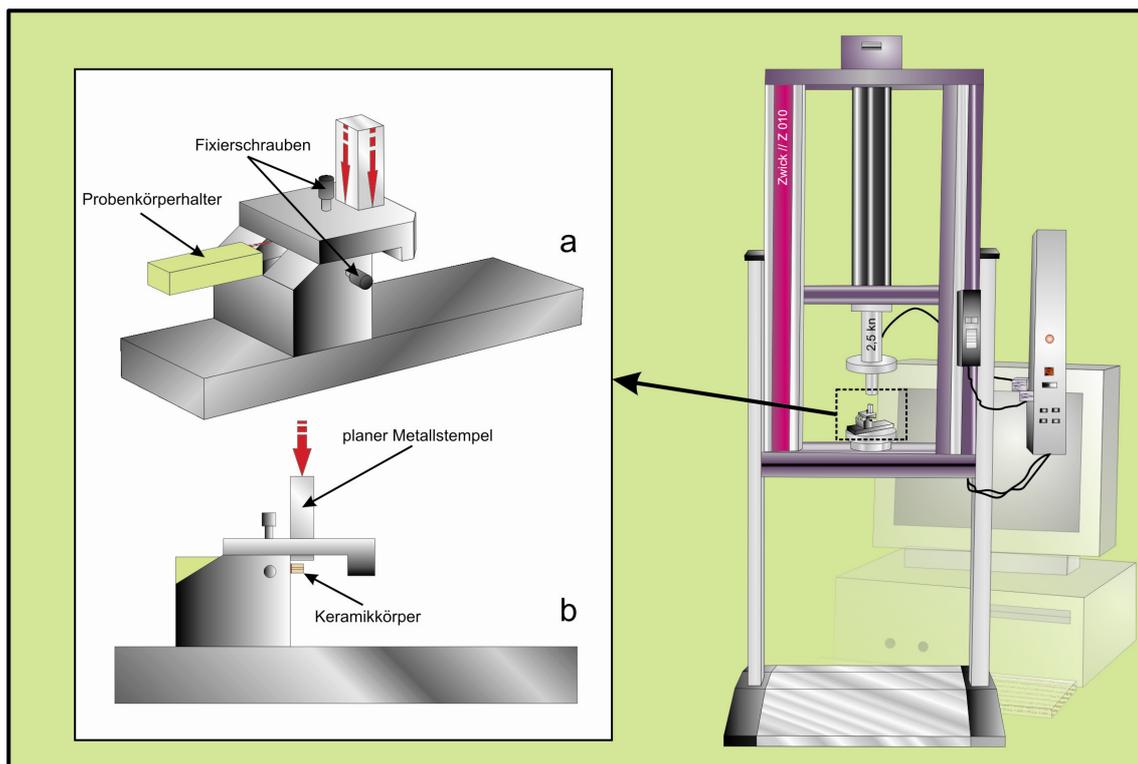


Abb. 22 Schematische Darstellung des Druck-Scherversuchs. In die Prüfvorrichtung (a) wird der Probenkörperhalter eingebracht und mit 2 Schrauben fixiert. Der Stempel wird durch eine Führungsschiene geschoben und direkt auf die Keramik aufgesetzt (b). Anschließend erfolgt die Belastung mit der computergestützten Zwick-Universalprüfmaschine.

Im Prüfprogramm wurde die Versagenslast in N ermittelt und anschließend mit der Gleichung:

$$\text{Druck in MPa} = \frac{\text{Versagenslast in N}}{\text{Probenfläche in mm}^2}$$

in die „Haftwerte“ in MPa umgerechnet. Vorher wurden alle Keramikkörper mit einer Mikrometerschraube nachgemessen, um Ungenauigkeiten in der Ausdehnung mit in die Rechnung einbeziehen zu können.

4.3. Analytische Methoden

4.3.1. Analyse des Versagensmodus

Der Versagensmodus wurde unter einem Stereomikroskop (Zeiss, Jena, Deutschland) bei einer 40fachen Vergrößerung ausgewertet. Über alle 320 Proben entstanden dabei vier verschiedene Versagenstypen: Typ 1 - adhäsives Versagen zwischen Oberfläche und Komposit, Typ 2 - adhäsives Versagen zwischen Komposit und Keramik, Typ 3 - kohäsives Versagen innerhalb der Aufbaufüllung bzw. Zahnhartsubstanz und Typ 4 - kohäsives Versagen innerhalb der Keramik (Abb. 23). Die Zuordnung der Proben zu diesen vier Gruppen erfolgte nach dem prozentualen Mehrheitsentscheid, wobei das Überschreiten der 50 %-Marke die Zuordnung zu der betreffenden Gruppe bedeutete.

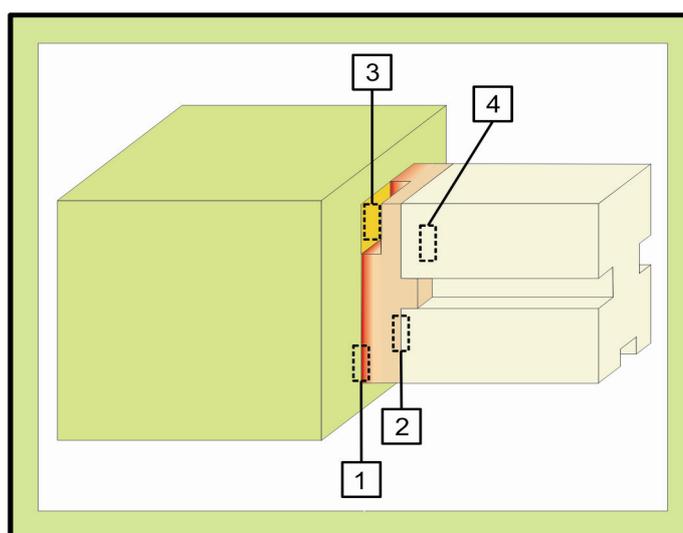


Abb. 23 Die Einteilung der entstandenen Versagensmodi.

4.3.2. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Aufbaumaterialienoberflächen

Für die Analyse der einzelnen Oberflächen wurden qualitativ exemplarische rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen (Cam Scan Maxim 2040; Cam Scan Maxim Electron Optics LTD, Cambridge, Großbritannien) der beiden Aufbaumaterialien mit und ohne Vorbehandlung angefertigt. Zu diesem Zweck wurden je Aufbaumaterial drei Proben von 1 cm x 1 cm Kantenlänge hergestellt und wie die Proben der Versuche mit Siliziumcarbid-Nassschleifpapier P 600 plan poliert. Probe 1 stellte die Gruppe ohne gesonderte Vorbehandlung dar, Probe 2 wurde mit Fluorwasserstoff und Probe 3 mit dem CoJet-System vorbehandelt. Anschließend erfolgten die Aufnahmen im Elektronenmikroskop senkrecht im Vakuumverfahren bei 500facher Vergrößerung.

4.3.3. Weißlichtinterferometrie

Technik

Das „TopMap“-Messprinzip (Polytec, Waldbronn, Deutschland) basiert auf dem des Weißlichtinterferometers (kurzkohärente Interferometrie) und vermisst simultan eine komplette Fläche. Es ist angelehnt an die Technik des Michelson-Interferometers, d.h. das Werkstück wird gegen eine planparallele Referenzfläche (Spiegel) vermessen. Der telezentrische Aufbau erlaubt hierbei die simultane Vermessung von großen Flächen. Diese Technik verhindert eine möglicherweise mit Fehlern behaftete Bild-Aneinanderreihung.

Für die Untersuchung der Rauheit wurde die TopMap (Messfeld 10 x 7 mm², x/y-Auflösung 12 µm) verwendet. In den Referenzarm der TopMap wurde ein 2,5 %-Graufilter eingesetzt, um die Intensitätsdifferenzen zwischen Messobjektlicht und Referenzlicht zu optimieren. Die Auswertung erfolgte mit der Polytec-Standardsoftware. Die Messergebnisse wurden nur linear ausgerichtet, um die Schiefstellung der Oberfläche auszugleichen. Es wurden die Parameter mit den reinen Rohdaten ohne Glättungen berechnet.

Versuchsdurchführung

Für diesen Versuch wurden je Aufbaumaterial drei runde Proben mit 6 mm Durchmesser hergestellt. Dafür wurde eine Acrylplatte mit 6 Bohrungen versehen, in die die Materialien im plastischen Zustand eingebracht wurden. Anschließend erfolgte eine beidseitige Planpolitur (Exakt, Norderstedt, Deutschland) mit Siliziumcarbid-Nassschleifpapier P600. Probe 1 stellte die Gruppe ohne Vorbehandlung dar, Probe 2 wurde wie die Fluorwasserstoff-Gruppen und Probe 3 wie die CoJet-Gruppen vorbehandelt.

Die ungereinigte Kunststoffprobe wurde in dem Gerät so platziert, dass die gesamte Fläche bei einer Messung erfasst werden konnte. Die Topographie der Oberfläche wurde in z-Richtung schrittweise vermessen. Die Messdauer ist abhängig von der Schrittweite bei den Einzelmessungen und dem Hub: Die gewählten Einstellungen ergeben eine Messgeschwindigkeit von ca. 10 $\mu\text{m/s}$ bei einer Genauigkeit von <10 nm. Ein Gesamtbild hatte einen Hub von ca. 250 μm , und die Messung dauerte ca. 30 Sekunden.

4.3.4. Statistik

Die ermittelten Werte wurden mit einer handelsüblichen Software (SPSS 12.0 für Windows; SPSS GmbH, München) bearbeitet. Die erste Auswertung mit einer multifaktoriellen Varianzanalyse, der 1-, 2- und 3-Wege ANOVA (Analysis of Variance), einem Spannweitentest, dem post-Hoc-Test (Tukey-B) und dem Mann-Whitney-U-Test für Paarvergleiche.

Ein- und mehrfaktorielle Varianzanalyse (ANOVA)

Dieses Verfahren ermöglicht die simultane Kontrolle mehrerer unabhängiger Variablen. Das Prinzip besteht darin, die Unterschiedlichkeit von Ergebnissen in Bezug auf ein Merkmal (abhängige Variable) auf eine oder mehrere unabhängige Variablen zurückzuführen. Dabei wurden Oberfläche, Befestigungskomposit und Vorbehandlung sowie der Einfluss der thermozyklischen Belastung untersucht.

Spannweitentest zur Bildung homogener Untergruppen (post-Hoc-Test, Tukey-B)

Sind Abweichungen zwischen den Mittelwerten festgestellt worden, können diese mit post-Hoc-Spannweitentests untersucht werden. Dabei steht die Bildung homogener Untergruppen im Vordergrund. Der Tukey-B-Test stuft dabei die Gruppenmittelwerte ein und berechnet den Spannweitenwert.

Paarvergleiche (Mann-Whitney-U-Test)

Der Mann-Whitney-Test ist ein parameterfreier statistischer Test. Der U-Test ist ein Homogenitätstest. Er dient zur Überprüfung der Signifikanz einer Übereinstimmung zweier Verteilungen, also ob zwei unabhängige Verteilungen A und B (zum Beispiel eine unbeeinflusste und eine beeinflusste) zu derselben Grundgesamtheit gehören, mit anderen Worten, ob sie dieselbe Messgröße wiedergeben.