

**Aus der Universitätsklinik Tübingen
Abteilung Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik mit Propädeutik
Ärztlicher Direktor: Professor Dr. H. Weber
Sektion Medizinische Werkstoffkunde und Technologie
Leiter: Professor Dr. J. Geis–Gerstorfer**

**In–vitro–Haftverbund–Untersuchungen
definitiver Befestigungszemente
zwischen konditionierten Oberflächen
aus Zirkoniumdioxid (ZrO₂)**

**Inaugural–Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Zahnheilkunde**

**der Medizinischen Fakultät
der Eberhard Karls Universität
zu Tübingen**

vorgelegt von

Hischam Zouaoui

aus

Ludwigsburg

2006

Dekan:

1. Berichterstatter:

2. Berichterstatter:

Professor Dr. C. D. Claussen

Professor Dr. J. Geis-Gerstorfer

Professor Dr. J. Setz

Für meine Mutter Saadia und meinen Vater Mohammed
und für meine Brüder Rachid und Monir

März 2006

Inhaltsverzeichnis

Einleitung	2
Begriffsbestimmungen	4
Ziel der Studie.....	29
Material und Methode	31
Datenplanung	32
Datenvorbereitung	53
Datensicherung.....	108
Datenverarbeitung	121
Ergebnisse	122
Daten	124
Makroskopie	164
Mikroskopie.....	175
Perthometrie	202
Interpretation	208
Statistik	208
Diskussion	213
Schlussfolgerungen	221
Zusammenfassung	224
Literaturverzeichnis	225

Einleitung

Die dauerhafte Befestigung von Kronen und Brücken im Munde des Patienten wird im klinischen Sprachgebrauch **Zementierung** genannt. Die verschiedenen Befestigungsmaterialien für die Zementierung werden unter dem Sammelbegriff **Dentalzemente** zusammengefasst. Aus technologischer Sicht handelt es sich bei den Dentalzementen um **Klebstoffe** und bei der Zementierung selbst um eine **Klebung**.

Das vom Zahntechniker angefertigte Kronen-/Brückenwerkstück wird vom Zahnarzt auf die vorbereitete, tragende Struktur im Munde des Patienten geklebt (= „zementiert“), um danach dauerhaft als **Zahnersatz** zu dienen.

Eine Anforderung lautet, daß nicht nur die Krone/Brücke, sondern auch die erhärtete Klebstoffschicht selbst und die dadurch gebildete Verbindung an den Grenzflächen zwischen Klebstoff und Feststoff den physischen und chemischen Wechselbelastungen im Munde über Jahre und Jahrzehnte standhalten muß, ohne zu ermüden oder unter einer mechanischen Spannung zu reißen.

Die Eigenschaften des Haftverbundes werden von der Wahl und Verarbeitung der eingesetzten Werkstoffe beeinflusst. Eine Aufgabe der Werkstoffkunde ist es deshalb, im Rahmen wissenschaftlicher **Werkstoffprüfungen** Informationen über die optimale Wahl und Anwendung der Werkstoffe zu gewinnen.

Methodischer Kern der Werkstoffprüfung ist die gezielte Datenerhebung im Rahmen definierter **Prüfverfahren**, bei denen die klinischen Bedingungen durch Tests an einem Prüfkörper „in vitro“ (= im Laboratorium) nachgeahmt werden, beispielsweise um die Eignung von verschiedenen Zementier-Methoden und Zementier-Materialien am Patienten vorauszusagen.

Die **Festigkeit** des Haftverbundes dient als Merkmal, an dem sich die **Qualität** der Wahl und der Verarbeitung von Dentalzementen im Rahmen einer Kronen- bzw. Brückenversorgung indirekt messen lässt.

Die Verfügbarkeit effizienter und hochpräziser CAD/CAM-Technologien verstärkt den Trend, die ästhetisch ungünstigen metallischen Werkstoffe für Kronen- und Brückengerüste gegen maschinell verarbeitbare, hochleistungsfähige Keramik einzutauschen. Die aktuelle Entwicklung geht in Richtung **Zirkoniumdioxid** (ZrO_2). Diese extrem bruchresistente und weiße Biokeramik eignet sich für hellfarbene Kronen- und Brückengerüste und somit für ästhetisch optimierte Versorgungsformen, z.B. für implantat-getragenen Zahnersatz im Frontzahnbereich. Es ist bereits möglich, das Implantat, den Implantat-Pfosten und die darauf zementierte Krone/Brücke komplett aus ZrO_2 zu fertigen.

Zementiert man eine Krone/Brücke aus ZrO_2 auf einem Implantat-Pfosten aus ZrO_2 , so wird das Haftverbund-System [**ZrO_2 -Zement- ZrO_2**] gebildet.

Über dieses System gibt es nur wenige in-vitro-Studien und praktisch keine klinischen Erfahrungen. Darüber hinaus kommen in den verfügbaren Studien verschiedene Prüf-Methoden zur Anwendung, sodaß die Daten nicht ohne weiteres vergleichbar sind.

Es existiert also ein Bedarf nach einem **Prüfstandard** zur Beantwortung der Frage, welche Befestigungsmaterialien und welche Befestigungsverfahren sich am besten für oben genannten Fall der Zementierung von Vollkeramik aus ZrO_2 eignen.

Begriffsbestimmungen

Die **Prothetik** umfasst alle medizinischen Methoden, die den Ersatz von fehlenden oder verlorenen Körperteilen durch Ersatzstücke (= **Prothesen**) aus körperfremden, technologisch verarbeiteten Materialien (= **Werkstoffen**) bewerkstelligen [45]. Die **Zahnersatzkunde**, im zahnklinischen Sprachgebrauch vereinfacht **Prothetik** genannt, ist die Disziplin der prothetischen Methode in der Zahnmedizin [9].

Das prothetische Versorgungsmittel der Zahnmedizin ist der **Zahnersatz**. Jeder Zahnersatz dient der restaurativen und prophylaktischen Wiederherstellung der defekten bzw. verlorenen Gebiss-Funktionen durch Ersatz der nicht oder nicht mehr vorhandenen Gebiss-Struktur. Zu diesem Zweck werden spezielle, zahntechnisch und zahnmedizinisch genutzte Werkstoffe verarbeitet (= **Dentalwerkstoffe**). Die Verarbeitungsverfahren von Dentalwerkstoffen werden von den Herstellern der Dentalindustrie (= **Dentalproduzenten**) als Markenprodukte konzipiert, entwickelt und produziert, in Fachmedien und auf Großveranstaltungen (= **Dentalmessen**) vorgestellt und über Vertreter spezialisierter Handelsmärkte (= **Dentaldepots**) an Zahntechniker und Zahnärzte verkauft.

Jeder Zahnersatz ist eine Anwendung von Werkstoffen. Aus der Funktion des Zahnersatzes resultieren **Anforderungen** an das System der **Eigenschaften** sämtlicher daran und darin verarbeiteten Werkstoffe. Hierbei fordert die Funktion des Zahnersatzes, daß außer den medizinischen Anforderungen auch ökonomische, juristische, sozialpolitische und ethische Anforderungen zu erfüllen sind. Das **Verhältnis** zwischen gestellter Anforderung und Erfüllung derselben nennt man **Qualität** (lat.: qualitas = Verhältnis) [31]. Sie ist der Grad, in dem eine prothetische Versorgung sämtliche Anforderungen erfüllt: entweder ganz, teilweise oder gar nicht.

Insbesondere bei der Einführung neuartiger Werkstoffe und Werkstoffkombinationen benötigen sowohl die zahnmedizinische **Qualitätssicherung** als auch die zahnmedizinische **Forschung** Daten über die Werkstoffeigenschaften, um **Informationen** zu generieren, entlang derer sich die Qualität der prothetischen Versorgung beobachten, planen, prüfen, lenken und verbessern lässt. Die Zahnheilkunde unterhält deshalb eine eigene materialwissenschaftliche Sektion (= **Dentalwerkstoffkunde**), bestehend aus Laboratorien für Experimente, Analysen und Dokumentationen, in denen Werkstoffwissenschaftler in Kooperation mit Zahnärzten, Zahntechnikern, Naturwissenschaftlern und Ingenieuren die **Eigenschaften** und **Anwendungen** sowie die **Herstellung**, **Optimierung**, **Verarbeitung** und **Wiederverwendung** von Dentalwerkstoffen untersuchen. Der methodische Kern der Werkstoffprüfung ist die **Datenerhebung** am messbaren **Merkmal** der relevanten Werkstoffeigenschaft. Die Datenerhebung geschieht im Rahmen geplanter Messvorgänge (= **Prüfverfahren**) [14].

Das vom Zahnarzt vorbereitete und vom Zahntechniker angefertigte Kronen- oder Brückenwerkstück muß dauerhaft auf eine tragende Struktur im Munde des Patienten befestigt werden, um als **feststehender Zahnersatz** dienen zu können. Die tragende Struktur im Patientenmund, auf die man eine Krone oder Brücke befestigt, nennt man **Pfeiler** (engl.: **abutment**). Kronen- bzw. Brückenpfeiler bestehen entweder aus **Zahnhartsubstanz**, die im Rahmen der zahnärztlichen Präparation nach speziellen Präparationsregeln beschliffen wurde (*natürliches* Abutment = **Zahnstumpf** aus **Dentin**) oder aus einem **Dentalwerkstoff**, der außerhalb des Mundes die optimale Form erhält (*künstliches* Abutment = **Pfosten** aus einer **Legierung** oder einer **Keramik**).

Das künstliche Abutment wird in das einoperierte und nach der Heilung von oben freigelegte Implantat eingeführt. Danach wird die Krone/Brücke auf dem Abutment befestigt. Implantat-Abutment und die darauf zementierte Krone/Brücke werden zusammenfassend **Suprastruktur** oder **Suprakonstruktion** genannt.

Die endgültige Befestigung von festsitzendem Zahnersatz auf dem Abutment wird im zahnklinischen Sprachgebrauch **Zementierung** oder auch **Zementage** genannt. Die hierfür zum Einsatz kommenden Befestigungsmaterialien nennt man zusammenfassend **Dentalzemente** [91].

Dentalzement-Produkte lassen sich nach unterschiedlichen Kriterien klassifizieren. Aufgrund des Verarbeitungsaufwands unterscheidet man in der Praxis **konventionelle** Zemente und **adhäsive** Zemente. Aus technologischer Sicht handelt es sich jedoch bei jeder Zementierung um eine **Klebung**, was eine Abdichtung (**Verkittung**) und Dämpfung (**Unterfütterung**) des retentiv aufeinander gespannten Spalt-Gefüges impliziert. Sämtliche Dentalzemente sind also aus technologischer Sicht **Klebstoffe** [76].

„Gebrauchsfertige“ Zemente gibt es noch nicht. Bei allen Zementen müssen dosierte **Komponenten** unmittelbar vor dem Einsatz zu einer **Portion** angemischt und zügig verarbeitet werden.

Durch verschiedene **Rezepturen** der Inhaltsstoffe versuchen die Dentalproduzenten, möglichst alle Qualitäten in einem Produkt zu optimieren. Daher können die Zement-Produkte einer Materialklasse sowohl *zwischen* den Herstellern als auch die verschiedenen Chargen *eines* Produktes verschiedene chemische Zusammensetzungen aufweisen, was sich auf die gebrauchrelevanten Eigenschaften und somit auf die Eignung für klinische Anwendungen auswirken kann [91].

Eine der häufigsten Ursachen für das Misslingen prothetischer Kronen- und Brückenversorgungen ist die mangelhafte Befestigung. Der klinische **Erfolg** ist deshalb stark vom Prozess der Zementierung abhängig [29]. Der Zahnarzt muß vor jeder Zementierung die Palette aller „in Frage kommenden“ Zemente (Erfüllung der Mindestanforderungen = **minimale** Qualität) überschauen, deren Vor- und Nachteile pro Indikation abwägen und den „richtigen“, „besten“ Zement (Erfüllung der *vergleichsweise meisten* Anforderungen = **optimale** Qualität) auswählen und korrekt verarbeiten.

Ein **idealer** Zement (vollendete Erfüllung aller jemals denkbaren Anforderungen = **maximale** Qualität) existiert in der Realität nicht.

Die **5** gängigen **Materialklassen**, in die sich jeder kommerziell erhältliche definitive Befestigungszement einordnen lässt, lauten

- **Zinkoxid–Phosphat–Zement**
- **Carboxylat–Zement** (= **Polyakrylsäure–Zement**)
- **Glas–Ionomer–Zement** (= GIZ)
- **Kunststoff–modifizierter Glas–Ionomer–Zement** (= RMGIZ)
- **Kunststoff–„Zemente“**

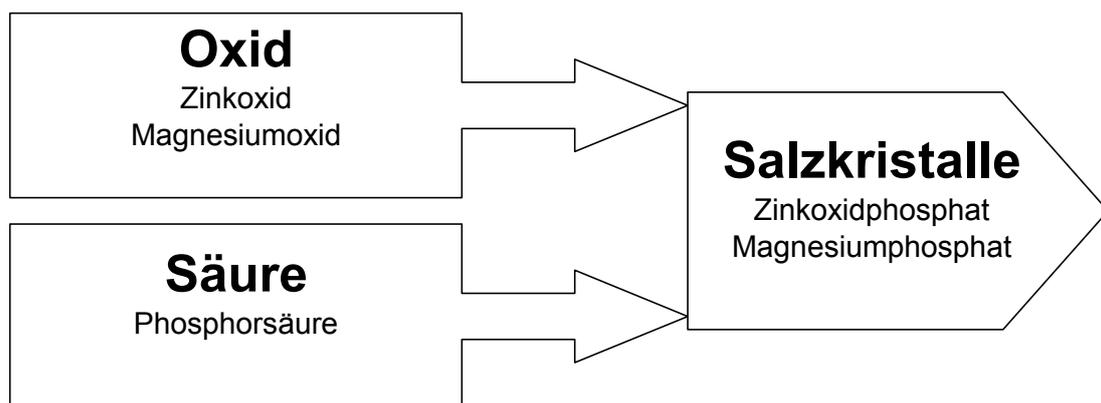


Abb. 1

Prinzip der Zinkoxid–Phosphat–Zemente

Zinkoxid–Phosphat–Zemente (Abb. 1) sind Zubereitungen eines Pulvergemenges aus 80 – 90 m% **Zinkoxid** (ZnO), 10 m% **Magnesiumoxid** (MgO) und einer wässrigen Lösung aus 55 – 67 m% **Phosphorsäure** (H_3PO_4). Das Pulver (lat.: **pulvis**) und die Flüssigkeit (lat.: **liquidum**) müssen in einem optimalen Verhältnis (= **P:L–Ratio**) abgeteilt und dann vermengt werden, indem eine kleine Portion des abgewogenen Pulvers in die Flüssigkeit gemischt wird, bis diese milchig homogen erscheint. Erst danach wird der große Rest des abgeteilten Pulvers portionsweise und *unter weit verstreichenden Bewegungen* in die Flüssigkeit eingemischt.

Die Phosphorsäure kristallisiert mit den metallischen Oxiden über 3 Stufen zu **Zinkphosphat** (von primär $Zn(H_2PO_4)_3$ nach tertiär $Zn_3(PO_4)_2$) und **Magnesiumphosphat**. Dabei werden saure **Hydronium-Ionen** (H_3O^+) und **Wärme** freigesetzt. Um das Erhärten (= **Abbinden**) zu verzögern und dadurch die Verarbeitungszeit zu verlängern, werden gekühlte Glas-Oberflächen (Glasplatten) als Misch-Unterlage empfohlen. Zusätzlich wird die Flüssigkeit mit **Aluminium-Ionen** (Al^{3+}) oder **Zink-Ionen** (Zn^{2+}) gepuffert (= **Puffer-Ionen**). Dadurch können „normalhärtende“ und „schnellhärtende“ Zinkoxid-Phosphat-Zement-Qualitäten angeboten werden.

Der **Wassergehalt** der Flüssigkeit liegt normalerweise bei 33 m%. Ändert sich der Wassergehalt (z.B. durch Wasserverdunstung aus der unverschlossenen Flasche oder kondensierendes Wasser aus der Luftfeuchtigkeit im Inneren der kühlschrank-gekühlten Flasche bei Raumtemperatur), verschiebt sich der **Ionisationsgrad** der Säure, was die Abbindeggeschwindigkeit des Zements verändert [24].

Die von AMES im Jahre 1892 eingeführten Zinkoxid-Phosphat-Zemente sind seit über 100 Jahren in der zahnärztlichen Praxis etabliert und weltweit verbreitet [50][5]. Eine kürzlich erschienene Meta-Analyse von über 4000 Fällen hat ergeben, daß $74\% \pm 2,1\%$ der mit Zinkoxid-Phosphat-Zement befestigten Kronen und Brücken über 15 Jahre ohne klinischen Misserfolg geblieben sind [34][25].

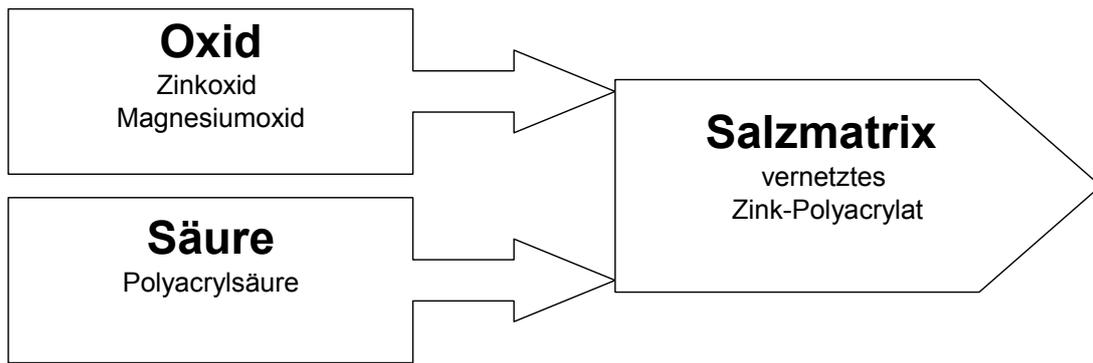


Abb. 2

Prinzip der Carboxylat-Zemente

Carboxylat-Zemente (= **Polyakrylsäure-Zemente**) (Abb. 2) sind Zubereitungen eines Pulvergemenges aus 80 – 90 m% **Zinkoxid** (ZnO), 10 m% **Magnesiumoxid** (MgO) (genau wie das Pulver bei Zinkoxid-Phosphat-Zementen) und einer wässrigen Lösung aus 40 m% **Polyakrylsäure** (mit Akrylrest $CH_2=CH-COOH$). Das zweiwertige Zink (Zn^{2+}) reagiert mit der Säure zu einer Matrix aus vernetztem **Zink-Polyakrylat**.

Polyakrylsäure-Zement reagiert weniger sauer als Zinkoxid-Phosphat-Zement und ist daher pulpaschonender.

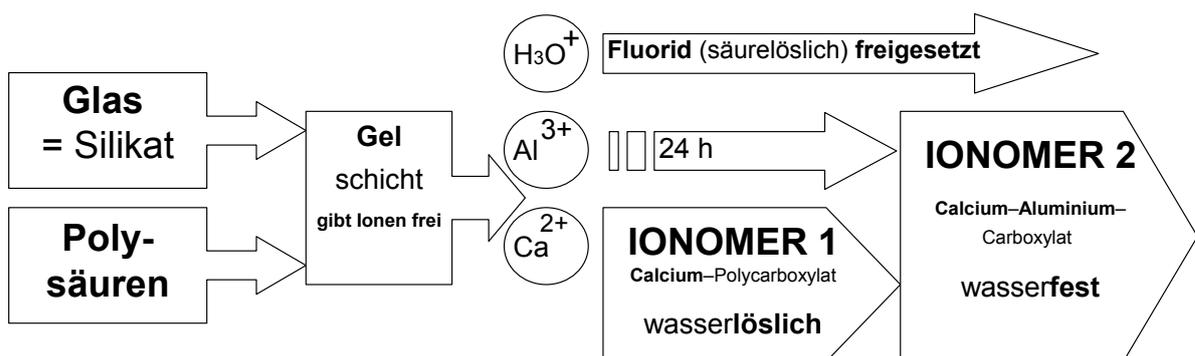


Abb.3

Prinzip der Glas-Ionomer-Zemente

Glas-Ionomer-Zemente (= Polyalkenoat-Zemente) (Abb. 3) wurden in den frühen 1970er Jahren eingeführt [116]. Es sind Pulver/Flüssigkeits-Zubereitungen. Das Pulver besteht aus „reaktivem Glas“ (= sphärische **Partikel** aus basischem **Strontium-Calcium-Aluminium-Silikatglas** (= $SiO_2 / Al_2O_3 / CaO / SrCO_3$). Die Flüssigkeit besteht aus einer bis zu 50 m%igen Lösung aus **Polysäuren** (= Co-Polymerisate aus **Acryl-**, **Methakryl-**, **Itaconsäure** und **Maleinsäure**). Der Zugabe von bis zu 5 m% **Weinsäure** ($C_4H_6O_6$) wird eine stabilisierende und abbinde-beschleunigende Funktion zugesprochen [46]. Während der Anmischung entsteht auf der Oberfläche der basischen Silikat-Glaspartikel durch die Wirkung der Polysäuren eine Gel-Schicht, aus welcher **Calcium-Ionen** (Ca^{2+}) und **Aluminium-Ionen** (Al^{3+}) im Austausch mit **Hydronium-Ionen** (H_3O^+) herausgelöst werden. Das Calcium diffundiert hierbei schneller als das Aluminium aus der gelösten Schicht heraus. Deshalb reagiert das Calcium-Ion als erstes mit den Polysäuren zu einem Ionomer, einer Matrix aus gel-artigem **Calcium-Polycarboxylat**, wodurch der Zement zwar initial erhärtet, *aber noch wasserlöslich* ist. Dies geschieht innerhalb der ersten 5 bis 10 Minuten. Erst im Laufe der darauf folgenden 24 Stunden lagert sich auch das Aluminium in diese Calcium-Polycarboxylat-Gelmatrix ein und stabilisiert diese, so dass erst nach 24h das *wasserunlösliche* **Calcium-Aluminium-Carboxylat** entsteht.

Über die Carboxylgruppe der Säuren ($R-COOH$) kann der Zement chemisch an Zahnhartsubstanz binden, ähnlich wie die Carboxylat-Zemente, wobei Carboxyl-Zemente weniger sauer abbinden. Glas-Ionomer-Zemente geben bei pH-Wert-Senkungen das säurelöslich gebundene **Fluorid** frei, welches dem Pulver gezielt für die Kariesprophylaxe hinzugefügt wird. Aufgrund dieser pH-induzierten Fluorid-Freisetzung wird den Glas-Ionomer-Zementen eine lokal langfristige kariesprotektive Wirkung zugeschrieben. Einige Kliniker meinen, daß der Zement dadurch sukzessive porös werden kann. Es gibt Produkte, bei denen die Säure-Komponenten in gefriergetrockneter Form im Silikat-Pulver enthalten sind und sich erst bei Kontakt mit Flüssigkeit lösen.

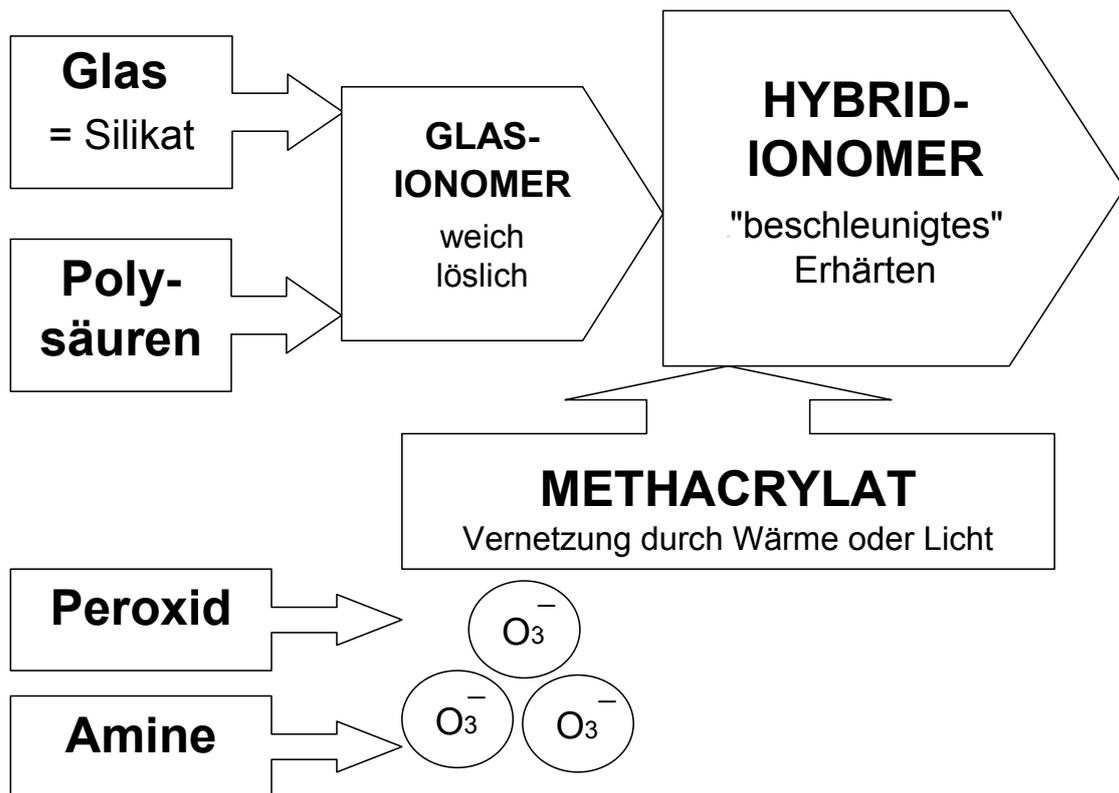


Abb. 4

Prinzip der kunststoffverstärkten Glas-Ionomer-Zemente

Kunststoff-verstärkte Glas-Ionomer-Zemente (= resin modified glass ionomer cement = RMGIC) (Abb. 4) werden auch **Hybrid-Ionomere** genannt. Es sind **Hybride** (lat.: hybrida = Kreuzung ungleicher Wesen), wobei dem Glas-Ionomer ein **Kunststoff-Anteil** in Form von **Monomeren** und radikalischen **Initiatoren** beigemischt werden. Je nach Art und Verhältnis dieser Kombination lassen sich theoretisch unendlich viele verschiedene Hybrid-Arten schaffen. Überwiegt der Kunststoff-Anteil eindeutig, so spricht man auch von **Compomer** (= **Composit-Ionomer**).

Hybrid-Ionomer erhärtet im Prinzip wie ein gewöhnlicher Glas-Ionomer-Zement durch saure Verstoffwechslung von Wasser, kann aber durch radikal-induzierte Vernetzung (z.B. durch „snap set“ bei 37°C oder unter Lichteinfluss) *beschleunigt erhärten*.

Im Vergleich zum „reinen“, nicht hybridisierten Glas–Ionomer–Zement sind Hybride *weniger feuchtigkeitsempfindlich*, da der Glas–Ionomer–Nachteil (vorübergehende Wasserlöslichkeit) durch den *hydrophoben* Kunststoff–Anteil kompensiert wird. Hybride sind *leichter zu handhaben*, da der Zeitpunkt des Erhärtens im erwünschten Moment der Zementierung durch die Mundtemperatur („snap set“ bei 37°C) oder aber vom Zahnarzt (Anwendung von Polymerisations–Licht) erreicht wird.

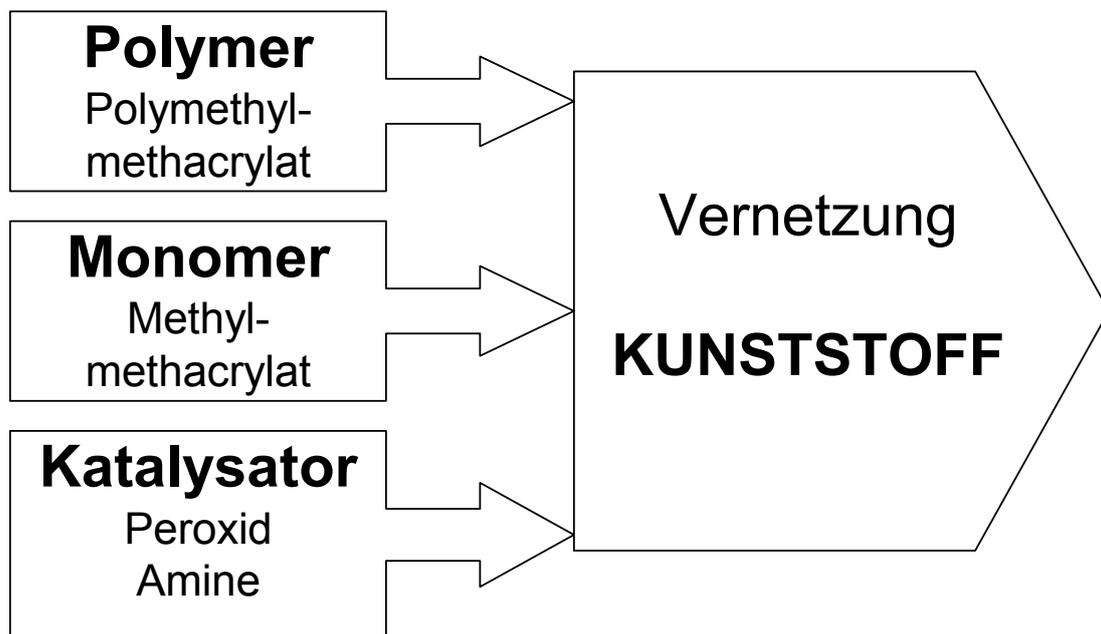


Abb. 5

Prinzip der Kunststoff–„Zemente“

Die sogenannten Kunststoff–„Zemente“, auch **Resin–Zemente** genannt (engl.: resin = Harz) (Abb. 5) sind **reine Kunststoffe** ohne anorganische Füll–Partikel, also im chemischen Sinne keine Zemente, sondern Zwei–Komponenten–Reaktions–Klebstoffe. Der funktionelle Begriff „Zement“ hat sich dennoch im klinischen Sprachgebrauch so stark durchgesetzt, daß auch die neuartigen und seltener verwendeten Befestigungs–Kunststoffe als „Zemente“ angesprochen werden.

Kunststoff–Zemente bestehen aus

- **Polymer**
als Puder aus feinkörnigen **Polymethylmethakrylat**–Partikeln (= **PMMA**)

- **Monomer**
als Flüssigkeit aus **Methylmethakrylat**–Monomeren (= **MMA**)
mit beigefügtem **Peroxid** (meistens Benzoyl–Peroxid)

- **Katalysator**
als Flüssigkeit aus reduktionsfähigen Molekülen, z.B. **Sulfinsäure**
(Toluol–Sulfinsäure) oder **tertiäre Amine** (Dimethyl–Toluidin).

MMA–Flüssigkeit und Katalysator–Flüssigkeit müssen je nach Konzentration in einem optimalen Verhältnis gemischt werden. Dabei reagiert das Peroxid in der MMA–Flüssigkeit mit der reduktionsfähigen Substanz im Katalysator. Diese Reaktion setzt **Radikale** frei (= Starter–Radikale). Das Radikal trägt ein einzelnes Elektron und ist deshalb hochreaktiv. Da MMA ein Derivat der **Akrylsäure** ($CH_2 = CH - COOH$) ist, beinhaltet es wie diese eine ungesättigte Bindung (= Doppelbindung). Das Starter–Radikal reagiert nun mit der Doppelbindung des MMA. Dadurch werden die Monomere „aktiviert“, d.h. die Doppelbindung des MMA öffnet sich: die Monomere beginnen, miteinander zu reagieren.

In diese „aktivierte“, bereits reagierende flüssige Mischung wird das PMMA–Pulver hinzugegeben. Die Monomere polymerisieren (=“vernetzen“) zu einem dichten Netz um die PMMA–Partikel. Dadurch erhärtet der Kunststoff exotherm und unter merklicher Wärmeentwicklung. Der ungünstigerweise dafür verwendete Begriff **Kalt–Polymerisation** bezieht sich nicht auf die erhebliche Reaktionswärme (*Schwelbrandgefahr bei Entsorgung mit brennbaren Stoffen!*), sondern auf den Unterschied zur **Heiß–Polymerisation**, bei der die Starter–Radikale nicht *chemisch* (= „kalt“), sondern durch *Wärme* oder *Licht* (= „heiß“) freigesetzt werden [10].

Nach der Zementierung (= Klebung) befindet sich der erhärtete Dentalzement (= Klebstoff) in einer mikrometerfeinen **Fuge** zwischen den Feststoff–Oberflächen. Die dadurch aneinander klebenden Feststoffkörper bilden über ihre Grenzflächen zur Klebstoffschicht ein mechanisch beanspruchbares System, das **Haftverbund–System** [27][48]. Die Verbindung von Feststoffkörpern mittels eines Klebstoffes nennt man **adhäsiven Haftverbund**. Der adhäsive Haftverbund ist eine Kombination aus zwei Bindungsarten:

- Verankerungen und Bindungen *innerhalb* der Klebstoffschicht
(= **Kohäsion**)
- Verankerungen und Bindungen *an den Grenzflächen d.h. zwischen der Oberfläche des Feststoffs und der Oberfläche des Klebstoffs*
(= **Adhäsion**).

Bei der **Adhäsion** wird unterschieden zwischen

- (1) mechanischem und
- (2) chemischem Haftverbund:

(1) Der **mechanische Haftverbund** basiert auf einer physikalischen Verankerung des Klebstoffs auf der Feststoff–Oberfläche und ist daher an jeder adhäsiven Grenzfläche anzutreffen, da es keine ideal–glatte, strukturlose Feststoff–Oberfläche gibt.

Wird die Rauheit der Feststoff–Oberfläche vor der Klebung gezielt vergrößert (z.B. durch **Anrauen**, **Anätzen** oder **Sandstrahlen**), so fließt der Klebstoff (entlang seiner Fähigkeit zur Benetzung) in die Vertiefungen der Mikrostrukturen auf den vorbehandelten Oberflächen hinein und bildet nach dem Aushärten Verankerungen auf mikroskopischer Ebene (= **Mikroretentionen**). Diese gezielte Ausbildung von Mikroretentionen ist die Basis für den **mikromechanischen Haftverbund**.

(2) Der **chemische Haftverbund** basiert auf einer chemischen Reaktion zwischen Klebstoff und Feststoff–Oberfläche. Hierbei bildet eine reaktive Gruppe des Klebstoffes eine kovalente Bindung mit einer reaktiven Gruppe der Feststoff–Oberfläche.

Wird ein Haftverbund–System mechanisch beansprucht, so wird **Kraft** in das System eingeleitet. Die Festigkeitslehre unterscheidet verschiedene **Belastungsarten** und **Belastungsfälle** in Abhängigkeit von der Richtung und Häufigkeit der Krafteinleitung. Die am häufigsten auftretende Belastungsart ist eine Kombination aus **Zugkraft** und **Scherkraft** [40].

Indem das Haftverbund–System den beanspruchenden Kräften widersteht, gerät es unter **Spannung**. Die Kombination aus Zug– und Scherkräften verursacht also eine **Zug–/Scherspannung** im System. Hierbei ist die **Festigkeit** eines Haftverbund–Systems die maximal absorbierbare Spannung, auch **Haftverbundfestigkeit** genannt.

Gemäß der bekannten Formel **Spannung = Kraft pro Fläche** ist die Einheit der Haftverbundfestigkeit **N/mm²** oder **MPa** (= MegaPascal).

Verursacht die Krafteinleitung eine Überschreitung der **Grenzspannung** eines Haftverbund–Systems, so wird der Haftverbund aufgehoben und die Festkörper trennen sich dauerhaft voneinander.

Bei spröden Klebstoffen wie z.B. bei Dentalzementen nennt man das Ereignis der dauerhaften Auftrennung einen **Bruch**.

Man unterscheidet zwei Bruch–Arten:

- 1.) das Durchtrennen der Klebstoffschicht
(= **kohäsiver** Bruch–Modus)

- 2.) die Auftrennung entlang einer Grenzfläche
(= **adhäsiver** Bruch–Modus).

Die Adhäsion eines Haftverbund–Systems ist von der physikalischen und chemischen Beschaffenheit der geklebten Feststoff–Oberflächen abhängig. Aufgrund dieses Zusammenhangs wird versucht, die Festigkeit von Haftverbund–Systemen zu erhöhen, indem man die Feststoff–Oberflächen physikalisch und chemisch vorbehandelt (= **Oberflächen–Konditionierung**).

Bei der **mechanischen** Oberflächen–Konditionierung wird das Oberflächenprofil der Feststoff–Oberflächen mikroretentiv strukturiert, um über Mikroretentionen den mikromechanischen Haftverbund zwischen Klebstoff und Feststoff zu erhöhen. Beispiele aus dem dentaltechnologischen Bereich sind der Einsatz rotierender Diamantschleifer (= **Anrauhern**), starker Säuren (= **Anätzen**) und das Abstrahlen mit einem strahlmittel–versetzten Luftdruckstrahl zwischen 2 und 4 bar (= **Sandstrahlen**). Als Strahlmittel werden Partikel aus **Korund** (= Aluminiumoxid = Al_2O_3) unterschiedlicher Reinheits–Güte (reines Strahlmittel = geringer Unterschied der Partikelgröße) angeboten.

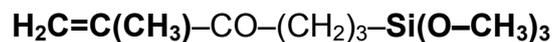
Bei der **chemischen** Oberflächen–Konditionierung [107] wird das Oberflächenprofil der Feststoffoberflächen vor der Klebung chemisch aktiviert, um einen chemischen Haftverbund durch Ausbildung kovalenter Bindungen zwischen reaktiven Bestandteilen des Klebstoffs und des Feststoffs zu erschaffen.

Ein Beispiel aus dem dentaltechnologischen Bereich ist das **Silanisieren** von silikathaltigen Oberflächen (z.B. Glaskeramiken), wodurch ein chemischer Verbund mit Kunststoffen ermöglicht wird.

Silanisieren bedeutet, daß eine alkoholische Lösung des Silan-Moleküls auf eine silikathaltige Oberfläche aufgetragen wird, um dort ohne Anwendung von Druckluft allmählich zu reagieren und auszudunsten.

Das Silan-Molekül **MPS** [59]

Methakryl-3-Oxypropyl-Trimethoxysilan



trägt zwei reaktive Gruppen: die **Methakryl-Gruppe** ($\text{H}_2\text{C}=\text{C}(\text{CH}_3)-$) und die **Silanol-Gruppe** ($-\text{Si}(\text{O}-\text{CH}_3)_3$). Beim Auftragen der alkoholischen Silan-Lösung reagiert die siliziumhaltige Silanol-Gruppe mit dem Silikat der Feststoff-Oberfläche. Dabei wird **Methylalkohol** (CH_3OH) abgespalten, der allmählich verdampft. Die Doppelbindung der Methakryl-Gruppe kann in die Polymerisation von Kunststoff-Monomeren miteinbezogen werden, z.B. beim Erhärten eines monomerhaltigen Zements.

Dadurch entsteht der chemische Haftverbund zwischen silikathaltiger Oberfläche, über die Haftvermittlung durch das Silan-Molekül bis zum Polymer des vernetzten, kunststoffhaltigen Befestigungszements.

Möchte man anhand einer Silanisierung eine silikatfreie Werkstoffoberfläche (z.B. ein Metall oder eine silikatfreie Keramik) mit einem Kunststoff verbinden, so muß die silikatfreie Oberfläche vorher silikatisiert werden, sonst findet die Silanol-Gruppe des Silan-Moleküls keinen reaktiven Partner.

Zum Zwecke der **Silikatisierung** von Werkstück-Oberflächen wurde das **Rocatec®-System** (3M ESPE AG, Seefeld in Oberbayern, Deutschland) entwickelt. Es war ursprünglich ein dentaltechnologisches Verfahren zur Silikatisierung metallischer Oberflächen vor ihrer Verblendung mit Kunststoffen, z.B. für Kunststoffverblendungen auf metallischen Restaurationen, wie sie für die provisorische Reparatur gebrochener Keramik-Verblendungen an Modellgussprothesen bis zur Neuanfertigung noch heute benötigt werden. Seit der Einführung monomerhaltiger Befestigungszemente dient Rocatec® auch zur Silikatisierung der Klebstoffseite metallischer Restaurationen vor der Silanisierung und definitiven Befestigung mit einem monomerhaltigen Zement.

Die Rocatec®-Konditionierung einer Oberfläche geschieht in drei Stufen [41]:

(1) **Sandstrahlung** mit **Rocatec®Pre**

Rocatec®Pre ist ein Strahlpulver aus hochreinem Al_2O_3 (= Edelkorund). Die Strahlgut-Partikel haben eine mittlere Korngröße von **110µm** und werden unter einem Strahldruck von **mindestens 2,8 bar** auf die Werkstoff-Oberfläche geschossen. Die aufprallenden Korund-Partikel hinterlassen auf der Feststoff-Oberfläche eine Mikrostruktur in Form von Vertiefungen. Dadurch wird die Rauheit des Oberflächenprofils standardisiert und die Oberfläche gleichzeitig gereinigt.

(2) **Silikatisierung** mit **Rocatec®Plus**

Rocatec®Plus ist ein Strahlpulver aus Edelkorund mit beigefügten Partikeln aus Siliziumdioxid (SiO_2). Die hohe Reibungswärme beim Auftreffen auf die Werkstoff-Oberfläche lässt die SiO_2 -Partikel schmelzen (= **tribochemische Reaktion**) und erzeugt eine feine Siliziumoxid-Schicht (= **Silikatisierung**). Diese Schicht ist die chemische Basis für die Silan-Haftvermittlung zu den reaktionsbereiten Kunststoff-Monomeren im definitiven Befestigungszement.

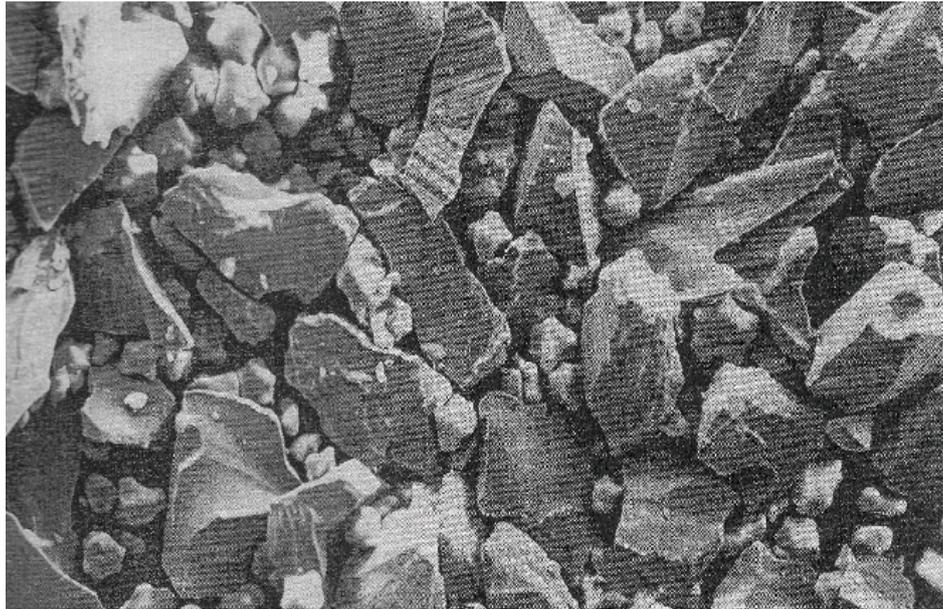


Abb. 6

Rocatec®Plus (Quelle: Thompson, Dental School, Baltimore, USA)

Abb. 6 zeigt das Strahlgut Rocatec®Plus bei 100-facher Vergrößerung. Man erkennt das Siliziumoxid als kleine, unregelmäßig geformte Partikel zwischen den größeren Korund-Partikeln.

(3) Silanisierung mit einer Silan-Lösung

Nach erfolgter Silikatisierung wird die Werkstoff-Oberfläche silanisiert, indem eine silan-haltige Lösung aufgebracht wird. Der Hersteller empfiehlt hierfür das firmeneigene, MPS-haltige **ESPE®Sil**.

CAVE: Der Begriff „**Silikatisieren**“ darf nicht mit dem Begriff „**Silanisieren**“ verwechselt werden. Der alternativ für „Silikatisieren“ anzutreffende Begriff „**Keramisieren**“ ist nur bedingt richtig, da nicht alle Keramiken siliziumhaltig sind. Es gibt silikatfreie Keramiken, beispielsweise die Oxidkeramiken.

Zirkoniumdioxid (= ZrO_2)

Die Oxidkeramik **Zirkoniumdioxid** (auch: **Zirkonoxid** oder engl.: **zirconium oxide** oder **zirconia**) ist eine biokompatible, weiße und extrem bruchresistente Keramik. Der Wernigeroder Chemiker Martin Heinrich **KLAPROTH** (1743–1817) entdeckte das Oxid in dem natürlichen Mineral **Zirkon**, das in der Antike als orientalischer Schmuckstein bekannt war und von den Persern „zargoun“ genannt wurde, woraus sich der Name für das chemische Element **Zirkonium** herleitet [86].

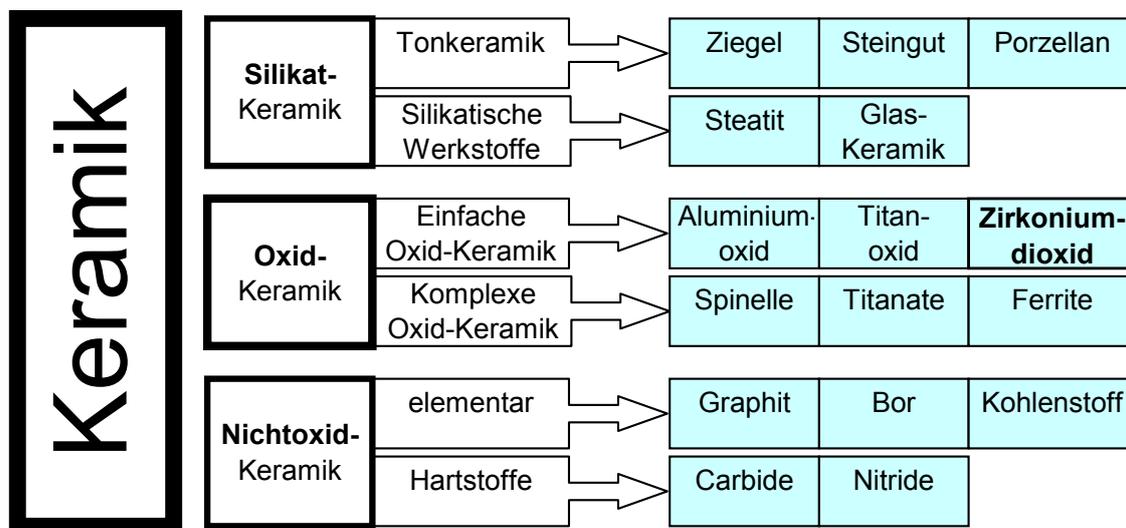


Abb. 7

Einordnung des Zirkoniumdioxids in die keramischen Werkstoffe nach [43]

Abb. 7 zeigt die Einordnung des Zirkoniumdioxids in die Klassifikation der keramischen Werkstoffe. ZrO_2 ist eine **Oxidkeramik**, d.h. sie beinhaltet **keine Glasmatrix** und deshalb beinhaltet sie **kein Silizium**.

In Abhängigkeit vom Herstellungsprozess lassen sich verschiedene Qualitäten von Dentalkeramiken produzieren [36]. Reines Zirkoniumdioxid durchläuft während der Abkühlung der Schmelze bis auf Raumtemperatur eine polymorphe Phasentransformation, bei der die Kristallite in verschiedenen Erscheinungsformen (= **Modifikationen**) [117] auftreten.

In der Schmelze (2680°C) findet man nur kubische Kristallite (= **kubische Phase**), ab 2370°C nur tetragonale Kristallite (= **tetragonale Phase**) und ab 1170°C nur monokline Kristallite (= **monokline Phase**).

Versetzt man das Zirkoniumdioxid während des Herstellungsprozesses mit stabilisierendem Metall-Oxid, z.B. mit 3–6 m% des Metalloxids **Yttriumoxid** (Y_2O_3), so verharrt ein Teil der Zirkoniumdioxid-Kristallite in der tetragonalen Phase: nach Abkühlung auf Raumtemperatur liegt dann eine besondere Qualität des Zirkoniumdioxids vor, die (je nach Dosierung des Y_2O_3) eine anteilige Mischung aus tetragonalen und monoklinen Kristalliten enthält, das Polykristallit **Y-TZP** (= yttrium-dotiertes tetragonal stabilisiertes Zirkoniumdioxid Polykristallit) [39][119] [66][100]. In englischsprachigen Artikeln findet man hierfür auch die Bezeichnung **YPSZ** (= yttrium-oxide-partially-stabilized zirconia).

Das Material Y-TZP reagiert auf mechanische Stress-Spitzen (z.B. bei einer Riss-Initiation), indem die tetragonalen Kristallite lokal in die monokline Modifikation transformieren. Diese lokale Transformation geht mit einer **Volumenzunahme** der Kristallite um 3–5% einher, vergleichbar mit dem Aufpumpen eines Unfall-„Airbag“. Dadurch wird die Energie der Riss-Spitze umgelenkt und zerstreut, die Rissfortpflanzung eingedämmt und ein Dauerbruch der Keramik verhindert [35]. Dieser besondere Verstärkungsmechanismus namens „**transformation toughening**“ verleiht dem Y-TZP besondere physikalische Werkstoffeigenschaften [106][90][70].

Dazu zählen vor allen Dingen die extrem hohe **Eigenfestigkeit**, eine hohe **Biegefestigkeit** (900–1200 MPa), eine große **Härte** (1200 Vickers) und eine ausgeprägte **Risszähigkeit** (12 MPa m^{-1/2}) [51][22][109], was dem Material den Beinamen „**keramischer Stahl**“ eingetragen hat [35].

Aufgrund der guten Stabilität [23][47] und der Biokompatibilität [3][4] wird ZrO_2 in der Humanmedizin [20] und Zahnmedizin [2][74] verwendet. Hierfür kommt ein synthetisch hergestelltes, hochreines ZrO_2 zum Einsatz [1][60]. Seit den später 1980er Jahren wird Y-TZP von der Medizintechnik als Werkstoff für orthopädische Endoprothesen (künstliche Hüftgelenke) erfolgreich eingesetzt. Die Kombination aus extremer Biegefestigkeit, Biokompatibilität, Wärmeisolation und heller Färbung weckte Anfang der 1990er Jahre das Interesse der Zahnheilkunde.

1993 wurde Y-TZP erfolgreich als Keramik für dentale Zahnwurzel-Implantate an Tieren getestet [3]. Mitte der 1990er Jahre wurden endodontische Wurzelstifte eingeführt [95][75][96][30][33] und Y-TZP-Abutments für die Suprakonstruktion über dentalen Implantaten entwickelt [101]. Im gleichen Zeitraum erschienen auch erste Untersuchungen zum Einsatz von Zirkoniumdioxid-Keramik in der zahnärztlichen Prothetik [64][65][118].

Gegen Ende der 1990er Jahre wurde durch die Weiterentwicklung CAD/CAM-gestützter Fertigungsverfahren (computer-aided design / computer aided manufacturing) [78] erreicht, Y-TZP als Hartkernkeramik für die Fertigung von Kronen- und Brückengerüsten maschinell zu verarbeiten [66][102][108][112].

Die CAD/CAM-Verarbeitungsverfahren wurden stetig weiterentwickelt, wodurch es gelang, die Effizienz der Verarbeitungszeit zu steigern und den Materialverschleiß zu senken, indem das geplante Werkstück von Fertigungsrobotern anhand eines Lasers gescannt und aus teilgesinterten Y-TZP-Rohlingen gefräst wurde, um erst danach unter kontrollierten Bedingungen hartgesintert zu werden [63]. Das Ergebnis dieses Vorgehens waren ressourceneffizient hergestellte Y-TZP-Werkstücke von sehr hoher Präzision.

Seit über 30 Jahren wird das biokompatible und korrosionsresistente **Titan** als metallischer Werkstoff für dentale Implantate eingesetzt [54]. Allerdings kann die graumetallische Eigenfarbe bei ungünstigen Weichgewebsverhältnissen im oberen Front- und Seitenzahnbereich zu ästhetischen Problemen führen [44][118]. Angeregt durch eine Kontroverse über die Gefahr einer allergischen Sensibilisierung gegen Titan [61][110][11][65][99][115] wurde an der Universität Freiburg im Jahre 2003 erstmals ein dentales Implantat aus Y-TZP beim Menschen implantiert [60]. Das unattraktiv graue Titan wurde bei diesem Versuch ganz gegen das weiße Zirkoniumdioxid ausgetauscht und die ganze Versorgung vom Implantat über das Abutment bis zur Krone wurde aus Y-TZP gefertigt. Das Gerüst wurde mit einem Glas-Ionomer-Zement befestigt. Dies war die erste dokumentierte klinische Anwendung des Haftverbund-Systems [ZrO₂-Zement-ZrO₂]

Über die Haftverbundfestigkeit von Y-TZP zu Kunststoffen liegen vergleichsweise wenige werkstoffkundliche Studien und praktisch keine klinische Erfahrungen vor [13][59][62][87]. Die verfügbaren Studien verwenden darüber hinaus verschiedene Prüfmethoden [93][28][12], so daß die Ergebnisse uneinheitlich sind und kontrovers diskutiert werden [67].

Für den Kunststoff-Verbund auf konventioneller **Glaskeramik** hat sich die Oberflächen-Konditionierung durch Anätzen mit Fluss-Säure (HF) und Silanisierung etabliert [59][80][28]. Eine große Auswahl von Produkten in unterschiedlicher Monomer-Zusammensetzung steht hierfür zur Verfügung [91]. ZrO₂ ist keine Glaskeramik. Die Oberflächen-Konditionierung durch Anwendung von Fluss-Säure bewirkt keine Erhöhung der Haftverbundfestigkeit zwischen Zirkoniumdioxid und Befestigungs-Kunststoffen [94], da Y-TZP eine polykristalline Oxidkeramik ist und keine Silikat-Matrix aufweist, die sich mit Fluss-Säure anätzen ließe [98]. Das alleinige Silanisieren unbehandelter Zirkoniumdioxid-Oberflächen kann den chemischen Haftverbund nicht steigern, denn das Silan braucht eine Silikat-Oberfläche, um mit ihr zu reagieren [85][58].

Um den Haftverbund zwischen Kunststoff–Zementen und Y–TZP zu steigern, wenden KERN und WEGNER (1998) das Rocatec®–System auf experimentell hergestellten Prüfkörpern aus Zirkoniumdioxid an [59], um die Haftverbundfestigkeit zu einem Bestandteil vieler Kunststoff–Zemente, dem bekannten BOWEN–Monomer **BisGMA** (= **Bisphenol–Glycidylmethakrylat**) zu testen [8][35]. Sie erkannten, daß die tribochemisch silikatbeschichteten Prüfkörper eine rund *doppelt so hohe* Haftverbundfestigkeit aufwiesen als Prüfkörper, die lediglich sandgestrahlt (14 MPa) bzw. sandgestrahlt und ohne Silikatschichtung silanisiert (15,1 MPa) wurden.

Im Jahre 2004 entwickelten LANGE, ERTL und VÖLKL eine spezielle Prüfkörper–Kombination aus Y–TZP, wodurch sich die klinische Situation eines Kronengerüsts auf einem Abutment in vitro geometrisch genauer nachahmen ließ [62].

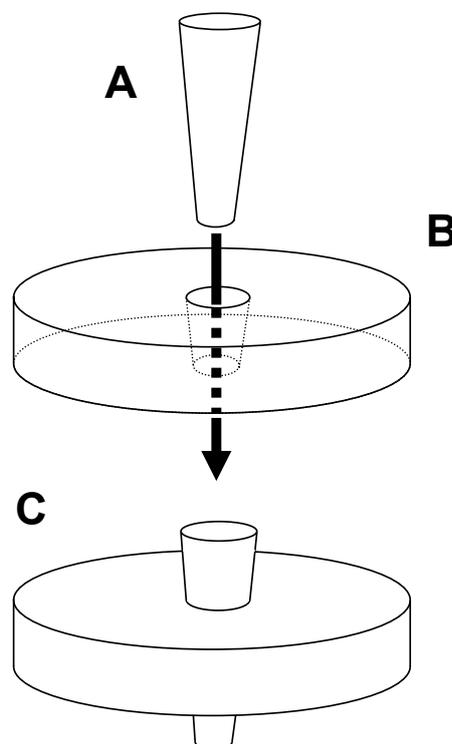


Abb. 8

Schema der Prüfkörper–Einzelteil–Kombination

Abb. 8 zeigt das Prüfkörper–Schema nach LANGE et al. [62].

Der sonnenblumenkerngroße, kegelzylindrische **Konus (A)** passt aufgrund seiner Konizität von 6° mit dem mittleren Drittel seiner Mantelfläche genau in die zentrale Profilbohrung der münzgroßen **Scheibe (B)**. Die Profilbohrung durch die Radachse der Scheibe verjüngt sich mit einer Konizität von ebenfalls 6° , wodurch die Öffnung des Kanaleingangs einen größeren Durchmesser hat als die Öffnung des Kanalausgangs. Durch Einführen in die größere Kanalöffnung lässt sich der Konus passgenau mit der Scheibe zu einer Art Kreisel kombinieren (**C**).

Aufgrund der neuen Prüfkörper–Geometrie mit der integrierten Konizität von 6° konnte der Kegelwinkel künstlicher Abutments nachgeahmt werden [81], was der klinischen Situation der Zementierung von Suprakonstruktionen bereits sehr nahe kam.

Durch apparative Erweiterung und Optimierung des Prüfkörper–Konzepts von LANGE et al. entstand unter der Leitung von GEIS–GERSTORFER (Universität Tübingen) das „**Tübinger Prüfverfahren**“, dessen erstes Dokument die vorliegende Dissertation ist. Das Verfahren misst die Zug–/Scherfestigkeit dentaler Haftverbund–Systeme vor und nach Wasserlagerung und Thermozyklisierung. Konzeptionelles Ziel war eine optimale Annäherung der Prüfmethode an die klinischen Gegebenheiten im Rahmen einer definitiven Zementierung und dem bestimmungsmäßigen Gebrauch des zementierten Zahnersatzes in den ersten 3 Jahren. Folgende Einflussfaktoren der Haftverbundfestigkeit wurden beachtet und den klinischen Gegebenheiten angenähert:

- (1) **Zementierlast**
- (2) **Temperatur**
- (3) **Thermozyklische Stressung**
- (4) **Dosierung**

(1) **Zementierlast**

Die Zementierlast (engl.: **cementation load**) ist diejenige Last, die im Rahmen einer definitiven Befestigung über die Dauer des Abbindens der Zementschicht auf der Restauration lastet [27]. Im Moment der Zementierung wird der Zement in der Konkavität der Krone in Abhängigkeit von der Zementierlast und der Viskosität der Zementportion zum Fließen gebracht und benetzt dabei die Oberflächen, während sich das Gefüge zwischen Krone und tragender Struktur ausbildet. Der Zement-Überschuss tritt dabei durch den zirkulären Rand-Spalt aus und muß vom Zahnarzt nach der initialen Erhärtung des Zements entfernt („versäubert“) werden. In der 20–40 µm feinen Fuge zwischen den Oberflächen bildet der verbliebene, erhärtete Zement die Klebstoffschicht des Haftverbund-Systems.

Man weiß, daß Zementierlasten zwischen 2kg und 10kg die vertikale Lage einer mit Zinkoxid-Phosphat-Zement befestigten Krone um durchschnittliche 63 µm verändern können [38]. Gemäß der Jørgensen-Formel $f = y \sin \theta$ [49] für die Berechnung der Zementschicht-Dicke f an den axialen Kronenwänden (in Abhängigkeit von der Elevation der Krone y und dem Präparationswinkel des Abutments θ (= Hälfte des Konuswinkels α) erhält man bei einem Unterschied von $y = 63 \mu\text{m}$, einem empfohlenen Konuswinkel $\alpha = 6^\circ$ und einem daraus folgenden Präparationswinkel $\theta = 3^\circ$ einen Unterschied der Filmdicke von $f = 3,3 \mu\text{m}$. Die Verringerung der Zementschicht-Dicke legt die Vermutung nahe, daß dadurch die Haftverbundfestigkeit verändert wird.

Das Tübinger Verfahren kann diesen Unterschied experimentell erfassen, indem es die Zementierung der Prüfkörper **unter definierter Zementierlast** ermöglicht.

(2) Temperatur

Labortests werden gewöhnlich bei Raumtemperatur vorbereitet und durchgeführt [91]. Es ist jedoch bekannt, daß sich die Haftverbundfestigkeit kunststoffhaltiger Klebstoffe im Verhältnis zur Temperatur verändern kann [105].

Das Tübinger Verfahren ermöglicht es, sowohl die Zementierung als auch die Datenerhebung bei **exakt 37°C** und im **feuchten** Medium vorzunehmen, ohne Veränderungen am Versuchs–Aufbau zwischen Zementierung, Lagerung und Messung in Kauf zu nehmen.

(3) Thermozyklische Stressung

Das Haftverbund–System einer definitiv befestigten prothetischen Restauration muß über eine lange Zeit der physikalischen und chemischen **Stressung** im Laufe des bestimmungsmäßigen Gebrauchs im Mund widerstehen können, ohne seine Eignung zur Erfüllung der daran gestellten Anforderungen einzubüßen [22]. Zu den physikalischen Beanspruchungen des Haftverbund–Systems zählt der **Temperaturwechsel** beim Genuss unterschiedlich temperierter Speisen (z.B. bei gleichzeitigem Verzehr von kühler Eis–Crème und heißem Kaffee). In sehr kurzer Zeit können die Temperaturen in der Mundhöhle zwischen den Extremen **9°C** und **52°C** schwanken [79]. Dies stellt eine Stressung des Haftverbund–Systems durch thermische Wechselbelastung dar. Die Folge hiervon kann eine sukzessive **Qualitätsminderung** („Ermüdung“, „Alterung“) des Haftverbund–Systems sein, was allmählich zu einer Reduktion der Haftverbundfestigkeit führt und im **Versagen** des Haftverbundes gipfeln kann (z.B. durch allmähliche Auflösung, Riss–Bildung oder durch spontanen Bruch) [83].

Die klinische Stressung durch die thermische Wechselbelastung wird im Prüflaboratorium in vitro simuliert, indem die Prüfkörper in einer Wechselbad–Maschine einer zyklischen Belastung durch geplante Wechselbäder ausgesetzt werden (= **Thermozyklisierung**). Dabei werden die Prüfkörper zwischen den Wasserwannen nach einem definierten Zeitplan hin– und hergehoben.

Thermozyklisierung wird für die künstliche Alterung von Haftverbund-Systemen aus Y-TZP zu Kunststoffen im Rahmen von in-vitro-Untersuchungen empfohlen [114]. 15000 Wechselbad-Zyklen entsprechen hierbei einem klinischen Stress von etwa drei Jahren. Ein mögliches und klinisch nahes Temperaturdifferenz-Intervall für dieses Verfahren der künstlichen Alterung ist das Bad zwischen **5°C** und **55°C**. Es liegt im empfohlenen Intervall zwischen 0°C und 67°C [97].

(4) **Dosierung**

Das Masse-Verhältnis von Pulvermenge (lat.: **pulvis**= Pulver) zu Flüssigkeitsmenge (lat.: **liquidum**= Flüssigkeit) je Portion wird **P:L-Verhältnis** genannt. Dieses Verhältnis beim Anmischen von Pulver und Flüssigkeit beeinflusst klinisch relevante, qualitative Eigenschaften der Zement-Portion, z.B. die Fließfähigkeit, Verarbeitungszeit, Festigkeit und Mundbeständigkeit. Durch **Dosierungsfehler** werden diese Zementeigenschaften negativ beeinflusst und können im ungünstigsten Fall die Gesundheit des Patienten direkt und indirekt beeinträchtigen. Beispielsweise führt eine 30%ige Reduktion des P:L-Verhältnisses bei Zinkoxid-Phosphat-Zementen zu einer 26%igen Reduktion der Druckfestigkeit [15].

Die klinische Relevanz von Dosierungsfehlern bei frei abteilbaren Pulver/Flüssigkeits-Systemen wird von einigen Studien als *gering* eingestuft [92][53]. Allerdings lassen sich auch Fehler mit geringer klinischer Relevanz *vollständig* vermeiden. Die Dosierung der Zement-Komponenten durch eine Feinmess-Waage mit aktueller Eichung kann im Rahmen des Qualitätsmanagements in jede zahnärztliche Praxis eingeführt werden [31].

Auf diese Weise können die quantitativen Angaben der Dentalproduzenten korrekt umgesetzt werden. Das Tübinger Prüfverfahren schaltet Dosierungsfehler aus, indem es die **Manipulierbarkeit** von Pulver/Flüssigkeits-Systemen in die Überlegung mit einbezieht. Die Herstellerangaben zur Dosierung werden quantifiziert und frei abteilbare Komponenten werden mit einer kalibrierten Feinmesswaage gesichert.

Ziel der Studie

Wissenschaftliches Ziel der vorliegenden Dissertation war es, entlang des Tübinger Verfahrens die Bruchfestigkeit von 7 verschiedenen, für ihre Materialklasse repräsentativ gewählten Zement-Produkten unter statischer Zug-/Scherbelastung zu messen und zu vergleichen.

Folgende Fragen wurden gestellt und hypothetisiert:

Frage 1

Weisen unterschiedliche Zement-Zubereitungen *unterschiedliche Bruchfestigkeiten* auf?

Nullhypothese 1

Es resultieren keine signifikanten Unterschiede zwischen den Haftverbundfestigkeiten

- aller geprüften Zement-Zubereitungen
- nach 24h-Wasserlagerung bei 37°C
- und definierter Zementierlast.

Frage 2

Weisen ebenso behandelte Zement-Zubereitungen *unterschiedliche Bruchfestigkeiten* auf, *nachdem sie thermozyklisiert wurden?*

Nullhypothese 2

Es resultieren keine signifikanten Unterschiede zwischen den Haftverbundfestigkeiten

- aller geprüften Zement-Zubereitungen
- nach Thermozyklisierung
- und definierter Zementierlast.

Frage 3

Lässt sich bei einer Zement-Zubereitung ein Unterschied der Bruchfestigkeit *vor und nach Thermozyklisierung* messen?

Nullhypothese 3

Es resultieren keine signifikanten Unterschiede zwischen den Haftverbundfestigkeiten

- einer Zement-Zubereitung
- vor und nach Thermozyklisierung
- und definitiver Zementierlast.

Frage 4

Lässt sich bei einer Zement-Zubereitung die Bruchfestigkeit erhöhen, wenn man *verschiedene Zementierlasten* benutzt?

Nullhypothese 4

Es resultieren keine signifikanten Unterschiede zwischen den Haftverbundfestigkeiten

- verschiedener Zementierlasten
- einer Zement-Zubereitung
- nach 24h-Wasserlagerung bei 37°C.

Frage 5

Erkennt man bei einer Zement-Zubereitung eine Änderung der Bruchfestigkeit zwischen verschiedenen Zementierlasten, *nachdem thermozyklisiert wurde*?

Nullhypothese 5

Es resultieren keine signifikanten Unterschiede zwischen den Haftverbundfestigkeiten

- verschiedener Zementierlasten
- einer Zement-Zubereitung
- nach Thermozyklisierung.

Material und Methode

Das Tübinger Prüfverfahren durchläuft folgende Prozesse:

Datenplanung

- Bereitstellung der Prüfkörper–Einzelteile
- Reinigung der Prüfkörper–Einzelteile
- Kennzeichnung der Prüfkörper–Einzelteile

Datenvorbereitung

- Oberflächen–Konditionierung
- Zementierung der Prüfkörper–Einzelteile zu einem Prüfkörper
- 24h–Lagerung aller Prüfkörper
- Thermozyklisierung der Versuchsgruppe

Datensicherung

- Erhebung und Sicherung der Messwerte
- Makroskopische Dokumentation
- Rasterelektronische Dokumentation

Datenverarbeitung

- Statistische Aufbereitung
- Interpretation + Berichterstattung

Datenplanung

Bereitstellung der Prüfkörper–Einzelteile

Sämtliche Prüfkörper des Tübinger Prüfverfahrens mussten **identische Abmessungen** aufweisen, um die Datensicherheit zu gewährleisten.

Zu diesem Zweck fertigte der Dentalproduzent **DeguDent GmbH Dental** (Hanau–Wolfgang, Deutschland) anhand des Y–TZP–verarbeitenden CAD/CAM–Systems **cercon® smart ceramics** 100 identische Scheiben und 100 identische Konūs an und lieferte sie zu Studienzwecken an die Sektion **Medizinische Werkstoffkunde und Technologie** (MWT) des Zentrums für Zahn– Mund und Kieferheilkunde (ZZMK) des **Universitätsklinikums** (UKT) der **Eberhard–Karls–Universität Tübingen**. Aufgrund der CAD/CAM–Fertigung konnte mit Gewissheit davon ausgegangen werden, daß die Abmessungen aller Prüfkörper–Einzelteile *vollends identisch* waren.

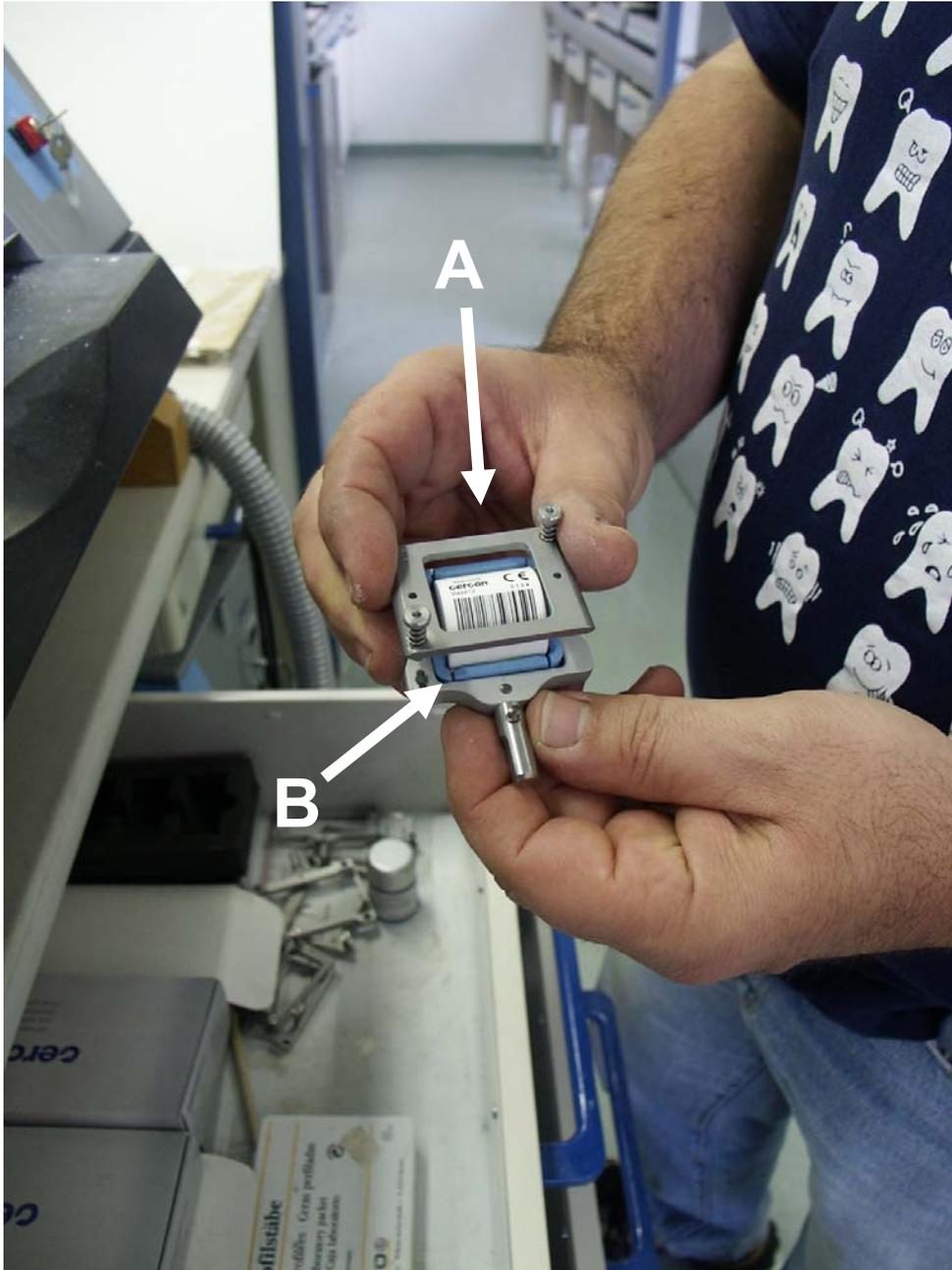


Abb. 9
cercon@base (I)



Abb. 10
cercon®base (II)

Abb. 9 und Abb. 10 zeigen das Einspannen des **cercon®base**–3cm–Rohlings (**A**) in den vom Hersteller systemisch vorgesehenen Rahmen (**B**). Der **Strich-Code** auf dem Rohling verschlüsselt alle fertigungsrelevanten Daten der Rohlings-Charge, darunter auch den chargenspezifischen WAK (= **Wärmeausdehnungskoeffizient**).

Der Rohling wurde mitsamt dem Rahmen in die dafür vorgesehene Haltevorrichtung der Scan- und Fräseinheit **cercon®brain** eingesetzt.

Die Prüfkörper-Einzelteile wurden entlang eines für alle Prüfkörper gleichen Proto-Types ausgefräst, so daß alle produzierten Teile identische Abmessungen aufwiesen.

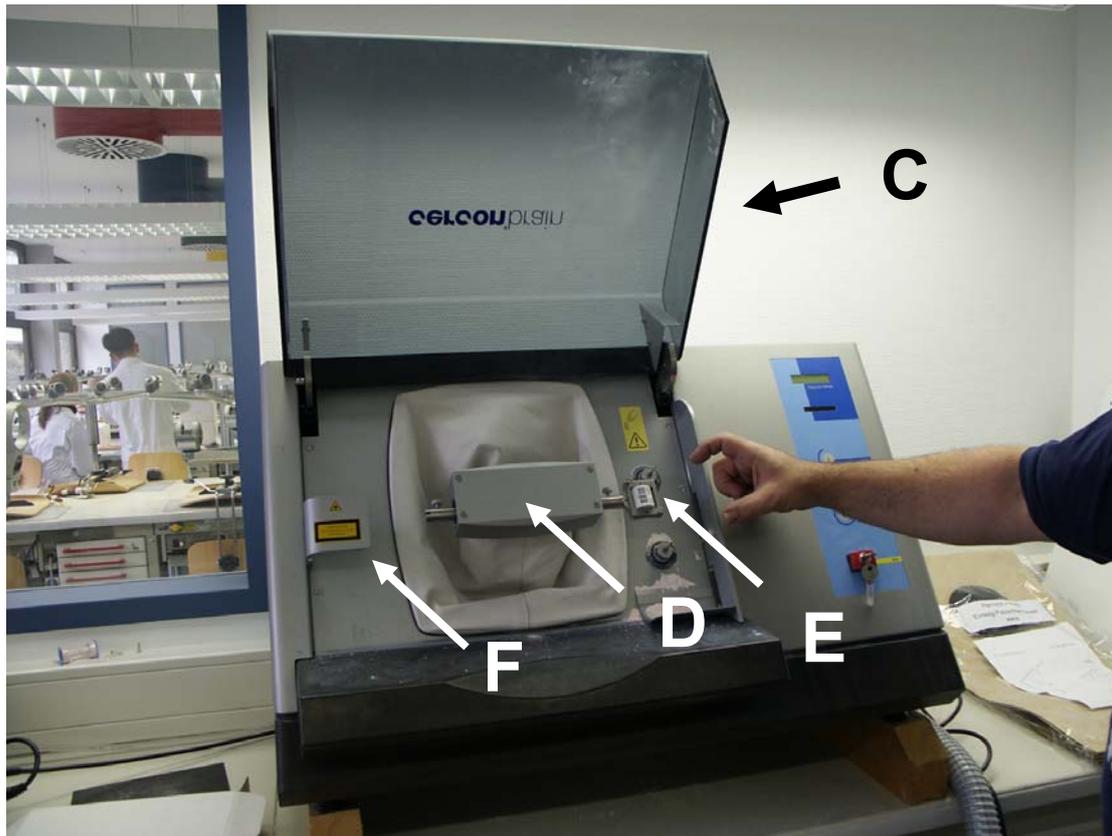


Abb. 11
cercon®brain (I)

Abb. 11 zeigt die Scan- und Fräseinheit **cercon®brain** des Systems cercon®smart ceramics. Man erkennt das hochgeklappte **Schutzdach (C)** mit der Aufschrift „cerconbrain“, darunter einen horizontal ausgerichteten, grauen **Quader (D)** mit dem eingesetzten **Rohling (E)** und der **Scan-Vorrichtung (F)**. Die vorgehaltene Hand des Zahntechnikers verdeutlicht die Abmessungen des Gerätes.

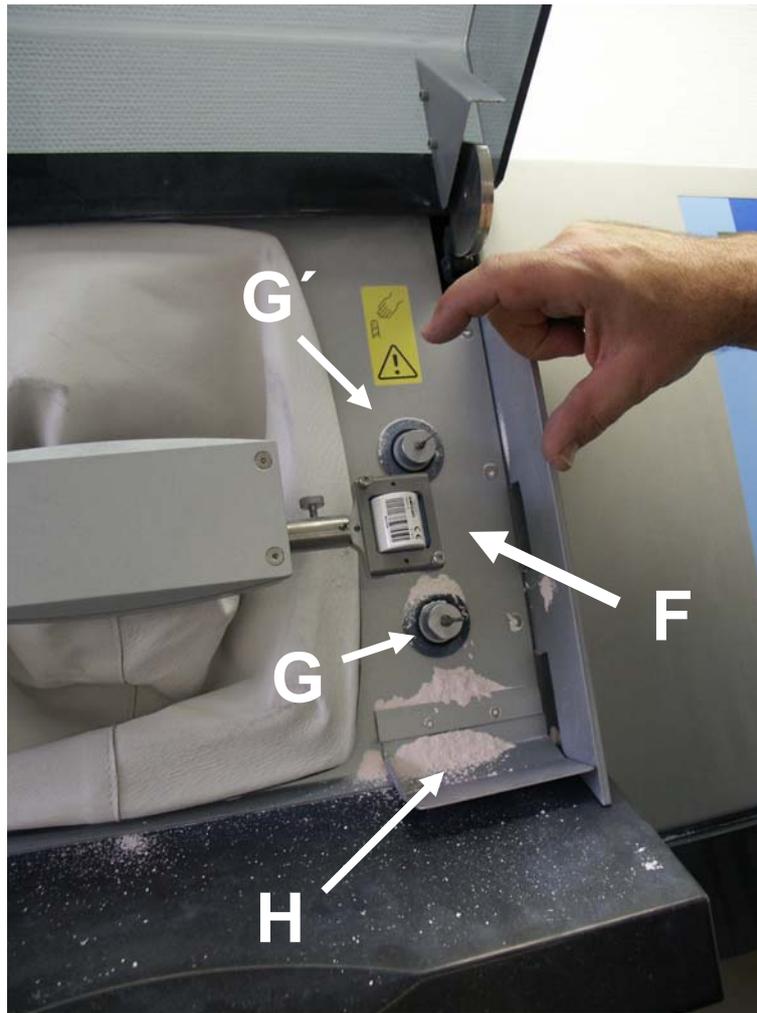


Abb. 12
cercon®brain (II)

Abb. 12 zeigt eine Detailaufnahme des mit einem Rohling beschickten **Rahmens** (F) in der Fräs-Haltevorrichtung der Scan- und Fräseinheit cercon®brain. Über und unter dem Rohling erkennt man die Zylinder mit eingespannten, diamantierten **Fräsen** (G, G') sowie **Rest-Stäube** (H) aus vorhergegangenen Fertigungsgängen.

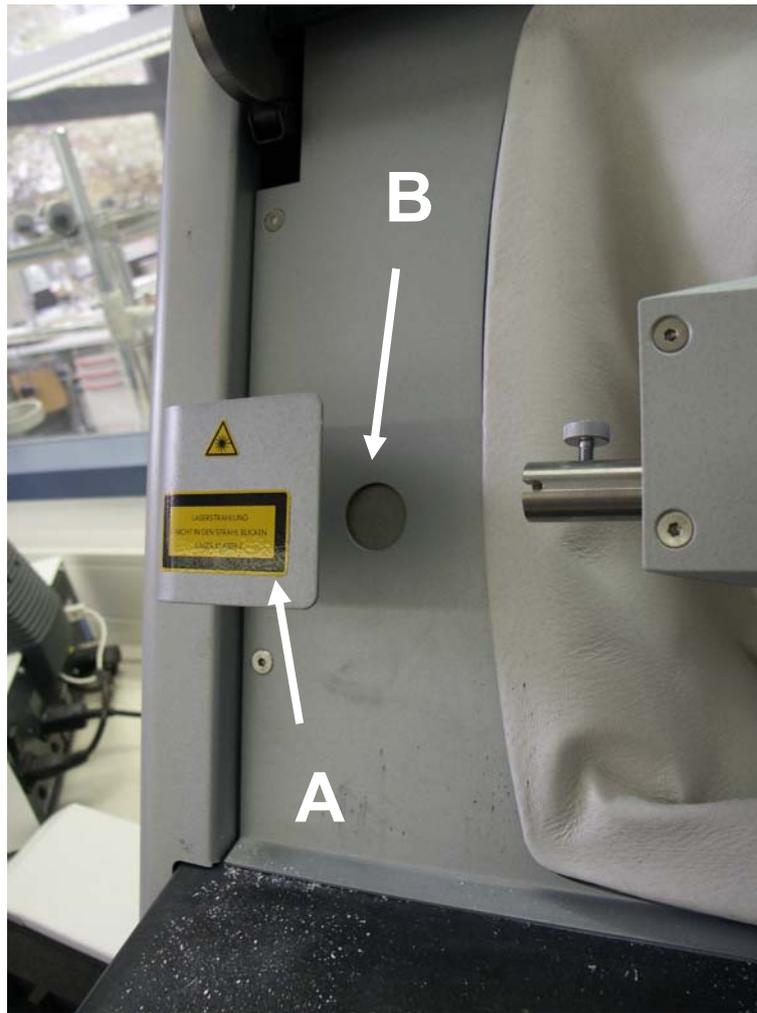


Abb. 13
cercon@brain (II)

Abb. 13 zeigt den **Scan-Bereich** an der Scan- und Fräseinheit cercon@brain. Der Fertigungsroboter brachte den zu reproduzierenden Prototyp in den Bereich zwischen **Schutzschild (A)** und **Laseraustrittsfenster (B)** und tastete ihn mit einem **Laserstrahl** ab. Auf der gegenüberliegenden Seite (siehe Abb. 11 und Abb. 12) wurde der Prüfkörper dann entlang der Scan-Daten in vergleichsweise kurzer Zeit (rund 15 min) gefräst.

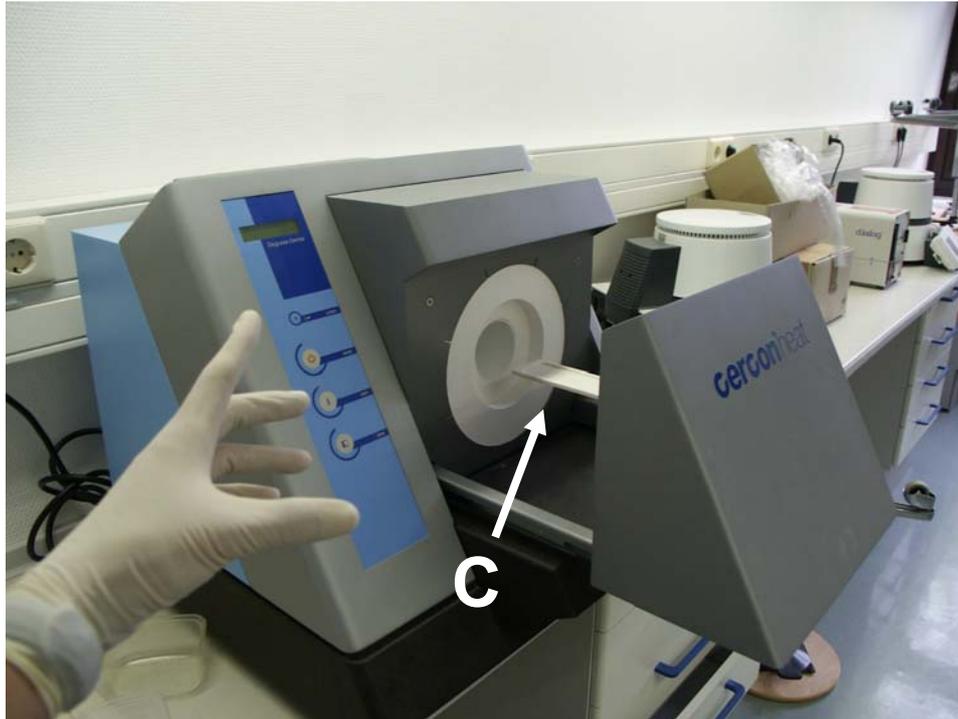


Abb. 14
cercon@heat (II)

Abb. 14 zeigt den Sinterofen **cercon@heat** des Fertigungssystems cercon® smart ceramics. Das aus dem teilgesinterten Rohling gefräste Prüfkörper-Einzelteil wurde auf den **Werkstück-Träger (C)** gelegt und in einem EDV-gestützten Vorgang durchgesintert. Hierbei wurden die verschlüsselten Daten des Strich-Codes eines jeden Rohlings vor jeder Sinterung an den Sinterofen übermittelt, so dass dieser automatisch die Brenngänge auf die Rohlings-Charge anpassen konnte. Auf diese Weise sicherte der Hersteller, daß die Werkstoffqualität nach der Sinterung zwischen allen Prüfkörper-Einzelteilen vollkommen identisch war.

Das Ergebnis dieses systematischen Vorgehens waren 100 Prüfkörper-Scheiben und Prüfkörper-Konūs *identischer geometrischer Abmessung* und *identischer Werkstoff-Beschaffenheit*. Dieses Optimum an wissenschaftlicher Vergleichbarkeit wurde mit Kosten von *rund 8000 €* allein für die Rohlinge der Prüfkörper-Einzelteile erkaufft.

Jedes Prüfkörper-Einzelteil war laut Herstellerangaben für **bis zu 4 Datenerhebungen** verwendbar. Die zur Verfügung gestellten 100 Scheiben und 100 Konūs reichten also potentiell für die Durchführung von **400 Datenerhebungen** mit einer Probenanzahl **n= 8** im Sinne der Fragestellung.

Um jedoch die **Vergleichbarkeit** der Daten zwischen den Zementen in jedem Fall zu gewährleisten, wurde zugunsten der Datensicherheit auf die Wiederverwendung verzichtet. Auf diese Weise wurde sichergestellt, daß Unterschiede zwischen den erhobenen Messwerten nicht auf die Wiederverwendung von Prüfkörpern zurückgeführt werden konnten. Erst bei der Datenerhebung für Meron Plus® wurden bereits einmal verwendete Prüfkörper erneut benutzt.

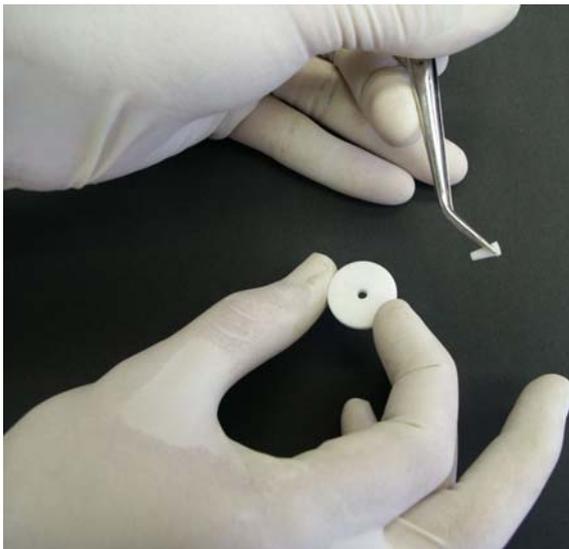


Abb. 15

Konus (rechts) und Scheibe (links)



Abb. 16

Konus-Scheibe-Kombination

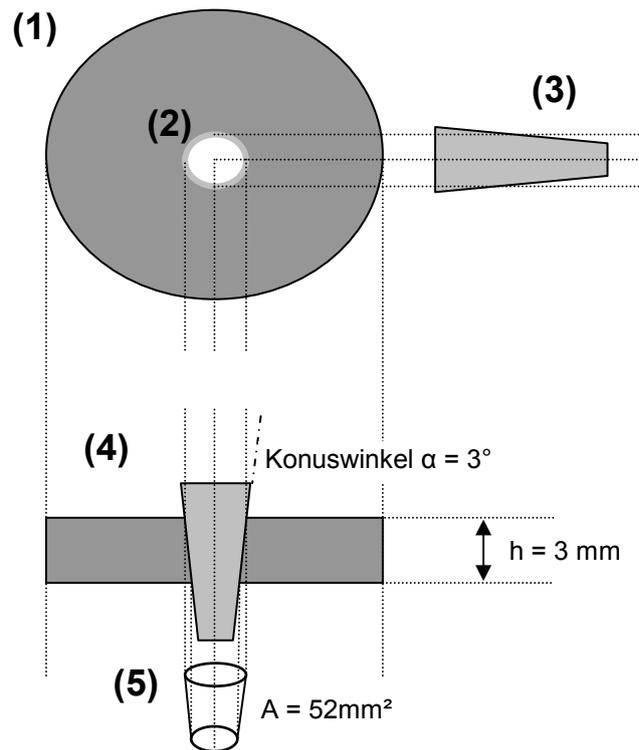


Abb. 17

Schema der Prüfkörper-Geometrie

Abb.17 zeigt das Schema der Prüfkörper-Geometrie. Jede der 100 kreiszylindrischen **Scheiben (1)** war **3 mm** hoch, der **Außendurchmesser** der Scheibe betrug **15mm**. Jede Scheibe hatte eine zentrale **Profilbohrung (2)**, die als sich verjüngender Kanal mit einer **Konizität** von **6°** durch die Radachse der Scheibe verlief. Der (größere) **Kanaleingang** hatte einen **Durchmesser** von **3mm**, der (kleinere) **Kanalausgang** hatte einen **Durchmesser** von **2,4 mm**. Jeder der 100 **Konüs (3)** hatte einen **Konuswinkel** von **3°**, woraus eine **Konizität (= Kegelwinkel)** von **6°** resultierte. Die zementierte Kombination aus einer Scheibe und einem Konus ergab einen **Prüfkörper (4)**. Durch diese Kombination entstand eine **Kontaktfläche** zwischen der Innenfläche des Scheibenkanals und dem mittleren Drittel der Konus-Mantelfläche. Sie betrug aufgrund der Prüfkörper-Geometrie **genau 52mm² (5)** und entsprach der Flächenausdehnung der Zementfuge.

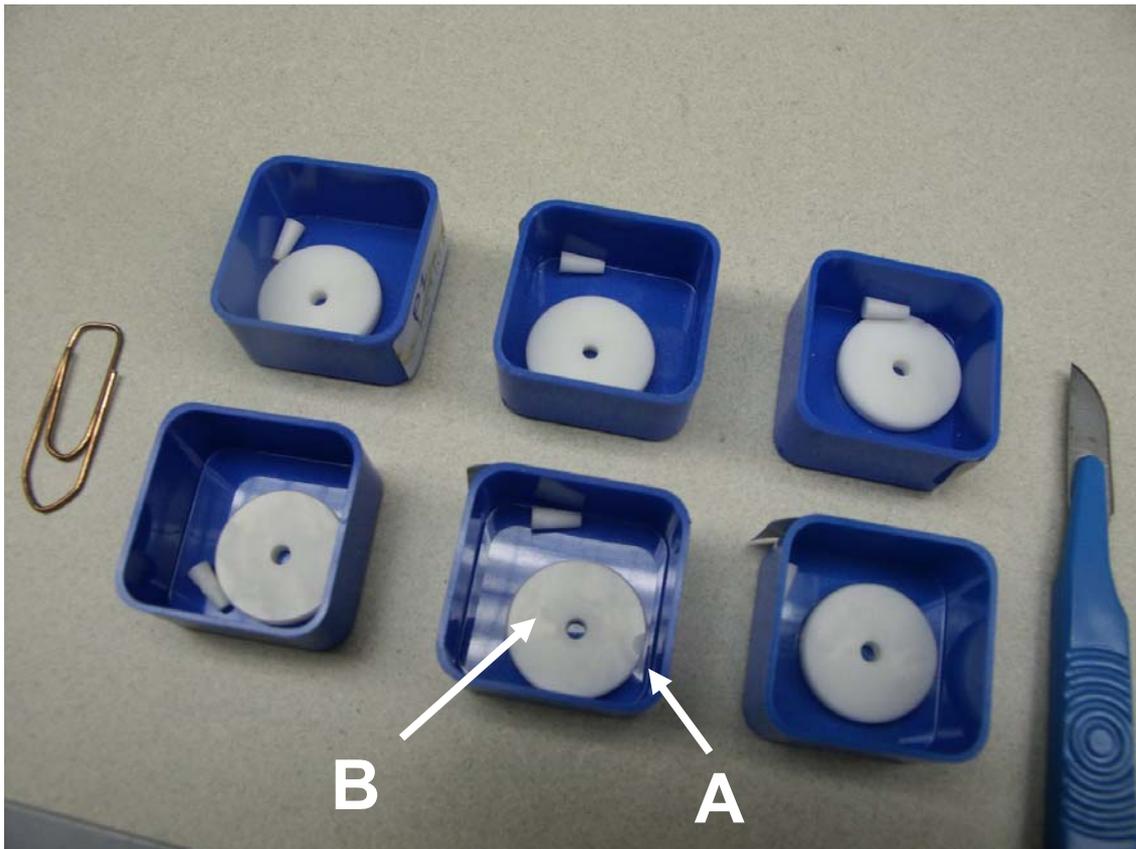


Abb. 18

Zuordnung der Prüfkörper–Einzelteile

Abb. 18 zeigt die Art und Weise der Prüfkörper–Bereitstellung am Beispiel von 6 **Zuordnungen**. Das abgebildete Skalpell wie auch die Büroklammer dienen dem Vergleich der Größenverhältnisse. Jedem Prüfkörper wurde ein Konus zugeordnet, beides wurde in einem separaten **Kunststoff–Steckkästchen** von frasaco (Tettang, Deutschland) bereitgestellt. Eine der abgebildeten Kombinationen (vorne, Mitte) wurde bereits für einen Vorversuch verwendet: man erkennt eine **Absplitterung** am Rand (**A**) sowie matte Spuren des bereits erfolgten **Sandstrahlens** (**B**) auf der ansonsten leicht glänzenden Oberfläche um den Kanalausgang. Aufgrund dieses Befundes wurde diese Zuordnung ausgesondert, um die Vergleichbarkeit zu sichern und die Datensicherheit nicht zu gefährden.

Reinigung der Prüfkörper–Einzelteile

Die meisten Messungen der vorliegenden Studie wurden an *noch nie benutzten* Prüfkörper–Einzelteilen vorgenommen. Die Messungen für das Zement–Produkt *Meron Plus*® jedoch erzwangen eine Wiederverwendung von bereits benutzten Prüfkörper–Einzelteilen.

Vor der Wiederverwendung musste eine vom Keramik–Hersteller in dieser Art empfohlene, gesonderte Reinigung der Prüfkörper–Einzelteile erfolgen, um die Kontakt–Oberflächen vor jedem neuerlichen Versuch wiederherzustellen.

Eine Prüfkörper–Reinigung durchlief folgende Prozesse:

Grobreinigung

Entfernung von Zementresten

Abbrennen

Aufheizen auf 600°C

10min Abbrennen

30min Abkühlen

Reinigung der frasaco–Kästchen

Feinreinigung

Abdampfen der Oberflächen

Trocknen der Oberflächen

Verstauen im frasaco–Kästchen

Entfernung von Zementresten

Sowohl Scheibe als auch Konus, die bereits benutzt worden waren, trugen mit bloßem Auge sichtbare Zementreste auf den Oberflächen. Diese wurden mit einem zahntechnischen Aufwachs–Skalpell vorsichtig abgesprengt.

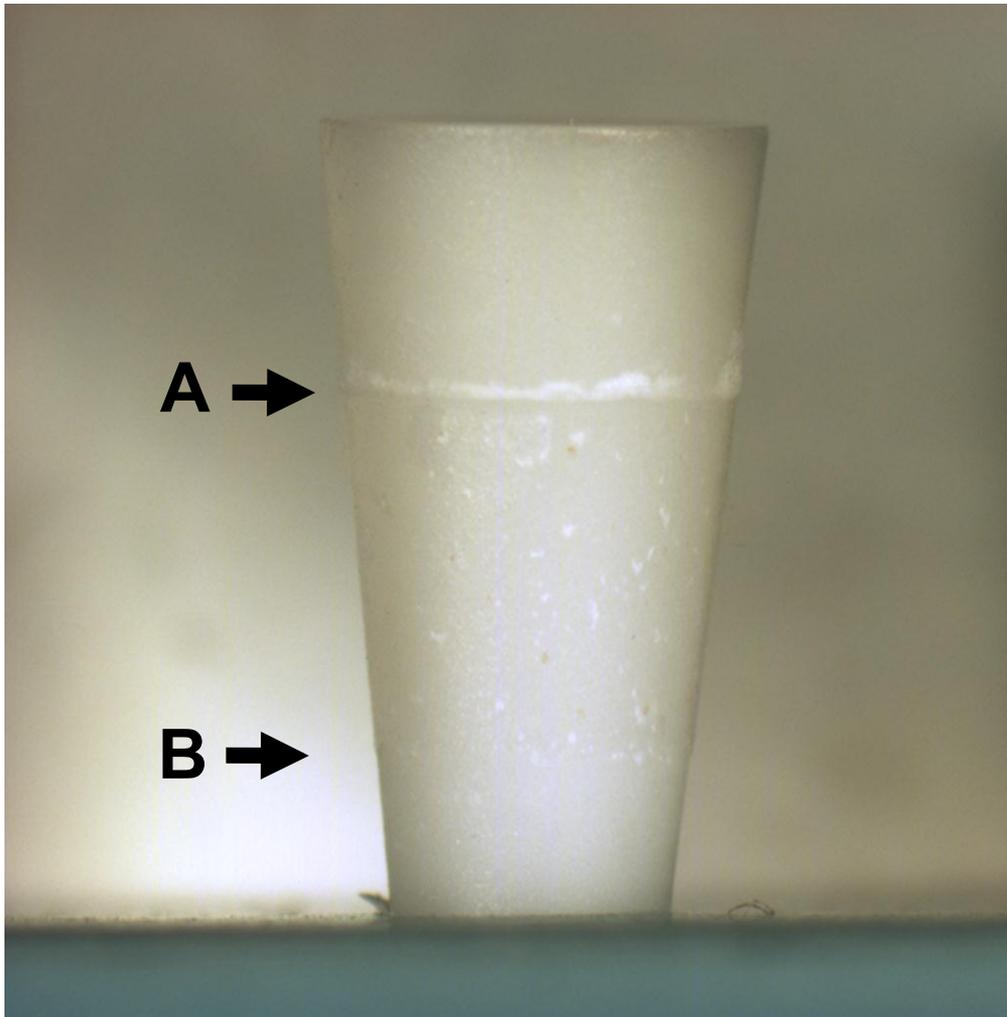


Abb. 19

Konus–Mantelfläche (Maßstab 40:1)

Abb. 19 zeigt eine seitliche Ansicht der Konus–Mantelfläche nach einem Vorversuch. Man erkennt einen zirkulären **Zementkranz (A)**, vergleichbar mit einer Hutkrempe. Das strukturiert erscheinende Mantelsegment zwischen A und B war die **Kontaktfläche** zwischen Konus und Scheibe (= **52 mm²**)



Abb. 20
Kleine Kanalöffnung (Maßstab 270:1)

Abb. 20 zeigt die Ansicht der kleinen Kanalöffnung in der Scheibe nach einem Vorversuch. Man erkennt eine abgelöste Zement-Schicht zwischen 12 und 2 Uhr. Diese Ablösung ist ein Artefakt, das durch trockene Lagerung nach der Datenerhebung entstehen kann.

Aufheizen auf 600°C

Der zahntechnische Ofen **EWL Type 5635** (KaVo Dental, Biberach an der Riss, Deutschland) dient üblicherweise dem Vorheizen von Gussmuffeln. Er wurde auf **600°C** aufgeheizt. Nach dem Erreichen der 600°C (nach etwa **40 min** auf höchster °C/min Stufe und bei angeschaltetem Ofen-Kammer-Ventilator) wurden die Prüfkörper-Einzelteile auf einem **Objektträger (A)** aus feuerfestem Material zusammengestellt und mit einer zahntechnischen Gussmuffel-Haltezange vorsichtig in die Heizkammer gesetzt. Hierbei wurde darauf geachtet, den Objektträger in die Nähe des äußeren Randes der Heizkammer zu setzen, um die spätere Entnahme zu erleichtern und Unfälle mit den Hunderte Grad heißen, auf der Unterlage locker liegenden Prüfkörpern zu vermeiden (Arbeitsschutz! Geschlossenes Schuhwerk! Gesichtsschutz! Hautbedeckende Schutzkleidung!).



Abb. 21

Abbrennen der Prüfkörper–Einzelteile

Abb. 21 zeigt den noch nicht aufgeheizten, geöffneten Zahntechniker–Ofen EWL Type 5635 (KaVo Dental, Biberach an der Riss, Deutschland). Die rechte Hand hält einen feuerfesten **Keramik–Träger (A)** und den Konus, die linke Hand hält die Prüfkörper–Scheibe.

Abkühlen bei Raumtemperatur

Nach **10min** wurde der Objektträger mitsamt den durch die Hitze gelblich verfärbten Prüfkörper–Einzelteilen mit der Gussmuffel–Haltezange wieder vorsichtig aus dem Ofen entnommen und auf eine feuerfeste Unterlage gesetzt, um **mindestens 30 min bei Raumtemperatur** abzukühlen. Während der Abkühlung klang die gelbliche Verfärbung allmählich ab, wobei ein Knistern vernehmlich war, das von den Prüfkörpern ausging. Bei vereinzelt Scheiben sprangen während der Abkühlung feine Chips von den Rändern ab (Arbeitsschutz! Geschlossenes Schuhwerk! Augenschutz! Hautbedeckende Schutzkleidung!).



Abb. 22
Vacumat 500

Abb. 22 zeigt den geöffneten Keramik-Sinter-Ofen **Vacumat 500** (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Deutschland) nach einem Heizvorgang für einen Vorversuch. Die linke Hand hält die Prüfkörper-Scheibe über der feuerfesten Unterlage. Nach Programmierung auf 600°C und 10 min fuhr das Gerät die Heizröhre über das Werkstück und temperiert es gemäß den einprogrammierten Daten. Das Bild zeigt eine Prüfkörper-Scheibe, die für einen Vorversuch durchhitzt wurde.

Nach dieser Behandlung erkannte man eine *vereinzelte*, leicht gelbliche Verfärbung der Materialoberfläche auf der Scheibe. Diese teilweise Verfärbung stand im Gegensatz zu der kompletten gelblichen Verfärbung, wie sie beim zahntechnischen Ofen EWL Type 5635 (KaVo Dental, Biberach an der Riss, Deutschland) zustande kam. Dies wurde als Hinweis darauf gedeutet, daß der Vacumat 500 nicht geeignet war, das thermisch isolierende Zirkoniumdioxid ausreichend zu durchhitzen, weshalb auf die Durchhitzung mit dem Vacumat 500 verzichtet und stattdessen der EWL Type 5635 für diese Aufgabe benutzt wurde.

Reinigung des frasaco-Kästchens

Das Innere des frasaco-Kästchens wurde mit einem zahntechnischen **Luftdruckstrahl** von Stäuben und Zementresten gereinigt. Von einem Auswischen des Kästchens mit einem Agens wurde abgesehen, um keine Oberflächen-Veränderung im Kästchen-Inneren zu provozieren, die sich auf das geplante 24h-Lagerungsbad hätte auswirken können.

Abdampfen der Oberflächen

Nach Abkühlen der Prüfkörper-Einzelteil wurden diese in einem mit Wasser gefüllten Alginat-Anmischbecher zum Dampfstrahlgerät **Supersteam** (Reitel, Bad Essen, Deutschland) gebracht und mit einer geraden, zahntechnischen Lötzange in den Druckdampfstrahl gehalten. Durch das Abdampfen wurde jedes Prüfkörper-Einzelteil von feinsten Zement- und Staubresten gereinigt. Von einer Ultraschallbad-Reinigung wurde abgesehen, da dies vom Hersteller nicht erwähnt wurde.

Verstauung im frasaco-Kästchen

Die noch erhitzten Prüfkörper-Einzelteile wurden in die luftdruck-gereinigten frasaco-Kästchen verbracht, wo das noch heiße Wasser des Dampfdruckstrahls in vergleichsweise kurzer Zeit vollständig verdunsten konnte. Dann erst wurde das frasaco-Kästchen verschlossen, indem der Deckel aufgesteckt wurde.

Kennzeichnung der Prüfkörper–Einzelteile

Jeder Prüfkörper erhielt eine unverwechselbare **Kennzeichnung**, den **Prüfkörper–Code**. Diese Kennzeichnung war eine Sequenz aus Ziffern und Buchstaben, aus der man alle relevanten Prüfparameter ablesen konnte.

Ein Code setzte sich zusammen aus

laufender Nummer beginnend bei 01

- 01 = erster Prüfkörper
- 02 = zweiter Prüfkörper
- 14 = 14. Prüfkörper

Kürzel des Befestigungs–Zements

- DC = Dyract Cem plus®
- PA = Panavia 21®
- VL = Variolink II®
- RX = RelyX Unicem®
- SB = SuperBond C&B®
- HZ = Harvard Universal Phosphat–Zement®
- M1N = Meron Plus® Anmischverhältnis D
- M2N = Meron Plus® Anmischverhältnis E
- M3N = Meron Plus® Anmischverhältnis F
- M4N = Meron Plus® Anmischverhältnis A
- M5N = Meron Plus® Anmischverhältnis B
- M6N = Meron Plus® Anmischverhältnis C

Zementierlast in Kilo

- 2 = 2 Kilogramm
- 4 = 4 Kilogramm
- 6 = 6 Kilogramm
- 8 = 8 Kilogramm

Prüfgruppen–Zugehörigkeit

V = Vergleichsgruppe (= Kontrollgruppe)

K = Experimental–Gruppe (= Versuchsgruppe)



Abb. 23

Kennzeichnung der Prüfkörper–Scheibe (I)

Abb. 23 zeigt das Kennzeichnen der Prüfkörper–Scheibe. Zu diesem Zweck wurde die laufende Nummer des Codes mit einem wasserfesten Permanent Marker **edding 140 S OHP 001** (edding AG, Ahrensburg, Deutschland) auf die Scheibenfläche mit der kleineren Kanalöffnung geschrieben.



Abb. 24

Kennzeichnung der Prüfkörper-Scheibe (II)

Abb. 24 zeigt das Überkleben der Kennzeichnung mit einem Stück selbstklebender Transparent-Folie **tesaFilm kristallklar 15mm** (tesa AG, Hamburg, Deutschland). Die Überklebung schützte die strahlmittel-, lösungsmittel- und korrosionsempfindliche Kennzeichnung erfolgreich vor dem Unleserlich-Werden durch die spätere Oberflächen-Konditionierung mit dem abrasiven Strahlgut, der alkohol-haltigen Silan-Lösung und der Lagerung in den temperierten Bädern.



Abb. 25
Kennzeichnung der Prüfkörper–Scheibe (III)

Abb. 25 zeigt das Beschneiden der überstehenden tesaFilm–Reste. Zu diesem Zweck wurde das Skalpell mit sägenden Bewegungen im 45°–Winkel über den Außenrand der Scheibe geführt.



Abb. 26

Kennzeichnung der Prüfkörper-Zuordnungen

Abb. 26 zeigt die Kennzeichnung der frasco-Kästchen. Jedes Kästchen enthielt jeweils eine beschriftete Scheibe und den zugeordneten Konus.

Der jeweilige Code des Prüfkörpers wurde in zweifacher Ausfertigung mit dem für die Prüfkörperkennzeichnung verwendeten wasserfesten Stift auf selbstklebende Papier-Etiketten geschrieben, welche sowohl auf den Deckel als auch auf die Wand des Kästchens geklebt wurden. In dieser Form waren die Prüfkörper-Einzelteile verwechslungsfrei einander zugeordnet und für die anschließende Oberflächen-Konditionierung und Lagerung vorbereitet.

Datenvorbereitung

Oberflächen–Konditionierung

Tab. 1 zeigt die im Rahmen der Studie verwendeten Verbrauchsmaterialien der Oberflächen–Konditionierung.

Produkt	Herstellung / Vertrieb
Rocatec®–Pre Strahlmittel LOT 199728 LOT 207285 3000g Strahlgut im verschraubbaren Kunststoffbeutel mit blauem Etikett	3M ESPE AG (Seefeld in Oberbayern, Deutschland) 3M ESPE Dental Products (St. Paul, Minnesota, USA)
Rocatec®–Plus Strahlmittel LOT 209512 LOT 209506 LOT 209513 3000g Strahlgut im verschraubbaren Kunststoffbeutel mit rotem Etikett	3M ESPE AG (Seefeld in Oberbayern, Deutschland) 3M ESPE Dental Products (St. Paul, Minnesota, USA)
ESPE®Sil Silan–Lösung 3M ESPE I.D. No.70201108316 Chr.B. 198168 8ml Lösung in der Glastropfflasche	3M ESPE AG (Seefeld in Oberbayern, Deutschland) 3M ESPE Dental Products (St. Paul, Minnesota, USA)

Tab. 1

Verbrauchsmaterialien für die Oberflächen–Konditionierung



Abb. 27
Strahlgerät Rocatec®

Abb. 27 zeigt den **Rocatec®** (3M ESPE AG, Seefeld in Oberbayern, Deutschland). Der Rocatec® ist das vom Hersteller empfohlene und für alle Prüfkörper ab einschließlich 97 zur Verfügung gestellte Strahlgerät für das **Rocatec®-Verfahren**. Auf der Geräte-Klappe über der rechteckigen, schwarzen LED-Anzeige sieht man die 3kg-Lieferform der Strahlmittel **Rocatec®Pre** (links, blaues Etikett) und **Rocatec®Plus** (rechts, rotes Etikett). Die unterschiedlichen Strahlmittel lagerten in getrennten, wiederauffüllbaren Kammern im Geräte-Inneren. Die Prüfkörper-Einzelteile wurden unter dem gläsernen Strahlkammer-Dach bei direkter Sicht sandgestrahlt und silikatisiert.

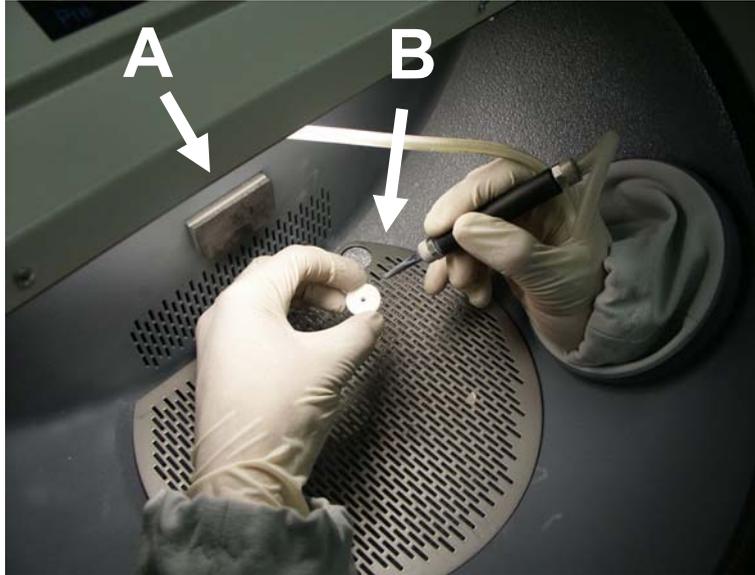


Abb. 28

Sandstrahlung und Silikatisierung der Prüfkörper–Einzelteile im Rocatec®

Abb. 28 zeigt den Vorgang des **Sandstrahlens** bzw. **Silikatisierens** der Prüfkörper–Einzelteile in der beleuchteten Rocatec®–Strahlkammer, aus Anschaulichkeitsgründen bei geöffnetem Glasdach. Über einen **Kippschalter (A)** ließ sich das Gerät in die verschiedenen Strahl–Modi umschalten: je nach gewähltem Modus traten bei Aktivierung mit dem Fußschalter verschiedene Strahlmittel aus der **Gummi–Düse (B)** aus; im „Pre“–Modus das Strahlmittel Rocatec®Pre, im „Plus“–Modus das Strahlmittel Rocatec®Plus. Der Sandstrahl trat erst bei einem vom Hersteller empfohlenen Mindestdruck von **2,8 bar** aus der Düse, bei niedrigerem Druck blockierte das Gerät. Auf diese Weise sicherte der Hersteller den ausreichend hohen Druck für die Verarbeitung von Werkstücken mit dem Rocatec®System. Ein interner Schutzmechanismus warnte mit einem akustischen Signal, wenn durch ununterbrochenes Sandstrahlen über einen längeren Zeitraum eine Werkstück–Überhitzung drohte, was z.B. bei metallenen Kronen– und Brückengerüsten zu unkontrollierten plastischen Verbiegungen des feinen Kronen–Randes führen kann.

Der Füllungsgrad der Lagerkammern wurde vom Gerät selbst überwacht und ab einem bestimmten Leerungs-Level durch das Aufleuchten einer LED-Anzeige für die jeweilige Kammer angezeigt. Ein in den Deckeln der Lagerkammern integriertes Schutzventil öffnet sich bei Aufschrauben der Kammern, um Druck abzulassen, wodurch Druckunfälle vermieden wurden (Arbeitsschutz! Keine Manipulationen an Druckgeräten ohne Gesichtsschutz!). Ein weiterer geräteeigener Schutzmechanismus verhinderte die Aktivierung des Gerätes bei geöffneten Lagerkammern, was das Versprühen des silikathaltigen Pulvers in die Raum- und Atemluft verursacht hätte (Arbeitsschutz! Kein Sandstrahlen ohne Mundschutz!).



Abb. 29
Rocatector®-Scheibe (I)

Abb. 29 zeigt die Nahansicht der Rocatector®-Glasscheibe nach Sandstrahlung und Silikatisierung von **rund 15 Prüfkörpern**. Man erkennt eine milchige Glas-**Eintrübung** zwischen Zeigefinger und Daumen, was durch zurückprallendes Strahlgut während der Sandstrahlung verursacht wurde.

Es ist das Resultat von **Verkratzungen** der Glasoberfläche von innen, wodurch bereits nach 15 gerätgerechten Anwendungen die klare Sicht auf das Werkstück durch die Scheibe unmöglich wurde. Die Eintrübung des Glases provozierte zu dem Fehler, die Scheibe hochzuklappen und ohne Scheibe zu arbeiten.

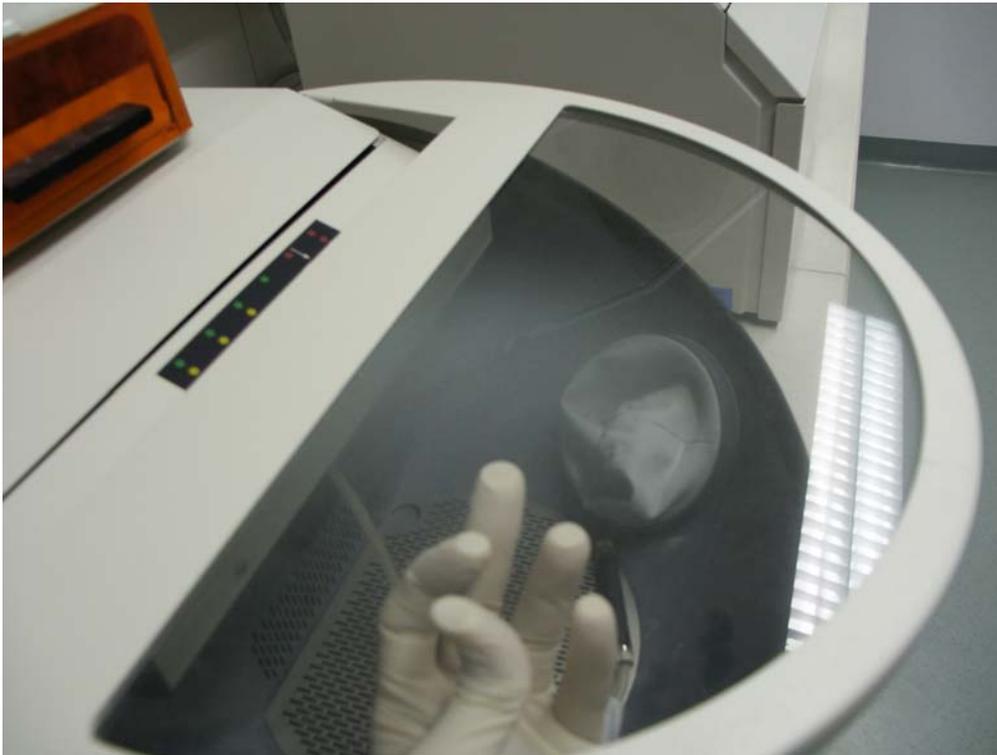


Abb. 30
Rocatector®-Scheibe (II)

Abb. 30 zeigt eine weitere Ansicht der Rocatector®-Glasscheibe. Man erkennt die **Glastrübung** im Kontrast zum dunklen Hintergrund der Strahlkammer über den Fingerspitzen. Die Umwicklung der Klappe mit Klarsichtfolie (so wie sie bei Zahntechnikern aus Erfahrung üblich geworden ist) war aufgrund des modernen Halbkreis-Designs nicht praktikabel. Der Glasscheiben-Wechsel (z.B. durch ein selbst zugeschnittenes Stück Glasscheibe) wurde durch den Hersteller aufgrund einer besonderen Art der genieteten Glasscheibenbefestigung sowie durch die Halbkreisform des Glasdaches erschwert.



Abb. 31
Sandstrahlgerät Stahlboy II®

Abb. 31 zeigt den **Strahlboy II®** (Leleux Dental, Mülheim an der Ruhr, Deutschland). Er war das von für die Prüfkörper 01 bis 96 zur Verfügung gestellte Strahlgerät für die Prüfkörper–Oberflächen–Konditionierung gemäß dem Rocatec®–Verfahren. Über dem grau unterlegten Bedienfeld erkennt man die schwarzen Schraubdeckel für die Strahlgut–Lagerkammern: links wurde das Strahlgut Rocatec®Pre eingefüllt, rechts wurde das Strahlgut Rocatec®Plus eingefüllt; ein 3kg–Beutel reichte **für maximal 3 Füllungen** je Kammer, eine Kammerfüllung reichte für das Bestrahlen von **rund 15 Prüfkörpern**.

Unter der Strahlkammer–Scheibe wurden die Prüfkörper unter dem vom Hersteller empfohlenen Druck von **2,8 bis 3 bar** sandgestrahlt und silikatisiert. Der Druck musste vor der Sandstrahlung bzw. Silikatisierung anhand des schwarzen Druckreglers rechts auf dem grau unterlegten Bedienfeld justiert und während des Sandstrahlens anhand der Druckuhr links auf dem grau unterlegten Bedienfeld kontrolliert werden.

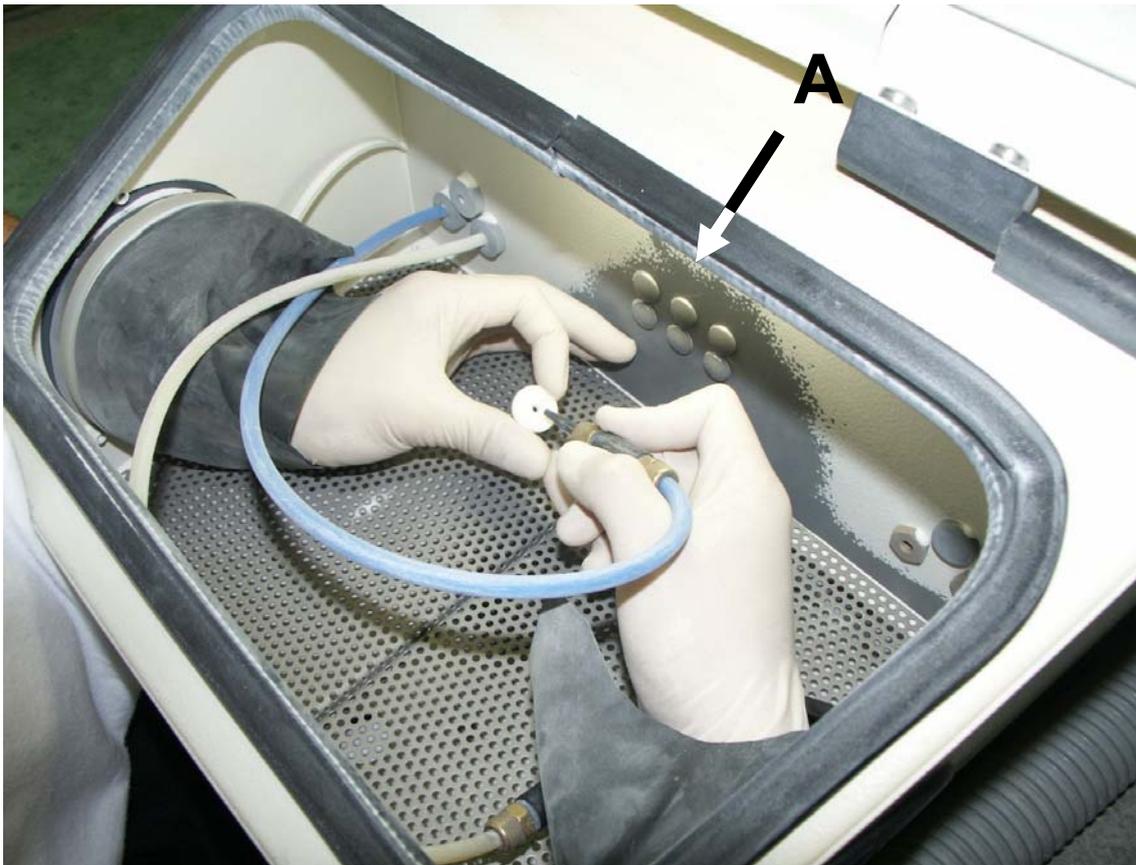


Abb. 32

Sandstrahlung und Silikatisierung der Prüfkörper–Einzelteile im Strahlboy II®

Abb. 32 zeigt das **Sandstrahlen** bzw. **Silikatisieren** der Prüfkörper–Einzelteile in der beleuchteten Strahlboy II®–Strahlkammer, aus Anschaulichkeitsgründen bei geöffnetem Glas–Dach. Das Gerät ließ sich über eine elektrische **Schaltung (A)** durch Kontakt mit der metallenen Düse in die verschiedenen Strahl–Modi umschalten. Je nach gewähltem Modus trat bei Aktivierung über einen Fußschalter das Strahlmittel Rocatec®Pre aus der Düse am blauen Schlauch, im „Plus“–Modus das Strahlmittel Rocatec®Plus aus der Düse am weißen Schlauch. Der ausreichende Füllungsgrad der Lagerkammer für das Strahlmittel musste vor jedem Strahlvorgang durch einen Blick in die zuvor aufzuschraubenden Kammern gesichert werden.

Wurde vergessen, die Kammern wieder zuzuschrauben und das Gerät über den Fußschalter aktiviert, sprühte das Strahlmittel aus den Kammern und verunreinigte das Umfeld des Gerätes und die Atemluft mit silikathaltigem Pulver (Arbeitsschutz! Kein Sandstrahlen ohne Mund-/Nasenschutz und Augenschutz!). Die Scheiben-Innenwand wurde routinemäßig vor Beschädigungen durch zurückprallendes Strahlgut geschützt, indem sie mit Klarsichtfolie umwickelt wurde. Die Klarsichtfolie verminderte zwar die klare Sicht auf das Strahlkammer-Innere, ließ sich aber durch die rechteckige Form des Glasdachs an der geöffneten Klappe leicht anbringen, glatt ziehen und nach Gebrauch austauschen. Das Glas selbst war mit handelsüblichen Kreuzschlitzschrauben befestigt. Durch die praktische Rechteckform ist das Glas im Bedarfsfall leicht von einem Glaser herstellbar und kann ohne herstellerspezifischen Wartungs-Service ausgetauscht werden.

Oberflächenkennung (Profil- und Rauigkeitsmessung)

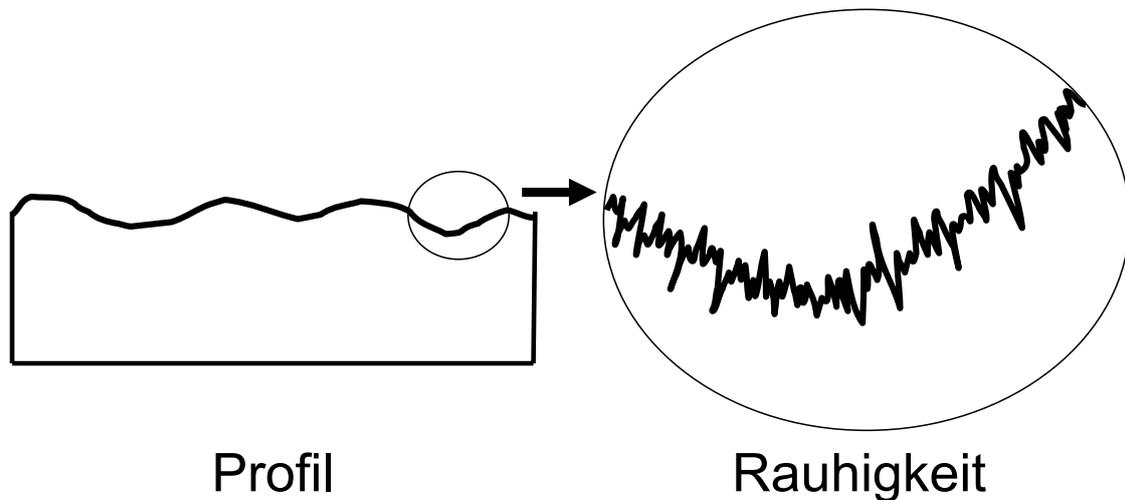


Abb. 33
Profil und Rauigkeit

Abb. 33 veranschaulicht den Unterschied der Begriffe **Profil** und **Rauigkeit**. Eine Oberfläche kann ein unruhiges, gewelltes Profil haben und dennoch sehr glatt sein. Ein bildhaftes Beispiel dafür ist ein in Wellen verlaufender, aber mit glatten Fliesen gepflasterter Gehweg: obwohl die Fliesen vergleichsweise unrauh (= glatt) sind, so kann doch der Weg in Wellen auf und ab führen und dadurch ein unruhiges Profil haben.

Durch das Sandstrahlen und Silikatisieren wurde das Oberflächenprofil der Prüfkörper-Einzelteile mikrostrukturiert (aufgeraut). Um eine objektive Aussage über das Profil und die darauf erzielte Rauigkeit treffen zu können, wurden nach DIN EN ISO 4287 [68] (repräsentativ für alle Prüfkörper) Daten über die Oberflächen-Kenngrößen einer sandgestrahlten sowie einer sandgestrahlten + silikatisierten Prüfkörper-Scheibenoberfläche erhoben.

Als Profilometer wurde das taktile Mess-System **Mahr Perthometer Concept** von Mahr (Göttingen, Deutschland) zur Verfügung gestellt und die Messdaten mit der systemeigenen Software von Mahr gesammelt, gesichert und ausgewertet.



Abb. 34
Perthometer (I)

Abb. 34 zeigt das **Perthometer** während der Datenerhebung zur Rauigkeit der Prüfkörperoberfläche nach Sandstrahlung resp. nach Sandstrahlung + Silikatisierung. Der schwarze Granitblock war eine Spezial-Anfertigung: das Gerät wurde aufgeschraubt, um das dynamische und statische Eigenrauschen des Gerätes und das Rauschen der Geräte-Umgebung zu dämpfen. Auf diese Weise wurden Messfehler minimiert.

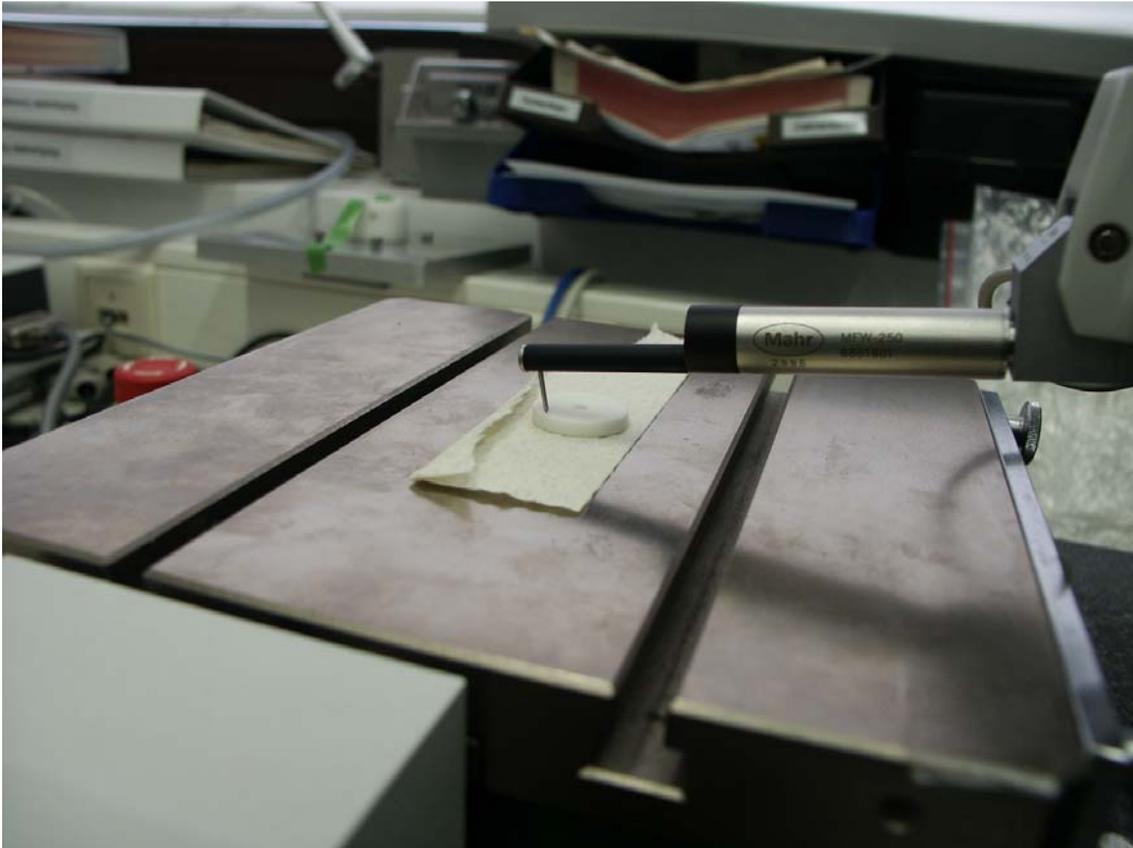


Abb. 35
Perthometer (II)

Abb. 35 zeigt eine Detailaufnahme der Perthometer–Tastnadel aus Diamant Kaliber **250nm** (= höchste Auflösung), die innerhalb eines gedachten rechteckigen Feldes, der so genannten „**Topographie**“ ($a= 5,6\text{mm}$, $b= 3\text{mm}$), in parallelen Strecken insgesamt 5 mal über die Oberfläche gezogen wurde.

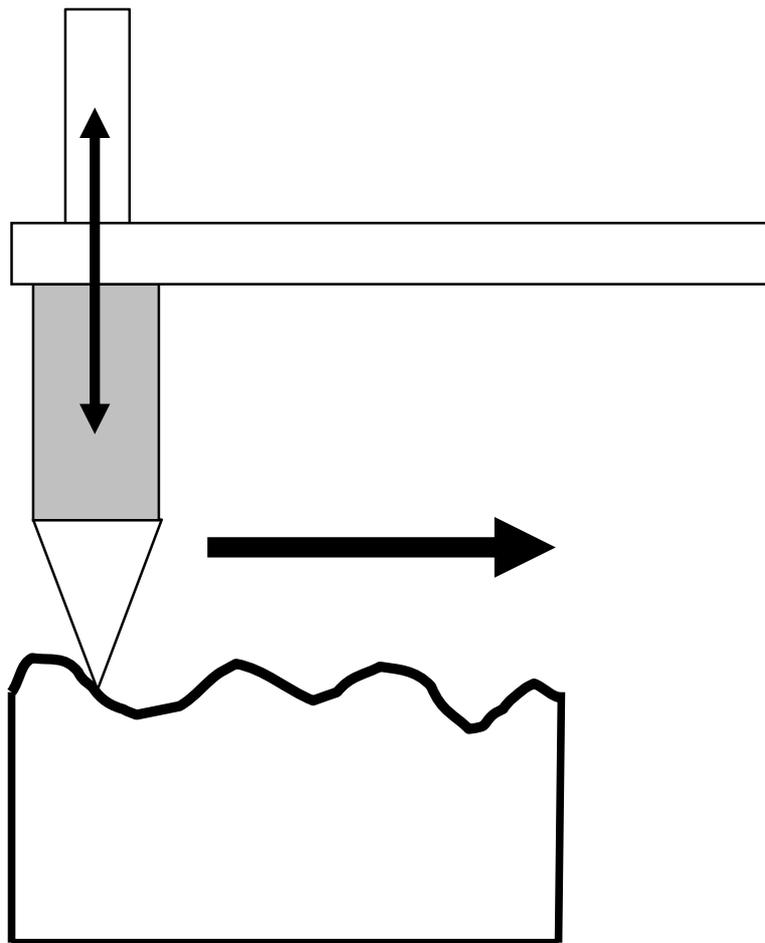


Abb. 36
Perthometer (III)

Abb. 36 zeigt ein Schema der Tastnadel auf dem Werkstoff-Profil. Bei einem Antastdruck von ca. **1 mN** wurde während des Messvorganges der Arm des Perthometers sowohl durch das vorhandene Oberflächen-Profil als auch die darauf befindlichen Mikrostruktur-Rauhigkeiten gehoben und gesenkt. Diese vertikalen Auslenkungen wurden elektronisch registriert und von der systemeigenen Software als Messdaten gesammelt und gespeichert.

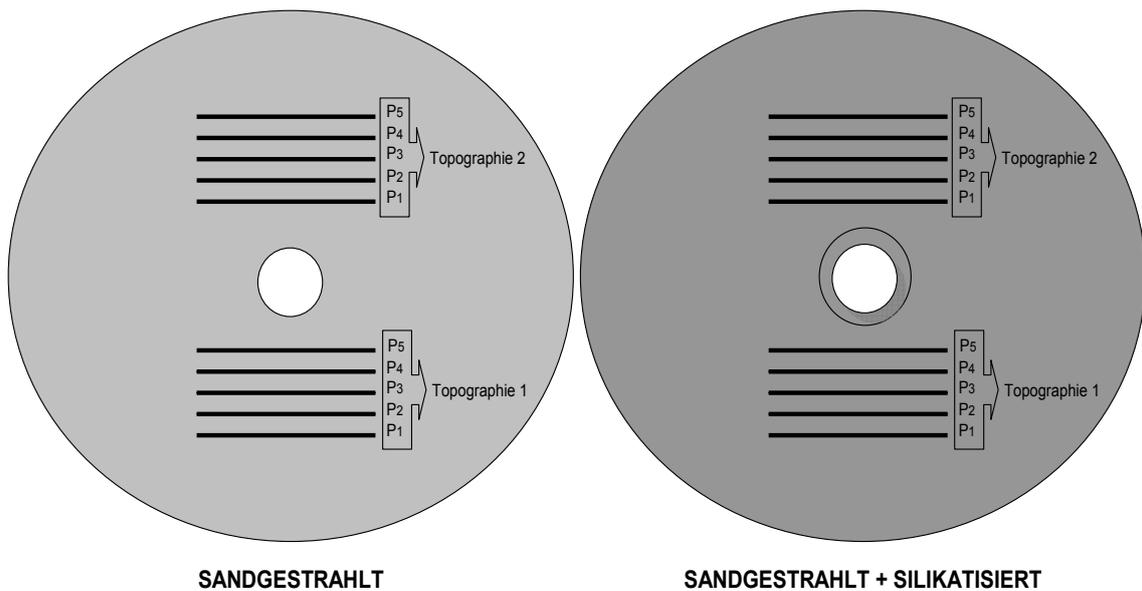


Abb. 37
Topographien

Abb. 37 zeigt das Schema der Topographien auf den für diesen Zweck vorbehandelten Oberflächen. Sowohl auf sandgestrahlter Fläche als auch sandgestrahlter und silikatisierter Oberfläche wurden **je 2 Topographien** gemessen. Das ergab **10 Profile (2 mal 5 Strecken)** pro Oberflächenqualität.

Die Ergebnisse der Profil- und Rauigkeitsmessungen sind im Ergebnis-Teil aufgeführt.

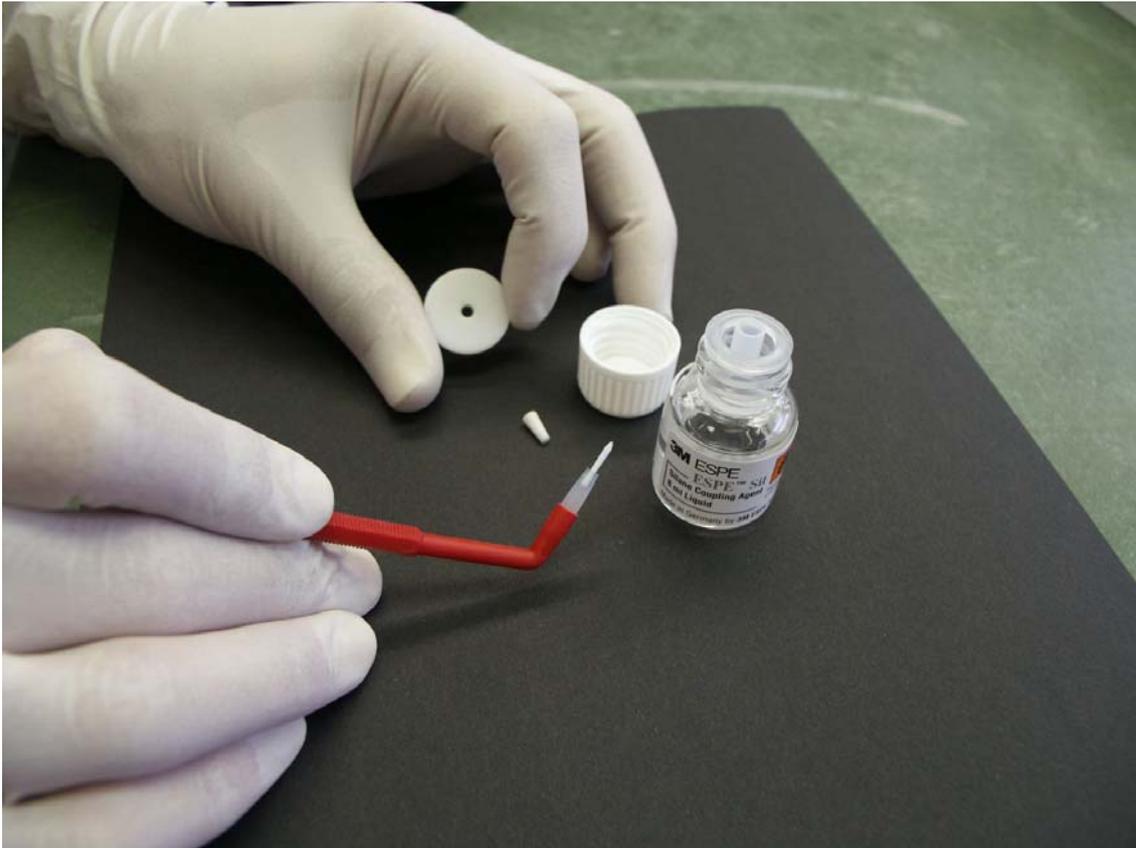


Abb. 38

Aufbringen der ESPE@Sil Silan-Lösung

Abb. 38 zeigt das **Silanisieren** (= Aufbringen der **Silan-Lösung**).
Die Prüfkörper-Kontaktflächen wurden **direkt nach der Silikatisierung** mit
ESPE@Sil benetzt und **5 min** an der Raumluft (= ohne Druckluft) getrocknet.

Zementierung der Prüfkörper–Einzelteile zu einem Prüfkörper

Die Zementierung der Prüfkörper durchlief folgende Prozesse:

Zement–Zubereitung

Dosierung der Komponenten

Anmischung der Zement–Portion

Zement–Applikation

Applikation und initiales Anpressen

Versäuberung

Zementierung

Einsatz in den temperierten Edelstahl–Zylinder

Einstellung der Zementierlast

Aufsetzen der Zementierlast

Im Rahmen der Studie wurden folgende **7 definitive Befestigungszement-Produkte** zur Verfügung gestellt:

Dyract Cem plus®	DENTSPLY International (York, Pennsylvania, USA) DENTSPLY DeTrey GmbH (Konstanz, Deutschland)
Harvard Universal Phosphat-Zement®	Harvard Dental International GmbH (Dahlwitz-Hoppegarten, Deutschland) Richter & Hoffmann Harvard Dental GmbH (Berlin, Deutschland)
Meron Plus®	VOCO GmbH (Cuxhaven, Deutschland)
Panavia 21®	Kuraray Co., Ltd. (Tokio, Japan) Kuraray Europe GmbH (Düsseldorf, Deutschland)
RelyX Unicem® Aplicap	3M ESPE Dental Products (St. Paul, Minnesota, USA) 3M ESPE AG (Seefeld in Oberbayern, Deutschland)
SuperBond C&B® Bemerkung: SuperBond C&B® wird in Nordamerika unter dem Namen „ C&B® Metabond “ verkauft.	Sun Medical Co., Ltd. (Shiga, Japan) Parkell Inc. (New York, USA) J. Morita Europe GmbH (Dietzenbach, Deutschland)
Variolink II®	Ivoclar Vivadent AG (Schaan, Liechtenstein) Ivoclar Vivadent GmbH (Ellwangen an der Jagst, Deutschland)

Tab. 2
Zementprodukte im Rahmen der Studie

Zinkoxid-Phosphat-Zement	Phosphorsäure in Wasser Zinkoxid, Magnesiumoxid	Harvard Universal Phosphat-Zement
kunststoff- verstärkter Glas-Ionomer- Zement	Fluoro-Si-Glas Polyacrylsäure in Wasser Bis-GMA, UDMA, HEMA Chemo-Initiatoren	Meron Plus
	Sr-Al-Si-Glas Polysäuren in Wasser Phosphor-Methacrylat arom. / aliph. DMA Chemo-Initiatoren	Dyract Cem
Komposit-Ionomer- Hybrid-Zement (=Compomer)	Basische Füller Silanisierte basische Füller Di-Methacrylat methakrylierter Phosphorsäure-Ester Photo/Chemo-Initiatoren	RelyX Unicem
	BPEDMA / MDP / DMA / Bis-GMA Ba-B-Si-Glas/ silikatgefülltes Komposit	Panavia 21
	Bis-GMA / UDMA / TEGDMA Ba-Al-Fluoro-Si-Glas Bariumglasfüller Mischoxid arom. DMA aliph. DMA	Variolink II
"reiner" Kunststoff-Zement	4-META-Monomer TBB-Initiator PMMA-Füller	SuperBond C&B

Abb. 39

Einordnung der Studienzemente in die Materialklassen

Abb. 39 ordnet die verwendeten Zemente den Materialklassen der Zemente zu und gibt einen Überblick über die Inhaltsstoffe. Die Abkürzungen werden bei den jeweiligen Zementen erklärt (siehe unten).

[16][17][18][19][32][42][67][73][84][88][89][104][111]

Dosierung der Komponenten + Anmischung der Zement-Portion

Das Zementieren musste unverzüglich nach der Silanisierung erfolgen, da die Aktivität der Silan-Schicht nur kurz erhalten blieb. Zu diesem Zweck wurden die Zemente für jeden Prüfkörper **präzise** nach den Herstellerangaben dosiert und angemischt. Im Falle von Meron Plus® wurden verschiedene Pulver/Flüssigkeits-Verhältnisse geprüft.

Meron Plus®

VOCO GmbH (Cuxhaven, Deutschland)



Abb. 40

Meron Plus®

Meron Plus® ist ein chemisch härtender **Hybrid-Ionomer-Zement** und dient als Pulver/Flüssigkeits-System für die definitive Befestigung zahnärztlicher Restaurationen. Die beiden Komponenten wurden getrennt geliefert und ließen sich frei abteilen. Das Produkt kam im September 2005 auf den Markt.

Die vorliegende Dissertation ist die erste wissenschaftliche Publikation zu diesem Zementprodukt.

Meron Plus® Pulver VOCO Art.Nr. 01731 war ein weißes Puder in weiß etikettierter, durchsichtiger 15g-Glasdose mit weißem Kunststoff-Schraubverschluss und einem darin integrierten Luft-Entfeuchter. Jeder Pulverschachtel war ein Dosierlöffel aus grünem Kunststoff beigelegt.

Meron Plus® Flüssigkeit VOCO Art.Nr. 01732 E1 war eine transparente, hochvisköse Flüssigkeit in weiß etikettierter, milchig durchsichtiger 10ml-Kunststoff-Druck-Tropfflasche mit weißem Kunststoff-Schraubverschluss. 1 Tropfen wog genau 0,03g.

Die **Zubereitung** ergab einen gelblich-weißen, chemisch härtenden Klebstoff auf kunststoff-verstärkter Glas-Ionomer-Zement-Basis und enthielt eine Kombination verschiedener Monomere: **Bis-GMA** (= Bisphenol-A-Diglycidyl-Methakrylat), **UDMA** (= Di-Urethan-Di-Methakrylat), **HEMA** (= Hydroxy-Ethyl-Methakrylat) sowie **Peroxid** und **Amine**. **Fluoro-Silikate** und **Polyakrylsäure** kamen über den Glas-Ionomer-Zement-Anteil hinzu [73]. Der Hersteller empfahl eine Verarbeitungstemperatur von **15°C – 23°C**. Der Zement sollte innerhalb von **30 sec** zu einer homogenen Paste angemischt und dann innerhalb von **2 – 4 min** verarbeitet werden, um innerhalb von **3 – 5 min** bei **37°C** (Mundtemperatur) zu erhärten.

Dosierung

Der Hersteller lieferte mehrere Schachteln der Charge Ch.B. 550698 für Forschungszwecke an die MWT Tübingen. Der Vergleich der Dosierlöffel zwischen den verschiedenen Schachteln ergab, daß sich in der Charge 2 äußerlich zwar ähnliche, aber in ihrer Füllmenge **verschiedene Messlöffel** mit verschieden tiefen, eindeutig unterschiedlichen Dosier-Konkavitäten befanden, woraus verschiedene Löffel-Füllmengen bei der Dosierung resultierten.

Um die Datensicherheit zu gewährleisten, wurde der Hersteller kontaktiert mit der Bitte, das optimale Verhältnis der Komponenten zu quantifizieren.

Der Hersteller nannte ein P:L-Verhältnis von **1,8:1** als Maß der optimalen Qualität von Meron Plus® für definitive Befestigungszwecke. Die für eine Zahnkronenbefestigung benötigte Mindestmenge von 0,2g Flüssigkeit sollte also laut Hersteller-Empfehlung mit 1,8 mal 0,2g Pulver (= 0,38g) angemischt werden, um die optimale Festigkeit gewährleisten zu können. Darüber hinaus nannte der Hersteller die P:L-Verhältnisse **1,6:1** und **2,0:1** als obere und untere Grenze eines vertretbaren Intervalls, innerhalb dessen der Zement „noch gute physikalische Eigenschaften“ aufweise.

Folgende Konsistenzen wurden durch genaues Einwiegen der Komponenten an einer Feinmeß-Waage **sartorius Typ 1404** (sartorius AG, Göttingen, Deutschland) ermittelt:

Das P:L-Verhältnis

- A** (1,0:1) ergab eine **tröpfelnde**, milch-ähnliche Konsistenz,
- B** (1,2:1) ergab eine **tropfende**, sirup-ähnliche Konsistenz
- C** (1,4:1) ergab eine **fließende**, honig-ähnliche Konsistenz,
- D** (1,6:1) ergab eine **ziehfähige**, crème-ähnliche Konsistenz,
- E** (1,8:1) ergab eine **verstreichbare**, pastose Konsistenz,
- F** (2,0:1) ergab eine **stopffähige**, marzipan-ähnliche Konsistenz.

Im Falle von Meron Plus® verursachte also bereits eine P:L-Verschiebung von **0,2:1** eine Veränderung der Zement-Konsistenz. Jede Konsistenz aus einem P:L-Verhältnis größer als **1,6:1** würde im klinischen Alltag für prothetische Befestigungszwecke als „**zu fest**“ (nicht fließfähig genug) abgelehnt werden.

1 Abteilung im Messlöffel kleinerer Konkavität wog **0,12g**, 1 Abteilung im Messlöffel größerer Konkavität wog **0,14g**. Der Löffel kleinerer Konkavität war etwas heller türkis als der andere. Abb. 40 zeigt den Löffel größerer Konkavität. Durch elektrostatische Aufladung des Kunststoff-Löffels beim Abstreichen an der Kunststoff-Abzieh-Leiste am Dosenmund kam es zu Schwankungen von **bis zu 0,02g** durch am oder im Löffel verbliebene Pulverreste beider Löffelarten.

Errechnet man das P:L-Verhältnis für ein Anmischen gemäß Mischanweisung (= **eine** Löffelfüllung zu **zwei** Tropfen), so ergeben sich folgende Verhältnisse:

1 Abteilung der kleineren Konkavität (= 0,12g ± 0,02g) zu 2 Tropfen Flüssigkeit (= 0,06g) ergab

- für 0,10g ein P:L-Verhältnis von **1,6:1**
- für 0,12g ein P:L-Verhältnis von **2,0:1**
- für 0,14g ein P:L-Verhältnis von **2,3:1**

1 Abteilung der größerer Konkavität (= 0,14g ± 0,02g) zu 2 Tropfen Flüssigkeit (= 0,06g)

- für 0,12g ein P:L-Verhältnis von **2,0:1**
- für 0,14g ein P:L-Verhältnis von **2,3:1**
- für 0,16g ein P:L-Verhältnis von **2,6:1**

Um die Datensicherheit nicht zu gefährden, wurden die Komponenten-Mengen für jede Zementier-Portion der 53 Meron Plus®-Prüfkörper an der Feinmeß-Waage entsprechend des zu prüfenden P:L-Verhältnisses eingewogen.



Abb. 41

Einwiegen der flüssigen Komponente am Beispiel von Meron Plus®

Abb. 41 zeigt die Abteufung der flüssigen Komponente von Meron Plus® auf der Feinmeß-Waage **sartorius Typ 1404** (sartorius AG, Göttingen, Deutschland).



Abb. 42

Einwiegen der pulverförmigen Komponente am Beispiel von Meron Plus®

Abb. 42 zeigt die Abteufung der pulverförmigen Komponente von Meron Plus® auf der Feinmeß-Waage **sartorius Typ 1404** (sartorius AG, Göttingen, Deutschland).



Abb. 43

Anmischen der pulverförmigen und flüssigen Komponente
am Beispiel von Meron Plus®

Abb. 43 zeigt das Anmischen der abgeteilten Zement-Komponenten auf dem gummierten Papier eines Anmischblockes mit dem zahnärztlichen Anmischspatel. Diese Art der Zement-Anmischung steht repräsentativ für alle frei abteilbaren Pulver/Flüssigkeits-Systeme.

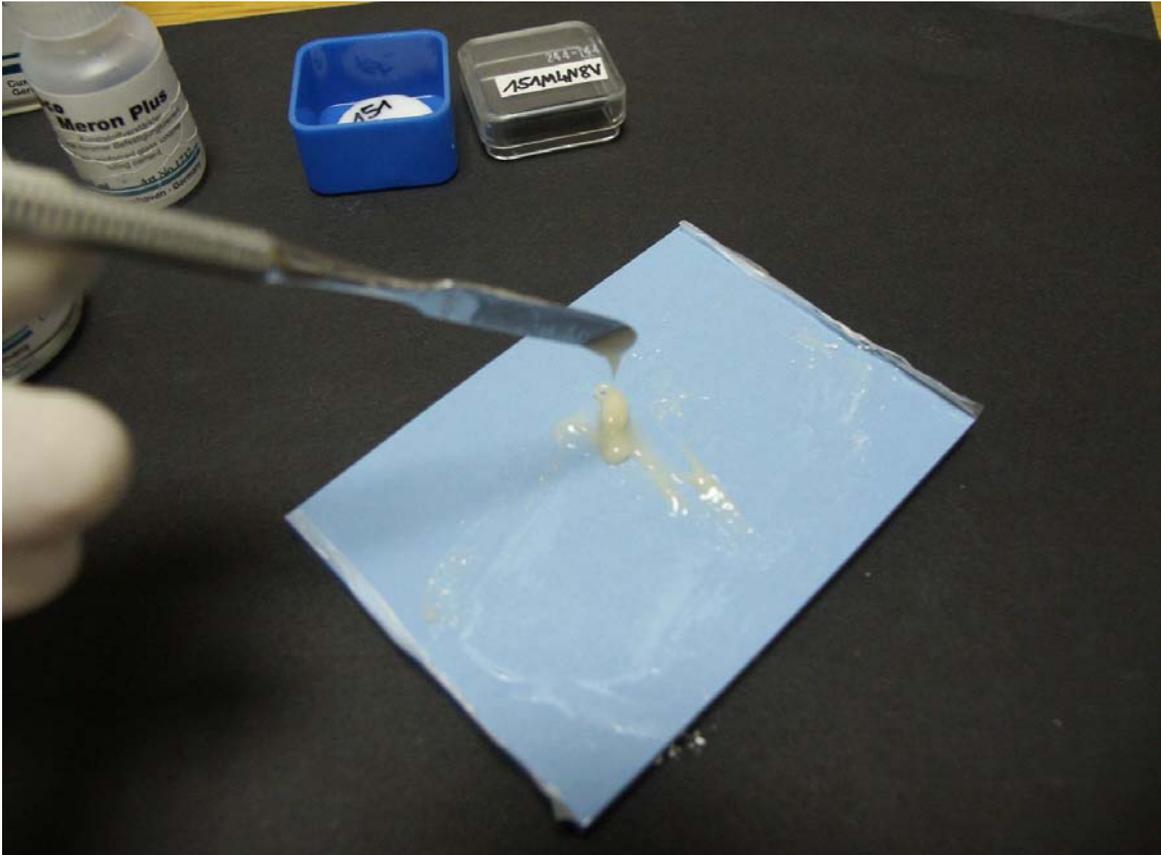


Abb. 44

Konsistenz einer Meron Plus®-Zubereitung bei einem P:L-Verhältnis von 1,6:1

Abb. 44 zeigt das klinisch erwünschte und für alle Zemente repräsentative Anmisch-Ergebnis eines definitiven Befestigungszementes am Beispiel von Meron Plus®. Der Zement weist eine crème-ähnliche Konsistenz auf, die sich zu einem geschmeidigen Zipfel ausziehen lässt.

Dyract Cem plus®

DENTSPLY DeTrey GmbH (Konstanz, Deutschland)

DENTSPLY International (York, Pennsylvania, USA)



Abb. 45

Dyract Cem plus®

Dyract Cem plus® ist ein chemisch härtender **Hybrid-Ionomer-Zement** und dient als Pulver/Flüssigkeits-System für die definitive Befestigung zahnärztlicher Restaurationen. Das Produkt wurde im **Dyract Cem plus® Starter-Package** DENTSPLY ReOrder 611.04.250 mit der Chargenbezeichnung LOT 0407001845 geliefert. Es enthielt die Pulverkomponente in 2 getrennten, frei abteilbaren Pulvervarianten, einer flüssigen Komponente, dazu ein Anmischblock und einem grünen Dosierlöffel aus glattem, grünem Kunststoff mit aufgedruckter Dosier-Empfehlung in schwarzer Farbe.

Die Pulvervariante **Dyract®Cem plus Translucent** DENTSPLY ReOrder 611.04.260 mit der Chargenbezeichnung LOT 0406001692 war ein weißes, silikatglas-haltiges Puder in grün etikettierter, durchsichtiger 10g-Glasdose und im Pulver liegenden, murmelgroßen Luft-Entfeuchter mit Indikatorfunktion durch Farbumschlag bei versehentlicher Wasserkontamination des Dosen-Inneren. Die Pulvervariante Translucent enthält kein Titanoxid, wodurch sie für Röntgenstrahlen durchlässig ist, was für die Studienzwecke im Rahmen der vorliegenden Arbeit günstiger erschien. In der Praxis hingegen wird für definitive Befestigungszwecke die opake Variante gewählt werden, um den röntgenologischen Befund des Randbereichs einer befestigten Restauration nicht zu verfälschen. Ein Polymerisations-Initiator im Pulver bewirkte das beschleunigte Abbinden bei 37°C (= „snap set reaction“).

Dyract®Cem plus Flüssigkeit DENTSPLY ReOrder 611.04.270 mit der Chargenbezeichnung LOT 0406001828 war eine gelbliche, hochvisköse, monomerhaltige Flüssigkeit in grün etikettierter, undurchsichtig schwarzer 6ml-Kunststoff-Drucktropfflasche mit schwarzem Kunststoff-Schraubverschluss. Weder die im Rahmen der Studie häufig beobachteten, eingewirbelten Luftbläschen noch die in der Praxis oft begangene, aber für das Produkt ausdrücklich nicht empfohlene kühle Lagerung konnten am Tropfgewicht etwas ändern: 1 Tropfen wog stets 0,04g.

Die **Zubereitung** nach Herstellerangaben ergab einen graufarbenen, chemisch härtenden Klebstoff auf Strontium-Aluminium-Silikatglas-verstärkter Methakrylat-Basis. Das Pulver wurde mit dem mitgelieferten Dosierlöffel aus grünem, glattem Kunststoff abgeteilt. **2 Löffelfüllungen** wurden mit **2 Tropfen** Flüssigkeit vermengt. Eine Dosierlöffel-Füllung wog sehr genau **0,1g**, auch das fremde Produkt-Pulver Meron Plus® ließ sich mit diesem Löffel auf genau 0,1g dosieren. Es hafteten keine Pulverreste im Dyract Cem plus®-Dosierlöffel, woraus geschlossen werden könnte, daß sich der Dyract Cem plus®-Dosierlöffel nicht elektrostatisch auflädt. Allerdings empfiehlt der Hersteller, die Pulverdose vor der Abteilung zu **schütteln**.

Belie man es bei dem Schtteln, so konnte stets die gleiche Menge Pulver abgeteilt werden. Klopfte man allerdings die Dose nach dem Schtteln mehrmals auf die Arbeitsflche, um die Deckel–Unterseite von Pulverresten zu befreien, bevor man die Dose zum Abteilen ffnete, so ergab diese (in der Praxis sehr hufig beobachtbare) Vorgehensweise um bis zu **0,05g** zu groe Pulvermengen pro Dosierlffel.

Nach dem Auftropfen der flssigen Komponente auf dem mitgelieferten Anmisch–Papierblock wurde ein Anteil der Flssigkeit in das saugfhige Papier aufgenommen. Die systemisch mitgelieferten Papierblcke der anderen Hersteller zeigten diese Tendenz zum Aufsaugen flssiger Komponenten–Anteile nicht.

Harvard Universal Phosphat-Zement®

Richter & Hoffmann Harvard Dental GmbH (Berlin, Deutschland)

Harvard Dental International GmbH (Dahlwitz-Hoppegarten, Deutschland)



Abb. 46

Harvard Universal Phosphat-Zement®

Harvard Universal Phosphat-Zement® ist ein **Zinkoxid-Phosphat-Zement** und dient als Pulver/Flüssigkeits-System für die definitive Befestigung zahnärztlicher Restaurationen. Die Komponenten ließen sich frei abteilen und wurden getrennt geliefert.

Die Pulvervariante **Harvard Cement Pulver Normalhärtend Farbe 3** (weißlich gelb) mit der Chargenbezeichnung LOT 2112397021 war ein weißes Puder zu 84–86 m% **Zinkoxid** und 8,0–8,6 m% **Magnesiumoxid**, 4 m% **Feldspat** (= Calciumfluorid = CaF_2) und 2 m% eines nicht näher bezeichneten **Fluss-Spats**, 10 m% **Zink** und 2 m% **Aluminium** in gelb etikettierter, durchsichtiger 100g–Glasdose mit schwarzem Kunststoff–Schraubverschluss [18][19].

Die Flüssigkeitsvariante **Harvard Cement Flüssigkeit Normalhärtend** mit der Chargenbezeichnung LOT2111097009 war eine transparente, hochvisköse Flüssigkeit zu 56–58 m% **Ortho-Phosphorsäure** in gelb etikettierter, milchig transparenter 40g–Kunststoff–Druck–Tropfflasche mit weißem Kunststoff–Schraubverschluss. 1 Tropfen wog **0,08g**, auch eingewirbelte Luft änderte nichts an dem Tropfgewicht eines Tropfens.

Die **Zubereitung** nach Herstellerangaben ergab einen weißlich–gelben, chemisch härtenden Befestigungszement auf Zinkoxid–Basis, der sich zu einem stehenden Zipfel ziehen ließ. In der Produkt–Information wurde ein P:L–Verhältnis von **1,5:1** für definitive Befestigungszwecke zu Prüfzwecken nach **EN 29917 / 1994** gefordert. Das von der Norm geforderte **Prüfklima** ($23^\circ\text{C}\pm 1^\circ\text{C}/\text{rel. Luftfeuchtigkeit } 50\%\pm 5\%$) konnte im zur Verfügung gestellten Laboratorium nicht gesichert werden: es lässt sich jedoch bei Bedarf im Nachhinein über die Datenbanken des Meteorologischen Instituts zu Tübingen ermitteln, da das Datum und die Uhrzeit der Zement–Dosierung und Anmischung im **Laborbuch** der Studie dokumentiert wurden [42].

Das fraktionierte **Einbringen** und **Anmischen** des präzise abgewogenen Pulvers in die präzise abgewogene Flüssigkeit geschah innerhalb der geforderten **1 ½ min** auf einer kühlschrank–gekühlten, sauberen und trockenen Anmisch–Glasplatte mit einem metallenen zahnärztlichen Zement–Spatel.

Die **Verarbeitungszeit** von **3 min** wurde nicht überschritten.

Die **Abbinde-Zeit** ab Mischbeginn von **4 – 7,5 min** bei **37°C** lag innerhalb der verfahrenseigenen **10 min** Abbindezeit im Rahmen der Prüfkörper-Zementierung. Der Hersteller empfiehlt, den Zement **ohne Flüssigkeitszutritt** erhärten zu lassen, was jedoch aufgrund des Verfahrens nicht möglich war und unter klinischen Bedingungen auch nur selten beobachtet werden kann (= Patient beißt auf eine Aufbeiß-Hilfe, Lippen werden während des Erhärtens geschlossen, Speichel zieht um die Restauration).

Für die Versuche mit Harvard Universal Phosphat-Zement® konnte auf die Silikatisierung und Silanisierung verzichtet werden, da Harvard Universal Phosphat-Zement® kein Monomer enthält, das mit dem Silan reagieren könnte. Für die mikromechanische Oberflächen-Konditionierung von Restaurationen, die mit Zinkoxid-Phosphat-Zement befestigt werden sollen, wird üblicherweise aus Kostengründen ein Strahlgut mit einer größeren Partikelgröße (ab 125µm) verwendet, das nicht so teuer ist wie das feine und hochreine Rocatec®Pre (110µm). Um aber die Vergleichbarkeit der Messwerte untereinander zu gewährleisten, wurden die Kontakt-Oberflächen für die Harvard-Prüfkörper ebenfalls mit Rocatec®Pre sandgestrahlt.

Panavia 21®

Kuraray Europe GmbH (Düsseldorf, Deutschland)

Kuraray Co., Ltd. (Tokyo, Japan)



Abb. 47

Panavia 21®

Panavia 21® ist ein **Kompomer** und dient als Zwei-Pasten-System für die definitive Befestigung zahnärztlicher Restaurationen. Das Produkt wurde in der Panavia 21® Starter Packung **Starter-Package Panavia® 21TC** mit der Chargenbezeichnung LOT 41236 geliefert und enthielt eine systemische Doppelkammer-Druckspritze, mit der sich ein beiliegender Drehgriff-Applikator beschicken ließ, dazu einen Anmischblock aus blauem, gummierten Papier, Einweg-Pinselhalter und Mehrweg-Anmischspatel aus weißem Kunststoff.

Die verwendete Katalysator-Paste **Panavia®21 CAT** mit der Chargenbezeichnung LOT 0378 war eine weißlich-opake, salbenartige Paste in der 4 ml (= 7,9g) Druckspritzen-Kammer mit blau-weißem Etikett. Die verwendete Basis-Paste **Panavia®21 UNI TC** Kuraray Art.Nr.: N450EU-02 10/2001 mit der Chargenbezeichnung LOT 0591 war eine bräunlich-opake, salbenartige Paste in der 4 ml (= 7.6g) Druckspritzen-Kammer mit orange-weißem Etikett.

Die **Zubereitung** nach Herstellerempfehlung ergab einen bräunlichen, chemisch härtenden Klebstoff auf silikat-gefüllter Methakrylat-Basis mit den Inhaltsstoffen **BPEDMA** (**B**isphenol-**A**-**P**oly-**E**thoxy-**D**i-**M**ethakrylat), **MDP** (10-**M**ethakryloyl-**O**xydecyl-**D**ihydrogenphosphat) und **DMA** (aliphatisches **D**i-**M**ethakrylat) [67]. Durch 360°-Drehung am schwarzen Dispenser-Griff wurden die Komponenten automatisch **1:1** dosiert. Auf die Anwendung des Passivierungs-Inhibitors und Polymerisationsbeschleunigers „**Oxyguard II**“ wurde im Test bewusst verzichtet. Die Zubereitung verströmte einen eigentümlichen, moderigen Geruch.

RelyX Unicem® Aplicap

3M ESPE AG (Seefeld in Oberbayern, Deutschland)

3M ESPE Dental Products (St. Paul, Minnesota, USA)



Abb. 48

RelyX Unicem® Aplicap

RelyX Unicem® ist ein dualhärtendes, anorganisch gefülltes **Komposit** (= Kunststoff mit Silikat-Füllkörpern). Es wird im Aplicap®-Kapsel-System geliefert, d.h. die pulverförmige Komponente und die flüssige Komponente wurden bereits vom Hersteller unter qualitätsgesicherten Bedingungen [31] portionsweise abgeteilt und lagen pro Portion in einer Zwei-Kammer-Kapsel mit Applikations-Rüssel vor (= Aplicap®-Kapsel-System).

Jede einzelne Kapsel war in einem silbrig folierten, luftdichten Kokon verpackt (= **Blister**-Verpackung). Hinzu kamen der separat gelieferte **Kapsel-Aktivierungs-Stempel** für die Kapsel-Aktivierung sowie die separat gelieferte **Applikationspistole** für die Applikation des angerüttelten Zements über den aus der Kapsel herausklappbaren Applikationsrüssel. Für das Anmischen der Komponenten im Kapsel-Inneren durch Rütteln der ganzen Kapsel wurde das Hochfrequenz-Mischgerät **silamat®** (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein) zur Verfügung gestellt.

Die **Zubereitung** nach Herstellerangaben ergab genau **0,1 ml** eines weißlichen, fließfähigen, anorganisch gefüllten (**72 m%** Füllkörper zu **9,5 µm**), dual härtenden **Komposits** auf Methakrylat-Basis, darunter **phosphorhaltiges Methakrylat**. Die Kapsel wurde aus dem Blister entpackt, in den Kapsel-Aktivierungs-Stempel gesetzt und **4 sec** lang gespannt. Diese Spannung bewirkte das erwünschte Einreißen der Membran innerhalb der Kapsel, durch welche die Kapsel vor der Aktivierung in zwei Kammern getrennt war, worin jeweils die richtige Menge der jeweiligen Komponente lagerte. Nach der Aktivierung wurden die ineinander fließenden Komponenten innerhalb der Kapsel im Hochfrequenz-Rüttler **12 sec** lang gerüttelt, wodurch sie vermengt wurden. Danach wurde die Kapsel sofort in die Applikations-Pistole gespannt. Über den herausgeklappten Applikations-Rüssel konnte aus jeder Kapsel die gleiche Qualität und Menge des Komposits direkt appliziert werden.

Auf die empfohlene Anwendung von Polymerisationslicht zur Entfernung der Überschüsse wurde im Rahmen der Studie bewusst verzichtet, um die Datensicherheit gewährleisten zu können.



Abb. 49
silamat®

Abb. 49 zeigt das Hochfrequenzrüttelgerät **silamat®** (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein). Die Hand dreht die **Zeitschaltuhr (A)** auf **12 sec** Rüttelzeit. Die Aplicap®-Kapsel wurde im aktivierten Zustand in die **Spannvorrichtung (B)** eingespannt. Die feste Klemmpassung der Kapsel musste gewährleistet sein, da sich eine ungenügend eingespannte Kapsel während des Rüttelns lösen und in ein Geschoß verwandeln konnte (Arbeitsschutz! Gesichtsschutz!). Erst nach Sicherstellung des korrekten Sitzes wurde durch Druck auf den zentralen Schalter der Zeitschaltuhr das Gerät aktiviert und die Zementkomponenten im Inneren der Aplicap®-Kapsel durch Rütteln vermengt. Die Polymerisation begann **2 min** nach Mischbeginn (= Verarbeitungszeit), Polymerisations-Ende war **5 min** nach Mischbeginn.

SuperBond C&B® = C&B® Metabond

J. Morita Europe GmbH (Dietzenbach, Deutschland)

Sun Medical Co., Ltd. (Shiga, Japan)

Parkell Inc. (New York, USA)



Abb. 50

SuperBond C&B®

SuperBond C&B® (in Nordamerika: **C&B® Metabond**) ist ein chemisch härtender **Kunststoff-Zement** und dient als Pulver/Flüssigkeits-System für die definitive Befestigung zahnärztlicher Restaurationen.

Das Produkt wurde in einer **SuperBond C&B® Starter Packung** mit der Chargenbezeichnung LOT KW3 geliefert und enthielt 2 pulverförmige Polymer-Komponenten, 1 flüssige Monomer-Komponente und 1 flüssige Katalysator-Komponente, hinzu kamen systemeigene Dosierlöffel aus Kunststoff, ein keramisches Dappenglas mit aufgeklebtem Folien-Thermometer, wie es auch für Aquarien üblich ist, dazu metallische Pinselhalter für systemisch mitgelieferte Einweg-Pinsel (= „fremde“ Einweg-Pinsel passen nicht rein).

Die verwendete Pulvervariante **SuperBond C&B® Polymer Variante L-Type CLEAR** mit der Chargenbezeichnung LOT KR1 war ein weißes Puder aus **PMMA (Poly-Methyl-Methakrylat)** in violetter 3g-Schraubdose mit Schutzfolie, die vor dem ersten Gebrauch abgezogen werden musste.

Die Monomer-Lösung **SuperBond C&B® Monomer** mit der Chargenbezeichnung LOT KV1 war eine transparente Lösung aus **MMA (Methyl-Methakrylat)** und **4-META (4-Methakryl-Oxyethyl-Trimellitat-Anhydrid)** in einer braunen undurchsichtigen 10ml-Kunststoff-Drucktropf-Flasche mit gelbem Schraubverschluss.

Die Katalysator-Lösung **SuperBond C&B® Catalyst S** mit der Chargenbezeichnung LOT KV11 war eine transparente Lösung aus hochreaktivem **TBB (Tri-n-Butyl-Boran)**, reagiert mit dem Sauerstoff aus Luft und Wasser zu **Peroxid** und startet die Polymerisation durch Radikalbildung) in einer metallischen, grauen 0,7ml-Aluminium-Schraub-Tropfspritze mit schwarzem Kunststoff-Steck-Käppchen und drehbarem Stempel für die tropfenweise Abteilung aus der Spritze.

Die **Zubereitung** nach Herstellerangaben ergab einen chemisch härtenden, reinen **Kunststoff** auf Methakrylat-Basis. Das mitgelieferte Dappen-Glas wurde im kühlen Wasserbecken **W15** des Thermocycling-Gerätes **EK20** (Willytec, München, Deutschland) auf **5°C** gekühlt und sorgfältig mit Zellstoff getrocknet. Von einer Trocknung mit Stickstoff wurde abgesehen.

Dann wurde gewartet, bis das Folien–Thermometer des Dappenglases die vom Hersteller geforderten **10°C** anzeigte. Danach wurden **8 Tropfen** des flüssigen Monomers in eine Dappenglas–Mulde abgeteilt und mit **2 Tropfen** Katalysator–Flüssigkeit vermengt. Die große Konkavität des mitgelieferten, weißen Mess–Löffels wurde mit Polymer gefüllt, an der Dosenmund–Leiste abgestrichen, dem vorbereiteten Flüssigkeitsgemisch zugegeben und mit dem Einweg–Pinselchen zügig noch innerhalb des vom Hersteller geforderten Temperatur–Intervalls (**10°C bis 16°C**) gemischt und verarbeitet.

Die Portion musste sehr schnell verarbeitet werden, noch lange bevor die Portion Fäden zog. Erhärtete Zement–Reste konnten mit einer mitgelieferten, grünfarbenen Lösung aus dem Dappenglas herausgelöst werden (= **“Grüner Aktivator“**, bestehend aus 10 m% **3–Carboxy–3–Hydroxy–Pentan–1,5–Disäure** (= $C_6H_8O_7$ = **Zitronensäure**) und 3m% **Ferrichlorid** (= $FeCl_3$ = **Eisen(III)chlorid**).

Die Portion verströmte **Methakrylat–Monomer–Dämpfe**, die in den Augen brannten und den Raum mit Monomer–Geruch füllten. Der Resin–Zement entwickelte während des exothermen Abbindens eine **beachtliche Hitze**, die bei der Befestigung eines *thermisch isolierenden* Zirkonoxid–Gerüsts auf einem präparierten, pulpenvitalen Zahn eventuell zu einer **thermischen Pulpen–Noxe** führen könnte. Eine zufällig auf den Handrücken gelangte Menge verursachte durch den Latex–Schutzhandschuh hindurch eine **Verbrennung 1. Grades**, wodurch ein gerötetes und geschwollenes, 2 Tage lang schmerzendes epidermales Erythem hervorging, welches erst im Laufe einer Woche ganz verschwand. Der Hersteller warnt *ausdrücklich* vor der **Schwelbrandgefahr** bei bedenkenlosem Entsorgen aktivierter Monomer–Flüssigkeit in Verbindung mit brennbarem Material im Mülleimer [104].

Variolink II®

Ivoclar Vivadent GmbH (Ellwangen an der Jagst, Deutschland)

Ivoclar Vivadent AG (Schaan, Liechtenstein)



Abb. 51
Variolink II®

Variolink II® ist ein dualhärtendes, anorganisch gefülltes **Komposit** (= Kunststoff mit Silikat-Füllkörpern) und dient als Zwei-Pasten-System für die definitive Befestigung zahnärztlicher Restaurationen. Das Produkt wurde in der Starter-Packung **Ivoclar Vivadent Variolink II® Professional Set EP189 540 B1** US Patent No. 4 629 746 REF # 558523 AN mit der Chargenbezeichnung LOT G22915 geliefert.

Es enthielt 6 Basispasten verschiedener Farbe und 4 farblich zugeordnete Katalysator-Pasten in Einzel-Druckspritzen, systemeigene Haftvermittler-Lösungen (Silan, Bonding), Anmischmulden-Oberfläche aus weißem Kunststoff mit aufsteckbarem, orange-transparentem Kunststoff-Lichtschutz-Deckel, verschiedenfarbene Einwegpinsel-Haltern und einem Klarsichtbeutel aus Kunststoff mit 50 passend aufsteckbaren, schwarzen Einwegpinseln und Anmischblock aus gummiertem Papier.

Die im Rahmen der Studie verwendete Basis-Pasten-Variante **Variolink II® Base Gelb 210/A3** mit der Chargenbezeichnung LOT G17915 war eine gelbliche Paste in einer grauen 2,5g-Kunststoff-Drucktube mit grauem Drehverschluss und gelbem Etikett.

Die dazugehörige Katalysator-Pasten-Variante **Variolink II® Catalyst Gelb 210/A3 dickflüssig** mit der Chargenbezeichnung LOT G15148 war eine weißliche Paste in weißer 2,5g-Kunststoff-Drucktube mit weißem Drehverschluss und gelbem Etikett mit roter Kokarde.

Die systemeigene MPS-Lösung **Monobond-S®** mit der Chargenbezeichnung LOT G19045 war eine transparente niedrigvisköse Flüssigkeit in einer braunen 5g-Glasflasche mit schwarzem Kunststoff-Schraubverschluss und violetter Etikett.

Das systemeigene Bonding **Heliobond®** mit der Chargenbezeichnung LOT G21433 war eine gelbliche, hochvisköse Monomer-Flüssigkeit in schwarzer, undurchsichtiger 6g-Druck-Tropfflasche mit systemeigenem, aufsetzbarem Applikationshalm, schwarzem Kunststoff-Schraubverschluss und rotem Etikett.

Die **Zubereitung** nach Herstellerangaben ergab einen dualhärtenden, anorganisch gefüllten Klebstoff auf Methakrylat-Basis mit den Monomeren **Bis-GMA** (= Bisphenol-A-Diglycidyl-Methakrylat), **UDMA** (= Urethan-Di-Methakrylat) und **TEGDMA** (= Tri-Ethylen-Glycol-Di-Methakrylat).

Die Oberflächen-Konditionierung erfolgte durch eine vom Hersteller geforderte, systemisch separate Silanisierung der Rocatec®-silikatisierten Oberfläche mit dem Haftsilan **Monobond®S** sowie durch ein systemisch separates Bonding mit **Heliobond®**.

Die silikatisierten Oberflächen wurden mit **Monobond®S** silanisiert und **60 sec** an der Raumluft getrocknet. Dann wurde **Heliobond®** aufgetragen, das während der Komponenten-Anmischung einwirken konnte. Auf die empfohlene Anwendung von Polymerisationslicht wurde im Rahmen der Studie bewusst verzichtet, um die Datensicherheit gewährleisten zu können.

Applikation + Initiales Anpressen

Die Scheibe wurde mit der Seite der größeren Kanalöffnung nach oben auf die gummierte Oberfläche eines Papier-Anmischblocks gelegt. Durch die größere Kanalöffnung wurde der angemischte Zement in den Kanal eingebracht und mit einem kleinen HEIDEMANN-Spatel an den Kanal-Innenflächen empor gestrichen. An einer zahnärztlichen Pinzette gehalten wurde der Konus an seiner Mantelfläche ebenso mit Zement benetzt und langsam unter pumpenden Bewegungen durch die größere Kanalöffnung in die liegende Scheibe eingeführt, bis die Konus-Spitze die Unterlage berührte. Dann wurde die Scheibe mitsamt dem Konus umgedreht, der Prüfkörper wurde als Ganzes auf die Konus-Basis gestellt und mit einer für diesen Zweck zurechtgebogenen zahnärztlichen Pinzette für die Dauer von **5 Sekunden** initial fest angepresst, um einen ersten, engen Verbund zwischen den Prüfkörper-Einzelteilen zu schaffen, dessen primäre Adhäsion ausreicht, um den Prüfkörper als Ganzes handhaben zu können.



Abb. 52

Initiales Anpressen der Scheibe auf den Konus

Abb. 52 zeigt den Vorgang des 5–sekündigen initialen Anpressens der Scheibe auf den Konus, der auf seiner Basis steht. Zu diesem Zweck wurden die Branchen einer zahnärztlichen Pinzette zurechtgebogen. Man erkennt die ausfließenden Zement–Überschüsse in der Umgebung der nach oben weisenden Konus–Spitze.

Versäuberung

Die durch das initiale Anpressen ausgetretenen Zement–Überschüsse im Randbereich zwischen Konus und Scheibe wurden beidseitig und zügig mit einem zahntechnischen Aufwachs–Skalpell grobversäubert und mit einer klein geknüllten Kugel aus grobem Zellstoff, die mit der zahnärztlichen Pinzette gehalten wurde, sauber gewischt.

Zementierung

Für die Zementierung wurde der so vorbereitete Prüfkörper in den Edelstahl–Zylinder des verfahrenseigenen Proben–Temperatur–Regler–Systems **MWT_IPC** gesetzt.

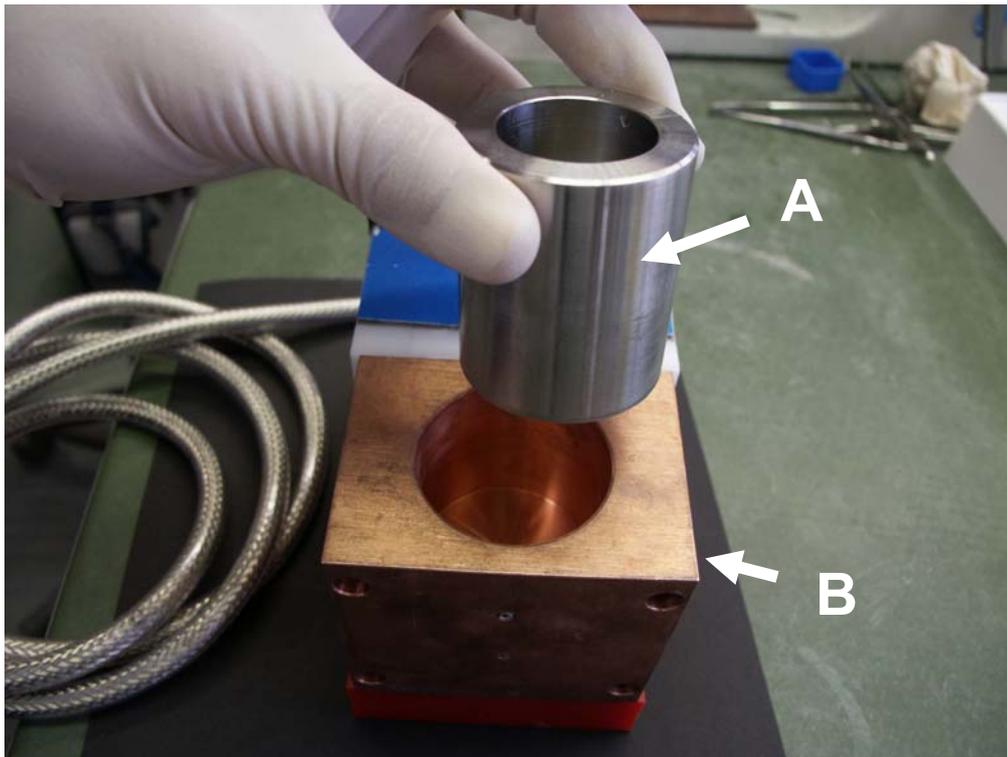


Abb. 53

Edelstahl-Zylinder und Kupferblock-Thermostat des Proben-Temperatur-Regler-Systems MWT_IPC für das Tübinger Verfahren

Abb. 53 zeigt das **MWT_IPC-System** (MWT, ZZMK, UKT Tübingen). Es ist ein verfahreneigenes System zur konstanten Temperierung von Prüfkörpern auf **37°C** sowohl während der Zementierung als auch während der Datenerhebung. MWT_IPC besteht aus einem speziell für die Prüfkörper vorbereiteten **Edelstahl-Zylinder (A)** und einem **Kupferblock-Thermostat (B)**, in dessen brunnenartigen Schacht sich der Edelstahl-Zylinder passgenau senken lässt. Der Kupferblock temperierte den eingesenkten Edelstahl-Zylinder und das darin befindliche flüssige Medium sowie den Prüfkörper über eine Steuerelektronik auf konstant 37°C, um die klinische Situation im Patientenmund optimal in vitro zu simulieren.

Noch bevor die Zementportion angemischt und verarbeitet wurde, mußte der Edelstahl-Zylinder mit destilliertem Wasser gefüllt und auf 37°C temperiert werden, was ungefähr **5 min** dauerte.



Abb. 54

Edelstahl-Zylinders des Proben-Temperatur-Reglers MWT-IPC

Abb. 55 zeigt einen für die Zementierung vorbereiteten Prüfkörper vor dem Einbringen in einen speziell für die Prüfkörper der Studie angefertigten Edelstahl-Zylinder des MWT-IPC-Systems. Der Edelstahl-Zylinder wurde zu einem Becher gedreht, in dessen Boden ein den Prüfkörper-Abmessungen genau angepasstes **Lager** eingearbeitet war, erkennbar in der Tiefe des Edelstahl-Zylinders. In dieses Lager konnte der Prüfkörper passgenau hineingelegt werden. Im Zentrum des Prüfkörper-Lagers selbst erkennt man einen brunnenartig eingebohrten, blind endenden **Schacht**, der die überstehenden Anteile des Konus aufnehmen konnte.

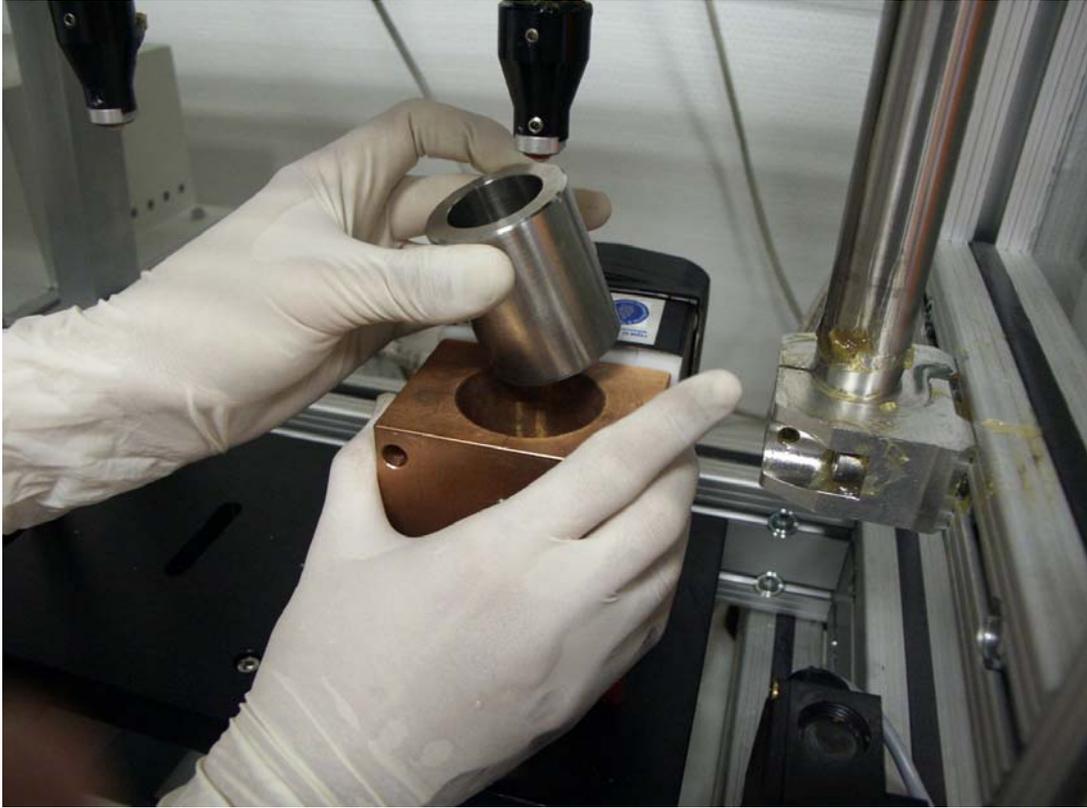


Abb. 55

Einsetzen des Edelstahl-Zylinders in das MWT_IPC

Der mit Wasser gefüllte Edelstahl-Zylinder wurde in das MWT_IPC eingesetzt und es wurde abgewartet, bis das Wasser auf 37°C aufgeheizt war. Erst dann wurde der Zement dosiert und verarbeitet.

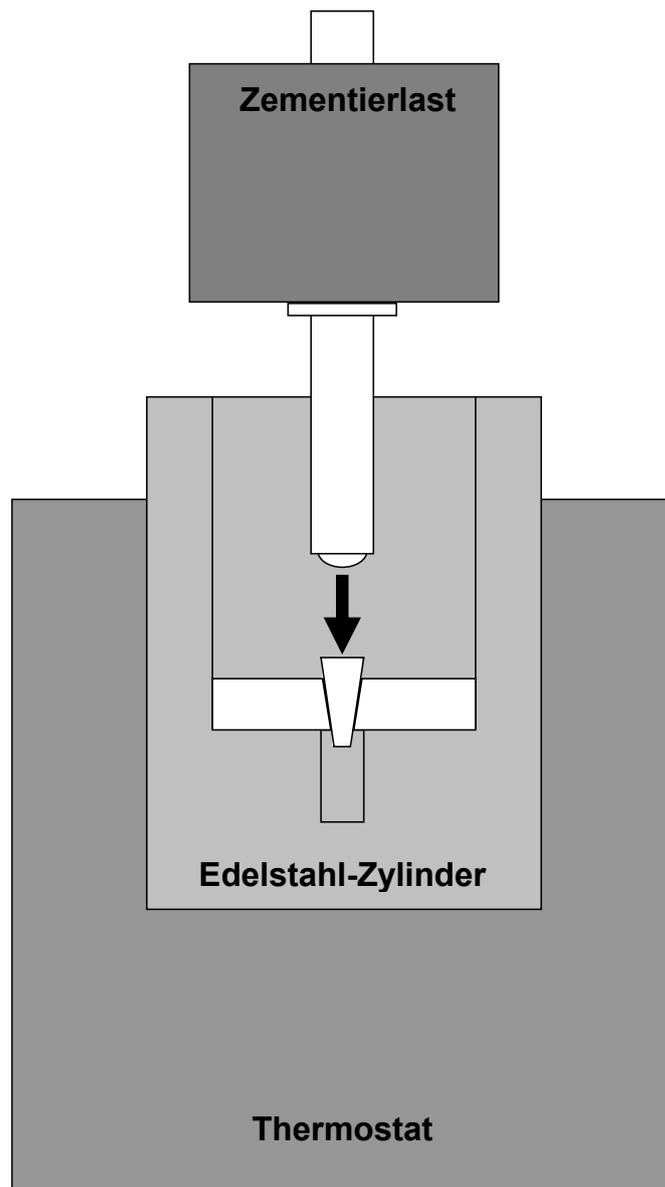


Abb. 56

Schema der Zementier-Anordnung

Abb. 56 zeigt das Schema der Zementier-Anordnung. Man erkennt den Prüfkörper auf dem Boden des Edelstahl-Zylinders. Die Konus-Basis weist nach oben. Der steatitkugel-bewehrte Druckstempel des **Münchener Kausimulators** (Willytec, München, Deutschland) trug die **Zementierlast**.

Die **Zementierlast** war diejenige Last, die während des 10-minütigen Aushärtens der Zementfuge auf dem Probekörper lasten sollte. Sie wurde vor jeder Zementierung durch eine elektronisch gesteuerte **Referenzfahrt** genau über die Vertikal-Achse des MWT_IPC gefahren, um achsenpräzise und lotrecht auf der Konus-Basis abgesetzt zu werden. Die Zementierung im flüssigen Medium bei 37°C dauerte **genau 10 Minuten**.

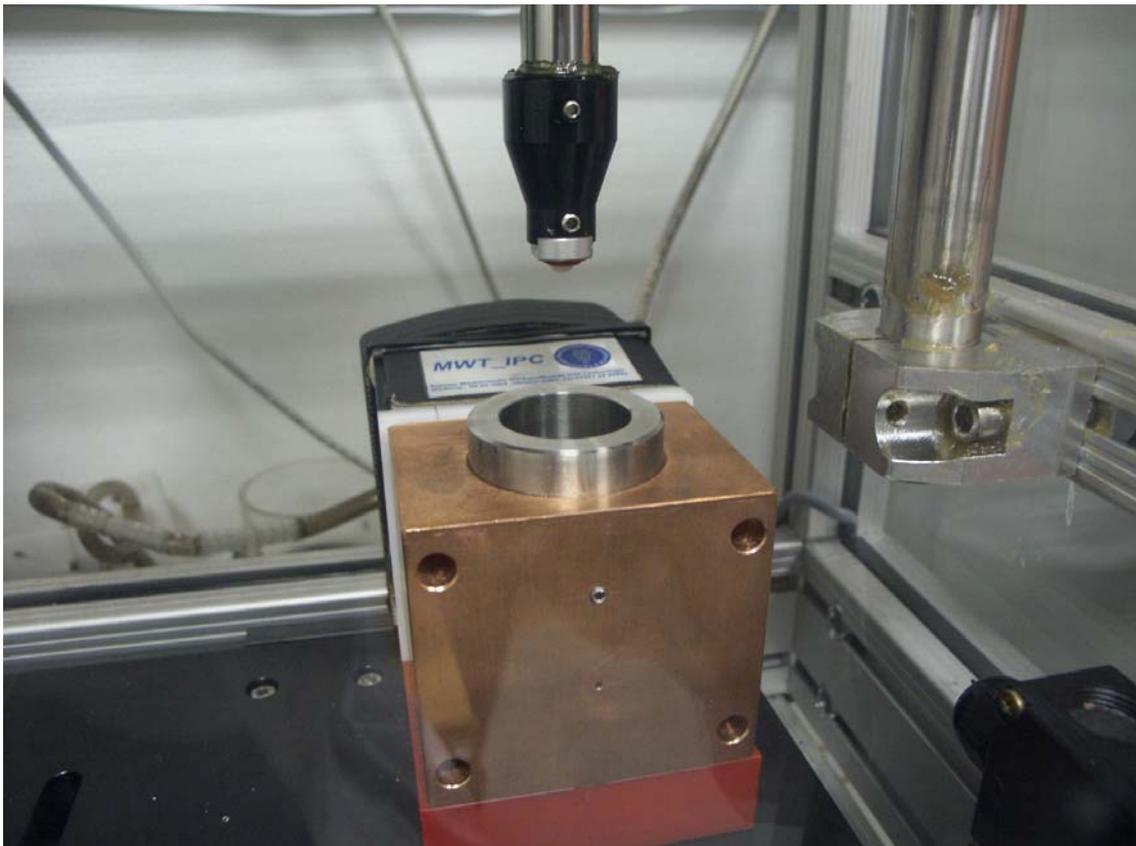


Abb. 57

MWT_IPC im Kau-Simulator

Abb. 57 zeigt das MWT_IPC unter dem Druckstempel des Kau-Simulators kurz vor dem Aufbringen der Zementierlast. Für das Aufbringen der Zementierlast wurde das MWT_IPC unter den Druckstempel des Münchener Kausimulators gespannt und durch eine Referenzfahrt justiert.

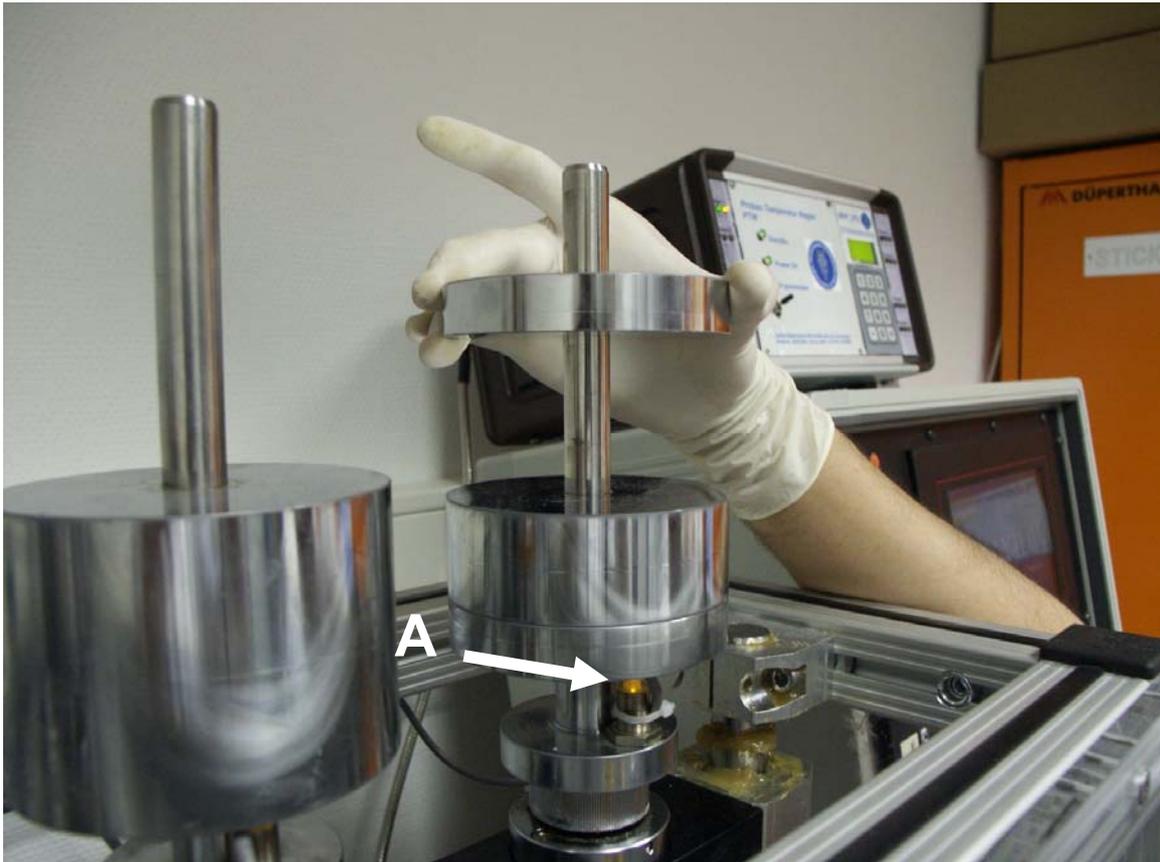


Abb. 58
Einstellen der Zementierlast

Abb. 58 zeigt das Einstellen der Zementierlast. Die Zementierlast konnte durch auswechselbare Gewichtscheiben zu **je einem Kilo** eingestellt werden, wobei der Rahmen des Münchener Kausimulators selbst bereits ein Kilo wog.

Der Moment des Absetzens der Zementierlast wurde durch das Erlöschen eines gelben **Lichtsignals (A)** unterhalb der Gewichtsscheiben signalisiert. Anhand einer Stoppuhr wurde die Zementierzeit von **genau 10 Minuten** gemessen.

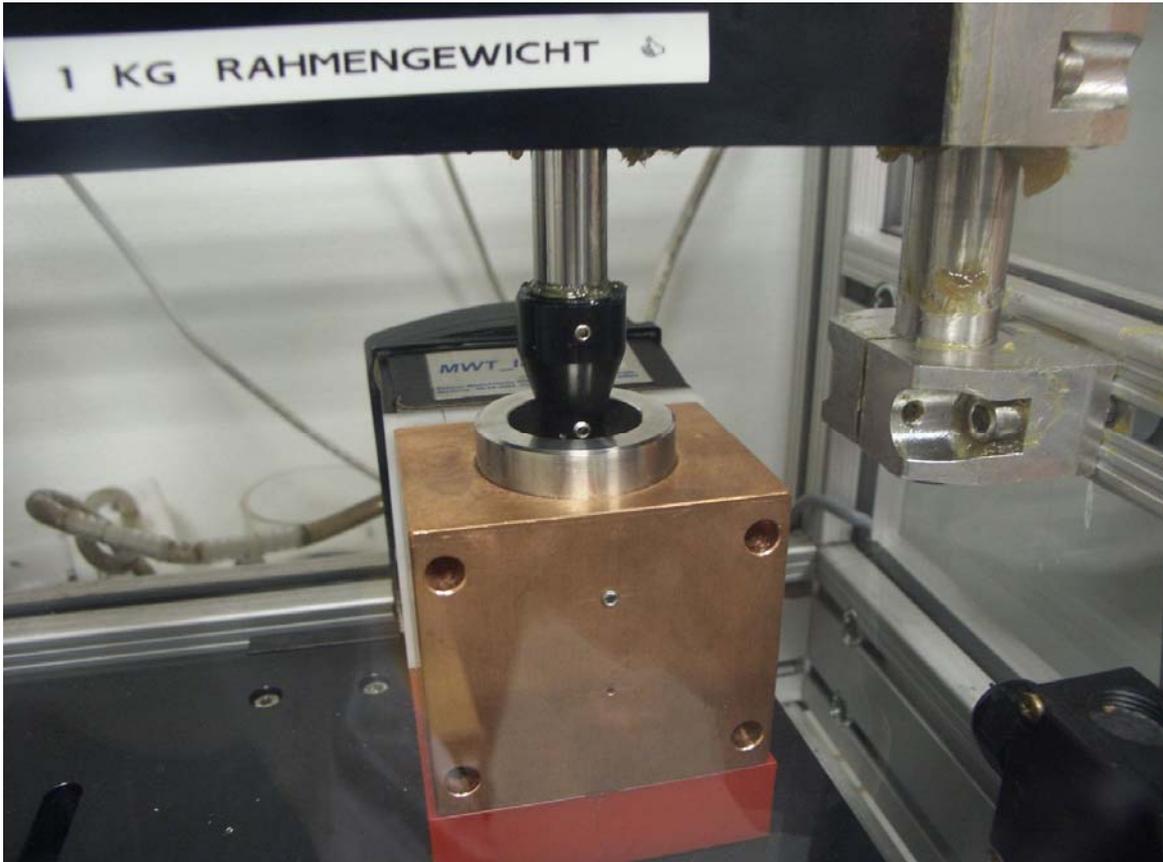


Abb. 59
Aufsetzen der Zementierlast

Abb. 59 zeigt den Moment des Aufsetzens der Zementierlast auf den Prüfkörper im Inneren des MWT_IPC. Nach Erlöschen des Lichtsignals (= Moment des Aufsetzens der Zementierlast) wurde mit einer Stoppuhr die **Zementierzeit** von **10 Minuten** gemessen. Dann wurde der Prüfkörper wieder entlastet, aus dem MWT_IPC herausgenommen, das flüssige Medium ausgewechselt und neu temperiert.

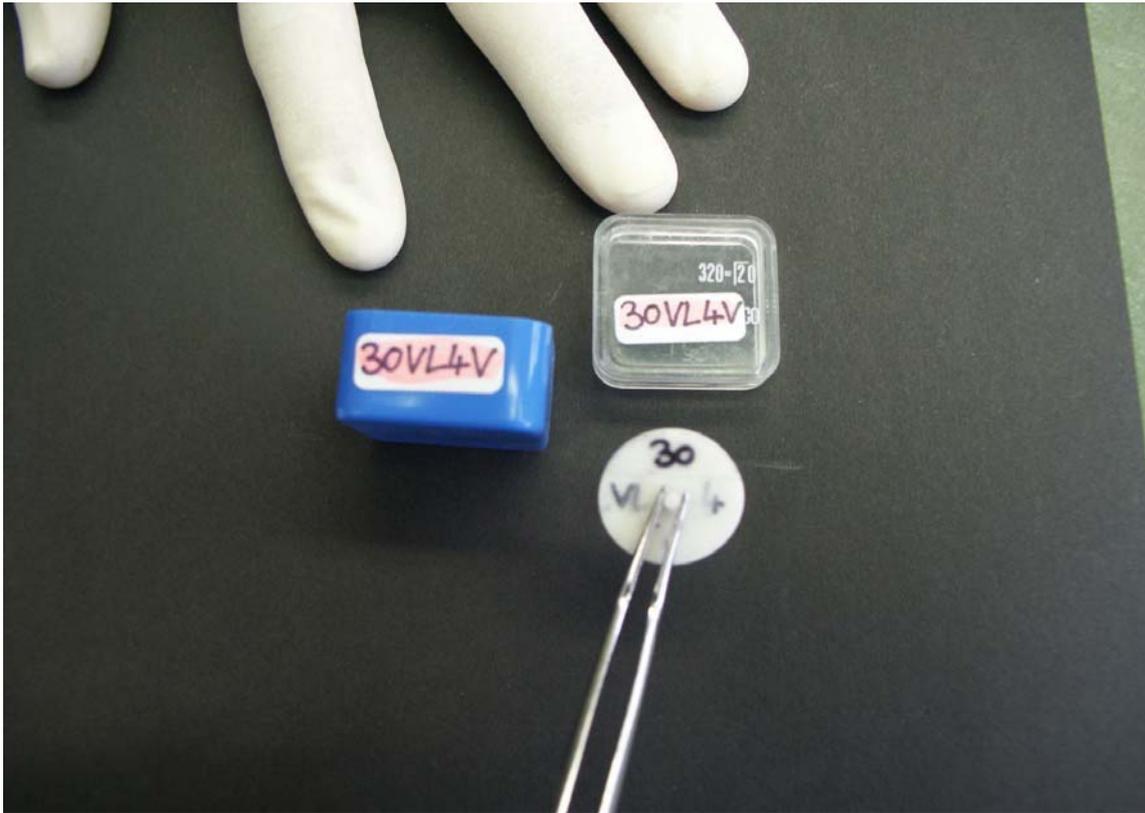


Abb. 60

Prüfkörper vor der Lagerung

Abb. 60 zeigt einen zementierten Prüfkörper. Jeder Prüfkörper wurde nach der Zementierung in sein Frasco-Kästchen gelegt, das Kästchen wurde mit **destilliertem Wasser** befüllt und **genau 24h** lang bei konstant **37°C** im Inkubator **neoLab Mini-Brutschrank** (neoLab, Heidelberg, Deutschland) gelagert, um die klinische Situation der relativen 24h-Kaukarenz zu simulieren, wie sie den Patienten nach Zementierung von feststehendem Zahnersatz empfohlen werden muß.

24h–Lagerung aller Prüfkörper



Abb. 61

Initiale 24h–Lagerung

Abb. 61 zeigt das Einbringen des Prüfkörpers in den Inkubator neoLab Mini–Brutschrank (neoLab, Heidelberg, Deutschland). Jeder Prüfkörper wurde über eine Dauer von 24h in seinem beschrifteten und mit destilliertem Wasser aufgefüllten frasaco–Kästchen im Inkubator unter relativem Lichtausschluss bei konstant 37°C gelagert. Die Temperatur wurde anhand eines Thermometers kontrolliert. Die Prüfkörper der **Gruppe V** (= **Kontrollgruppe**) wurden sofort nach der initialen Lagerung für die Datenerhebung freigegeben. Die Prüfkörper der **Gruppe K** (= **Experimentalgruppe**) wurden nach der initialen Lagerung thermozyklisiert.

Thermozyklisierung der Versuchsgruppe

Die Prüfkörper der Gruppe K wurden nach der initialen Lagerung aus dem frasaco-Kästchen entnommen und frei in den Korb des Thermozyklisierungs-Gerätes **EK20** (Willytec, München, Deutschland) gelegt. Das systemeigene kalte Tauchbad war auf **5°C**, das warme Tauchbad auf **55°C** temperiert. Ein Wechselbad-Zyklus betrug genau **70 Sekunden**, davon waren 30 Sekunden im kalten Bad und 30 Sekunden im warmen Bad, die verbleibenden 10 Sekunden dienten als **Tropfpause** zwischen den Bädern. Jeder Prüfkörper der Gruppe K durchlief **15000 Zyklen**, was einem klinischen Streß und künstlicher Alterung von etwa **drei Jahren** gleichgesetzt werden kann.



Abb. 62
Thermozyklisierung (I)

Abb. 62 zeigt das Thermozyklisierungs-Gerät **EK20** (Willytec, München, Deutschland). Man erkennt in der Mitte das Zählwerk, aus dem der Arm ragt, an dem der Korb mit den Prüfkörpern hängt. Links davon steht das kalte Bad mit der Kühleinheit und rechts davon das warme Bad mit den auf der Wasseroberfläche schwimmenden Kunststoff-Hohlkugeln, durch welche die Verdunstungsoberfläche des Warmbades verringert werden sollte.

Das Thermozyklisierungsgerät erzeugt eine erhebliche Luftfeuchtigkeit und Wärme im Laboratorium.



Abb. 63
Thermozyklisierung (II)

Abb. 63 zeigt den Moment des Eintauchens ins warme Bad des Thermocycling-Gerätes EK20 (Willytec, München, Deutschland). Man erkennt den Korb, in dem die Prüfkörper zwischen den Bädern hin- und hergehoben wurden.

Datensicherung

Erhebung und Sicherung der Messwerte



Abb. 64

Vorbereitung der Datenerhebung (I)

Abb. 64 zeigt die Vorbereitung der Datenerhebung in der Prüfmaschine **Zwick Z 0 10** (Zwick/Roell, Ulm, Deutschland). Zu diesem Zweck wurde das MWT_IPC unter den Druckstempel der Prüfmaschine gespannt und adjustiert, der Edelstahl-Zylinder mit destilliertem Wasser gefüllt und auf 37°C temperiert.



Abb. 65
Vorbereitung der Datenerhebung (II)

Abb. 65 zeigt den in das temperierte Wasser des Edelstahl-Zylinders eingebrachten Prüfkörper kurz vor Datenerhebung.

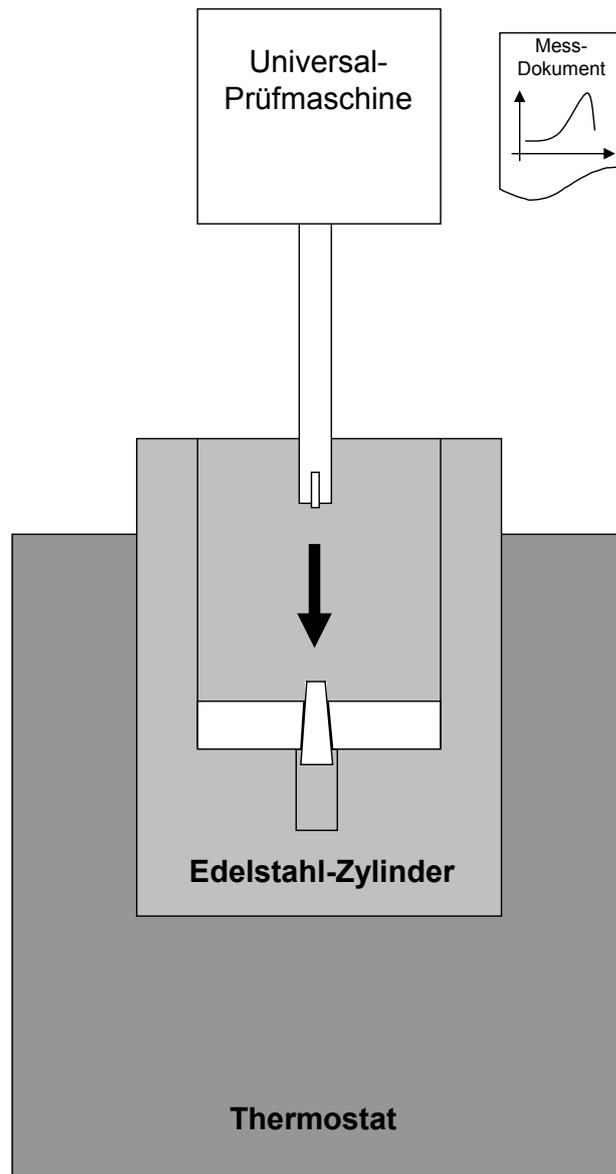


Abb. 66
 Schema der Prüf-Anordnung

Abb. 66 zeigt das Schema der Prüfanordnung. Der Edelstahl-Zylinder lagert auch während der Messung im Thermostat des MWT_IPC, das die Temperatur der Anordnung auf 37°C erhält. Der Prüfkörper wurde erneut in das gedrehte Lager im Inneren des Edelstahl-Zylinders gesetzt, allerdings für die Messung diesmal mit der Konus-Spitze nach oben.



Abb. 67
Datenerhebung

Abb. 67 zeigt die **Datenerhebung**. Man erkennt den Druckstempel der Prüfmaschine, der mit einer konstanten Vorschubgeschwindigkeit von **0,5mm/min** das Haftverbund-System im Inneren des MWT_IPC unter Spannung setzt. Während das Haftverbund-System unter Spannung versetzt wurde, regulierte, registrierte und dokumentierte die Prüfmaschine den Zuwachs an **Kraft**, den sie aufwenden musste, um den Druckstempel kontinuierlich mit einer Geschwindigkeit von 0,5mm/min auf das Haftverbund-System herabzusenken. Diese allmählich zunehmende **Kraft F [N]** war also das indirekte Maß für die **Spannung σ [=sigma] [N/mm²][MPa]**, unter die das Haftverbund-System gesetzt wurde. Im Moment des Erreichens der prüfkörperspezifischen **Grenzspannung σ_{lim}** versagte der Haftverbund: der Konus wurde mit einem dumpfen Geräusch aus der Scheibe gerissen, das Haftverbund-System brach dauerhaft. Die in diesem Moment gemessene Kraft war die **maximale Bruchfestigkeit F_{max}** . Sie wurde sowohl in Form eines Messdokuments ausgedruckt als auch handschriftlich auf einem vorbereiteten Formular des **Laborbuchs** dokumentiert und mit dem Code des jeweiligen Prüfkörpers verschlüsselt. **F_{max}** war das Mess-Ergebnis für die spätere statistische Auswertung.

Makroskopische Kontrolle und Dokumentation



Abb. 68

Makroskopische Kontrolle und Dokumentation (I)

Abb. 68 zeigt den Vorgang der makroskopischen Kontrolle. Jeder Prüfkörper musste unter dem Photomakroskop **M400 / Photoautomat MPS 55** (Wild Heerburg AG, Heerburg, Schweiz) daraufhin untersucht werden, ob es sich bei dem Bruchereignis um einen kohäsiven oder adhäsiven Bruch des Haftverbund-Systems handelte.



Abb. 69
Makroskopische Kontrolle und Dokumentation (II)

Abb.69 zeigt den Vorgang der makroskopischen Dokumentation. Anhand der Software **Image Pro®Plus Version 4.5.1.29** von Media Cybernetics Inc. wurde jeder Prüfkörper fotografisch dokumentiert. Die fotografischen Dokumente wurden mit dem Code des jeweiligen Prüfkörpers verschlüsselt und als JPEG-Dateien auf einer CD-ROM gesichert.

Rasterelektronische Dokumentation

Um einen Prüfkörper nach der Datenerhebung rasterelektronenmikroskopisch untersuchen zu können, musste seine Oberfläche elektrisch leitfähig gemacht werden. Zu diesem Zweck wurden die Prüfkörper-Einzelteile auf einen kleinen **Objektträger** aus Aluminium gesetzt, der vorher mit einem selbstklebenden, hierfür systemisch vorgesehenen Aufkleber versehen wurde.

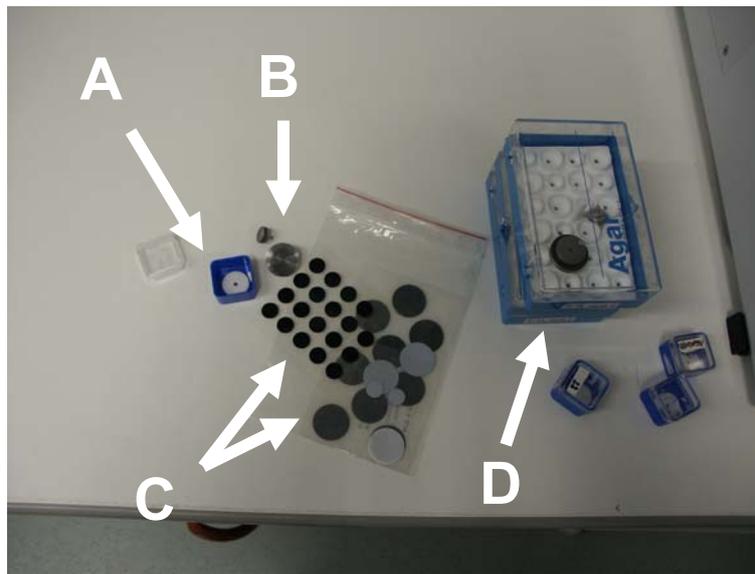


Abb. 70

Prüfkörper, Objektträger, Aufkleber und Prüfkörperlagerungs-Kästchen
(Agar Scientific, Stansted, Großbritannien)

Abb. 70 zeigt den **Prüfkörper (A)** nach der Datenerhebung, zwei verschiedene Größen von **Objektträgern (B)** aus Aluminium, zwei verschiedene Größen **Trägerfolie (C)** mit den einseitig schutzfolierten Aufklebern sowie das **AGAR-Kästchen (D)** für die Prüfkörper-Lagerung vor der Mikroskopie. Der Aufkleber wurde von der Trägerfolie abgezogen und auf die runde Fläche des Aluminium-Objektträgers geklebt.

Dann wurde die Schutzfolie abgezogen und die Prüfkörper-Einzelteile wurden mit der großen Kanalöffnung und der Konus-Spitze nach oben nebeneinander auf die klebende Fläche geklebt und berührungsfrei in das AGAR-Kästchen verbracht, um „gesputtet“ zu werden, d.h. in der luftleer gepumpten Kammer einer Sputter-Maschine mit einer extrem feinen Schicht aus metallischem Dampf überzogen zu werden (engl. to sputter = zerstäuben).

Zu diesem Zweck wurden die Objektträger mit den Prüfkörper-Einzelteilen (**6 Objektträger pro Fuhre**) in die Vakuum-Kammer des Sputter-Gerätes **SCD 005** (BAL-TEC, Witten, Deutschland) eingesetzt.



Abb. 71

Sputter SCD 005 mit geöffneter Vakuum-Kammer



Abb. 72

Innenansicht der geöffneten Vakuum-Kammer des Sputters SCD 005



Abb. 73

Innenansicht der Vakuum-Kammer des Sputters SCD 005
mit einem fertig gesputtertem Prüfkörper-Objektträger

Nach dem Sputten waren die Prüfkörper auf den Objektträgern durch die aufgedampfte Schicht grau verfärbt und wurden zurück in das AGAR-Kästchen gesetzt, wobei darauf geachtet wurde, die gesputteten Oberflächen nicht durch Berührung oder durch Flugstaub zu verunreinigen.

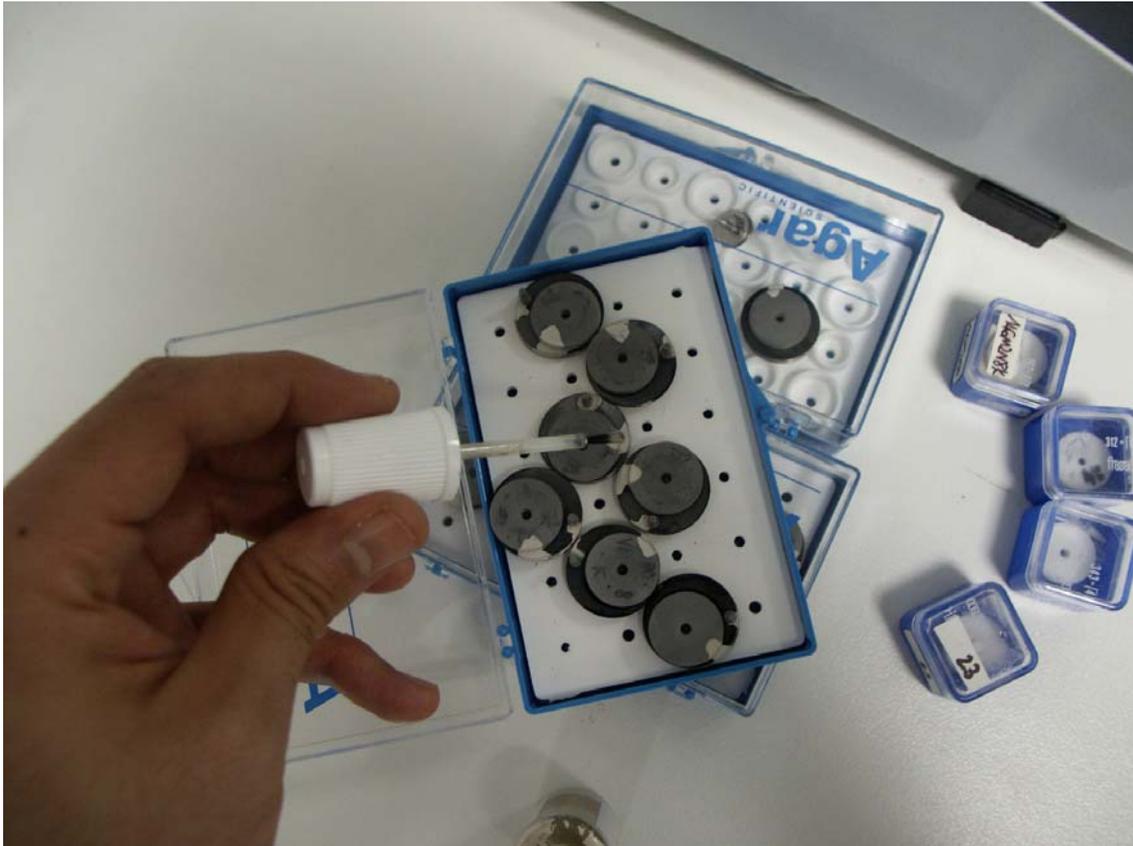


Abb. 74

Aufbringen eines elektrisch leitfähigen Lackes

Abb. 74 zeigt, wie nach dem Sputten eine elektrisch leitfähige Brücke mit einer nagellackartigen, silberhaltigen **Leitlacks** zwischen den Prüfkörper-Einzelteilen und der Unterseite des Objektträgers aufgebracht wurde.

Nach dem Erhärten des Leitlackes waren die Prüfkörper bereit für die Befundung und Dokumentation im Rasterelektronenmikroskop.

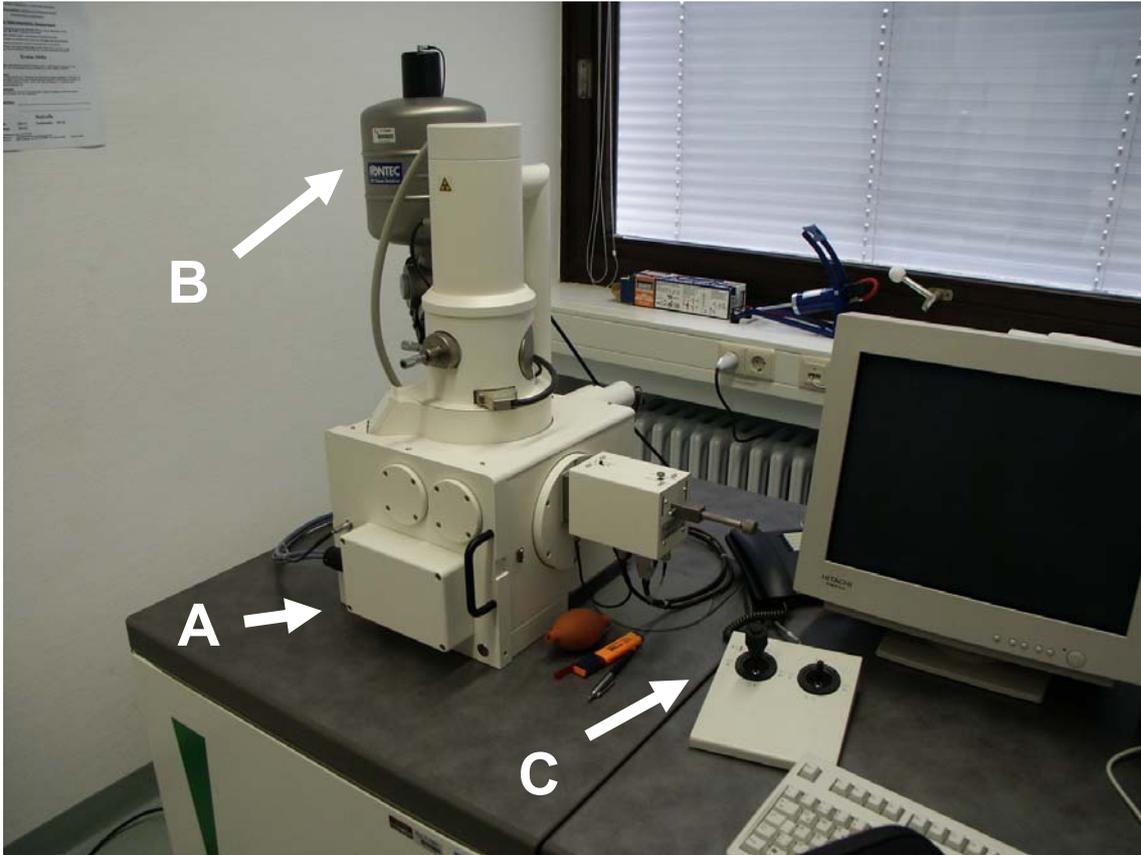


Abb. 75

Four Quadrant Backscattered Electron Detector Type 222 (I)

Abb. 75 zeigt das Elektronenmikroskop **Four Quadrant Backscattered Electron Detector Type 222** (KE Developments, Cambridge, Großbritannien). Man erkennt die Schublade-Außenfläche der geschlossenen, luftleer gepumpten **Objektkammer (A)**, in der die gesputteten Objektträger auf einem drehbaren Objektisch verschraubt waren. Neben der Elektronen-Röhre erkennt man den **Kühlmittel-Behälter (B)** für den flüssigen Stickstoff, mit dem die Elektronenkammer-Wände gekühlt werden. Daneben erkennt man einen **Joy-Stick (C)**, mit dem sich der Objektisch während der Befundung der Objekte im Inneren der luftleeren Objektkammer auf die gewünschte Position drehen ließ.

Der Objektisch wurde mit **je 4 Objektträgern pro Fuhre** beschickt.

Die Objektträger wurden mit einem Miniatur–Imbus–Schlüssel festgezurr und der schubladenartige Objektisch wurde mitsamt den Objektträgern in die Objektkammer geschoben. Die Luft wurde aus der Objektkammer gepumpt. Daraufhin ließ sich der rasterelektronische Befund auf dem PC–Monitor betrachten, heranzoomen und sichern.

Eine Auswahl von Prüfkörpern wurde rasterelektronisch dokumentiert. Dabei wurden mit der geräteeigenen Software rasterelektronische Fotos der Konus–Basis–Oberfläche und Ansichten durch die größere Kanalöffnung angefertigt, mit dem Prüfkörper–Code gekennzeichnet und als Bild–Dateien im TIF–Format auf einer CD–ROM gesichert. Bei mehreren Aufnahmen eines Prüfkörpers erhielt jede Aufnahme eine laufende Nummer (1, 2, 3, etc), die der Kennzeichnung angehängt wurde.

Datenverarbeitung

Statistische Aufbereitung

Sämtliche Messwerte wurden in das Tabellenkalkulationsprogramm **Windows® Excel 2002** von Microsoft Corporation eingegeben. Dann wurden die Messwerte zu übersichtlichen Tabellen zusammengefasst, die Mittelwerte \bar{x} der Messwerte sowie die entsprechende Standardabweichung $s(x)$ errechnet und als Säulendiagramme dargestellt.

Um eine wissenschaftliche Fragestellung statistisch zu beantworten, muss die Nullhypothese anhand des Datenmaterials entweder bestätigt oder widerlegt werden. Zu diesem Zweck wurde anhand des Statistik-Programms **Microcal Origin® Version 6.0** von Microcal Software Inc. ein **Signifikanz-Test** (t-test, Signifikanz-Niveau $p = 0,05$) durchgeführt und auftretende signifikante Unterschiede der Mittelwerte wurden dokumentiert.

Dateninterpretation + Datenberichterstattung

Die vorliegende Dissertation enthält die Dokumentation der Datenplanung und Datenvorbereitung im Einleitungs- und Material/Methodenteil, die Dokumentation der Datenerhebung im Ergebnisteil und die Dateninterpretation im Statistik- bzw. Diskussionsteil.

Ergebnisse

Der Ergebnisteil enthält

- sämtliche erhobenen **Daten**, ihre statistische Aufbereitung als **Mittelwerte** und **Standardabweichungen** in tabellarischer Form sowie als **Säulendiagramme** der Mittelwerte mit den jeweiligen Standardabweichungen als senkrecht miteinander verbundene **Punktendiagramme**.
- eine Auswahl kommentierter Foto–Dokumente aus der **Makroskopie** und **Mikroskopie**
- Messwerte der **Perthometrie** in tabellarischer und graphischer Form.

Da die Kontaktfläche der Prüfkörper bekannt war (**52 mm²**), ließ sich die Bruchfestigkeit für jeden Messwert in eine maximale **Bruchspannung** σ_{\max} [**N/mm²**][**MPa**] umrechnen:

Spannung ist Kraft pro Fläche

$$\sigma_{\max} = F_{\max} / 52 \text{ mm}^2$$

Das **Ranking** der Zemente (Tab. 3 bis 6, Abb. 76 bis Abb. 78) veranschaulicht die Hierarchie der getesteten Zemente in Abhängigkeit der Messwerte, die über alle Zementierlasten gemittelt wurden.

Die **Gesamtübersicht** (Tab. 7) listet alle Prüfkörper nach ihrer laufenden Code–Nummer, zeigt den jeweils erhobenen Messwert (= maximale Bruchfestigkeit F_{\max} [N]) und die daraus errechnete Bruchspannung σ_{\max} .

Zu einigen Prüfkörpern wurden Bemerkungen hinzugefügt, die auf besondere Vorkommnisse während der Datenvorbereitung und Datenerhebung hinweisen.

Die **Datenübersichten nach Zementen** (Tab. 8 – Tab. 13) listen alle Prüfkörper des jeweiligen Zements nach Prüfgruppen. In dem je Zement beigefügten Diagramm lassen sich die verschiedenen Zementierlasten und Versuchsgruppen graphisch vergleichen. Signifikante Unterschiede der Mittelwerte innerhalb eines Zements werden durch einen schwarzen Doppelpfeil dargestellt.

Die **Datenübersicht nach Prüfgruppen** (Tab. 14 und Tab. 15) listet alle Zementierlasten nach Prüfgruppen. Das je Prüfgruppe beigefügte Diagramm reiht die abfallenden Mittelwerte. Die Signifikanz–Abbildungen veranschaulichen statistisch signifikante Unterschiede sowohl innerhalb der Prüfgruppe als auch zwischen den Prüfgruppen, gruppiert nach Zementierlasten.

Im Ergebnis–Teil für **Merlon Plus®** (Tab. 16 – Tab. 22, Abb. 90 – Abb. 102) werden die Daten nach oben dargelegtem Schema **je P:L–Verhältnis** dargelegt.

Daten

1	SuperBond®C&B	16,44 MPa (± 1,22)
2	RelyX Unicem®	15,66 MPa (± 2,64)
3	Dyract Cem plus®	13,54 MPa (± 1,98)
4	Harvard Zement®	13,41 MPa (± 1,49)
5	Variolink II®	12,80 MPa (± 2,40)
6	Panavia 21®	11,55 MPa (± 1,82)

Tab. 3

Ranking **VOR** dem Thermozyklisieren

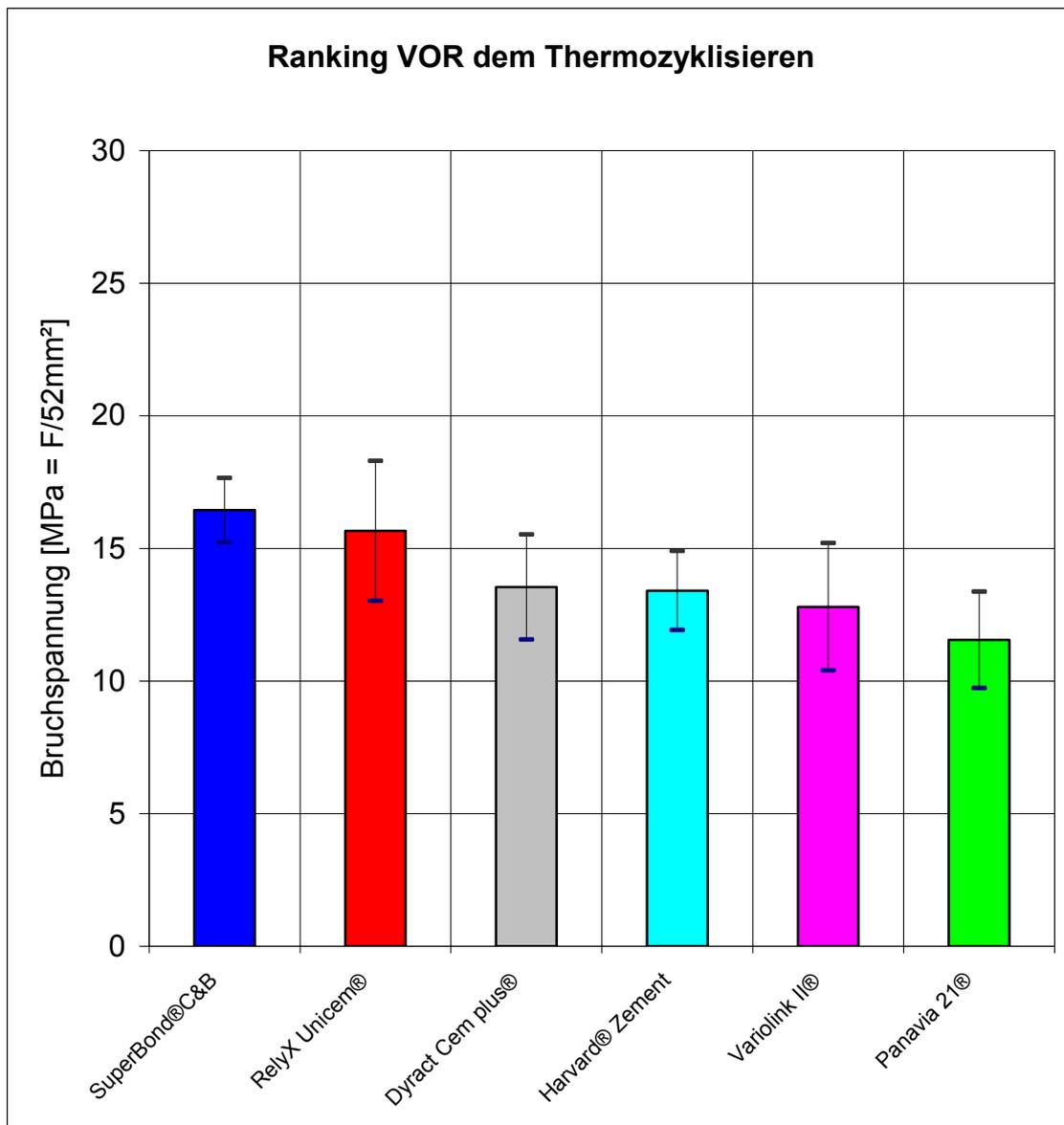


Abb. 76

Ranking der Mittelwerte **vor** dem Thermozyklisieren, nach Zementen gereiht und über alle Zementierlasten gemittelt.

1	SuperBond®C&B	25,45 MPa (± 1,83)
2	RelyX Unicem®	15,94 MPa (± 1,27)
3	Dyract Cem plus®	13,17 MPa (± 1,42)
4	Harvard Zement®	12,06 MPa (± 1,16)
5	Variolink II®	11,13 MPa (± 1,73)
6	Panavia 21®	9,67 MPa (± 2,37)

Tab. 4
Ranking **NACH** dem Thermozyklisieren

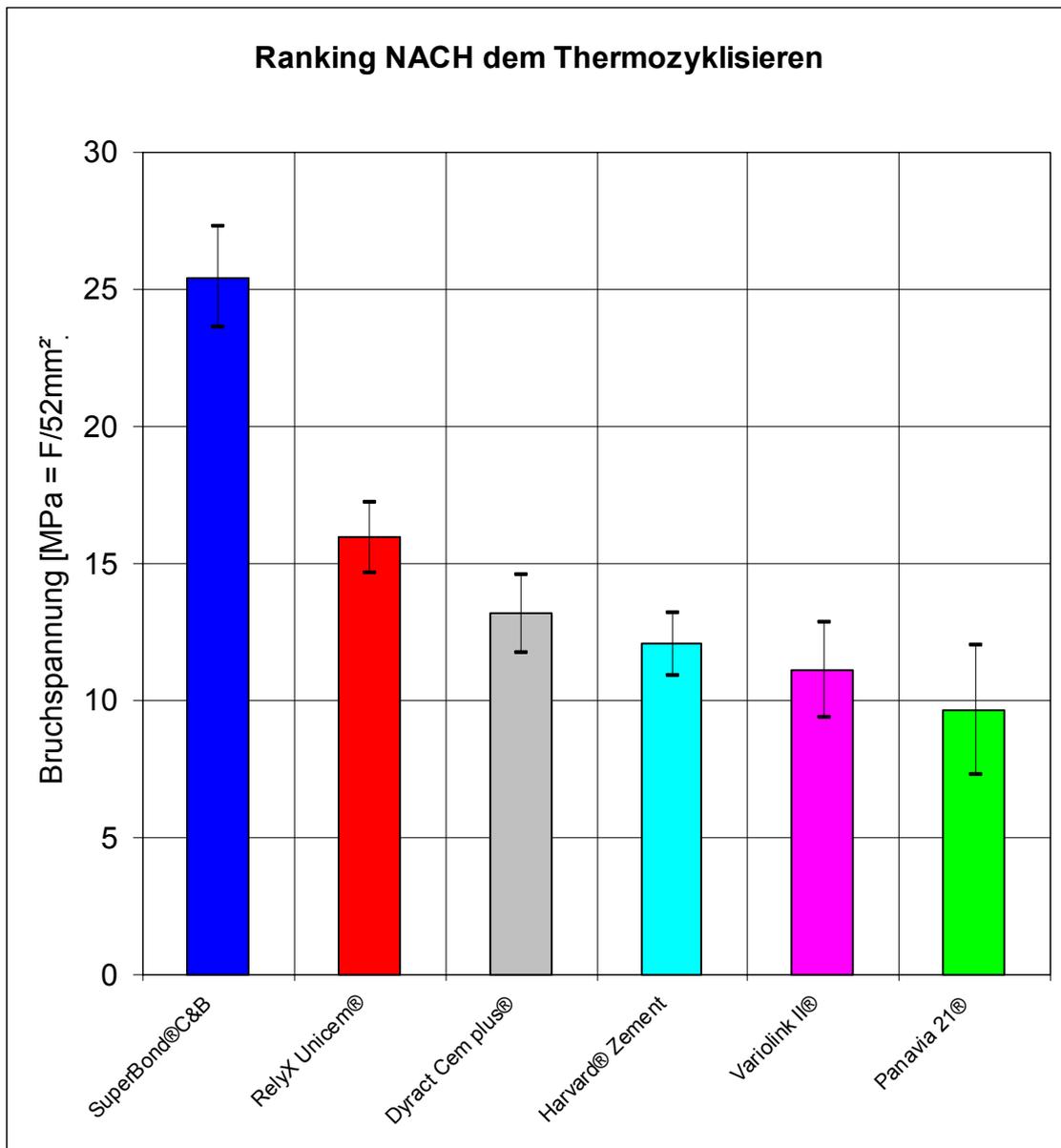


Abb. 77

Ranking der Mittelwerte **nach** dem Thermozyklisieren, nach Zementen gereiht und über alle Zementierlasten gemittelt.

1	Meron Plus® 1,6 : 1 (D)	10,66 MPa (± 0,83)
2	Meron Plus® 1,8 : 1 (E)	11,14 MPa (± 1,03)
3	Meron Plus® 2,0 : 1 (F)	10,93 MPa (± 0,78)

Tab. 5

Ranking der Meron Plus®–Mischverhältnisse **VOR** dem Thermozyklisieren

1	Meron Plus® 1,6 : 1 (D)	13,74 MPa (± 1,04)
2	Meron Plus® 1,8 : 1 (E)	13,10 MPa (± 0,94)
3	Meron Plus® 2,0 : 1 (F)	13,15 MPa (± 1,33)

Tab. 6

Ranking der Meron Plus®–Mischverhältnisse **NACH** dem Thermozyklisieren

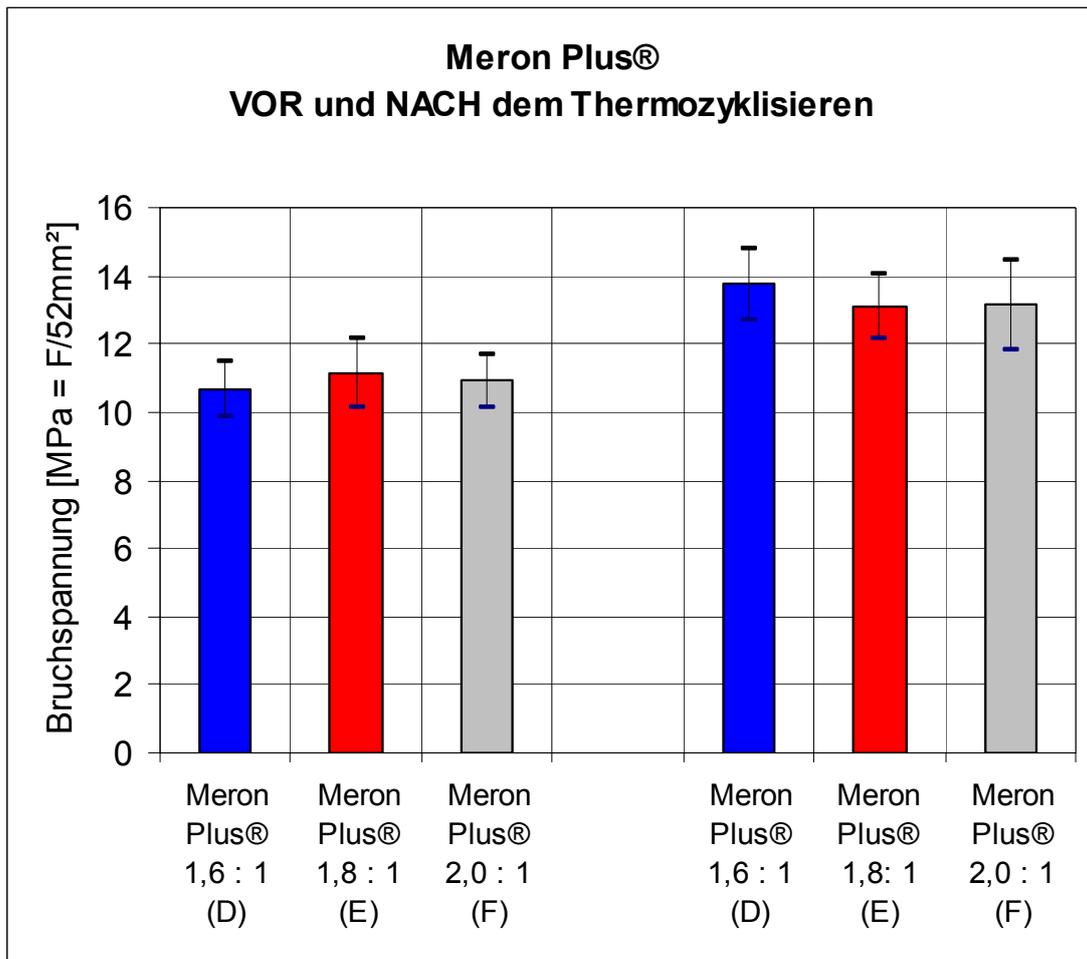


Abb. 78

Ranking der Mittelwerte von **Meron Plus®**, gereiht nach P:L-Mischungsverhältnissen, gruppiert nach Versuchs-Gruppen und über alle Zementierlasten gemittelt.

Code	F_{\max} [N]	σ_{\max} [N/mm ²] [MPa]	Bemerkung
01 HZ 2 V	704,87	13,56	
02 HZ 2 V	575,98	11,08	
03 HZ 2 K	701,44	13,49	
04 HZ 2 K	542,90	10,44	
05 VL 2 V	768,11	14,77	
06 VL 2 V	668,47	12,86	
07 VL 2 K	681,15	13,10	
08 VL 2 K	730,50	14,05	
09* PA 2 V	649,01	12,48	Der Prüfkörper 09* wurde mit einem Sternchen markiert, um ihn von einen Prüfkörper mit der Codierung 09 PA 2 V zu unterscheiden, der anstelle von 95 SB 8 K geprüft wurde, denn Prüfkörper 95 war auf „mysteriöse“ Weise verschwunden.
10 PA 2 V	774,81	14,90	
11 PA 2 K	244,30	4,70	
12 PA 2 K	497,46	9,57	
13 DC 2 V	820,53	15,78	Prüfkörper 13, 14, 22, 37, 38, 45, 46, 62, 69, 70, 85, 86, 93, 94 wurden mit ESPE®Sil silanisiert, dann versehentlich 10d stehengelassen, dann erneut sandgestrahlt, silikatisiert und mit Monobond S silanisiert, weil das ESPE®Sil der zahntechnischen Werkstätte am Tag der Prüfkörper–Zementierung nicht verfügbar war.
14 DC 2 V	733,01	14,10	Siehe Bemerkung von Prüfkörper 13.

15 DC 2 K	671,86	12,92	Nach der Datenerhebung stak der Konus der Prüfkörper 15, 16, 39, 40 und 87 noch im Kanal, konnte aber durch Berührung herausbefördert werden.
16 DC 2 K	693,05	13,33	Siehe Bemerkung von Prüfkörper 15.
17 RX 2 V	684,41	13,16	
18 RX 2 V	956,78	18,40	Die Datenerhebung bei Prüfkörper 18 geschah versehentlich OHNE Wasser. Der Messwert fand <u>keinen</u> Einlaß in die Studie, sondern wurde durch den Messwert des Prüfkörpers 101 RX 2 V ersetzt.
19 RX 2 K	832,04	16,00	
20 RX 2 K	683,47	13,14	
21 SB 2 V	904,61	17,40	Für das Anmischen der Zementportionen für die Prüfkörper 21, 22, 45, 69, 70, 93 und 94 wurde das keramische Dappenglas aus dem Superbond® Starterpack 2 min ins 5°C–Wasserbad getaucht und mit Zellstoff trockengerieben. Während dem Anmischen herrschten 10°C im Dappenglas, ablesbar an der Temperaturskala des Dappenglases.
22 SB 2 V	775,26	14,91	An den Prüfkörpern 22, 28, 69, 93 und 129 waren 2 Meßgänge notwendig: Prüfkörper 22 brachte erst 756,0 N, dann ein Bruchereignis, welches die Prüfmaschine zum Stillstand brachte. Die weitere Messung ergab 19,20 N. Diese Einzelwerte wurden zu einem einzigen Messwert addiert. Siehe auch Bemerkung von Prüfkörper 13 und 21.
23 SB 2 K	1365,84	26,27	
24 SB 2 K	1274,47	24,51	
25 HZ 4 V	694,04	13,35	
26 HZ 4 V	757,50	14,57	
27 HZ 4 K	630,68	12,13	

28 HZ 4 K	583,95	11,23	2 Meßgänge: erst 572,82 N, dann ein Bruchereignis, welches die Prüfmaschine zum Stillstand brachte. Die weitere Messung ergab 11,13 N. Diese Einzelwerte wurden zu einem einzigen Messwert addiert. Siehe auch Bemerkung von Prüfkörper 22.
29 VL 4 V	770,04	14,81	
30 VL 4 V	698,98	13,44	
31 VL 4 K	544,83	10,48	
32 VL 4 K	522,18	10,04	
33 PA 4 V	509,02	9,79	
34 PA 4 V	631,61	12,15	
35 PA 4 K	510,23	9,81	
36 PA 4 K	540,32	10,39	
37 DC 4 V	812,62	15,63	Die Tröpfchen enthielten viele Lufteinschlüsse, weit mehr als bei der K-Gruppe. Siehe auch Bemerkung von Prüfkörper 13.
38 DC 4 V	622,48	11,97	Tröpfchen enthielten viele Lufteinschlüsse, weit mehr als bei der K-Gruppe. Siehe auch Bemerkung von Prüfkörper 13.
39 DC 4 K	597,15	11,48	Siehe Bemerkung von Prüfkörper 15.
40 DC 4 K	806,33	15,51	Siehe Bemerkung von Prüfkörper 15.
41 RX 4 V	944,27	18,16	
42 RX 4 V	714,45	13,74	

43 RX 4 K	866,43	16,66	Prüfkörper 43 wurde versehentlich mit der Zementierlast 2kg statt 4kg hergestellt. Der Messwert wurde dennoch erhoben und dem Mittelwert RX 4 K hinzugefügt. Dadurch ergab sich $n[\text{RX 4 K}] = 3$ und $n[\text{RX 2 K}] = 1$.
44 RX 4 K	862,43	16,59	
45 SB 4 V	874,58	16,82	Während der Datenerhebung wurde ein Geräusch wie reißendes Eis in heißem Wasser vernehmlich. Siehe auch Bemerkung von Prüfkörper 13 und 21.
46 SB 4 V	843,73	16,23	Siehe Bemerkung von Prüfkörper 13.
47 SB 4 K	1445,91	27,81	
48 SB 4 K	1361,15	26,18	
49 HZ 6 V	616,54	11,86	
50 HZ 6 V	716,17	13,77	
51 HZ 6 K	629,78	12,11	
52 HZ 6 K	668,29	12,85	
53 VL 6 V	796,38	15,32	Standardabweichung zwischen den Prüfwerten war >200 N, weshalb nochmals geprüft wurde und die Daten hinzugefügt wurden: Zusammen mit dem Prüfkörper 77 ergab das: $n[\text{VL 6 V}] = 5$.
54 VL 6 V	571,41	10,99	Standardabweichung zwischen den Prüfwerten war >200 N, weshalb nochmals geprüft wurde und die Daten hinzugefügt wurden: Zusammen mit dem Prüfkörper 77 ergab das: $n[\text{VL 6 V}] = 5$.
55 VL 6 K	526,17	10,12	
56 VL 6 K	542,38	10,43	
57 PA 6 V	622,54	11,97	
58 PA 6 V	613,35	11,80	
59 PA 6 K	506,10	9,73	

60 PA 6 K	468,87	9,02	
61 DC 6 V	600,51	11,55	Tröpfchen enthielten viele Lufteinschlüsse, weit mehr als bei der K-Gruppe. Für die Anmischung der Zementportion wurden versehentlich 3 Tropfen statt 2 Tropfen benutzt.
62 DC 6 V	610,74	11,75	Tröpfchen enthielten viele Lufteinschlüsse, weit mehr als bei der K-Gruppe. Siehe auch Bemerkung von Prüfkörper 13.
63 DC 6 K	667,39	12,83	
64 DC 6 K	632,27	12,16	
65 RX 6 V	816,32	15,70	
66 RX 6 V	917,42	17,64	
67 RX 6 K	843,30	16,22	
68 RX 6 K	868,32	16,70	
69 SB 6 V	940,92	18,09	2 Meßgänge: erst 869,38 N, dann ein Bruchereignis, welches die Prüfmaschine zum Stillstand brachte, die weitere Messung ergab 71,54 N. Die Einzelwerte wurden zu einem einzigen Messwert addiert. Siehe auch Bemerkung von Prüfkörper 13, 21 und 22.
70 SB 6 V	885,66	17,03	Siehe Bemerkung von Prüfkörper 13 und 21.
71 SB 6 K	1432,08	27,54	
72 SB 6 K	1254,66	24,13	
73 HZ 8 V	827,10	15,91	
74 HZ 8 V	686,40	13,20	
75 HZ 8 K	560,65	10,78	
76 HZ 8 K	697,91	13,42	

77 VL 8 V	881,50	16,95	Prüfkörper stürzte vor der Zementierung in Wasser, wurde herausgefischt, mit standardisiertem Stickstoff getrocknet und ohne erneute Silikatisierung silanisiert. Der Messwert wurde erhoben, fand aber keinen Einlaß in die Studie, sondern wurde durch den Messwert einer Wiederholung (= 99 VL 8 V) ersetzt.
78 VL 8 V	827,02	15,90	Prüfkörper 78 wurde versehentlich mit der Zementierlast 6kg statt 8kg hergestellt. Der Messwert wurde dennoch erhoben und dem Mittelwert VL 8 V hinzugefügt. Zusammen mit den Prüfkörpern 53 und 54 ergab das $n[VL 6 V] = 5$.
79 VL 8 K	617,05	11,87	
80 VL 8 K	465,09	8,94	
81 PA 8 V	485,82	9,34	
82 PA 8 V	517,83	9,96	
83 PA 8 K	681,58	13,11	
84 PA 8 K	572,77	11,01	
85 DC 8 V	818,90	15,75	Tröpfchen enthielten viele Lufteinschlüsse, weit mehr als bei der K-Gruppe. Siehe auch Bemerkung von Prüfkörper 13.
86 DC 8 V	612,24	11,77	Tröpfchen enthielten viele Lufteinschlüsse, weit mehr als bei der K-Gruppe. Siehe auch Bemerkung von Prüfkörper 13.
87 DC 8 K	781,48	15,03	Siehe Bemerkung von Prüfkörper 15.
88 DC 8 K	628,27	12,08	
89 RX 8 V	950,93	18,29	
90 RX 8 V	899,33	17,29	
91 RX 8 K	887,40	17,07	
92 RX 8 K	787,46	15,14	

93 SB 8 V	860,74	16,55	2 Meßgänge: erst 777,09 N, dann ein Bruchereignis, welches die Prüfmaschine zum Stillstand brachte, die weitere Messung ergab 83,65 N. Die Einzelwerte wurden zu einem einzigen Messwert addiert. Siehe auch Bemerkung von Prüfkörper 13, 21 und 22.
94 SB 8 V	752,99	14,48	Siehe auch Bemerkung von Prüfkörper 13 und 21.
95 SB 8 K (trägt die Codierung 09 PA 2 V)	1290,06	24,81	Der Prüfkörper mit der Codierung 95 SB 8 K war auf mysteriöse Weise verschwunden: an seiner Stelle wurde der Prüfkörper mit der Codierung 09 PA 2 V unter der Bedingung SB 8 K geprüft. Siehe auch Bemerkung von Prüfkörper 09*.
96 SB 8 K	1163,98	22,38	
97 VL 6 V	576,79	11,09	Siehe Bemerkung von Prüfkörper 53 und 54.
98 VL 6 V	491,09	9,44	Siehe Bemerkung von Prüfkörper 53 und 54.
99 VL 8 V	461,17	8,87	Siehe Bemerkung von Prüfkörper 77.
100 VL 8 V	692,60	13,32	Siehe Bemerkung von Prüfkörper 78.
101 RX 2 V	586,98	11,29	Siehe Bemerkung von Prüfkörper 18.
102			nicht belegt (absichtlich; als Zäsur)
103 MD 2 V	552,89	10,63	
104 MD 2 V	481,94	9,27	
105 MD 2 K	664,57	12,78	
106 MD 2 K	787,63	15,15	
107 ME 2 V	509,71	9,80	
108 ME 2 V	573,91	11,04	
109 ME 2 K	660,49	12,70	
110 ME 2 K	682,24	13,12	
111 MF 2 V	518,26	9,97	

112 MF 2 V	512,28	9,85	
113 MF 2 K	753,66	14,49	
114 MF 2 K	653,65	12,57	
115 MD 4 V	592,04	11,39	
116 MD 4 V	558,22	10,74	
117 MD 4 K	664,90	12,79	
118 MD 4 K	670,36	12,89	
119 ME 4 V	570,34	10,97	
120 ME 4 V	554,74	10,67	
121 ME 4 K	586,48	11,28	
122 ME 4 K	707,67	13,61	
123 MF 4 V	547,31	10,53	
124 MF 4 V	632,21	12,16	
125 MF 4 K	698,86	13,44	
126 MF 4 K	814,46	15,66	
127 MD 6 V	543,08	10,44	
128 MD 6 V	509,27	9,79	
129 MD 6 K	746,40	14,35	2 Meßgänge: erst 610,68 N, dann ein Bruchereignis, das die Prüfmaschine zum Stillstand brachte, die weitere Messung ergab 135,72 N. Die Einzelwerte wurden zu einem einzigen Messwert addiert. Siehe auch Bemerkung von Prüfkörper 22.
130 MD 6 K	743,35	14,30	
131 ME 6 V	547,89	10,54	
132 ME 6 V	600,32	11,54	Der Konus des Prüfkörpers 132 lag nach der Datenerhebung zur Gänze durchgestoßen im Schacht des Zylinders.
133 ME 6 K	754,83	14,52	

134 ME 6 K	712,79	13,71	
135 MF 6 V	594,38	11,43	
136 MF 6 V	589,23	11,33	
137 MF 6 K	605,31	11,64	
138 MF 6 K	661,71	12,73	
139 MD 8 V	583,08	11,21	
140 MD 8 V	613,56	11,80	
141 MD 8 K	663,95	12,77	
142 MD 8 K	775,30	14,91	
143 ME 8 V	693,95	13,35	
144 ME 8 V	584,55	11,24	
145 ME 8 K	665,51	12,80	
146 ME 8 K	677,66	13,03	
147 MF 8 V	582,96	11,21	
148 MF 8 V	570,96	10,98	
149 MF 8 K	645,94	12,42	
150 MF 8 K	637,77	12,26	
151 MA 8 V	364,00	7,00	
152 MB 8 V	460,84	8,86	
153 MC 8 V	619,21	11,91	
154 MA 8 K	260,33	5,01	
155 MB 8 K	685,79	13,19	
156 MC 8 K	536,05	10,31	

Tab. 7
Gesamtdatenübersicht

Datenübersicht Dyract Cem plus®

Code	n1	n2	x	s
DC 2 V	820,53	733,01	776,77	61,89
DC 4 V	812,62	622,48	717,55	134,45
DC 6 V	600,51	610,74	605,63	7,23
DC 8 V	818,90	612,24	715,57	146,13
DC 2 K	671,86	693,05	682,46	14,98
DC 4 K	597,15	806,33	701,74	147,91
DC 6 K	667,39	632,27	649,83	24,83
DC 8 K	781,48	628,27	704,88	108,34

Tab.8

Dyract Cem plus® Einzelwerte und Mittelwerte

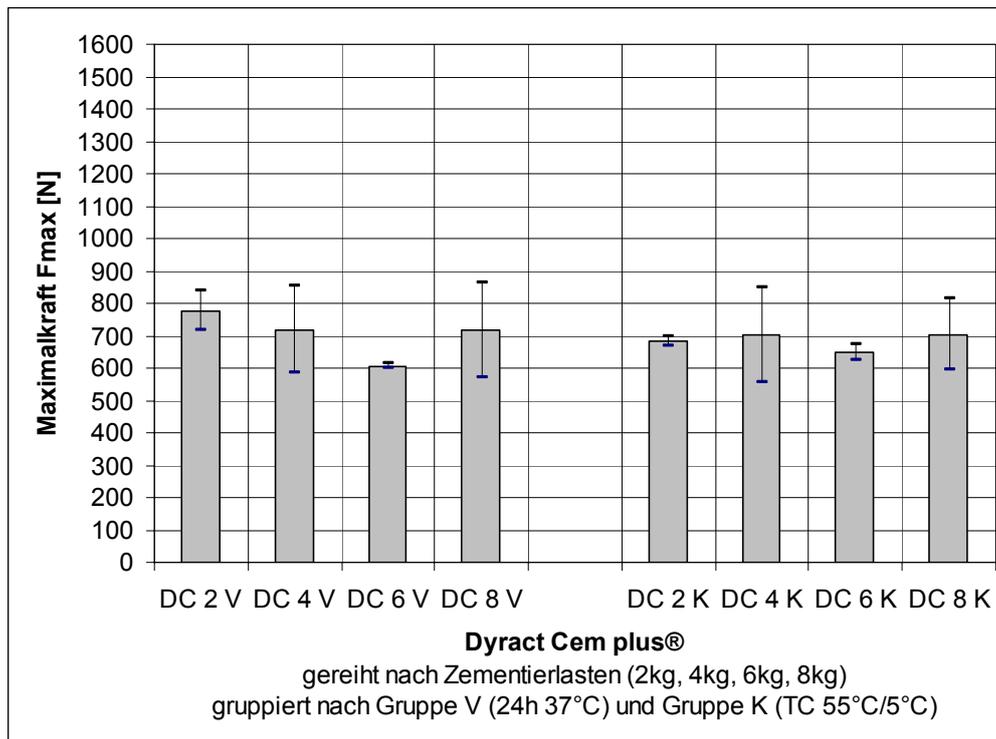


Abb.79

Dyract Cem plus® Mittelwerte und Standardabweichungen

Datenübersicht Harvard Universal Phosphat-Zement®

Code	n1	n2	x	s
HZ 2 V	704,87	575,98	640,43	91,14
HZ 4 V	694,04	757,50	725,77	44,87
HZ 6 V	616,54	716,17	666,36	70,45
HZ 8 V	827,10	686,40	756,75	99,49
HZ 2 K	701,44	542,90	622,17	112,10
HZ 4 K	630,68	583,95	607,32	33,04
HZ 6 K	629,78	668,29	649,04	27,23
HZ 8 K	560,65	697,91	629,28	97,06

Tab. 9

Harvard Universal Phosphat-Zement®

Einzelwerte n, Mittelwerte x und Standardabweichung s

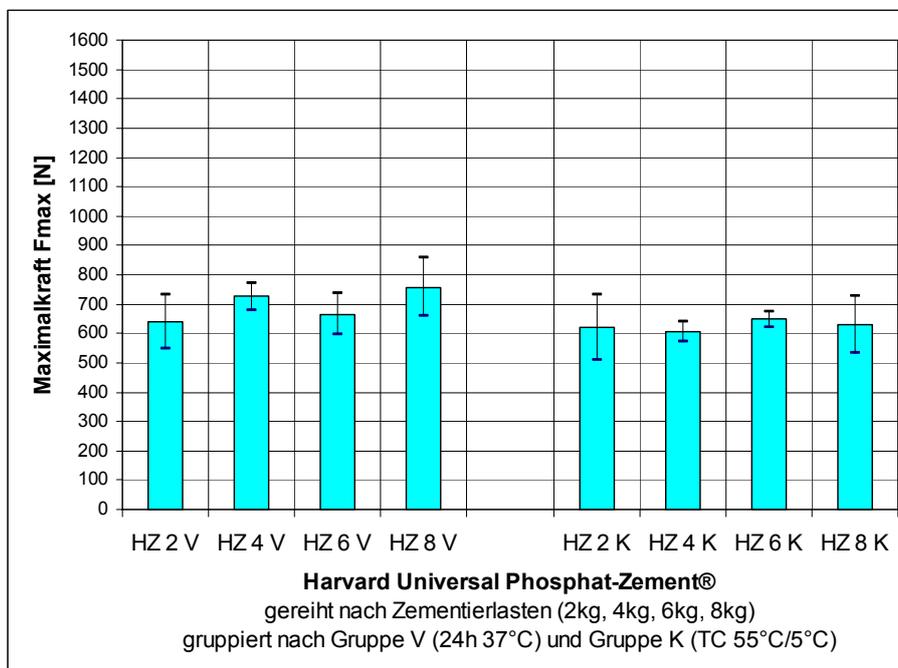


Abb. 80

Harvard Universal Phosphat-Zement® Mittelwerte und Standardabweichungen

Datenübersicht Panavia 21®

Code	n1	n2	x	s
PA 2 V	649,01	774,81	711,91	88,95
PA 4 V	509,02	631,61	570,32	86,68
PA 6 V	622,54	613,35	617,95	6,50
PA 8 V	485,82	517,83	501,83	22,63
PA 2 K	244,30	497,46	370,88	179,01
PA 4 K	510,23	540,32	525,28	21,28
PA 6 K	506,10	468,87	487,49	26,33
PA 8 K	681,58	572,77	627,18	76,94

Tab. 10

Panavia 21® Einzelwerte n, Mittelwerte x und Standardabweichung s

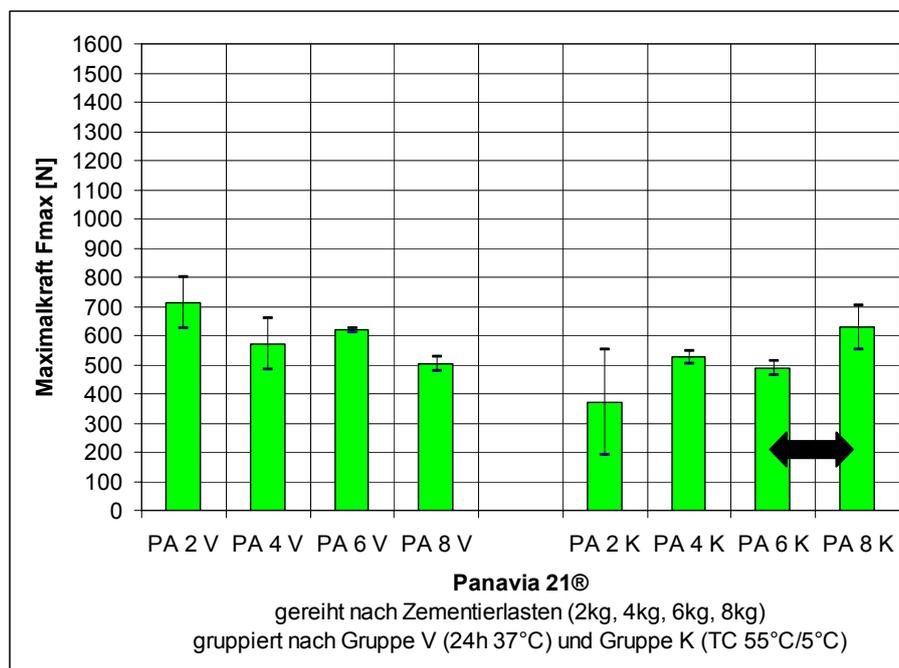


Abb. 81

Panavia 21® Mittelwerte und Standardabweichungen.

Der schwarze Pfeil signalisiert signifikanten Mittelwert–Unterschied ($p = 0,05$).

Datenübersicht RelyX Unicem®

Code	n1	n2	n3	x	s
RX 2 V	684,41	586,98		635,70	68,89
RX 4 V	944,27	714,45		829,36	162,51
RX 6 V	816,32	917,42		866,87	71,49
RX 8 V	950,93	899,33		925,13	36,49
RX 2 K	832,04	683,47	866,43	793,98	97,24
RX 4 K	862,43			862,43	
RX 6 K	843,30	868,32		855,81	17,69
RX 8 K	887,40	787,46		837,43	70,67

Tab. 11

RelyX Unicem® Einzelwerte n, Mittelwerte x und Standardabweichung s

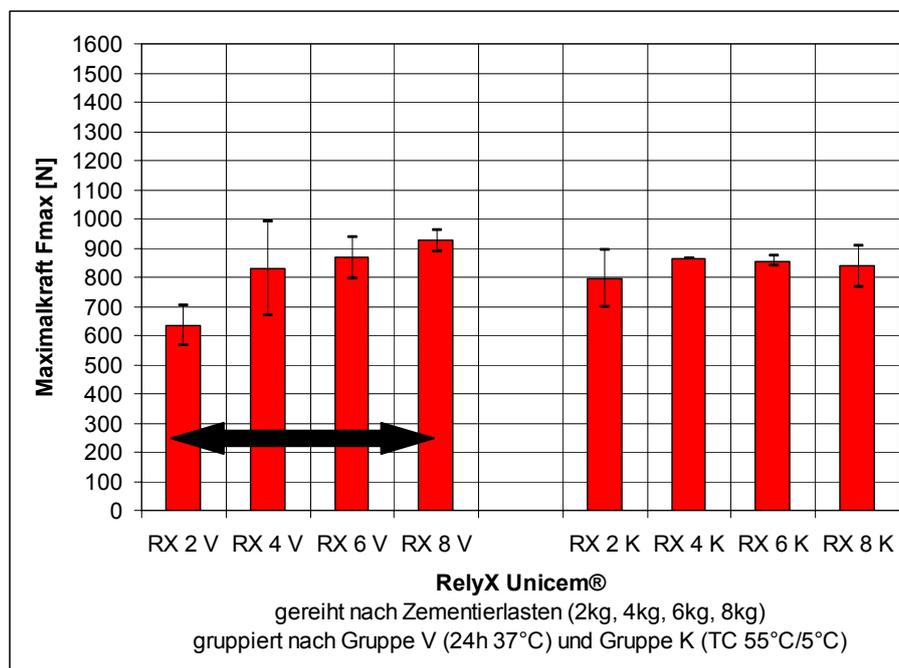


Abb. 82

RelyX Unicem® Mittelwerte und Standardabweichungen.

Der schwarze Pfeil signalisiert signifikanten Mittelwert–Unterschied (p = 0,05).

Datenübersicht SuperBond C&B®

Code	n1	n2	x	s
SB 2 V	904,61	775,26	839,94	91,46
SB 4 V	874,58	843,73	859,16	21,81
SB 6 V	940,92	885,66	913,29	39,07
SB 8 V	860,74	752,99	806,87	76,19
SB 2 K	1365,84	1274,47	1320,16	64,61
SB 4 K	1445,91	1361,15	1403,53	59,93
SB 6 K	1432,08	1254,66	1343,37	125,45
SB 8 K	1290,06	1163,98	1227,02	89,15

Tab. 12

SuperBond C&B® Einzelwerte n, Mittelwerte x und Standardabweichung s

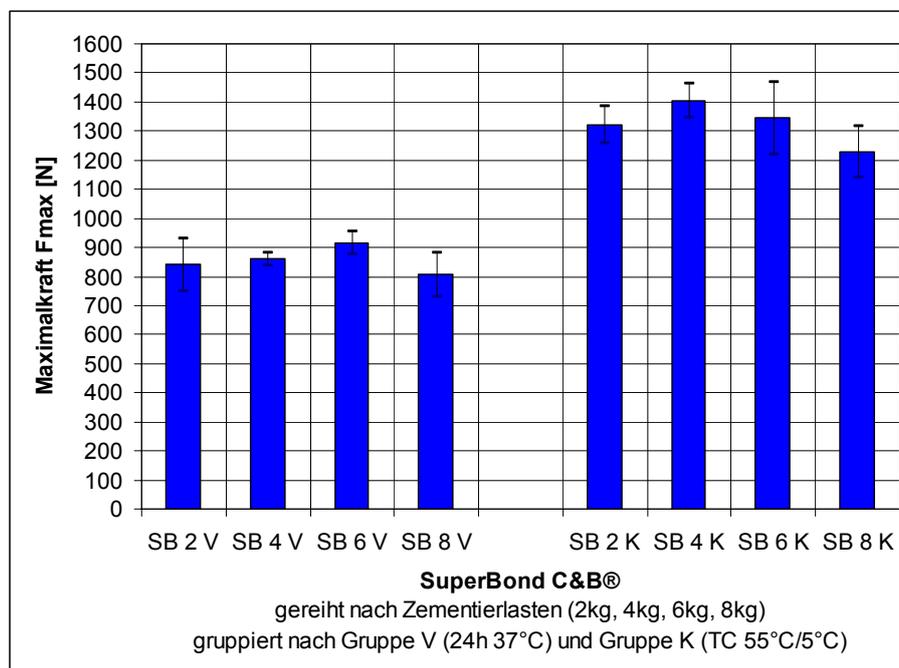


Abb. 83

SuperBond C&B® Mittelwerte und Standardabweichungen

Datenübersicht Variolink II®

Code	n1	n2	n3	n4	n5	x	s
VL 2 V	768,11	668,47				718,29	70,46
VL 4 V	770,04	698,98				734,51	50,25
VL 6 V	796,38	571,41	576,79	491,09	827,02	652,54	149,60
VL 8 V	461,17	692,60				576,89	163,65
VL 2 K	681,15	730,50				705,83	34,90
VL 4 K	544,83	522,18				533,51	16,02
VL 6 K	526,17	542,38				534,28	11,46
VL 8 K	617,05	465,09				541,07	107,45

Tab. 13

Variolink II® Einzelwerte n, Mittelwerte x und Standardabweichung s

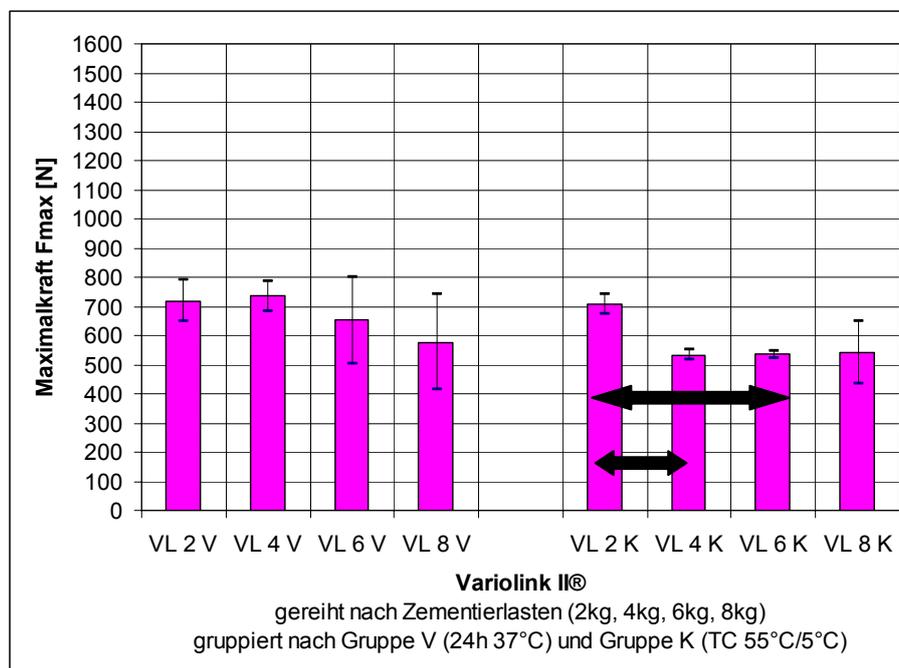


Abb. 84

Variolink II® Mittelwerte und Standardabweichungen.

Der schwarze Pfeil signalisiert signifikanten Mittelwert–Unterschied ($p = 0,05$).

Datenübersicht Prüfgruppe V

Code	n1	n2	n3	n4	n5	x	s
HZ 2 V	704,87	575,98				640,43	91,14
VL 2 V	768,11	668,47				718,29	70,46
PA 2 V	649,01	774,81				711,91	88,95
DC 2 V	820,53	733,01				776,77	61,89
RX 2 V	684,41	586,98				635,70	68,89
SB 2 V	904,61	775,26				839,94	91,46
HZ 4 V	694,04	757,50				725,77	44,87
VL 4 V	770,04	698,98				734,51	50,25
PA 4 V	509,02	631,61				570,32	86,68
DC 4 V	812,62	622,48				717,55	134,45
RX 4 V	944,27	714,45				829,36	162,51
SB 4 V	874,58	843,73				859,16	21,81
HZ 6 V	616,54	716,17				666,36	70,45
VL 6 V	796,38	571,41	576,79	491,09	827,02	652,54	149,60
PA 6 V	622,54	613,35				617,95	6,50
DC 6 V	600,51	610,74				605,63	7,23
RX 6 V	816,32	917,42				866,87	71,49
SB 6 V	940,92	885,66				913,29	39,07
HZ 8 V	827,10	686,40				756,75	99,49
VL 8 V	461,17	692,60				576,89	163,65
PA 8 V	485,82	517,83				501,83	22,63
DC 8 V	818,90	612,24				715,57	146,13
RX 8 V	950,93	899,33				925,13	36,49
SB 8 V	860,74	752,99				806,87	76,19

Tab. 14

Datenübersicht der Prüfgruppe V (24h–Lagerung bei 37°C),
mit Mittelwert x und Standardabweichung s
nach Zementierlasten gruppiert

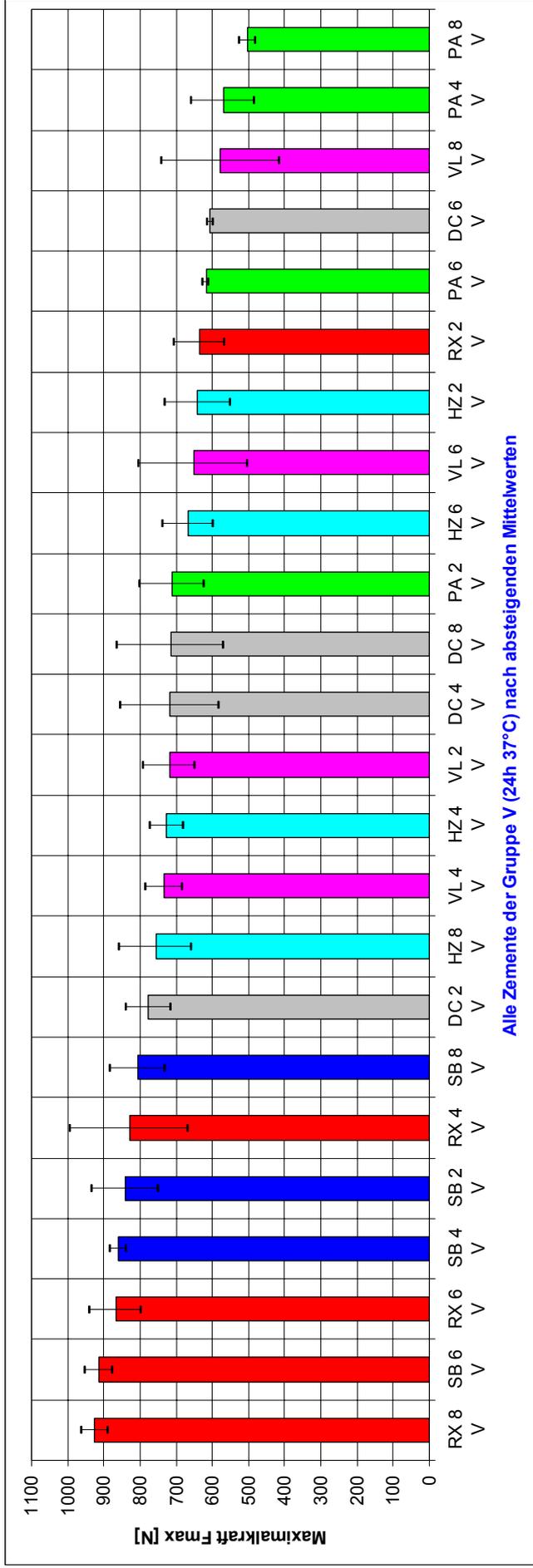


Abb. 85

Diagramm aller Mittelwerte der Prüfgruppe V (24h-Lagerung bei 37°C)
nach absteigenden Mittelwerten gereiht

Signifikanz Prüfgruppe V

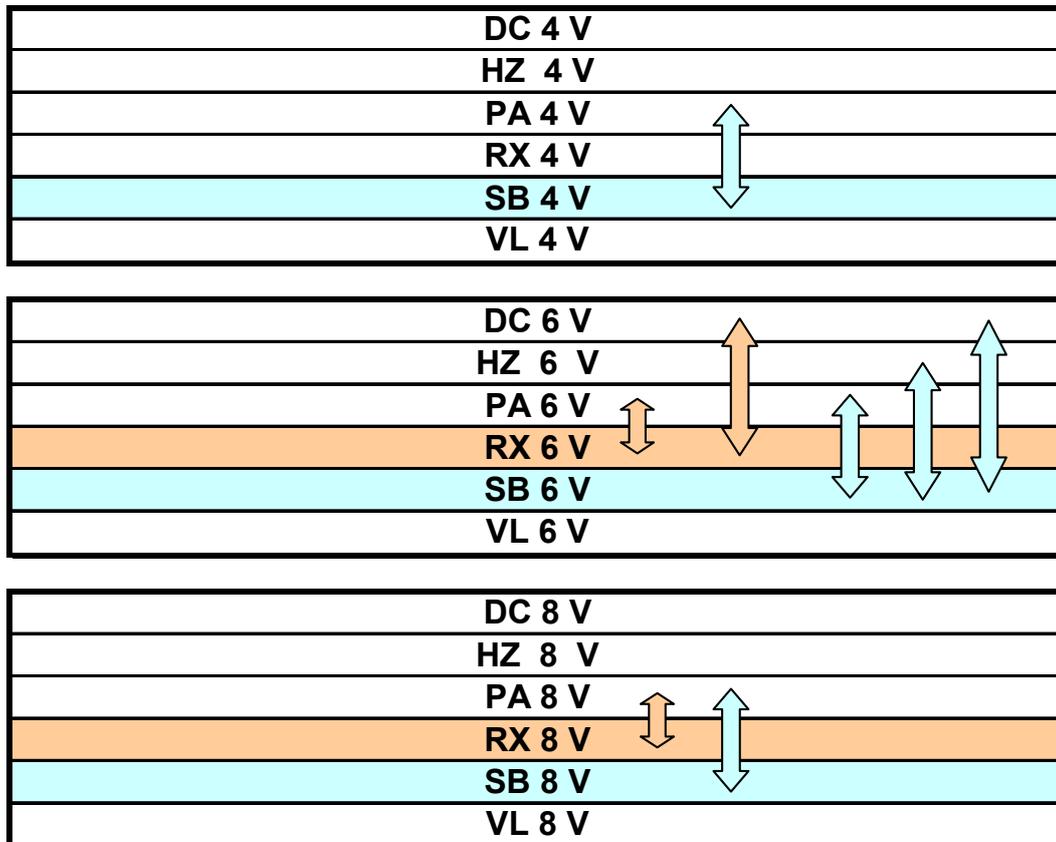


Abb. 86

Signifikanz der Prüfgruppe V

Signifikanzunterschiede werden durch die Pfeile zwischen den beschrifteten Zeilen symbolisiert, wobei das schattiert unterlegte Feld dem höheren Mittelwert entspricht.

Datenübersicht Prüfgruppe K

Code	n1	n2	n3	x	s
HZ 2 K	701,44	542,90		622,17	112,10
VL 2 K	681,15	730,50		705,83	34,90
PA 2 K	244,30	497,46		370,88	179,01
DC 2 K	671,86	693,05		682,46	14,98
RX 2 K	832,04	683,47	866,43	793,98	97,24
SB 2 K	1365,84	1274,47		1320,16	64,61
HZ 4 K	630,68	583,95		607,32	33,04
VL 4 K	544,83	522,18		533,51	16,02
PA 4 K	510,23	540,32		525,28	21,28
DC 4 K	597,15	806,33		701,74	147,91
RX 4 K	862,43	x		862,43	
SB 4 K	1445,91	1361,15		1403,53	59,93
HZ 6 K	629,78	668,29		649,04	27,23
VL 6 K	526,17	542,38		534,28	11,46
PA 6 K	506,10	468,87		487,49	26,33
DC 6 K	667,39	632,27		649,83	24,83
RX 6 K	843,30	868,32		855,81	17,69
SB 6 K	1432,08	1254,66		1343,37	125,45
HZ 8 K	560,65	697,91		629,28	97,06
VL 8 K	617,05	465,09		541,07	107,45
PA 8 K	681,58	572,77		627,18	76,94
DC 8 K	781,48	628,27		704,88	108,34
RX 8 K	887,40	787,46		837,43	70,67
SB 8 K	1290,06	1163,98		1227,02	89,15

Tab. 15

Datenübersicht der Prüfgruppe K (Thermozyklierung 55°C/5°C)

mit Mittelwert x und Standardabweichung s,

nach Zementierlasten gruppiert

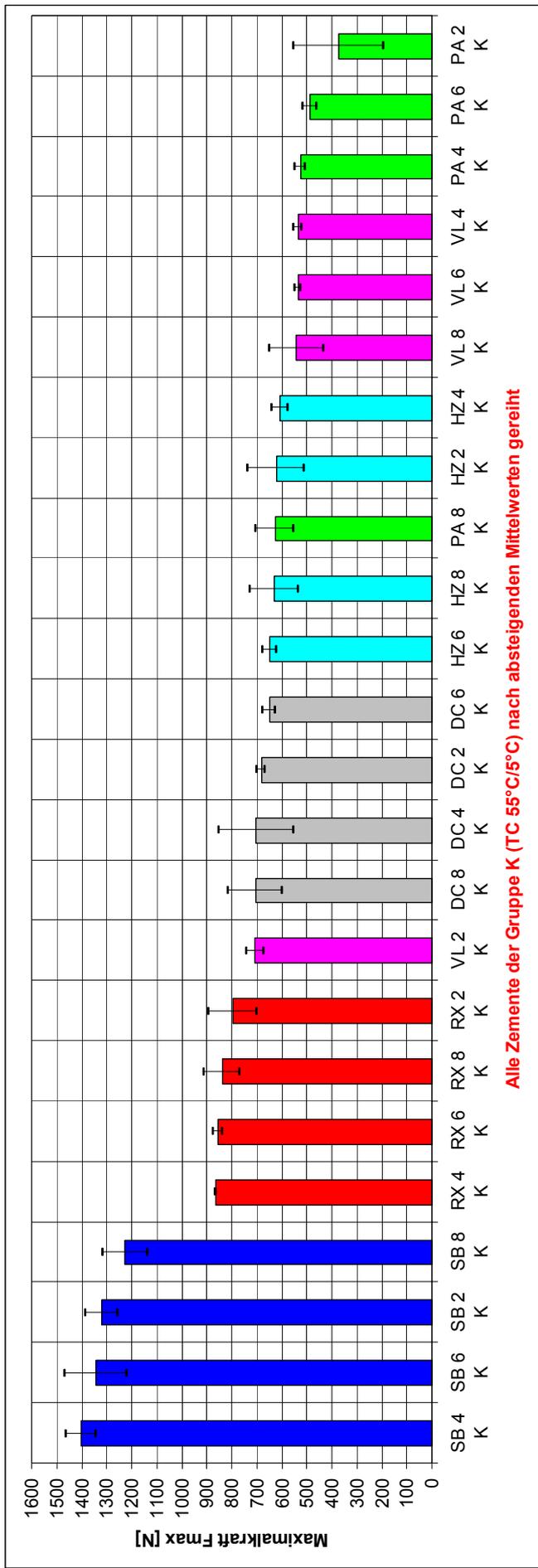


Abb. 87

Diagramm aller Mittelwerte der Prüfgruppe K (Thermozyklisierung 55°C/5°C)
nach absteigenden Mittelwerten gereiht

Signifikanz Prüfgruppe K

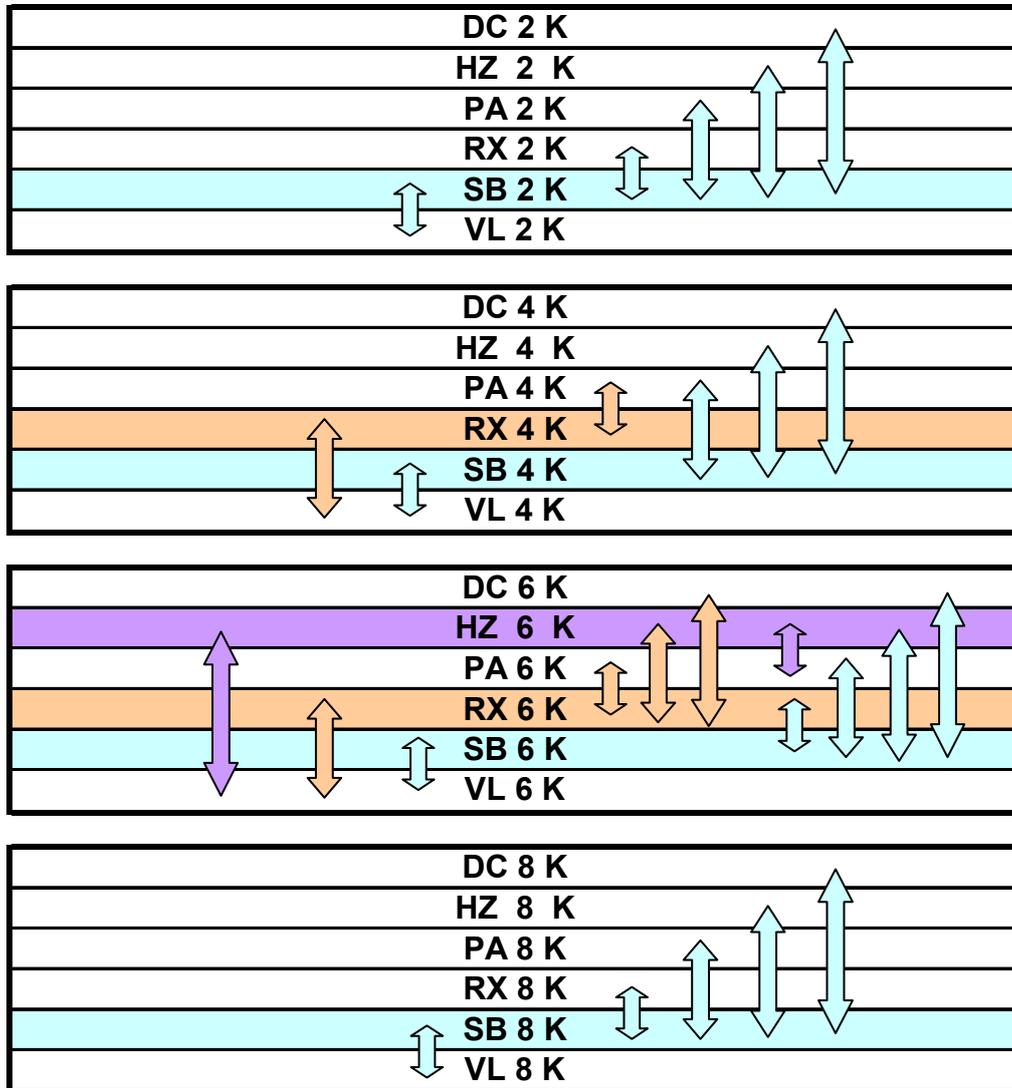


Abb. 88

Signifikanz der Prüfgruppe K

Signifikanz Prüfgruppe V zu Prüfgruppe K

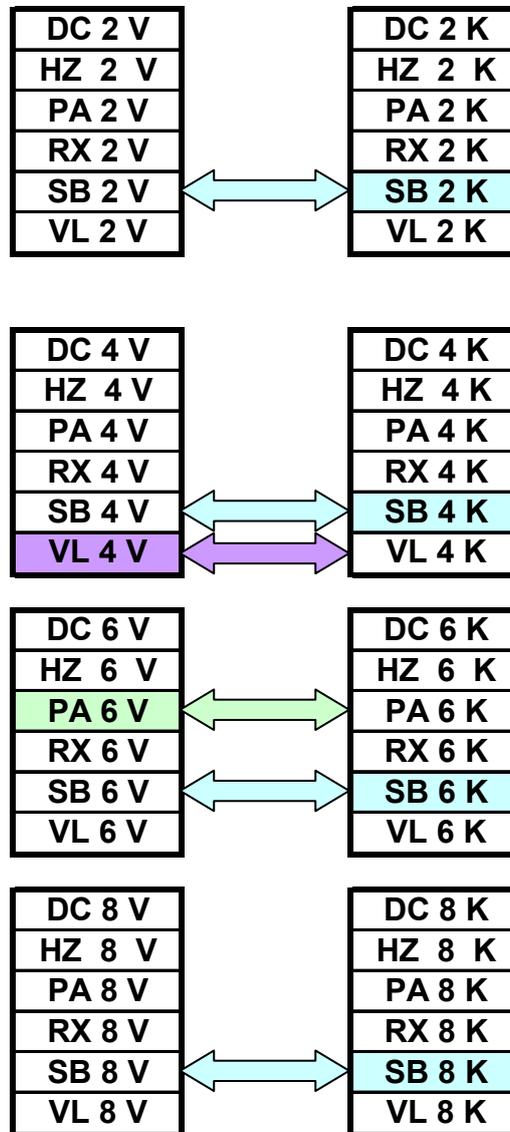


Abb. 89

Signifikanz der Gruppe V zur Gruppe K je Zement und Zementierlast

Datenübersicht Meron Plus® Mischverhältnis D (= 1,6:1)

Code	n1	n2	x	s
MD 2 V	552,89	481,94	517,42	50,17
MD 4 V	552,89	481,94	517,42	50,17
MD 6 V	592,04	558,22	575,13	23,91
MD 8 V	543,08	509,27	526,18	23,91
MD 2 V	583,08	613,56	598,32	21,55
MD 4 K	664,90	670,36	667,63	3,86
MD 6 K	746,40	743,35	744,88	2,16
MD 8 K	663,95	775,30	719,63	78,74

Tab.16

Meron Plus® Mischverhältnis D (= 1,6:1):

Einzelwerte n, Mittelwerte x und Standardabweichung s

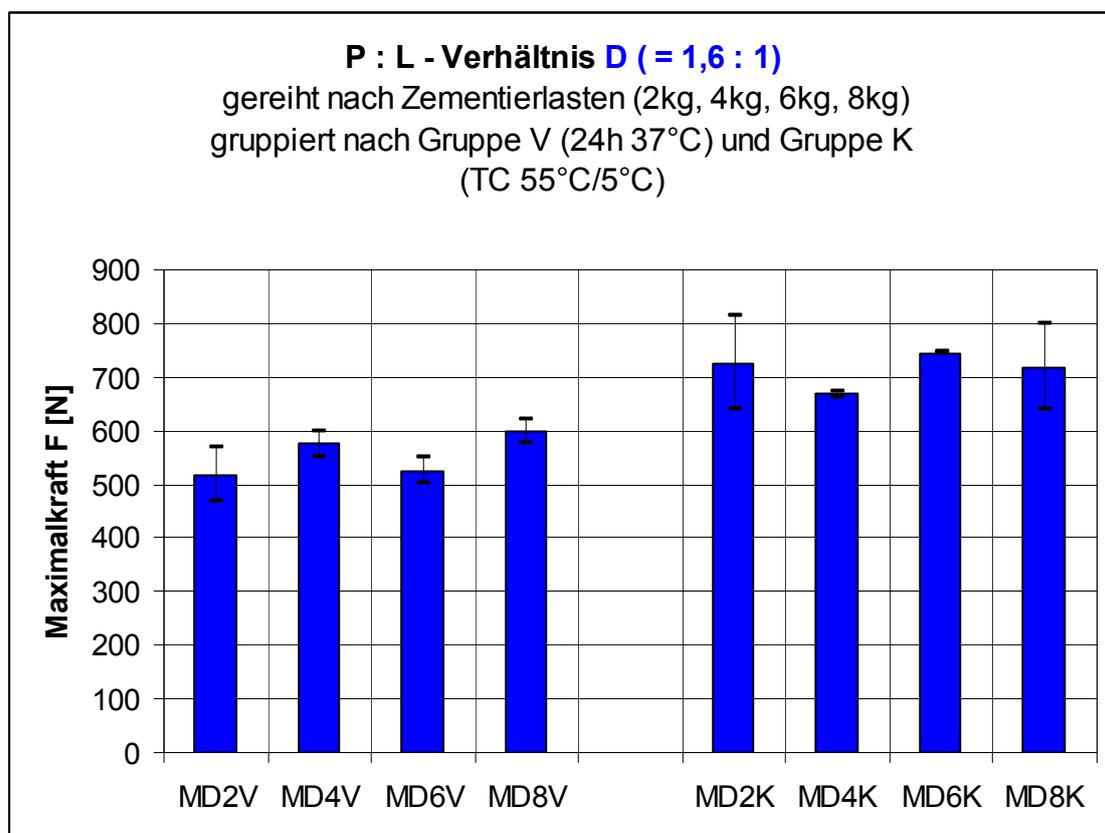


Abb. 90

Datenübersicht Meron Plus® Mischverhältnis E (= 1,8:1)

Code	n1	n2	x	s
ME 2 V	509,71	573,91	541,81	45,40
ME 4 V	570,34	554,74	562,54	11,03
ME 6 V	547,89	600,32	574,11	37,07
ME 8 V	639,95	584,55	612,25	39,17
ME 2 K	660,49	682,24	671,37	15,38
ME 4 K	586,48	707,67	647,08	85,69
ME 6 K	754,83	712,79	733,81	29,73
ME 8 K	665,51	677,66	671,59	8,59

Tab. 17

Meron Plus® Mischverhältnis E (= 1,8:1):

Einzelwerte n, Mittelwerte x und Standardabweichung s

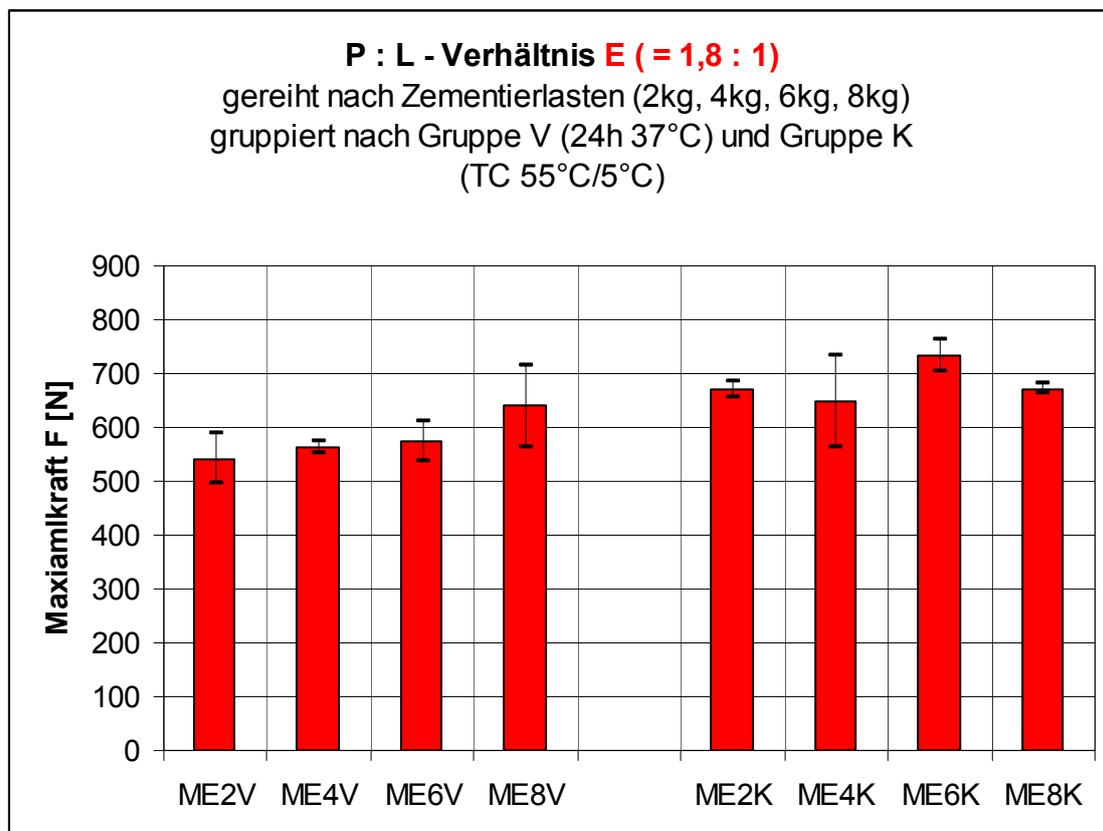


Abb. 91

Datenübersicht Meron Plus® Mischverhältnis F (= 2,0:1)

Code	n1	n2	x	s
MF 2 V	518,26	512,28	515,27	4,23
MF 4 V	547,31	632,21	589,76	60,03
MF 6 V	594,38	589,23	591,81	3,64
MF 8 V	582,96	570,96	576,96	8,49
MF 2 K	753,66	653,65	703,66	70,72
MF 4 K	698,86	814,46	756,66	81,74
MF 6 K	605,31	661,71	633,51	39,88
MF 8 K	645,94	637,77	641,86	5,78

Tab. 18

Meron Plus® Mischverhältnis F (= 2,0:1):

Einzelwerte n, Mittelwerte x und Standardabweichung s

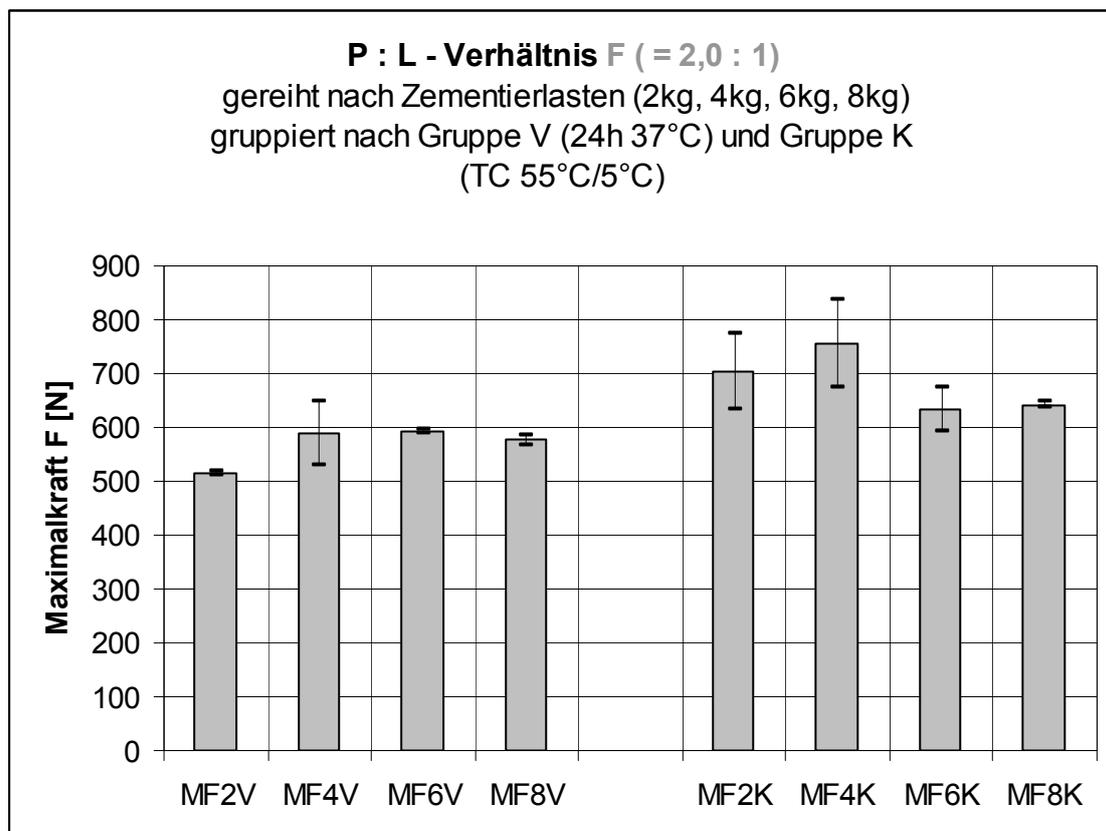


Abb. 92

Datenübersicht Meron Plus® Zementierlast 2kg

Code	n1	n2	x	s
MD 2 V	552,89	481,94	517,42	50,17
ME 2 V	509,71	573,91	541,81	45,40
MF 2 V	518,26	512,28	515,27	4,23
MD 2 K	664,57	787,63	726,10	87,02
ME 2 K	660,49	682,24	671,37	15,38
MF 2 K	753,66	653,65	703,66	70,72

Tab. 19

Meron Plus® Zementierlast 2kg

Einzelwerte n, Mittelwerte x und Standardabweichung s

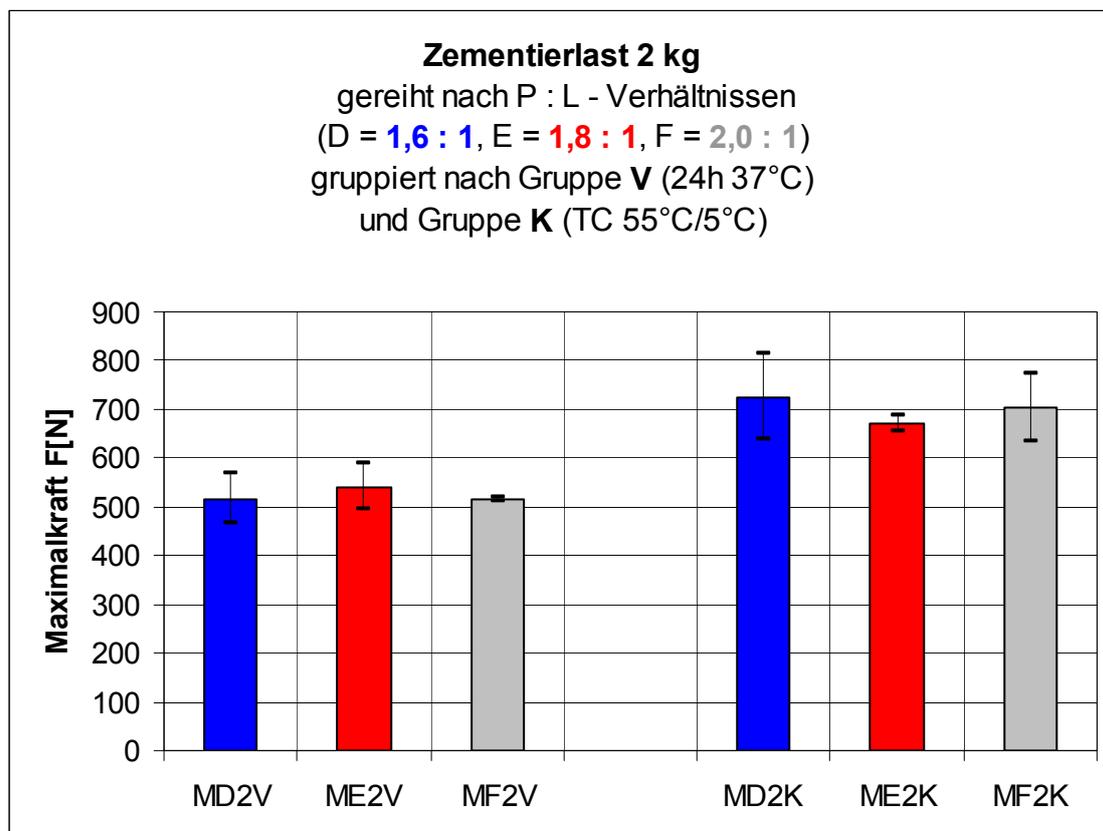


Abb. 93

Datenübersicht Meron Plus® Zementierlast 4kg

Code	n1	n2	x	s
MD 4 V	592,04	558,22	575,13	23,91
ME 4 V	570,34	554,74	562,54	11,03
MF 4 V	547,31	632,21	589,76	60,03
MD 4 K	664,90	670,36	667,63	3,86
ME 4 K	586,48	707,67	647,08	85,69
MF 4 K	698,86	814,46	756,66	81,74

Tab. 20

Meron Plus® Zementierlast 4kg

Einzelwerte n, Mittelwerte x und Standardabweichung s

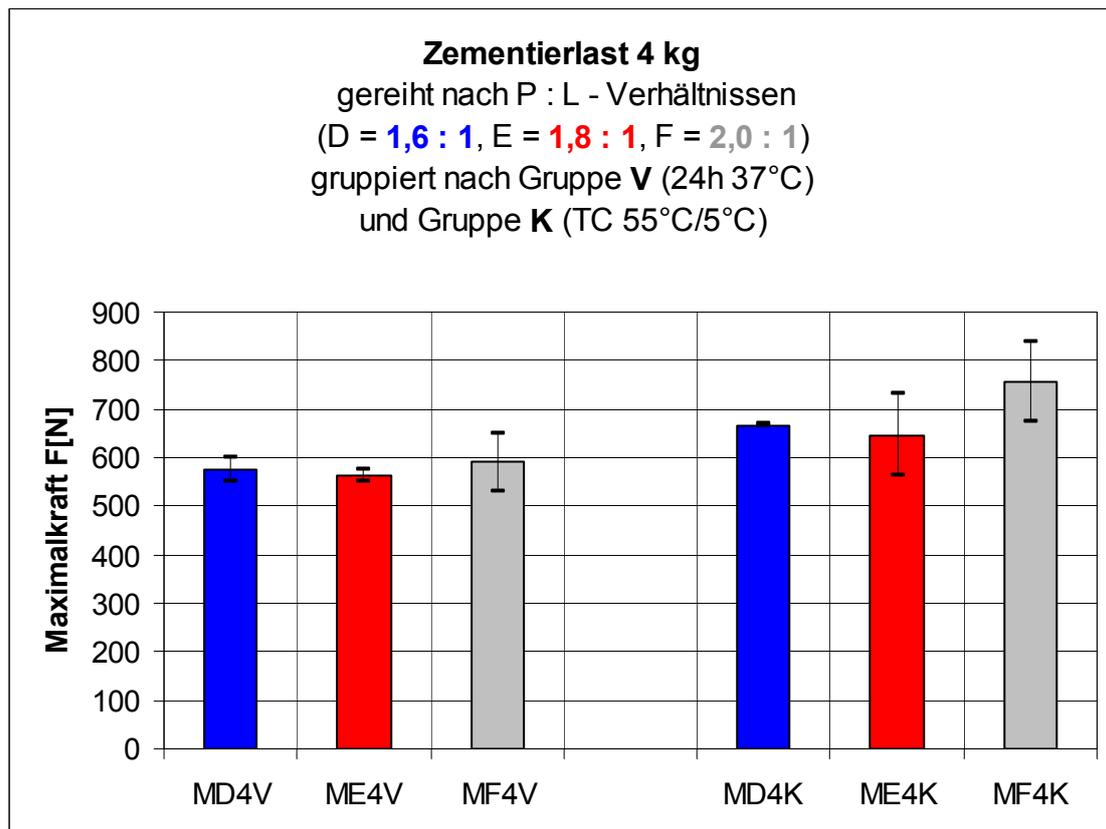


Abb. 94

Datenübersicht Meron Plus® Zementierlast 6kg

Code	n1	n2	x	s
MD 6 V	543,08	509,27	526,18	23,91
ME 6 V	547,89	600,32	574,11	37,07
MF 6 V	594,38	589,23	591,81	3,64
MD 6 K	746,40	743,35	744,88	2,16
ME 6 K	754,83	712,79	733,81	29,73
MF 6 K	605,31	661,71	633,51	39,88

Tab. 21

Meron Plus® Zementierlast 6kg

Einzelwerte n, Mittelwerte x und Standardabweichung s

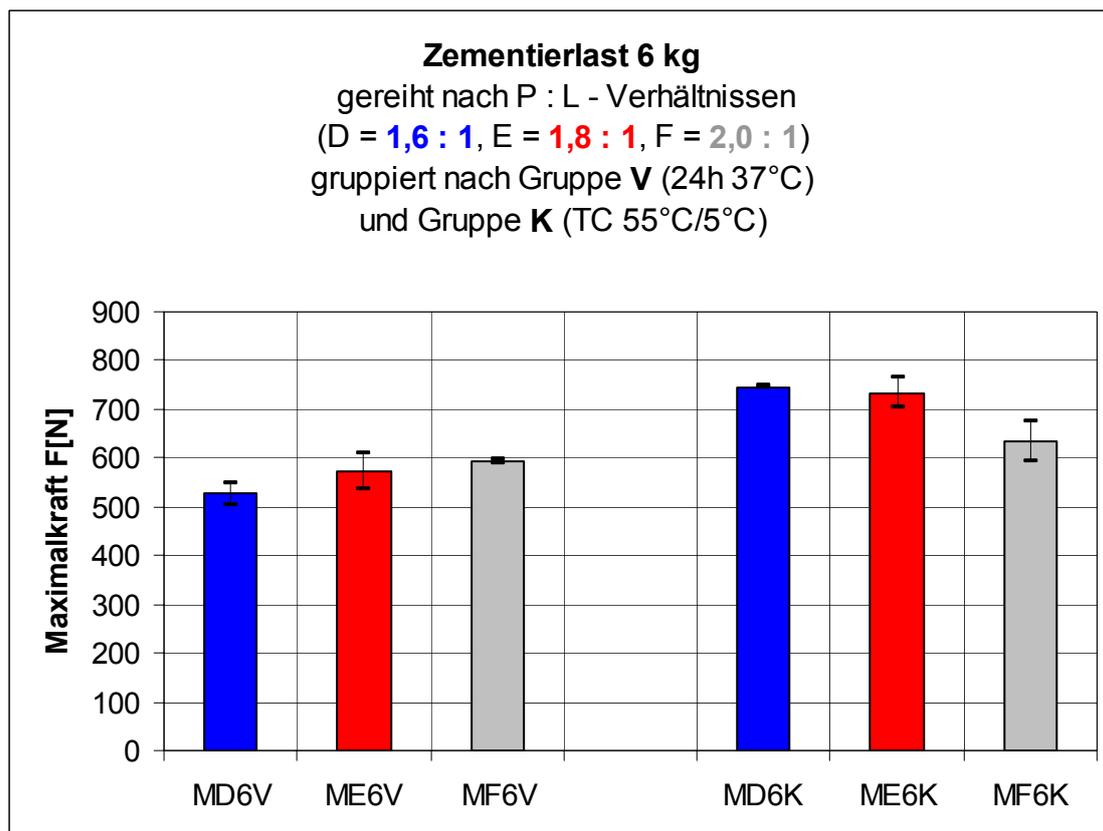


Abb. 95

Datenübersicht Meron Plus® Zementierlast 8kg

Code	n1	n2	x	s
MA 8 V	364,00	X	X	X
MB 8 V	460,84	X	X	X
MC 8 V	619,21	X	X	X
MD 8 V	583,08	613,56	598,32	21,55
ME 8 V	639,95	584,55	612,25	39,17
MF 8 V	582,96	570,96	576,96	8,49
MA 8 K	260,33	X	X	X
MB 8 K	685,79	X	X	X
MC 8 K	536,05	X	X	X
MD 8 K	663,95	775,30	719,63	78,74
ME 8 K	665,51	677,66	671,59	8,59
MF 8 K	645,94	637,77	641,86	5,78

Tab. 22

Meron Plus® Zementierlast 8kg

Einzelwerte n, Mittelwerte x und Standardabweichung s

P : L - Verhältnisse der Zementierlast 8 kg
 gereiht nach P : L - Verhältnissen
 (A = 1,0 : 1, B = 1,2 : 1, C = 1,4 : 1,
 D = 1,6 : 1, E = 1,8 : 1, F = 2,0 : 1)
 gruppiert nach Gruppe V (24h 37°C) und Gruppe K
 (TC 55°C/5°C)

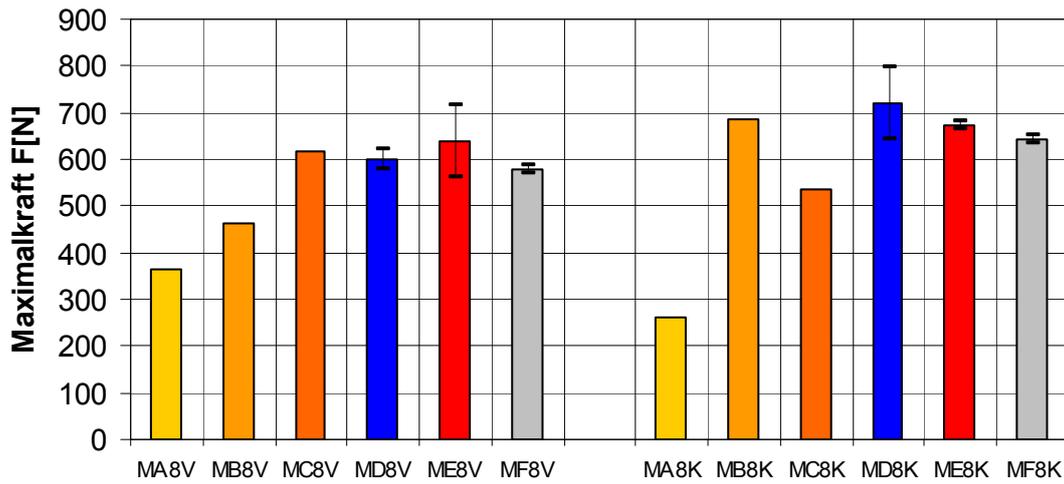


Abb. 96

Gesamtansicht aller Werte des Prüf-Intervalls

gereiht nach P : L - Verhältnissen

(**D = 1,6 : 1**, **E = 1,8 : 1**, **F = 2,0 : 1**),

gruppiert nach Zementierlasten

(2kg, 4kg, 6kg, 8kg)

geteilt nach Gruppe **V** (24h 37°C) und

Gruppe **K** (TC 55°C/5°C)

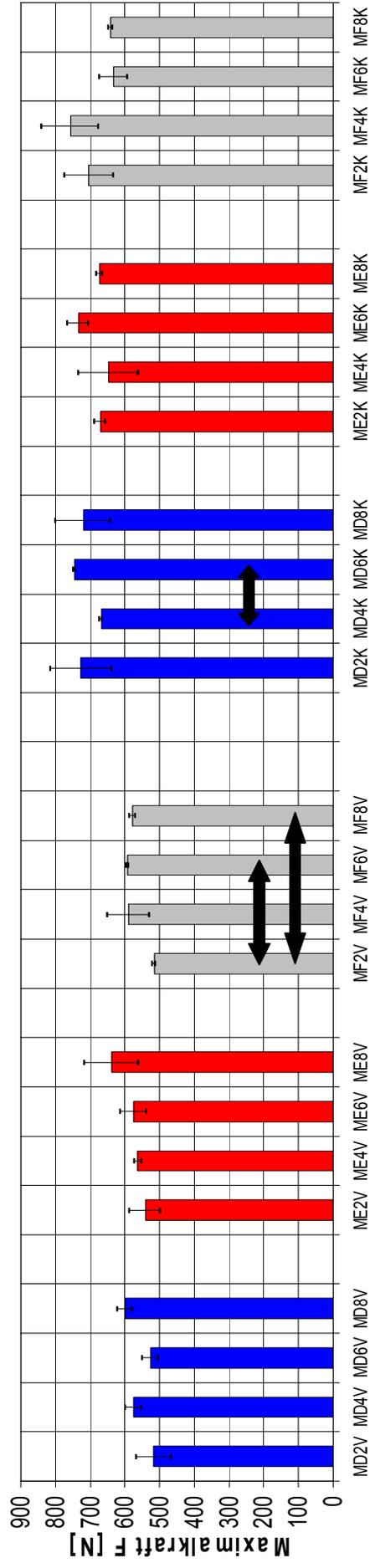


Abb. 97

Die schwarzen Pfeile signalisieren signifikanten Mittelwert-Unterschied ($p = 0,05$).

Gesamtansicht aller Werte der Gruppe V im Prüf-Intervall
 gereiht nach absteigenden Mittelwert-Beträgen
 (D = 1,6 : 1, E = 1,8 : 1, F = 2,0 : 1)

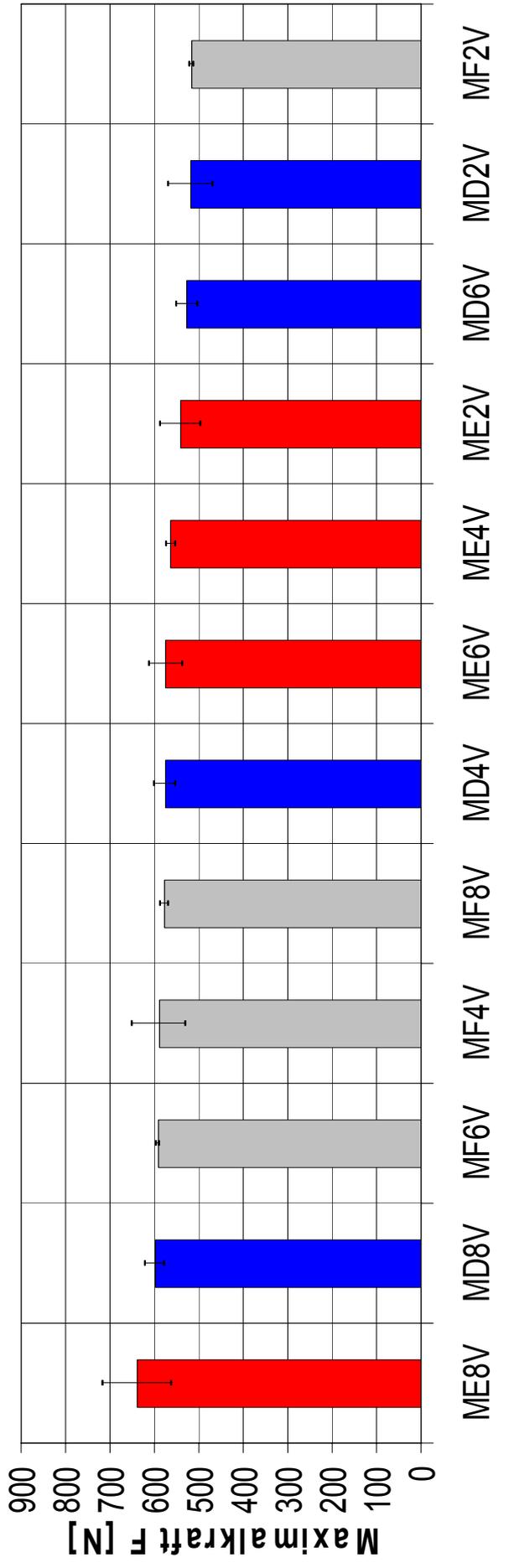


Abb. 98

Gesamtansicht aller Werte der Gruppe V im Prüf-Intervall
 gereiht nach absteigenden Mittelwert-Beträgen
 (D = 1,6 : 1, E = 1,8 : 1, F = 2,0 : 1)

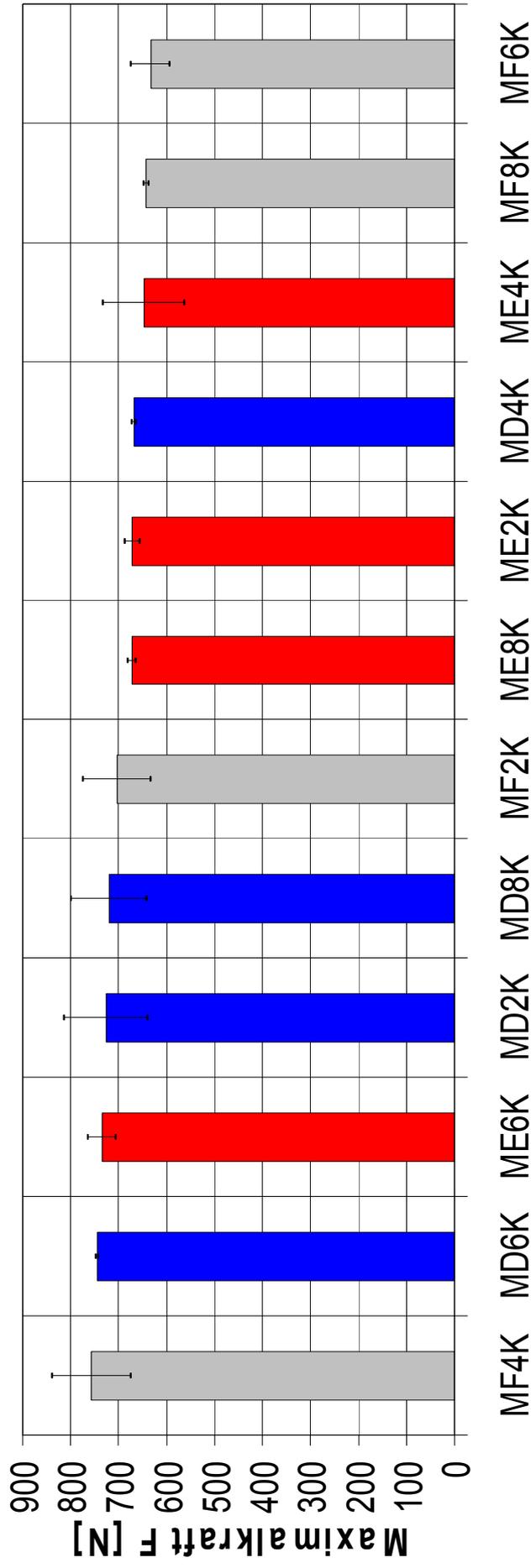


Abb. 99

Signifikanz Meron Plus® Prüfgruppe V

MA 8 V
MB 8 V
MC 8 V
MD 8 V
ME 8 V
MF 8 V

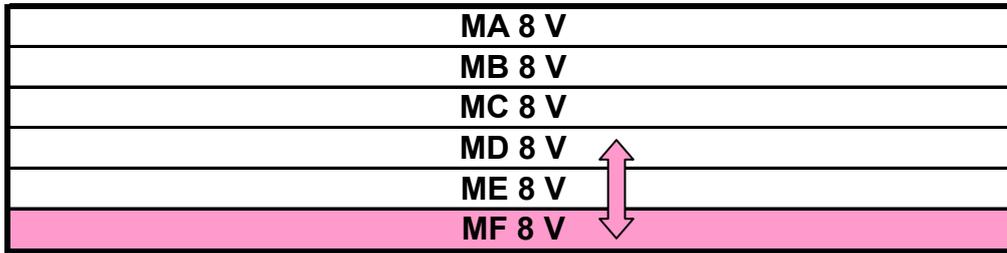
A diagram showing a table with six rows labeled MA 8 V, MB 8 V, MC 8 V, MD 8 V, ME 8 V, and MF 8 V. The row for MF 8 V is highlighted in pink. A vertical double-headed pink arrow is positioned between the ME 8 V and MF 8 V rows, indicating a significant difference between these two samples.

Abb. 100

Signifikanz der Prüfgruppe V bei Meron Plus®

Signifikante Unterschiede treten bei Meron Plus® nur bei der Zementierlast 8kg auf. Darüber hinaus sind keine signifikanten Unterschiede innerhalb der Prüfgruppe V bei Meron Plus® nachweisbar.

Signifikanz Meron Plus® Prüfgruppe K

MA 8 K
MB 8 K
MC 8 K
MD 8 K
ME 8 K
MF 8 K

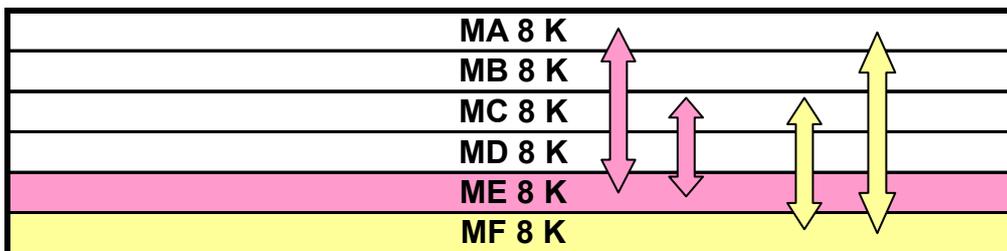
A diagram showing a table with six rows labeled MA 8 K, MB 8 K, MC 8 K, MD 8 K, ME 8 K, and MF 8 K. The row for ME 8 K is highlighted in pink, and the row for MF 8 K is highlighted in yellow. Vertical double-headed arrows indicate significant differences: pink arrows between MA 8 K and ME 8 K, MB 8 K and ME 8 K, and MC 8 K and ME 8 K; yellow arrows between MD 8 K and MF 8 K, and ME 8 K and MF 8 K.

Abb. 101

Signifikanz der Prüfgruppe K bei Meron Plus®

Signifikante Unterschiede treten bei Meron Plus® nur bei der Zementierlast 8kg auf. Darüber hinaus sind keine signifikanten Unterschiede innerhalb der Prüfgruppe K bei Meron Plus® nachweisbar.

Signifikanz Meron Plus® Prüfgruppe V zu Prüfgruppe K

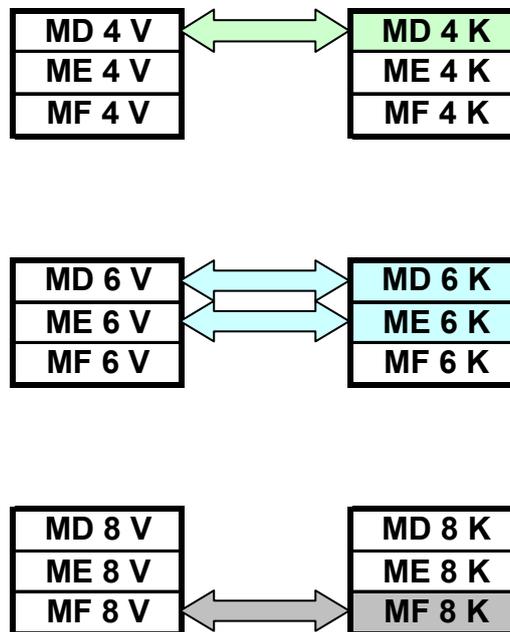


Abb. 102

Signifikanz der Gruppe V zur Gruppe K je Zement und Zementierlast

Makroskopie

Alle Prüfkörper wurden bei 16– bis 32–facher Vergrößerung makroskopiert, um den Bruchmodus (adhäsiver Bruch vs. kohäsiver Bruch) festzustellen.

Zur Dokumentation dieser Prüfung wurden von jedem Prüfkörper makroskopische Fotos der Konus–Basis–Oberfläche (= **Konusbasis**), der kleineren Kanalöffnung in der Scheibe (= **PerforationK**) und der größeren Kanalöffnung (= **PerforationG**) angefertigt, nach Prüfkörper–Detail, Zement, Zementierlast und Gruppenzugehörigkeit geordnet und in Datei–Ordnern auf einer CD–ROM gespeichert. Der Datei–Name, z.B. „**36 DC 6 K 17 Konusbasis B1**“ enthält alle relevanten Daten über das fotografische Dokument: 17 steht für 17–fache Vergrößerung und B1 für „Bild 1 einer Serie von Bildern B1, B2, B3, etc.“.

Der **Kanal** im Inneren der Scheibe musste **mindestens 3 Mal** bei 3 verschiedenen **Schärfetiefen** (= Fokussierungen) fotografiert werden, da die gleichzeitige Darstellung verschiedener Schärfetiefen in einem einzigen Bild nicht möglich war. Von jedem Prüfkörper existiert folglich eine Serie von **mindestens 5 Bildern** (= Konus-Basis + kleinere Kanalöffnung + 3 mal Kanal-Innenfläche).

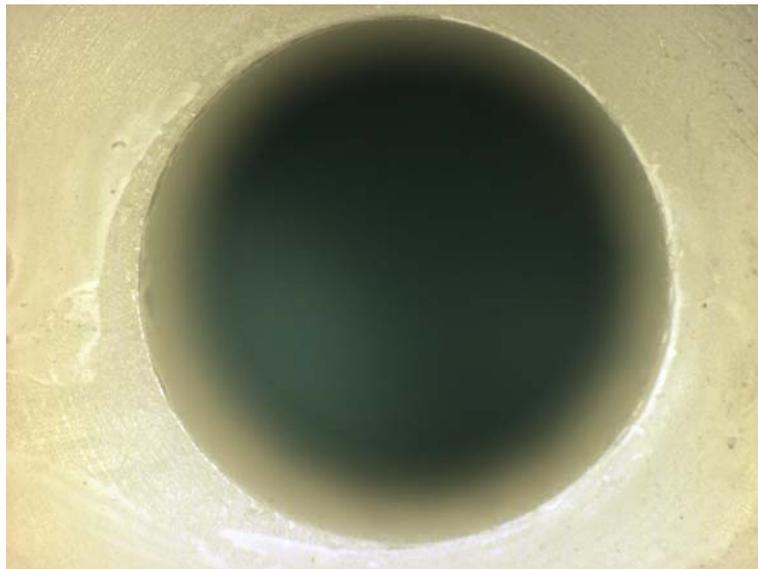


Abb.103

08 VL 2 K 20 PerforationG B1

Kanaleingang

Abb. 103 zeigt die makroskopische Ansicht mit Fokussierung der Kanaleingangs-Kante. Bei dieser Fokussierung ist die konisch zulaufende Fläche des Kanal-Inneren nicht beurteilbar.

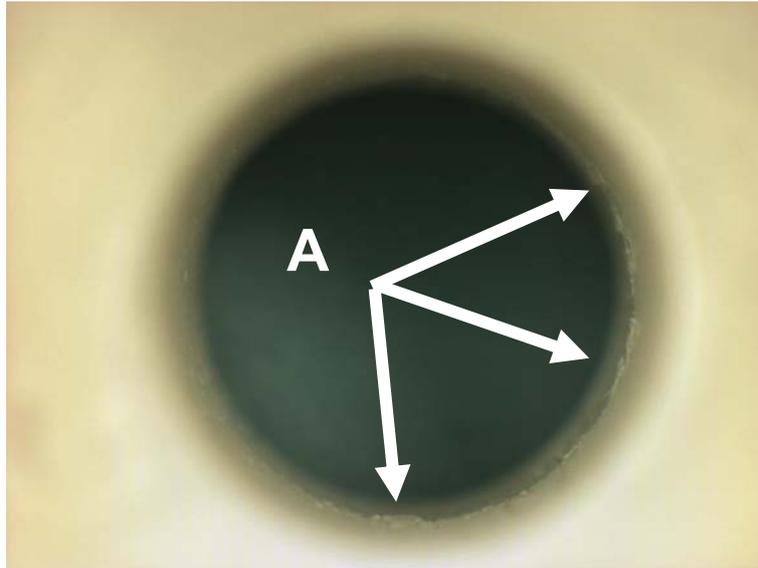


Abb. 104

08 VL 2 K 20 PerforationG B2

Kanalmitte mit erkennbarer kohäsiver Bruchleiste

Abb. 104 zeigt den gleichen Kanaleingang wie Abb. 103, jedoch mit Fokussierung auf mittlerer Höhe des Kanals. Hier erkennt man die **kohäsive Bruchleiste** als halbmond-förmigen **Kranz (A)**. Der Rand der Bruchleiste ist leicht gezackt, vergleichbar mit gerissenem Pergament.

Niedrige Zementierlasten wiesen stets eine schmale Bruchleiste auf, die mit Zunahme der Zementierlast ausgeprägter und dadurch leichter makroskopierbar wurde.

RelyX zeigte darüber hinaus sowohl vor als auch nach Thermozyklisierung eine makroskopierbare helle **Körnung** auf der durch den Bruch freigelegten Zementfläche, die sich im Rahmen der Rasterelektronenmikroskopie genauer untersuchen ließ.

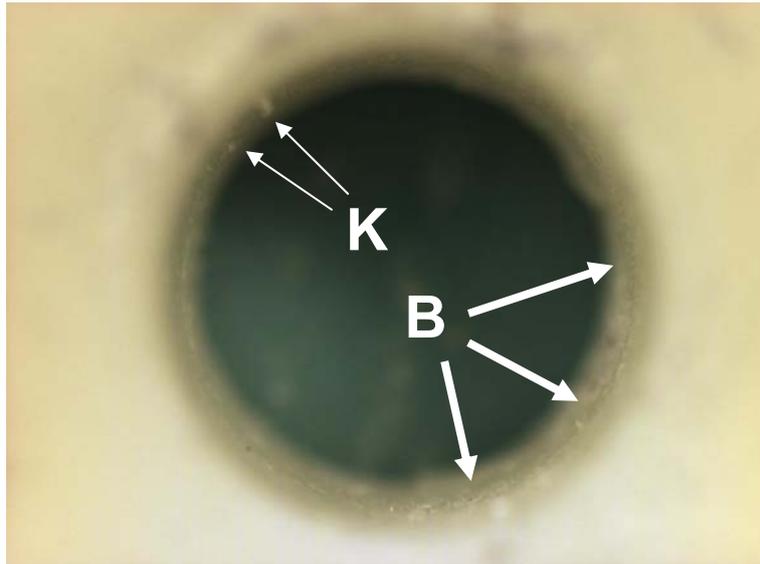


Abb. 105
17 RX 2 V 18 PerforationG B3

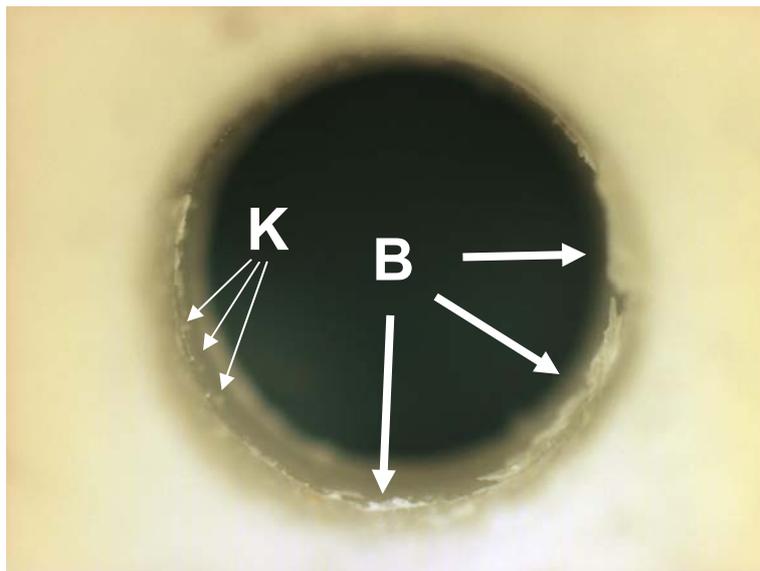


Abb. 106
41 RX 4 V 18 PerforationG B3

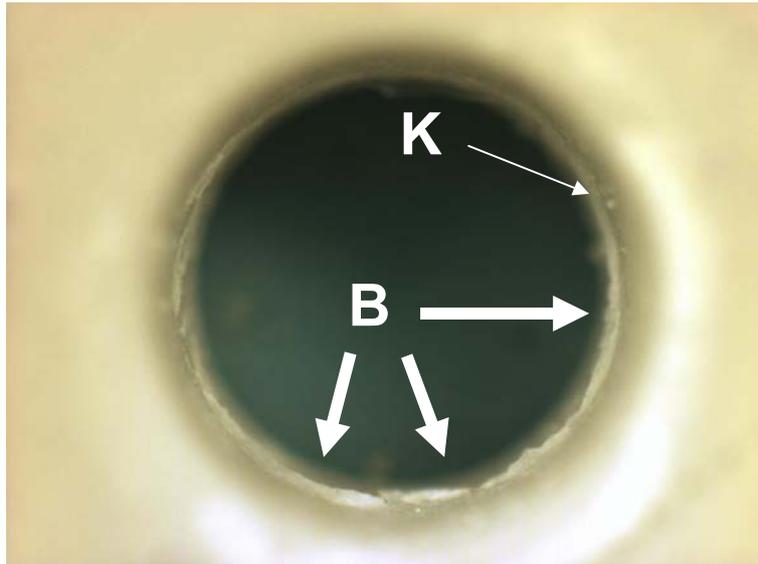


Abb. 107

66 RX 6 V 18 PerforationG B3

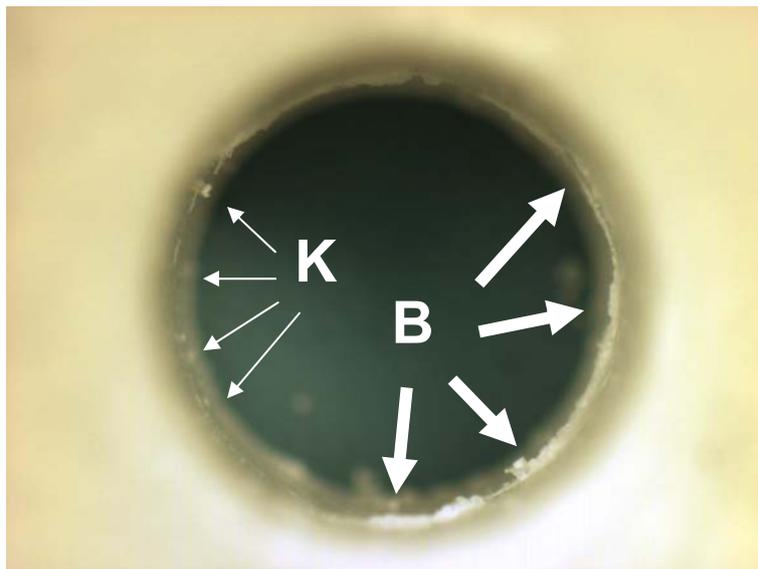


Abb. 108

89 RX 8 V 18 PerforationG B4

Abb 105 bis Abb. 108 illustrieren die **zunehmende Ausprägung** der Bruchleiste (**B**) in Abhängigkeit von der Zementierlast sowie die in allen Bildern sichtbare Körnung (**K**).



Abb. 109

Konusnabel 101 RX 2 V 16 Konusbasis B1

Abb. 109 zeigt die Konusbasis des Prüfkörpers 101 RX 2 V. Zentral erkennt man den **Konusnabel**, ein bei allen Konus makroskopierbares, vermutlich herstellungsbedingtes Artefakt in Form einer kleinen, heller erscheinenden **Vertiefung** im Zentrum der Konusbasis. Er könnte für eine Sicherung der achsengerechten Justierung im Kausimulator herangezogen werden, indem man ein Farbmerkmal am Druckstempel anbringt und nach der Zementierung kontrolliert, ob sich die Markierung genau auf dem Konusnabel befindet.

Auf der Werkstoffoberfläche ließen sich *vorübergehende* und *bleibende* **Spuren** makroskopieren. Zu den vorübergehenden Spuren zählten überschüssige Zementspuren (= **Zementreste**), graphische Verschmierungen des wasserfesten Stifts für die Kennzeichnung des Prüfkörpers (= **Zeichnungen**), Auflagerungen von gelöstem Eisenoxid aus den thermozyklischen Wasserwannen (= **Rost**) und kontaminierende Partikel (= **Staub**).

Zu den bleibenden Spuren zählen Kratzspuren auf der Zirkoniumdioxid-Oberfläche (= **Scharten**) und muschelförmige Absplitterungen (= **Chips**).

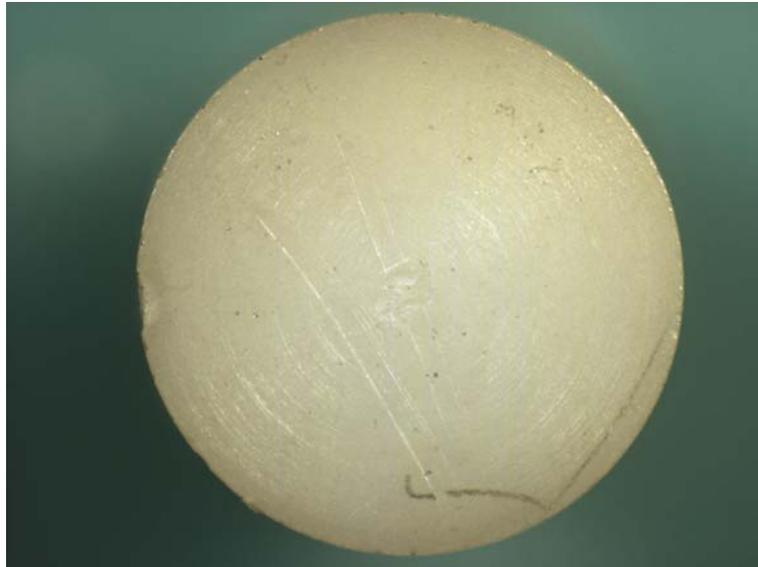


Abb. 110

08 VL 2 K 17 Konusbasis B1

Abb. 110 zeigt die Konusbasis des Prüfkörpers 08 VL 2 K. Man erkennt vereinzelte **Scharten** und eine **Zeichnung** auf 5 Uhr. Eine der Scharten verläuft über die Zeichnung, voraus sich schließen lässt, daß die Scharte **vor** der Zementierung, also beim Versäubern gesetzt wurde. Da der Konus des Prüfkörpers 08 vorher nie benutzt wurde, läßt sich daraus folgern, daß das Versäubern mit einem metallischen Instrument bereits ausreicht, um dichtgesinterte Zirkoniumdioxid-Oberflächen zu zerkratzen.



Abb. 111
37 DC 4 V 17 Konusbasis B1
Zementrest auf 10 Uhr

Abb. 111 zeigt einen **Zementrest** von Dyract Cem plus®, der im Rahmen der Versäuberung nicht entfernt wurde. Man erkennt deutlich die **Scharten**, die das metallische Instrument im Rahmen der Versäuberung auf der Oberfläche hinterlassen hat.



Abb. 112

67 RX 6 K 17 Konusbasis B1
Rostflecken dezentral auf 2 Uhr

Abb. 112 zeigt sommersprossen-ähnlich aufgelagerte, rötliche **Flecken** auf der Werkstoff-Oberfläche. Es handelt sich mutmaßlich um rostende **Eisenpartikel**, die sich gelöst im Wasser des Thermozyklisierungs-Bads befanden. Die Flecken ließen sich durch Abbrennen und Abdampfen vollständig beseitigen.



Abb.113

100 VL 8 V 17 Konusbasis B1
Absplitterungen auf 11 und 1 Uhr

Abb. 113 zeigt **Absplitterungen** am Rand der Konus-Basis. Diese Absplitterungen entstanden spontan während der Abkühlung auf Raumtemperatur nach dem Abbrennen. Die abgesprengten Fragmente waren unauffindbar, sie sind vermutlich einige Meter weit geflogen (Arbeitsschutz! Augenschutz!). Die Beschädigung durch das Abbrennen ist ein Hinweis darauf, daß die Prüfkörper nicht wiederverwendbar sind.

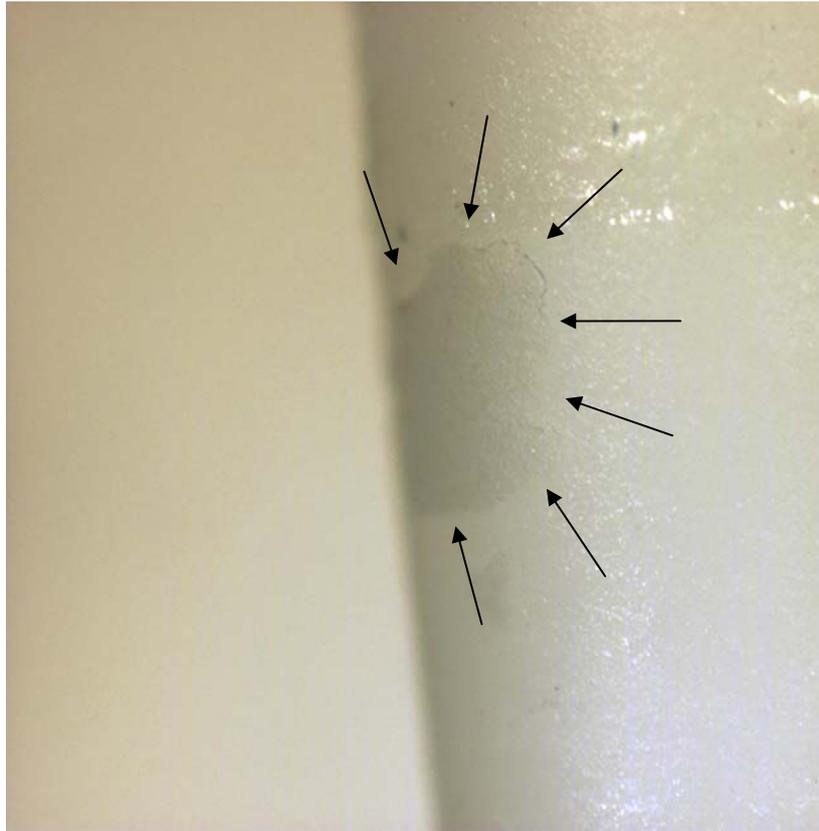


Abb.114

08 VL 2 K 17 B2

Konusseiten-Detail mit Lufteinschluss

Abb. 114 zeigt eine seitliche Ansicht der Konus-Mantelfläche.

Die Pfeile weisen auf eine eingeschlossene **Luftblase** innerhalb der Klebstoffschicht. Das Einschließen von Luft im Rahmen der Zementierung könnte auf das Anwenden des zähflüssigen Bondings Heliobond® zurückgeführt werden.

Mikroskopie

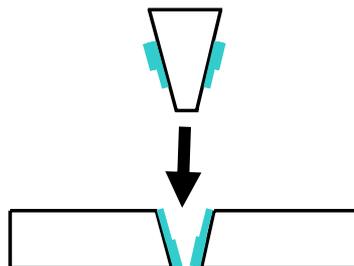
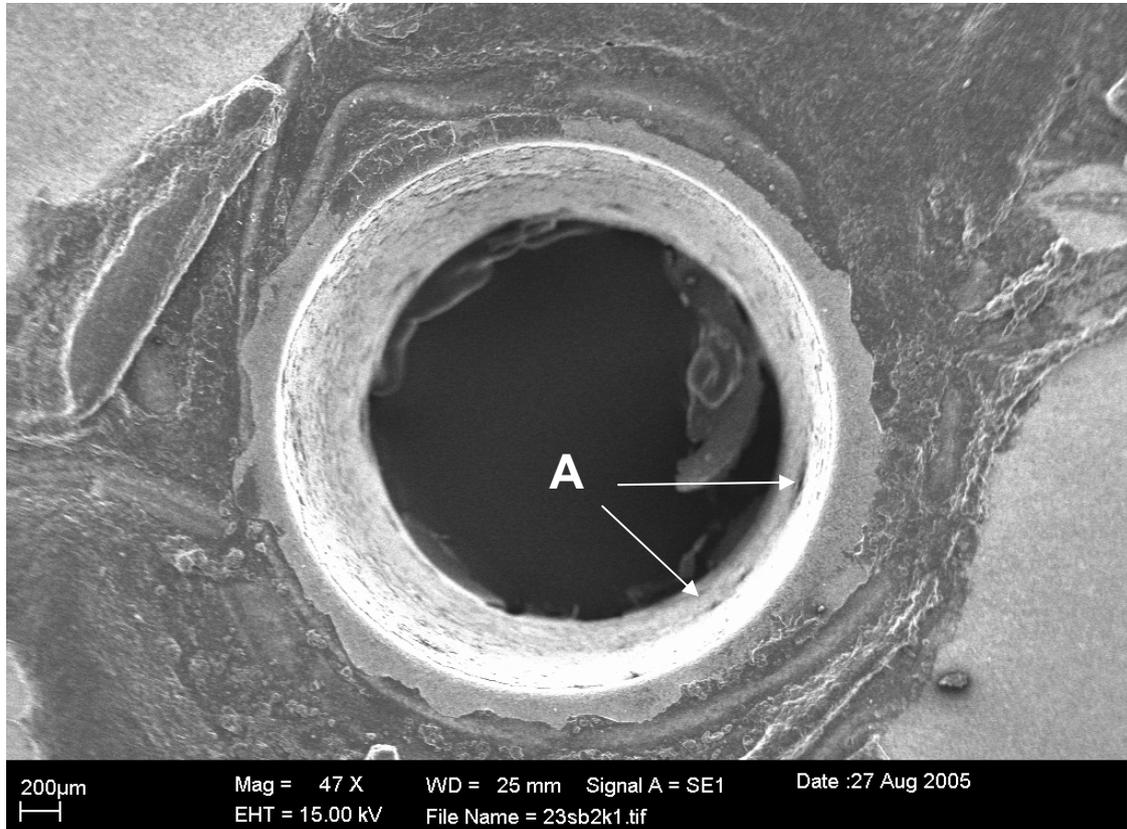


Abb. 115
23 SB 2 K 1

Abb. 115 zeigt eine Ansicht durch die große Kanalöffnung. In der Mitte der Wand verläuft die kohäsive Bruchkante, erkennbar als dunkle **Schattierung (A)**.

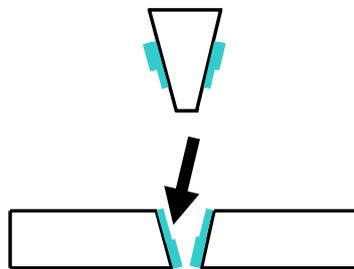
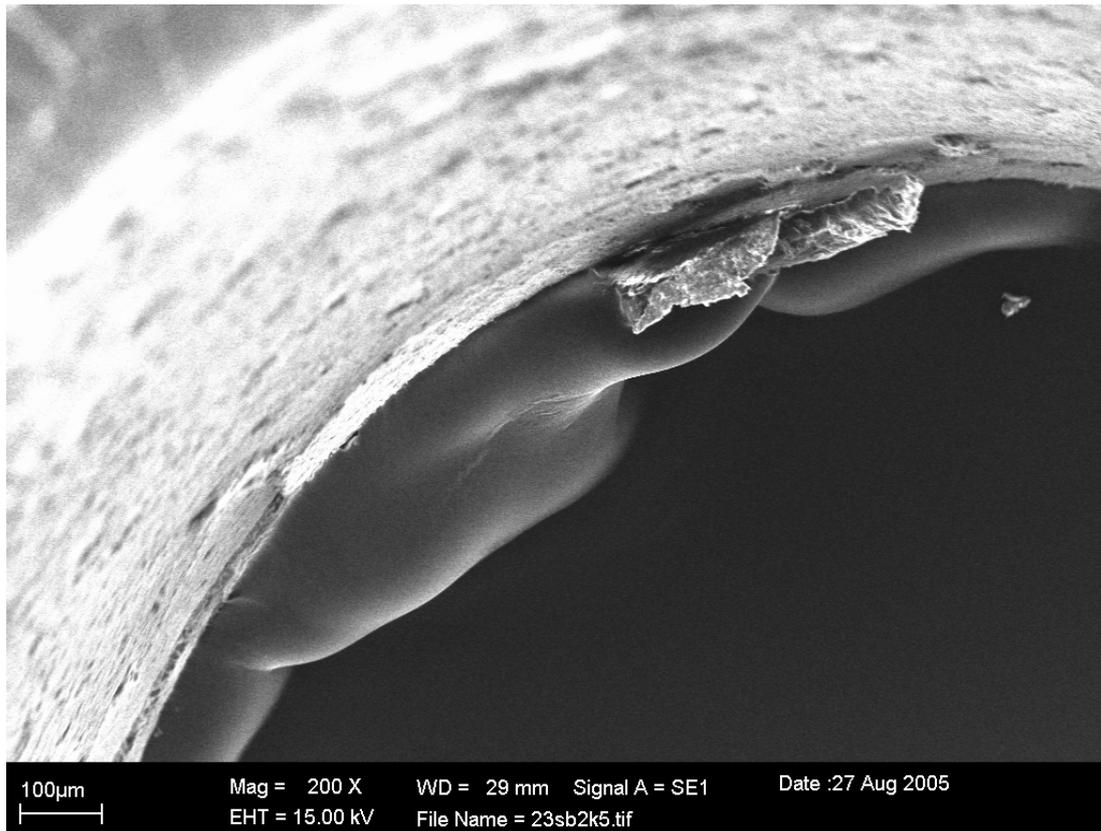


Abb. 116
23 SB 2 K 5

Abb. 116 zeigt einen Teilausschnitt der Ansicht durch die große Kanalöffnung. Man erkennt die helle Kanalwand im linken Bildteil. In der Mitte sieht man 2 **Zement-Schuppungen** als Folge einer Ablösung an der adhäsiven Grenzfläche des Zements. Diese Ablösung kann als Artefakt nach der Datenerhebung gedeutet werden.

Unter der adhäsiven Ablösung erkennt man, auf mittlerer Höhe des Kanals, **numulöse Schwaden** eines Materials, das sich schwer deuten lässt. Es könnte sich um reines Monomer handeln, das nicht unter das Pulver gemischt wurde.

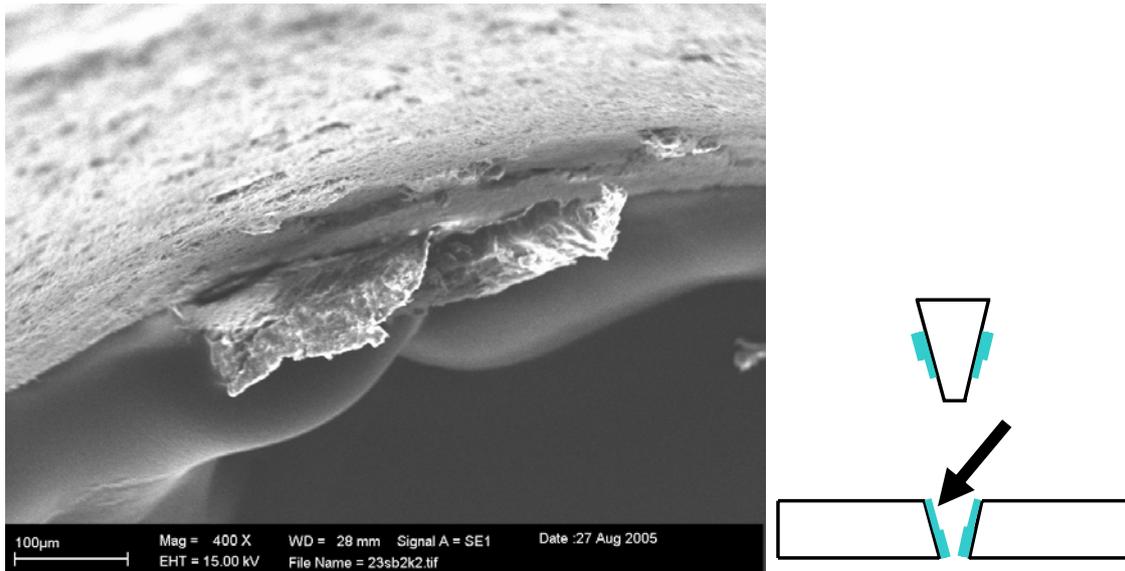


Abb. 117
23 SB 2 K 2

Abb. 117 zeigt eine Detailansicht der adhäsiven Schuppung. Im oberen Bildteil erkennt man deutlich die unregelmäßige Schicht des kohäsiv gebrochenen Zements, oberhalb der Schuppung erkennt man die freigelegte Feststoff-Oberfläche des Zirkoniumdioxids.

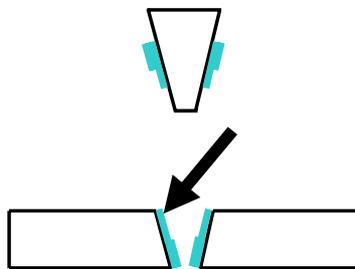
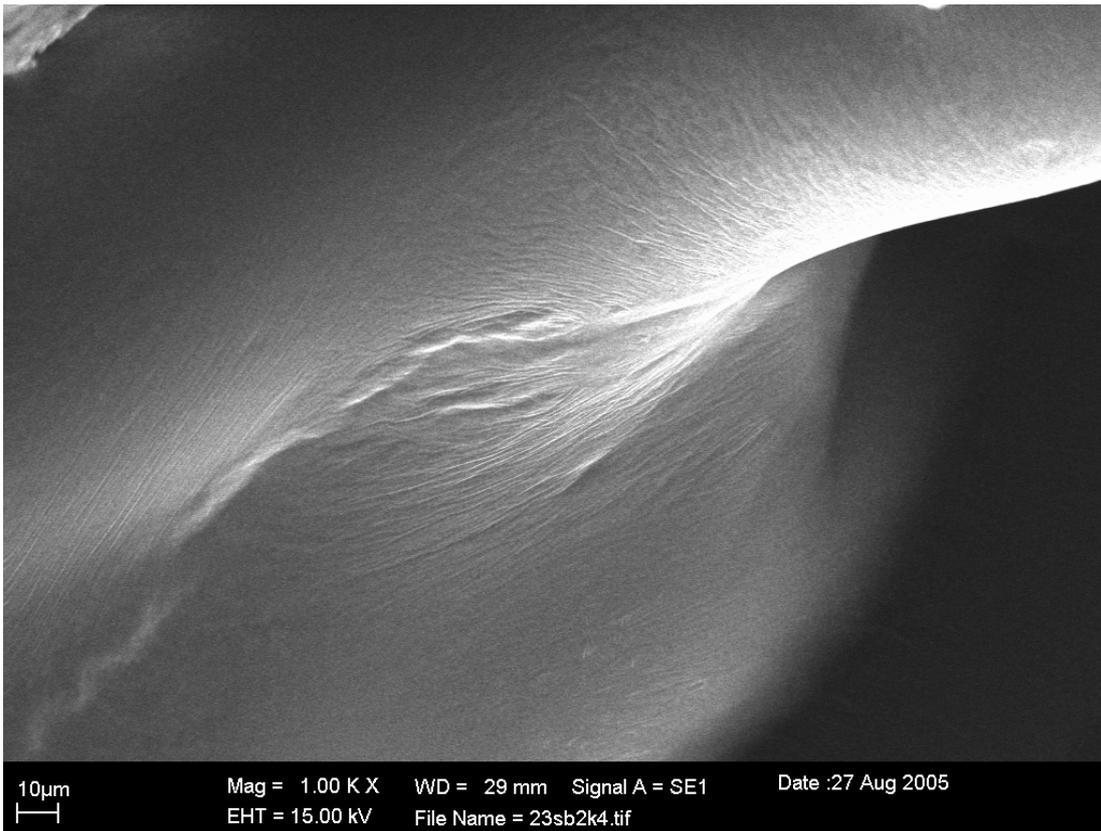


Abb. 118
23 SB 2 K 4

Abb. 118 zeigt eine stärkere Vergrößerung des numulösen Bereichs.
Die Oberfläche scheint strukturiert zu sein und weist keine Riss-Spuren auf.

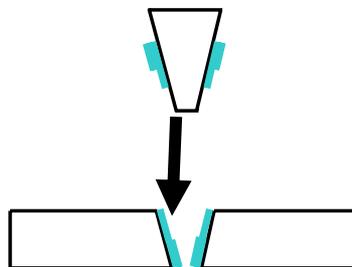
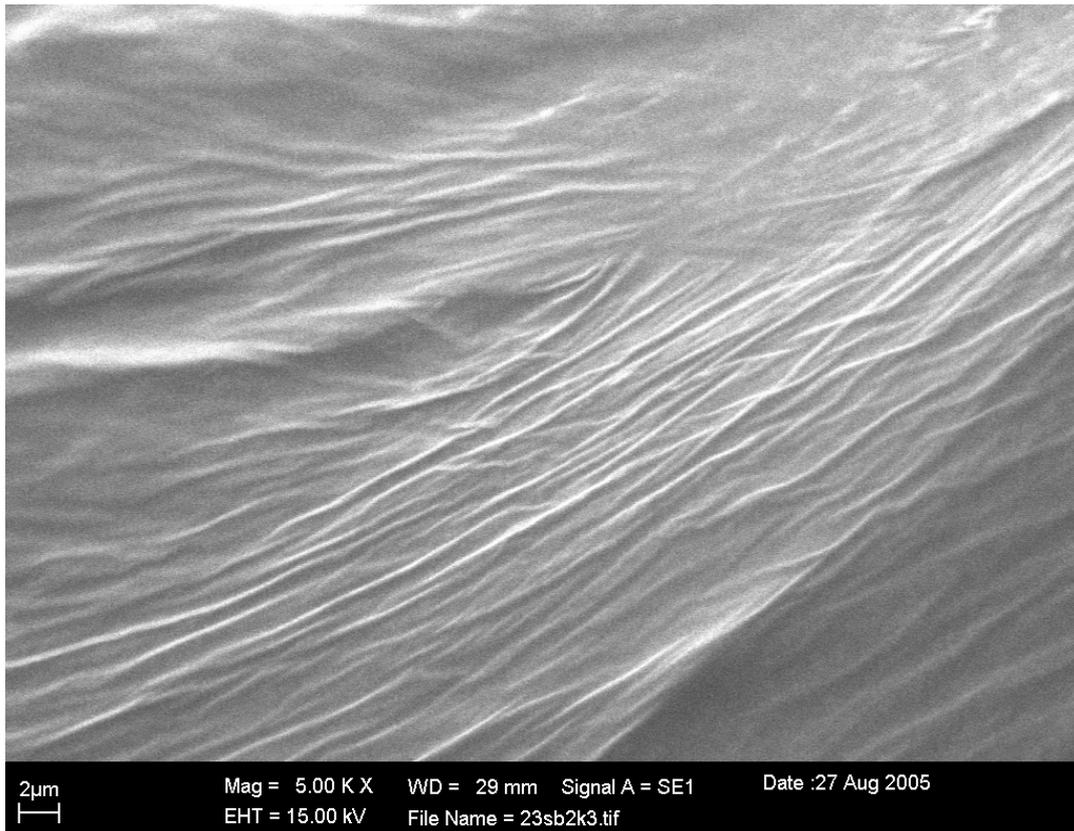


Abb. 119
23 SB 2 K 3

Abb. 119 zeigt die größtmögliche Vergrößerung des numulösen Bereichs.
Man erkennt eine zierliche, gerichtete **Faltung** der Oberfläche.

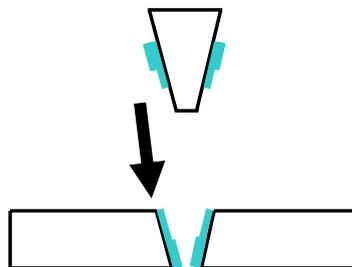
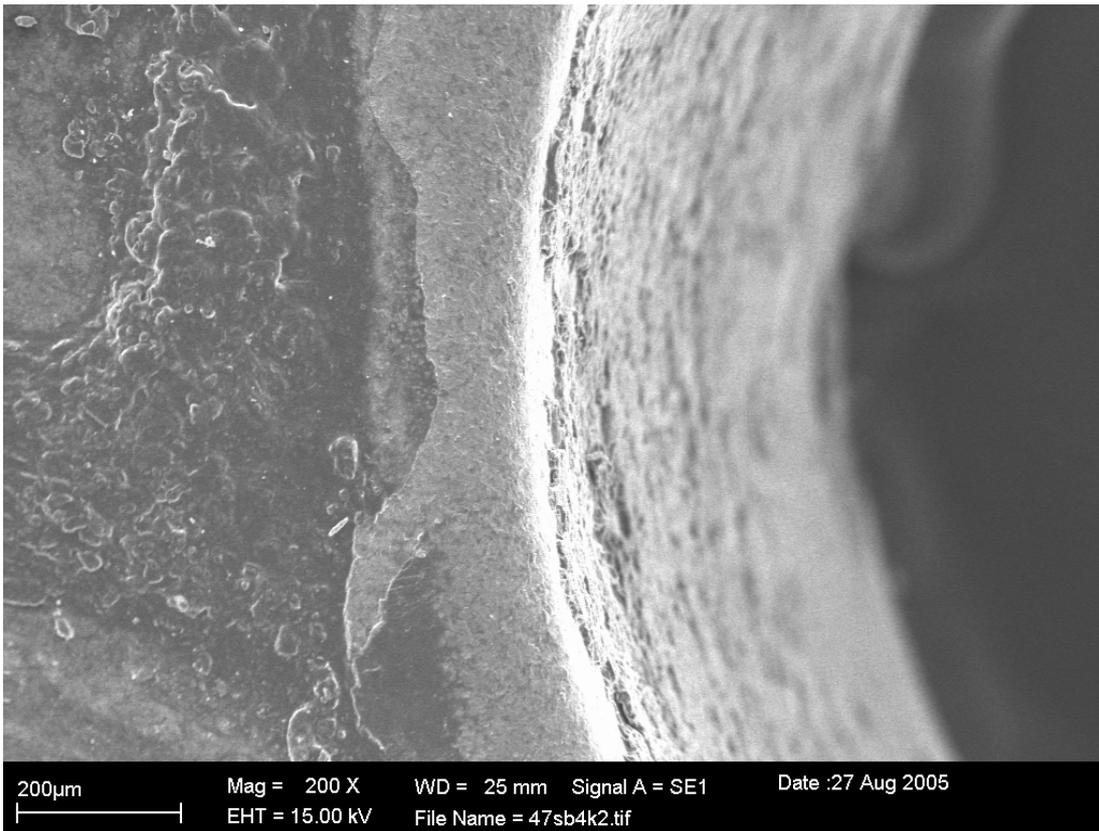


Abb. 120
47 SB 4 K 2

Abb. 120 zeigt links die Scheiben-Oberfläche, die am (von Zement befreiten) Rand des Kanaleingangs in das Innere des Kanals übergeht. Kurz hinter dem Rand sieht man die kohäsive Bruchkante und danach die rauhe Struktur des gebrochenen Zements.

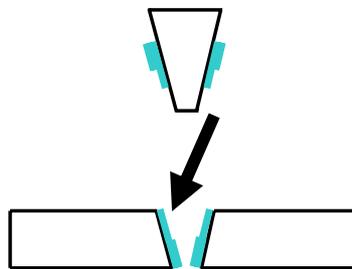
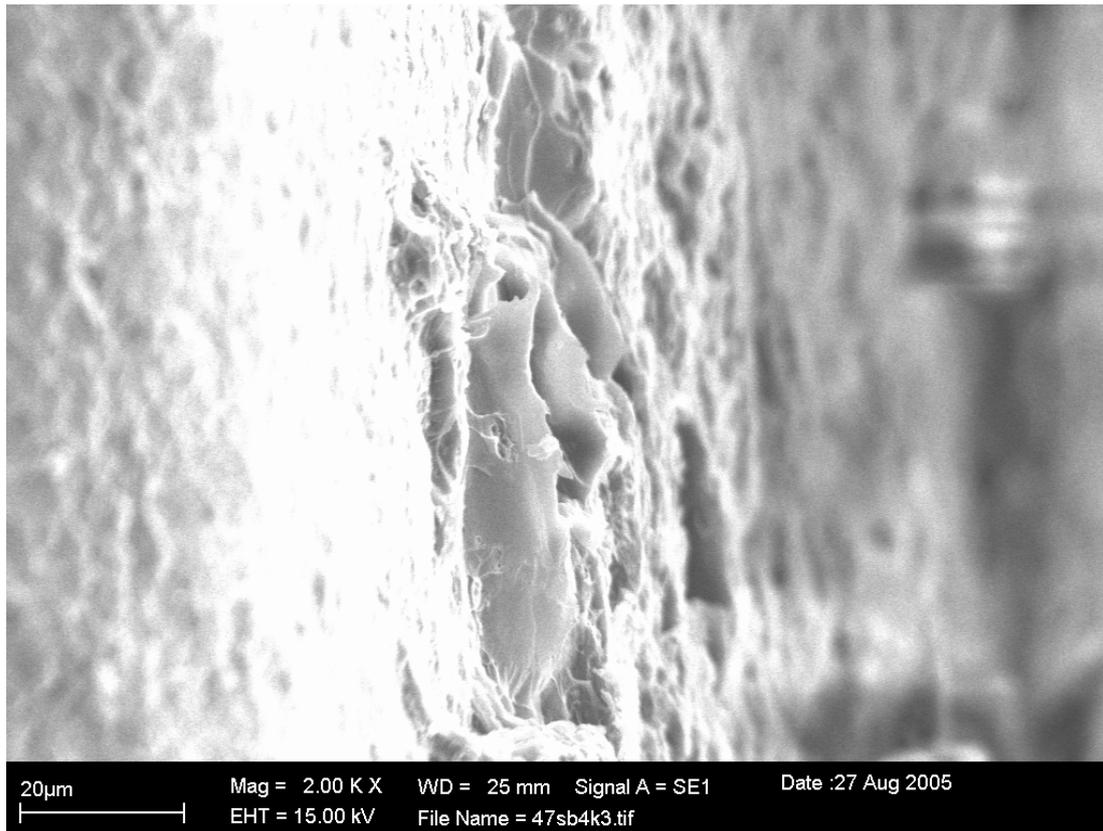


Abb. 121
47 SB 4 K 2

Abb. 121 zeigt eine Großaufnahme der kohäsiven Bruchkante.
Man erkennt, daß der Zement in blättertartige Schichten gerissen ist.

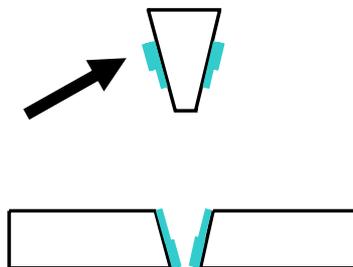
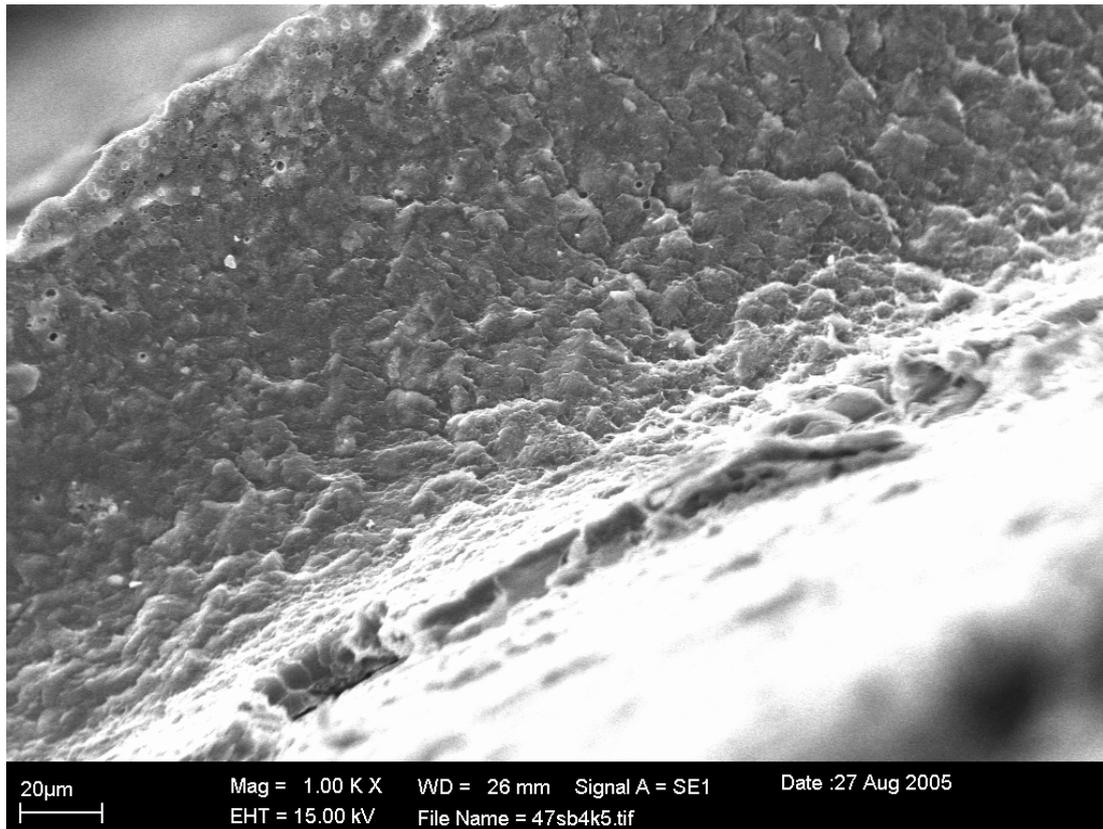


Abb. 122
47 SB 4 K 5

Abb. 122 zeigt die komplementäre Ansicht der kohäsiven Bruchkante am Konus. Man erkennt die diagonal durch das Bild verlaufende Bruchstufe und die Unterseite des Zementkranzes, der um die große Öffnung der Scheibenoberfläche auflag und bei Datenerhebung abgehoben wurde, um als „Krempe“ um den Konus stehen zu bleiben.

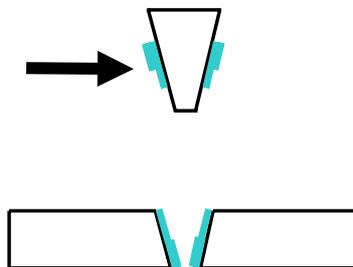
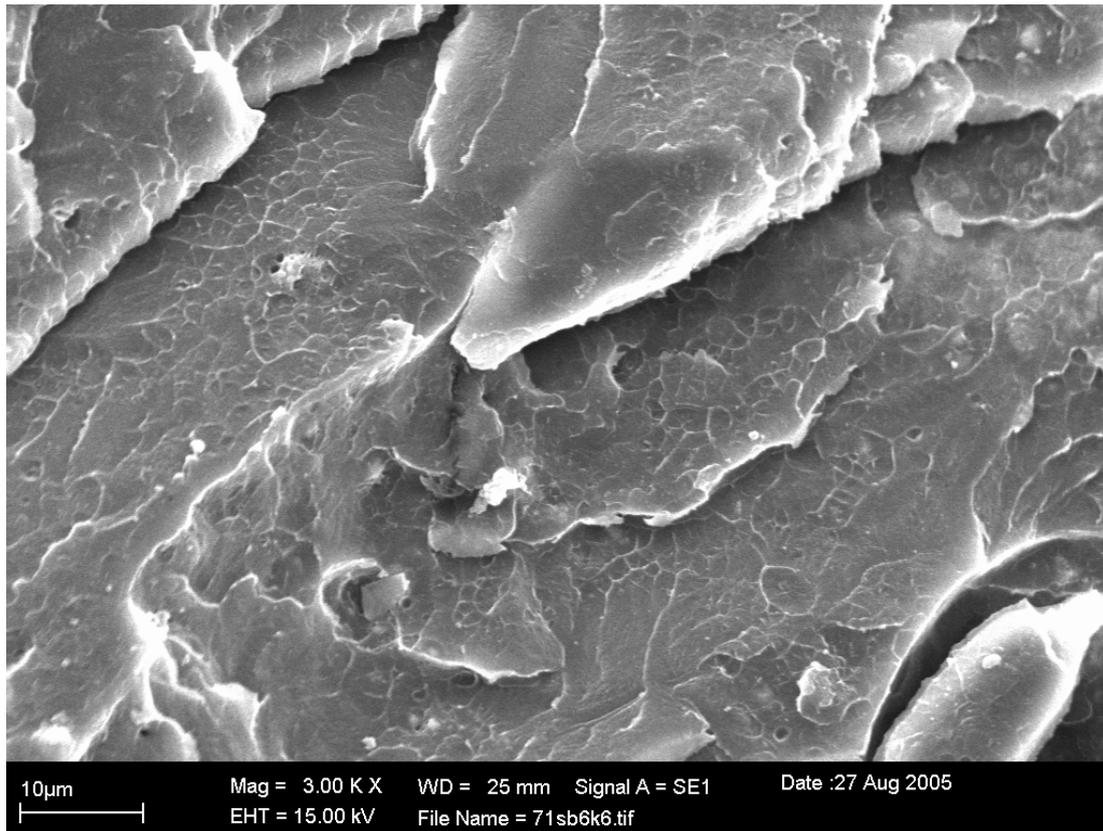


Abb. 123
71 SB 6 K 6

Abb. 123 zeigt eine Großaufnahme der blättereigartigen Riss-Lamellen von Superbond® C&B. Man erkennt **Kraquellierungen**, vergleichbar mit den Rissen in Verbundglas.

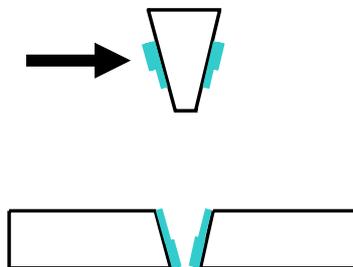
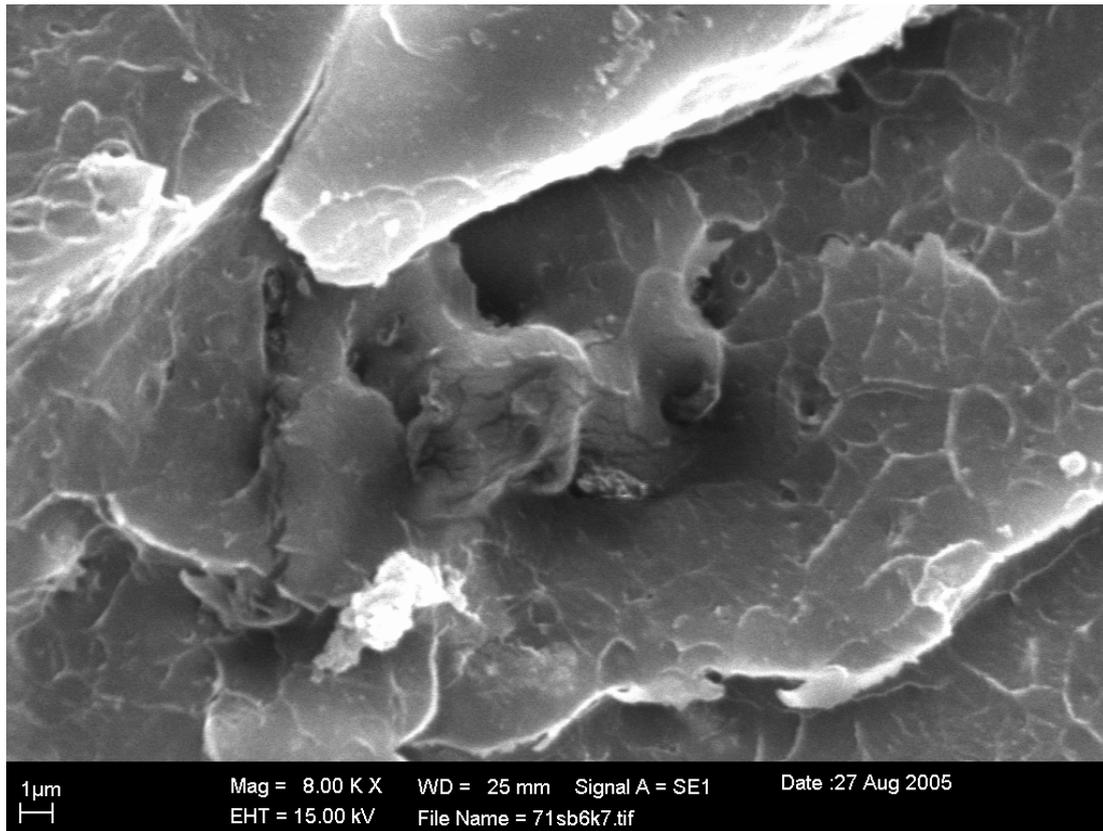


Abb. 124
71 SB 6 K 7

Abb. 124 zeigt eine stärkere Vergrößerung der Kraquellierungen. Man erkennt auf den großen Risslamellen eine Vielzahl an kleinen **Infrakturen** im Zement.

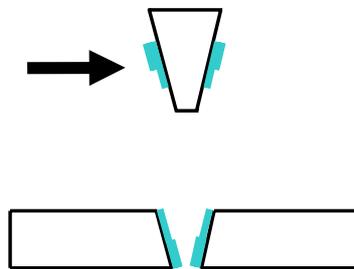
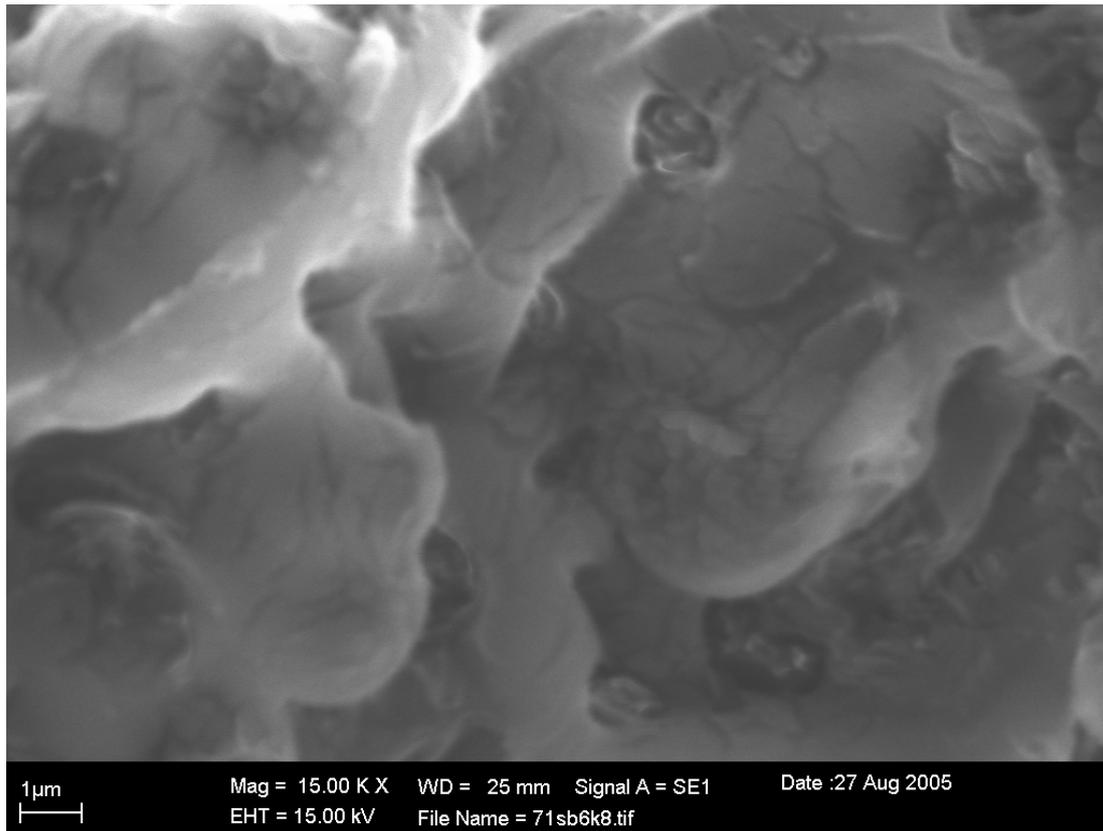


Abb. 125
71 SB 6 K 8

Abb. 125 zeigt die größtmögliche Vergrößerung der Kraquellierungen. Innerhalb der Kraquellierungen selbst sind weitere Risse zu erkennen. Offenbar infrakturiert die Zement-Schicht während der Datenerhebung bis auf Mikrometer-Ebene in sich ein, was auch das reißende Geräusch bei Prüfkörper 45 während der Datenerhebung erklären könnte (siehe Tab. 7 Bemerkung Prüfkörper 45).

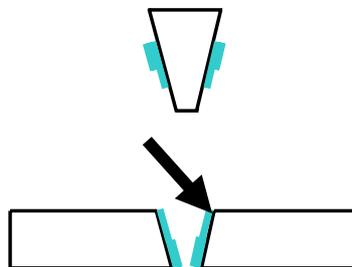
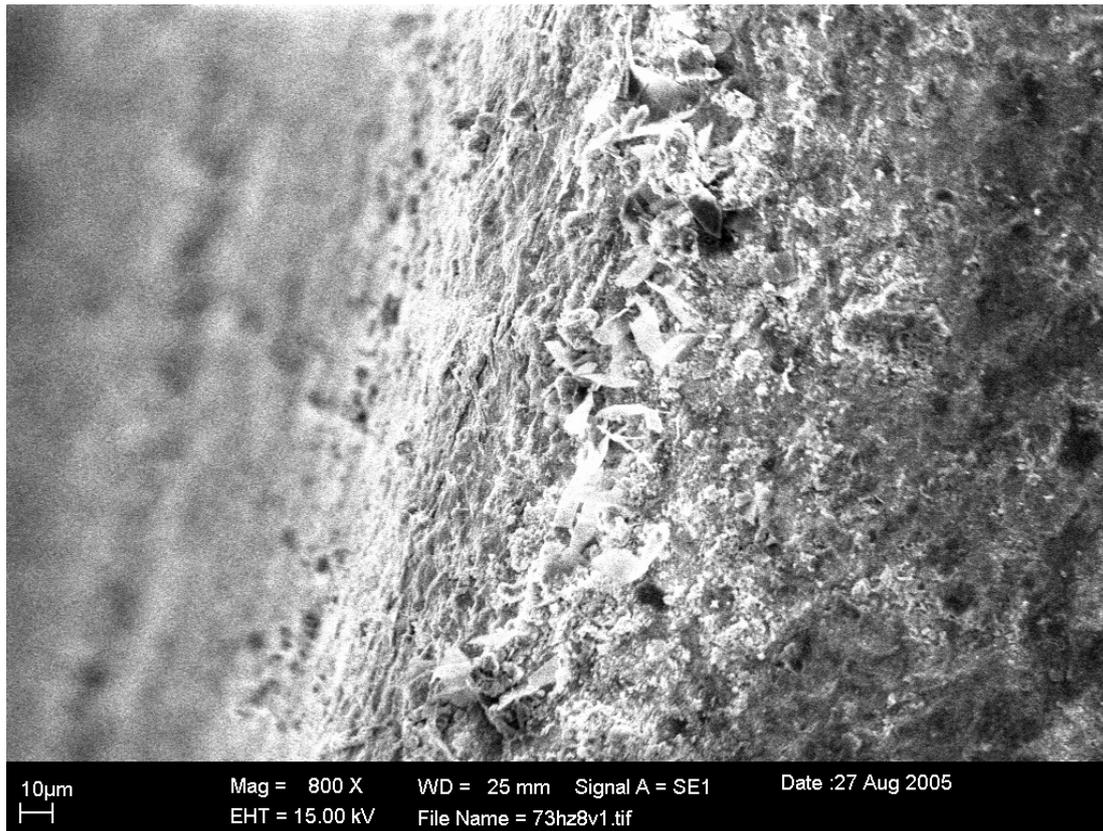


Abb. 126
73 HZ 8 V 1

Abb. 126 zeigt die Rand-Ansicht eines Harvard-Zement-Prüfkörpers.
Man erkennt ein helleres, gröber strukturiertes **Band** an der kohäsiven Bruchkante.

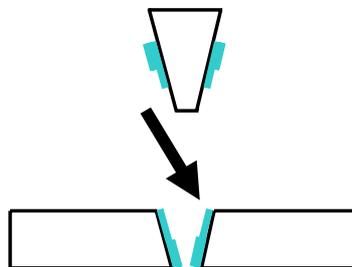
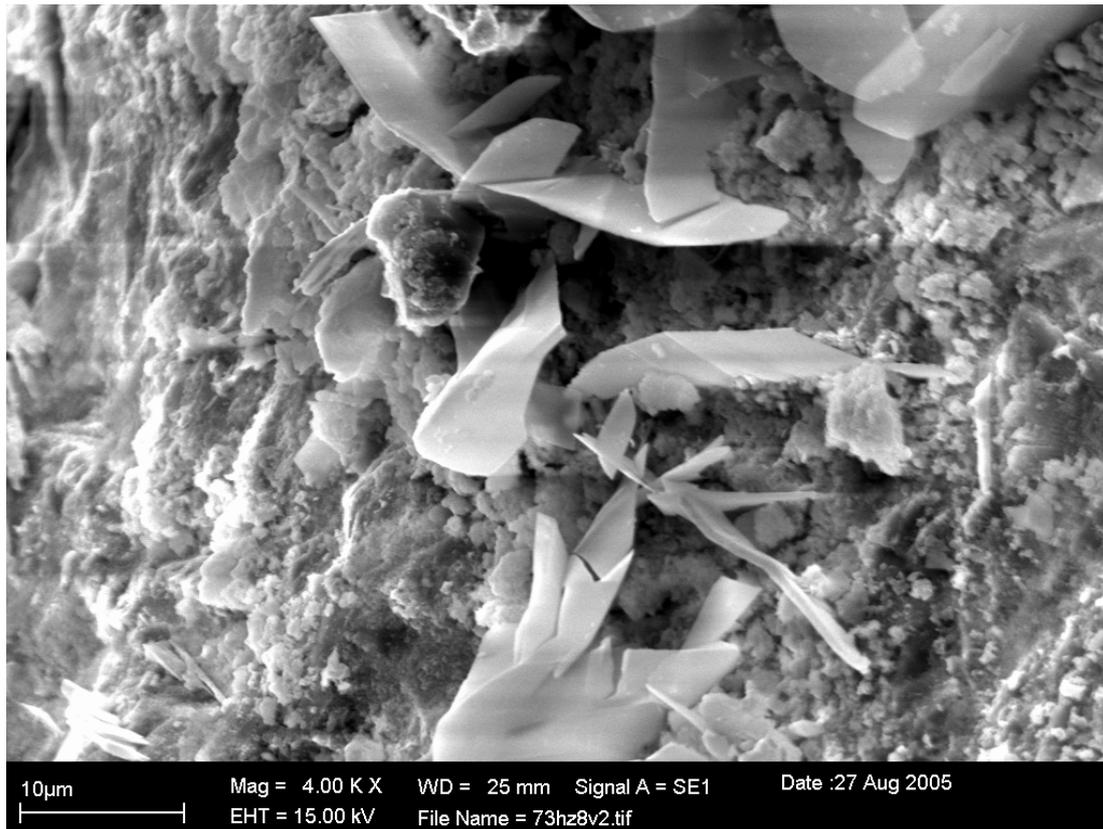


Abb. 127
73 HZ 8 V 2

Abb. 127 zeigt eine stärkere Vergrößerung der helleren, gröberen Schicht. Sie besteht aus scherbenartigen, kristallartigen **Fragmenten**, umgeben von kleineren, körnigen Strukturen. Bei den Scherben könnte es sich um keramische Splitter handeln.

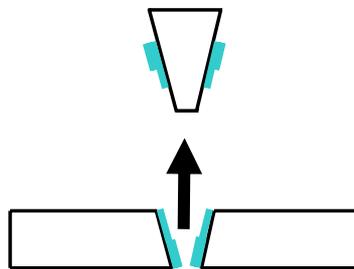
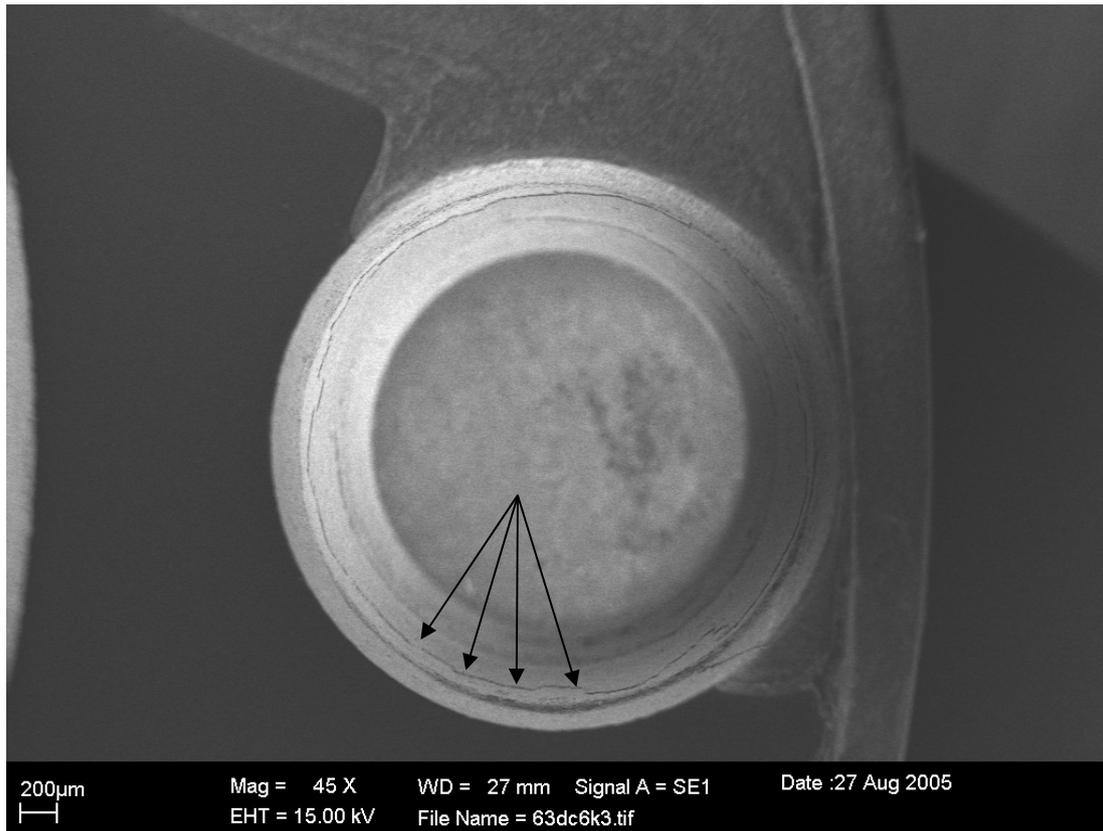


Abb. 128
63 DC 6 K 3

Abb. 128 zeigt eine Ansicht auf die Konus-Spitze eines Dyract Cem plus®-Prüfkörpers. Rund um seine Mantelfläche erkennt man sehr deutlich die unregelmäßige **Linie** des kohäsiven Riss-Verlaufs.

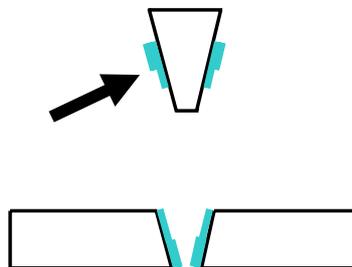
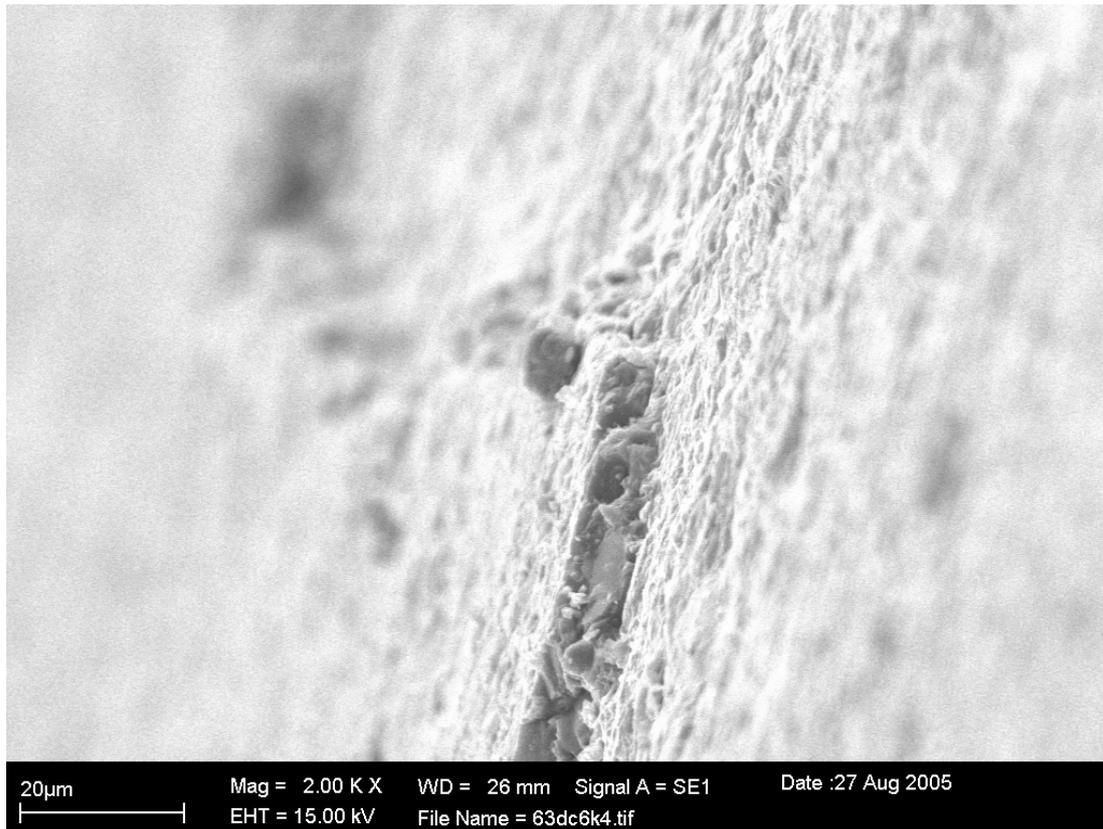


Abb. 129
63 DC 6 K 4

Abb. 129 zeigt eine Nahaufnahme der kohäsiven **Bruchstufe**. Um die Bruchstufe erkennt man die raue Struktur des Zementes. Es ist ein reiner kohäsiver Bruch mit nahezu rechtem Bruchkanten-Winkel.

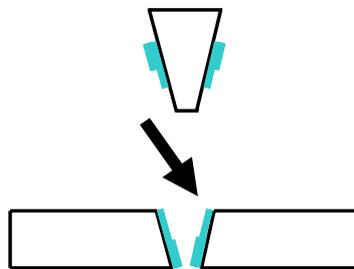
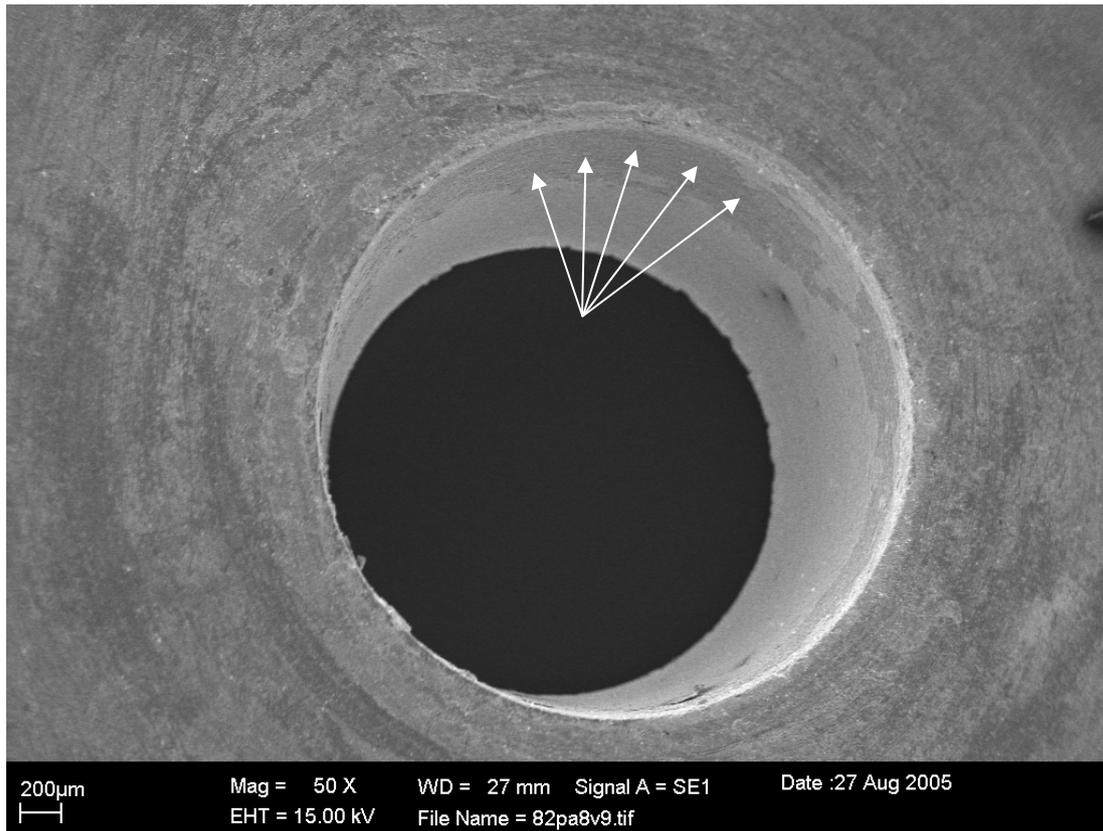


Abb. 130
80 VL 8 K 3

Abb. 130 zeigt einen versetzten Einblick in den Kanal eines Variolink II®-Prüfkörpers. Man erkennt über der Bruchkante einen **dunkleren Bereich**.

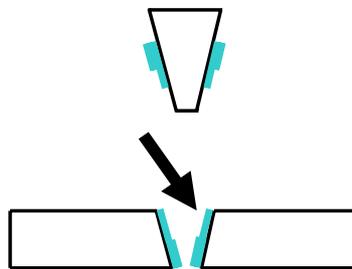
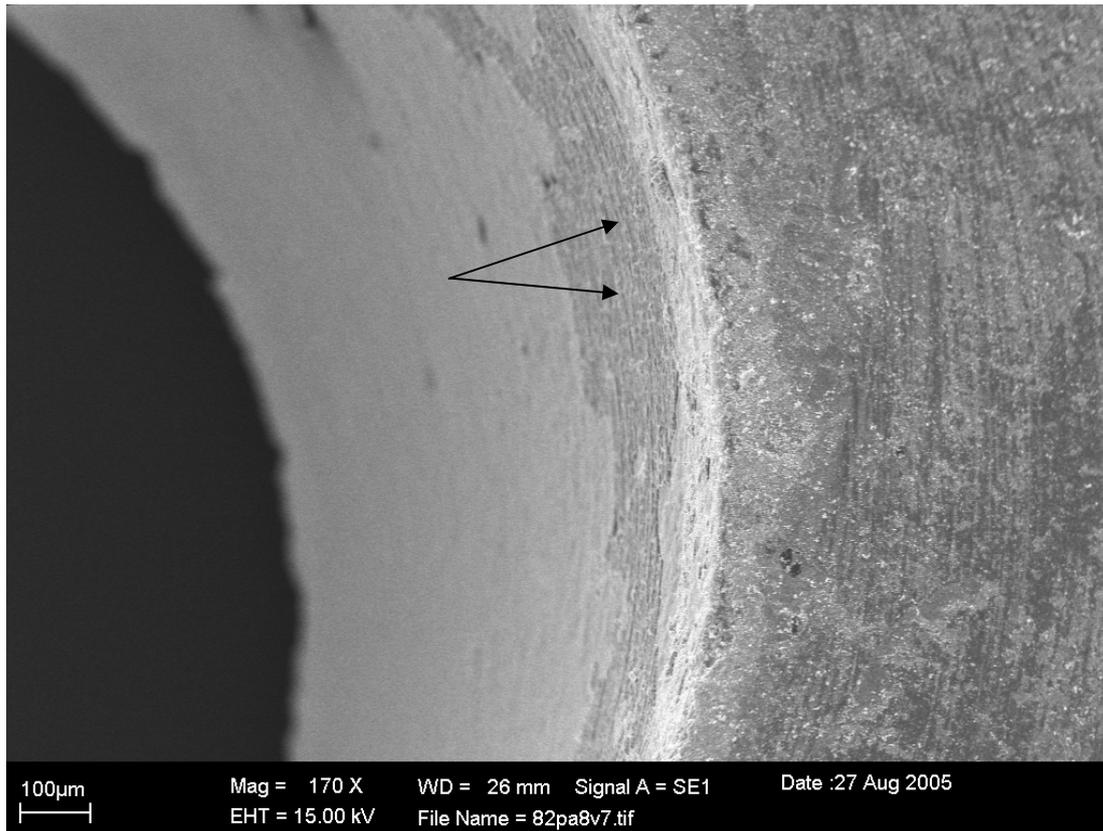


Abb. 131
80 VL 8 K 1

Abb. 131 zeigt eine vergrößerte Ansicht des dunkleren Bereichs innerhalb des Kanals. Der Bereich scheint oberflächenstrukturiert zu sein.

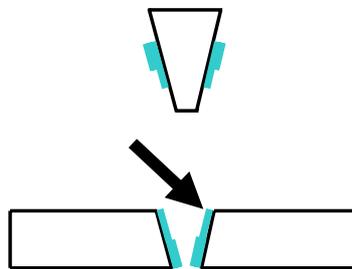
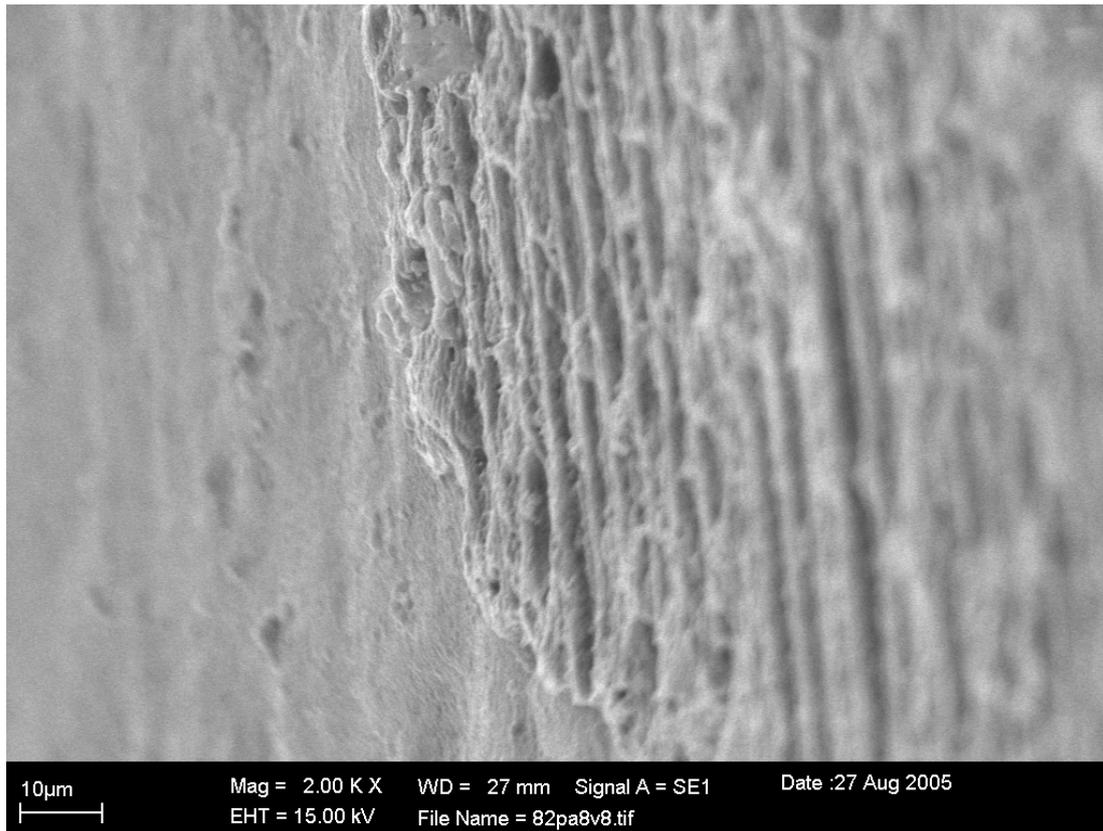


Abb. 132
80 VL 8 K 2

Abb. 132 zeigt die Großaufnahme der rillenartigen Struktur im dunklen Bereich, der bei Abb. 130 und Abb. 131 beschrieben wird. Es handelt sich vermutlich um eine teilweise **adhäsive Ablösung**, da die Rillenschicht eine Abformung der gerillten Konus–Mantelfläche darstellen könnte.

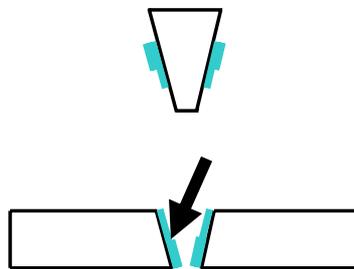
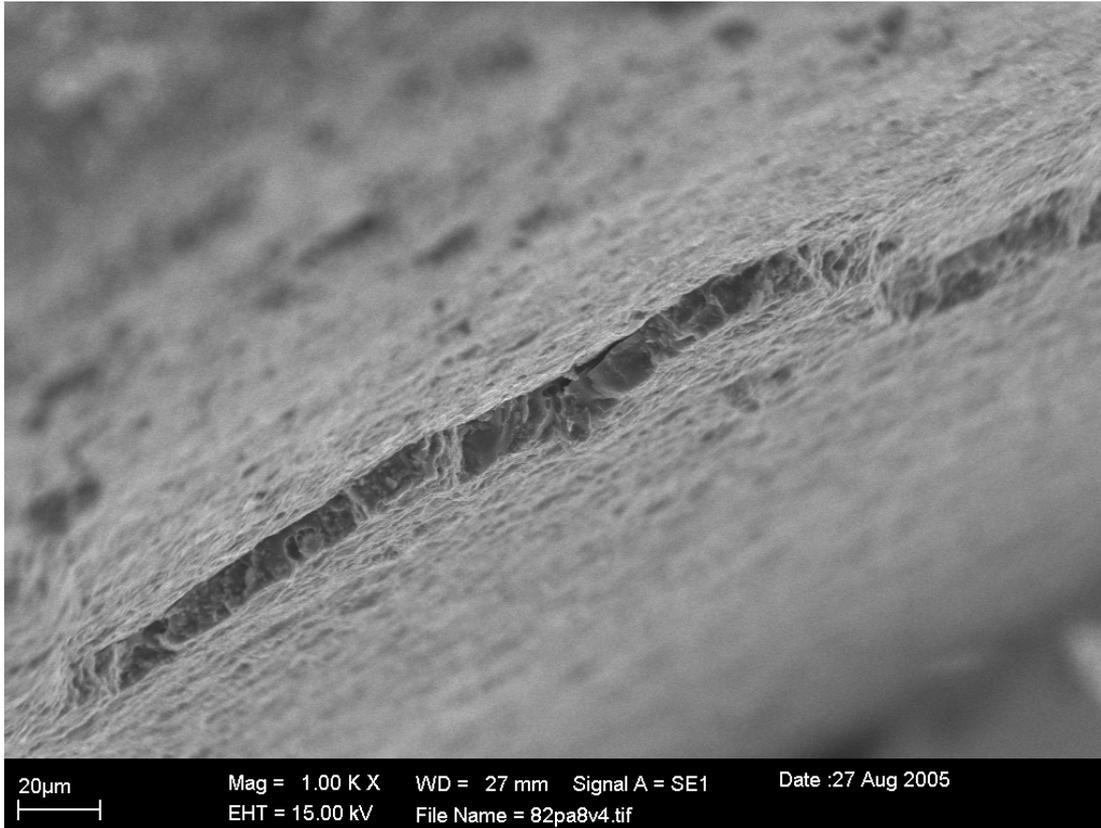


Abb. 133
82 PA 8 V 3

Abb. 133 zeigt die ausgeprägte, kohäsive Bruchstufe von Panavia 21®.

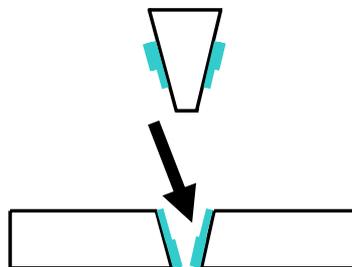
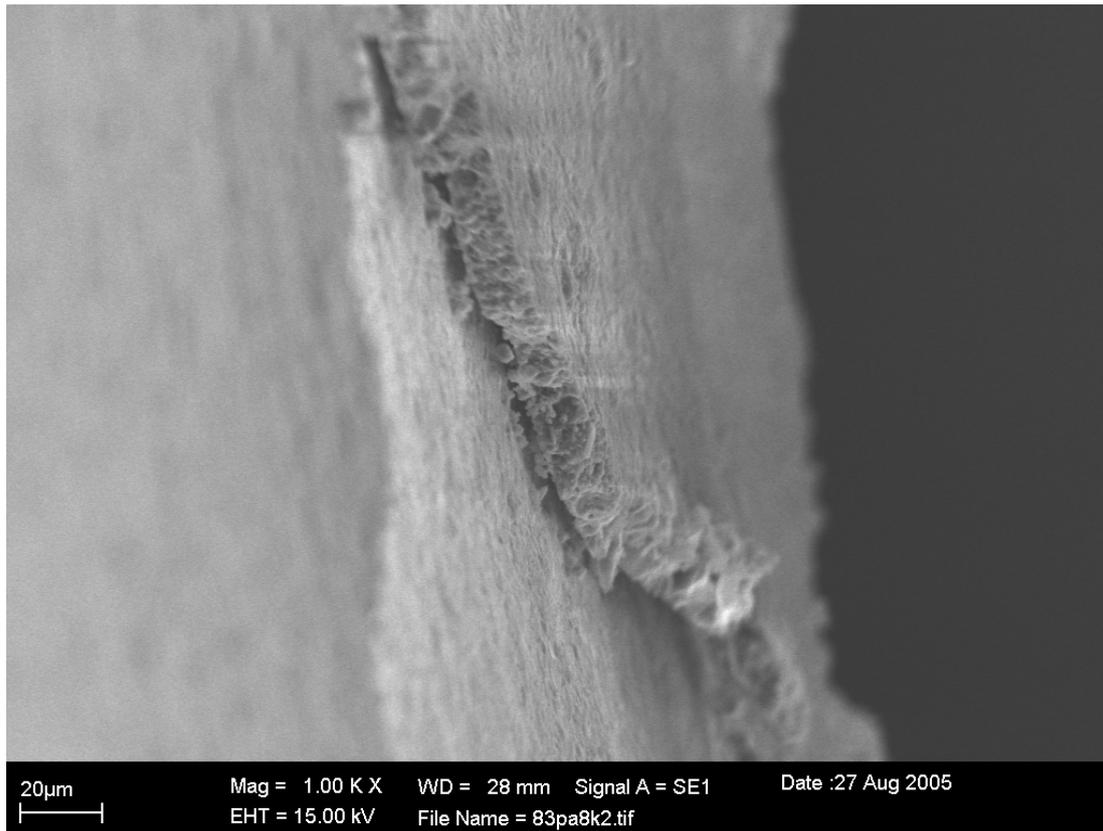


Abb. 134
83 PA 8 K 2

Abb. 134 zeigt ein **Artefakt** nach der Messdaten–Erhebung. Die Zementschicht unter dem kohäsiven Bruch hebt sich leicht von der Zirkoniumdioxid–Oberfläche ab.

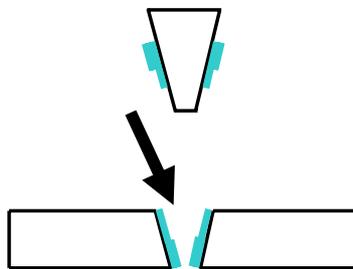
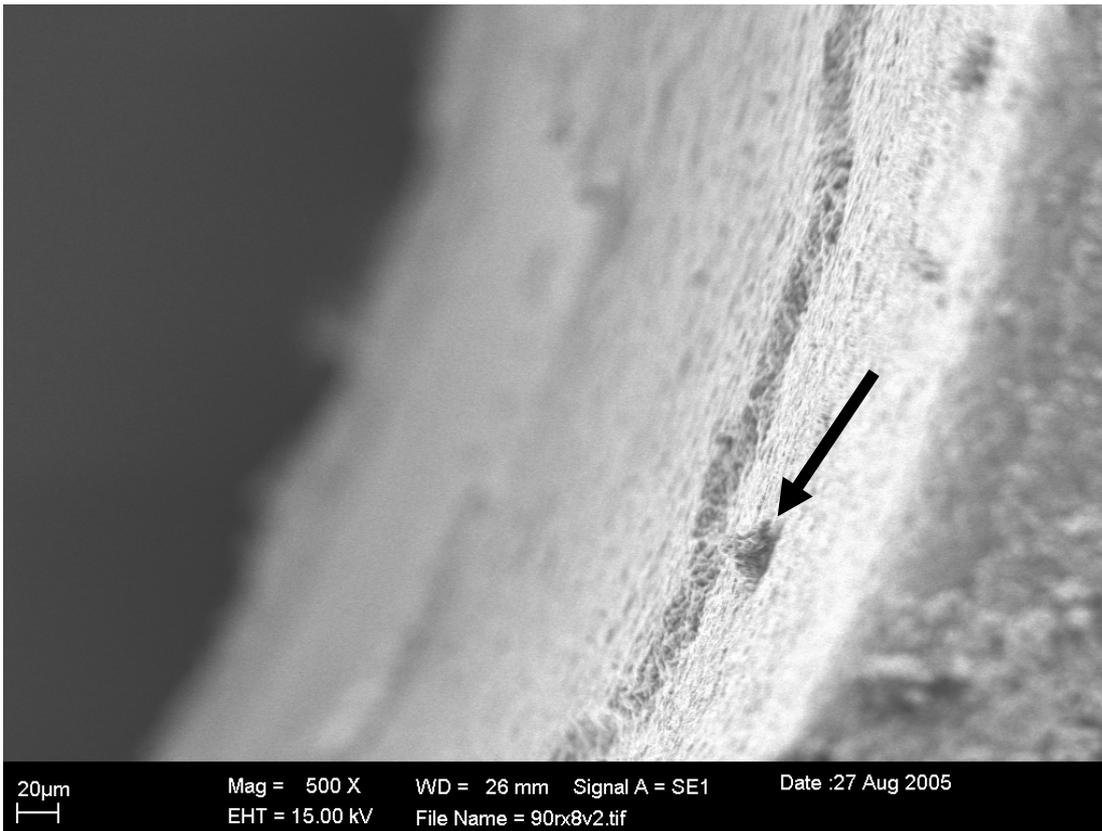


Abb. 135
90 RX 8 V 2

Abb. 135 zeigt eine Ansicht in den Kanal eines RelyX Unicem®-Prüfkörpers. Man erkennt am rechten Bildrand einen Teil der Scheibenoberfläche und den Rand des Kanaleingangs. Vor der kohäsiven Bruchstufe erkennt man körnige **Auflagerungen** von rund 20 µm großen Partikeln.

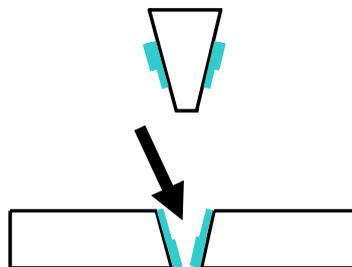
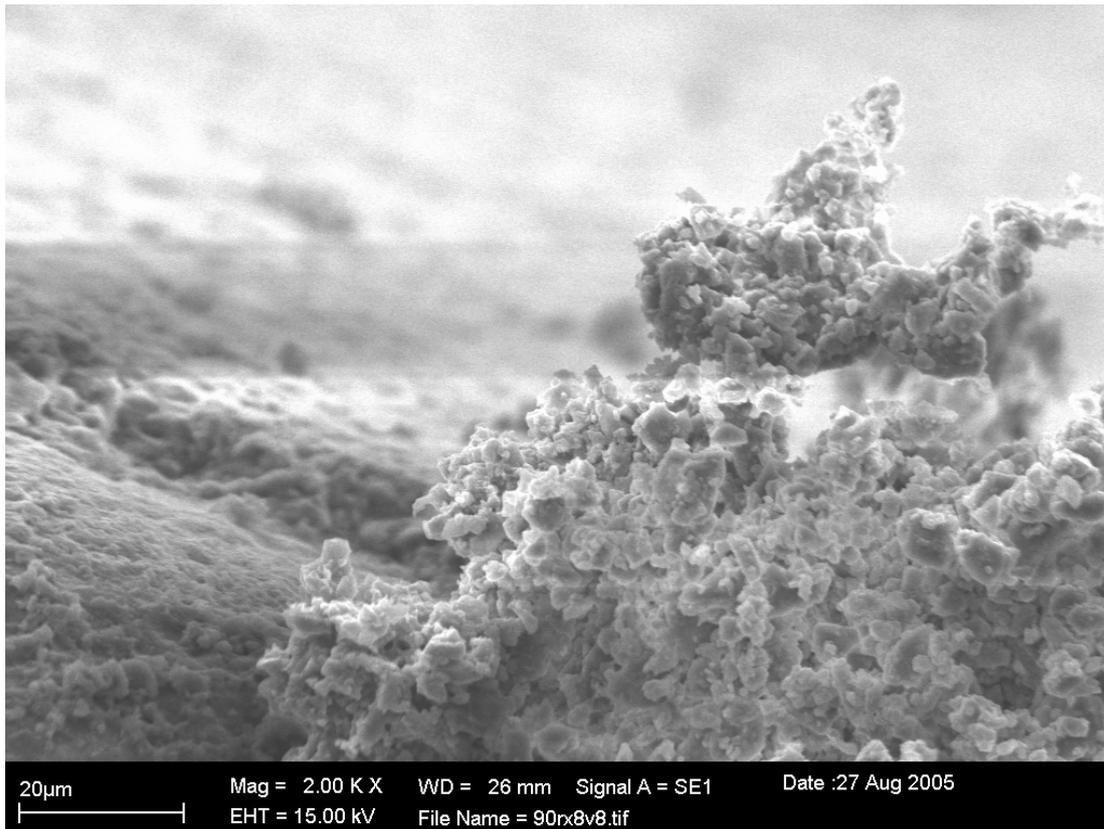


Abb. 136
90 RX 8 V 8

Abb. 136 zeigt die Vergrößerung eines der Partikel, die bei Abb. 135 beschrieben werden. Der Partikel zeigt die typische **Körnung** des Zementes und scheint aus der Zementschicht „herauszuwachsen“. Möglicherweise handelt es sich um einen von Zement umhüllten Fremdkörper, z.B. um „eingemauertes“ Strahlgut, das bei der Messdatenerhebung aus der Zementschicht herausgerissen wurde.

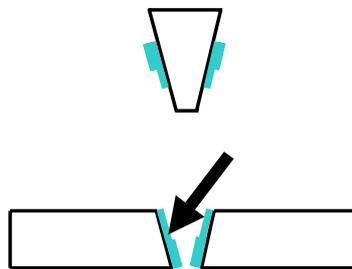
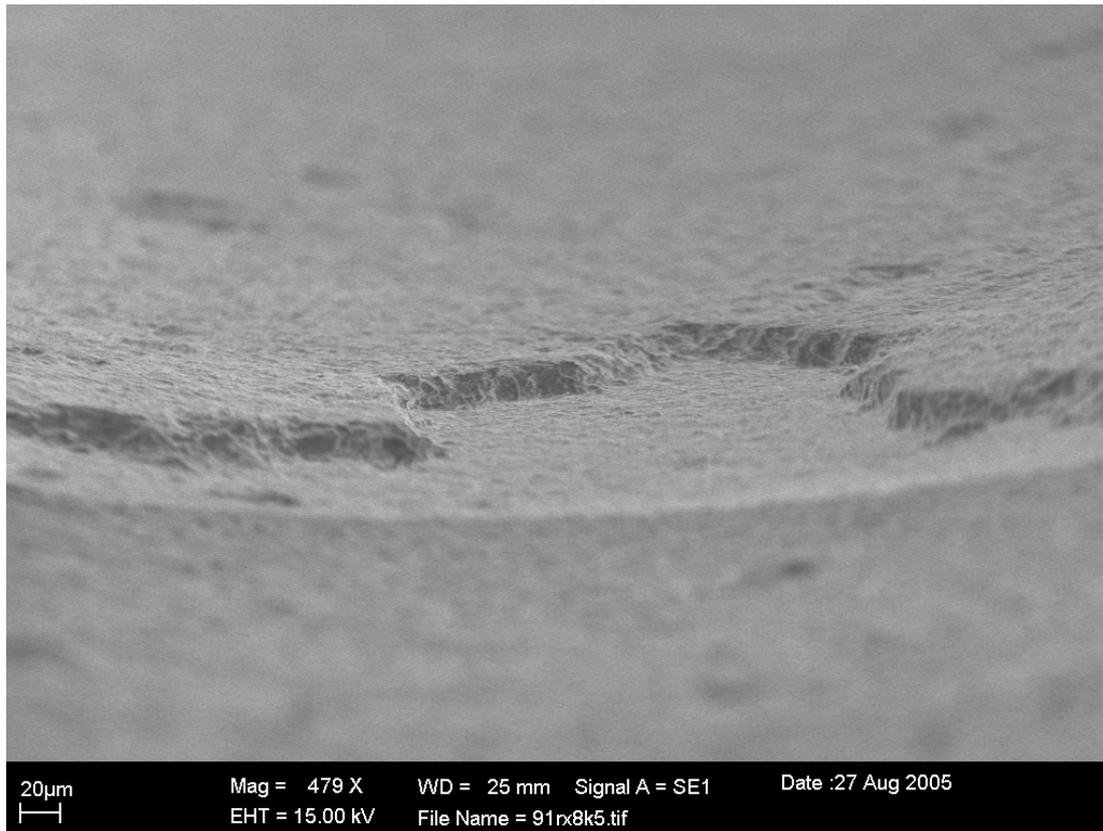


Abb. 137
91 RX 8 K 5

Abb. 137 zeigt eine partikelfreie Oberfläche vor der kohäsiven Bruchkante von RelyX Unicem®. Dies könnte als Hinweis darauf gedeutet werden, daß die Partikel nicht zementspezifisch sind.

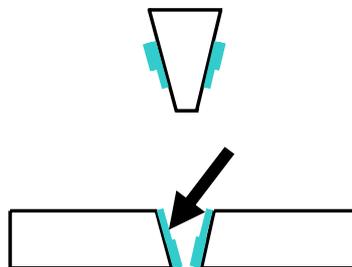
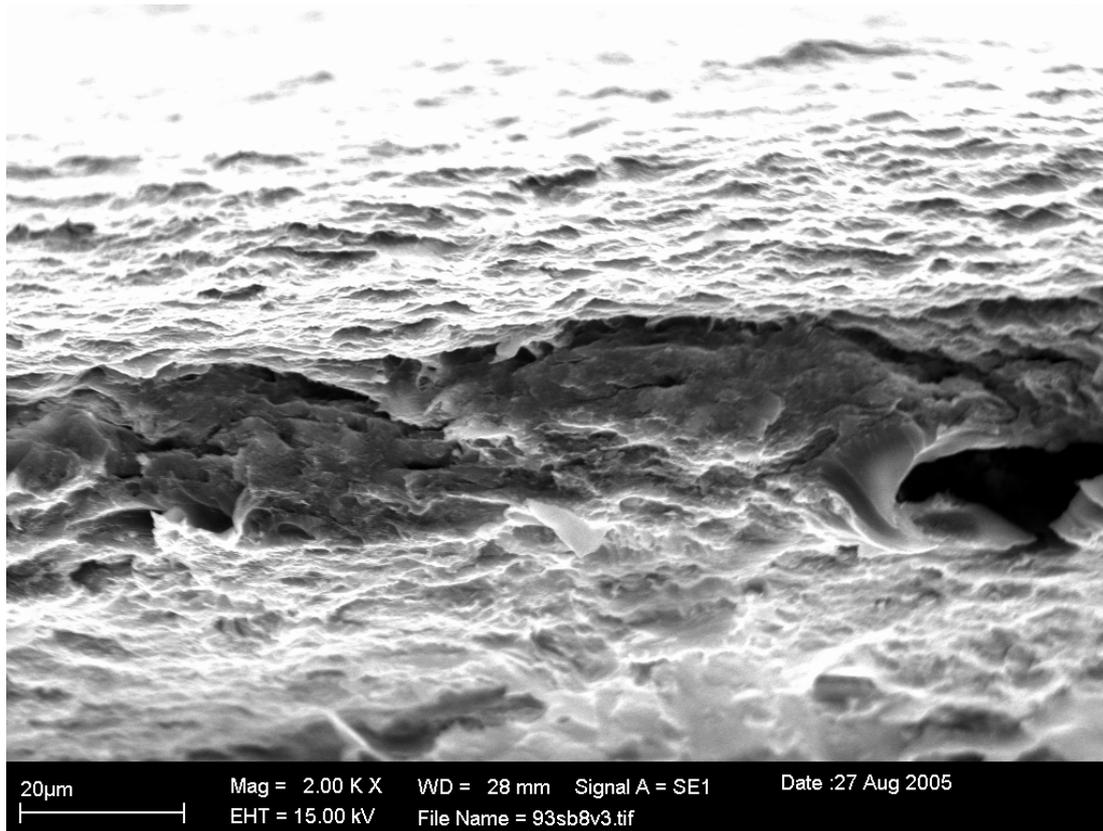


Abb. 138
93 Sb 8 V 3

Abb. 138 zeigt die Bruchstufe eines Superbond®C&B-Prüfkörpers, der zwei Messgänge benötigte. Trotz der zwei Messgänge erkennt man den kohäsiven Bruchmodus an der Bruchkante, die davor und dahinter von gerissenem Kunststoff umgeben ist.

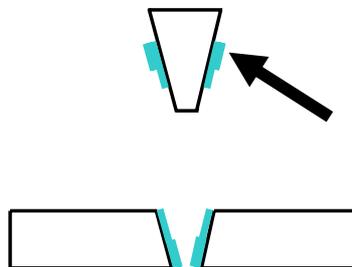
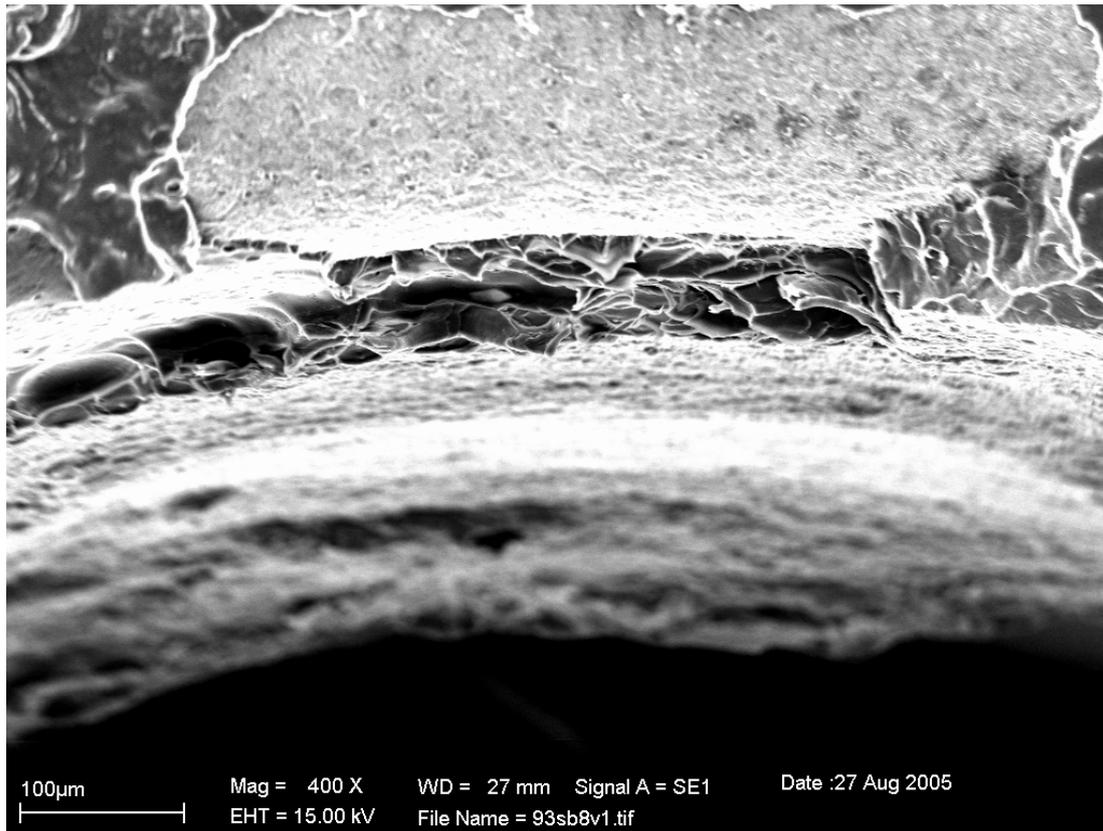


Abb. 139
93 SB 8 V 3

Abb. 139 zeigt eine Übersicht des Konus von Prüfkörper 93, der 2 Messgänge benötigte. Man erkennt im oberen Bildbereich eine große, vermutlich **keramische Scherbe**. Grund für das Messen in zwei Durchgängen könnte also hier ein Riß der Keramik selbst sein, wobei der Zement eine Scherbe aus dem Feststoff gerissen hat.

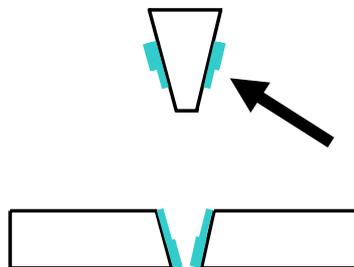
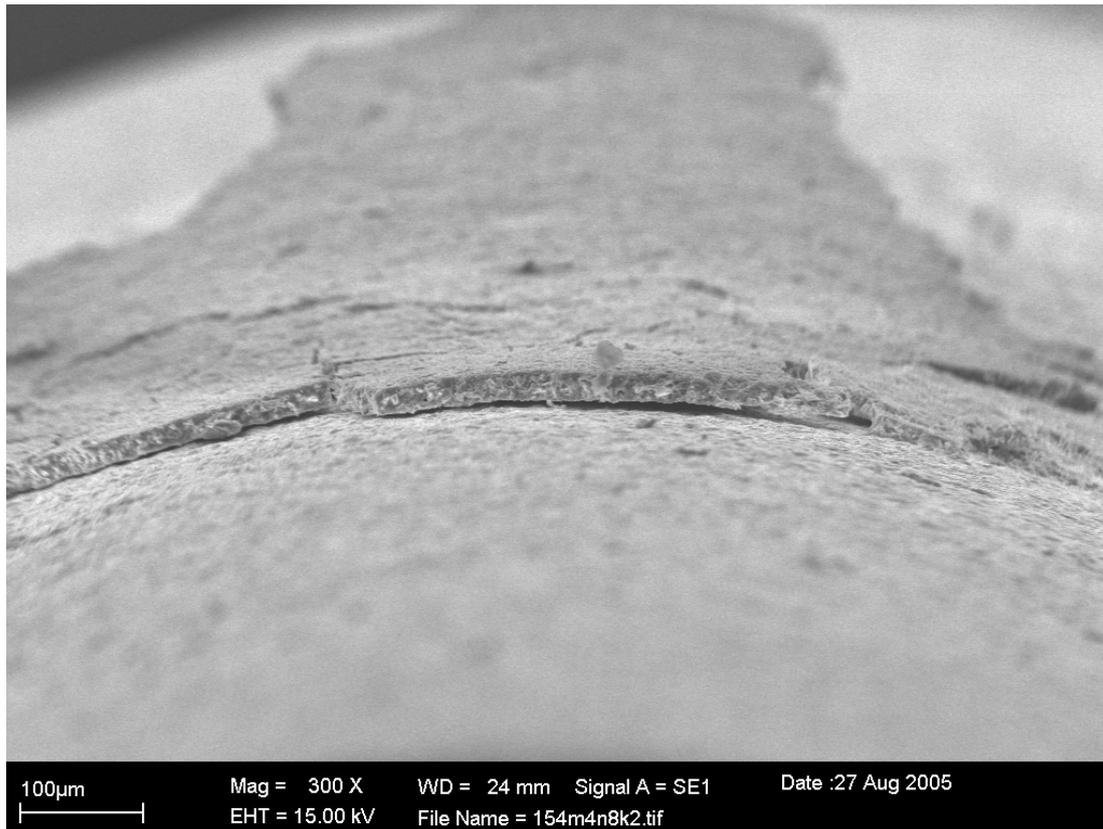


Abb. 140
154 MD 8 K 2

Abb. 140 zeigt den kohäsiven Bruch von Meron Plus® Mischverhältnis D nach Thermozyklisierung. Man erkennt eine feine **Ablösung** unter der Bruchkante, die jedoch als Artefakt nach der Messdaten-Erhebung gewerten werden kann. Es fällt auf, daß die Schicht vergleichsweise **dick** ist.

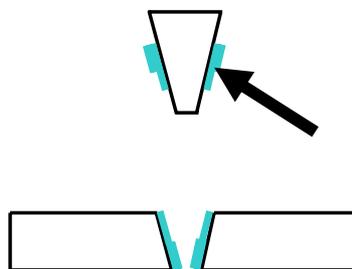
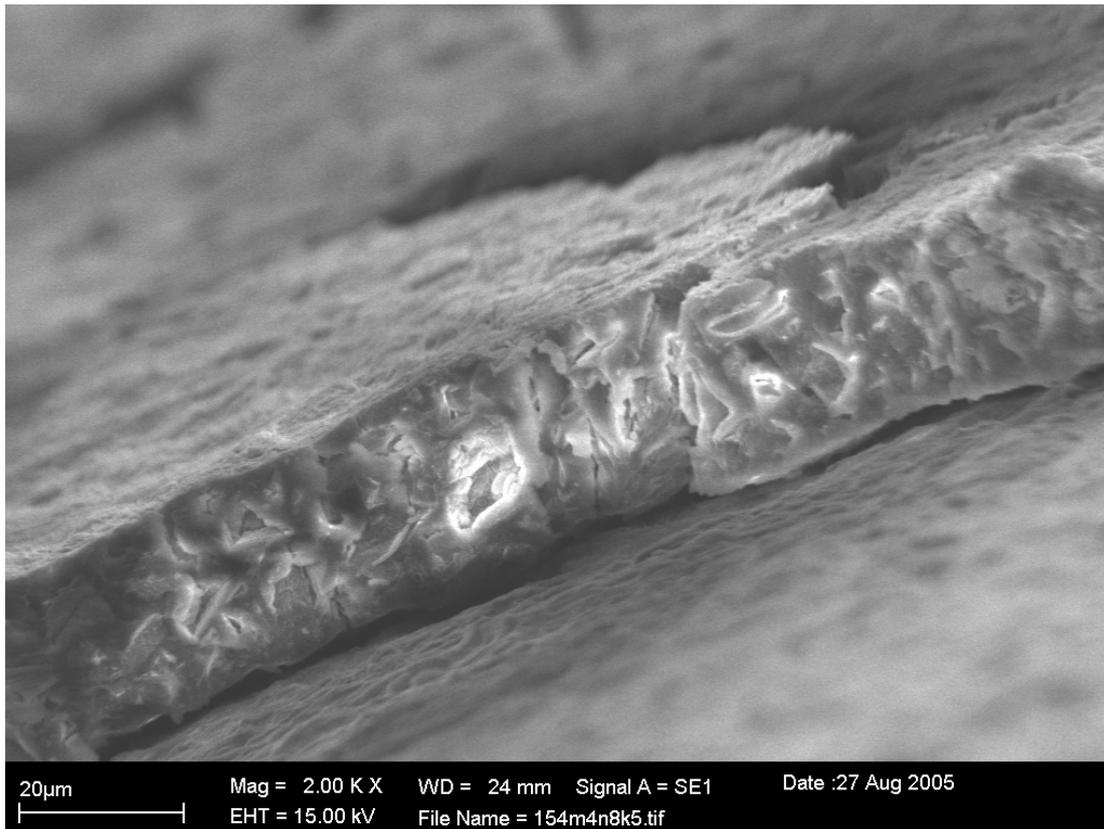


Abb. 141

154 MD 8 K 5

Abb. 141 zeigt eine starke Vergrößerung der kohäsiven Bruchfläche des Meron Plus®-Prüfkörpers von Abb. 140. Man erkennt hellweiße Bereiche innerhalb der Zementschicht. Es handelt sich vermutlich um **Reflektionen des Elektronenstrahls** durch metallische Verunreinigungen. Der metallische Beschlag scheint an den Innenwänden von kleinen Kavernen innerhalb der Zementschicht angelagert zu sein, ähnlich wie der Edelschimmel in den Kavernen eines Roquefort-Käse.

Möglicherweise wurde die Zementschicht mit dem Wasser des Thermocycling-Bades durchtränkt, wodurch Rostbestandteile aus dem Wasser in die Schicht infiltriert wurden und sich in den ausgewaschenen Kavernen niederschlagen haben.

Perthometrie

Erhoben wurden folgende Oberflächen-Kenngrößen der Rauigkeit nach DIN EN ISO 4287 [68]:

R_a = Mittenrauhwert

Der Mittenrauhwert R_a ist der arithmetische Mittelwert (Durchschnitt) der Beträge aller Rauwerte des Rauigkeitsprofils, also ein summativer Wert.

Im Versuch lagen die Mittelwerte für das Sandstrahlen bei rund **0,6 μm** , d.h. die durch das Sandstrahlen entstanden „Krater“ und „Hügel“ sind durchschnittlich mindestens 0,6 μm hoch bzw. 0,6 μm tief. Für Sandstrahlen + Silikatisieren liegt der Wert bei rund **0,7–0,8 μm** , d.h. durch das Silikatisieren wurde die Oberfläche in der Summe gesehen **rauer**.

R_{max} = maximale Rauhtiefe

Die Rauhtiefe entspricht der Amplitude (Wellenlehre) und ist die Distanz zwischen der Tiefe eines Kraters und der Spitze des dazugehörigen, danebenliegenden Hügels. Die maximale Rauhtiefe R_{max} ist die größte aller gemessenen Rauhtiefen pro Strecke. Im Versuch lag sie durchschnittlich bei rund **5,4 μm** für Sandstrahlen und bei durchschnittlich rund **6,6 μm** für Sandstrahlen und Silikatisieren, d.h. durch das Silikatisieren sind auch die „Abhänge“ zwischen Kratern und Hügeln länger geworden, was sich nicht allein durch Abtrag der Oberflächensubstanz erklären lässt. Vermutlich liegt eine Kombination aus Auftragen einer Silikatschicht in Kombination mit einem Abtragen des Feststoffes vor.

Die Partikel verlieren auf dem Weg in die Kratertiefe an Aufprall-Energie, sodaß hier vermutlich der auftragende Effekt des Silikats zurücktritt zugunsten des

abtragenden Effekts des Korunds. Der umgekehrte Fall gilt auf den Hügeln: dort überwiegt die Aufprall-Energie, damit die Erhitzung und damit auch der auftragende Effekt des Silikats und verdrängt dadurch den abtragenden Effekt des Korunds. Werkstoffkundlich könnte man hieraus schließen, daß auf den Hügeln eine dickere Silikatschicht sein muß als in den Kratern.

R_z = Rauhtiefen-Mittelwert

Der Rauhtiefen-Mittelwert R_z ist der arithmetische Mittelwert aller gemessenen Rauhtiefen je Strecke. Er liegt für das Sandstrahlen bei rund **4,6 μm** , für das Sandstrahlen + Silikatisieren bei rund **5,7 μm** . Dies entspricht der bereits geäußerten Vermutung, daß silikatisierte Oberflächen rauer sind. Möglicherweise bietet die bereits aufgetragene Silikatschicht keinen so großen Widerstand gegen das Korund beim Silikatisieren, sodaß sie ihrerseits eine größere Rauheit dadurch davonträgt.

R_t = Rauhtiefe

Die Rauhtiefe R_t ist die größtmögliche Tiefe vom höchsten Hügel aus bezogen auf alle Krater. Sie liegt bei beiden Topographien des Sandstrahlens bei recht genau **5,8 μm** . Bei den Topographien des Sandstrahlens + Silikatisierens findet man eine durchschnittliche Erhöhung um rund **1 bis 2 μm** . Diese Erhöhung ist als Folge des Auftragens der Silikatschicht beim Silikatisieren zu deuten.

W_t = Wellentiefe

Die Wellentiefe W_t entspricht methodisch der Rauhtiefe, jedoch bezogen auf den Wellenverlauf der Oberfläche. Sie ließe sich vergleichen mit der Unebenheit (Auf und Ab) eines Gehwegs trotz glatter Fliesen. Die zweite Topographie des Sandstrahlens ist vergleichsweise unruhig (rund **3,3 μm** im Gegensatz zu rund **1,3 μm** der ersten Topographie). Dies kann als ein Artefakt in der zweiten Topographie gedeutet werden, da die Wellentiefe auch beim Sandstrahlen und Silikatisieren bei recht genau **1,3 μm** liegt.

Die Wellentiefe von 1,3 μm ist vermutlich die material-immanente Unebenheit der Prüfkörper-Oberfläche („ab Werk“-Wellentiefe).

W_{\max} = Maximale Wellentiefe

Die maximale Wellentiefe W_{\max} entspricht methodisch der maximalen Rauhtiefe, d.h. sie ist die größte aller Distanzen zwischen einem Wellenkamm bezogen auf das danebenliegende Profiltal. Ausgehend von den bei W_t geäußerten Vermutungen findet man folgerichtig gleiche maximale Wellentiefen bei allen Topographien bis auf die zweite Topographie des Sandstrahlens. Dies verstärkt den Verdacht auf ein Artefakt in der zweiten Topographie des Sandstrahlens.

 P_t = Profiltiefe

Die Profiltiefe P_t ist die Summe aus der Höhe der größten Profilspitze und der Tiefe des größten Profiltals. Sie ist im Durchschnitt für die Sandstrahl/Silikat-Topographien fast gleich. Für das Sandstrahlen allein kann keine Aussage gemacht werden, da durch das Artefakt ein Unterschied von durchschnittlich **4 μm** entsteht.

 P_a = Mittenprofilwert

Der Mittenprofilwert P_a ist der arithmetische Mittelwert (Durchschnitt) der Beträge aller Profilwerte des Wellenprofils, also ein summativer Wert. Er ist zwischen den Topographien des Sandstrahlens durch das vermutete Artefakt verfälscht. Zwischen den Topographien des Sandstrahlens/Silikatisierens ist der Durchschnittswert erwartungsgemäß fast gleich.

Folgende 4 Tabellen zeigen die Mess-Ergebnisse für alle 5 Strecken je Topographie mit Mittelwert und Standard-Abweichung:

Tab. 23
Nur Sandstrahlen mit Rocatec®Pre
 Topographie 1 [μm]

Parameter	P1	P2	P3	P4	P5	x	s
R_a	0,61	0,58	0,61	0,65	0,61	0,61	0,02
R_{max}	5,33	4,98	5,63	5,51	5,90	5,47	0,34
R_z	4,78	4,31	4,53	4,58	4,75	4,59	0,19
R_t	5,96	5,32	5,90	5,90	6,82	5,98	0,54
W_t	1,07	0,71	1,07	1,82	1,88	1,31	0,51
W_{max}	0,19	0,17	0,25	0,35	0,31	0,25	0,08
P_t	6,43	6,11	5,94	7,85	10,98	7,46	2,11
P_a	0,69	0,67	0,68	0,93	1,20	0,83	0,23

Tab. 24
Nur Sandstrahlen mit Rocatec®Pre
 Topographie 2 [μm]

Parameter	P1	P2	P3	P4	P5	x	s
R_a	0,76	0,65	0,66	0,59	0,58	0,65	0,07
R_{max}	6,45	4,74	5,17	5,12	5,56	5,41	0,65
R_z	4,70	4,46	4,63	4,17	4,48	4,49	0,20
R_t	6,45	5,12	5,49	5,36	6,50	5,78	0,64
W_t	6,57	4,41	2,85	2,32	0,75	3,38	2,21
W_{max}	1,27	0,94	0,66	0,30	0,20	0,67	0,44
P_t	16,10	12,18	11,19	9,01	6,84	11,06	3,49
P_a	2,77	1,81	1,49	1,06	0,66	1,56	0,80

Tab. 25
Sandstrahlen + Silikatisieren mit Rocatec®Pre und Rocatec®Plus
 Topographie 1 [μm]

Parameter	P1	P2	P3	P4	P5	x	s
R_a	0,74	0,78	0,76	0,78	0,80	0,77	0,02
R_{max}	6,51	6,52	7,06	7,20	6,65	6,79	0,32
R_z	5,60	5,77	5,76	6,48	5,86	5,89	0,34
R_t	7,02	6,75	7,09	7,53	7,16	7,11	0,28
W_t	1,31	2,12	0,87	1,13	1,17	1,32	0,47
W_{max}	0,23	0,24	0,22	0,18	0,28	0,23	0,04
P_t	8,32	8,46	7,01	8,53	9,60	8,38	0,92
P_a	0,90	1,10	0,89	0,86	0,91	0,93	0,10

Tab. 26
Sandstrahlen + Silikatisieren mit Rocatec®Pre und Rocatec®Plus
 Topographie 2 [μm]

Parameter	P1	P2	P3	P4	P5	x	s
R_a	0,77	0,83	0,84	0,85	0,75	0,81	0,04
R_{max}	5,92	6,86	6,07	6,98	6,19	6,40	0,48
R_z	5,10	6,03	5,44	5,87	5,10	5,51	0,43
R_t	5,92	7,63	6,07	7,19	6,28	6,62	0,75
W_t	1,71	1,80	1,17	1,17	0,81	1,33	0,41
W_{max}	0,35	0,41	0,25	0,26	0,18	0,29	0,09
P_t	7,52	8,71	9,89	9,14	8,08	8,67	0,92
P_a	0,90	0,97	0,97	0,86	0,82	0,90	0,07

Mittelwertskurve der jeweiligen 10 Profilen

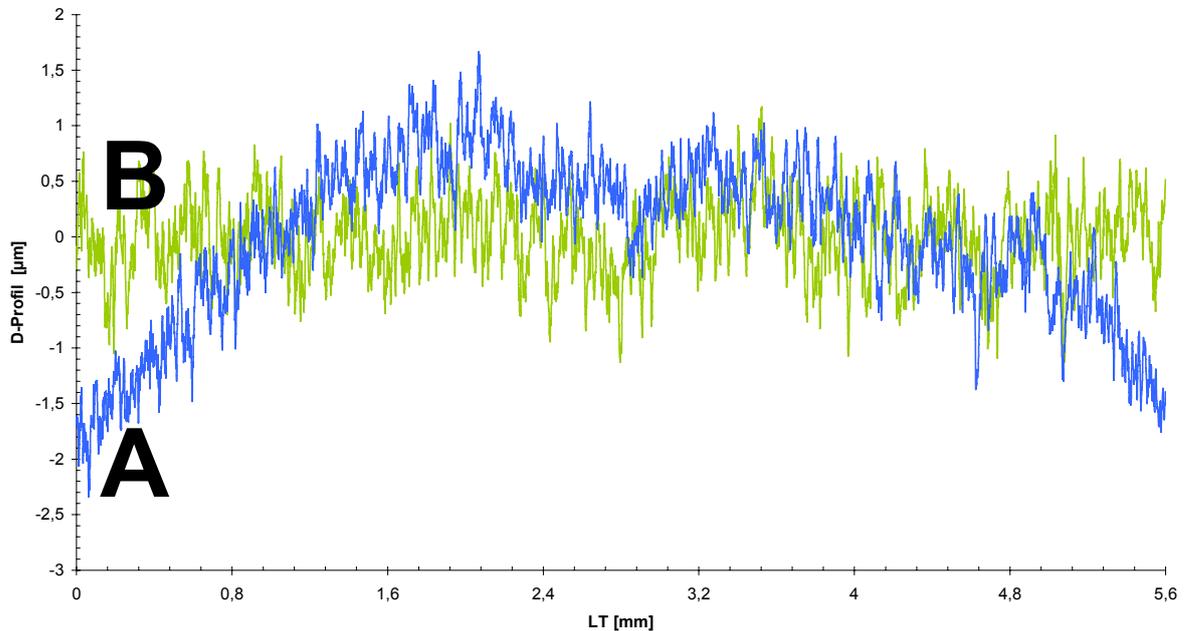


Abb. 142

Überlagerte Mittelwertskurven der jeweiligen 10 Profile

Abb. 142 zeigt das **Überlagerungsbild** beider Sandstrahl-Kurven. Beim Vergleich der **reinen Sandstrahl-Kurve (A)** und der **Sandstrahl/Silikat-Kurve (B)** erkennt man, daß die Welle der Sandstrahl-Kurve im Vergleich zur Sandstrahl/Silikat-Kurve unharmonisch verläuft, was dem Anschein nach auf ein Artefakt der „makroskopischen“ Oberflächenstruktur (= Profil-Unebenheit) zurückgeführt werden muß. Die Rauhtiefen hingegen pendeln bei beiden in einen nachvollziehbaren Band. Daraus lässt sich klinisch schlußfolgern, daß Unebenheiten und daraus resultierende Qualitätseinbußen der Haftverbundfestigkeit nicht durch das Sandstrahlen resp. Sandstrahlen/Silikatisieren bedingt werden: das Sandstrahlen bzw. Sandstrahlen/Silikatisieren verursacht keine Untiefen, sondern vielmehr eine gleichmäßig raue grenzflächennahe Schicht konstanter Raughüte.

Das Profil einer Oberfläche wird hingegen durch die Verarbeitung des Werkstückes, beispielsweise durch zahntechnische Verarbeitung, geformt oder aber es ist (bei unverarbeitetem Material) werkstoff-immanent.

Interpretation

Statistik

Nullhypothese 1:

- **verschiedene** Zement-Zubereitungen
- eine Zementierlast
- 24h-Lagerung

Frage zu 1:

Weisen unterschiedliche Zement-Zubereitungen *unterschiedliche Bruchfestigkeiten* auf?

Signifikanz zu 1:

Bei der Zementierlast **2 kg** waren die Unterschiede zwischen den Zementen nicht signifikant.

Bei der Zementierlast **4 kg** zeigte sich eine einzelne Signifikanz, ausgehend von SuperBond®C&B gegen Panavia 21®.

Bei der Zementierlast **6 kg** zeigten sich die meisten Signifikanzen, wobei sowohl SuperBond®C&B und RelyX Unicem® gegen Panavia 21® und Dyract Cem plus® gingen, aber nur einmal gegen Harvard Universal Phosphat-Zement®.

Bei der Zementierlast **8 kg** gingen die Signifikanzen wiederum von SuperBond® C&B und RelyX Unicem® aus und beide Male gegen Panavia 21®. Meron Plus®-**Verhältnis 2,0:1** hatte bei 8kg einen signifikant höheren Wert gegenüber Meron Plus®-**Verhältnis 1,6:1**.

Antwort zu 1:

Bei einer Zementierlast von 2kg unterscheiden sich die Zemente nicht signifikant. Bei den Zementierlasten 4kg und 8kg dominieren die Zemente SuperBond®C&B und RelyX Unicem® gegen Panavia 21®, bei einer Zementierlast von 6kg zusätzlich beide Male gegen Dyract Cem plus® und einmal gegen Harvard Universal Phosphat-Zement®.

Nullhypothese 2

- **verschiedene** Zement-Zubereitungen
- eine Zementierlast
- Thermozyklisierung

Frage zu 2: Weisen unterschiedliche Zement-Zubereitungen *unterschiedliche Bruchfestigkeiten* auf, nachdem sie thermozyklisiert wurden?

Signifikanz zu 2:

Bei **allen** Zementierlasten dominiert SuperBond®C&B alle anderen Zemente signifikant.

Bei den Zementierlasten **2kg** und **8kg** dominiert SuperBond®C&B alle anderen Zemente alleine.

Zusätzlich geht bei der Zementierlast von **4kg** eine Signifikanz von RelyX Unicem® gegen Variolink II® und gegen Panavia 21® aus.

Bei einer Zementierlast von **6kg** kommt eine Signifikanz gegen Variolink II® und gegen Panavia 21® hinzu, ausgehend von Harvard Universal Phosphat-Zement®.

Sowohl Meron Plus®-Mischungsverhältnisse **1,8:1** als auch **2,0:1** haben signifikant höhere Werte gegenüber **1,0:1** und **1,4:1**.

Antwort zu 2:

Die Nullhypothese 2 wird **bei allen Zementierlasten** durch SuperBond®C&B widerlegt.

Nullhypothese 3

- eine Zement-Zubereitung
- eine Zementierlast
- **vor und nach Thermozyklisierung**

Frage zu 3:

Lässt sich bei einer Zement-Zubereitung die Bruchfestigkeit erhöhen, wenn man *verschiedene Zementierlasten* benutzt?

Signifikanz zu 3:

Nach Thermozyklisierung liegt SuperBond®C&B **bei allen Zementierlasten** signifikant über dem 24h-Lagerungswert.

Bei **4kg** Zementierlast verringert sich der Thermozyklisierungswert für Variolink II® signifikant. Im Gegensatz dazu erhöht sich der Wert für Meron Plus® (1,6:1) signifikant.

Bei **6kg** Zementierlast verringert sich der Thermozyklisierungswert für Panavia 21® signifikant. Im Gegensatz dazu erhöht sich der Wert für Meron Plus® (1,6:1 und 1,8:1) signifikant.

Bei **8kg** Zementierlast erhöht sich Meron Plus® (2,0:1) signifikant.

Antwort zu 3:

Die Nullhypothese 3 wird **bei allen Zementierlasten** von SuperBond®C&B widerlegt.

Nullhypothese 4

- eine Zement-Zubereitung
- **verschiedene** Zementierlasten
- 24h-Lagerung

Frage zu 4:

Erkennt man bei einer Zement-Zubereitung eine Änderung der Bruchfestigkeit zwischen verschiedenen Zementierlasten, *nachdem thermozyklisiert wurde?*

Signifikanz zu 4:

Bei einer Zementierlast von **8kg** übersteigt RelyX Unicem die eigene 2kg-Bruchfestigkeit.

Bei Meron Plus® und einem P:L-Verhältnis von 2,0:1 dominieren die Bruchfestigkeiten der Zementierlasten **6kg** und **8kg** über den Wert für 2kg.

Antwort zu 4:

Die Nullhypothese 4 gilt bis auf zwei Ausnahmen (RelyX Unicem® und Meron Plus® Mischungsverhältnis F).

Nullhypothese 5

- ein Zement
- **verschiedene** Zementierlasten
- Thermozyklisierung

Frage zu 5:

Erkennt man bei einer Zement-Zubereitung eine Änderung der Bruchfestigkeit zwischen verschiedenen Zementierlasten, *nachdem thermozyklisiert wurde?*

Signifikanz zu 5:

Panavia 21®, Variolink II® und Meron Plus® springen signifikant von einem niedrigeren auf einen höheren Wert:

- Panavia 21® von 6kg Zementierlast auf 8kg Zementierlast
- Variolink II® von nahezu gleichen Werten für 4kg und 6kg auf einen hohen Wert für 2kg
- Meron Plus® bei einem P:L-Verhältnis von 1,6:1 von 4kg nach 6kg

Antwort zu 5:

Die Nullhypothese 5 gilt bis auf vereinzelte Ausnahmen bei Panavia 21®, Variolink II® und Meron Plus®.

Diskussion

In der Vergangenheit wurden verschiedene in-vitro-Testverfahren beschrieben, um den Haftverbund verschiedener Werkstoffe zu Keramiken zu messen.

Die Test-Verfahren messen den Haftverbundfestigkeit entweder unter **Zug-Belastung** (engl.: tensile bond strength) oder **Scher-Belastung** (engl.: shear bond strength) [80][7][103][72]. Die *Kombination* von Zug- und Scherkraft kommt jedoch der klinischen Situation einer mechanischen Spannung im Haftverbund-System von befestigtem Zahnersatz im Munde des Patienten näher als eine vereinzelte, reine Zugbelastung oder Scherbelastung.

Das Tübinger Prüfverfahren ermöglicht aufgrund der speziellen Prüfkörper-Geometrie einen Bruchfestigkeits-Test, der dem Zement eine klinisch vergleichbare Situation (= rotations-konische Form bei parallelen Wänden) zwischen den Oberflächen bietet. Da Zinkoxid-Phosphat-Zement keinen chemischen Haftverbund ausbilden kann, sind Haftverbundfestigkeiten allein auf den mechanischen Haftverbund zurückzuführen. Der Haftverbund hängt hier deshalb nicht nur von der Ausdehnung und Oberflächenrauheit, sondern auch von der Form des „Zementkörpers“ in der Zementfuge ab [82]. Dies kann als Erklärung dafür dienen, weshalb Harvard Universal Phosphat-Zement® höhere Bruchfestigkeiten aufweist als die adhäsiven Zemente Variolink II® und Panavia 21®. Das Prüfverfahren wäre in diesem Fall den üblichen Versuchen überlegen, da es die Wirklichkeit in vitro besser abbildet.

LUTHARDT (2005) empfiehlt bei Y-TZP-Restorationen die Anwendung konventioneller Zemente als ausreichendes Mittel der Wahl. Durch adhäsive Befestigung sei keine Verbesserung der „Lebensdauer“ (= Funktionstüchtigkeit) des Zahnersatzes zu erwarten. Er räumt ein, daß abweichende Empfehlungen für einzelne Systeme ihre Gültigkeit behalten [63].

KAPPERT und **KRAH** (2001) [52] empfehlen sowohl konventionelle Zemente als auch adhäsive Zemente als Befestigungsmaterial für Keramik *mit hoher Eigenfestigkeit*. Entlang der eigenen Ergebnisse kann diese Empfehlung auch für Y-TSZ bestätigt werden.

THURMOND (1994) und **KAPPERT** (2001) fordern für einen akzeptablen klinischen Haftverbund eine Festigkeit von mindestens **10 – 13 MPa** [52][107]. Im Rahmen der eigenen Studie wurde dieser Grenzbereich (bei Mittelung über alle Zementierlasten) von allen Zementen im Prinzip erreicht, sowohl nach Wasserlagerung als auch nach Thermozyklisierung.

JØRGENSEN (1960) stellt fest, daß keine zahnärztliche HelferIn die identische Güte aller von ihr angemischten Zinkoxid-Phosphat-Zementportionen gewährleisten kann, solange sie die Komponenten nach Gefühl und Erfahrung (= zufällig) dosiert [49]. Die **Anmischtechnik** der anmischenden Person sei ein kritischer Parameter für die Qualität von Zinkoxid-Phosphat-Zementen. Anhand des Tübinger Verfahrens ließe sich die Haftverbundfestigkeit geschlossener Zinkoxid-Phosphat-Zementssysteme (Kapsel-Systeme nach dem Aplicap®-Vorbild) gegenüber abgewogenen Zement-Portionen resp. verschiedenen anmischenden Personen objektiv differenzieren.

MITCHELL (1997) stellt fest, daß das Anmischen von Hand gegenüber Kapsel-Systemen zur Ausbildung größerer Luftblasen in der Zementschicht führt, was wiederum eine Schwächung der Festigkeit bedeutet [77]. Dies könnte eine mögliche Ursache für die niedrigen Werte der Zwei-Pasten-Systeme Variolink

II® und Panavia 21® sein, die in anderen Studien weit höhere Werte hervorbringen.

DAHL (1986) und **GORODOWSKY** (1992) stellen in vitro fest, daß der retentive (= mechanische) Haftverbund von Glas-Ionomer-Zement nicht über dem von Zinkoxid-Phosphat-Zement liegt [26][37]. Die Überlegenheit von Dyract Cem plus®, RelyX Unicem® und SuperBond®C&B im Vergleich zu Harvard Universal Phosphat-Zement® resultiert also vermutlich aus dem chemischen Haftverbund der Kunststoff-Komponente: es sei denn, sie ist ein prüfverfahrens-eigener Effekt. Dyract Cem plus® liegt hierbei auf gleichem Niveau wie Harvard Universal Phosphat-Zement®: man kann daraus schließen, daß die beigefügte Kunststoff-Komponente nur wenig bis keinen Haftverbund ausgebildet hat.

KAY (1986) [55] und **WANG** (1992) [113] fordern für die optimale Befestigung von Kronen mit Zinkoxid-Phosphat-Zement eine konstante und *hohe* Zementierlast. Die Ergebnisse der eigenen Studie zeigen, daß die Höhe der Zementierlast zwischen 2, 4, 6, und 8kg bei Harvard Zement *keinen signifikanten Unterschied* hervorruft.

SMITH (1983) fordert ein P:L-Verhältnis für Zinkoxid-Phosphat-Zemente, durch das eine Mindestdruckfestigkeit von **5 – 7 MPa** erreicht wird. Nach Herstellerangaben angemischter Harvard Universal Phosphat-Zement® (1,5:1) erfüllt diese Forderung (**12,06 MPa ±1,16** nach Wasserlagerung, **13,41 MPa ± 1,49** nach Wasserlagerung) [97].

Während Zinkoxid-Phosphat-Zement innerhalb der ersten 1 ½ min zu einer steifen Masse stockt, bleiben die Zemente anderer Materialklassen längere Zeit viskös. **WANG** (1992) sieht hierin einen Grund für die bessere Passung von Kronen, die nicht mit Zinkoxid-Phosphat-Zement befestigt wurden [113]. Er warnt, daß der Vorteil der niedrigen Viskosität (gute Benetzung) mit dem Nachteil einer dünnen Zementschicht-Dicke erkauft wird.

Die dünne Zementschicht verteilt die Kaukräfte nicht optimal, sondern absorbiert sie, indem sie in sich bricht. Die Abbildungen 123 bis 125 zeigen diesen Effekt bei SuperBondC&B. Unter diesem Gesichtspunkt ist RelyX Unicem® überlegen, da RelyX Unicem® im REM-Bild keine Infrakturen aufweist und dennoch die zweithöchste Haftverbundfestigkeit im Vergleich hervorgebracht hat.

LÜTHY, LOEFFEL und **HAMMERLE** (2005) untersuchen in vitro die Haftverbundfestigkeit der Zemente **RelyX Unicem®**, **SuperBond®C&B** und **Panavia 21®** [67]. Sie verwenden dabei einen zweiteiligen Prüfkörpers aus einem tribochemisch konditionierten Stahlzylinder, der auf einer lediglich sandgestrahltem (110 µm, 4 bar, 1 cm Abstand) Y-TZP-Oberfläche (cercon®) bei **4 N** Zementierlast 8 min lang zementiert wird, um ihn dann unter statischer Scherbelastung (**0,8 mm/min**) nach ISO 11405 zu testen, nach initialer Wasser-Lagerung (37°C, **2d**) und **10 000** Zyklen Thermozyklisierung [5°C/55°C].

Unter allen Prüfkörpern der LÜTHY-Studie wies **Panavia 21®** die **höchste** Scherfestigkeit auf (**63,4 MPa ± 7,8**) mit **Erhöhung** durch Thermozyklisierung (**73,8 MPa ± 8,5**). **SuperBond®C&B** hingegen lag bei diesem Vorgehen weit zurück (**44,5 MPa ± 7,0**) und verringerte seine Scherfestigkeit signifikant durch das Thermozyklisieren (**29,4 MPa ± 8,9**).

Im Rahmen der eigenen Studie wurde **das genaue Gegenteil** beobachtet. **Panavia 21®** brachte die **niedrigsten** Werte hervor (**11,55 MPa ± 1,82**) und **verringerte** sich durch das Thermozyklisieren (**9,67 MPa ± 2,37**). Umgekehrt brachte **SuperBond®C&B** die bei weitem **höchsten** Haftverbundfestigkeiten (**16,44 MPa ± 1,22**) und **steigerte** seine Haftverbundfestigkeit nach dem Thermozyklisieren signifikant (**25,45 MPa ± 1,83**) [67]. LÜTHY vermutet, daß SuperBond®C&B im Rahmen der Thermozyklisierung durch Wasserabsorbtion an Haftverbundfestigkeit einbüßt und belegt diese Vermutung durch Hinweise auf Untersuchungen von **ATTA** (1990) [6] und **MASUHARA** (1990)[71], bei denen festgestellt wurde, daß nach Wasserlagerung kein stabiler Verbund zwischen SuperBond®C&B zu Legierungen mehr messbar war.

Die eigenen Untersuchungen belegen das Gegenteil: SuperBond®C&B verliert nicht an Haftverbundfestigkeit durch Thermozykling, sondern gewinnt signifikant an Haftverbundfestigkeit. Die korrekte **Silikatisierung** und **Silanisierung** der mikrostrukturierten Y-TZP-Oberfläche scheint hierbei eine wichtige Voraussetzung zur Ausbildung eines optimal hohen Haftverbundes zu den Monomeren in SuperBond®C&B zu sein. Der von LÜTHY berichtete Erfolg des Befestigungs-Kompomers Panavia 21® im Vergleich zu den eigenen, sehr niedrigen Werten ist möglicherweise auf die eigene Befestigung der Prüfkörper im feuchten 37°C-Milieu zurückzuführen. Möglicherweise hat die Hydrophilie des Compomers während des Abbindevorgangs zu Interaktionen mit der 37°C warmen Flüssigkeit im Edelstahl-Zylinder geführt.

FILHO, VIEIRA, ARAÚJO und **MONTEIRO JÚNIOR** (2004) [33] haben die Bruchfestigkeit des Haftverbundes von Kunststoff-Zementen zu einer glasmatrix-haltigen Keramik nach verschiedenen Oberflächenkonditionierungen untersucht.

Sie stellen fest, daß es für einen adäquaten Haftverbund zwischen Kunststoffen und keramischer Oberfläche **nicht ausreicht**, die keramische Oberfläche nur rein mechanisch (mit Sandstrahlen) zu konditionieren. Erst das **Silanisieren** der mechanisch angerauten (= angeätzten) **silikathaltigen** Oberfläche erzeugt ein Maximum an Haftverbundfestigkeit. Durch die eigenen Studienergebnisse kann das Prinzip auf cercon®-Y-TZP ausgeweitet werden: die höchste Haftverbundfestigkeit zwischen Y-TZP-Oberflächen wird durch Kunststoff-Zement erreicht, wobei die mikromechanisch aufgeraute Oberfläche des silikatfreien Oxidkeramik **mit einer Silikat-Schicht überzogen und dann** silanisiert werden muß.

DÉRAND und **DÉRAND** (2000) untersuchen in vitro die Haftverbundfestigkeit der Zemente **SuperBond®C&B** und **Panavia 21®** zu verschiedenen konditionierten Y-TZP-Oberflächen [28]. Sie verwenden dabei einen Komposit-Zylinder aus Charisma® (Heraeus-Kulzer, Hanau, Deutschland), dessen kreisförmige Basis flach auf einer Y-TZP-Oberfläche aus Denzir®

(Decim, Schweden) zementiert wurde. Danach wurden die so erstellten Prüfkörper bei **35°C** in Wasser gelagert (1 Tag, 1 Woche, 2 Monate), um danach die Bruchfestigkeit bei einer Vorschubgeschwindigkeit von 0,5mm/min in einem reinen Scherversuch parallel zur Grenzfläche zu messen.

5 unterschiedliche Oberflächen-Konditionierungen wurden untersucht:

- (1) nach Rocatec®-Konditionierung
- (2) nach 250µm-Korundstrahlen
- (3) nach 50µm-Korundstrahlen
- (4) nach 50µm-Korundstrahlen und 12min-Kontakt mit 38%iger Fluss-Säure
- (5) Aufrauung mit einem groben Diamant-Schleifer

Alle Oberflächen wurden vor der Zementierung einer „*Waschung*“ mit Silan-Flüssigkeit unterzogen (ESPESil®). Eine Zementierlast wird nicht genannt. Entsprechend der eigenen Studie wies SuperBond®C&B unabhängig von der Konditionierung oder Lagerung gegenüber Panavia 21® weit höhere Haftverbundfestigkeiten auf. Hinzu kommt bei Panavia 21® ein Verlust an Haftverbundfestigkeit durch 2-monatige Wasserlagerung und ein der eigenen Studie entsprechender Gewinn an Haftverbundfestigkeit bei SuperBond®C&B nach beiden Wasserlagerungen.

Bemerkenswert ist, daß SuperBond®C&B die höchste Scherfestigkeit bei (5) = 20,1 MPa ± 1,7 und nicht bei (1) = 19,9 MPa ± 1,8 zeigt. Möglicherweise ist die Ursache für die hohe Haftverbundfestigkeit bei SuperBond®C&B primär in den Mikroverankerungen des mechanischen Haftverbundes zu suchen in Verbindung mit der hohen Eigenfestigkeit durch die 4-META-Kreuzvernetzung im ungefüllten Kunststoff und erst sekundär in der Abdichtung der Grenzflächen durch die adhäsiv-kovalente, hydrophobe „Verklebung“ am äußeren Rand der Klebstoff-Fuge.

KERN und THOMPSON (1994) untersuchten Veränderungen des Volumens, der Morphologie und der Zusammensetzung der Oberflächen zweier Dentalkeramiken vor und nach Rocatec®-Konditionierung [57]. Sie konnten nachweisen, daß die Strahlgut-Behandlung das Prüfkörper-Volumen verringert. Auch bei der Oberflächen-Konditionierung der eigenen Prüfkörper-Einzelteile ließ sich ein Volumenverlust mit bloßem Auge beobachten: bei dem Versuch, einen zu Demonstrationszwecken verwendeten Prüfkörper ein drittes Mal zu konditionieren, wurde mit bloßem Auge eine Verzerrung der Konusform mit bloßem Auge erkennbar, was erneut bestärkt, daß die Prüfkörper-Einzelteile aus Y-TZP vermutlich nur 1 Mal benutzt werden können und sollten, da sich sonst die Prüfkörper-Geometrie ändert und auf diese Weise die Datensicherheit gefährdet wird. Jede Prüfkörper-Wiederverwendung (= erneutes Sandstrahlen und erneutes Silikatisieren) führt theoretisch durch den Volumenverlust und durch die Veränderung des Oberflächenprofils durch „Ausstrahlung von Kratern“, was zu einer Veränderung der Prüfkörpergeometrie und einer „Entparallelisierung“ der Grenzflächen führt. Der Aufwand für die hochpräzise Anfertigung der Prüfkörper-Einzelteile wäre dadurch nicht mehr gerechtfertigt. Um die Veränderung des Konusvolumens wie auch des Kanalvolumens zu quantifizieren, müssen Untersuchungen über den Volumenverlust von Y-TZP durch das Rocatec®-Verfahren folgen. Rasterelektronenmikroskopisch und spektralanalytisch wiesen KERN und THOMPSON eine Kontamination der keramischen Oberflächen mit Korund und Silikat-Partikeln nach. Im Gegensatz zu den Korund-Partikeln seien die Silikat-Partikel auch durch ein 10-minütiges Ultraschallbad in Ethylacetat nicht ganz zu beseitigen gewesen. Da die eigenen Prüfkörper sowohl nach dem Sandstrahlen als auch nach dem Silikatisieren höchstens 2 Sekunden lang mit Zahntechniker-Druckluft gereinigt wurden, liegt der Verdacht nahe, daß auch die eigenen Y-TZP-Prüfkörperoberflächen mit Strahlgut-Resten kontaminiert waren. Auf einigen REM-Dokumenten erkennt man eigentümlich gestielte „Auswüchse“ in der Bruchkante der eigenen Prüfkörper (z.B. bei 90 RX 8 V 2 und bei 90 RX 8 V 8 (siehe Abbildungen 135 und 136).

Entlang der Beobachtungen von KERN und THOMPSON könnten diese ggf. als „einzementierte“ Strahlgutpartikel interpretiert werden, die durch das Fließen des Zementes während dem Aufbringen der Zementierlast in die „Tiefe“ der Zementfuge eingeschwemmt wurden. Da die Struktur der Klebstoffschicht einen Einfluß auf die Haftverbundfestigkeit hat, müssen Untersuchungen über den Einfluß von Verunreinigungen der Zementschicht durch Strahlgut-Reste folgen.

MARGERIT et al. (1996) berichten, daß 48h alter Zement neben amorphem Zinkoxidphosphat auch unabgebundenes Zinkoxid und Phosphorsäure aufweist, die erst nach weiterer Reifung reagieren und chemisch stabil werden [69]. Unter diesem Gesichtspunkt können die Veränderungen in Abbildung 126 und 127 als Zement-Ausschwemmungen und die scherbenartigen Partikeln als dadurch freigelegte Keramiksplitter gedeutet werden. Es wäre möglich, daß es sich hierbei um „eingemauerte“ Y-TZP-Partikel handelt, die durch Auflösung des Zements bei der 24h-Lagerung wieder freigelegt wurden. Möglicherweise ist Y-TZP für die Oberflächenkonditionierung mit Strahlmitteln nicht geeignet.

Schlussfolgerungen

(1)

Durch die neuartige Prüfkörper–Geometrie und die Adjustierung der Prüfbedingungen durch die Prüf–Apparaturen bietet sich das Tübinger Prüfverfahren als Ausgangspunkt für eine notwendige Prüfnorm in der Zahnheilkunde an. Hierbei erscheinen **6kg** als geeignete Zementierlast–Norm.

(2)

SuperBond®C&B hat sowohl absolut als auch im Verhältnis zur eigenen Prüfgruppe als auch gegenüber allen anderen Zementen die höchsten Bruchfestigkeiten hervorgebracht. Die hohe Abbinde­temperatur, die infrakturierte Zementschicht und der hohe und fehleranfällige Aufwand bei der Dosierung und Anmischung bergen jedoch folgende Aussagen in sich:

SuperBondC&B in Verbindung mit Y–TZP–Mantelkronen birgt möglicherweise eine thermische Noxe gegen pulpenvitale, stark präparierte Zahnstümpfe.

Die hohe Bruchfestigkeit von SuperBondC&B wird durch Infrakturen der Zementschicht erkauft, was möglicherweise einen negativen Einfluß auf die Farbbeständigkeit und die Randabdichtung befestigter Restaurationen hat.

Die dosierempfindlichen, feuergefährlichen Komponenten und der vergleichsweise hohe Aufwand für die herstellerangaben–konforme Dosierung und Verarbeitung sind möglicherweise ein sehr großes Problem im Alltag einer durchschnittlich geführten, zahnärztlichen Praxis.

(3)

RelyX Unicem® weist die zweithöchste Bruchfestigkeit auf. Durch das qualitätsgesicherte, saubere und berechenbare Kapsel–System Aplicap® werden Störungen durch Ineffizienz, Kontamination oder fehlerhafte Berechnung bei der Dosierung der Komponenten beseitigt.

In Verbindung mit der Fluoridfreisetzung, der Einsetzbarkeit für zahlreiche Indikationen, der Adhäsionsfähigkeit an Zahnhartsubstanz und der Kombination aus primären Hydrophilie (gute Benetzbarkeit) und sekundären Hydrophobie (Mundbeständigkeit) ist dieses Produkt entlang der erhobenen Daten und Befunde als **Optimum für die Praxis** anzusehen. Ob die beobachteten Einschlüsse in der Zementschicht durch Strahlmittel-Kontamination entstanden sind, muß noch untersucht werden.

(4)

Harvard Universal Phosphat-Zement® stellt entlang der Ergebnisse und in Bezug auf die Haftverbundfestigkeit ein gutes Mittelmaß dar, das sich mit Dyract Cem plus® messen kann und gegenüber Variolink II® und Panavia 21® mehr geleistet hat. Das weit verbreitete Produkt kann auch für Y-TZP empfohlen werden, sobald es sich im Dauerversuch ebenso gut bewährt hat.

(5)

Im Vergleich rechtfertigt **Variolink II®** den Kosten- und Verarbeitungsaufwand nicht mit einer hohen Haftverbundfestigkeit auf Y-TZP im Tübinger Verfahren. Möglicherweise handelt es sich jedoch um einen verfahrenseigenen Effekt durch die Zementierung im wässrigen Medium.

(6)

Panavia 21® brachte im Vergleich die niedrigsten Haftverbundfestigkeiten hervor und verringerte seine Werte nach dem Thermozyklisieren unter den Grenzwert von 10 MPa Mindest-Bruchspannung. Möglicherweise ist auch Panavia 21® (ähnlich wie Variolink II®) im besonderen Maße feuchtigkeitsempfindlich, was die Messwerte unverhältnismäßig gering ausfallen ließ. Ein weiterer Versuch in einem wärmeleitenden, aber nicht wässrigen Medium während der Zementierung kann diese neue Fragestellung lösen.

(7)

Meron Plus® weist in seiner dünneren, vom Hersteller gewährten Konsistenz (1,6:1) nach dem Thermozyklieren eine für sich beste Haftverbundfestigkeit von **3,7 MPa ± 1,04** auf (ähnlich der von Dyract Cem plus®), gefolgt von **3,1 MPa ± 0,9** bei 1,8:1 und **3,2 MPa ± 1,3** bei 2,0:1. Die dünnere Konsistenz 1,6:1 ist jedoch initial (nach 24h-Lagerung) diejenige mit der vergleichsweise niedrigeren Haftverbundfestigkeit.

Durch das Fluoro-Silikat und das bifunktionelle Monomer HEMA ist Meron Plus® auf geprimertem Dentin möglicherweise eine günstige Alternative zu dem Zement Dyract Cem plus®, der kein HEMA und kein Fluorid enthält.

Meron Plus® bildet im Vergleich zu den anderen Zementen die größte Zementschicht-Dicke. Ein Grund hierfür ist vermutlich, daß sich das Produkt entlang der vom Hersteller empfohlenen P:L-Verhältnisse nur vergleichsweise schwer anmischen läßt. Die im REM-Bild dargestellten Kavernen sind möglicherweise ein Hinweis auf ausgeschwemmtes Pulver, das keinen Verbund mit der Flüssigkeit eingegangen ist. Es muß geklärt werden, wie sich die kavernöse Zementschicht auf die Bruchfestigkeit im Dauerversuch, auf die Farbbeständigkeit und auf die Abdichtung der Zement-Fuge auswirkt.

(8)

Die keramikartigen Scherben im REM-Bild werfen den Verdacht auf, daß Y-TZP unter Rocatec®-Behandlung auf mikroskopischer Ebene splittert. Darüber hinaus gibt es Hinweise, daß sich Strahlgut-Reste durch zahntechnische Druckluft allein nicht entfernen lassen. Dies könnten Hinweise darauf sein, daß Y-TZP-Oberflächen nach Korundstrahlung gesondert von Strahlgut-Resten gereinigt werden müssen oder auf andere Art oberflächenkonditioniert werden müssen.

Zusammenfassung

Für die vergleichende Messung der maximalen Zug-/Scherfestigkeit von Haftverbund-Systemen, wie sie z.B. bei der Zementierung von Suprakonstruktionen entstehen, wurde ein modifiziertes Werkstoffprüfverfahren entwickelt. CAD/CAM-gefertigte Zirkoniumdioxid-Standard-Prüfkörper und spezielle Apparate-Technik ermöglichten einen neuartigen Haftverbund-Test unter geometrisch und thermisch adjustierten Bedingungen. Ziel der Studie war der Bruchfestigkeitsvergleich statisch belasteter Haftverbund-Systeme aus 7 Zementprodukten verschiedener Materialklassen zwischen mikromechanisch resp. tribochemisch konditionierten Y-TZP-Oberflächen in Abhängigkeit zur Zementierlast vor und nach thermischer Wechselbelastung.

100 identische CAD/CAM-Zirkoniumdioxid-Prüfkörper wurden sandgestrahlt, für monomerhaltige Zemente zusätzlich tribochemisch silikatisiert/silanisiert (Rocatec®-Verfahren), unter 4 verschiedenen Lasten (2, 4, 6, 8 kg) zementiert und initial 24h bei 37°C in Wasser gelagert. Die Hälfte aller initial gelagerten Prüfkörper durchliefen zusätzlich ein thermisches Wechselbad (15000 mal 5°C/55°C). Anschließend wurde die maximale Bruchfestigkeit unter statischer Zug-/Scherbelastung (0,5 mm/min) bei 37°C erhoben.

Alle gemessenen Systeme brachen kohäsiv. Die unterschiedlichen Zementierlasten zeigten nur einen geringen Einfluß. Gegenüber der Wasserlagerung ergab die thermische Wechselbeanspruchung eine deutlichere Unterscheidbarkeit der Werkstoffe mit folgendem Ranking aller gemittelten Werte: SuperBond®C&B (25,5±1,8 MPa), RelyX Unicem® (15,8±1,3 MPa), Meron Plus® (13,7±1,04 MPa bei 1,6:1), Dyract Cem plus® (13,2±1,4 MPa), Harvard Universal Phosphat-Zement® (12,1±1,2 MPa), Variolink II® (11,1±1,7 MPa), Panavia 21® (9,7±2,4 MPa). Zwischen Zirkoniumdioxid-Oberflächen erfüllt SuperBond®C&B die Anforderung „maximale Haftverbundfestigkeit“ im Vergleich am ehesten, dennoch ist RelyX Unicem® der Praxissieger. Harvard Universal Phosphat-Zement® bleibt eine gute, mittlere Wahl.

Literaturverzeichnis

- [1] ADELL R, ERIKSSON B, LEKHOLM U, BRÅNEMARK PI, JEMT T (1990): A long-term follow-up study of osseointegrated implants in the treatment of totally edentulous jaws. *Int J Oral Maxillofac Impl* 5: 347–359, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnarztl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [2] AHMAD I (1999): Zirkonium oxide post and core system for the restoration of an endodontically treated incisor. *Pract Periodontics Aesthet Dent* 11: 197–204, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnarztl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [3] AKAGAWA Y, ICHIKAWA Y, NIKAI H, TSURU H (1993): Interface histology of unloaded and early loaded partially stabilized Zirconia endosseous implant in initial bone healing. *J Prosthet Dent* 69: 599–604 aus KERN M, WEGNER SM (1998): Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 01/1998, 14: 64–71
- [4] ALBREKTSSON T, DAHL E, ENBOM L, ENGEVALL S, ENGQUIST B, ERIKSON AR, FELDMANN G, FREIBERG N, GLANTZ PO, KJELLMAN O, KRISTERSSON L, KVINT S, KÖNDELL PÅ, PALMQUIST J, WERNDAHL L, ÅSTRAND P (1988): Osseointegrated oral implants. A Swedish multcenter study of 8139 consecutively inserted Nobelpharma implants. *J Periodont* 59: 287–296, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnarztl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [5] AMES WB: A new oxyphosphate for crown seating. *Dent Cosmos* 1892; 34: 392–292, referiert in DIAZ–ARNOLD AM, VARGAS MA, HASELTON DR (1999): Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1999; 81: 135–141
- [6] ATTA MO, SMITH BGN, BROWN D (1990): Bond strengths of three chemical adhesive cements to a nickel chromium alloy for direct bonding retainers. *J Prosthet Dent* 1990; 63: 137–143, referiert in LÜTHY H, LOEFFEL O, HAMMERLE CHF (2005): Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mat* 22, 2006: 195–200

- [7] BECK DA, JANUS CE, DOUGLAS HB (1990): Shear bond strength of composite resin porcelain repair materials bonded to metal and porcelain. *J Prosthet Dent* 1990; 64: 529–533, referiert in FILHO AM, VIEIRA LCC, ARAÚJO É, MONTEIRO S jr (2004): Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont* 2004; 13: 28–35
- [8] BENZ C (2000): Lexikon Zahnmedizin Zahntechnik. Urban & Fischer, München, Jena, 98
- [9] BENZ C (2000): Lexikon Zahnmedizin Zahntechnik. Urban & Fischer, München, Jena, 627
- [10] BENZ C (2000): Lexikon Zahnmedizin Zahntechnik. Urban & Fischer, München, Jena, 613
- [11] BIANCO PD, DUCHEYNE P, CUCKLER JM (1996): Local accumulation to titanium released from a titanium implant in the absence of wear. *J Biomed Mater Res* 31, 1996, 227–234, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnärztl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [12] BLATZ MB, SADAN A (2004): Influence of surface treatment on the long-term bond to Zirconia, Abstract No 1543, 82th General Session of IADR, 2004, referiert in LANGE G, ERTL T, VÖLKL L (2004): Zementieren von Zahnersatz aus Zirkonoxid (System cercon®: Haftverbunduntersuchungen von Zementen mit praxis naher in-vitro Methode. *BIOMaterialien*, 5 , S1 , 2004, 72
- [13] BORNEMANN G, RINKE S, HUELS A (2003): Prospective clinical trial with conventionally luted Zirconia-based fixed partial dentures–18 month results. *J Dent Res* Vol. 82 Spec. Issue B, Abstract 0842, 2003, referiert in LANGE G, ERTL T, VÖLKL L (2004): Zementieren von Zahnersatz aus Zirkonoxid (System cercon®: Haftverbunduntersuchungen von Zementen mit praxis naher in-vitro Methode. *BIOMaterialien*, 5 , S1 , 2004, 72
- [14] BRAUN, H (1996): Fachkunde Metall. 52. Aufl., Europa Lehrmittel, 1996, 364
- [15] BRUCE WL, STEVENS L (1989): Strength properties of three zinc phosphate cements mixed to two consistencies. *Aust Dent J*; 34: 132–135, referiert in ROSENSTIEL S, LAND M, CRISPIN B. (1998): Dental luting agents: A review of the literature. *J Prosthet Dent* 1998; 80: 280–301

- [16] Bundeszahnärztekammer (BZÄK, Hrsg.), Kassenzahnärztliche Bundesvereinigung (KZBV) (1998): Das Dental-Vademecum – Verzeichnis zahnärztlicher und zahntechnischer Arbeitsmittel und Werkstoffe. Nr. 6, Ausgabe 1989/1990 (1989)–, Deutscher Ärzte-Verlag, Köln, 1998, 854
- [17] Bundeszahnärztekammer (BZÄK, Hrsg.), Kassenzahnärztliche Bundesvereinigung (KZBV) (1998): Das Dental-Vademecum – Verzeichnis zahnärztlicher und zahntechnischer Arbeitsmittel und Werkstoffe. Nr. 6, Ausgabe 1989/1990 (1989)–, Deutscher Ärzte-Verlag, Köln, 1998, 856
- [18] Bundeszahnärztekammer (BZÄK, Hrsg.), Kassenzahnärztliche Bundesvereinigung (KZBV) (1998): Das Dental-Vademecum – Verzeichnis zahnärztlicher und zahntechnischer Arbeitsmittel und Werkstoffe. Nr. 6, Ausgabe 1989/1990 (1989)–, Deutscher Ärzte-Verlag, Köln, 1998, 367
- [19] Bundeszahnärztekammer (BZÄK, Hrsg.), Kassenzahnärztliche Bundesvereinigung (KZBV) (1998): Das Dental-Vademecum – Verzeichnis zahnärztlicher und zahntechnischer Arbeitsmittel und Werkstoffe. Nr. 6, Ausgabe 1989/1990 (1989)–, Deutscher Ärzte-Verlag, Köln, 1998, 853
- [20] CALES B, STEFANI Y, LILLEY E (1994): Long-term in vivo and in vitro aging of a zirconia ceramic used in orthodontics. J Biomed Mater Res 1994; 28: 619–624, referiert in DÉRAND P, DÉRAND T (2000): Bond Strength of Luting Cements to Zirconium Oxide Ceramics. Int J Prosthodont 2000; 13: 131–135
- [21] CHANG JC, POWERS JM, HART D (1993): Bond strengths of composite to alloy treated with bonding systems. J Prosthodont 1993, 2: 110–114, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater 01/1998, 14: 64–71
- [22] CHRISTEL P, MEUNIER A, HELLER M, TORRE JP, PEILLE CN (1989): Mechanical properties and short-term in-vivo evaluation of yttrium-oxide-partially-stabilised zirconia. J Biomed Mater Res 23: 45–61, referiert in LUTHARDT, RG: Ästhetische Restaurationen aus Zirkoniumdioxidkeramik. Zahnärztl Mitt 95, 21, 2005, 2886–2890
- [23] CHRISTEL PS (1989): Zirconia: The second generation of ceramics for total hip replacement. Bull Hosp Joint Dis Orthop Inst 49: 170–177, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater 01/1998, 14: 64–71

- [24] CRAIG RG (1997): Restorative dental materials. 10th ed. St Louis: CV Mosby; 1997, p17–84, 201, referiert in DIAZ–ARNOLD AM, VARGAS MA, HASELTON DR (1999): Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1999; 81: 135–141
- [25] CREUGERS NH, KAYSER AF, VAN'T HOF MA (1994): A meta–analysis of durability data on conventional fixed bridges. *Comm Dent Oral Epidemiol* 1994; 22: 448–452, referiert in ROSENSTIEL S, LAND M, CRISPIN B. (1998): Dental luting agents: A review of the literature. *J Prosthet Dent* 1998; 80: 280–301
- [26] DAHL BL, ØILO G (1986): Retentive properties of luting agents – an in vitro investigation. *Dent Mater* 1986; 2: 17–20, referiert in DIAZ–ARNOLD AM, VARGAS MA, HASELTON DR (1999): Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1999; 81: 135–141
- [27] DE FREITAS OLIVEIRA, J, ISHIKIRIAMA A, FONTEIRADA VIEIRA D, MONDELLI J (1979): Influence of pressure and vibration during cementation. *J Prosthet Dent* 1979; 81: 173–177
- [28] DÉRAND P, DÉRAND T (2000): Bond Strength of Luting Cements to Zirconium Oxide Ceramics. *Int J Prosthodont* 2000; 13: 131–135
- [29] DIAZ–ARNOLD AM, VARGAS MA, HASELTON DR (1999): Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1999; 81: 135–141
- [30] DIETSCHI D, ROMELLI M, GORETTI A (1997): Adaptation of adhesive posts and cores to dentin after fatigue testing. *Int J Prosthodont* 1997, 10: 498–507, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 01/1998, 14: 64–71
- [31] DIN (Deutsches Institut für Normung), DIN EN ISO 9000: Qualitätsmanagementsysteme–Grundlagen und Begriffe. Beuth, Berlin, 12/2000, 21 ff
- [32] Dyract Cem plus Produkt–Information Dentsply DeTrey 1999–05–26. DENTSPLY DeTrey GmbH, De–Trey–Straße 1, 78467 Konstanz, Deutschland
- [33] FILHO AM, VIEIRA LCC, ARAÚJO É, MONTEIRO S jr (2004): Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont* 2004; 13: 28–35

- [34] FLEMING GJP, MARQUIS PM, SHORTALL ACC (1999): The influence of clinically induced variability on the distribution of compressive fracture strengths of a hand-mixed zinc phosphate dental cement. *Dent Mat* 1999; 15: 87–97
- [35] GARVIE RC, HANNINK RH, PASCOE RT (1975): Ceramic steel? *Nature*, 258, 1975: 703–704, referiert in LUTHARDT, RG: Ästhetische Restaurationen aus Zirkoniumdioxidkeramik. *Zahnarztl Mitt* 95, 21, 2005, 2886–2890
- [36] GEIS–GERSTORFER J (1996): Vom Rohstoff zur Dentalkeramik. In: KAPPERT, HF (Hrsg.): *Vollkeramik: Werkstoffkunde – Zahntechnik – klinische Erfahrung*. Quintessenz Berlin, 1996, 43–54
- [37] GORODOWSKY S, ZIDAN O (1992): Retentive strength, disintegration and marginal quality of luting cements. *J Prosthet Dent* 1992; 68: 269–274, referiert in DIAZ–ARNOLD AM, VARGAS MA, HASELTON DR (1999): Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1999; 81: 135–141
- [38] GRABOJER R, LEWINSTEIN I, ZELTSER C (1985): The effective minimum cement thickness of zinc phosphate cement for luting non-precious crowns. *J Oral Rehabil*, 1985, 12: 235–245
- [39] GREEN DJ, HANNINK RHJ, SWAIN MV (1989): Transformation toughening of Ceramics. Boca Raton, FL: CRC Press, 1989, 137–144, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 01/1998, 14: 64–71
- [40] GREIF, H (1986): Schäume, Gieß- und Klebstoffe und ihre Anwendung. Vogel–Buchverlag, Würzburg 1986. In: JANDA R (1989a): *Kunststoffverbundsysteme: Grundlagen, Anwendung, Verarbeitung, Prüfung*. 1.Aufl., VCH, Weinheim, 1989, 268
- [41] GUGGENBERGER R (1989): Das Rocatec–System. Haftung durch tribochemische Beschichtung. *Dtsch Zahnarztl Z* 1989; 44: 874–876
- [42] Harvard Cement Produkt–Information 01/00, CE 0482. Herstellungs- und Vertriebsgesellschaft Richter & Hofmann HARVARD Dental–GmbH, Johannisberger Str. 24, 14197 Berlin, Deutschland

- [43] HENNICKE HW, KLEIN S (1996): Nichtmetallisch–anorganische Werkstoffe im Dentalbereich. In: Kappert, HF (Hrsg.): Vollkeramik: Werkstoffkunde – Zahntechnik – klinische Erfahrung. Quintessenz Berlin, 1996, 25
- [44] HEYDECKE G, KOHAL R, GLASER R (1999): Optimal esthetics in single–tooth replacement with the Re–Implant system: A case report. *Int J Prosthodont* 12: 184–189, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnarztl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [45] HOFMANN–AXTHELM W (1995): Lexikon der Zahnmedizin. 6., völlig Neubearb., erw. Aufl., Quintessenz Berlin, 607
- [46] HOSADA H (1993): Glass ionomer dental cement–the materials and their clinical use. In: KATSUYAMA S, ISHIKAWA T, FUJII B, editors St Louis: Ishiyaku EuroAmerica; 1993. p.16–24, 40–46, referiert in DIAZ–ARNOLD AM, VARGAS MA, HASELTON DR (1999): Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1999; 81: 135–141
- [47] ICHIKAWA Y, AKAGAWA Y, NIKAI H, TSURU H (1992): Tissue compatibility and stability of a new Zirconia ceramic in vivo. *J Prothet Dent* 68: 322–326, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnarztl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [48] JANDA, R (1989b): Kunststoffverbundsysteme: Grundlagen, Anwendung, Verarbeitung, Prüfung. 1.Aufl., VCH, Weinheim, 1989, 262
- [49] JØRGENSEN KD (1960): Factors effecting the film thickness of zinc phosphate cements. *Acta Odontol Scand*, 1960, 18, 479, referiert in GRABOJER R, LEWINSTEIN I, ZELTSER C: The effective minimum cement thickness of zinc phosphate cement for luting non–precious crowns. *J Oral Rehabil*, 1985, 12: 235–245 und DIAZ–ARNOLD AM, VARGAS MA, HASELTON DR (1999): Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1999; 81: 135–141
- [50] KANTOROWICZ GF, HOWE LC, SHORTALL ACC SHOVELTON DS: Cementation (1993). In: KANTOROWICZ GF (Hrsg.): Inlays, Crowns and Bridges–A Clinical Handbook. 5. Aufl., Butterworth–Heinemann, Oxford, 1993, 57, referiert in FLEMING GJP, MARQUIS PM, SHORTALL ACC: The influence of clinically induced variability on the distribution of compressive fracture strengths of a hand–mixed zinc phosphate dental cement. *Dent Mat* 1999; 15: 87–97

- [51] KAPPERT HF (2003): Zur Festigkeit von Dentalkeramiken. Zahnarztl Mitt 93, 2003, 802–806 aus KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. Zahnarztl Mitt 16, 2003, 28–32
- [52] KAPPERT HF, KRAH M (2001): Keramiken – eine Übersicht. Quintessenz Zahntech 2001; 2: 668–704, referiert in LÜTHY H, LOEFFEL O, HAMMERLE CHF (2005): Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. Dent Mat 22, 2006: 195–200
- [53] KARIPIDIS A, PEARSON GJ (1988): The effect of seating pressure and power/liquid ratio of zinc phosphate cement on the retention of crowns. J Oral Rehabil 1988; 15: 333–337, referiert in ROSENSTIEL S, LAND M, CRISPIN B. (1998): Dental luting agents: A review of the literature. J Prosthet Dent 1998; 80: 280–301
- [54] KASEMO B, LAUSMAA J (1993): Biomaterials and interfaces in osseointegration in oral rehabilitation. Eds Naert I, van Steenberghe D & Worthington P, 1. edition Quintessence, London 63–75, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. Zahnarztl Mitt 16, 2003, 28–32
- [55] KAY GW, JABLONSKI DA, DOGON IL (1986): Factors affecting the seating and fit of complete crowns: a computer simulation study. J Prosthet Dent 1986; 55: 13–18, referiert in DIAZ–ARNOLD AM, VARGAS MA, HASELTON DR (1999): Current status of luting agents for fixed prosthodontics. J Prosthet Dent 1999; 81: 135–141
- [56] KERN M, SIMON MHP, STRUB JR (1997): Clinical evaluation of all–ceramic Zirconia posts. A pilot study. Abstr No 2234. J Dent Res 1997, 76: 293, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater 01/1998, 14: 64–71
- [57] KERN M, THOMPSON VP (1994): Sandblasting and silica coating of a glass–infiltrated alumina ceramic: Volume loss, morphology, and changes in the surface composition. J Prosthet Dent 1994; 71: 453–461
- [58] KERN M, THOMPSON VP (1995): Bonding to a glass–infiltrated alumina–ceramic: Adhesion methods and their durability. J Prosthet Dent 1995, 240–249, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater 01/1998, 14: 64–71

- [59] KERN M, WEGNER SM (1998): Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 01/1998, 14: 64–71
- [60] KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnarztl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [61] LALOR PA, REVELL PA, GRAY AB, WRIGHT S, RAILTON GT, FREEMANN MA (1991): Sensitivity to titanium. A cause of implant failure? *J Bone Joint Surg Br*, 73, 1991: 25–28, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnarztl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [62] LANGE G, ERTL T, VÖLKL L (2004): Zementieren von Zahnersatz aus Zirkonoxid (System cercon®: Haftverbunduntersuchungen von Zementen mit praxis naher in-vitro Methode. *BIOMaterialien*, 5 , S1 , 2004, 72–73
- [63] LUTHARDT RG (2005): Ästhetische Restaurationen aus Zirkoniumdioxidkeramik. *Zahnarztl Mitt* 95, 21, 2005, 2886–2890
- [64] LUTHARDT RG, MUSIL R (1996a): Hochleistungskeramik und CAD/CAM–Technologie in der Zahnmedizin: zur Frage der dentaltechnologischen Bearbeitbarkeit von Zirkondioxid–Keramik. *Swiss dent* 11: 37–41, referiert in LUTHARDT, RG: Ästhetische Restaurationen aus Zirkoniumdioxidkeramik. *Zahnarztl Mitt* 95, 21, 2005, 2886–2890
- [65] LUTHARDT RG, MUSIL R (1996b): Das Precident–DCS–System für Kronen und Brücken. CAD/CAM–gefertigter Zahnersatz aus Titan und Zirkonoxid. *Phillip–J* 13: 217–225, referiert in LUTHARDT, RG: Ästhetische Restaurationen aus Zirkoniumdioxidkeramik. *Zahnarztl Mitt* 95, 21, 2005, 2886–2890
- [66] LUTHARDT RG, SANDKUHL O, REITZ B (1999): Zirconia–TZP and alumina–Advanced technologies for the manufacturing of single crowns. *Eur J Prosthodont Restor Dent* 7: 113–119, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnarztl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [67] LÜTHY H, LOEFFEL O, HAMMERLE CHF (2005): Effect of thermocycling on bond strength of luting cements to zirconia ceramic. *Dent Mat* 22, 2006: 195–200

- [68] MAHR GmbH Göttingen (Hrsg.) (1999): Mahr. Perthometer. Oberflächen-Kenngrößen. Informationsbroschüre im Lieferumfang des Mahr Perthometer Concept von Mahr (Göttingen, Deutschland), Ausgabe 1–01.09.99–3751846
- [69] MARGERIT J, CLUZEL B, LELOUP JM, NURIT J, PAUVERT B, TEROL A: Chemical characterisation of in vivo aged zinc phosphate dental cements. *J Mater Sci Mater Med* 1996; 7: 623–628, referiert in DIAZ–ARNOLD AM, VARGAS MA, HASELTON DR (1999): Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1999; 81: 135–141
- [70] MARX R (1993): Moderne keramische Werkstoffe für ästhetische Restaurationen–Verstärkung und Bruchzähigkeit. *Dtsch Zahnarztl Z* 48: 229–236, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnarztl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [71] MASUHARA E, YAMASHITA A (1990): Zahnärztliche adhäsive Kunststoffe und ihre klinische Anwendung. Berlin: Quintessenz; 1990, referiert in LÜTHY H, LOEFFEL O, HAMMERLE CHF (2005): Effect of thermocycling on bond strength of luting cement to zirconia ceramic. *Dent Mat* 22, 2006: 195–200
- [72] MATSUMARA H, KATO H, ATSUTA M (1997): Shear bond strength to feldspathic porcelain fo two luting cements in combination with three surface treatments. *J Prosthet Dent* 1997; 78: 511–517, referiert in FILHO AM, VIEIRA LCC, ARAÚJO É, MONTEIRO S jr (2004): Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont* 2004; 13: 28–35
- [73] Meron Plus Produkt–Information VC 60 001731 E1 055 99, CE 0482. voco GmbH, Postfach 767, 27457 Cuxhaven, Deutschland
- [74] MEYENBERG KH, LÜTHY H, SCHÄRER P (1995): Zirconia posts: a new all–ceramic concept for nonvital abutment teeth. *Journal of Esthetic Dentistry* 7: 73–80, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnarztl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [75] MEYENBERG KH, LÜTHY H, SCHÄRER P (1995): Zirconia posts: A new all–ceramic concept for nonvital abutment teeth. *J Esthet Dent* 7: 73–80, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 01/1998, 14: 64–71

- [76] MICHEL, M (1969): Adhäsion und Klebtechnik. Hanser, München, referiert in WINTERMANTEL E, HA SW (1998): Biokompatible Werkstoffe und Bauweisen. 2., völlig neu bearb., erw. Aufl., Springer, Berlin, Heidelberg, 1998, 261
- [77] MITCHELL CA, DOUGLAS WH: Comparison of the porosity of hand-mixed and capsulated glass-ionomer luting cements. *Biomaterials* 1997; 18: 1127–1131, referiert in DIAZ-ARNOLD AM, VARGAS MA, HASELTON DR (1999): Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1999; 81: 135–141
- [78] MÖRMANN WH, BRANDESTINI M, LUTZ F, BARBAKOW F (1989): Chairside computer-aided direct ceramic inlays. *Quintessence Int* 1989; 20: 329–339
- [79] NELSEN RJ, WOLCOTT RB, PAFFENBARGER GC (1952): Fluid exchange at the margins of dental restorations. *J Am Dent Assoc* 1952; 44: 289–295, referiert in PALMER DS, BARCO MT, BILLY EJ: Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. *J Prosth Dent* 1992; 67: 325–327
- [80] NICHOLLS H (1988): Tensile bond of resin cements to porcelain veneers. *J Prosthet Dent* 1988; 1; 73–79, referiert in DÉRAND P, DÉRAND T (2000): Bond Strength of Luting Cements to Zirconium Oxide Ceramics. *Int J Prosthodont* 2000; 13: 131–135
- [81] NORDLANDER J, WEIR D, STOFFER W, OCHI S (1988): The taper of clinical preparations for fixed orthodontics. *J Prosthet Dent* 1988, 60, 2: 148–151
- [82] ØILO G, JØRGENSEN KD (1978): The influence of surface roughness on the retentive ability of two dental luting cements. *J Oral Rehabil* 1978; 5: 377–389, referiert in DIAZ-ARNOLD AM, VARGAS MA, HASELTON DR (1999): Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1999; 81: 135–141
- [83] PALMER DS, BARCO MT, BILLY EJ (1992): Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. *J Prosth Dent* 1992; 67: 325–327
- [84] Panavia 21 Produkt-Information 93/42 EEC. Kuraray Europe GmbH, Medical Division, Produktmanagement, Schiess Str. 68, 40549 Düsseldorf, Deutschland

- [85] PAPE FW, PFEIFFER P, MARX R (1991): Haftfestigkeit von geätztem In-Ceram an Zahnschmelz. Zahnarztl Welt 1991, 100: 450–453, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater 01/1998, 14: 64–71
- [86] PAULICK S (Red.) (2000): Der Brockhaus in einem Band. 9., vollständ. überarb., aktual. Aufl., Brockhaus, Leipzig, 2000, 469
- [87] PIWOWARCZYK A, OTTL P, LINDEMANN K, ZIPPRICH H, BENDER R, LAUER HC (2005): Langzeit-Haftverbund zwischen Befestigungszementen und keramischen Werkstoffen. Dtsch Zahnarztl Z 2005, 60: 314–320
- [88] RelyX Unicem Aplicap/Maxicap Produkt-Information 44000730174/02 Informationsstatus 07/03, CE 0123. 3M ESPE AG Dental Products 82229 Seefeld / Oberbayern, Deutschland
- [89] RelyX Unicem : Wissenschaftliches Produktdossier. (16.02.2006) Internet-Veröffentlichung (PDF-Format): <http://multimedia.mmm.com/mws/mediawebserver.dyn?BBBBBBkIUQBW eCB5eCBBBwfkmaaaaa9->
- [90] RIEGER W (1998): Medical applications of ceramics. In: KOSTORZ G (Hrsg.): High-Tech Ceramics. Academic Press, London, 191–228, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater 01/1998, 14: 64–71
- [91] ROSENSTIEL S, LAND M, CRISPIN B. (1998): Dental luting agents: A review of the literature. J Prosthet Dent 1998; 80: 280–301
- [92] ROSENSTIEL SF, GEGAUFF AG (1989): Mixing variables of zinc phosphate cement and their influence on the seating and retention of complete crowns. Int J Prosthodont 1989; 2: 138–142, referiert in ROSENSTIEL S, LAND M, CRISPIN B. (1998): Dental luting agents: A review of the literature. J Prosthet Dent 1998; 80: 280–301
- [93] RUSIN RP, CUMMINGS LJ (2004): Adhesion of adhesive resin cements to CAD/CAM Composite, Abstract No 1542, 82th General Session of IADR, 2004, referiert in LANGE G, ERTL T, VÖLKL L (2004): Zementieren von Zahnersatz aus Zirkonoxid (System cercon®: Haftverbunduntersuchungen von Zementen mit praxis naher in-vitro Methode. BIOMaterialien, 5 , S1 , 2004, 72

- [94] SALMANG H, SCHOLZE H (1982): Keramik Teil I: Allgemeine Grundlagen und wichtige Eigenschaften. 6. Aufl. Springer, Berlin 1982, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater 01/1998, 14: 64–71
- [95] SANDHAUS S, PASCHE K (1994): Tenon radriculaire en zircone pour la realisation d'inlays–cores tout céramique. Tribune Dent 1994, 2: 17–24, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater 01/1998, 14: 64–71
- [96] SIMON MHP, PAFFRATH J (1995): Neue Perspektiven zur vollkeramischen Stabilisierung und zum Aufbau devitaler Zähne. Quintessenz 1995, 46: 1085–1101, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater 01/1998, 14: 64–71
- [97] SMITH LA, O'BRIEN JA, RETIEF DH, BRADLEY EL (1988): Microleakage of two dentinal bonding restaurative systems. J Dent Res 1988; 67: 309 (Abstract)
- [98] STANGEL I, NATHANSON D, HSU CS (1987): Shear strength of the composite bond to etched porcelain. J Dent Res 1987; 66: 1460–1465, referiert in DÉRAND P, DÉRAND T (2000): Bond Strength of Luting Cements to Zirconium Oxide Ceramics. Int J Prosthodont 2000; 13: 131–135
- [99] STEJSKAL J, STEJSKAL VD (1999): The role of metals in autoimmunity and the link to neuroendocrinology. Neuroendocrinol Lett 20: 351–364, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. Zahnarztl Mitt 16, 2003, 28–32
- [100] STEVENS R (1986): Zirconia and Zirconia Ceramics. An introduction to Zirconia. 2nd ed.: Magnesium Electron Publication no. 113 Litho 2000, Twickenham, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. Zahnarztl Mitt 16, 2003, 28–32
- [101] STUDER S, WOHLWEND A, SCHÄRER P (1996): Ein Behandlungskonzept für die Implantatversorgung der Einzelzahnlücke unter Berücksichtigung parodontaler Aspekte bei Anwendung eines experimentellen Zirkoniumoxidabutments. Teil 1: Indikationsstellung, chirurgische und parodontale Aspekte. Parodont 7, 1996: 35–57, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater 01/1998, 14: 64–71

- [102] STURZENEGGER B, FEHER A, LÜTHY H, SCHUMACHER M, LOEFFEL O, FILSER F, KOCHER P, GAUCKLER L, SCHÄRER P (2000): Clinical study of zirconium oxide bridges in the posterior segments fabricated with the DCM system. *SSO Schweiz Monatsschr Zahnheilkd* 110: 131–139, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnartzl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [103] SULIMAN AH, SWIFT EJ jr, PERDIGÃO J: Effects of surface treatment and bonding agents on bond strength of composite resin to porcelain. *J Prosthet Dent* 1993; 70: 118–120, referiert in FILHO AM, VIEIRA LCC, ARAÚJO É, MONTEIRO S jr (2004): Effect of different ceramic surface treatments on resin microtensile bond strength. *J Prosthodont* 2004; 13: 28–35
- [104] SuperBond C&B Produkt–Information DT–1A/0101 CE 0123. Sun Medical Co.,Ltd. 571–2, Furutaka–cho, Moriyama, Shiga, 524–0044, Japan
- [105] SYMIETZ, D (1984): Fertigungssystem Kleben. Fachtagung der Technischen Universität Berlin, TUB–Dokumentation Kongresse und Tagungen, Heft 21, p87, 1984., referiert in JANDA, R (1989a): Kunststoffverbundsysteme: Grundlagen, Anwendung, Verarbeitung, Prüfung. 1.Aufl., VCH, Weinheim, 1989, 269
- [106] TAKAGI H, NISHIOKA K, KAWANAMI T, OKUDA H (1985): The properties of a closely sintered Zirconia. *Ceram Forum Int* 62: 195–198, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 01/1998, 14: 64–71
- [107] THURMOND J, BARKMEIER W, WILWERDING M (1994): Effect of porcelain surface treatments on bond strengths of composite resin bonded to porcelain. *J Prosthet Dent* 1994; 72: 355–359, referiert in DÉRAND P, DÉRAND T (2000): Bond Strength of Luting Cements to Zirconium Oxide Ceramics. *Int J Prosthodont* 2000; 13: 131–135.
- [108] TINSCHERT J, NATT G, MAUTSCH W, AUGTHUN M, SPIEKERMANN H (2001b): Fracture Resistance of a Lithium Disilicate–. Alumina– and Zirconia–Based Three–Unit Fixed Partial Dentures: A Laboratory Study. *Int J Prosthodont* 14(3): 231–238, referiert in LUTHARDT, RG: Ästhetische Restaurationen aus Zirkoniumdioxidkeramik. *Zahnartzl Mitt* 95, 21, 2005, 2886–2890

- [109] TINSCHERT J, NATT G, MAUTSCH W, SPIEKERMANN H, ANUSAVICE KJ: (2001a): Marginal fit of alumina- and zirconia-based fixed partial dentures produced by a CAD/CAM system. *Oper Dent* 26: 367–374, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnarztl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [110] VALENTINE-THON E, SCHIWARA HW (2003): Validity of MELISA for metal sensitivity testing. *Neuroendocrinol Lett* 24: 57–64, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnarztl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [111] Variolink II Produkt-Information 561836/0304/WE1/H CE 0123. ivoclar vivadent AG, 9494 Schaan, Liechtenstein
- [112] VÖLKL L (2001): cercon® – Das CAM-Vollkeramiksystem von Degussa Dental. *Quintessenz Zahntech* 27, 2001, 9
- [113] WANG CJ, MILLSTEIN PL, NATHANSON D (1992): Effects of cement, cement space, marginal design, seating aid materials and seating force on crown cementation. *J Prosthet Dent* 1992; 67: 786–790, referiert in DIAZ-ARNOLD AM, VARGAS MA, HASELTON DR (1999): Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1999; 81: 135–141
- [114] WEGNER SM, GERDES W, KERN M (2002): Effect of Different Artificial Aging Conditions on Ceramic Composite Bond Strength. *Int J Prosthodont* 2002; 15: 267–272
- [115] WEINGART D, STEINEMANN S, SCHILLI W, STRUB JR, HELLERICH U, ASSENMACHER J, SIMPSON J (1994): Titanium deposition in regional lymph nodes after insertion of titanium screw implants in maxillofacial region. *Int J Oral Maxillofac Surg*, 23, 1994, 450–452, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. *Zahnarztl Mitt* 16, 2003, 28–32
- [116] WILSON AD, CRISP S, LEWIS BG, McLEAN JW: Experimental luting agents based on the glass-ionomer cements. *Br Dent J* 1977; 142: 117–122, referiert in DIAZ-ARNOLD AM, VARGAS MA, HASELTON DR (1999): Current status of luting agents for fixed prosthodontics. *J Prosthet Dent* 1999; 81: 135–141

- [117] WINTERMANTEL E, HA SW (1989): Biokompatible Werkstoffe und Bauweisen. 2., völlig neu bearb., erw. Aufl., Springer, Berlin, Heidelberg, 1998, 231 ff
- [118] WOHLWEND A, STUDER S, SCHÄRER P (1996): Das Zirkonoxid-Abutment – ein neues vollkeramisches Konzept zur ästhetischen Verbesserung der Suprastruktur in der Implantologie. Quintessenz Zahntech 22: 364–381, referiert in KOHAL RJ, KLAUS G (2003): Eine vollkeramische Implantatversorgung als Einzelzahnersatz – ein klinischer Fallbericht. Zahnarztl Mitt 16, 2003, 28–32
- [119] YANAGIDA H, KAWAMOTO K, MIYAYAMA M (1996): Chemistry of Ceramics. Chichester: Wiley, 226–228, 247–249, referiert in KERN M, WEGNER SM: Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. Dent Mater 01/1998, 14: 64–71

Danksagungen

Ich danke der **Eberhard Karls Universität Tübingen** und der **Medizinischen Fakultät Tübingen** sowie dem **Universitätsklinikum** (UKT Tübingen) und dem **Zentrum für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde** (ZZMK Tübingen) für meine Zeit als Doktorand und für die Finanzierung der Zement-Produkte und des Rocatec®-Strahlgutes.

Dem ärztlichen Direktor **Prof. Dr. H. Weber** und dem Oberarzt **Dr. R.G. Gomez** danke ich für die Möglichkeit zur Durchführung aller notwendigen Studien-Experimente in den Laboratorien der werkstoffkundlich-technologischen Sektion in der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik mit Propädeutik und Werkstoffkunde.

Meinem Doktorvater und Leiter der Medizinischen Werkstoffkunde und Technologie (MWT Tübingen) **Prof. Dr. J. Geis-Gerstorfer** danke ich für die freundliche Überlassung des Dissertations-Themas, für die strukturierte Betreuung sowie für die Bereitstellung aller von mir erbetenen Schreibmittel.

Meiner Tutorin, PhyTA **Chr. Schille**, danke ich herzlich für die freundliche Beratung und die verlässliche, konkrete Unterstützung des wissenschaftlichen Arbeitens über die gesamte Dauer der Studie.

Dem Sponsor **DeguDent Dental GmbH** in Hanau danke ich für die großzügige Finanzierung, Produktion und Lieferung der Prüfkörper-Einzelteile im Dienst der zahnmedizinischen Forschung.

Dem Sponsor **VOCO GmbH** in Cuxhaven danke ich für die großzügige Finanzierung und Lieferung des definitiven Befestigungszements Meron Plus® im Dienst der zahnmedizinischen Forschung.

Ich danke dem Laborsystem-Integrator **Wedenig** für die Aufstellung und Verschaltung der Versuchs-Elektronik und für die Justierungen am Kau-Simulator sowie für die Unterstützung bei der Raster-Elektronen-Mikroskopie.

Ich danke der Sekretärin **Heik** für die schnelle Hilfe mit der Mappe für die Sponsoren-Präsentation.

Ich danke der Bibliothekarin/Archivarin **Hanke-Bräuning** für die effiziente Ordnungsstruktur der zahnmedizinischen Bibliothek für meine Literatur-Recherchen.

Ich danke dem Zahntechniker-Meister **Kröwerath** und dem Zahntechniker-Team des Dental-Labors sowie dem Zahntechniker **Schacht** in der Studenten-Propädeutik für die Unterstützung der Prüfkörper-Vorbereitungen an den zahntechnischen Werkmaschinen.

Lebenslauf

ZOUAOUI, Hischam

geboren am 16. Mai 1974 in Ludwigsburg, Baden–Württemberg

Eltern	Mohammed ZOUAOUI, (Metall–Bildhauer, Maler) Saadia ZOUAOUI, geb. BOUKNANI, (Einzelhandels-Kauffrau)
Nationalität	Deutscher marokkanischer Abstammung
06/1980 – 06/1984	Grundschulausbildung, Kasteneck–Schule Freiberg am Neckar, Baden–Württemberg
09/1984 – 06/1994	Gymnasialausbildung, Oscar–Paret–Schule Freiberg am Neckar, Baden–Württemberg
06/1994	Allgemeine Hochschulreife, Oscar–Paret–Schule Freiberg am Neckar, Baden–Württemberg
SS1994 – SS2002	Studium der Zahnmedizin, Friedrich-Schiller-Universität Jena, Thüringen
10.06.2002	Zahnärztliche Prüfung
06/2002	Zahnärztliche Approbation
09/2002 – 12/2003	1. Vorbereitungsassistentz, Dr. med. dent. Kleinknecht, Stuttgart, Baden–Württemberg
02/2004	2. Vorbereitungsassistentz, ZA Kakkou Kornwestheim, Baden–Württemberg
04/2004 – 09/2004	3. Vorbereitungsassistentz, Dr./Med.[Univ. Budapest] Angster, Möglingen, Baden–Württemberg
10/2004 – 08/2005	1. Entlastungsassistentz, Dr./Med.[Univ. Budapest] Angster, Möglingen, Baden–Württemberg
seit 09/2005	2. Entlastungsassistentz Dr. med. dent. Häussler– Schuster & Dr. med. dent. Schuster Wendlingen, Baden-Württemberg