

# **MODERNE NANO- UND NANOHYBRIDKOMPOSITE IM WERKSTOFFKUNDLICHEN VERGLEICH**

Dissertation

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

vorgelegt dem Rat der Medizinischen Fakultät  
der Friedrich-Schiller-Universität Jena

von Johannes Neubauer  
geboren am 04.07.1989 in Zwickau

Gutachter (*akademischer Grad, Vor- und Nachname sowie Wirkungsort*)

1. Prof. Dr. med. dent. habil. Harald Küpper, Jena
2. Prof. Dr. med. habil. Roswita Heinrich-Weltzien, Jena
3. Prof. Dr. med. dent. habil. Bernd Kordaß, Greifswald

Tag der öffentlichen Verteidigung: 05.07.2016

# Inhaltsverzeichnis











<b>Inhaltsverzeichnis</b> .....	<b>II</b>
<b>Abkürzungsverzeichnis</b> .....	<b>V</b>
<b>1 Zusammenfassung</b> .....	<b>1</b>
<b>2 Einleitung</b> .....	<b>3</b>
<b>2.1 Geschichtliches</b> .....	<b>3</b>
<b>2.2 Weitere Entwicklungen</b> .....	<b>4</b>
2.2.1 Kompomere .....	5
2.2.2 Ormocere.....	5
2.2.3 Silorane .....	6
2.2.4 Nano-Komposite .....	6
<b>2.3 Exkurs in die Nanotechnologie</b> .....	<b>7</b>
2.3.1 Ursprünge .....	7
2.3.2 Techniken und Verfahren .....	7
2.3.3 Möglichkeiten der Nanotechnologie .....	9
2.3.4 Risiken der Nanotechnologie .....	9
<b>2.4 Aufbau von Kompositen</b> .....	<b>10</b>
2.4.1 Organische Matrix.....	10
2.4.2 Füllstoffe / Anorganische Phase .....	11
2.4.3 Verbundphase.....	12
2.4.4 Hilfsstoffe .....	12
2.4.5 Einteilung der Komposite .....	13
<b>2.5 Polymerisationsvorgänge</b> .....	<b>13</b>
<b>2.6 Anforderungen an moderne Komposite</b> .....	<b>15</b>
<b>2.7 Erläuterungen zu den Versuchen</b> .....	<b>15</b>
2.7.1 Biegefestigkeit und Elastizitätsmodul.....	15
2.7.2 Härte.....	16
2.7.3 Druckfestigkeit .....	17
2.7.4 Wasseraufnahme .....	17
2.7.5 Exogene Verfärbungsneigung.....	18
2.7.6 Abrasion .....	19
2.7.7 Politur .....	19
2.7.8 Röntgenopazität.....	20
2.7.9 Polymerisationsschrumpfung.....	20
2.7.10 Polymerisationstiefe.....	21
<b>3 Ziele der Arbeit</b> .....	<b>22</b>
<b>4 Material und Methode</b> .....	<b>23</b>
<b>4.1 Überblick über die getesteten Komposite</b> .....	<b>23</b>
<b>4.2 Verwandte Lichtpolymerisationsgeräte</b> .....	<b>27</b>
<b>4.3 Prüfkörperherstellung</b> .....	<b>27</b>
4.3.1 Prüfkörper zur Bestimmung von Biegefestigkeit, Elastizitätsmodul, Härte und Wasseraufnahme.....	28
4.3.2 Prüfkörper zur Bestimmung der Druckfestigkeit .....	28
4.3.3 Prüfkörper zur Bestimmung der exogenen Verfärbungsneigung.....	29
4.3.4 Prüfkörper zur Bestimmung der Abrasionseigenschaften.....	29
4.3.5 Prüfkörper zur Bestimmung der Polierbarkeit.....	30
4.3.6 Prüfkörper zur Bestimmung der Röntgenopazität.....	31
4.3.7 Weitere Prüfkörper .....	31
<b>4.4 Vorbehandlungen der Prüfkörper</b> .....	<b>31</b>
<b>4.5 Versuchsaufbau und -Durchführung</b> .....	<b>32</b>
4.5.1 Biegefestigkeit und E-Modul.....	32

4.5.2 Härte.....	33
4.5.3 Druckfestigkeit .....	34
4.5.4 Wasseraufnahme .....	34
4.5.5 Exogene Verfärbungsneigung .....	34
4.5.6 Abrasion .....	35
4.5.7 Politur .....	37
4.5.8 Röntgenopazität.....	38
4.5.9 Polymerisationsschrumpfung.....	39
4.5.10 Polymerisationstiefe.....	40
4.5.11 Rasterelektronenmikroskopische Analysen .....	41
<b>4.6 Mathematisch- statistische Analyse der Messergebnisse.....</b>	<b>41</b>
<b>5 Ergebnisse .....</b>	<b>42</b>
<b>5.1 Biegefestigkeit und Elastizitätsmodul.....</b>	<b>42</b>
<b>5.2 Härte .....</b>	<b>46</b>
<b>5.3 Druckfestigkeit.....</b>	<b>47</b>
<b>5.4 Wasseraufnahme .....</b>	<b>48</b>
<b>5.5 Exogene Verfärbungsneigung .....</b>	<b>49</b>
<b>5.6 Abrasion.....</b>	<b>52</b>
<b>5.7 Politur.....</b>	<b>53</b>
<b>5.8 Röntgenopazität.....</b>	<b>56</b>
<b>5.9 Polymerisationsschrumpfung.....</b>	<b>57</b>
<b>5.10 Polymerisationstiefe.....</b>	<b>58</b>
<b>5.11 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen .....</b>	<b>59</b>
5.11.1 Estelite Sigma Quick .....	59
5.11.2 Estelite Posterior .....	60
5.11.3 Filtek Supreme XTE .....	61
5.11.4 Filtek Z500 .....	62
5.11.5 Ceram x mono.....	62
5.11.6 GrandioSO .....	63
5.11.7 Venus Diamond.....	64
5.11.8 Tetric EvoCeram Bulk Fill .....	64
5.11.9 Entwicklungsmuster .....	65
5.11.10 Universaldentin UD3 Enamel plus HRI.....	66
<b>5.12 Ergebniskorrelationen.....</b>	<b>66</b>
<b>6 Diskussion .....</b>	<b>68</b>
<b>6.1 Untersuchte Werkstoffe .....</b>	<b>68</b>
<b>6.2 Untersuchungsmethoden .....</b>	<b>69</b>
<b>6.3 Zeiten, Medien und Verfahren für Lagerung, künstliche Alterung und Verfärbung</b>	<b>69</b>
6.3.1 Lagerung in Aqua dest.....	69
6.3.2 Lagerung für 42 Tage im Wasserbad .....	70
6.3.3 Temperaturlastwechsel.....	71
6.3.4 Färbemedien.....	72
<b>6.4 Betrachtungen zur Polymerisation .....</b>	<b>73</b>
6.4.1 Polymerisationsschrumpfung.....	73
6.4.2 Durchhärtetiefe .....	74
6.4.3 Übrige Prüfkörper .....	75
<b>6.5 Diskussion der Ergebnisse .....</b>	<b>76</b>
6.5.1 Angaben der Hersteller im Vergleich mit eigenen Ergebnissen .....	76
6.5.2 Marketing-Schwerpunkte der jeweiligen Produkt-Broschüren vor dem Hintergrund eigener Untersuchungsergebnisse .....	77
<b>6.6 Diskussion der Versuchsvorschriften .....</b>	<b>79</b>
6.6.1 Biegefestigkeit und Elastizitätsmodul.....	79
6.6.2 Härte.....	80
6.6.3 Druckfestigkeit .....	81

6.6.4 Wasseraufnahme .....	81
6.6.5 Abrasion .....	82
6.6.6 Politur .....	83
6.6.7 Röntgenopazität.....	84
6.6.8 Rasterelektronenmikroskopische Analysen.....	84
<b>7 Schlussfolgerung.....</b>	<b>86</b>
<b>Literaturverzeichnis.....</b>	<b>IX</b>
<b>Anhang .....</b>	<b>89</b>
<b>Tabellenanhang.....</b>	<b>89</b>
<b>Danksagung .....</b>	<b>XVIII</b>
<b>Lebenslauf.....</b>	<b>XVIII</b>
<b>Ehrenwörtliche Erklärung.....</b>	<b>XIX</b>

# Abkürzungsverzeichnis

## Produkte mit Farbschlüssel

CX		Ceram x mono
EM		Entwicklungsmuster
EP		Estelite Posterior
ES		Estelite Sigma Quick
FS		Filtek Supreme XTE
FZ		Filtek Z500
GR		GrandioSO
TE		Tetric EvoCeram Bulk Fill
UD		Universaldentin UD3 Enamel plus HRI
VD		Venus Diamond

## Chemische Abkürzungen und Formulierungen

~	rund
ACTA	Academic Centre for Dentistry Amsterdam
AlMg	Aluminium-Magnesium-Legierung
Aqua dest.	destilliertes Wasser
Bis-EMA	Ethoxyliertes Bisphenol-A-Dimethacrylat
Bis-GMA	Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat
Bsp.	Beispiel
C-Faktor	Konfigurationsfaktor [%] (Verhältnis freier zu gebundener Oberfläche)
CIE	Commission Internationale de L'Eclairage
const.	Konstant
D	Deutschland
dest.	destilliert
DIN	Deutsches Institut für Normung
DNA	Desoxyribonukleinsäure
EN	Europäische Norm
HEMA	Hydroxyethylmethacrylat
IBM	International Business Machines Corporation

ISO	International Organization for Standardization
Kap.	Kapitel
LED	Licht-emittierende Diode
max.	maximal
MPTMS	3-Methacryloxy-Propyl-Trimethoxy-Silan
OP	die Operation betreffend
PCDMA	Polycarbonat-Dimethacrylat
PMMA	Polymethyl-Methacrylat
REM	Rasterelektronenmikroskop
SiO <sub>2</sub>	Siliziumdioxid
TEGDMA	Triethylenglycol-Dimethacrylat
TLW	Temperaturlastwechsel
TMOS	Tetramethylorthosilikat
Transl.	Transluzenz / transluzent
UDMA	Urethan-Dimethacrylat
UV	Ultraviolet
×	mal

### Physikalische Größen und Einheiten

% lin.	Prozent linear
°	Grad (Winkelmaß)
°C	Grad Celsius
Σ	Summe
A	Fläche / Querschnittsfläche [m <sup>2</sup> ]
a*	rot-grün-Achse
b	Breite [m]
b*	gelb-blau-Achse
d	Durchmesser [m]
ΔE	Farbabstand / Farbvektor
E	Elastizitätsmodul [N/mm <sup>2</sup> ]
F	Kraft [N]
g	Gramm
Gew.-%	Gewichts-Prozent

h	Höhe [m]
HV	Härte nach Vickers (Angabe ohne Einheit)
kg	Kilogramm
kP	Kilopond
kV	Kilovolt
l	Länge [m]
L*	Helligkeit
Lux	Abgeleitete Si-Einheit der Beleuchtungsstärke
min	Minuten
ml	Milliliter
mm	Millimeter
mW/cm <sup>2</sup>	Milliwatt pro Quadratcentimeter
N	Newton
n	Anzahl
nm	Nanometer
R <sub>a</sub>	arithmetischer Mittenrauwert [μm]
R <sub>t</sub>	Maximale Rautiefe [μm]
R <sub>z</sub>	Gemittelte Rautiefe [μm]
s	Standardabweichung [%]
S	Prozentuale lineare Polymerisationsschrumpfung
sin	Sinus
t	Zeit
U	Umdrehungen
V	Verfärbungsneigung
Vol.-%	Volumen-Prozent
ε	Dehnung [%]
$\bar{x}$	Mittelwert
μm	Mikrometer
σ	mechanische Spannung [N/mm <sup>2</sup> ]
ρ <sub>sp</sub>	Spearman-Rho-Korrelationskoeffizient



# 1 Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurden zehn unterschiedliche lighthärtende Füllungskomposite hinsichtlich zahlreicher physikalischer sowie mechanischer Materialeigenschaften vergleichend untersucht. Alle Präparate weisen durch nanotechnologische Optimierungen einen besonders hohen Füllstoffgehalt von mindestens 75 % Gewichtsanteil auf. In den Versuchsreihen wurden die frei verkäuflichen Produkte Filtek Supreme XTE sowie Filtek Z500 (Nano-Komposite, 3M ESPE), Enamel plus HRI – Universaldentin UD3 (Micro-Hybrid-Komposit, GDF), Venus Diamond (Nano-Hybrid Komposit, Heraeus Kulzer), Tetric EvoCeram Bulk Fill (Nano-Hybrid Komposit, Ivoclar Vivadent), Estelite Sigma Quick sowie Estelite Posterior (Supra-Nanofüller und Sub-Mikron Hybrid Komposite, Tokuyama Dental) und GrandioSO (Nano-Hybrid Komposit, VOCO) betrachtet. Zusätzlich fanden Untersuchungen an einem Entwicklungsmuster statt, bei dem besonderes Augenmerk auf eine überdurchschnittlich hohe Röntgenopazität gelegt wurde.

Die Versuche gaben Aufschluss über die Härte nach Vickers ( $HV_{5-20}$ ), die Druckfestigkeit, die exogene Verfärbungsneigung nach einmonatiger Lagerung in Farblösungen mit überwiegend klinischer Relevanz, die Abrasionsfestigkeit im 3-Medien-Abrasionsversuch (ACTA-Methode), die Polierbarkeit mittels unterschiedlicher Poliersysteme und die Röntgenopazität. Alle Prüfkörper wurden vor den Versuchen bei 37 °C für 24 h in destilliertem Wasser oder trocken gelagert. Ausgewählte mechanischen Parameter wie z.B. die Biegefestigkeit und der Elastizitätsmodul (ermittelt im 3-Punkt-Biegeversuch) wurden zusätzlich nach einer künstlichen Alterung (25.000 Temperaturlastwechsel bzw. Wasseraufnahme bis zur Sättigung) erhoben.

Die Durchhärtetiefe sowie die lineare Polymerisationsschrumpfung wurden direkt nach, bzw. während der Polymerisation mit handelsüblichen Polymerisationslampen bestimmt. Mittels rasterelektronenmikroskopischer Untersuchungen wurde an Schliff- und Bruchflächen die Füllkörperzusammensetzung analysiert.

Alle untersuchten Komposite zeigten gute bis sehr gute Werkstoffeigenschaften. Dennoch wurden signifikante Unterschiede zwischen den Produkten festgestellt und bei einigen Versuchen eine klare Überlegenheit einzelner Komposite verzeichnet. So lagen die Mittelwerte der Biegefestigkeit nach eintägiger Lagerung im Aqua dest. zwischen 92 N/mm<sup>2</sup> (Estelite Sigma Quick) und 163 N/mm<sup>2</sup> (Venus Diamond). Nach Wasseraufnahme und Temperaturstressung sanken diese Werte teilweise beträcht-

lich, während sich der Elastizitätsmodul (ursprünglich zwischen 6 334 N/mm<sup>2</sup> – Estelite Posterior und 12 284 N/mm<sup>2</sup> – GrandioSO) meist vergrößerte. Die Härten nach Vickers (HV<sub>5-20</sub>) unterschieden sich mit Werten zwischen 59 (Estelite Sigma Quick) und 127 (GrandioSO) um mehr als 100 %, die künstliche Alterung hatte jedoch nur selten einen signifikanten Einfluss darauf. Bei der linearen Polymerisations-schrumpfung wurde durch GrandioSO der Spitzenwert von 0,8 % erreicht, welcher im Kontraktionsbereich eines Silorans rangiert. Durchschnittlich lag die Kontraktion bei 1,3 %. Die Farbstabilität, gemessen als durchschnittlicher vektorieller Farb-Abstand  $\Delta E$  zur Ausgangssituation im CIE-Lab Farbraum, erreichte Werte zwischen 7,0 (Ceram x mono) und 21,1 (Filtek Supreme XTE). Die Farblösungen zeigten produktabhängig signifikant unterschiedliche Färbepotentiale. Nach 42-tägiger Lagerung in Aqua dest. bei 37 °C stieg die Masse von Filtek Supreme XTE um durchschnittlich 0,96 %. Bei GrandioSO konnten im gleichen Zeitraum nur maximal 0,43 % Zuwachs beobachtet werden. Geringere Differenzen zeigten sich bei der Druckfestigkeit (234 – 284 N/mm<sup>2</sup>). Die produktintern stark streuenden Ergebnisse unterschieden sich aufgrund einer hohen Standardabweichung von durchschnittlich 15 % nur selten signifikant von einander. Alle Komposite wiesen eine hervorragende Polierbarkeit auf. Mit der leicht modifizierten Politur-Variante CompoMaster / CompoMaster Coarse (Shofu) wurden stets Mittenrauwerte von unter 0,1  $\mu\text{m}$  erzielt. Mittels Super-Snap Polier-scheiben (ebenfalls Shofu) konnten sogar R<sub>a</sub>-Werte < 0,05  $\mu\text{m}$  erreicht werden. Das Entwicklungsmuster zeigte eine erwartungsgemäß überragend hohe Röntgenopazität von 685 % Aluminiumgleichwert. Produkte wie Estelite Sigma Quick oder GrandioSO ähnelten in ihrer Röntgensichtbarkeit dem Zahnschmelz und sind daher schwieriger von natürlicher Zahnhartsubstanz abzugrenzen.

Trotz einiger Differenzen zwischen den Kompositen belegen die Ergebnisse das hohe Entwicklungsniveau aller untersuchten Werkstoffe. Durch den Einsatz der Nanotechnologie wurden diverse Materialeigenschaften deutlich verbessert, was besonders beim Vergleich mit Vorgängerprodukten hervorsticht. Neben GrandioSO konnten Estelite Posterior und Filtek Z500 in zahlreichen Versuchen überzeugen. Über die Wahl des richtigen Komposits sollte jedoch nicht zuletzt der geplante Einsatzort im Mund des Patienten entscheiden.

## 2 Einleitung

### 2.1 *Geschichtliches*

Erst kürzlich ging eine Welle des Erstaunens durch die Wissenschaftswelt. Es wurde entdeckt, dass man sich schon in der Jungsteinzeit vor etwa 6500 Jahren mit dem Fachgebiet der restaurativen Zahnheilkunde beschäftigte: Mit einer Füllung aus Bienenwachs wurde eine vermutlich schmerzende, frei liegende Dentinfläche an einem Unterkiefer-Eckzahn versorgt (Bernardini et al. 2012). Sicherlich kann man hier noch nicht von professioneller Zahnheilkunde sprechen, doch stellt dieser Fund den bislang ältesten Beleg für -im weitesten Sinne- zahnärztliche Maßnahmen bei einem Menschen dar. Zu diesem Zeitpunkt beginnt ein langer Entwicklungsweg, der heute keinesfalls abgeschlossen, sondern interessanter denn je ist.

Nach antiken Goldschmiedearbeiten und dem erstmaligen Einsatz von Amalgam um 1820, hielten die Kunststoffe 1936 Einzug in die Zahnmedizin: Nachdem bereits Mitte des 19. Jahrhunderts Naturkautschuk als Prothesenbasismaterial verwendet wurde, entwickelte der Zahntechniker Gottfried Roth eine Methode, den von Röhm synthetisierten PMMA-Kunststoff in Prothesen zu verarbeiten (Borchers et al. 2005). In leicht abgeänderten Verfahrensweisen wird genau dieses Methacrylat heute noch immer als Standard-Material für die Prothesenherstellung verwendet.

Alle Versuche, den neuen und in seinen Eigenschaften vielversprechenden Kunststoff zusätzlich als Füllungsmaterial einzusetzen, scheiterten an der starken Polymerisationsschrumpfung von etwa 20 %. Nicht zuletzt deshalb lösten sich frisch gelegte Füllungen ohne einen strapazierfähigen Verbund zur Zahnhartsubstanz unmittelbar wieder aus der Kavität heraus.

Erst nachdem Buonocore mit der Schmelzätzung eine einfache Möglichkeit vorstellte, einen funktionierenden Verbund zwischen Zahnhartsubstanz und Kunststoff zu erreichen (Buonocore 1955), konnten die Überlegungen zur Verwendung von PMMA als Füllungsmaterial fortgesetzt werden. Die Aussicht auf den Verzicht einer makroretentiven Präparationstechnik, wie sie bei Amalgamversorgungen üblich ist, war vielversprechend. Leider beschränkte sich die Retention nur auf schmelzbegrenzte Bereiche und die starke Polymerisationsschrumpfung des Kunststoffs stellte weiterhin ein unüberwindbares Problem dar. PMMA-Füllungen behielten daher ihren eher experimentellen Charakter bei.

Für den nächsten Quantensprung sorgte Bowen mit der Entwicklung des Bis-GMA (Bowen 1962). Es handelt sich dabei um ein Monomer, das vielfach größer ist als das Methyl-Methacrylat und damit entscheidend weniger schrumpft.

Die Voraussetzungen für eine kunststoffbasierte Kavitätenversorgung waren nun geschaffen und es begann eine rasante Entwicklung von Füllungsmaterialien, die fortan als Komposite bezeichnet werden.

## ***2.2 Weitere Entwicklungen***

Bowen setzte dem neuen Monomer, das man schnell nach ihm benannte, noch einige Stoffe hinzu, um daraus ein zahnfarbendes Füllungsmaterial für den Frontzahnbereich zu generieren. Die Grundbausteine dieses ersten Komposits, das von der Firma Johnson & Johnson unter dem Handelsnamen Adaptic vertrieben wurde, finden in aktuellen Produkten immer noch Anwendung. Man unterscheidet damals wie heute die drei Hauptbestandteile Organische Matrix, Füllstoffe und Verbundphase, die im Kapitel 2.4 näher beschrieben werden. Hinzu kommen zahlreiche Hilfsstoffe, mit denen verschiedene Eigenschaften wie beispielsweise die Röntgenopazität oder Farbnuancen modifiziert werden können.

Fortschritte in der Mahltechnologie ermöglichen die schrittweise Verkleinerung der Füllkörper. Ab 1974 verwendete man Mikrofüller, die flammenpyrolytisch hergestellt wurden. Drei Jahre später war es möglich, Komposite mittels Licht zu polymerisieren. Bei den seit 1985 kommerziell erhältlichen Hybridkompositen werden Mikrofüller pyrolytischen Ursprungs mit gemahlten Glasfüllkörpern kombiniert, um einen höheren Füllkörperanteil zu erreichen. Poröse oder Ionen freisetzende Füllkörper sowie die Verwendung faserhaltiger Füllstoffe sind weitere Versuche, die Eigenschaften der Komposite zu verbessern.

Anfang der 1990er Jahre wurde in Japan eine Hybridschicht beschrieben, die die Grundlage für einen Verbund zwischen Dentin und Füllungsmaterial darstellt (Nakabayashi et al. 1991). Diese Adhäsivtechnik wird seitdem kontinuierlich weiter entwickelt, um den Dentin-Füllungs-Übergang in mehr oder weniger vielen Einzelschritten so belastbar wie möglich zu gestalten (Frankenberger 2006, Janda 2009, Flury 2011).

Dank der zahlreichen Materialverbesserungen, zu welchen auch die Haftung am Dentin zählt, erfolgte nach und nach eine Indikationserweiterung auf die Kavitätenklasse

II. Komposit wurde nun nicht mehr nur im Frontzahn- und Zahnhalsbereich eingesetzt, sondern immer mehr als Amalgam-Ersatz verwendet. Voraussetzung war natürlich eine sehr sorgfältige Arbeitsweise unter Kofferdam, denn es galt die Ansicht, schon allein die Feuchtigkeit des Atems schade der Füllungsqualität. Abhilfe versprachen die ab 1993 erhältlichen Kompomere:

### **2.2.1 Kompomere**

Da die Weiterentwicklung von Füllkörpern als abgeschlossen galt, konzentrierten sich die Entwicklungen jetzt auf die Optimierung der Monomere. Kompomere, ein Akronym aus KOMPosit und GlasionOMER, konnten dank säuremodifizierter Monomere die Vorteile beider Stoffgruppen vereinen. Mit dem Produkt „Dyract“ feierte die Firma Dentsply/Detrey große kommerzielle Erfolge: Es war unter anderem feuchtigkeitsstabil genug, um ohne Kofferdam verarbeitet zu werden. Die kontinuierliche Abgabe geringer Mengen an Flourid machte die Kompomere in der Kinderzahnheilkunde besonders populär. Noch heute gelten sie als Goldstandard in der Füllungstherapie des Milchgebisses. Bei erschwerten Behandlungsbedingungen, welche eine Verwendung von herkömmlichen Kompositen ausschließen, etwa die Therapie von Menschen mit Behinderung, werden für Langzeitprovisorien oder Amalgamersatz ebenfalls Kompomere bevorzugt (Heinrich-Weltzien et al. 2013).

### **2.2.2 Ormocere**

Die Ormocere, eine Wortneuschöpfung für „organic modified ceramics“, versprachen den Entwicklern neues Potential für eine weitere Verringerung der Polymerisations-schrumpfung durch die Verwendung besonders großer Monomere (Wolter et al. 1994). Dieses Potential der zunächst so hoffnungsvoll erscheinenden Stoffgruppe konnte offenbar nicht im erwünschten Maße genutzt werden. Bei Produkten, die das Ormocer-Grundgerüst verwenden, etwa CeramX, bewirbt man mittlerweile nicht vorrangig den Ormocer-Charakter sondern legt die Schwerpunkte auf andere Details, die sich aus der Produktherkunft ergeben. So etwa die hervorragende Farbanpassung. Da die Monomere ein anorganisches, den Keramiken angelehntes Grundgerüst aus Silizium und Sauerstoff aufweisen (Ernst 2011), stellte man eine besonders gute Bioverträglichkeit fest. Doch weder Polymerisations-schrumpfung noch andere physikalische Eigenschaften können sich entscheidend von Konkurrenzprodukten auf herkömmlicher Kompositbasis absetzen (Bottenberg et al. 2009).

### **2.2.3 Silorane**

Die Firma 3M ESPE präsentierte ihren Kunden nach langjähriger Entwicklungszeit im Jahr 2007 erstmals ein Komposit mit weniger als 1 % Volumenschumpfung (Weinmann et al. 2005). Beachtenswert ist weiterhin die wesentlich herab gesetzte bei der Polymerisation auftretende Schrumpfspannung, die neben dem tatsächlichen Volumenverlust einen sehr großen Einfluss auf die Randspalt-Problematik einer Kompositfüllung hat (Al-Boni und Raja 2010, Gao et al. 2012).

Bei dem Produkt Filtek Silorane kann man von einer tatsächlichen Innovation im Monomer-Design sprechen: Der Weg der konventionellen, radikalischen Polymerisation wird zu Gunsten einer Ringöffnungs-Reaktion verlassen. Ein sehr hoher Konversionsgrad von über 90 % (im Vergleich zu etwa 70 % bei konventionellen Kompositen) sowie gute Verarbeitungseigenschaften (Taschner et al. 2007) sind dem Material ebenfalls zu Eigen.

Aufgrund extrem hydrophober Eigenschaften benötigt Filtek Silorane ein eigenes Adhäsivsystem, wogegen viele Zahnärzte eher reserviert scheinen (Rzanny et al. 2010). Die innovative Monomerstruktur bewirkt weiterhin, dass das Produkt nicht mit traditionellen Methacrylat-basierten Kompositen kombinierbar ist (Ernst 2011).

### **2.2.4 Nano-Komposite**

In jüngster Zeit hält die aufstrebende Nanotechnologie Einzug in die Zahnmedizin. Da es bei derartigen Kleinstpartikeln zu teilweise gravierenden Änderungen physikalischer Eigenschaften kommt, wird den Füllkörpern nun wieder ein größeres Potential zugesprochen und es gibt Entwicklungsansätze in die verschiedensten Richtungen (Rzanny et al. 2007, Chen 2010). Als erster europäischer Hersteller nutzte 3M ESPE bereits 2002 die Möglichkeiten dieser neuen Technologie. Die Füllkörper des Komposits Filtek Supreme bestehen ausschließlich aus Nanopartikeln, definitionsgemäß im Größenbereich unter 100 nm. Seit dem entwickeln immer mehr Firmen Produkte, bei denen die Nanotechnologie zum Einsatz kommt und folgen damit einem unaufhaltbaren Trend (Ernst 2011).

Dank innovativer Initiator-Systeme können jüngst Bulk-Komposite (etwa Tetric EvoCeram Bulk Fill) in großen Schichtstärken bis zu 4 mm polymerisiert werden. Fließfähige Komposite (Flowables) erweitern das Produktspektrum zusätzlich.

Erste physikalische und technischen Grundlagen der Nanotechnologie sowie den Brückenschlag zur Zahnmedizin versucht das folgende Kapitel zu gewähren.

## **2.3 Exkurs in die Nanotechnologie**

### **2.3.1 Ursprünge**

Als Begründer der Nanotechnologie wird Richard P. Feynman behandelt. Er nutzte zwar weder den Begriff, noch leistete er einen wissenschaftlichen Beitrag, doch mit seinem berühmt gewordenen Vortrag "There's Plenty of Room at the Bottom" legte er 1959 die visionären Grundlagen dieses Wissenschaftszweiges (Feynman 1959). Er äußerte unter anderem den Gedanken, dass in ferner Zukunft sogar einzelne Atome gezielt bewegt werden könnten. Dies gelang Donald Eigler (IBM) bereits 1989 durch die Anwendung des Raster-Tunnel-Mikroskops (Hörmannsdorfer und Dorau 2006).

### **2.3.2 Techniken und Verfahren**

Nanotechnologie, abgeleitet vom griechischen Wort Nanos (Zwerg), bezeichnet ein breites Spektrum von Technologien, die sich der Nutzung von Teilchen und Prozessen im Nanometerbereich bedienen. Damit sind laut Definitionsvorschlag funktionsrelevante Strukturen im Größenbereich zwischen etwa 1 und 100 nm gemeint. Weil es sich um ein sehr junges, aufstrebendes Forschungsfeld handelt, gibt es erst wenige feste Definitionen.

Die deutsche Bundesregierung spricht aufgrund des immensen Entwicklungspotentials und der stetig wachsenden Bedeutung für Industrie und Wirtschaft gar von einer "Schlüsseltechnologie". Nicht zuletzt aufgrund großzügiger Förderprogramme, beispielsweise der sogenannten Nano-Initiative im Rahmen des "Aktionsplans Nanotechnologie 2015", hat Deutschland eine weltweite Vorreiterposition bei der Erforschung und Entwicklung von Nanotechnologien eingenommen (Bundesministerium für Bildung und Forschung 2011).

Ein Grund für das große Interesse an Nanoteilchen ist die Beobachtung von ungewöhnlichen, von herkömmlicher Materie unbekanntem physikalischen Phänomenen: Durch eine Verschiebung des Volumen-Oberflächen-Verhältnisses kommen Eigenschaften der Oberfläche stärker zum Tragen als die uns vertrauten Volumeneigenschaften eines Körpers. Das lässt sich am Beispiel des Kohlenstoffs verdeutlichen: Graphit ist ein guter elektrischer und schlechter thermischer Leiter. Beim Diamant sind diese, sich aus dem Volumen ergebenden Eigenschaften genau umgekehrt. Nanotubes dagegen (kleine Kohlenstoff-Röhrchen) leiten Strom und Wärme besser als manche Metalle (Schoppe 2013). Die Größe der Teilchen liegt in einem Grenzbereich,

in dem zunehmend quantenphysikalische Prozesse wie etwa der Tunnel-Effekt eine Rolle spielen, bei dem Elektronen mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit (Potential)-Barrieren überwinden können, obwohl ihre Energie dafür – nach klassischer Vorstellung – nicht ausreichen würde. Dieser Effekt hat unter anderem Einfluss auf das Zustandekommen chemischer Bindungen.

Die Herstellung von Nanoteilchen wird auf zwei Wegen realisiert (Bhushan 2007, Schoppe 2013):

- Der Bottom-Up-Ansatz verfolgt Methoden, bei denen aus kleinen Teilstücken, z.B. einzelnen Atomen oder kleinen Molekülen größere Strukturen (Nanoröhrchen, Dendridomere oder Fullerene) aufgebaut werden.
- Beim entsprechenden Gegenstück, dem Top-Down-Ansatz werden größere Objekte bis in den nanoskaligen Bereich hinein verkleinert und gegebenenfalls auftretende Effekte nach Möglichkeit ausgenutzt. ( z.B. Photolithographie bei der Herstellung von Computerchips.)

Zum genannten Bottom-Up-Ansatz zählt auch das Sol-Gel-Verfahren, das die Herstellung von Kompositfüllkörpern im Nanobereich ermöglicht:

Sogenannte Präkursoren, z.B. Tetramethylorthosilikat (TMOS), liegen frei beweglich in einem Lösungsmittel vor. Durch eine kontrollierte Kondensation binden weitere funktionelle Gruppen oder auch Moleküle an den Ausgangskeim. Vom Sol spricht man, wenn sich in der Lösung eine Dispersion fester Partikel im Größenbereich zwischen 1 – 100 nm (Kunzelmann 2008) gebildet hat. Durch sorgfältige Auswahl der Primärpartikel (Präkursoren) sowie anzulagernder Gruppen lassen sich schon jetzt spätere Eigenschaften beeinflussen (Sakka 2008). Mittels einer Oberflächenbehandlung (oft kommt das sterische Coating zum Einsatz) unterbindet man die Agglomeration der Partikel bei Entzug von Lösungsmittel. Es entstehen also diskrete, d.h. einzeln vorliegende Nanopartikel. Dies ist ein entscheidender Vorteil gegenüber den flammenpyrolytisch hergestellten Partikeln bzw. Mikrofüllern, die bei entsprechend kleiner Partikelgröße aggregieren. Solche Aggregate lassen sich während der Verarbeitung kaum lösen, besitzen jedoch bei weitem nicht die mechanische Festigkeit, die kompakter Füllkörper ähnlicher Größe zeigen würden (Kunzelmann 2008).

Neben der Verwendung von diskreten Nanopartikeln gibt es auch die Möglichkeit, agglomerierte Teilchen als Füllkörper einzusetzen: Bei der Gel-Transformation eines Soles vernetzen sich die Nanopartikel dreidimensional. Fördert man derartige Zusammenlagerungen noch vor dem Coating bis zu einem gewissen Grad, entstehen



nahezu beliebig große Agglomerate oder Cluster. Diese Cluster werden im nächsten Schritt calciniert, d.h. in einer Art Sinterprozess zusammen gebacken bzw. verdichtet und können jetzt als Füllkörper verwendet werden (Kickelbick 2005). Die mechanische Festigkeit ähnelt in etwa der von konventionell hergestellten Partikeln. Der entscheidende Vorteil gegenüber diesen gemahlene Teilchen wird erst beim experimentellen Polieren einer Kompositprobe sichtbar: Während große konventionelle Füllkörper in einem Stück aus dem Verbund gerissen werden (Unpolierbarkeit der Makrofüller-Komposite) findet bei calcinierten Nanofüller-Agglomeraten ein homogener Materialabtrag statt. Derartige Komposite sind somit extrem gut polierbar. Die hervorragenden optischen Eigenschaften von diskreten Nanofüllern bleiben bei den Agglomeraten erhalten.

### **2.3.3 Möglichkeiten der Nanotechnologie**

In nahezu allen Lebensbereichen bietet die Nanotechnologie Innovationsmöglichkeiten:

Schmutz abweisende Häuserfassaden und Beschichtungs-Sprays, entspiegelte Brillengläser sowie kratzfeste Handydisplays nutzen genauso die Nanotechnik, wie neue Methoden zur Krebstherapie in der Medizin und gezielter Wirkstofftransport von Arzneimitteln im menschlichen Körper.

Im zahnmedizinischen Sektor ermöglichen nanotechnisch hergestellte Füllkörper in Kompositmassen mit wenig Aufwand ästhetisch sehr ansprechende Füllungen, was von Zahnärzten und Patienten besonders bei Frontzahnrestorationen geschätzt wird. Die Monomer-Ersparnis durch einen noch höheren Füllstoffgehalt wirkt sich positiv auf Biokompatibilität und Schrumpfungsverhalten der Werkstoffe aus. Weitere mechanische Eigenschaften wie etwa die Abrasionsfestigkeit werden zusätzlich positiv beeinflusst.

### **2.3.4 Risiken der Nanotechnologie**

Bei aller Euphorie kommt man nicht umhin, auch mögliche Gefahren der Nanotechnologie zu beleuchten. Kritiker befürchten, dass durch die rasante Entwicklung Gefahrenpotentiale nicht ausreichend ergründet oder leichtgläubig verkannt würden, wie es etwa in den Anfängen der Röntgentechnologie schon einmal passierte. Der von Bill Joy geforderte Verzicht auf jegliche Forschungstätigkeit auf diesem Gebiet, aus der Angst heraus, Nanoroboter würden auf kurz oder lang die Geschicke der Menschheit

übernehmen (Joy 2000), ist sicherlich etwas überzogen. Fakt ist jedoch, dass der menschliche Körper für Nanoteilchen kaum Barrieren bietet und sich die Stoffe, einmal über Nahrung, Haut oder auch Lunge aufgenommen, in Körperzellen absetzen sowie anreichern und dort schädliche Reaktionen hervorrufen können. Dabei stellt selbst die Blut-Hirn-Schranke kein nennenswertes Hindernis dar (Roblegg et al. 2006). Durch DNA-Beeinflussung wirken Nanoteilchen möglicher Weise sogar kanzerogen (Bhabra et al. 2009). Die Folgen für Umwelt und Ökosysteme sind in vielen Teilen noch unbeleuchtet, geben aber stellenweise Grund zur Beunruhigung (Krug 2005). Ziel ist es also, eine nachhaltige und risikobewusste Vorgehensweise bei der Entwicklung und dem Umgang mit diesen neuen Technologien, speziell bei der täglichen Anwendung in der zahnärztlichen Praxis anzustreben (Van Landuyt et al. 2012, Van Landuyt et al. 2014).

## ***2.4 Aufbau von Kompositen***

### **2.4.1 Organische Matrix**

Hauptbestandteil der organischen Matrix ist das Basismonomer, Bowen entwickelte das bis heute populäre Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat (Bis-GMA) (Bowen 1962). Komposite enthalten zusätzlich zum Basismonomer oft verschiedene Co-Monomere, welche verdünnend wirken oder andere, chemisch-physikalische Eigenschaften beeinflussen. In der Polymerisationsreaktion (siehe hierzu Kapitel 2.5) werden die Monomere chemisch verknüpft. Dies ist die Grundvoraussetzung für die Aushärtung eines Komposits nach vorheriger Verarbeitung im cremigen bis pastösen Zustand.

Die Art und Anzahl der eingesetzten Monomere stieg im Laufe der Zeit beständig an und ist seither Gegenstand intensiver Forschungen, was verschiedene Unternehmen und Institutionen zu einer gewissen Zurückhaltung bei der Preisgabe struktureller Details und chemischer Besonderheiten veranlasst. Auch werden an schon längst etablierten Stoffen von Zeit zu Zeit kleinere Änderungen vorgenommen, oder es finden Neu-Kombinationen mit bewährten Bestandteilen statt, was eine Kategorisierung und Ordnung wesentlich erschwert. Einen Überblick über häufig verwendete Hauptgruppen von Monomeren gibt die folgende TABELLE 1.

**TABELLE 1: Übersicht häufig verwendeter Monomere**

<b>Monomer</b>	<b>Chemische Gruppe</b>
Bis-GMA Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat	Aromatisches Dimethacrylat / Epoxid
TEGDMA Triethylenglycol-Dimethacrylat	Aliphatisches Dimethacrylat
UDMA Urethan-Dimethacrylat	Urethan-Dimethacrylat
Bis-EMA Ethoxyliertes Bisphenol-A-Dimethacrylat	Aromatisches Dimethacrylat
HEMA Hydroxyethylmethacrylat	Substituierter Carbonsäureester / Methacrylat
PCDMA Polycarbonat-Dimethacrylat	Polycarbonat
Ormocere	Methacrylat-modifizierte anorganische Matrix (Siliziumoxide)
Silorane	Ringöffnendes Epoxid

### 2.4.2 Füllstoffe / Anorganische Phase

Die Anorganische Phase besteht zum größten Teil aus den Füllstoffen. Sie helfen, die physiko-chemischen Eigenschaften eines Komposits erheblich zu verbessern. So werden beispielsweise der thermische Ausdehnungskoeffizient, Festigkeit und Abrasionsstabilität positiv beeinflusst. Die Defizite der organischen Bestandteile, wie etwa Polymerisationsschrumpfung und Wasseraufnahme sollen durch einen möglichst hohen Füllstoffanteil kompensiert werden. Übersteigt dieser jedoch ein gewisses Maß, verschlechtert sich die Handhabbarkeit des Produkts. Ein Füllstoffgehalt zwischen 70-90 Gew.-% ist bei aktuellen Kompositen üblich (Angeli 2011). Mechanische Eigenschaften werden weiterhin durch die Partikelgröße beeinflusst: Große Füllkörper, etwa von 20 µm Durchmesser, erhöhen Festigkeit und Elastizitätsmodul, verschlechtern allerdings die Oberflächenqualität einer polierten Probe. Bei kleinen Füllkörpern, etwa von 0,4 µm Durchmesser, ist es umgekehrt. Sind die Füllkörper noch kleiner, fallen sie nicht mehr in den Wellenlängenbereich von sichtbarem Licht, was ihre optischen Eigenschaften entscheidend verbessert und eine Politur auf Hochglanz überhaupt erst ermöglicht (Chen 2010).

Verwendet wird gemahlenes Siliziumdioxid (Quarz), pyrogenes Siliziumdioxid und verschiedenstes Silikatglas sowie Präpolymerisate mit anorganischen und/oder organischen Anteilen.

Im Jahr 2002 wurde von der Firma 3M ESPE erstmals auf dem europäischen Markt ein Komposit angeboten, das Nanopartikel als Füllstoffe enthält. Seitdem nutzen immer mehr Anbieter die florierende Nanotechnologie für ihr Füller-Design. Die Partikel werden hauptsächlich im Sol-Gel-Verfahren hergestellt. Sie liegen dabei diskret oder als Agglomerate in Form von Clustern vor und werden alleinig oder unterstützend zu konventionellen Füllstoffen verwendet (Chen 2010, Ferracane 2011).

Weitere anorganische Bestandteile werden im Kapitel Hilfsstoffe abgehandelt.

### **2.4.3 Verbundphase**

Die anorganischen Füllstoffpartikel werden über sogenannte Silanhaftvermittler an die organische Phase gebunden. Dafür werden bis zu drei der vier Reste eines Silan-Moleküls durch funktionelle Gruppen substituiert, die eine Bindung mit dem Füllkörper eingehen können. Die übrigen Reste werden durch funktionelle Gruppen ersetzt, die einen kovalenten Verbund zur Monomermatrix ermöglichen. Die Füllkörperbeschichtung mit 3-Methacryloxy-Propyl-Trimethoxy-Silan (MPTMS) hat sich diesbezüglich bewährt und wird hauptsächlich angewendet.

Durch die Oberflächenbehandlung werden die Füllkörper bei der Polymerisation gleichmäßig und weitestgehend spannungsfrei in das Gefüge integriert. Das Durchmischen von organischen und anorganischen Anteilen während der Herstellung gelingt mit beschichteten Füllkörpern ebenfalls besser (Kullmann 1990, Kunzelmann 2008).

### **2.4.4 Hilfsstoffe**

Einen kleinen Anteil im Komposit-Gefüge stellen die organischen oder anorganischen Hilfsstoffe dar. Zu nennen sind unter anderem

- **Initiatoren.** Durch Licht oder auf chemischem Wege aktiviert, setzen Initiatoren Radikale frei, welche die Doppelbindungen der Monomere spalten und somit die Polymerisation in Gang setzen.
- **Stabilisatoren.** Meist sterische Phenole, die mit vorzeitig entstehenden Radikalen reagieren und so die Lagerfähigkeit der Materialien erhöhen.
- **Pigmente.** Eine Einfärbung des Komposits wird z.B. durch Eisenoxide erreicht.

- Röntgenopaker. Partikel, die Barium-, Strontium- oder Ytterbium-Atome enthalten, ermöglichen die Röntgensichtbarkeit.

#### **2.4.5 Einteilung der Komposite**

Sehr lange war die Einteilung der Komposit-Materialien nach Lutz (Lutz und Phillips 1983) gebräuchlich. Man unterschied hinsichtlich der Füllkörper-Partikelgröße zwischen Makro-, Mikro- und Hybridkompositen. Die zuletzt genannte Gruppe wurde aufgrund von Weiterentwicklungen in der Füllstofftechnik nach und nach um Fein- und Feinstpartikel-Hybridkomposite, Submikrometer-Komposite, Nanokomposite, etc. ergänzt.

Da aktuell fast ausschließlich Füllkörper verschiedener Größen verwendet werden, schlägt Kunzelmann eine Klassifizierung auf Grundlage des Füllkörpersystems vor (Kunzelmann 2008). Kategorien sind z.B.

- Nanofiller-Primärpartikel + calcinierte Nanofiller-Agglomerate (Filtek Supreme, 3M ESPE).
- Nanofiller-Primärpartikel + kompakte Gläser (Grandio, VOCO).
- Kompakte Gläser + SiO<sub>2</sub> + sphärische, gesinterte Mischoxide + Präpolymerisate (Tetric EvoCeram, ivoclar vivadent).

Weitere Einteilungsmöglichkeiten ergeben sich aus der Viskosität (fließfähiges, konventionelles oder stopfbares Komposit) sowie dem Aufbau der organischen Matrix (reine Methacrylate, säuremodifizierte Methacrylate oder ringöffnende Epoxide) (Powers und Wataha 2006, Kunzelmann 2008).

### ***2.5 Polymerisationsvorgänge***

Komposite können mit zwei unterschiedlichen Verfahren polymerisiert werden. Man unterscheidet die chemische- oder Autopolymerisation nach Vermischen von zwei Komponenten und die physikalische- oder Photopolymerisation nach Bestrahlung mit Licht einer bestimmten Wellenlänge. Während Befestigungskomposite meist dual, d.h. auf beiden beschriebenen Wegen härten, haben sich bei den Füllungskompositen die lichtpolymerisierenden Produkte durchgesetzt. Ein großer Vorteil liegt darin, dass nur eine Komponente verarbeitet werden muss: Da ein Vermischen entfällt, sind Dosierungsfehler oder Lufteinmengen ausgeschlossen. Des Weiteren lässt sich die Polymerisation gezielt starten und ist von überschaubarer Dauer.

Als Initiator bzw. Polymerisations-Auslöser werden dem Komposit meist 0,1 – 0,4 % Campherchinon zugesetzt. Wegen dessen starker Gelbfärbung kommen bei besonders hellen Materialien (Bleaching-Töne) vereinzelt auch Lucirin oder Phenylpropandion zum Einsatz (Völkel 2009). Da deren Absorptionsmaximum im UV-Bereich liegt, muss eine geeignete Polymerisationslampe gewählt werden.

Durch eine Bestrahlung mit blauem Licht (440 – 480 nm Wellenlänge) werden Sauerstoffradikale vom Campherchinon abgespalten (Kettenstart). Die Radikale brechen Doppelbindungen des Monomers auf und sorgen für eine Verkettung und Vernetzung der Moleküle (Kettenwachstum), ohne dass Nebenprodukte entstehen. Sind keine Radikale mehr vorhanden (Kettenabbruch), kommt die Reaktion zum Erliegen. Die Konversionsrate bezeichnet dabei den prozentualen Anteil an umgesetztem Monomer. Sie kann zwischen 35 und 80 % liegen und korreliert stark mit der Beleuchtungsdauer. Der Restmonomergehalt sollte möglichst gering sein, um optimale mechanische Eigenschaften zu erreichen (Borchers et al. 2005) sowie toxische Nebenwirkungen auf den Organismus zu minimieren (Neiss 2008).

Durch die Ausbildung von kovalenten Bindungen während der Polymerisation kommt es neben der erwünschten Aushärtung zu einer mehr oder weniger starken Schrumpfung des Materials in Verbindung mit Spannungen (contraction stress) (Chen et al. 2001, Kleverlaan und Feilzer 2005). Verfärbungen im Randbereich sind oft der erste Hinweis auf Undichtigkeiten, die einen frühzeitigen Füllungsverlust oder Sekundärkaries zur Folge haben können (Bausch et al. 1982).

Das Ausmaß der Polymerisationsschrumpfung ist von verschiedensten Faktoren abhängig. Einige Beispiele sind (Hellwig et al. 2009):

- Typ und Leistung der Lichtquelle.
- Art des Monomers.
- Zusammensetzung (insbesondere Füllstoffgehalt) und Farbe des Komposits.

Obwohl moderne Komposite immer geringere Schrumpfungswerte erreichen, stellt die Kontraktion ein bislang unüberwindbares Problem dar (Ferracane 2011). Um die Spannungen zu minimieren, bietet sich eine von vielen Autoren propagierte inkrementelle Schichttechnik an (Hansen 1986, Park et al. 2008, Kwon et al. 2012). Durch das schrittweise Einbringen von kleinen Kompositportionen nach einer vorgegebenen Reihenfolge und Anordnung wird der C-Faktor, das Verhältnis von gebundener zu freier Komposit-Oberfläche, verkleinert. Weiterhin hat die Verwendung von Polymerisationslampen mit Soft-Start-Programm einen positiven Einfluss (Deliperi und

Bardwell 2002), da hier ein gel-artiger Zustand des Komposits länger aufrecht erhalten wird, bei dem Material von ungebundenen Flächen nachfließen kann, ohne dass Spannungen aufgebaut werden (Davidson und De Gee 1984).

Eine inkrementelle Schichttechnik wird erst durch die Ausbildung einer Sauerstoffinhibitionsschicht an freien Kompositoberflächen ermöglicht. Diese bis zu 150 µm dicke Schicht von unpolymerisiertem Komposit bietet optimale Voraussetzungen zum Anpolymerisieren weiteren Materials (Geis-Gerstorfer und Marxkors 2008), muss aber vom abschließenden Inkrement (durch Ausarbeitung und Politur) entfernt werden.

## ***2.6 Anforderungen an moderne Komposite***

Grundlagen für die klinische Langlebigkeit von Kompositfüllungen sind neben einer sorgfältigen Verarbeitung besonders werkstoffkundliche Eigenschaften der Materialien. Diese werden mit oftmals standardisierten *in-vitro*-Testverfahren bestimmt. Man zählt zu diesen Eigenschaften unter anderem eine geringe Polymerisationsschrumpfung, eine niedrige Wasseraufnahme und Toxizität, einen thermischen Expansionskoeffizienten ähnlich der Zahnhartsubstanz, die hohe Bruch- und Biegefestigkeit, eine gute Abrasionsresistenz, die optimale Farbanpassung an die Zahnhartsubstanz sowie die Farbstabilität im Mundmilieu und eine einfache Handhabung bei der Anwendung (Powers und Wataha 2006).

## ***2.7 Erläuterungen zu den Versuchen***

### **2.7.1 Biegefestigkeit und Elastizitätsmodul**

Der Biegebruchversuch ist in der Materialprüfung eine oft und gern angewandte Methode um die Elastizität eines Werkstoffs zu analysieren (Kim et al. 1991). Man kann mithilfe des durchgeführten Versuchs Informationen über den Elastizitätsmodul (E-Modul) eines Werkstoffs (Sabbagh et al. 2002) sowie über seine Biegefestigkeit (Riehle und Simmchen 2009) erhalten.

Der E-Modul ist definiert durch den Widerstand, den ein Körper seiner (linearen) Verformung entgegensetzt. Ein hoher E-Modul spricht demzufolge für ein steifes Material, ist der Wert niedriger, handelt es sich um ein elastisches, leicht zu biegendes Material (Pitka et al. 2009).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \text{const.} \quad [E] = N/mm^2$$

E – Elastizitätsmodul

$\varepsilon$  – Dehnung

$\sigma$  – Spannung

Die Biegezugfestigkeit beschreibt die Spannung, die ein Prüfkörper maximal aufnehmen kann, bevor er zerbricht. Sie ergibt sich aus folgender Formel:

$$\sigma = \frac{3Fl}{2bh^2} \quad [\sigma] = N/mm^2$$

$\sigma$  – Spannung

F – maximal auf den Körper ausgeübte Kraft in Newton

l – Abstand zwischen den Auflagern (hier: 20 mm)

b – Breite des Probenkörpers (hier: ~ 2 mm)

h – Höhe des Probenkörpers (hier: ~ 2 mm)

Durch die Differenzen der Ergebnisse nach oben beschriebenen Vorbehandlungen (Temperaturlastwechsel und Wasseraufnahme bis zur Sättigung), offenbart sich ein materialinterner Verschleiß an Füllstoff-Matrix-Grenzflächen und innerhalb der Monomerstruktur.

### 2.7.2 Härte

Die Härte ist definiert als der Widerstand, den ein Werkstoff aufbringt, wenn ein anderer (härterer) Körper in ihn eindringt. Dieser Widerstand hängt unter anderem von der Form und Größe des eindringenden Körpers ab (Riehle und Simmchen 2009).

Infolge seiner hohen Beanspruchung ist der Zahnschmelz das härteste Material des menschlichen Körpers; nach Gängler erreicht er eine Vickers-Härte von 300 – 400 (Gängler et al. 2010). Sollen Teile des Zahnes durch eine Füllung ersetzt werden, sind die Ansprüche an den Werkstoff sehr hoch: Eine ausreichende Härte ist für Füllungs-materialien unabdingbar, anderenfalls könnten sich beispielsweise Nahrungsfremdkörper in die Füllung eindrücken oder einbeißen. Die Lebensdauer der Versorgung wäre stark verkürzt und die Oberflächenqualität nach kurzer Zeit ungenügend.

Aus einer Vielzahl von Verfahren wurde in der vorliegenden Arbeit die bereits lange etablierte (Herrmann 2007) statische Härtemessung nach Vickers ausgewählt und durchgeführt. In der DIN EN ISO 6507 (DIN 2006) sind die entsprechenden Rahmenbedingungen festgelegt. Elastische bzw. dynamische Härteeigenschaften der Materia-



lien werden bei dieser Methode im Gegensatz zu anderen Messverfahren vernachlässigt.

### 2.7.3 Druckfestigkeit

Die Druckfestigkeit eines Materials wird beschrieben durch Kräfte, die dem Zerbersten des Werkstoffes aufgrund von mechanischer Druckeinwirkung entgegenstehen (Riehle und Simmchen 2009).

Ermittelt wird der Wert aus folgender Formel:

$$\sigma = \frac{F_{\max}}{A} \quad [\sigma] = MPa$$

$\sigma$  – maximale Druckspannung (unmittelbar vor dem Zerbersten)

$F_{\max}$  – Kraft, mit welcher der Prüfkörper maximal belastet wurde

$A$  – Querschnittsfläche des Prüfkörpers

Der Bezug zur *in-vivo*-Situation lässt sich leicht am „Biss auf den Kirschkern“ veranschaulichen. In der Mundhöhle kommt es aufgrund der vielfältigen, komplexen Formen einer Versorgung und deren Verbund zur Zahnhartsubstanz quasi nie zu isolierten (Druck-) Belastungen, sondern immer zu einer Kombination ganz verschiedener Kräfte und entsprechender Kraftvektoren, die auf eine Restauration einwirken. Dennoch ist es für moderne Komposite wichtig, auch alleinigen sehr hohen Druckkräften ohne Schaden zu widerstehen. Im Molarenbereich ausmodellerte Höckerspitzen wären sonst sicher nicht von Dauer.

### 2.7.4 Wasseraufnahme

Da Kompositfüllungen während ihres gesamten Daseins einem feuchten Milieu ausgesetzt sind, sollen diesbezügliche Betrachtungen nicht fehlen. Besonders in der initialen Phase, wenige Tage bis Wochen nach dem Legen der Füllung kommt es zu physikalischen wie chemischen Reaktionen: Wassermoleküle, die die Oberfläche der Füllung benetzen, dringen dem Fick'schen Gesetz folgend aufgrund ihrer geringen Größe in das Polymernetzwerk ein. Dort können sie schwache polare Bindungen, beispielsweise zu freien Carboxylgruppe eingehen (Bastioli et al. 1990, Kunzelmann 2008). Das Material expandiert, was bisweilen als das „quellen“ von Kompositfüllungen beschrieben wird. Weiterhin wird beobachtet, dass sich Ionen, besonders Silizium, aus dem Gefüge herauslösen (El-Hejazi 2001); man spricht von einer hydrolytischen Degeneration der Füller (Toledano et al. 2003). Neben den anorganischen Anteilen ver-

lassen auch nicht umgesetzte Monomeranteile das Gefüge (Toledano et al. 2003). Die mechanischen Eigenschaften der Komposite werden durch diese Phänomene grundsätzlich negativ beeinflusst (Oysaed und Ruyter 1986, El-Hadary und Drummond 2000).

Überlegungen, den Volumenverlust der Polymerisationsschrumpfung mit dem Volumenzuwachs durch Wasseraufnahme auszugleichen, scheinen aufgrund des Zeitversatzes unpraktikabel (Kunzelmann 2008).

### 2.7.5 Exogene Verfärbungsneigung

Die gegenwärtige allgemeine Beliebtheit der Komposite begründet sich zu wesentlichen Teilen auf den ästhetisch sehr überzeugenden Restaurationsergebnissen bei vergleichsweise geringen Kosten (Krueger-Janson 2010). Leider ist das Wunschbild der unsichtbaren Kompositfüllung oft nicht von Dauer: Durch die modernen Ess- und Lebensgewohnheiten verfärben sich aktuelle Materialien zwar nicht so drastisch wie die Komposite früherer Zeiten, aber dennoch schnell genug, um schon nach wenigen Jahren Liegezeit zum Teil deutliche Farbunterschiede zur umgebenden Zahnhartsubstanz aufzuweisen. Ein Körper bzw. eine Füllung ist demnach farbstabil, wenn eine Verfärbung durch exogene Einflüsse nur sehr schwer möglich ist.

Zur genauen Bestimmung einer Farbe kann der 1976 von Judd und Hunter entwickelte CIE-Lab Farbraum genutzt werden (Commission Internationale de L'Eclairage, beschrieben in der DIN 6174): In einem dreidimensionalen Raum werden einer Farbe mit dem Vektor E drei Koordinaten nach folgendem Schema zugeordnet: L\* (Helligkeit), a\* (rot-grün-Achse) und b\* (gelb-blau-Achse).

Der Farbabstand  $\Delta E$  ist die Strecke zwischen zwei unterschiedlichen Farben  $E_1$  und  $E_2$ . Man berechnet ihn nach folgender Formel:

$$\Delta E = \sqrt{(L_1 - L_2)^2 + (a_1 - a_2)^2 + (b_1 - b_2)^2}$$

Die L\*a\*b\*-Koordinaten sind den menschlichen Farbwahrnehmungen angepasst, d.h. geometrisch bestimmte Farbabstände kommen den visuell wahrgenommenen Unterschieden recht nahe: Je größer die Strecke, desto unterschiedlicher sind zwei Farben voneinander. Es gibt verschiedene Angaben zur Wahrnehmungsgrenze eines Farbunterschieds, ein  $\Delta E < 3$  zwischen Füllung und umgebendem Zahn ist für deren Unauffälligkeit in jedem Falle Mindestvoraussetzung.

### **2.7.6 Abrasion**

Beim abrasiven Verschleiß dringen entweder Rauigkeiten eines Gegenkörpers oder Partikel aus einem Zwischenmedium während einer Tangentialbewegung in den Grundkörper ein. Nach einer Phase der Materialermüdung bilden sich typische Verschleißspuren wie Kratzer und Riefen (Riehle und Simmchen 2009).

Die Simulation der komplizierten abrasiven Vorgänge bei Kaubelastung im okklusalen Bereich von Kompositfüllungen gilt als sehr fehleranfällig und ist nur schwer zu realisieren (Gnauck 2006). Zum Einsatz kam die 1986 von De Gee entwickelte ACTA Abrasionsmaschine (De Gee et al. 1986). Sie gilt als internationaler Standard für die Simulation einer 3-Medien-Abrasion (De Gee und Pallav 1994)

### **2.7.7 Politur**

Die gute Politur einer Kompositfüllung ist eine weitere Voraussetzung für deren Langlebigkeit. An Oberflächen mit einem Rauigkeitswert  $R_a > 0,2 \mu\text{m}$  bildet sich durch erleichterte Bakterienadhäsion besonders schnell eine Plaque-Schicht (Bollen et al. 1997), die im Randbereich der Füllung zu sekundärkariösen Veränderungen führen kann. Außerdem besteht aufgrund fehlender Hygienisierungsmöglichkeiten die Gefahr einer plaqueinduzierten Gingivitis. Durch die beschleunigte An- und Einlagerung von Fremdstoffen an rauen und dadurch vergrößerten Oberflächen verfärben sich ungenügend polierte Kompositfüllungen schnell (Nagem Filho et al. 2003, Antonson et al. 2011). Wird der „Hochglanz“ bei der Politur nicht erreicht, kommt es zu Ästhetikeinbußen: Die Füllung wirkt stumpf und leblos (Antonson et al. 2011).

Nach den Vorgaben der DIN EN ISO 4287:1998 (DIN 1998) unterscheidet man folgende Rauheitskenngrößen zur Beschreibung der Oberflächengüte: Die maximale Rautiefe  $R_t$ , die gemittelte Rautiefe  $R_z$  und den arithmetischen Mittenrauwert  $R_a$ . Letzterem, in dieser Arbeit beschriebenen  $R_a$ -Wert wird dabei die größte Aussagekraft zugesprochen, da er die Gesamtheit der Oberflächenstruktur am besten beschreibt. Er ist, wie mit folgender Formel sowie ABBILDUNG 1 verdeutlicht, der arithmetische Mittelwert der absoluten Höhen aller positiven und negativen Profilspitzen ( $Z$ ) entlang einer vorgegebenen Messstrecke  $l_m$ .

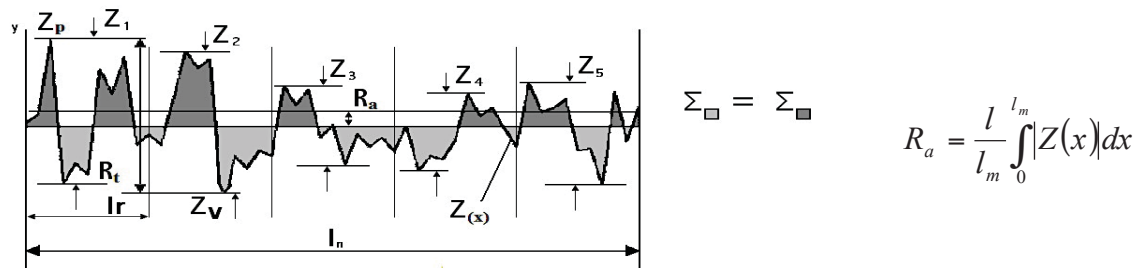


ABBILDUNG 1: Bestimmung des Mittenrauwertes  $R_a$

### 2.7.8 Röntgenopazität

Die Röntgenopazität eines Komposits wird in % Aluminium-Gleichwert angegeben. So erreicht Dentin beispielsweise 118 % der Opazität einer gleich dicken Aluminium-Probe. Beim Zahnschmelz liegt dieser Wert um 215 %. Zur Bestimmung der Röntgenopazität wird zunächst eine Materialprobe mit exakt bekannter Dicke durchleuchtet. Anschließend erfolgt eine Hochrechnung, wie breit ein Aluminiumkörper sein müsste, um eine genauso starke Filmschwärzung bei gleichen Röntgenbedingungen zu erreichen (Gängler et al. 2010).

Die Radioopazität oder Röntgensichtbarkeit ist ein weiterer Anspruch, der an moderne Komposite gestellt wird. Insbesondere darf ein Komposit nur radioopak genannt werden, wenn es die in der DIN EN ISO 4049 unter Punkt 5.5 festgelegten Bedingungen erfüllt (DIN 2000), also röntgendichter als Aluminium ist. Für eine gute Differenzierbarkeit zwischen Füllung und Zahnhartsubstanz bzw. sicherer Randspalt-Bewertung fordert Gängler Werte von über 200 % (Gängler et al. 2010)

Eine gute Röntgensichtbarkeit von Füllungswerkstoffen ist wichtig, um sie in der Diagnostik eindeutig von natürlicher, eventuell geschädigter Zahnschubstanz abgrenzen zu können. Des Weiteren lassen sich so einfacher Aussagen über Randspalt, überstehende Füllungsänder oder sekundärkariöse Prozesse unter der Füllung treffen.

### 2.7.9 Polymerisationsschrumpfung

Komposite haben die Eigenschaft, während ihrer Aushärtung oder Polymerisation an Volumen zu verlieren. Die Monomere der organischen Matrix reagieren in einer chemischen Vernetzung, meist unter Aufspaltung von Doppelbindungen, zu Polymeren. Dabei rücken die Atome enger zusammen, das Gefüge schrumpft merklich. An den Verbundflächen der Restaurationsänder entstehen mehr oder weniger starke Spannungen, die zu Adhäsionsbrüchen und damit Mikrospalten bis hin zu vorzeitigem Füllungsverlust führen (Gängler et al. 2010).

Angegeben wird die Polymerisationsschrumpfung in Prozent, bezogen auf die Volumen- oder Längenänderung eines Prüfkörpers.

Obwohl bei der Entwicklung von Kompositen schon seit je her besonderes Augenmerk auf eine möglichst niedrige Schrumpfung gelegt wurde, ist dessen Vermeidung immer noch eine der größten Herausforderung für alle forschenden Hersteller (Deliperi und Bardwell 2002). Die Forderungen nach einem schrumpfungsfreien Komposit konnten bis jetzt noch nicht erfüllt werden (Lowe 2011, Kwon et al. 2012). Immer wieder stellten sich Neuerungen, die im Vorfeld als Meilensteine oder große Sprünge gepriesen wurden lediglich als kleine, wenn auch wichtige Schritte nach vorn heraus. Es ist essenziell, die Schrumpfung möglichst gering zu halten, denn Komposite finden ihren Halt in der Kavität (neben der mechanischen Verankerung in Mikroretentionen) vor allem durch einen chemischen Verbund zwischen Schmelz bzw. Dentin und Füllungsmaterial. Während der Polymerisation erzeugt das sich kontrahierende Komposit eine mechanische Spannung. Diese entlädt sich im Verbund zur Zahnhartsubstanz, in diesem Fall dem schwächsten Glied in der Kette. Mit der Zeit kommt es zu Rissen und Spaltbildungen an der Grenzzone. Folgen sind Gesamt- oder Teilverlust der Füllung sowie Sekundärkaries, bedingt durch einwandernde Bakterien (Gängler et al. 2010).

### **2.7.10 Polymerisationstiefe**

Seitens der Hersteller werden die maximal zu polymerisierenden Schichtdicken für gewöhnlich mit 2 mm angegeben. Eine Ausnahme bildet die Gruppe der Bulk-Komposite, deren maximale Schichtstärke oft 4 mm beträgt. Um tiefere Kavitäten zu füllen, muss das Material inkrementell eingebracht und polymerisiert werden. Allerdings empfiehlt es sich, auch kleinere Kavitäten mit einer Schichttechnik wie in Kapitel 2.5 beschrieben, zu füllen.

Eine Konversionsrate von 100 %, d.h. die vollständige Umsetzung der organischen Matrix einer Füllung in Polymere ist aus diversen Gründen unmöglich (Schweikl 2011). Unter anderem abhängig von der Polymerisationsdauer werden lediglich Konversionsraten zwischen 50 und 80 % erreicht (Garcia Lda et al. 2010, Ribeiro et al. 2012). Dennoch sollte ein möglichst großer Teil polymerisiert vorliegen, da Monomere allergisierend und möglicher Weise kanzerogen wirken (Munksgaard et al. 1996). Auch die mechanischen Eigenschaften verschlechtern sich mit einer sinkenden Konversionsrate erheblich (Ferracane et al. 1998).

### 3 Ziele der Arbeit

Die Absicht der vorliegenden Arbeit ist es, eine repräsentative Anzahl von zehn neu entwickelten stopfbaren Kompositen zur zahnärztlichen Füllungstherapie vergleichend zu untersuchen. Da auf diesem Gebiet ständig neue Innovationen zu verzeichnen sind und eine Vielzahl an Herstellern in unregelmäßigen Abständen Nachfolgeprodukte mit verbesserten Materialeigenschaften einführt, ist es klinisch tätigen Zahnärzten mitunter nicht möglich, bei der Materialauswahl auf fundiertes und unabhängiges Informationsmaterial mit einem ausreichenden wissenschaftlichen Hintergrund zurück zu greifen. Dies kann dazu führen, dass die Auswahl eines Komposits für den Praxisalltag ausschließlich auf dem gewohnheitsmäßigen Gebrauch, guten Verarbeitungseigenschaften oder Empfehlungen der Industrie beruht. Zwar ist das Indikationsspektrum aller Komposite mittlerweile sehr groß, sodass ein universeller Einsatz weitgehend unbedenklich ist, doch liegt das wahre Potential einiger Werkstoffe in speziellen Anwendungsbereichen.

Es sollen dem behandelnden Zahnarzt demnach praktische Hinweise zu Verarbeitung und Auswahl der Füllungswerkstoffe gegeben werden. Dentalherstellern kann die Arbeit als unabhängige Grundlage zur eigenen Standortbestimmung dienen und Potential für Materialverbesserungen offen legen.

Für eine solch umfassende Übersicht sollen die marktgängigen Komposite Filtek Supreme XTE sowie Filtek Z500 (Nano-Komposite, 3M ESPE), Enamel plus HRI – Universaldentin UD3 (Micro-Hybrid-Komposit, GDF), Venus Diamond (Nano-Hybrid Komposit, Heraeus Kulzer), Tetric EvoCeram Bulk Fill (Nano-Hybrid Komposit, Ivoclar Vivadent), Estelite Sigma Quick sowie Estelite Posterior (Supra-Nanofüller und Sub-Mikron Hybrid Komposite, Tokuyama Dental) und Grandio SO (Nano-Hybrid Komposit, VOCO) sowie ein Entwicklungsmuster bezüglich ihrer werkstoffkundlichen Eigenschaften untersucht werden. Es sollen die Parameter Biegefestigkeit und Elastizitätsmodul, Härte, Druckfestigkeit, Wasseraufnahme, exogene Verfärbungsneigung, Abrasionsfestigkeit, Polierbarkeit, Röntgenopazität und Polymerisationsschrumpfung sowie Durchhärtetiefe bestimmt werden. Mittels rasterelektronenmikroskopischer Untersuchungen wird an Schliff- und Bruchflächen die Füllkörperzusammensetzung analysiert. Ausgewählte mechanische Parameter werden nach einer zusätzlichen künstlichen Alterung (25.000 Temperaturlastwechsel sowie Wasseraufnahme bis zur Sättigung) ermittelt.

## 4 Material und Methode

### 4.1 Überblick über die getesteten Komposite

TABELLE 2: Übersicht aller untersuchten Materialien

Hersteller	Produkt	Materialtyp	Farbe	Interne Farbe	Internes Kürzel
3M ESPE	Filtek Supreme XTE	Nano-Komposit	A3 und Transluzent		FS
3M ESPE	Filtek Z500	Nano-Komposit	A3		FZ
Dentsply	Ceram x mono	Nanokeramisches Komposit	A3		CX
---	Entwicklungsmuster	---	---		EM
GDF	Universaldentin UD3 Enamel plus HRI	Micro-Hybrid-Komposit	A3		UD
Heraeus Kulzer	Venus Diamond	Nano-Hybrid-Komposit	A3		VD
ivoclar vivadent	Tetric EvoCeram Bulk Fill	Nano-Hybrid-Komposit	A3		TE
Tokuyama Dental	Estelite Sigma Quick	Supra-Nanofüller mit sphärischen Füllstoffpartikeln	A3		ES
Tokuyama Dental	Estelite Posterior	Sub-Mikron-Hybrid	A3		EP
VOCO	GrandioSO	Nano-Hybrid	A3		GR



ABBILDUNG 2: Untersuchte Komposite im Überblick; nicht abgebildet: Entwicklungsmuster

Untersucht wurden neun verschiedene, frei auf dem Markt erhältliche Komposite. Außerdem wurde ein Entwicklungsmuster in die Versuchsreihen aufgenommen. Alle Produkte sind von stopfbarer Konsistenz und lichtpolymerisierend bei einer Wellenlänge von 400 – 500 nm. Eine erste Übersicht der untersuchten Komposite gibt die obige TABELLE 2 sowie die ABBILDUNG 2. Detaillierte Herstellerangaben, die aus Produktbeschreibungen und Packungsbeilagen entnommen wurden, folgen im nächsten Abschnitt (TABELLE 3 bis TABELLE 12).

**TABELLE 3: Übersicht zu Estelite Sigma Quick**

<b>Estelite Sigma Quick (Tokuyama Dental Corporation, D-Düsseldorf)</b>			
Organische Matrix	Bis-GMA, TEGDMA		
Füllstoffe	Anorganische Silika-Zirkonium-Sub-Mikrofüller (~ 0,2 µm) Komposite-Füller (Prä-Polymerisate, ~ 2 µm; Bereich 0,1 – 10 µm) Füllstoffanteil: 82 Gew.-% / 71 Vol.-%		
Polymerisationshinweise	2 mm	20 s	260 mW/cm <sup>2</sup>
	2 mm	10 s	900 mW/cm <sup>2</sup>
Verarbeitungszeit	1 min 30 s bei 10000 Lux		
Zahnfarbe	A3		
Chargennummer	092EZO		
Indizierte Kavitätätklassen	I – V		
Internes Kürzel	ES		

**TABELLE 4: Übersicht zu Estelite Posterior**

<b>Estelite Posterior (Tokuyama Dental Corporation, D-Düsseldorf)</b>			
Organische Matrix	Bis-GMA, TEGDMA und Bisphenol-A-Polyethoxy-Methacrylat (Bis-MPEPP)		
Füllstoffe	Silika-Zirkonium-Füller (~ 2 µm; Bereich 0,1 – 10 µm) Füllstoffanteil: 84 Gew.-% / 70 Vol.-%		
Polymerisationshinweise	2 mm	20 s	260 mW/cm <sup>2</sup>
	2 mm	10 s	900 mW/cm <sup>2</sup>
Verarbeitungszeit	50 s bei 10000 Lux		
Zahnfarbe	A3		
Chargennummer	054E41		
Indizierte Kavitätätklassen	I, II, V (Seitenzahnbereich)		
Internes Kürzel	EP		



**TABELLE 5: Übersicht zu Filtek Supreme XTE****Filtek Supreme XTE (3M ESPE Dental Products, D-Seefeld)**

Organische Matrix	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, PEGDMA, Bis-EMA		
Füllstoffe	Zirkonium- u. Silizium-Cluster 0,6 – 10 µm (A3) 0,6 – 20 µm (Transluzent) nicht aggregierte Siliziumfüller (20 nm Partikel) und Zirkoniumfüller (4 – 11 nm Partikel) Füllstoffanteil 78,5 Gew.-% (A3) 72,5 Gew.-% (Transl.)		
Polymerisationshinweise	2 mm	20 s	400 mW/cm <sup>2</sup>
Verarbeitungszeit	---		
Zahnfarbe	A3 sowie Transluzent		
Chargennummer	A3: N274285 Transl: 20091202		
Indizierte Kavitätenklassen	I – V		
Internes Kürzel	FS		

**TABELLE 6: Übersicht zu Filtek Z500****Filtek Z500 (3M ESPE Dental Products, D-Seefeld)**

Organische Matrix	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, Bis-EMA		
Füllstoffe	Zirkonium- u. Silizium-Cluster 0,6 – 1,4 µm, nicht aggregierte Siliziumfüller (20 nm Partikel) Füllstoffanteil 78,5 Gew.-% / 59,5 Vol.-%		
Polymerisationshinweise	2 mm	20 s	400 mW/cm <sup>2</sup>
Verarbeitungszeit	---		
Zahnfarbe	A3		
Chargennummer	N231653		
Indizierte Kavitätenklassen	I – V		
Internes Kürzel	FZ		

**TABELLE 7: Übersicht zu Ceram x mono****Ceram x mono (DENTSPLY DeTrey GmbH, D-Konstanz)**

Organische Matrix	Dimethacrylat-Harz Methacrylat-modifiziertes Polysiloxan		
Füllstoffe	Nicht aggregierte Nanopartikel aus organisch mo- difizierter Keramik (~ 2 – 3 nm) Nanofüller (~ 10 nm) Glasfüller (~ 1 µm) Füllstoffanteil 76 Gew.-% / 57 Vol.-%		
Polymerisationshinweise	2 mm	20 s	500 mW/cm <sup>2</sup>
Verarbeitungszeit	2 min 20 s bei 10000 Lux		
Zahnfarbe	A3		
Chargennummer	1106000489		
Indizierte Kavitätenklassen	I – V		
Internes Kürzel	CX		

**TABELLE 8: Übersicht zu GrandioSO****GrandioSO (VOCO GmbH, D-Cuxhaven)**

Organische Matrix	Bis-GMA, Bis-EMA, TEGDMA		
Füllstoffe	Funktionalisierte Nanopartikel (20 – 40 nm) Glaskeramikkfüller (~ 1 µm) Füllstoffanteil: 89 Gew.-% / 73 Vol.-%		
Polymerisationshinweise	2 mm	20 s	500 mW/cm <sup>2</sup>
	2 mm	10 s	800 mW/cm <sup>2</sup>
Verarbeitungszeit	4 min 30 s		
Zahnfarbe	A3		
Chargennummer	1120117		
Indizierte Kavitätenklassen	I – V		
Internes Kürzel	GR		

**TABELLE 9: Übersicht zu Venus Diamond****Venus Diamond (Heraeus Kulzer GmbH, D-Hanau)**

Organische Matrix	TCD-DI-HEA, UDMA		
Füllstoffe	Barium-Aluminium-Flourid-Glas (bis 20 µm) Diskrete Nanopartikel (~ 5 nm) Füllstoffanteil: 64 Vol.-%		
Polymerisationshinweise	2 mm	20 s	500 mW/cm <sup>2</sup>
Verarbeitungszeit	3 min 30 s bei 8000 Lux		
Zahnfarbe	A3		
Chargennummer	010040		
Indizierte Kavitätenklassen	I – V		
Internes Kürzel	VD		

**TABELLE 10: Übersicht zu Tetric EvoCeram Bulk Fill****Tetric EvoCeram Bulk Fill (ivoclar vivadent GmbH, D-Ellwangen)**

Organische Matrix	Dimethacrylate 17 – 18 Gew.-%		
Füllstoffe	Bariumglas, Ytterbiumtrifluorid, Mischoxid und Präpolymerisate, 40 nm – 3 µm; im Mittel 0,55 µm Füllstoffanteil: 79 – 81 Gew.-% / 60 – 61 Vol.-%		
Polymerisationshinweise	4 mm	10 s	Bluephase Style (1100 mW/cm <sup>2</sup> )
Verarbeitungszeit	3 min 20 s nach ISO 4049		
Zahnfarbe	IVA (Universalfarbe)		
Chargennummer			
Indizierte Kavitätenklassen	I, II, V (Seitenzahnbereich)		
Internes Kürzel	TE		

**TABELLE 11: Übersicht zum Entwicklungsmuster; weitere Angaben sind nicht verfügbar****Entwicklungsmuster**

Zahnfarbe	A3
Internes Kürzel	EM

**TABELLE 12: Übersicht zu Enamel plus HRI – Universaldentin UD3****Universaldentin UD 3 Enamel plus HRI (GDF GmbH, D-Rosbach)**

Organische Matrix	Diurethandimethacrylat Bis-GMA (Iso-propyliden-bis[2(3)-hydroxy-3(2)-(4-phenoxy) propyl]-bis(methacrylat)) 1,4-Butandioldimethacrylat		
Füllstoffe	Glasfüller: mittlere Korngröße: 0,7 µm Pyrogene Kieselsäure: mittlere Korngröße: 40 nm Füllstoffanteil: 75 Gew.-% / 52 Vol.-%		
Polymerisationshinweise	2 mm	40 s	--- mW/cm <sup>2</sup>
Verarbeitungszeit	~ 2 min bei OP-Licht		
Zahnfarbe	A3		
Chargennummer	010040		
Indizierte Kavitätensklassen	I – V (Klasse II: kleine bis mittelgroße Kavitäten)		
Internes Kürzel	UD		

**4.2 Verwandte Lichtpolymerisationsgeräte**

Je nach Versuch bzw. zu testender Materialeigenschaft kamen unterschiedliche Polymerisationsgeräte zum Einsatz. Bei der Prüfkörperherstellung wurden produktspezifische Mindestbelichtungszeiten stets übertroffen. Einen Überblick über die Geräte gibt folgende TABELLE 13. Die angegebenen Lichtleistungen wurden aus der Produktbeschreibung entnommen (Dentacolor XS-Gerät) oder unmittelbar vor Versuchsbeginn gemessen (bluephase-meter, ivoclar vivadent, D-Ellwangen).

**TABELLE 13: Übersicht der verwendeten Lichtpolymerisationsgeräte**

Gerät	Hersteller	Typ	Lichtleistung
Dentacolor XS	Heraeus Kulzer	Polymerisationsgerät	250 mW/cm <sup>2</sup>
Elipar TriLight	3M ESPE	Halogenlampe	450 mW/cm <sup>2</sup>
Bluephase Style	ivoclar vivadent	LED-Lampe	1100 mW/cm <sup>2</sup>
Elipar S10	3M ESPE	LED-Lampe	800 mW/cm <sup>2</sup>

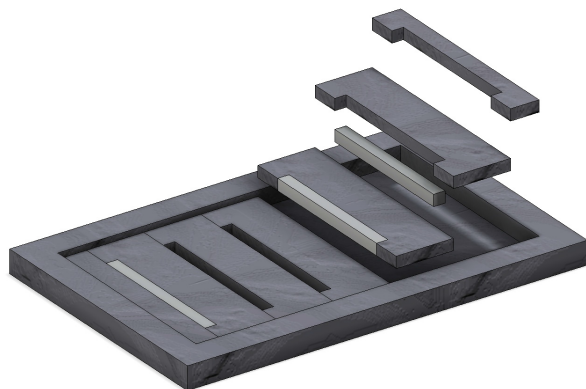
**4.3 Prüfkörperherstellung**

Für die einzelnen Teilversuche werden unterschiedliche Arten von Prüfkörpern benötigt. Die jeweiligen Herstellungsvorschriften werden nachfolgend kurz erläutert. Hohlformen oder andere Hilfsmittel zur Prüfkörperherstellung wurden vor dem Beschicken mit Komposit bei Bedarf leicht mit Silikonöl benetzt, um ein Verkleben der Proben mit den Formen während der Polymerisation zu verhindern. Besonderes Au-

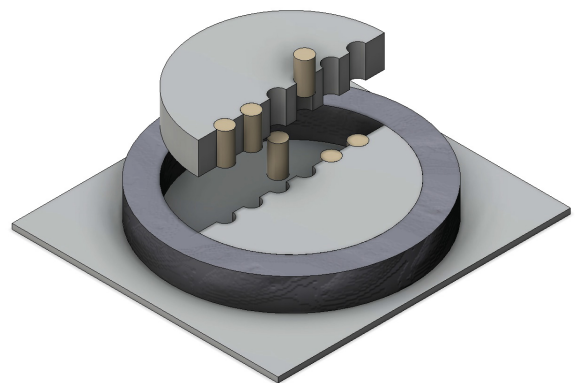
genmerk lag darauf, die Formen homogen und blasenfrei zu befüllen. Um eine mikroskopisch wie makroskopisch ebene Oberfläche zu erreichen und das Ausbilden einer Sauerstoff-Inhibitionsschicht zu vermeiden, bedeckten durchsichtige Celluloid-Folien frei liegende Komposit-Flächen. Augenscheinlich misslungene Prüfkörper wurden von den Versuchen ausgeschlossen.

#### **4.3.1 Prüfkörper zur Bestimmung von Biegefestigkeit, Elastizitätsmodul, Härte und Wasseraufnahme**

Nach Vorschriften der DIN EN ISO 4049:2000 (DIN 2000) wurden Prüfkörper mit 25×2×2 mm Kantenlänge hergestellt. In die sechs Kammern des in ABBILDUNG 3 dargestellten Prüfkörper-Formers aus Messing wurde Komposit-Paste eingebracht, mit einer klaren Folie abgedeckt und für 180 s im Polymerisationsgerät Dentacolor XS (Kulzer, D-Wehrheim) belichtet. Die Proben wurden aus der Form entnommen und weitere 180 s von der Gegenseite polymerisiert um eine maximale Durchhärtung sicher zu stellen. Danach erfolgte eine Entgratung bzw. Entfernung von überschüssigem Material und Kanten-Unebenheiten mit Korundpapier (Körnung: P160).



**ABBILDUNG 3:** Herstellungshilfe für stäbchenförmige Prüfkörper



**ABBILDUNG 4:** Herstellungsverfahren der Prüfkörper für den Druckfestigkeitsversuch

#### **4.3.2 Prüfkörper zur Bestimmung der Druckfestigkeit**

Mit Hilfe einer teilbaren Teflon-Form konnten in einem Durchgang sechs zylindrische Prüfkörper hergestellt werden (ABBILDUNG 4). Die Deckflächen wurden nach Einbringen der Komposit-Masse mit Folie bedeckt und im Dentacolor XS-Gerät je 180 s von Ober- und Unterseite polymerisiert. Nach dem Trennen der Form wurden die heraus gelösten Prüflinge weitere 180 s über die Mantelseite belichtet. Nach der Herstellung wurden die Prüfkörper für 24 h bei 37 °C in destilliertem Wasser gelagert.

### 4.3.3 Prüfkörper zur Bestimmung der exogenen Verfärbungsneigung

Die Prüfkörper-Former bestanden, wie in ABBILDUNG 5 dargestellt, aus Kunststoffplatten mit sechs in einer Reihe liegenden Bohrungen ( $d = 6 \text{ mm}$ ;  $h = 2 \text{ mm}$ ). In diese Hohlräume wurde Komposit-Material der verschiedenen Hersteller eingebracht. Die jeweils erste und letzte Bohrung blieb dabei frei. Die Platten wurden beidseitig mit Folie abgedeckt und im Polymerisationsgerät Dentacolor XS (Kulzer, D-Wehrheim) von der Ober- und Unterseite jeweils 180 s belichtet. Nach der Polymerisation wurden die Folien entfernt, die Proben blieben in ihrer Form.

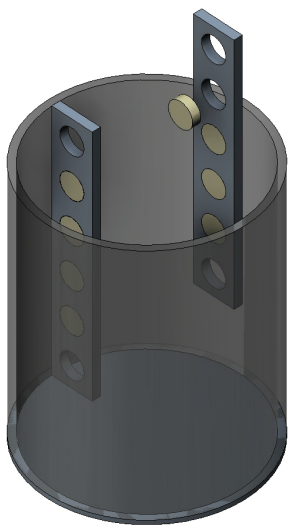


ABBILDUNG 5: Versuchsaufbau zur Bestimmung der Verfärbungsneigung

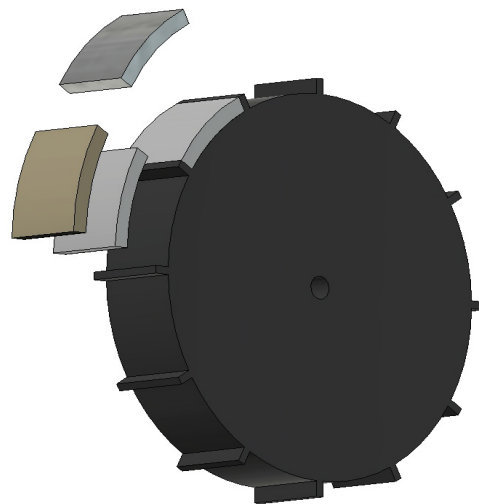


ABBILDUNG 6: Abrasionsrad mit 12 Kammern, außerdem provisorischer Kunststoff, AlMg-Legierung und Komposit angedeutet

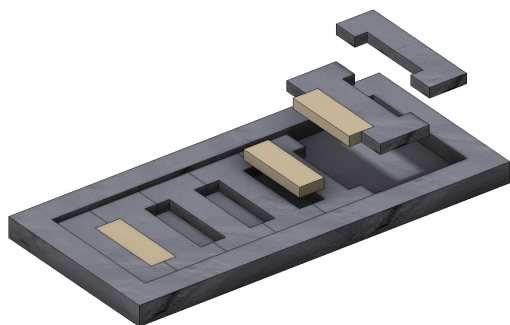
### 4.3.4 Prüfkörper zur Bestimmung der Abrasionseigenschaften

In einem speziellen Abrasionsrad aus Metall befinden sich 12 durch Stege voneinander getrennte Kammern zur Aufnahme von Probenmaterial (ABBILDUNG 6). Diese wurden im Vorfeld durch Korundstrahlen aufgeraut, um einen guten Verbund zum Komposit zu erreichen. Die Seitenwände der Kammern werden durch zwei mit dem Probenrad verschraubte Messingräder gebildet. Ihr Durchmesser beträgt je 51 mm, der des Probenrades 42 mm am Boden und 47 mm an den Stegen. Um Kompositmaterial zu sparen, wurde in alle Kammern eine dünne Schicht chemisch härtender provisorischer Kunststoff (Luxatemp, DMG, D-Hamburg) eingebracht. In einer Kammer wurde ein gewölbtes Plättchen einer Aluminium-Magnesium-Legierung (AlMg) mit Luxatemp eingeklebt, sodass es sich in den vorgegebenen Radius der Messing-

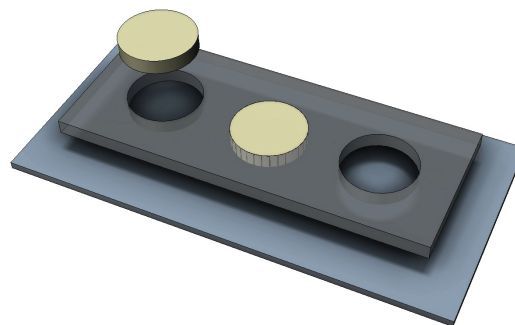
Begrenzungsräder harmonisch und ohne Kante im Übergang einfügt. Um ein Abfallen dieses Plättchens im Versuch zu vermeiden, wurde die Unterseite mit grobem Korundpapier aufgeraut. Die mechanischen Eigenschaften der AlMg-Legierung (in Kap. 4.5.6 näher beschrieben) sind denen des Amalgam sehr ähnlich (Gnauck 2006), damit dient diese Kammer Referenzzwecken. Alle verbliebenen Kammern eines Rades wurden unter Vermeidung von Lufteinschlüssen mit Komposit gefüllt. Durch eine aufgelegte Folie wurde überschüssiges Material ausgestrichen und ein konstanter, dem Messing-Begrenzungsradern entsprechender Radius erreicht. Der spätere Einschleifvorgang konnte so auf ein Minimum reduziert werden. Eine initiale Polymerisation von mindestens 20 s pro Kammer fand durch die aufgelegte Folie hindurch mit der LED-Lampe Bluephase Style (ivoclar vivadent GmbH, D-Ellwangen) statt. Nach Lösen der Verschraubung und Abheben der Folie konnten die Messingräder rechts und links der Kammern abgeschlagen und beide Seiten je 180 s im Dentacolor XS-Gerät ausgehärtet werden. Nach Entgratung mit Korundpapier feiner Körnung wurde das Probenrad 24 h trocken gelagert und anschließend in der ACTA-Abrasionsmaschine (Willytec GmbH, D-München) auf einen gleichmäßigen Durchmesser von 50 mm eingeschliffen. Wie von Gnauck empfohlen, wurde der Versuch mit nur einem Komposit pro Probenrad durchgeführt (Gnauck 2006).

#### **4.3.5 Prüfkörper zur Bestimmung der Polierbarkeit**

Der Prüfkörperformer aus Messing ermöglicht die gleichzeitige Herstellung von sechs Proben mit 15×5×2 mm Kantenlänge (ABBILDUNG 7). Der Boden des Formers wurde mit Folie ausgelegt und Teile, die mit Komposit in Kontakt kamen, mit Silikonöl benetzt, um bei der Polymerisation eine Verklebung mit dem Metall zu verhindern. Komposit-Material wurde in die Formen eingebracht, mit Folie bedeckt und im Dentacolor XS-Polymerisationsgerät für 180 s gehärtet. Nach dem Herauslösen der Proben aus dem Former folgte eine Polymerisation der Gegenseite für weitere 180 s. Von jedem Material wurden je zwei solcher Prüfkörper hergestellt.



**ABBILDUNG 7:** Prüfkör zur Bestimmung der Polierbarkeit



**ABBILDUNG 8:** Prüfkörper zur Bestimmung der Röntgenopazität

#### **4.3.6 Prüfkörper zur Bestimmung der Röntgenopazität**

Eine zylindrische Hohlform aus klarem Kunststoff ( $h = 2 \text{ mm}$ ,  $d = 10 \text{ mm}$ ) wurde, wie in ABBILDUNG 8 dargestellt, mit Komposit beschickt. Ober- und Unterseite wurden mit einer Folie bedeckt und Kompositüberschüsse damit herausgepresst. Die Polymerisation von zwei mal 180 s fand im Dentacolor XS-Gerät statt. Grate und Randunebenheiten konnten mit feinem Korundpapier geglättet werden. Die Prüfkörper lagerten mindestens 24 h an der Luft, bevor die Messungen durchgeführt wurden.

#### **4.3.7 Weitere Prüfkörper**

Zur besseren Verständlichkeit wird die Herstellung der Prüfkörper für Polymerisationsschrumpfung, Polymerisationstiefe und rasterelektronenmikroskopische Analysen in den entsprechenden Kapiteln der Versuchsdurchführung beschrieben.

### **4.4 Vorbehandlungen der Prüfkörper**

Zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften Biegefestigkeit, E-Modul und Härte wurden die Prüfkörper drei verschiedenen Vorbehandlungen unterzogen.

Die ersten Messwerte waren Tageswerte. Dazu wurden die Komposite, die DIN ISO 4049 befolgend, für 24 h bei  $37 \text{ °C}$  in destilliertem Wasser aufbewahrt (Ferracane und Marker 1992, Sabbagh et al. 2002, Junior et al. 2008).

Weitere Messwerte entstanden nach Wasseraufnahme. Die Proben wurden dazu 42 Tage bei  $37 \text{ °C}$  in destilliertem Wasser gelagert. Fortlaufende Gewichtsmessungen belegten nach dieser Dauer für alle Komposite einen mit Wasser gesättigten Zustand. (Siehe hierzu auch den Abschnitt 4.5.4 Wasseraufnahme.)

Zuletzt wurden mittels Temperaturstressung künstlich gealterte Komposit-Prüflinge untersucht. Sie befanden sich für 25.000 Zyklen zwischen 5 und 55°C nach folgendem Schema im Thermocycler V2.5 (Willytec, D-Gräfelfing):

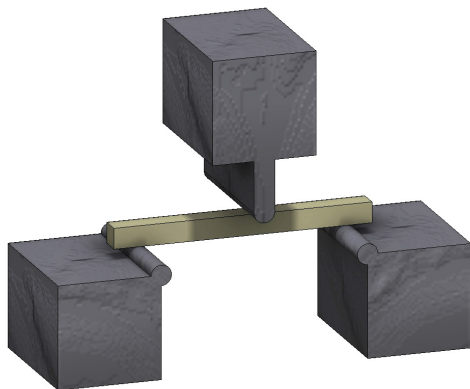
15 s bei 55°C;      2 s abtropfen;      15 s bei 5°C;      2 s abtropfen.

Für alle anderen Versuche fand eine 24-stündige Lagerung entweder trocken bei Raumtemperatur oder in destilliertem Wasser bei 37 °C statt.

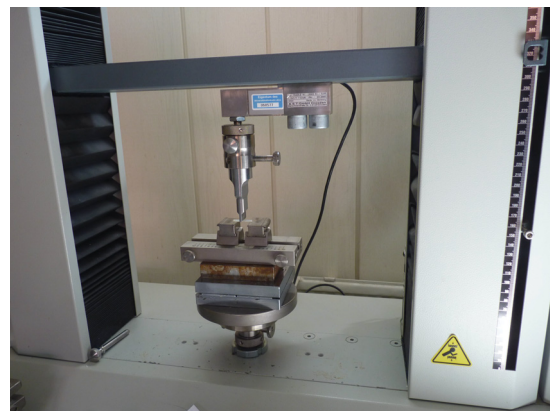
## **4.5 Versuchsaufbau und Durchführung**

### **4.5.1 Biegefestigkeit und E-Modul**

Unter Beachtung der DIN-Vorgaben (DIN EN ISO 4049:2000) wurde der in ABBILDUNG 9 schematisch dargestellte Versuchsaufbau für den 3-Punkt Biegeversuch gewählt:



**ABBILDUNG 9:** Schematische Darstellung des 3-Punkt-Biegeversuchs



**ABBILDUNG 10:** 3-Punkt-Biegeversuch an der Universalprüfmaschine

Prüfgerät für den 3-Punkt-Biegeversuch war die in ABBILDUNG 10 dargestellte Zwick/Roell Universalprüfmaschine Z005 (Zwick, D-Ulm). Die Auflagefläche des Prüfkörpers bilden zwei parallele Auflagen (Walzenförmig;  $d = 2 \text{ mm}$ ) deren Achsen sich in einem Abstand von 20 mm befinden (Stützweite). Ein ebenfalls parallel liegender Stempel von 2 mm Durchmesser ruht mittig über den Auflagen. Während des Versuchs bewegt er sich mit konstanter Geschwindigkeit (1 mm/min) nach unten und belastet somit die Proben zunehmend. Die bis zum Bruch ansteigende Kraft wird vom Computer aufgezeichnet. Eine Auswertungssoftware berechnet nach Eingabe der exakten Prüfkörperhöhe und -breite (1/100 mm) automatisch Bruchfestigkeit sowie E-Modul und stellt ein Kraft-Weg-Diagramm dar.



## 4.5.2 Härte

Die im Biegebruch-Versuch entstandenen Prüfkörperhälften wurden gesammelt und zur Härtebestimmung herangezogen. In vier zufällig ausgewählten Probekörpern wurde an je drei Stellen (zufällig Ober- oder Unterseite) gemessen, sodass für jedes Komposit aus 12 Messwerten ein mittlerer Härtewert bestimmt werden konnte.

Der in ABBILDUNG 11 dargestellte Versuchsaufbau am Prüfgerät 3212002/00 der Firma Zwick erlaubte die Bestimmung der Vickers-Härte, indem sich die Spitze einer gleichseitigen Pyramide unter einem Öffnungswinkel von  $136^\circ$  für 20 s mit einer Kraft von 5 kP (49,03 N) senkrecht in die Probe eindrückte. Die entstandenen Impressionen wurden unter dem Auflichtmikroskop Axiotech 25H (Carl Zeiss, D-Jena) betrachtet (ABBILDUNG 12) und die entsprechenden Diagonalen mit dem Sensor Control Display (Märzhäuser + Dr. Kassen, D-Wetzlar) vermessen. Der Härtewert lässt sich nun nach folgender Formel berechnen:

$$HV = \frac{0,102 \cdot 2 \cdot F \cdot \sin \frac{136^\circ}{2}}{\left(\frac{d_1 + d_2}{2}\right)^2} \approx 0,1891 \frac{F}{d^2}$$

$d_1 / d_2$  – Länge der Diagonalen der Impression

F – Gewichtskraft (Beträgt 49,03 N bzw. 5 kp)

Die Vickers-Härte wird dimensionslos, jedoch unter Nennung der Prüfkraft (in Kilopond) und Belastungszeit (in Sekunden) nach dem Schema  $HV_{F-t}$  angegeben. In diesem Falle also  $HV_{5-20}$ .



ABBILDUNG 11: Versuchsaufbau zur Bestimmung der Vickers-Härte

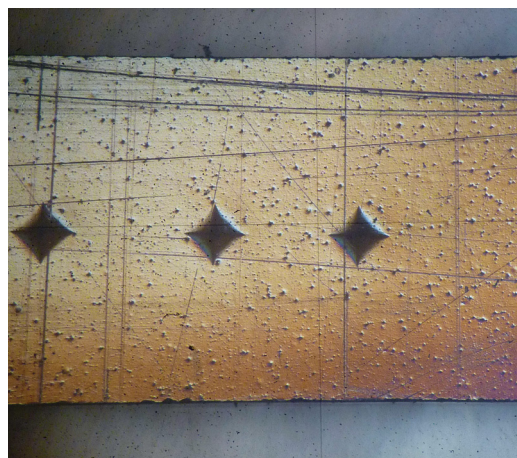


ABBILDUNG 12: Impressionen der Diamant-Pyramide in Kompositproben

### 4.5.3 Druckfestigkeit

Zur Druckfestigkeitsbestimmung der einzelnen Kompositproben kam die Zwick/Roell Universalprüfmaschine Z005 zum Einsatz. Von jedem Material wurden 12 Prüfkörper, wie in Kap. 4.3.2 vorgestellt, getestet. Die Proben wurden nacheinander mittig und aufrecht auf einen Metallteller gestellt. Zentral über der Probe bewegte sich ein computergesteuerter Stempel mit konstanter Geschwindigkeit (1 mm/min) senkrecht nach unten. Die entstehende Druckspannung wurde von der Auswertungssoftware bis zum Bruch in einem Kraft-Weg-Diagramm aufgezeichnet und die Maximalkräfte sowie Stauchungswege tabellarisch angezeigt.

### 4.5.4 Wasseraufnahme

Jeweils sechs der in Abschnitt 4.3.1 beschriebenen stabförmigen Prüfkörper wurden bei 37 °C in destilliertem Wasser gelagert. Änderungen zum zuvor bestimmten Trockengewicht wurden in der ersten Woche täglich, danach wöchentlich notiert. Die Proben wurden zu diesem Zweck vorübergehend aus dem Wasser entnommen, mit Zellstoff kurz abgetupft und mit der digitalen Waage Sartorius BP 210S (Sartorius AG, D-Göttingen) einzeln gewogen, bis anhand der konstant bleibenden Mittelwerte ein Sättigungslevel erreicht wurde.

In der Arbeit wurde lediglich die Wasseraufnahme anhand der Gewichtszunahme betrachtet. Über den Einfluss von Lösungsvorgängen kann somit keine Aussage getroffen werden.

### 4.5.5 Exogene Verfärbungsneigung

Um die Verfärbungsneigung von Kompositen *in vitro* zu bestimmen, wurden in Anlehnung an Angeli (Angeli 2011) verschiedene Färbelösungen, überwiegend mit klinischer Relevanz hergestellt. TABELLE 14 gibt einen kurzen Überblick:

**TABELLE 14: Übersicht der Färbelösungen**

<b>Färbelösung</b>	<b>Herstellung</b>
Aqua dest.	durch den Hersteller
Kaffee („Harmonie“, Melitta)	3,4 g Kaffeepulver auf 60 ml kochendes Wasser, 10 min ziehen lassen
Schwarzer Tee („Assam“, Lipton)	2,75 g losen Tee auf 60 ml kochendes Wasser, 10 min ziehen lassen

Zigaretten tabak („American Blend“, Scout)	2,2 g losen Tabak auf 100 ml kochendes Wasser, 10 min ziehen lassen
Rotwein („Cabernet Sauvignon“, Paron Pilers)	unverdünnt, durch den Hersteller
Rote-Beete-Saft („Deutsche Küche“, tegut)	unverdünnt, durch den Hersteller
Methylenblau (0,005 %ig)	bereits vorrätig

Die in Kapitel 4.3.3 beschriebenen, gefassten Proben wurden zunächst 24 h trocken gelagert und daraufhin mit dem Farbbestimmungsgerät Shade Eye NCC (Shofu, D-Ratingen) auf einer weißen Unterlage vermessen. Der Sensor des Farbbestimmungsgerätes wurde jeweils mittig, senkrecht auf die einzelnen Komposite aufgesetzt. Die notierten  $L^*a^*b^*$ -Werte dienten als Referenzwerte für die Gesamtverfärbung der Produkte. Die Proben wurden zugleich aufrecht in jede der oben beschriebenen Lösungen gestellt und am oberen Ende, außerhalb der Färbelösung mit etwas Abformmasse (Dimension, 3M ESPE, D-Seefeld) fixiert. Verderblichen Stoffen diente der Zusatz einer Spatelspitze Thymol als Konservierungsmittel. Anschließend fand eine vierwöchige Lagerung im Thermoschrank (WTC Binder, D-Tuttlingen) bei 37°C statt. Nach der Einwirkzeit wurden lose Ablagerungen unter fließendem Wasser gründlich abgespült und die Proben mit einem Zellstofftuch trocken getupft. Eine Farbbestimmung wie bereits zuvor beschrieben, schloss sich an. Dabei wurde nur die jeweils homogener gefärbte Seite einer Kompositprobe betrachtet. Eine dritte Farbmessung erfolgte, nachdem jede Probe mit Zahnbürste und Zahnpasta (blend-a-med complete) geputzt wurde. Die Putz-Dauer betrug 10 s pro Probenseite bei einer Kraft von etwa 200 g.

Berechnet man separat für  $L^*$ ,  $a^*$  und  $b^*$  die Verfärbungsneigung  $V$  (Streuung der Komposit-Farbwerte um die Referenz), lässt sich daraus die Gesamtverfärbung bestimmen. Sie gibt an, wie stark sich ein Komposit grundsätzlich verfärbt. Es fließen also die Ergebnisse aller Färbelösungen ein.

#### 4.5.6 Abrasion

Zur Bestimmung des abrasiven Verschleißes kam die 1986 von De Gee entwickelte ACTA Abrasionsmaschine (De Gee et al. 1986) zum Einsatz: Von einem Gegenkörper (Antagonistenrad) wird ein Zwischenmedium dynamisch an ein Abrasionsrad gepresst. Beide Räder werden separat durch Elektromotoren angesteuert und sind in Drehsinn sowie Rotationsgeschwindigkeit frei einstellbar. Der konstante Druck des

Antagonistenrades (in diesem Fall 15 N) wird aufgrund des Zwischenmediums lediglich punktuell (nur wenige Putzkörper gleichzeitig zwischen beiden Rädern) auf das Abrasionsrad übertragen und führt dort zu extrem hohen Belastungen auf kleinster Fläche. Der Penetrationswiderstand der Kompositprobe, mit welcher das Rad bestückt ist, wird überschritten. Die Folge sind Ermüdungserscheinungen und bei wiederholter Belastung Substanzabtrag. Um anschauliche Ergebnisse zu erhalten, wurde die Maschine auf 200.000 Rotationen des Probenrades eingestellt.

Die folgende TABELLE 15 gibt einen Überblick über den Versuchsaufbau.

**TABELLE 15: Versuchsaufbau zur Bestimmung der Abrasionseigenschaften**

<b>Antagonistenrad</b>	<b>Zwischenmedium</b>	<b>Probenrad</b>
Edelstahl, 20 mm Durchmesser, 6 mm Höhe, 12 diagonal eingefräste Nuten (1 mm tief) Rotation mit 130 U/min gegen den Uhrzeigersinn	400 ml Aqua dest. wurden mit 50 g Zahnpastaputzkörpern (Hydrated Silica RMS 110 000 15) vermischt (Gnauck 2006)	11 Kammern mit Komposit gleicher Art gefüllt, 12. Kammer enthält AlMg-Legierung als Referenz. Durchmesser 50 mm Rotation mit 60 U/min im Uhrzeigersinn

Die gegensinnige Rotation der Räder mit entsprechenden Geschwindigkeiten führt zur bereits beschriebenen tangentialen Belastung, die eine Abrasion herbeiführt.

Auch die Antagonistenräder unterliegen, besonders bei mehrmaliger Verwendung einem gewissen Verschleiß. Da sie nicht über alle Versuche hinweg konstante Eigenschaften behalten, ist es zwingend erforderlich, eine Referenz als fixe Größe in den Versuch zu integrieren, um die Ergebnisse der Kompositproben nicht über die Zeit zu verfälschen. Hierfür wird ein dem Probenrad angepasster Körper (ABBILDUNG 6) in eine der zwölf Kammern eingeklebt. Genutzt wird eine spezielle Legierung, die in ihren Eigenschaften (Vickers-Härte, Abrasionsverhalten) dem Amalgam ähnlich ist. Die genaue Zusammensetzung wird folgendermaßen beschrieben (Gnauck 2006):

Legierung:	AlMg <sub>4,5</sub> Mn <sub>0,7</sub>
Zusammensetzung in Gew.-%:	Magnesium: 4,0-5,0; Mangan: 0,7; Eisen: 0,35; Zink: 0,25; Silizium: 0,2; Kupfer: 0,15; Chrom: 0,15; Titan: 0,10; Aluminium: ad 100

Das Ausmaß der Abrasion wird nach 200.000 Zyklen mit dem Hommeltester T6000 (Hommelwerke, Jenoptik, D-Jena) erfasst: Eine Nadel tastet die Oberfläche des Probenrades auf einer Länge von 8 mm senkrecht zur Abrasionsspur mit einer Geschwindigkeit von 0,5 mm/s ab. Die Auswertungssoftware zeigt nun das Profil, von dem die Fläche des Abrasionsgrabens (Tiefe × Breite) in mm<sup>2</sup> bestimmt wird.

Pro Abrasionsrad werden fünf Messungen der AlMg-Legierung zu einem Wert gemittelt. Die 22 Messungen im Komposit-Material (je 2 pro Kammer, abseits der Stege erfasst) werden ebenfalls in einem Mittelwert vereint und relativ zum Referenz-Mittelwert (entspricht 100 %) betrachtet (Rzanny 2003). Dieses Vorgehen ist nötig, da das Antagonistenrad auch einer Abrasion unterliegt und dessen Verschleiß die Abrasionstiefe im Probenrad beeinflusst.

#### 4.5.7 Politur

Um zu überprüfen, wie gut sich die einzelnen Komposite polieren lassen, kamen zwei Verfahren zum Einsatz. Eine identische Ausgangssituation für beide Methoden (nur eine Messreihe zur Überprüfung) wurde durch die Probenbearbeitung mit einem 12-schneidigen Hartmetallfräser (roter Ring) geschaffen. Die Politur erfolgte an jeweils einer Probe pro Komposit in logischer Reihenfolge der Polierstufen (von grob nach fein). Dabei wurde mit jeder Stufe so lang poliert, bis eine, der Körnung entsprechende, optimale Oberflächenqualität sicher erreicht war. Zur besseren Vergleichbarkeit der Ergebnisse kamen nur fabrikneue Polierer zum Einsatz.

**Variante 1:** Das zweistufige Ausarbeits- und Poliersystem CompoMaster bzw. CompoMaster Coarse der Firma Shofu (Shofu Dental GmbH, D-Ratingen) wurde um die Hochglanzpolitur mit Baumwoll-Schwabbel und Polierpaste (Dura-Polish DIA, Shofu) ergänzt (TABELLE 16).

**TABELLE 16: Politur-Variante 1 mit zweistufigem CompoMaster- System**

<b>Polierstufe</b>	<b>Bezeichnung</b>	<b>Drehzahl (U/min)</b>
Hartmetallfräser	Ausarbeitung	15.000
CompoMaster Coarse	Konturierung und Vorglättung	10.000
CompoMaster	Politur	10.000
Baumwoll-Schwabbel und Polierpaste (Dura-Polish DIA)	Hochglanzpolitur	5.000

**Variante 2:** Den Abschluss der vierstufigen Politur mit Super-Snap Polierscheiben (Shofu) bildete die Hochglanzpolitur mit filzbeschichteten Super-Snap Buff Discs (Shofu) (TABELLE 17).

**TABELLE 17: Politur-Variante 2 mit vierstufigem Super-Snap Poliersystem**

<b>Polierstufe</b>	<b>Bezeichnung</b>	<b>Drehzahl (U/min)</b>
Hartmetallfräser	Ausarbeitung	15.000
Super-Snap Scheibe schwarz	grobe Körnung / Konturieren	10.000
Super-Snap Scheibe lila	mittlere Körnung / Finieren	10.000
Super-Snap Scheibe grün	feine Körnung / Polieren	10.000
Super-Snap Scheibe rosa	extrafeine Körnung / Hochglanz	10.000
Super-Snap Buff Disc	Hochglanz	5.000

Nach Abschluss eines jeden Polierschrittes wurde die Oberfläche mit dem Hommel Tester T1000 (Hommelwerke GmbH, D-Schwenningen) analysiert. Das nach dem mechano-elektrischen System arbeitende Prüfgerät fährt die Oberfläche des Probenkörpers dazu mit einer Abtast-Nadel auf einer Strecke von 1,25 mm ( $l_m$ ) ab und gibt automatisch den ermittelten  $R_a$ -Wert aus. Die bearbeitete Oberfläche wurde hierzu auf fünf zufällig ausgewählten, senkrecht zur Polierrichtung liegenden Strecken abgetastet. Aus den Ergebnissen wurde anschließend ein Mittelwert gebildet.

#### **4.5.8 Röntgenopazität**

Der Versuch fand in Anlehnung an die Vorgaben der DIN EN ISO 4049:2000 statt. Zur Aufstellung einer Referenzgerade wurden zuerst acht unterschiedlich dicke Plättchen aus reinem Aluminium geröntgt (0,5; 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 4; 5 mm, jeweils mit über 99,5 % Reinheitsgrad). Der Abstand zwischen Film und Strahlenausstrittsöffnung betrug 50 mm bei senkrechtem Strahlengang. Alle Objekte lagen während der Aufnahme direkt auf dem Film. Verwendet wurden standardmäßige Zahnrontgenfilme (Kodak GmbH, D-Stuttgart). Die Belichtungszeit betrug 0,06 s bei 60 kV Leistung. Im Anschluss wurden die Filme im Röntgenfilm-Entwickler XR 24 Pro (Dürr Dental AG, D-Bietingheim-Bissingen) automatisch entwickelt und kurz begutachtet. Zu sehen ist jeweils ein Bereich ohne Objekt (Hintergrund) und ein Bereich, der sich durch die Probekörper verschattet darstellt.

In gleicher Art und Weise wurden auch die in Abschnitt 4.3.6 beschriebenen Prüfkörper der Komposite geröntgt.

Die Messung der Filme (Bestimmung des Schwärzungsgrades) erfolgte im Günter-Köhler-Institut für Fügetechnik und Werkstoffprüfung, Jena. Dafür wurden die Aufnahmen von Aluminium-Plättchen und Kompositproben in einem Röntgenfilm-Betrachtungsgerät unter gleichbleibender Ausleuchtung mittels Densitometer (Densorapid-A, Kowotest, D-Langenfeld) vermessen. Im abgedunkelten Raum wurden die belichteten Röntgenfilme nacheinander auf die Lichtaustrittsfläche des Betrachtungsgerätes aufgelegt. Eine Kalibrierung des Densitometers erfolgte durch die erstmalige Messung an einer maximal belichteten bzw. geschwärzten Stelle eines Röntgenfilmes. Solchen Stellen der höchsten Strahleneinwirkung wird der Helligkeitswert Null zugeordnet. Sie finden sich auf jedem Röntgenfilm als Hintergrund auf dem die Probe liegt. Anschließend wurden nacheinander die Filme der Komposit- und Aluminiumproben aufgelegt und deren Helligkeitsdifferenzen zum Referenzwert logarithmisch erfasst.

#### 4.5.9 Polymerisationsschrumpfung

Die lineare Polymerisationsschrumpfung wurde in dieser Arbeit wie folgt bestimmt: Grundlage war die Prüfmaschine DMA7 (Dynamic Mechanical Analyzer, Perkin Elmer, D-Rodgau), deren Messfühler in Form eines beweglichen Stempels selbst feinste Bewegungen in der Vertikalen registriert ABBILDUNG 13. Zum besseren Verständnis ist der Versuchsaufbau in ABBILDUNG 14 schematisch dargestellt:

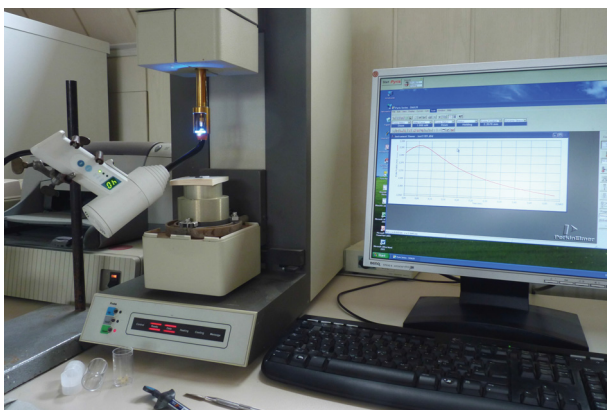


ABBILDUNG 13: Bestimmung der Polymerisationsschrumpfung mittels DMA7

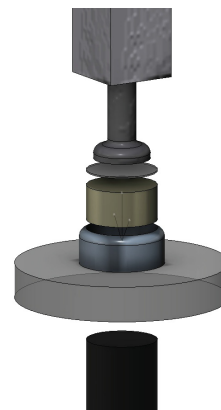


ABBILDUNG 14: Schematische Darstellung der Polymerisationsschrumpfung; von oben nach unten: Stempel, Deckplättchen, Komposit, Messingformer, Glasteller, Lichtleiter

Der Stempel liegt nahezu drucklos mit 50 mN auf einem Kunststoffplättchen, welches die Kompositprobe bedeckt. Nach vorheriger Kalibrierung (Probenaufgabe plus Höhe des Kunststoffplättchens erhält den Wert Null) kann bereits die Stärke der un-polymerisierten Probe mit einer Genauigkeit von  $1 \times 10^{-5}$  mm bestimmt werden. Ein Messingring (h = 2,5 mm; d = 5 mm) auf einem Gestelle (Auflagefläche) hält das Rohmaterial in Form. Es muss genauestens auf eine blasenfreie, homogene Beschichtung des Rings geachtet werden, da jegliche Fehlstellen oder Randspalte die Messung verfälschen und damit unbrauchbar machen würden. Sobald die Polymerisationslampe (Epilar TriLight, 3M ESPE, D-Seefeld) von unten, durch den Gestelle hindurch die Kompositprobe bestrahlt, beginnt die Polymerisation und damit Kontraktion der Probe. Diese wird vom DMA7 dynamisch registriert und an die Auswertungssoftware übermittelt. Dargestellt wird ein Weg-Zeit-Diagramm, aus dem sich die prozentuale lineare Polymerisationsschrumpfung S nach folgender Formel bestimmen lässt:

$$S[\%] = 100 \cdot \frac{h_0 - h_1}{h_0}$$

$h_0$  – Höhe der Probe vor Polymerisationsbeginn

$h_1$  – Höhe der Probe am Ende der Messung

S – lineare Polymerisationsschrumpfung

Zur Bestimmung eines Mittelwertes wurden je Komposit mindestens sechs Proben polymerisiert.

#### 4.5.10 Polymerisationstiefe

Eine zylindrische Hohlform (h = 10 mm; d = 4 mm) aus Teflon wurde blasenfrei und vollständig mit Komposit gefüllt. Die Deckflächen wurden mit Folie bedeckt und überschüssiges Material dabei ausgestrichen. Es wurde für 20 s mit einer Leistung von 800 mW/cm<sup>2</sup> polymerisiert. Die Austrittsöffnung (d = 10 mm) der Elipar S10 Polymerisationslampe (3M ESPE, D-Seefeld) ruhte dabei senkrecht und mittig mit einem Abstand von 2 mm über der Probe.

Gleich im Anschluss wurden die Folien beidseits entfernt und die vom Licht abgewandte Seite mit einem Penetrometer (AP4/3, VEB Feinmess, D-Dresden) untersucht. Dazu fährt eine stumpfe Nadel (d = 0,5 mm) senkrecht mit einer Last von 100 g bis zum Stillstand in das noch weiche Material. Somit entspricht die Differenz zur gesamten Probenhöhe der Durchhärtetiefe.



#### **4.5.11 Rasterelektronenmikroskopische Analysen**

Mit Hilfe eines Rasterelektronenmikroskops (REM) konnte die Feinstruktur der Komposite betrachtet werden. Pro Komposit wurden je eine Glattfläche und eine Bruchfläche der 1 d in Aqua dest. gelagerten Proben für die Analyse vorbereitet:

Bruchfläche: Nach der Befestigung auf einem Objektträger (Bruchfläche zeigt nach oben) mussten die Proben aus technischen Gründen mit einer dünnen Goldschicht versehen werden (sputtern). Diese Goldbeschichtung von etwa 50 nm Dicke dient der Visualisierung der Probe im REM und hat keinen verfälschenden Einfluss auf das Endergebnis.

Schlifffläche: Die Prüfkörper wurden längsseits im Epoxidharz Specifix 20 (Struers GmbH, D-Willich) eingebettet und daraufhin einer Schleifstraße unterzogen, deren Abschluss Korundpapier mit der Körnung P4000 bildete. Durch die endgültige Politur an der Nassschleifmaschine DAP V (Struers) unter Zuhilfenahme einer Diamantsuspension der Körnung 1  $\mu\text{m}$  konnte eine extrem glatte Oberfläche geschaffen werden. Auch diese Proben mussten, in diesem Fall mit Kohlenstoff, besputtert werden. Das Sputtern sowie die Betrachtung im REM fanden im Elektronenmikroskopischen Zentrum der Universität Jena statt. Abbildungen ausgewählter Schliff- und Bruchflächen sind im Abschnitt Ergebnisse unter Punkt 5.11 dargestellt.

#### ***4.6 Mathematisch- statistische Analyse der Messergebnisse***

Die normal verteilten Ergebnisse der einzelnen Versuchsreihen wurden im arithmetischen Mittel ( $\bar{x}$ ) und zugehöriger Standardabweichung (s) zusammen gefasst. Säulendiagramme mit dazugehörigem Konfidenzintervall als Fehlerbalken veranschaulichen die Versuchsergebnisse. Mittels zweiseitigem Student'schen T-Test wurden die Mittelwerte auf Signifikanz überprüft. p-Werte  $< 0,05$  werden dabei als „signifikant“ und p-Werte  $< 0,01$  als „hoch signifikant“ bezeichnet. Da die Darstellung signifikanter Unterschiede die Übersichtlichkeit der Ergebnisdiagramme stark einschränken würde, sind ausführliche Signifikanz-Tabellen dem Anhang beigelegt.

Alle statistischen Auswertungen erfolgten mit den Programmen Microsoft Office Excel 2011 sowie SPSS Version 21.

## 5 Ergebnisse

Um die Übersichtlichkeit zu wahren, sind ausführliche Ergebnis- und Signifikanztabellen im Anhang zusammengefasst. Die in den Diagrammen verwendeten Farbcodierungen und Abkürzungen sind dem Abkürzungsverzeichnis zu entnehmen.

### 5.1 Biegefestigkeit und Elastizitätsmodul

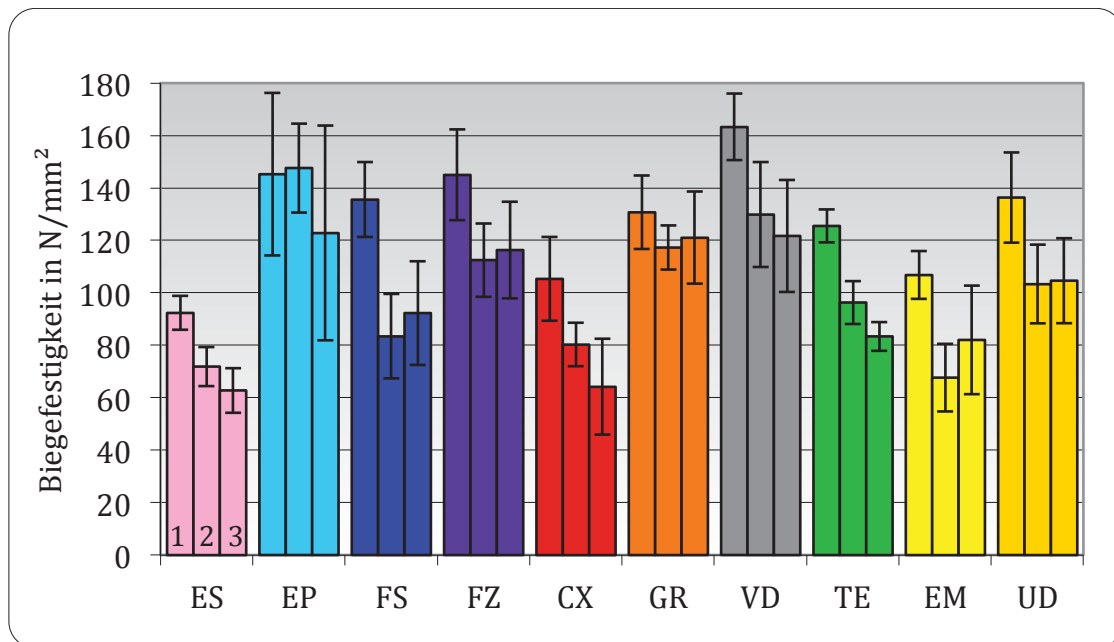
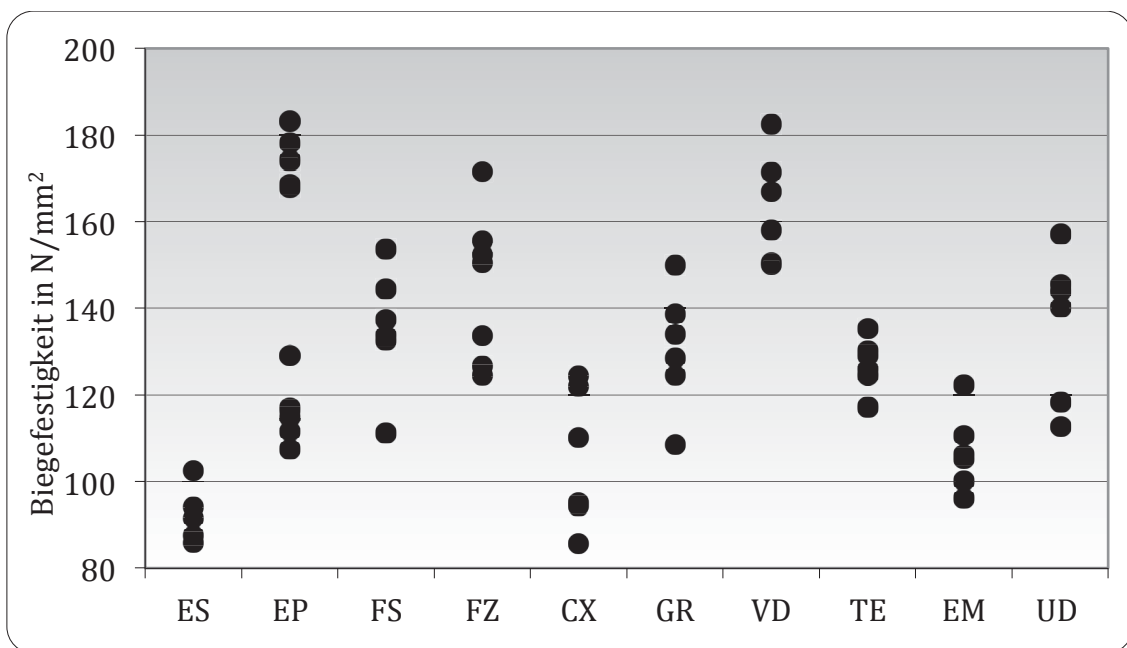


ABBILDUNG 15: Biegefestigkeiten der Komposite nach unterschiedlichen Vorbehandlungen

- 1: Werte nach 1d H<sub>2</sub>O
- 2: Werte nach Wasseraufnahme
- 3: Werte nach 25 000 TLW

In ABBILDUNG 15 ist die Biegefestigkeit der Komposite nach unterschiedlichen Vorbehandlungen gezeigt. Dabei bildet der jeweils erste, mit 1 gekennzeichnete Balken den mittleren Festigkeitswert nach 24-stündiger Lagerung im destillierten Wasser. Der zweite Balken symbolisiert die Mittelwerte des jeweiligen mit Wasser gesättigten Komposits (Lagerung für 42 Tage in Aqua dest. bei 37 °C). Der mit 3 gekennzeichnete Balken zeigt die mittlere Festigkeit nach 25 000 Temperaturlastwechseln in den Grenzen der bei Nahrungsaufnahme zu beobachtenden intraoralen Temperaturschwankungen. Die zahlreichen Informationen dieses Diagramms sollen nun kurz erläutert werden: Zunächst wird nur der jeweils erste Balken betrachtet. Den höchsten Festigkeitswert bei der Messung nach einem Tag erreichte Venus Diamond mit 163 N/mm<sup>2</sup>, die Unterschiede zu den darauf folgenden Produkten Estelite Posterior und Filtek Z500 (jeweils 145 N/mm<sup>2</sup>) waren jedoch nicht signifikant. Estelite Sigma Quick war mit einem Wert von 92 N/mm<sup>2</sup> das einzige Produkt unter 100 N/mm<sup>2</sup>. Die

Ergebnisse waren jedoch mit einer prozentualen Standardabweichung von etwa 7 % sehr konstant. Nur das Bulk-Komposit (TE) konnte diesen Wert mit 5 % unterbieten. Venus Diamond lag mit ca. 8 % in einem ähnlich niedrigen Bereich. Im Gegensatz dazu stand Estelite Posterior: Aufgrund der stark schwankenden Messwerte wurden statt der sonst üblichen 6 Messungen hier 12 Werte erhoben. Trotzdem war die prozentuale Standardabweichung von über 21 % mit Abstand die höchste im Test. Dieser Sachverhalt wird nochmals in ABBILDUNG 16 verdeutlicht:



**ABBILDUNG 16: Einzelmesswerte für die Biegefestigkeit nach eintägiger Lagerung im Aqua dest. durch Punkte dargestellt**

Man sieht, dass die Messwerte für TE oder ES vergleichsweise dicht beisammen liegen. Bei Estelite Posterior imponiert dagegen eine erste Häufung von Messwerten bei etwa 115 N/mm<sup>2</sup> und eine weitere im Bereich von etwa 175 N/mm<sup>2</sup>. Im Abschnitt dazwischen finden sich keinerlei Messwerte. Nach der Durchführung von zwölf Messungen manifestierte sich dieses Phänomen sogar noch deutlicher als bei den zunächst standardmäßig durchgeführten sechs Messungen.

Alle untersuchten Composite erfüllten die in der entsprechenden DIN-Norm festgelegten Anforderungen einer Biegefestigkeit über 80 N/mm<sup>2</sup> für intraoral lichthärtende Füllungskunststoffe.

Der zweite Balken in ABBILDUNG 15 charakterisiert die Biegefestigkeit nach Wasseraufnahme bis zur Sättigung. Bei fast allen Composite war ein hoch signifikanter Rückgang der Biegefestigkeit festzustellen. Bei GrandioSO war dieser Rückgang nicht

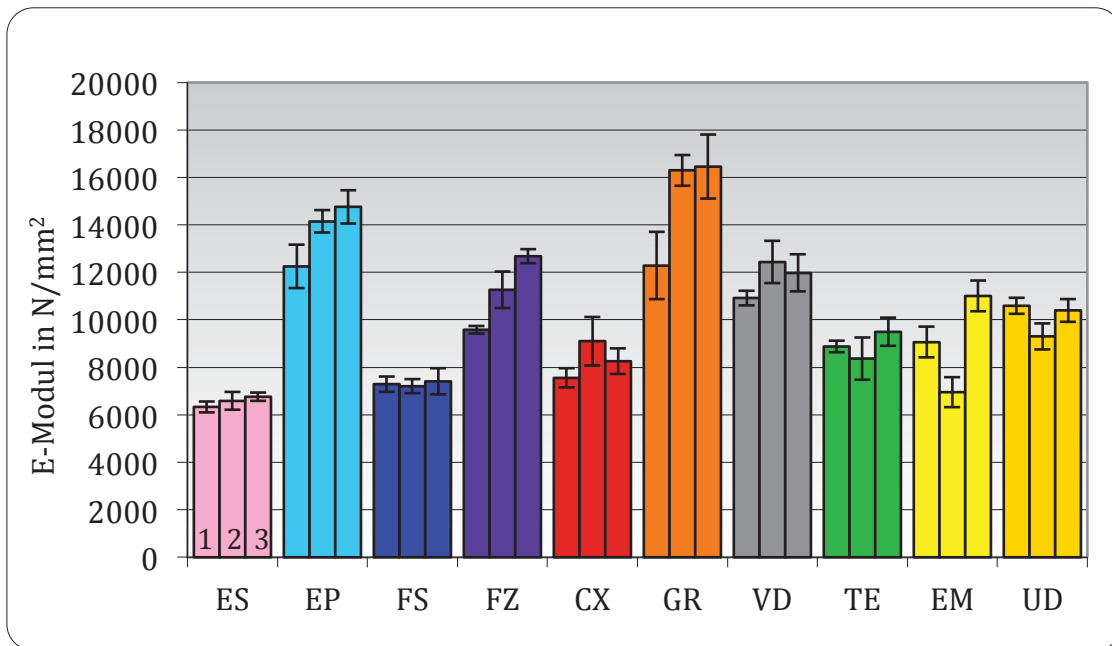
signifikant. Bei Estelite Posterior kam es sogar zu einer, jedoch nicht signifikanten, Steigerung der Biegefestigkeit. Im Durchschnitt sank die Belastbarkeit nach Wasseraufnahme um 22 % oder 28 N/mm<sup>2</sup>. Mit 52 N/mm<sup>2</sup> bzw. 38 % war der Rückgang für Filtek Supreme XTE am stärksten; das Entwicklungsmuster folgte mit 39 N/mm<sup>2</sup> bzw. 37 % dicht darauf. Estelite Posterior, bei dem die Streuung der Messwerte nach Wasseraufnahme nicht mehr so groß war, wie bei Bestimmung der Tageswerte, zeigte bei dieser klinisch sehr relevanten Messung die besten Ergebnisse. Der Abstand zu Venus Diamond war jedoch nicht signifikant: Es wurden 148 N/mm<sup>2</sup> bzw. 130 N/mm<sup>2</sup> erreicht.

Die Produkte ES, FS, CX und EM lagen dicht an- bzw. unterhalb der geforderten Biegefestigkeit von 80 N/mm<sup>2</sup> und würden damit nur knapp bzw. nicht mehr die Vorgaben der DIN-Norm erfüllen.

Die in Balken 3 dargestellten Werte nach Temperaturlastwechseln sind mit einer extremen Belastung für die Prüfkörper und damit einer sehr hohen Standardabweichung von durchschnittlich 19 % verbunden. Auch der Biegefestigkeits-Verlust von durchschnittlich 32 N/mm<sup>2</sup> spricht für diesen Fakt. Es konnten lediglich bei den Produkten GrandioSO und Estelite Posterior keine signifikanten Unterschiede zu den Tageswerten festgestellt werden, wobei dies bei einer jetzt auf 33 % gestiegenen Standardabweichung von EP kritisch zu betrachten ist. Es ließ sich dabei wieder die bereits beschriebene Aufspaltung in einige sehr hohe (bis 168 N/mm<sup>2</sup>) und einige sehr niedrige (unter 70 N/mm<sup>2</sup>) Messwerte beobachten. EP zählte nach dieser Vorbehandlung dennoch zusammen mit den Produkten FZ, GR, VD und UD zu den Spitzenreitern, die nur selten signifikante Unterschiede untereinander aufwiesen. ES und CX bildeten mit Biegefestigkeiten von 63 bzw. 64 N/mm<sup>2</sup> den Abschluss.

Die höchste über alle Vorbehandlungen gemittelte Biegefestigkeit erreichte trotz aller Schwankungen Estelite Posterior mit 139 N/mm<sup>2</sup>. Annähernd gleiche Werte konnten bei Venus Diamond (138 N/mm<sup>2</sup>) gemessen werden. Bei Estelite Sigma Quick (76 N/mm<sup>2</sup>) und Ceram x mono (83 N/mm<sup>2</sup>) wurden dagegen die geringsten Biegefestigkeiten ermittelt.

Positiv hervor zu heben ist Tetric EvoCeram Bulk Fill mit einer besonders niedrigen durchschnittlichen Standardabweichung von lediglich 6,7 %, was für eine konstante Material- bzw. Prüfkörperqualität spricht. Bemerkenswert sind außerdem GrandioSO und –mit Einschränkungen– auch Estelite Posterior, da bei beiden Produkten Materialstressungen keinerlei signifikanten Einfluss auf die Biegefestigkeit hatten.



**ABBILDUNG 17: E-Modul der Komposite nach unterschiedlichen Vorbehandlungen**

- 1: Werte nach 1d H<sub>2</sub>O
- 2: Werte nach Wasseraufnahme
- 3: Werte nach 25 000 TLW

Die Säulen-Nummerierung mit 1, 2 und 3 in ABBILDUNG 17 entspricht wie bereits im Diagramm für die Biegefestigkeit (ABBILDUNG 15) beschrieben, den Messwerten für unterschiedliche Vorbehandlungen. Nach der eintägigen Lagerung in Aqua dest. wurden für GrandioSO und Estelite Posterior mit 12 280 bzw. 12 250 N/mm<sup>2</sup> die höchsten E-Moduln gefunden, besonders bei GrandioSO streuten diese Werte mit einer Standardabweichung von 12 % stark. Konstantere, jedoch geringere Ergebnisse erzielten hierbei Estelite Sigma Quick (6 330 N/mm<sup>2</sup>) und Filtek Supreme (7 300 N/mm<sup>2</sup>). Im Mittel lag der E-Modul nach eintägiger Lagerung bei 9 480 N/mm<sup>2</sup> und damit etwa 690 N/mm<sup>2</sup> unter dem Durchschnittswert der mit Wasser gesättigten Komposite. Für ES, FS und TE konnten keine signifikanten Veränderungen festgestellt werden. Bis auf das Entwicklungsmuster sowie das Universaldentin der Firma GDF, deren Elastizitätsmoduln sanken, wurden alle übrigen Produkte durch die Wasseraufnahme signifikant steifer. Besonders deutlich war dieser Effekt bei GrandioSO, dessen Werte sich sowohl nach Wasseraufnahme als auch nach TLW um durchschnittlich 4 100 N/mm<sup>2</sup> bzw. 33 % im Vergleich zum Tageswert vergrößerten. Somit erreichte GR auch im Vergleich zu den Mitbewerbern die signifikant höchsten E-Moduln nach Wasseraufnahme und Temperaturlastwechseln. Sie unterschieden sich mit 16 300 bzw. 16 450 N/mm<sup>2</sup> nicht signifikant. Die geringsten E-Moduln nach Wasseraufnahme und Temperaturlastwechseln erreichten Estelite Sig-

ma Quick mit 6 590 bzw. 6 760 N/mm<sup>2</sup> und Filtek Supreme XTE mit 7 210 bzw. 7 410 N/mm<sup>2</sup>. Beim Entwicklungsmuster gab es lediglich nach Wasseraufnahme einen Einbruch auf 6 960 N/mm<sup>2</sup>, der Wert nach Temperaturstressung vergrößerte sich um 1 950 N/mm<sup>2</sup> im Vergleich zum 1-Tages-Wert.

Trotz niedriger Werte war Filtek Supreme XTE das einzige Produkt, dessen E-Modul durch Vorbehandlungen nicht signifikant beeinflusst wurde. Bei ES, EP, FS, CX, GR und VD konnten keine signifikanten Unterschiede zwischen den E-Moduln für Wasseraufnahme und Temperaturlastwechseln festgestellt werden.

## 5.2 Härte

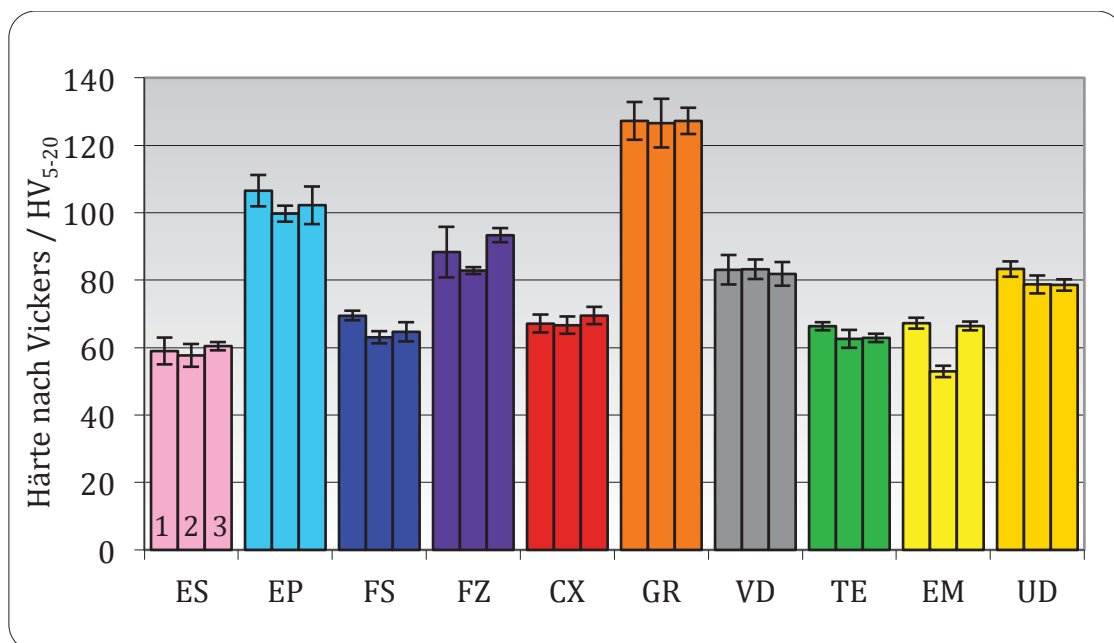


ABBILDUNG 18: Härte-Werte (HV<sub>5-20</sub>) der Komposite nach unterschiedlichen Vorbehandlungen

- 1: Werte nach 1d H<sub>2</sub>O
- 2: Werte nach Wasseraufnahme
- 3: Werte nach 25 000 TLW

In ABBILDUNG 18 ist die Vickers-Härte der Komposite nach unterschiedlichen Vorbehandlungen dargestellt. Die Aufschlüsselung der einzelnen Balken wurde beibehalten und bereits oben näher beschrieben. Sämtliche Werte beziehen sich auf das in Kapitel 4.5.2 erläuterte Prüfverfahren HV<sub>5-20</sub>. Einzelheiten zu den Prüfkörper-Vorbehandlungen sind Kapitel 4.4 zu entnehmen.

Das Komposit GrandioSO erreichte mit einer durchschnittlichen Härte von 127 den höchsten Wert, unterschiedliche Vorbehandlungen verursachten dabei keine signifikanten Unterschiede. Nach Wasseraufnahme betrug die absolute Standardabweichung

chung jedoch 7,3, was neben dem Tageswert von Filtek Z500 mit einem Fehler von 7,5 zu den höchsten Schwankungen in allen Härtemessungen zählte.

Venus Diamond war das einzige weitere Komposit, bei dem die verschiedenen Vorbehandlungen die Ergebnisse nicht signifikant beeinflussten. Bei Estelite Sigma Quick gab es nur zwischen den Werten nach Wasseraufnahme und Temperaturlastwechseln signifikante Unterschiede. Weitere Angaben zu Signifikanzen sind den Tabellen im Anhang zu entnehmen. Die geringeren Härte-Werte von ES, FS, CX, TE und EM ähneln sich und lagen alle im Bereich von etwa 60. Beim Entwicklungsmuster war im Vergleich zum Tageswert ein starker Härte-Verlust von 14,3 nach Wasseraufnahme zu verzeichnen. Bei Ceram x mono konnten im Vergleich zu den anderen Vorbehandlungen nach TLW signifikant höhere Härte-Werte bestimmt werden.

Der durchschnittliche Härte-Verlust nach Wasseraufnahme im Vergleich zur 1d H<sub>2</sub>O-Lagerung betrug 4,4. Nach 25 000 TLW waren es lediglich 1,1.

### 5.3 Druckfestigkeit

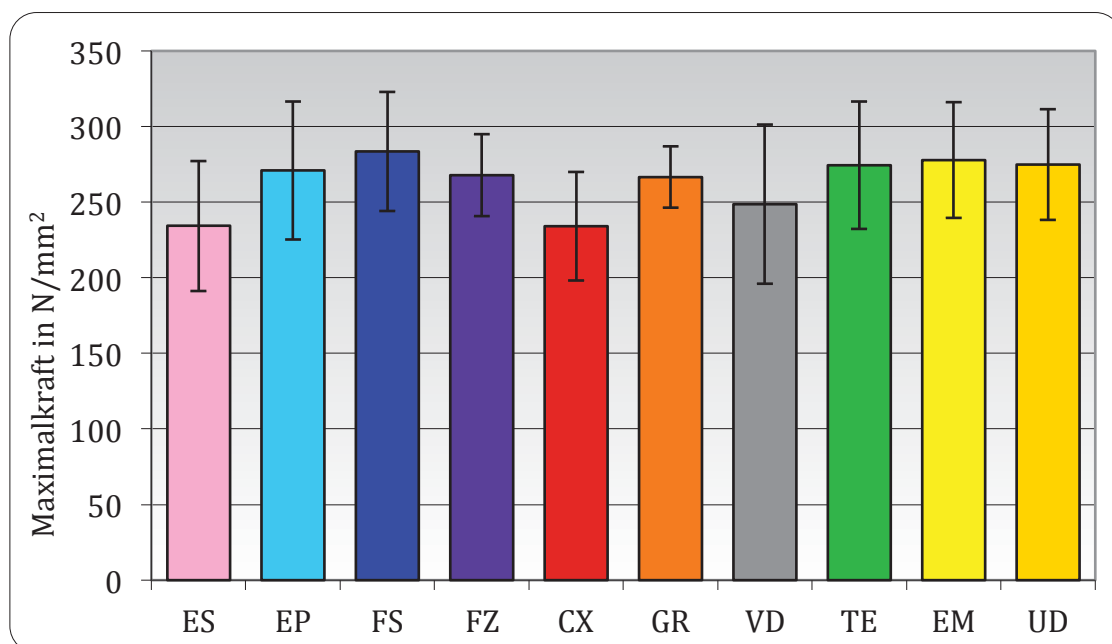


ABBILDUNG 19: Druckfestigkeiten der Composite in N/mm<sup>2</sup>

Die Druckfestigkeitswerte der Materialien lagen alle auf ähnlich hohem Niveau (ABBILDUNG 19). Durchschnittlich wurden Werte um 260 N/mm<sup>2</sup> erreicht. Den Spitzenreiter stellte Filtek Supreme XTE (FS) mit 284 N/mm<sup>2</sup> dar. Prüfkörper des Komposits Ceram X mono (CX) gaben im Mittel schon bei Belastungen von 234 N/mm<sup>2</sup> nach und erzielten gleichauf mit Estelite Sigma Quick (ES) die niedrigsten Werte. Es

muss allerdings betont werden, dass die Ergebnisse dieses Versuchs einer großen Streuung unterlagen: Die mittlere prozentuale Standardabweichung war mit 15,8 % so hoch wie in keinem anderen durchgeführten Versuch. Dementsprechend gab es nur wenige signifikante Unterschiede zwischen den Kompositen. GrandioSO (GR) lieferte mit einer Standardabweichung von 20 N/mm<sup>2</sup> (7,6 %) die stabilsten Ergebnisse. Nach n = 12 getesteten Proben je Material streuten die Produkte Venus Diamond (VD) mit 21,1 % sowie das Bulk-Fill Komposit Tetric EvoCeram (TE) mit 20,6 % am meisten.

#### 5.4 Wasseraufnahme

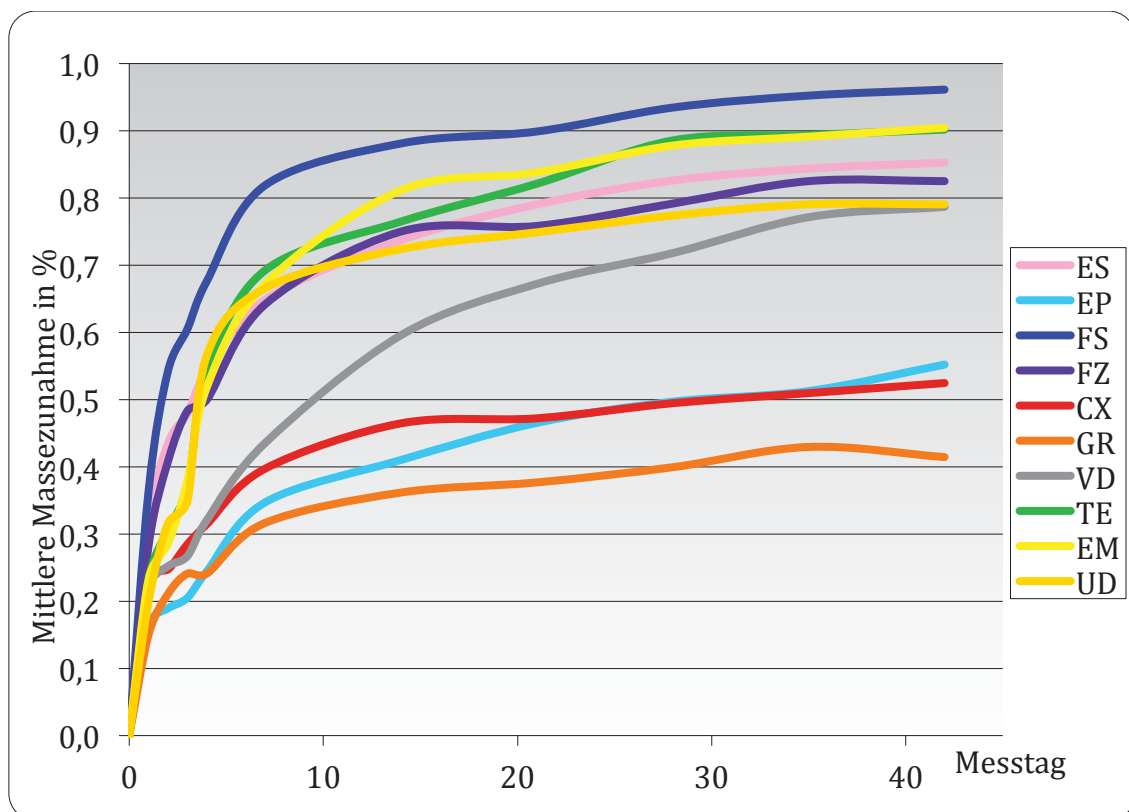


ABBILDUNG 20: Mittlere Massezunahme der Komposite in %. Auf der Abszisse dargestellte Gewichtsmessungen fanden während der ersten Woche täglich, danach wöchentlich statt.

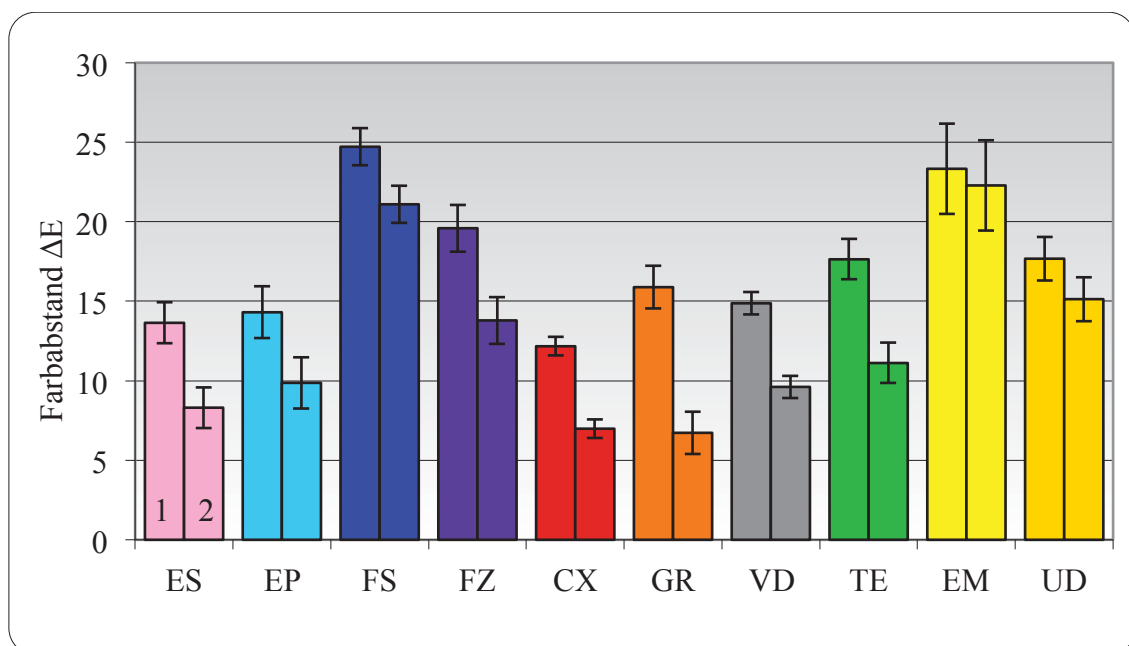
Die mittels regelmäßiger Wägungen ermittelten Kennlinien der prozentualen Wasseraufnahme über die Zeit sind in ABILDUNG 20 dargestellt.

Wie bereits erwähnt, fanden zunächst tägliche, danach wöchentlichen Messungen statt. Bei allen Kompositen war während der ersten Tage ein rascher Gewichtsanstieg fest zu stellen, der nach etwa 5 – 10 Tagen begann, sich ab zu flachen. Die anfängliche Geschwindigkeit der Wasseraufnahme ließ jedoch nicht generell Rückschlüsse auf die zu erwartende Gesamt-Wasseraufnahme des jeweiligen Produktes zu.



Während die drei Produkte GrandioSO (ca. 0,42 %), Ceram x mono (ca. 0,51 %) und Estelite Posterior (ca. 0,54 %) eine vergleichsweise geringe Wasseraufnahme zeigten, lagen alle übrigen Materialien teilweise weit darüber. Den größten Massezuwachs durch die Aufnahme von Wasser wies Filtek Supreme XTE mit ca. 0,96 % auf. Alle anderen Produkte erreichten von 0,90 % ausgehend in enger Folge absteigend Werte über 0,78 %. Eine sehr schnell einsetzende Wasseraufnahme war bei GDF's Universaldentin und bei Filtek Supreme XTE zu verzeichnen. Beide Produkte hatten bereits nach vier Tagen über 70 % der endgültigen Wassermenge aufgenommen. Bei Venus Diamond und Ceram x mono war dieser anfängliche Anstieg wesentlich schwächer ausgeprägt, die Kurve verläuft flacher. Im hinteren Bereich des Diagramms ist bei allen Produkten eine Annäherung an einen konstanten Wert zu verzeichnen. Manche Produkte, wie etwa GrandioSO verloren sogar wieder etwas an Masse.

### 5.5 Exogene Verfärbungsneigung



**ABBILDUNG 21: Über alle Färbemedien gemittelte Gesamtverfärbungsneigung der Composite**  
**1: Werte nach Trockentupfen der Proben**  
**2: Werte nach Putzen mit Zahnbürste und Zahnpasta**

Die Ordinate von ABBILDUNG 21 zeigt das Maß der Gesamtverfärbung aller untersuchten Composite auf der Basis eines Vektors ( $\Delta E$ ) im dreidimensionalen CIE-Lab Farbraum. Einzelheiten zur Ermittlung dieser Werte können dem Kapitel 4.4.5 entnommen werden.

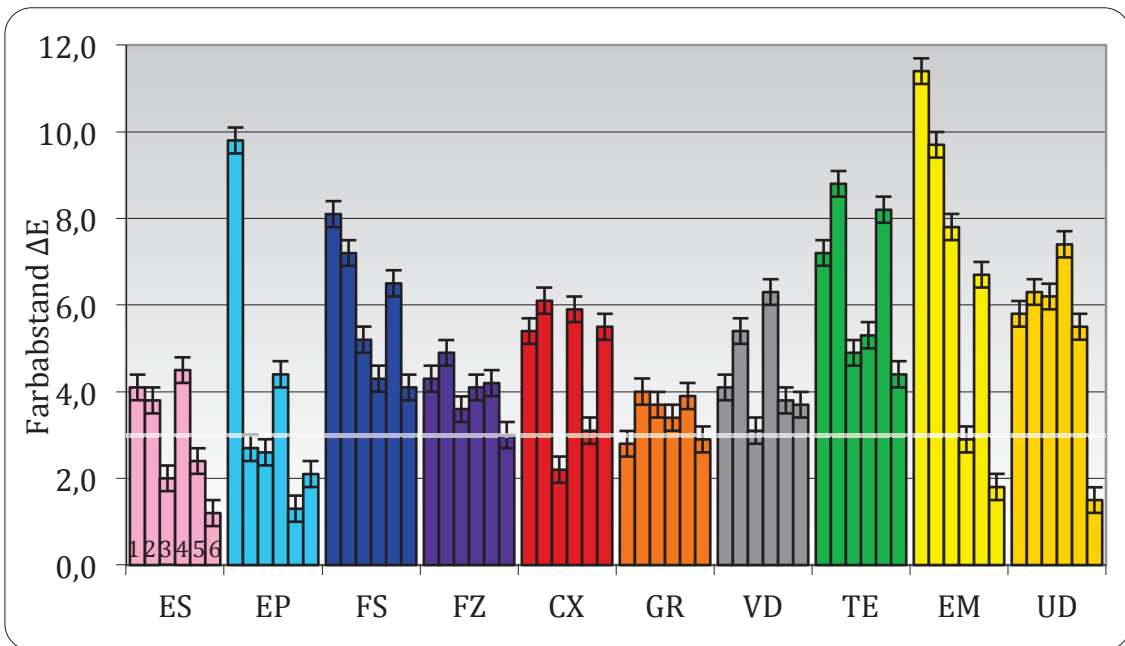
Der jeweils erste Balken im Diagramm beschreibt den mittleren Wert für die vorsichtig trocken getupften Proben, der zweite für mechanisch gereinigte Proben. Auch hierzu ist näheres im Kapitel 4.4.5 nachzulesen.

Die Fehlerbalken werden durch farbliche Differenzen der noch unbehandelten Prüfkörper eines einzelnen Produkts in den unterschiedlichen, für die jeweiligen Färbelösungen bestimmten Probenhaltern bedingt.

Nach Trockentupfen der Proben (erste Balken) konnte festgestellt werden, dass sich alle Komposite während der einmonatigen Lagerung (über alle Färbemedien gemittelt) so verändert hatten, dass es dem menschlichen Auge aufgefallen wäre ( $\Delta E > 3$ ). Dabei verfärbten sich Filtek Supreme XTE (FS) sowie das Entwicklungsmuster (EM) mit Werten von 24,7 bzw. 23,3 am meisten. Die geringste Verfärbung wurde bei Ceram x mono (CX) mit einem Wert von 12,2 beobachtet. Es folgten die Produkte der Firma Tokuyama Dental mit  $\Delta E$ -Werten von 13,6 (ES) bzw. 14,3 (EP).

Unterzog man die Proben einer mechanischen Reinigung (jeweils zweiter Balken), so ließ sich bis auf das Entwicklungsmuster bei allen Kompositen im Mittel eine signifikante Annäherung zur ursprünglichen Farbe feststellen. Am größten war dieses Reinigungspotential bei GrandioSO mit einer Differenz von 9,2. Dicht gefolgt von Ceram x mono (Gesamtverfärbung  $\Delta E = 7,0$ ) war GrandioSO damit das Produkt, welches der ursprünglichen Farbe aller gemittelten Werte mit  $\Delta E = 6,7$  am nächsten kam. Es schlossen sich die Produkte Estelite Sigma Quick (8,3), Venus Diamond (9,6) sowie Estelite Posterior (9,9) an. Die größten Farbdifferenzen wurden bei dem Entwicklungsmuster ( $\Delta E = 22,3$ ) und bei Filtek Supreme XTE ( $\Delta E = 21,1$ ) beobachtet.

Im nachfolgenden Diagramm (ABBILDUNG 22) ist die Verfärbung nach den einzelnen, in der Bildunterschrift genannten Färbemedien aufgeschlüsselt. Die Verfärbungen durch Methylenblau sind aufgrund ihrer unverhältnismäßig hohen Intensität nicht als Einzelbalken dargestellt, fließen aber in die Gesamtverfärbung der Produkte (ABBILDUNG 21) ein. Es handelt sich um die Verfärbungen der mechanisch gereinigten Proben. Die horizontale Linie im Diagramm bezeichnet mit  $\Delta E = 3$  den Schwellenwert für Farbdifferenzen, die das menschliche Auge gerade noch wahrnimmt. Der feste Fehlerwert von  $\pm 0,3$  bezieht sich auf die beobachteten Schwankungen des Farbmessgeräts bei mehrfacher Messung einer einzelnen Probe. Signifikanzen können in diesem Fall nicht bestimmt werden, da sich ein Ergebnis jeweils nur auf einem einzelnen Messwert begründet.



**ABBILDUNG 22: Verfärbungen aufgeschlüsselt nach den unterschiedlichen Färbemedien:**

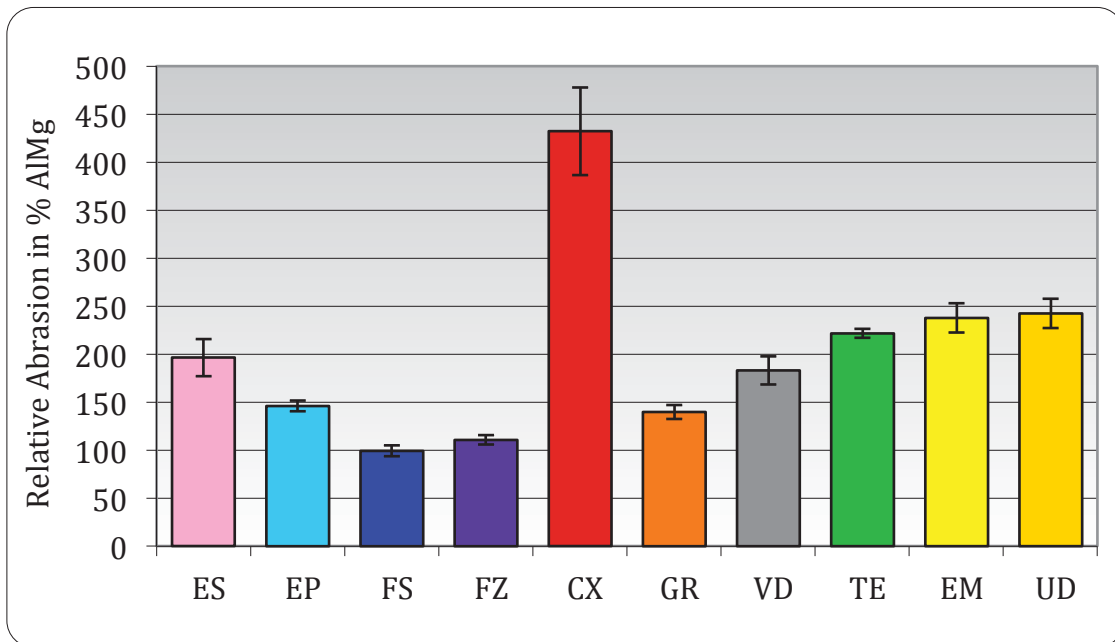
1: Kaffee; 2: Tee; 3: Tabak; 4: Rotwein; 5: Rote Beete Saft; 6: destilliertes Wasser

Die weiße Linie stellt den Grenzwert  $\Delta E = 3$  einer gerade eben noch wahrnehmbaren Farbdifferenz dar.

Es sei lediglich auf einige interessante Eckpunkte des Diagramms hingewiesen: Die allgemein schwache Verfärbungsneigung von Estelite Posterior wurde durch das vergleichsweise extrem hohe Färbepotential von Kaffee ( $\Delta E = 9,8$ ) unterbrochen. Ceram x mono, welches in der Gesamtverfärbung zu den Spitzenreitern zählt, verfärbte sich im destillierten Wasser ähnlich stark wie in Kaffee oder in Rotwein. Die Differenz von 5,5 wäre mit dem bloßen Auge gut wahrnehmbar. Auch FS, VD und TE verfärbten sich merklich im Aqua dest. GrandioSO verfärbte sich in allen dargestellten Medien ähnlich stark,  $\Delta E$  schwankt lediglich zwischen 2,8 und 4,0. Obwohl sich das Entwicklungsmuster insgesamt stark verfärbte, unterbot der Wert für Rotwein mit  $\Delta E = 2,9$  sämtliche Mitstreiter.

Die nicht dargestellten Veränderungen durch Methylenblau lagen mit einer Spannweite zwischen 56,0 (EM) und 14,0 (CX) im Durchschnitt bei 30,3.

## 5.6 Abrasion



**ABBILDUNG 23: Verhalten der Komposite gegenüber abrasiver Beanspruchung**

Die getesteten Komposite reagierten äußerst unterschiedlich auf abrasiv wirkende Kräfte. Bis auf wenige Ausnahmen (zwischen EP und GR sowie EM und UD) waren die Ergebnisse hoch signifikant, bzw. zwischen ES und VD signifikant verschieden. Im Diagramm (ABBILDUNG 23) sticht sofort das Produkt Ceram x mono (CX) ins Auge, welches 4,3-fach stärker abradierete als die Referenzlegierung und damit im Prüfdurchlauf fast doppelt so viel Substanz verlor, wie die darauf folgenden Produkte (EM und UD). Die geringste Abrasion wurde bei Filtek Supreme XTE (FS) in der transluzenten Ausführung gemessen. Diese entsprach, ähnlich wie bei Filtek Z500, in etwa dem Abrasionsverhalten der Referenz (99 % bzw. 111 % AlMg). Damit war der Verschleiß bei fast allen Materialien höher als bei den Referenzkörpern. Mit 200 % AlMg abradieren die vermessenen Komposite im Mittel etwa doppelt so stark wie der Vergleichswerkstoff aus bereits beschriebener Legierung (Kap. 4.5.6).

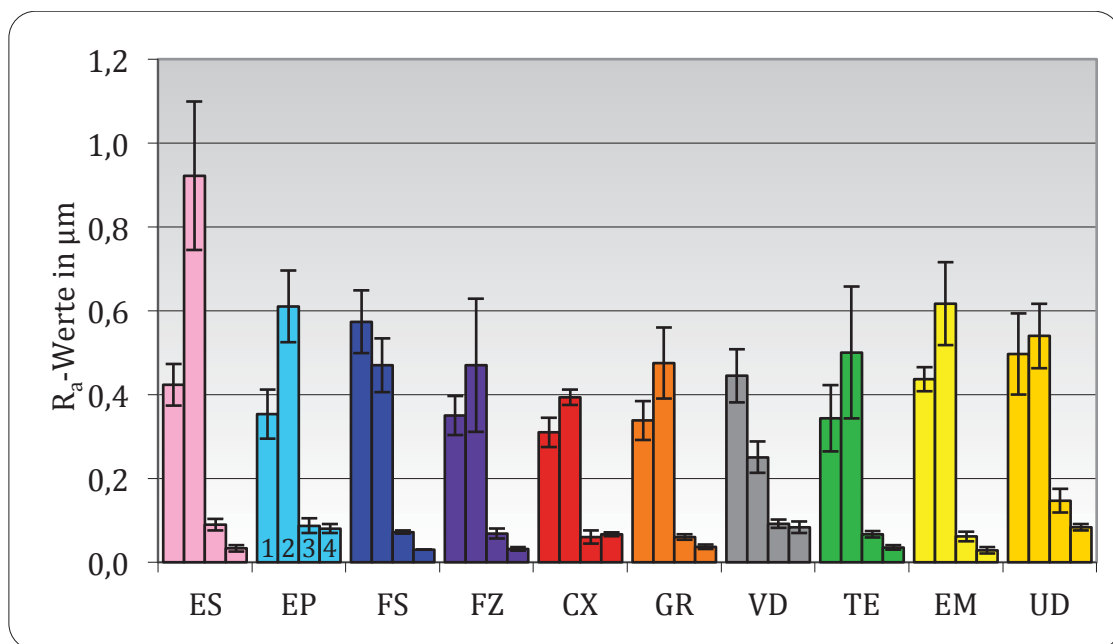
Weiterhin ist zu bemerken, dass die 22 Messwerte in jedem Komposit-Material offenbar umso mehr streuten, je größer die Gesamtabrasion der Probe ausfiel.

## 5.7 Politur

Wie bereits im Methodik-Teil beschrieben, fand die Politur der Komposite auf zwei unterschiedlichen Wegen statt: In ABBILDUNG 24 ist die erste Variante veranschaulicht, bei der das zweistufige Ausarbeits- und Poliersystem CompoMaster Coarse / CompoMaster der Firma Shofu um die Hochglanzpolitur mit Baumwollschwabbel und Polierpaste erweitert wurde.

In ABBILDUNG 25 sind die Ergebnisse für das fünfstufige Super-Snap System dargestellt.

Die Ausgangssituation, in beiden Diagrammen durch Balken 1 dargestellt, wurde durch eine Probenbearbeitung mittels Hartmetallfräser geschaffen. Die entsprechenden Rautiefen wurden im zweiten Verfahren ohne nochmaliges Ausmessen der so bearbeiteten Proben übernommen.  $R_a$  betrug bei diesem Ausgangswert im Mittel  $0,41 \mu\text{m}$  bei ca. 14 % Standardabweichung (Werte zwischen  $0,57 \mu\text{m}$  (FS) und  $0,31 \mu\text{m}$  (CX)).



**ABBILDUNG 24: Polierbarkeit der Komposite mit einem zweistufigen Poliersystem (Variante 1)**  
**1: Vorbehandlung mittels Hartmetallfräser**  
**2: Bearbeitung mit CompoMaster Coarse (Shofu)**  
**3: Bearbeitung mit CompoMaster (Shofu)**  
**4: Bearbeitung mit Baumwoll-Schwabbel und Polierpaste (Dura-Polish Dia; Shofu)**

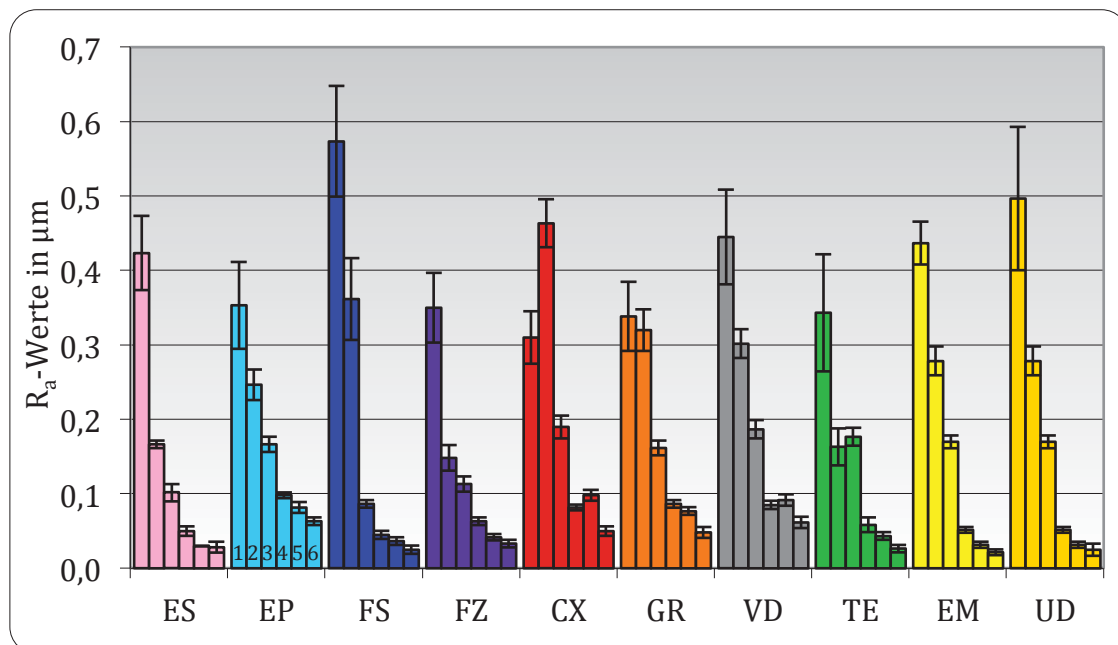
Im Diagramm (ABBILDUNG 24) fällt zunächst auf, dass die Bearbeitung mit CompoMaster Coarse (Balken 2) eine rauere Oberfläche hinterließ als der Ausgangswert nach Bearbeitung mit dem Hartmetallfräser. Besonders ausgeprägt war diese Differenz beim Produkt Estelite Sigma Quick. Nur bei Filtek Supreme XTE und Venus Dia-

mond konnte eine Oberflächenverbesserung im Vergleich zur Ausgangssituation festgestellt werden.

Die Oberflächenqualität der Komposite, die, wie bereits in Kapitel 4.5.7 beschrieben, mit dem jeweiligen Instrument bis zum bestmöglichen Ergebnis bearbeitet wurde, unterschied sich nach dem ersten Polierschritt noch stark (Werte zwischen 0,92  $\mu\text{m}$  – ES und 0,39  $\mu\text{m}$  – CX; Mittelwert 0,52  $\mu\text{m}$ ; Standardabweichung 18 %).

Mit einer entscheidenden Verbesserung der Oberflächenqualität (Differenz durchschnittlich 0,44  $\mu\text{m}$  zum vorherigen Schritt) schloss sich die zweite Polierstufe bzw. Balken 3 an. Der  $R_a$ -Wert betrug jetzt nur noch durchschnittlich 0,08  $\mu\text{m}$ , was bereits einer optimalen Oberfläche entsprach. Einzig das Universaldentin der Firma GDF wies mit 0,15  $\mu\text{m}$  einen etwas höheren Wert auf, der jedoch immer noch unter dem bereits genannten mikrobiologisch relevanten Grenzwert von 0,2  $\mu\text{m}$  lag.

Arbeitete man zusätzlich mit Baumwollschwabbel und Polierpaste, wurden für EP, CX, und VD keine signifikant besseren Ergebnisse erzielt. Bei ES und FS waren die Unterschiede dagegen recht groß. Die optimalsten Oberflächen wurden bei ES, FS, FZ und EM mit  $R_a$ -Werten von jeweils 0,03  $\mu\text{m}$  erzielt.

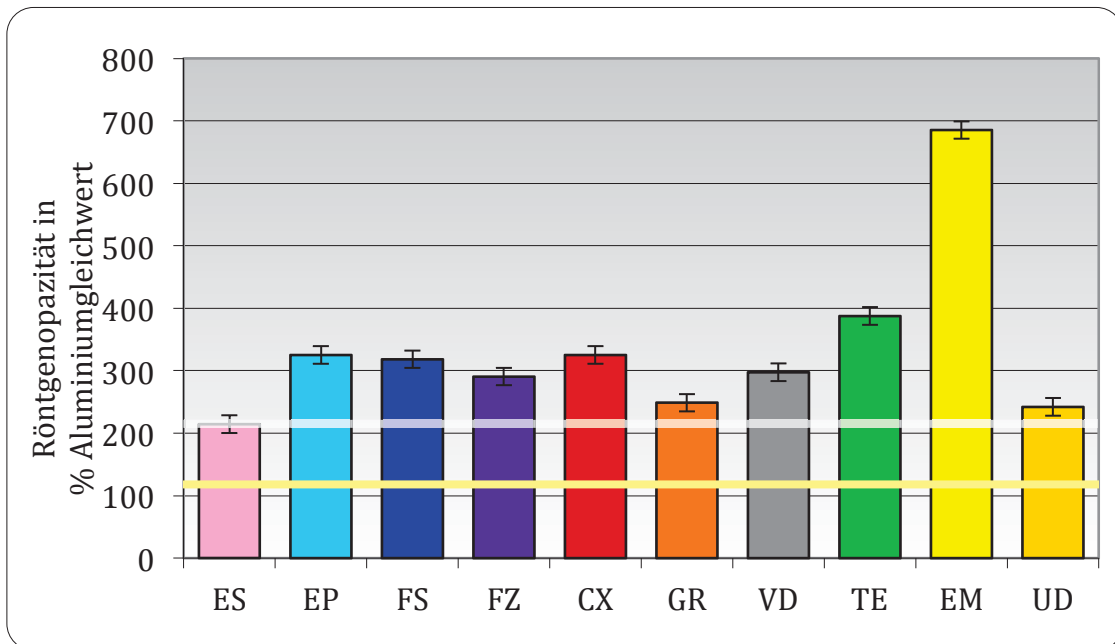


**ABBILDUNG 25: Polierbarkeit der Komposite mit einem mehrstufigen Ausarbeitungs- und Poliersystem (Variante 2)**

- 1: Vorbehandlung mittels Hartmetallfräser; wie Variante 1
- 2: Bearbeitung mit grober / schwarzer Super-Snap Scheibe (Shofu)
- 3: Bearbeitung mit mittlerer / violetter Super-Snap Scheibe (Shofu)
- 4: Bearbeitung mit feiner / grüner Super-Snap Scheibe (Shofu)
- 5: Bearbeitung mit extrafeiner / roter Super-Snap Scheibe (Shofu)
- 6: Bearbeitung mit Filz-Polierscheibe (Super-Snap Buff Disk; Shofu) sowie Polierpaste (Dura-Polish Dia; Shofu)

Die schwarze, raueste Super-Snap Scheibe, welche in ABBILDUNG 25 durch Balken 2 veranschaulicht wird, sorgte für einen  $R_a$ -Wert von durchschnittlich  $0,27 \mu\text{m}$ , was sie mit einer Differenz von  $0,14 \mu\text{m}$  als logische Folge auf die Bearbeitung mittels Hartmetallfräser charakterisierte. Einzig bei Ceram x mono wurden mit dieser Polierscheibe bei einem sehr hohen Wert von  $0,46 \mu\text{m}$  vergleichsweise schlechtere Ergebnisse zur Ausgangssituation erreicht. Bei GrandioSO war der Unterschied nicht signifikant. In überwiegend harmonischer Abstufung schlossen sich die weiteren Polierstufen an: Bei Tetric EvoCeram Bulk Fill gab es keinen signifikanten Unterschied zwischen den Polierstufen bzw. Balken 2 und 3. Der Schritt von der mittleren zur feinen, grünen Polierscheibe war bei allen Produkten deutlich stark ausgeprägt und betrug im Mittel  $0,06 \mu\text{m}$ . Von Stufe 4 zu Stufe 5 waren die Differenzen kleiner, Venus Diamond zeigte keinen signifikanten Unterschied. Bei Ceram x mono wurden mit der extrafeinen, roten Polierscheibe sogar signifikant schlechtere Ergebnisse erzielt, als mit der feinen, grünen Scheibe. Mit Filz-Polierscheiben (Stufe 6) konnten bei ES und UD keine signifikant glattere Oberfläche erzeugt werden. Die beste Polierbarkeit wurde beim Entwicklungsmuster mit einem Wert von  $0,02 \mu\text{m}$  festgestellt. Es folgten die Produkte ES, FS, FZ, TE und UD mit jeweils  $0,03 \mu\text{m}$ . Die Produkte ES, TE, EM und UD ließen sich auch mit der extra fein diamantierten Polierscheibe bis zu einer besonders hohen Oberflächengüte von  $R_a = 0,03 \mu\text{m}$  bearbeiten. Venus Diamond ( $R_a = 0,09 \mu\text{m}$ ), GrandioSO und Estelite Posterior (jeweils  $R_a = 0,08 \mu\text{m}$ ) erreichten bei der klinisch relevanten Politur mit der extrafeinen Super-Snap Scheibe weniger glatte Oberflächen als ihre Konkurrenzprodukte. Bei Ceram x mono wurde ein ähnlicher Wert schon mit der feinen, grünen Polierscheibe erzielt. Die rote Scheibe führte zu einem schlechteren  $R_a$ -Wert von  $0,10 \mu\text{m}$ .

## 5.8 Röntgenopazität

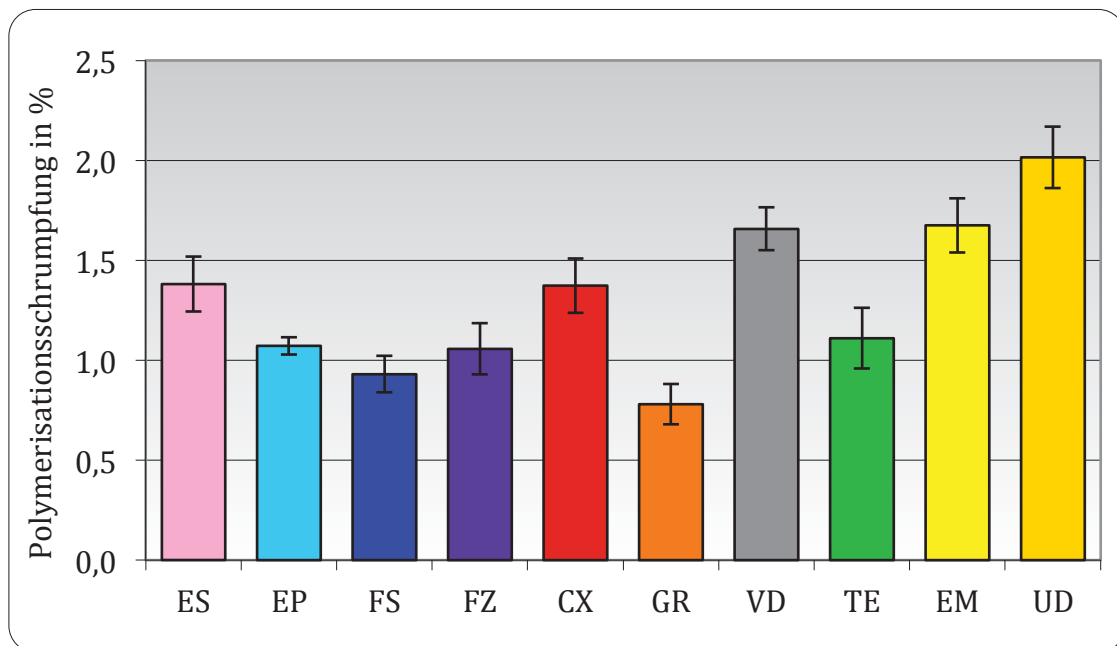


**ABBILDUNG 26: Röntgenopazität der Komposite in Prozent Aluminiumgleichwert**  
weiße Linie: Röntgenopazität von humanem Zahnschmelz; gelbe Linie: Röntgenopazität von Dentin

Das Entwicklungsmuster (EM) stach bei der Bestimmung der Röntgenopazität mit 685 % Aluminiumgleichwert im besonderen Maße heraus. Das Bulk-Komposit (TE) hob sich mit 386 % ebenfalls positiv ab. Die Differenzierungen zwischen den darauf folgenden Produkten waren geringer, lagen jedoch mit Werten von etwa 300 % immer noch weit über denen von Dentin (118 %) und Schmelz (215 %), welche in ABBILDUNG 26 durch zwei horizontale Linien gekennzeichnet sind. Die Produkte mit den schwächsten Röntgenopazitäten erreichten 249 % (GR), 242 % (UD) und 214 % (ES) und lagen damit nahe am Richtwert für Zahnschmelz. Der dargestellte Fehlerbalken entspricht jeweils 14 Prozentpunkten und bezieht sich auf die durchschnittlichen Schwankungen des Helligkeitssensors beim Ausmessen der Röntgenaufnahmen.



## 5.9 Polymerisationsschrumpfung



**ABBILDUNG 27: Lineare Polymerisationsschrumpfung der unterschiedlichen Komposite in %**

Die in ABBILDUNG 27 dargestellten Ergebnisse für die lineare Polymerisationsschrumpfung waren im positiven Sinne überraschend: Es war neben Siloranen auch mit herkömmlichen Kompositen möglich, Schrumpfungen von unter einem Prozent zu erreichen, wie die Produkte GrandioSO (GR) mit 0,78 % und Filtek Supreme XTE (FS) mit 0,93 % bewiesen. Auch andere Komposite kamen der 1 % Grenze mit 1,06 % (FZ), 1,07 % (EP) und 1,11 % (TE) sehr nahe. Der kleine Fehlerbalken welcher bei Estelite Posterior festgestellt wurde, spricht für besonders gleichbleibende Ergebnisse über die Versuchsreihen hinweg. Es folgten die Produkte Ceram x mono mit 1,37 % und Estelite Sigma Quick mit 1,38 %. Höhere Schrumpfungen wiesen Venus Diamond (1,66 %) und das Entwicklungsmuster (1,68 %) auf. Das Universaldentin der Firma GDF erreichte als einziges Produkt einen Wert von zwei Prozent.

Damit lag die Polymerisationsschrumpfung durchschnittlich bei 1,3 %.

## 5.10 Polymerisationstiefe

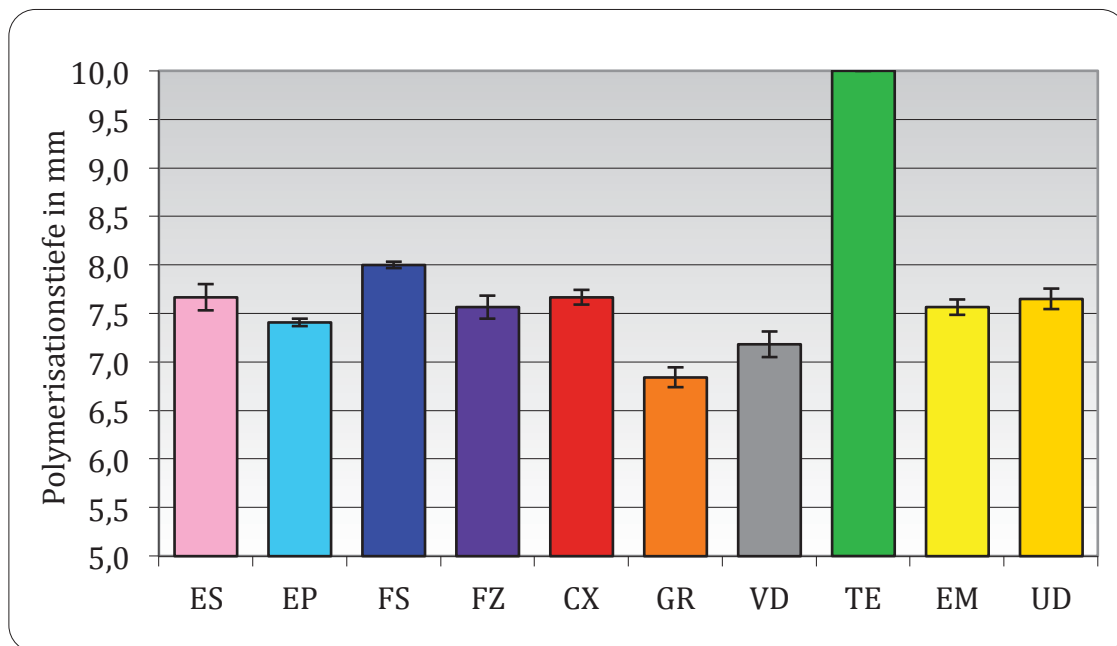


ABBILDUNG 28: Polymerisationstiefe der unterschiedlichen Komposite in mm

Mit der in Kapitel 4.5.10 beschriebenen Versuchsanordnung konnten alle Produkte problemlos ausgehärtet werden. Die nach Herstellerangaben garantierte Polymerisationstiefe von 2 mm bzw. 4 mm (Tetric EvoCeram Bulk Fill) bei ausreichend starker Lichtleistung kann von allen Kompositen als erreicht angesehen werden.

Dennoch gab es Unterschiede bei den in ABBILDUNG 28 dargestellten Ergebnissen der Produkte: Selbst das in geringster Schichtdicke polymerisierte Material Grandio-SO (GR) erreichte einen Wert von  $6,8 \pm 0,1$  mm. Es folgten die Produkte Venus Diamond (VD), und Estelite Posterior (EP). Ohne signifikante Unterschiede folgten die Komposite mit den Kürzeln FZ, EM, UD, CX sowie ES. Filtek Supreme XTE (FS) härtete mit 8 mm als diesbezüglich konventionelles Komposit in der stärksten Schicht aus. Das Bulk-Fill Komposit Tetric EvoCeram übertraf seine Konkurrenten in diesem Versuch erwartungsgemäß. Der Versuchsaufbau stieß bei diesem Produkt an seine Grenzen: Da alle Prüfkörper des Materials über die volle Länge von 10 mm durchgehärtet waren, ließ sich kein exakter Wert beziffern.

## 5.11 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen

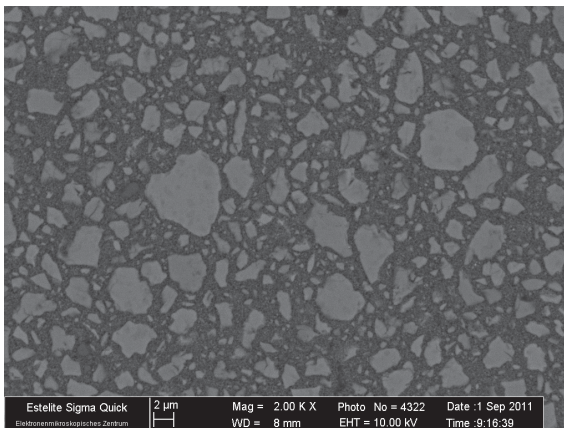
Nachfolgend sind für jedes Komposit die elektronenmikroskopischen Bilder jeweils einer Schlieffläche und einer Bruchfläche in 2000-facher Vergrößerung dargestellt.

Bei der Aufnahmemethode, die für die Schlieffbilder verwendet wurde, wurde ein hellerer Bildbereich durch eine Häufung von Elementen mit hoher Ordnungszahl oder aber durch eine bessere elektrische Leitfähigkeit des Materials im Gegensatz zur Umgebung charakterisiert. Füllstoff-Partikel stellten sich als hellere, multiforme Flächen dar, welche in die dunkler erscheinende, weitgehend homogene organische Matrix eingebettet waren.

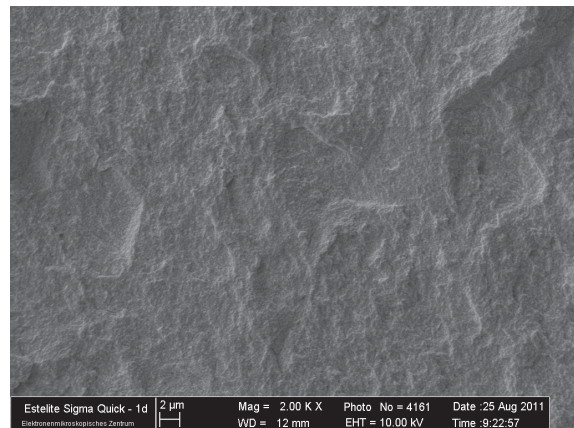
Die Helligkeitsunterschiede der Bruchflächen konnten aufgrund des gewählten Aufnahmemodus als das Licht- und Schatten Spiel eines Oberflächenreliefs angesehen werden.

Nanopartikel waren in 2000-facher Vergrößerung noch nicht zu erkennen.

### 5.11.1 Estelite Sigma Quick



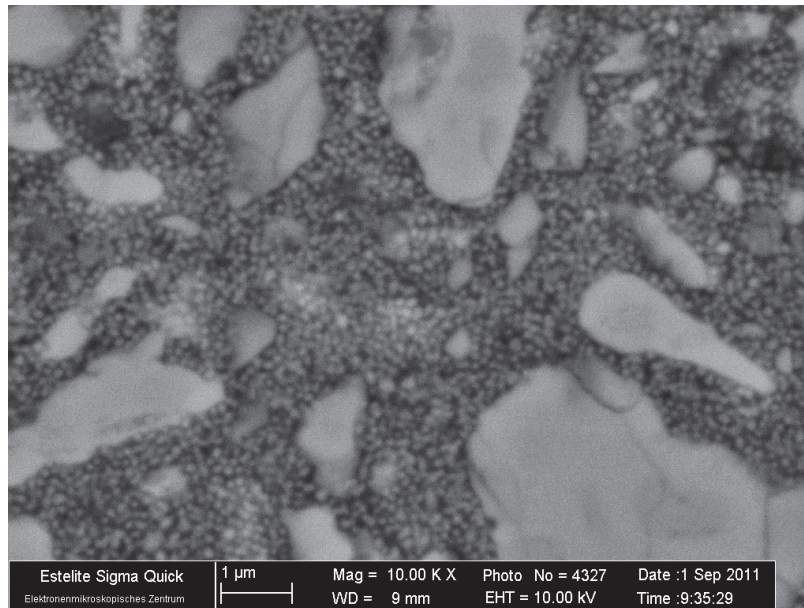
**ABBILDUNG 29: REM Estelite Sigma Quick  
2000x Schliiff**



**ABBILDUNG 30: REM Estelite Sigma Quick  
2000x Bruch**

Im Schliiffbild (ABBILDUNG 29) stellen sich die Füllkörper als Partikel uneinheitlicher Form dar. Die Partikeldurchmesser zeigen ein großes, ausgeglichenes Spektrum. Bei genauerer Betrachtung fällt eine Farbabstufung innerhalb der Füllkörper ins Auge, welche auf zwei unterschiedliche Materialkomponenten schließen lässt.

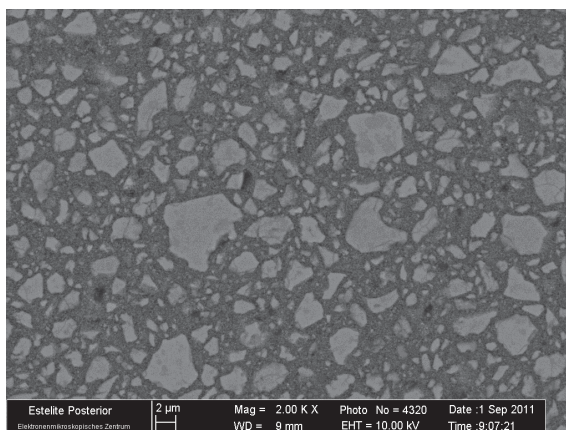
Die in ABBILDUNG 30 dargestellte Bruchfläche erscheint vergleichsweise homogen und ebenmäßig. Die wie ausgetrocknete Pfützen erscheinenden Täler (z.B. mittig im linken Bilddrittel) könnten die Negative von großen herausgelösten Füllkörpern darstellen.



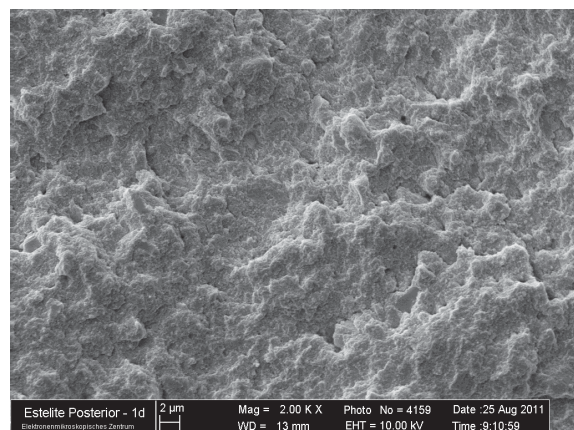
**ABBILDUNG 31: Sphärische Nano-Füllstoffe bei 10 000x Vergrößerung von Estelite Sigma Quick**

In der maximal möglichen Vergrößerung des Elektronenmikroskops sind die vom Hersteller beschriebenen sphärischen Nanopartikel von etwa 0,1 µm Durchmesser gut erkennbar. Im Schlibfbild (ABBILDUNG 31) fügen sie sich harmonisch zwischen den größeren Füllkörpern in die organische Kunststoffmatrix ein. Die obige Abbildung ist die einzige rasterelektronenmikroskopische Aufnahme, bei der die Nanopartikel eines untersuchten Komposits direkt sichtbar gemacht werden konnten. Bei allen anderen Produkten konnte nur angenommen werden, dass sich zwischen den konventionellen Füllkörpern Nanopartikel in die Matrix eingliedern.

### 5.11.2 Estelite Posterior



**ABBILDUNG 32: REM Estelite Posterior 2000x Schliff**

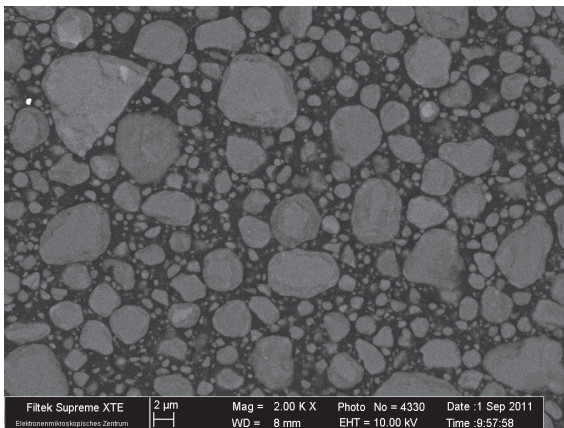


**ABBILDUNG 33: REM Estelite Posterior 2000x Bruch**

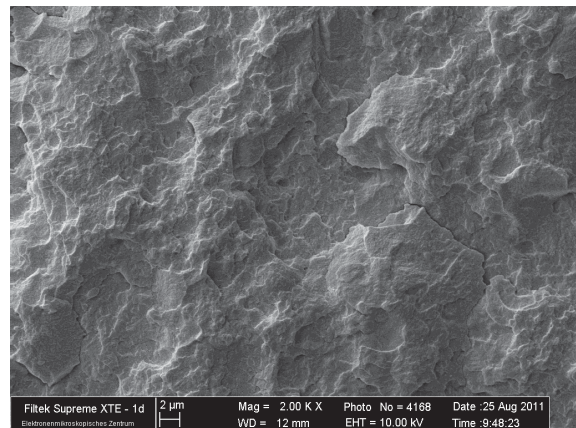
Im Schliffbild (ABBILDUNG 32) ist die Ähnlichkeit zum verwandten Estelite Sigma Quick unverkennbar. Auffällig sind die zahlreicher auftretenden unscharf begrenzten, dunklen Flecken in der Matrix.

Die Bruchfläche aus ABBILDUNG 33 zeigt im Unterschied zu Estelite Sigma Quick ein eher zerklüftetes Bild mit einer schärfer abgegrenzten Oberfläche. Auch hier sind kleinere dunkle Flecken erkennbar, welche nicht zweifellos mit Vertiefungen im Relief in Verbindung zu bringen sind.

### 5.11.3 Filtek Supreme XTE



**ABBILDUNG 34: REM Filtek Supreme XTE  
2000x Schliff**



**ABBILDUNG 35: REM Filtek Supreme XTE  
2000x Bruch**

Die Füllkörper von Filtek Supreme XTE (ABBILDUNG 34) sind überwiegend rund bis oval. Der heller erscheinende Kern eines jeden Füllkörpers ist von einer dunkleren Randzone ummantelt. Dabei wirkt das Zentrum mancher, selten auftretender Füllkörper besonders hell (vgl. oberes rechtes Bilddrittel).

Die scharfkantig wirkende Bruchfläche (ABBILDUNG 35) erinnert mit ihrer grob strukturierten, schollenartigen Oberfläche an die Rinde einer Kiefer.

### 5.11.4 Filtek Z500

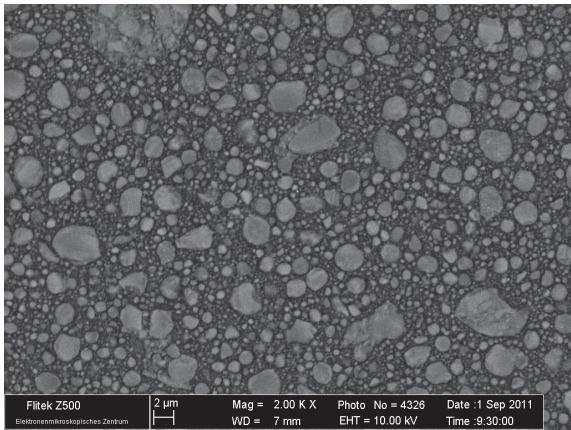


ABBILDUNG 36: REM Filtek Z500 2000x Schliff

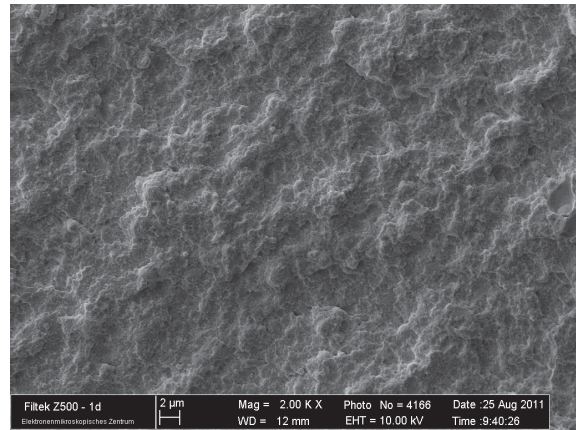


ABBILDUNG 37: REM Filtek Z500 2000x Bruch

In ABBILDUNG 36 erscheinen die kleineren Füllkörper eher rundlich, wohingegen die größeren, wie etwa im unteren rechten Bilddrittel eine ungleichmäßigere Form- und Farbgebung aufweisen. Auffällig ist weiterhin der Nachweis von Präpolymerisaten: Bereits polymerisiertes Komposit gleicher Zusammensetzung wurde der Rohmasse in gemahlener Form zugesetzt und stellt sich im REM-Bild etwas heller dar. Am linken oberen Bildrand ist ein solches Präpolymerisat angeschnitten.

Die Bruchfläche in ABBILDUNG 37 ist kleinschollig bis zerklüftet. Charakteristische Besonderheiten sind nicht aus zu machen.

### 5.11.5 Ceram x mono

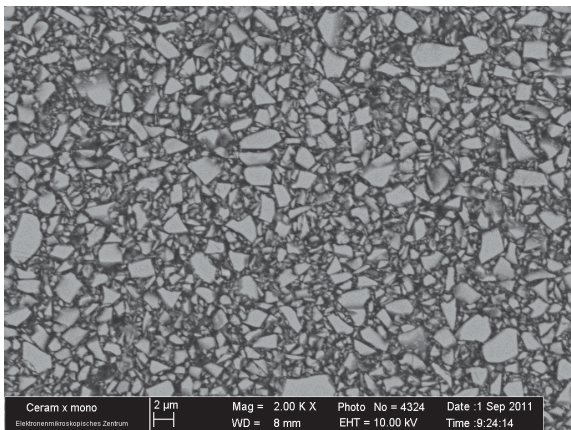


ABBILDUNG 38: REM Ceram x mono 2000x Schliff

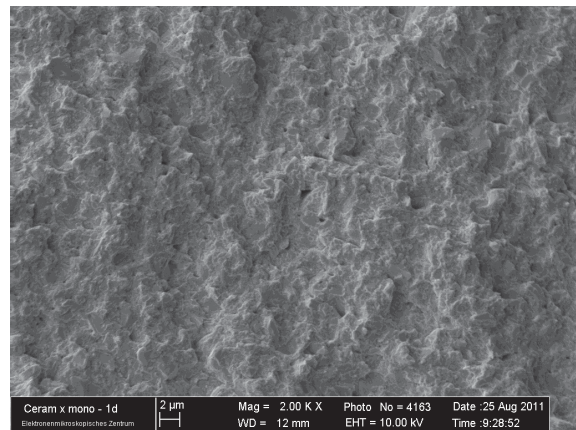


ABBILDUNG 39: REM Ceram x mono 2000x Bruch

Die scharfkantigen Füllkörper von Ceram x mono (ABBILDUNG 38) erscheinen sehr dicht gepackt und sind im inneren homogen. Während bei anderen Produkten vereinzelt sehr große Partikel gefunden werden können (vgl. GrandioSO oder Venus Dia-

mond), übersteigen die hier angeschnittenen Füllkörper einen bestimmten Grenzdurchmesser nicht. Es finden sich vereinzelt dunklere Flecken in der Matrix.

Auch in der Bruchfläche (ABBILDUNG 39) sind sehr dunkle Punkte bzw. Flecken zu erkennen, welche auf die Fehlstellen heraus gerissener Füllkörper schließen lassen: Besonders im Größenvergleich mit der Schlieffläche erkennt man auf der zerklüfteten Oberfläche die Silhouetten unzähliger Füllstoffpartikel.

### 5.11.6 GrandioSO

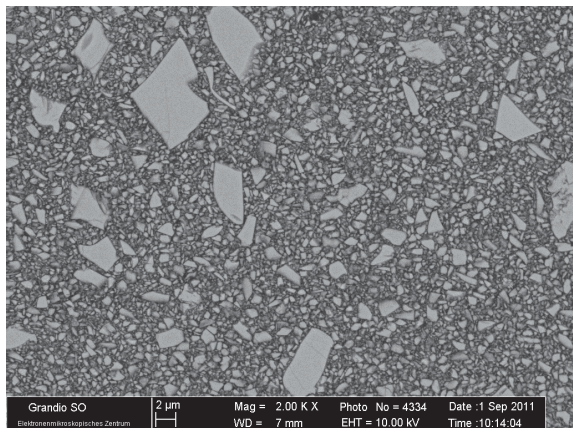


ABBILDUNG 40: REM GrandioSO 2000x Schliff

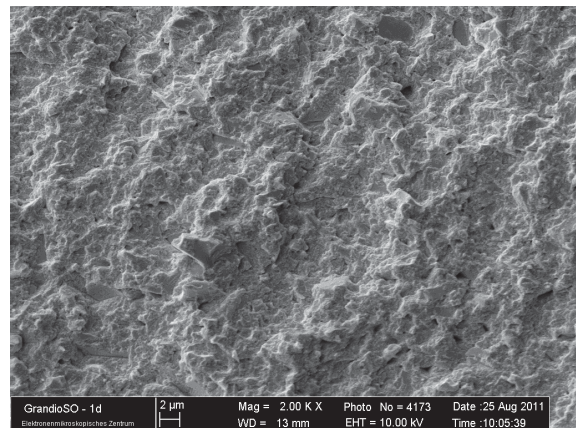


ABBILDUNG 41: REM GrandioSO 2000x Bruch

In ABBILDUNG 40 erscheinen neben zahlreichen kleineren Füllkörpern auch einige große bis sehr große Partikel homogener Materialstruktur. Zwischengrößen der polygonal erscheinenden Füllkörper sind eher selten zu finden.

Die in ABBILDUNG 41 dargestellte Bruchfläche zeigt eine sehr inhomogene, raue Struktur. Es sind zahlreiche, als eckige „Bergspitzen“ heraus ragende Füllkörper, sowie die dunklen bis schwarzen „Krater“ als deren heraus gerissene Gegenstücke zu erkennen.

### 5.11.7 Venus Diamond

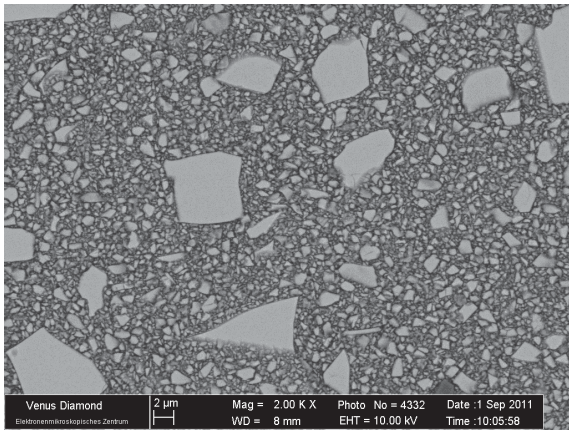


ABBILDUNG 42: REM Venus Diamond 2000x Schliff

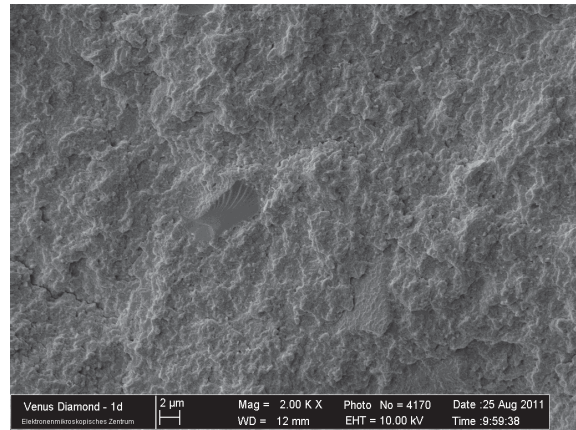


ABBILDUNG 43: REM Venus Diamond 2000x Bruch

Die Verteilung der anorganischen Phase des Produktes Venus Diamond (ABBILDUNG 42) ähnelt dem zuvor gezeigten GrandioSO stark: Zahlreiche kleine Füllkörper werden durch weniger häufige, vergleichsweise sehr große Partikel ergänzt. Mittelgroße Strukturen fehlen fast völlig. Alle Füllkörper erscheinen im inneren homogen. Sehr selten (im dargestellten Bild nur direkt am unteren Bildrand rechts) sind Strukturen erkennbar, die an dunkle Füllkörper erinnern, wobei die Dunkelheit benachbarte Bereiche überdeckt bzw. überstrahlt.

Betrachtet man die Bruchfläche (ABBILDUNG 43), so fallen sofort größere glatte Strukturen, teilweise von mehr als 10 µm Durchmesser ins Auge, die sich gebrochenen Füllkörpern zuordnen lassen. Zu sehen ist eine derartige Struktur im mittleren Bildbereich mit zusätzlich fächer-artig ausgesprengter Bruchlinie.

### 5.11.8 Tetric EvoCeram Bulk Fill

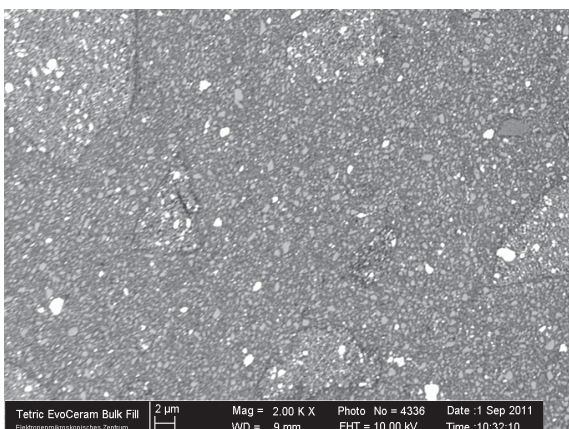


ABBILDUNG 44: REM Tetric EvoCeram Bulk Fill 2000x Schliff

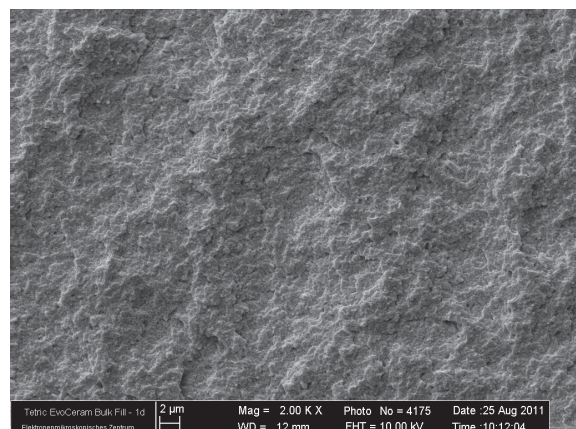


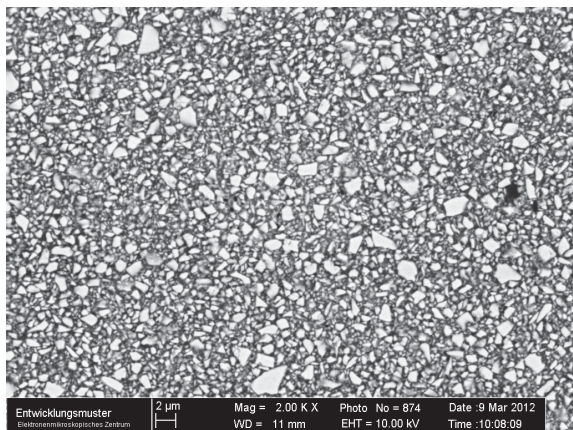
ABBILDUNG 45: REM Tetric EvoCeram Bulk Fill 2000x Bruch



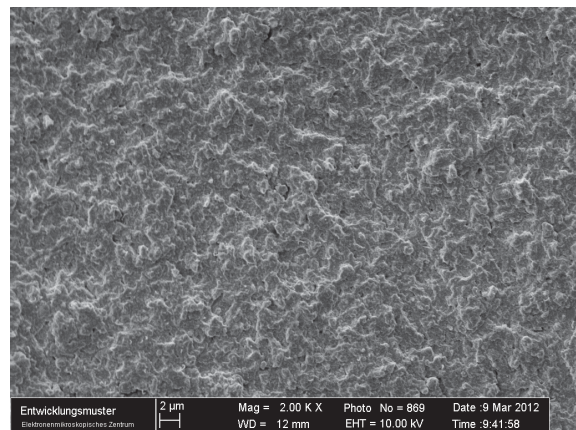
Beim einzigen Bulk-Komposit im Test (ABBILDUNG 44) fallen sofort große Anteile von bereits beschriebenen Präpolymerisaten auf (z.B. linker oberer Bildbereich). Aus den Farbunterschieden lässt sich schließen, dass offenbar zwei unterschiedliche Arten von Füllkörpern verwendet werden: Einige fast weiße Partikel stechen aus den zahlenmäßig überwiegenden, dunkleren Teilchen heraus. Die Füller-Partikel sind bei diesem Produkt vergleichsweise klein gehalten: Selbst die wenigen, für diesen Stoff größten Splitter erreichen keine 2 µm im Durchmesser.

Auf der Bruchfläche sind neben der recht diffizilen Feinstruktur mit zahlreichen kleinen Kratern und spitzen Erhebungen auch noch darüber gelagerte, größere Strukturen vorhanden. Sie sind besonders gut erkennbar, wenn man ABBILDUNG 45 aus der Ferne betrachtet. Die Größenähnlichkeit dieser Strukturen zu den angeschnittenen Präpolymerisaten lässt auf möglicherweise stattgefundene Adhäsionsbrüche entlang der Präpolymerisat-Grenzen schließen.

### 5.11.9 Entwicklungsmuster



**ABBILDUNG 46: REM Entwicklungsmuster 2000x Schliff**

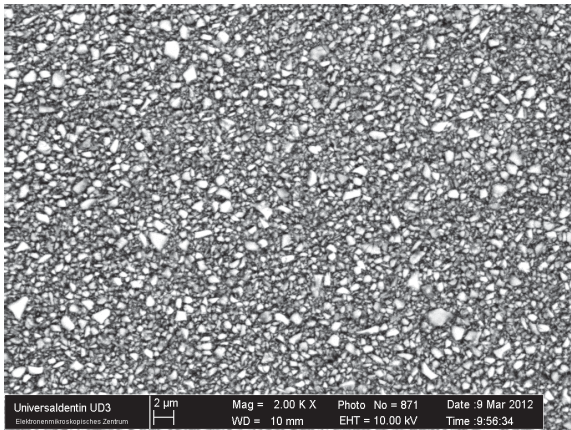


**ABBILDUNG 47: REM Entwicklungsmuster 2000x Bruch**

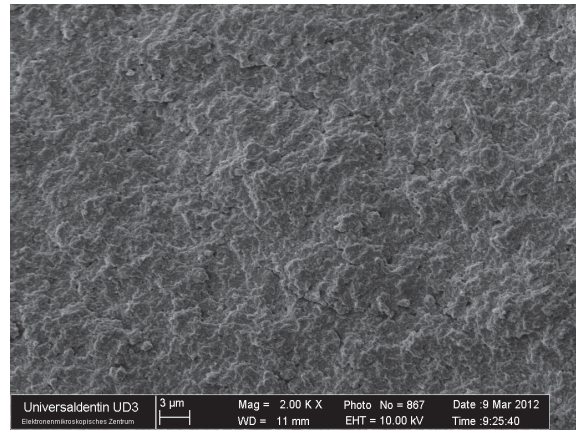
Die kleinen, unregelmäßig geformten Füllkörper des Entwicklungsmusters zeigen in ABBILDUNG 46 einen sehr starken hell-dunkel-Kontrast zur umgebenden Matrix. Ihre Durchmesser erreichen kaum 3 µm. Auffällig sind vereinzelt bis selten auftretende Strukturen, die noch dunkler als die umgebende Matrix sind und im Größenbereich der Füller liegen, wie etwa im rechten mittleren Bilddrittel.

Die Bruchfläche in ABBILDUNG 47 erweckt den Eindruck von kleinen bis mittelgroßen Schollen, die wie Brandungswellen ineinander übergehen. Einzeln heraus stehende Füllkörper sind nicht festzustellen.

### 5.11.10 Universaldentin UD3 Enamel plus HRI



**ABBILDUNG 48: REM Universaldentin UD3 Enamel plus HRI 2000x Schliff**



**ABBILDUNG 49: REM Universaldentin UD3 Enamel plus HRI 2000x Bruch**

Die Füllkörper des in ABBILDUNG 48 dargestellten Produktes sind klein und scheinbar dicht gepackt. Ein sehr hoher Kontrast zwischen Füllkörpern und organischer Matrix ist fest zu stellen.

Der Aufbau der Bruchfläche (ABBILDUNG 49) wirkt wenig strukturiert. Eine schollenartige Beschaffenheit ist hier nicht zu erkennen, die Oberfläche ist eher unregelmäßig zerklüftet.

### 5.12 Ergebniskorrelationen

In der nachfolgenden TABELLE 18 sind ausgewählte Ergebniskorrelationen dargestellt. Hochsignifikant korrelierte die Druckfestigkeit mit der Farbstabilität. Signifikante Korrelationen konnten zwischen Farbstabilität und Wasseraufnahme, Härte und Druckfestigkeit, Härte und Farbstabilität, Füllstoffgehalt (% Gew.) und Farbstabilität sowie Füllstoffgehalt (% Vol.) und Härte gefunden werden. Dass ein hochsignifikanter Zusammenhang zwischen den Füllstoffgehalten nach Gewicht und Volumen bestand, war zu erwarten.

TABELLE 18: Spearman-Rho Korrelationen der Ergebnisse

		Wasseraufnahme	Biegefestigkeit	Druckfestigkeit	Farbstabilität	E-Modul	Vickers Härte	Poly-schrumpfung	Füllstoffgehalt (Masse)
<b>Biegefestigkeit</b>	$\rho_{sp}$	0,213							
	s	0,554							
	N	10							
<b>Druckfestigkeit</b>	$\rho_{sp}$	0,662	0,176						
	s	0,055	0,627						
	N	10	10						
<b>Farbstabilität</b>	$\rho_{sp}$	0,738	0,236	0,879					
	s	0,015	0,511	0,001					
	N	10	10	10					
<b>E-Modul</b>	$\rho_{sp}$	0,299	0,127	0,091	0,321				
	s	0,402	0,726	0,803	0,365				
	N	10	10	10	10				
<b>Vickers-Härte</b>	$\rho_{sp}$	0,506	0,248	0,709	0,758	0,176			
	s	0,136	0,489	0,022	0,011	0,627			
	N	10	10	10	10	10			
<b>Poly-schrumpfung</b>	$\rho_{sp}$	0,116	0,139	0,006	0,273	0,127	0,321		
	s	0,750	0,701	0,987	0,446	0,726	0,365		
	N	10	10	10	10	10	10		
<b>Füllstoffgehalt (Masse)</b>	$\rho_{sp}$	0,476	0,286	0,476	0,738	0,190	0,667	0,262	
	s	0,233	0,493	0,233	0,037	0,651	0,071	0,531	
	N	8	8	8	8	8	8	8	
<b>Füllstoffgehalt (Vol.)</b>	$\rho_{sp}$	0,144	0,357	0,286	0,619	0,214	0,810	0,452	0,964
	s	0,734	0,385	0,493	0,102	0,610	0,015	0,260	0,000
	N	8	8	8	8	8	8	8	7

Die Korrelation ist auf dem 0,05 Niveau signifikant (zweiseitig).

Die Korrelation ist auf dem 0,01 Niveau signifikant (zweiseitig).

$\rho_{sp}$  - Korrelationskoeffizient

## 6 Diskussion

Die in den zahlreichen *in vitro* Versuchen gewonnenen Ergebnisse sollen nun vor dem Hintergrund der aktuellen Literatur kritisch betrachtet und diskutiert werden. Dabei wird besonderes Augenmerk auf die Analyse der Versuchsvorschriften gelegt. Weiterhin sollen aber auch Angaben der Hersteller mit den vorliegenden Werten verglichen und etwaige Abweichungen herausgearbeitet werden.

### 6.1 Untersuchte Werkstoffe

Bei den untersuchten Kompositen handelt es sich, wie bereits beschrieben, um nanotechnologisch optimierte Materialien. Sie weisen im Vergleich zu den sonst gebräuchlichen Hybridkompositen verbesserte Materialeigenschaften auf (Chen 2010, Cramer et al. 2011). Ausschlaggebend dafür ist nicht zuletzt ein besonders hoher Füllstoffgehalt, der bei den untersuchten Kompositen bis zu 89 % Gewichtsanteil beträgt.

Obwohl sich die geschmeidigen bzw. fließfähigen Flow-Komposite bei klinisch tätigen Zahnärzten einer zunehmend größer werdender Beliebtheit erfreuen, wurden ausschließlich stopfbare Materialien untersucht. Durch einen höheren Füllstoffgehalt sind sie nicht nur bezüglich ihrer mechanischen Eigenschaften den Flowables überlegen und als Referenz zu betrachten. Der Indikationsbereich stopfbarer Komposite ist wesentlich weiter gefasst (Härtwig et al. 2010).

Weiterhin sind alle Materialien ausschließlich lichthärtend. Duale Härtemechanismen, wie sie z.B. bei Befestigungskompositen Anwendung finden (Rab et al. 2009), liegen nicht vor.

Da diverse Materialeigenschaften, besonders aber die Durchhärtetiefe bekannter Maßen von der Farbe abhängig sind (Tsai et al. 2004), wurden alle Produkte in der sowohl klinisch als auch zu Forschungszwecken gebräuchlichen (Sabbagh et al. 2002, Sigusch et al. 2007, Curtis et al. 2009) Zahnfarbe A3 untersucht. Eine Ausnahme bildete das Komposit Filtek Supreme XTE. In einigen, diesbezüglich unbedenklichen Versuchen wurde hier aufgrund von Materialengpässen die transluzente Ausführung verwandt.

Alle untersuchten Komposite wurden von den jeweiligen Herstellern in ausreichender Menge zur Verfügung gestellt.

## ***6.2 Untersuchungsmethoden***

Bei den ermittelten Größen handelt es sich stets um Labor-Parameter, welche optimal verarbeitete und maximal polymerisierte Komposite zur Grundlage haben. Diese bestmöglichen, standardisierten Bedingungen können in der Praxis leider nicht erreicht werden. Zahlreiche Störeinflüsse wie etwa Wasserzutritt während der Verarbeitung oder ungenügende Polymerisation an der Kavitäten-Unterseite (Hickel 2012) bleiben folglich unbeachtet. Dies ist ein Grund, warum sich die Resultate nicht direkt auf die klinische Anwendung übertragen lassen. Hinzu kommt, dass im Mund ein komplexes Wechselspiel verschiedenster Beanspruchungen vorherrscht, die durch modellartige Versuchsanordnungen unmöglich in ihrer Gänze erfasst werden könnten.

Vorteilhaft ist jedoch, dass für zahlreiche Versuchsvorschriften bereits DIN-Normen existieren. Besonders hervor zu heben ist hier die DIN EN ISO 4049 mit dem Titel „Füllungs-, restaurative und Befestigungskunststoffe“. Ergebnisse forschender Institutionen, die sich ebenfalls nach diesen Empfehlungen richten (Sabbagh et al. 2002), sind daher gut mit der vorliegenden Arbeit vergleichbar. Die Übereinstimmung der jeweiligen Versuchsanordnungen ist jedoch stets zu prüfen, da manche Versuche lediglich in Anlehnung an die DIN-Norm durchgeführt wurden. In zeitlich kurzen Abständen aufeinander folgende Versuche bei stets gleich bleibenden Rahmenbedingungen (Verarbeitungs- und Umgebungstemperatur, selbe Prüfmaschinen, etc.) gestatten eine gute Vergleichbarkeit der zehn geprüften Komposite untereinander.

## ***6.3 Zeiten, Medien und Verfahren für Lagerung, künstliche Alterung und Verfärbung***

### ***6.3.1 Lagerung in Aqua dest.***

Zur Bestimmung zahlreicher mechanischer Parameter wurden die jeweiligen Prüfkörper für 24 h bei 37 °C in Aqua dest. gelagert. Die Zeitspanne zwischen Prüfkörperherstellung und Versuchsdurchführung ist der mehrfach beschriebenen Nachhärtung von Kompositen geschuldet (Ferracane und Marker 1992, Gladys et al. 1997, Sabbagh et al. 2002, Irie et al. 2006, Hellwig et al. 2009). Wartezeiten von 24 h haben sich etabliert (Tantbirojn et al. 2003). Zwar sind oral verarbeitete Kompositfüllungen sofort den in ihrer Tragezeit üblichen Belastungen ausgesetzt, doch ist eine Messung der

mechanischen Parameter erst nach 24 h sinnvoll, da die Nachhärtung ebenso wie im Labor stattfindet.

Auf die Lagerung in künstlichem Speichel wurde aus verschiedenen Gründen zu Gunsten von destilliertem Wasser verzichtet. Zu nennen ist hier unter anderem die fehlende Standardisierung von Speichelersatzmaterialien. Dadurch wird eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse mit anderen Publikationen erschwert. Da Speichel zu etwa 99 % aus Wasser besteht (Hellwig et al. 2009) sind kaum signifikante Materialbeeinflussungen im Vergleich zu Aqua dest. beschrieben, die den zusätzlichen Aufwand rechtfertigen würden. Destilliertes Wasser hat sich in zahlreichen anderen Untersuchungen bewährt (Ferracane und Marker 1992, Gladys et al. 1997, Sabbagh et al. 2002, Weeber 2004), die eigenen Ergebnisse sind somit besser vergleichbar.

Bei der Proben-Lagerung wurden die *in vivo* auftretenden pH-Schwankungen nicht berücksichtigt. Es fand keine Einstellung oder Überprüfung des pH-Wertes statt. In der Literatur sind intraorale pH-Verhältnisse folgender Maßen beschrieben (Hellwig et al. 2009): Ruhespeichel: pH 6,7; stimulierte Speichelsekretion: pH 7,3

Es ist daher nahe liegend, den üblicher Weise vorherrschenden pH-Wert von 7 nicht zu verändern. Abweichungen treten lediglich in den Farblösungen auf. Besonders Kaffee und Rotwein sind dafür bekannt, stark sauer zu reagieren. Diesbezügliche Einwirkungen auf die Komposite bleiben unberücksichtigt. Für die Beeinflussung mechanischer Parameter durch unterschiedliche bzw. schwankende Protonenkonzentrationen sowie Abweichungen der Färbeneigung durch saures oder basisches Milieu müssten weitere Untersuchungen veranlasst werden. Klinisch gilt dies besonders bei der Betrachtung von Risikopatienten: Bei unzureichender Mundhygiene in Verbindung mit hochfrequenter Aufnahme besonders zuckerhaltiger Nahrung ist ein stark saurer pH-Wert der Plaque zu verzeichnen (Vanhouste et al. 1991), der direkt auf Restauration und Zahn einwirkt.

### **6.3.2 Lagerung für 42 Tage im Wasserbad**

Ziel war es, eine Wasseraufnahme der Kompositmaterialien bis zu deren Sättigung sicher zu stellen. Dies war bereits nach 42 Tagen der Fall und wurde durch kontinuierlich durchgeführte Gewichtsmessungen belegt. Eine längere Wasserlagerung, etwa für 90 Tage, wie sie von Angeli beschrieben wurde, war daher nicht zwingend nötig (Angeli 2011). Die längerfristigen Auswirkungen auf den Werkstoff sind minimal und hatten höchst wahrscheinlich keinen Einfluss auf weitere Ergebnisse. Viol et al. stell-

ten sogar fest, dass Komposite binnen eines Tages bereits 75 % ihrer maximalen Wassersättigung erreicht haben (Viohl und Gerhard 1975). Diese These kann hier allerdings nicht bestätigt werden. Nach 24 h haben die Proben in Bezug auf ihren Maximalwert im Durchschnitt lediglich 33 % Masse zugenommen. Angeli gelangte in ihren Untersuchungen an Verblendkompositen zu ähnlichen Ergebnissen. Auch das von Ihr beschriebene Erreichen der 75 % Marke nach etwa 5 Tagen deckt sich mit den vorliegenden Daten. (Angeli 2011).

Die ermittelten Gewichtszunahmen unterliegen einer gewissen, leider nicht quantifizierbaren und für jedes Komposit verschiedenen Ungenauigkeit, die sich wie folgt begründet: Anhand diverser Studien, unter anderem von Polydorou oder auch Pelka ist bekannt, dass gewisse Bestandteile einer in Wasser gelagerten Kompositprobe in Lösung übergehen (Pelka et al. 1999, Polydorou et al. 2007). Ein ausführliches Review zu dieser Problematik verfasste die Arbeitsgruppe um van Landuyt. Er fasste zusammen, dass sowohl Monomere als auch in ähnlichen oder größeren Mengen verschiedenste Additiva in Lösung über gehen. Quantitative Angaben erfolgten in Mol pro Probenoberfläche bzw. Probenvolumen (Van Landuyt et al. 2011). Die gemessene Gewichtsänderung ( $\Delta m$ ) ist somit die Summe aus absoluter Wasseraufnahme ( $m_{zu}$ ) abzüglich der heraus gelösten Anteile ( $m_{ab}$ ).

$$\Delta m = m_{zu} - m_{ab}$$

Da aus versuchstechnischen Gründen nur die tatsächliche Gewichtsänderung  $\Delta m$  erfasst werden konnte, ist die aufgenommene Wassermenge um einen –wenn auch kleinen– nicht zu beziffernden Faktor ( $m_{ab}$ ) höher. Das Abnehmen der Masse einiger Komposite (z.B. GrandioSO) gegen Ende der Beobachtungszeit lässt sich möglicher Weise mit den beschriebenen Lösungsvorgängen von Komposit-Bestandteilen erklären. Der Masseverlust könnte andererseits aber auch lediglich durch Schwankungen der Waage bedingt sein, deren Auflösungsschärfe bei so geringen Gewichtsunterschieden ungenau wird. Die in der DIN-Norm geforderten Grenzwerte einer maximalen Wasseraufnahme von  $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  konnten stets problemlos eingehalten werden.

### **6.3.3 Temperaturlastwechsel**

Die Temperaturlastwechsel simulieren die intraoral auf eine Füllung wirkenden Belastungen bei Aufnahme besonders heißer oder kalter Speisen und Getränke. Zu diesem Zweck wurde ein Temperaturbereich zwischen 5 und 55 °C gewählt. Verschiedene Autoren nutzen diesbezüglich ähnliche Temperaturbereiche (Dombrowsky 2006).

Moore et al. fanden während einer intraoralen 24-Stunden-Messung an einem Incisivus Temperaturen zwischen 5,6 und 58,5 °C (Moore et al. 1999), was dem hier verwendeten Intervall annähernd entspricht. Es wurden allerdings auch weiter gefasste Bereiche beschrieben, wobei Temperaturen von -2 °C bis etwa 80 °C (Pfeiffer 1989) sicherlich besondere Extremsituationen der Nahrungsaufnahme darstellen.

Unter dem Hintergrund anschauliche Ergebnisse zu erhalten, wurde den Proben mit 25.000 Zyklen eine sehr große Belastung zugemutet. In anderen Arbeiten werden die Prüfkörper mit 5.000 Temperaturlastwechseln wesentlich weniger strapaziert (Dombrowsky 2006). In Untersuchungen zur Titan-Keramik-Verbundfestigkeit wurden allerdings mit bis zu 80.000 TLW auch entscheidend mehr Wechsellasten durchgeführt (Moormann et al. 2000). Da sich aus einer bestimmten Anzahl von Belastungszyklen aufgrund unterschiedlicher Essgewohnheiten keine entsprechende intraorale Verweildauer einer Füllung ableiten lässt (Göbel und Welker 1996), steht nicht die genaue Anzahl von Wechsellasten, sondern die interne Vergleichbarkeit der Ergebnisse im Vordergrund.

Als Medium für die Temperaturwechsellasten wurde nichtdestilliertes Wasser verwendet. Direkte negative Einflüsse dadurch wurden nicht beobachtet. Es bildeten sich auf den Proben lediglich vereinzelt auftretende, Kalkablagerungen, die jedoch aufgrund ihrer sehr geringen Schichtdicke und theoretischer Abwischbarkeit keinen Einfluss auf die weiteren Ergebnisse haben sollten.

Zusätzlich zu den Temperaturbelastungen ist unter Berücksichtigung der Ergebnisse für die Wasserlagerung während des etwa 10 Tage andauernden Versuchsdurchlaufes mit zusätzlichen Gefügeveränderungen durch den fortwährenden Wasserkontakt zu rechnen. Die Proben sind, betrachtet man die Ergebnisse der Wasserlagerung, während der folgenden mechanischen Prüfungen schon nahezu vollständig mit Wasser gesättigt.

#### **6.3.4 Färbemedien**

Bei der Verfärbungsneigung handelt es sich grundsätzlich um einen sehr theoretischen Versuchsaufbau, dessen Ergebnisse nur bedingt auf eine klinische Situation übertragbar sind. Die Färbemedien haben zwar überwiegend klinische Relevanz, doch lässt sich die Verfärbung einer Füllung durch den meist unregelmäßigen Konsum bestimmter, färbender Nahrungsmittel vor dem Hintergrund zahlreicher Nebeneinflüsse (Mundhygiene, Frequenz der Aufnahme, intraorale Verweildauer, etc.) nur



schwer simulieren. Weiterhin bleiben Temperatureinflüsse (etwa Verzehrttemperatur von Kaffee weit über 37 °C) ebenso wie schwankende pH-Werte oder anderweitige chemische Einwirkungen unbeachtet.

Es existiert keine einheitliche Richtlinie oder Verfahrensanweisung für die Bestimmung der Farbstabilität bei Kompositen. Zur besseren Vergleichbarkeit haben sich in der Jenaer Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik und Werkstoffkunde einige Färbe-  
medien inklusive entsprechender Lagerungsmethoden etabliert: Das vorgestellte Verfahren wurde bereits in zahlreichen Dissertationen angewandt (Joachim 1991, Gomolka 2003, Staufenbiel 2005, Angeli 2011).

Durch das gewählte Vorgehen mit entsprechenden Parametern lassen sich bei vertretbarem Aufwand anschauliche Ergebnisse erzielen, welche hausintern gut vergleichbar sind.

## **6.4 Betrachtungen zur Polymerisation**

### **6.4.1 Polymerisationsschrumpfung**

Es existiert eine Vielzahl von Verfahren zur Bestimmung der Polymerisationsschrumpfung (Denner 2003).

Die in der vorliegenden Arbeit verwendete Methode wurde bereits erfolgreich angewandt (Uhl et al. 2005) und lässt sich am ehesten mit dem von Watts etablierten Verfahren der „deflection disc method“ vergleichen (Watts und Cash 1991). Ein entscheidender Vorteil dieses elektronischen Messverfahrens gegenüber anderen Methoden ist in der Möglichkeit zur kontinuierlichen Aufzeichnung des Schrumpfungsvorgangs zu sehen. Eine diesbezügliche Betrachtung und Auswertung würde den Rahmen dieser Arbeit allerdings sprengen. Außerdem ist die Methode weniger anfällig gegenüber Temperaturschwankungen als es bei flüssigkeitsbasierten Verfahren der Fall wäre. Ergebnis der Messung ist eine Längendifferenz, die sich in einen prozentualen Wert umwandeln lässt, welcher nach Autorenangaben (Watts und Cash 1991) wiederum proportional zur Volumenschrumpfung ist.

In diesem Fall beziehen sich die Herstellerangaben zur Polymerisationsschrumpfung eines Komposits etwas häufiger auf das Volumen als auf die Länge. Eine klare Tendenz ist jedoch insgesamt nicht erkennbar. Auch lässt sich für keine der beiden Möglichkeiten eine höhere klinische Relevanz festhalten: Während bei der linearen

Schrumpfung die Höcker-Verformung theoretisch besser vorhersehbar ist, scheint die volumenbezogene Schrumpfung eher geeignet, um Aussagen über die Gesamtheit der Kavität zu treffen.

Es wurde mit  $450 \text{ W/cm}^2$  bewusst eine im Vergleich zu modernen Polymerisationslampen relativ niedrige Lichtleistung bei langer Bestrahlungsdauer von 40 s gewählt, um den zeitlichen Verlauf der Kontraktion grafisch gut darstellen zu können. Die zweiminütige Messung wurde unmittelbar vor Polymerisationsbeginn gestartet. Somit konnten auch nach Ende der Belichtungszeit stattfindende Höhen- bzw. Volumenänderungen registriert werden.

Anhand der durchschnittlichen Polymerisationsschrumpfung von 1,3 % lässt sich feststellen, dass bei aktuellen Kompositen besonders im Vergleich zu Produkten aus den letzten Jahren diesbezüglich eine sehr positive Entwicklung zu verzeichnen ist.

#### **6.4.2 Durchhärtetiefe**

Die Bestimmung der Durchhärtetiefe erfolgte, indem Komposit in einer Teflonform aus einem Abstand von 2 mm polymerisiert wurde. Einzelheiten hierzu sind dem Kapitel Material und Methode zu entnehmen. Für die Intensitätsabschwächung auf der Strecke zwischen Lichtaustrittsöffnung und Probenoberfläche wurde neben einer linearen Abschwächung der Lichtintensität (Bennett und Watts 2004) auch die Durchhärtung von Probenkörpern untersucht (Rode et al. 2007). Ziel einer optimalen Polymerisation ist es demnach, den Abstand so gering wie möglich, unbedingt aber kleiner als 3 mm zu halten. Nach eigenen Beobachtungen sind die versuchsseitig gewählten 2 mm klinisch in den meisten Fällen noch realisierbar. Ein direktes Aufsetzen der Lichtaustrittsquelle auf das Material, wie es in den DIN-Vorgaben gefordert wird, ist als klinisch nicht praktikabel zu bewerten. In der Forschung wird bis jetzt kein generell einheitlicher Abstand genutzt. Neben dem direkten Aufsetzen des Lichtleiters auf das (folienbedeckte) Material (Fan et al. 2002) werden zahlreiche andere Abstände beschrieben (Rueggeberg und Jordan 1993).

Auch für das leicht durchscheinende, weiße Teflonmaterial wird aufgrund der optischen Zahnähnlichkeit eine höhere klinische Relevanz angenommen, als sich aus der Verwendung von Metall-Formen ergeben würde, die andere Autoren überwiegend nutzen (Jandt et al. 2000, Bennett und Watts 2004, Tsai et al. 2004).

Die in der DIN-Norm beschriebene Kratz-Methode zur Bestimmung der Durchhärtetiefe hat sich als wenig praktikabel und sehr fehleranfällig erwiesen. Allein der vom

Untersucher aufgebrauchte Kraftaufwand sowie die Schärfe des Spatels bergen ein enormes Fehlerpotential. Hinzu kommt, dass teilweise kein homogener Materialabtrag, sondern vielmehr ein Abbröckeln ohne die Schaffung einer ebenen Oberfläche zu beobachten ist. Repräsentativere Ergebnisse können durch die Vermessung mittels Penetrometer erzielt werden. Obwohl eine Korrelation beider Verfahren angegeben wurde (Koupis et al. 2004) sehen auch andere Autoren die Kratz-Methode kritisch (Jandt et al. 2000) und favorisierten die Polymerisationstiefenbestimmung mittels Penetrometer (Harrington und Wilson 1993, Shortall et al. 1995, Bennett und Watts 2004, Uhl et al. 2004). Es ist jedoch nicht endgültig festgelegt, welcher Zustand als gerade noch „polymerisiert“ gilt. Abhängig ist diese Größe von der wirkenden Kraft pro Querschnittsfläche des belastenden Penetrometers. Dieser entsprechende Druck beträgt im vorliegenden Fall 1,25 N/mm<sup>2</sup>. Der in der DIN-Norm empfohlene Härtevergleich von Licht zu- und abgewandter Seite des Prüfkörpers fand nicht statt. Hiernach gilt das Material als durchpolymerisiert, wenn die Härte am Boden 80% der Härte auf der lichtzugewandten Seite beträgt.

### **6.4.3 Übrige Prüfkörper**

Zur Polymerisation der Prüfkörper im allgemeinen wird in der DIN-Norm (DIN 2000) vorgeschlagen, die Proben in sich überlappenden Abschnitten mit konventionellen Hand-Polymerisationslampen zu härten. Den aktuellen, praxisrelevanten Stand der Dinge stellt dabei die Aushärtung mit LED-Lampen der dritten Generation dar (Rueggeberg 2011). *In vitro* birgt dieses Verfahren jedoch besonders bei Betrachtung der Schrumpfungseigenschaften einige Nachteile gegenüber der einzeitigen Polymerisation (Palin et al. 2005). In dieser Tatsache begründet sich die Abweichung von den DIN-Vorgaben durch die Anwendung des Dentacolor XS -Gerätes. Es handelt sich dabei um ein Polymerisationsgerät für zahntechnische Zwecke bzw. den *in vitro* Einsatz. Lichthärtende Materialien werden in der geschlossenen Polymerisationskammer allseitig mit weitestgehend gleichmäßiger Intensität bestrahlt. Die Prüfkörper sind dadurch sehr homogen polymerisiert.

Die resultierende Qualität der Polymerisation hinsichtlich Dauer in Verbindung mit Lichtleistung übersteigt die geforderten Herstellervorgaben somit enorm. Durch die aufeinander folgende Aushärtung von Probenober- und Unterseite ist eine definitive Durchhärtung aller Produkte zweifelsfrei sichergestellt. Stabilitätseinbußen durch Polymerisationsdefizite (Fan et al. 2002) können sicher ausgeschlossen werden.

## 6.5 Diskussion der Ergebnisse

### 6.5.1 Angaben der Hersteller im Vergleich mit eigenen Ergebnissen

TABELLE 19: Ausgewählte Herstellerangaben im Vergleich mit eigenen Messwerten

	<b>Biege- festigkeit [N/mm<sup>2</sup>]</b>	<b>E-Modul [N/mm<sup>2</sup>]</b>	<b>Druck- festigkeit [N/mm<sup>2</sup>]</b>	<b>Wasser- aufnahme [µg/mm<sup>3</sup>]</b>	<b>Röntgen- opazität [% Al]</b>	<b>Polym- schrump- fung [% lin.]</b>
	Herst.-Wert (Eigener Wert)	Herst.-Wert (Eigener Wert)	Herst.-Wert (Eigener Wert)	Herst.-Wert (Eigener Wert)	Herst.-Wert (Eigener Wert)	Herst.-Wert (Eigener Wert)
<b>ES</b>	<b>115<sup>2</sup></b> (92)	<b>8600<sup>2</sup></b> (6334)	<b>297<sup>1</sup></b> (234)	<b>18,1<sup>2</sup></b> (16,0)	- (214)	<b>1,3 lin.<sup>1</sup></b> (1,38)
<b>EP</b>	<b>209<sup>2</sup></b> (145)	- (12251)	<b>443<sup>1</sup></b> (271)	- (11,7)	<b>290<sup>1</sup></b> (325)	- (1,07)
<b>FS</b>	<b>160<sup>1</sup></b> (136)	<b>9000<sup>1</sup></b> (7295)	<b>365<sup>1</sup></b> (284)	- (18,0)	- (318)	<b>2 Watts<sup>1</sup></b> (0,93)
<b>FZ</b>	<b>165<sup>1</sup></b> (145)	<b>11348<sup>1</sup></b> (9584)	<b>365<sup>1</sup></b> (268)	- (16,5)	- (291)	- (1,06)
<b>CX</b>	<b>110<sup>1</sup></b> (105)	<b>8500<sup>1</sup></b> (7556)	<b>320<sup>1</sup></b> (234)	<b>13,6<sup>1</sup></b> (11,7)	<b>200<sup>1</sup></b> (325)	<b>2,3 vol.<sup>2</sup></b> (1,37)
<b>GR</b>	<b>187<sup>1</sup></b> (131)	<b>16650<sup>1</sup></b> (12285)	<b>439<sup>1</sup></b> (267)	<b>12,0<sup>1</sup></b> (9,2)	<b>320<sup>1</sup></b> (249)	<b>1,61 vol.<sup>1</sup></b> (0,78)
<b>VD</b>	<b>169<sup>1</sup></b> (163)	<b>10400<sup>2</sup></b> (10923)	<b>279<sup>2</sup></b> (249)	<b>13,7<sup>2</sup></b> (17,2)	<b>325<sup>1</sup></b> (297)	<b>1,5 Watts<sup>1</sup></b> (1,66)
<b>TE</b>	<b>120<sup>1</sup></b> (126)	<b>10000<sup>1</sup></b> (8878)	- (274)	<b>21,1-24,8<sup>1</sup></b> (18,7)	<b>260<sup>1</sup></b> (387)	- (1,11)
<b>EM</b>	- (107)	- (9059)	- (278)	- (22,7)	- (685)	- (1,68)
<b>UD</b>	<b>170<sup>2</sup></b> (136)	- (10594)	<b>450-490<sup>2</sup></b> (275)	<b>15,0<sup>2</sup></b> (15,8)	- (242)	<b>3,1 vol.<sup>2</sup></b> (2,02)

<sup>1</sup> - Angaben direkt aus Broschüren bzw. Veröffentlichungen der Hersteller

<sup>2</sup> - Angaben aus Vergleichsportalen im Internet (Dentalkompakt 2013, Spitta 2013)

In der oben stehenden TABELLE 19 sind für ausgewählte Parameter (soweit bekannt) die öffentlich zugänglichen Herstellerangaben (fett gedruckt) mit den Ergebnissen der eigenen Untersuchungen (in Klammern) verglichen worden. Diese Informationen sollten jedoch nicht überbewertet werden: Aufgrund von evt. im Detail verschiedenen Versuchsvorschriften ist eine direkte Vergleichbarkeit der Ergebnisse nicht grundsätzlich voraus zu setzen, was der Tabelle einen eher informativen Charakter verleiht.

## 6.5.2 Marketing-Schwerpunkte der jeweiligen Produkt-Broschüren vor dem Hintergrund eigener Untersuchungsergebnisse

Viele Hersteller bewerben ihre Komposite mit besonders herausragenden, nur beim benannten Material vorkommenden Eigenschaften, um sich von der Konkurrenz abzuheben. Eine Zusammenfassung dieser speziellen Merkmale und eventuelle Beobachtungen während der Versuchsreihen stellen sich wie folgt dar:

Bei **Estelite Sigma Quick** wird das Hauptaugenmerk auf den sogenannten Chamäleon-Effekt gelegt. Form und Größe der sphärischen Nanofüllkörper, welche raster-elektronenmikroskopisch in eigenen Untersuchungen eindeutig nachgewiesen wurden, sollen demnach eine besonders gute Farbanpassung der Füllung an die umgebende Zahnhartsubstanz bewirken, was jedoch in den Versuchsreihen nicht überprüft werden konnte. Schwerpunktmäßig sollte dieses Material somit bei ästhetisch anspruchsvollen, jedoch nicht zu stark kaubelasteten Indikationen eingesetzt werden. Die vergleichsweise niedrigen mechanischen Belastbarkeiten bekräftigen diese Empfehlung.

**Estelite Posterior** ergänzt die Tokuyama Dental-Produktreihe als Material für die eher kaubelastete Indikation. Es wird auf eine besonders kurze Polymerisationszeit von 10 s sowie vergleichsweise gute mechanische Eigenschaften hingewiesen, welche sich in den eigenen Versuchsreihen bestätigen.

Der Hersteller von **Filtek Supreme XTE** bewirbt, mit einer großen Auswahl an Farbschattierungen und Opazitäten einhergehend, die Produktanwendung bei ästhetisch anspruchsvollen Füllungen. Dabei wird neben einer sehr guten Abrasionsfestigkeit, die sich in den durchgeführten Versuchen bestätigt, auch auf eine ausgezeichnete Glanzbeständigkeit hingewiesen. Dieser Aspekt wurde nicht explizit in einem Versuch überprüft, doch ist festzustellen, dass die abradierten Prüfkörper im Nachhinein eine im Vergleich zu Konkurrenzprodukten subjektiv wesentlich glattere bzw. glänzendere Oberfläche aufweisen.

**Filtek Z500** wird als Nachfolgeprodukt der bewährten Z-Reihe (Z100, Z250) vorgestellt. Es soll sich dank weiterer Materialverbesserungen sowie einer einfachen Anwendung mit ästhetisch ansprechenden Ergebnissen und guten mechanischen Eigenschaften ein breiter Indikationsbereich erschließen. In den eigenen Untersuchungen wurden keine entscheidenden Schwächen festgestellt, was für die breit gefächerte, universelle Anwendbarkeit spricht.

Bei **Ceram x mono** liegt die Besonderheit, mit welcher der Hersteller für sein Produkt wirbt, in der Verwendung von nanokeramischen Füllkörpern. Diese sollen neben langlebigen Restaurationen mit herausragenden Eigenschaften bei der Unterbindung von Rissausbreitungen für eine besonders gute Biokompatibilität sorgen. Zu den zwei letztgenannten Eigenschaften lassen sich aus keinem der durchgeführten Versuche Rückschlüsse ziehen. Der Anspruch auf die Erzielung besonders langlebiger Restaurationen sollte jedoch vor dem Hintergrund der außergewöhnlich niedrigen Abrasionsstabilität kritisch betrachtet werden. Mit diesem Wissen kann die Anwendung des Materials in tiefen, approximalen Kavitäten, die in direktem Kontakt zur Gingiva stehen, aber nicht von der Nahrungsabrasion betroffen sind, empfohlen werden. Ob es bedenkenlos möglich oder gar zweckmäßig ist, beim Übergang zu okklusalen Kavitätensbereichen ein abrasionsstabileres Komposit zu adaptieren, bleibt weiterführenden Untersuchungen überlassen.

Bei **GrandioSO** wird die Zahn-Ähnlichkeit mechanischer und optischer Eigenschaften hervor gehoben. In den Produktpräsentationen werden diese Thesen durch umfangreiche Untersuchungsergebnisse verschiedener (auch externer) Studien belegt, was den positiven Eindruck entstehen lässt, dass eventuelle Schwächen des Produktes nicht verschwiegen werden sollen. Der Anwender erhält somit einen transparenten Einblick in zahlreiche Produktspezifikationen, auch wenn das Material (wie z.B. beim Schrumpfstress) nicht zu den Spitzenreitern im Vergleich zählt. Es wird eine universelle Anwendbarkeit, sowohl in mechanisch stark beanspruchten Gebieten, als auch bei der Ästhetik-orientierten Rekonstruktion von Frontzähnen angepriesen.

Zwar ist die Zahn-Ähnlichkeit ein hoch gestecktes Ziel, welches schlussendlich auch nicht in allen Disziplinen erreicht werden konnte, doch lassen sich aus den eigenen Untersuchungen keinerlei Gegenanzeigen für den universellen Einsatz ableiten.

Für **Venus Diamond** gilt wiederum der Anspruch höchster Ästhetik, welcher mit einem großen Angebot an Farbnuancen und Opazitäten untermauert wird. Neben außergewöhnlicher Haltbarkeit und Farbanpassung soll es zudem über hervorragende Verarbeitungseigenschaften verfügen. Im Produkt-Prospekt wird der Werkstoff anhand firmeninterner Untersuchungen mit anonymisierten Konkurrenzprodukten verglichen. Eine etwas transparentere Untersuchung wäre wünschenswert. Beworben wird weiterhin eine geringe Schrumpfkraft (nicht durch eigene Untersuchungen verifiziert) sowie eine besonders hohe Biegefestigkeit, welche auch im eigenen Vergleich (Tageswerte) den vordersten Platz einnimmt.

**Tetric EvoCeram Bulk Fill** wird als Seitenzahn-Komposit angeboten, welches, in der Einschicht- sowie Bulk-Technik angewandt, eine wirtschaftliche und schnelle Füllungslegung verspricht. Der Einsatz eines innovativen Initiator-Systems („Ivocerin“), welches die problemlose Polymerisation von Schichtdicken bis 4 mm ermögliche, findet besondere Beachtung. Auch hier wird mit einer geringen Schrumpfung geworben. In den eigenen Untersuchungen liegen die Ergebnisse im vorderen Drittel und bestätigen damit diesen Anspruch. Über die Schrumpf-Spannung, welche auch sehr gering ausfallen soll, kann leider keine Aussage getroffen werden. Zusammenfassend spricht bis auf die erhöhte Tendenz zur Wasseraufnahme nichts gegen die Anwendung im kaubelasteten Seitenzahnggebiet; weitere mechanische Parameter liegen im Mittelfeld. Eine nachweislich sehr gute Röntgensichtbarkeit kann sich bei der Kariesdiagnostik als weiterer Vorteil erweisen.

Über das **Entwicklungsmuster** kann an dieser Stelle nichts berichtet werden. Die Röntgenopazität ist der Konkurrenz mit großem Abstand überlegen. Weitere Parameter liegen überwiegend im unteren Mittelfeld.

Bei **Enamel plus HRI** handelt es sich um ein Set von Komposit-Massen für die Mehrschichttechnik. Neben unterschiedlichen Dentinmassen (UD) werden Schmelzmassen (UE) angeboten, auf welche in den entsprechenden Informationsbroschüren das Hauptaugenmerk gelegt wird. Durch einen Brechungsindex, der dem natürlichen Zahnschmelz entspricht, soll bei den Schmelzmassen eine exzellente Ästhetik erreicht werden. Beste Ergebnisse erziele man, wenn sich die Schichtung der Schmelz- und Dentinmassen direkt an den natürlichen Verhältnissen orientiert, was die Anwendung stark vereinfachen soll. Ob allerdings bezüglich der mechanischen Eigenschaften Unterschiede zwischen den einzelnen Komponenten bestehen, geht aus den Werbeprospekten nicht hervor. Untersucht wurde lediglich die Dentinmasse (UD3), welche sich mit ihren Eigenschaften gut als Kern einer Restauration eignen sollte.

## ***6.6 Diskussion der Versuchsvorschriften***

### **6.6.1 Biegefestigkeit und Elastizitätsmodul**

Biegefestigkeit und Elastizitätsmodul werden als wichtige Materialeigenschaften angesehen und sind dementsprechend häufig Bestandteil von vergleichenden Untersuchungen. Es hat sich dabei das Vorgehen nach DIN-Vorschriften weitgehend durchge-

setzt (DIN 2000). Der diesbezüglich beschriebene Versuchsaufbau bietet jedoch auch ein gewisses Fehlerpotential. Zu dessen Minimierung ist es zunächst essenziell, die Prüfkörper genauestens (1/100 mm) zu vermessen und der Auswertungssoftware die entsprechenden Werte zu übermitteln, was vor den Versuchen auch akribisch geschah. Das Ergebnis des 3-Punkt-Biegeversuchs charakterisiert die mechanische Festigkeit einer relativ kleinen Querschnittsfläche des Probenkörpers, was einer theoretischen, idealisierten Biegefestigkeit entspricht. Abhilfe könnte hier die Durchführung eines 4-Punkt-Biegeversuchs schaffen, wobei die belastende Kraft auf ein größeres, repräsentativeres Volumen der Probe wirkt. Die Folge wären niedrigere, stärker streuende Ergebnisse, da Materialfehler wie Luftblasen oder Inhomogenitäten umfangreicher erfasst werden (Junior et al. 2008).

Mit anderen Verfahren, wie etwa dem biaxialen Biegeversuch werden zwar stark differierende aber dennoch korrelierende Werte erzielt (Chung et al. 2004). Außerdem wird dieser etwas aufwendigeren und materialintensiveren Versuchsanordnung, auf welche an dieser Stelle nicht näher eingegangen werden soll, eine höhere klinische Relevanz zugesprochen (Palin et al. 2005, Curtis et al. 2009).

### **6.6.2 Härte**

Es existieren zahlreiche Verfahren zur Ermittlung der Härte (Heine 2011). Das quasi-zerstörungsfreie Prüfverfahren zur Bestimmung der Vickers-Härte eignet sich sehr gut für die Vermessung kleiner homogener Materialproben und findet in der Dentaltechnik seit je her großen Zuspruch (Shahdad et al. 2007).

Weitere Rahmenbedingungen sind in der entsprechenden DIN-Norm festgeschrieben, welche nicht Teil der ISO 4049:2000 ist, aber die werkstoffkundliche Prüfung von Kompositen ergänzt (DIN 2006).

Es wurde lediglich die Härte an der Probenoberfläche ermittelt, welche dank der ausgiebigen Polymerisation eine annähernd maximale Konversionsrate aufweisen sollte. Es handelt sich also wiederum um einen klinisch nur schwer erreichbaren Idealwert, da die Härte stark von der Energiezufuhr während der Polymerisation abhängt (Abate et al. 2001). Besonders an der lichtabgewandten Füllungsunterseite kann die reale Härte *in vivo* somit merklich geringer sein.

Die Härtebestimmung an Probenober- und Unterseite von nur einseitig ausgehärteten Materialproben, wie sie beispielsweise von Dombrowsky durchgeführt wurde, könnte hier weitere relevante Informationen liefern (Dombrowsky 2006).



### **6.6.3 Druckfestigkeit**

Das Verfahren zur Bestimmung der Druckfestigkeit ist aus mehreren Gründen sehr fehleranfällig. Zunächst ist die ungünstige Prüfkörpergeometrie anzuführen, bei der sich selbst kleinste Lufteinschlüsse oder Materialinhomogenitäten, unabhängig von der Höhe ihres Auftretens, als spürbares Defizit in der belasteten Querschnittsfläche bemerkbar machen. Dieses Problem lässt sich selbst bei sorgfältigster Herstellung der Prüfkörper nicht gänzlich vermeiden und führt zu teilweise sehr großen Standardabweichungen. Eine weitere Fehlerquelle sind die möglicherweise nicht exakt plan und parallel ausgerichteten Deckflächen der zylindrischen Prüfkörper, wodurch es zu uneinheitlichen Druckbelastungen im Gefüge kommen kann. Abhilfe würde hier die beidseitige Bedeckung mit einer dünnen, die Unebenheiten flexibel ausgleichenden Zinnfolie schaffen.

Aus genannten Gründen sind die Ergebnisse der Druckfestigkeitsprüfung trotz der hohen Zahl an Prüfkörpern als kritisch zu bewerten, nur wenige Produkte unterscheiden sich signifikant voneinander, doch sind die Abweichungen auch nicht bei jedem Produkt gleich, was wiederum Rückschlüsse auf die Qualität des Materials zulässt. In kommenden Untersuchungen sollte die gewählte Methode dennoch dringend optimiert werden, um sicherere und besser vergleichbare Ergebnisse zu erhalten.

### **6.6.4 Wasseraufnahme**

Bei der Wasseraufnahme sind ebenfalls einige Fehlerquellen an zu führen. Es muss ausdrücklich betont werden, dass eventuelle Einflüsse sich heraus lösender Kompositbestandteile, besonders von Restmonomeren (Van Landuyt et al. 2011) und ein damit einher gehender Gewichtsverlust unberücksichtigt bleiben. Zwar wird von einer optimalen Polymerisation ausgegangen, doch ist es klinisch aus verschiedenen Gründen, wie etwa mangels Hitze-Behandlung (Bagis und Rueggeberg 2000), nur schwer möglich, den Restmonomergehalt weiter zu verringern. Eine Konversionsrate von 100 % ist bei Füllungskompositen generell nicht erreichbar (Ferracane et al. 1998, Ribeiro et al. 2012). Der gemessene Gewichtszuwachs durch Wasseraufnahme ist somit in einem unbekanntem Maße verfälscht und tatsächlich geringfügig höher.

Hierin begründet sich vermutlich zumindest anteilig auch der Masseverlust einiger Produkte (z.B. GrandioSO) gegen Ende der Messperiode.

Bei den beobachteten Schwankungen kann es sich jedoch auch lediglich um Messfehler handeln, da die verwendete Laborwaage bei den zu bestimmenden Gewichtsdiffere-

renzen an ihre Auflösungsgrenze stößt. Eine Analyse und Quantifizierung der herausgelösten Bestandteile, ähnlich wie etwa durch Van Landuyt vorgenommen, könnte in kommenden Arbeiten für Klarheit sorgen (Van Landuyt et al. 2011).

Weiterhin handelt es sich bei den im Ergebnisteil dargestellten Kurven um die geglätteten direkten Verbindungen zweier aufeinander folgender Messpunkte, was eher den tatsächlich beobachteten Gewichtsschwankungen als der theoretisch zu erwartenden logarithmischen Kurve des Fick'schen Gesetzes entspricht. Für die vermehrt beobachtete Verlangsamung der Gewichtszunahme vom 3. zum 4. Messtag lässt sich außer den beschriebenen eventuellen Lösungsvorgängen keine plausible Erklärung finden.

### **6.6.5 Abrasion**

Die Simulation einer Abrasion durch Nahrung ist ein komplexer Vorgang, der im Labor nur sehr schwer realisierbar ist (Powers et al. 1983, Mair 1992, Lambrechts et al. 2006). Es wurde bereits eine Vielzahl von Apparaten entwickelt, um das Verschleißverhalten von Kompositen *in vivo* möglichst realistisch nach zu stellen. Fast alle Methoden finden ihren Ursprung dabei in zwei unterschiedlichen Herangehensweisen: Bei der zwei-Medien-Abrasion stehen Probematerial und Abrasivum in direktem Kontakt zueinander, wie es etwa bei Zahn-zu-Zahn-Kontakten (Extremform: Bruxismus) der Fall wäre. Die drei-Medien-Abrasion benötigt ein zusätzliches Zwischenmedium, welches die eigentliche Abrasion verursacht, den direkten Kontakt zwischen Probe und Antagonist jedoch verhindert (Lambrechts et al. 2006). Dieses Verfahren beschreibt besser solche Vorgänge, die bei der Nahrungsmastikation auftreten. Es birgt tendenziell ein größeres klinisches Potential, ist jedoch auch wesentlich anfälliger für Störeinflüsse: Schon kleinste Modifikationen des Versuchsprotokolls verändern die Ergebnisse so stark, dass eine Vergleichbarkeit mit anderen Forschungseinrichtungen praktisch nicht realisierbar ist. Dies gilt auch für die in der vorliegenden Arbeit angewandte ACTA-Methode. (Einzelheiten dazu im Abschnitt Material und Methode.) Gnauck benannte in ihrer Promotionsarbeit zahlreiche solcher Störeinflüsse und Möglichkeiten zu deren Vermeidung (Gnauck 2006), die in der Versuchsdurchführung nach bestem Gewissen beherzigt wurden. Es gehören dazu unter anderem die Bestückung des gesamten Probenrades mit nur einem Material, die stetige Mitführung einer Referenzlegierung in jedem Durchlauf und die Verwendung eines standardisierten Zwischenmediums. Wenn sich zukünftig auch weitere Arbeitsgruppen

an den Vorschlägen orientieren, könnte dies zur Etablierung eines einheitlichen Standards mit vergleichbaren Ergebnissen führen, den es bei der ACTA-Methode bis dato leider noch nicht gibt (Gnauck 2006).

Aus genannten Gründen der Fehleranfälligkeit wurde auf die quantitative Benennung der abradierten Querschnittsfläche zugunsten eines Verhältnisses zur Referenzlegung verzichtet.

Weiterhin gilt es noch zu ergründen, warum die 22 Messwerte je Kompositmaterial offenbar umso mehr streuen, je größer die Gesamtabrasion der Probe ausfällt.

### **6.6.6 Politur**

Da es an einer ungenügend polierten Kompositoberfläche zu verstärkter Bakterien- und Plaque-Adhäsion sowie gesteigerter Verfärbungstendenz kommt (Aykent et al. 2010, Antonson et al. 2011), sollte jeder Zahnarzt auf eine möglichst optimale Oberflächenqualität achten.

Generell konnten sehr glatte Oberflächen erzielt werden. Doch handelt es sich auch hier um einen Versuchsaufbau, der nicht bedingungslos auf die klinische Situation übertragbar ist: Die Bearbeitung einer vergleichsweise großen, ebenen Oberfläche, wie sie bei den Prüfkörpern vorlag, ist intraoral selten zu finden. Fissuren und Höcker sorgen für eine inhomogene, ungleichmäßige Oberfläche, die wesentlich schwerer zu bearbeiten ist (Antonson et al. 2011). Das Ausmessen einer solchen Oberfläche in allen Bereichen wäre ebenso mit einem entsprechend größeren Aufwand verbunden.

Ein weiterer limitierender Faktor ist das enge Zeitfenster, welches einem Zahnarzt für die Ausarbeitung und Politur einer Kompositfüllung zur Verfügung steht. Nicht ohne Grund sind Poliersysteme beliebt, bei denen mit wenigen Einzelinstrumenten zügig eine optimale Oberfläche erreicht wird (Jefferies 2007). Mit der zeitintensiven Politur bis zur jeweils maximal erreichbaren Oberflächenqualität einer einzelnen Stufe wurde weniger die klinische Tauglichkeit eines Materials als mehr dessen theoretisches Potential bestimmt. Für diesen Fall sollte ein Vorgehen mit limitierter Polierzeit gewählt werden. Es gibt einige Autoren, die so verfahren (Nagem Filho et al. 2003).

Ein weiterer Einflussfaktor, der in den Versuchen keine Beachtung fand, ist der Anpressdruck des Polierers auf die Probe (Antonson et al. 2011). Dieser wurde zwar subjektiv konstant gehalten, jedoch ohne objektiven Referenzwert gewählt. Auch dadurch wird die resultierende Oberflächenqualität beeinflusst.

### **6.6.7 Röntgenopazität**

Auch bezüglich der Röntgenopazität müssen unterschiedlichste Parameter konstant gehalten werden, um die Ermittlung reproduzierbarer Ergebnisse zu gewährleisten (Dombrowsky 2006). Eine Vergleichbarkeit ist oft schwer, da einige Einflussfaktoren wie etwa der Zustand der Entwicklerlösung nicht einheitlich geregelt sind (DIN 2000). Erschwerend kommt hinzu, dass sich die Schwächungskoeffizienten der Materialien bei variierenden Rahmenbedingungen in uneinheitlichem Maße ändern (Poorsattar Bejeh Mir und Poorsattar Bejeh Mir 2012). Das bedeutet, dass beispielsweise bei Veränderungen der Röntgenspannung (Variationen  $< 20\%$  sind nach DIN möglich) keine konstante Differenz / konstanter Fehler in allen Werten auftritt, sondern sich dieser für jedes Material in unterschiedlichem Umfang ändert.

Vor diesem Hintergrund scheint es nicht verwunderlich, dass sich die eigenen Ergebnisse nicht im Geringsten mit den sehr sporadisch vorhandenen Herstellerangaben zur Röntgensichtbarkeit decken. Die Werte sind zwar untereinander sehr gut vergleichbar, da die Fülle aller Einflussfaktoren stets unverändert blieb, doch für Vergleiche außerhalb der eigenen Versuchsreihen nicht geeignet.

Potential zur Optimierung der Ergebnisse liegt in folgenden Überlegungen: Zunächst sollte von der Erstellung einer Referenzgeraden mittels verschiedener Aufnahmen unterschiedlich starker Aluminiumkörper und anschließendem Vergleich der Proben anhand der ermittelten Kennlinie Abstand genommen werden (Toyooka et al. 1993, Poorsattar Bejeh Mir und Poorsattar Bejeh Mir 2012). Hierbei können schon zu viele störende Nebeneinflüsse auftreten. Sinnvoller erscheint die Abbildung einer Referenz-„Aluminium-Treppe“ (DIN 2000) neben der Probe auf jedem Film. Leider stand eine solche Referenz-Treppe für die durchgeführten Versuche nicht zur Verfügung. Da die Röntgenopazität von Kompositen jüngst immer öfter mit der Röntgensichtbarkeit von Zahnschmelz verglichen wird, wäre ein dritter, standardisierter Schmelz-Körper auf dem gleichen Röntgenbild optimal (Dukic et al. 2012).

### **6.6.8 Rasterelektronenmikroskopische Analysen**

An der Aufnahmemethodik der rasterelektronenmikroskopischen Abbildungen sind keine Kritikpunkte zu nennen, die Bilder stellen sich in guter Qualität dar und man erkennt wichtige Strukturen (Füllkörper, Matrixanteile, etc.) klar und deutlich. Die Leistung des Gerätes reicht jedoch nicht aus, um Nanopartikel scharf darzustellen. Die

Aufnahmen lassen sich gut mit Darstellungen anderer Einrichtungen vergleichen, jedoch ist die Aussagekraft hinsichtlich der Materialeigenschaften eher gering.

Lassen sich in der Aufnahme des Material-Bruchs vermehrt Füllstoffpartikel ausmachen, lässt dies auf einen überwiegenden Adhäsionsbruch zwischen Füller und Matrix schließen. Sind kaum bzw. keine Strukturen von Füllkörpern erkennbar, so kann man von einem überwiegenden Kohäsionsbruch im Material ausgehen.

## 7 Schlussfolgerung

Der Entwicklungsstand von Kompositen ist dank langjähriger Forschungen und zahlreicher Innovationen bereits sehr hoch. Der Einsatz von nanotechnologischen Verfahren ermöglichte die Realisierung eines noch höheren Füllstoffgehaltes, der wiederum neues Potential für Materialverbesserungen birgt.

Nach Durchführung umfangreicher Untersuchungen lässt sich festhalten, dass der klinische Einsatz aller in der vorliegenden Arbeit getesteten Komposite aus werkstoffkundlicher Sicht ohne Bedenken möglich ist: Da viele Versuche in Anlehnung an DIN-Vorschriften stattfanden, ließen sich die Ergebnisse bezüglich dort hinterlegter Mindestanforderungen für Komposite bewerten.

In den Versuchen stellte sich jedoch auch heraus, dass teilweise große Differenzen zwischen den Produkten bestehen. So unterscheiden sich die Mittelwerte der Biegefestigkeit nach eintägiger Lagerung in destilliertem Wasser (72 – 148 N/mm<sup>2</sup>) um mehr als 100 %, ebenso wie die lineare Polymerisationsschrumpfung (0,8 – 2,0 %) und die Vickers-Härte (HV<sub>5-20</sub>: 59 – 127). Beim Elastizitätsmodul und der Gewichtszunahme durch Wasseraufnahme wurden ebenfalls große Abstände ermittelt. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen zeigten einen Facettenreichtum in Design und Größenspektrum der Füllkörper. Alle Materialien sind, ohne Beachtung des zeitlichen Aufwandes, gut polierbar, wobei trotz großer Streuung (0,03 bis 0,08 µm) der mikrobiologisch bedeutsame Schwellenwert von  $R_a < 0,2 \mu\text{m}$  stets eingehalten wurde. Das Abrasionsverhalten der Komposite ist ebenfalls uneinheitlich: Während die Spitzenreiter mit den Verschleißseigenschaften des altbewährten Amalgam konkurrieren, wurde bei Ceram x mono ein vierfach höherer Wert bestimmt. Die Röntgenopazität ist mit Werten nahe dem menschlichen Zahnschmelz z.T. verbesserungswürdig; dass es hier vielversprechende Ansätze gibt, beweist das Entwicklungsmuster mit fast 700 % Aluminiumgleichwert. Beim gewählten Vorgehen konnte keines der Produkte eine über alle Medien gemittelte, für das menschliche Auge nicht sichtbare Farbstabilität ( $\Delta E < 3$ ) aufweisen. Das ausreichende Polymerisations-Potential ist stets gegeben. Während das Bulk-Komposit in diesem Versuch erwartungsgemäß unübertroffen bleibt, sind bei den übrigen Stoffen äußere Rahmenbedingungen (Lichtleistung u. Dauer) entscheidend. Bezüglich der Druckfestigkeit (234 – 284 N/mm<sup>2</sup>) konnten kaum signifikante Unterschiede festgestellt werden, was jedoch an einem unzureichenden Versuchsaufbau liegen könnte.

Es lässt sich folgern, dass trotz universeller Anwendbarkeit Schwerpunkt-Indikationen für die verschiedenen Werkstoffe angegeben werden können:

Estelite Sigma Quick sollte aufgrund seiner Eigenschaften hauptsächlich bei ästhetisch anspruchsvollen, jedoch nicht zu stark kaubelasteten Indikationen eingesetzt werden. Für derartige Zwecke eignet sich das Produkt Estelite Posterior des gleichen Herstellers wesentlich besser. Mit seiner guten mechanischen Charakteristik kann es für den Seitenzahnbereich besonders empfohlen werden, jedoch stellen die ungleichmäßigen Ergebnisse mit z.T. großen Standardabweichungen einen Kritikpunkt dar. Die Abrasionseigenschaften von Filtek Supreme XTE sind gut, nicht jedoch die starken Verfärbungsneigung, welche den ästhetischen Anspruch relativiert. Filtek Z500 weist in den Untersuchungen keine gravierenden Mängel auf und eignet sich somit gut für den universellen Einsatz. Die beworbene gute Biokompatibilität von Ceram x mono wurde nicht untersucht, doch stellt es aufgrund seiner niedrigen Abrasionsstabilität kein optimales okklusales Füllungsmaterial dar. Für die universelle Einsetzbarkeit von GrandioSO lassen sich anhand der Untersuchungen keine Gegenanzeigen feststellen, einziger Kritikpunkt ist eine niedrige Röntgenopazität. Mit seiner hohen Biegefestigkeit (Tageswerte), nimmt Venus Diamond im Vergleich den vorersten Platz ein. Die weniger gute Polierbarkeit limitiert den Anspruch auf ein besonders ästhetisches Füllungsmaterial. Tetric EvoCeram Bulk Fill ist ausschließlich für den Seitenzahnbereich konzipiert, wo es dank geringer Schrumpfung und guter mechanischer Eigenschaften, allerdings leider auch hoher Wasseraufnahme überzeugende Ergebnisse liefert. Beim Entwicklungsmuster überzeugt die überragend hohe Röntgenopazität, weitere Materialeigenschaften liegen oft nur im unteren Mittelfeld. Mit ihren unauffälligen Eigenschaften eignet sich die Dentinmasse UD3 aus dem Enamel plus HRI- Set gut für ästhetisch ansprechende Stumpf-Aufbauten.

Mit den Ergebnissen der vorliegenden Arbeit können praktizierenden Zahnärzten hilfreiche Hinweise zu Verarbeitung und Auswahl der Füllungswerkstoffe gegeben werden. Die Komposit-Hersteller profitieren von einer unabhängigen Grundlage zur eigenen Standortbestimmung.

Abschließend bleibt zu erwähnen, dass *in vitro* Versuche die klinische Situation zwar nie so gut widerspiegeln können, wie es Langzeitbeobachtungen am Patienten ermöglichen würden, doch stellen die hier durchgeführten materialwissenschaftlichen Vergleichs-Untersuchungen die Grundlage und Basis für die Anwendbarkeit der Produkte am Patienten dar.

## Literaturverzeichnis

- Abate PF, Zahra VN, Macchi RL. 2001. Effect of photopolymerization variables on composite hardness. *J Prosthet Dent*, 86 (6):632-635.
- Al-Boni R, Raja OM. 2010. Microleakage evaluation of silorane based composite versus methacrylate based composite. *J Conserv Dent*, 13 (3):152-155.
- Angeli C. 2011. Werkstoffkundlicher Vergleich neu entwickelter Verblendkomposite [Dissertation]. Jena: Friedrich-Schiller-Universität.
- Antonson SA, Yazici AR, Kilinc E, Antonson DE, Hardigan PC. 2011. Comparison of different finishing/polishing systems on surface roughness and gloss of resin composites. *Journal of Dentistry*, 39, Supplement 1 (0):e9-e17.
- Aykent F, Yondem I, Ozyesil AG, Gunal SK, Avunduk MC, Ozkan S. 2010. Effect of different finishing techniques for restorative materials on surface roughness and bacterial adhesion. *J Prosthet Dent*, 103 (4):221-227.
- Bagis YH, Rueggeberg FA. 2000. The effect of post-cure heating on residual, unreacted monomer in a commercial resin composite. *Dental Materials*, 16 (4):244-247.
- Bastioli C, Romano G, Migliaresi C. 1990. Water sorption and mechanical properties of dental composites. *Biomaterials*, 11 (3):219-223.
- Bausch JR, Delange K, Davidson CL, Peters A, Degee AJ. 1982. Clinical-Significance of Polymerization Shrinkage of Composite Resins. *Journal of Prosthetic Dentistry*, 48 (1):59-67.
- Bennett AW, Watts DC. 2004. Performance of two blue light-emitting-diode dental light curing units with distance and irradiation-time. *Dental Materials*, 20 (1):72-79.
- Bernardini F, Tuniz C, Coppa A, Mancini L, Dreossi D, Eichert D, Turco G, Biasotto M, Terrasi F, De Cesare N, Hua Q, Levchenko V. 2012. Beeswax as Dental Filling on a Neolithic Human Tooth. *PLoS ONE*, 7 (9):e44904.
- Bhabra G, Sood A, Fisher B, Cartwright L, Saunders M, Evans WH, Surprenant A, Lopez-Castejon G, Mann S, Davis SA, Hails LA, Ingham E, Verkade P, Lane J, Heesom K, Newson R, Case CP. 2009. Nanoparticles can cause DNA damage across a cellular barrier. *Nat Nano*, 4 (12):876-883.
- Bhushan B. 2007. Springer handbook of nanotechnology. 2. überarb. u. erw. Aufl. Berlin: Springer.
- Bollen CML, Lambrechts P, Quirynen M. 1997. Comparison of surface roughness of oral hard materials to the threshold surface roughness for bacterial plaque retention: A review of the literature. *Dental Materials*, 13 (4):258-269.
- Borchers L, Eichner K, Kappert HF, Borchers L. 2005. Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung. 8. unveränd. Aufl. Stuttgart u.a. Thieme.



- Bottenberg P, Jacquet W, Alaerts M, Keulemans F. 2009. A prospective randomized clinical trial of one bis-GMA-based and two ormocer-based composite restorative systems in class II cavities: Five-year results. *Journal of Dentistry*, 37 (3):198-203.
- Bowen RL. 1962. Dental filling materials comprising vinyl silane treated fused silica and a binder consisting of the reaction product of bisphenol and glycidyl acrylate. United States Patent Office, US Patent No. 3066112.
- Bundesministerium für Bildung und Forschung D. 2011. Nano.DE-Report: Status quo der Nanotechnologie in Deutschland Bonn: BMBF Ref. Neue Werkstoffe Nanotechnologie
- Buonocore MG. 1955. A Simple Method of Increasing the Adhesion of Acrylic Filling Materials to Enamel Surfaces. *Journal of Dental Research*, 34 (6):849-853.
- Chen HY, Manhart J, Hickel R, Kunzelmann KH. 2001. Polymerization contraction stress in light-cured packable composite resins. *Dental Materials*, 17 (3):253-259.
- Chen M-H. 2010. Update on Dental Nanocomposites. *Journal of Dental Research*, 89 (6):549-560.
- Chung SM, Yap AU, Chandra SP, Lim CT. 2004. Flexural strength of dental composite restoratives: comparison of biaxial and three-point bending test. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*, 71 (2):278-283.
- Cramer NB, Stansbury JW, Bowman CN. 2011. Recent Advances and Developments in Composite Dental Restorative Materials. *Journal of Dental Research*, 90 (4):402-416.
- Curtis AR, Palin WM, Fleming GJP, Shortall ACC, Marquis PM. 2009. The mechanical properties of nanofilled resin-based composites: The impact of dry and wet cyclic pre-loading on bi-axial flexure strength. *Dental Materials*, 25 (2):188-197.
- Davidson CL, De Gee AJ. 1984. Relaxation of Polymerization Contraction Stresses by Flow in Dental Composites. *Journal of Dental Research*, 63 (2):146-148.
- De Gee AJ, Pallav P. 1994. Occlusal wear simulation with the ACTA wear machine. *Journal of Dentistry*, 22, Supplement 1 (0):S21-S27.
- De Gee AJ, Pallav P, Davidson CL. 1986. Effect of Abrasion Medium on Wear of Stress-bearing Composites and Amalgam in vitro. *Journal of Dental Research*, 65 (5):654-658.
- Deliperi S, Bardwell DN. 2002. An alternative method to reduce polymerization shrinkage in direct posterior composite restorations. *The Journal of the American Dental Association*, 133 (10):1387-1398.
- Denner W. 2003. Schrumpfungsverhalten von Kompositen bei Aushärtung mit unterschiedlichen Polymerisationsgeräten bzw. -verfahren in vitro [Dissertation] Würzburg: Julius–Maximilians–Universität.

- Dentalkompakt 2013. 17.04.2014. Komposite [Web Page]. <http://www.dentalkompakt-online.de/produkte-fuer-die-zahnarztpraxis/restaurative-zahnheilkunde/komposite.html>.
- DIN. 1998. DIN EN ISO 4287 Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren - Benennungen, Definitionen und Kenngrößen der Oberflächenbeschaffenheit Berlin: Deutsches Institut für Normung, Beuth Verlag.
- DIN. 2000. DIN EN ISO 4049 Zahnheilkunde - Füllungs- restaurative und Befestigungskunststoffe (deutsche Fassung). Berlin: Deutsches Institut für Normung, Beuth Verlag.
- DIN. 2006. DIN EN ISO 6507-1 Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers. Berlin: Deutsches Institut für Normung, Beuth Verlag.
- Dombrowsky M. 2006. Vergleichende werkstoffkundliche Untersuchung von stopfbaren und fließfähigen Kompositmaterialien mit zwei handelsüblichen Hybridkompositen [Dissertation] Berlin: Medizinische Fakultät Charité - Freie Universität Berlin.
- Dukic W, Delija B, Derossi D, Dadic I. 2012. Radiopacity of composite dental materials using a digital X-ray system. *Dental Materials Journal*, 31 (1):47-53.
- El-Hadary A, Drummond JL. 2000. Comparative study of water sorption, solubility, and tensile bond strength of two soft lining materials. *J Prosthet Dent*, 83 (3):356-361.
- El-Hejazi AA. 2001. Water sorption and solubility of hybrid and microfine resins-composite filling materials. *Saudi Dental Journal*, 13 (3):139-142.
- Ernst C-P 2012. 16.10.2013 Update Komposite – Teil 1 - 3 <http://www.zmk-aktuell.de/dynamic/zahnheilkunde/zahnerhaltung/story/update-komposite-einfuehrung-teil-1.html>.
- Fan PL, Schumacher RM, Azzolin K, Geary R, Eichmiller FC. 2002. Curing-light intensity and depth of cure of resin-based composites tested according to international standards. *J Am Dent Assoc*, 133 (4):429-434.
- Ferracane JL. 2011. Resin composite - State of the art. *Dental Materials*, 27 (1):29-38.
- Ferracane JL, Marker VA. 1992. Solvent Degradation and Reduced Fracture Toughness in Aged Composites. *Journal of Dental Research*, 71 (1):13-19.
- Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. 1998. In vitro aging of dental composites in water — Effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. *Journal of Biomedical Materials Research*, 42 (3):465-472.
- Feynman RP. 1959. *There's Plenty of Room at the Bottom*. Caltech: American Physical Society.
- Flury S. 2011. Prinzipien der Adhäsion und der Adhäsivtechnik. *Quintessenz Team-Journal*, 41 (11):595-600.

- Frankenberger R. 2006. Bonding 2006 - Zeitersparnis versus Langzeiterfolg. Die Quintessenz, 57 (5):485-495.
- Gängler P, Hoffmann T, Willershhausen B, Schnwenzer N, Ehrenfeld M. 2010. Konservierende Zahnheilkunde und Parodontologie: Zahn-Mund-Kiefer-Heilkunde. Georg Thieme Verlag.
- Gao B-T, Lin H, Zheng G, Xu Y-X, Yang J-L. 2012. Comparison between a silorane-based composite and methacrylate-based composites: Shrinkage characteristics, thermal properties, gel point and vitrification point. Dental Materials Journal, 31 (1):76-85.
- Garcia Lda F, Roselino Lde M, Pires-de-Souza Fde C, Consani S. 2010. Evaluation of the conversion degree, microhardness, and surface roughness of composite resins used after their expiration date. Gen Dent, 58 (6):e262-267.
- Geis-Gerstorfer J, Marxkors R. 2008. Füllungswerkstoffe. Taschenbuch der zahnärztlichen Werkstoffkunde: Vom Defekt zur Restauration; mit 11 Tabellen. 6. überarb. Aufl. Köln: Dt. Zahnärzte-Verl., 224-250.
- Gladys S, Van Meerbeek B, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. 1997. Comparative Physico-mechanical Characterization of New Hybrid Restorative Materials with Conventional Glass-ionomer and Resin Composite Restorative Materials. Journal of Dental Research, 76 (4):883-894.
- Gnauck M. 2006. Methodenkritische Untersuchung zur Abrasionssimulation von Kompositen [Dissertation]. Jena: Friedrich-Schiller-Universität.
- Göbel R, Welker D. 1996. Legierungs-Kunststoff-Verbunde in der Zahnmedizin - experimentelle Stressung und Prüfung. Swiss Mater, 8:7-11.
- Gomolka M. 2003. Experimentelle Untersuchungen von Stumpfaufbau-Werkstoffen und Adhäsiv-Systemen zu Zahnhartsubstanzen und metallischen Werkstoffen [Dissertation]. Jena: Friedrich-Schiller-Universität.
- Hansen EK. 1986. Effect of Cavity Depth and Application Technique on Marginal Adaptation of Resins in Dentin Cavities. Journal of Dental Research, 65 (11):1319-1321.
- Harrington E, Wilson HJ. 1993. Depth of cure of radiation-activated materials - effect of mould material and cavity size. J Dent, 21 (5):305-311.
- Härtwig A, Rzanny A, Göbel R, Schmidt M, Küpper H. 2010. Fließfähige Komposite – ein werkstoffkundlicher Vergleich. ZWR, 119 (03):88-98.
- Heine B. 2011. Werkstoffprüfung: Ermittlung von Werkstoffeigenschaften. 2. Aufl. München: Carl Hanser Verlag GmbH.
- Heinrich-Weltzien R, Kühnisch J, Bücher K. 2013. Zahnärztliche Behandlung von Kindern und Jugendlichen mit Behinderungen und chronischen Erkrankungen. Zahnmedizin up2date, 7 (04):309-332.

- Hellwig E, Klimek J, Attin T. 2009. Einführung in die Zahnerhaltung: Prüfungswissen Kariologie, Endodontologie und Parodontologie; mit 60 Tabellen. 5., überarb. und erw. Aufl. Köln: Dt. Zahnärzte-Verl.
- Herrmann K. 2007. Härteprüfung an Metallen und Kunststoffen: Grundlagen und Überblick zu modernen Verfahren. Expert-Verlag GmbH.
- Hickel R. 2012. Neueste Komposite - Viele Behauptungen. BZB - Bayerisches Zahnärzteblatt, (11):50-53.
- Hörmannsdorfer E, Dorau U. 2006. Nanotechnologie: Alles, was Anleger über Nanotechnologie und -unternehmen wissen müssen. 1. Auflage. München: FinanzBuch Verlag.
- Irie M, Hatanaka K, Suzuki K, Watts DC. 2006. Immediate versus water-storage performance of Class V flowable composite restoratives. Dental Materials, 22 (9):875-883.
- Janda R. 2009. Schmelz-Dentin-Adhäsive. Quintessence Zahntech, 35 (3):330-344.
- Jandt KD, Mills RW, Blackwell GB, Ashworth SH. 2000. Depth of cure and compressive strength of dental composites cured with blue light emitting diodes (LEDs). Dental Materials, 16 (1):41-47.
- Jefferies SR. 2007. Abrasive Finishing and Polishing in Restorative Dentistry: A State-of-the-Art Review. Dental Clinics of North America, 51 (2):379-397.
- Joachim U. 1991. Beitrag zur computergestützten Farbgebung zahnärztlicher Werkstoffe am Beispiel eines mikrogefüllten Composite-Kunststoffes [Dissertation]. Jena: Friedrich-Schiller-Universität.
- Joy B. 2000. Why the future doesn't need us. Wired, 8 (4).
- Junior SAR, Ferracane JL, Bona AD. 2008. Flexural strength and Weibull analysis of a microhybrid and a nanofill composite evaluated by 3- and 4-point bending tests. Dental Materials, 24 (3):426-431.
- Kickelbick G. 2005. Nanokomposite: anorganisch + organisch: Homogen und doch so heterogen. Chemie in unserer Zeit, 39 (1):46-53.
- Kim KH, Park JH, Imai Y, Kishi T. 1991. Fracture behavior of dental composite resins. Biomed Mater Eng, 1 (1):45-57.
- Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. 2005. Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composites. Dental Materials, 21 (12):1150-1157.
- Koupijs NS, Verbruggen CWJ, Marks LAM, Martens LC, Verbeeck RMH. 2004. Curing depth of (polyacid-modified) composite resins determined by scraping and a penetrometer. Dental Materials, 20 (10):908-914.
- Krueger-Janson U. 2010. Es muss nicht immer Keramik sein - Ein Praxiskonzept mit Komposit. Die Quintessenz, 61 (5):529-536.

- Krug HF. 2005. Auswirkungen nanotechnologischer Entwicklungen auf die Umwelt. *Umweltwissenschaften und Schadstoff-Forschung*, 17 (4):223-230.
- Kullmann W. 1990. Atlas der Zahnerhaltung mit Glas-Ionomer-Zementen und Komposit-Kunststoffen. München u.a.: Hanser.
- Kunzelmann K-H. 2008. Aufbau der Kompositfüllungswerkstoffe. In: Eichner K, Kappert HF, Hrsg. *Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung Band 2: Werkstoffe unter klinischen Aspekten*. 6. vollst. überarb. und erw. Aufl. Stuttgart: Thieme, 204-239.
- Kwon Y, Ferracane J, Lee I-B. 2012. Effect of layering methods, composite type, and flowable liner on the polymerization shrinkage stress of light cured composites. *Dental Materials*, 28 (7):801-809.
- Lambrechts P, Debels E, Van Landuyt K, Peumans M, Van Meerbeek B. 2006. How to simulate wear?: Overview of existing methods. *Dental Materials*, 22 (8):693-701.
- Lowe RA. 2011. Die Suche nach dem schrumpfungsaarmen Komposit. *ZWR - Das Deutsche Zahnärzteblatt*, 120 (1+2):42-47.
- Lutz F, Phillips RW. 1983. A classification and evaluation of composite resin systems. *J Prosthet Dent*, 50 (4):480-488.
- Mair LH. 1992. Wear in dentistry—current terminology. *Journal of Dentistry*, 20 (3):140-144.
- Moore RJ, Watts JT, Hood JA, Burritt DJ. 1999. Intra-oral temperature variation over 24 hours. *Eur J Orthod*, 21 (3):249-261.
- Moormann A, Wehnert L, Kessler K, Freesmeyer W, Radlanski R. 2000. Haftfestigkeit des Titan-Keramik-Verbunds in Abhängigkeit von der Anzahl der Temperaturwechsel im Thermocyclingverfahren. *Dtsch Zahnärztl Z*, 55 (1):34-37.
- Munksgaard EC, Hansen EK, Engen T, Holm U. 1996. Self-reported occupational dermatological reactions among Danish dentists. *European Journal of Oral Sciences*, 104 (4):396-340.
- Nagem Filho H, D'Azevedo MTFS, Nagem HD, Marsola FP. 2003. Surface roughness of composite resins after finishing and polishing. *Brazilian Dental Journal*, 14:37-41.
- Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N. 1991. Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. *J Esthet Dent*, 3 (4):133-138.
- Neiss J. 2008. Polymerisation und systemische Wirkungen von Kompositen. *Laser Journal*, 2008 (2):24-28.
- Oysaed H, Ruyter IE. 1986. Composites for use in posterior teeth: mechanical properties tested under dry and wet conditions. *J Biomed Mater Res*, 20 (2):261-271.
- Palin WM, Fleming GJ, Marquis PM. 2005. The reliability of standardized flexure strength testing procedures for a light-activated resin-based composite. *Dent Mater*, 21 (10):911-919.

- Park J, Chang J, Ferracane J, Lee IB. 2008. How should composite be layered to reduce shrinkage stress: Incremental or bulk filling? *Dental Materials*, 24 (11):1501-1505.
- Pelka M, Distler W, Petschelt A. 1999. Elution parameters and HPLC-detection of single components from resin composite. *Clin Oral Investig*, 3 (4):194-200.
- Pfeiffer PM, R. 1989. Temperaturbelastung von Adhäsivbrücken und ihre Auswirkung auf die Verbundfestigkeit der Klebeverbindung. *Schweiz Monatsschr Zahnmed*, 99 (7):782-786.
- Pitka R, Bohrmann S, Stöcker H, Terlecki G, Zetsche H. 2009. Physik - Der Grundkurs. Deutsch Harri GmbH.
- Polydorou O, Trittler R, Hellwig E, Kummerer K. 2007. Elution of monomers from two conventional dental composite materials. *Dent Mater*, 23 (12):1535-1541.
- Poorsattar Bejeh Mir A, Poorsattar Bejeh Mir M. 2012. Assessment of radiopacity of restorative composite resins with various target distances and exposure times and a modified aluminum step wedge. *Imaging Sci Dent*, 42 (3):163-167.
- Powers JM, Wataha JC. 2006. Materialien für direkte ästhetische Restaurationen. In: Craig RG, Powers JM, Wataha JC, Hrsg. *Zahnärztliche Werkstoffe: Eigenschaften und Verarbeitung*. 1. Aufl. München: Elsevier Urban & Fischer, 63-87.
- Powers JM, Ryan MD, Hosking DJ, Goldberg AJ. 1983. Comparison of in vitro and in vivo wear of composites. *J Dent Res*, 62 (10):1089-1091.
- Rab J, Rzanny A, Göbel R, Welker D. 2009. Experimentell-vergleichende Untersuchungen an Befestigungswerkstoffen unter besonderer Berücksichtigung von Kompositen. *ZWR*, 118 (09):408-419.
- Ribeiro BC, Boaventura JM, Brito-Goncalves J, Rastelli AN, Bagnato VS, Saad JR. 2012. Degree of conversion of nanofilled and microhybrid composite resins photo-activated by different generations of LEDs. *J Appl Oral Sci*, 20 (2):212-217.
- Riehle M, Simmchen E. 2009. *Grundlagen der Werkstofftechnik*. Weinheim: Wiley-VCH.
- Roblegg E, Sinner F, Zimmer A. 2006. Gesundheitsrisiken der Nanotechnologie. nanoGesund, [http://www.nanoforumat/evo/web/nano/1165\\_ENpdf:1-14](http://www.nanoforumat/evo/web/nano/1165_ENpdf:1-14).
- Rode KM, Kawano Y, Turbino ML. 2007. Evaluation of curing light distance on resin composite microhardness and polymerization. *Oper Dent*, 32 (6):571-578.
- Rueggeberg FA. 2011. State-of-the-art: Dental photocuring—A review. *Dental Materials*, 27 (1):39-52.
- Rueggeberg FA, Jordan DM. 1993. Effect of light-tip distance on polymerization of resin composite. *Int J Prosthodont*, 6 (4):364-370.
- Rzanny A. 2003. Moderne Verblendkunststoffe - eine werkstoffkundliche Studie. *Die Quintessenz der Zahntechnik*, 29 (1):58-73.

- Rzanny A, Göbel R, Küpper H. 2007. Moderne Verblendkomposite - ein werkstoffkundlicher Vergleich. Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift, 62 (11):733-746.
- Rzanny A, Göbel R, Küpper H. 2010. Ein methacrylatfreies Seitenzahnkomposit im werkstoffkundlichen Vergleich mit Nano-, Nanohybrid- und Hybridkompositen. ZWR, 119 (09):406-414.
- Sabbagh J, Vreven J, Leloup G. 2002. Dynamic and static moduli of elasticity of resin-based materials. Dental Materials, 18 (1):64-71.
- Sakka S. 2008. Sol-gel technology as representative processing for nanomaterials: case studies on the starting solution. Journal of Sol-Gel Science and Technology, 46 (3):241-249.
- Schoppe O. 2013. 23.02.2014 Nanotechnologie [Web Page]. <http://www.world-of-nano.de/>.
- Schweickl H. 2011. Biokompatibilität dentaler Komposite. ZWR - Das Deutsche Zahnärzteblatt, 120 (3):80-88.
- Shahdad SA, McCabe JF, Bull S, Rusby S, Wassell RW. 2007. Hardness measured with traditional Vickers and Martens hardness methods. Dent Mater, 23 (9):1079-1085.
- Shortall AC, Wilson HJ, Harrington E. 1995. Depth of cure of radiation-activated composite restoratives--influence of shade and opacity. J Oral Rehabil, 22 (5):337-342.
- Sigusch BW, Völpel A, Braun I, Uhl A, Jandt KD. 2007. Influence of different light curing units on the cytotoxicity of various dental composites. Dental Materials, 23 (11):1342-1348.
- Spitta 2013. 17.04.2014. Produktvergleich Komposite [pdf-Dokument]. [http://www.spitta.de/fileadmin/xl\\_redaktion/downloads\\_gratis/Produktvergleich\\_Komposite.pdf](http://www.spitta.de/fileadmin/xl_redaktion/downloads_gratis/Produktvergleich_Komposite.pdf).
- Staufenbiel A. 2005. Vergleichende werkstoffkundliche Untersuchungen marktgängiger und neu entwickelter Verblendkomposite [Dissertation]. Jena: Friedrich-Schiller-Universität.
- Tantbirojn D, Versluis A, Cheng YS, Douglas WH. 2003. Fracture toughness and microhardness of a composite: do they correlate? Journal of Dentistry, 31 (2):89-95.
- Taschner M, Krämer N, Frankenberger R. 2007. Ein neues siloranbasiertes Komposit im Handling-Test. ZWR, 116 (12):618-619.
- Toledano M, Osorio R, Osorio E, Fuentes V, Prati C, Garcia-Godoy F. 2003. Sorption and solubility of resin-based restorative dental materials. J Dent, 31 (1):43-50.
- Toyooka H, Taira M, Wakasa K, Yamaki M, Fujita M, Wada T. 1993. Radiopacity of 12 visible-light-cured dental composite resins. J Oral Rehabil, 20 (6):615-622.

- Tsai PCL, Meyers IA, Walsh LJ. 2004. Depth of cure and surface microhardness of composite resin cured with blue LED curing lights. *Dental Materials*, 20 (4):364-369.
- Uhl A, Sigusch BW, Jandt KD. 2004. Second generation LEDs for the polymerization of oral biomaterials. *Dental Materials*, 20 (1):80-87.
- Uhl A, Mills RW, Rzanny AE, Jandt KD. 2005. Time dependence of composite shrinkage using halogen and LED light curing. *Dental Materials*, 21 (3):278-286.
- Van Landuyt KL, Yoshihara K, Geebelen B, Peumans M, Godderis L, Hoet P, Van Meerbeek B. 2012. Should we be concerned about composite (nano-)dust? *Dental Materials*, 28 (11):1162-1170.
- Van Landuyt KL, Hellack B, Van Meerbeek B, Peumans M, Hoet P, Wiemann M, Kuhlbusch TAJ, Asbach C. 2014. Nanoparticle release from dental composites. *Acta Biomaterialia*, 10 (1):365-374.
- Van Landuyt KL, Nawrot T, Geebelen B, De Munck J, Snauwaert J, Yoshihara K, Scheers H, Godderis L, Hoet P, Van Meerbeek B. 2011. How much do resin-based dental materials release? A meta-analytical approach. *Dental Materials*, 27 (8):723-747.
- Vanhoute J, Sansone C, Joshipura K, Kent R. 1991. Mutans Streptococci and Non-Mutans Streptococci Acidogenic at Low Ph, and Invitro Acidogenic Potential of Dental Plaque in 2 Different Areas of the Human Dentition. *Journal of Dental Research*, 70 (12):1503-1507.
- Viohl J, Gerhard P. 1975. Wasseraufnahme und Löslichkeit von 3 Füllungskunststoffen in Abhängigkeit von der Probenstärke und der Zeit. *Dtsch Zahnärztl Z*, 30 (5):340-344.
- Völkel T. 2009. Wissenschaftliche Dokumentation, Bluephase Familie. Ivoclar Vivadent AG.
- Watts DC, Cash AJ. 1991. Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible-light-cured materials: methods development. *Dent Mater*, 7 (4):281-287.
- Weeber J. 2004. Vergleichende werkstoffwissenschaftliche Untersuchung zweier handelsüblicher Hybrid-Komposite, zweier Kompomere und zweier Ormocere [Dissertation]. Jena: Friedrich-Schiller-Universität.
- Weinmann W, Thalacker C, Guggenberger R. 2005. Siloranes in dental composites. *Dental Materials*, 21 (1):68-74.
- Wolter H, Storch W, Ott H. 1994. New Inorganic/Organic Copolymers (Ormocer®s) for Dental Applications. MRS Online Proceedings Library, URL: [http://journals.cambridge.org/article\\_S1946427400376771](http://journals.cambridge.org/article_S1946427400376771).



## Anhang

### Tabellenanhang

Im Folgenden sind die Mittelwerte und Standardabweichungen aller Versuche in tabellarischer Form dargestellt. Die Differenzierung der Durchschnittswerte untereinander wird durch Signifikanztabellen veranschaulicht. Tritt dabei ein Wert  $p < 0,05$  auf, so wird der Unterschied als signifikant bezeichnet, das entsprechende Feld ist blass unterlegt. Falls  $p < 0,01$  zutrifft, ist der hochsignifikante Unterschied durch ein stärker unterlegtes Feld gekennzeichnet.

TABELLE 20: Biegefestigkeiten in N/mm<sup>2</sup> nach unterschiedlichen Vorbehandlungen

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
$\bar{x}$	92,36	145,25	135,56	144,98	105,34	130,72	163,23	125,53	106,81	136,36
<i>s</i>	6,52	31,04	14,23	17,26	15,97	13,98	12,71	6,27	9,08	17,21
<i>s</i> [%]	7,06	21,37	10,50	11,91	15,16	10,69	7,79	4,99	8,51	12,62
$\bar{x}$	64,10	122,81	92,32	116,34	64,19	121,02	121,73	83,43	83,21	101,13
<i>s</i>	7,53	40,91	19,80	18,46	18,22	17,59	21,44	5,50	21,30	19,73
<i>s</i> [%]	11,74	33,31	21,45	15,87	28,39	14,53	17,61	6,60	25,60	19,51
$\bar{x}$	71,92	147,62	83,42	112,52	80,29	117,29	129,86	96,35	67,70	103,33
<i>s</i>	7,50	17,02	16,08	14,02	8,24	8,52	20,03	8,21	12,90	15,03
<i>s</i> [%]	10,43	11,53	19,28	12,46	10,26	7,26	15,42	8,52	19,05	14,55

TABELLE 21: Biegefestigkeit – Signifikanz innerhalb der Produkte zwischen den einzelnen Vorbehandlungen

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
<b>1d - Sättigung</b>	0,0009	0,8371	0,0002	0,0033	0,0101	0,0782	0,0080	0,0000	0,0002	0,0055
<b>1d - TLW</b>	0,0000	0,2165	0,0001	0,0046	0,0004	0,2357	0,0001	0,0000	0,0064	0,0023
<b>Sättigung - TLW</b>	0,0635	0,0892	0,3262	0,6336	0,0203	0,5653	0,4447	0,0095	0,0818	0,7974

TABELLE 22: Biegefestigkeit – Signifikanzen zwischen den Produkten nach 1d in H<sub>2</sub>O

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
ES	---									
EP	0,0001	---								
FS	0,0002	0,3775	---							
FZ	0,0001	0,9803	0,3041	---						
CX	0,1129	0,0024	0,0062	0,0013	---					
GR	0,0005	0,1903	0,5656	0,1284	0,0153	---				
VD	0,0000	0,1022	0,0054	0,0514	0,0001	0,0018	---			
TE	0,0000	0,0533	0,1542	0,0243	0,0254	0,4264	0,0003	---		
EM	0,0138	0,0014	0,0027	0,0006	0,8497	0,0071	0,0000	0,0022	---	
UD	0,0008	0,4463	0,9321	0,3884	0,0090	0,5481	0,0129	0,1919	0,0065	---

TABELLE 23: Biegefestigkeit – Signifikanzen zwischen den Produkten nach 25.000 TLW

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
ES	---									
EP	0,0004	---								
FS	0,0004	0,0338	---							
FZ	0,0000	0,6246	0,0056	---						
CX	0,9874	0,0004	0,0015	0,0000	---					
GR	0,0000	0,8920	0,0014	0,5401	0,0000	---				
VD	0,0000	0,9364	0,0021	0,5164	0,0000	0,9318	---			
TE	0,0000	0,0067	0,1582	0,0001	0,0039	0,0000	0,0001	---		
EM	0,0152	0,0091	0,3017	0,0008	0,0330	0,0002	0,0003	0,9748	---	
UD	0,0000	0,1179	0,2869	0,0641	0,0001	0,0184	0,0228	0,0106	0,0496	---

TABELLE 24: Biegefestigkeit – Signifikanz zwischen den Produkten nach Wassersättigung

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
ES	---									
EP	0,0000	---								
FS	0,1559	0,0001	---							
FZ	0,0003	0,0032	0,0077	---						
CX	0,0960	0,0000	0,6827	0,0012	---					
GR	0,0000	0,0053	0,0021	0,4958	0,0000	---				
VD	0,0004	0,1297	0,0014	0,1165	0,0010	0,2016	---			
TE	0,0003	0,0003	0,1204	0,0404	0,0070	0,0015	0,0075	---		
EM	0,5079	0,0000	0,0927	0,0002	0,0767	0,0000	0,0002	0,0015	---	
UD	0,0023	0,0008	0,0513	0,2990	0,0115	0,0834	0,0283	0,3485	0,0014	---

TABELLE 25: Elastizitätsmoduln in N/mm<sup>2</sup> nach unterschiedlichen Vorbehandlungen

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
$\bar{x}$	6334,40	12250,64	7294,50	9531,43	7556,00	12284,80	10923,17	8878,38	9059,33	10593,67
$s$	236,23	911,29	325,86	162,64	403,75	1417,74	311,56	242,70	649,39	344,36
$s$ [%]	3,73	7,44	4,47	1,71	5,34	11,54	2,85	2,73	7,17	3,25
$\bar{x}$	6763,08	14762,67	7409,17	12680,82	8258,50	16453,50	11974,00	9495,50	11006,73	10401,09
$s$	189,41	707,33	545,27	294,95	548,82	1343,65	781,89	595,50	648,73	483,11
$s$ [%]	2,80	4,79	7,36	2,33	6,65	8,17	6,53	6,27	5,89	4,64
$\bar{x}$	6586,17	14144,17	7205,00	11267,67	9105,50	16302,33	12436,00	8371,33	6955,50	9306,17
$s$	370,14	468,73	301,21	767,09	1025,75	651,48	893,10	900,41	631,63	551,53
$s$ [%]	5,62	3,31	4,18	6,81	11,27	4,00	7,18	10,76	9,08	5,93

TABELLE 26: Elastizitätsmoduln – Signifikanzen innerhalb der Produkte zwischen den einzelnen Vorbehandlungen

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
1d - Sättigung	0,2070	0,0000	0,6320	0,0023	0,0121	0,0016	0,0073	0,2315	0,0016	0,0011
1d - TLW	0,0105	0,0000	0,5860	0,0000	0,0320	0,0007	0,0010	0,0056	0,0001	0,3580
Sättigung - TLW	0,3109	0,1091	0,3222	0,0052	0,1141	0,7675	0,3094	0,0267	0,0001	0,0026

TABELLE 27: Elastizitätsmoduln – Signifikanzen zwischen den Produkten nach 1d in H<sub>2</sub>O

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
ES	---									
EP	0,0000	---								
FS	0,0003	0,0000	---							
FZ	0,0000	0,0000	0,0000	---						
CX	0,0002	0,0000	0,2464	0,0000	---					
GR	0,0006	0,9623	0,0011	0,0119	0,0012	---				
VD	0,0000	0,0007	0,0000	0,0000	0,0000	0,0978	---			
TE	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0001	0,0054	0,0000	---		
EM	0,0000	0,0000	0,0005	0,1376	0,0012	0,0044	0,0003	0,5399	---	
UD	0,0000	0,0001	0,0000	0,0002	0,0000	0,0545	0,1132	0,0000	0,0011	---

TABELLE 28: Elastizitätsmoduln – Signifikanz zwischen den Produkten nach 25.000 TL/W

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
ES	---									
EP	0,0000	---								
FS	0,0018	0,0000	---							
FZ	0,0000	0,0005	0,0000	---						
CX	0,0008	0,0000	0,0112	0,0000	---					
GR	0,0000	0,0054	0,0000	0,0000	0,0000	---				
VD	0,0000	0,0000	0,0000	0,0111	0,0000	0,0000	---			
TE	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0011	0,0000	0,0000	---		
EM	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0040	0,0000	---	
UD	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0006	0,0228	---

TABELLE 29: Elastizitätsmoduln – Signifikanz zwischen den Produkten nach Wassersättigung

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
ES	---									
EP	0,0000	---								
FS	0,0104	0,0000	---							
FZ	0,0000	0,0000	0,0000	---						
CX	0,0011	0,0000	0,0051	0,0024	---					
GR	0,0000	0,0001	0,0000	0,0000	0,0000	---				
VD	0,0000	0,0036	0,0000	0,0359	0,0001	0,0000	---			
TE	0,0032	0,0000	0,0232	0,0001	0,2175	0,0000	0,0000	---		
EM	0,3460	0,0000	0,5032	0,0000	0,0034	0,0000	0,0000	0,0195	---	
UD	0,0000	0,0000	0,0000	0,0006	0,6846	0,0000	0,0001	0,0608	0,0010	---

TABELLE 30: Vickers-Härte (HV<sub>5-20</sub>) nach unterschiedlichen Vorbehandlungen

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
$\bar{x}$	58,95	106,51	69,42	88,32	67,08	127,21	83,05	66,34	67,23	83,32
$s$	3,94	4,70	1,42	7,55	2,62	5,63	4,41	1,22	1,67	2,31
$s$ [%]	6,68	4,41	2,05	8,55	3,91	4,43	5,31	1,84	2,48	2,77
$\bar{x}$	60,43	101,55	64,67	93,24	69,46	127,19	81,83	62,98	66,38	78,58
$s$	1,25	5,28	2,90	2,14	2,60	3,86	3,48	1,26	1,27	1,71
$s$ [%]	2,07	5,20	4,49	2,29	3,74	3,04	4,26	2,00	1,92	2,18
$\bar{x}$	57,67	99,71	63,04	82,84	66,61	126,54	83,22	62,58	52,94	78,73
$s$	3,36	2,38	1,83	1,04	2,52	7,29	2,89	2,64	1,70	2,69
$s$ [%]	5,83	2,39	2,90	1,25	3,79	5,76	3,47	4,22	3,21	3,41

TABELLE 31: Vickers-Härte – Signifikanz innerhalb der Produkte zwischen den einzelnen Vorbehandlungen

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
<b>1d - Sättigung</b>	0,4109	0,0004	0,0000	0,0374	0,6555	0,8085	0,9144	0,0004	0,0000	0,0002
<b>1d - TLW</b>	0,2566	0,0302	0,0001	0,0599	0,0327	0,9628	0,4728	0,0000	0,3079	0,0000
<b>Sättigung - TLW</b>	0,0183	0,2879	0,1173	0,0000	0,0144	0,7940	0,2986	0,6355	0,0000	0,8722

TABELLE 32: Vickers-Härte – Signifikanz zwischen den Produkten nach 1d in H<sub>2</sub>O

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
ES	---									
EP	0,0000	---								
FS	0,0000	0,0000	---							
FZ	0,0000	0,0000	0,0000	---						
CX	0,0000	0,0000	0,0156	0,0000	---					
GR	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	---				
VD	0,0000	0,0000	0,0000	0,0626	0,0000	0,0000	---			
TE	0,0001	0,0000	0,0000	0,0000	0,3879	0,0000	0,0000	---		
EM	0,0000	0,0000	0,0027	0,0000	0,8762	0,0000	0,0000	0,1539	---	
UD	0,0000	0,0000	0,0000	0,0572	0,0000	0,0000	0,8577	0,0000	0,0000	---

TABELLE 33: Vickers-Härte – Signifikanz zwischen den Produkten nach 25.000 TLW

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
ES	---									
EP	0,0000	---								
FS	0,0003	0,0000	---							
FZ	0,0000	0,0002	0,0000	---						
CX	0,0000	0,0000	0,0004	0,0000	---					
GR	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	---				
VD	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	---			
TE	0,0001	0,0000	0,0850	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	---		
EM	0,0000	0,0000	0,0800	0,0000	0,0031	0,0000	0,0000	0,0000	---	
UD	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0106	0,0000	0,0000	---

TABELLE 34: Vickers-Härte – Signifikanzen zwischen den Produkten nach Wassersättigung

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
ES	---									
EP	0,0000	---								
FS	0,0001	0,0000	---							
FZ	0,0000	0,0000	0,0000	---						
CX	0,0000	0,0000	0,0008	0,0000	---					
GR	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	---				
VD	0,0000	0,0000	0,0000	0,6759	0,0000	0,0000	---			
TE	0,0007	0,0000	0,6204	0,0000	0,0009	0,0000	0,0000	---		
EM	0,0005	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	---	
UD	0,0000	0,0000	0,0000	0,0002	0,0000	0,0000	0,0007	0,0000	0,0000	---

TABELLE 35: Druckfestigkeit in N/mm<sup>2</sup>

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
$\bar{x}$	234,21	271,00	283,55	267,83	234,09	266,54	248,63	274,40	277,79	274,86
$s$	43,04	45,69	39,47	27,11	35,91	20,18	52,57	42,23	38,20	36,59
$s$ [%]	18,38	16,86	13,92	10,12	15,34	7,57	21,15	15,39	13,75	13,31



TABELLE 36: Druckfestigkeit – Signifikanz

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
ES	---									
EP	0,0609	---								
FS	0,0078	0,4906	---							
FZ	0,0359	0,8458	0,2758	---						
CX	0,9941	0,0455	0,0041	0,0187	---					
GR	0,0319	0,7702	0,2019	0,8990	0,0141	---				
VD	0,4704	0,2875	0,0803	0,2810	0,4386	0,2889	---			
TE	0,0347	0,8577	0,5981	0,6694	0,0235	0,5831	0,2075	---		
EM	0,0206	0,7150	0,7322	0,5045	0,0130	0,4166	0,1486	0,8491	---	
UD	0,0209	0,8264	0,5814	0,6045	0,0116	0,4997	0,1717	0,9784	0,8570	---

TABELLE 37: Wasseraufnahme – mittleres Probengewicht in g

	Tag 0	Tag 1	Tag 2	Tag 3	Tag 4	Tag 7	Tag 14	Tag 21	Tag 28	Tag 35	Tag 42
ES	0,1877	0,1883	0,1885	0,1886	0,1887	0,1889	0,1891	0,1892	0,1893	0,1893	0,1893
EP	0,2114	0,2117	0,2118	0,2118	0,2119	0,2121	0,2122	0,2124	0,2124	0,2125	0,2125
FS	0,1873	0,1880	0,1883	0,1885	0,1886	0,1889	0,1890	0,1890	0,1891	0,1891	0,1891
FZ	0,2001	0,2006	0,2009	0,2010	0,2011	0,2013	0,2016	0,2016	0,2016	0,2017	0,2017
CX	0,2225	0,2230	0,2230	0,2231	0,2232	0,2233	0,2235	0,2235	0,2236	0,2236	0,2236
GR	0,2213	0,2216	0,2217	0,2218	0,2218	0,2220	0,2221	0,2221	0,2221	0,2222	0,2222
VD	0,2183	0,2188	0,2188	0,2189	0,2190	0,2192	0,2196	0,2197	0,2198	0,2200	0,2200
TE	0,2071	0,2076	0,2077	0,2078	0,2082	0,2085	0,2087	0,2088	0,2089	0,2089	0,2089
EM	0,2507	0,2513	0,2514	0,2516	0,2520	0,2524	0,2527	0,2528	0,2529	0,2529	0,2529
UD	0,2004	0,2008	0,2010	0,2011	0,2015	0,2017	0,2018	0,2019	0,2019	0,2019	0,2019

**TABELLE 38: Wasseraufnahme – mittlere Massezunahme in % zum Ausgangswert**

	Tag 0	Tag 1	Tag 2	Tag 3	Tag 4	Tag 7	Tag 14	Tag 21	Tag 28	Tag 35	Tag 42
<b>ES</b>	0,0000	0,3196	0,4351	0,4794	0,5416	0,6481	0,7369	0,7902	0,8257	0,8435	0,8523
<b>EP</b>	0,0000	0,1656	0,1892	0,2050	0,2444	0,3469	0,4100	0,4652	0,4968	0,5125	0,5520
<b>FS</b>	0,0000	0,3648	0,5428	0,6050	0,6762	0,8186	0,8809	0,8987	0,9342	0,9520	0,9609
<b>FZ</b>	0,0000	0,2833	0,4082	0,4832	0,4999	0,6415	0,7498	0,7581	0,7915	0,8248	0,8248
<b>CX</b>	0,0000	0,2323	0,2472	0,2847	0,3147	0,3971	0,4645	0,4720	0,4945	0,5095	0,5245
<b>GR</b>	0,0000	0,1507	0,2109	0,2411	0,2411	0,3164	0,3616	0,3766	0,3992	0,4294	0,4143
<b>VD</b>	0,0000	0,2214	0,2520	0,2673	0,3207	0,4352	0,5956	0,6720	0,7178	0,7712	0,7865
<b>TE</b>	0,0000	0,2334	0,3059	0,3703	0,5393	0,6922	0,7646	0,8210	0,8854	0,8934	0,9015
<b>EM</b>	0,0000	0,2327	0,2859	0,3790	0,5186	0,6715	0,8112	0,8378	0,8777	0,8910	0,9043
<b>UD</b>	0,0000	0,1997	0,3161	0,3494	0,5657	0,6655	0,7237	0,7487	0,7736	0,7903	0,7903

TABELLE 39: Verfärbungsneigung nach einmonatiger Lagerung in unterschiedlichen Medien – Lab-Werte

	Kontrolle	Kaffee		Tee		Tabak		Methylenblau		Rotwein		Rote Beete		H <sub>2</sub> O dest.		
		tupfen	putzen	tupfen	putzen	tupfen	putzen	tupfen	putzen	tupfen	putzen	tupfen	putzen	tupfen	putzen	
<b>CX</b>	L	68,5	61,0	63,4	57,5	63,9	54,7	66,6	57,0	60,4	58,2	63,7	60,0	66,0	64,5	64,6
	a	0,7	1,6	0,7	4,8	1,3	4,3	1,2	0,4	-3,2	6,0	1,9	2,5	1,2	0,5	0,5
	b	19,5	20,2	17,7	24,7	15,6	25,1	18,5	5,0	8,8	21,2	16,2	19,3	17,7	16,6	15,6
<b>VD</b>	L	70,5	61,9	66,5	60,0	65,5	55,7	67,8	58,5	59,2	52,0	65,4	61,5	67,4	69,1	69,1
	a	1,1	3,0	1,9	5,1	3,0	5,4	2,4	-4,0	-8,6	11,3	2,5	3,0	2,2	3,2	2,5
	b	16,7	19,7	17,0	21,1	16,1	25,0	16,1	1,2	-0,7	24,2	13,3	17,0	14,8	14,3	13,6
<b>ES</b>	L	66,6	60,4	63,2	58,2	63,5	54,5	65,0	53,9	56,5	53,2	63,0	60,0	64,3	64,5	65,9
	a	0,7	1,3	0,5	5,5	2,5	5,1	1,9	-8,8	-8,8	10,5	2,5	2,2	1,5	1,3	1,6
	b	17,3	17,5	15,0	22,6	16,0	25,6	17,3	0,6	2,2	24,3	15,3	18,7	17,2	16,7	17,1
<b>EP</b>	L	69,9	63,5	62,9	62,5	67,8	54,2	67,6	55,9	58,7	56,2	67,0	64,5	68,9	68,5	68,4
	a	2,6	3,7	0,3	5,9	3,7	5,3	2,7	-10,0	-9,5	11,6	3,2	3,7	3,0	3,4	2,9
	b	20,9	21,7	14,5	23,7	19,6	25,6	19,6	2,5	4,3	27,6	17,7	21,5	20,2	20,2	19,5
<b>FS</b>	L	71,0	61,7	63,2	56,7	64,9	51,9	66,5	40,0	41,5	56,7	67,5	62,0	66,0	71,5	72,1
	a	-0,2	2,0	0,4	5,5	0,9	4,6	0,0	-18,8	-19,2	9,6	1,7	0,5	-0,6	3,0	3,2
	b	18,7	19,8	16,7	26,2	15,1	26,6	16,2	-22,1	-22,1	27,1	17,2	17,6	14,6	20,8	20,7
<b>FZ</b>	L	71,5	67,0	68,3	59,2	67,1	50,7	68,4	51,9	54,7	56,7	68,9	64,5	68,4	73,0	72,9
	a	0,6	2,2	1,7	4,9	1,6	6,1	0,8	-17,5	-17,1	12,6	2,7	1,7	0,4	2,9	2,7
	b	19,4	20,6	18,8	25,1	17,6	25,7	17,5	-7,4	-6,0	29,5	17,1	19,0	16,6	21,7	21,0
<b>GR</b>	L	71,5	66,8	68,8	61,5	68,0	48,4	68,5	59,0	62,7	54,4	68,9	65,3	68,3	69,5	70,1
	a	-0,3	1,0	0,4	4,3	1,3	5,0	-0,2	-6,5	-6,0	11,0	1,0	0,6	0,0	-0,2	0,0
	b	16,5	17,5	16,1	23,2	15,6	22,7	14,3	2,0	4,9	26,7	14,8	15,6	14,3	18,1	19,0
<b>TE</b>	L	71,3	62,9	64,9	58,2	63,4	51,4	67,8	55,0	57,9	51,1	66,9	60,0	64,3	68,8	68,4
	a	-1,8	0,4	-0,7	3,4	1,2	4,3	-0,7	-8,3	-9,1	10,6	0,4	0,5	-0,3	-0,9	-1,1
	b	14,6	16,6	11,6	18,2	12,3	19,2	11,3	-4,3	-4,5	22,2	12,6	12,8	10,6	12,5	11,3
<b>EM</b>	L	68,0	59,4	59,2	58,7	60,4	55,4	64,9	33,5	33,7	58,2	65,1	59,7	65,0	72,1	69,5
	a	-1,0	1,5	0,4	1,9	-0,4	3,5	0,0	-9,3	-10,1	3,7	-1,1	0,0	-1,3	0,0	-0,7
	b	14,6	16,5	21,7	19,1	20,6	24,2	21,7	-28,0	-28,7	19,6	14,8	17,7	20,6	19,7	15,6
<b>UD</b>	L	73,4	67,8	67,6	63,2	68,0	57,0	68,4	52,5	54,2	61,5	67,5	64,9	69,0	73,8	72,1
	a	0,2	0,5	0,5	2,7	0,0	2,5	-0,7	-17,2	-18,2	3,7	-0,7	0,0	-0,5	1,0	0,5
	b	19,8	18,3	19,8	21,2	16,5	22,3	16,2	-8,1	-6,6	21,1	15,5	16,2	16,6	21,0	19,1

TABELLE 40: Verfärbungsneigung –  $\Delta E$ -Werte

	Kaffee		Tee		Tabak		Methylenblau		Rotwein		Rote Beete		H <sub>2</sub> O dest.	
	tupfen	putzen	tupfen	putzen	tupfen	putzen	tupfen	putzen	tupfen	putzen	tupfen	putzen	tupfen	putzen
<b>CX</b>	7,6	5,4	12,8	6,1	15,3	2,2	18,5	14,0	11,7	5,9	8,7	3,1	4,9	5,5
<b>VD</b>	9,3	4,1	12,1	5,4	17,5	3,1	20,3	22,9	22,4	6,3	9,2	3,8	3,5	3,7
<b>ES</b>	6,2	4,1	11,0	3,8	15,3	2,0	23,0	20,5	18,0	4,5	6,9	2,4	2,3	1,2
<b>EP</b>	6,5	9,8	8,6	2,7	16,6	2,6	26,3	23,4	17,7	4,4	5,5	1,3	1,8	2,1
<b>FS</b>	9,6	8,1	17,1	7,2	21,2	5,2	54,5	53,8	19,3	4,3	9,1	6,5	3,9	4,1
<b>FZ</b>	4,9	3,4	14,2	4,9	22,4	3,6	37,8	35,2	21,6	4,1	7,1	4,2	3,6	3,0
<b>GR</b>	5,0	2,8	12,9	4,0	24,5	3,7	20,1	15,6	22,9	3,4	6,3	3,9	2,6	2,9
<b>TE</b>	8,9	7,2	14,5	8,8	21,3	4,9	25,8	24,4	24,9	5,3	11,7	8,2	3,4	4,4
<b>EM</b>	9,2	11,4	10,7	9,7	16,5	7,8	55,4	56,0	12,0	2,9	8,9	6,7	6,6	1,8
<b>UD</b>	5,8	5,8	10,6	6,3	16,7	6,2	39,0	37,5	12,5	7,4	9,2	5,5	1,5	1,5

TABELLE 41: Gesamtverfärbung – Lab-Werte

	tupfen	putzen	
<b>CX</b>	L	10,8	5,2
	a	3,2	1,7
	b	6,8	5,2
<b>VD</b>	L	12,7	6,0
	a	5,4	4,2
	b	8,2	7,4
<b>ES</b>	L	10,4	4,9
	a	6,2	4,1
	b	8,4	6,3
<b>EP</b>	L	11,2	5,7
	a	6,6	5,1
	b	8,3	7,4
<b>FS</b>	L	17,8	13,1
	a	9,2	7,9
	b	17,6	16,9
<b>FZ</b>	L	14,5	7,5
	a	9,4	7,4
	b	12,2	10,6
<b>GR</b>	L	13,8	4,6
	a	6,0	2,5
	b	8,2	5,1
<b>TE</b>	L	15,5	7,9
	a	6,7	3,5
	b	8,8	8,4
<b>EM</b>	L	16,8	14,9
	a	4,6	3,8
	b	18,2	18,5
<b>UD</b>	L	13,3	9,2
	a	7,4	7,5
	b	11,6	11,2

TABELLE 42: Gesamtverfärbung –  $\Delta E$  Werte

	tupfen	putzen
<b>CX</b>	13,1	7,5
<b>VD</b>	16,1	10,4
<b>ES</b>	14,7	9,0
<b>EP</b>	15,5	10,7
<b>FS</b>	26,7	22,8
<b>FZ</b>	21,2	14,9
<b>GR</b>	17,2	7,3
<b>TE</b>	19,1	12,0
<b>EM</b>	25,2	24,1
<b>UD</b>	19,1	16,3

TABELLE 43: Absolute Abrasion in mm<sup>2</sup> von Werkstoff und Referenz-Legierung sowie daraus abgeleitetes prozentuales Verhältnis zur Referenzlegierung

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
Abs. Abrasion Komposite	1,054	0,628	0,739	0,361	1,673	0,779	0,641	0,942	0,932	0,851
$\bar{x}$										
$s$	0,022	0,087	0,063	0,018	0,276	0,091	0,077	0,047	0,066	0,066
$s$ [%]	2,09	13,85	8,53	4,99	16,50	11,68	12,01	4,99	7,08	7,76
Abs. Abrasion AIMg-Legierung	0,537	0,430	0,744	0,326	0,387	0,557	0,350	0,425	0,392	0,351
$\bar{x}$										
$s$	0,053	0,016	0,044	0,014	0,041	0,029	0,028	0,009	0,025	0,022
$s$ [%]	9,87	3,72	5,91	4,29	10,59	5,21	8,00	2,12	6,38	6,27
Rel. Abrasion [% AIMg]	196,28	146,05	99,33	110,74	432,30	139,86	183,14	221,65	237,76	242,45

TABELLE 44: Relative Abrasion – Signifikanz

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
ES	---									
EP	0,0000	---								
FS	0,0000	0,0000	---							
FZ	0,0000	0,0000	0,0000	---						
CX	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	---					
GR	0,0000	0,2626	0,0000	0,0000	0,0000	---				
VD	0,0119	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	---			
TE	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	---		
EM	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0006	---	
UD	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0001	0,4021	---



TABELLE 46: Signifikante Unterschiede zwischen den Polierstufen (HM – Hartmetallfräser bzw. Ausgangswert; schwarz hinterlegt – im Vergleich zur vorherigen Polierstufe signifikant rauere Oberfläche)

Stufe	Polierschema 1					Polierschema 2				
	HM zu 1	1 zu 2	2 zu 3	HM zu 1	1 zu 2	2 zu 3	3 zu 4	4 zu 5		
ES	0,0006	0,0001	0,0000	0,0001	0,0000	0,0000	0,0006	0,6109		
EP	0,0002	0,0000	0,4510	0,0052	0,0000	0,0000	0,0016	0,0009		
FS	0,0284	0,0000	0,0000	0,0003	0,0001	0,0000	0,0219	0,0035		
FZ	0,1284	0,0016	0,0003	0,0000	0,0026	0,0000	0,0000	0,0119		
CX	0,0011	0,0000	0,3553	0,0000	0,0000	0,0000	0,0016	0,0000		
GR	0,0090	0,0001	0,0000	0,4336	0,0000	0,0000	0,0073	0,0000		
VD	0,0002	0,0001	0,2558	0,0020	0,0000	0,0000	0,1128	0,0000		
TE	0,0217	0,0002	0,0000	0,0008	0,2775	0,0000	0,0116	0,0002		
EM	0,0055	0,0000	0,0003	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0017		
UD	0,4120	0,0000	0,0023	0,0023	0,0000	0,0000	0,0000	0,1214		



**TABELLE 47: Röntgenopazität in % Aluminiumgleichwert aus dem logarithmischen Schwärzungsgrad in Bezug auf einen frei belichteten Filmabschnitt ermittelt**

	<b>Schwärzung</b>	<b>[% Al.]</b>
<b>ES</b>	-0,48	214
<b>EP</b>	-0,64	325
<b>FS</b>	-0,63	318
<b>FZ</b>	-0,59	291
<b>CX</b>	-0,64	325
<b>GR</b>	-0,53	249
<b>VD</b>	-0,6	297
<b>TE</b>	-0,73	387
<b>EM</b>	-1,16	685
<b>UD</b>	-0,52	242

**TABELLE 48: Logarithmische Schwärzungsgrade unterschiedlich dicker Aluminiumplättchen für die Ermittlung der Referenzgerade**

<b>Aluminium-Dicke</b>	<b>Schwärzung</b>	<b>[% Al.]</b>
0,5	-0,19	50
1	-0,3	100
1,5	-0,4	150
2	-0,5	200
2,5	-0,57	250
3	-0,62	300
4	-0,75	400

TABELLE 49: Lineare Polymerisationsschrumpfung in %

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
$\bar{x}$	1,38	1,07	0,93	1,06	1,37	0,78	1,66	1,11	1,68	2,02
$s$	0,14	0,04	0,09	0,13	0,14	0,10	0,11	0,15	0,14	0,15
$s$ [%]	9,97	4,14	9,88	12,07	9,92	12,92	6,46	13,62	8,11	7,65

TABELLE 50: Lineare Polymerisationsschrumpfung – Signifikanzen

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
ES	---									
EP	0,0018	---								
FS	0,0001	0,0112	---							
FZ	0,0017	0,7919	0,0795	---						
CX	0,9182	0,0020	0,0001	0,0020	---					
GR	0,0000	0,0014	0,0328	0,0030	0,0000	---				
VD	0,0035	0,0000	0,0000	0,0000	0,0028	0,0000	---			
TE	0,0143	0,6143	0,0564	0,5495	0,0163	0,0048	0,0002	---		
EM	0,0040	0,0000	0,0000	0,0000	0,0033	0,0000	0,8008	0,0002	---	
UD	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0012	0,0000	0,0024	---

TABELLE 51: Polymerisationstiefe in mm

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
$\bar{x}$	7,67	7,41	8,00	7,57	7,67	6,84	7,18	10,00	7,57	7,65
$s$	0,14	0,04	0,03	0,12	0,08	0,10	0,13	0,00	0,08	0,10
$s$ [%]	1,78	0,51	0,40	1,60	0,98	1,49	1,85	0,00	1,08	1,37

TABELLE 52: Polymerisationstiefe – Signifikanzen

	ES	EP	FS	FZ	CX	GR	VD	TE	EM	UD
ES	---									
EP	0,0047	---								
FS	0,0015	0,0000	---							
FZ	0,2098	0,0225	0,0002	---						
CX	1,0000	0,0001	0,0000	0,1225	---					
GR	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	---				
VD	0,0001	0,0077	0,0000	0,0004	0,0001	0,0007	---			
TE	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	---		
EM	0,1616	0,0035	0,0000	1,0000	0,0521	0,0000	0,0003	0,0000	---	
UD	0,8177	0,0016	0,0002	0,2320	0,7590	0,0000	0,0001	0,0000	0,1574	---

## ***Danksagung***

An dieser Stelle möchte ich allen Beteiligten danken, die bei der Entstehung dieser Promotionsarbeit mitgewirkt haben.

Herrn Univ.-Prof. Dr. H. Küpper als auch Frau OÄ PD Dr. M. Schmidt gilt mein besonderer Dank für die Überlassung des interessanten und vielseitigen Themas, dessen Bearbeitung mir große Freude bereitet hat. Die allzeit erstklassige Betreuung, bei den Versuchen ebenso wie beim Verfassen der Arbeit, weiß ich sehr zu schätzen.

Außerdem danke ich ganz herzlich Frau Dr. A. Rzanny aus der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik und Werkstoffkunde. Sie stand mir bei allen Fragen stets mit Rat und Tat zur Seite.

Herrn Dr. R. Göbel und Herrn M. Facht danke ich für die zahlreichen konstruktiven Vorschläge zu Optimierung von Versuchsaufbauten und –Durchführungen, sowie die schnelle Hilfe bei jeder Art von technischen Problemen.

Weiterhin danke ich Frau Dipl.-Ing. R. Kaiser für die Hilfe bei der Erstellung aller rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen sowie Herrn Ing. G. Raser für Vorbereitung der entsprechenden Proben.

Herrn Dr. G. Horn aus dem Günther-Köhler-Institut für Füge­technik und Werkstoffprüfung Jena danke ich für die Möglichkeit der Benutzung des Densitometers zur Probenauswertung.

Zuletzt gilt mein Dank meiner lieben Familie und ganz besonders meiner Frau, welche mich stets mit allen Kräften unterstützt haben.

## ***Ehrenwörtliche Erklärung***

Hiermit erkläre ich, dass mir die Promotionsordnung der Medizinischen Fakultät der Friedrich-Schiller-Universität bekannt ist,

ich die Dissertation selbst angefertigt habe und alle von mir benutzten Hilfsmittel, persönlichen Mitteilungen und Quellen in meiner Arbeit angegeben sind,

mich folgende Personen bei der Auswahl und Auswertung des Materials sowie bei der Herstellung des Manuskripts unterstützt haben:

Frau PD Dr. M. Schmidt sowie die in der Danksagung genannten Personen.

die Hilfe eines Promotionsberaters nicht in Anspruch genommen wurde und dass Dritte weder unmittelbar noch mittelbar geldwerte Leistungen von mir für Arbeiten erhalten haben, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen,

dass ich die Dissertation noch nicht als Prüfungsarbeit für eine staatliche oder andere wissenschaftliche Prüfung eingereicht habe und

dass ich die gleiche, eine in wesentlichen Teilen ähnliche oder eine andere Abhandlung nicht bei einer anderen Hochschule als Dissertation eingereicht habe.

---

Ort, Datum

---

Johannes Neubauer