

Aus der Klinik für Zahnerhaltung, Parodontologie und Präventive Zahnheilkunde,  
Universitätsklinikum des Saarlandes, Homburg/Saar

Direktor: Prof. Dr. M. Hannig

# **Der Einfluss des Silanisierungsgrades auf das Abrasionsverhalten von experimentellen Kompositen**

*Dissertation zur Erlangung des Grades eines Doktors der Zahnheilkunde*

**der Medizinischen Fakultät**

**der UNIVERSITÄT DES SAARLANDES**

2019

vorgelegt von:

Katharina Anita Schötz

geb. am: 16.12.1992 in Schweinfurt

Tag der Promotion:

Dekan: Prof. Dr. M.D. Menger

1. Berichterstatter: Prof. Dr. M. Hannig

2. Berichterstatter:

*Für meine Eltern*

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG .....</b>	<b>1</b>
1.1	Deutsche Zusammenfassung .....	1
1.2	Abstract.....	2
<b>2</b>	<b>EINLEITUNG .....</b>	<b>3</b>
2.1	Zusammensetzung von Kompositen.....	4
2.2	Polymerisation von Kompositen.....	13
2.3	Verschleißarten von Kompositen .....	14
2.4	Kausimulation zur Prüfung dentaler Komposite .....	17
2.5	Ziel der Arbeit/Fragestellung.....	19
<b>3</b>	<b>MATERIAL UND METHODE .....</b>	<b>20</b>
3.1	Probenherstellung .....	22
3.2	Antagonistenherstellung .....	23
3.3	Thermowechselbelastung der Proben .....	24
3.4	Belastung der Proben im Kausimulator .....	24
3.5	Auswertung der Proben .....	26
3.6	Statistische Analyse der Proben.....	29
<b>4</b>	<b>ERGEBNISSE .....</b>	<b>31</b>
4.1	Volumenabtrag .....	36
4.2	Tiefster Punkt der Abrasionsspur .....	42

<b>5</b>	<b>DISKUSSION .....</b>	<b>48</b>
5.1	Kritische Betrachtung der eigenen Untersuchung .....	48
5.2	Vergleich der eigenen Ergebnisse mit denen aus der Literatur .....	53
5.3	Schlussfolgerungen / Konklusionen .....	54
<b>6</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS .....</b>	<b>55</b>
<b>7</b>	<b>DANKSAGUNG.....</b>	<b>62</b>
<b>8</b>	<b>LEBENS LAUF .....</b>	<b>63</b>
<b>9</b>	<b>ANHANG.....</b>	<b>64</b>

# 1 Zusammenfassung

## 1.1 Deutsche Zusammenfassung

Der Verbund zwischen Matrix und Füllkörpern spielt für das Abrasionsverhalten von dentalen Kompositen eine wichtige Rolle. Ziel dieser Studie war, das Abrasionsverhalten experimenteller Komposite bezüglich acht verschiedener Silanisierungsgrade zu untersuchen. Aus acht experimentellen Kompositen mit gleicher Matrix-Zusammensetzung, Füllkörperart und -größe wurden Proben (jeweils  $n=8$ ) hergestellt. Silanisiert wurde mit 3-Methacryloxypropylsilanol. Die Proben wurden einer Thermowechselbelastung (5000 Zyklen, 5 °C/ 55 °C, Haltezeit 30 s) unterzogen und anschließend erfolgte eine Zwei-Medien Kausimulation. Als Antagonisten dienten Aluminiumoxidkugeln. Mit Hilfe eines FRT MicroProf Scanners wurden die Proben profilometrisch ausgewertet. Nach 50.000 (50), 100.000 (100) und 200.000 (200) Kauzyklen wurden der Volumenabtrag (V) sowie der tiefste Punkt der Abrasionsspur (T) ermittelt. Die statistische Analyse erfolgte auf einem Signifikanzniveau von 5 % ( $p < 0,05$  für Friedman-Test, Kruskal-Wallis-Test). Die p-Werte der Folgetest (Wilcoxon-Test  $p < 0,017$ , Mann-Whitney-U-Test  $p < 0,0018$ ) wurden mittels Bonferroni-Korrektur adjustiert. Bei allen Proben nahm der Volumenabtrag von V50 bis V200 signifikant zu und schwankte zwischen  $0,059 \text{ mm}^3$  und  $0,294 \text{ mm}^3$ . Im Bezug auf den tiefsten Punkt der Abrasionsspur nahmen die Werte ebenfalls zu. Nach 200.000 Kauzyklen konnte bezüglich des Volumenabtrags kein statistisch signifikanter Unterschied zwischen den Proben ermittelt werden. Die Werte des tiefsten Punktes der Abrasionsspur ergaben nach 200.000 Kauzyklen nur bei einem Komposit statistisch signifikant niedrigere Werte im Vergleich zu zwei anderen. Es kristallisierte sich kein Komposit heraus, dessen Silanisierungsgrad geeigneter oder ungeeigneter scheint. Ein höherer Silanisierungsgrad führt nicht zu abrasionsstabilen Kompositen. Unter der Berücksichtigung der Limitationen einer *in vitro* Studie ist kein Zusammenhang zwischen Silanisierungsgrad des Komposits und dessen Abrasionsverhalten ersichtlich. Um klinische Auswirkungen des Silanisierungsgrades von Kompositen abschätzen zu können, sind weitere werkstoffkundliche Untersuchungen notwendig.

## 1.2 Abstract

The bond between matrix and fillerparticles plays an important role for the wear resistance of dental composite resins. The aim of this study was to investigate the abrasion behavior of experimental composites focused on eight different amounts of silanization. Eight experimental composites with same matrix-configuration, filler type and size were used to form test specimens (n=8 each), silanated with 3-methacryloxypropylsilane. After thermocycling (5000 cycles, 5 °C/ 55 °C, dwell time 30 s) the specimens were exposed to a two-body wear simulation. Aluminiumoxid spheres were used as antagonists. A profilometric analysis was executed with an FRT MicroProf Scanner. After 50,000 (50), 100,000 (100), and 200,000 (200) chewing cycles the volume loss (V) and the deepest point of the abrasions trace (T) was determined. The statistical analysis occurred on a 5 % level of significance ( $p < 0,05$  Friedman-Test, Kruskal-Wallis-Test). The p-values of the following tests were adjusted according to Bonferroni (Wilcoxon-Test  $p < 0,017$ , Mann-Whitney-U-Test  $p < 0,0018$ ). The volume loss increased from V50 to V200 significantly and varied between  $0,059 \text{ mm}^3$  and  $0,294 \text{ mm}^3$ . The values of the deepest point of the abrasion trace increased, too. No significant difference between the specimens was detected after 200,000 chewing cycles referring to volume loss. Related to the values of the deepest point of the abrasions trace only one experimental composite showed significant differences with reference to two other composite resins. No amount of silanization seems to be more or less appropriate than another. A higher amount of silanization does not lead to higher wear resistance. Under the limits of this *in vitro* study it can be concluded that there is no correlation between wear resistance and the amount of silanization. Further experimental investigations are necessary to assess clinical consequences of the amount of silanization of composite resins.

## 2 Einleitung

Über 100 Jahre war Amalgam das Mittel der Wahl für die direkte Restauration von Zahnhartsubstanzdefekten im Seitenzahnbereich (Roulet, 1997).

1962 legte R.L. Bowen den Grundstein für die heute verwendeten Komposite. Auf der Suche nach einem neuen Füllungsmaterial mit besseren chemischen und physikalischen Eigenschaften als das bislang vor allem für den Frontzahnbereich verwendete PMMA (Polymethylmethacrylat) entwickelte er das Additionsprodukt eines Epoxidharzes und Methylmethacrylatsäure (= Bis-GMA) als Matrix und versah diese mit anorganischen Füllpartikeln, die ihrerseits mit einer Silanverbindung überzogen waren (Hellwig *et al.*, 2013). Diese Silanschicht sollte den Verbund zwischen Füllkörpern und organischer Matrix herstellen (Bowen, 1963). Bowens Absicht war es, ein Material mit geringerer Löslichkeit unter Mundhöhlenbedingungen und besserer Dimensionstreu bezüglich Polymerisationsschrumpfung zur direkten Versorgung von Frontzahnkavitäten zu generieren.

Im Seitenzahnbereich wurde nach wie vor hauptsächlich Amalgam verwendet, was aufgrund seines Quecksilbergehalts in den 1990er Jahren zu vielen kontroversen Diskussionen über gesundheitliche Folgen führte. Trotz mangelnder wissenschaftlicher Beweise wurde 1992 vom Bundesgesundheitsamt eine Empfehlung abgegeben, in welcher aus präventiven Gründen das Verwenden von Amalgam eingeschränkt werden sollte (Roulet, 1997). Weiterhin gibt es seit Juli 2018 eine Verordnung der Europäischen Union zur Verwendung von quecksilberhaltigen Produkten. Diese besagt, dass Dentalamalgam nur in zwingend notwendigen Fällen als Füllungsmaterial im Seitenzahnbereich bei Milchzähnen, Kindern unter 15 Jahren sowie bei Schwangeren und Stillenden verwendet werden darf (Amtsblatt EU, 2017, Art. 10 (2)).

Nicht nur der gesundheitliche Aspekt, sondern auch der Wunsch nach zahnähnlichen Materialien bezüglich physikalischen, mechanischen und vor allem ästhetischen Eigenschaften führte dazu, dass Komposite immer mehr in den Fokus rückten (Willems *et al.*, 1992).

Doch auch Komposite sind der oralen Umgebung gegenüber nicht inert. Sie können initial aufgrund inkompletter Polymerisation und später aufgrund der Abnutzung Inhaltsstoffe freisetzen (van Landuyt *et al.*, 2011). Gerade die unzureichende Polymerisation hat einen erhöhten Restmonomeranteil zur Folge (Städler, 2010). Die Monomere können an der Gingiva oder anderen Oberflächen der Mundhöhle Kontaktallergien hervorrufen (dos Santos *et al.*, 2014). Weiterhin ist die Verarbeitung von Kompositen techniksensitiv. Es müssen verschiedene As-

pekte, wie etwa absolute Trockenlegung, korrekte Präparation bezüglich ausreichend großer Schmelzoberfläche, um eine adäquate Bondinganbindefläche zu generieren, oder auch die korrekte Verarbeitung des Materials hinsichtlich Schrumpfungsvektoren beachtet werden (Roulet, 1997). Bei korrekter Indikationsstellung und Verarbeitung lassen sich langlebige Restaurationen herstellen, die mit Amalgamfüllungen vergleichbar sind. Durch die Adhäsivtechnik entstehen randspaltfreie und ästhetisch anspruchsvolle Restaurationen (Hellwig *et al.*, 2013).

## 2.1 Zusammensetzung von Kompositen

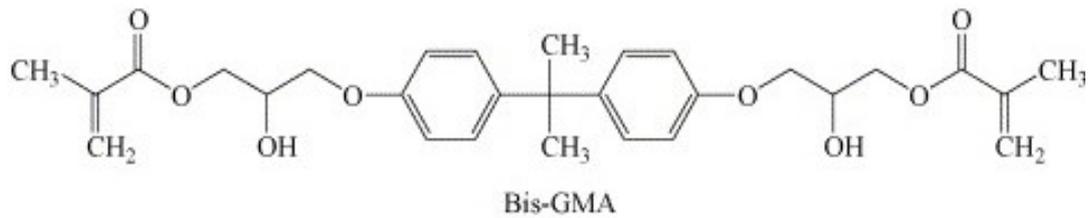
Dem Wortsinn nach versteht man unter Kompositen zusammengesetzte Werkstoffe. In der Zahnmedizin sind dies plastische Füllungswerkstoffe, die chemisch oder durch Zufuhr von Energie (z.B. in Form von Licht) aushärten (Hellwig *et al.*, 2013).

Sie lassen sich in drei Grundbausteine unterteilen: die organische Matrix, die disperse Phase (Füllkörper) und die Verbundphase (Silane, Kopolymere) (Lutz & Phillips, 1983).

### 2.1.1 Die organische Matrix

Der erste Baustein von Kompositen setzt sich aus mehreren Komponenten zusammen, wie etwa Monomeren, Initiatoren, Stabilisatoren, Farbstoffen, Pigmenten und anderen Additiva (Hellwig *et al.*, 2013). Die verwendeten Monomere sind meist multifunktionelle Methacrylate und lassen sich vereinfacht wie folgt darstellen: MA-R-MA, wobei R für das organische Zwischenglied und MA für die reaktionsfähigen Methacrylsäureester-Reste stehen (Hellwig *et al.*, 2013). Man unterscheidet zwischen Mono-, Di-, Trimethacrylaten oder noch höher funktionellen Methacrylaten (Janda, 2005). Entscheidend für die mechanischen Eigenschaften ist vor allem der zentrale Molekülanteil (-R). Dieser bestimmt unter anderem Wasseraufnahme, Schrumpfung und Polymerisationsgrad (Hellwig *et al.*, 2013). Die Unterschiede in der Molekülstruktur eines Monomers beeinflussen auch Viskosität und Reaktionspotential. So ist zum Beispiel ein kleines Molekül wie TEGDMA niedrigviskoser als etwa Bis-GMA (Stansbury, 2012). Die hohe Viskosität von Bis-GMA und UDMA machten es unabdingbar, niedrigviskose Monomere wie TEGDMA hinzuzufügen (Floyd & Dickens, 2006). Das Hinzugeben dieser sogenannten Verdünnermonomeren führt zu einer besseren Verarbeitbarkeit, jedoch auch zu erhöhter Schrumpfung (Hellwig *et al.*, 2013).

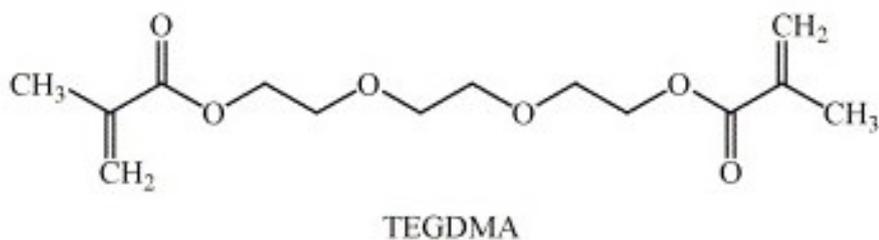
Bis-GMA:



**Abb. 1:** Strukturformel von Bis-GMA (Floyd & Dickens, 2006)

Bisphenol-A-Diglycidyl-Methacrylat (Abb. 1) ist trotz seiner Entwicklung durch Bowen im Jahr 1962 heute noch das meist verwendete Monomer moderner Komposite (Chen, 2010). Es ist das Additionsprodukt eines Epoxidharzes und Methacrylsäure (Hellwig *et al.*, 2013). Das Molekül besteht aus zwei aromatischen Ringen sowie zwei Hydroxylgruppen, welche starke Wasserstoffbrückenbindungen bilden (Pfeiffer *et al.*, 2011). Dadurch steigt dessen Viskosität, wohingegen die Flexibilität, das Reaktionsvermögen und die Konversionsrate sinken (Cornelio *et al.*, 2013). Das hohe Molekulargewicht dient dazu, die Polymerisations-schrumpfung zu verringern (van Noort & Palin, 2009).

TEGDMA:

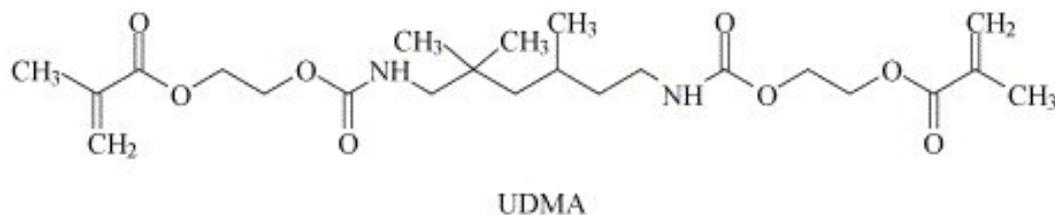


**Abb. 2:** Strukturformel von TEGDMA (Floyd & Dickens, 2006)

Triethylenglykol-dimethacrylat (Abb. 2) ist ein sehr flexibles aliphatisches Molekül mit Etherbindungen, welche als Akzeptor für Wasserstoffbrückenbindungen fungieren (Pfeiffer *et al.*, 2011). Es wird als Komonomer zu langkettigen Monomeren wie Bis-GMA hinzugefügt, um die Viskosität zu senken und somit die Verarbeitbarkeit zu verbessern (Hellwig *et al.*, 2013). Durch das Mischen von Monomeren konnten verarbeitbare Komposite mit maximaler

Füllstoffdichte entwickelt werden (Chen, 2010). Weiterhin führt die Kombination von Bis-GMA und TEGDMA zu steigender Konversionsrate und Reaktionsvermögen. Sie wirkt sich jedoch negativ auf Volumenschrumpfung und Biegefestigkeit aus (Pfeiffer *et al.*, 2011). Um der erhöhten Schrumpfung entgegenzuwirken, wurde TEGDMA teilweise durch UDMA und Bis-EMA ersetzt. Dies hat auch auf Alterung und negative Einflüsse des Mundhöhlenmilieus eine positive Auswirkung.

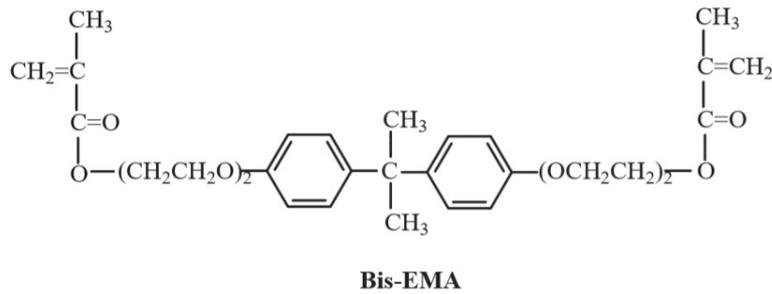
UDMA:



**Abb. 3:** Strukturformel von UDMA (Floyd & Dickens, 2006)

1974 wurde von Foster und Walker Urethandimethacrylat (Abb.3) entwickelt (Ilie *et al.*, 2005). Es besteht aus einem aliphatischen Kern, sowie aus zwei Urethanbindungen (-NH-CO-O-) (Barszczewska-Rybarek, 2009) und kann aus HEMA und TMDI im Verhältnis 2:1 synthetisiert werden (Moszner *et al.*, 2008). Die beiden endständigen Methacrylatgruppen ermöglichen sowohl eine thermische als auch eine Lichtpolymerisation (Atai *et al.*, 2007). Es ist niedrigviskoser als Bis-GMA und durch das Fehlen des Phenolringes auch flexibler (Ilie *et al.*, 2005). Dadurch wird die Belastbarkeit des Moleküls verbessert (Barszczewska-Rybarek, 2009). Die sich bildenden Wasserstoffbrückenbindungen sind laut Stansbury *et al.* (2012) signifikant schwächer als die auf Hydroxylgruppen basierenden Wasserstoffbrückenbindungen, wie etwa bei Bis-GMA. Damit erklärt sich das erhöhte Reaktionsvermögen von UDMA (Stansbury, 2012). Außerdem zeigte sich in Komonomer-Mischungen von Bis-GMA und UDMA eine durch UDMA bewirkte höhere Konversionsrate. Photooxidativer Stress führte zu Verfärbungen des Materials, sodass zusätzlich UV-Stabilisatoren eingesetzt werden mussten, um diese zu vermeiden (Ilie *et al.*, 2005).

Bis-EMA:



**Abb. 4:** Strukturformel von Bis-EMA (Sideridou *et al.*, 2004)

Ein Analogon zu Bis-GMA stellt das Monomer Bisphenol-A-ethoxyliertes Dimethacrylat (Abb. 4) dar. Es besteht ebenfalls aus zwei aromatischen Ringen, besitzt jedoch zwei Hydroxylgruppen weniger. Dadurch mindert sich die Fähigkeit, intermolekulare Wasserstoffbrückenbindungen einzugehen, wodurch Flexibilität und Konversionsrate gesteigert werden. Weiterhin soll dadurch im Vergleich zu Bis-GMA die Wasseraufnahme(-fähigkeit) und die Wasserlöslichkeit verringert werden (Cornelio *et al.*, 2013).

Initiatoren:

Unter Initiatoren versteht man Matrixbestandteile, die in energiereiche Radikale zerfallen und mit den Monomeren reagieren, wodurch die Kettenbildung der Polymerisationsreaktion (siehe Kapitel 2.2) gestartet wird. Initiatoren können durch chemische oder physikalische Aktivator angeregt werden. Die Reaktionsfreudigkeit der Initiatoren ist für den Polymerisationsgrad, sprich für den Konversionsgrad der Doppelbindungen der Monomere, entscheidend (Hellwig *et al.*, 2013).

Je nach Art des Aushärtens (chemisch oder Licht-initiiert) enthält ein Komposit andere Aktivator/Initiator-Systeme. Bei chemisch aushärtenden Kompositen besteht das System aus zwei Pasten, wovon eine den Aktivator, oft ein tertiäres Amin, und die andere den Initiator, meist Benzoylperoxid, enthält (van Noort & Palin, 2009).

Die Lichthärtung wird durch Photoinitiatoren ausgelöst, welche bei einer für den jeweiligen Initiator bestimmten Wellenlänge zerfallen (Janda, 2005). Die ersten Komposite beinhalteten Benzoinmethylether als Initiator und wurden mittels UV-Lichtquellen aktiviert (Albuquerque *et al.*, 2015). Dies führte jedoch zu oralen Funktionsstörungen von Patient und visuellen

Funktionsstörungen der Behandler, weshalb Komposite entwickelt wurden, die mit Licht aus dem sichtbaren Wellenlängenbereich ausgehärtet werden können. Seitdem ist Kampherchinon der verbreitetste Photoinitiator (Albuquerque *et al.*, 2013). Es zerfällt bei 460 nm (Janda, 2005). Trotz verbreitetem Vorkommen hat Kampherchinon einige Nachteile. Es reagiert nur in Kombination mit einem Koinitiator, welcher im Laufe der Zeit aufgrund von Oxidationsprozessen zu gelben Verfärbungen des Komposites führt (Albuquerque *et al.*, 2013). Deshalb wurden die Photoinitiator/Koinitiator-Systeme weiterentwickelt (Albuquerque *et al.*, 2015). Phenylpropanodion (PDD), Bisalkylphosphanoxid (BAPO) und Monoalkylphosphanoxid sollten Kampherchinon ersetzen oder zumindest dessen Konzentration herabsetzen (Silami *et al.*, 2013). BAPO und Diphenylphosphanoxid (TPO) zählen zu den Norrish Typ I Molekülen, welche sich dadurch auszeichnen, dass sie ohne Koinitiator reagieren. 2013 konnten Albuquerque *et al.* zeigen, dass Komposite mit TPO am farbstabilsten im Vergleich zu BAPO und Kampherchinon sind (Albuquerque *et al.*, 2013).

### Pigmente:

Um eine möglichst große Bandbreite unterschiedlich gefärbter Materialien anbieten zu können, werden den Kompositen organische und anorganische Pigmente beigemischt (Hellwig *et al.*, 2013). Es handelt sich dabei um feste Teilchen mit Korngrößen zwischen 0,01 und 1 µm, die durch gleichmäßiges Verteilen zu den gewünschten Farben, Transparenzen beziehungsweise Opazitäten und Fluoreszenzen führen. Dabei ergeben sich verschiedene Anforderungen an die Pigmente, wie etwa lange Stabilität bezüglich Farbe, Licht, Wärme, Wasseraufnahme und Säure, sowie eine toxikologische Unbedenklichkeit. Da organische Pigmente diesen Anforderungen weniger gerecht werden als anorganische, werden letztere bevorzugt verwendet. Vor allem Metalloxide, wie Titanoxid oder Aluminiumoxid werden eingesetzt. Für den gewünschten Fluoreszenzeffekt werden UV-Licht absorbierende Leuchtpigmente genutzt (Janda, 2005).

### Additiva:

Additiva sind in kleinsten Mengen vorhandene Kompositzusätze (Janda, 2005). Dazu zählen optische Aufheller, Weichmacher sowie Lichtschutzmittel (Hellwig *et al.*, 2013).

Um ein weiches, geschmeidiges Komposit zu erlangen, werden externe Weichmacher zugesetzt. Diese stören die Polymerstruktur, indem sie die Wechselwirkungen zwischen den Po-

lymeren teilweise aufheben. Häufig verwendet werden zum Beispiel Dibutylphthalat oder Benzylbutyladipinsäureester. Problematisch ist jedoch, dass Weichmacher leicht aus dem Kunststoff migrieren und so zu einem porösen, unelastischen Material führen (Janda, 2005).

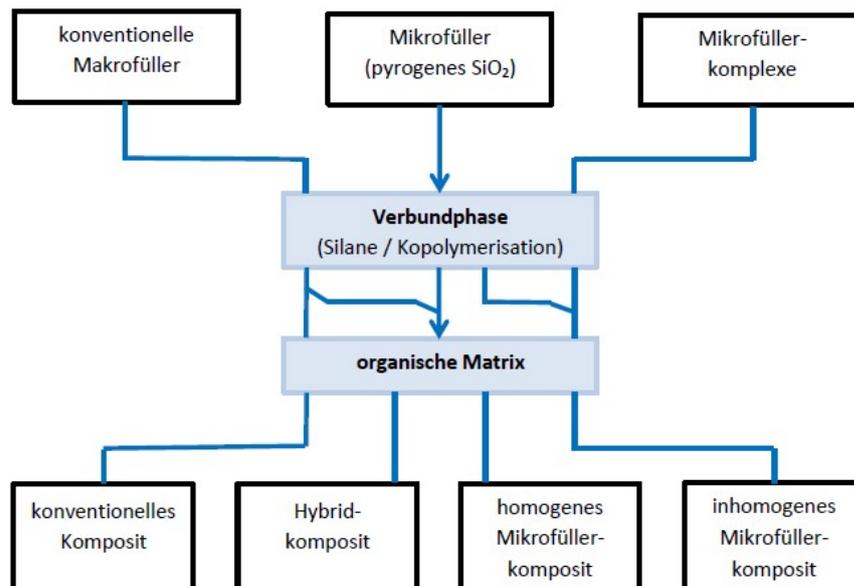
Inhibitoren/Stabilisatoren:

Komposite enthalten Phenol-Derivate als Inhibitoren (Janda, 2005). Sie verhindern eine vorzeitige Polymerisation, indem sie mit Radikalen der Monomerpaste reagieren. Somit kann die Lagerfähigkeit der Komposite gesteigert werden (Hellwig *et al.*, 2013). Beispiele hierfür sind Hydrochinonmonomethylether und Hydrochinon (Janda, 2005), aber auch Eugenol zählt als Phenol-Derivate dazu (Hellwig *et al.*, 2013). Besonderes Augenmerk liegt daher auf der kontraindizierten Verwendung eugenolhaltiger Materialien vor der Nutzung von Kompositen, da sie als Weichmacher wirken und die Polymerisation hemmen. Ein hoher Restmonomergehalt wiederum kann zu Pulpairritation führen (Hellwig *et al.*, 2013).

Stabilisatoren sind durch aromatische Ringe und konjugierte Doppelbindungen fähig UV-Strahlung zu absorbieren, wodurch eine Umwandlung reaktiver Bestandteile verhindert und die Farbstabilität erhöht wird. Beispiele dieser Stoffklasse wären 2-Hydroxybenzophenone oder auch 2-Hydroxyphenylbenzotriazole (Janda, 2005).

### 2.1.2 Füllstoffe/disperse Phase

Ein wesentlicher Bestandteil von Verbundkunststoffen sind die Füllstoffe. Sie bestimmen maßgeblich die Materialeigenschaften (Janda, 2005). Durch deren Zugabe sinken Polymerisationsschrumpfung, Wasseraufnahme und der thermische Ausdehnungskoeffizient, wohingegen sich Zugfestigkeit, Druckfestigkeit und Abrasionsstabilität erhöhen (Zimmerli *et al.*, 2010). Die anorganischen Füller sollen also physikalische und mechanische Eigenschaften der Kunststoffmatrix verbessern. Verwendet werden unter anderem Quarz, Keramik und Siliziumoxid (Hellwig *et al.*, 2013). Nach Lutz und Phillips lassen sich Füllkörper anhand von Größe und chemischer Zusammensetzung in drei Kategorien einteilen: traditionelle/konventionelle Makrofüller, Mikrofüller und Mikrofüllerkomplexe. Daraus ergeben sich dann vier Kompositstypen (Lutz & Phillips, 1983).



**Abb. 5:** Einteilung der Komposite nach Art der Füller (nach Hellwig *et al.*, 2013)

Traditionelle/konventionelle makrogefüllte Komposite:

Die hierbei verwendeten Füllstoffkörper mit einem Größenbereich zwischen 0,1-100  $\mu\text{m}$  entstehen durch Mahlen oder Splintern größerer Materialstücke. Es handelt sich um rein anorganische Füllstoffkörper aus Glas, Quarz, Borsilikat oder Keramik, sowie schwermetallhaltige Gläser, um eine Röntgenopazität zu gewährleisten (Lutz & Phillips, 1983). Der Füllstoffgehalt liegt bei ca. 75 Gew.-%. Durch Herausbrechen der Füllkörper wird die Oberfläche trotz Politur rasch wieder rau, was nicht nur zu einer erhöhten Plaqueanlagerung führt, sondern auch schlechterem Verschleißverhalten, da die Kompositmatrix ungeschützt den Abrasionsvorgängen ausgesetzt ist (Hellwig *et al.*, 2013). So wurden die Füllstoffkörper im Laufe der Zeit kleiner, homogener und runder. Auch die durchschnittliche Partikelgröße sank von 5-30  $\mu\text{m}$  auf 1-5  $\mu\text{m}$  (Lutz & Phillips, 1983).

Mikrogefüllte Komposite:

Mikrogefüllte Komposite lassen sich in homogene Mikrofüllerkomposite und inhomogene Mikrofüllerkomposite unterteilen (Abb. 5) (Hellwig *et al.*, 2013). Homogene Mikrofüllerkomposite enthalten Füllstoffkörper mit Größen zwischen 0,04-0,2  $\mu\text{m}$ . Aufgrund der Tatsache, dass die Partikel kleiner sind als die Wellenlänge sichtbaren Lichts, erscheinen sie selbst nach chemischem oder mechanischem Füllerverlust homogen und lassen sich gut polieren.

Außerdem bietet die homogene Oberfläche, sowie die sehr kleine Partikelgröße geringe Angriffsfläche gegenüber Abrasionen (Lutz & Phillips, 1983).

Nachteilig ist jedoch, dass aufgrund der großen spezifischen Oberfläche (50-400 m<sup>2</sup>/g) der Füllstoffgehalt mit etwa 50 % relativ niedrig ist, da bei weiterer Erhöhung die Viskosität rasch zunimmt. Um dennoch einen akzeptablen Füllstoffgehalt von 70-80 % zu realisieren, wurden inhomogene Mikrofüllerkomposite entwickelt (Hellwig *et al.*, 2013).

Dabei wurden der organischen Matrix nicht nur Mikrofüller beigemischt, sondern auf Mikrofüller basierende Vorpolymerisate. Diese lassen sich unterscheiden in gesplitterte Vorpolymerisate aus Siliziumdioxid (Ø 1-200 µm), kugelförmige polymerbasierende Vorpolymerisate (Ø 20-30 µm), sowie agglomerierte rein anorganische Mikrofüllerkomplexe (Ø 1-25 µm) (Lutz & Phillips, 1983).

Trotz optischer und abrasiver Vorteile gegenüber makrogefüllten Kompositen haben sie auch entscheidende Nachteile (Hellwig *et al.*, 2013). Neben erhöhter Wasseraufnahme und relativ hoher Polymerisationsschrumpfung (mit Ausnahme der agglomerierten Mikrofüller [Hellwig *et al.*, 2013]) sind sie zudem nicht röntgenopak (Städtler, 2010).

Hybridkomposite:

Um die positiven Eigenschaften von Mikrofüllerkompositen und Makrofüllerkompositen zu vereinen, wurden die beiden Materialien kombiniert, was zur Entwicklung der Hybridkomposite führte (Hellwig *et al.*, 2013). Bereits 1970 wurden den traditionellen Kompositen Mikrofüller beigemischt, um die Verhaltensunterschiede zwischen Makrofüller und organischer Matrix zu reduzieren (Lutz & Phillips, 1983). Die Füllstoffkörpergröße der Glaspartikel liegt zwischen 0,5-10 µm. Durch Zusätze wie Barium, Strontium oder Ytterbiumtrifluorid lassen sich Hybridkomposite röntgenopak gestalten (Städtler, 2010). Durch die Kombination von Makro- und Mikrofüllern lässt sich der Füllkörpergehalt auf bis zu 85 % steigern, wobei davon 85-90 Gew.-% der Füllkörper Makrofüller und 10-15 Gew.-% Mikrofüller sind. Hybridkomposite können abhängig von der Größe der Füllstoffkörper in Feinpartikel- (bis 5 µm Korngröße), Feinstpartikel- (bis 3 µm Korngröße), und Submikrometerhybridkomposite (<1 µm Korngröße) eingeteilt werden (Städtler, 2010).

### 2.1.3 Verbundphase

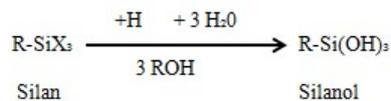
Bei anorganischen Füllstoffen ergibt sich aufgrund ihrer hydrophilen Oberfläche eine Wechselwirkungsproblematik. Diese Oberfläche kann keine stabile Verbindung zu der hydrophoben Monomermatrix eingehen (Janda, 2005).

Der positive Einfluss der Füllstoffe wird jedoch erst mit einer dauerhaften chemischen Bindung an die Kompositmatrix gewährleistet. Das gelingt durch eine Oberflächenbehandlung der anorganischen Füllstoffe. Der als Silanisierung bezeichnete Prozess übernimmt im Wesentlichen drei Aufgaben. Zum einen den Verbund zwischen Füllstoff und organischer Matrix, zum anderen die Hydrophobierung des Füllstoffs sowie den dadurch erreichbaren hohen Füllstoffanteil (Janda, 2005). Diese chemische Verbindung wird durch bipolare Moleküle erreicht (Lutz & Philips, 1983). Solche Moleküle zeichnen sich dadurch aus, dass auf der einen Seite eine Silangruppe und auf der anderen Seite eine Methacrylatgruppe vorhanden ist und es sowohl mit dem Füllstoff als auch der Matrix reagieren kann.

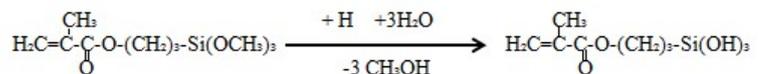
Zunächst wird das Silan zum Silanol hydrolysiert (Abb. 6) und auf den Füllstoff aufgebracht. Anschließend kommt es durch thermische Wasserabspaltung zu kovalenten Sauerstoffbrückenverbindungen zwischen Silanol und Füllstoffoberfläche. Der nun organische Charakter der Füllstoffoberfläche kann über freie Methacrylatgruppen mit den Monomeren reagieren (Janda, 2005).

#### 1. Hydrolyse des Silans

allgemein:



speziell:



#### 2. Bindung des Silanols an die Füllstoffoberfläche

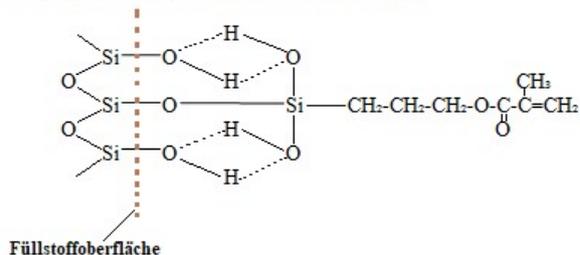


Abb. 6: Ablauf der Silanisierungsreaktion (nach Janda, 2005)

Durch diese Einbindung werden mechanische Werte wie Biegefestigkeit oder Druckfestigkeit erhöht (Hellwig *et al.*, 2013). Auch auf das Abrasionsverhalten hat die Silanisierung Einfluss,

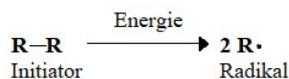
ist aber auch anfällig (Städtler, 2010), denn durch saure Hydrolyse kann es zum Zusammenbruch des Füller-Matrix-Verbundes kommen und aufgrund von Füllkörperverlusten zu höherem Verschleiß (Hellwig *et al.*, 2013).

## 2.2 Polymerisation von Kompositen

Komposite binden mittels Polymerisationsreaktion ab (Abb. 7). Diese Reaktion lässt sich prinzipiell in Kettenstart, Kettenwachstum und Kettenabbruch einteilen (Janda, 2005). Durch Energiezufuhr werden Initiatoren, wie beispielsweise Kampherchinon (Albuquerque *et al.*, 2013), in freie Radikale gespalten (Hellwig *et al.*, 2013), die dann durch Öffnen der Doppelbindungen mit den ungesättigten Monomeren zu neuen Radikalmolekülen reagieren (Janda, 2005). Diese wiederum reagieren erneut mit einer Doppelbindung eines weiteren Monomers, was zum Wachstum der Kette führt. Das Kettenwachstum kann entweder durch Reaktion zweier Radikale miteinander (=Rekombination) zum Erliegen kommen oder, wenn nicht mehr ausreichend Monomere zur Verfügung stehen sowie wenn zu wenig Energie zur Umsetzung vorhanden ist (Janda, 2005). Daraus lässt sich schließen, dass der Restmonomergehalt umso geringer ist, je mehr Methacrylatgruppen umgesetzt wurden.

Laut Hellwig *et al.* (2013) werden bis zu 45 % der Doppelbindungen nicht umgesetzt, sodass ein gewisser Restmonomergehalt nach der Polymerisation erhalten bleibt (Hellwig *et al.*, 2013).

### 1. Radikalbildung



### 2. Kettenstart



### 3. Kettenwachstum



### 4. Kettenabbruch

a) Rekombination



b) Inhibierung



Abb. 7: Ablauf der radikalischen Polymerisationsreaktion (nach Janda, 2005)

Bei der radikalischen Polymerisation durchläuft das Komposit verschiedene Polymerisationsphasen. Es konvertiert von einer „Vorgel-Phase“ über eine „gummiartige Gel-Phase“ zur endgültigen „glasigen Phase“ (Stansbury, 2012). Dabei kommt es durch Ordnung der Monomere zur Polymerisationsschrumpfung (Janda, 2005). Diese beträgt zwischen 1-3 % und führt zu Spannungen, welche sich negativ auf die Qualität der Füllung, bezüglich Randspaltbildung oder Sekundärkaries, auswirken kann (Hellwig *et al.*, 2013).

Sauerstoff ist ein starker Polymerisationsinhibitor. An der Oberfläche der Restauration kommt es zur Bildung einer Sauerstoffinhibitionsschicht. Diese entsteht, da die Radikale mit dem Sauerstoff der umgebenden Luft reagieren und unveränderte Monomere zurückbleiben (Shawkat *et al.*, 2009). Die Inhibitionsschicht ermöglicht den Verbund zwischen den einzelnen Lagen bei der Schichttechnik. Laut Rueggeberg *et al.* (1999) sollte diese Schicht nach dem Legen einer Füllung entfernt werden, um den Patienten möglichst wenig Restmonomer auszusetzen (Rueggeberg *et al.*, 1999).

Die Polymerisationslampen emittieren in der Regel Licht der Wellenlänge zwischen 400-500 nm. Halogenlampen haben ein eher breites Wellenlängenspektrum, wohingegen LED-Lampen ein kleineres Spektrum abdecken, sodass eine ausreichende Polymerisation bei manchen Kompositen möglicherweise nicht gegeben ist (Hellwig *et al.*, 2013).

### 2.3 Verschleißarten von Kompositen

Schon 1778 beschrieb J. Hunter in seinem Buch „The Natural History of Human Teeth“ die drei Begriffe Attrition, Abrasion und Erosion, um Verschleißarten einzuteilen (Zhou & Zheng, 2008). Diese lassen sich analog zu Zähnen und deren Verschleiß auch auf restaurative Materialien übertragen (Lewis & Dwyer-Joyce, 2005).

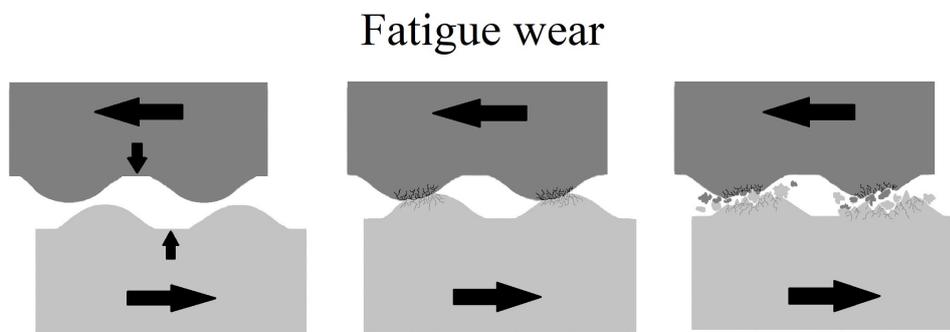
Adhäsiver Verschleiß:



**Abb. 8:** Darstellung des adhäsiven Verschleißes (nach Tsujimoto *et al.*, 2018)

Der adhäsive Verschleiß (Abb.8) beschreibt den Substanzverlust durch Kaltverschweißung (Jain *et al.*, 2009). An den sich aufeinander zu bewegend Oberflächen kommt es durch Oberflächenrauheit der einen Fläche zum Substanzverlust am Antagonisten, wobei sich das abgetragene Volumen mittels Kaltverschweißung an die rauere Oberfläche anhaftet (Sulong & Aziz, 1990).

Attrition:



**Abb. 9:** Darstellung der Attrition (Tsujimoto *et al.*, 2018)

Die Attrition (Abb. 9) war zunächst definiert als Abrieb durch direkten Zahnkontakt zueinander, doch der Begriff wurde erweitert (Yesil *et al.*, 2008) und beschreibt nun den Abrieb zwischen Zahn-zu-Zahn-, Zahn-zu-Restoration- oder Restoration-zu-Restoration-Kontakt (Zhou & Zheng, 2008). Bei Restaurationen kommt es durch häufigen Kontakt zweier Oberflächen zur plastischen Verformung, die zu Mikrorissen führen kann. Diese können sich im

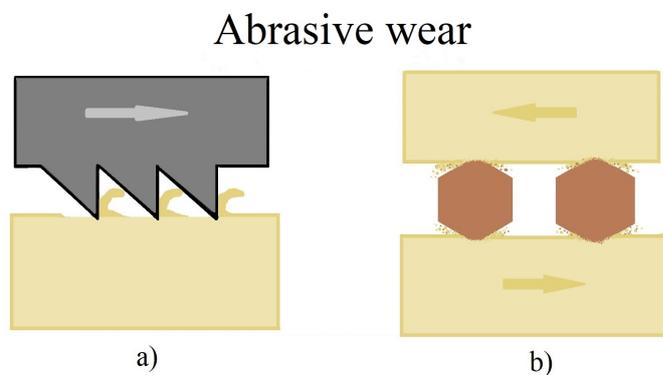
Material bis an die Oberfläche ausbreiten und so zum Abplatzen/Herausbrechen von Substanz/Partikeln führen (Jain *et al.*, 2009).

Erosion:

Erosion ist im Vergleich zu Abrasion, Attrition und adhäsivem Verschleiß keine mechanische Abnutzung. Sie beschreibt den Substanzverlust durch chemische oder elektrochemische Vorgänge durch direkte Säureeinwirkung nicht bakteriellen Ursprungs (Zhou & Zheng, 2008).

Eine wichtige Funktion des pH-neutralen Speichels liegt im Puffern von Säuren. Durch saure Nahrungsmittel oder durch Reflux von Magensäure kann der pH-Wert in der Mundhöhle abfallen und somit chemische Reaktionen verursachen, welche zu einer erweichten Restauroberfläche des Komposites führen (Lewis & Dwyer Joyce, 2005). Da bei erosiven Vorgängen oft komplette Partikel aus der Oberfläche gelöst werden, resultiert daraus eine höhere Oberflächenrauheit (Sulong & Aziz 1990).

Abrasion:



**Abb. 10:** Darstellung der Abrasion a) zwei-Medien-Abrasion, b) drei-Medien-Abrasion (nach Tsujimoto *et al.*, 2018)

Abrasion (Abb. 10) beschreibt den Substanzverlust weicher Oberflächen durch härtere bei deren Kontakt (Hahnel *et al.*, 2010). Man unterscheidet jedoch die zwei-Medien-Abrasion von der drei-Medien-Abrasion. Bei der zwei-Medien-Abrasion wird durch direkten Kontakt der Oberflächen der Verschleiß verursacht. Die drei-Medien-Abrasion hingegen kommt durch ein weiteres Medium, wie etwa Nahrung, zustande (Turssi *et al.*, 2002).

Je nach Lage der Restauration lassen sich andere Ursachen für die Abrasion finden. Bei okklusalen Oberflächen kommt es vor allem durch Kontakt zum Antagonisten oder, wie bei der drei-Medien-Abrasion, durch Nahrung zur Abrasion, wohingegen Klasse III- und IV-Restaurationen hauptsächlich durch tägliche Zahnpflege mittels Zahnbürste abradert werden (Sulong & Aziz, 1990).

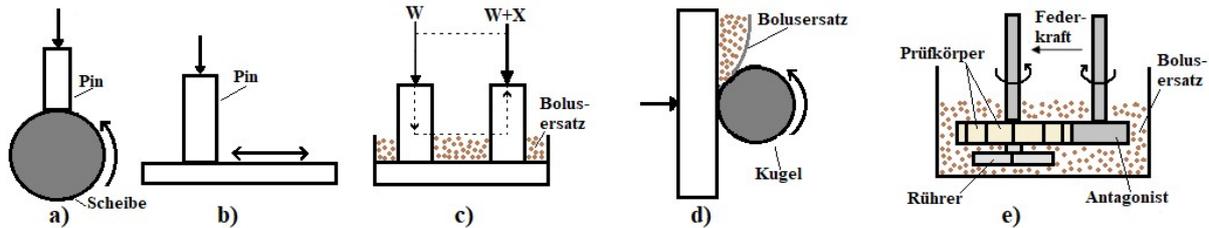
## 2.4 Kausimulation zur Prüfung dentaler Komposite

Einer der Hauptgründe für Verschleißversuche ist die Verbesserung der Restaurationsmaterialien unter klinischen Bedingungen (Lewis & Dwyer-Joyce, 2004). Die Verschleißresistenz eines Komposites ist von zentraler Bedeutung in Bezug auf dessen Langzeitstabilität. Vor In-vivo-Untersuchungen von Kompositen bezüglich deren Verschleißverhalten sollte zunächst in vitro mittels verlässlicher Methoden dessen Verschleiß untersucht werden (Tsujiimoto *et al.*, 2018).

Für diese Zwecke werden Kausimulatoren genutzt. Kausimulatoren bieten eine große Bandbreite verschiedenster Konditionen für Abrasionsversuche. Gerade deshalb ist es wichtig vor jeder Testreihe feste Untersuchungsparameter zu definieren, um standardisierte und reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten (Stefan Rues *et al.*, 2011).

Idealerweise sollen In-vitro-Verschleißwerte den tatsächlichen klinischen Verschleiß widerspiegeln (Tsujiimoto *et al.*, 2018). Die Entwicklung von Kausimulatoren ist ein Versuch, Kauzyklus und orales Milieu nachzuahmen. (Mair *et al.*, 1996). Laut Heintze schwankt die Kaukraft beim Menschen zwischen 10 und 140 N (Heintze, 2009). Die vertikale Bewegung liegt in der Spitze bei 16-20 mm, die laterale bei 0,18-0,3 mm. Die Kontaktzeit beträgt etwa 400-600 ms pro Kauzyklus (Heintze, 2006). Aufsummiert ergibt sich eine Zahn-zu-Zahn Kontaktzeit von etwa 15-30 min pro Tag (Lewis & Dwyer-Joyce 2005) und durchschnittlich 4,87 Mio. Kauzyklen pro Jahr (Heintze, 2009).

Der Kauzyklus lässt sich nach Mair *et al.* (1996) in zwei Phasen einteilen. In der ersten Phase, der „offenen Phase“, werden die Zähne durch eine schnelle Bewegung nahezu in Kontakt gebracht. In der zweiten, der „geschlossenen Phase“, wird auf die festgehaltene Nahrung Druck ausgeübt und durch laterale Bewegungen zerkleinert (Mair *et al.*, 1996).



**Abb. 11:** Aufbau von Verschleißversuchen (nach Zhou & Zheng, 2008), a)= Pin-on-disc, b)= Reciprocating, c)= one-way-slide and static-end-load, d)= Ball and crater, e)= Twin-disc

Die Abbildung 11 zeigt verschiedene Arten von Zwei- (a, b) und Drei-Medien-Abrasionssimulatoren (c-e). Die Zwei-Medien Abrasionssimulatoren wurden entwickelt, um den klinischen Verschleiß zu imitieren. Das laut Zhou und Zheng einfachste Verfahren ist das pin-on-disc System, welches in Abb. 11 (a) dargestellt ist (Zhou & Zheng, 2008). Die komplexere Funktionsweise einer reziproken Gleitbewegung ist unter (b) zu sehen. Es soll das Aneinandervorbeigleiten der Zähne simulieren. Nach Auftreffen des Antagonisten auf den Prüfkörper gleitet dieser unter Kontakt eine vorher festgelegte Strecke auf diesem entlang, um anschließend in derselben Spur zurück auf die primäre Kontaktposition zu gelangen, ehe er wieder von der Probe abhebt (Lewis & Dwyer-Joyce, 2005).

Die unter (c)-(e) dargestellten Drei-Medien Abrasionssimulationen sollen die Abrasionsvorgänge während der Mastikation nachahmen (Zhou & Zheng, 2008).

Dabei dient eine Art Speisebrei als Bolusersatz, welcher beispielsweise aus gemahlene Mohnsamen oder Hirse besteht, die mit Wasser bis zur gewünschten breiigen Konsistenz aufgegossen werden (Koottathape et al., 2012; Stöckl *et al.*, 2018).

Beim one-way-slide and static-end-load Versuchsaufbau (Abb. 11 c) befindet sich der Prüfkörper permanent im Bolusersatz. Unter Kontakt zwischen Antagonist und Probe findet eine Seitwärtsbewegung statt. Nach Beendigung der Bewegung hebt sich der Antagonist von der Probe und bewegt sich ohne Kontakt zurück in die Ausgangsposition. Unter (d) wird der Ball und Krater-Versuchsaufbau gezeigt. Hierbei ist der Antagonist eine Kugel, die durch Rotationsbewegung den Bolusersatz direkt an die Kontaktfläche zur Probe befördert. In (e) ist das Twin-Disc Verfahren zu sehen. Hierbei handelt es sich um ein Prinzip, bei dem zwei Räder unterschiedlicher Durchmesser aneinander vorbei rotieren. Im größeren Rad sind die Proben gefasst. Das kleinere dient als Antagonist und wird mittels Federkraft gegen die Prüfkörper gedrückt. Beide Räder befinden sich permanent in abrasivem Bolusersatz. Dieser Versuchs-

aufbau ist nach de Gee und Pallav (1994) der dem natürlichen Kauvorgang Ähnlichste (de Gee & Pallav, 1994).

Als Antagonist stehen verschiedene Materialien zur Verfügung. 2001 listete die internationale Organisation für Standardisierung (ISO) zur Orientierung die den verschiedenen Versuchsaufbauten zugehörigen Antagonisten auf. Hierunter finden sich unter anderem Stahl, Aluminiumoxid, Steatit (Speckstein), sowie Zahnschmelz (Tsujimoto *et al.*, 2018). Neben dem Material selbst ist auch dessen Oberflächenrauheit (Wassell *et al.*, 1994a) und Form (Wassell *et al.*, 1994b) entscheidend.

### 2.5 Ziel der Arbeit / Fragestellung

Die Silanisierung von Füllstoffen ist ein entscheidender Faktor für den chemischen Verbund zwischen organischer Matrix und anorganischen Füllern (Hellwig *et al.*, 2013). Der Einfluss silanisierter Füllkörper auf die mechanischen Eigenschaften dentaler Komposite, wie etwa Biege- und Druckfestigkeit oder auch Elastizitätsmodul, war Thema vieler Studien (Condon & Ferracane, 1997; Lim *et al.*, 2002; McCabe & Wassell, 1999; Mohsen & Craig, 1995; Sideridou & Karabela, 2009; Yoshida & Greener, 1994). Dabei konnte nicht nur gezeigt werden, dass silanisierte Füllkörper, im Vergleich zu unsilanisierten, zu besseren mechanischen Eigenschaften führen, sondern auch, dass andere Parameter wie Art und Material der Silanisierung Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften haben (Mohsen & Craig, 1995).

Damit ein effektiver Verbund zwischen Matrix und Füllkörpern erzielt werden kann, muss eine adäquate Menge eines Haftvermittlers hinzugefügt werden (Sideridou & Karabela, 2009). Ein zu großer Anteil führt zu einer Verschlechterung mechanischer Eigenschaften ebenso wie ein zu geringer Anteil, aufgrund der unvollständigen Oberflächenbenetzung der Füllkörper.

Ziel der Arbeit ist daher die Erörterung der Frage, ob der Silanisierungsgrad der Füllstoffkörper einen Einfluss auf das Abrasionsverhalten dentaler Komposite hat.

### 3 Material und Methode

Die in dieser Untersuchung verwendeten experimentellen Komposite wurden von der Firma Heraeus-Kulzer (61273 Wehrheim, Deutschland) zur Verfügung gestellt.

Die Komposite haben eine identische Zusammensetzung bezüglich Füllstofftyp (Dentalglas) und Füllstoffkorngröße (1,5 µm) und unterscheiden sich lediglich im Silangehalt der Füllkörper, welcher zwischen einem und acht Prozent liegt. Die Endung der Bezeichnung der Proben gibt den prozentualen Silanisierungsgrad an, welcher beispielsweise bei ExcomD1,5S2,0 bei zwei Prozent liegt. Silanisiert wurde mit 3-Methacryloxypropylsilanol. Die Matrix der Komposite setzt sich aus Bis-GMA und TEGDMA in einem Verhältnis von 70:30 zusammen.

Die Lagerung erfolgte in lichtundurchlässigen, verschraubbaren Behältern. In der nachfolgenden Tabelle (Tab.1) findet sich eine Übersicht der verwendeten Komposite und deren Zusammensetzung.

**Tab. 1:** Zusammensetzung der experimentellen Komposite

Komposit	Material	Gew.-%
ExcomD1,5S1,0	Monomermatrix	30
	Dentalglas UF 1.5 1,0%sil	70
ExcomD1,5S1,5	Monomermatrix	30
	Dentalglas UF 1.5 1,5%sil	70
ExcomD1,5S2,0	Monomermatrix	30
	Dentalglas UF 1.5 2,0%sil	70
ExcomD1,5S2,6	Monomermatrix	30
	Dentalglas UF 1.5 2,6%sil	70
ExcomD1,5S3,0	Monomermatrix	30
	Dentalglas UF 1.5 3,0%sil	70
ExcomD1,5S4,0	Monomermatrix	30
	Dentalglas UF 1.5 4,0%sil	70
ExcomD1,5S6,0	Monomermatrix	30
	Dentalglas UF 1.5 6,0%sil	70
ExcomD1,5S8,0	Monomermatrix	30
	Dentalglas UF 1.5 8,0%sil	70

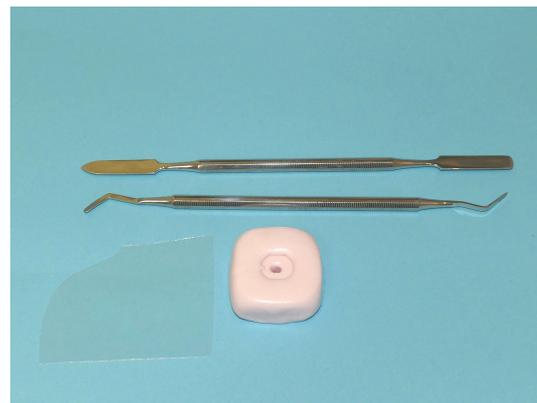
### 3.1 Probenherstellung

Die Komposite wurden in Probeteller aus Aluminium (Abb. 12) mit dem Durchmesser von 9 mm und 2 mm Tiefe (Art.-Nr. 10021 Robitec, 61250 Usingen, Deutschland) eingebracht, um gleiche Form, Größe und Stärke zu gewährleisten. So konnten sie anschließend in den Kausimulator gespannt werden. Für eine bessere Retention wurden die Teller vorab mit Edelmetallkorund 250 µm in der Vertiefung abgestrahlt (Abstrahlgerät Typ 5423, Snr. 5601416, Kavo elektrotechnik Werk GmbH, 88299 Leutkirch im Allgäu, Deutschland). Um Verwechslungen zu vermeiden, wurden auf der Unterseite der Probeteller die Chargennummern der Komposite sowie die Prüfkörpernummern eins bis acht eingraviert.

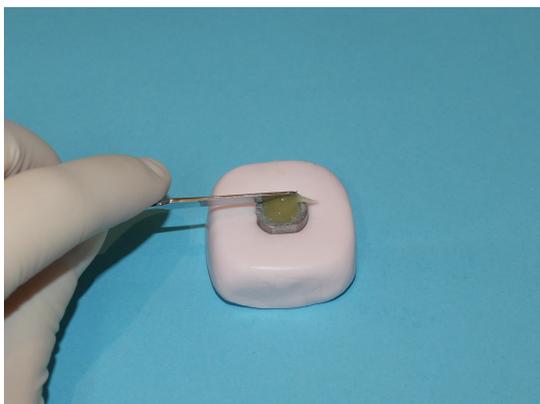
Ein Sockel aus Knetsilikon gab den Prüfkörpern während des Beschickens Halt. Mit einem Zementspatel (Orbis-Dental 141281) und einem Heidemannspatel (Orbis-Dental 141360) wurden die Probeteller blasenfrei befüllt (Abb. 13 & 14).



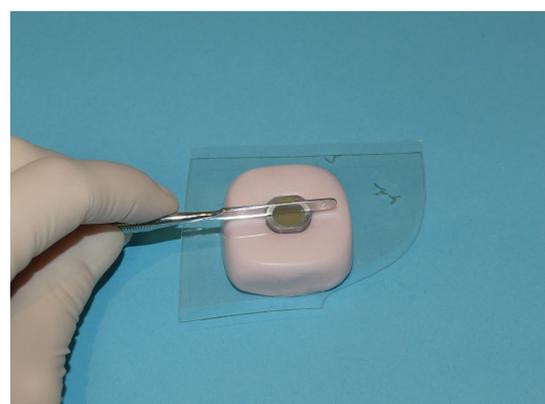
**Abb. 12:** Probeteller aus Aluminium



**Abb. 13 (von oben):** Zementspatel, Heidemannspatel, Kunststoffolie, Silikonsockel

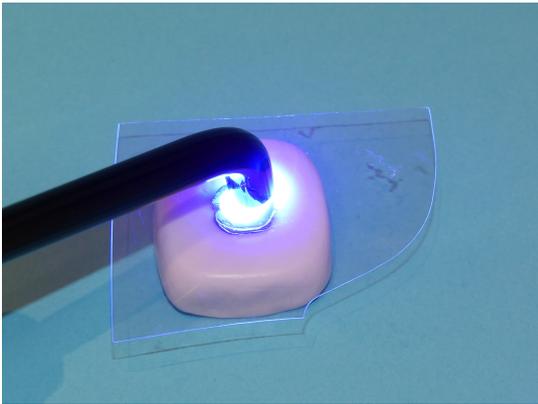


**Abb. 14:** Beschicken des Probetellers mit experimentellem Komposit



**Abb. 15:** Adaptieren der Kunststoffolie mittels Zementspatel

Danach wurde das Komposit mit einem Stück Folie (Eyewear Replacement Lenses, Visier von Kimberly Clark,) bedeckt (Abb. 15). So konnte eine ebene Oberfläche generiert werden. Das Komposit konnte durch die Folie hindurch belichtet werden. Die Lichtpolymerisation erfolgte quadrantenweise, wobei jeder Quadrant 20 Sekunden mit der Bluephase20i (Ivoclar Vivadent, 73479 Ellwangen, Deutschland) im Soft-Modus (0-5 s 650 mW/cm<sup>2</sup>, 6-20 s 1200 mW/cm<sup>2</sup>) belichtet wurde (Abb. 16).



**Abb. 16:** Quadrantenweises Lichthärten 4x20 s



**Abb. 17:** Probe nach Abziehen der Kunststoffolie

Anschließend konnte die Folie wieder entfernt werden. Die Oberfläche der Prüfkörper wurde an der Poliermaschine (Gripo®, Mekton Instruments, Türkei) mit zunächst 2500 und anschließend mit 4000 Grit SiC-Papier (Si-C Grinding paper, Struers, Willich, Deutschland) nass poliert.

Bis zur Weiterverwendung und Auswertung wurden die Proben unter Lichtausschluss trocken gelagert.

### 3.2 Herstellung der Antagonisten

Die Antagonisten wurden ebenfalls in die Aluminiumteller eingebettet. Als Antagonisten dienten Aluminiumoxidkugeln (Präzisionskugel 99,7/D4/762, Art.-Nr. F610-84476-3, Friatec AG Division Keramik, 68229 Mannheim), welche in die korundgestrahlten Tellerchen mit Dyract-Kompomer (Dyract A3, Densply, York, USA) bis knapp über den Äquator eingebettet wurden. Die Polymerisation des Kompomers erfolgte ebenfalls im Soft-Modus. Durch das Einbetten knapp oberhalb des Äquators konnte ein lagestabiler Antagonist gewährleistet werden (Abb. 18 & 19).



**Abb. 18:** fertige Antagonisten



**Abb. 19:** Aluminiumoxidkugeln

### 3.3 Thermowechselbelastung

Um die Komposite mundhöhlenähnlichen Temperaturschwankungen auszusetzen, wurden sie vor dem Abrasionsverfahren im Kausimulator thermisch wechselbelastet (Abb. 20). Die Proben wurden für je 30 s in ein 5 °C kaltes und in ein 55 °C warmes Becken getaucht, welche mit destilliertem Wasser befüllt waren (Thermocycler Willytec® Version 2.8, SD Mechatronik GmbH, 83620 Feldkirchen-Westerham, Deutschland). Die Abtropfdauer zwischen dem Wechseln der Bäder betrug 10 s. Es wurden 5000 Zyklen durchgeführt. Ein Zyklus setzte sich aus je 30 s pro Bad und den 10 s Abtropfzeit nach jedem Bad zusammen.



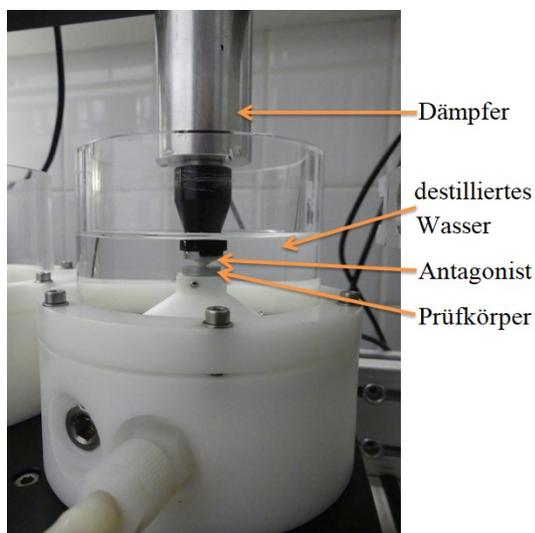
**Abb. 20:** Thermocycler Willytec® V.2.8, SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Deutschland

### 3.4 Mechanische Belastung

Die mechanische Belastung wurde im Kausimulator (Willytec® Version 4.1.1, SD Mechatronik GmbH, 83620 Feldkirchen-Westerham, Deutschland) durchgeführt. Dieser kann die hori-

zontale Bewegung mit einer vertikalen kombinieren und zählt somit zu den zwei-Achsen-Kausimulatoren.

Er besteht aus acht gleichen Kammern (Abb. 21 & 22), was ein gleichzeitiges Belasten von acht Proben ermöglicht. In jede Kammer wurde je ein Prüfkörper eingeschraubt und diese mit destilliertem Wasser befüllt. Die Antagonisten wurden in die Dämpfer (Feder-Dämpfer Elemente, Universitätsklinikum Heidelberg, Abteilung für Zahnärztliche Prothetik, Heidelberg) geschraubt. Dämpfer wurden verwendet, um den Aufprall des Antagonisten zu lindern, was durch den Einsatz von Metallgummipuffern (Art.-Nr. 685 580 00, Mädler) mit einem Durchmesser von 15 mm und einer Höhe von 20 mm ermöglicht wurde. Deren mittlere Federrate betrug 43 N/mm bei Druckbelastung, sowie 12 N/mm bei Schubbelastung.



**Abb. 21:** Eine der 8 Kammern des Kausimulators



**Abb. 22:** Kausimulator Willytec® V4.1.1 SD Mechatronik GmbH München, Deutschland

Ein Kauzyklus setzte sich in dieser Studie aus vier Phasen zusammen. Als erstes wurde eine vertikale Bewegung ausgeführt, bei der sich der Antagonist auf den Prüfkörper absenkte. Anschließend erfolgte eine horizontale Verschiebung auf dem Prüfkörper entlang sowie folglich die Separation von Antagonist und Prüfkörper. Die vierte Phase stellte die Rückwärtsbewegung in die Ausgangsposition (ohne Kontakt) dar. Dieser Kauzyklus wurde 200.000 Mal unter folgenden Parametern durchgeführt:

- 5 kg Auflagemasse
- Hubhöhe (z) 5 mm
- Hubtiefe (x) 0,8 mm

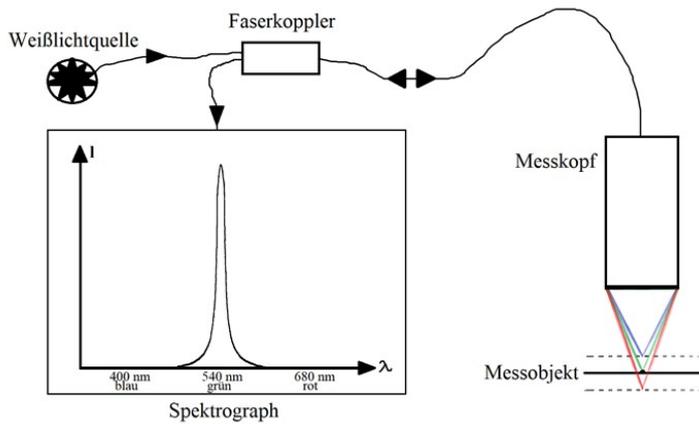
- Geschwindigkeit:
  - -Abwärts 20 mm/s
  - -Horizontal hin 30 mm/s
  - -Aufwärts 50 mm/s
  - -Horizontal zurück 50 mm/s

### 3.5 Auswertung der Proben

Nach 50.000, 100.000 und 200.000 Kauzyklen wurden die Proben bezüglich Verschleißvolumen und tiefstem Punkt der Abrasionsspur mittels FRT MicroProf (Fries Research & Technologie GmbH, Art. Nr. MPR10099) vermessen und anschließend mit der Software Mark III (Fries Research & Technologie GmbH, Art. Nr. MPR10099) die beiden Werte Volumenabtrag und tiefster Punkt ermittelt.

#### 3.5.1 Funktionsweise des FRT Micro Prof

Der FRT CWL arbeitet nach dem Prinzip der chromatischen Abstandsmessung (Bedienungsanleitung FRT MicroProf, 2009). Weißes Licht wird auf die Oberfläche des Prüfkörpers durch den Messkopf hindurch fokussiert. Für diejenige Wellenlänge, für die sich die Oberfläche im Fokus befindet, wird das reflektierte Licht maximal. Das Spektrum des reflektierten Lichtes zeigt einen ausgeprägten Peak, aus dessen spektraler Position der Abstand bestimmt wird (Abb. 23). Anhand der Wellenlänge des reflektierten Lichtes wird der Abstand der Oberfläche ermittelt.

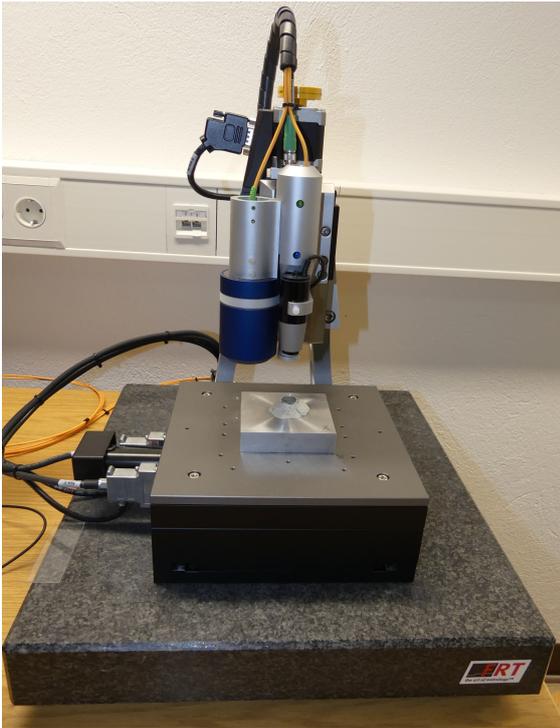


**Abb. 23:** Schematische Darstellung des Messprinzips des FRT MicroProf. Je nachdem welche Wellenlänge des Lichtes im Fokus der Oberfläche des zu untersuchenden Objektes liegt, ergeben sich andere Werte im Spektrometer. (nach Bedienungsanleitung FRT, 2009)

### 3.5.2 Scanvorgang

Nach 50.000 Kauzyklen wurden die Proben ein erstes Mal vermessen. Dazu wurden die Kammern des Kausimulators geleert und die Teller entnommen. Etwa 15 Minuten nach dem Starten des Programms Acquire (Fries Research & Technologie GmbH, Art. Nr. MPR10099) wurde eine Dunkelkorrektur durchgeführt, um mögliche Streulichtirritationen auszugleichen. Damit das Licht immer mit dem gleichen Winkel auf die Prüfkörperoberfläche auftrifft, wurde diese in Knetmasse plan ausgerichtet und immer in gleicher Ausrichtung unter den Sensor gesetzt. Anschließend wurde eine Referenzfahrt in allen drei Ebenen durchgeführt, um Sensor und Messtisch zu zentrieren. Durch Justieren des Sensors in der Vertikalen wurde der Sensor-Probenabstand auf etwa 250  $\mu\text{m}$  eingestellt, womit eine bestmögliche Erfassung der Proben gewährleistet wurde. Nun konnte jede Probe mit einer Auflösung von 10  $\mu\text{m}$  und einem Messfeld von 4x2 mm gescannt werden.

Nach 100.000 sowie 200.000 Zyklen wurden weitere Scans mit demselben Vorgehen durchgeführt.



**Abb. 24:** FRT Scanner, Fries Research & Technologie GmbH, Bergisch Gladbach, Deutschland

### 3.5.3 Berechnung des Abrasionsvolumens

Zur Auswertung der gescannten Proben wurden mittels des integrierten Programms Mark III die beiden Parameter „Volumenabtrag“ und „tiefster Punkt“ bestimmt (Abb. A1-12 im Anhang).

Nach Öffnen der Dateien (Abb. A1) konnten alle ungültigen Daten mit einer Filterfunktion entfernt werden, wozu vom Programm das arithmetische Mittel der um den ungültigen Punkt liegenden Punkte berechnet wurde. „Ungültige Daten“ waren Bereiche der Probe, die außerhalb des vertikalen Erfassungsvermögens des Sensors lagen, wie etwa Blasen. Sie äußerten sich als blaue Punkte auf dem Scan. Anschließend wurden ungültige Bereiche isoliert und die Nachbarpunkte miteinander verbunden (Bedienungsanleitung FRT MicroProf, 2009).

Um den Bereich außerhalb der Spur auf eine Ebene zu legen und eine Bezugsebene festzulegen, wurde ein Polynom vierter Ordnung subtrahiert (Abb. A2). Dafür musste unter dem Programmpunkt „Modifizieren/Subtrahieren/Polynom“ zunächst die Abrasionsspur umfahren und ausgeschnitten werden, ehe dann das Polynom vierter Ordnung in x- und y-Richtung subtrahiert werden konnte (Abb. A3 & A4). Nun wurde ein Histogramm zur Ermittlung der Höhenverteilung unter „Analyse/Berechne“ erstellt (Abb. A5 & A6). Anschließend wurde die Bezugsebene auf  $z=0$  gesetzt, indem unter dem Programmpunkt „Einstellungen/Nullpunkt“

der z-Wert mit negativem Vorzeichen eingefügt wurde. Danach wurde der relevante Bildbereich polygonal unter „Modifizieren/Maskieren“ isoliert. Die außerhalb des maskierten Bereiches liegenden Daten wurden somit ausgeblendet. Dadurch konnte eine Beeinflussung der Berechnung durch Artefakte minimiert werden (Abb. A7 & A8).

Unter „Analyse/Berechne/Füllmenge“ konnte nun das Volumen der Abrasionsspur ermittelt werden (Abb. A9 & A10). Dazu legte man für jede Probe einen neuen Schwellenwert fest und das Volumen unterhalb des Schwellenwertes wurde berechnet. Der Betrag des ermittelten Wertes ergab das Abrasionsvolumen der Spur.

### 3.5.4 Berechnung des tiefsten Punktes

Die oben beschriebenen Schritte wurden einschließlich der Isolierung der irrelevanten Bereiche auch hierfür durchgeführt. Anschließend konnte unter „Analyse/Def.Referenz/Punkte“ der tiefste Punkt der Abrasionsspur berechnet werden (Abb. A11).

Dazu wurde mit der Maus ein Messbereich innerhalb der Spur festgelegt, in welchem dann der exakt tiefste Punkt ermittelt wurde (Abb. A12).

## 3.6 Statistische Analyse der Proben

Die ermittelten Daten für den tiefsten Punkt sowie den Volumenabtrag wurden in einer Exceltabelle erfasst und codiert, sodass sie mit dem Programm SPSS (SPSS IBM Version 23 für Windows) verarbeitet werden konnten.

Zunächst wurden für alle Komposite Median, Interquartilabstand, Mittelwert und Standardabweichung bezüglich des Volumenabtrags („V“) und des tiefsten Punkts („T“) zu den jeweiligen Zeitpunkten nach 50.000 Zyklen (50), nach 100.000 Zyklen (100) und nach 200.000 Zyklen (200) ermittelt.

Mittels Friedman-Test konnte festgestellt werden, ob Volumenabtrag und tiefster Punkt sich zwischen den Zeitpunkten V50 bis V200, beziehungsweise von T50 bis T100 statistisch signifikant unterscheiden ( $p < 0,05$ ). Der darauffolgende Wilcoxon-Test diente dem paarweisen Vergleich einer Kompositgruppe zwischen zwei Zeitpunkten, wenn der Friedman-Test auf einen Unterschied hinwies ( $p < 0,017$ ).

Für den Vergleich aller Kompositgruppen zu einem Zeitpunkt wurde der Kruskal-Wallis-Test gewählt ( $p < 0,05$ ). Um die einzelnen Gruppen paarweise miteinander zu einem Zeitpunkt zu vergleichen, wurde der Mann-Whitney-U-Test durchgeführt, wenn der Kruskal-Wallis-Test auf einen statistisch signifikanten Unterschied zwischen den Gruppen hinwies ( $p < 0,002$ ).

Um die Alphafehler-Kummulierung zu minimieren wurden die p-Werte der Folgetests mittels Bonferroni-Korrektur adjustiert.

## 4 Ergebnisse

In den Tabellen 2 und 3 sind die deskriptiven Ergebnisse (Mittelwert, Median, Interquartilabstand und Standardabweichung) für den Volumenabtrag beziehungsweise den tiefsten Punkt sowie die p-Werte des Friedman-Tests aufgelistet. Der Friedman-Test ergab, dass der Volumenabtrag bei allen Kompositen signifikant zunahm (Tab. 2). In Bezug auf den tiefsten Punkt nahm der Wert ebenfalls von bei allen Kompositen zu, bei ExcomD1,5S1,5 jedoch nicht signifikant (Tab. 3).

Mittels Wilcoxon-Test (Tab. 4 und Tab. 5) konnte ein paarweiser Vergleich zwischen den einzelnen Zeitpunkten innerhalb einer Kompositgruppe vorgenommen werden. Daraus ergab sich für jeden paarweisen Vergleich eine signifikante Zunahme, außer zwischen V100 und V200 für Excom D1,5S1,5, Excom D1,5S2,6 und Excom D1,5S8,0 sowie zwischen V50 und V200 für Excom D1,5S8,0. In Bezug auf den tiefsten Punkt der Abrasionsspur konnte für die Proben Excom D1,5S1,5, Excom D1,5S2,0 und Excom D1,5S6,0 keine statistisch signifikante Zunahme zwischen T50 und T100 nachgewiesen werden. Zwischen T50 und T200 gab es bei den Proben Excom D1,5S1,5 und Excom D1,5S2,0 ebenfalls keinen statistisch signifikanten Unterschied. Der Vergleich der Zeitpunkte T100 und T200 ergab nur bei den Proben Excom D1,5S3,0, Excom D1,5S4,0 und Excom D1,5S6,0 einen statistisch signifikanten Unterschied.

Der Kruskal-Wallis-Test zeigte einen statistisch signifikanten Unterschied zwischen den verschiedenen experimentellen Kompositen zu jedem Zeitpunkt bezüglich Volumenabtrag und tiefsten Punkt der Abrasionsspur, außer zum Zeitpunkt V200 ( $p=0,0574$ ). Die Ergebnisse des darauffolgenden Mann-Whitney-U-Tests werden unter 4.1 und 4.2 erläutert.

**Tab 2:** Deskriptive Daten und Ergebnisse des Friedman-Tests für den Volumenabtrag. Signifikanzniveau 5 %. Hierbei stehen M für Median, MW für Mittelwert, IQR für Interquartilabstand und  $\sigma$  für die Standardabweichung, die Werte sind in mm<sup>3</sup> angegeben. V50, V100, V200 stehen für die Zeitpunkte der Messung des Volumenabtrags nach 50.000, 100.000 und 200.000 Zyklen.

	V50	V100	V200	p-Wert
	M (IQR)	M (IQR)	M (IQR)	Friedman-
	MW ( $\sigma$ )	MW ( $\sigma$ )	MW ( $\sigma$ )	Test
Excom	0,04 (0,043)	0,099 (0,051)	0,186 (0,911)	<0,0001
D1,5S1,0	0,059 (0,039)	0,124 (0,063)	0,214 (0,059)	
Excom	0,103 (0,08)	0,167 (0,069)	0,212 (0,066)	<0,0001
D1,5S1,5	0,135 (0,07)	0,192 (0,077)	0,239 (0,079)	
Excom	0,102 (0,032)	0,165 (0,114)	0,255 (0,145)	<0,0001
D1,5S2,0	0,119 (0,062)	0,182 (0,071)	0,288 (0,105)	
Excom	0,104 (0,12)	0,199 (0,118)	0,299 (0,045)	<0,0003
D1,5S2,6	0,142 (0,063)	0,218 (0,064)	0,294 (0,035)	
Excom	0,09 (0,018)	0,147 (0,022)	0,218 (0,092)	<0,0001
D1,5S3,0	0,085 (0,01)	0,145 (0,014)	0,234 (0,049)	
Excom	0,077 (0,011)	0,136 (0,057)	0,227 (0,079)	<0,0001
D1,5S4,0	0,075 (0,01)	0,136 (0,031)	0,217 (0,055)	
Excom	0,067 (0,025)	0,113 (0,045)	0,218 (0,079)	<0,0001
D1,5S6,0	0,067 (0,012)	0,113 (0,025)	0,206 (0,061)	
Excom	0,106 (0,148)	0,17 (0,282)	0,231 (0,195)	<0,0024
D1,5S8,0	0,132 (0,082)	0,236 (0,141)	0,271 (0,144)	

**Tab 3:** Deskriptive Daten und Ergebnisse des Friedman-Tests für den tiefsten Punkt, Signifikanzniveau 5 %. Hierbei stehen M für Median, MW für Mittelwert, IQR für Interquartilabstand und  $\sigma$  für die Standardabweichung, die Werte sind in  $\mu\text{m}$  angegeben. T50, T100, T200 stehen für die Zeitpunkte der Messung des tiefsten Punktes der Abrasionsspur nach 50.000, 100.000 und 200.000 Zyklen.

	T50	T100	T200	p-Wert
	M (IQR)	M (IQR)	M (IQR)	Friedman-
	MW ( $\sigma$ )	MW ( $\sigma$ )	MW ( $\sigma$ )	Test
Excom	49,425 (27,058)	74,925 (21,54)	113,185 (23,940)	<0,0001
D1,5S1,0	57,530 (17,597)	89,765 (35,349)	117,654 (15,762)	
Excom	71,355 (35,296)	97,32 (26,871)	104,032 (23,355)	<b>0,1197</b>
D1,5S1,5	87,004 (31,611)	100,069 (24,7)	109,197 (21,575)	
Excom	84,00 (23,492)	97,870 (51,250)	127,117 (66,949)	0,0179
D1,5S2,0	100,336 (60,496)	118,404 (54,083)	139,289 (43,708)	
Excom	87,155 (28,975)	98,33 (42,412)	136,796 (27,393)	0,0024
D1,5S2,6	88,821 (16,492)	107,176 (26,099)	131,361 (16,408)	
Excom	64,812 (10,602)	85,995 (11,401)	113,76 (25,03)	<0,0001
D1,5S3,0	64,629 (5,463)	86,166 (9,126)	114,42 (15,575)	
Excom	64,049 (7,631)	87,557 (20,599)	105,883 (10,459)	<0,0001
D1,5S4,0	64,959 (5,687)	84,346 (10,551)	103,922 (10,963)	
Excom	57,931 (21,2)	75,529 (19,065)	103,568 (30,307)	<0,0001
D1,5S6,0	63,728 (16,262)	75,028 (10,725)	102,038 (23,124)	
Excom	76,938 (43,392)	124,232 (76,382)	133,405 (61,814)	<0,0001
D1,5S8,0	80,057 (27,091)	123,627 (40,413)	149,674 (37,882)	

**Tab. 4:** Ergebnisse des Wilcoxon-Tests für den Volumenabtrag, Signifikanzniveau nach Bonferroni-Korrektur bei 1,7 %. V50, V100 und V200 stehen für die Zeitpunkte nach 50.000, 100.000 und 200.000 Zyklen bezüglich des Volumenabtrags.

	p-Werte Wilcoxon-Test		
	V50 - V100	V50 - V200	V100 - V200
Excom D1,5S1,0	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>
Excom D1,5S1,5	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>	0,023
Excom D1,5S2,0	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>
Excom D1,5S2,6	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>	0,055
Excom D1,5S3,0	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>
Excom D1,5S4,0	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>
Excom D1,5S6,0	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>
Excom D1,5S8,0	<b>0,008</b>	0,055	0,195

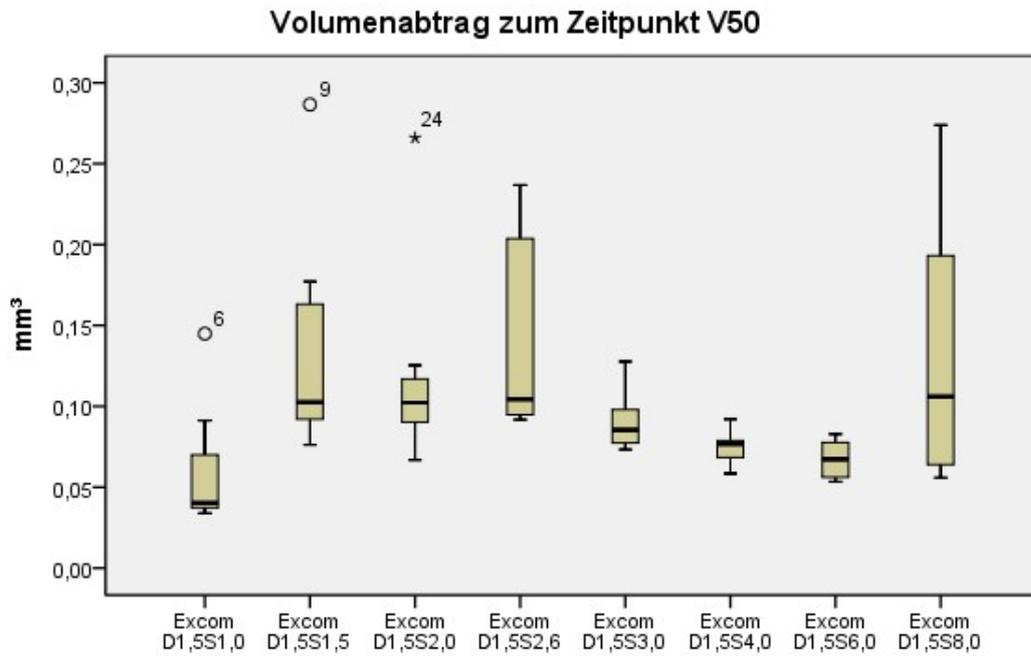
**Tab 5:** Ergebnisse des Wilcoxon-Tests für den tiefsten Punkt, Signifikanzniveau nach Bonferroni-Korrektur bei 1,7 %. T50, T100 und T200 stehen für die Zeitpunkte nach 50.000, 100.000 und 200.000 Zyklen bezüglich des tiefsten Punktes der Abrasionsspur.

	p-Werte Wilcoxon-Test		
	T50 - T100	T50 - T200	T100 - T200
Excom D1,5S1,0	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>	0,023
Excom D1,5S1,5	0,023	0,078	0,313
Excom D1,5S2,0	0,039	0,039	0,055
Excom D1,5S2,6	<b>0,016</b>	<b>0,008</b>	0,195
Excom D1,5S3,0	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>
Excom D1,5S4,0	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>
Excom D1,5S6,0	0,078	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>
Excom D1,5S8,0	<b>0,008</b>	<b>0,008</b>	0,023

## 4.1 Volumenabtrag

In den Tabellen 6-8 sind die Ergebnisse der statistischen Analysen mittels Mann-Whitney-U-Test für den Vergleich der experimentellen Komposite bezüglich des Volumenabtrags zu den Zeitpunkten nach 50.000 (V50), 100.000 (V100) und 200.000 (V200) Zyklen dargestellt.

Zum Zeitpunkt V50 hatte die Probe Excom D1,5S2,6 den höchsten mittleren Abtrag und die Probe ExcomD1,5S1,0 den niedrigsten (Abb. 25). Die Proben Excom D1,5S4,0 und Excom D1,5S6,0 hatten zu Excom D1,5S2,6 einen statistisch signifikant niedrigeren Abtrag. Die Probe Excom D1,5S6,0 hatte außerdem zu Excom D1,5S1,5 ebenfalls einen statistisch signifikant niedrigeren Abtrag (Tab. 6).

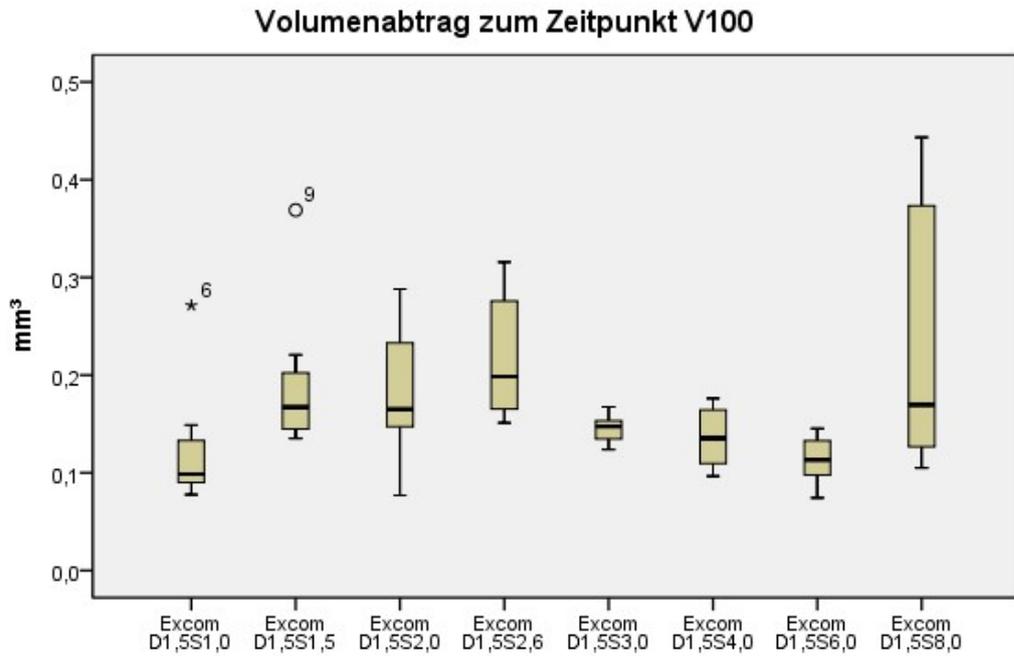


**Abb. 25:** Volumenabtrag zum Zeitpunkt V50 nach 50.000 Zyklen, Angaben in mm<sup>3</sup>. Dargestellt sind Interquartilabstand, Median, oberer und unterer Whisker als Maximum beziehungsweise Minimum sowie einzelne Ausreißer.

**Tab. 6:** Ergebnisse des Mann-Whitney-U-Tests; p-Werte zum Zeitpunkt V50 nach 50.000 Zyklen bezüglich des Volumenabtrags, Signifikanzniveau nach Bonferroni-Korrektur bei 0,2 %.

V50	Excom D1,5S1,0	Excom D1,5S1,5	Excom D1,5S2,0	Excom D1,5S2,6	Excom D1,5S3,0	Excom D1,5S4,0	Excom D1,5S6,0	Excom D1,5S8,0
Excom D1,5S8,0	0,105	0,645	0,879	0,505	0,721	0,382	0,105	
Excom D1,5S6,0	0,105	<0,001	0,002	<0,001	0,005	0,235		
Excom D1,5S4,0	0,083	0,003	0,015	<0,001	0,05			
Excom D1,5S3,0	0,05	0,105	0,195	0,05				
Excom D1,5S2,6	0,003	0,798	0,505					
Excom D1,5S2,0	0,015	0,721						
Excom D1,5S1,5	0,007							

Zum Zeitpunkt V100 hatten die Proben ExcomD1,5S8,0 und erneut ExcomD1,5S2,6 den höchsten und ExcomD1,5S6,0 sowie ExcomD1,5S1,0 den niedrigsten mittleren Abtrag (Abb. 26). Lediglich die Probe Excom D1,5S2,6 hatte zu den Proben Excom D1,5S3,0 und Excom D1,5S6,0 einen statistisch signifikant höheren Abtrag. Zwischen den anderen Proben konnte beim paarweisen Vergleich kein statistisch signifikanter Unterschied festgestellt werden (Tab. 7).



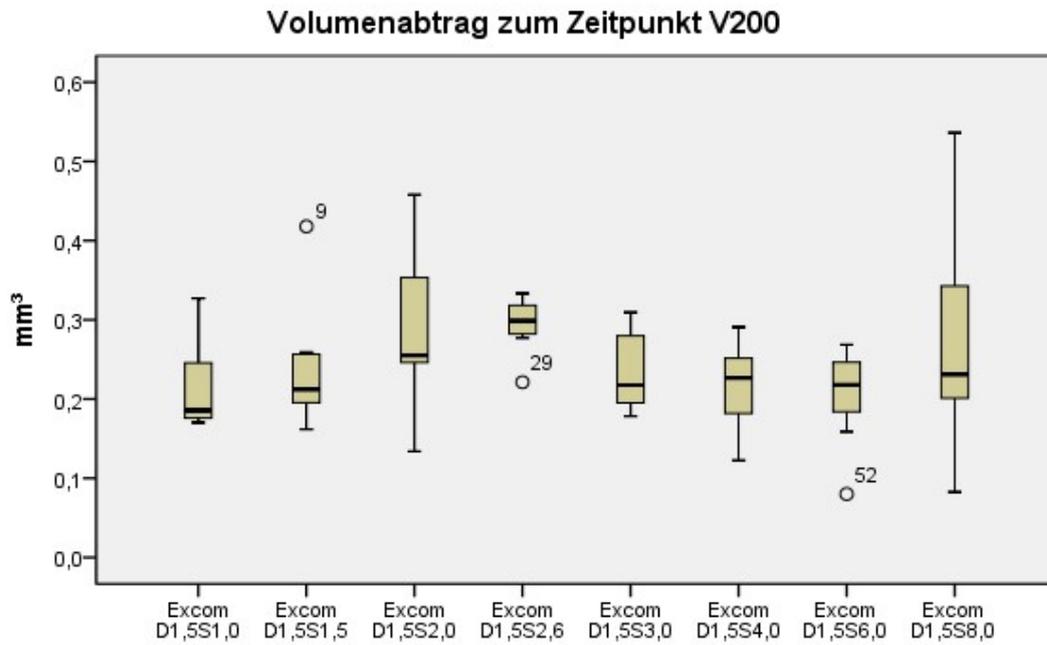
**Abb. 26:** Volumenabtrag zum Zeitpunkt V100 nach 100.000 Zyklen, Angaben in mm<sup>3</sup>. Dargestellt sind Interquartilabstand, Median, oberer und unterer Whisker als Maximum beziehungsweise Minimum sowie einzelne Ausreißer.

**Tab. 7:** Ergebnisse des Mann-Whitney-U-Tests; p-Werte zum Zeitpunkt V100 nach 100.000 Zyklen bezüglich des Volumenabtrags, Signifikanzniveau nach Bonferroni-Korrektur bei 0,2 %.

V100	Excom D1,5S1,0	Excom D1,5S1,5	Excom D1,5S2,0	Excom D1,5S2,6	Excom D1,5S3,0	Excom D1,5S4,0	Excom D1,5S6,0
Excom D1,5S8,0	0,028	1	0,798	0,645	0,645	0,235	0,061
Excom D1,5S6,0	0,7	0,002	0,014	<b>&lt;0,001</b>	0,005	0,1	
Excom D1,5S4,0	0,161	0,065	0,195	0,01	0,645		
Excom D1,5S3,0	0,038	0,105	0,13	<b>0,001</b>			
Excom D1,5S2,6	0,005	0,235	0,328				
Excom D1,5S2,0	0,065	0,981					
Excom D1,5S1,5	0,021						

Nach 200 000 Zyklen hatte die Probe Excom D1,5S2,6 abermals den höchsten mittleren Abtrag (Abb. 27). Der niedrigste mittlere Volumenverlust wurde für die Proben Excom D1,5S6,0 und Excom D1,5S1,0 ermittelt.

Bei allen Proben konnte im paarweisen Vergleich kein statistisch signifikanter Unterschied bezüglich des Volumenverlustes ermittelt werden (Tab. 8).



**Abb. 27:** Volumenabtrag zum Zeitpunkt V200 nach 200.000 Zyklen, Angaben in mm<sup>3</sup>. Dargestellt sind Interquartilabstand, Median, oberer und unterer Whisker als Maximum beziehungsweise Minimum sowie einzelne Ausreißer.

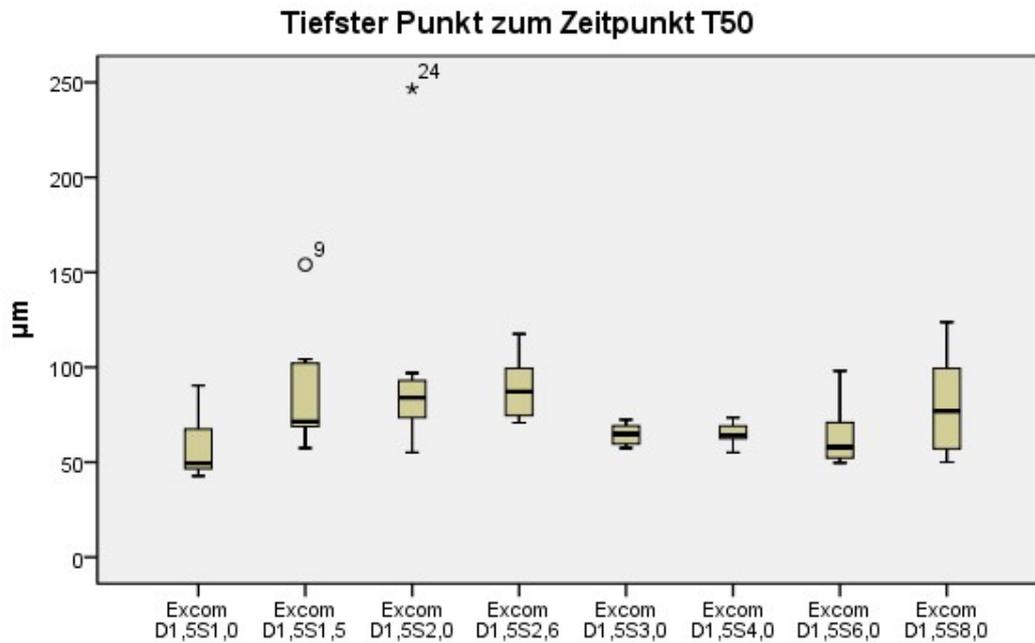
**Tab. 8:** Ergebnisse des Mann-Whitney-U-Tests; p-Werte zum Zeitpunkt V200 nach 200.000 Zyklen bezüglich des Volumenabtrags, Signifikanzniveau nach Bonferroni-Korrektur bei 0,2 %.

<b>V200</b>	Excom D1,5S1,0	Excom D1,5S1,5	Excom D1,5S2,0	Excom D1,5S2,6	Excom D1,5S3,0	Excom D1,5S4,0	Excom D1,5S6,0	Excom D1,5S8,0
Excom D1,5S8,0	0,235	0,721	0,382	0,195	0,645	0,721	0,505	
Excom D1,5S6,0	0,721	0,879	0,065	0,002	0,574	0,959		
Excom D1,5S4,0	0,798	0,798	0,161	0,005	0,574			
Excom D1,5S3,0	0,328	0,721	0,328	0,021				
Excom D1,5S2,6	0,01	0,028	0,328					
Excom D1,5S2,0	0,161	0,195						
Excom D1,5S1,5	0,382							

## 4.2 Tiefster Punkt der Abrasionsspur

In den Tabellen 9-11 sind die Ergebnisse der statistischen Analysen mittels Mann-Whitney-U-Tests für die Werte des tiefsten Punktes einer Abrasionsspur dargestellt. Auch hier wurden die p-Werte der Analysen zu den jeweiligen Zeitpunkten nach 50.000 (T50), 100.000 (T100) und 200.000 (T200) Zyklen aufgelistet. Die Ergebnisse des tiefsten Punktes der entsprechenden Zeitpunkte sind ebenfalls als Boxplot-Diagramm dargestellt.

Zum Zeitpunkt T50 erzielen die Proben Excom D1,5S2,0, Excom D1,5S2,6 und Excom D1,5S8,0 die höchsten mittleren Werte, was in diesem Fall den tiefsten Punkten entspricht (Abb. 28). ExcomD1,5S1,0 und ExcomD1,5S6,0 haben die geringsten Werte. Die Probe Excom D1,5S2,6 hat statistisch signifikant höhere Werte als Excom D1,5S3,0 und Excom D1,5S4,0. Bei allen anderen Werten konnte keine statistische Signifikanz festgestellt werden (Tab. 9).

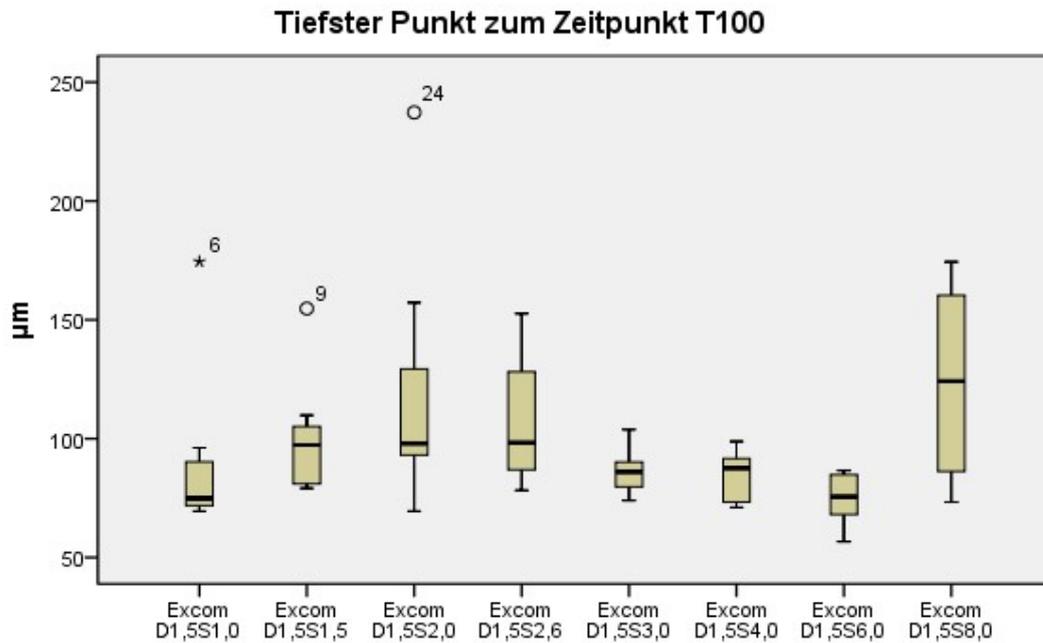


**Abb. 28:** Tiefster Punkt der Abrasionsspur zum Zeitpunkt T50 nach 50.000 Zyklen, Angaben in  $\mu\text{m}$ . Dargestellt sind Interquartilabstand, Median, oberer und unterer Whisker als Maximum beziehungsweise Minimum sowie einzelne Ausreißer.

**Tab. 9:** Ergebnisse des Mann-Whitney-U-Tests; p-Werte zum Zeitpunkt T50 nach 50.000 Zyklen bezüglich des tiefsten Punktes der Abrasionsspur, Signifikanzniveau nach Bonferroni-Korrektur bei 0,2 %.

T50	Excom D1,5S1,0	Excom D1,5S1,5	Excom D1,5S2,0	Excom D1,5S2,6	Excom D1,5S3,0	Excom D1,5S4,0	Excom D1,5S6,0	Excom D1,5S8,0
Excom D1,5S8,0	0,021	0,442	0,879	0,505	0,721	0,798	0,195	
Excom D1,5S6,0	0,13	0,038	0,038	0,01	0,328	0,382		
Excom D1,5S4,0	0,13	0,065	0,021	<b>0,001</b>	0,959			
Excom D1,5S3,0	0,105	0,065	0,021	<b>&lt;0,001</b>				
Excom D1,5S2,6	0,007	0,328	0,721					
Excom D1,5S2,0	0,021	0,798						
Excom D1,5S1,5	0,021							

Wie bei T50 erzielen auch zum Zeitpunkt T100 Excom D1,5S8,0 gefolgt von Excom D1,5S2,0 und Excom D1,5S2,6 die tiefsten Punkte in den Abrasionsspuren (Abb. 29). Den geringsten Wert hat ExcomD1,5S6,0. Bei allen Proben konnte im paarweisen Vergleich kein statistisch signifikanter Unterschied festgestellt werden (Tab.10).

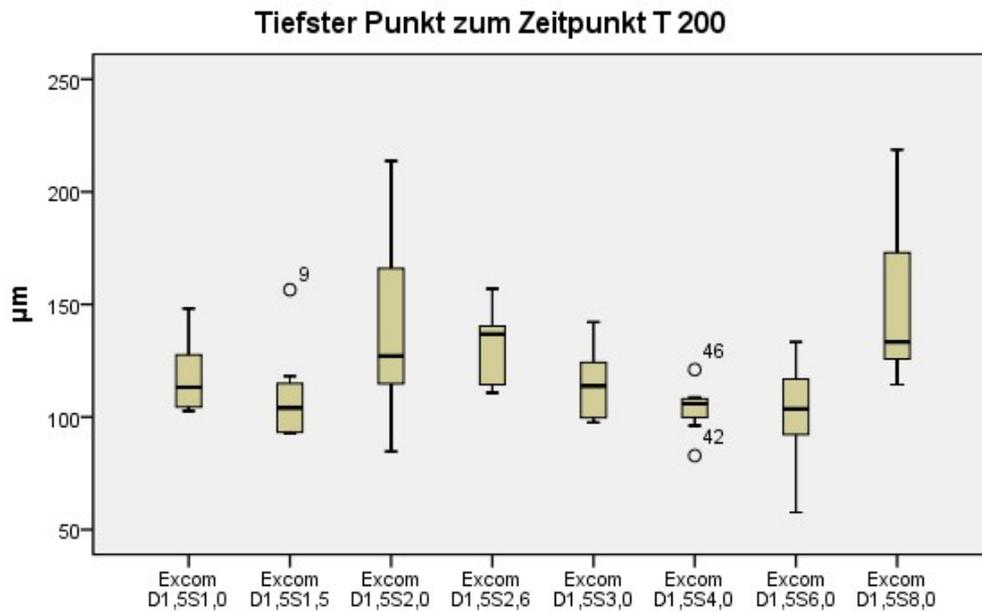


**Abb. 29:** Tiefster Punkt der Abrasionsspur zum Zeitpunkt T100 nach 100.000 Zyklen, Angaben in  $\mu\text{m}$ . Dargestellt sind Interquartilabstand, Median, oberer und unterer Whisker als Maximum beziehungsweise Minimum sowie einzelne Ausreißer.

**Tab. 10:** Ergebnisse des Mann-Whitney-U-Tests; p-Werte zum Zeitpunkt T100 nach 100.000 Zyklen bezüglich des tiefsten Punktes der Abrasionsspur, Signifikanzniveau nach Bonferroni-Korrektur bei 0,2%.

<b>T100</b>	Excom D1,5S1,0	Excom D1,5S1,5	Excom D1,5S2,0	Excom D1,5S2,6	Excom D1,5S3,0	Excom D1,5S4,0	Excom D1,5S6,0	Excom D1,5S8,0
Excom D1,5S8,0	0,065	0,279	0,798	0,574	0,105	0,105		0,01
Excom D1,5S6,0	0,505	0,015	0,005	0,003	0,038	0,083		
Excom D1,5S4,0	0,645	0,13	0,038	0,105	0,798			
Excom D1,5S3,0	0,235	0,235	0,065	0,13				
Excom D1,5S2,6	0,038	0,721	0,798					
Excom D1,5S2,0	0,105	0,721						
Excom D1,5S1,5	0,065							

Auch zum Zeitpunkt T200 wurden die höchsten Werten von Excom D1,5S8,0, Excom D1,5S2,0 und Excom D1,5S2,6 erreicht (Abb. 30). Den geringsten Wert für den tiefsten Punkt weist die Probe Excom D1,5S6,0 auf. Daraus ergibt sich ein statistisch signifikant höherer Wert von Excom D1,5S8,0 und Excom D1,5S2,6 zu Excom D1,5S4,0. Zu allen anderen Proben ergeben sich keine statistisch signifikant niedrigeren Werte (Tab. 11).



**Abb. 30:** Tiefster Punkt der Abrasionsspur zum Zeitpunkt T200 nach 200.000 Zyklen, Angaben in  $\mu\text{m}$ . Dargestellt sind Interquartilabstand, Median, oberer und unterer Whisker als Maximum beziehungsweise Minimum sowie einzelne Ausreißer.

**Tab. 11:** Ergebnisse des Mann-Whitney-U-Tests; p-Werte zum Zeitpunkt T200 nach 200.000 Zyklen bezüglich des tiefsten Punktes der Abrasionsspur, Signifikanzniveau nach Bonferroni-Korrektur bei 0,2 %.

T200	Excom D1,5S1,0	Excom D1,5S1,5	Excom D1,5S2,0	Excom D1,5S2,6	Excom D1,5S3,0	Excom D1,5S4,0	Excom D1,5S6,0	Excom D1,5S8,0
Excom D1,5S8,0	0,021	0,007	0,328	0,645	0,021	<0,001	0,003	
Excom D1,5S6,0	0,161	1	0,038	0,01	0,442	0,959		
Excom D1,5S4,0	0,161	0,879	0,015	<b>0,001</b>	0,235			
Excom D1,5S3,0	0,505	0,279	0,195	0,1304				
Excom D1,5S2,6	0,105	0,038	0,879					
Excom D1,5S2,0	0,195	0,083						
Excom D1,5S1,5	0,195							

## 5 Diskussion

### 5.1 Kritische Betrachtung der eigenen Untersuchung

#### 5.1.1 Komposite

Bei den verwendeten Kompositen handelt es sich um Modellkomposite für Abrasionsuntersuchungen, die alle von der Firma Heraeus-Kulzer (Wehrheim, Hessen, Deutschland) produziert und zur Verfügung gestellt wurden. Die Monomermatrix setzte sich aus 30 % TEGDMA und 70 % Bowen-Monomer Bis-GMA zusammen. Die Füllstoffart der verwendeten Komposite war bei allen acht Proben gleich. Es handelte sich um Dentalglasfüllstoffkörper mit einer Größe von 1,5  $\mu\text{m}$ . Als Photoinitiator wurde Kampherchinon verwendet. Trotz der Alternativen zu Kampherchinon, wie etwa das 1999 entwickelte Phenylpropandion (PPD), ist Kampherchinon in Kombination mit einem Amin der Standard Photoinitiator (Albuquerque *et al.*, 2015). Albuquerque *et al.* konnten nachweisen, dass traditionelle Gemische mit Kampherchinon eine höhere Konversionsrate, Farbstabilität und weniger Gelbverfärbung aufwiesen als andere Photoinitiatoralternativen.

In zahlreichen Studien wurden verschiedene auf dem Markt befindliche Komposite auf ihr Abrasionsverhalten untersucht. Entweder in Bezug auf Schmelz (Mehl *et al.*, 2007, Ghazal *et al.*, 2008) oder verschiedene Komposite untereinander (Hahnel *et al.*, 2011, Yesil *et al.*, 2008, Manhart *et al.*, 2000).

Heintze *et al.* untersuchten 2005 das Abrasionsverhalten von zehn auf dem Markt befindlichen restaurativen Materialien. Die acht Komposite (darunter belleGlass enamel, Chromasit S4, Estenia Enamel E2, Heliomolar 210 B, SureFil Shade, Targis Incisal S1 und Tetric Ceram 210) unterschieden sich sowohl in der Matrixzusammensetzung als auch in Füllstoffkörperart und -größe. Als Vergleichsreferenz wurden ein Amalgam und eine Keramik gewählt (Heintze *et al.*, 2005).

Laut Johnson *et al.* (2011) liegt bei solchen Studien das Hauptproblem genau darin, dass Komposite mit verschiedenen Matrix-Zusammensetzungen und unterschiedlichen Füllstoffkörperarten und -größen miteinander verglichen werden. Abrasion dentaler Komposite kann

nicht gänzlich verstanden werden, solange verschiedene Parameter nicht konstant gehalten werden (Johnson *et al.*, 2011).

Um eine Vergleichbarkeit der Komposite zu gewährleisten, wurden Matrixzusammensetzung, Füllstoffkörperart und –größe, sowie Herstellungsverfahren gleich gehalten. Ebenso war die Art des verwendeten Silans (3-Methacryloxypropylsilanol) bei allen acht Kunststoffen identisch. Somit variierten die Kunststoffe ausschließlich bezüglich des prozentualen Anteils des Silans, welcher zwischen einem und acht Prozent lag.

### 5.1.2 Probenherstellung

Als Prüfkörper dienten in dieser Studie Aluminiumteller (9 mm Durchmesser und 2 mm Tiefe), in welche die Komposite eingefüllt und lichtgehärtet wurden. Auch in anderen Studien wurden standardisierte Probeteller mit Durchmessern von 8-12 mm und 1-2 mm Tiefe verwendet (Hahnel *et al.*, Mehl *et al.*, 2007; dias Lopes *et al.*, Koottathape *et al.*, 2014). Dadurch kann eine gleichmäßige Schichtdicke der Proben gewährleistet werden.

Vor dem Befüllen wurden die Aluminiumteller mit 250 µm Korund abgestrahlt. Das Ausstrahlen dient, ähnlich wie vor dem Zementieren metallischer Versorgungen, zur Retentionserhöhung durch Erzeugen einer Mikrorauhigkeit (Strub *et al.*, 2011).

Die Polymerisation erfolgte mit der Bluephase 20i von Ivoclar im Softmodus für jeweils 4x20s. Condon und Ferracane (1997) konnten zeigen, dass eine ungenügende Polymerisation eine geringere Abrasionsstabilität zur Folge hat (Condon und Ferracane, 1997). Der Softmodus wurde deshalb gewählt, da eine zu hohe Wärmezufuhr bleibende Pulpaschäden hervorrufen kann (Plant *et al.*, 1974).

Nach der Polymerisation wurden die Proben mit 2500 und 4000 Grit poliert. Auch Mehl *et al.* (2007), sowie Ghazal *et al.* (2008) finierten ihre Prüfkörper mit abschließend 4000 Grit. Damit konnte eine ebene Fläche generiert werden (Ghazal *et al.*, 2008). Weiterhin ist auch klinisch eine Politur der eingebrachten Komposite nötig. Zum einen um den Patienten möglichst geringen Mengen in der Sauerstoffinhibitionsschicht vorhandenen Monomere auszusetzen (Rueggeberg *et al.*, 1999), und zum anderen, um die Anlagerung von Plaque weitestmöglich zu verhindern (dias Lopes *et al.*, 2018).

### 5.1.3 Antagonistenherstellung

Als Antagonisten der simulierten Kauvorgänge dienten in dieser Studie Aluminiumoxidkugeln. Aluminiumoxid ist eine der gängigsten Alternativen zu Schmelzantagonisten (Suwanaroop *et al.*, 2011). In der „Münchener Methode“ werden hauptsächlich aus Aluminiumoxid bestehende Antagonisten verwendet. Diese erzielten in verschiedenen Tests vergleichbare Abrasionsraten wie Schmelzhöcker (Heintze, 2006). Neben dem Material des Antagonisten ist auch dessen Form relevant. Zylindrische Antagonisten können zu ungleicher Belastung der Probe führen, weswegen sich kugelförmige Antagonisten besser eignen (Turssi *et al.*, 2003).

Ziel einer In-vitro-Studie ist es, eine vorhersehbare Einschätzung der In-vivo-Situation zu geben (Tsujimoto *et al.*, 2018). Daher ist es naheliegend, humanen Schmelz als Antagonisten zu verwenden (Krejci *et al.*, 1999). Antagonisten aus Schmelz unterscheiden sich jedoch in Morphologie und Struktur (Wassell *et al.*, 1994b). Mittels Polierverfahren wurde versucht die Unterschiede der Schmelzantagonisten zu vereinheitlichen (Krejci *et al.*, 1999).

Im Vergleich zu natürlichem Schmelz waren die standardisierten Schmelzantagonisten jedoch nahezu doppelt so stark abradert (Krejci *et al.*, 1999). Es ist bekannt, dass die oberflächliche aprismatische Schmelzschicht resistenter ist als die darunter liegende prismatische. Durch den Standardisierungsvorgang wird jedoch die aprismatische Schmelzschicht weggenommen, sodass der weniger resistente prismatische Schmelz frei lag und leichter abradert wurde (Krejci *et al.*, 1999).

Edelstahl unterscheidet sich im Vergleich zum Schmelz sowohl in den mechanischen als auch den chemischen Eigenschaften und muss als geeigneter Antagonist kritisch betrachtet werden (Turssi *et al.*, 2003).

Steatit hat eine ähnliche Vickershärte wie Schmelz. Aufgrund der grobkörnigeren Oberfläche kommt es jedoch sowohl bei der Probe als auch beim Antagonisten selbst zu höherem Verschleiß (Wassel *et al.*, 1994a).

### 5.1.4 Thermische Belastung

37 °C ist in zahlreichen Studien die gewählte Temperatur der thermischen Rahmenbedingungen (A Al Khuraif, 2014; Kim *et al.*, 1994; Fan *et al.*, 1979; Johnsen *et al.*, 2011). Dies ist naheliegend, da die intraorale Temperatur bei geschlossenem Mund etwa 35 °C beträgt (Gale & Darvell, 1999).

In der vorliegenden Studie wurden alle Proben vor der mechanischen Belastung einer Thermowechselbelastung ausgesetzt. Die Proben wurden für 5000 Zyklen abwechselnd in 5 °C kaltes und 55 °C warmes Wasser für jeweils 30 s getaucht.

Die Werte wurden aufgrund von In-vivo-Untersuchungen gewählt. Die intraorale Temperatur ist durch Nahrungsaufnahme oder Mundatmung nicht immer konstant. 1992 haben Palmer *et al.* mittels Temperatursonden die Oberflächen von Zähnen bezüglich Temperaturschwankungen untersucht (Palmer *et al.*, 1992). Die gemessenen Extremwerte lagen zwischen 1.0 °C und 58,5 °C. Die Wahl der Temperatur der Bäder von 5 °C und 55°C ist deshalb gerechtfertigt. Dieselben Werte für die thermische Belastung lassen sich zudem noch in weiteren Studien finden (Ghazal *et al.*, 2008; Ghazal & Kern, 2009; Hahnel *et al.*, 2011; Heintze *et al.*, 2007; Mehl *et al.*, 2007). Mit 5000 Zyklen wird eine thermische Belastung von etwa einem halben Jahr erreicht. Rechnet man mit 20 bis 50 Temperaturschwankungen pro Tag, ergeben sich auf ein Jahr hochgerechnet etwa 10.000 Zyklen (Gale & Darvell, 1999).

### 5.1.5 Mechanische Belastung

Für diese Studie wurde ein computergesteuerter Kausimulator der Firma Willytec genutzt. Die Proben wurden 200 000 Kauzyklen ausgesetzt. Es wurde ein Kaudruck von 50 N bei einer Abwärtsgeschwindigkeit von 20 mm/s und einer Auflagemasse von 5 kg gewählt. Die Seitbewegung wurde mit einer Geschwindigkeit von 30 mm/s hin und 50 mm/s zurück durchgeführt. Die Proben wurden dauerhaft in destilliertem Wasser gehalten. Außerdem wurden Dämpferelemente verwendet.

Der Kausimulator von Willytec wurde schon in verschiedenen früheren Abrasionsversuchen verwendet (Ghazal *et al.*, 2008; Heintze, 2006; Mehl *et al.*, 2007; Steiner *et al.*, 2009). Laut Heintze ist der Willytec Zweiachsensimulator der einzige, der den strikten Anforderungen der GLP („Good Laboratory Practice“) und der FDA (Federal Drug Administration) gerecht wird (Heintze, 2009). Außerdem ist durch seine Computersteuerung eine hohe Reproduzierbarkeit gewährleistet (Heintze, 2006).

Laut Sakaguchi *et al.* (1986) beträgt die Kauzyklenzahl eines Jahres etwa 250.000 (Sakaguchi *et al.*, 1986). Auch Rüttermann *et al.* (2014) nahmen 650 Kauzyklen innerhalb von 24 Stunden an, sodass die Zykluszahl eines Jahres rund 237.000 beträgt (Rüttermann *et al.*, 2014). Die 200.000 Kauzyklen zeigen somit den Verschleiß, der in etwa 10 Monaten entsteht.

Der Kaudruck beträgt 10 bis 20 N initial und in der Endphase zwischen 50 und 150 N (Zhou & Zheng, 2008). In Abrasionsstudien sollte der Kaudruck etwa zwischen 48 bis 52 N liegen (Heintze, 2006). Der in dieser Studie gewählte Druck von 50 N korreliert mit anderen Studien (Hahnel *et al.*, 2011; Johnsen *et al.*, 2011; Lutz *et al.*, 1992; Manhart *et al.*, 2000).

Die Geschwindigkeit der Seitbewegung liegt mit den gewählten Werten in einem von Zhou und Zheng (2008) beschriebenen Bereich von 0,25 bis 0,5 mm/s (Zhou & Zheng, 2008).

Das destillierte Wasser dient dazu, um abradierte Partikel von der Prüfkörperoberfläche zu waschen, sodass diese nicht als zusätzliche abrasive Medien wirken und um die oralen Gegebenheiten zu imitieren (Ghazal & Kern, 2009).

Bei der Verwendung des Willytec-Kausimulators kann es zu unkontrollierbaren Kraftimpulsen auf den Prüfkörper kommen, welche gerade initial höher sein können als durch die Parameter festgelegt (Steiner *et al.*, 2009). Rues *et al.* fanden heraus, dass es zu einem initialen Abprallen des Antagonisten von der Probe kommt (Rues *et al.*, 2011). Daher sollten hohe Abwärtsbewegungen nur unter Verwendung von Dämpfern erfolgen, wie in der vorliegenden Studie realisiert.

### 5.1.6 Analyseverfahren

Für die Berechnung des Volumenabtrages und des tiefsten Punktes der Abrasionsspur wurden die Proben mit Hilfe des optischen Sensors FRT MicroProf eingelesen und mit der integrierten Software (Acquire & Mark III) ausgewertet. Die Vermessung erfolgt ohne Kontakt zwischen Probe und Sensor. Im Vergleich zu 3D-Laserscannern entfällt die Herstellung von Replikationsmodellen oder das Aufbringen von Pudern auf die Prüfkörperoberfläche (Heintze *et al.*, 2006b). So ist gewährleistet, dass keine Veränderung an der Oberfläche stattfindet und die Proben direkt weiter untersucht werden können.

Die Proben wurden jeweils nach 50 000, 100 000 und 200 000 Kauzyklen im FRT MicroProf gescannt und anschließend konnte der Versuch ohne weitere Maßnahmen fortgesetzt werden. Kontaktfreie optische Sensoren wurden auch in anderen Studien zur Oberflächenvermessung verwendet, beispielsweise bei Zahnbürstenabrazionsversuchen (A Al Khuraif, 2014) oder zur Bestimmung der Oberflächenrauheit nach Polierverfahren (Heintze *et al.*, 2006a). Laut Heintze *et al.* liefert das FRT MicroProf detaillierte Informationen bezüglich Kontur, Rauheit und Topographie einer Oberfläche (Heintze *et al.*, 2006b).

## 5.2 Vergleich der eigenen Ergebnisse mit denen aus der Literatur

Zu allen drei Zeitpunkten ist bezüglich des tiefsten Punktes des Abrasionsspur ersichtlich, dass die Proben ExcomD1,5S2,0 und ExcomD1,5S2,6 sowie ab 100.000 Kauzyklen die Probe ExcomD1,5S8,0 die höchsten mittleren Werte erzielen. In Bezug auf den Volumenabtrag sind die Proben ExcomD1,5S2,6 und ExcomD1,5S8,0 sowie nach 200.000 Kauzyklen auch ExcomD1,5S2,0 ebenfalls die Proben mit dem höchsten mittleren Abtrag. Nach 100.000 und 200.000 Kauzyklen weist ExcomD1,5S6,0 sowohl im Bezug auf den tiefsten Punkt der Abrasionsspur als auch bezüglich des Volumenabtrags die geringsten mittleren Werte auf.

Der Schlüsselfaktor in puncto Abrasion liegt in einem guten Haftverbund zwischen Füllkörper und Matrix (Zhou & Zheng, 2008). Diese These lässt sich durch verschiedene Studien belegen. 1999 konnten McCabe und Wassell zeigen, dass die Vickershärte von Kompositen mit silanisierten Füllstoffkörpern höher als bei unsilanisierten ist (McCabe & Wassell, 1999). Auch in der Studie von Aydınoglu und Yoruç schnitten silanierte Füllkörper bezüglich Biegefestigkeit signifikant besser ab als unsilanisierte (Aydınoglu & Yoruç, 2017). Im Zahnbürsten-Abrasionsversuch von Beatty *et al.* (1998) konnte ebenfalls gezeigt werden, dass die Silanisierung von Füllkörpern einen positiven Effekt auf das Abrasionsverhalten hat (Beatty *et al.*, 1998).

Mechanische Eigenschaften von Kompositen hängen jedoch auch von weiteren Faktoren, wie etwa Füllkörpergröße oder deren Form ab (Yoshida & Greener, 1994). In dieser Studie war es das Ziel, die Auswirkung der Silanisierungsgrade der Füllkörper darzustellen, deshalb wurde für jedes Testkomposit die gleiche Zusammensetzung bezüglich Matrix und Füllkörper (Dentalglas 1,5  $\mu\text{m}$ ) gewählt. Laut Sideridou und Karabela ist bei Nanofüllerkompositen ein höherer Silanisierungsgrad für ausreichende Haftvermittlung zwischen Füllkörpern und Matrix nötig, da die feinen Nanofüllkörper eine im Verhältnis zum Volumen größere Oberfläche aufweisen als konventionell gefüllte Komposite (Sideridou & Karabela, 2009). Umgekehrt lässt sich daraus schließen, dass bei den in dieser Studie verwendeten Füllkörpern von 1,5  $\mu\text{m}$  ein geringer Silanisierungsgrad für einen guten Haftverbund ausreicht. Dies kann jedoch auf die Abrasion der Komposite dieser Studie nicht übertragen werden, da die geringsten mittleren Werte für Volumenabtrag und tiefsten Punkt der Abrasionsspur die Proben mit einem sowie mit sechs Prozent Silanisierungsgrad aufzeigen.

Mohsen und Craig konnten 1995 zeigen, dass ein optimaler Silanisierungsgrad für einen guten Haftverbund unumgänglich ist. Ein zu geringer Silanisierungsgrad könnte zu unsilanisier-

ten Teilbereichen der Füllkörper führen. Zum einen, weil einfach nicht genügend Silanmoleküle vorhanden sind, zum anderen weil die vorhandenen Silanmoleküle mit sich selbst eine kovalente Bindung eingehen, statt mit den –OH Gruppen der Füllkörper (Mohsen & Craig, 1995).

Sideridou und Karabela untersuchten den Einfluss des Silanisierungsgrades von Nanokompositen bezüglich Biegefestigkeit und Elastizitätsmodul (Sideridou & Karabela, 2009). Es konnte kein statistisch signifikanter Unterschied zwischen den einzelnen Silanisierungsgraden (1,0-10,0 Gew. -%) festgestellt werden.

In der vorliegenden Studie konnten im Bezug auf das Abrasionsverhalten nur vereinzelt signifikante Unterschiede zwischen den einzelnen Gruppen ermittelt werden. Es kristallisierte sich keine Testgruppe als ungeeignete beziehungsweise geeignetste Gruppe heraus. Weiterhin ist kein Zusammenhang zwischen steigendem Silanisierungsgrad und vermehrter oder geringerer Abrasion zu erkennen, ebenso bei sinkendem Silanisierungsgrad.

Alle Füllkörper dieser Studie wurden mit 3-Methacryloxypropylsilanol silanisiert, sodass auch hier nur der Silanisierungsgrad isoliert betrachtet werden konnte und ein Einfluss aufgrund verschiedener Silane ausgeschlossen war. Denn auch die Art des Silans (Lim *et al.*, 2002) sowie das Vorgehen bei der Silanisierung (Mohsen & Craig, 1995) können Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften haben. 2002 konnten Lim *et al.* zeigen, dass Komposite, die mit funktionellem Silanen behandelt wurden, eine geringere Abrasion aufweisen als Komposite, deren Füllkörper ohne funktionelle Silane behandelt wurden. Diese wiederum haben geringere Abrasionswerte als Komposite mit unsilanisierten Füllkörpern (Lim *et al.*, 2002).

### 5.3 Schlussfolgerungen / Konklusionen

Unter Berücksichtigung der Limitationen einer *in vitro* Studie lassen sich zusammenfassend folgende Schlüsse ziehen:

1. Es konnte kein Zusammenhang zwischen Silanisierungsgrad des Komposites und dessen Abrasionsverhalten festgestellt werden.
2. Ein höherer Silanisierungsgrad führte in dieser Studie nicht zu abrasionsstabileren Kompositen.

## 6 Literaturverzeichnis

1. A Al Khuraif AA (2014) An in vitro evaluation of wear and surface roughness of particulate filler composite resin after tooth brushing. *Acta Odont Scand* 72(8): 977-983
2. Albuquerque PPAC, Bertolo ML, Cavalcante LMA, Pfeifer C, Schneider LFS (2015) degree of conversion, depth of cure, and color stability of experimental dental composite formulated with camphorquinone and phenanthrenequinone photoinitiators. *J Esthet Restor Dent.* 27:549-557
3. Albuquerque PPAC, Moreira ADL, Moraes RR, Cavalcante LM, Schneider LFJ (2013) Colorstability, conversion, watersorption and solubility of dental composites formulated with different photoinitiator systems. *J Dent* 41s:e67-e72
4. Atai M, Ahmadi M, Babanzadeh S, Watts DC (2007) Synthesis, characterization, shrinkage and curing kinetics of a new low-shrinkage urethane dimethacrylate monomer for dental applications. *Dent Mater* 23:1030-1041
5. Aydınoğlu A, Yoruç ABH (2017) Effects of silane-modified fillers on properties of dental composite resin. *Mater Sci Engin C* 79:382-389
6. Barszczewska-Rybarek IM (2009) Structure-property relationships in dimethacrylate networks based on Bis-GMA, UDMA and TEGDMA. *Dent Mater* 25:1082-1089
7. Beatty MW, Swarzt ML, Moore BK, Phillips RW, Roberts TA (1998) Effect of micro-filler fraction and silane treatment on resin composite properties. *J Biomed Mater* 40:12-23
8. Bedienungsanleitung FRT MicroProf. Fries Research & Technologie GmbH (2009), Version 3.9
9. Bedienungsanleitung Kausimulator SD Mechatronik. Willytec®, Version 4.1.1 (n.d.) .
10. Bowen RL (1963), Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *J Am Dent Assoc* 66:57-64
11. Chen MH (2010) Update on dental nanocomposites. *J Dent Res* 89:549-560

12. Condon JR, Ferracane JL (1997) In vitro wear of composite with valid cure, filler level, and filler treatment. *J Dent Res* 76(7):1405-1411
13. Cornelio RB, Wikant A, Mjøsund H, Koppenrud HM, Haasum J, Gedde UW, Örtengren UT (2013) The influence of bis-EMA vs bis-GMA on the degree of conversion and water susceptibility of experimental composite materials. *Acta Odontol Scand* 72:440,447
14. de Gee AJ, Pallav P (1994) Occlusal wear simulation with the ACTA wear machine. *J Dent. Suppl.* 22:21-27
15. dias Lopes IA, Mendes JJB, Gonçalves JMR (2018) The effect of different finishing and polishing techniques on surface roughness and gloss of two nanocomposites. *Saudi Dent Journ* 30:197-207
16. Dionysopoulos D, Koliniotou-Koumpia E, Helvatzoglou-Antoniades M, Kotsanos N (2013) Fluoride release and recharge abilities of contemporary fluoride-containing restorative materials and dental adhesives. *J Dent Mater* 32(2):296-304
17. dos Santos RL, de Morias Sampaio GA, de Carvalho FG, Pithon MM, Guênes GMT, Alves PM (2014) Influence of degree of conversion on the biocompatibility of different composites in vivo. *J Adhes Dent* 16:15-20
18. Fan PL, Powers JM, Craig RG (1979) In vitro wear of microfilled and visible light-cured composites. *J Dent Res* 58:2116-2119
19. Floyd CJE, Dickens SH (2006) Network structure of Bis-GMA and UDMA-based resin systems. *Dent Mater* 22:1143-1149
20. Gale MS, Darvell BW (1999) Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 27:89-99
21. Ghazahl M, Yang B, Ludwig K, Kern M (2008) Two-body wear of resin and ceramic denture teeth in comparison to human enamel. *Dent Mater* 24:502-507
22. Ghazal M, Kern M (2009) The influence of antagonistic surface roughness on the wear of human enamel and nanofilled composite resin artificial teeth. *J Prosthet Dent* 101:342-349

23. Hahnel S, Schultz S, Trempler C, Ach B, Handel G, Rosentritt M (2011) Two-body wear of dental restorative materials. *J Mech Beh Biomed Mater* 4:237-244
24. Heintze SD (2006) How to qualify and validate wear simulation devices and methods. *Dent Mater* 22:712-736
25. Heintze SD (2009) Predictability of clinical wear by laboratory wear methods for the evaluation of dental restorative materials, Chapter 1, pp 11-37
26. Heintze SD, Zappini G, Rousson V (2005) Wear of ten dental restorative materials in five wear simulators- Results of a round robin test. *Dent Mater* 21:304-317
27. Heintze SD, Forjanic M, Rousson V (2006a) Surface roughness and gloss of dental materials as a function of force polishing time in vitro. *Dent Mater* 22:146-165
28. Heintze SD, Cavalleri A, Forjanic M, Zellweger G, Rousson V (2006b) A comparison of three different methods for the quantification of the in vitro wear of dental materials. *Dent Mater* 22:1051-1062
29. Heintze SD, Zellweger G, Zappini G (2007) The relationship between physical parameters and wear rates of dental composites. *Wear* 263:1138-1146
30. Hellwig E, Klimek A, Attin T (2013) Restaurationen mit plastischen Füllungswerkstoffen. Einführung in die Zahnheilkunde, 6. Aufl., Deutscher Zahnärzte Verlag, Köln pp184-288
31. Hickel R (1997) Moderne Füllungswerkstoffe. *Dtsch Zahnärztl Z* 52:572-585
32. Ilie N, Kunzelmann K-H, Hickel R (2005) Werkstoffkundliche Untersuchungen zu Kompositen. *Dtsch Zahnärztl Z* 60(6):321-334
33. Jain L, Platt JA, Moore BK, Borges GA (2009) In vitro wear of new indirect resin composites. *Oper Dent* 34(4):423-428
34. Janda R (2005) Chemie und Physik zahnärztlicher Kunststoffe. In *Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung*, Band 1, 8th edn., Georg Thieme Verlag, Stuttgart pp. 173-210

35. Johnson GF, Taxt-Lamolle SF, Haugen HJ (2011) Wear model simulating clinical abrasion on composite filling materials. *Dent Mater J* 30:739-748
36. Kim KH, Park JH, Imai Y, Kishi T (1994) Microfracture Mechanisms of Dental Resin Composites Containing Spherically-shaped Filler Particles. *J Dent Res* 73(2):499-504
37. Koottathape N, Takahashi H, Iwasaki N, Kanehira M, Finger W (2012) Two- and three-Body wear of composit resins. *Dent Mater* 28:1261-1270
38. Koottathape N, Takahashi H, Iwasaki N, Kanehira M, Finger WJ (2014) Quantitative wear and wear damage analysis of composite resins in vitro. *J Dent Mech Beh Biomed Mater* 29:508-516
39. Krejci I, Albert P, Lutz F (1999) The influence of antagonist standarization on wear. *J Dent Res* 78(2):713-719
40. Lewis R, Dwyer-Joyce RS (2005) Wear of human teeth: a tribological perspective. DOI 10.1243/135065005X9655
41. Lim BS, Ferracane JL, Condon JR, Adey JD (2002) Effect of fraction and filler surface treatment on wear of microfilled composites. *Dent Mater* 18:1-11
42. Lutz F, Phillips R (1983) A classification and evaluation of composite resin systems. *J Prosthet Dent* 50(4):480-488
43. Mair LH, Stolarski TA, Vowles RW, Lloyd CH (1996) Wear: mechanisms, manifestations & measurement. Report of a workshop. *J Dent* 24:141-148
44. Manhart J, Kunzelmann K-H, Chen HY, Hickel R (2000) Mechanical properties and wear behavior of light-cured packable composite resins. *Dent Mater* 16:33-40
45. May S, Cieplik F, Hiller K-A, Buchalla W, Federlin M, Schmalz G (2017) Flowing composites for restaurations of non-carious cervical lesions: Three year results. *Dent Mater* 33:e136-e145
46. McCabe JF, Wassell RW (1999) Hardness of model dental composites- the effect of filler volume fraction and silanation. *J Mater Sci: Mater Med* 10:291-294

47. Mehl C, Scheibner S, Ludwig K, Kern M (2007) Wear of composite resin veneering materials and enamel in a chewing simulator. *Dent Mater* 23:1382-1389
48. Mohsen NM, Craig RG (1995) Effect of silanation of fillers on their dispersability by monomer systems. *J Oral Rehab* 22:183-189
49. Moszner N, Fischer UK, Angermann J, Rheinberger V (2008) A partially aromatic urethane dimethacrylate as a new substitute for Bis-GMA in restorative composites. *Dent Mater* 24:694-699
50. Palmer DS, Barco MT, Billy EJ (1992) Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. *J Prosthet Dent* 67:325-327
51. Pfeifer CS, Shelton ZR, Barga RR, Windmoller D, Machado JC, Stansbury JW (2011) Characterization of dimethacrylate polymeric networks: A study of the crosslinked structure formed by monomers used in dental composites. *Eur Polymer J* 47:162-170
52. Plant CG, Jones DW, Darvell BW (1974) The heat evolved and temperatures attained during setting of restorative materials. *Brit Dent J* 137-233
53. Roulet JF (1997) Benefits and disadvantages of tooth-coloured alternatives to amalgam. *J Dent* 25(6): 459-473
54. Rueggeberg FA, Dlugokinski M, Ergle JW (1999) Minimizing patients' exposure to uncured components in a dental sealant. *J Am Dent Assoc* 130:1751-1757
55. Rues S, Huber G, Rammelsberg P, Stober T (2011) Effect of impact velocity and specimen stiffness on contact forces in a weight-controlled chewing simulator. *Dent Mater* 27:1267-1272
56. Rüttermann S, Beikler T, Janda R (2014) Contact angle and surface free energy of experimental resin-based dental restorative materials after chewing simulation. *Dent Mater* 30:702-707
57. Sakaguchi RL, Douglas WH, Delong R, Pintado MR (1986) The wear of a posterior composite in an artificial mouth: a clinical correlation. *Dent Mater* 2:235-240

58. Shawkat ES, Shortall AC, Addison O, Palin WM (2009) Oxygen inhibition and incremental layer bond strengths of resin composites. *Dent Mater* 25:1338-1346
59. Sideridou I, Achilias DS, Spyroudi C, Karabela M (2004) Watersorption characteristics of light-cured dental resins and composites based on Bis-EMA/PCDMA. *Biomater* 25:367-376
60. Sideridou ID, Karabela MM (2009) Effect of the amount of 3-methacryloxypropyltrimethoxysilane coupling agent on physical properties of dental resin nanocomposites. *Dent Mater* 25:1315-1324
61. Silami FDJ, Mundin FM, Garcia LDFR, Sinhoreti MAC, Pires-de-Souza FDCP (2013) Color stability of experimental composites containing different photoinitiators. *J Dent* 41s:e62-e66
62. Städler P (2010) Füllungstherapie mit Kompositmaterialien und Glasionomerzementen. In *Konservierende Zahnheilkunde und Parodontologie*, 3. Aufl., Georg Thieme Verlag, Stuttgart pp.177-190
63. Stansbury JW (2012) Dimethacrylate network formation and polymer property evolution as determined by the selection of monomers and curing conditions. *Dent Mater* 28:13-22
64. Stöckl C, Hampe R, Stawarczyk B, Haerst M, Roos M (2018) Macro- and microtopographical examination and quantification of CAD-CAM composite resin 2- and 3-body wear. *J Prosth Dent* 120(4):537-545
65. Strub JR, Kern M, Türp JC, Witkowski S, Heydecke G, Wolfart S (2011) *Curriculum Prothetik Band II* 4. Auflage, Quintessenz Verlags GmbH Berlin, pp 495-553
66. Sulong MZAM, Aziz RA (1990) Wear of materials used in dentistry: A review of the literature. *J Prosth Dent* 63:342-349
67. Tsujimoto A, Barkmeier WW, Fischer NG, Nojiri K, Nagura Y, Takamizawa T, Latta M, Miazaki M (2018) Wear of resin composites: current insights into underlying mechanisms, evaluation methods and influential factors. *Japanese Dent Sci Rev* 54:76-87

68. Turssi CP, Moraes Purquerio B De, Serra MC (2003) Wear of dental resin composites: insights into underlying processes and assesment methods – A review. *Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 65B:280-285
69. van Landuyt KL, Nawrot T, Geebelen B, Munck dJ, Snauwaert J, Yoshihara K, Scheers H, Godderis L, Hoet P, Meerbeek vB (2011) How much do resin-based dental materials release? A meta-analytical approach. *Dent Mater* 27:723-747
70. van Noort R, Palin W (2009) Resin based composites. In *Biocompatibility or cytotoxic effects of dental composites*, Coxmoore Publishing Company, Oxford UK pp.9-30
71. Wassell RW, McCabe JF, Walls AWG (1994a) Wear characteristics in a two-body wear test. *Dent Mater* 10:269-274
72. Wassell RW, McCabe JE, Walls AWG (1994b) A two-body frictional wear test. *J Dent Res.* 73:1546
73. Willems G, Lambrechts P, Braem M, Celis JP, Vanherle G (1992) A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics. *Dent Mater* 8:310-319
74. Yesil ZD, Alapati S, Johnston W, Seghi RR (2008) Evaluation of the wear resistance of new nanocomposite resin restorative materials. *J Prosthet Dent* 99:435-443
75. Yoshida K, Greener EH (1994) Effects of coupling agents on mechanical properties of metal oxide-polymethacrylate composites. *J Dent* 22:57-62
76. Zhou ZR, Zheng J (2008) Tribology of dental materials: a review. *J Phys D: Appl Phys* 41:113001
77. Zimmerli B, Strub M, Jeger F, Stadler O, Lussi A (2010) Composite materials: composition, properties and clinical applications. A literature review. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 120:972-979

## 7 Danksagung

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr. M. Hannig für das Überlassen des Themas sowie die fachliche Unterstützung, zielführende Beratung und Korrektur bei der Erstellung der Arbeit.

Herrn Jakob Schöpe möchte ich für die gemeinsame Entwicklung eines statistischen Konzeptes sowie seine Unterstützung bei dessen Auswertung danken.

Herrn Dr. Andreas Utterodt und Herrn Michael Eck von Hereaus Kulzer danke ich für die Bereitstellung der Komposite sowie der weiteren benötigten Materialien.

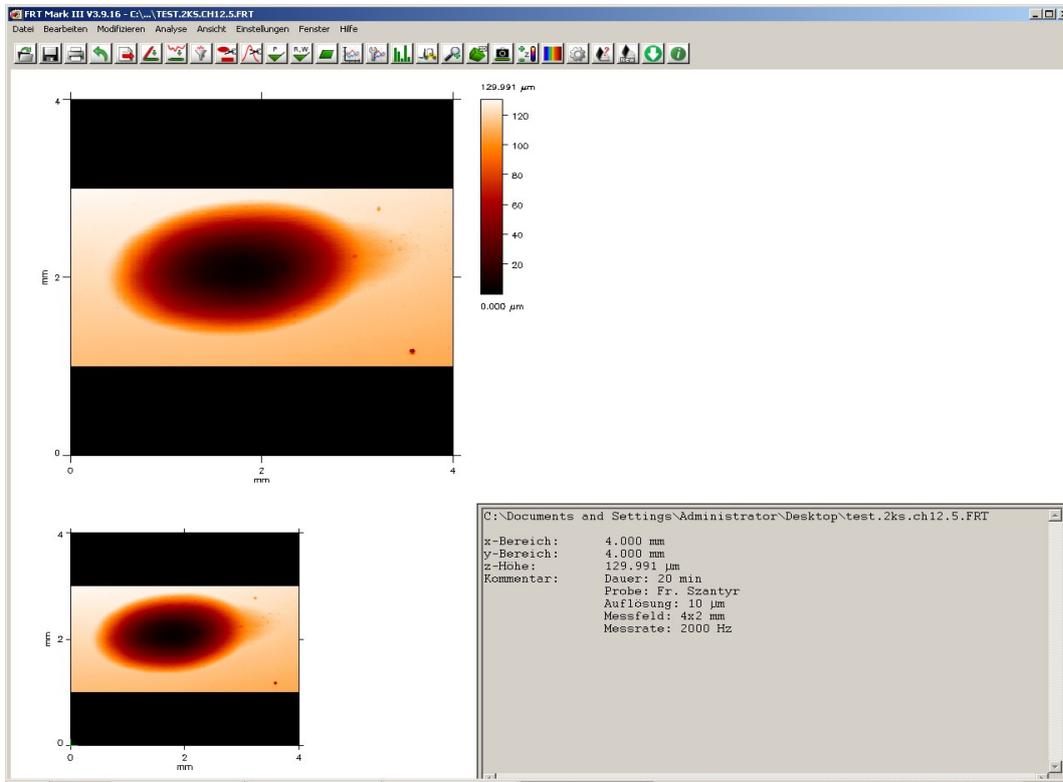
Weiter möchte ich herzlichst Frau Dr. Nora Müller für die Hilfsbereitschaft am Thermocycler danken.

Mein spezieller Dank gilt Frau Dr. Isabell Friesen, für die technische Einweisung am Kausimulator und der Einführung der Probenauswertung, für jegliche Unterstützung, Motivation und Rückendeckung die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

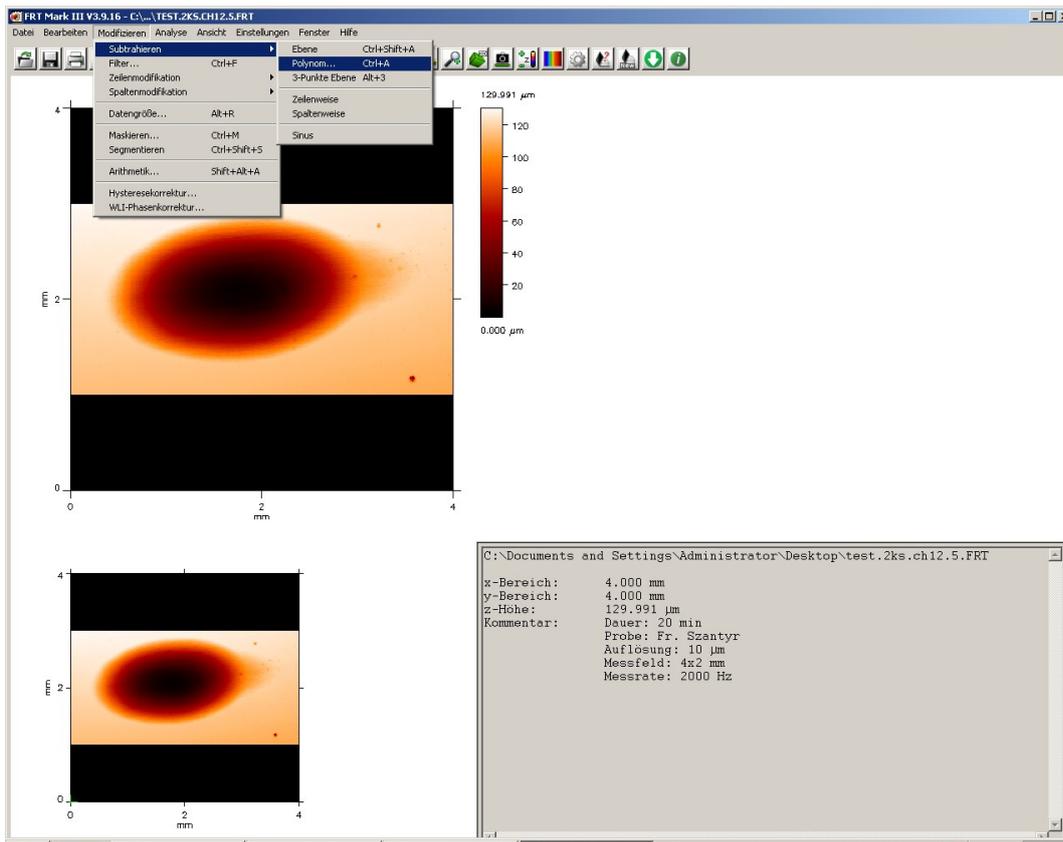
Zuletzt bedanke ich mich bei meinen Freunden und vor allem bei meiner Familie, für eure Geduld, moralische Unterstützung und euren Glauben an mich.

## 9 Anhang

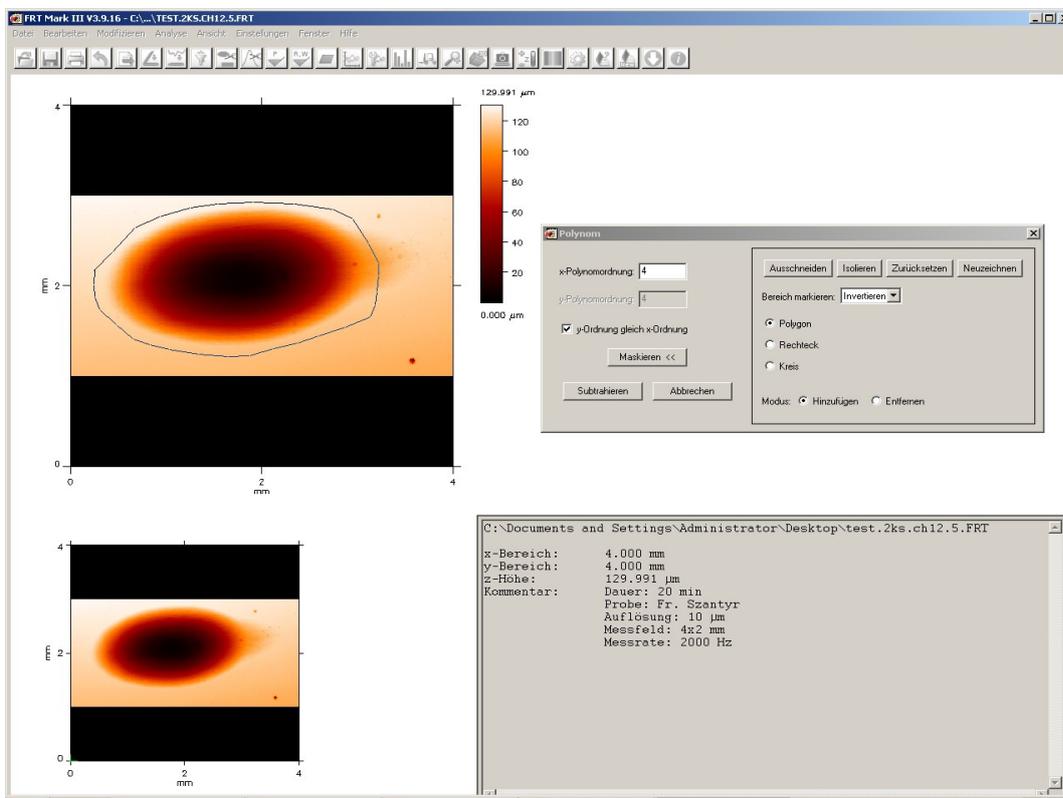
Abbildungen zu den Kapiteln 3.5.3 und 3.5.4.



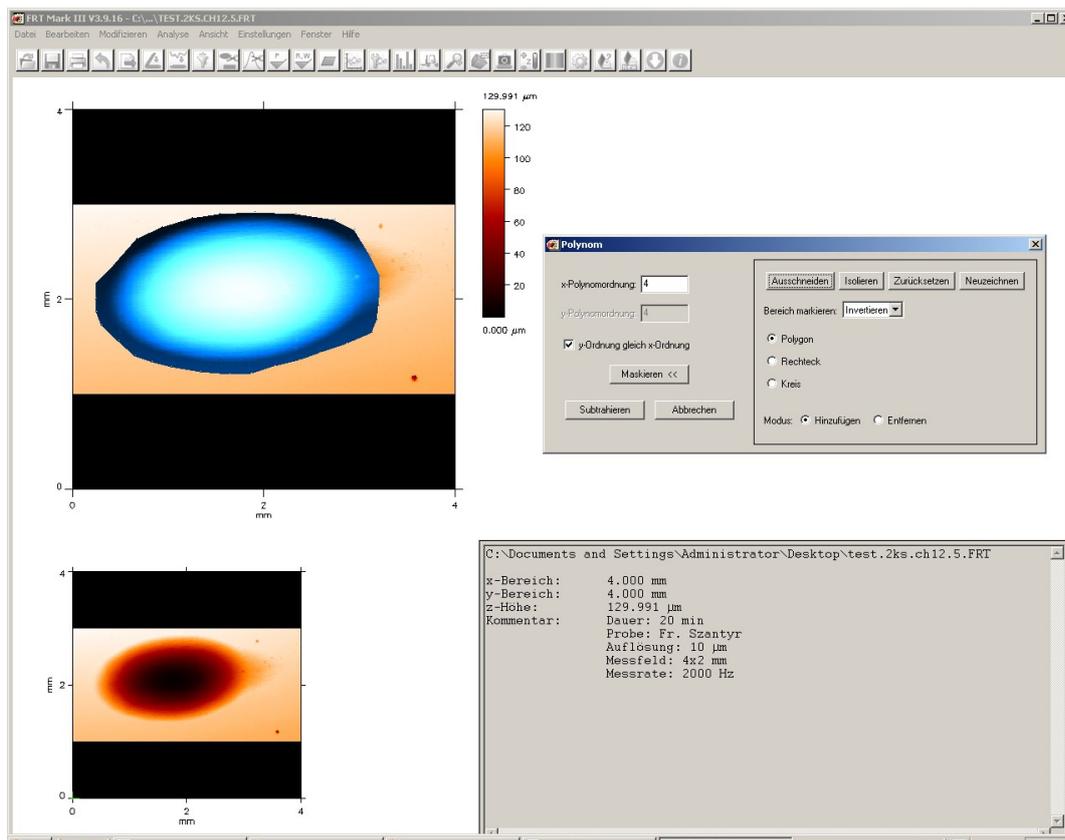
**Abb. A1:** Datei „ExcomD1,5S,1,0 Probe 5 4x2 mm x10  $\mu\text{m}$ ,200000.FRT“ im Programm Mark III geöffnet. Zu sehen sind verschiedene Tools des Programms, sowie zwei Scan-Bilder der Probe, wobei das kleinere der beiden immer den originalen Scan anzeigt.



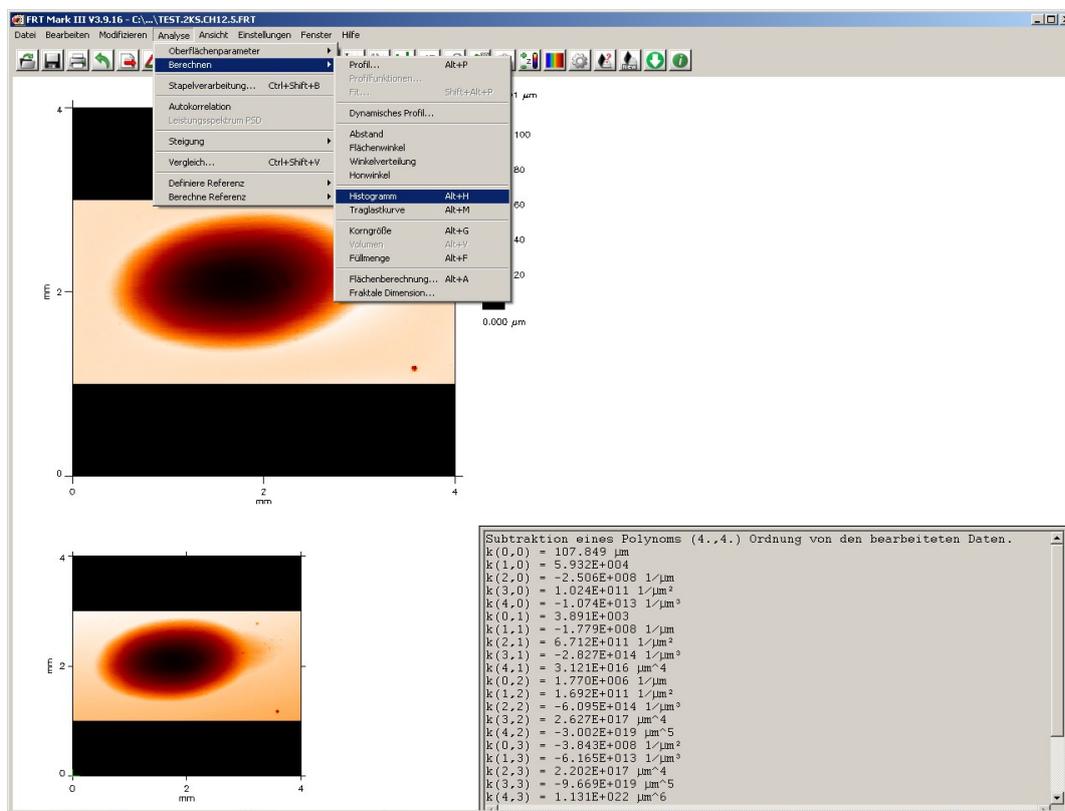
**Abb. A2:** Subtraktion eines Polynoms 4. Ordnung unter „Modifizieren/Subtrahieren/Polynom“, um eine Bezugsebene zu definieren.



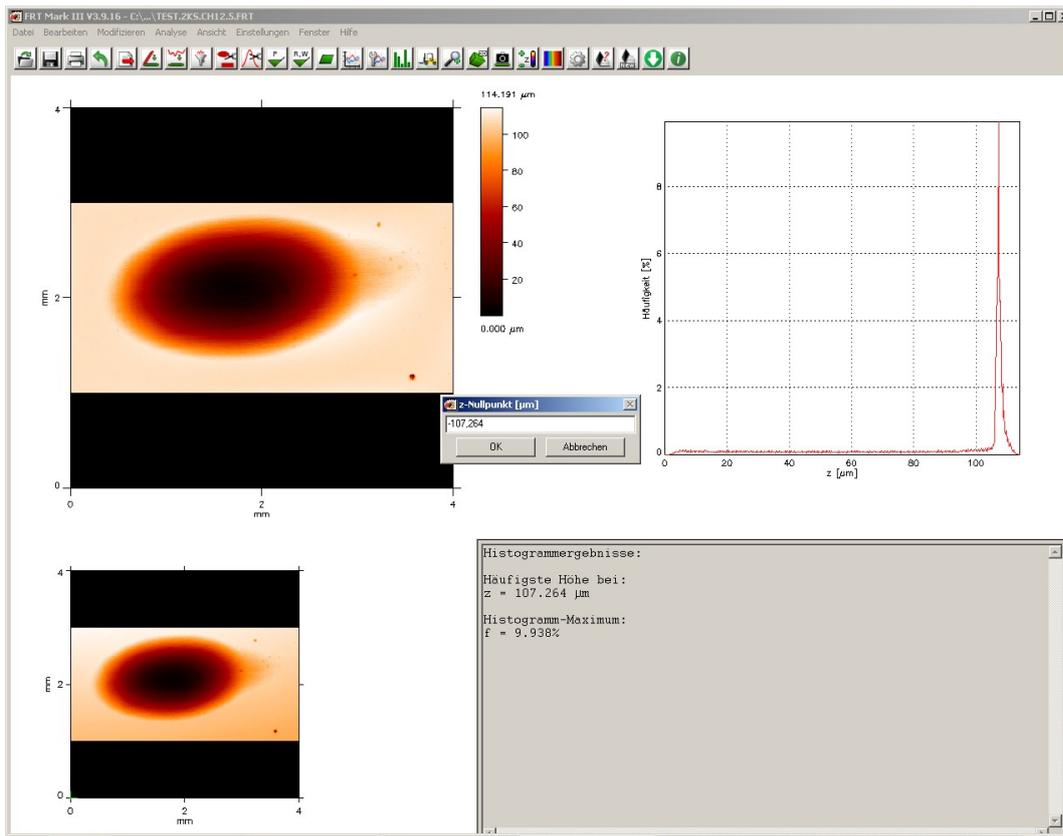
**Abb. A3:** Per Maus konnte die Abrasionsspur markiert werden. Nach dem Erstellen einer geschlossenen Markierungsspur wurde die Fläche ausgeschnitten und wie in Abb. A4 dargestellt.



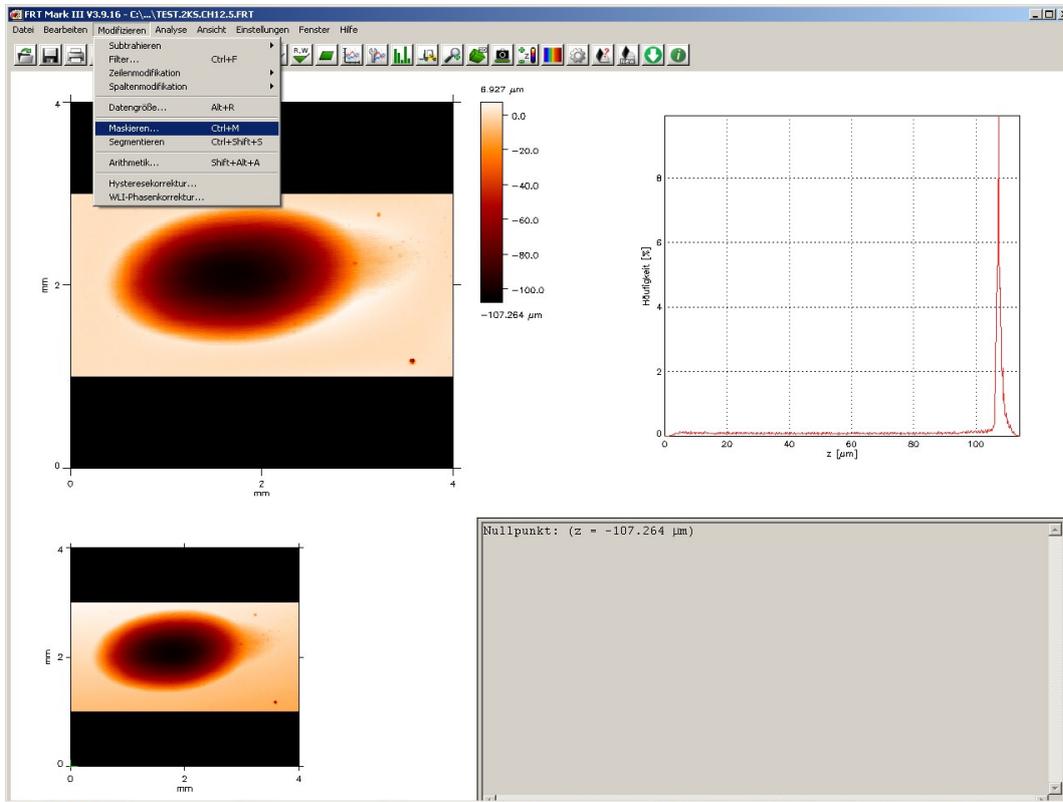
**Abb. A4:** Nun konnte in x- und y-Richtung ein Polynom 4. Ordnung subtrahiert werden. Der Außenbereich wurde somit auf eine Ebene gelegt.



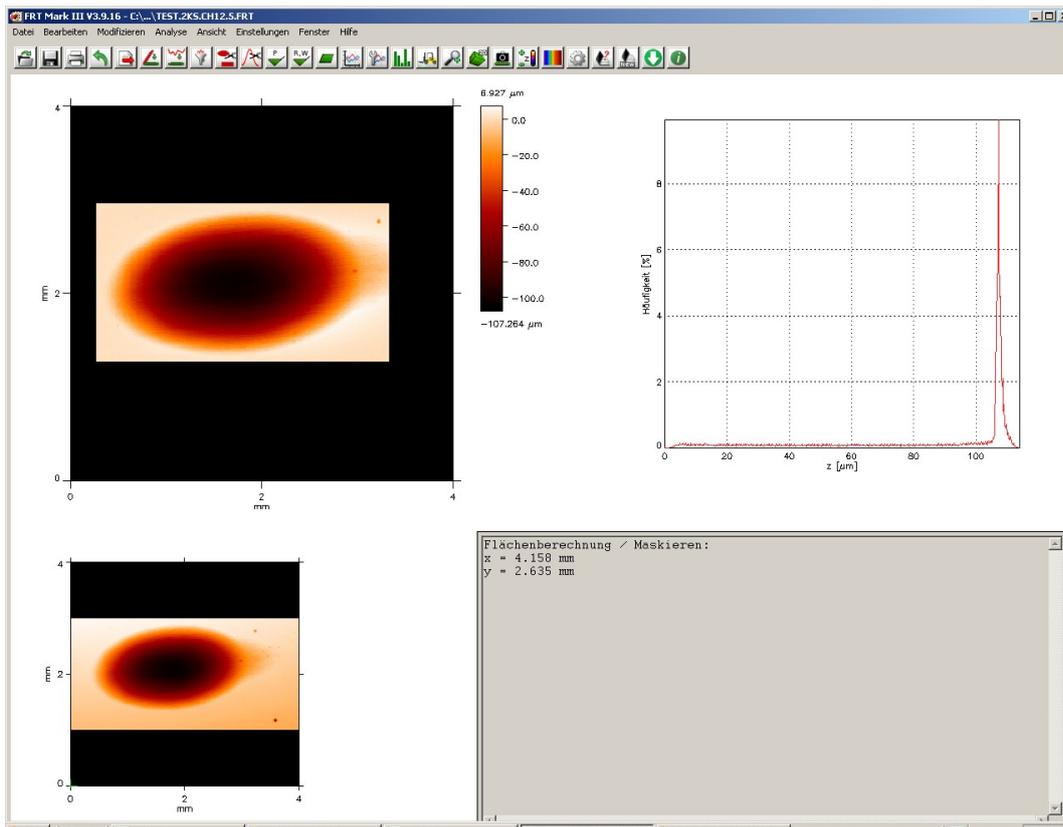
**Abb. A5:** Unter „Analyse/Berechnen/Histogramm“ konnte ein Histogramm zur Ermittlung der Höhenverteilung erstellt werden.



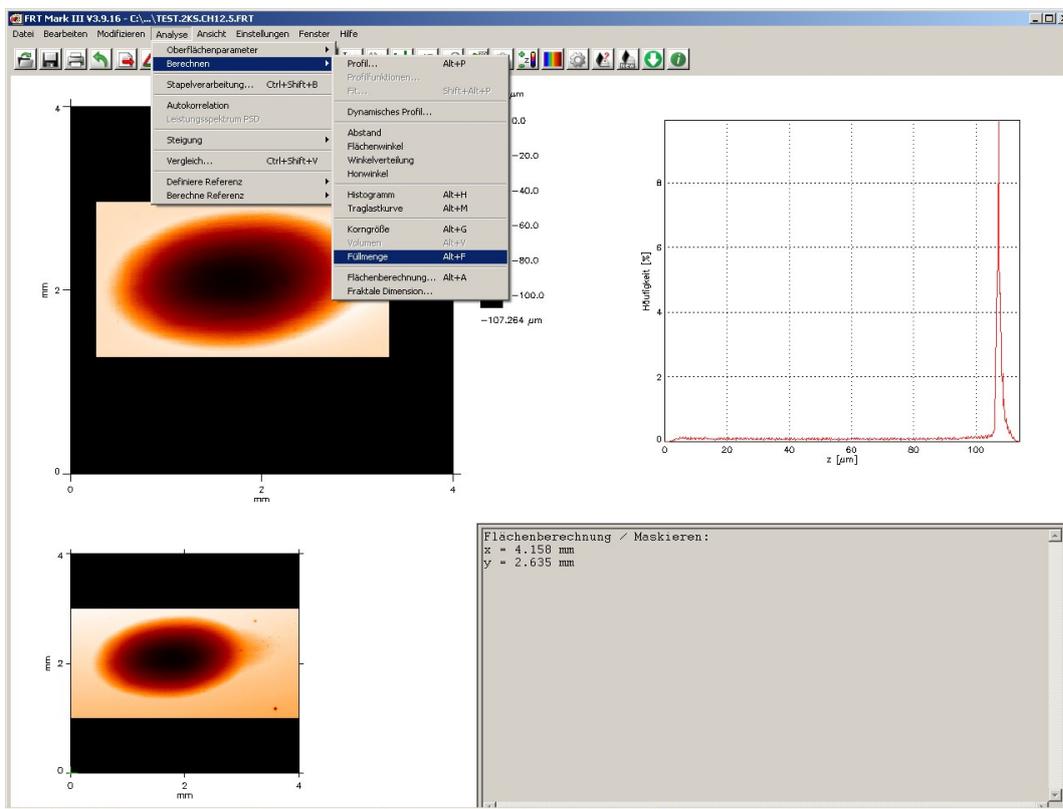
**Abb. A6:** Erstelltes Histogramm mit ermitteltem z-Wert. Durch Einfügen dieses negativen Werts konnte unter „Einstellungen/Nullpunkt“ eine neue Skalierung vorgenommen werden und die Bezugsebene wurde somit auf  $z=0$  gesetzt.



**Abb. A7:** Das Isolieren der relevanten Bereiche wurde unter „Modifizieren/Maskieren“ vorgenommen. Außenliegende Bildbereiche wurden nicht mehr angezeigt, wodurch erreicht wurde, dass Artefakte wie etwa Blasen (Abb. A7 rechts unten) die Analyse nicht beeinflussen.



**Abb. A8:** Irrelevante Bereiche wurden verworfen, die Blase im rechten unteren Bildabschnitt wird nicht mehr angezeigt.



**Abb. A9:** Unter "Analyse/Berechnen/Füllmenge" konnte nach festlegen eines Schwellenwertes das Abrasionsvolumen berechnet werden. Der Wert hatte stets ein negatives Vorzeichen, da das Volumen unterhalb des Schwellenwertes ermittelt wurde.

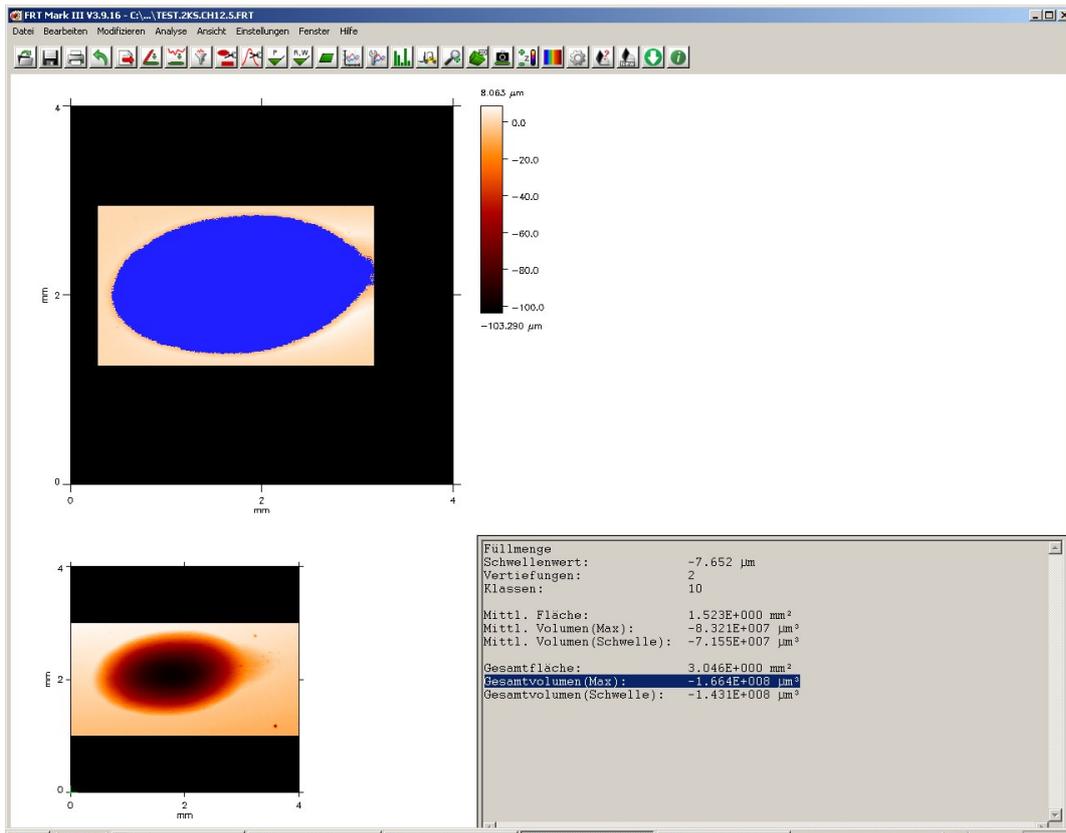


Abb. A10: Die berechnete Füllmenge ist unter „Gesamtvolumen (Max)“ abzulesen.

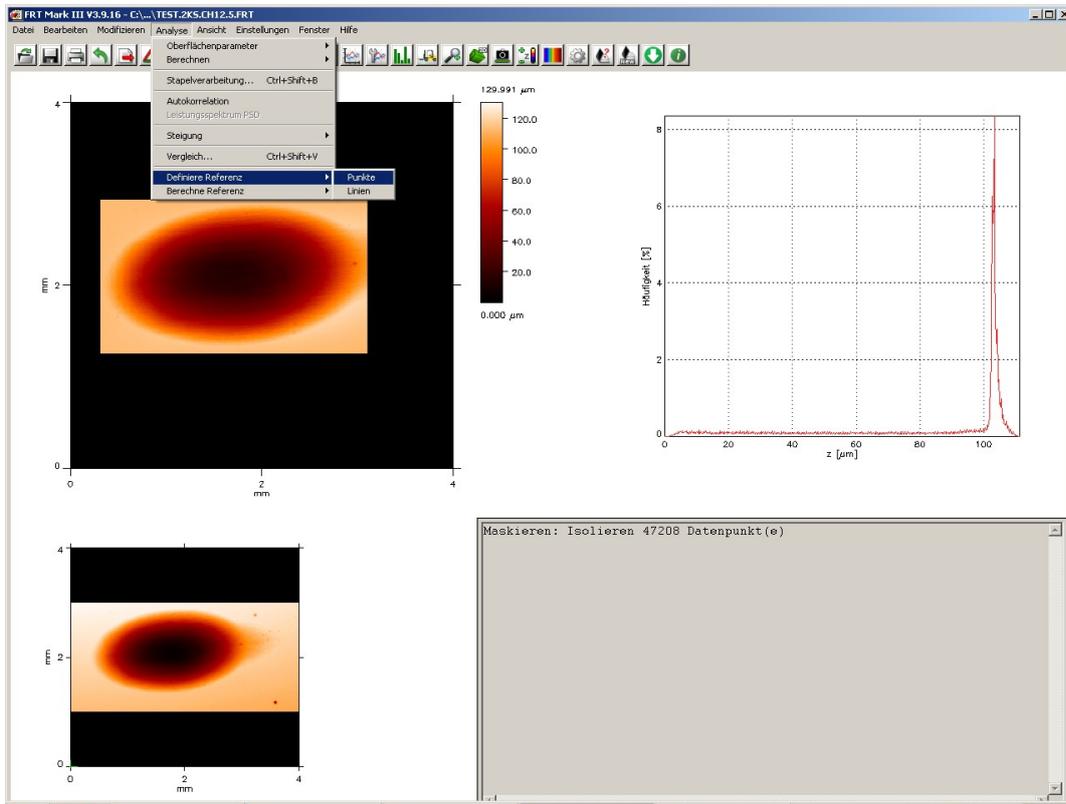
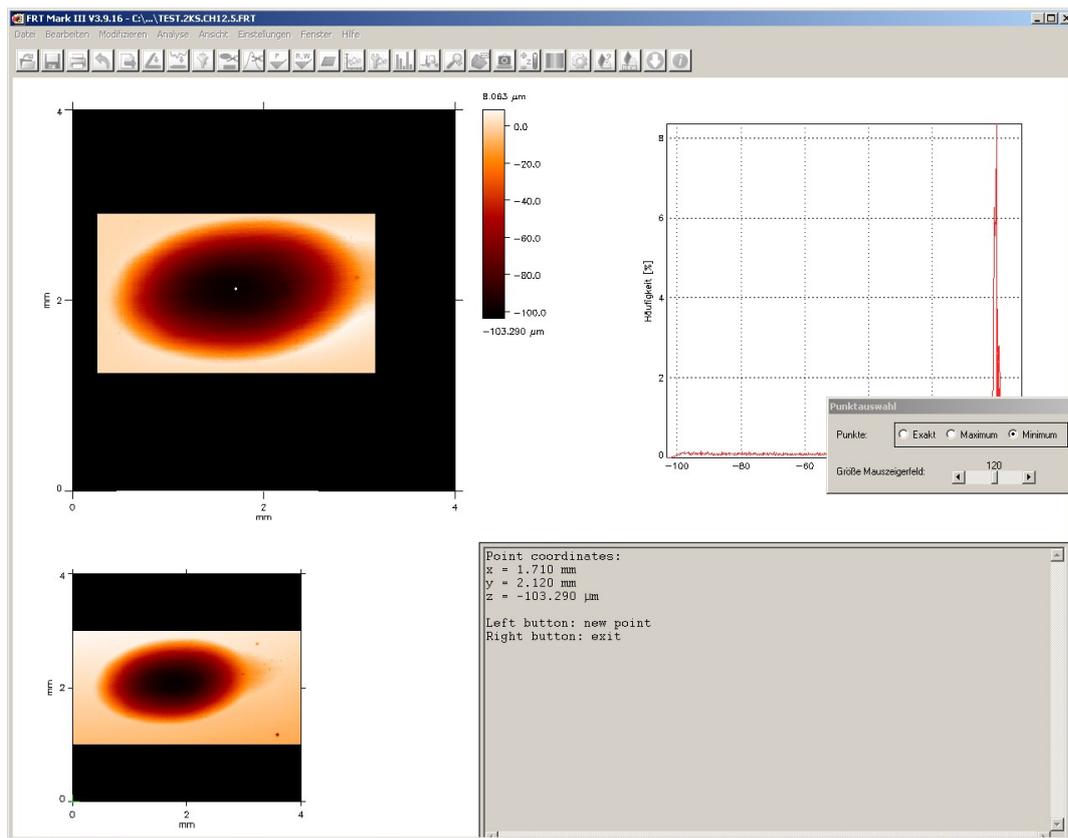


Abb. A11: Die unter Abb. A1 bis A8 beschriebenen Schritte wurden für die Berechnung des tiefsten Punktes ebenfalls vorgenommen und anschließend unter "Analyse/Def.Referenz/Punkte" der tiefste Punkt bestimmt.



**Abb. A12:** Mittels linker Maustaste wurde ein Messfeld auf der Abrasionsspur festgelegt und der tiefste Punkt bestimmt.