Aus der

Universitätsklinik für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde Tübingen

Abteilung Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik und Propädeutik

Untersuchungen zum Haftverbund zwischen provisorischen Befestigungsmaterialien und Polymeren für konventionell, subtraktiv und additiv gefertigte provisorische Kronen und Brücken

Inaugural-Dissertation zur Erlangung des Doktorgrades der Zahnheilkunde

der Medizinischen Fakultät der Eberhard Karls Universität zu Tübingen

vorgelegt von

Gräfenkämper, Stefan

Dekan: Professor Dr. B. Pichler

- 1. Berichterstatter: Privatdozent Dr. F. Hüttig
- 2. Berichterstatter: Professor Dr. B. Koos

Tag der Disputation: 26.07.2021

In Liebe und Dankbarkeit meinen Eltern gewidmet

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis

lr	Inhaltsverzeichnis4				
A	bkürz	ung	sverzeichnis	7	
1	Ein	Einleitung			
	1.1	Her	rstellung von Provisorien	9	
	1.1.	1	Konventionelle Provisorien (Chairside)	9	
1.1.2		2	Subtraktiv gefertigte Provisorien (gefräst)	10	
1.1.3		3	Additiv gefertigte Provisorien (3D Druck)	11	
	1.2	Bef	estigung von Provisorien	12	
	1.2.	1	Befestigungsmaterialien und deren Zweck	12	
	1.2.	2	Anforderung an das Provisorium zur Befestigung	12	
	1.3	Klir	nische Einordnung	13	
	1.4	Zie	I und Forschungsfragen	17	
	1.5	Нур	pothesen	18	
2 Material und Methoden			19		
	2.1	Prü	ıfkörperherstellung	19	
	2.1.	1	Additiv gefertigte Prüfkörper (Material: Harz)	19	
	2.1.	2	Subtraktiv gefertigte Prüfkörper (Material: PMMA)	23	
	2.1.	3	Konventionell gefertigte Prüfkörper (Material: BIS-Acrylat-Composite)	26	
	2.2	Ob	erflächenbearbeitung	30	
	2.3	Her	rstellung einer "Zementierungshilfe"	31	
	2.4	Ver	suchsablauf- und Versuchsvorbereitung	33	
	2.4.	1	Voruntersuchung zum verfügten Prüfkörper	36	
	2.5	Ver	fügen der Prüfkörper mit Befestigungsmaterialstempeln	38	
	2.6	Sch	nerfestigkeitsprüfung	39	
	2.7	Тор	oographie der Prüfkörper	42	
2.7.1 Quantifizierende		1	Quantifizierende Oberflächenanalyse	42	
	2.7.	2	Qualifizierende Oberflächenanalyse	42	
	2.8	Aus	swertung	43	

Inhaltsverzeichnis

	2.8	.1	Statistische Methoden	43
	2.8	.2	Vergleich der Verteilungen von Messwerten	44
3	Erg	gebn	isse	.45
3	3.1	Sch	erfestigkeitsversuch ohne Thermocycling	.45
	3.2	Sch	erfestigkeitsversuch mit Thermocycling	.48
	3.3	Ver	gleich der Scherfestigkeit mit und ohne Thermocycling	.50
3	3.4	Sch 51	erfestigkeitsversuch mit unbearbeiteten Oberflächen bei CAD/CA	۱M.
	3.4	.1	Scherfestigkeitsversuch ohne Thermocycling	51
	3.4	.2	Scherfestigkeitsversuch mit Thermocycling	55
	3.4	.3	Vergleich der Scherfestigkeit mit und ohne Thermocycling der Gruppen	mit
	unb	earbe	iteter Oberfläche	57
3	3.5	Ana	alyse des Bruchmodus	.59
	3.6	Obe	erflächenanalyse mittels Perthometer	.64
	3.6	.1	Oberflächenanalyse Hauptgruppe "additiv"	65
	3.6	.2	Oberflächenanalyse Hauptgruppe "additiv_ub"	68
	3.6	.3	Oberflächenanalyse der Hauptgruppe "subtraktiv"	71
	3.6	.4	Oberflächenanalyse der Hauptgruppe "subtraktiv_ub"	74
	3.6	.5	Oberflächenanalyse der Hauptgruppe "konventionell"	77
	3.6	.6	Vergleich der Oberflächenanalysen im Perthometer aller Hauptgruppen	80
	3.6	.7	Ra-Werte	80
	3.6	.8	Wa-Werte	81
	3.6	.9	Wt-Werte	82
	3.6	.10	Zusammenfassung Ra-, Wa- und Wt-Werte	83
3	3.7	Obe	erflächenanalyse mittels REM	.84
	3.7	.1	Hundertfache Vergrößerung	84
	3.7	.2	Tausendfache Vergrößerung	87
	3.7	.3	Ergänzende Vergrößerungen 250x und 500x für die Hauptgruppe "additiv"	91
4	Dis	skus	sion	.93
2	1.1	Ein	ordnung der Untersuchung in die Literatur	.93
2	1.2	Met	hodenkritik	.98
	4.2	.1	Vorabüberlegungen zum Versuchsaufbau/ -durchführung	98
	4.2	.2	Materialauswahl der Hauptgruppen	98

Inhaltsverzeichnis

	4.2.3	Materialauswahl der provisorischen Befestigungsmaterialien (Untergrup	pen).100	
	4.2.4	Einteilung der Hauptgruppen	101	
	4.2.5	Einfluss der Prüfkörperbearbeitung bei den laborseitigen Fertigungsverf	ahren102	
	4.2.6	Einteilung der Prüfkörper zu den Untergruppen	103	
	4.2.7	Verfügen der Prüfkörper mit einem Befestigungsmaterialstempel	103	
	4.2.8	Erfassung der Fügefläche des Befestigungsmaterials	105	
	4.2.9	Lagerung der Prüfkörper vor der Versuchsdurchführung	105	
	4.2.10	Scherfestigkeitsversuch ohne/mit Thermocycling	106	
	4.2.11	Bruchmodianalyse	106	
	4.2.12	Quantifizierende und qualifizierende Oberflächenanalysen	107	
4	.3 Inte	erpretation der Ergebnisse	109	
	4.3.1	Scherfestigkeit der Befestigungsmaterialien	109	
	4.3.2	Diskussion der Bruchmodi	111	
	4.3.3	Diskussion der Oberflächenanalyse	113	
Quantifizierende Oberflächenanalyse				
	Qualifizierende Oberflächenanalyse		114	
	Zusamme	enfassende Betrachtung von Oberfläche und Scherfestigkeit	115	
4	.4 Dis	kussion der Befestigungsmaterialien	118	
4	.5 Dis	kussion der Herstellungsverfahren	121	
	4.5.1	Konventionell hergestellte Provisorien	121	
	4.5.2	Subtraktiv hergestellte Provisorien	121	
	4.5.3	Additiv hergestellte Provisorien	121	
4	.6 Faz	zit	123	
	4.6.1	Fazit zu den Fertigungstechniken	123	
	4.6.2	Fazit zu den Befestigungsmaterialien	124	
	4.6.3	Fazit zu den Hypothesen	124	
5	Zusam	menfassung	126	
6	Literatu	urverzeichnis	128	
7	Erklärung zum Eigenanteil132			
8	Dankaagung (13)			
9	Anhang	g	134	

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis

ANOVA	Analysis of variance (Varianzanalyse)
CAD	computer-aided design
CAM	computer-aided manufacturing
DLP	digital light processing
FDM	Fused Deposition Modeling
PLA	Polylactide
PMMA	Polymethylmethacrylat
REM	Rasterelektronenmikroskop
SLA	Stereolitographie
STL	Standard Triangulation Language

1 Einleitung

In der zahnmedizinischen Praxis die durch Präparation muss verlorengegangene Zahnhartsubstanz der Zähne zur Aufnahme einer prothetischen Restauration ersetzt und die verbliebene Zahnhartsubstanz sowie die Pulpa vor physikalischen, chemischen und physiko-chemischen Noxen geschützt werden. Des Weiteren muss die klinische Situation stabilisiert werden um eine Wanderung, Kippung oder Elongation der Zähne zu vermeiden [1]. Der Standard auf diesem Gebiet ist das Versorgen der "beschliffenen" Zahnstümpfe mit provisorischen Kronen und Brücken. Befestigt werden diese provisorischen Restaurationen mit temporären Befestigungsmaterialien auf Zinkoxid-basis (Temp-Bond, Temp-Bond NE; Europa: KerrHawe SA, Bioggio, Schweiz) oder Acrylat-basis (Temp-Bond clear; Europa: KerrHawe SA, Bioggio, Schweiz; tempolink® clear; DETAX GmbH & Co. KG, Ettlingen, Deutschland). Provisorische Befestigungsmaterialien füllen den Hohlraum zwischen dem Zahnstumpf und dem Provisorium (Fügespalt). Dadurch erfüllen sie den Zweck das Provisorium auf dem Zahnstumpf zu fixieren und den Spalt am Übergang zwischen Zahnstumpf und Provisorium (Randspalt) zu versiegeln. Es soll verhindert werden, dass sich das Provisorium bei der täglichen Mastikation löst. Ebenso soll der Spalt zwischen Zahnstumpf und Provisorium möglichst dicht sein, um zu verhindern, dass eine Nische für Speisereste entsteht, die sich der Selbstreinigung durch die Mundschleimhaut und häuslichen Reinigung des Patienten entzieht und so die Wahrscheinlichkeit für eine sog. Sekundärkaries am Provisorienrand zunimmt [2, 3]. Die Tragedauer von Provisorien ergibt sich grundsätzlich aus der Zeit die benötigt wird, um das individuelle Medizinprodukt (Zahnersatz) für den Patienten zahntechnisch anzufertigen. Daher erstreckt sich diese in der Regel über eine Zeit von wenigen Tagen (kleine Restaurationen) bis hin zu mehreren Wochen (komplexe, kombinierte Restaurationen) [4]. Zum Zwecke exspektativer Diagnostik fordert die Gebührenordnung für Zahnärzte (GOZ, Stand November 2020) in den Ziffern 7080 und 7090 eine Tragezeit von mindestens drei Monaten.

Für Provisorien ist es also wichtig, dass sie eine "gute Passung" haben, die gewährleistet, dass sie sich nicht unintentionell lösen und der Randspalt keine Auswaschung des Befestigungsmaterials begünstigt da dies eine Nische für Plaque darstellt. Konkret darf der Randspalt 150 Mikrometer nicht überschreiten [5].

Die vorliegende Arbeit setzt ihren Fokus auf den Haftverbund zwischen dem Provisorium und dem provisorischen Befestigungsmaterial. Es soll untersucht werden ob die Fertigungstechniken für Provisorien in Kombination mit temporären Befestigungsmaterialien einen Einfluss auf das Ablösen eines Provisoriums vom Zahnstumpf haben.

Festsitzende Provisorien für die Überbrückung einer prothetischen Behandlung können heute auf drei Wegen hergestellt werden.

1.1 Herstellung von Provisorien

1.1.1 Konventionelle Provisorien (Chairside)

Konventionell werden vom Zahnarzt, mit Hilfe eines vorgefertigten Formteils (z.B. Vorabformung mit Polyvinylsiloxan oder Tiefziehfolie aus Polyethylen) aus Autopolymerisaten, manuell Kronen und Brücken hergestellt und mit rotierenden Instrumenten "just in time" (chairside) bearbeitet durch Formgebung und Aufpassung mittels fräsen und polieren.

Als Materialien dienen im deutschen Markt vornehmlich Bisphenol-Acrylat-Composites (z.B. Protemp 4, 3M Deutschland GmbH, Neuss, Deutschland), Methacrylate (z.B. Structur premium, VOCO, Cuxhaven, Deutschland) oder Polymethylmethacrylate (kurz: PMMA) (z.B. Dentalon plus, Kulzer GmbH, Hanau, Deutschland) [1]. All diese Materialien sind in einer exothermen Polymerisation selbsthärtend (Autopolymerisate) [2, 3].

Zu den Vorteilen konventionell hergestellter Provisorien zählt, dass sie kostengünstig, zeitsparend und reparierbar sind. Die Nachteile sind

insbesondere in der Passgenauigkeit zu sehen: Durch die Polymerisationsschrumpfung von Autopolymerisaten, müssen diese vom Zahnarzt luminal ausgeschliffen und somit auf den Zahnstumpf aufgepasst werden um den Fügespalt für den provisorischen Zement zu schaffen [6]. Da dies "frei Hand" geschieht, resultiert daraus eine ungleichmäßige Passung zum Zahnstumpf sowie ein größerer Randspalt im Vergleich zu subtraktiven oder additiv gefertigten Provisorien [7-9].

1.1.2 Subtraktiv gefertigte Provisorien (gefräst)

Im Vergleich zum konventionellen "Chairside" Verfahren, wird bei der CAD/CAM-Technik in zwei digitalen Prozessen gearbeitet. Den ersten Prozess stellt das computer-aided design (CAD) dar. Der Kiefer des Patienten muss über einen Intraoralscan oder Scan eines konventionellen Gipsmodells auf Basis einer Abformung der beschliffenen Zahnstumpf-Situation digitalisiert werden. Im Anschluss kann am PC das Werkstück designt werden. Im zweiten Prozess erfolgt das computer-aided manufacturing (CAM). Das digital designte Werkstück (Provisorienkörper) wird in diesem Schritt mit einer maschinengeführten Fräse aus bereits auspolymerisierten, industriellen Kunststoff-Ronden in die designte Form gefräst (subtraktiv gefertigt).

Am Markt sind hierfür Produkte aus folgenden Materialklassen verfügbar: Es gibt Ronden aus ungefülltem PMMA (Shaded PMMA Disc, Dentsply Sirona/DeguDent GmbH, Hanau-Wolfgang, Deutschland), mikrogefülltem Acrylatpolymer (VITA CAD-Temp® monoColor, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Deutschland) und Polycarbonat (Tizian Blank Polycarbonat, Schütz Dental GmbH, Rosbach, Deutschland).

Die Vorteile subtraktiv gefertigter Provisorien gegenüber konventionell hergestellten Provisorien sind die Gewährung der vordefinierten Passung und Biegefestigkeit [9-11]. Ein luminales Ausschleifen, dass zu größeren Randspalten führt ist damit grundsätzlich auszuschließen. Sie zeigen auch eine höhere Materialhomogenität und weniger Risse [10]. Auch sie sind – je nach Materialklasse - reparierbar. Als nachteilig muss die teure Infrastruktur

(Intraoralscanner/Modellscanner und eine Fräse), sowie die zusätzlichen Fertigungsschritte (Digitalisierung und Design) sowie die dafür benötigte Zeit (mehrere Stunden statt Minuten) bis zur Fertigstellung angesehen werden.

1.1.3 Additiv gefertigte Provisorien (3D Druck)

Auch beim 3D-Druck erfolgt für die Fertigung eine Digitalisierung des Patientenkiefers oder des konventionellen Gipsmodells, sowie das Design des Werkstücks am PC. Bei den Fertigungstechniken sind derzeit besonders die SLA (Stereolitographie) und DLP (digital light processing) Technologien zu nennen [12-14]. Hier werden die Werkstücke aus lichthärtenden flüssigen Kunststoffen in Schichten aufgebaut und licht-polymerisiert (additiv gefertigt). Unter dem Aspekt, dass besonders bei der konventionellen Herstellung selbsthärtende Provisorienmaterialien in einer exothermen Polymerisationsreaktion aushärten und im unvernetzten Zustand zytotoxisch sind [15], stellen auch diese "industriellen" additiven Fertigungsverfahren eine Alternative dar. Provisorien, die additiv gefertigt werden, sind zum Zeitpunkt der Recherche in-vitro wie auch in-vivo noch wenig untersucht [16-18].

Am Markt verfügbare und CE-zertifizierte, lichthärtende Kunststoffe für die additive Fertigung sind unter anderem FREEPRINT® temp (DETAX GmbH & Co. KG, Ettlingen, Deutschland) und NextDent C&B MFH (NextDent B.V., Soesterberg, Niederlande).

Die Vor- und Nachteile der additiven Fertigungstechnik sind denen der subtraktiven sehr ähnlich. Sie zeigen durch die Fertigungsgenauigkeit einen geringeren Randspalt als subtraktiv gefertigte Provisorien [8]. Ein luminales Ausschleifen, ist auch bei dieser Fertigungstechnik grundsätzlich auszuschließen Gleichsam stellen sie einen größeren Anspruch an den Fertigungsprozess um Ungenauigkeiten, einen Verzug des Werkstücks oder reduzierte mechanische Eigenschaften zu vermeiden [14, 19, 20].

1.2 Befestigung von Provisorien

1.2.1 Befestigungsmaterialien und deren Zweck

Provisorische Befestigungsmaterialien in Abgrenzung definitiven von Befestigungsmaterialien (konventionelles Zementieren z.B. mit Harvard Cement oder adhäsives Befestigen), sollten den Hohlraum zwischen Zahnstumpf und dem Provisorium verschließen um dem Provisorium einen retentiven Halt zu geben, der jedoch intentionell gelöst werden kann, ohne Schaden an den biologischen Strukturen (Zahnhartsubstanz) zu verursachen. Gleichsam soll der Randspalt für die Dauer weniger Wochen "versiegelt" werden, um die Gefahr der Sekundärkaries am Kronenrand zu reduzieren. Im Weiteren sind provisorische Befestigungsmaterialien häufig so kompositioniert, dass ihre Inhaltsstoffe calmierend auf die weichgewebigen Fortsätze der Zahnpulpa im Dentin (Tubuli) wirken. Dazu wird bei klassischen Zementen Eugenol (Nelkenöl) zugesetzt, welches gleichwohl einen "Weichmacher" für jegliche polymerisierte Acrylate darstellt. Es wird kontrovers diskutiert wird, ob Eugenol einen Einfluss auf den späteren adhäsiven Haftverbund zwischen dem Zahn und dem adhäsiven Befestigungsmaterial hat. So gibt es Studien, die einen negativen Einfluss nachweisen [21-24], und Studien die keinen Zusammenhang herstellen können [25-29]. Arora et al. zeigten, dass eugenolhaltige provisorischen Zemente zum Auswaschen und zum erhöhten Mikroleakage neigen [30].

1.2.2 Anforderung an das Provisorium zur Befestigung

Ein Provisorium sollte mit einer leichten Eigenretention auf dem Zahnstumpf halten. Es muss somit dem Zahnstumpf möglichst gut anliegen, gleichzeitig aber auch noch Platz für den Zement lassen (Fügespalt). Am Präparationsrand sollte das Provisorium nach Möglichkeit spaltfrei anliegen (<150 µm) [5]. Dies ist in der Praxis aber nicht oder nur durch Zufall zu erreichen (s. oben). Bei Verarbeitung gem. Herstellerangaben bleiben alle Fertigungstechniken unter dieser Grenze: So zeigten sich für die konventionelle Fertigungstechnik realisierbare Randspalte von ca. 63 Mikrometern und für subtraktiv gefertigte

von ca. 34 Mikrometer [11]. Bei additiv gefertigten Provisorien sollte der Zementspalt allerdings nicht unter 90 Mikrometer liegen, da es sonst zu Interferenzen in der Passung des gesamten Werkstücks kommen kann [31].

1.3 Klinische Einordnung

Konventionell hergestellte Provisorien werden seit Jahrzehnten verwendet und sind klinisch erprobt. Dahingegen fällt im Vergleich der Fertigungsverfahren auf, dass additiv gefertigte Provisorien einen erhöhten Anspruch im Herstellungsprozess haben und bisher keine breiten klinischen Erfahrungen vorliegen. Auch ist bei der Herstellung additiv gefertigter Werkstücke auf deren "korrekte" Ausrichtung im 3D-Drucker zu achten, um dimensionsgetreu materialisiert zu werden [19]. Dies schließt auch reproduziert/ die Nachbearbeitung (Postprocessing) nach dem Druck ein, um die notwendige Material- und Werkstoffgüte bezüglich der Dimensionstreue, der mechanischen Eigenschaften und der Oberflächengüte zu erhalten [14].

Shembish et al. konnten zeigen, dass monolithische, subtraktiv-gefertigte Composite-Kronen Ermüdungstests standhalten und lediglich superfizielle Abnutzungen und Schäden aufwiesen. Sie hielten im Mittel einer Bruchlast von 3.271 ± 143 N stand. Die subtraktiv gefertigten Composite-Kronen hielten eine zwei bis dreimal größere Last aus als subtraktiv gefertigte glaskeramischen Kronen (Mittelwert Bruchlast: 1.465 ± 222 N). Ebenso konnten Hüttig et al. zeigen, dass sich, mit RelyX (3M Deutschland GmbH, Neuss, Deutschland) adhäsiv befestigte, gefräste Provisorien auf PMMA-Basis als Langzeitprovisorien für mindestens ein Jahr klinisch eignen [32].

Zimmermann et al. untersuchten dreigliedrige Brücken, die CAD/CAM additiv und subtraktiv gefertigt wurden. Sie verglichen 3D-gedruckte und gefräste Composite-Restaurationen (gefräst: kreuzvernetztes Methacrylat und PMMA; 3D-gedruckt: glasinfiltriertes Methacrylat) mit gefrästen keramischen Restaurationen (Oxid- und Glaskeramiken). Die gefrästen Composite-Restaurationen hielten im Mittel einer Bruchlast von 1.221,3 N (PMMA) bis 1.494,8 Ν (kreuzvernetztes Methacrylat) stand. Die keramischen

Restaurationen hielten einer Bruchlast von 1.094,6 N (Glaskeramik) bis 2.099,5 N (Oxidkeramik) stand. In der Analyse zeigten sich statistisch signifikante Unterschiede der Bruchlast zwischen den Materialien. Die Restaurationen aus PMMA hielten einer höheren Bruchlast stand, als die aus Glaskeramik. Die Oxidkeramik hatte die höchsten Bruchlastwerte, die 3D-gedruckten Restaurationen zeigten im Mittel eine Bruchlast von 928,9 N und damit die signifikant niedrigsten Werte. In einer zweiten statistisch Bruchlast Untersuchung konnten Zimmermann et al. zeigen, dass gefräste Compositekronen mit mittleren Bruchlastwerten von 654,5 N bis 858,3 N Glasund Hybridkeramik-Kronen (636,1 N - 729,1 N) gleichwertig sind. Im Ermüdungstest, bei Schichtstärken von 0,5 mm, versagten alle keramischen Kronen, die Compositekronen überlebten. Compositekronen aus dem subtraktiven Verfahren scheinen somit eine Alternative zu den keramischen Versorgungen zu sein, wohingegen das additive Verfahren noch nicht ebenbürtig ist [33, 34]. Allerdings konnten Park et al. zeigen, dass 3D gedruckte (DLP) Provisorien in Bezug auf die Abrasion bei Antagonisten aus Metall oder Zirkoniumdioxid keinen Nachteil gegenüber subtraktiv oder konventionell gefertigten haben [13]. Jong-Ju et al. zeigten, dass additiv (SLA und DLP) und subtraktiv gefertigte Provisorien den konventionell hergestellten Provisorien in Bezug auf den Verschleiß im Kausimulator überlegen sind [10] – also widerstandsfähiger gegen Abnutzung.

Alle Fertigungsverfahren haben dasselbe Ziel: Die provisorischen Kronen und Brücken sollen die beschliffene Zahnhartsubstanz vollständig erfassen, abdecken und möglichst form- und abrasionsstabil sein. In Bezug auf das vollständige Erfassen und Abdecken der Zahnhartsubstanz und der Präparationsgrenze scheinen additiv und subtraktiv gefertigte Provisorien den konventionell gefertigten überlegen [7, 9, 35].

Über diese Punkte hinaus muss ein Provisorium den Druck- und Zugbelastungen der Mastikation standhalten um weder zu zerbrechen, noch sich unter diesen Einflüssen vom beschliffenen Zahnstumpf zu lösen. Der letztere Punkt wird unter anderem durch das Verwenden provisorischer

Befestigungsmaterialien (z.B. Temp Bond, Temp Bond NE und Temp Bond Clear jeweils Europa: KerrHawe SA, Bioggio, Schweiz) vermieden. Provisorische Befestigungsmaterialien sichern das Provisorium vor dem unintentionellen Lösen vom Zahnstumpf während der täglichen Lasteinleitungen (Kauen von Speisen, Leermastikation, Knirschen, Pressen). Sie ermöglichen aber dem Zahnarzt das zerstörungsfreie Lösen des Provisoriums vom Zahn, um weitere Behandlungsschritte durchführen zu können [36].

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass derzeit die Kombination aus Provisorienmaterial und provisorischem Zement das Ziel verfolgt, eine wirtschaftliche, ästhetische und für die Behandlungskette funktionale provisorische Versorgung des Patienten zu ermöglichen. Diese aber nur gewährleistet werden kann, wenn die Fertigungstechniken in ihren Stärken und Schwächen bewertet sowie der Einfluss des temporären Befestigungsmaterials berücksichtigt wird.

Klinisch treten Material- bzw. anwendungsbedingt bei provisorischen Versorgungen technische sowie biologische Komplikationen auf. Hierzu zählen u.a.:

- Bruch des Provisoriums
- Unerwünschtes Lösen der Restauration (Dezementierung)
- Verfärbung
- Sekundärkaries am Restaurationsrand
- Entzündliche Reaktion der Mundschleimhaut
- Entzündliche Reaktion des Endodonts (Pulpitiden)

Im Fokus dieser Arbeit soll das unintentionelle Lösen von Provisorien stehen.

Dies birgt neben einer dauerhaften Schmerzsensation für den Patienten auch noch die Gefahr einer Sekundärkaries am Restaurationsrand wie auch größerer, dadurch ungeschützter, Dentinanteile.

Die Literaturrecherche zeigt, dass in jüngerer Vergangenheit neue Fertigungstechniken (subtraktiv und additiv) mit dem Fokus auf die Kronenrandpassung, Innenpassung, Veränderung der Kronenrandpassung nach Thermocycling und Kaubelastung sowie auf die Biegefestigkeit verglichen/ untersucht wurden. Die "neuen" Fertigungstechniken sind der konventionellen Herstellung von Provisorien bei diesen vor genannten Kriterien überlegen: Sie zeigen geringere Kronenrand- und homogenere Innenpassungen sowie eine reduzierte Tendenz zur Abnutzung [7, 9, 13, 35, 37]. Subtraktiv hergestellte Provisorien zeigen sich dabei in allen Studien den konventionellen Provisorien überlegen. Der 3D-Druck ist in Bezug auf die Bruchlast der subtraktiven und konventionellen Technik noch nicht ebenbürtig, für dentale Zwecke aber ausreichend [10, 14, 33].

Bisher ist vor allem der Haftverbund zwischen dem natürlichen Zahn oder Implantataufbau und provisorischen Zementen vielfältig untersucht worden [30, 36, 38-42].

Zum Haftverbund zwischen den provisorischen Befestigungsmaterialien und den Kunststoffoberflächen der Provisorien, gab es zum Zeitpunkt der Literaturrecherche nur Fundstellen, die Abzugsversuche provisorischer Kronen von Zahn- oder Modellstümpfen durchführten. Diese beurteilten zwar die Bruchmodi, lassen aber keine Aussage zum Verbund zwischen Zement/ Befestigungsmaterial und Kunststoff zu [43-47]. Ebenso fehlen wissenschaftliche Untersuchungen, die den Einfluss der verwendeten Kunststoffe und deren Oberflächentopographie im Zusammenhang mit der Haftkraft von Befestigungsmaterialien untersuchen. Diese "Lücke" soll mit der vorliegenden Arbeit geschlossen werden.

1.4 Ziel und Forschungsfragen

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist es durch in-vitro Untersuchungen herauszufinden, ob der Haftverbund klinisch breit eingesetzter, temporärer Befestigungsmaterialien zu Provisorienkunststoffen der verfügbaren Fertigungstechniken (konventionell, subtraktiv und additiv) vergleichbar (äquivalent) ist.

Die Arbeit folgt dafür den Forschungsfragen:

Besteht ein Unterschied im Haftverbund in Abhängigkeit der verwendeten Befestigungsmaterialien für die jeweilige Fertigungstechnik von Kunststoffprovisorien?

Besteht ein Unterschied im Haftverbund in Abhängigkeit der verwendeten Fertigungstechnik für Kunststoffprovisorien?

Hat die Oberflächenstruktur der Provisorienkunststoffe einen Einfluss auf den Haftverbund zu den Befestigungsmaterialien?

Welchen Einfluss hat eine thermische Wechsellast in Wasser auf den Haftverbund von Befestigungsmaterialien mit Provisorienkunststoffen aus den verfügbaren Fertigungsverfahren?

1.5 Hypothesen

Folgende Hypothesen werden für die vorliegende Arbeit aufgestellt:

- Nullhypothese: Es besteht kein statistischer Unterschied im Haftverbund der Befestigungsmaterialien ohne und mit thermischer Wechsellast auf den jeweiligen Provisorienkunststoffen unabhängig von deren Oberflächenbearbeitung.
- Nullhypothese: Die Thermische Wechsellast hat keinen Einfluss auf den Haftverbund eines Befestigungsmaterials zu einem Provisorienkunststoff unabhängig von dessen Oberflächenbearbeitung.
- Nullhypothese: Die Oberflächenbearbeitung eines Provisorienkunststoffes hat keinen Einfluss auf den Haftverbund eines Befestigungsmaterials ohne und mit thermischer Wechsellast.
- 4. Nullhypothese: Die Befestigungsmaterialien zeigen, unabhängig von den jeweiligen Provisorienkunststoffen, der Oberflächenbearbeitung und der thermischen Wechsellast, die gleichen Bruchmuster.

Ein relevanter Unterschied wird angenommen, wenn sich Scherfestigkeitswerte im Mittelwert um \pm 20% voneinander unterscheiden.

2.1 Prüfkörperherstellung

2.1.1 Additiv gefertigte Prüfkörper (Material: Harz)

Die Prüfkörper aus FREEPRINT temp (lichthärtendes Harz) stellten die Gruppe der 3D-gedruckten (additiv gefertigten) Prüfkörper dar. Abbildung 1 illustriert den Fertigungsprozess der Prüfkörper mittels SLA Druck.



Abbildung 1 – Fertigungsprozess Prüfkörper 3D Druck

Um ein dreidimensionales Objekt drucken zu können, musste es vorerst designt und in einen Druckauftrag überführt werden.

Das Design des Prüfkörpers erfolgte mit dem Programm Fusion 360 (Autodesk GmbH One Discovery Place, Hampshire, United Kingdom) nach den Vorgaben der DIN EN ISO 10477 für eine Scherfestigkeitsprüfung: Die Prüfkörper haben eine Länge von 20 mm, eine Breite von 10 mm und eine Dicke von 2 mm. Beim Speichern des designten Prüfkörpers wurde eine STL-Datei (Standard Triangulation Language) erzeugt. Dieses standardisierte Dateiformat ermöglichte die Weiterverarbeitung in Computerprogrammen, die z.B. mit 3D-Druckern und Fräsmaschinen kommunizieren und Druckaufträge erstellen können.

Zum Erstellen eines Druckauftrages für den verwendeten W2P Drucker (W2P Engineering GmbH, Wien, Österreich) wurde die Software Netfabb Standard (Autodesk GmbH One Discovery Place, Hampshire, United Kingdom) eingesetzt. Auf der Bauplattform des SLA-Druckes wurden 52 Prüfkörper so positioniert, dass sie mit ihrer längsten Seite auf der Bauplattform auflagen. Die Parameter zum Material und eine Schichtstärke von 50 μ m wurden eingestellt, der Druckauftrag erzeugt und auf den W2P Drucker übertragen.

Vor dem Druck wurde das Harz auf einem LC-3DMixer (NextDent B.V., Soesterberg, Netherlands) nach Herstellerangaben 60 Min. umgewälzt. Anschließend folgte das Umfüllen des Materials in die transparente Silikonschale des W2P Druckers. Die Bauplattform wurde eingesetzt und der W2P Drucker verschlossen. Im Menü des Druckers wurden die Schichtstärke von 50 µm sowie das verwendete Material bestätigt und im Anschluss der Auftrag mit dem Druckprogramm "FlexVat: Dental Gentle" ausgeführt. Insgesamt wurden 199 Schichten im SLA-Verfahren (Stereolitographie) gedruckt.

Nach Beendigung des Drucks wurde die Bauplattform mit den anhaftenden Prüfkörpern (Abbildung 2) entnommen und nachbearbeitet.



Abbildung 2 - Fünfzig additiv-gefertigte Prüfkörper auf der Bauplattform. Zu erkennen sind die gedruckten Prüfkörper, die mit ihrer Längsseite mit der Bauplattform verbunden sind. Der beim Druck entstandene "Überhang" muss mit einer Fräse entfernt werden.

Im ersten Schritt erfolgte das Verblasen der verbliebenen, nicht polymerisierten Harzreste mit Druckluft. Anschließend folgten zwei Isopropanolbäder (100%) unter Standardeinstellungen im Ultraschallbad (S30H Omnident Ultraschallbad, Elma – Hans Schmidbauer GmbH & Co. KG, Singen, Deutschland). Das erste Isopropanolbad dauerte 3 Minuten, das zweite 2 Minuten. Nach jedem Bad wurden die Harz- und Isopropanol-Reste mit Druckluft verblasen. Im Anschluss wurden die Prüfkörper von der Bauplattform abgelöst und in ein Lichtpolymerisationsgerät gegeben. Die Nachbelichtung erfolgte unter reiner Stickstoff-Atmosphäre mit 2000 Blitzen. Mit den Hartmetallfräsen der Typen

79Q 040 und 486GX 023 (Hager & Meisinger GmbH, Neuss, Deutschland) erfolgte abschließend die Entfernung der Überstände an der Kontaktstelle zur Bauplattform.

Insgesamt wurden 240 Prüfkörper hergestellt. Diese wurden zwei Hauptgruppen zugeteilt. Die erste Hauptgruppe ("additiv") sollte eine Oberflächenbearbeitung, beschrieben in Kapitel 2.2 (S. 30), erfahren. Die zweite Hauptgruppe ("additiv_ub") sollte eine native (unbearbeitete "ub") Oberfläche "direkt aus der Maschine" repräsentieren, da bei dieser Fertigungstechnik ein luminales Ausschleifen nicht nötig ist.

Mit einem Messschieber nach DIN 862 erfolgte die Kontrolle der geforderten Abmessungen nach DIN EN ISO 10477 (20 ± 1) mm x (10 ± 1) mm x ($2 \pm 0,5$) mm. Prüfkörper, die nicht innerhalb der Toleranz lagen, wurden verworfen. Die Lagerung erfolgte luftdicht verschlossen in lichtundurchlässigen Polyethylen-Beuteln (Flüssigprobenbeutel Whirl-Pak® schwarz, 532 ml, Best.-Nr. HT83.1, Carl Roth GmbH und Co. KG) bei Zimmertemperatur. 2.1.2 Subtraktiv gefertigte Prüfkörper (Material: PMMA)

Abbildung 3 stellt den Fertigungsprozess der gefrästen Prüfkörper dar.





Die STL-Datei der Prüfkörper (Größe: 20x10x2 mm) war bereits aus dem Herstellungsprozess der 3D-gedruckten Prüfkörper vorhanden (s. Seite 19). und wurde in die Software DentalCAM (Version: 7.07.00.P3; vhf camfacture AG, Ammerbuch, Deutschland) importiert. In der Software wurden die Parameter für die Disc (Shaded PMMA Disc A3,5; Dentsply Sirona/DeguDent GmbH, Hanau-Wolfgang, Deutschland) programmiert (Ø 98,5 mm, h = 12 mm) und die Prüfkörper auf dieser angeordnet. Die Supportstrukturen sind an den Kopfenden (kurze Seiten der Prüfkörper) vorgesehen worden, sodass 37 Prüfkörper auf einer Disc platziert werden konnten (s. Abbildung 4). Die Software DentalCAM (Version: 7.07.00.P3; vhf camfacture AG, Ammerbuch, Deutschland) steuert direkt die Fräsmaschine K5⁺ (vhf camfacture AG, Ammerbuch, Deutschland) an.



Abbildung 4 - PMMA Disc gefräst Zu erkennen ist eine der gefrästen PMMA Discs mit den 37 enthaltenen Prüfkörpern. Deutlich wird die Anordnung der Supportstrukturen. Der Prüfkörper am linken oberen Rand zeigt nochmals den Ansatz der Supportstrukturen.



Abbildung 5 - Gefräster PMMA Prüfkörper mit Supportstrukturen Zu erkennen ist ein Prüfkörper aus PMMA mit seinen Supportstrukturen an den kurzen Stirnseiten. Diese mussten mit einer Fräse manuell auf die Fläche der Stirnseiten reduziert werden.

Der Fräsvorgang dauerte auf der Qualitätsstufe "premium" pro Disc ca. 8 Stunden. Es wurden 8 Discs derselben LOT (# 72583) verwendet. Nach dem Fräsvorgang wurden die Discs aus der Fräsmaschine entnommen und die Prüfkörper herausgelöst. Die Supportstrukturen wurden anschließend mit einer Fräse (Kapitel 2.2 Oberflächenbearbeitung) entfernt.

Insgesamt wurden 240 Prüfkörper hergestellt und zwei Hauptgruppen zugeteilt. Die erste Hauptgruppe erfuhr ("subtraktiv") eine Oberflächenbearbeitung, beschrieben in Kapitel 2.2 (S. 30). Die zweite Hauptgruppe ("subtraktiv_ub") sollte eine native (unbearbeitete "ub") Oberfläche "direkt aus der Maschine" repräsentieren, da bei dieser Fertigungstechnik ein luminales Ausschleifen nicht nötig ist.

Abschließend wurden die Prüfkörper mit einem Messschieber nach DIN 862 auf die Abmessungen (20 ± 1) mm x (10 ± 1) mm x (2 ± 0.5) mm überprüft. Prüfkörper, die nicht innerhalb der Toleranz lagen, wurden verworfen. Die Lagerung erfolgte lichtgeschützt in transparenten Kunststoffschalen (pp-Feinkostbecher 250 ml; Pro-Pac Ostendorf Plastic Thermoformfolien und Verpackungen GmbH & Co. KG, Vechta, Deutschland) bei Zimmertemperatur.

2.1.3 Konventionell gefertigte Prüfkörper (Material: BIS-Acrylat-Composite)

Die Herstellung der konventionellen Prüfkörper erfolgte mit einem BIS-Acrylat-Composite (Protemp IV A3; 3M Deutschland GmbH, Neuss, Deutschland). Um die Prüfkörper mit den Abmessungen gem. DIN EN ISO 10477 (20x10x2 mm mit einer Toleranz von ± 1 mm) herzustellen, wurde mit Hilfe von zusätzlich 3Dgedruckten Prüfkörpern eine Form aus Polyvinylsiloxan (Aquasil Ultra Type 2 und Type 3 (Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Deutschland) und Laborsilikon (Blue eco lab putty; DETAX GmbH & Co. KG, Ettlingen, Deutschland) erstellt: Auf Polyethylen-Platte (Erkorit, ERKODENT, eine transparente Pfalzgrafenweilter, Deutschland) wurde eine Lage lichthärtendes Löffelmaterial für die Zahntechnik (Löffelmaterial, Omnident Dental-Handelsgesellschaft mbH, Rodgau, Deutschland) aufgebracht (s. Abbildung 6).



Abbildung 6 - Schichtung Erkorit, Löffelmaterial und Prüfkörper. Zu erkennen ist eine transparente Ertokrit-Scheibe. Auf dieser ist das Löffelmaterial (rosa) aufgelegt. Auf dem Löffelmaterial sind 15 Prüfkörper aus dem 3D-Druck platziert.

Auf diese Lage wurden fünfzehn 3D-gedruckte Prüfkörper drucklos aufgelegt.

Diese Zusammenstellung (Erkorit, Löffelmaterial,3D-gedruckte Prüfkörper) wurde in einem Lichthärtegerät (EyeVolution MAX, Dreve ProDiMed GmbH, Unna, Deutschland) für 5 Minuten belichtet, sodass das Löffelmaterial aushärtete. Zwischen Löffelmaterial und den Prüfkörpern bestand eine leichte "Haftwirkung". Die Zusammenstellung wurde in eine Wanne mit Passung für die im Durchmesser passende Grundform (Erkorit-Scheibe) gelegt.

Die Kunststoffwanne wurde mit einem Polyvinylsiloxan Aquasil Ultra in der Konsistenz "Typ 2" (light body) und vor Polymerisation unmittelbar mit "Typ 3" (medium body) aufgefüllt. Nachdem das Elastomer ausgehärtet war, wurde die Kunststoffwanne abgelöst. Übrig blieben die vollständig vom Elastomer umschlossenen Prüfkörper.



Abbildung 7 - Vorbereitung Hohlform; in Silikon eingebettete Prüfkörper. Zu erkennen ist das polymerisierte Polyvinylsiloxan Typ 2. Darin eingebettet liegen drei Prüfkörper. Es sind 6 Fächer zu erkennen, aus denen die Prüfkörper bereits herausgelöst wurden.

Lediglich an ihrer Auflagefläche zum Löffelmaterial waren sie noch frei. Diese freie Stelle wurde mit einem Laborsilikon gekontert. Der Konter übergriff die Basis aus Aquasil und verfügte über Einkerbungen zur eindeutigen Repositionierung. Nach der Aushärtung des Konters wurden für jeden

Prüfkörper zwei Kanäle (ein Zu- und ein Abflusskanal) mit Hilfe einer Hartmetallfräse des Typs 486GX 023 (Hager & Meisinger GmbH, Neuss, Deutschland) angebracht. Mit der konstruierten Hohlform konnten dann die Prüfkörper wie folgt hergestellt werden:



Abbildung 8 - Fertigungsprozess konventionelle Prüfkörper

Die PVS-Basis und der Konter wurden mit Kolophonium "Klebewachs" (Supradent-Wachs, Chemisches Dental-Labor Oppermann-Schwedler, Bonn, Deutschland) aneinander fixiert. Das Bis-Acrylat Composite wurde über die Zuflusskanäle in die Hohlform eingespritzt, bis ein Teil des Composites an den Abflusskanälen herausquoll. Die Überstände an den Kanälen wurden nach vollständiger Applikation entfernt um ein Herauslösen der Prüfkörper aus der Hohlform zu erleichtern. Nachdem das Bis-Acrylat-Composite ausgehärtet war wurde der Konter von der Silikon Basis gelöst. Die Prüfkörper verblieben am Konter. Nach dem Ablösen aus dem Konter erhielt man Prüfkörper, die zwei Stifte (Zu- und Abflusskanäle) an einer ihrer breiten Seiten hatten (Abbildung 9).



Abbildung 9 - Konventionelle Prüfkörper unbearbeitet. Im Hintergrund ist der hellblaue Konter mit Kanalbohrungen sowie anheftenden Prüfkörpern zu sehen. Im Vordergrund sind abgelöste Prüfkörper mit den Zu- und Abflusskanälen abgebildet. Die Prüfkörper sind, prozessbedingt, über einen dünnen Film Bisphenol-Acrylat verbunden.

Die herausgelösten Prüfkörper wurden anschließend, wie die additiv-gefertigten (siehe Kapitel 2.1.1 Additiv gefertigte Prüfkörper (Material: Harz)) in zwei Isopropanolbädern ultraschallaktiviert gereinigt. Für 3 Minuten in Bad 1 (Vorreinigung) und 2 Minuten in Bad 2 (Nachreinigung). Die Isopropanol-Rückstände wurden jeweils nach dem Bad mit Druckluft verblasen. Von den trockenen Prüfkörpern wurden nun die Zu- und Abflusskanäle, wie in Kapitel 2.2 (S. 30) Oberflächenbearbeitung beschrieben, abgetrennt und die Oberflächen

angeraut. Abschließend wurden die Prüfkörper mit einem Messschieber nach DIN 862 auf die Abmessungen (20 ± 1) mm x (10 ± 1) mm x (2 ± 0.5) mm überprüft. Prüfkörper, die außerhalb der Toleranz lagen, wurden aussortiert. Die Lagerung erfolgte lichtgeschützt in transparenten Kunststoffschalen bei Zimmertemperatur.

2.2 Oberflächenbearbeitung

Die Oberflächenbearbeitung erfolgte für alle Prüfkörper aus den entsprechenden Gruppen nach dem selben Schema:

Mit einer Fräse des Typs 79Q 040 (Hager & Meisinger GmbH, Neuss, Deutschland) wurden Überstände, Supportstrukturen sowie Zu- und Abflusskanäle entfernt. Die Oberflächenbearbeitung der einzelnen Hauptgruppen ist in einer Übersicht in Tabelle 1dargestellt:

Tabelle 1 - Übersicht Hauptgruppen inkl. Oberflächenbearbeitung. Die erste Spalte schlüsselt nachMaterial und Oberflächenbearbeitung auf. Die Erste Zeile stellt die Hauptgruppen mit jeweils n=120 dar.Die zweite Zeile das korrespondierende Material.

Hauptgrp.	additiv	subtraktiv	konventionell	additiv_ub	subtraktiv ub
Material	FREEPRINT	PMMA Disk	ProTemp IV	FREEPRINT	PMMA Disk
Oberflächen -bearbeitung	HM-Fräse 79Q 040; Drehzahl: 15.000 UpM		unbearbeitet		

Die additiv- und subtraktiv-gefertigten Prüfkörper (jeweils n=240) wurden in zwei Hauptgruppen (jeweils n=120) unterteilt. Die Hauptgruppen "additiv_ub" und "subtraktiv_ub" (jeweils n=120) erfuhren keine weitere Oberflächenbearbeitung. Die Prüfkörper der Hauptgruppen "additiv", "subtraktiv" und "konventionell" wurden mit der Fräse des selben o.g. Typs, frei Hand auf der Ober- und Unterseite gleichmäßig angeraut bis makroskopisch eine einheitliche Oberfläche zu erkennen war.

2.3 Herstellung einer "Zementierungshilfe"

Mit dem Programm Fusion 360 (Autodesk GmbH One Discovery Place, Hampshire, United Kingdom) wurde eine Lehre zum Verfügen der Prüfköper (im Weiteren: "Zementierungshilfe") designt, die aus sechs Teilen bestand: Einer Boden-/Verkeilungsplatte mit fünf Streben. Die Boden-/Verkeilungsplatte fixierte die Streben und die Prüfkörper. Jeder Prüfkörper wurde von zwei Streben Streben gefasst. Zwischen zwei wurden Aussparungen für die Befestigungsmaterialstempel eingebracht. Die Zementierungshilfe wurde so designt, dass sie beim Abnehmen. nach der Aushärtung der Befestigungsmaterialien, möglichst kein Stress auf die Haftfläche zwischen Prüfkörper und Befestigungsmaterialstempel einwirkte. In der folgenden Abbildung 10 ist die fertige Zementierungshilfe mit eingesetzten Prüfkörpern abgebildet.



Abbildung 10 – Lehre zum Verfügen eines Prüfkörpers "Zementierungshilfe" Im linken Bildteil ist die zusammengesetzte Zementierungshilfe abgebildet. Im mittleren Teil sieht man die insgesamt fünf Streben von der Unterseite mit 20 eingefassten Prüfkörpern. Auf der rechten Seite ist die Boden-/Verkeilungsplatte abgebildet. Nach dem Einsetzen der Prüfkörper (Mitte), werden die Streben mit der Boden/Verkeilungsplatte zusammengeführt und somit fixiert. Fertig zusammengesetzt (links) erkennt man die kreisförmigen Aussparungen über den Prüfkörpern. In diese Aussparungen werden die temporären Zemente eingefüllt.

Nach Erstellung der STL-Datei wurde die Zementierungshilfe additiv aus dem Filament Prusament Premium PLA Mystic Green (Prusa Research a.s., Prag, Tschechien) im Fused Deposition Modeling (FDM-Verfahren) mit einem handelsüblichen Drucker (Prusa i3 MK3S, Prusa Research a.s., Prag, Tschechien) materialisiert. Eine Ausarbeitung / weitere manuelle Anpassungen waren nicht nötig.

2.4 Versuchsablauf- und Versuchsvorbereitung

Die drei gewählten Herstellungsverfahren waren die drei Hauptgruppen:

- 1. Additiv gefertigte Provisorien (bearbeitete Oberfläche)
- 2. subtraktiv gefertigte Provisorien (bearbeitete Oberfläche)
- 3. konventionell gefertigte Provisorien (bearbeitete Oberfläche)

Sie wurden durch zwei weitere Hauptgruppen erweitert:

- 1. additiv gefertigte Provisorien (native Oberfläche)
- 2. subtraktiv gefertigte Provisorien (native Oberfläche)

Angelehnt an DIN EN ISO 10477 wurden jeder Hauptgruppe 120 Prüfkörper zugeordnet. Jedes zu untersuchendes Befestigungsmaterial bildete eine Untergruppe in jeder Hauptgruppe. Die drei zu untersuchenden Befestigungsmaterialien waren:

- 1. Temp-Bond
- 2. Temp-Bond NE
- 3. Temp-Bond clear

Hieraus ergaben sich insgesamt 15 Untergruppen, die den 5 Hauptgruppen zugeordnet waren. Es ergab sich eine Gesamtzahl von n=600 Prüfkörpern.

Temp-Bond und Temp-Bond NE (Europa: KerrHawe SA, Bioggio, Schweiz) sind Zemente auf Zinkoxid-Basis. Temp-Bond Clear (Europa: KerrHawe SA, Bioggio, Schweiz) ist ein Befestigungsmaterial auf Acrylat-Basis.

Jede der 15 Untergruppen enthielt 40 Prüfkörper. Die Untergruppen wurden entsprechend der zwei Interventionen (mit/ohne thermische Wechsellast) unterteilt.

Somit wurden 15x20 verfügte Prüfkörper nach thermischer Wechsellast, und 15x20 verfügte Prüfkörper ohne thermische Wechsellast auf ihre Scherfestigkeitswerte untersucht. Abbildung 11 illustriert den Versuchsablauf nach Herstellung der Prüfkörper.



Abbildung 11 - Flowchart Versuchsaufbau/-ablauf. Entsprechend der

Fertigungstechniken sind die Hauptgruppen eingefärbt. Die Untergruppen ergeben sich aus der Aufteilung der Hauptgruppen zu den Befestigungsmaterialien. Die Prüfungsgruppen entstehen durch die Aufschlüsselung der Untergruppen anhand der Interventionen

Auf die Prüfkörper jeder Prüfungsgruppe wurde anschließend ein konischer Befestigungsmaterialstempel aufgebracht. Der Befestigungsmaterialstempel hatte an der Basis einen Durchmesser von D = 5 mm und an seiner Stirnseite einen Durchmesser von D = 4,9 mm bei einer Höhe von 2 mm. In einer Voruntersuchung wurden kleine Überstände beim Aufbringen der Befestigungsmaterialstempel, mit Hilfe eines Formteiles, an der Basis beobachtet (Abbildung 12) und deren Einfluss wie folgt - ex ante - untersucht.



Abbildung 12 - Überstand an der Basis des Zementstempels. Er ist ein Prüfkörper mit einem zentral verfügten Zementstempel aus Temp-Bond NE (Ø=5mm; h=2mm) abgebildet. An der Zementstempelbasis ist ein Überstand mit einer Breite von ca. 0,5 mm zu erkennen.

2.4.1 Voruntersuchung zum verfügten Prüfkörper

Eine Voruntersuchung der Methodik folgte der Frage, ob die bei dem Aufbringen/ Verfügen der Befestigungsmaterialstempel in der Zementierungshilfe entstandenen "Überstände" an der Basis des Prüfkörpers einen Einfluss auf das Untersuchungsergebnis haben. Die Überstände entstanden durch einen minimalen Spalt zwischen der Zementierungshilfe und dem Prüfkörper und waren fertigungsbedingt im FDM-Verfahren nicht zu vermeiden. Zur Verifizierung wurde eine Vorversuchsreihe mit jeweils zehn Prüfkörpern in zwei Gruppen angelegt: Gruppe 1 mit Überständen und Gruppe 2 ohne Überstände. Nach dem Aufbringen der Befestigungsmaterialstempel mittels Zementierungshilfe, wurden an Gruppe 2 die Überstände mithilfe eines Skalpells entfernt. Es erfolgte eine trockene Lagerung der Proben für 24 Stunden lichtgeschützt in transparenten Kunststoffschalen. Anschließend erfolgte die Testung der Proben in der Universalprüfmaschine (ZwickRoell GmbH & Co. KG, Ulm, Deutschland), mit einem Vorschub von 1 mm/min ohne eine eingestellte Vorlast. In der Untersuchung konnte gezeigt werden, dass die Überstände an der Stempelbasis das Testergebnis beeinflussten. Die Ergebnisse sind in Abbildung 13 dargestellt:


Abbildung 13 - Vergleich Scherfestigkeit (MPa) bei Befestigungsmaterialstempeln "mit" versus "ohne Überstände" an der Befestigungsmaterialstempelbasis Auf der Abszisse sind die beiden Gruppen dargestellt. Links die Gruppe, bei der der Überschuss entfernt wurde und rechts diejenige, bei der der Überschuss belassen wurde. Auf der Ordinate sind die Einzelwerte der Scherfestigkeit für beide Gruppen aufgetragen.

Der Mittelwert der Probengruppe ohne Überstand betrug 0,71 MPa (Std.Abw.: 0,18), der der Probengruppe mit Überstand 0,86 MPa (Std.Abw.: 0,1). Wie aus der Abbildung ersichtlich, waren die Abweichungen statistisch signifikant (P-Wert 0,0281). Somit wurde entschieden alle aufgebrachten Befestigungsmaterialstempel von diesem Überstand zu befreien.

2.5 Verfügen der Prüfkörper mit Befestigungsmaterialstempeln

Für den Hauptversuch wurden alle Befestigungsmaterialstempel auf die Prüfkörper mit der oben beschriebenen Zementierungshilfe verfügt. Um den Stress auf die Haftfläche zwischen Prüfkörper und Befestigungsmaterialstempel weiter zu reduzieren, wurde die Zementierungshilfe an den Aussparungen für die Befestigungsmaterialstempel dünn mit Vaseline bestrichen. Dann wurde die erste Strebe auf die Boden-/Verkeilungsplatte gelegt und die ersten fünf Prüfkörper eingesetzt. Es folgte eine weitere Strebe und die nächsten fünf Prüfkörper, bis die Zementierungshilfe vollständig bestückt war. In diesem Zustand hielt die Boden-/Verkeilungsplatte alle Streben und Prüfkörper fest in Position. Um ein unwillkürliches Lösen zu verhindern, wurden mehrere Gummibänder um die Zementierungshilfe gespannt.



Abbildung 14 - Fertig vorbereitete Zementierungshilfe. Abgebildet ist die vollständig bestückte Zementierungshilfe. 20 Prüfkörper wurden auf die Verkeilungsplatte gelegt und mit den insg. fünf Streben verkeilt. Zur zusätzlichen Sicherung wurden Gummibänder um die Zementierungshilfe gespannt.

Im Anschluss wurde das provisorische Befestigungsmaterial appliziert. Alle Befestigungsmaterialien wurden mit einer Automix-Spritze appliziert um eine homogene Materialgüte zu erhalten. Um dies zu gewährleisten wurden die zwanzig Prüfkörper aus einer Gruppe jeweils aus derselben Automix-Spritze mit einem Befestigungsmaterialstempel versehen. Vor Applikation wurde getestet,

ob aus beiden Kammern der Kartusche Material abgegeben wurde. Der erste, mit der Automix-Kanüle angemischte Teil, im Volumen von etwa 0,3 ml wurde jeweils als Kontrollprobe verworfen.

Nach der Aushärtungszeit der provisorischen Befestigungsmaterialien nach Herstellerangaben (Temp Bond/Temp Bond NE: ≤ 7:00 Minuten; Temp Bond clear: ≤ 5:30 Minuten) wurden die Prüfkörper aus der Zementierungshilfe gelöst und die Überstände an den Befestigungsmaterialstempelbasen mit einem jeweils unbenutzten Einwegskalpell (Figur 15, Aesculap B. Braun Melsungen AG, Tuttlingen, Deutschland) je Gruppe entfernt.

2.6 Scherfestigkeitsprüfung

Die Prüfkörper je Hauptgruppe mit n= 120 wurden in ihre Untergruppen mit n= 40 (je eine Untergruppe pro Befestigungsmaterialtyp bei fünf Hauptgruppen) unterteilt und nun nochmals in Prüfungsgruppen mit n= 20 unterteilt, da eine Prüfungsgruppe einem Thermocycling mit 5.000 Zyklen bei Temperaturen von 5°C und 55°C mit einer Haltezeit von 30 Sekunden [48-50] unterzogen und die andere Prüfungsgruppe direkt im Abscher-Versuch getestet wurde. Unmittelbar nach dem Aufbringen der Befestigungsmaterialstempel und dem Entfernen der Überstände wurden die verfügten Befestigungsmaterialstempel/Haftflächen auf den Prüfkörpern mit einem Fotomakroskop (M400, Wild Heerbrugg AG, St. Gallen, Schweiz) erfasst. Die Befestigungsmaterialstempel wurden zur Analyse mit dem Programm Measure (Datinf GmbH, Tübingen, Deutschland) vermessen um die Haftfläche zu bestimmten. Die verfügten Prüfkörper wurden anschließend für 24 Stunden trocken bei Zimmertemperatur (anschließend kein Thermocycling) bzw. in demineralisiertem Wasser bei 37°C (anschließend Thermocycling) gelagert. Abscher-Versuch der nicht Der gealterten nach Prüfungsgruppen wurde 24 Stunden dem Aufbringen der Befestigungsmaterialstempel durchgeführt. Zur selben Zeit wurde das Thermocycling für die künstlich zu alternden Prüfungsgruppen gestartet.

Es wurden zu jeder Hauptgruppe die drei temporären Befestigungsmaterialien mit ihrer initialen Scherfestigkeit und ihrer gealterten Scherfestigkeit verglichen.

39

Die Untersuchung der Scherfestigkeit aller Proben wurde in einer Universalprüfmaschine (ZwickRoell GmbH & Co. KG, Ulm, Deutschland) durchgeführt. Dies wurde angelehnt an den Versuchsaufbau von Gilbert et al. [48] und Bähr et al. [49] umgesetzt. Jeder Prüfkörper wurde einzeln in die Prüfmaschine eingespannt.



Abbildung 15 - Eingespannter Prüfkörper in der Universalprüfmaschine Im linken Bildteil ist der Prüfkörper mit Zementstempel zu erkennen, der in die Prüfmaschine eingelegt wurde. Im rechten Bildteil ist der Prüfkörper vollständig eingespannt. In eingespannter Endposition befindet sich über dem Prüfkörper ein Stößel.

Mit einem Vorschub von 1 mm / min, ohne Vorlast bis zum Versagen des Haftverbundes wurde der von oben kommende Stößel in der Prüfmaschine vorgeschoben. Dabei wurde die benötigte Kraft (in N) auf diesem Weg (in mm) gemessen. Nach dem Abscheren folgte die makroskopische Analyse der Bruchstelle (siehe Abbildung 16). Es sollte dabei zwischen einem adhäsiven und einem kohäsiven Bruch unterschieden [48, 51] werden. Ein adhäsiver Bruch lag vor, wenn der Befestigungsmaterialstempel restlos vom Prüfkörper gelöst war. Ein kohäsiver Bruch lag vor, wenn der Befestigungsmaterialstempel nicht resp. nicht vollständig vom Prüfkörper gelöst war.



Abbildung 16 - Beispielbild kohäsiver Bruch (Temp-Bond) auf additiv gefertigtem Prüfkörper. Es ist ein residualer Zementstempel zentral sichtbar. Zirka 35% der Haftfläche ist noch von anhaftendem Zement (TempBond) bedeckt (weiß). Somit handelt sich um einen kohäsiven Bruch. Die in schwarz aufgetragene Nummer entspricht der Prüfkörper ID, das rote Plus signalisiert einen kohäsiven Bruch.

Zusätzlich zum Scherfestigkeitsversuch wurden zu jeder Hauptgruppe zusätzlich sechs Prüfkörper, wie in den Kapiteln 2.1 Prüfkörperherstellung (S. 19) und 2.2 Oberflächenbearbeitung (S. 30), hergestellt. Von diesen Prüfkörpern wurden die Oberflächen mittels Perthometer (Mahr GmbH, Göttingen, Deutschland) und Rasterelektronenmikroskop LEO 1430 (Carl Zeiss AG, Oberkochen, Deutschland) untersucht.

2.7 Topographie der Prüfkörper

2.7.1 Quantifizierende Oberflächenanalyse

Die Oberflächenanalyse erfolgte mittels Perthometer (Tastnadelspitze 2,0 µm) bei 121 bzw. 66 Linienpaaren auf 3x3 mm im Tastschnittverfahren (DIN EN ISO 3274). Der jeweils erste von fünf Prüfkörpern je Hauptgruppe wurde mit 121 Linienpaaren auf 3x3mm abgetastet. Dies entspricht einer Oberflächenauflösung von 25µm. Die weiteren fünf Profile wurden mit 66 Linienpaaren auf 3x3mm abgetastet, was einer Oberflächenauflösung von 46,15 µm entspricht. Aus dem ertasteten Profil wurden die Werte für die Oberflächenrauigkeit (arithmetischer Mittenrauwert Ra nach DIN EN ISO 4287), für die Oberflächenwelligkeit (arithmetischer Mittelwert für das W-Profil: Wa) und für die Wellentiefe (Wt nach DIN EN ISO 4287) erhoben. Die Messgeschwindigkeit lag bei allen Analysen bei 0,5 mm/s und hatte einen Punktabstand von 0,5 µm.

Mit Hilfe der Software MountainsMap universal (Version 7.2; DigitalSurf; Besançon, Frankreich) wurden o.g. Daten bei Anwendung eines Gaußfilters (1/5 der Tastlänge = 0,6 mm entsprechend ISO 16610-61) ausgewertet und in 2D sowie 3D Bilder überführt.

2.7.2 Qualifizierende Oberflächenanalyse

Mittels REM-Aufnahmen wurde eine Auflösung unterhalb der 2,0 μm ermöglicht um die Oberflächen der Prüfkörper weiterführend untersuchen zu können.

Vor der Anfertigung der REM-Aufnahmen mussten die Prüfkörper mit einer Gold-Palladium-Legierung (80%Au/20%Pd) besputtert werden. Unter einem, mit Argon-Ionen angereicherten, Vakuum wurden die Prüfkörper bei einem Sputterstrom von 60 mA für 55 Sekunden mit einem Arbeitsabstand von 55 mm und einem Arbeitsdruck von 0,05 mbar besputtert (BAL-TEC Sputter Coater SCD 050, Balzers Union Aktiengesellschaft, Balzers, Liechtenstein). So wurde eine Schichtstärke von 25 Nanometern aufgetragen und die Oberfläche leitfähig

gemacht. Anschließend wurden REM-Aufnahmen mit dem REM LEO 1430 (Carl Zeiss AG, Oberkochen, Deutschland) in den Vergrößerungen 100x, 250x, 500x und 1000x erstellt. Die Analyse erfolgte makroskopisch beschreibend in Verknüpfung mit den Daten aus der Perthometer-Untersuchung.

2.8 Auswertung

2.8.1 Statistische Methoden

Alle Messdaten wurden in einer Mastertabelle wie folgt erfasst und mit dem Programm JMP 14 (SAS Institute GmbH, Heidelberg, Deutschland) verarbeitet. Erfasst wurden die Hauptgruppen (Fertigungstechniken), die temporären Befestigungsmaterialien (Untergruppen), Thermocycling das (ja/nein) (Prüfungsgruppen), die Oberflächenqualität (bearbeitet oder nativ), die Scherfestigkeitswerte (MPa), die Befestigungsmaterialstempelfläche (mm²) Bruchmodus sowie der identifizierte (adhäsiv/kohäsiv). In einer Hilfstabelle wurden für die Fertigungsverfahren die Oberflächenkennwerte Ra hinterlegt.

Hauptuntersuchungsvariable war die Scherfestigkeit. Diese wurde aus Einzelwerten gegen die Befestigungsmaterialtypen (Untergruppen) und die Fertigungstechniken (Hauptgruppen) geprüft. Unterschieden wurde nach den Thermocycling" Prüfungsgruppen "mit und "ohne Thermocycling". Weiterführend wurden die Scherfestigkeitswerte mit zusammen der Oberflächenanalyse (Ra, Wa quantifizierenden und Wt) und der qualifizierenden Oberflächenanalyse (Rasterelektronenmikroskop) interpretiert. Bei der quantifizierenden Oberflächenanalyse erfolgte eine statistische Auswertung der Mittelwerte von Ra, Wa und Wt. Bei der qualifizierenden Oberflächenanalyse erfolgte eine visuelle Interpretation der REM-Bilder ohne ein Erfassen von Messwerten. Die Oberflächenanalysen wurden den Untergruppen in Abhängigkeit zu den Hauptgruppen (Fertigungstechniken) gegenübergestellt.

43

2.8.2 Vergleich der Verteilungen von Messwerten

Die hier beschriebene Methodik gilt für den Vor- wie für den Hauptversuch.

Die Verteilungen der Messdaten einer Prüfungsgruppe (n=20) wurden mittels Shapiro-Wilk Test mit der Hypothese einer Normalverteilung untersucht, wobei die Irrtumswahrscheinlichkeit erster Art mit 5% angenommen wurde.

Wurde die Hypothese abgelehnt (p<0.05) so wurde keine Normalverteilung der Daten angenommen.

Im Falle von normalverteilten Messwerten in zu vergleichenden Prüfgruppen wurde ein einfaktorieller ANOVA zur Aufklärung von Unterschieden zwischen den Verteilungen durchgeführt. Im Falle, dass sich die Verteilungen statistisch signifikant unterschieden, folgte ein Mittelwertvergleich mittels gepaartem Students t-Test für Normalverteilte.

Nicht-normalverteilte Messwerte in einer Prüfungsgruppe wurden mit dem Wilcoxon-Rangsummen-Test untersucht. In beiden Fällen wurde der Fehler erster Art mit 5% angenommen.

3 Ergebnisse

3.1 Scherfestigkeitsversuch ohne Thermocycling

Der Scherfestigkeitsversuch ohne Thermocycling wurde mit n=60 Prüfkörpern pro Hauptgruppe durchgeführt. Dies ergab n=20 Prüfkörper pro getestetem Befestigungsmaterial (Prüfungsgruppe). Die Ergebnisse der Mittelwerte (MPa), Standardabweichung und der Prüfung auf Normalverteilung mittels Shapiro-Wilk W Test sind in Tabelle 2 sowie graphisch in Abbildung 17 (Einzelmesswerte) dargestellt.

Tabelle 2 - Statistische Daten des Scherfestigkeitsversuchs ohne Thermocycling. Dargestellt sind Mittelwert und Standardabweichung der berechneten Scherfestigkeiten aus den drei Fertigungsmethoden (links) und eingesetzten Befestigungsmaterialien Temp-Bond (TB) Temp-Bond NE (TB NE) und Temp-Bond clear (TB CL) sowie das Ergebnis des Tests auf Normalverteilung (p-Wert des Shapiro Wilk Tests; p<0.05 lehnt die Hypothese einer Normalverteilung ab).

		n	Mittelwert (MPa)	Std.Abw.	Shapiro- Wilk (p)
	ТВ	20	0,59	0,19	0,28
additiv	TB NE	20	0,74	0,15	0,27
	TB CL	20	1,15	0,30	0,77
	ТВ	20	0,42	0,19	0,22
subtraktiv	TB NE	20	0,72	0,17	0,50
	TB CL	20	0,14	0,03	0,94
	ТВ	20	0,26	0,18	0,23
konventionell	TB NE	20	0,46	0,20	0,47
	TB CL	20	0,61	0,26	0,31



Abbildung 17 - Scherfestigkeit der provisorischen Befestigungsmaterialien ohne Thermocycling. Aufgetragen ist die Scherfestigkeit (Ordinate, in MPa) der Befestigungsmaterialien (untere Abszisse) gruppiert nach den drei provisorischen Restaurationsmaterialien (Hauptgruppen, obere Abszisse). Jeder Punkt entspricht einem Messwert.

Zur Auswertung wurden die Ergebnisse mittels Shapiro-Wilk W Test auf Normalverteilung überprüft. Die Nullhypothese wurde bei keiner Verteilung abgelehnt. Die einfaktorielle Varianzanalyse (ANOVA) ergab statistische Unterschiede der Verteilungen für additiv (F (2.57) = 33,14; p<0,0001), subtraktiv (F (2.57) = 76,77; p<0,0001) und konventionell (F (2.57) = 12,72; p<0,0001).

Der gepaarte Mittelwertsvergleich ergab die in Tabelle 3 dargestellten Ergebnisse.

Tabelle 3 - Ergebnisse des Mittelwertvergleichs (paarweise Students t-Test) zwischen den untersuchten Befestigungsmaterialien ohne Thermocycling in Abhängigkeit der Fertigungstechnik.

	additiv	subtraktiv	konventionell	
Temp-Bond CL /	< 0001	< 0001	< 0001	
Temp-Bond	,0001	,0001	,0001	
Temp-Bond NE /	0.0352	< 0001	0.0042	
Temp-Bond	0,0002	3,0001	0,0042	
Temp-Bond CL /	< 0001	< 0001	0.0471	
Temp-Bond NE	\$,0001	\$,0001	0,0471	

Für die additiv gefertigten Prüfkörper zeigten sich statistisch signifikante Unterschiede bei allen Befestigungsmaterialien. Die Prüfkörper mit den Befestigungsmaterialstempeln aus Temp-Bond CL hatten die höchsten Scherfestigkeitsmittelwerte.

Bei den subtraktiv gefertigten Prüfkörpern unterschieden sich alle Befestigungsmaterialtypen statistisch signifikant. Temp-Bond NE lieferte die höchsten Scherfestigkeitswerte.

Auch bei den konventionell gefertigten Prüfkörpern unterschieden sich alle Befestigungsmaterialtypen statistisch signifikant. Hier lieferte Temp-Bond CL die höchsten Scherfestigkeitswerte.

Beim Befestigungsmaterial auf Acrylat-Basis, Temp-Bond CL, wurde bereits in Abbildung 17 deutlich, dass das Material einen Einfluss zu haben scheint.

3.2 Scherfestigkeitsversuch mit Thermocycling

Der Scherfestigkeitsversuch mit Thermocycling wurde mit n=60 Prüfkörpern pro Hauptgruppe durchgeführt. n=20 gilt für die getesteten Befestigungsmaterialien Temp-Bond NE und Temp-Bond CL. Bei der Gruppe Temp-Bond löste sich der verfügte Zementstempel während des Thermocyclings vom Prüfkörper. Somit konnte keiner der Prüfkörper einem Scherfestigkeitsversuch unterzogen werden (n=0). Die Ergebnisse der Mittelwerte (MPa), Standardabweichung und der Prüfung auf Normalverteilung mittels Shapiro-Wilk W Test sind in Tabelle 4 sowie graphisch in Abbildung 18 (Einzelmesswerte) dargestellt.

Tabelle 4 - Statistische Daten des Scherfestigkeitsversuchs mit Thermocycling Dargestellt sind Mittelwert und Standardabweichung der berechneten Scherfestigkeiten aus den Fertigungsmethoden (links) und eingesetzten Befestigungsmaterialien Temp-Bond (TB) Temp-Bond NE (TB NE) und Temp-Bond clear (TB CL) sowie das Ergebnis des Tests auf Normalverteilung (p-Wert des Shapiro Wilk Tests; p<0.05 lehnt die Hypothese einer Normalverteilung ab).

		n	Mittelwert (MPa)	Std.Abw.	Shapiro- Wilk (p)
	ТВ	0	0	0	-
additiv	TB NE	20	0,30	0,19	0,47
	TB CL	20	0,74	0,27	0,53
subtraktiv	ТВ	0	0	0	-
	TB NE	20	0,33	0,11	0,95
	TB CL	20	0,07	0,02	0,38
	ТВ	0	0	0	-
konventionell	TB NE	20	0,26	0,09	0,38
	TB CL	20	0,55	0,21	0,91



Abbildung 18 - Scherfestigkeit mit Thermocycling Aufgetragen ist die Scherfestigkeit (Ordinate, in MPa) der Befestigungsmaterialien (untere Abszisse) gruppiert nach den drei provisorischen Restaurationsmaterialien (Hauptgruppen, obere Abszisse). Jeder Punkt entspricht einem Messwert.

Die Messergebnisse wurden mittels Shapiro-Wilk W Test, auf Normalverteilung geprüft. Diese Hypothese wurde nicht abgelehnt. Der anschließende Students t-Test und die einfaktorielle Varianzanalyse (ANOVA) zeigten statistische Signifikanz für die folgenden Testergebnisse aus Tabelle 5. Für die einfaktorielle Varianzanalyse (ANOVA) ergaben sich statistische Unterschiede der Verteilungen für additiv (F (2.57) = 76,42; p<0,0001), subtraktiv (F (2.57) = 148,68; p<0,0001) und konventionell (F (2.37) = 83,95; p<0,0001).

Tabelle 5 - Ergebnisse des Mittelwertvergleichs (paarweiser Students t-Test) zwischen den untersuchten Befestigungsmaterialien (linke Spalte) mit Thermocycling in Abhängigkeit der Fertigungstechnik (Kopfzeile).

	additiv	subtraktiv	konventionell
Temp-Bond CL /	< 0001	0.0014	< 0001
Temp-Bond	\$,0001	0,0014	2,0001
Temp-Bond NE /	< 0001	< 0001	< 0001
Temp-Bond	\$,0001	\$,0001	3,0001
Temp-Bond CL /	< 0001	< 0001	< 0001
Temp-Bond NE	5,0001	5,0001	5,0001

Nach der künstlichen Alterung im Thermocycler zeigte Temp-Bond CL für die Fertigungstechniken additiv und konventionell die höchsten Scherfestigkeitsmittelwerte; Temp-Bond NE bei der Fertigungstechnik subtraktiv.

3.3 Vergleich der Scherfestigkeit mit und ohne Thermocycling

Im Vergleich der Ergebnisse mit und ohne Thermocycling fiel auf, dass (mit Ausnahme: einer Temp-Bond) alle Befestigungsmaterialien ohne Thermocycling statistisch signifikant höhere Scherfestigkeitsmittelwerte lieferten als mit dem Thermocycling (p-Werte: <0,0002). Ebenso kam es zu keiner Umkehr in der Performanz der einzelnen Befestigungsmaterialien. Bei den additiv und konventionell gefertigten Prüfkörpern war zu erkennen, dass vor, wie auch nach dem Thermocycling die Scherfestigkeitsmittelwerte in folgender Reihung zunahmen: Temp-Bond, Temp-Bond NE, Temp-Bond CL. Temp-Bond NE lieferte auf allen untersuchten Fertigungstechniken nur geringe Schwankungen der Scherfestigkeitsmittelwerte vor, wie auch nach dem Thermocycling.

3.4 Scherfestigkeitsversuch mit unbearbeiteten Oberflächen bei CAD/CAM.

Im zweiten Teil des Hauptversuchs wurden die Prüfkörper untersucht, die keine Oberflächenbearbeitung erfuhren. Dieser ergänzende Teil enthält zwei weitere Hauptgruppen.

- 1. Die unbearbeiteten additiv gefertigten Prüfkörper (3D-gedruckt), betitelt als "additiv_ub" ("ub" für unbearbeitet)
- 2. Die unbearbeiteten subtraktiv hergestellten Prüfkörper (gefräst), betitelt als "subtraktiv_ub" ("ub" für unbearbeitet)

Diese beiden zusätzlichen Hauptgruppen wurden mit dem selben Vorgehen untersucht wie die drei Hauptgruppen davor (Siehe Abbildung 11 S. 34: Flowchart Versuchsaufbau).

3.4.1 Scherfestigkeitsversuch ohne Thermocycling

Der Scherfestigkeitsversuch ohne Thermocycling wurde mit n=60 Prüfkörpern pro Hauptgruppe durchgeführt. n=20 galt für die getesteten Befestigungsmaterialien (Prüfungsgruppe). Die Ergebnisse der Mittelwerte (MPa), Standardabweichung und der Prüfung auf Normalverteilung mittels Shapiro-Wilk W Test sind in Tabelle 6 und Abbildung 19 (Einzelmesswerte) dargestellt.

Tabelle 6 - Statistische Daten der unbearbeiteten Oberflächen desScherfestigkeitsversuchs vor Thermocycling.

Dargestellt sind Mittelwert und Standardabweichung der berechneten Scherfestigkeiten aus den zwei Fertigungsmethoden mit unbearbeiteter Oberfläche (links) und eingesetzten Befestigungsmaterialien Temp-Bond (TB) Temp-Bond NE (TB NE) und Temp-Bond clear (TB CL) sowie das Ergebnis des Tests auf Normalverteilung (p-Wert des Shapiro Wilk Tests; p<0.05 lehnt die Hypothese einer Normalverteilung ab).

		n	Mittelwert (MPa)	Std.Abw.	Shapiro- Wilk (p)
	ТВ	20	0,53	0,17	0,13
additiv_ub	TB NE	20	0,79	0,12	0,12
	TB CL	20	0,82	0,23	0,50
	ТВ	20	0,21	0,10	0,02
subtraktiv_ub	TB NE	20	0,57	0,09	0,63
	TB CL	20	0,05	0,02	0,29



Abbildung 19 - Scherfestigkeit Vergleich der unbearbeiten (ub) Gruppen ohne Thermocycling im Vergleich zu den "bearbeiteten" Ergebnissen aus Kapitel 3.3 Auf der Abszisse sind die Fertigungstechniken abgebildet. Diese werden zusätzlich nach den drei Befestigungsmaterialien Temp-Bond, Temp-Bond NE und Temp-Bond CL aufgeschlüsselt. Die Ordinate stellt die Scherfestigkeit in MPa dar. Jeder Punkt entspricht einem Messwert.

Die Ergebnisse wurden mittels Shapiro-Wilk W Test auf Normalverteilung getestet. Die Hypothese auf Normalverteilung konnte, mit Ausnahme der Hauptgruppe "subtraktiv_ub" beim Temp-Bond, für alle Untergruppen nicht abgelehnt werden. Die statistische Signifikanz bei Normalverteilung wurde mit dem Students t-Test überprüft. Zur Analyse der nicht normalverteilten Gruppen wurde der nichtparametrische Wilcoxon-Test herangezogen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 7 dargestellt.

Tabelle 7 - Ergebnisse des Mittelwertvergleichs (paarweise Students t-Test und Wilcoxon-Test) zwischen den untersuchten Befestigungsmaterialien ohne Thermocycling in Abhängigkeit der Fertigungstechnik (unbearbeitete Oberflächen)

	additiv_ub (p-Wert Students t-Test)	subtraktiv_ub (p-Wert Wilcoxon-Test)
Temp-Bond CL / Temp-Bond	<,0001	<,0001
Temp-Bond NE / Temp-Bond	<,0001	<,0001
Temp-Bond CL / Temp-Bond NE	0,5164	<,0001

Für die Hauptgruppe subtraktiv_ub ohne Thermocycling zeigte sich ein statistisch signifikanter Unterschied bei der Scherfestigkeit zwischen allen Befestigungsmaterialien.

Für die unbearbeiteten additiv gefertigten Prüfkörper aus der Hauptgruppe "additiv_ub" zeigte sich ohne Thermocycling kein statistisch signifikanter Unterschied zwischen Temp-Bond NE und Temp-Bond CL. Nur Temp-Bond unterschied sich statistisch signifikant von den anderen beiden Befestigungsmaterialien.

3.4.2 Scherfestigkeitsversuch mit Thermocycling

Der Scherfestigkeitsversuch mit Thermocycling wurde mit n=60 Prüfkörpern pro Hauptgruppe durchgeführt. n=20 galt für die getesteten Befestigungsmaterialien Temp-Bond NE und Temp-Bond CL. Für Temp-Bond galt aus oben genannten Gründen n=0. Die Ergebnisse der Mittelwerte (MPa), Standardabweichung und der Prüfung auf Normalverteilung mittels Shapiro-Wilk W Test sind in Tabelle 8 sowie graphisch in Abbildung 20 (Einzelmesswerte) dargestellt.

Tabelle 8 - Statistische Daten der unbearbeiteten Oberflächen desScherfestigkeitsversuchs mit Thermocycling.

Dargestellt sind Mittelwert und Standardabweichung der berechneten Scherfestigkeiten aus den zwei Fertigungsmethoden mit unbearbeiteter Oberfläche (links) und eingesetzten Befestigungsmaterialien Temp-Bond (TB) Temp-Bond NE (TB NE) und Temp-Bond clear (TB CL) sowie das Ergebnis des Tests auf Normalverteilung (p-Wert des Shapiro Wilk Tests; p<0.05 lehnt die Hypothese einer Normalverteilung ab).

		n	Mittelwert (MPa)	Std.Abw.	Shapiro- Wilk (p)
	TB	0	0	0	-
additiv_ub	TB NE	20	0,13	0,12	0,07
	TB CL	20	1,06	0,16	0,51
	TB	0	0	0	-
subtraktiv_ub	TB NE	20	0,18	0,12	0,04
	TB CL	20	0,009	0,01	0,0005



Abbildung 20 - Scherfestigkeit Vergleich der unbearbeiteten Hauptgruppen (ub) im Vergleich zu den Hauptgruppen derselben Fertigungstechnik (bearbeitet) mit Thermocycling Auf der Abszisse sind die Fertigungstechniken abgebildet. Diese werden zusätzlich nach den drei Befestigungsmaterialien Temp-Bond, Temp-Bond NE und Temp-Bond CL aufgeschlüsselt. Die Ordinate stellt die Scherfestigkeit in MPa dar. Jeder Punkt entspricht einem Messwert.

Die Ergebnisse wurden mittels Shapiro-Wilk W Test auf Normalverteilung getestet. Die Hypothese auf Normalverteilung konnte, mit Ausnahme der Hauptgruppe "subtraktiv_ub" bei Temp-Bond NE und Temp-Bond CL, für alle Untergruppen nicht abgelehnt werden. Die statistische Signifikanz wurde bei Normalverteilung mit dem Students t-Test überprüft. Zur Analyse der nicht normalverteilten Gruppen wurde der nichtparametrische Wilcoxon-Test herangezogen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 9 dargestellt.

Tabelle 9 - Ergebnisse des Mittelwertvergleichs (paarweise Students t-Test und Wilcoxon-Test) zwischen den untersuchten Befestigungsmaterialien mit Thermocycling in Abhängigkeit der Fertigungstechnik (unbearbeitete Oberflächen)

	additiv_ub (p-Wert	subtraktiv_ub (p-Wert	
	Students t-Test)	Wilcoxon-Test)	
Temp-Bond CL /	< 0001	0 0000	
Temp-Bond	~,0001	0,0009	
Temp-Bond NE /	0.0006	< 0001	
Temp-Bond	0,0000	~,0001	
Temp-Bond CL /	< 0001	0.0004	
Temp-Bond NE	<,0001	0,0004	

Nach dem Thermocycling zeigten sich für die Hauptgruppe "subtraktiv_ub" statistisch signifikante Unterschiede der Befestigungsmaterialien.

Zementstempel aus Temp-Bond hatten das Thermocycling nicht überdauert.

3.4.3 Vergleich der Scherfestigkeit mit und ohne Thermocycling der Gruppen mit unbearbeiteter Oberfläche

Der Vergleich der Scherfestigkeitsmittelwerte vor und nach dem Thermocycling zeigte bei den beiden Gruppen "additiv_ub" und "subtraktiv_ub", dass sich die Performanz der Befestigungsmaterialien durch das Thermocycling statistisch signifikant unterschied. Die Zemente Temp-Bond und Temp-Bond NE zeigten verringerte Scherfestigkeitswerte in beiden Gruppen (p-Wert jeweils <,0001). Temp-Bond CL hatte bei den Prüfkörpern "subtraktiv_ub" ebenfalls statistisch signifikant verringerte Scherfestigkeitswerte (p-Wert <,001). Bei den additiv_ub Prüfkörpern kam es allerdings zu einer statistisch signifikant erhöhten Performanz nach dem Thermocycling (p-Wert 0,001). Der Mittelwert der Scherfestigkeit stieg von 0,82 MPa vor dem Thermocycling auf 1,06 MPa nach dem Thermocycling an. Diese Umkehr der Performanz war singulär in der gesamten Studie.

Beim Vergleich der Befestigungsmaterialien untereinander fiel in der Hauptgruppe "subtraktiv_ub" vor dem Thermocycling auf, dass Temp-Bond CL bereits geringe Scherfestigkeitswerte zeigte. Es resultierte die Performanz-Reihenfolge für die Mittelwerte der Scherfestigkeit:

Temp-Bond CL (0,05 MPa) < Temp-Bond (0,21 MPa) < Temp-Bond NE (0,56 MPa)

Zwischen allen Befestigungsmaterialien herrschte vor dem Thermocycling ein statistisch signifikanter Unterschied der Mittelwerte (p-Wert <0,0001). Nach dem Thermocycling waren die Unterschiede der Befestigungsmaterialien ebenfalls statistisch signifikant (p<0,0009). Temp-Bond und Temp-Bond CL lieferten jeweils sehr geringe mittelwertige Scherfestigkeiten. Die Reihenfolge der Performanz stellte sich wie folgt dar:

Temp-Bond (0 MPa) < Temp-Bond CL (0,009 MPa) < Temp-Bond NE (0,17 MPa)

Im Vergleich der Befestigungsmaterialien untereinander war, innerhalb der Hauptgruppe "additiv_ub" zu erkennen, dass vor dem Thermocycling die Befestigungsmaterialien in aufsteigender Reihenfolge folgende Mittelwerte der Scherfestigkeit haben:

Temp-Bond (0,52 MPa) < Temp-Bond NE (0,78MPa) < Temp-Bond CL (0,82 MPa)

Zwischen Temp-Bond NE und Temp-Bond CL bestand vor dem Thermocycling kein statistisch signifikanter Unterschied. Nach dem Thermocycling waren die Unterschiede der Befestigungsmaterialien alle statistisch signifikant. Die Reihenfolge der Performanz bleibt allerdings bestehen:

Temp-Bond (0 MPa) < Temp-Bond NE (0,13 MPa) < Temp-Bond CL (1,06 MPa)

3.5 Analyse des Bruchmodus

Um die Ergebnisse aus dem Hauptversuch weiterführend interpretieren zu können, wurden eine Bruch- sowie Oberflächenanalyse durchgeführt. Des Weiteren wurden REM-Aufnahmen von den Oberflächen der Prüfkörper erstellt.

Die Bruchanalyse zeigte, für die Proben mit und ohne Thermocycling, nach dem Abscherversuch in der Universalprüfmaschine (ZwickRoell GmbH & Co. KG, Ulm, Deutschland), dass sich die Befestigungsmaterialstempel entweder komplett ablösten, oder Teile der Befestigungsmaterialstempel auf den Prüfkörpern verblieben. Bruchformen, bei denen es zu einem partiellen Herauslösen einzelner Teile des Prüfkörpers kam, wurden nicht beobachtet. Abbildung 21 stellt die Ergebnisse der Analyse in Kreisdiagrammen dar. Die numerischen Anzahlen der kohäsiven und adhäsiven Brüche sind in der Tabelle 10 nach den Hauptgruppen und Befestigungsmaterialien sowie dem Thermocycling aufgeschlüsselt.

Hauptgruppe	Thermo	ocycling ja	Zement
			Temp-Bond
additiv			Temp-Bond NE
			Temp-Bond CL
			Temp-Bond
additiv ub			Temp-Bond NE
			Temp-Bond CL
			Temp-Bond
subtraktiv			Temp-Bond NE
			Temp-Bond CL
			Temp-Bond
subtraktiv ub			Temp-Bond NE
			Temp-Bond CL
			Temp-Bond
konventionell			Temp-Bond NE
			Temp-Bond CL
Bruchmodus			

adhäsiv

kohäsiv

Abbildung 21 - Analyse der Bruchmodi im Kreisdiagramm. Aufgeschlüsselt wurde in dieser Abbildung in den Zeilen nach Material und Zement. Die Spalten unterscheiden nach Thermocycling (ohne/mit). Im Kreisdiagramm sind die Bruchmodi dargestellt. Adhäsive Brüche sind blau, kohäsive rot.

Tabelle 10- Analyse der Bruchmodi im Detail Aufgeschlüsselt wurde in dieser Tabelle in den Zeilen nach Material und Zement. Die Spalten zeigen die Bruchmodi adhäsiv und kohäsiv. Die ersten adhäsiv/kohäsiv Wertpaare stellen die Bruchmodi <u>ohne</u> Thermocycling dar. Die Wertpaare in den zwei rechten Spalten stellen die Bruchmodi <u>mit</u> Thermocycling dar.

n=20 je Hauptgruppe		Thermocycling				
und Zement un	d Thermocycling	Nein		ја		
(n=600)		Bruch	modus	Bruch	Bruchmodus	
Hauptgruppe	Zement	adhäsiv	kohäsiv	adhäsiv	kohäsiv	
	Temp-Bond	5	15	11	9	
additiv	Temp-Bond NE	0	20	1	19	
	Temp-Bond CL	9	11	19	1	
	Temp-Bond	13	7	19	1	
additiv_ub	Temp-Bond NE	5	15	14	6	
	Temp-Bond CL	0	20	12	8	
	Temp-Bond	13	7	16	4	
subtraktiv	Temp-Bond NE	2	18	6	14	
	Temp-Bond CL	20	0	20	0	
	Temp-Bond	20	0	20	0	
subtraktiv_ub	Temp-Bond NE	15	5	16	4	
	Temp-Bond CL	20	0	20	0	
	Temp-Bond	15	5	10	10	
konventionell	Temp-Bond NE	3	17	0	20	
	Temp-Bond CL	20	0	18	2	

Die Bruchmodi wurden auf Normalverteilung getestet. Die Hypothese konnte sowohl für adhäsive, wie auch für kohäsive Brüche mit p = <0,0001 abgelehnt werden. Somit wurde mit dem Wilcoxon-Test analysiert.

Insgesamt gab es 362 adhäsive (Mittelwert: 0,29 MPa; Std.Abw.: 0,34) und 238 kohäsive (Mittelwert: 0,53 MPa; Std.Abw.: 0,34) Brüche. Die Bruchmodi unterschieden sich in ihrer Anzahl und den mittelwertigen Scherfestigkeiten statistisch signifikant voneinander (p-Wert: <,0001).



Abbildung 22 - Gegenüberstellung der Bruchmodi aller Gruppen Aufgeschlüsselt nach adhäsiv und kohäsiv auf der Abszisse. Die Ordinate bildet die Scherfestigkeit in MPa ab. Am rechten Bildrand ist ein Balkendiagramm abgebildet, das verdeutlicht, dass kohäsive Brüche häufiger mit höheren Scherfestigkeitswerten einhergehen. Jeder Punkt entspricht einem Messwert.

Aus der Abbildung 22 wird ersichtlich, dass ein kohäsiver Bruch in der Regel mit einer höheren Scherfestigkeit einherging.

Über alle Materialien und Alterungsprozesse verteilt brach Temp-Bond primär adhäsiv (142:58) (p-Wert 0,0012). Temp-Bond NE brach primär kohäsiv (138:62) (p-Wert <,0004) und Temp-Bond CL primär adhäsiv (158:42) (p-Wert <,0001). Die Mittelwerte und Standardabweichungen sind in Tabelle 11 dargestellt.

Tabelle 11 – Mittelwerte und Standardabweichungen der Bruchmodi. In der ersten Spalte sind die drei temporären Befestigungsmaterialien aufgetragen. Die erste Spalte unterscheidet die Bruchmodi, die zweite Spalte schlüsselt nach den Mittelwerten in MPa und der Standardabweichung (STD) auf.

	adhäsiv		kohäsiv	
	Mittelw. (MPa)	STD	Mittelw. (MPa)	STD
Temp-Bond	0,15	0,20	0,32	0,32
Temp-Bond NE	0,35	0,26	0,49	0,27
Temp-Bond CL	0,41	0,42	0,93	0,30

Es fällt auf, dass die kohäsiven Brüche von Temp-Bond mit einem Mittelwert von 0,32 MPa unter denen von Temp-Bond NE mit 0,49 MPa und Temp-Bond CL mit 0,93 MPa lagen.

3.6 Oberflächenanalyse mittels Perthometer

Im zweiten Unterversuch wurden von den fünf Hauptgruppen jeweils sechs Prüfkörper auf ihre Oberflächenbeschaffenheit untersucht. Die Ergebnisse der Mittelwerte aus 6 Profilen, mit 121 Linienpaaren für den ersten Prüfkörper und 66 Linienpaaren für die Prüfkörper 2-6 je Hauptgruppe (insg. 451 Linienpaare je Hauptgruppe), sind in Tabelle 12 dargestellt.

Zur Analyse der gemessenen Oberflächenwerte Ra, Wa und Wt wurde auf Normalverteilung geprüft. Die Hypothese zur Normalverteilung konnte für Ra nicht abgelehnt werden. Für Wa musste die Hypothese für die Hauptgruppen "additiv_ub" und "konventionell" abgelehnt werden. Bei Wt wurde sie bei "additiv_ub" abgelehnt. Bei Normalverteilung wurde mittels Students t-Test und ANOVA analysiert. Bei abgelehnter Normalverteilung erfolgte die statistische Analyse mittels Wilcoxon-Test. Der statistische Vergleich der Mittelwerte von Ra ergab, dass nur die Hauptgruppe "additiv_ub" einen statistisch signifikanten Unterschied zu den anderen (p<0.001) hatte. Dasselbe gilt für Wa in Bezug auf "subtraktiv_ub" (p 0,0051-0,0081). Bei Wt konnte kein statistisch signifikanter Unterschied der Mittelwerte aus den Verteilungen errechnet werden.

	Ra	Wa	Wt
additiv	0,49 μm	0,39 μm	1,59 μm
additiv_ub	4,27 μm	0,64 μm	2,48 μm
subtraktiv	0,68 µm	0,49 μm	2,07 μm
subtraktiv_ub	0,38 μm	3,47 μm*	4,86 μm
konventionell	0,62 μm	0,56 μm	2,20 μm

 Tabelle 12 - Übersicht Oberflächenanalyse Mittelwerte für Ra, Wa und Wt Die Tabelle
 Die Tabelle

 illustriert die Mittelwerte der gemessenen Parameter Ra, Wa und Wt. Diese sind nach den 5
 Hauptgruppen aufgeschlüsselt. N für alle Mittelwerte von Ra, Wa und Wt = 6.

3.6.1 Oberflächenanalyse Hauptgruppe "additiv"

Die Oberflächenanalyse im Perthometer ergab einen Mittelwert für Ra von 0,49 μ m (Std.Abw.: 0,05). Für Wa 0,39 μ m (Std.Abw.: 0,15) und einen Wt Mittelwert von 1,59 μ m (Std.Abw.: 0,47).





Untersuchungsbereiches dar und sind in Millimetern skaliert. Die x₃ Achse zeigt die Höhe des Rauhigkeitsprofils in μ m. Auf der rechten Seite ist zusätzlich eine Farbskala von 0-7 μ m für das Rauhigkeitsprofil dargestellt.



Abbildung 24 - Zweidimensionale Schnitt-Darstellung der Profilkurven in der Hauptgruppe "additiv", der Graph zeigt die überlagerten Profilkurven (grau) für den Ra-Wert. In blau ist der Mittelwert eingezeichnet. Die X-Achse stellt die Gesamtlänge des gemessenen Profils von 3 mm dar, die Y-Achse die Profilhöhe in μm.



Abbildung 25 - Mittelwert der Ra-Werte für der Hauptgruppe "additiv" Der Graph stellt den Mittelwert der Ra-Werte dar. Die X-Achse zeigt die gesamte Messstrecke des Profils von 3 mm. Die Y-Achse zeigt die Profilhöhen des Rauhigkeits-Mittelwertes und ist in nm skaliert.



Abbildung 26 - 3D Darstellung der Oberflächenwelligkeit (Wa) der Hauptgruppe "additiv" (Gaussfilter 0,6 mm) Die Darstellung zeigt die vermessene Fläche von 3x3 mm. Die x₁ und x₂ Achsen stellen die Grundfläche des Untersuchungsbereiches dar und sind in Millimetern skaliert. Die x₃ Achse zeigt die Höhe des Welligkeitsprofils in µm. Auf der rechten Seite ist eine Farbskala von 0-3,6 µm für das Welligkeitsprofil abgebildet.



"additiv" Der Graph zeigt die überlagerten Profilkurven für den Wa-Wert (grau). Der Mittelwert ist in blau eingezeichnet. Die X-Achse stellt die Gesamtlänge des gemessenen Profils von 3 mm dar, die Y-Achse die Profilhöhe in µm.

3.6.2 Oberflächenanalyse Hauptgruppe "additiv_ub"

Die Oberflächenanalyse zeigte einen Mittelwert für Ra von 4,27 μ m (Std.Abw.: 0,89). Für Wa 0,64 μ m (Std.Abw.: 0,56) und einen Wt Mittelwert von 2,48 μ m (Std.Abw.: 1,96).



Abbildung 28 - 3D Darstellung der Oberflächenrauigkeit (Ra) der Hauptgruppe "additiv_ub" (Gaussfilter 0,6 mm). Die x₁ und x₂ Achsen stellen die Grundfläche des Untersuchungsbereiches dar und sind in Millimetern skaliert. Die x₃ Achse zeigt die Höhe des Rauigkeitsprofils in μm. Auf der rechten Seite ist zusätzlich eine Farbskala von 0-35 μm für das Rauigkeitsprofil dargestellt.



Abbildung 29 - Zweidimensionale Schnitt-Darstellung der Ra-Werte der Hauptgruppe "additiv_ub". Der Graph zeigt die überlagerten Profilkurven (grau) für den Ra-Wert. In blau ist der Mittelwert eingezeichnet. Die X-Achse stellt die Gesamtlänge des gemessenen Profils von 3 mm dar, die Y-Achse die Profilhöhe in µm.



Abbildung 30 - Mittelwert der Ra-Werte der Hauptgruppe "additiv_ub". Der Graph stellt den Mittelwert der Ra-Werte dar. Die X-Achse zeigt die gesamte Messstrecke des Profils von 3 mm. Die Y-Achse zeigt die Profilhöhen des Rauigkeits-Mittelwertes und ist in µm skaliert.



Abbildung 31 - 3D Darstellung der Oberflächenwelligkeit (Wa) der Hauptgruppe "additiv_ub" (Gaussfilter 0,6 mm). Die Darstellung zeigt die vermessene Fläche von 3x3 mm. Die x_1 und x_2 Achsen stellen die Grundfläche des Untersuchungsbereiches dar und sind in Millimetern skaliert. Die x_3 Achse zeigt die Höhe des Welligkeitsprofils in μ m. Auf der rechten Seite ist eine Farbskala von 0-4,5 μ m für das Welligkeitsprofil abgebildet.



Abbildung 32 - Zweidimensionale Schnitt-Darstellung der Wa-Werte der Hauptgruppe "additiv_ub". Der Graph zeigt die überlagerten Profilkurven für den Wa-Wert (grau). Der Mittelwert ist in blau eingezeichnet. Die X-Achse stellt die Gesamtlänge des gemessenen Profils von 3 mm dar, die Y-Achse die Profilhöhe in μm.

3.6.3 Oberflächenanalyse der Hauptgruppe "subtraktiv"

Die Oberflächenrauigkeit hatte einen Mittelwert für Ra von 0,68 μ m (Std.Abw.: 0,14). Die Welligkeit zeigte einen Mittelwert für Wa von 0,49 μ m (Std.Abw.: 0,21) und für Wt 2,07 μ m (Std.Abw.: 0,90).



Abbildung 33 - 3D Darstellung der Oberflächenrauigkeit (Ra) der Hauptgruppe "**subtraktiv" (Gaussfilter 0,6 mm).** Die x₁ und x₂ Achsen stellen die Grundfläche des Untersuchungsbereiches dar und sind in Millimetern skaliert. Die x₃ Achse zeigt die Höhe des Rauigkeitsprofils in μm. Auf der rechten Seite ist zusätzlich eine Farbskala von 0-17 μm für das Rauigkeitsprofil dargestellt.



Abbildung 34 - Zweidimensionale Schnitt-Darstellung der Ra-Werte der Hauptgruppe "subtraktiv" Der Graph zeigt die überlagerten Profilkurven (grau) für den Ra-Wert. In blau ist der Mittelwert eingezeichnet. Die X-Achse stellt die Gesamtlänge des gemessenen Profils von 3 mm dar, die Y-Achse die Profilhöhe in μm.



Abbildung 35 - Mittelwert der Ra-Werte der Hauptgruppe "subtraktiv". Der Graph stellt den Mittelwert der Ra-Werte dar. Die X-Achse zeigt die gesamte Messstrecke des Profils von 3 mm. Die Y-Achse zeigt die Profilhöhen des Rauigkeits-Mittelwertes und ist in μ m skaliert.


Abbildung 36 - 3D Darstellung der Oberflächenwelligkeit (Wa) der Hauptgruppe "subtraktiv" (Gaussfilter 0,6 mm). Die Darstellung zeigt die vermessene Fläche von 3x3 mm. Die x₁ und x₂ Achsen stellen die Grundfläche des Untersuchungsbereiches dar und sind in Millimetern skaliert. Die x₃ Achse zeigt die Höhe des Welligkeitsprofils in µm. Auf der rechten Seite ist eine Farbskala von 0-7 µm für das Welligkeitsprofil abgebildet.



Abbildung 37 - Zweidimensionale Schnitt-Darstellung der Wa-Werte der Hauptgruppe "**subtraktiv".** Der Graph zeigt die überlagerten Profilkurven für den Wa-Wert (grau). Der Mittelwert ist in blau eingezeichnet. Die X-Achse stellt die Gesamtlänge des gemessenen Profils von 3 mm dar, die Y-Achse die Profilhöhe in μm.

3.6.4 Oberflächenanalyse der Hauptgruppe "subtraktiv_ub"

Die Analyse für die Proben ergab für Ra einen Mittelwert von 0,38 μ m (Std.Abw.: 0,05), für Wa 3,47 μ m (Std.Abw.: 1,77) und für Wt 4,86 μ m (Std.Abw.: 3,74).



Abbildung 38 - 3D Darstellung der Oberflächenrauigkeit (Ra) der Hauptgruppe "subtraktiv_ub" (Gaussfilter 0,6 mm). Die x₁ und x₂ Achsen stellen die Grundfläche des Untersuchungsbereiches dar und sind in Millimetern skaliert. Die x₃ Achse zeigt die Höhe des Rauigkeitsprofils in μm. Auf der rechten Seite ist zusätzlich eine Farbskala von 0-17 μm für das Rauigkeitsprofil dargestellt.



Abbildung 39 - Zweidimensionale Schnitt-Darstellung der Ra-Werte der Hauptgruppe "subtraktiv_ub". Der Graph zeigt die überlagerten Profilkurven (grau) für den Ra-Wert. In blau ist der Mittelwert eingezeichnet. Die X-Achse stellt die Gesamtlänge des gemessenen Profils von 3 mm dar, die Y-Achse die Profilhöhe in µm.



Abbildung 40 – Mittelwert der Ra Werte der Hauptgruppe "subtraktiv_ub". Der Graph stellt den Mittelwert der Ra-Werte dar. Die X-Achse zeigt die gesamte Messstrecke des Profils von 3 mm. Die Y-Achse zeigt die Profilhöhen des Rauigkeits-Mittelwertes und ist in μm skaliert.



Abbildung 41 - 3D Darstellung der Oberflächenwelligkeit (Wa) der Hauptgruppe "subtraktiv_ub" (Gaussfilter 0,6 mm). Die Darstellung zeigt die vermessene Fläche von 3x3 mm. Die x₁ und x₂ Achsen stellen die Grundfläche des Untersuchungsbereiches dar und sind in Millimetern skaliert. Die x₃ Achse zeigt die Höhe des Welligkeitsprofils in µm. Auf der rechten Seite ist eine Farbskala von 0-7,5 µm für das Welligkeitsprofil abgebildet.



Abbildung 42 - Zweidimensionale Schnitt-Darstellung der Wa-Werte der Hauptgruppe "**subtraktiv_ub**". Der Graph zeigt die überlagerten Profilkurven für den Wa-Wert (grau). Der Mittelwert ist in blau eingezeichnet. Die X-Achse stellt die Gesamtlänge des gemessenen Profils von 3 mm dar, die Y-Achse die Profilhöhe in μm.

3.6.5 Oberflächenanalyse der Hauptgruppe "konventionell"

Für die Prüfkörper ergab sich für die Messung der Oberflächenrauigkeit (Ra) ein Mittelwert von 0,63 μ m (Std.Abw.: 0,05). Bei der Analyse der Welligkeit ergaben sich die Mittelwerte für Wa von 0,56 μ m (Std.Abw.: 0,14) und für Wt 2,20 μ m (Std.Abw.: 0,51).



Abbildung 43 - 3D Darstellung der Oberflächenrauigkeit (Ra) der Hauptgruppe "konventionell" (Gaussfilter 0,6 mm). Die 3D Darstellung zeigt die im Perthometer vermessene Fläche von 3x3 mm. Die x₁ und x₂ Achsen stellen die Grundfläche des Untersuchungsbereiches dar und sind in Millimetern skaliert. Die x₃ Achse zeigt die Höhe des Rauigkeitsprofils in µm. Auf der rechten Seite ist zusätzlich eine Farbskala von 0-13 µm für das Rauigkeitsprofil dargestellt.



Abbildung 44 - Zweidimensionale Schnitt-Darstellung der Ra-Werte der Hauptgruppe "konventionell". Der zweidimensionale Graph zeigt die in grau dargestellten und überlagerten Profilkurven für den Ra-Wert. In blau ist der Mittelwert eingezeichnet. Die X-Achse stellt die Gesamtlänge des gemessenen Profils von 3 mm dar, die Y-Achse die Profilhöhe in μm.



Abbildung 45 - Mittelwert der Ra-Werte für der Hauptgruppe "konventionell". Der Graph stellt nochmals isoliert den Mittelwert der Ra-Werte dar. Die X-Achse zeigt die gesamte Messstrecke des Profils von 3 mm. Die Y-Achse zeigt die Profilhöhen des Rauigkeits-Mittelwertes und ist in nm skaliert.



Abbildung 46 - 3D Darstellung der Oberflächenwelligkeit (Wa) der Hauptgruppe "konventionell (Gaussfilter 0,6 mm). Die 3D Darstellung zeigt die im Perthometer vermessene Fläche von 3x3 mm. Die x₁ und x₂ Achsen stellen die Grundfläche des Untersuchungsbereiches dar und sind in Millimetern skaliert. Die x₃ Achse zeigt die Höhe des Welligkeitsprofils in µm. Auf der rechten Seite ist zusätzlich eine Farbskala von 0-8,2 µm für das Welligkeitsprofil dargestellt.



Abbildung 47 - Zweidimensionale Schnitt-Darstellung der Wa-Werte der Hauptgruppe "konventionell". Der Graph zeigt die überlagerten Profilkurven für den Wa-Wert (grau). Der Mittelwert ist in blau eingezeichnet. Die X-Achse stellt die Gesamtlänge des gemessenen Profils von 3 mm dar, die Y-Achse die Profilhöhe in μm.

3.6.6 Vergleich der Oberflächenanalysen im Perthometer aller Hauptgruppen

3.6.7 Ra-Werte

In der Analyse der Ra Werte, graphisch illustriert in Abbildung 48, zeigte "additiv_ub" den größten Mittelwert mit 4,27 μ m. Alle Messwerte für "additiv_ub" lagen über dem gemeinsamen Mittelwert. In der statistischen Analyse unterschied sich "additiv_ub" statistisch signifikant (p-Wert <,0001) von den anderen Fertigungstechniken, die keinen statistisch signifikanten Unterschied zueinander (p-Werte 0,213 – 0,827) zeigten.



Abbildung 48 – Übersicht Ra-Werte aller fünf Hauptgruppen. In der Abbildung sind die Ra Werte der Materialien und Oberflächenbearbeitungen dargestellt. Jeder Punkt entspricht einem Prüfkörper. Auf der X-Achse sind die fünf Prüfkörpertypen aufgeführt. Auf der Y-Achse sind die Ra Mittelwerte aus 121/60 Linienpaaren bei einem Gaussfilter (GF) von 0,6 aufgetragen und in µm dargestellt. Die graue horizontale Linie stellt den gemeinsamen Mittelwert aller gemessenen Ra -Mittelwerte dar.

3.6.8 Wa-Werte

Die Analyse der Wa-Werte zeigte, dass sich "subtraktiv_ub" statistisch signifikant von den anderen Hauptgruppen (p- Wert 0,0051-0,0081) unterschied. Alle Messwerte lagen oberhalb des gemeinsamen Mittelwertes. Die anderen vier Hauptgruppen hatten keinen statistisch signifikanten Unterscheid zueinander. Dies ist graphisch in Abbildung 49 dargestellt.



Abbildung 49 - Wa-Werte im Vergleich. In der Abbildung sind die Wa Werte der Materialien und Oberflächenbearbeitungen dargestellt. Jeder Punkt entspricht einem Prüfkörper. Auf der X-Achse sind die fünf Prüfkörpertypen aufgeführt. Auf der Y-Achse sind die Wa Mittelwerte aus 121/60 Linienpaaren bei einem Gaussfilter (GF) von 0,8 aufgetragen und in μ m dargestellt. Die graue horizontale Linie stellt den gemeinsamen Mittelwert aller gemessenen Wa -Mittelwerte dar.

3.6.9 Wt-Werte

Die Analyse der Wellentiefe (Wt), graphisch in Abbildung 50 dargestellt, zeigten für "subtraktiv_ub" ein Maximum von 9,96 μ m und ein Minimum von 0,88 μ m, bei einer Standardabweichung von 3,74. Es zeigten sich keine statistisch signifikanten Unterschiede in den Hauptgruppen (p-Werte 0,093-0,936).



Abbildung 50 - Wt-Werte im Vergleich. In der Abbildung sind die Wt Werte der Materialien und Oberflächenbearbeitungen dargestellt. Jeder Punkt entspricht einem Prüfkörper. Auf der X-Achse sind die fünf Prüfkörpertypen aufgeführt. Auf der Y-Achse sind die Wt Mittelwerte aus 121/60 Linienpaaren bei einem Gaussfilter (GF) von 0,8 aufgetragen und in μ m dargestellt. Die graue horizontale Linie stellt den gemeinsamen Mittelwert aller gemessenen Ra -Mittelwerte dar.

3.6.10 Zusammenfassung Ra-, Wa- und Wt-Werte

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass es statistische Signifikanzen bei den Oberflächenparametern Ra und Wt gab. "Additiv_ub" hatte die statistisch signifikant rauste Oberfläche und "subtraktiv_ub" die welligste Oberfläche. Die Hauptgruppen mit den einheitlich bearbeiteten Oberflächen wiesen in allen drei Parametern (Ra, Wa, Wt) keine statistisch signifikanten Unterschiede auf.

3.7 Oberflächenanalyse mittels REM

Im letzten Schritt der Oberflächenanalyse wurden REM-Aufnahmen der Prüfkörper erstellt. Es wurden jeweils fünf Prüfkörper jeder Hauptgruppe im REM betrachtet. Die Beschreibung erfolgt anhand jeweils eines repräsentativen Bildes aus jeder Hauptgruppe.

Bei der Betrachtung und Interpretation der REM-Aufnahmen ist zu beachten, dass der Maßstab der Abbildungen 52, 54, 57 und 59 (Hauptgruppen additiv_ub und subtraktiv_ub) von denen der Abbildungen 51, 53, 55, 58 und 60 (Hauptgruppen additiv, subtraktiv und konventionell) unterscheidet.

3.7.1 Hundertfache Vergrößerung

In der Übersicht bei 100facher Vergrößerung war zu erkennen, dass alle bearbeiteten Oberflächen gleichmäßig angeraut erscheinen. Die Schliffrichtung verlief von der Unterseite zur Oberseite der dargestellten Bilder.

Die Oberflächen der Hauptgruppen "additiv" (Abbildung 51) / "additiv_ub"(Abbildung 52) zeigen noch die Schichtlinien von 50µm aus dem 3D-Druck. Für "additiv" waren diese im Perthometer nicht nachweisbar. Die Oberfläche der Hauptgruppe "subtraktiv" (Abbildung 53) zeigte die deutlichsten Schliffspuren. "Additiv_ub" die komplexeste Mikrostruktur.



Abbildung 51 - REM-Aufnahme "additiv" 100X

Zu erkennen ist eine mikroraue bearbeitete Oberfläche mit hellen und dunklen Horizontallinien. Diese entsprechen der Schichtung aus dem 3D-Druckprozess.



Abbildung 52 - REM-Aufnahme "additiv_ub" 100X

Zu erkennen ist eine deutliche Makrostruktur der unbearbeiteten Oberfläche mit Lakunen und kleinen Partikeln. Die Lakunen entsprechen der Schichtung aus dem 3D-Druck Prozess.



Abbildung 53- REM-Aufnahme "subtraktiv" 100X

Zu erkennen ist eine bearbeitete Oberfläche mit vertikalen Schliffspuren. Die Oberfläche hat eine gleichmäßige Struktur und wirkt spröde.



Abbildung 54- REM-Aufnahme "subtraktiv_ub" 100X

Zu erkennen ist eine unbearbeitete Oberfläche. Sie wirkt spröde und zeigt ein Hammerschlagund Schliffmuster aus dem Fertigungsprozess. Im Material scheinen kleine Lufteinschlüsse zu sein.



Abbildung 55- REM-Aufnahme "konventionell" 100X

Die bearbeitete Oberfläche wirkt gleichmäßig rau mit einem vertikalen Schliffmuster.

3.7.2 Tausendfache Vergrößerung

Bei der 1.000-fachen Vergrößerung der Oberflächen, war zu erkennen, dass "subtraktiv"/"subtraktiv_ub", im Vergleich zu den übrigen Hauptgruppen, die deutlichsten Schliffspuren zeigten. Die Hauptgruppe "subtraktiv" unterschied sich in der Darstellung der Mikrostruktur der Oberfläche nicht deutlich von der Hauptgruppe "konventionell". "Subtraktiv_ub" hingegen zeigte eine deutlich glattere, geschliffene Oberfläche. Die Oberfläche der Hauptgruppe "additiv" war in der dargestellten Mikrostruktur deutlich rauer. Die Oberfläche der Hauptgruppe "additiv_ub" zeigte ausgeprägte Lakunen in der Mikrostruktur und damit visuell die am stärksten strukturierte Oberfläche.



Abbildung 56- REM-Aufnahme "additiv" 1000X

Die Schichtung aus dem 3D-Druck Prozess ist nicht mehr zu erkennen. Die bearbeitete Oberfläche wirkt gleichmäßig und zeigt eine ausgeprägte Mikrostruktur.



Abbildung 57- REM-Aufnahme "additiv_ub" 1000X

Deutlich zu erkennen ist eine Lakune der unbearbeiteten Oberfläche. Die Lakune entstand aus dem 3D-Druck Prozess. Ebenfalls zu erkennen sind oberflächliche Partikel.



Abbildung 58- REM-Aufnahme "subtraktiv" 1000X

Zu erkennen ist ein gleichmäßiges Schliffbild in vertikaler Richtung der bearbeiteten Oberfläche. Das Material wirkt spröde und zeigt kleine Lufteinschlüsse.



Abbildung 59- REM-Aufnahme "subtraktiv_ub" 1000X

Deutlich zu erkennen ist die vertikale Schliffrichtung aus der maschinellen Fertigung. Die Oberfläche wirkt gleichmäßig mit einem Lufteinschluss am linken Bildrand.



Abbildung 60- REM-Aufnahme "konventionell" 1000X

Auf der bearbeiteten Oberfläche sind keine Schliffspuren zu erkennen. Es zeigt sich eine Makrostruktur und eine spröde wirkende Oberfläche.

3.7.3 Ergänzende Vergrößerungen 250x und 500x für die Hauptgruppe "additiv"

Die in der 100fachen Vergrößerung noch zu erkennende 50μ m-Schichtung aus den 3D-Druck-Proben war beim "additiv_ub" deutlich zu erkennen, bei "additiv" nur noch zu erahnen. In den 250fachen und 500fachen Vergrößerung war die 50 μ m-Schichtung der Hauptgruppe "additiv" ebenfalls zu erkennen, schien aber keinen Einfluss auf die Oberflächenqualität zu haben. Dies wurde besonders in der 1.000fachen Vergrößerung (Abbildung 56, S.88) deutlich.



Abbildung 61- REM-Aufnahme "additiv" 250X

Die bearbeitete Oberfläche wirkt gleichmäßig strukturiert. Die Schichtung aus dem 3D-Druck ist in Form von hellen und dunklen Horizontallinien zu erkennen.



Abbildung 62- REM-Aufnahme "additiv" 500X

Die bearbeitete Oberfläche wirkt gleichmäßig strukturiert. In dieser Vergrößerung wird die ausgeprägte Mikrostruktur der Oberfläche deutlich. Die Schichtung aus dem 3D-Druck ist in Form von hellen und dunklen Horizontallinien zu erkennen.

4 Diskussion

4.1 Einordnung der Untersuchung in die Literatur

Beschäftigt man sich mit provisorischen Restaurationen in der Zahnmedizin, so spielen Randpassung, Sekundärkaries und Auswaschungen des Befestigungsmaterials an der Präparations-/Provisoriengrenze eine wichtige Rolle [2]. Die genannten Faktoren resultieren u.a. aus der Schnittstelle Zahn, temporärer Zement und Provisorium. Bei einer Pubmed-Recherche (letzte Suche: 09.12.2020) mit den folgenden Anfragen erhielt man dazu unterschiedlich viele Ergebnisse:

- "temporary crown" AND "temporary cement" AND "bond strength"
 1 Ergebnis von 2019.
- 2.) "temporary crown" AND "temporary cement" AND "shear bond strength"
 3 Ergebnisse von 1998-2020. Davon 2 Veröffentlichungen ab 2005.
- 3.) "temporary prosthetic" AND "temporary cement" AND "shear bond strength"
 1 Ergebnis von 2019.
- 4.) "temporary cement" AND "bond strength"
 38 Ergebnisse von 1990-2020. Davon 18 Veröffentlichungen ab dem Jahr 2010.
- 5.) "temporary cement" AND "tensile strength" - 28 Ergebnisse von 1994-2020. Davon 22 ab dem Jahr 2000.
- 6.) "temporary cement" AND "tensile strength" NOT "implant"
 18 Ergebnisse von 1994-2020. Davon 12 ab dem Jahr 2000.
- 7.) temporaries AND "temporary cement" AND "tensile strength" NOT "implant"
 18 Ergebnisse von 1994-2020. Davon 12 ab dem Jahr 2000.
- 8.) (provisional AND (FDP OR crown)) AND "retention" NOT "implant"
 31 Ergebnisse von 1995-2020. Davon 9 ab dem Jahr 2013.

Aus den Suchanfragen ergaben sich 138 Ergebnisse. Nach Entfernung der Duplikate blieben 77 Quellen übrig. Hiervon beschäftigen sich 61 Quellen mit

der Phase nach der temporären Versorgung. 34 Quellen beschäftigen sich bei diesen Suchanfragen mit der Scherfestigkeit adhäsiver Befestigungsmaterialien "Kontamination" von Zahnhartsubstanz mit nach einer temporären Befestigungsmaterialien. Sie haben versucht herauszuarbeiten ob Eugenol, das in temporären Zementen enthalten sein kann, einen Einfluss auf den späteren Haftverbund bzw. die Scherfestigkeit von adhäsiven Befestigungsmaterialien hat. Sie kommen dabei zu divergierenden Ergebnissen/ Aussagen. Drei Quellen [2, 36, 44] konnten identifiziert werden, die sich mit dem Haftverbund Befestigungsmaterialien natürlichen Zahnhartsubstanz temporärer zur beschäftigten.

Es fand sich keine wissenschaftliche Untersuchung, die sich dem Haftverbund bzw. der Scherfestigkeit zwischen provisorischen Befestigungsmaterialien und den Materialien für provisorische Restaurationen widmet.

Es gab jedoch vier Untersuchungen, die beide Interfaces "gleichzeitig" betrachten, indem Restaurationen von einem Stumpf "abgezogen" wurden [2, 36, 43, 44].

Rego et al. haben in ihrer Studie den Haftverbund von Provisorien auf humanen Prämolaren mit acht temporären Befestigungsmaterialien (u.a. Temp-Bond und Temp-Bond NE) untersucht [44]. Die Präparation der verwendeten Prämolaren erfolgte mit einem Konuswinkel von 6°, die Stumpfhöhe betrug 4mm bei flachem okklusalem Relief. Sie haben allerdings keine künstliche Alterung durchgeführt und nur die Abzugswerte unmittelbar nach dem Zementieren Temp-Bond NE untersucht. zeigte eine Abzugskraft von 33.8 Ν (Std.Abw.: 11,68). Temp-Bond zeigte eine Abzugskraft 53.5 von Ν (Std.Abw.: 13,5). Die beiden temporären Zemente unterschieden sich statistisch signifikant voneinander. Die Abzugskraft verwendeten der 8 Befestigungsmaterialien erstreckte sich von 20,1 N bis 67,5 N.

Lewinstein et al. [2] haben einen ähnlichen Versuch an humanen Molaren durchgeführt. Die Zähne wurden mit einem Konvergenzwinkel von 12°

präpariert. Angeben zur Stumpfhöhe und dem okklusalen Relief wurden nicht gemacht. Sie haben drei temporäre Zemente (Temp-Bond, Temp-Bond NE und Freegenol) verwendet, sie nach Herstellerangaben verarbeitet und teilweise mit CHX angereichert. Anschließend wurden die Proben für 100 Zyklen im Thermocycler künstlich gealtert und danach auf Randpassung sowie Abzugskraft untersucht [2]. Sie konnten zeigen, dass bei den verwendeten Zementen. unabhängig von den temporären Abzugskräften, sich Randundichtigkeit einstellte. In 94% der Fälle (68 von 72) erstreckte sich die Randundichtigkeit auf einem Drittel der axialen Wand der Präparation oder darüber hinaus. Eugenolhaltige temporäre Zemente schienen dafür anfälliger zu sein, als eugenolfreie [2, 30]. Bei den Abzugswerten, ohne den Einfluss von CHX, wurde kein statistisch signifikanter Unterschied zwischen Temp-Bond (N = 13,4; Std.Abw.: 7,5) und Temp-Bond NE (N = 10,2; Std.Abw.: 4,5) festgestellt.

Román-Rodríguez et al. [43] haben einen Modellstumpf aus Metall mittels Scan digitalisiert. Nach dieser Form wurden 10 extrahierte Molaren mit Hilfe einer Fräse in die Form des Modellstumpfs überführt. In der Untersuchung wurden fünf Befestigungsmaterialien (Dycal, Temp-Bond, Temp-Bond NE, Temp-Bond clear und Telio CS Link) verwendet. Subtraktiv gefertigte Provisorien aus PMMA wurden mit den verwendeten Befestigungsmaterialien mit den Zahnstümpfen verfügt. Zu jedem Befestigungsmaterial wurden zwei Gruppen zu mit n=10 Zahnstümpfen erstellt. Die Hälfte der Gruppen wurde einem Thermocycling mit 190 Zyklen bei Temperaturen von 5°C bis 55°C unterzogen. Im Anschluss wurde die Abzugskraft gemessen und makroskopisch erfasst, an Teil (Stumpf, Provisorium. Stumpf/Provisorium) welchem die Befestigungsmaterialreste verblieben. In Verknüpfung zu der vorliegenden Arbeit zeigten Román-Rodríguez et al. die in Tabelle 13 dargestellten Ergebnisse:

Tabelle 13 – Übersicht der Abzugswerte aus dem Versuch von Román-Rodríguez et al. In der linken Spalte sind die Befestigungsmaterialien Temp-Bond (TB), Temp-Bond NE (TB NE) und Temp-Bond clear (TB CL) aufgelistet. Die obere Zeile unterscheidet nach Thermocycling ja/nein. Die Ergebnisse sind in Newton angegeben.

Je Gruppe n=10	Ohne Thermocycling	Mit Thermocycling
ТВ	49,8 N	12,5 N
TB NE	77,7 N	8,3 N
TB CL	22,6 N	23,3 N

In der Untersuchung von Román-Rodríguez et al. zeigte Temp-Bond clear nach dem Thermocycling höhere Abzugswerte. Weiterführend interpretiert hatte Temp-Bond clear auch in dieser Untersuchung, wie in der vorliegenden Arbeit, niedrige Abzugswerte in Verbindung mit Provisorien aus PMMA. Statistische Signifikanzen konnten nicht nachvollzogen werden, da Román-Rodríguez et al. keine Std.Abw. und P-Werte angaben. Befestigungsmaterialreste verblieben ohne Thermocycling für Temp-Bond (60%) und für Temp-Bond NE (90%) zu einem Großteil der Proben sowohl am Stumpf, wie auch im Provisorium. Nach dem Thermocycling verblieben für beide Zemente die Zementreste primär am Zahn (Temp-Bond 70%; Temp-Bond NE 80%). Temp-Bond clear verblieb vor, wie auch nach dem Thermocycling in 100% der getesteten Proben ausschließlich im Provisorium.

Lepe et al. [36] betteten extrahierte Molaren in einen Harzzylinder ein und Präparierten die Zahnkronen mit einem Konvergenzwinkel von 20° bei einer Stumpfhöhe von 5mm. Sie stellten Provisorien aus PMMA und Bis-Acrylat Composites her und zementierten diese mit temporären Zementen (Temp-Bond, Temp-Bond NE, Temrex und CaOH₂). Nach einer 24-stündigen Lagerung in Wasser bei Zimmertemperatur wurde ein Abzugsversuch durchgeführt. Sie kamen zu dem Ergebnis, dass die Provisorien aus PMMA gegenüber denen aus Bis-Acrylat Composite 19,3% höhere Abzugswerte zeigten. Sie konnten keinen Unterschied im Vergleich der Zemente zu den verwendeten

Provisorienmaterialien, wenn die Zemente nach Herstellerangaben angemischt wurden, feststellen. Temp-Bond (750 KPa = $0,75 \text{ N/mm}^2$) und Temp-Bond NE (800 KPa = $0,8 \text{ N/mm}^2$) unterschieden sich nicht statistisch signifikant voneinander.

Nur fünf Studien [2, 30, 36, 43, 44] haben sich mit dem Haftverbund von provisorischen Befestigungsmaterialien zur natürlichen Zahnhartsubstanz, zum Modellstumpf und der Randpassung beschäftigt. Aber auch in diesen Studien fehlt die Untersuchung zum Haftverbund zwischen dem provisorischen Zement und den Provisorienmaterialien. Hier gibt es also noch ein wenig untersuchtes Feld, das ebenso einen Einfluss auf die oben genannten Faktoren Sekundärkaries, Randundichtigkeiten und Auswaschungen hat. Aus den Quellen, die sich nicht direkt mit dem Haftverbund temporärer Befestigungsmaterialien zur Zahnhartsubstanz oder zum Provisorienmaterial beschäftigt haben, wurden herangezogen um:

- Die Methodik [44, 48-50, 52]
- Die temporären Befestigungsmaterialien (Temp-Bond, Temp-Bond NE und Temp-Bond clear) [2, 36, 43, 45, 47, 53]
- Die verwendeten Materialien (ProTemp, PMMA; FREEPRINT temp) [16, 32, 54-56]

auszuwählen, damit Anknüpfungspunkte zu bereits vorhandenen Studien geschaffen werden konnten.

4.2 Methodenkritik

4.2.1 Vorabüberlegungen zum Versuchsaufbau/ -durchführung

In der vorliegenden Arbeit wurden die Versuche an die DIN EN ISO 10477 angelehnt, da es am Rand von dentalen Provisorien zu Zementauswaschungen und Mikroleckagen kommt [2]. Hieraus resultiert klinisch das Risiko für eine Sekundärkaries bei längeren Tragezeiten der Provisorien [2]. Bei der DIN EN ISO 10477 ist der Befestigungsmaterialstempel ungeschützt auf dem Prüfkörper Abbildung 12. S.35). Nachdem aufgebracht (siehe die benannten Befestigungsmaterialstempel auf die Prüfkörper aufgebracht wurden, sind die Proben, angelehnt an DIN EN ISO 10477 sowie Bähr et al. und Gilbert et al. [48-50] vor der Testung 24 Stunden (trocken) gelagert worden. Anschließend wurde die erste Hälfte der Proben in der Universalprüfmaschine getestet, die andere Hälfte wurde in einem Thermocycler künstlich um ca. 6 Monate gealtert [52]. So sollten die Verhältnisse direkt nach dem Einsetzen eines Provisoriums (und Aushärten des Befestigungsmaterials) sowie nach sechs monatiger Tragezeit in vitro simuliert werden.

Für die Untersuchung der Schnittstelle zwischen den temporären Befestigungsmaterialien und den Provisorienmaterialien sollten zwei Bedingungen erfüllt sein:

- 1. Vergleichbarkeit
- 2. Übertragbarkeit in die Praxis

Um diesen Anforderungen nachzukommen, wurde wie folgt vorgegangen:

4.2.2 Materialauswahl der Hauptgruppen

Für jedes Herstellungsverfahren wurde ein Provisorienmaterial ausgewählt. Für die Hauptgruppe der konventionell gefertigten Provisorien wurde Protemp IV A3 (3M Deutschland GmbH, Neuss, Deutschland) verwendet, da es in mehreren anderen Studien vertreten ist und somit ein verknüpfen der Ergebnisse möglich

sein könnte [9, 57]. Gleiches gilt auch für das Provisorienmaterial, das für die subtraktiven (gefrästen, CAM) Prüfkörper verwendet wurde. Hüttig et al. dass CAD/CAM gefertigte Brückenprovisorien konnten zeigen, mit endständigem Pfeiler aus ungefülltem PMMA für den "Langzeiteinsatz" (bis 1 Jahr) geeignet sind, wenn diese adhäsiv eingesetzt wurden [32]. Die Arbeit knüpfte daher bei der Auswahl des Materials für die subtraktive Gruppe an und setzt ein ungefülltes PMMA ein. Dieses ist, um der Versorgungspraxis zu entsprechen, in einer Marktsondierung im Januar 2020 als das günstigste auf dem Markt erhältliche identifiziert worden (Shaded PMMA Disc A3,5; Dentsply Sirona/DeguDent GmbH, Hanau-Wolfgang, Deutschland).

Da der 3D-Druck in der (prothetischen) Zahnmedizin sich erst seit ca. 2015 etabliert und somit noch als "neu" zu bezeichnen ist [58], lagen zum Zeitpunkt dieser Schrift erst zwei publizierte Studien von Arutyunov et al. zu additivgefertigten Provisorienmaterialien vor.

In der ersten Studie wurde gezeigt, dass 3D-Druckmaterialien sehr geringe Anheftungswerte für parodontopathogene Keime sowie den Pilz Candida albicans aufweisen [59].

In der zweiten Studie von Arutyunov et al. [16] wurden die Materialien NextDent C&B (NextDent B.V., Soesterberg, Niederlande) und FREEPRINT temp (DETAX GmbH & Co. KG, Ettlingen, Deutschland) in einer in-vitro Untersuchung verglichen. Untersucht wurden die Parameter Wasseraufnahmekapazität, Löslichkeit, Biegefestigkeit, Biegemodul, Härte und Verschleißfestigkeit nach den Normen ISO 1567:1999 und ISO 2039-1:2001. Die Wasseraufnahmekapazität von FREEPRINT temp (27,5 µg/mm³; Std.Abw.: 3,4) war geringer als die von NextDent C&B (64,3 μ g/mm³; Std.Abw.: 0,4). Gleiches zeigte sich für die Löslichkeit: FREEPRINT temp (7,0 µg/mm³; Std.Abw.: 1,7); NextDent C&B (19,2 μ g/mm³; Std.Abw.: 0,5). Für die restlichen Parameter konnten keine Unterschiede festgestellt werden. Im zweiten Teil der Studie (in-vivo) wurden Immobilisierungsschienen für die Unterkieferfront hergestellt. Verwendete Materialien: Glasfaserband (intraorale

Lichtpolymerisation), PMMA (gefräst) und ein Harz (FREEPRINT temp) (gedruckt). Die Schienen wurden bei 586 Patienten adhäsiv eingegliedert. NextDent C&B fand keine Anwendung im zweiten Teil der Studie. In den Nachuntersuchungen einen Monat, sechs Monate und 12 Monate nach Eingliederung konnte für alle verwendeten Materialien stabile Mund- und Hygieneverhältnisse festgestellt werden. Es gab keinen statistisch signifikanten Unterschied unter den verwendeten Materialien. Arutyunov et al. kommen zu dem Schluss, dass die Herstellung von Langzeitprovisorien aus FREEPRINT temp einfacher und ökonomischer, als jene aus NextDent C&B ist. Aus den oben genannten Gründen wurde FREEPRINT temp in der vorliegenden Arbeit verwendet.

4.2.3 Materialauswahl der provisorischen Befestigungsmaterialien (Untergruppen)

Für die verwendeten provisorischen Zemente wurde auf Temp-Bond (eugenolhaltig) und Temp-Bond NE (eugenolfrei) zurückgegriffen (Europa: KerrHawe SA, Bioggio, Schweiz), da Temp-Bond ein in der Praxis häufig verwendeter provisorischer Zement ist [53]. Der Einfluss eugenolhaltiger Befestigungsmaterialien auf den Haftverbund definitiver adhäsive Befestigungsmaterialien zur Zahnhartsubstanz wird in der Literatur kontrovers diskutiert: So zeigten u.a. Bachmann et al. und Carvalho et al., dass Eugenol einen negativen Einfluss auf den Haftverbund adhäsiver Befestigungsmaterialien (Single Bond, Clearfil SE und iBond) zum Dentin hat [21-24, 60]. Dagegen stehen die Studien von Ganss et al. [25, 26]. Hier konnte keine Herabsetzung des Haftverbundes des Adhäsivsystems (Dentinbonding: Syntac) durch eugenolhaltige Zemente zum Dentin und Schmelz festgestellt werden. Zu ähnlichen Ergebnissen kommen auch Terata et al. sowie Schwartz et al. [27, 28]. Weiterführend kommen Takimoto et al. zu dem Schluss, dass alle verwendeten eugenolfreien temporären Zemente (HYBond Temporary Cement Hard, IP Temp Cement, Fuji TEMP und Freegenol Temporary Cement) einen negativen Einfluss auf den Haftverbund bei den untersuchten selbstätzenden

Befestigungssystemen (Clearfil SA Luting, G-Luting und G-Cem) haben [61]. Kanakuri et al. konnte zeigen, dass die verwendeten Adhäsivsysteme (Super-Bond C&B, Panavia, Nexus II und Fuji Luting) ebenfalls einen verringernden Einfluss auf den Haftverbund hatten, wenn die Zahnoberflächen vorher mit einem provisorischen Zement HYBond Temporary Cement Hard, Freegenol Temporary Cement und Neodyne T) in Kontakt waren [62]. Sie zeigten aber ebenso, dass eine Reinigung der Zahnoberfläche, nur mit einer rotierenden Bürste, für 15 Sekunden bei 2000 rpm dazu führte, dass kein Unterschied im Haftverbund von behandeltem (eugenolfreier temporärer Zement) zu unbehandeltem Dentin bestand [29].

Es wird ersichtlich, dass der Eugenol-Gehalt für die praktische Anwendung am Patienten eine relevante Frage darstellt. Deshalb wurde der eugenolfreie provisorische Zement Temp-Bond NE ebenfalls berücksichtigt [21-28, 60, 61]. Temp-Bond Clear (Europa: KerrHawe SA, Bioggio, Schweiz) sollte als drittes provisorisches Befestigungsmaterial auf Acrylat-Basis einen Vergleich zu den beiden Zementen auf Zinkoxid-(Eugenol)-Basis ermöglichen. Darüber hinaus empfiehlt der Hersteller des FREEPRINT temp (DETAX GmbH & Co. KG, Ettlingen, Deutschland) auf telefonische Anfrage die Verwendung eines temporären Befestigungsmateriales auf Acrylat-Basis.

4.2.4 Einteilung der Hauptgruppen

Zusammenfassend ergaben sich drei Hauptgruppen, die die Fertigungsverfahren konventionell (ProTemp IV), subtraktiv (PMMA) und additiv (FREEPRINT) darstellten. Zu den Hauptgruppen wurden jeweils drei Untergruppen entsprechend der temporären Befestigungsmaterialien erstellt.

Aufgrund der Polymerisationsschrumpfung und der oberflächlichen Schmierschicht, muss bei konventionellen Fertigungsmethoden am Patienten das Provisorium luminal und oberflächlich nachbearbeitet werden [6]. Dies trifft für subtraktive und additive Fertigungsverfahren in Bezug auf die luminalen

Flächen eines Provisoriums, nur eingeschränkt zu, sofern man die chemische Nachbearbeitung beim SLA-Druck (s. Kapitel 2.1.1) unberücksichtigt lässt.

Bei den laborseitigen Fertigungsverfahren sind die Passungen (inkl. Fügespalt) so eingestellt, dass Luminal nur in seltenen Fällen eine Nachbearbeitung der Oberfläche mit rotierenden Instrumenten anfällig wäre [7-9].

Um die Anforderung einer a) Vergleichbarkeit und b) Übertragbarkeit in die Praxis gerecht zu werden, wurden die drei Hauptgruppen um die zwei Hauptgruppen "unbearbeitet" erweitert.

4.2.5 Einfluss der Prüfkörperbearbeitung bei den laborseitigen Fertigungsverfahren

Die konventionell und additiv gefertigten Prüfkörper wurden nach der Fertigung in ein Isopropanolbad gegeben um die Ruckstände bzw. die Schmierschicht auf der Oberfläche zu entfernen, die material- und technikbedingt entstehen.

Anschließend wurden alle Oberflächen der Prüfkörper aus den Hauptgruppen 1 bis 3 mit einem Hartmetallfräser des Typs 79Q 040 (Hager & Meisinger GmbH, Neuss, Deutschland) angeraut. Dies sollte die luminale Nachbearbeitung und das Aufpassen konventionell gefertigter Provisorien am Patienten simulieren und gleichzeitig eine einheitliche Oberflächengüte aller Prüfkörper erzeugen. Die Oberflächen der Hauptgruppen "additiv_ub" und "subtraktiv_ub" wurden nicht weiter bearbeitet um herauszufinden, ob auf diese Weise hergestellte Provisorien, in Bezug auf die Scherfertigkeitswerte zum temporären Befestigungsmaterial, direkt "aus der Maschine" in den Patientenmund eingesetzt werden könnten. Die notwendige Oberflächenvergütung der oralen Flächen dentaler Provisorien wurde in dieser Arbeit nicht berücksichtigt. Im Anschluss an die Nachbearbeitung wurden alle Prüfkörper mit einer Schieblehre auf die korrekten Dimensionen gemäß der DIN EN ISO 10477 (20 ± 1) mm x (10 ± 1) mm x (2 ± 0,5) mm überprüft.

4.2.6 Einteilung der Prüfkörper zu den Untergruppen

Die fertiggestellten Prüfkörper der fünf Hauptgruppen (n=600) wurden auf die 3 Untergruppen (je Befestigungsmaterial) zufällig verteilt. Somit ergaben sich pro Zement in der Untergruppe 40 verfügte Prüfkörper. Davon wurden jeweils 20 verfügte Prüfkörper, nach einer Lagerung von 24 Stunden in destilliertem Wasser bei 37°C, einem Thermocycling unterzogen und die anderen 20 nach 24 Stunden trockener Lagerung bei Zimmertemperatur der Prüfung zur Scherfestigkeit (s. Kapitel 2.6) unterzogen. Dieses Vorgehen sollte eine Unterscheidung zwischen in der Praxis "frisch eingesetzten" Provisorien und Provisorien, die der Patient bereits über einen längeren Zeitraum trug ermöglichen und simulieren, was passiert, wenn der Zement am Interface zum Provisorienmaterial Wasser sowie Temperaturwechsel ausgesetzt ist. Dieses Verfahren und die Zeitdauer sind in der Literatur üblich (vergl. Kapitel 2.4) [44, 48-50].

4.2.7 Verfügen der Prüfkörper mit einem Befestigungsmaterialstempel

Um in den Prüfungsgruppen eine möglichst gleiche und homogene Qualität zu erreichen, wurde eine Zementierungshilfe eigens für den Versuch entworfen und hergestellt. Das für die Zementierungshilfe verwendete Polylactid Filament besitzt laut des Vertreibers filamentworld.de: "mechanisch gute Eigenschaften, wie beispielsweise eine hohe Oberflächenhärte, Steifigkeit und ein hohes E-Modul (Zugfestigkeit), jedoch nur eine mäßige Schlagfestigkeit". Weitere Vorteile laut Vertreiber sind: "Geringe Feuchtigkeitsaufnahme (…) und hohe UV-Beständigkeit". Durch diese Eigenschaften erfüllte das verwendete Filament die Voraussetzungen um in mehreren Zementierungsschritten konstante Ergebnisse zu liefern. Der Befestigungsmaterialstempel war somit stets zentral positioniert und in seiner Dimensionierung über alle Gruppen homogen. Die Zementierungshilfe ermöglichte es die Befestigungsmaterialstempel innerhalb von 30-40 Sekunden auf die 20 Prüfkörper je Prüfungsgruppe aufzubringen. Es konnte gewährleistet werden, dass äußere Faktoren wie Temperatur und Luftfeuchtigkeit für jede Prüfungsgruppe konstant waren.

Unmittelbar vor dem Aufbringen der Befestigungsmaterialstempel auf alle Prüfkörper, erfolgte keine weitere Benetzung der Oberflächen mit Isopropanol. Auch, wenn die Desinfektion des Werkstücks vor dem Einbringen in den Patientenmund zur Wahrung der Hygienerichtlinien zu erfolgen hat, so konnten keine Literaturquellen gefunden werden, die einen eventuellen Einfluss auf den Haftverbund untersuchten. Diese Variable war in dieser Arbeit somit von unbekannter Größe. Ob ein Zusammenhang zur Umkehr der Performanz von Temp-Bond CL in der Hauptgruppe "additiv_ub" vor und nach dem Thermocycling besteht, kann im Rahmen dieser Arbeit nicht geklärt werden.

Um eine homogene Befestigungsmaterialqualität zu erreichen und um das Lufteinschlüsse durch Anmischen des Befestigungsmaterials auszuschließen, wurde auf Kartuschen mit Mixing-Tips zurückgegriffen. Die der Zementierungshilfe wurden an den Stellen, Wände die den Befestigungsmaterialstempel umschließen dünn mit Vaseline ausgestrichen um ein leichtes Lösen der Prüfkörper inkl. Befestigungsmaterialstempel aus der Vorrichtung zu ermöglichen. Stress auf dem Befestigungsmaterialstempel sollte vermieden werden. Die Voruntersuchung, beschrieben im Kapitel 2.4.1 Voruntersuchung, S. 36 zeigte, dass die kleinen Überstände an der Befestigungsmaterialstempelbasis entfernt werden müssten, da sie einen auf die Messwerte hatten. Die Überstände Einfluss an der Befestigungsmaterialstempelbasis wurden mit einem neuen Skalpell sorgsam entfernt um Stress auf den Befestigungsmaterialstempel zu vermeiden. Die Ergebnisse zeigten, dass eine geringe Standardabweichung und eine Normalverteilung aller Versuche mit einheitlich bearbeiteter Oberfläche (Hauptgruppe 1-3) vorlag. Hätte das Entfernen der Überschüsse einen unkontrollierbaren Einfluss. hätte SO es sich in den Eraebnissen niedergeschlagen. Ein Hinweis darauf konnte nicht gefunden werden.

4.2.8 Erfassung der Fügefläche des Befestigungsmaterials

Nach dem Aufbringen des Befestigungsmaterialstempels auf die Prüfkörper und die Entfernung der Überschüsse an der Befestigungsmaterialstempelbasis (siehe Abbildung 12, S. 35), wurden die Prüfkörper mit dem Fotomakroskop M400 (Wild Heerbrugg AG, St. Gallen, Schweiz) bei einer 20 fachen Vergrößerung fotografiert. Nach der Scherfestigkeitsprüfung sollte eine erneute Dokumentation mittels Fotomakroskop bei selber Einstellung erfolgen um die Haftfläche zu bestimmen. Die Vermessung der Haftfläche mit dem Programm Measure (Datinf GmbH, Tübingen, Deutschland) verlangte, dass die Messpunkte händisch positioniert werden. Wie aus Abbildung 16 (S. 41) ersichtlich, konnte die Haftfläche nicht zweifelsfrei bestimmt werden, da sie nach der Scherfestigkeitsprüfung auf der Oberfläche des Prüfkörpers nicht eindeutig identifiziert werden konnte. Beim Abschätzen dieser Fläche wäre das Risiko einer zu hohen Abweichung von der eigentlichen Haftfläche gegeben. Die Zementierungshilfe war in ihrer Ausführung präzise genug um einheitliche Befestigungsmaterialstempel entsprechend der Vorgabe (Ø=5mm) zu produzieren. Als Flächenmaß konnte somit 19,63 mm² angenommen werden. In Stichproben von verfügten Prüfkörpern, die im Programm Measure genommen wurden, konnte dies bestätigt werden.

4.2.9 Lagerung der Prüfkörper vor der Versuchsdurchführung

Alle Prüfkörper, die keinem Thermocycling unterzogen wurden, sind nach der Vermessung für 24 Stunden trocken in verschließbaren Kunststoffschalen gelagert worden. Die Prüfkörper, die einem Thermocycling unterzogen wurden, sind 24 Stunden in demineralisiertem Wasser bei 37°C gelagert worden [48-50]. Dieser Versuchsaufbau gleicht dem von Gilbert et al. [48], Reymus et al. [50] und Bähr et al. [49], wurde jedoch in Bezug auf die Lagerung der Prüfkörper modifiziert, die ohne Thermocycling getestet wurden: Diese wurden trocken und nicht in destilliertem Wasser gelagert. Da eugenolhaltige Zemente durch Flüssigkeitseinwirkung zum Auswaschen neigen [30] (siehe Kapitel 1.2.1), sollte durch die trockene Lagerung die "Baseline"-Situation unmittelbar nach dem

Einsetzen eines Provisoriums, wenn die Einflüsse von Speichel und Flüssigkeiten noch vernachlässigbar sind, simuliert werden. Im Vergleich zu den oben genannten Untersuchungen [48-50] könnte es durch die Modifikation der Lagerungsbedingungen in der vorliegenden Arbeit zur höheren Messwerten bei den Prüfkörpern ohne Alterung gekommen sein. Ein Nachweis ist aufgrund des unterschiedlichen Designs der Untersuchungen nicht möglich.

4.2.10 Scherfestigkeitsversuch ohne/mit Thermocycling

Nach 24 Stunden erfolgte für die nicht gealterte Hälfte der Prüfkörper eines Fertigungsverfahrens der Scherfestigkeitsversuch in der Universalprüfmaschine (ZwickRoell GmbH & Co. KG, Ulm, Deutschland) mit einem Vorschub von 1mm/min und ohne Vorlast bis zum Versagen des Haftverbundes. Die andere Hälfte wurde in einem Thermocycler Haake W15 (WillyTec GmbH, München, Deutschland) 5000 Zyklen unterzogen. Die Konfiguration entsprach der DIN EN ISO 10447: 30s bei 5°C, 30s bei 55°C. Die Haltezeit zwischen den Bädern wurde auf 10s gesetzt. So wurde eine in vitro Alterung der Proben um ca. 6 Monate simuliert [52]. Bis zur Testung in der Universalprüfmaschine wurden die Proben in einem Bad aus demineralisiertem Wasser für eine Stunde bei ca. 23°C gelagert [48-50]. In der Universalprüfmaschine wurde dann wieder nach Vorgaben der DIN EN ISO 10477 mit einem Vorschub von 1mm/min und ohne eine eingestellte Vorlast geprüft.

4.2.11 Bruchmodianalyse

Um die daraus entstandenen Daten weiterführend interpretieren zu können, wurden drei weitere Untersuchungen durchgeführt. Zum einen wurde makroskopisch zwischen adhäsiven und kohäsiven Brüchen unterschieden [49]. Da temporäre Befestigungsmaterialien keine chemische Bindung zum provisorischen Kronenmaterial aufbauen und somit bei der Bruchanalyse keinen Bruch im provisorischen Material beim Abscheren verursachen können, "kohäsiv" wurde ein Bruch als bezeichnet, wenn Teile des Befestigungsmaterialstempels auf dem Prüfkörper verblieben und somit der

Bruch auch im Befestigungsmaterialstempel und nicht nur an der Fügefläche zum Provisorienmaterial stattfand. Befestigungsmaterialstempel und Material waren in einem sichtbaren Bereich in soweit "zusammenhaltend", dass die Bruchfestigkeit des ausgehärteten Befestigungsmaterials überstiegen wurde und dieser Anstelle des Interfaces "frakturierte"(siehe Abbildung 16, S. 41).

Löste sich der Befestigungsmaterialstempel vollständig von dem Prüfkörper ab, wurde dies als "adhäsiv" interpretiert, wobei die Bezeichnung in Anlehnung an Bähr et al.[49] und Gilbert et al. [48] gewählt wurde. Dadurch, dass temporäre Befestigungsmaterialien im werkstoffkundlichen Sinne keinen adhäsiven Verbund zum Provisorienmaterial herstellen, ist "adhäsiv" in der vorliegenden Arbeit als "anhaftend" zu verstehen.

4.2.12 Quantifizierende und qualifizierende Oberflächenanalysen

Die zweite weiterführende Untersuchung der Oberflächentopographie im Perthometer (Mahr GmbH, Göttingen, Deutschland) basierte auf jeweils sechs Prüfkörpern je Hauptgruppe nach Herstellung und ohne Alterung, die nicht für die Scherversuche verwendet wurden. Unmittelbar nach der Herstellung und Nachbearbeitung wurden sie im Perthometer untersucht. So konnten die Oberflächen in einem vergleichbaren Zustand untersucht werden, wie die Prüfkörper, die mit den Befestigungsmaterialien verfügt wurden. Einflüsse durch die Lagerung (Temperatur-, Luftfeuchtigkeitsschwankungen und Lichteinflüsse) sollten so möglichst ausgeschlossen werden. Da keine gealterten Prüfkörper einer Oberflächenanalyse zugeführt wurden, ist dieser Einfluss von unbekannter Größe.

Die gewählten Untersuchungsparameter (siehe Kapitel 2.7.1, S. 42) wurden in Anlehnung an Xu et al. [63] und Klaiber, D. [64] gewählt.

Die 121 Linienpaare entsprechen einer Auflösung von 25 μ m und wurden gewählt um detaillierte 3D Bilder der Oberfläche zu erzeugen. Die weitere Auflösung wurde modifiziert und auf 66 Linienpaare eingestellt um mit 46,15 μ m unter der Auflösung des 3D-Drucks von 50 μ m zu bleiben. So konnten

besonders im Vergleich der bearbeiteten zur unbearbeiteten Fläche, der 3Dgedruckten Prüfkörper, die Unterschiede herausgearbeitet werden. Technikbedingt entsteht auf der Oberfläche der gedruckten Prüfkörper eine feine Riffelung aus Längslinien im Abstand von 50 μm bzw. der gewählten Druckauflösung. Bei den Prüfkörpern mit der bearbeiteten Oberfläche war diese Riffelung nicht mehr nachweisbar.

Als letzte Untersuchung wurden REM-Aufnahmen von den Prüfkörperoberflächen in den Auflösungen 100x, 250x, 500x und 1000x erstellt. Als Prüfgerät wurde das REM LEO 1430 (Carl Zeiss AG, Oberkochen, Deutschland) verwendet. Um ein Bild der Oberfläche aufnehmen zu können, da die Prüfkörper nicht elektrisch leitfähig sind, müssten sie vorher mit einer Gold-Palladium-Legierung besputtert werden. Sie sollten die Oberflächenanalyse mittels Perthometer ergänzen, da sie eine deutlich höhere Auflösung liefern. Auf die Perthometerdaten hätte dennoch nicht verzichtet werden können, da das REM keine Rauhigkeitswerte oder Wellentiefen des Oberflächenprofils liefert.
4.3 Interpretation der Ergebnisse

4.3.1 Scherfestigkeit der Befestigungsmaterialien

Zur Diskussion der Ergebnisse ist vorab zu sagen, dass stets darauf geachtet wurde, dass die dargestellten Graphiken die gleichen Beschriftungen und Skalierungen vorweisen. Wenn von diesem Vorgehen abgewichen wurde, dann nur um eine sinnvollere Darstellung zu erreichen und den Inhalt der Graphiken schnell begreifbar zu machen.

Die Ergebnisse des Scherfestigkeitsversuchs zeigen, dass für die Hauptgruppen "additiv", "additiv_ub" und "konventionell" vor und nach dem Thermocycling vereinfacht gilt:

Temp-Bond < Temp-Bond NE < Temp-Bond CL.

Für die Hauptgruppen "subtraktiv" und "subtraktiv_ub" kam es vor und nach dem Thermocycling zu Unterschieden. Die vereinfachten Darstellungen sind in Tabelle 14 zusammengefasst.

Tabelle 14 - Übersicht Abstufung der Zement Performanz. In der linken Spalte Aufschlüsselung in <u>vor</u> und <u>nach</u> dem Thermocycling. In der mittleren Spalte befinden sich die Hauptgruppen. Die rechte Spalte stellt die Performanz-Abstufungen der Befestigungsmaterialien Temp-Bond (TB), Temp-Bond NE (NE) und Temp-Bond CL (CL) dar. Unterschiede in der vereinfachten Performanz-Darstellungen sind mit Sternchen dargestellt.

	Hauptgruppe	Performanz
	additiv	
	additiv_ub	TB < TB NE < TB CL
Thermocycling: nein	konventionell	
	subtraktiv	TB CI * < TB < TB NE
	subtraktiv_ub	
	additiv	
	additiv_ub	TB < TB NE < TB CL
Thermocycling: ja	konventionell	
	subtraktiv	TB* < TB CL < TB NF
	subtraktiv_ub	

Es gilt zu beachten, dass Temp-Bond und Temp-Bond CL auch vor dem Thermocycling bei den Hauptgruppen "subtraktiv" und "subtraktiv_ub" sehr niedrige Scherfestigkeitsmittelwerte zeigten (Mittelwerte: Temp-Bond:0,42 MPa/0,21 MPa; Temp-Bond CL: 0,14 MPa/0,05 MPa).

Alle temporären Zemente zeigten nach dem Thermocycling in der Regel geringere Scherfestigkeitsmittelwerte. Nur Temp-Bond CL zeigte in der Hauptgruppe "konventionell" keine statistisch signifikante Veränderung der Scherfestigkeit vor und nach dem Thermocycling (F (1.38) = 0.5595; p = 0.46). In der Hauptgruppe "additiv ub" sogar eine Verbesserung der Scherfestigkeitsmittelwerte nach dem Thermocycling. In den anderen Hauptgruppen zeigten Temp-Bond und Temp-Bond CL statistisch signifikante Unterschiede in ihrer Performanz. Lediglich Temp-Bond NE zeigte über alle Hauptgruppen verteilt recht homogene Ergebnisse, die sich allerdings in ihrer statistischen Signifikanz unterschieden.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass Temp-Bond in 8 von 10 Fällen (Alle Hauptgruppen und Alterungsstufen – siehe Tabelle 14) die niedrigsten Scherfestigkeitswerte lieferte. Dies ist unter anderem auch darauf zurückzuführen, dass Temp-Bond als einziger Zement das Thermocycling grundsätzlich nicht überstand.

Temp-Bond NE scheint materialunspezifisch zu funktionieren versagte auch nach dem Thermocycling nicht komplett. Temp-Bond NE lieferte nie die geringsten Scherfestigkeitswerte im Vergleich mit den anderen beiden Befestigungsmaterialien.

Temp-Bond CL zeigte in den Versuchen nahezu nur zwei Modi. Entweder es lieferte die höchsten Scherfestigkeitsmittelwerte, oder es lieferte kaum noch messbare Werte. Es fällt auf, dass Temp-Bond CL auf den gefrästen Prüfkörpern aus PMMA (subtraktiv und subtraktiv_ub), unabhängig der Oberflächenbearbeitung, sehr niedrige Scherfestigkeitswerte lieferte. Die im Abschnitt 1.5 Hypothesen auf S.18 formulierten Nullhypothesen 1-3 können anhand dieser Ergebnisse abgelehnt werden. Abgesehen von Temp-Bond NE

und Temp-Bond clear in der Hauptgruppe "additiv ub" vor dem Thermocycling = 0,5164) unterschieden sich die Scherfestigkeitswerte (p aller Oberflächen Befestigungsmaterialien auf allen statistisch signifikant voneinander. Selbiges gilt für den Einfluss des Thermocyclings. Mit Ausnahme Temp-Bond clear in der Hauptgruppe "additiv ub", hatten von alle Befestigungsmaterialien vor dem Thermocycling höhere Scherfestigkeitswerte als danach.

4.3.2 Diskussion der Bruchmodi

In Verknüpfung mit den Ergebnissen aus den Scherfestigkeitsversuchen sollte nun mit der Analyse der Bruchmodi und der Oberflächenanalyse mittels Perthometer und REM eine Begründung für diese Ergebnisse gefunden werden.

Die Analyse der Bruchmodi ergab, ergänzend zur Abbildung 22 (S. 62), die Tabelle 15:

Tabelle 15 - Übersicht Bruchmodi der Befestigungsmaterialien.Gegenübergestellt werden dieBefestigungsmaterialien (linke Spalte) den Bruchmodi (rechte Spalte).Das Bruchmodus-Verhältniskohäsiv zu adhäsiv ist in Klammern hinter dem Bruchmodus dargestellt.

Zement	Bevorzugter Bruchmodus (Verhältnis kohäsiv/adhäsiv)
Temp-Bond	Adhäsiv (1:2,4)
Temp-Bond NE	Kohäsiv (2,2:1)
Temp-Bond CL	Adhäsiv (1:3,7)

Die Auswertung ergab, dass ein statistisch signifikanter Unterschied der Scherfestigkeiten zwischen den Bruchmodi vorlag. Ein kohäsiver Bruchmodus (238 von 600 Brüchen) geht mit einer höheren Scherfestigkeit einher (p-Wert <,0001).

Dennoch lässt es keinen unmittelbarer Rückschluss auf die Scherfestigkeit zu, denn Temp-Bond CL zeigte mit einem Verhältnis von 3,7:1 primär adhäsive

Brüche, hatte aber in 10 Vergleichen die höchsten 6 von Scherfestigkeitsmittelwerte (siehe Tabelle 14, S. 109). Bei der Hauptgruppe "additiv" vor dem Thermocycling zeigte es zu gleichen Teilen adhäsive und Bruchmodi (1:1,2 (adhäsiv:kohäsiv)) und kohäsive seine höchsten Scherfestigkeitswerte. Nach dem Thermocycling zeigte es die höchsten Scherfestigkeitswerte bei der Hauptgruppe "additiv ub" mit ausgeglichenem Bruchverhältnis (1,5:1 (adhäsiv/kohäsiv)).

Anhand der Ergebnisse aus dem Scherfestigkeitsversuch zeigten sich für Temp-Bond NE über alle Hauptgruppen und alle Alterungsformen vergleichbare Scherfestigkeitswerte bei einem vorrangig kohäsiven Bruchmodus (2,2:1). Eine Ausnahme stellte die Hauptgruppe "konventionell" vor dem Thermocycling dar. Hier zeigte Temp-Bond NE den niedrigsten Mittelwert der Scherfestigkeit und ein überwiegend kohäsiven Bruchmodus (5,6:1). Ausgeglichene Bruchformen, bei denen zu gleichen Teilen adhäsive und kohäsive Brüche vorkommen, zeigte Temp-Bond NE nicht.

Die Ergebnisse hingen hier, wenn auch statistisch signifikant, wohl eher von materialspezifischen Eigenschaften der Befestigungsmaterialien ab. Nagasawa et al. [45] konnten zeigen, dass eine höhere Druckfestigkeit bei Temp-Bond (15,2 MPa; Std.Abw.: 0,9) und Temp-Bond NE (11,3 MPa; Std.Abw.: 0,8) mit statistisch signifikant niedrigeren Haftwerten einherging. Daten zur Druckfestigkeit von Temp-Bond CL als Zement auf Acrylat-Basis konnten in der Literatur nicht gefunden werden.

Nagasawa et al. zeigten auch, dass die mechanische Stabilität keinen Einfluss auf die Retention eines provisorischen Zementes hat [45]. Somit muss die Begründung für die unterschiedlichen Scherfestigkeitswerte an den verwendeten Provisorienmaterialien oder an der Oberflächenbeschaffenheit liegen. Da die beiden temporären Zemente auf Zinkoxid-Basis unterschiedliche Bruchmodi zeigten, ist ein Rückschluss auf den Bruchmodus aufgrund der unterschiedlichen Zementtypen (Zinkoxid-/Acrylat-Basis) im begrenzten Rahmen dieser Studie nicht möglich.

Die aus Tabelle 11 (S. 63) ersichtliche Staffelung der temporären Befestigungsmaterialien, in Bezug auf ihre Scherfestigkeitsmittelwerte in Unterscheidung der adhäsiven und kohäsiven Brüche entspricht allerdings der Staffelung in der Performanz vor und nach dem Thermocycling in den Hauptgruppen "additiv", additiv_ub" und "konventionell".

Eine Überinterpretation der Bruchmodi sollte skeptisch betrachtet werden.

4.3.3 Diskussion der Oberflächenanalyse

Quantifizierende Oberflächenanalyse

Betrachtet man die Abbildung 63 (S. 116) sowie Abbildung 64 (S. 117) und nimmt an, dass die Scherfestigkeitswerte mit zunehmender Rauheit der Oberfläche (Ra) zunehmen, so müssten die Messwerte von "subtraktiv ub" über "additiv", "konventionell", "subtraktiv" zu "additiv ub" zunehmen. Dies ergeben die vorliegenden Messungen nicht; weder ohne noch mit Thermocycling. Es gilt zu bedenken, dass es nur einen statistisch signifikanten Unterschied der Rauheitswerte von "additiv ub" zu allen anderen Hauptgruppen gab. Durch den 3D-Druck entstehen an den Grenzflächen der Pixel Verdickungen, sowie orthogonale Linien durch die Schichtung dreidimensionaler Objekte im 3D-Drucker [65]. Hierdurch entstand die ausgeprägte Oberflächenstruktur der Prüfkörper "additiv ub" (siehe Abbildung 52, S. 85). Sie erfuhren als einzige Prüfkörper keine Oberflächenbearbeitung, denn die Hauptgruppen 1-3 wurden mit einem Fräser per Hand angeraut und die Hauptgruppe "subtraktiv ub" wurde im Herstellungsprozess in der Maschine gefräst.

In der Analyse der Oberflächenwelligkeit und der Wellentiefe konnte kein Einfluss auf die Scherfestigkeit nachgewiesen werden.

Arnold et al. [66] untersuchten die Oberflächenrauheit von additiv gefertigten Modellen und verglichen diese u.a. mit subtraktiv gefertigten äquivalenten Modellen. Die additiv gefertigten Modelle wurden in drei Schichtstärken (25 µm,

50 µm und 100 µm) und in zwei verschiedenen Winkeln (0°, 15°) zur Bauplattform gedruckt. Eine Nachbearbeitung der Oberfläche mit rotierenden Modelle zeigten Instrumenten erfolgte nicht. Die additiv gefertigten Rauheitswerte von 0,87 bis 4,44 µm, die subtraktiv gefertigten 2,32 bis 2,57 µm. Die höheren Rauheitswerte der additiv gefertigten Modelle wurden beim Druck mit einem Winkel von 15° zu Bauplattform beobachtet. Im Vergleich zu vorliegenden Arbeit decken sich die Ergebnisse in Bezug auf die Oberflächen der additiv gefertigten Prüfkörper (siehe Tabelle 12, S. 64). Die aus Tabelle 12 ersichtlichen Rauheitswerte der subtraktiv gefertigten Prüfkörperoberflächen sind kleiner als die von Arnold et al. Da sie in der Untersuchung keine Angabe zu den eingestellten Parametern der Fräsmaschine machen, ist eine Vergleichbarkeit nur eingeschränkt möglich. In der vorliegenden Arbeit (siehe Kapitel 2.1.2 S. 23) wurden die Parameter der Fräsmaschine so eingestellt, dass die Prüfkörper eine hohe Oberflächenauflösung (glatte Oberfläche) haben. Untersuchungen, die einen, für die vorliegende Arbeit, vergleichbaren Zusammenhang von Oberflächenparametern (Ra, Wa und Wt) zur Scherfestigkeit temporärer Befestigungsmaterialien herstellen, wurden nicht gefunden. Michalakis et al. [46] und Kim et al. [67] untersuchten die Zugfestigkeit temporärer Zemente mit provisorischen Kronen auf Implantatabutments. Beide rauten die Abutmentoberflächen mit einem 50 µm Aluminiumoxid an und verglichen die Zugfestigkeit im Vergleich zur unbearbeiteten Abutmentoberfläche. Sie kamen zu dem Ergebnis, dass das Sandstrahlen mit Aluminiumoxid die Zugfestigkeit erhöhte. Michalakis führte zusätzlich ein Thermocycling mit 700 Zyklen und Temperaturen von 5°C, 36°C und 55°C durch. Sie konnten zeigen, dass das Thermocycling die Zugfestigkeiten reduzierte.

Qualifizierende Oberflächenanalyse

In der Oberflächenanalyse mittels REM wurde deutlich, dass die Hauptgruppe "additiv" eine sehr ausgeprägte Mikrostruktur aufwies. Wohingegen die Oberflächen der Hauptgruppen "subtraktiv" und "konventionell" glatter wirkten. "Subtraktiv" schien in den REM-Aufnahmen spröder zu sein, da hier die

Schliffspuren des Fräsers in der 1000-fachen Vergrößerung bei einer homogenen Oberfläche gut zu erkennen waren. "Konventionell" wirkte im Vergleich zum "subtraktiv" weicher, da hier mehr kleine Bruchstücke und eine inhomogene Oberfläche zu erkennen waren.

Zusammenfassende Betrachtung von Oberfläche und Scherfestigkeit

Für die Bruchmodi, wie auch die Rauheitswerte, die Welligkeit und Wellentiefe der Oberflächen konnte kein eindeutiger Zusammenhang mit den Scherfestigkeitswerten ermittelt werden.

Die REM-Aufnahmen kontrastieren die Erwartungen der Messwerte der Profilometrie: So stellte sich die Hauptgruppe "subtraktiv" in der REM Aufnahme mit ihrer Oberfläche als die mit der geringsten Mikrostruktur dar, wohingegen die Oberfläche der Hauptgruppe "konventionell" etwas strukturierter und "additiv" eine deutlich ausgeprägte Mikrostruktur aufzeigte. Den Topographien (siehe Kapitel 3.6 und Tabelle 12, S. 64) nach wäre zu erwarten gewesen, dass die Prüfkörper der Hauptgruppen "subtraktiv" (Ra 0,68 µm) und "konventionell" (Ra 0,62 µm) im Vergleich zu "additiv" (Ra 0,49 µm) eine ausgeprägtere Mikrostruktur zeigen.

Mit der Abbildung 63 und Abbildung 64 sollte der Einfluss der Oberflächenparameter aus der quantifizierenden und qualifizierenden Oberflächenanalyse auf die gemessenen Scherfestigkeiten aller Hauptgruppen herausgearbeitet werden.



Abbildung 63- Übersicht Scherfestigkeitswerte anhand der Hauptgruppen vor dem Thermocycling. Auf der Abszisse sind die 5 Hauptgruppen abgebildet. Die Ordinate gibt die Scherfestigkeit in MPa an. In der Abbildung sind alle Scherfestigkeitswerte der entsprechenden Hauptgruppe zugeordnet. Die Abbildung enthält die Messwerte der drei verwendeten Befestigungsmaterialien je Hauptgruppe. Jeder Punkt entspricht einem Messwert.



Abbildung 64- Übersicht Scherfestigkeitswerte anhand der Hauptgruppen <u>nach</u> dem Thermocycling ohne Berücksichtigung von Temp-Bond. Auf der Abszisse sind die 5 Hauptgruppen abgebildet. Die Ordinate gibt die Scherfestigkeit in MPa an. In der Abbildung sind alle Scherfestigkeitswerte der entsprechenden Hauptgruppe zugeordnet. Nach Befestigungsmaterialien wurde in dieser Abbildung nicht unterschieden. Jeder Punkt entspricht einem Messwert.

Temp-Bond (n=0) wurde nicht berücksichtigt.

In Bezug auf die Scherfestigkeitswerte unterschieden sich vor dem Thermocycling "konventionell" und "subtraktiv" (p-Wert 0,607) sowie "additiv" und "additiv_ub" (p-Wert 0,0567) nicht statistisch signifikant voneinander. Im Mittelwert hatten "additiv" (0,83 MPa) und "additiv_ub" (0,71 MPa) die höchsten Scherfestigkeitsmittelwerte über alle Befestigungsmaterialien verteilt. Der Umstand, dass sich "subtraktiv" und "konventionell" ähnlich sind und "additiv" und "additiv_ub" die auffälligste Mikrostruktur im REM zeigten, deckt sich mit der Abbildung 63. Somit konnte gezeigt werden, dass die Mikrostruktur der Oberfläche einen Einfluss auf die Scherfestigkeit hat.

Nach dem Thermocycling stellen sich die Verteilungen ähnlich dar (Abbildung 64). Die Messwerte von Temp-Bond wurden nicht berücksichtigt, da nach dem Thermocycling kein Prüfkörper mehr verfügt war. Somit hätten die Temp-Bond-Messwerte an dieser Stelle das Ergebnis verzerrt. So zeigen auch die Hauptgruppen mit den ausgeprägten Mikrostrukturen ("additiv" und "additiv ub") nach dem Thermocycling die größten Mittelwerte in der Scherfestigkeit ("additiv":0,51 MPa; "additiv ub": 0,59 MPa). Eine Erklärung für das "Auffächern" der Messwerte der Hauptgruppen "additiv" und "additiv ub" kann in Tabelle 8 (S. 55) und Abbildung 20 (S. 56) gefunden werden. Durch die hohen Scherfestigkeitswerte von Temp-Bond clear entstanden die oberen Messwerte. Da Temp-Bond und Temp-Bond NE, besonders bei "additiv ub", geringe Scherfestigkeitsmittelwerte zeigten, entstanden hierdurch die unteren Messwerte. Die Hauptgruppen "subtraktiv" und "subtraktiv ub", mit den sehr glatten und wenig strukturierten Oberflächen, hatten die geringsten Mittelwerte ("subtraktiv": 0,2 MPa; "subtraktiv ub": 0,09 MPa). Somit konnte gezeigt werden. ausgeprägte Mikrostruktur zu höheren dass eine Scherfestigkeitswerten führt. Dies deckt sich mich den Untersuchungen von Michalakis et al. [46] und Kim et al. [67], die über das Sandstrahlen mit 50µm Aluminiumoxid eine Mikrostruktur auf der Abutmentoberfläche geschaffen haben und so die Abzugswerte der Provisorien erhöhen konnten.

4.4 Diskussion der Befestigungsmaterialien

Arora et al. zeigten, dass eugenolhaltige Zemente (Temp-Bond) beim Thermocycling auswaschen und somit die Haftkraft wohl nachlasse. Eugenolfreie Zemente würden ein geringeres Mikroleakage zeigen, als eugenolhaltige [30]. In der vorliegenden Arbeit lösten sich, durch das Thermocycling, alle verfügten Zementstempel aus Temp-Bond. Die Beobachtung stimmt mit Arora et al. überein. Die daraufhin nicht mehr messbaren Scherfestigkeitswerte könnten auch das erhöhte Mikroleakage gegenüber eugenolfreien Zementen erklären. Denn auch in dieser Studie zeigte Temp-Bond NE über alle Hauptgruppen und Alterungsprozesse hinweg

statistisch signifikant höhere Scherfestigkeitsmittelwerte als Temp-Bond (jeweilige p-Werte <,0001 – 0,0352).

Nagasawa et al. untersuchten in ihrer Studie die Retentionskraft von Zementen zu einem Implantatabutment. Hierzu machten sie Abzugsversuche und untersuchten zusätzlich den Einfluss der Alterung auf die Haftkraft der Zemente. Sie zementierten gegossene Kronen auf ein Abutment und lagerten diese dann für 7 und für 28 Tage bei 37°C bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 95%. Sie konnten zeigen, dass Temp-Bond NE zwar eine höhere Retentionskraft aufweist als Temp-Bond, jedoch keine statistische Signifikanz ermitteln. Nachweisbar war aber, dass Temp-Bond NE keine statistisch signifikanten Unterschiede in der Haftkraft nach Alterung binnen 28 Tagen Lagerung zeigte. Temp-Bond NE lag mit seinem Retentionswert nach 28 tägiger Lagerung statistisch signifikant über dem 7 Tage Wert von Temp-Bond [45]. Auch wenn diese Ergebnisse unter einem anderen Versuchsaufbau zustande gekommen sind, decken sie sich mit den Ergebnissen der vorliegenden Arbeit. bei der Temp-Bond NE ebenfalls höhere Scherfestigkeitsmittelwerte im Vergleich zu Temp-Bond ohne und mit Alterung zeigte. Im Gegensatz zu Nagasawa et al. unterschieden sich in der vorliegenden Arbeit Temp-Bond und Temp-Bond NE immer statistisch signifikant voneinander.

Zusammenfassend kann, im begrenzen Rahmen der vorliegenden Arbeit, zu den Befestigungsmaterialien abgeleitet werden, dass Temp-Bond NE gegenüber Temp-Bond hinsichtlich der Haftkraft auf Provisorienmaterialien unabhängig von deren Oberflächenstruktur überlegen ist. Temp-Bond NE zeigte nämlich nicht nur ein geringeres Mikroleakage [30], sondern auch, in mehreren vorliegenden Studien. sowie der Arbeit, bessere Retentions-/Scherfestigkeitswerte [30, 43, 45]. Dieser Feststellung widerspricht derzeit die Studie von Lepe et al. [36], die keinen Unterschied zwischen Temp-Bond und Temp-Bond NE feststellten. Sie führten Abzugsversuche von verfügten PMMA und Bis-Acrylat Composite Provisorien auf einem Molaren mit

20°Präparationswinkel nach einer 24 stündigen Lagerung in Wasser bei Zimmertemperatur durch (siehe Kapitel 4.1, S. 93ff.).

Rego et al. wiesen geringere Retentionswerte für Temp-Bond NE (33,8 N, Std.Abw.: 11,68) im Vergleich zu Temp-Bond (53,5 N, Std.Abw.: 13,5) aus [44]. Die Vergleichbarkeit an dieser Stelle ist jedoch schwierig, da Rego et al. die Zahnstümpfe in einem Konvergenzwinkel von 6° und Lepe et al. mit 20° herstellten. Rego et al. führten kein Thermocycling durch (siehe Kapitel 4.1, S. 93ff).

Zu Temp-Bond CL konnte eine relevante Studie gefunden werden. Die Studie von Román-Rodríguez et al. beschäftigte sich mit dem Vergleich fünf temporärer Befestigungsmaterialien (Temp-Bond, Temp-Bond NE, Temp-Bond clear und Telio CS link). Sie führten Abzugsversuche und ein Thermocycling von 190 Zyklen bei 5-55°C durch [43]. Die Untersuchung zeigte, dass alle temporären Befestigungsmaterialien, außer Temp-Bond CL, nach dem Thermocycling geringere Abzugswerte zeigten (vergl. Tabelle 13 (S. 96)). Diese Beobachtung deckt sich mit den Ergebnissen der vorliegenden Arbeit. In der Studie von Román-Rodríguez et al. verblieb Temp-Bond CL nach dem Abzugsversuch stets in der zementierten Krone und nie auf dem Zahnstumpf. Dies spricht für eine höhere Haftkraft des Zements am Provisorienkunststoff als der Zahnhartsubstanz und kann eine Erklärung dafür sein, dass bei Román-Rodríguez et al. Temp-Bond und Temp-Bond NE vor dem Thermocycling höhere Abzugswerte (Tabelle 13, S. 96) als Temp-Bond clear zeigten. Klinisch ist ein größerer Haftwert zum Provisorium als zur Zahnhartsubstanz eines provisorischen Befestigungsmaterials zu begrüßen, da der Zahnstumpf nach Entfernen der provisorischen Versorgung nicht oder nur geringfügig gereinigt werden müsste um die Behandlung fortsetzen zu können. Bei Temp-Bond und Temp-Bond NE verblieben nach dem Thermocycling in 70% (Temp-Bond) und 80% (Temp-Bond NE) der Fälle die Zementreste am Zahnstumpf [43].

4.5 Diskussion der Herstellungsverfahren

4.5.1 Konventionell hergestellte Provisorien

Im Vergleich der Materialien zueinander gibt es folgende Aspekte abzuwägen: Konventionell hergestellte Provisorien sind bewährt und kommen seit vielen Jahren in der täglichen Praxis zur Anwendung. Sie sind schnell herzustellen und genügen den täglichen Ansprüchen. Nachteilig an konventionellen Provisorien ist die exotherme Polymerisationsreaktion, die im Verdacht steht die Pulpa zu beeinträchtigen oder diese sogar samt Odontoblasten zu schädigen [68, 69].

4.5.2 Subtraktiv hergestellte Provisorien

Der Nachteil einer Autopolymerisationsreaktion auf der Zahnoberfläche entfällt bei gefrästen (subtraktiv gefertigten) Provisorien, da der die gesamte Fertigung außerhalb des Mundes stattfindet. Hüttig et al. konnten zeigen, dass sich gefräste ungefüllte PMMA-Provisorien für einen Langzeiteinsatz als drei- bis viergliedrige Konstruktionen für mindestens ein Jahr eignen. Eine reduzierte Pfeilerwertigkeit reduzierte in der Studie auch die positive Prognose [32]. CAD/CAM Provisorien haben laut Abdullah et al. eine höhere Passgenauigkeit und höhere Bruchfestigkeit als konventionell hergestellte Provisorien [9]. Ebenso sei die Biegefestigkeit höher [55]. Unter ästhetischen Gesichtspunkten sind PMMA Provisorien weniger verfärbungsanfällig als Provisorien auf Bis-Acrylat-Basis, wie z.B. ProTemp IV (Hauptgruppe "konventionell") [55, 70].

4.5.3 Additiv hergestellte Provisorien

Im Vergleich von gefrästen zu 3D-gedruckten (additiv gefertigten) Provisorien zeigen Lee et al., dass 3D-gedruckte Provisorien eine höhere Passgenauigkeit des Lumens (107,5 μm, Std.Abw.: 34,5) und des Fügespalts (64,3 μm, Std.Abw.: 30,1) aufweisen als gefräste Provisorien (Lumen: 266,3 μm, Std.Abw.: 36,0; Fügespalt: 119,1 μm, Std.Abw.: 54,8) [7]. Auch Alharbi et al.

zeigten, dass 3D gedruckte Kronen (66 μ m bis 149 μ m) einen statistisch signifikant geringeren Randspalt aufweisen, als gefräste Kronen (89 μ m bis 185 μ). Der Test erfolgte mit einer Röntgenuntersuchung und ohne Zement auf einem Master-Stumpf und mit vier verschiedenen Typen von Präparationsgrenzen (Tangential, Hohlkehle, Schulter und Schulter mit Bevel) [8]. Neben der erhöhten Passgenauigkeit konnte in einer weiteren Studie gezeigt werden, dass 3D-gedruckte Provisorien geringere Anheftungswerte für parodontopathogene Keime sowie C. albicans im Vergleich zu konventionell hergestellten Provisorien haben [59]. Park et al. fanden keinen statistisch signifikanten Unterschied (p=0,957) in der Verschleißfestigkeit 3D-gedruckter Provisorien (1,11 bis 1,22 mm³) zu konventionellen (1,06 mm³) und gefrästen Provisorien (1,11 bis 1,20 mm³) [13].

Als nachteilig muss bei 3D-gedruckten Provisorien der derzeitige Aufwand für und die Anforderungen an die Fertigung hervorgehoben werden. So ist die Widerstandskraft von gedruckten Provisorien höher, wenn bei Herstellung die additive Schichtung orthogonal zur erwarteten Belastungsrichtung erfolgt [14, 20]. Allerdings hat die Ausrichtung des Werkstücks auf der Bauplattform auch Einfluss auf die Dimensionstreue [19]. Die Nachbehandlung und Vergütung nach dem Druck haben ebenfalls einen signifikanten Einfluss auf die Bruchlast [14]. Zimmermann et al. untersuchten die Bruchlast und konnten zeigen, dass die 3D-gedruckten Brücken (928,9 N; Std.Abw.: 193,8) eine statistisch signifikant geringere Bruchlast aufwiesen als subtraktiv hergestellte Brücken (2099,5 N; Std.Abw.: 382,1) [33].

Nachteilig für alle digital gefertigten Werkstücke ist zum aktuellen Zeitpunkt noch die Dimensionstreue gedruckter Modelle zu konventionellen Abformungen [71]. Der Anspruch an den Herstellungsprozess ist größer und bedarf einiger Erfahrung, wie in dieser Diskussion gezeigt werden konnte.

4.6 Fazit

4.6.1 Fazit zu den Fertigungstechniken

Die neuen digitalen Fertigungsprozesse stellen Alternativen zur konventionellen Herstellung von dentalen Provisorien dar. In manchen Aspekten, wie dem Randschluss, der Passung oder auch der Anheftung von oralen Bakterien scheinen sie den konventionellen Verfahren überlegen zu sein. Gleichsam stellen sie hohe Ansprüche an ihre Fertigungsprozesse. Mit Scannern, Fräsen und/oder 3D-Druckern ist eine aufwändige Infrastruktur notwendig um diese Verfahren, neben der nötigen Erfahrung, in den Praxisalltag integrieren zu können. In Bezug auf die vorliegende Scherfestigkeitsstudie ist 3D gedruckten Provisorien der Vorzug zu geben, da sie über alle Befestigungsmaterialien und Alterungsprozesse hinweg die höchsten Mittelwerte der Scherfestigkeit zeigten. Es sei aber angemerkt, dass in der vorliegenden Arbeit nur die Schnittstelle Zement zu Provisorium untersucht wurde. Zwar decken sich die Ergebnisse dieser Arbeit mit der Studie von Roman-Rodriguez et al. [43], jedoch bedarf es weiterer Untersuchungen um Zusammenhänge bezüglich der Einflüsse der Zahnhartsubstanz, des Befestigungsmaterials und des Provisorienkunststoffes herstellen zu können.

Wie aus den Ergebnissen der Hauptgruppe "additiv ub" hervorgeht, sollte der Spacer beim Design der 3D-gedruckten Provisorien so eingestellt werden, dass eine luminale Nachbearbeitung nicht nötig ist. Denn, es konnte gezeigt werden, dass eine Nachbearbeitung 3D-gedruckter Oberflächen die Scherfestigkeitswerte von Befestigungsmaterialien, besonders nach der künstlichen Alterung, herabsetzt. Gegenteiliges konnte für subtraktiv gefertigte Provisorien gezeigt werden. Diese sollten luminal nachbearbeitet werden um höhere Scherfestigkeitsmittelwerte zu erreichen, die denen der konventionell hergestellten Provisorien, vor dem Thermocycling, ebenbürtig sind. Bei konventionell hergestellten Provisorien ist eine luminale Nachbearbeitung obligat, da die Sauerstoffinhibitionsschicht entfernt werden muss. Eine höhere Scherfestigkeit des Befestigungsmaterials zum Interface Provisorium als zur

Zahnhartsubstanz erhöht die Wahrscheinlichkeit, dass das Befestigungsmaterial beim intentionellen Lösen des Provisoriums vom Stumpf (Weiterbehandlung) im Lumen des Provisoriums verbleibt. Dies erlaubt ein vereinfachtes Reinigen des Stumpfes und so ein zeiteffizientes Arbeiten im Praxisalltag.

4.6.2 Fazit zu den Befestigungsmaterialien

Unter den Befestigungsmaterialien gab über alle untersuchten es Provisorienmaterialien - unabhängig vom Alterungsprozess - keinen statistisch signifikanten Unterschied zwischen Temp-Bond NE und Temp-Bond CL. Der provisorische Zement Temp-Bond zeigte im Gruppenvergleich die geringsten Scherfestigkeitswerte. Unter dem Aspekt, dass es bei Temp-Bond NE sowohl vor wie auch nach dem Thermocycling kein Totalversagen vor der Scherfestigkeitsprüfung gab und dieser Zement die höchste Wahrscheinlichkeit für ein kohäsives Bruchmuster aufweist, ist hinsichtlich der Haftkraft an einem Provisorienmaterial diesem Zement der Vorzug zu geben. Mit Rücksicht auf Zuvorgesagtes (siehe Kapitel 4.6.1) empfiehlt es sich bei 3D gedruckten Provisorien eine Befestigungsmaterial auf Bis-Acrylat-Basis (hier: Temp-Bond CL) einzusetzen, da dieses speziell in der Gruppe "additiv" statistisch signifikant höhere Scherfestigkeitswerte ergab; besonders bei unbearbeiteter luminaler Oberfläche ("additiv ub").

4.6.3 Fazit zu den Hypothesen

Somit muss die erste Nullhypothese (siehe S. 18) abgelehnt werden, denn es konnte gezeigt werden, dass ein Unterschied im Haftverbund der provisorischen Befestigungsmaterialien, auch in Bezug auf die Provisorienkunststoffe, wahrscheinlich ist.

Die zweite Nullhypothese muss ebenfalls abgelehnt werden, da gezeigt werden konnte, dass die thermische Wechsellast die Scherfestigkeitswerte aller

provisorischer Befestigungsmaterialien beeinflusst – und zwar unabhängig vom eingesetzten Provisorienkunststoff und dessen Oberflächenbearbeitung.

Die dritte Nullhypothese muss ebenfalls abgelehnt werden, denn die Oberflächenbearbeitung hat einen Einfluss auf die Scherfestigkeitsmittelwerte. Allerdings hat nach qualitativer Beurteilung wohl die originäre Oberflächenmikrostruktur einen größeren Einfluss auf die Scherfestigkeit, als die Oberflächenbearbeitung mittels Fräse. Je ausgeprägter die Mikrostruktur ist, so höher sind auch die Scherfestigkeitswerte.

Die vierte Nullhypothese muss abgelehnt werden, da die Befestigungsmaterialien unterschiedliche Präferenzen in den Bruchmodi zeigten. Temp-Bond und Temp-Bond clear zeigten vorwiegend adhäsive Bruchmuster (Versagen des Interface), Temp-Bond NE vorwiegend ein kohäsives Bruchmuster (vergleiche Tabelle 15, S. 111).

Zusammenfassung

5 Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit dem Haftverbund zwischen temporären Befestigungsmaterialien (BM) und Kunststoffen für provisorische Restaurationen. Durch in-vitro Untersuchungen sollte herausgefunden werden, ob der Haftverbund temporärer BM zu den verfügbaren Fertigungstechniken (konventionell, subtraktiv und additiv) vergleichbar ist. Hierzu wurden nach aktueller Studien- und Marktlage drei Materialien für drei Fertigungsprozesse ausgewählt: Für die konventionelle Fertigungstechnik ProTemp IV (3M Deutschland GmbH. Neuss, Deutschland), für die computer-gestützte subtraktive Fertigung ein ungefülltes PMMA (Dentsply Sirona/DeguDent GmbH, Hanau-Wolfgang, Deutschland) und für die additive Fertigung mittels SLA ein Harz-basierter Kunststoff (FREEPRINT temp, DETAX GmbH & Co. KG, Ettlingen, Deutschland). Diese stellen die drei resp. fünf Hauptgruppen (HG) "konventionell", "subtraktiv" und "additiv" dar. Denn, beide letztgenannten HG lagen in einem unbearbeiteten Zustand (ub) sowie mit einem zur "konventionellen" vergleichbaren Gruppe Zustand manueller Oberflächenbearbeitung mittels zahntechnischer Fräse vor.

Als provisorische BM wurden diese aus der Produktgruppe eines Marktführers mit langjähriger Studienlage ausgewählt: Die Zinkoxid-basierten Zemente Temp-Bond (TB) und Temp-Bond NE (TB NE) sowie das BM auf Acrylat-Basis Temp-Bond clear (TB CL) ; alle: KerrHawe SA, Bioggio, Schweiz.

Untersucht wurde die Scherfestigkeit, in Anlehnung an die DIN EN ISO 10477, eines verfügten provisorischen Befestigungsmaterialstempels auf einem Provisorienmaterial mit und ohne Thermocycling (TC) in Form von 5000 in 5°C und 55°C Wechsellastzyklen temperiertem Wasser. Die Scherfestigkeitsprüfung erfolgte in einer Universalprüfmaschine (ZwickRoell GmbH & Co. KG, Ulm, Deutschland) zur Ermittlung der Maximalen Last in N. Die optische Analyse der Bruchmodi auf ein adhäsives (vollständiges Lösen des Stempels vom Prüfkörper) oder kohäsives (Teile des Stempels verbleiben auf dem Prüfkörper) Bruchmuster.

Zusammenfassung

Die Oberflächen der eingesetzten Materialien aus den drei Fertigungstechniken wurden an nicht für die Prüfung bestimmten Prüfkörpern mittels Kontaktprofilometrie quantifiziert und zusätzlich mit REM-Aufnahmen qualitativ beschrieben.

Jeweils 40 Prüfkörper aus den fünf HG wurden mit den drei BM verfügt und die Hälfte dem TC zugeführt. Es wurden n=600 Prüfkörper hergestellt wovon 500 erfolgreich im Scherfestigkeitsversuch gemessen werden konnten.

Für die fünf HG zeigten die BM ohne TC die Mittelwerte: TB (0,40 MPa; Std.Abw.: 0,22), TB NE (0,66 MPa; Std.Abw.: 0,19) und TB CL (0,56 MPa; Std.Abw.: 0,46). Nach TC: TB (0 MPa), TB NE (0,24 MPa; Std.Abw.: 0,15) und TB CL (0,48 MPa; Std.Abw.: 0,43). Die statistisch signifikant höheren Scherfestigkeitsmittelwerte (SFMW) aller BM zeigten sich bei additiv gefertigten Prüfkörpern. TB CL zeigte hier die höchsten SFMW (additiv: 1,15 MPa; "additiv ub": 0,82 MPa). Nach TC wurde ein höherer Mittelwert auf der "ub"-Oberfläche (1,06 MPa) als bei der bearbeiteten gemessen. Bei den anderen BM und Oberflächen verringerten sich die Mittelwerte. Bei TB kam es zum kompletten Auflösen aller Zementstempel. TB NE konnte über alle Oberflächen/ Materialien und unabhängig von der Alterung vergleichbare Scherfestigkeitswerte liefern.

Die Bruchmodusanalyse ergab statistisch signifikant höhere SFMW kohäsiver (0,53 MPa) im Vergleich zu adhäsiven (0,29 MPa) Brüchen. Die Bruchmodi erlauben jedoch keine Aussage über die zu erwartende Scherfestigkeit.

Die Oberflächenanalyse (Perthometer) zeigte statistisch signifikante höhere Rauheitswerte (Ra) der Prüfkörper "additiv_ub". Die größte Welligkeit (Wa) hatte "subtraktiv_ub". Es konnte kein Zusammenhang zwischen den untersuchten Oberflächeneigenschaften und der Scherfestigkeit der verwendeten BM hergestellt werden. REM-Aufnahmen zeigten, dass additiv gefertigte Prüfkörper eine ausgeprägte Mikrostruktur aufweisen.

Es kann somit geschlussfolgert werden, dass TB NE gering und TB CL ausgeprägt auf Mikrostrukturen reagiert. TB ist anfällig für Alterungsprozesse.

- 1. Miura, S., et al., *Importance of interim restorations in the molar region*. J Oral Sci, 2019. **61**(2): p. 195-199.
- Lewinstein, I., et al., Retention and marginal leakage of provisional crowns cemented with provisional cements enriched with chlorhexidine diacetate. J Prosthet Dent, 2007. 98(5): p. 373-8.
- 3. Zwetchkenbaum, S., et al., *Effects of relining on long-term marginal stability of provisional crowns.* J Prosthet Dent, 1995. **73**(6): p. 525-9.
- 4. Wiskott, A., *Fixed prosthodontics: principles and clinics.* Quintessence Publishing Co. Ltd, 2011. **1**: p. 529.
- 5. Jacobs, M.S. and A.S. Windeler, *An investigation of dental luting cement solubility as a function of the marginal gap.* J Prosthet Dent, 1991. **65**(3): p. 436-42.
- 6. Kim, S.H. and D.C. Watts, *Polymerization shrinkage-strain kinetics of temporary crown and bridge materials.* Dent Mater, 2004. **20**(1): p. 88-95.
- 7. Lee, W.S., D.H. Lee, and K.B. Lee, *Evaluation of internal fit of interim crown fabricated* with CAD/CAM milling and 3D printing system. J Adv Prosthodont, 2017. **9**(4): p. 265-270.
- 8. Alharbi, N., et al., *Three-dimensional evaluation of marginal and internal fit of 3Dprinted interim restorations fabricated on different finish line designs.* Journal of Prosthodontic Research, 2018. **62**(2): p. 218-226.
- 9. Abdullah, A.O., E.A. Tsitrou, and S. Pollington, *Comparative in vitro evaluation of CAD/CAM vs conventional provisional crowns.* J Appl Oral Sci, 2016. **24**(3): p. 258-63.
- 10. Jong-Ju A. , J.-B.H., Jae-Won C., *In vitro evaluation of the wear resistance of provisional resin materials fabricated by different methods.* J Korean Acad Prosthodont, 2019.
- 11. Dureja, I., et al., A comparative evaluation of vertical marginal fit of provisional crowns fabricated by computer-aided design/computer-aided manufacturing technique and direct (intraoral technique) and flexural strength of the materials: An in vitro study. J Indian Prosthodont Soc, 2018. **18**(4): p. 314-320.
- 12. Kessler, A., R. Hickel, and M. Reymus, *3D Printing in Dentistry-State of the Art.* Oper Dent, 2019.
- 13. Park, J.M., et al., *Wear Resistance of 3D Printing Resin Material Opposing Zirconia and Metal Antagonists.* Materials (Basel), 2018. **11**(6).
- 14. Reymus, M., et al., Fracture load of 3D-printed fixed dental prostheses compared with milled and conventionally fabricated ones: the impact of resin material, build direction, post-curing, and artificial aging-an in vitro study. Clin Oral Investig, 2019.
- Ye, R.R., Q.P. Shen, and G.Y. Qiao, [Cytotoxicity of three kinds of temporary crown and bridge materials on mouse fibroblasts in vitro]. Shanghai Kou Qiang Yi Xue, 2008. 17(3): p. 308-12.
- 16. Arutyunov S., K.S., Levchenko I., Orjonikidze R., Sadovskaya N., Kirakosyan L., Kharakh Y., *MONITORING OF CHANGES IN PHYSICOCHEMICAL AND CLINICAL CHARACTERISTICS OF THE DENTAL POLYMER MATERIALS USED IN ADDITIVE MANUFACTURING OF DENTAL PROSTHESES.* Gregorian Medical News, 2018.
- 17. Astudillo-Rubio, D., et al., *Correction: Mechanical properties of provisional dental materials: A systematic review and meta-analysis.* PLoS One, 2018. **13**(4): p. e0196264.
- 18. Astudillo-Rubio, D., et al., *Mechanical properties of provisional dental materials: A systematic review and meta-analysis.* PLoS One, 2018. **13**(2): p. e0193162.

- 19. Unkovskiy, A., et al., *Objects build orientation, positioning, and curing influence dimensional accuracy and flexural properties of stereolithographically printed resin.* Dent Mater, 2018. **34**(12): p. e324-e333.
- 20. Alharbi, N., R. Osman, and D. Wismeijer, *Effects of build direction on the mechanical properties of 3D-printed complete coverage interim dental restorations.* J Prosthet Dent, 2016. **115**(6): p. 760-7.
- 21. al-Wazzan, K.A., A.A. al-Harbi, and I.A. Hammad, *The effect of eugenol-containing temporary cement on the bond strength of two resin composite core materials to dentin.* J Prosthodont, 1997. **6**(1): p. 37-42.
- 22. Bachmann, M., et al., *Effect of cleaning dentine with soap and pumice on shear bond strength of dentine-bonding agents.* J Oral Rehabil, 1997. **24**(6): p. 433-8.
- 23. Carvalho, C.N., et al., *Effect of ZOE temporary restoration on resin-dentin bond strength using different adhesive strategies.* J Esthet Restor Dent, 2007. **19**(3): p. 144-52; discussion 153.
- 24. Paul, S.J. and P. Scharer, *Effect of provisional cements on the bond strength of various adhesive bonding systems on dentine.* Journal of Oral Rehabilitation, 1997. **24**(1): p. 8-14.
- 25. Ganss, C. and M. Jung, *Effect of eugenol-containing temporary cements on bond strength of composite to dentin.* Oper Dent, 1998. **23**(2): p. 55-62.
- 26. Jung, M., C. Ganss, and S. Senger, *Effect of eugenol-containing temporary cements on bond strength of composite to enamel.* Oper Dent, 1998. **23**(2): p. 63-8.
- 27. Schwartz, R., R. Davis, and R. Mayhew, *Effect of a ZOE temporary cement on the bond strength of a resin luting cement.* Am J Dent, 1990. **3**(1): p. 28-30.
- Terata, R., K. Nakashima, and M. Kubota, Effect of temporary materials on bond strength of resin-modified glass-ionomer luting cements to teeth. Am J Dent, 2000. 13(4): p. 209-11.
- 29. Kanakuri, K., Y. Kawamoto, and H. Matsumura, *Influence of temporary cement remnant and surface cleaning method on bond strength to dentin of a composite luting system.* J Oral Sci, 2005. **47**(1): p. 9-13.
- 30. Arora, S.J., et al., *Comparative evaluation of marginal leakage of provisional crowns cemented with different temporary luting cements: In vitro study.* J Indian Prosthodont Soc, 2016. **16**(1): p. 42-8.
- 31. Gae-jun, J.e.a., Investigation of Optimal Cement Space in 3D Printed 3-unit Resin Prosthesis: A Pilot Study. 2020.
- 32. Huettig, F., et al., *First clinical experiences with CAD/CAM-fabricated PMMA-based fixed dental prostheses as long-term temporaries.* Clin Oral Investig, 2016. **20**(1): p. 161-8.
- 33. Zimmermann, M., et al., *Fracture load of three-unit full-contour fixed dental prostheses fabricated with subtractive and additive CAD/CAM technology*. Clin Oral Investig, 2019.
- 34. Zimmermann, M., et al., *Fracture load of CAD/CAM-fabricated and 3D-printed composite crowns as a function of material thickness*. Clin Oral Investig, 2019. **23**(6): p. 2777-2784.
- 35. Kelvin Khng, K.Y., et al., *In vitro evaluation of the marginal integrity of CAD/CAM interim crowns.* J Prosthet Dent, 2016. **115**(5): p. 617-23.
- 36. Lepe, X., D.J. Bales, and G.H. Johnson, *Retention of provisional crowns fabricated from two materials with the use of four temporary cements.* J Prosthet Dent, 1999. **81**(4): p. 469-75.
- 37. Digholkar, S., V.N. Madhav, and J. Palaskar, *Evaluation of the flexural strength and microhardness of provisional crown and bridge materials fabricated by different methods.* J Indian Prosthodont Soc, 2016. **16**(4): p. 328-334.

- 38. Stein, J.M. and M. Nevins, *The relationship of the guided gingival frame to the provisional crown for a single-implant restoration.* Compend Contin Educ Dent, 1996. **17**(12): p. 1175-82.
- 39. Sachin, B., *Comparison of retention of provisional crowns cemented with temporary cements containing stannous fluoride and sodium fluoride-an in vitro study.* J Indian Prosthodont Soc, 2013. **13**(4): p. 541-5.
- 40. Moris, I.C., et al., *In Vitro Fit and Cementation Resistance of Provisional Crowns for Single Implant-Supported Restorations.* Braz Dent J, 2015. **26**(5): p. 468-73.
- 41. Hill, E.E. and J. Lott, *A clinically focused discussion of luting materials*. Aust Dent J, 2011. **56 Suppl 1**: p. 67-76.
- 42. Carnaggio, T.V., et al., *Retention of CAD/CAM all-ceramic crowns on prefabricated implant abutments: an in vitro comparative study of luting agents and abutment surface area.* J Prosthodont, 2012. **21**(7): p. 523-8.
- 43. Roman-Rodriguez, J.L., et al., *Traction test of temporary dental cements.* J Clin Exp Dent, 2017. **9**(4): p. e564-e568.
- 44. Rego, M.R. and L.C. Santiago, *Retention of provisional crowns cemented with eight temporary cements: comparative study.* J Appl Oral Sci, 2004. **12**(3): p. 209-12.
- 45. Nagasawa, Y., Y. Hibino, and H. Nakajima, *Retention of crowns cemented on implant abutments with temporary cements.* Dent Mater J, 2014. **33**(6): p. 835-44.
- 46. Michalakis, K., et al., *The effect of thermal cycling and air abrasion on cement failure loads of 4 provisional luting agents used for the cementation of implant-supported fixed partial dentures.* Int J Oral Maxillofac Implants, 2007. **22**(4): p. 569-74.
- 47. Akashia, A.E., et al., *Effects of different types of temporary cements on the tensile strength and marginal adaptation of crowns on implants.* J Adhes Dent, 2002. **4**(4): p. 309-15.
- 48. Gilbert, S., et al., Bonding between CAD/CAM resin and resin composite cements dependent on bonding agents: three different in vitro test methods. Clin Oral Investig, 2016. **20**(2): p. 227-36.
- 49. Bahr, N., et al., *Effect of different adhesives combined with two resin composite cements on shear bond strength to polymeric CAD/CAM materials.* Dental Materials Journal, 2013. **32**(3): p. 492-501.
- Reymus, M., et al., Bonding to new CAD/CAM resin composites: influence of air abrasion and conditioning agents as pretreatment strategy. Clin Oral Investig, 2019.
 23(2): p. 529-538.
- 51. Altan, B., S. Cinar, and B. Tuncelli, *Evaluation of shear bond strength of zirconia-based monolithic CAD-CAM materials to resin cement after different surface treatments.* Niger J Clin Pract, 2019. **22**(11): p. 1475-1482.
- 52. Gale, M.S. and B.W. Darvell, *Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations*. J Dent, 1999. **27**(2): p. 89-99.
- 53. Abo-Hamar, S.E., et al., *Effect of temporary cements on the bond strength of ceramic luted to dentin.* Dent Mater, 2005. **21**(9): p. 794-803.
- 54. Ehrenberg, D., G.I. Weiner, and S. Weiner, *Long-term effects of storage and thermal cycling on the marginal adaptation of provisional resin crowns: a pilot study.* J Prosthet Dent, 2006. **95**(3): p. 230-6.
- 55. Gujjari, A.K., V.M. Bhatnagar, and R.M. Basavaraju, *Color stability and flexural strength of poly (methyl methacrylate) and bis-acrylic composite based provisional crown and bridge auto-polymerizing resins exposed to beverages and food dye: an in vitro study.* Indian J Dent Res, 2013. **24**(2): p. 172-7.
- 56. Lang, R., et al., *Colour stability of provisional crown and bridge restoration materials.* Br Dent J, 1998. **185**(9): p. 468-71.

- 57. Singh, A. and S. Garg, *Comparative Evaluation of Flexural Strength of Provisional Crown and Bridge Materials-An Invitro Study.* J Clin Diagn Res, 2016. **10**(8): p. ZC72-7.
- 58. Huettig F.; Krämer-Fernandez, P.U., A.; Spintzyk, S., *3-D-Druck in der prothetischen Zahnmedizin: Wo stehen wir?* ZWR Das Deutsche Zahnärzteblatt, 2020. **129(12)**: p. 642-650.
- 59. Arutyunov, A.S., et al., [Features and significance of adhesion of bacteria and fungi of the oral cavity as the initial stage of the formation of a microbial biofilm on dental polymer materials]. Stomatologiia (Mosk), 2020. **99**(2): p. 79-84.
- 60. Bayindir, F., M.S. Akyil, and Y.Z. Bayindir, *Effect of eugenol and non-eugenol containing temporary cement on permanent cement retention and microhardness of cured composite resin.* Dent Mater J, 2003. **22**(4): p. 592-9.
- 61. Takimoto, M., et al., *Influence of temporary cement contamination on the surface free energy and dentine bond strength of self-adhesive cements.* J Dent, 2012. **40**(2): p. 131-8.
- 62. Kanakuri, K., et al., *Influence of temporary cements on bond strength between resinbased luting agents and dentin.* Am J Dent, 2006. **19**(2): p. 101-5.
- 63. Xu, Y., et al., *Peel bond strength between 3D printing tray materials and elastomeric impression/adhesive systems: A laboratory study.* Dent Mater, 2020. **36**(7): p. e241-e254.
- 64. Klaiber, D., Polymethylmethacrylat aus dem Pulver-Flüssigkeits-Verfahren als Bondinginterface in der digitalen Prothesenherstellung: Haftverbund zu industriellen Prothesenzähnen und industriellem Polymethylmethacrylat für CAD/CAM-gefertigte Prothesenbasen. 2019, Eberhard Karls Universität Tübingen.
- 65. Fastermann, P., *3D-Druck/Rapid Prototyping: Eine Zukunftstechnologie-kompakt erklärt*. 2012: Springer-Verlag.
- 66. Arnold, C., et al., *Surface Quality of 3D-Printed Models as a Function of Various Printing Parameters.* Materials (Basel), 2019. **12**(12).
- 67. Kim, Y., et al., *The comparison of provisional luting agents and abutment surface roughness on the retention of provisional implant-supported crowns.* J Prosthet Dent, 2006. **95**(6): p. 450-5.
- 68. Michalakis, K., et al., *Comparison of temperature increase in the pulp chamber during the polymerization of materials used for the direct fabrication of provisional restorations.* J Prosthet Dent, 2006. **96**(6): p. 418-23.
- 69. Tjan, A.H., B.E. Grant, and M.F. Godfrey, 3rd, *Temperature rise in the pulp chamber during fabrication of provisional crowns*. J Prosthet Dent, 1989. **62**(6): p. 622-6.
- 70. Haselton, D.R., A.M. Diaz-Arnold, and D.V. Dawson, *Color stability of provisional crown and fixed partial denture resins.* J Prosthet Dent, 2005. **93**(1): p. 70-5.
- 71. Camardella, L.T., et al., *Accuracy of stereolithographically printed digital models compared to plaster models.* J Orofac Orthop, 2017. **78**(5): p. 394-402.

7 Erklärung zum Eigenanteil

Die vorliegende Studie wurde in der Abteilung Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik mit Propädeutik des Universitätsklinikums für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde Tübingen in Betreuung von Herrn PD Dr. Fabian Hüttig durchgeführt.

Die Fragestellung sowie das Studiendesign wurden zusammen mit Herrn Sebastian Spintzyk (Betreuer, wissenschaftlicher Mitarbeiter) entworfen.

Die Herstellung der Prüfkörper, sowie die Herstellung der Hilfsmittel (Zementierungshilfe), erfolgten durch mich in den Räumlichkeiten und mit den Geräten der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik mit Propädeutik sowie der Sektion "Medizinische Werkstoffkunde und Technologie" am Universitätsklinikum Tübingen.

Die Untersuchungen zur Scherfestigkeit an der Universalprüfmaschine erfolgten durch Frau Christine Schille sowie Herrn Alexander B. Xepapadeas in meinem Beisein. Die Oberflächenanalyse sowie Datenauswertung am Perthometer erfolgte, nach Einweisung durch Herrn Sebastian Spintzyk, selbstständig durch mich. Die REM-Aufnahmen wurden von Herrn Ernst Schweizer durchgeführt.

Die statistische Auswertung erfolgte, nach Einweisung durch meinen Doktorvater Herrn PD Dr. Fabian Hüttig, selbstständig.

Ich versichere das vorliegende Manuskript, nach Anleitung von meinem Doktorvater PD Dr. Fabian Hüttig und Herrn Sebastian Spintzyk, selbstständig verfasst und erarbeitet zu haben. Ich habe keine weiteren, als die von mir angegebenen Quellen verwendet.

Tübingen, der 05.02.2021

Stefan Gräfenkämper

Danksagung

8 Danksagung

An dieser Stelle möchte ich Herrn PD Dr. Fabian Hüttig danken. Er hat sich mir und meinem Thema als Doktorvater angenommen und mich während des gesamten Prozesses unterstützt. Durch diese Arbeit konnte ich ein Stück Lebenserfahrung und –lehre gewinnen, die ich nicht mehr missen möchte.

Ebenso möchte ich allen Beteiligten danken, die mir den Einstieg in das wissenschaftliche Arbeiten mit Quellen und im Labor erleichtert haben. Sebastian Spintzyk hat mir immer wieder neue Ideen und den nötigen Anschub beschert. Christine Schille und Alexander B. Xepapadeas halfen mir Prüfverfahren zu verstehen und ließen mich an den Prüftechniken teilhaben. Besonders Alexander B. Xepapadeas zeigte mir, dass wissenschaftliches Arbeiten bei allen Regeln auch witzig und unterhaltsam sein kann. Mein Dank gilt auch Herrn Ernst Schweizer, der die REM-Aufnahmen meiner Prüfkörper durchführte und mir nie das Gefühl gab zu stören, sondern mich immer freundlich empfing.

Abschließend gilt mein größter und herzlicher Dank meinen Eltern, meinem Bruder, meinen Großeltern und meiner gesamten Familie. Ihr habt mir immer das Selbstvertrauen und die Möglichkeiten geben mein Leben frei zu gestalten und meine Ziele zu erreichen.

Danke.

ž	Artikel	Hersteller	Firmensitz	LOT/SN
		Ge	räte	
,	E Martinetica - A A A Million that Barrier and Barrier			000000000000000000000000000000000000000
-	eye volu hori iviaa licrirriar legeral			Q/TOD/TE NC
2	W2P Drucker	W2P Engineering GmbH	Hasnerstraße 123, 1160 Wien, Österreich	
ſ			Doubling 100/75 17000 Doubling	
n			rartyzaniska 100/74, 17000 ri ag, i schednien	
4	K5+ Fräse	vhf camfacture AG	Lettenstraße 10, 72119 Ammerbuch, Deutschland	
ഹ	Omnident S30H Ultraschallbad	Elma - Hans Schmidbauer GmbH & Co. KG	Kolpingstraße 1-7, 78224 Singen, Deutschland	SN: 101076012
ų	Wild MAND Extemptrocher		Ct Callon Cobusia	
5 1				
-	Thermocycler Haake W15	WillyTec GmbH	Frankturter Ring 193 a, 80807 München, Deutschland	
∞	Universalprüfmaschine	ZwickRoell GmbH & Co. KG	August-Nagel-Straße 11, 89079 Ulm, Deutschland	
б	Perthometer PRK (PST-MSE)	Mahr GmbH	Carl-Mahr-Str. 1. 37073 Göttingen. Deutschland	6851327: 2719/01
, ,				
10	Kasterelektronenmikroskop LEO 1430	Carl zeiss Ag	Carl-Zeiss-Straise ZZ, 73447 Oberkochen, Deutschland	
11	BAL-TEC Sputter Coater SCD 050	Balzers Union Aktiengesellschaft	Postfach 75, FL-9496 Balzers, Fürstentum Liechtenstein	
12	Otoflash G171 Lichthärtegerät	VOCO GmbH/NK-OPTIK	Anton-Flettner-Straße 1-3 27472 Cuxhaven/NK-OPTIK, 82065 Baierbrunn, Deu	tscSN 2018
		Progr	amme	
61	Autodack Natiokh Ctandard	Autodach Cashil One Discourses Disco	Columbric Drive Foundation Hamarchica O111.1 ON7-11 airedam	
9	AULOUESK IVELIADD STAILUALU	Autouesk attion Otte Discovery Flace	COMUNDUS DINE, FAINDOI OUGII, HAMIPSINE, OUT4 ONZ, OMICO MINGUOM	
14	Autodesk Fusion 360	Autodesk GmbH One Discovery Place	Columbus Drive, Farnborough, Hampshire, GU14 ONZ, United Kingdom	
15	DentalCAM	vhf camfacture AG	Lettenstraße 10, 72119 Ammerbuch, Deutschland	
10	Dotthomotor Concort J 1	Mahr Cashi	Carl Mahr Ctr. 1, 22022 Cättingon, Doutschland	
Π			cari-iviani-sur. 1, 3/0/3 Gounden, Deuuschianu	
17	MountainsMap universal 7.2	DigitalSurf	16 rue Lavoisier, 25000 Besançon, Frankreich	
		Mate	rialien	
18	UDEV Mossshipher DIN 963	LOBEV	tunbologiat	ID. JOUA17E0113
P		TUREN	UIDEKAIIIL	CTTDC/T4007.01
19	HM- Fräser 79Q 040	Hager & Meisinger GmbH	Hansemannstraße 10, 41468 Neuss, Deutschland	REF: 500104194176040
20	MH-Fräser 486GX 023	Hager & Meisinger GmbH	Hansemannstraße 10, 41468 Neuss, Deutschland	REF: 500104137190023
21	Omnident Löffelmaterial (Oberkiefer)	Omnident Dental-Handelsgesellschaft mbH	Gutenbergring 7-9, 63110 Rodgau, Deutschland	LOT 1827046
, ,	Actional 1114ra (Macacabara/11/) Types 2 150 4023	Dontroly DoTroy GmbH	Do Trout Straß of 100451 Vourtant Doutschland	DEE. 670703
77	Aquasii Ulua (IviUliupilase/ LV) 19pe 2 150 4023		DE-LIEY-SUIDE T, 10407 NOUSIGNT, DEULSCHIGHU	REF. 0/0/03
23	Aquasil Ultra (Monophase/LV) Type 3 ISO 4823	Dentsply DeTrey GmbH	De-Trey-Straße 1, 78467 Konstanz, Deutschland	REF: 578605
24	Blue eco lab putty	DETAX GmbH & Co. KG	Carl-Zeiss-Str. 4, 76275 Ettlingen, Deutschland	REF:02467
25	Isopropanol	Universitätsapotheke Tübingen	Röntgenweg 9. 72076 Tübingen. Deutschland	
	DD_Eainbochar 250 ml	Dro-Dac Octandorf Dlactic Thermoformfolian und	Dudolf Diacal Straßa 25.27 40277 Vachta	Art Nr . 5004135
26		Verpackungen GmbH & Co. KG		
27	Polyethylen-Beutel	Nasco Whirl-Pak	Händler: Carl Roth GmbH und Co. KG, Karlsruhe, Deutschland	BESTNR.: HT83.1
28	Prusament Premium PLA Mystic Green 1kg	Prusa Research a.s.	Partyzánská 188/7a, 17000 Prag, Tschechien	REF: PRM-PLA-MGR-1000
		Materialier	n Prüfkörber	
00	DETAY Ereenrint terms 11V A3	DETAY GmbH 8. Co. KG	Carl-Zaise-Str. A. 76375 Ettlingen Deutschland	I OT · 230706
5			Call-Celss-Sur. 4, 7027.5 Ettimigen, Deutschland	
30	Shaded PMMA DISC A3,5	Dentsply Sirona/DeguDent GmbH	Rodenbacher Chaussee 4, 63457 Hanau-Wolfgang, Deutschland	LOT: 72583
31	Protemp 4 A3	3M Deutschland GmbH	Carl-Schurz-Straße 1, 41460 Neuss	LOT: 5072364
32	Temp-Bond	Kerr Italia, S.r.l.	Via Passanti 332, 84018 Scafati, Italien	LOT: 7039087
33	Temp-Bond NF	Kerr Italia, S.r.I.	Via Passanti 332, 84018 Scafati, Italien	I OT: 7102052/7355667
5		Nell Italia, S.I.I.	VIA FASSAILU 332, 04010 JUAIAU, ILAIIEIL	LUI: /0028/0

9 Anhang

Abbildung 65 - Verwendete Materialien und Geräte

Anhang