

Aus der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie  
der Universität Erlangen-Nürnberg  
Direktor: Professor Dr. A. Petschelt

---

**ZUVERLÄSSIGKEIT DER HAFTFESTIGKEIT VON  
BEFESTIGUNGSKOMPOSITEN AN KERAMIKOBER-  
FLÄCHEN**

**Inaugural-Dissertation**  
zur Erlangung der Doktorwürde  
der Medizinischen Fakultät  
der Friedrich-Alexander-Universität  
Erlangen-Nürnberg

vorgelegt von  
Chukwuemeka Nkenke  
aus Bonn

Gedruckt mit Erlaubnis der Medizinischen Fakultät  
der Universität Erlangen-Nürnberg

Dekan:	Prof. Dr. Dr. G. Lehnert
Referent:	Prof. Dr. R. Hickel
Korreferent:	Prof. Dr. A. Petschelt
Tag der mündlichen Prüfung:	05.05.1993

# Inhaltsverzeichnis

	Seite
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2 Material und Methode</b>	<b>5</b>
2.1 Versuchsaufbau	5
2.2 Behandlung der Keramikklebeflächen	5
2.3 Versuchsdurchführung	6
2.4 Zusammensetzung der Befestigungskomposite	8
2.5 Bedienung der Zugprüfmaschine	12
2.6 Bedienung der Schleifmaschine	12
2.7 Bedienung des x-y-Schreibers	13
2.8 Weibull-Analyse	13
<b>3 Ergebnisse</b>	<b>22</b>
3.1 Vorversuche	22
3.2 Wahl der Klebeschichtdicken	22
3.3 Materialeigenschaften der Befestigungskomposite	22
3.4 Statistische Analyse der Versuchsergebnisse	23
3.5 Ergebnisse der Hauptuntersuchung	23
3.6 Medianbetrachtung	36
3.7 Tests auf steigende Fehlerrate	36
3.8 "Goodness of Fit"-Tests	37
3.9 Auswertung der REM-Untersuchung	38
<b>4 Diskussion</b>	<b>41</b>
4.1 Problematik des Silanisierens	41
4.2 Sprödes Verhalten der Befestigungskomposite	42
4.3 Präzision des Versuchsaufbaus	44

4.4	Kritik der Weibull-Analyse	44
4.5	Betrachtung der einzelnen Befestigungskomposite	45
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>49</b>
<b>6</b>	<b>Literatur</b>	<b>50</b>
<b>7</b>	<b>Anhang</b>	<b>53</b>
7.1	Verwendete Geräte und Materialien	53
7.2	Ergebnisse in Tabellen	55
	<b>Danksagung</b>	<b>70</b>
	<b>Lebenslauf</b>	<b>71</b>

## 1 Einleitung

Ein Hauptziel in der Forschung der Zahnerhaltungskunde ist die Entwicklung von zahnfarbenen Alternativen zu Amalgam im Seitenzahnbereich. Gesteigerte ästhetische Ansprüche, Angst vor möglichen Gesundheitsschäden und Entsorgungsprobleme zwingen Wissenschaft und Industrie zur Suche nach geeigneteren Werkstoffen (Lutz et al. 1987).

Aufgrund der gestiegenen ästhetischen Ansprüche werden in den letzten Jahren neben Amalgam zunehmend andere plastische Füllungsmaterialien und Inlaysysteme verwendet. Keramik- und Kunststoffinlays werden mit Befestigungskompositen adhäsiv einzementiert. Diese gleichen die geringere Paßgenauigkeit gegenüber Goldinlays aus und sorgen für eine Stabilisierung des Zahnes gegen Frakturen. Konventionellen Zementen sind die Befestigungskomposite wegen ihrer geringeren Löslichkeit überlegen. Der Trend zum Befestigen mit Werkstoffen auf Kunststoffbasis ist unübersehbar. Neben zahnfarbenen Inlays werden auch andere Restaurationen wie Onlays und Veneers sowie parodontale Gußschienen, Klebebrücken, kieferorthopädische Brackets und Retentionsbögen mit Hilfe von Befestigungskompositen adhäsiv befestigt. Auch zum Zementieren von Keramik- und Glaskeramikkronen werden zunehmend Kompositmaterialien verwendet. Befestigungskomposite weisen eindeutige Vorteile auf: mikromechanische Haftung am geätzten Schmelz beziehungsweise an entsprechend vorbehandelten Füllungskörpern, gute physikalische Kenndaten, geringe Löslichkeit und gute Ästhetik (Krejci und Lutz 1989).

Die Überschußentfernung ist im Vergleich zu Phosphat- oder Glasionomerzement schwieriger. Sehr visköse Befestigungskomposite, die sich thixotrop verhalten, können das Kompositinlay unter Ultraschalleinwirkung in die Kavität eingesetzt werden (USI-Technik). Bei dieser Technik können die Kompositüberschüsse bereits vor der Polymerisation entfernt werden, ohne daß Kom-

posit aus der Klebefuge entfernt wird. Die Aushärtung erfolgt anschließend durch Lichtpolymerisation.

Beim Einsetzen von Inlaysystemen treten zwei Verbundphasen auf: eine zwischen Zahn und Befestigungskomposit, eine zwischen Befestigungskomposit und Inlay. Da alle derzeit verfügbaren Kunststoffe schrumpfen, wird der Verbund beeinträchtigt. Durch die Polymerisationsschrumpfung entstehen Spannungen, die zum Abreißen des Kunststoffes vom Inlay bzw. Zahn führen können. Eine weitere Komplikation ist die Rißbildung innerhalb des Befestigungskomposits, die ein kohäsives oder adhäsives Versagen unter Belastung der Klebefuge begünstigt. Kohäsive Brüche verlaufen ausschließlich innerhalb des Komposits, adhäsive Brüche an der Grenzfläche zwischen Komposit und Inlay bzw. Zahn.

Die Verbundfestigkeit wird durch mechanische Retention und den chemischen Verbund des Befestigungskomposits mit der Klebefläche erreicht. Die mechanische Haftung ist grundsätzlich in zwei Effekte zu unterteilen, den geometrischen und den rheologischen. Beim ersten wird eine mikromechanische Verankerung durch Verzahnung von Adhäsiv und Adhärend ("Druckknopfmechanismus") erreicht. Beim zweiten entsteht ein satter mechanischer Sitz des erhärteten Adhäsivs am starren Adhärenden durch Polymerisationsschrumpfung (z.B. Aufschrumpfen des Kunststoffes auf Zotten)(Matz und Kollek 1989).

Die Adhäsion ist abhängig von chemischen und physikalischen Kräften. Chemische Kräfte sind ionische und polare und apolare kovalente Bindungen (Lutz et al. 1976). Die physikalischen Kräfte beruhen auf Van der Waals'schen Kräften (Marinello 1991).

Das Aufräumen der Oberfläche durch Ätzen verbessert die mechanische Verklammerung. Darüber hinaus wird auch die adhäsiv wirksame Oberfläche vergrößert (Matz und Kollek 1989). Das Ätzen erhöht die Anzahl der bezogen

auf die Oberflächenenergie energetisch bevorzugten Kanten und Ecken. Dabei steigern thermodynamische Vorgänge im Grenzschichtbereich durch Benetzungskräfte die Adhäsion. Eine optimale Benetzung ist entscheidend, da die chemisch-physikalischen Bindungskräfte nur über eine sehr kurze Strecke im molekularen Abstandsbereich wirken (Marinello 1991).

Unter klinischen Bedingungen ist der Verbund Inlay-Komposit-Zahn der Kaukraft ausgesetzt. Hohe Haftwerte verringern die Gefahr der Randspaltbildung. Randspalten haben verschiedene Folgen. Die Füllung kann sich verfärben. Durch Plaqueeinlagerung und Bakterienpenetration besteht die Gefahr der Sekundärkaries und Pulpaschädigung. Perkolation kann postoperative Beschwerden auslösen.

Bei den verwendeten Befestigungskompositen wird die geringe Festigkeit der organischen Matrix durch anorganische Füllstoffe erhöht. Die Füllstoffe werden silanisiert, um eine Verbindung zur Matrix herzustellen. Die Silanschicht ist 5 - 20 nm dick und soll sich spannungsabsorbierend auswirken (Janda 1990 und Phillips 1982).

Bei der Prüfung der Haftfestigkeit mittels Zugversuchen erhält man Werte, die sehr stark streuen. Die Befestigungskomposite verhalten sich wie spröde Materialien (Mojon et al. 1989). Diese enthalten Risse, an denen sich eine einwirkende Spannung konzentrieren und zum Bruch führen kann. Die Höhe der Widerstandsfähigkeit eines Materials hängt deshalb von der Wahrscheinlichkeit ab, ob und wieviele Risse sich in ihm befinden. Weibull (1951) liefert ein Modell für diese Wahrscheinlichkeit. Er erklärt die Bedeutung seiner Funktion mit dem Beispiel einer Kette. Diese besteht aus mehreren Gliedern. Experimentell kann man die Wahrscheinlichkeit des Versagens eines Gliedes bei einer bestimmten Last ermitteln. In diesem Moment hat die gesamte Kette versagt. Bei  $n$  Gliedern ist die Wahrscheinlichkeit, daß die Kette versagt  $P_n$ . Weibull leitet schließlich aus diesem Prinzip des schwächsten Gliedes einer Kette seine Funktion ab.

Üblicherweise werden die Ergebnisse über die Anzahl der Versuche, die Mittelwerte und die Standardabweichungen beschrieben. Bei Werkstoffprüfungen nimmt man jedoch als den "wahren Wert" einer Eigenschaft den einer perfekten Materialprobe an. Abweichungen von diesem Wert sind durch Material- oder Verarbeitungsfehler bedingt. Die Qualität des Materials und der gemessene Wert sinken.

Bei einer bestimmten Anzahl von Versuchen lassen sich niedrige Werte durch Verarbeitungsfehler erklären, während man von hohen Werten annehmen muß, daß sie dem "wahren Wert" der Eigenschaft nahekommen. Um Sicherheitsgrenzen bei der Dimensionierung von Materialien abschätzen zu können, ist es wichtig zu wissen, mit welcher Wahrscheinlichkeit ein Material bei einer bestimmten Belastung versagt. Hierbei leistet die Weibull-Analyse einen wichtigen Dienst.

Ziel der Arbeit war einerseits, die Haftfestigkeit von verschiedenen Befestigungskompositen bei unterschiedlicher Vorbehandlung an der Keramik zu prüfen, und andererseits, bei der Auswertung der Ergebnisse eine Medianmethode mit der Weibull-Analyse zu vergleichen.

## 2 Material und Methode

### 2.1 Versuchsaufbau

Die Zugversuche wurden mit einer mechanischen Zugprüfmaschine durchgeführt. Zur Messung der entwickelten Zugkräfte wurde eine Wägezelle installiert, die eine maximale Last von 50 kg aufnehmen kann. Aus Vita-CEREC<sup>R</sup>-Keramik wurden mit dem CEREC<sup>R</sup>-Gerät mittels maschinengenerierter Datensätze Zylinder mit 3 mm Durchmesser und 6 mm Länge geschliffen. Da der Datensatz diskret in einem Raster von 50  $\mu\text{m}$  beschrieben ist, kommt es zu Abweichungen von der konzentrischen Form bis zu 50  $\mu\text{m}$ . Aufgrund ihrer industriellen Herstellung gewährleistet Vita-CEREC<sup>R</sup>-Keramik eine konstante, hohe Qualität. Dies ist wichtig, um den Anteil von Abrissen der Keramikzylinder gering zu halten. Brüche durch die Keramik sind jedoch bei diesem Versuchsaufbau niemals vollständig zu vermeiden, weil es sich bei Keramik um ein sprödes Material handelt, dessen Weibull-Modul bei 10 liegt (Ashby und Jones 1986). Die Stirnfläche der Zylinder wurde berechnet, indem man den größten und den kleinsten Durchmesser mit einer Mikrometerschraube bestimmte und deren Mittelwert berechnete. Diese Zylinder wurden mit den verwendeten Befestigungskompositen auf eine plane, quaderförmige Keramikfläche mit einer Kantenlänge von 10 x 12 mm geklebt (Abb. 1).

### 2.2 Behandlung der Keramikklebeflächen

Die Stirnseite der Keramikzylinder diente als Klebefläche. Diese wurde in einer Präzisionsschleifmaschine mit einer feinen Diamantscheibe planparallel geschliffen. Die Oberflächenrauigkeit von durchschnittlich 3,2  $\mu\text{m}$  entspricht der, die mit dem CEREC<sup>R</sup>-System erreicht wird (Tab. 1 u. 2). Dann wurden sie mit Alkohol gereinigt, trockengeblasen und 60 sec mit Vita-CEREC<sup>R</sup>-Etch<sup>R</sup> (5 %ige Flußsäure) geätzt. Das Ätzgel wurde unter fließendem Wasser abgespült und die Oberfläche mit einer Zahnbürste von Rückständen gereinigt, die durch das Ätzen entstehen (Müller 1988, Bailey und Bennet 1988 und McIn-

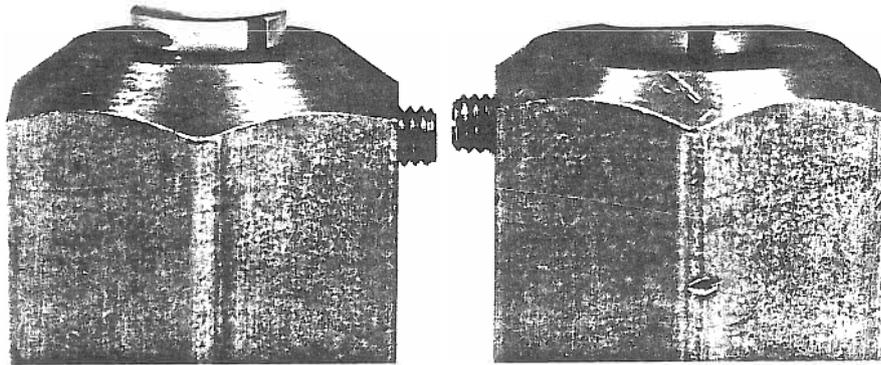


Abb. 1 Keramikprobekörper (befestigt in den Stahlhalterungen)

nes-Ledoux et al. 1989). Anschließend wurden die Klebeflächen mit Preßluft trockengeblasen. Ein Teil der Proben wurde zusätzlich mit einem Zweikomponentensilan behandelt. Die Silanlösung (Methacryloxypropyltrimethoxysilan, Silicoup<sup>R</sup>) wurde mit einem Pinsel dünn aufgetragen und trockengeblasen. Vor den Versuchen wurde die Silanlösung immer frisch angesetzt.

### 2.3 Versuchsdurchführung

Die CEREC<sup>R</sup>-Keramikblöcke sind auf Aluminiumattachments geklebt. Diese Aluminiumstifte wurden mit Halterungen aus Werkzeugstahl verschraubt und in die Zugprüfmaschine eingesetzt (Abb. 2). Das jeweilige Komposit wurde nach dem Anmischen aufgetragen und die verschiedenen Spaltbreiten mit einer Mikrometeruhr eingestellt. Kompositüberschüsse wurden mit einem Heidemannspatel entfernt. Anschließend wurde erforderlichenfalls die Lichtpolymerisation nach Herstellerangaben durchgeführt. Für die Spaltbreiten 50, 150, 200 und 300  $\mu\text{m}$  wurden die Versuche für geätzte und geätzte/silanisierte Proben je Komposit dreimal durchgeführt. Für die Spaltbreite 100  $\mu\text{m}$  wurden die Zugversuche für geätzte/silanisierte Proben 15mal durchgeführt (Tab.3).

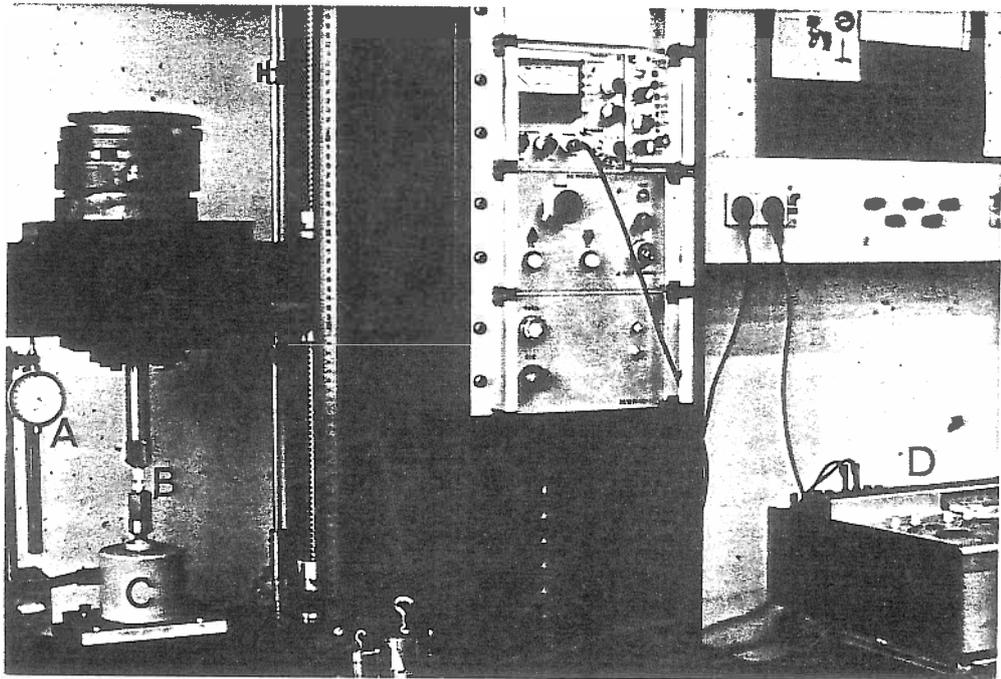


Abb. 2 Versuchsaufbau (A: Meßuhr, B: verklebte Keramikproben, C: Wägezelle, D: x-y-Schreiber)

Während der Polymerisation wurden mit der Wägezelle die durch die Schrumpfung entstehenden Kräfte gemessen. Die Polymerisation fand unter Spannung statt, weil die Wägezelle bei Belastung nur geringfügig im  $\mu\text{m}$ -Bereich ausgelenkt wird. Diese Auslenkung, über die keine Meßdaten verfügbar sind, könnte der Auslenkung des Zahnes entsprechen, die klinisch bei der Polymerisationsschrumpfung auftritt.

Nach 30 min Polymerisationszeit wurden die Zugversuche mit einer Vorschubgeschwindigkeit des Querhaupts von  $200 \mu\text{m}/\text{min}$  bis zum Bruch der Klebelle durchgeführt. Die Klebefuge befand sich zu diesem Zeitpunkt unter der durch die Polymerisationsschrumpfung entstandenen Vorspannung. Dies entspricht den klinischen Bedingungen. Polymerisation und Zugversuche liefen bei Zimmertemperatur ab. Bei Mundtemperatur muß mit einer schnelleren Polymerisation gerechnet werden.

Die Zugversuche wurden von einem x-y-Schreiber aufgezeichnet, um die Kraft, die zum Bruch führte, exakt zu ermitteln. Alle Bruchstellen wurden nach

dem Zugversuch makroskopisch untersucht und einer Bruchart (adhäsiv, kohäsiv, Mischbruch = adhäsive und kohäsive Bruchflächenanteile, Bruch des Keramikzylinders) zugeteilt. Von jedem Befestigungskomposit und beiden Vorbehandlungen bei Klebefugendicke 100  $\mu\text{m}$  wurden die Bruchflächen der Proben mit der höchsten und der niedrigsten Zugfestigkeit im REM untersucht.

## 2.4 Zusammensetzung der Befestigungskomposite

Getestet wurden ein chemisch härtendes, ein lichtpolymerisierendes und fünf dualpolymerisierende Befestigungskomposite (Herstellerangaben):

### 1) Nimetic Grip<sup>R</sup>

System:	Zweikomponentenkomposit
Klassifikation:	Hybridkomposit
Matrix:	-
Füllstoffe:	Strontiumglas (Durchmesser < 5 $\mu\text{m}$ ), $\text{SiO}_2$
Füllstoffgehalt:	65 Gew %
Härtungstyp:	chemisch härtend
Initiatoren:	
-Autopolymerisation:	Peroxid, tertiäres Amin
Elastizitätsmodul:	-
Biegefestigkeit:	90 MPa
Druckfestigkeit:	275 MPa
Verarbeitungszeit:	2,5 min bei 37°C

### 2) Tulux Cem<sup>R</sup>

System:	Einkomponentenkomposit
Klassifikation:	mikrogefülltes Komposit
Matrix:	Bis-GMA (Bisphenol-A-glycidylmethacrylat) ohne Hydroxylgruppen
Füllstoffe:	$\text{SiO}_2$ , Ytterbiumtrifluorid (Durchmesser < 0,8 $\mu\text{m}$ )

Füllstoffgehalt:	50 Gew %
Härtungstyp:	zweizeitig lichthärtend
-Lichthärtung:	20 sec anhärten, 60 sec aushärten
Initiatoren:	
-Anhärten bei $\lambda > 470$ nm (Tuluxfilter gelb):	Phosphinoxid
-Aushärten bei $\lambda < 470$ nm:	Kampherchinon
Elastizitätsmodul:	-
Biegefestigkeit:	30 MPa
Druckfestigkeit:	120 MPa
Verarbeitungszeit:	frei wählbar

3) ABC Dual<sup>R</sup>

System:	Zweikomponentenkomposit
Klassifikation:	homogen mikrogefülltes Komposit
Matrix:	Urethan-Dimethacrylat, aliphatisches Dimethacrylat (43 % Monomer)
Füllstoffe:	hochdisperses, silanisiertes SiO <sub>2</sub> , TiO <sub>2</sub>
Füllstoffgehalt:	60 Gew % (46 % Mikrofüller, 10 % TiO <sub>2</sub> )
Härtungstyp:	kombiniert licht- und chemisch härtend
-Lichthärtung:	40 sec
Initiatoren:	
-Autopolymerisation:	Benzoylperoxid, tertiäres aromatisches Amin
-Lichtpolymerisation:	Kampherchinon
Elastizitätsmodul:	4000 MPa
Biegefestigkeit:	-
Druckfestigkeit:	-
Verarbeitungszeit:	2 - 2,5 min bei 37°C

4) Dual Cement<sup>R</sup>

System:	Zweikomponentenkomposit
---------	-------------------------

Klassifikation:	mikrogefülltes Komposit
Matrix:	Urethan-Dimethacrylat, aliphatisches Dimethacrylat (39 % Monomer)
Füllstoffe:	hochdisperses, silanisiertes SiO <sub>2</sub> , Ytterbiumtrifluorid
Füllstoffgehalt:	60 - 62 Gew % (40 % Mikrofüller, 20 % Ytterbiumtrifluorid)
Härtungstyp:	kombiniert licht- und chemisch härtend
-Lichthärtung:	60 sec
Initiatoren:	
-Autopolymerisation:	Benzoylperoxid, tertiäres aromatisches Amin
-Lichtpolymerisation:	Kampherchinon
Elastizitätsmodul:	-
Biegefestigkeit:	100 MPa
Druckfestigkeit:	-
Verarbeitungszeit:	5 - 6 min bei 37°C

#### 5) Microfill pontic C<sup>R</sup>

System:	Zweikomponentenkomposit
Klassifikation:	Hybridkomposit
Matrix:	Isopropylidenbis2(3)-hydroxy-3(2)-(4-phenoxy)propyl- methacrylat, 3,6-Dioxaoctamethylendimethacrylat
Füllstoffe:	silanisiertes Bariumaluminiumborsilikatglas (mittlerer Durchmesser 5 µm)
Füllstoffgehalt:	75 Gew %
Härtungstyp:	kombiniert licht- und chemisch härtend
-Lichthärtung:	60 sec
Initiatoren:	
-Autopolymerisation:	Benzoylperoxid, tertiäres aromatisches Amin
-Lichtpolymerisation:	Kampherchinon
Elastizitätsmodul:	-
Biegefestigkeit:	122 MPa

Druckfestigkeit: 304 MPa  
 Verarbeitungszeit: 4,5 - 5 min bei 23°C

#### 6) Microfill pontic<sup>R</sup>

System: Zweikomponentenkomposit  
 Klassifikation: mikrogefülltes Komposit  
 Matrix: Isopropylidenbis2(3)-hydroxy-3(2)-(4-phenoxy)propyl-  
 methacrylat, 3,6-Dioxaoctamethylendimethacrylat  
 Füllstoffe: hochdisperses, silanisiertes SiO<sub>2</sub>  
 Füllstoffgehalt: 47 Gew %  
 Härtungstyp: kombiniert licht- und chemisch härtend  
 -Lichthärtung: 60 sec  
 Initiatoren:  
 -Autopolymerisation: Benzoylperoxid, tertiäres aromatisches Amin  
 -Lichtpolymerisation: Kampherchinon  
 Elastizitätsmodul: -  
 Biegefestigkeit: 80 MPa  
 Druckfestigkeit: 340 MPa  
 Verarbeitungszeit: 1,5 min bei 23°C

#### 7) Brilliant Duo Cement<sup>R</sup>

System: Zweikomponentenkomposit  
 Klassifikation: Hybridkomposit  
 Matrix: Bis-GMA (Bisphenol-A-glycidylmethacrylat),  
 TEGDMA (Triethylenglycoldimethacrylat)  
 Füllstoffe: hochdisperses SiO<sub>2</sub>,  
 Bariumaluminiumborsilikatglas  
 (mittlerer Durchmesser 0,5 µm)  
 Füllstoffgehalt: 74 Gew %  
 Härtungstyp: kombiniert licht- und chemisch lichthärtend  
 -Lichthärtung: 60 sec  
 Initiatoren:

-Autopolymerisation:	Benzoylperoxid, tertiäres aromatisches Amin
-Lichtpolymerisation:	Kampherchinon
Elastizitätsmodul:	-
Biegefestigkeit:	-
Druckfestigkeit:	-
Verarbeitungszeit:	max. 4 min

## 2.5 Bedienung der Zugprüfmaschine

Die Halterungen zur Befestigung der CEREC<sup>R</sup>-Blöcke werden mit ihrem Gewinde in die Zugprüfmaschine eingeschraubt. Durch Herabfahren des Querhauptes werden die gegenüberliegenden, planparallelen Klebeflächen einander soweit angenähert, bis sie sich drucklos berühren. Dies überprüft man mit dem x-y-Schreiber, der keinen Ausschlag zeigen darf. Das Querhaupt kann "grob" oder "fein" bewegt werden. Heftiges Zusammenfahren der Keramikblöcke kann zu ihrer Zerstörung führen. Darüber hinaus besteht die Gefahr der Überlastung der Wägezelle. In der Position des drucklosen Berührens wird eine angebrachte Mikrometeruhr auf 0 geeicht. Daraufhin wird das Querhaupt wieder hochgefahren und das Befestigungskomposit kann appliziert werden. Nun senkt man das Querhaupt bis zur gewünschten Spaltbreite ab und entfernt mit einem Heidemannspatel die Überschüsse. Dann wird gegebenenfalls die Lichtpolymerisation durchgeführt. Nach 30 min wird das Querhaupt mit einer Geschwindigkeit von 200  $\mu\text{m}/\text{min}$  bis zum Bruch der Klebestelle hochgefahren.

## 2.6 Bedienung des x-y-Schreibers

Der Schreiber muß vor Gebrauch geeicht werden. Der y-Schalter wird auf "calib" gestellt. Der 0-Punkt kann mit dem "Zero"-Knopf frei gewählt werden. Nun wird die Wägezelle mit Gewichten ausgelenkt, deren Summe die maximale Last von 50 kg nicht überschreiten darf. Die Gewichte sollten den Bereich abdecken, in dem man messen will. Dann wählt man den passenden V/cm-

Bereich. Die Gewichte werden nun einzeln heruntergenommen und die erhaltenen Werte in ein (V/cm)/kg-Diagramm eingetragen. Damit erhält man eine Eichkurve, die es erlaubt, die in V/cm erhaltenen Ergebnisse der Zugversuche in kg umzurechnen. Bei den Versuchen wurde als V/cm-Bereich 0,2 gewählt. Der Meßverstärker der Zugprüfmaschine wurde auf den Meßbereich 2 gestellt. Während der Zugversuche wurde ein Papiervorschub von 60 mm/min gewählt.

### 2.7 Bedienung der Schleifmaschine

Die Halterung wird mit einem Keramik-Block auf den Elektromagneten gestellt, den man dann aktiviert. Die Diamantscheibe wird abgesenkt, bis sie den Keramik-Block berührt. Dann öffnet man den Hahn für das Kühlwasser und startet die Maschine. Man bewegt die Schleifscheibe über der Keramikfläche hin und her und senkt die Scheibe in 5/100 mm Schritten ab, bis man eine planparallele Keramikfläche erhält.

### 2.8 Weibull-Analyse

Zur statistischen Auswertung wurde die Weibull-Analyse herangezogen. Die Funktion ist laut Weibull empirisch gefunden. Das Kettenmodell liefert die theoretische Basis (vgl. S.3). Die Funktion kann auf Probleme aus den verschiedensten Bereichen angewendet werden. Es handelt sich um Probleme, bei denen sich ein Vorgang in einem Teil auf das Ganze auswirkt. Weibull (1951) leitet seine Funktion folgendermaßen her:

Wenn man eine Variable  $X$  den Individuen einer Population zuordnet, dann kann die Verteilungsfunktion  $F(x)$  als die Anzahl aller Individuen mit  $X \leq x$  geteilt durch die gesamte Anzahl der Individuen definiert werden. Diese Funktion gibt die Wahrscheinlichkeit  $P$ , zufällig ein Individuum mit dem

Wert  $X \leq x$  zu wählen. Man erhält  $P(X \leq x) = F(x)$ . Die Wahrscheinlichkeit, daß ein zufällig ausgewähltes Individuum einen Wert  $\leq x$  besitzt, ist  $P$ . Die Wahrscheinlichkeit, daß von  $m$  Individuen alle einen Wert  $\leq x$  besitzen, ist  $P_m$ , die Summe der einzelnen Wahrscheinlichkeiten. Die Wahrscheinlichkeit, daß von  $m$  Individuen keines einen Wert  $\leq x$  besitzt, ist  $1 - P_m$ .

$$1 - P_m = (1 - P)^m$$

In vielen Fällen beschreibt man die Verteilungsfunktion durch

$$F(x) = 1 - \exp[-\delta(x)]$$

mit einer vom statistischen Modell abhängigen Klasse möglicher Funktionen  $\delta(x)$ . Für  $m$  Individuen ergibt sich:

$$P_m = 1 - \exp[-m\delta(x)]$$

$$1 - P_m = \exp[-m\delta(x)]$$

$$(1 - P)^m = \exp[-m\delta(x)]$$

Diese Gleichung gibt einen angemessenen Ausdruck für das Prinzip des schwächsten Gliedes in einer Kette.

Die Funktion  $\delta(x)$  muß positiv sein und darf nicht abnehmen. Bei einem Wert  $X_n$ , der nicht unbedingt 0 sein muß, soll sie verschwinden. Die einfachste Funktion, die aus dem Kettenmodell abgeleitet werden kann, ist

$$\frac{(x - x_n)^m}{x_0} \text{ für } x \geq x_n, \quad 0 \text{ für } x < x_n.$$

Daraus ergibt sich:

$$F(x) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{x-x_n}{x_0}\right)^m\right]$$

$m$  = Weibull-Modul

Je größer  $m$  ist, umso verlässlicher ist das Produkt.

$x_n$  = Lageparameter

$x_n$  bestimmt den Zeitpunkt, an dem die Ausfälle beginnen.

$x_0$  = Maßstabsparameter

$x_0$  bezeichnet man auch als die charakteristische Lebensdauer.

Dies ist der einfachste Ausdruck, der die allgemeinen Bedingungen erfüllt (Weibull 1951).

Der Vergleich der verschiedenen Kleber erfolgt über drei verschiedene Aspekte der Weibull-Funktion (Mojon et al. 1989):

1. graphischer Zusammenhang zwischen Zugspannung und Bruchwahrscheinlichkeit,
2. Vergleich der Weibull-Parameter  $m$ ,
3. Zugspannung, bei der 1 %, 50 % oder 90 % der Proben versagen.

Die Weibull-Gleichung setzt die Bruchwahrscheinlichkeit mit der Zugfestigkeit in Beziehung:

$$P_f = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0}\right)^m\right)$$

$P_f$  = Bruchwahrscheinlichkeit

$\sigma$  = Zugspannung (MPa)

$m$  = Weibull-Modul

Je höher  $m$  ist, umso weniger streuen die Werte und umso

verlässlicher ist das Material.

$\sigma_u$  = Lageparameter

Die niedrigste gemessene Zugspannung, die zum Bruch führt.  $\sigma_u$  geht bei entsprechend hoher Fallzahl gegen null und wird deshalb gleich null gesetzt.

$\sigma_0$  = Maßstabsparameter oder charakteristische Lebensdauer

Bei  $\sigma = \sigma_0$  hat sich die Wahrscheinlichkeit, daß kein Bruch auftritt, auf 37% verringert.  $\sigma_0$  hat keine praktische Bedeutung.

Um die Bruchwahrscheinlichkeiten jeder einzelnen Probe zu berechnen, werden die Resultate der Zugversuche in Reihenfolge zunehmender Größe geordnet. Jedem Resultat wird eine Bruchwahrscheinlichkeit zugewiesen, die abhängig ist vom Rang des MPa-Wertes geteilt durch die Anzahl der Versuche plus 1.

$$P_f = \frac{n}{N+1}$$

**n** = Rang der jeweiligen Probe, beginnend mit der niedrigsten Bruchfestigkeit

**N** = Rang der stärksten Probe

Die Addition von 1 zum Rang der stärksten Probe entspricht einer Konvention. Diese Konvention ermöglicht für die aus den geschätzten Parametern gewonnene Weibull-Verteilung das Auftreten von Werten, die größer als die gemessenen Maximalwerte sind. Für große Zahlen für N ist der Unterschied zwischen N und N + 1 vernachlässigbar, so daß die Stichprobe für die Gesamtheit repräsentativer wird.

Dem Einfluß des Volumens der verschiedenen Klebeschichtdicken ist auf folgende Weise Rechnung zu tragen:

Hat eine Probe das x-fache Volumen einer anderen mit dem Volumen  $V_0$ , so ist ihre Überlebenswahrscheinlichkeit  $[P_s(V_0)]^x$ . Für die Berechnung der

Bruchwahrscheinlichkeit für das Volumen  $V_0$  ergibt sich:

$$P_f = 1 - P_s(V_0)$$

$$1 - P_s(V_0) = \frac{n}{N+1}$$

$$-P_s(V_0) = \frac{n}{N+1} - 1$$

$$P_s(V_0) = 1 - \frac{n}{N+1}$$

Für einen Körper mit x-fachem Volumen folgt analog:

$$[P_s(V_0)]^x = 1 - \frac{n}{N+1}$$

$$P_s(V_0) = \left(1 - \frac{n}{N+1}\right)^{\frac{1}{x}}$$

$$P_f = 1 - \left(1 - \frac{n}{N+1}\right)^{\frac{1}{x}}$$

$$\left[x = \frac{V}{V_0}\right]$$

Die Weibull-Funktion kann doppelt logarithmisch umgeformt werden, um einen linearen Graph zu erhalten. Der Weibull-Modul ist dann die Steigung des Graphs. Der Maßstabsparameter kann aus dem y-Achsenabschnitt berechnet werden.

$$P_f = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right)$$

$$P_f - 1 = -\exp\left(-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right)$$

$$1 - P_f = \exp\left(-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right)$$

$$\ln(1 - P_f) = -\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m$$

$$\ln\left(\frac{1}{1 - P_f}\right) = \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m$$

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1 - P_f}\right)\right) = \ln\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m$$

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1 - P_f}\right)\right) = m \ln\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)$$

$$\ln(\ln(\frac{1}{1-P_f})) = m \ln \sigma + m \ln \frac{1}{\sigma_0}$$

$$\ln(\ln(\frac{1}{1-P_f})) = m \ln \sigma - m \ln \sigma_0$$

Die allgemeine Gleichung für eine Gerade lautet:

$$y = ax + b$$

Die Parameter a und b berechnen sich in unserem Fall durch:

$$\ln(\ln(\frac{1}{1-P_f})) = m \ln \sigma - m \ln \sigma_0$$

$$x = \ln \sigma$$

$$y = \ln(\ln(\frac{1}{1-P_f}))$$

$$a = m$$

$$b = -m \ln \sigma_0$$

$\sigma_0$ ,  $\sigma_{.01}$ ,  $\sigma_{.50}$  und  $\sigma_{.90}$ , die die Zugspannungen, bei denen 63, 1, 50 und 90 % der Proben versagen, werden auf folgende Weise berechnet:

$$\ln \sigma = \frac{[\ln(\ln(\frac{1}{1-P_f})) + m \ln \sigma_0]}{m}$$

$$\ln \sigma_0 = \frac{[\ln(\ln(\frac{1}{1-0,63})) - b]}{m}$$

$$\ln \sigma_{.01} = \frac{[\ln(\ln(\frac{1}{1-0,01})) - b]}{m}$$

$$\ln \sigma_{.50} = \frac{[\ln(\ln(\frac{1}{1-0,5})) - b]}{m}$$

$$\ln \sigma_{.90} = \frac{[\ln(\ln(\frac{1}{1-0,9})) - b]}{m}$$

Die Berechnung der Weibull-Parameter mittels einer linearen Regressionskurve wurde mit SPSS durchgeführt.

Eine weitere Methode ist die Berechnung der Weibull-Parameter mit der Maximum-Likelihood-Methode. Hier werden die Parameter mittels Iterationen in Abhängigkeit von der ursprünglichen Weibull-Verteilung geschätzt. "Mit der Maximum-Likelihood-Methode finden wir diejenigen Parameter, die so geartet sind, daß sie die Wahrscheinlichkeit (genauer: Likelihood) des Auftretens der in einer Stichprobe beobachteten Messungen maximieren. Die Bedeutung dieser Methode, deren Anwendung voraussetzt, daß die Verteilungsform des untersuchten Merkmals bekannt ist, läßt sich intuitiv einfach vermitteln. Nimmt man an, daß in einer Stichprobe die Messungen  $x_1 = 11$ ,  $x_2 = 8$ ,  $x_3 = 12$ ,  $x_4 = 9$  und  $x_5 = 10$  registriert wurden und geht man ferner davon aus, daß das untersuchte Merkmal normalverteilt sei, ist es äußerst unwahrscheinlich, daß ein Populationsparameter von z.B.  $\mu = 20$  diese Stichprobenwerte ermöglicht. Plausibler wäre es, für  $\mu$  den Wert 10 oder zumindest Werte in der Nähe von 10 anzunehmen. Nach der Maximum-Likelihood-Methode würde sich herausstellen, daß der Mittelwert  $x = 10$  als bester Schätzer für  $\mu$  gilt. Bei einem normalverteilten Merkmal resultiert für die beobachteten Werte eine maximale Auftretenswahrscheinlichkeit, wenn wir  $\mu$  durch den Mittelwert  $x$  schätzen" (Bortz 1985). Bortz (1984) erläutert, "warum man nicht von der Wahrscheinlichkeit (probability) eines Parameters spricht,

sondern von einer Likelihood. (Dieser Ausdruck bleibt üblicherweise in deutschsprachigen Texten unübersetzt.) Fischer, (1922 zit. nach Yamane, 1976, S. 177), auf den die Bezeichnung Maximum-Likelihood zurückgeht, schreibt hierzu (wobei er den Populationsparameter mit  $P$  und nicht mit  $\mu$  bezeichnet): 'Wir müssen zu dem Faktum zurückkehren, daß ein Wert von  $P$  aus der Verteilung, über die wir nichts wissen, ein beobachtetes Ereignis (z. B. Erg. d. Autors) dreimal so häufig hervorbringt wie ein anderer Wert von  $P$ . Falls wir ein Wort benötigen, um diese Eigenschaft verschiedener Werte von  $P$  zu charakterisieren, würde ich vorschlagen, daß wir um Verwirrung zu vermeiden, von der Likelihood eines Wertes  $P$  sprechen, dreimal die Likelihood eines anderen Wertes auszumachen, wobei wir berücksichtigen müssen, daß Likelihood hier nicht vage als Synonym für Wahrscheinlichkeit (probability) verwendet wird, sondern einfach die relativen Häufigkeiten ausdrücken soll, mit der solche Werte der hypothetischen Quantität tatsächlich die beobachteten Stichproben erzeugen würden'. Zur Ermittlung der Weibull-Parameter über die Maximum-Likelihood-Schätzung wurde ein Computerprogramm von Waldemar G. de Rijk verwendet.

## **3 Ergebnisse**

### **3.1 Vorversuche**

Es wurden Vorversuche mit zylindrischen Keramikprobeträgern durchgeführt. Sie hatten die Durchmesser 3, 4 und 8 mm. Zugversuche mit Tulux Cem<sup>R</sup> zeigten, daß bei Durchmessern größer als 3 mm teilweise die Aluminiumattachment-Keramik-Verbindung vor der Keramik-Komposit-Verbindung brach oder die maximale Kraft, die die Zugprüfmaschine entwickeln konnte, überschritten wurde. Bei einigen Versuchen mit größeren Durchmessern wurde das Aluminiumattachment aus der Stahlhalterung gezogen. Deshalb wurden für die Zugversuche die Probendurchmesser von 3 mm gewählt.

Für Microfill pontic C<sup>R</sup> war der 50  $\mu\text{m}$  Spalt nur durch mehrfaches Auf- und Abfahren des Querhauptes zu erreichen. Durch die groben Füllkörper ist die Konsistenz stark viskös (Roulet 1987).

### **3.2 Wahl der Klebeschichtdicken**

Die verwendeten Spaltbreiten entsprechen den klinischen Bedingungen. Die mit dem CEREC<sup>R</sup>-System erreichbaren Spaltbreiten liegen zwischen 0 und 250  $\mu\text{m}$  (Klaiber und Haller 1989).

### **3.3 Materialeigenschaften der Befestigungskomposite**

Die Kurven, die beim Aufzeichnen der Zugversuche entstanden, steigen linear bis zum Bruch an. Es kam zu keiner plastischen Deformation, bevor der Bruch auftrat. Die Spaltbreite war auch nach dem Zugversuch identisch. Dies deutet auf spröde Materialien hin (Ondracek 1979).

### 3.4 Statistische Analyse der Versuchsergebnisse

Die Versuchsergebnisse wurden sowohl mit der Weibull-Methode als auch mit einer Medianmethode ausgewertet. Die Schätzung der Weibullparameter wurde mit zwei verschiedenen Methoden vorgenommen, einmal über eine doppelt logarithmische Umformung der Weibull-Formel, einmal mit der Maximum-Likelihood-Schätzung. Abschließend wurden Tests durchgeführt, die nachweisen sollten, ob die erhaltenen Ergebnisse tatsächlich einer Weibull-Verteilung entsprachen.

### 3.5 Ergebnisse der Hauptuntersuchung

Die gemessenen Zugfestigkeitswerte wurden der Weibull-Analyse unterworfen. Sie wurde für die Vorbehandlung "geätzt" für alle Spaltbreiten und für die Vorbehandlungen "geätzt/silanisiert" für alle Spaltbreiten und für 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite separat durchgeführt.  $m$  und  $\sigma_0$  für 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite wurden sowohl über den Regressionsansatz (mit SPSS) als auch mit der Maximum-Likelihood-Schätzung (Computerprogramm von W.G. de Rijk) berechnet (Tab. 15). Die Berechnung der Weibull-Parameter für alle Volumina erfolgte mit dem auf S.17 f. angegebenen Rechenansatz. Die Ergebnisse der doppelt logarithmischen Umformung werden in Diagrammen dargestellt. Dabei ergibt sich aus der Steigung der Regressionsgeraden der Weibull-Modul  $m$ . Je weiter rechts eine Gerade liegt, umso höher sind die Zugfestigkeitswerte (Abb. 5, 7, 9, 11, 12 und 13).

#### 1) Nimetic Grip<sup>R</sup>

Für die 15 Zugversuche bei 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite (Vorbehandlung geätzt/silanisiert) ergab sich  $m = 6,7$ . Die 1 %-Bruchwahrscheinlichkeit lag bei 17,7 MPa,  $\sigma_{.90}$  bei 39,8 MPa. Der Mittelwert der Zugfestigkeit ist 32,95 MPa. Er liegt dicht bei  $\sigma_{.50}$ . Der Korrelationskoeffizient nach doppelt logarithmischer Umformung beträgt 0,98 (Tab. 4 und Abb. 3, 4 und 5).

Abb.3

Vorbeh. "geätzt/silan."  
100 µm Spaltbreite

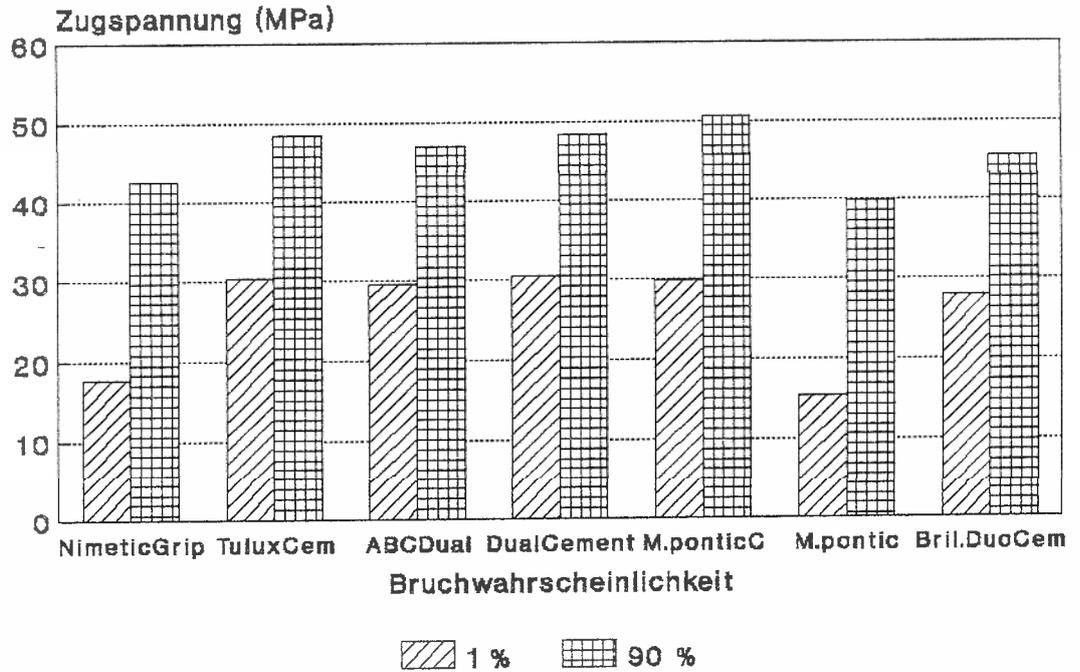
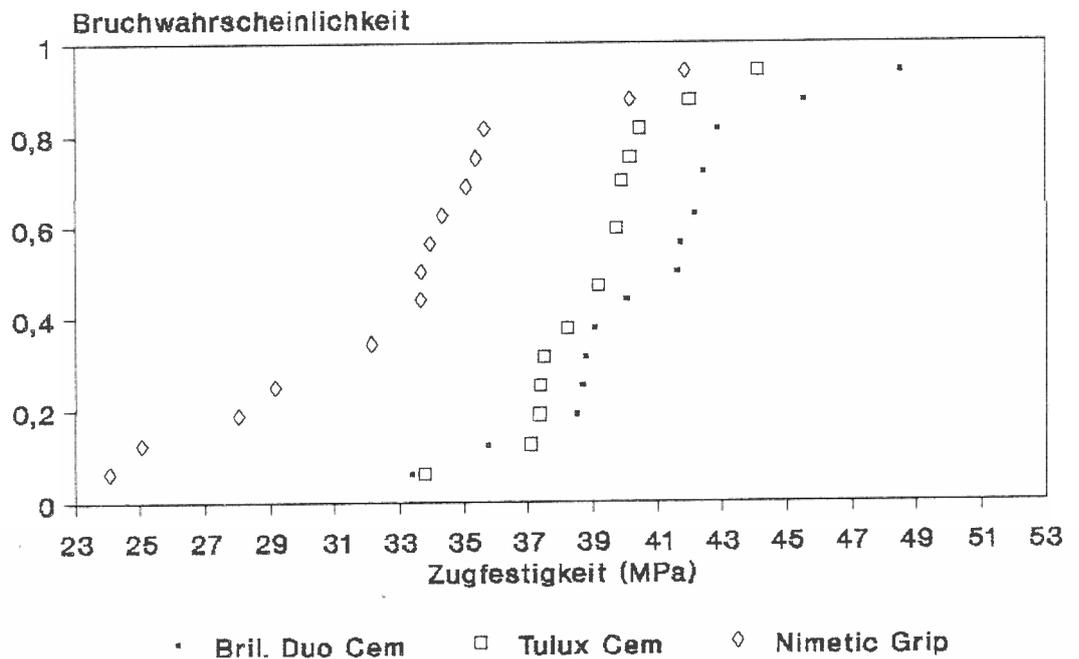
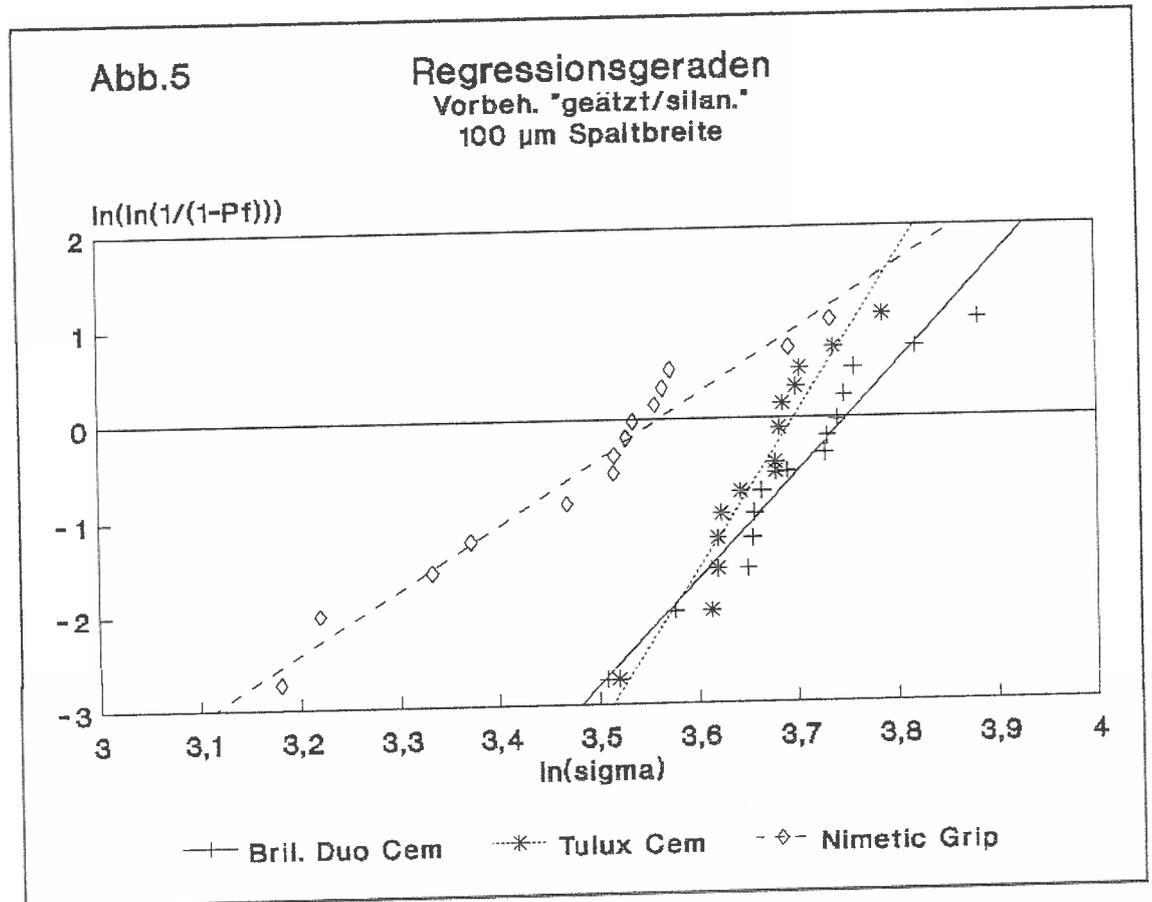


Abb.4

Vorbeh. "geätzt/silan."  
100 µm Spaltbreite





Die Berechnung des Weibull-Moduls für geätzte/silanisierte Proben aller Volumina ergibt  $m = 8,3$ . Der Korrelationskoeffizient für die Regressionsgerade ist dann 0,95 (Tab. 5 und Abb. 6 und 7). Der Weibull-Modul, berechnet für geätzte Proben aller Volumina, beträgt 8,3. Der Korrelationskoeffizient liegt hier bei 0,77. Der Wert für  $\sigma_{90}$  (18,8 MPa) liegt noch weit unter dem für  $\sigma_{01}$  (20,5 MPa) für alle Spaltbreiten mit Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" (Tab. 6 und Abb. 8 und 9).

Der Weibull-Modul der geätzten Proben (alle Spaltbreiten) ist genau so groß wie der der geätzten/silanisierten Proben für alle Spaltbreiten. Die  $\sigma$ -Werte sind denen der geätzten/silanisierten Proben unterlegen (Tab. 4 und 6). Betrachtet man die Mittelwerte, so erreichen die geätzten Proben nur 50 % der geätzten/silanisierten (Tab. 7). Für die Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" traten 24 adhäsive und drei Mischbrüche auf, für die Vorbehandlung "geätzt" 14 adhäsive und ein Mischbruch (Tab. 8 und 9).

Abb.6

Vorbeh. "geätzt/silan"  
alle Spaltbreiten

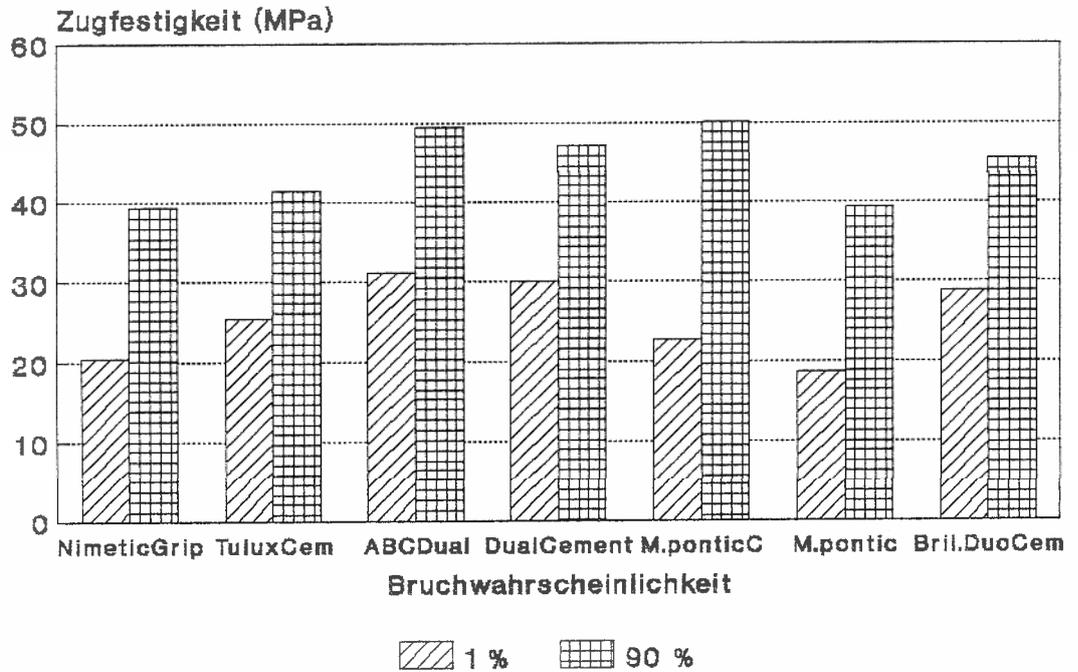


Abb.7

Regressionsgeraden  
Vorbeh. "geätzt/silan."  
alle Spaltbreiten

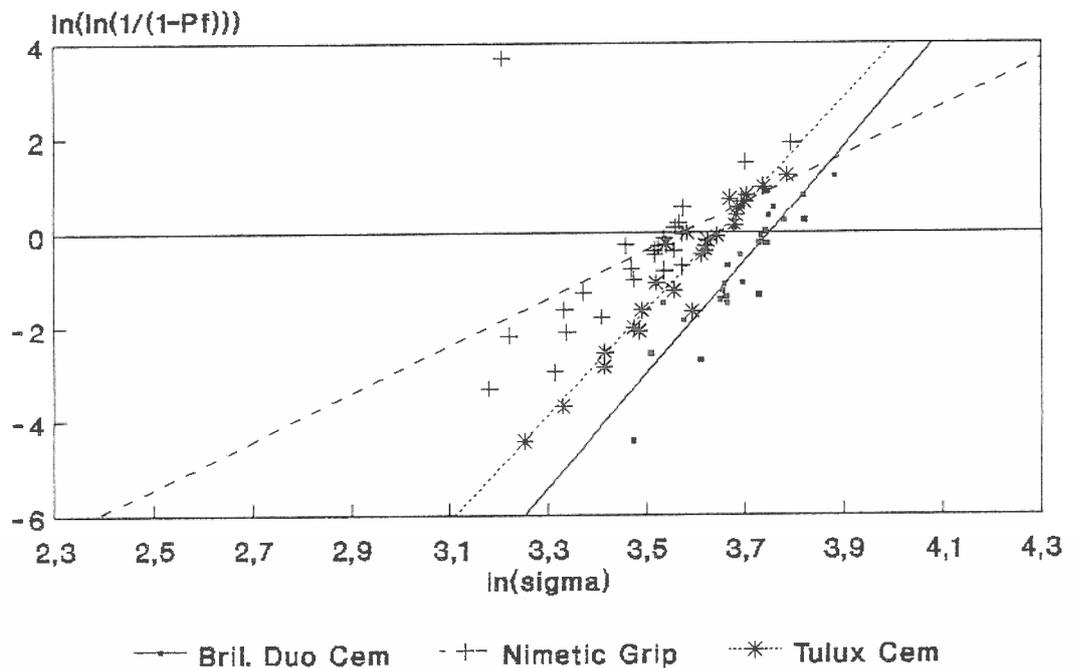


Abb.8

Vorbeh. "geätzt"  
alle Spaltbreiten

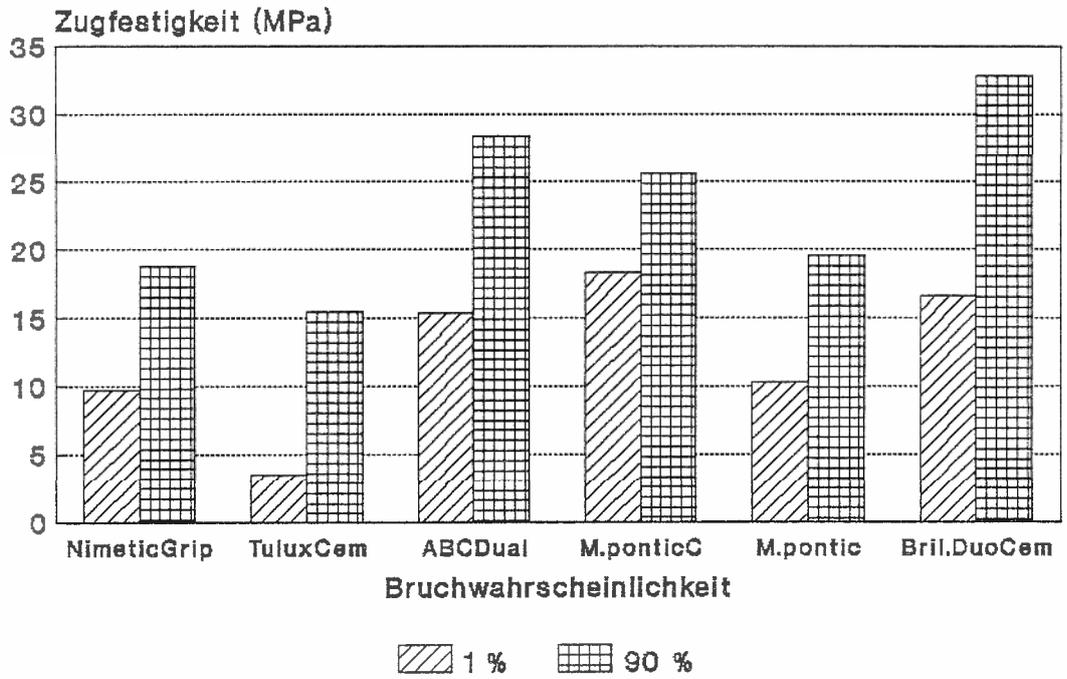
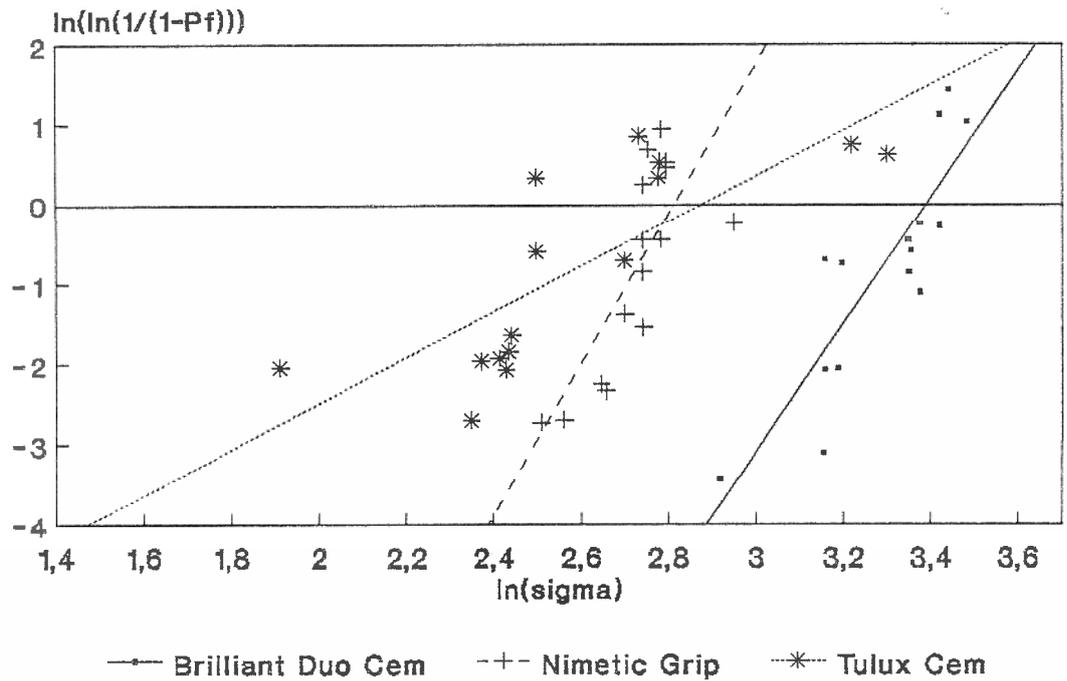


Abb.9

Regressionsgeraden  
Vorbeh. "geätzt"  
alle Spaltbreiten



## 2) Tulux Cem<sup>R</sup>

Für die Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" bei 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite ergibt sich das höchste  $m$  (16,2 MPa) unter den getesteten Befestigungskompositen. Der Wert von  $\sigma_{0,1}$  beträgt 30,4 MPa. Für  $\sigma_{90}$  wurden 42,5 MPa errechnet (Tab. 4 und Abb. 3, 4 und 5).

Nimmt man alle Spaltbreiten mit Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" zusammen, so sinkt der Weibull-Modul auf 11,2.  $\sigma_{0,1}$  liegt mit 25,5 MPa genauso wie  $\sigma_{90}$  mit 41,4 MPa niedriger als bei 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite (Vorbehandlung geätzt/silanisiert). Die Werte entsprechen also in etwa denen für 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite. Die Korrelationskoeffizienten liegen für die Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" bei 0,97 für alle Spaltbreiten und 0,96 für 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite (Tab. 5 und Abb. 6 und 7).

Für die geätzten Proben (alle Spaltbreiten) beträgt der Weibull-Modul 2,8. Dies ist der niedrigste Wert unter allen getesteten Kompositen.  $\sigma_{90}$  liegt mit 23,6 MPa noch deutlich unter den Werten für  $\sigma_{0,1}$  für die geätzten/silanisierten Proben. Der Korrelationskoeffizient beträgt 0,78 (Tab. 6 und Abb. 8 und 9).

Bei den geätzten/silanisierten Proben kam es zu 16 kohäsiven und sieben Mischbrüchen. Viermal versagte der Keramikstempel. Die geätzten Proben wiesen im Gegensatz dazu zwei kohäsive und 13 adhäsive Brüche auf (Tab. 8 und 9). Im Mittel erreichten die geätzten Proben 45 % der Werte der geätzten/ silanisierten Proben (Tab. 7).

## 3) ABC Dual<sup>R</sup>

Der Weibull-Modul bei 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite mit Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" beträgt 11,8 (Tab. 4 und Abb. 3, 10 und 11). Für alle Spaltbreiten mit Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" sinkt er nur geringfügig auf 11,7.  $\sigma_{0,1}$  beträgt hier aber 31,2 MPa (Tab. 5 und Abb. 6 und 12). Mit keinem anderen Befestigungskomposit konnte ein höherer Wert erreicht werden. Bei den 100  $\mu\text{m}$ -Versuchen (Vorbehandlung geätzt/silanisiert) beträgt der Wert 29,6 MPa.

Die  $\sigma_{,90}$ -Werte weichen nur geringfügig voneinander ab (47,0 und 49,6 MPa).

Für die geätzten Proben (alle Spaltbreiten) beträgt  $m$  8,9. Dies ist ein günstiger Wert.  $\sigma_{,90} = 28,3$  MPa reicht jedoch nicht an die Werte für  $\sigma_{,01}$  für die Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" (alle Spaltbreiten und 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite) heran (Tab. 6 und Abb. 8 und 13). Die Korrelationskoeffizienten für die Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" betragen 0,91 und 0,99, für die geätzten Proben 0,88.

Bei den geätzten/silanisierten Proben kam es zu 18 Mischbrüchen. Darüber hinaus gab es einen kohäsiven und zwei adhäsive Brüche. Sechsmal trat ein Stempelabriß auf. Die geätzten Proben brachen 13 mal adhäsiv. Zwei Mischbrüche traten auf (Tab. 8 und 9). Ohne Silanisieren wurden im Mittel 55 % der Werte für die Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" erreicht (Tab. 7).

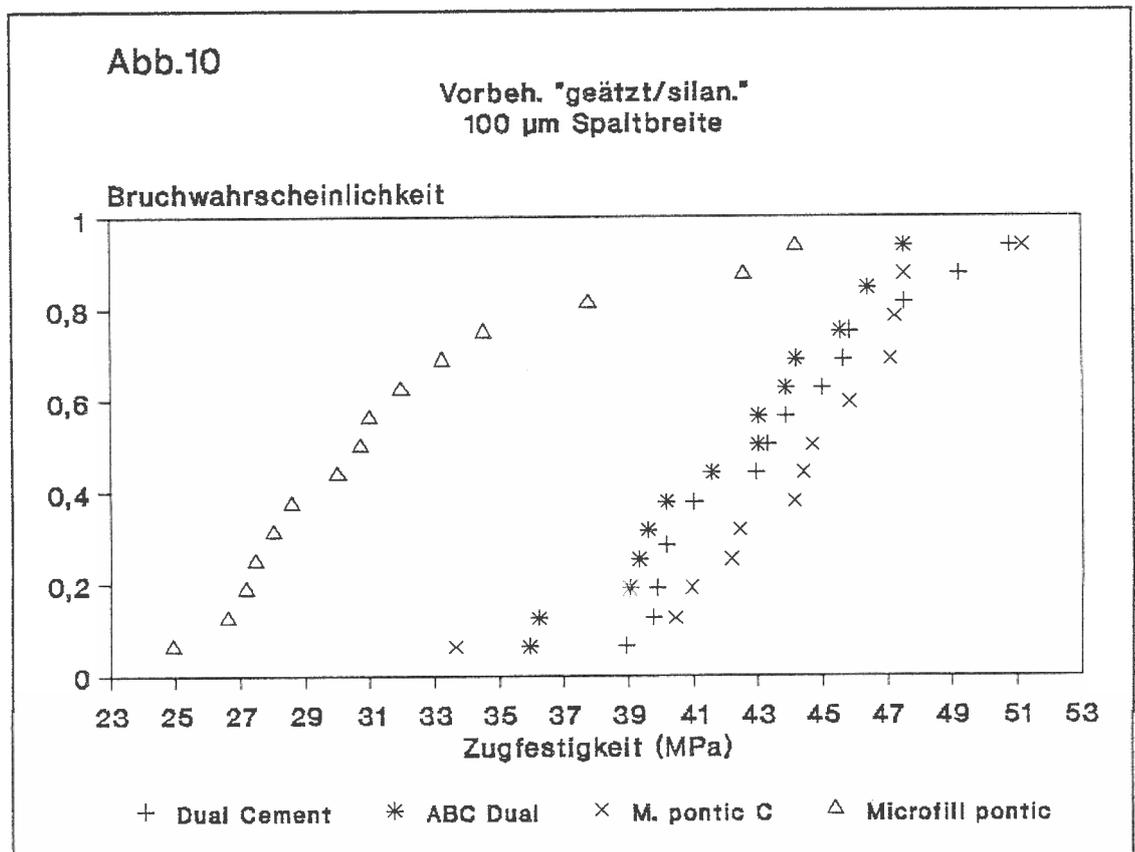


Abb.11

Regressionsgeraden  
Vorbeh. "geätzt/silan."  
100 µm Spaltbreite

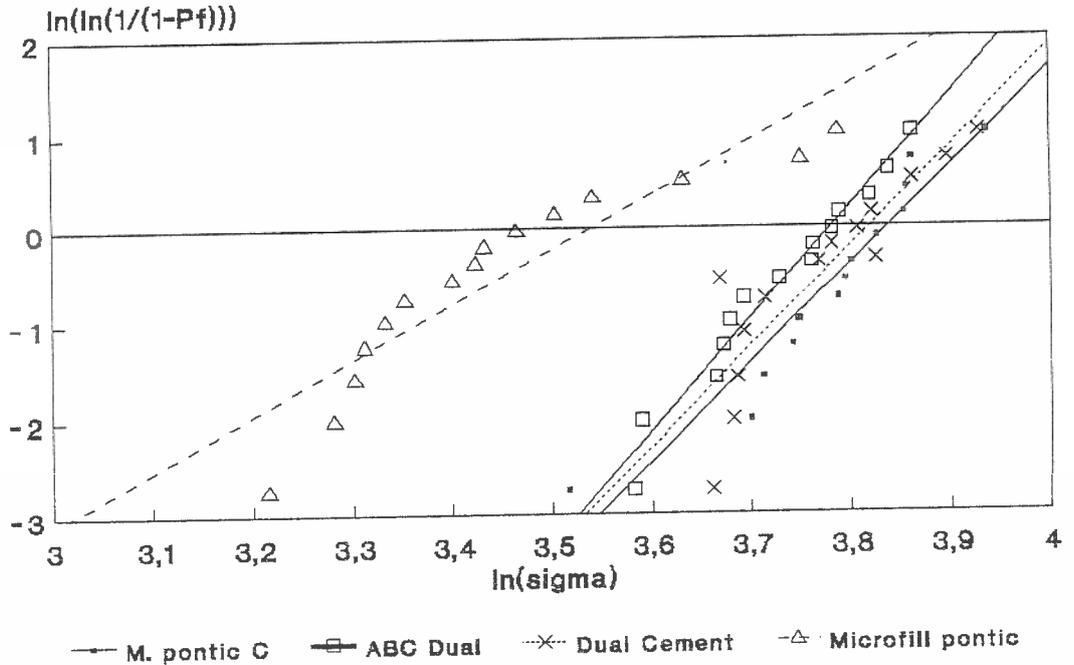
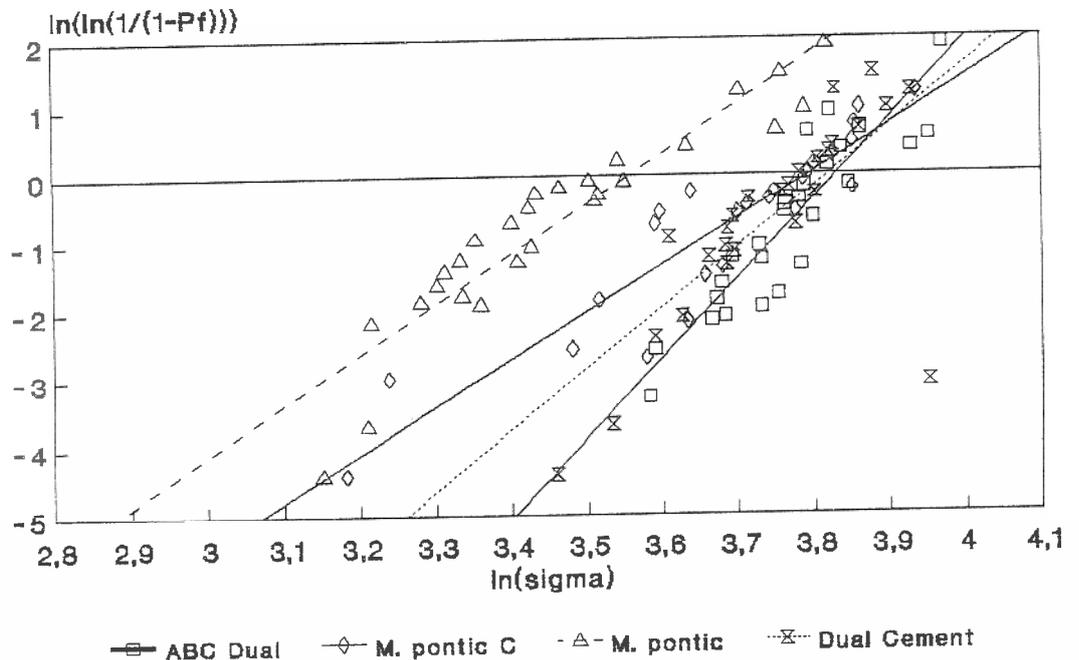
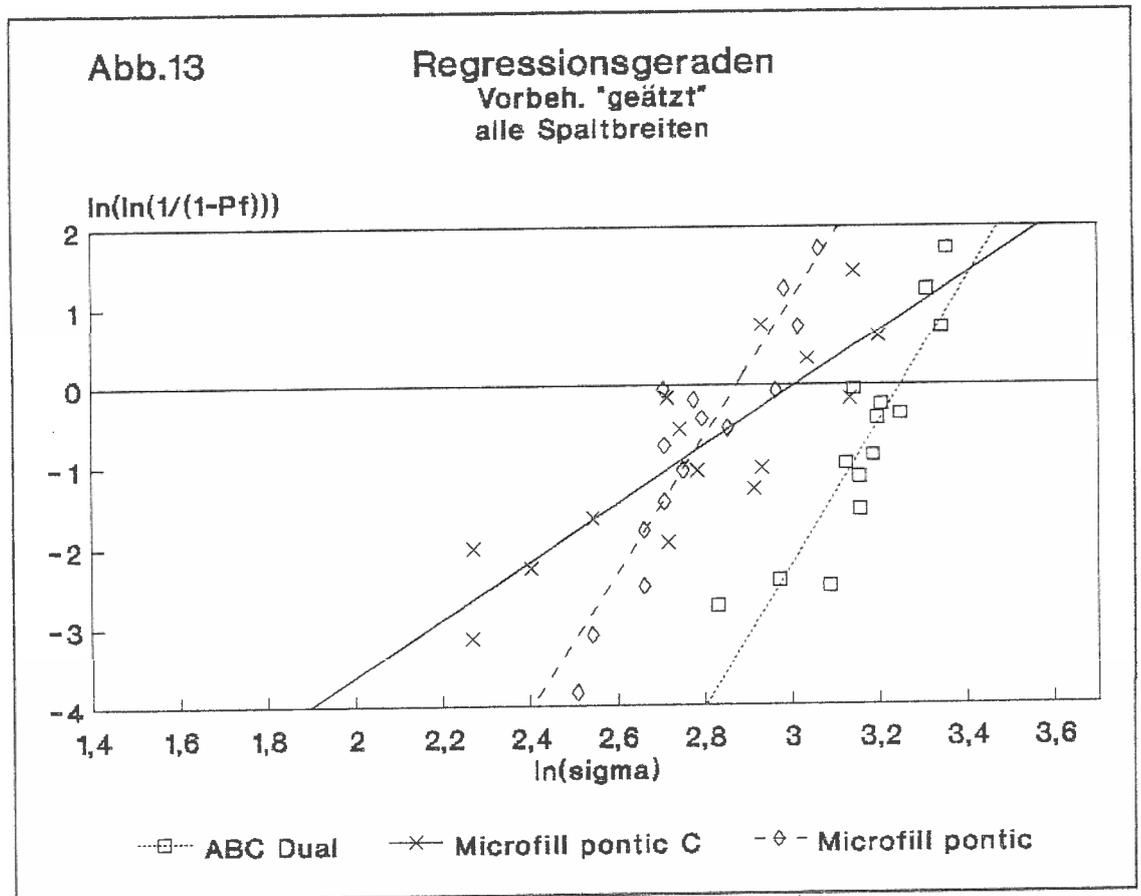


Abb.12

Regressionsgeraden  
Vorbeh. "geätzt/silan."  
alle Spaltbreiten





#### 4) Dual Cement<sup>R</sup>

Bei 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite und Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" beträgt  $m = 11,9$  (Tab. 4 und Abb. 3, 10 und 11). Für alle Spaltbreiten mit Vorbehandlung "geätzt/ silanisiert" liegt  $m$  bei 12,2 (Tab. 5 und Abb. 6 und 12). Die  $\sigma_{,01}$ -Werte sind mit 30,5 und 30,1 MPa beinahe identisch. Auch die Werte für  $\sigma_{,90}$  liegen dicht beieinander. Die Korrelationskoeffizienten betragen 0,94 und 0,95.

Es traten 16 kohäsive Brüche auf. Einige Proben mit kohäsiven Brüchen wiesen zusätzlich einen Randring mit adhäsivem Versagen der Befestigungskomposit/Keramik-Verbindung auf. Sechsmal kam es zu einem Mischbruch, fünfmal zu Stempelabrissen (Tab. 9).

Es wurden keine Versuche für die Vorbehandlung "geätzt" durchgeführt, weil in der Gebrauchsinformation geraten wird, für Keramikinlays die Vorbehand-

lung "geätzt/silanisiert" zu wählen.

#### 5) Microfill pontic C<sup>R</sup>

Der Weibull-Modul für die Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" bei 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite beträgt 10,3. Auf dem 1 %-Niveau kommt es bei 29,9 MPa zu Ausfällen.  $\sigma_{.90}$  hat mit 50,7 MPa den höchsten Wert unter allen getesteten Befestigungskompositen. Auch der Mittelwert  $\sigma_m$  ist der höchste verglichen mit denen der anderen Komposite (Tab. 4 und Abb. 3, 10 und 11).

Für alle Spaltbreiten mit Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" sinkt der Weibull-Modul auf 6,9, auch  $\sigma_{.01} = 22,8$  MPa und  $\sigma_{.90} = 45,5$  MPa sind niedriger (Tab. 5 und Abb. 6 und 12). Werden die Proben nur geätzt, sinkt m weiter auf 3,6.  $\sigma_{.01}$  liegt bei 5,6,  $\sigma_{.90}$  bei 25,6 MPa, also noch unter den Werten für  $\sigma_{.01}$  bei der Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" und 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite (Tab. 6 und Abb. 8 und 13). Die Korrelationskoeffizienten betragen für "geätzt/silanisiert" 0,96 und 0,92, für die geätzten Proben 0,85.

Die Mittelwerte der geätzten Proben erreichen 45 % der geätzten/silanisierten (Tab. 7). Für die Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" kam es zu 16 kohäsiven Brüchen. Neun Brüchen waren adhäsiv. Zweimal trat ein Stempelabriß auf. Bei den geätzten Proben kam es zu 14 adhäsiven und einem Mischbruch (Tab. 8 und 9).

#### 6) Microfill pontic<sup>R</sup>

Der Weibull-Modul beträgt für die geätzten/silanisierten Proben bei Spaltbreite 100  $\mu\text{m}$  5,8.  $\sigma_{.01}$  liegt bei 15,5 MPa,  $\sigma_{.90}$  bei 39,8 MPa (Tab. 4 und Abb. 3, 10 und 11). Für alle Spaltbreiten (Vorbehandlung geätzt/silanisiert) steigt m auf 7,4,  $\sigma_{.01}$  auf 18,8 MPa.  $\sigma_{.90}$  liegt mit 39,3 MPa geringfügig niedriger als bei 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite (Vorbehandlung geätzt/silanisiert) (Tab. 5 und Abb. 6 und 12).

Für die geätzten Proben hat der Weibull-Modul als einziger in der Untersu-

chung mit 8,5 einen höheren Wert als die Weibull-Moduli der geätzten/silanisierten Proben.  $\sigma_{.50}$  liegt bereits höher als  $\sigma_{.01}$  bei der Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" bei 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite.  $\sigma_{.90}$  liegt etwa im Bereich des  $\sigma_{.01}$  für alle Spaltbreiten (Vorbehandlung geätzt/silanisiert)(Tab. 6 und Abb. 8 und 13). Die Korrelationskoeffizienten betragen für die geätzten/silanisierten Proben 0,93 und 0,92 , für die geätzten 0,92.

Die geätzten Proben erreichen im Mittel 50 % der Werte für die Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" (Tab. 7). Für die Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" kam es zu elf kohäsiven, drei adhäsiven und zwölf Mischbrüchen. Weiterhin gab es einen Stempelabriß. Für die Vorbehandlung "geätzt" wurden 14 adhäsive und ein Mischbruch gezählt (Tab. 8 und 9).

#### 7) Brilliant Duo Cement<sup>R</sup>

Bei den 15 Proben mit der Spaltbreite 100  $\mu\text{m}$  und der Vorbehandlung "geätzt/ silanisiert" ergab sich ein Weibull-Modul von 11,2 (Tab. 4 und Abb. 3, 4 und 5). Für alle Spaltbreiten mit Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" beträgt m 12,1 (Tab. 5 und Abb. 6 und 7).  $\sigma_{.01}$  ist hier 29,0 MPa im Vergleich zu 27,9 MPa bei den 100  $\mu\text{m}$ -Proben (Vorbehandlung geätzt/silanisiert). Für  $\sigma_{.90}$  unterscheiden sich die Werte mit 45,5 und 45,4 MPa kaum. Bei der Vorbehandlung "geätzt" (alle Spaltbreiten) sinkt der Weibull-Modul auf 8,0.  $\sigma_{.50}$  übertrifft den Wert von  $\sigma_{.01}$  für die Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" bei 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite.  $\sigma_{.90}$  liegt aber noch unter dem Wert für  $\sigma_{.01}$  für alle Spaltbreiten (Vorbehandlung geätzt/silanisiert)(Tab. 6 und Abb. 8 und 9). Die Korrelationskoeffizienten betragen für die Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" 0,97 und 0,90, für "geätzt" 0,86. Die geätzten Proben erreichten im Mittel 70 % der geätzten/silanisierten Proben (Tab. 7).

Bei den geätzten/silanisierten Proben gab es neun kohäsive, drei adhäsive und zehn Mischbrüche. Fünfmal kam es zu einem Stempelabriß. Bei der Vorbehandlung "geätzt" zählte man einen kohäsiven, zwölf adhäsive und zwei Mischbrüche (Tab. 8 und 9).

In keinem Fall hat das  $\sigma_{.90}$  für die geätzten Proben (alle Spaltbreiten) das  $\sigma_{.01}$  für die geätzten/silanisierten Proben (alle Spaltbreiten) erreicht. Auch die Weibull-Moduli sinken, wenn als Vorbehandlung nur geätzt wurde. Eine Ausnahme bildet nur Nimetic Grip<sup>R</sup>. Hier bleibt der Weibull-Modul gleich. Am drastischsten sinkt  $m$  bei Tulux Cem<sup>R</sup> von 11,2 auf 2,8. Silanisieren erhöht die Verlässlichkeit des Befestigungskomposits und verschiebt die Bruchwahrscheinlichkeit zu wesentlich höheren MPa-Werten (Tab. 5 und 6).

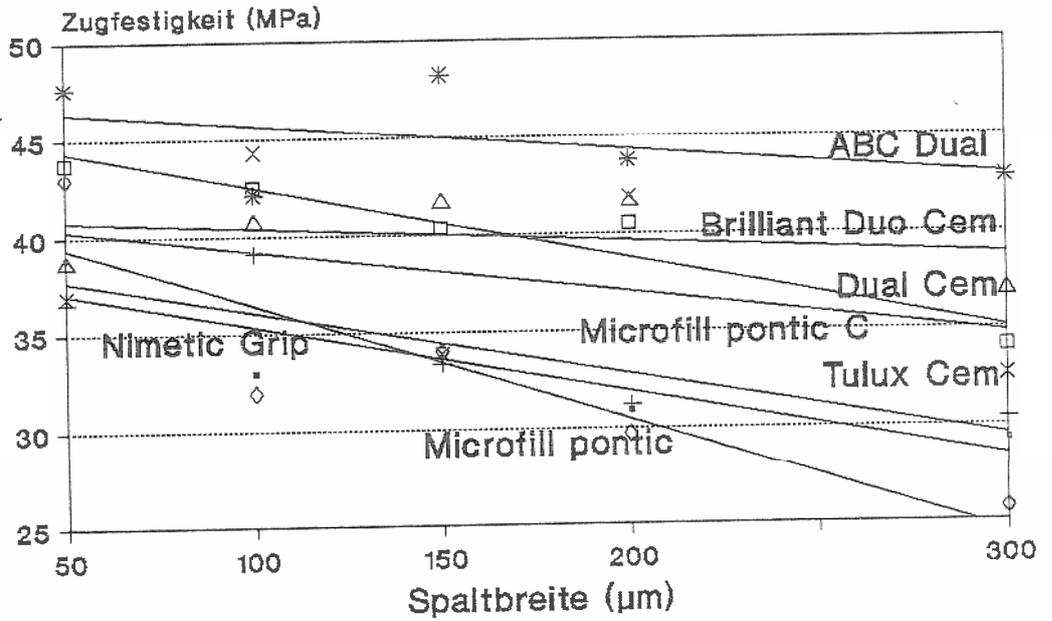
Bei  $\sigma_{.01}$  schneidet ABC Dual<sup>R</sup> am besten ab (100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite, Vorbehandlung geätzt/silanisiert). 1 % der Proben sind erst bei 31,2 MPa zerstört, 90 % erst bei 49,6 MPa. Für  $\sigma_{.90}$  wird ABC Dual<sup>R</sup> von Microfill pontic C<sup>R</sup> mit 50,2 MPa übertroffen. Hier sind aber 1 % der Proben bereits bei 22,8 MPa zerstört. Die Werte für Dual Cement<sup>R</sup> liegen sehr dicht an denen für ABC Dual<sup>R</sup>. Die Zusammensetzung der beiden Kleber ist nahezu identisch. Brilliant Duo Cement<sup>R</sup> erreicht den drittbesten Wert für  $\sigma_{.01}$  (100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite, Vorbehandlung geätzt/silanisiert). Er beträgt 29,0 MPa.  $m$  ist 12,2. Tulux Cem<sup>R</sup> erreicht für  $\sigma_{.01}$  einen ähnlichen Wert wie Microfill pontic C<sup>R</sup>.  $\sigma_{.90}$  liegt niedriger,  $m$  jedoch deutlich höher. Microfill pontic<sup>R</sup> und Nimetic Grip<sup>R</sup> sind mit ihren Werten für alle Parameter deutlich schlechter als die anderen fünf Kleber (Tab. 4).

Für die geätzten Proben traten überwiegend adhäsive Brüche an der Grenzfläche Kunststoff-Keramik auf (Tab.8). Die Zugwerte der geätzten Proben liegen deutlich unter denen der geätzten/silanisierten Proben (Tab. 4, 5 und 6). Bei der Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" verlaufen die Brüche überwiegend kohäsiv innerhalb des Komposits (Tab. 9). Bei allen Befestigungskompositen und Vorbehandlungen mit Ausnahme von Nimetic Grip<sup>R</sup> (geätzt) nimmt die Zugfestigkeit mit zunehmender Spaltbreite und Volumen ab (Tab. 10 und 11 und Abb. 14 und 15).

Der Median der Weibull-Analyse  $\sigma_{.50}$  weicht für alle Befestigungskomposite nur wenig vom Mittelwert  $\sigma_m$  ab (Tab. 4).

Abb.14

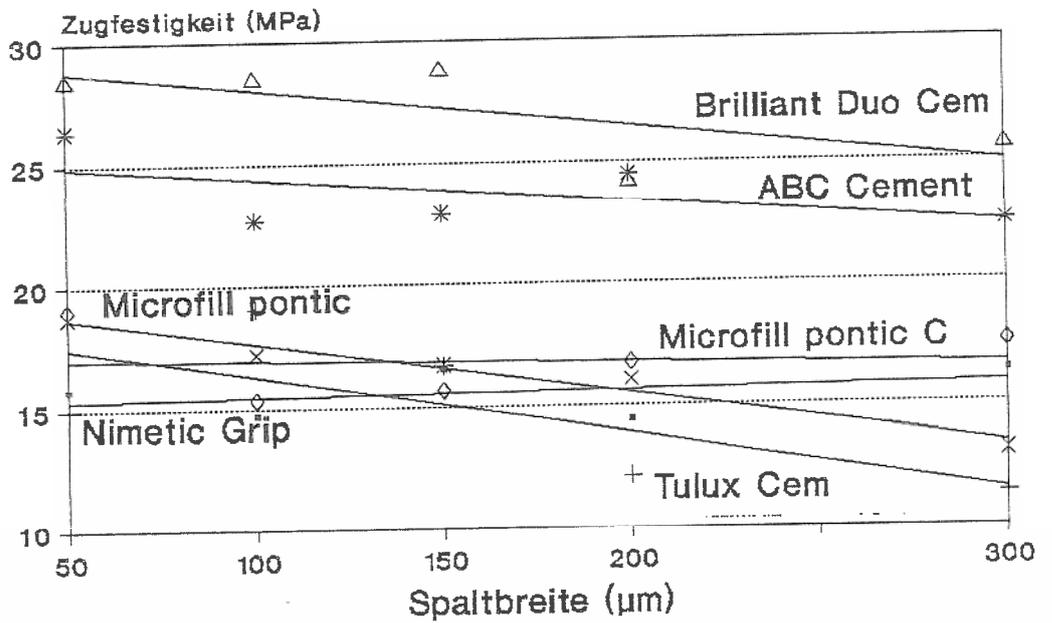
Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Spaltbreite



Vorbeh. "geätzt/silanisiert"

Abb.15

Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Spaltbreite



Vorbeh. "geätzt"

### 3.6 Medianbetrachtung

Als Alternative zur Weibull-Analyse wurde eine Auswertung vorgenommen, wie sie gewöhnlich zur Einschätzung von nicht normalverteilten Ergebnissen gewählt wird. 105 Fälle mit den Merkmalen 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite und Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" wurden dem Kruskal-Wallis-Test unterworfen (Sachs 1974a). Er überprüft die Alternativhypothese, ob die Stichproben der sieben Kleber nicht der gleichen Grundgesamtheit entstammen. Man prüft dann weiter mit verteilungsunabhängigen multiplen Vergleichen nach Nemenyi. Dabei handelt es sich um ein Schnellverfahren eines Rangtests für nicht normalverteilte Daten (Sachs 1974b).

Für die Lage der maximalen Bruchspannung ergab sich die Reihenfolge 1. Microfill pontic C<sup>R</sup>, 2. Dual Cement<sup>R</sup>, 3. ABC Dual<sup>R</sup>, 4. Brilliant Duo Cement<sup>R</sup>, 5. Tulux Cem<sup>R</sup>, 6. Nimetic Grip<sup>R</sup>, 7. Microfill pontic<sup>R</sup> (Tab. 12). Die Reihenfolge entspricht der, die sich für den Median der Weibull-Analyse ergibt.

Die beiden Gruppen Microfill pontic C<sup>R</sup>, ABC Dual<sup>R</sup>, Dual Cement<sup>R</sup> und Brilliant Duo Cement<sup>R</sup> und Microfill pontic<sup>R</sup>, Nimetic Grip<sup>R</sup> und Tulux Cem<sup>R</sup> unterscheiden bezüglich der Lage der maximalen Bruchspannung signifikant (Tab. 13).

### 3.7 Tests auf steigende Ausfallrate

Nach Barlow und Proschan wurde die Berechnung der Überschreitungswahrscheinlichkeiten für den Test konstante ( $H_0$ ) gegen steigende ( $H_1$ ) Fehlerrate durchgeführt (Barlow und Proschan 1965). Die konstante Fehlerrate weist auf eine Exponentialverteilung hin.  $m$  ist 1. Das Versagen ist durch Zufallsausfälle bedingt. In diesem Fall könnte zur Auswertung auf Mittelwert- oder Medianmethoden zurückgegriffen werden.

Bei steigender Fehlerrate ist  $m$  größer als 1. Für das Versagen sind Verschleißausfälle verantwortlich. Dies weist auf eine Weibull-Verteilung hin. Der Test

wurde für jeden Kleber zweimal durchgeführt: einmal mit 15 Werten, einmal mit 14 Werten, wobei der niedrigste Wert als Ausreißer ausgeschlossen wurde (Sachs 1974c). Bei Berücksichtigung aller 15 Werte ergibt sich praktisch immer Signifikanz auf dem 5 %-Niveau (Tulux Cem<sup>R</sup>, Dual Cement<sup>R</sup>, Microfill pontic<sup>R</sup>, Brilliant Duo Cement<sup>R</sup>) und mehrmals auf dem 1 %-Niveau (ABC Dual<sup>R</sup>, Microfill pontic C<sup>R</sup>, Nimetic Grip<sup>R</sup>). Bei Berücksichtigung von nur 14 Werten tritt Signifikanz dreimal auf dem 20 %-Niveau (Tulux Cem<sup>R</sup>, Dual Cement<sup>R</sup>, Microfill pontic<sup>R</sup>), einmal auf dem 10 %-Niveau (Brilliant Duo Cement<sup>R</sup>), zweimal auf dem 5 %-Niveau (Nimetic Grip<sup>R</sup>, ABC Dual<sup>R</sup>) und einmal auf dem 0,5 %-Niveau (Microfill pontic C<sup>R</sup>) auf (Tab. 14).

Global gesehen läßt sich aufgrund der einheitlichen Tendenz die Hypothese "konstante Fehlerrate" zugunsten der Alternative "ansteigende Fehlerrate" ablehnen. Wegen der niedrigen Fallzahlen, die einen großen Fehler zweiter Art (fälschlicherweise wird Nullhypothese beibehalten, obwohl die Alternative zutrifft) bewirken, waren extreme p-Werte nicht zu erwarten.

### 3.8 "Goodness of Fit"-Tests

Um nachzuprüfen, ob die erhaltenen Meßwerte der Weibull-Verteilung folgen, können zwei Tests durchgeführt werden. Mit Hilfe des stabilisierten "Probability plots" wird der Korrelationskoeffizient für jeden Kleber berechnet. In einer Tabelle kann dann die Wahrscheinlichkeit, daß die Weibull-Verteilung zutrifft, abgelesen werden (Michael 1983 und Coles 1989) (Tab. 15 und 16). Für "Goodness of Fit"-Tests werden große p-Werte benötigt. Bedauerlicherweise enthält der zitierte Artikel keine kritischen Werte für größere p. Die von McCabe und Carrick (1986) angegebenen Korrelationskoeffizienten sichern keineswegs die Verteilungsannahme.

Eine andere Möglichkeit zum Überprüfen des "Goodness of Fit" ist eine Version des  $\chi^2$ -Anpassungstests ähnlich dem Fisher-Test (Sachs 1974d). Hier

werden aus den berechneten Weibull-Parametern die erwarteten Zellhäufigkeiten geschätzt. Sie sind 3, 4, 4, 4. Diese werden dann mit den im Test erhaltenen Zellhäufigkeiten verglichen (Tab. 17).

Dieses Verfahren hat jedoch den schwerwiegenden Nachteil, daß nicht wie beim asymptotischen  $\chi^2$ -Test eine Reduzierung der Freiheitsgrade aufgrund der Zahl der geschätzten Parameter erfolgen kann. In der Maximum-Likelihood-Schätzung der Weibull-Parameter wird die sogenannte "Guarantee time" (Lageparameter), der Wert, ab dem ein Ergebnis eintreten kann, als 0 angenommen. Dies führt zu einem scheinbar schlechterem "Goodness of Fit". Die beim  $\chi^2$ -Test nötige Verringerung der Freiheitsgrade konnte beim exakten Verfahren aufgrund der zu niedrigen Fallzahlen nicht angewendet werden. Dies führt zu einem scheinbar besserem "Goodness of Fit".

Bemerkenswert ist, daß bei drei Klebern (ABC Dual<sup>R</sup>, Dual Cement<sup>R</sup>, Microfill pontic C<sup>R</sup>) ein sehr gutes "Fit" erreicht wurde, bei den übrigen jedoch ein sehr schlechtes. Aufgrund der unvollständigen Maximum-Likelihood-Schätzung, der niedrigen Fallzahlen und der fehlenden Korrektur bezüglich der Anzahl der geschätzten Parameter ist die Modellannahme weder mit Sicherheit abzulehnen noch zu akzeptieren.

### 3.9 Auswertung der REM-Untersuchung

Die REM-Bilder zeigen deutliche Unterschiede zwischen dem Einkomponentensystem Tulux-Cem<sup>R</sup> und den sechs Zweikomponentensystemen. Die Bruchflächen von Tulux-Cem<sup>R</sup> sind in allen Bereichen völlig blasenfrei (Abb. 14). Dagegen sind in allen Bruchflächen der Zweikomponentensystemen Luftblasen enthalten (Abb. 17).

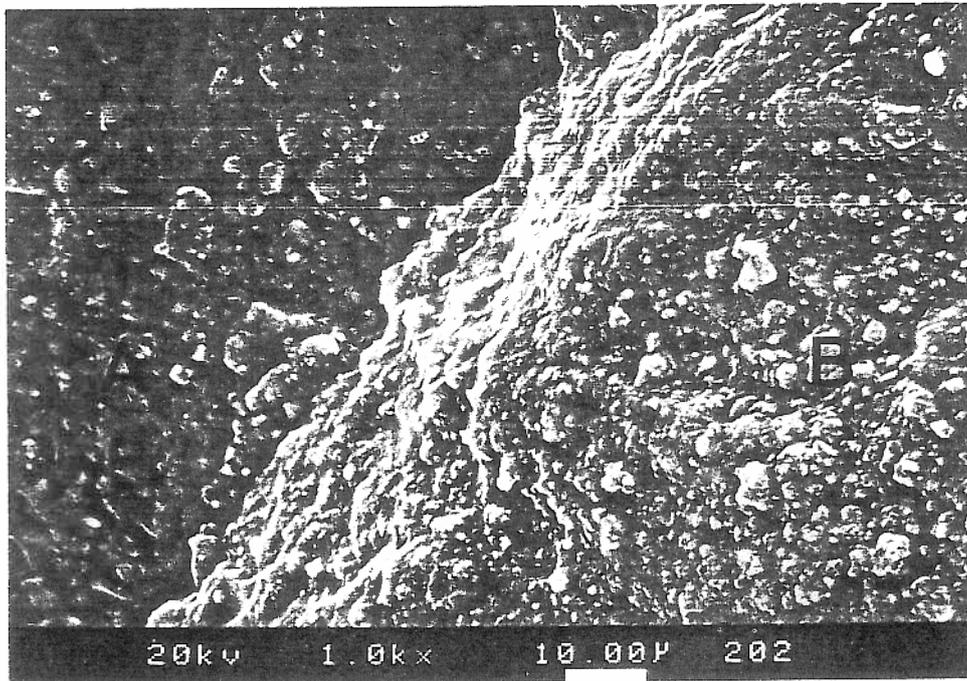


Abb. 16 Tulux-Cem<sup>R</sup> (A: makroskopisch als adhäsiv beurteilte Bruchfläche des Randringes, B: kohäsive Bruchfläche)

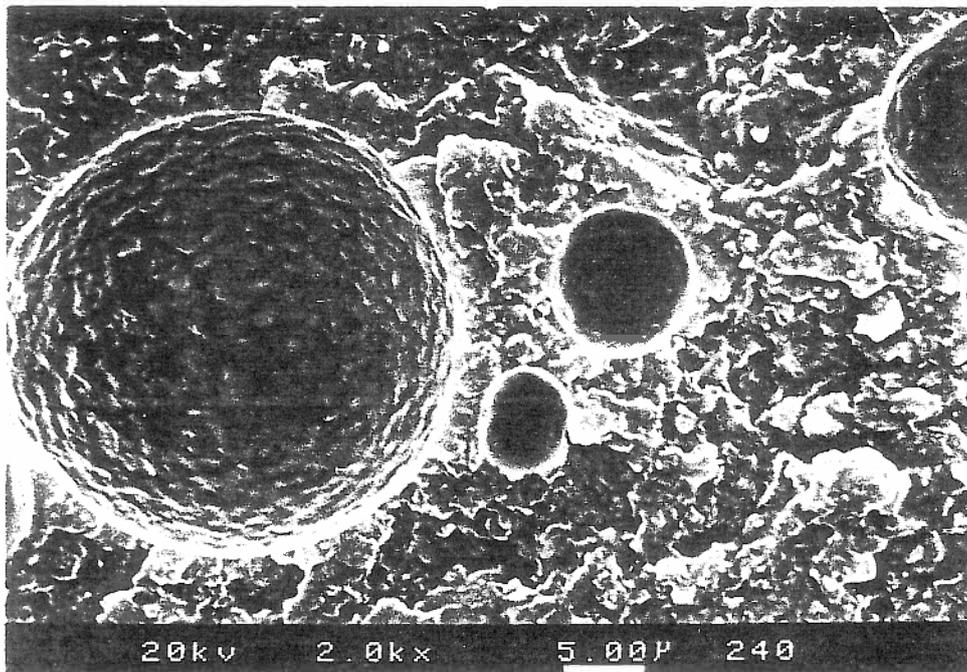


Abb. 17 Brilliant Duo Cement<sup>R</sup> (Luftblasen innerhalb der kohäsiven Bruchfläche)

Weiter reichende Informationen, die über die Bruchoberfläche auf die Bruchfestigkeit schließen lassen, konnten ebenso wie bei Mojon et al. (1989) nicht gewonnen werden.

## 4 Diskussion

### 4.1 Problematik des Silanisierens

Der Verbund zwischen Befestigungskomposit und Keramik wird durch Ätzung der Inlayfläche mit Flußsäure oder Ammoniumbifluorid erzielt, wobei durch selektives Herauslösen der Glasanteile eine aufgerauhte und dadurch retentive Keramikfläche entsteht. Zur Verstärkung des kritischen Verbundes zwischen Befestigungskomposit und Keramik sollte die geätzte Keramikfläche zusätzlich silanisiert werden. Silane sind organische Siliziumverbindungen, die sich einerseits über Sauerstoffbrücken mit dem Silizium der Keramik, andererseits über organofunktionelle Gruppen mit dem Monomer des Befestigungskomposites verbinden (Klaiber und Haller 1989). Hinter dieser vereinfachten Darstellung verbirgt sich eine Reihe komplexer chemischer Prozesse, die die Bildung der reaktionsfähigen Silankomponente durch Hydrolyse der verwendeten Alkoxysilane im sauren Milieu und deren partielle Kondensation betreffen. Dadurch liegt das Silan nicht molekular, sondern als eine dünne Schicht auf der Oberfläche vor (Tiller et al. 1989). Bei dem verwendeten Zweikomponentensilan bildete sich nach dem Trockenblasen ein glänzender Ring im Randbereich der Klebefläche, der, wie sich nach Prüfung durch Ausblasen der einzelnen Komponenten ergab, von der Silankomponente und nicht vom leicht flüchtigen Lösungsmittel herrührte.

Das Schleifen und Ätzen erzeugt einen Schichtbereich mit Mikrorissen und Mikrokavitäten. Diese Kapillaren "saugen" das Haftsilan auf und ermöglichen die Reaktion mit der Oberfläche der Keramikbruchstücke sowie partielle Verkieselung kleiner Risse durch Reaktionen des Haftsilanproduktes untereinander. Sind die Kapillaren jedoch vor der Silanisierung mit Feuchtigkeit gefüllt, so wird dem Haftsilan der Zutritt und damit die Verkieselung der Trümmerschicht erschwert. Behandelt man die trocken beschliffene Keramikoberfläche vor der Silanisierung mit Alkohol, Chloroform oder anderen Reinigungsmitteln, so werden die Poren und Mikrorisse der Trümmerschicht gefüllt. Der Trok-

knungsvorgang verläuft nur langsam, und die hohe Oberflächenreaktivität der mechanisch bearbeiteten Keramikoberfläche wird vermindert (Tiller et al. 1989). Nach dem Reinigen der Keramik mit Alkohol muß vor dem Durchführen der Versuche eine entsprechende Zeit gewartet werden.

#### **4.2 Sprödes Verhalten der Befestigungskomposite**

Alle Faktoren, die die Haftfestigkeit beeinflussen können, wurden konstant gehalten. Daraus kann geschlossen werden, daß das Streuen der Haftfestigkeitswerte auf die spröde Struktur der Materialien zurückzuführen ist. Spröden Materialien ist gemein, daß die Bruchoberfläche keinen Hinweis auf die Bruchfestigkeit gibt (Mojon et al. 1989). Von den geätzten und silanisierten Proben mit 100  $\mu\text{m}$  Klebeschichtdicke wurden je zwei - eine mit hohem und eine mit niedrigem Haftfestigkeitswert - im REM untersucht. Auch hier konnte keine Abhängigkeit festgestellt werden. Die Proben brachen ohne plastische Verformung, wie für spröde Materialien typisch.

Für die Auswertung von Zugversuchen an spröden Materialien ist die Berechnung des Mittelwertes nicht genügend. Ein besonderes Augenmerk muß darauf gelegt werden, wann es zu den ersten Ausfällen kommt, um Sicherheitsgrenzen festlegen zu können.

Spröde Materialien wie die getesteten Kunststoffe enthalten Risse. Die Riverteilung im Material ist ungleichmig. Auf die Riverteilung kann z.B. die Silanisierungsmethode bei der Kompositherstellung Einflu haben. Bei der "nassen" Methode wird das Fllmaterial in eine silanhaltige Lsung getaucht. Man erreicht zuerst die vollstndige Ummantelung mit Silan. Die feuchten Fllpartikel mssen getrocknet werden. Dabei kann es zu Klmpchenbildung kommen. Die Klmpchen mssen wieder aufgebrochen werden, bevor man die Fllpartikel mit dem Monomer vermengt. Dabei kann der Silanberzug teilweise verletzt werden. Dies fhrt zu einer Schwchung des Materials (Sderholm 1988). Zwei gleiche Stcke eines Stoffes knnen sich deshalb in

ihrer Zugfestigkeit stark unterscheiden. Während in einem Stück nur kleinere Risse enthalten sind, findet sich in einem gleich großen anderen Stück vielleicht ein großer Riß, wodurch dieses Stück schwächer ist. Eine einheitliche Zugfestigkeit für ein Material gibt es nicht. Sie ist statistisch verteilt. Dagegen gibt es eine Wahrscheinlichkeit, daß eine Probe eine bestimmte Mindestzugfestigkeit hat.

Die Risse im Material haben zur Folge, daß große Proben eher brechen als kleinere. Bei ihnen ist die Wahrscheinlichkeit, daß sie einen größeren Riß enthalten, höher. Die Zugfestigkeit ist deshalb volumenabhängig (Ashby und Jones 1986). Wegen der Volumenabhängigkeit ist deshalb klinisch eine Minimierung der Klebefugendicke zu fordern. Bei der Durchführung von Zugversuchen muß das Volumen des Testkörpers standardisiert werden, um vergleichbare Ergebnisse zu erhalten. Dies ist nicht nur für die Weibull-Methode, sondern auch allgemein notwendig, weil eine direkte Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Klebefugendicke nachgewiesen werden kann.

In den Werkstoffwissenschaften werden zur Feststellung der Zugfestigkeit eines Materiales Bruchversuche durchgeführt, die vielfach wiederholt werden. Die Ergebnisse streuen stark, besonders, wenn es sich um spröde Materialien handelt. Die Auswertung wird meist durch Berechnung des Mittelwertes und der Standardabweichung vorgenommen. Mittelwertangaben setzen die Normalverteilung der Ergebnisse voraus.

Statistische Vergleiche (z.B. t-Test, Varianzanalyse), die auf Mittelwerten beruhen und eine Normalverteilung voraussetzen, dürfen hier nicht angewendet werden. Bei der Normalverteilung geht man davon aus, daß der Mittelwert den Wert darstellt, den man erhielte, wenn man alle Fehlerquellen im Versuch ausschließen könnte. Abweichungen vom idealen Wert sind hier nach oben und unten möglich. Daher kann diese Methode auf spröde Materialien nicht angewendet werden. Hier muß der eigentliche Wert der Festigkeit in einer rißfreien Probe gesucht werden. Abweichungen sind nur nach unten möglich.

Sie hängen von Variationen des Oberflächenzustandes und Ungenauigkeiten bei der Versuchsdurchführung ab. Geringe Werte können durch Fehler bei der Versuchsdurchführung (z.B. Kontaminierung der Silanschicht, ungenügende Trocknung und Säuberung der Silanschicht, fehlerhafte Befestigung der Prüfkörper in der Zugprüfmaschine, so daß es zu Torsion kommt) erklärt werden, hohe Werte als Annäherung an den perfekten, rißfreien Zustand. Aber auch das Exponentialmodell für Überlebenszeiten beruht letztlich auf Mittelwertbildungen. Seine Anwendung auf Bruchstärken ist problematisch, weil sie aufgrund konstanter Ausfallraten dem Prinzip der "Kettenglieder" widerspricht.

Ein hoher Wert des Weibull-Moduls bedeutet, daß die Bruchwerte dicht zusammenliegen und die Verlässlichkeit des Materials hoch ist. Ein kleiner Wert weist auf eine große Streuung hin. Durch die Verwendung einfacher geometrischer Testkörper können die erhaltenen Werte beträchtlich von denen abweichen, die man beim Verwenden des Materials in der Praxis erhielte. Unter Umständen kann es besser sein, ein Material mit höherem Weibull-Modul zu wählen als eines mit niedrigerem Weibull-Modul und höherem Mittelwert, weil es die größere Verlässlichkeit hat. Die statistische Auswertung erklärt praktische Beobachtungen bei zahnmedizinischen Materialien. Viele haben gute Eigenschaften, versagen aber manchmal ohne erkennbaren Grund. Die Weibull-Analyse gibt die Möglichkeit, die Verlässlichkeit vorherzusagen. Anstatt des Mittelwertes soll man besser die Schätzwerte bei einem und 90 % Bruchwahrscheinlichkeit angeben (McCabe und Carrick 1986).

#### **4.3 Präzision des Versuchsaufbaus**

Die Versuchsaufbauten verwendeten Versuchsaufbauten, im Besonderen die Schleifmaschine, garantieren ein hohes Maß an Präzision, was die Spaltbreiten anbelangt. Mit Handbearbeitung, z.B. Soflex<sup>R</sup>-Scheiben am Winkelstück, können diese planparallelen Flächen nicht erreicht werden.

#### 4.4 Kritik der Weibull-Analyse

An der Weibull-Analyse, so wie sie hier verwendet wird, muß kritisiert werden, daß über die gemessenen Bruchwerte hinaus extrapoliert wird, um z.B. die Werte für  $\sigma_{.01}$  zu erhalten. Man kann diskutieren, ob diese Vorgehensweise korrekt ist. Im Ingenieurwesen wird sie aber gemeinhin angewendet, um Sicherheitsgrenzen vorherzusagen (McCabe und Walls 1986). Das Extrapolieren ist gerechtfertigt, wenn die experimentellen Daten der Weibull-Verteilung sehr eng folgen. Dies wird durch einen hohen Korrelationskoeffizienten angezeigt. Um eine verlässliche Aussage der "Goodness of Fit"-Tests zu erreichen, müssen die Fallzahlen erhöht werden.

Die Berechnung der Weibull-Parameter mittels einer linearen Regressionskurve ist problematisch, weil zum Erreichen eines linearen Zusammenhanges zunächst eine Skalentransformation durchgeführt wird. In jedem Fall ist sie aber dazu geeignet, eine schnelle Parameterschätzung durchzuführen.

#### 4.5 Betrachtung der einzelnen Befestigungskomposite

Das ungünstige Abschneiden von Nimetic Grip<sup>R</sup> kann mit einer zu kurzen Polymerisationszeit erklärt werden. Der Hersteller veranschlagt für chemisch härtende Kunststoffe etwa 3 Stunden Polymerisationszeit, weil die Versuche bei Zimmer- und nicht bei Mundtemperatur abliefen. Die Zugversuche wurden aber schon nach 30 min durchgeführt. Dies könnte eine noch nicht vollständige Aushärtung des Bonds zur Folge haben. Für Nimetic Grip<sup>R</sup> zeigen Langzeitversuche, daß nach 30 min ein Großteil der Polymerisation abgelaufen ist (Meister 1992). Damit wären die adhäsiven Brüche erklärt, die offenbar durch die Bondschicht liefen. Darüber hinaus wurde Nimetic Grip<sup>R</sup> ebenso wie Microfill pontic<sup>R</sup> nicht speziell als Befestigungskomposite für Keramik konzipiert.

Tulux Cem<sup>R</sup> ist ein niedrig visköses, rein lichthärtendes mikrogefülltes Komposit. Die Kunststoffmatrix besteht aus modifiziertem Bis-GMA (Bisphenol-A-

glycidylmethacrylat) ohne Hydroxylgruppen (Hydrophobie). Das Material hat zwei Initiatorsysteme. Die definitive Aushärtung wird durch Kampherchinon bewirkt. Tulux Cem<sup>R</sup> ist praktisch porenfrei. Dies ist einerseits auf die Mikrofüllerkonstruktion zurückzuführen. Andererseits wird Tulux Cem<sup>R</sup> dank reiner Lichthärtung nicht angemischt, was Einspateln von Luftblasen weitgehend verhindert (Krejci und Lutz 1989).

Einige Brüche wiesen bei der Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" einen dünnen Ring auf. Hier kam es zur Trennung Befestigungskomposit/Keramik. Deshalb wurden diese Brüche als Mischbrüche gewertet, obwohl sie überwiegend kohäsiv waren. Ein Randring wurde auch von Pröbster (1990) beobachtet. Er führt diesen adhäsiven Bruch in der Randzone auf eine vom Restaurationsrand fortschreitende Degradation der Klebung zurück. Die Randzone könnte aber auch durch Sauerstoffschädigung entstehen. Die Polymerisation wird an der frei erhärtenden Oberfläche durch Luftsauerstoff gestört. Diese Schädigung kann 50 - 100  $\mu\text{m}$  tief reichen (Eichner 1985).

Microfill pontic C<sup>R</sup> enthält 76,8% Bariumaluminiumborsilikatglas und hat damit den höchsten Füllstoffgehalt. Ba-Al-B-Gläser führen zu hohen Zugfestigkeiten (Janda 1990). Sie werden durch Ausmahlen gewonnen. Es werden Korngrößen um ein  $\mu\text{m}$  erreicht (Klaiber und Haller 1989). Bei Microfill pontic C<sup>R</sup> beträgt die mittlere Korngröße jedoch 5  $\mu\text{m}$ . Mahlen erzeugt eckige Füllkörper, die mehr innere Spannungen verursachen als pyrogenes SiO<sub>2</sub>. SiO<sub>2</sub>-Partikel sind extrem fein, rein und frei von Oberflächendefekten (Söderholm 1988). Die Zugfestigkeit sinkt bei hohem Füllergehalt, wenn die Füller in direkten Kontakt kommen (Söderholm 1985). Dies könnte das geringe  $m$  für Microfill pontic C<sup>R</sup> erklären. Die Polymerisationsschrumpfung der Matrix verursacht Spannungen um die Füller. Diese Spannungen sind beträchtlich und nehmen mit erhöhtem Fülleranteil zu. Sie können die Rißbildung in der Matrix, Füllerablösung und "Crazing" (Weißbruch) unterstützen, besonders wenn sie mit spannungserzeugenden Faktoren wie scharfen Füllerecken kombiniert sind (Söderholm 1984). Ba-Al-B-Gläser sind röntgenopak.

Der hohe Füllstoffgehalt erklärt auch die hohe Viskosität (Roulet 1987). Als Haftvermittler wurde Estiseal<sup>R</sup> verwendet. Ein Bond verhindert Luftblasen zwischen Komposit und Klebefläche. Außerdem können so die Füllkörper nicht in das Ätzmuster eindringen und die Benetzung mit Monomer behindern (Assmussen 1985). Die hohe Viskosität ist für eine gute Benetzung der silanisierteren Kleboberfläche ungünstig. Die Versiegelung der Keramikoberfläche mit einem Polymerbonding hat sich in zweifacher Hinsicht als zweckmäßig erwiesen. Das Bond penetriert die mikrorissige Keramikoberfläche und bewirkt gleichzeitig durch seine Elastizität einen auftretenden Spannungsausgleich zwischen Keramik und Kunststoff (Tiller et al. 1989).

Auch bei Brilliant Duo Cement<sup>R</sup> kam es zu Brüchen mit Randring. Brilliant Duo Cement<sup>R</sup> erreichte mit der Vorbehandlung "geätzt" noch 70 % der Werte für "geätzt/silanisiert". Der Grund dafür ist in der Hybridkonstruktion zu suchen. Sie kann zu einer verringerten Anlagerungsfläche zur Keramik führen, die die Wirkung der Silanisierung einschränkt. Nach Geurtsen et al. (1990) zeigt die jeweils beste Haftung das Mikrofüllerkomposit ohne Haftvermittler. Das dürfte darauf zurückzuführen sein, daß dieses Material relativ wenig Füllerpartikel enthält, und somit ein hoher Anteil an freien Monomeren zur Ausbildung von Kunststoffzotten im retentiven Ätzmuster zur Verfügung steht. Demgegenüber weist das Hybridkomposit einen sehr hohen Fülleranteil auf. Die freien Monomere dieses Komposits reichen nicht aus, um eine ebenso gute Verzahnung wie bei Mikrofüllern zu gewährleisten; zur Verankerung ist deshalb eine intermediäre Schicht aus einem Haftvermittler erforderlich. Dieser in den Abrißversuchen im Sinne von Schertests ermittelte Zusammenhang wird durch rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen bestätigt. Während das Mikrofüllerkomposit sowohl ohne als auch mit Haftvermittler ein gut ausgeprägtes Zottenmuster aufweist, zeigt das Hybridkomposit ohne "Bonding agent" große Hohlräume als Ausdruck von Lufteinschlüssen an der Grenze.

ABC Dual<sup>R</sup> enthält 45% silanisierendes SiO<sub>2</sub>. Der restliche Füllstoffanteil ist nicht silanisierendes TiO<sub>2</sub> (Röntgenopazität). Dual Cement<sup>R</sup> weist ähnliche Werte wie

ABC Dual<sup>R</sup> auf. Er enthält 40% silanisieretes SiO<sub>2</sub> und 22,6% Ytterbiumtrifluorid, das die Festigkeit anscheinend nicht beeinflusst. Es ist für die Röntgenopazität verantwortlich. Einige Proben wiesen zusätzlich einen Randring mit Trennung Komposit/Keramik auf. Das Gefüge von ABC Dual<sup>R</sup> und Dual Cement<sup>R</sup> wird durch den nicht silanisierten Füllstoffanteil geschwächt.

Der Füllstoffgehalt von Microfill pontic<sup>R</sup> ist mit 46,8% SiO<sub>2</sub> niedrig. Je geringer der Füllstoffgehalt, desto ausgeprägter ist die Polymerisationsschrumpfung. Dies hat auch mehr innere Spannungen zur Folge, die die Rißbildung fördern können.

Nimetic Grip<sup>R</sup> und Microfill pontic<sup>R</sup> zeigen im Vergleich zu den anderen fünf Befestigungskompositen schlechtere Ergebnisse. Letztere können von ihrer Haftfestigkeit her in der Praxis als gleich betrachtet werden. Die Unterschiede für  $\sigma_{0,1}$  sind nur gering. Es muß für alle fünf Befestigungskomposite von einer ähnlichen Anzahl von Erstaussfällen ausgegangen werden.

Microfill pontic C<sup>R</sup> wurde für CEREC<sup>R</sup>-Inlays mit damals noch breiteren Randspalten entwickelt. Durch seine zähe Konsistenz kann es bei Microfill pontic C<sup>R</sup> zu Verarbeitungsproblemen kommen, wenn die Spaltbreiten gering sind. Dies steht der Forderung von geringen Klebeschichtdicken entgegen.

Die starke Polymerisationsschrumpfung von Tulux Cem<sup>R</sup> kann zum Abriß der Klebefläche führen. Dies könnte bei dem sehr niedrigen  $m$  für die geätzten Proben eine Rolle gespielt haben.

Kleinere Volumina enthalten weniger Risse. In der Versuchsreihe wird dies durch höhere Zugfestigkeit für kleine Spaltbreiten belegt. Da spröde Materialien in Abhängigkeit von ihrem Volumen Risse enthalten, muß die Annahme, daß die Spannung durch Polymerisationsschrumpfung in dünnen Kunststoffschichten ansteigt und zu mehr Verlusten führt, kritisch betrachtet werden (Feilzer et al. 1989).

## 5 Zusammenfassung

Bei sieben Befestigungskompositen wurden in Zugversuchen die Höhe und Zuverlässigkeit der Festigkeit an Keramik überprüft. Dazu wurden planparallel geschliffene Keramikprobekörper verwendet, deren Klebeflächen geätzt bzw. geätzt und silanisiert wurden. In einer Zugprüfmaschine konnte die Klebeschichtdicke, die zwischen 50 und 300  $\mu\text{m}$  variiert wurde, präzise eingestellt werden. Für die verschiedenen Vorbehandlungen und Klebeschichtdicken wurden die Zugversuche mehrfach wiederholt.

Die Auswertung der Meßwerte erfolgte mit einer Weibull-Analyse und Medianmethoden, die miteinander verglichen wurden. Die Weibull-Analyse gibt ein Maß für die Verlässlichkeit der Befestigungskomposite und erlaubt, die Bruchwahrscheinlichkeit bei jeder beliebigen Zugspannung zu bestimmen. Dadurch wird es möglich, nachzuprüfen, ob geforderte Sicherheitsgrenzen eingehalten werden können. Allerdings sind dafür eine größere Anzahl von Zugversuchen und eine aufwendigere Auswertung notwendig, als sie bei den üblichen Medianmethoden erforderlich wären. Medianmethoden erlauben Aussagen, wie sie bei der Weibull-Analyse gemacht werden können, nicht. Außerdem werden sie durch ihre Abhängigkeit von der Normalverteilung den spröden Eigenschaften der Befestigungskomposite nicht gerecht.

Die Ergebnisse der Arbeit zeigen, daß die Zugfestigkeit von der Klebeschichtdicke abhängig ist. Um die Zugfestigkeit verschiedener Befestigungskomposite vergleichen zu können, sollte - unabhängig von der statistischen Methode - das Volumen konstant gehalten werden. Unter klinischen Bedingungen sollte die Klebeschichtdicke so gering wie möglich sein, um eine maximale Zugfestigkeit zu erreichen.

## 6 Literatur

- 1) Ashby M.F. und Jones D.R.: The Statistics of Brittle Fracture and Case Study. In: Ashby M.F. und Jones D.R., Engineering Materials 2, S. 169 - 177, Pergamon, Oxford 1986.
- 2) Assmussen E.: Clinical Relevance of Physical, Chemical, and Bonding Properties of Composite Resin. Operative Dentistry 10, 61 - 73 (1985).
- 3) Bailey L.F. und Bennet R.J.: Dicor Surface Treatment for Enhanced Bonding. J Dent Res 67, 925 - 931 (1988).
- 4) Barlow E. und Proschan F.: Test for Increasing Failure Rate. In: Barlow E. und Proschan F., Mathematical Theory of Reliability, S. 232 - 235, J. Wiley and Sons, New York 1965.
- 5) Bortz J.: Methoden der Parameterschätzung. In: Bortz J., Lehrbuch der empirischen Forschung für Sozialwissenschaftler, S. 260, Springer, Berlin 1984.
- 6) Bortz J.: Methoden der Parameterschätzung. In: Bortz J., Lehrbuch der Statistik für Sozialwissenschaftler, S. 128, Springer, Berlin 1985.
- 7) Coles S.G.: On Goodness of Fit Tests for the Two-parameter Weibull Distribution Derived from the Stabilized Probability Plot. Biometrika 76, 593 - 598 (1989).
- 8) Eichner K.: Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung. Band 2, Hüthig, Heidelberg 1985, S. 97.
- 9) Feilzer A.J., De Gee A.J. und Davidson C.L.: Increased Wall-to-Wall Curing Contraction in Thin Bonded Resin Layers. J Dent Res 68, 48 - 50 (1989).
- 10) Geurtsen W., Schmahl V. und Hilgers R.: Untersuchungen über den Verbund zweier Komposittypen mit angeätztem Schmelz, Deutsch Zahnärztl Z 45, 299 - 302 (1990).
- 11) Janda R.: Kunststoffverbundsysteme, Grundlagen, Anwendung, Verarbeitung, Prüfung. VCH, Weinheim 1990, S. 129.
- 12) Klaiber B. und Haller B.: Technologie und Fortschritt in der konservierenden Zahnheilkunde. Deutsch Zahnärztl Z 44, 563 - 568 (1989).
- 13) Krejci I. und Lutz F.: Tulux-Cement. Schweiz Mschr Zahnmed 99, 455 - 459 (1989).

- 14) Lutz F., Krejci I. und Mörmann W.: Die zahnfarbene Seitenzahnrestauration. Philip J 4, 127 (1987).
- 15) Lutz F., Lüscher B., Ochsenbein H. und Mühlemann H.R.: Adhäsion und mechanische Haftung. In: Lutz F. (Hrsg.), Adhäsive Zahnheilkunde, S. 5 - 60, Juris, Zürich 1976.
- 16) Marinello, C.P.: Materialkundliche Aspekte des Verbundes Metall/Keramik. In: Marinello C.P., Adhäsivprothetik, S. 29 - 34, Quintessenz, Berlin 1991.
- 17) Matz C. und Kollek H.: Die Adhäsion chemisch betrachtet. In: W. Brockmann (Hrsg.), Fertigungssystem Kleben '89. S. 3 - 13, Schön & Wetzels, Frankfurt/Main 1989.
- 18) McCabe J.F. und Carrick T.E.: A statistical approach to the mechanical testing of dental materials. Dental Materials 2, 139 - 142 (1986).
- 19) McCabe J.F. und Walls A.W.G.: The treatment of results for tensile bond strength testing, J Dent 14, 165 - 168 (1986).
- 20) McInnes-Ledoux P.M., Ledoux W.R. und Weinberg R.: A Bond Strength Study of Luted Castable Ceramic Restorations. J Dent Res 68 823 - 825 (1989).
- 21) Meister C.: Polymerisationsschrumpfung in dünnen Befestigungskomposit-schichten. Med Diss Erlangen 1992.
- 22) Michael J.R.: The Stabilized Probability Plot. Biometrika 70, 11 -17 (1983).
- 23) Mojon P., Hawbolt E.B., MacEntee M.I. und Belser U.C.: Maximum Bond Strength of Dental Luting Cement to Amalgam Alloy. J Dent Res 68, 1545 - 1549 (1989).
- 24) Müller G.: Ätzen und Silanisieren dentaler Keramiken. Dtsch Zahnärztl Z 43, 438 - 441 (1988).
- 25) Ondracek G.: Bruchkenngrößen. In: Ondracek G., Werkstoffkunde, S. 183, Expert, Grafenau/Württ. 1979.
- 26) Phillips R.W.: Skinner's Science of Dental Materials. Saunders, Philadelphia 1982, S. 283.
- 27) Pröbster L.: Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung von Mißerfolgen in der Adhäsivprothetik. Deutsch Zahnärztl Z 45, 332 - 336 (1990).

- 28) Roulet J.F.: Polymer Constructions Used in Restorative Dentistry. In: Roulet J.F., Degradation of Dental Polymers, S. 31, Karger, Basel 1987.
- 29) Sachs L.: Der Vergleich mehrerer unabhängiger Stichproben: H-Test und Kruskal und Wallis. In: Sachs L., Angewandte Statistik, S. 238 - 240, Springer, Berlin 1974a.
- 30) Sachs L.: Multiple Vergleiche unabhängiger Stichproben nach Nemenyi. In: Sachs L., Angewandte Statistik, S. 420 - 422, Springer, Berlin 1974b.
- 31) Sachs L.: Ausreißerproblem und Toleranzgrenzen. In: Sachs L., Angewandte Statistik, S. 219 - 223, Springer, Berlin 1974c.
- 32) Sachs L.: Die Prüfung von Verteilungen mit dem  $\chi^2$ -Anpassungstest. In: Sachs L., Angewandte Statistik, S. 251 - 256, Springer, Berlin 1974d.
- 33) Söderholm K.J.M.: Influence of Silane Treatment and Filler Fraction on Thermal Expansion of Composite Resins. J Dent Res 63, 1321 - 1326 (1984).
- 34) Söderholm K.J.M.: Filler Systems and Resin Interface. In: Vanherle G. und Smith D.C. (Hrsg), Posterior Composite Resin Dental Restorative Materials, S. 139 - 159, Peter Szulc, Utrecht 1985.
- 35) Söderholm K.J.M.: Die hydrolytische Degradation von Composites. Philip J 5, 323 - 328 (1988).
- 36) Tiller H.J., Garschke A. und Bimberg R.: Probleme und Erfahrungen zum Keramik-Kunststoff-Verbund - Das Keramikreparaturverfahren Silistor. ZWR 98, 776 - 784 (1989).
- 37) Weibull W.: A Statistical Distribution Function of Wide Applicability. Journal of Applied Mechanics 18, 293 - 297 (1951).

## 7 Anhang

### 7.1 Verwendete Materialien und Geräte

#### 1) Befestigungskomposite

Nimetic Grip <sup>R</sup>	Fa. Espe
Tulux Cem <sup>R</sup>	Fa. Espe
ABC Dual <sup>R</sup>	Fa. Vivadent
Dual Cement <sup>R</sup>	Fa. Vivadent
Microfill pontic C <sup>R</sup>	Fa. Kulzer
Microfill pontic <sup>R</sup>	Fa. Kulzer
Brilliant Duo Cement <sup>R</sup>	Fa. Coltène

#### 2) UV-Lichthärtung

Elipar <sup>R</sup>	Fa. Espe
---------------------	----------

#### 3) Keramikproben

CEREC <sup>R</sup> -Vita-Blocks <sup>R</sup>	Fa. Vita
--	----------

#### 4) Vermeßung der Probendurchmesser

Sony $\mu$ -mate	Fa. Sony
------------------	----------

#### 5) Planparallelschleifen

Topfschleifmaschine Typ MPS 1	Fa. Müller
-------------------------------	------------

#### 6) Keramikätzgel

CEREC <sup>R</sup> -Etch <sup>R</sup>	Fa. Vivadent
---------------------------------------	--------------

#### 7) Silanlösung

Silicoup <sup>R</sup>	Fa. Kulzer
-----------------------	------------

#### 8) Zugversuche

Mechanische Zugprüfmaschine	Institut für Werkstoffwissenschaften 1, Universität Erlangen-Nürnberg
-----------------------------	--

#### 9) Wägezelle

Z3H2	Fa. HBM
------	---------

#### 10) x-y-Schreiber

Servogor 210	Fa. BBC Goerz
--------------	---------------

11) Mikrometer-Uhr No. 2046 - 08	Fa. Mitutoyo
12) Sputtergerät SCD 050	Fa. Balzers
13) Rasterelektronenmikroskop Leitz SR-50	Fa. Akashi
14) Fotoapparat	Fa. Pentax
15) Filmmaterial Pan F 13	Fa. Ilford

## 7.2 Ergebnisse in Tabellen

Tab. 1 Oberflächenrauigkeit von Vita-Cerec<sup>R</sup>-Keramik bearbeitet mit der Cerec<sup>R</sup>-Scheibe

Einstellung des Perthometers:

hor.: 250

vert.: 0,2 x 10

Filter: 1,5/0,08

Messung	$R_z$ ( $\mu\text{m}$ )	$R_{\text{max}}$ ( $\mu\text{m}$ )	$R_a$ ( $\mu\text{m}$ )	$R_p$ ( $\mu\text{m}$ )
1	2,93	3,77	0,41	1,42
2	2,82	3,46	0,48	1,95
3	2,98	4,80	0,45	2,22
4	2,50	2,80	0,42	1,51
5	2,70	3,97	0,41	1,47
6	3,19	4,60	0,47	2,19
7	2,76	3,44	0,43	1,51
8	3,31	4,20	0,49	1,66
9	3,57	4,66	0,60	2,24
10	3,17	4,23	0,50	1,43
Mittelwert	2,993	3,993	0,466	1,760

- R = Rauhtiefe  
 $R_z$  = gemittelte Rauhtiefe  
 $R_{\text{max}}$  = größte Einzelrauhtiefe  
 $R_a$  = Mittenrauhwert  
 $R_p$  = Glättungstiefe

**Tab. 2** Oberflächenrauigkeit von Vita-Cerec<sup>R</sup>-Keramik bearbeitet mit der Diamantscheibe der Schleifmaschine

Einstellung des Perthometers:

hor.: 250

vert.: 0,2 x 10

Filter: 1,5/0,08

Messung	$R_z$ ( $\mu\text{m}$ )	$R_{\text{max}}$ ( $\mu\text{m}$ )	$R_a$ ( $\mu\text{m}$ )	$R_p$ ( $\mu\text{m}$ )
1	3,27	3,96	0,47	1,72
2	3,22	4,87	0,48	1,88
3	2,72	3,01	0,42	1,17
4	3,54	4,13	0,48	1,96
5	3,02	3,83	0,47	1,39
6	3,32	3,88	0,46	1,71
7	3,06	3,63	0,48	1,74
8	3,56	4,78	0,49	2,02
9	3,29	3,75	0,49	1,90
10	2,93	3,81	0,43	1,35
Mittelwert	3,193	3,965	0,467	1,684

- R = Rauhtiefe  
 $R_z$  = gemittelte Rauhtiefe  
 $R_{\text{max}}$  = größte Einzelrauhtiefe  
 $R_a$  = Mittenrauhwert  
 $R_p$  = Glättungstiefe

Tab. 3 Anzahl der durchgeführten Versuche

Komposit	Vorbehandlung	Spaltbreite				
		50 $\mu\text{m}$	100 $\mu\text{m}$	150 $\mu\text{m}$	200 $\mu\text{m}$	300 $\mu\text{m}$
Nimetic Grip	g	3	3	3	3	3
	g/s	3	15	3	3	3
Tulux Cem	g	3	3	3	3	3
	g/s	3	15	3	3	3
ABC Dual	g	3	3	3	3	3
	g/s	3	15	3	3	3
Dual Cement	g	-	-	-	-	-
	g/s	3	15	3	3	3
Microfill pontic C	g	3	3	3	3	3
	g/s	3	15	3	3	3
Microfill pontic	g	3	3	3	3	3
	g/s	3	15	3	3	3
Brilliant Duo Cement	g	3	3	3	3	3
	g/s	3	15	3	3	3

g = geätzt

g/s = geätzt/silanisiert

Tab. 4 Weibull-Parameter  
Vorbehandlung "geätzt/silanisiert", Spaltbreite = 100  $\mu\text{m}$

Komposit	N	m	$\sigma_0$ (MPa)	$\sigma_{.01}$ (MPa)	$\sigma_{.50}$ (MPa)	$\sigma_{.90}$ (MPa)	Kor.	$\sigma_m$ (MPa)	S.D. (MPa)
Nimetic Grip	15	6,7	35,2	17,7	33,3	39,8	0,98	32,95	4,9
Tulux Cem	15	16,2	40,3	30,4	39,7	42,5	0,96	39,2	2,5
ABC Dual	15	11,8	43,8	29,6	42,5	47,0	0,99	42,1	3,7
Dual Cement	15	11,9	45,0	30,5	44,0	48,3	0,94	43,6	3,7
Microfill pontic C	15	10,3	46,7	29,9	45,1	50,7	0,96	44,3	4,1
Microfill pontic	15	5,8	34,4	15,5	32,3	39,8	0,92	31,91	5,7
Brilliant Duo Cement	15	11,2	42,1	27,9	40,8	45,4	0,97	40,7	3,7

N = Anzahl der Zugversuche  
 m = Weibull-Modul  
 $\sigma_0$  = Maßstabsparameter  
 $\sigma_m$  = Mittelwert der Zugfestigkeit  
 S.D. = Standardabweichung von  $\sigma_m$   
 $\sigma_{.01}$  = Zugspannung bei 1 % Bruchwahrscheinlichkeit  
 $\sigma_{.50}$  = Zugspannung bei 50 % Bruchwahrscheinlichkeit  
 $\sigma_{.90}$  = Zugspannung bei 90 % Bruchwahrscheinlichkeit  
 Kor. = Korrelationskoeffizient

Tab. 5 Weibull-Parameter

Vorbehandlung "geätzt/silanisiert", alle Spaltbreiten

Komposit	N	m	$\sigma_0$ (MPa)	$\sigma_{.01}$ (MPa)	$\sigma_{.50}$ (MPa)	$\sigma_{.90}$ (MPa)	Kor.
Nimetic Grip	27	8,3	35,6	20,5	34,0	39,3	0,95
Tulux Cem	27	11,2	38,4	25,5	37,2	41,4	0,97
ABC Dual	27	11,7	46,2	31,2	44,7	49,6	0,91
Dual Cement	27	12,2	44,0	30,1	42,7	47,1	0,95
Microfill pontic C	27	6,9	44,5	22,8	42,2	50,2	0,92
Microfill pontic	27	7,4	35,1	18,8	33,4	39,3	0,93
Brilliant Duo Cement	27	12,1	42,4	29,0	41,2	45,5	0,90

N = Anzahl der Zugversuche  
 m = Weibull-Modul  
 $\sigma_0$  = Maßstabsparameter  
 Kor. = Korrelationskoeffizient  
 $\sigma_{.01}$  = Zugspannung bei 1 % Bruchwahrscheinlichkeit  
 $\sigma_{.50}$  = Zugspannung bei 50 % Bruchwahrscheinlichkeit  
 $\sigma_{.90}$  = Zugspannung bei 90 % Bruchwahrscheinlichkeit

Tab. 6 Weibull-Parameter

Vorbehandlung "geätzt", alle Spaltbreiten

Komposit	N	m	$\sigma_0$ (MPa)	$\sigma_{.01}$ (MPa)	$\sigma_{.50}$ (MPa)	$\sigma_{.90}$ (MPa)	Kor.
Nimetic Grip	15	8,3	17,0	9,8	16,3	18,8	0,77
Tulux Cem	15	2,9	17,6	3,5	15,5	23,6	0,78
ABC Dual	15	8,9	25,8	15,4	24,8	28,3	0,88
Dual Cement	-	-	-	-	-	-	-
Microfill pontic C	15	3,6	20,3	5,6	18,3	25,6	0,85
Microfill pontic	15	8,5	17,7	10,3	17,0	19,6	0,92
Brilliant Duo Cement	15	8,0	29,6	16,6	28,3	32,9	0,86

N = Anzahl der Zugversuche  
 m = Weibull-Modul  
 $\sigma_0$  = Maßstabsparameter  
 Kor. = Korrelationskoeffizient  
 $\sigma_{.01}$  = Zugspannung bei 1 % Bruchwahrscheinlichkeit  
 $\sigma_{.50}$  = Zugspannung bei 50 % Bruchwahrscheinlichkeit  
 $\sigma_{.90}$  = Zugspannung bei 90 % Bruchwahrscheinlichkeit

Tab. 7 Zugfestigkeit für Vorbehandlung "geätzt" in % von "geätzt/silanisiert"

Komposit	"geätzt/ silanisiert" %	"geätzt" % Mittelwert	geätzt" %				
			50µm	100µm	150µm	200µm	300µm
Nimetic Grip	100	50	40	45	50	40	55
Tulux Cem	100	45	40	50	50	40	40
ABC Dual	100	55	55	55	50	55	50
Dual Cement	100	----	----	----	----	----	----
Microfill pontic C	100	45	50	35	45	40	55
Microfill pontic	100	50	45	55	50	55	50
Brilliant Duo Cement	100	70	75	70	70	60	70

Der Mittelwert der Zugfestigkeit bei Vorbehandlung "geätzt/silanisiert" der jeweiligen Klebefugendicke wurde als 100 % angenommen. Die Prozentwerte der Proben mit Vorbehandlung "geätzt" wurden darauf bezogen berechnet.

**Tab. 8 Makroskopische Beurteilung der Bruchoberflächen  
Vorbereitung "geätzt"**

Komposit	Bruch	Spaltbreite					
		50µm	100µm	150µm	200µm	300µm	Summe
Nimetic Grip	kohäsiv	0	0	0	0	0	0
	adhäsiv	2	3	3	3	3	14
	Mischbruch	1	0	0	0	0	1
	Stempelabriß	0	0	0	0	0	0
Tulux Cem	k	1	0	1	0	0	2
	a	2	3	2	3	3	13
	M	0	0	0	0	0	0
	S	0	0	0	0	0	0
ABC Dual	k	0	0	0	0	0	0
	a	3	3	2	2	3	13
	M	0	0	1	1	0	2
	S	0	0	0	0	0	0
Dual Cement	k	-	-	-	-	-	-
	a	-	-	-	-	-	-
	M	-	-	-	-	-	-
	S	-	-	-	-	-	-
Microfill pontic C	k	0	0	0	0	0	0
	a	3	3	2	3	3	14
	M	0	0	1	0	0	1
	S	0	0	0	0	0	0
Microfill pontic	k	0	0	0	0	0	0
	a	2	3	3	3	3	14
	M	1	0	0	0	0	1
	S	0	0	0	0	0	0
Brilliant Duo Cement	k	1	0	0	0	0	1
	a	2	1	3	3	3	12
	M	0	2	0	0	0	2
	S	0	0	0	0	0	0

**Tab. 9 Makroskopische Beurteilung der Bruchoberflächen  
Vorbehandlung "geätzt/silanisiert"**

Komposit	Bruch	Spaltbreite					
		50µm	100µm	150µm	200µm	300µm	Summe
Nimetic Grip	kohäsiv	0	0	0	0	0	0
	adhäsiv	3	12	3	3	3	24
	Mischbruch	0	3	0	0	0	3
	Stempelabriß	0	0	0	0	0	0
Tulux Cem	k	3	4	3	3	3	16
	a	0	0	0	0	0	0
	M	0	7	0	0	0	7
	S	0	4	0	0	0	4
ABC Dual	k	0	1	0	0	1	2
	a	0	1	0	0	0	1
	M	1	10	2	3	2	18
	S	2	3	1	0	0	6
Dual Cement	k	3	5	3	2	3	16
	a	0	0	0	0	0	0
	M	0	6	0	0	0	6
	S	0	4	0	1	0	5
Microfill pontic C	k	1	10	2	2	1	16
	a	2	3	1	1	1	9
	M	0	0	0	0	0	0
	S	0	2	0	0	0	2
Microfill pontic	k	0	6	2	1	2	11
	a	2	0	1	0	0	3
	M	1	8	0	2	1	12
	S	0	1	0	0	0	1
Brilliant Duo Cement	k	1	1	3	2	2	9
	a	1	2	0	0	0	3
	M	1	7	0	1	1	10
	S	0	5	0	0	0	5

Tab. 10 Zugfestigkeit in MPa für Vorbehandlung "geätzt/silanisiert"  
(Mittelwerte für N = 3 und für 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite N = 15)

Komposit	Spaltbreite				
	50 $\mu\text{m}$	100 $\mu\text{m}$	150 $\mu\text{m}$	200 $\mu\text{m}$	300 $\mu\text{m}$
Nimetic Grip	38,91	32,95	34,29	30,90	29,26
Tulux Cem	36,55	39,20	33,37	31,14	30,35
ABC Dual	47,64	42,10	48,18	43,75	42,78
Dual Cement	43,73	42,51	40,36	40,49	34,09
Microfill pontic C	36,92	44,30	33,86	41,82	32,58
Microfill pontic	42,96	31,91	33,98	29,71	25,63
Brilliant Duo Cement	38,69	40,70	41,65	41,64	36,91

Tab. 11 Zugfestigkeit in MPa bei Vorbehandlung " geätzt"  
Mittelwerte für N = 3

Komposit	Spaltbreite				
	50 $\mu$ m	100 $\mu$ m	150 $\mu$ m	200 $\mu$ m	300 $\mu$ m
Nimetic Grip	15,81	14,73	16,51	14,41	16,30
Tulux Cem	15,00	19,06	16,66	12,16	11,42
ABC Dual	26,39	22,68	22,91	24,48	22,41
Dual Cement	-----	-----	-----	-----	-----
Microfill pontic C	19,04	15,34	15,65	16,75	17,47
Microfill pontic	18,73	17,18	16,70	16,03	13,11
Brilliant Duo Cement	28,42	28,48	28,79	24,18	25,61

Tab. 12 Rangfolge der Befestigungskomposite nach abnehmenden Werten

Rang	Min	Max	K-W	Range	$\sigma_{.50}$	m (SPSS)	m (ML)
1	Du	MpC	MpC	Tu	MpC	Tu	Tu
2	ABC	Du	Du	ABC	Du	Du	ABC
3	Tu	Co	ABC	Du	ABC	ABC	MpC
4	MpC	ABC	Co	Co	Co	Co	Du
5	Co	Mp	Tu	MpC	Tu	MpC	Co
6	Mp	Tu	Ni	Ni	Ni	Ni	Ni
7	Ni	Ni	Mp	Mp	Mp	Mp	Mp

Min = kleinster Wert (Minimum)

Max = größter Wert (Maximum)

K-W = Kruskal-Wallis-Test

Range = Maximum - Minimum

$\sigma_{.50}$  = Median der Weibull-Analyse

m (SPSS) = Weibull-Modul berechnet über lineare Regression

m (ML) = Weibull-Modul berechnet über Maximum-Likelihoodschätzung

Ni = Nimetic Grip<sup>R</sup>

Tu = Tulux Cem<sup>R</sup>

ABC = ABC Cement<sup>R</sup>

Dual = Dual Cement<sup>R</sup>

MpC = Microfill pontic C<sup>R</sup>

Mp = Microfill pontic<sup>R</sup>

Duo = Brilliant Duo Cement<sup>R</sup>

Tab. 14 Tabelle der z-Werte für Test nach Proschan und Barlow

Komposit	$z_{15}$	$z_{14}$
Nimetic Grip <sup>R</sup>	2,23	1,70
Tulux Cem <sup>R</sup>	1,50	0,89
ABC Dual <sup>R</sup>	2,53	2,03
Dual Cement <sup>R</sup>	1,44	0,83
Microfill pontic C <sup>R</sup>	2,98	2,55
Microfill pontic <sup>R</sup>	1,53	0,95
Brilliant Duo Cement <sup>R</sup>	1,83	1,25

Kritische Werte:

$\alpha$	$z$
0,001	3,09
0,005	2,56
0,01	2,33
0,05	1,64
0,10	1,28
0,20	0,84

 $z_{15}$ : z-Wert für 15 Zugfestigkeitswerte $z_{14}$ : z-Wert für 14 Zugfestigkeitswerte $\alpha$ : Überschreitungswahrscheinlichkeit

Tab. 15 Weibull-Parameter  
Vorbereitung "geätzt/silanisiert", 100  $\mu\text{m}$  Spaltbreite

Komposit	N	SPSS m	SPSS $\sigma_0$ (MPa)	ML m	ML $\sigma_0$ (MPa)	Kor.	SPP	PP
Nimetic Grip	15	6,7	35,2	7,8	35,2	0,98	0,94	0,95
Tulux Cem	15	16,2	30,4	17,5	40,2	0,96	0,88	0,94
ABC Dual	15	11,8	43,8	14,0	43,7	0,99	0,97	0,99
Dual Cement	15	11,9	45,0	12,5	45,3	0,94	0,99	0,98
Microfill pontic C	15	10,2	46,7	13,9	46,0	0,96	0,89	0,91
Microfill pontic	15	5,8	34,47	5,7	34,3	0,92	0,98	0,96
Brilliant Duo Cement	15	11,2	42,1	11,8	42,4	0,97	0,95	0,95

- N = Anzahl der Zugversuche  
 SPSS m = Weibull-Modul berechnet über lineare Regression  
 SPSS  $\sigma_0$  = Maßstabsparameter berechnet über lineare Regression  
 ML m = Weibull-Modul berechnet mit MLS\*  
 ML  $\sigma_0$  = Maßstabsparameter berechnet mit MLS\*  
 Kor. = Korrelationskoeffizient für lineare Regression  
 SPP = Korrelationskoeffizienten für MLS\* berechnet über stabilisierte probability plots  
 PP = Korrelationskoeffizienten für MLS\* berechnet über gewöhnliche probability plots  
 \*MLS = Maximum-Likelihood-Schätzung

**Tab. 16** Kritische Werte für den Korrelationskoeffizienten beim Anpassungstest für die Weibull-Verteilung mit Hilfe des stabilisierten "Probability plots"

n	1%	5%	10%
10	0,906	0,933	0,945
25	0,959	0,971	0,976
40	0,975	0,982	0,985

Bei zehn Messungen und einem Korrelationskoeffizienten von 0,945 gilt: Die Wahrscheinlichkeit, daß unter der Weibull-Verteilung ein Ergebnis wie das gemessene oder ein der Verteilungsannahme noch mehr widersprechendes auftreten kann, beträgt 10 %.

**Tab. 17** Zellhäufigkeiten beim  $\chi^2$ -Anpassungstest

(erwartete Zellhäufigkeit: 3/4/4/4)

Komposit	p	Zellhäufigkeiten
Nimetic Grip <sup>R</sup>	37,73%	3/3/7/2
Tulux Cem <sup>R</sup>	22,03%	1/5/7/2
ABC Dual <sup>R</sup>	100,00%	3/4/4/4
Dual Cement <sup>R</sup>	98,37%	3/5/4/3
Microfill pontic C <sup>R</sup>	98,37%	3/4/3/5
Microfill pontic <sup>R</sup>	17,89%	1/8/3/3
Brilliant Duo Cement <sup>R</sup>	50,27%	2/5/6/2

p: Wahrscheinlichkeit, daß die angenommene Verteilung zutrifft

## Danksagung

Für die Überlassung des Themas und die stete Unterstützung danke ich Herrn Prof. Dr. R. Hickel. Ebenso danke ich Herrn Dr. K.-H. Kunzelmann für die jederzeit gute Betreuung und sein Interesse am Fortgang der Arbeit.

Ein besonderer Dank gebührt Herrn Dr. P. Martus aus dem Institut für Medizinische Statistik und Dokumentation (Dir.: Prof. Dr. L. Horbach) für seine Mühen bei der statistischen Auswertung.

Bedanken möchte ich mich auch beim Institut für Werkstoffwissenschaften 1 (Dir.: Prof. Dr. H. Mughrabi), das die Zugprüfmaschine zur Verfügung stellte.

**Lebenslauf**

- Chukwuemeka Francis Mario Nkenke
- 16.5.1966 geboren in Bonn als einziges Kind des Arztes Dr. Francis Nkenke und der Ärztin Dr. Roswitha Nkenke, geb. Schönhofen
- 1972 - 1976 Besuch der Grundschule Rotthalmünster
- 1976 - 1985 Besuch des Ratsgymnasiums Rotenburg/Wümme
- 14.6.1985 Abitur (Leistungskurse Latein und Deutsch)
- 1985 - 1987 Studium der Zahnheilkunde am Rijksuniversitair Centrum te Antwerpen, Belgien
- 1987 - 1992 Studium der Zahnheilkunde an der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg
- 29.2.1988 Naturwissenschaftliche Vorprüfung
- 11.4.1989 Zahnärztliche Vorprüfung
- 5.9.1991 2. Preisträger im Wettbewerb um den BDZ/DGZMK/DENTSPLY-Förderpreis 1991
- 28.1.1992 Zahnärztliche Prüfung
- 2.2.1992 Erteilung der Approbation als Zahnarzt
- WS 1991/92 Studium der Humanmedizin an der Universität des Saarlandes Homburg/Saar
- ab SS 1992 Studium der Humanmedizin an der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg
- 29.9.1992 Ärztliche Vorprüfung