

Aus der:
Klinik für Zahnärztliche Prothetik
und Biomedizinische Werkstoffkunde
Medizinische Hochschule Hannover

**Untersuchung zum adhäsiven Verbund an einer
experimentellen Niob-Legierung für dentale
Implantate in-vitro**

Dissertation zur Erlangung des
Doktorgrades der Zahnheilkunde
in der
Medizinischen Hochschule Hannover

vorgelegt von Neele Isa Brümmer
aus Hannover

2023

Angenommen vom Senat der Medizinischen Hochschule Hannover am:
13.03.2024

Gedruckt mit Genehmigung der Medizinischen Hochschule Hannover

Präsident: Prof. Dr. med. Michael P. Manns

Betreuer der Arbeit: PD Dr. med. dent. Philipp-Cornelius Pott

1. Referent: PD Dr. med. Dr. med. dent. Philippe Korn

2. Referent: PD Dr. med. dent. Knut Adam

Tag der mündlichen Prüfung: 13.03.2024

Prüfungsausschussmitglieder:

Vorsitz: Prof. Dr. med. dent. Rainer Schwestka-Polly

1. Prüfer Prof. Dr. med. Maximilian Lenz

2. Prüferin Prof. Dr. rer. nat. Theresia Kraft

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung	1
2 Literaturübersicht	4
2.1 Adhäsivtechnik in der Zahnmedizin	4
2.1.1 Prinzip und Bestandteile von Adhäsivsystemen	4
2.1.2 Prinzip und Bestandteile von Kompositen	6
2.2 Hochleistungsmaterialien in der dentalen Implantologie	7
2.2.1 Zirkoniumdioxidkeramik	7
2.2.2 Adhäsiver Verbund zu Zirkoniumdioxid	10
2.2.3 Metallische Legierungen in der dentalen Implantologie	11
2.2.4 Titan	12
2.2.5 Adhäsiver Verbund zu Titan	13
2.2.6 Niob	14
2.2.7 Die experimentelle ultrafeinkörnige Niob-Legierung (UFG-Nb)	15
2.2.8 Adhäsiver Verbund zu UFG-Niob-Legierungen	16
2.3 Anforderungen an Implantatmaterialien und Komplikationen in der dentalen Implantologie	17
3 Problemstellung	20
4 Material und Methoden	22
4.1 Studiendesign	22
4.2 Verwendete Materialien	24
4.2.1 Substrate	24
4.2.2 Adhäsivsysteme	24
4.2.3 Komposite	25
4.3 Prüfkörperherstellung	26
4.4 Scherversuch	28
4.5 Künstliche Alterung	31
4.6 Statistische Auswertung	31
5 Ergebnisse	32

5.1 Deskriptive Ergebnisdarstellung aus Versuchsteil 1 - Scherbelastbarkeit ungealterter Probekörper	32
5.2 Statistische Auswertung der Messergebnisse aus Versuchsteil 1	33
5.2.1 Einzelvergleiche innerhalb der Titan-Gruppen	34
5.2.2 Einzelvergleiche innerhalb der Zirkoniumdioxid-Gruppen	34
5.2.3 Einzelvergleiche innerhalb der UFG-Nb-Gruppen	35
5.2.4 Einzelvergleiche innerhalb der Gruppen derselben Adhäsiv-Komposit-Kombination auf Titan, Zirkoniumdioxid und UFG-Nb	37
5.3 Deskriptive Ergebnisdarstellung aus Versuchsteil 2 - Scherbelastbarkeit gealterter Probekörper	38
5.4 Statistische Auswertung der Messergebnisse aus Versuchsteil 2	39
5.4.1 Einzelvergleiche innerhalb der Substratgruppen nach künstlicher Alterung	39
5.4.2 Einzelvergleiche innerhalb der gealterten Gruppen derselben Adhäsiv-Komposit-Kombination auf Titan, Zirkoniumdioxid und UFG-Nb	41
5.5 Einzelvergleiche zwischen den Gruppen vor künstlicher Alterung und den Gruppen nach künstlicher Alterung	41
6 Diskussion	44
6.1 Diskussion der Methodik	44
6.1.1 Verwendete Materialien	44
6.1.2 Versuchsdesign	45
6.1.3 Künstliche Alterung	48
6.2 Diskussion der Ergebnisse	49
6.2.1 Diskussion der Ergebnisse aus Versuchsteil 1	49
6.2.2 Diskussion der Ergebnisse aus Versuchsteil 2	53
6.2.3 Beantwortung der Hypothesen	58
6.3 Schlussfolgerung und Fazit	58
7 Zusammenfassung	60
8 Literaturverzeichnis	62
9 Abbildungs-, Tabellen- und Abkürzungsverzeichnis	75
9.1 Abbildungsverzeichnis	75
9.2 Tabellenverzeichnis	76
9.3 Abkürzungsverzeichnis	77

9.3.1 Allgemeine Abkürzungen	77
9.3.2 Spezielle Abkürzungen	77
10 Curriculum vitae	78
11 Erklärung	79
12 Danksagung	80

1 Einleitung

Dentale Implantate sind heutzutage fester Bestandteil der zahnärztlichen Behandlung. Bereits 1807 beschrieben *Jourdan* und *Magiolo* die ersten Implantationen von alloplastischen Materialien zum Ersatz extrahierter Zähne [146]. Seit den 1960er Jahren wird von erfolgreichen Patientenversorgungen mit enossalen Implantaten berichtet [18, 25]. Maßgeblichen Anteil an der Forschung hatte *Per Ingvar Branemark*, der nicht nur an der Entwicklung enossaler zylindrischer Implantate beteiligt war, sondern auch den Begriff der Osseointegration definierte [21].

Seit dieser Anfangszeit der dentalen Implantologie steigt der Anteil an Implantatversorgungen in der Bevölkerung stetig an. Laut der 5. Deutschen Mundgesundheitsstudie von 2016 hat sich beispielsweise der Patientenanteil mit Implantaten in der Gruppe der 65- bis 74-jährigen von 1997 bis 2016 etwa verdreifacht [32]. Die Titanlegierung Ti-6Al-4V ist heutzutage das meist genutzte Material für dentale Implantate [56, 59, 85, 183]. Sie hat hervorragende mechanische Eigenschaften, kann jedoch in seltenen Fällen ein Allergiepotehtial mit sich bringen [124, 154]. Als Alternative zu der Titanlegierung steht die Hochleistungskeramik Zirkoniumdioxid als Implantatmaterial zur Verfügung [59]. Aufgrund ihrer mechanischen Eigenschaften ist sie allerdings statisch der Metalllegierung unterlegen [156]. Die häufigsten Komplikationsursachen in der dentalen Implantologie sind jedoch nicht auf die mechanischen Einschränkungen zurückzuführen, sondern resultieren aus biologische Faktoren [1, 36, 40]. Die Periimplantitis, eine entzündliche Erkrankung des implantatumgebenden Gewebes, hat entsprechend Reviews von 2015 und 2018 eine Prävalenz von 22 % [36, 40] und zählt dadurch zu den großen Problemen der modernen Zahnheilkunde.

In der modernen Implantatprothetik ist für die Verbindung von Komponenten aus verschiedenen Materialien auch die Adhäsivtechnik zunehmend von Bedeutung [39, 107, 115, 180]. Seit der erstmaligen Beschreibung der Adhäsivtechnik durch *Buonocore* 1955 [24] hat sich das Anwendungsspektrum über die Befestigung von Kunststoffen an Zahnhartsubstanzen hinaus deutlich erweitert. Neben der minimalinvasiven Füllungstherapie und der

Befestigung von Zahnersatz ohne retentive Präparationsform [47] ermöglicht die Adhäsivtechnik einen zuverlässigen Verbund unterschiedlicher Materialien miteinander, zum Beispiel von metallischen Prothesengerüsten mit Kunststoffen [78] oder Implantatteilen aus Titan mit Zahnersatz aus Hochleistungskeramiken [39, 107, 115, 180]. Durch die Entwicklung immer neuer Adhäsive mit breitem Anwendungsspektrum besteht weiterhin Potential für neue Nutzungsgebiete der Verbindung diverser Materialien miteinander.

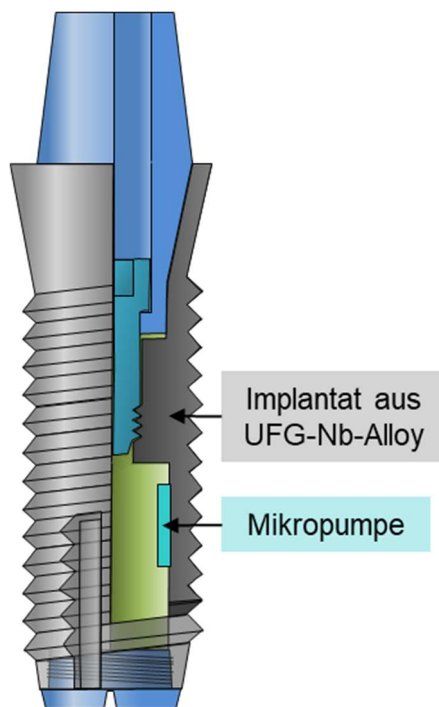


Abbildung 1 - Schemazeichnung eines experimentellen Implantats mit fixierter Mikropumpe. Abb. mit freundlicher Genehmigung von Pott PC, Klose C und Maier HJ. TP B04 SIIRI.

Die vorliegende Studie ist assoziiert an das Teilprojekt B04 „Aktive Stimulus-responsive Implantate“ des DFG-geförderten Sonderforschungsbereichs SFB/TRR 298 (SIIRI = **S**icherheitsintegrierte und **i**nfectionsreaktive **I**mplantate), in dem zukünftige Möglichkeiten zur Prävention und Therapie periimplantärer Entzündungen erforscht werden. Das Teilprojekt B04 widmet sich der Entwicklung eines dünnwandigen dentalen Implantats aus einer ultrafeinkörnigen Niob-Legierung (= UFG-Nb) mit poröser Oberflächenstruktur und einer im Implantatinneren fixierten Mikropumpe. Durch den behandelnden Zahnarzt oder die Zahnärztin soll die Pumpe aktiviert werden können, um antiinflammatorische Wirkstoffe aus dem Inneren des Implantats in die Umgebung freizusetzen. Über die Mundhöhle ist dem Zahnarzt bzw. der Zahnärztin das Implantatlumen nach Herausschrauben der prothetischen Suprakonstruktion zugänglich, sodass ein Nachfüllen des Wirkstoffs möglich wird. Das Implantat ist schematisch in Abbildung 1 dargestellt (Abb. 1). Zur Fixierung der Pumpe an der Implantatwand kommen dentale Adhäsivsysteme und Komposite in Frage.

UFG-Nb bringt entscheidende Anforderungen an dentale Implantatmaterialien mit, wie eine hervorragende mechanische Stabilität und Biokompatibilität [105,

114, 132, 138, 166]. Zur Verwendung als Material in der dentalen Implantologie und auch zur möglichen Herstellung von Zahnersatz aus diesem Material muss zudem ein stabiler adhäsiver Verbund zu Kompositen möglich sein.

Ziel dieser Arbeit ist es, die Stabilität des adhäsiven Verbundes zwischen UFG-Nb und verschiedenen Kombinationen dentaler Adhäsivsysteme und Komposite zu evaluieren und mit den jeweiligen Verbundfestigkeiten zu den etablierten Materialien Titan und Zirkoniumdioxid zu vergleichen.

2 Literaturübersicht

2.1 Adhäsivtechnik in der Zahnmedizin

Adhäsivtechnik beschreibt generell das Verkleben zweier Komponenten mittels Haftvermittler und ermöglicht somit einen Verbund zwischen verschiedenen Werkstoffen ohne makromechanische Retention. In der Zahnmedizin werden Adhäsive in verschiedenen Nutzungsgebieten innerhalb und außerhalb der Mundhöhle verwendet. Intraoral sind adhäsive Verbunde notwendig, um beispielsweise Kunststofffüllungen mit der Zahnhartsubstanz zu verbinden, um keramische Restaurationen am beschliffenen Zahn zu befestigen oder diese im Beschädigungsfall zu reparieren [12, 17, 47, 113, 125, 127, 128, 130]. In der Kieferorthopädie ist der adhäsive Verbund ebenfalls relevant. Metallische und keramische Brackets für Zahnspangen sowie Attachments im Rahmen von Alignertherapien werden adhäsiv am Zahn befestigt [22, 96].

Im zahntechnischen Labor wird bei der Herstellung von herausnehmbarem Zahnersatz ein stabiler Verbund zwischen den zumeist metallischen Gerüstmaterialien und Prothesenbasiskunststoff [78] oder Verblendkompositen mit Hilfe von Haftvermittlern erreicht [93]. Für die Anfertigung von implantatgetragenen Zahnersatz können konfektionierte Basen aus Titan mit patientenindividuellen keramischen Aufbauten adhäsiv aneinander fixiert werden [39, 46, 115, 180].

2.1.1 Prinzip und Bestandteile von Adhäsivsystemen

Adhäsion bezeichnet die Haftung unterschiedlicher Substanzen in engem Kontakt zueinander. Aufgrund der Polymerisationsschrumpfung von Kompositen können diese nicht direkt an Oberflächen adhären. Für einen stabilen Verbund zwischen Kompositen und Substraten ist die Verwendung eines Adhäsivsystems daher unerlässlich [45]. Seit der Beschreibung erster Adhäsivsysteme durch *Buonocore* [24] wird der Anwendungsbereich durch Weiterentwicklung dieser Systeme stetig größer und geht mittlerweile über die Verbindung zwischen Zahnhartsubstanz und Füllungswerkstoffen weit hinaus. Entwicklungsbedingt haben sich auch die Einteilungsmöglichkeiten dieser Systeme über die Zeit verändert. Heute scheint aufgrund der steigenden Zahl

von sogenannten Universaladhäsiven, Materialien mit einem großen Anwendungsbereich und Bindungsfähigkeit an verschiedene Substrate, eine Einteilung anhand der Substratvorbereitung und der notwendigen Arbeitsschritte sinnvoll [45]. Der Verbund von Adhäsiv (flüssige Phase) und Adhärend (aufnehmende Substratoberfläche) kann mikroretentiv und/oder durch chemisch-physikalische Bindungen erzielt werden. Für eine erfolgreiche mikroretentive Haftung benötigt das Substrat eine raue, somit vergrößerte, und gut benetzbare Oberfläche und das Adhäsiv eine niedrige Viskosität [3, 16, 120, 133]. Für eine möglichst gute Benetzbarkeit muss die Oberflächenenergie des Substrats größer sein als die Oberflächenspannung des Adhäsivs. Damit der Verbund mechanisch belastbar wird, ist es notwendig, dass das Adhäsiv nach Benetzung des Adhärends und Eindringen in dessen Oberflächenrelief in einen festen Zustand übergeht, was bei Dentaladhäsiven durch Polymerisation erfolgt. [45, 135, 162]

Bestandteile von Dentaladhäsiven sind Bondingharze und Monomere, Lösungsmittel, Initiatoren zur Härtung, Inhibitoren und ggf. Füllstoffe. Zur Adhäsion dienen hydrophobe meist langkettige Monomere wie Bisphenol A-glycidylmethacrylat (Bis-GMA) und Urethandimethacrylat (UDMA), die zur Reduktion der Viskosität mit den kürzeren Monomeren Triethyleneglycol-dimethacrylate (TEGDMA) oder Hydroxyethylmethacrylat (HEMA) verdünnt werden. Sie umschließen in ausgehärtetem Zustand die Porositäten des Adhärends und ermöglichen mit ihren reaktiven Gruppen eine Bindung zum Komposit [45, 53, 135].

Einen besonderen Stellenwert und zentrale Rolle in der Forschung nimmt das funktionelle Monomer 10-Methacryloyloxydecryldihydrogenphosphat (10-MPD) ein (Abb. 2). Durch seine funktionelle Phosphatgruppe ermöglicht es die chemische Haftung an Zahnschmelz, Keramik- und Metalloberflächen [5, 110, 193].

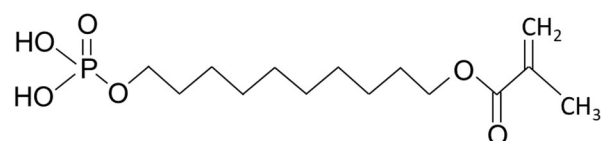


Abbildung 2 - Strukturformel von 10-MDP.

Die Adhäsion an die komplex aufgebaute hydrophile Oberfläche des Dentins ist deutlich komplizierter und erfordert die Vorbereitung mit einem separaten Primer oder die Zugabe von penetrationsfähigen amphiphilen Monomeren wie 10-MDP [16, 29, 46].

In dieser Arbeit liegt der Fokus auf dem adhäsiven Verbund zu metallischen Legierungen und zu Zirkoniumdioxidkeramik. Aufgrunddessen wird auf den adhäsiven Verbund zu Zahnhartsubstanzen an dieser Stelle nicht weiter eingegangen.

2.1.2 Prinzip und Bestandteile von Kompositen

Komposite sind Verbundwerkstoffe, die in der Zahnmedizin als modellierbare Füllungswerkstoffe oder in fließfähiger Konsistenz zur adhäsiven Befestigung von Zahnersatz zur Verfügung stehen [53, 79, 102].

Komposite bestehen aus einer organischen Matrix mit eingelagerten anorganischen Füllkörpern, die wesentlich über die Materialeigenschaften bestimmen. Bestandteile der Matrix sind Monomere wie Bis-GMA, UDMA und TEGDMA. Zusätzlich sind Inhibitoren, Stabilisatoren und Initiatoren wichtige Ingredienzen eines jeden Komposits. Für den Verbund dieser Komponenten sind Haftvermittler, meist Silane, beigemischt. Je nach verwendetem Initiator wird die radikalische Polymerisation der Monomere durch Licht (Photopolymerisation) oder eine Reduktionsreaktion von Akzelerator und Reduktionsmittel, die sich in unterschiedlichen Substanzen (Grundmasse und Härterpaste) befinden und erst bei Mischung der beiden miteinander reagieren (chemische Polymerisation), gestartet. Alternativ kann eine Kombination aus beiden Initiatorsystemen genutzt werden (dual-härtend). Neben den herkömmlichen Kompositen, für deren Adhäsion ein separates Adhäsivsystem notwendig ist, existieren zudem selbstadhäsive Komposite, die insbesondere unter den niedrigviskosen Befestigungskompositen verbreitet sind. [53, 58, 102, 135]

2.2 Hochleistungsmaterialien in der dentalen Implantologie

2.2.1 Zirkoniumdioxidkeramik

Keramiken werden in der Zahnmedizin seit dem 18. Jahrhundert eingesetzt und werden bis heute stetig weiterentwickelt [48, 67]. Moderne Dentalkeramiken zeichnen sich insbesondere durch hohe Abrasionsfestigkeit, gute optische Eigenschaften, eine hohe Druckbelastbarkeit und eine gute Biokompatibilität aus [48, 69, 91]. Keramische Werkstoffe zeigen in Abhängigkeit von ihrer Grundstruktur teils deutliche Unterschiede hinsichtlich dieser Eigenschaften. In Abbildung 3 ist ein gängiges Einteilungsschema der Dentalkeramiken dargestellt (Abb. 3). Dentale Keramiken können grundsätzlich in Silikatkeramiken, Oxidkeramiken und Hybrid- bzw. Verbundkeramiken eingeteilt werden [69]. Zu den Silikatkeramiken gehören Feldspatkeramik, Glaskeramik, Lithiumdisilikatkeramik und zirkoniumdioxidverstärkte Lithiumdisilikatkeramik. Je nach Material eignen sie sich für die Herstellung von kleineren Restaurationen wie Veneers und Inlays bis hin zu Kronen im Seitenzahnbereich oder Brücken im Frontzahnbereich [69, 70].

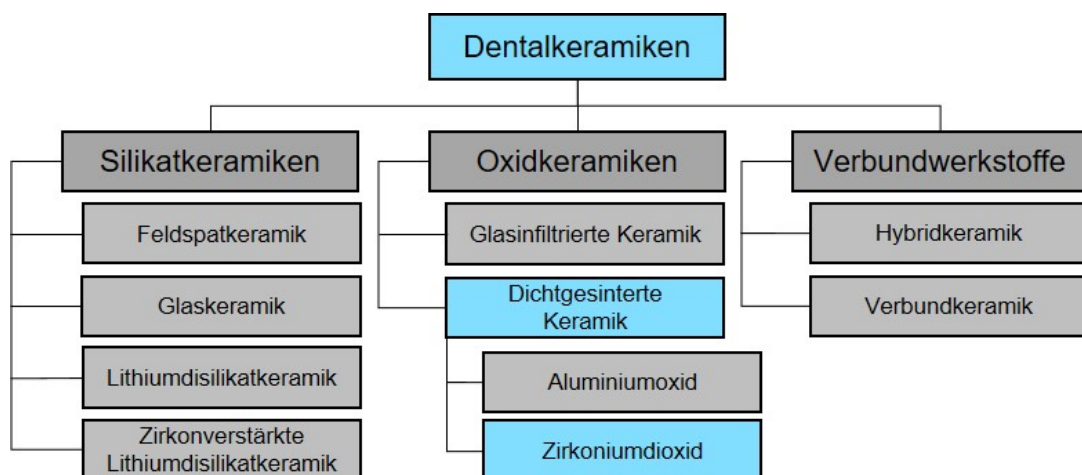


Abbildung 3 - Einteilung der Dentalkeramiken unter Hervorhebung der Zirkoniumdioxidkeramik, modifiziert nach Kern M, Beuer F, Frankenberger R, et al. [69]).

Innerhalb der Oxidkeramiken zählen die dichtgesinterten polykristallinen Keramiken zu den sogenannten Hochleistungskeramiken. Die beiden wichtigsten Vertreter sind Aluminiumoxid oder Zirkoniumdioxid [69, 135]. Polykristalline Oxidkeramiken eignen sich aufgrund ihrer mechanischen Belastbarkeit unter

anderem auch für die Herstellung von ein- oder mehrteiligen dentalen Implantaten [59, 98].

Im Folgenden wird die Zirkoniumdioxidkeramik näher betrachtet, da dieser Werkstoff neben zwei metallischen Materialien in dieser Studie als Vergleichsmaterial dient.

Synthetisch hergestelltes Zirkoniumdioxid (ZrO_2) weist charakteristisch sehr hohe Biegefestigkeiten von 900 MPa bis 1200 MPa und eine geringe Anfälligkeit für Rissbildungen auf [123]. Die Bruchfestigkeit von Zirkoniumdioxid liegt laut *Manicone et al.* bei bis zu 2000 MPa [101]. Seine gute Biokompatibilität, das geringe allergene Potential, die hohe mechanische Belastbarkeit und die ästhetische Überlegenheit gegenüber metallischen Werkstoffen machen Zirkoniumdioxidkeramik zu einem häufig verwendeten Material in der Zahnmedizin [31, 123, 190, 191]. Die Entwicklung der CAD/CAM Technologie in der Zahnmedizin ergab neue Möglichkeiten zur Verarbeitung moderner Hochleistungskeramiken [59, 67, 121]. Die besonderen mechanischen Materialeigenschaften veranlassten *Garvie et al.* dazu, Zirkoniumdioxid im Jahr 1975 als „keramischen Stahl“ zu bezeichnen und dies mit der Polymorphie der Keramik zu begründen [50].

Zirkoniumdioxid liegt je nach Temperatur in drei unterschiedlichen Kristallmorphologien vor (Polymorphie) (Abb. 4).

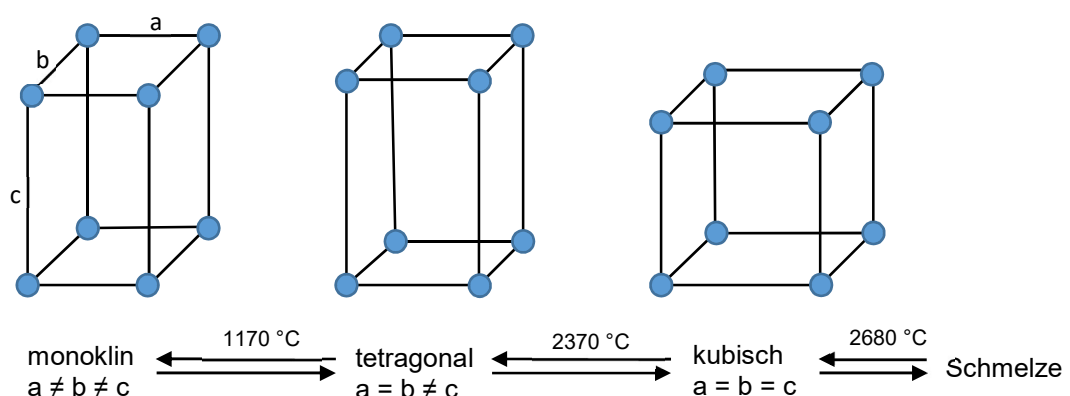


Abbildung 4 - Kristallmorphologie verschiedener Zirkoniumdioxidphasen, modifiziert nach Kohorst P, Stiesch M [83].

Beim Übergang von der tetragonalen Phase in die monokline Phase kommt es bis zur Abkühlung auf Raumtemperatur zu einer deutlichen Volumenzu-

nahme um 4,9 %, was zu erheblichen Spannungen im Kristallgefüge einhergehend mit Rissbildung führt. Daher ist es für die Herstellung von dentalen Restaurationen aus Zirkoniumdioxid notwendig, die tetragonale Phase zu stabilisieren, was unter Zugabe niederwertiger Oxide, z. B. Yttriumoxid, geschieht [68, 159]. Je nach Volumenanteil des zugegebenen Yttriumoxids liegt vermehrt die tetragonale Kristallphase der Zirkoniumdioxidkeramik vor. Die heute genutzten modernen Y-TZP-Keramiken (yttrium stabilized tetragonal zirconia polycrystals Keramiken) enthalten meist 4 oder 5 mol-% Yttriumoxid [59, 159, 191].

Die besonders hohe Biegefestigkeit, Bruchfestigkeit und Resistenz gegen Rissbildung verdankt die Keramik der sogenannten Umwandlungsverstärkung. Dieser Mechanismus beruht zum einen darauf, dass bei spontaner Phasenumwandlung von tetragonaler zu monokliner Phase (t/m-Umwandlung) Mikrorisse entstehen, an denen auftretende Sprünge in der Restauration tot enden. Zum anderen kommt es durch die erhöhte Zugspannung an der Spitze von Rissen zu einer forcierten t/m-Umwandlung. Durch das daraus resultierende Wachstum der Kristalle an den Rissflanken wird die Rissausbreitung erschwert [35, 104, 123, 190].

In der Mundhöhle führen mechanische, thermische und chemische Belastungen der Restaurationen zu Alterungseffekten an der Zirkoniumdioxidkeramik, die zu verschlechterten Materialeigenschaften führen und als Degradation bezeichnet werden. Bei Dentalkeramiken kommen insbesondere Degradation durch Wasser, Säure und mechanische Ermüdung vor. Im feuchten Milieu der Mundhöhle und unter kaufunktioneller Belastung können die Phänomene nicht unabhängig voneinander betrachtet werden [135, 143]. Ein Degradationsmechanismus innerhalb der Zirkoniumdioxidkeramik ist die Niedertemperaturumwandlung (low temperature degradation = LTD), bei dem in wässrigem Milieu der Mundhöhle eine spontane Umwandlung der metastabilen tetragonalen Phase zur monoklinen Phase stattfindet. Diese langsame Phasenumwandlung führt zu einer Volumenzunahme innerhalb des keramischen Körpers und zur Entstehung von Mikrorissen an seiner Oberfläche, durch die weiteres Wasser eindringen kann und den Prozess beschleunigen kann. Die Folge ist ein Verlust an mechanischer Belastbarkeit des Materials. [19, 74, 81, 82, 94, 122, 187]

2.2.2 Adhäsiver Verbund zu Zirkoniumdioxid

Der adhäsive Verbund zu Zirkoniumdioxid wurde parallel zum Vormarsch der Keramik ab den 1990er Jahren erforscht [73]. Die aktuelle Studienlage zum adhäsiven Verbund an Zirkoniumdioxid ist umfassend und die langfristige Stabilität des Haftverbundes ist umfassend belegt. In der Literatur finden sich diverse Studien zu Methoden der Oberflächenbehandlung vor der Anwendung von Adhäsivsystemen unter anderem durch Sandstrahlen mit Al_3O_2 , tribochemische Silikatisierung, Laser, Plasma und Säureätzung [34, 145]. Unter den Vorbehandlungen hat das Abstrahlen mit Al_3O_2 die höchste Evidenz [34, 92, 133, 145]. Dort, wo im Voraus eine Silikatschicht aufgebracht wurde, ist die Silanisierung von Zirkoniumdioxid sinnvoll.

Für den chemischen Verbund an der vorbereiteten ZrO_2 -Keramik eignen sich funktionelle Monomere. Reviews zum adhäsiven Verbund an Zirkoniumdioxid von *Scaminaci Russo et al.* aus dem Jahr 2019 [145], *Quigley et al.* von 2021 [133] sowie *Alammar und Blatz* von 2022 [3] kommen übereinstimmend zu dem Ergebnis, dass Sandstrahlen mit der zusätzlichen Verwendung eines phosphathaltigen Primers zu den besten Haftwerten führt. *Pott et al.* stellten bei der Untersuchung des Haftverbundes zwischen den Adhäsivsystemen Futurabond U, Futurabond M+ und Futurabond M+DCA in Kombination mit den Kompositen BifixSE, BifixQM und GrandioSO auf Zirkoniumdioxidoberflächen mittlere Haftwerte von bis zu 19,4 MPa fest [128].

Der Nutzen von phosphathaltigen Primern, meist 10-MDP, ist Gegenstand diverser Studien. Die funktionellen Monomere können mit ihrer Phosphatgruppe eine chemische Bindung zum Zirkoniumdioxid eingehen und dadurch einen stabilen adhäsiven Verbund aufbauen [6, 30, 92, 110, 126, 128, 133, 145]. Das Aufbringen eines phosphathaltigen Haftvermittlers führt auch in Kombination mit der Verwendung selbstadhäsiver Komposite zu verbesserten Haftwerten [2, 54, 189].

Nagaoka et al. beschreiben unterschiedliche Arten der Bindung von Zirkoniumdioxid zu 10-MDP, die in Abbildung 5 schematisch dargestellt sind (Abb. 5a-c). Zum einen kann die Phosphatgruppe von 10-MDP über eine Wasserstoffbrückenbindung an die -OH Gruppe von Zirkoniumdioxid binden (Abb. 5a). Abbildung 5b zeigt die mögliche ionische Bindung zwischen der

deprotonierten negativ geladenen Phosphatgruppe mit den positiv geladenen Zirkonionen.

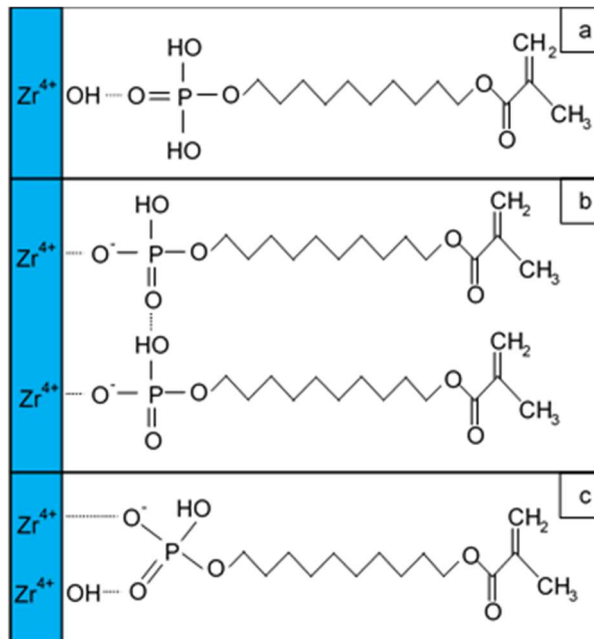


Abbildung 5a-c - mögliche chemische Bindungen von 10-MDP zu Zirkoniumdioxid, Abbildung modifiziert nach Nagaoka et al. [110].

Zudem kann die Phosphatgruppe über eine Wasserstoffbrückenbindung an die freie OH Gruppe der Phosphatgruppe eines weiteren 10-MDP Moleküls ionisch binden (Abb. 5b) oder eine Bindung an eine weitere Zr-OH Gruppe eingehen (Abb. 5c) [110].

Adhäsive Verbundstellen unterliegen in der Mundhöhle sowohl mechanischen Belastungen als auch thermischen und chemi-

schen Einflüssen, die zu Alterungserscheinungen führen [88]. In Vitro-Untersuchungen zeigen einen nachlassenden Haftverbund zu Zirkoniumdioxid nach künstlicher Alterung durch Wasserlagerung oder Thermocycling [34, 145, 188].

2.2.3 Metallische Legierungen in der dentalen Implantologie

Metalle sind in der Zahnheilkunde als Zahnersatzmaterial bereits fest etabliert [15, 27, 41]. In der modernen Zahnmedizin können festsitzende und herausnehmbare Restaurationen sowie Implantate aus verschiedenen Metalllegierungen hergestellt werden [8].

Metalle können als elementare Metalle oder in Legierungen vorkommen. Eine Legierung besteht aus verschiedenen metallischen und nichtmetallischen Bestandteilen, von denen mindestens ein Metall bezogen auf die Masse überwiegen muss. Sowohl Legierungen als auch elementare Metalle weisen einen metallischen Charakter auf, sie müssen entsprechend in einer metallischen Bindung vorliegen, ein metallischer Glanz, eine hohe Duktilität, hohe

elektrische und Wärmeleitfähigkeit und die Fähigkeit zur Salzbildung aufweisen. [135, 162]

Reaktionen mit Ihrer Umgebung können Werkstoffe, so auch Metalle, in ihren Eigenschaften verändern. Geht mit dieser Veränderung eine Qualitätsminderung einher, wird aus materialwissenschaftlicher Sicht von Korrosion gesprochen. Bei der Korrosion von Metallen bilden freiwerdende Ionen in weiteren chemischen Reaktionen eine Deckschicht auf der Oberfläche. Ist diese Deckschicht kompakt und gut haftend, hält sie die weitere Korrosion des Metalls auf und wird Passivierungsschicht genannt [23, 135]. Elementare nichtedle Metalle haben in der Regel keine für die klinische Anwendung geeigneten Eigenschaften. Durch Legierungsbildung mit anderen Elementen können die Eigenschaften jedoch modifiziert werden, um klinische Voraussetzungen zu erfüllen. Dentale Legierungen können nach ihren Indikationen, der Verarbeitungsweise und der Zusammensetzung eingeteilt werden. Nach der Zusammensetzung unterteilt man Edelmetalllegierungen von Nichtedelmetall-Legierungen [135]. Zu den Edelmetalllegierungen gehören solche auf Basis von Gold, Palladium oder Silber. Legierungen auf Basis von Kobalt, Nickel, Eisen, Titan oder Kupfer gehören zu den Nichtedelmetalllegierungen. [8, 134, 135]

In dieser Studie wird der adhäsive Verbund zu möglichen Implantatmaterialien untersucht. Aus diesem Grund werden in den beiden folgenden Kapiteln Titan und die experimentelle UFG-Niob-Legierung detaillierter betrachtet.

2.2.4 Titan

Titan ist ein Übergangsmetall der vierten Nebengruppe des Periodensystems. Es wird in der Zahnmedizin vorwiegend zur Herstellung dentaler Implantate und ihrer Aufbauten verwendet, eignet sich jedoch grundsätzlich auch für fest-sitzenden und herausnehmbaren Zahnersatz [134, 168]. Titan und seine Legierungen werden in die Grade 1 bis 39 eingeteilt, wobei die Grade 1 bis 4 verschiedene Reinheitsgrade von sogenanntem „Reintitan“ beschreiben. Reintitan enthält natürliche Verunreinigungen in Form geringer Anteile von Sauerstoff, Eisen, Stickstoff, Kohlenstoff und Wasserstoff. Neben Reintitan ist in der Zahnmedizin Titan Grad 5, eine Legierung aus Titan mit 6 % Aluminium und 4 % Vanadium (Ti-6Al-4V), verbreitet [85, 183]. Titan ist um etwa

25 - 33 % leichter als Edelmetalllegierungen, und hat etwa die halbe Masse wie gängige Nichtedelmetalllegierungen. Es hat eine mit Edelmetalllegierungen vergleichbare Härte und Elastizitätsmodul, eine hohe Duktilität sowie eine im Vergleich zu anderen Metallen geringe Wärmeleitfähigkeit. Der Schmelzpunkt von Titan liegt mit 1688 °C sehr hoch und erfordert ein hochkomplexes und spezielles Gussverfahren, weshalb Titan in der modernen (Zahn-)Medizin in der Regel computergestützt in additiven oder subtraktiven Techniken verarbeitet wird [51, 52, 158, 181]. Titan oxidiert schnell und bildet dabei eine passivierende Titanoxidschicht aus, die für die Korrosionsbeständigkeit und damit gute Biokompatibilität des Materials verantwortlich ist. [135, 162]

2.2.5 Adhäsiver Verbund zu Titan

Nachdem adhäsive Haftung an Zahnhartsubstanzen seit der ersten Beschreibung durch *Buonocore* 1955 [24] stetig weiterentwickelt wurde, schafften *Livaditis* und *Thompson* erstmals 1982 durch elektrolytische Ätzung der Metalloberfläche einen mikromechanischen Verbund zwischen Komposit und Metall [97, 162, 164, 165]. Nach heutigem Stand lässt sich durch Korundstrahlen der Metalloberfläche mit Al_2O_3 -Pulver mit Korngrößen von 50 – 250 μm ein mikromechanisches Retentionsmuster erzeugen. Die Benetzbarkeit der Metalloberfläche verbessert sich durch die Oberflächenvergrößerung und die höhere Oberflächenenergie. Zusätzlich wird Al_2O_3 durch punktuelle Schmelze in die Metalloberfläche eingelagert. Mit der anschließenden Verwendung eines geeigneten Verbundsystems wird eine mechano-chemische Retention mit hohen Verbundkräften möglich. [5, 53, 108]

Adhäsivsysteme müssen für die Herstellung eines adhäsiven Verbundes in der Lage sein, an die Passivierungsschicht von Titan zu binden. Für die chemische Bindung zwischen hydrophoben organischen Monomeren im Adhäsiv und der hydrophilisierten Metalloberfläche ist eine chemische Konditionierung der Adhärendoberfläche notwendig. Diese hat zum Ziel, der Oberfläche einen organischen Charakter zu verleihen. Sie erfolgt entweder durch Silikatisierung und Silanisierung, durch die Anwendung von Metallprimern oder direkt durch modifizierte Komposite [71, 72, 135]. Mittels bifunktioneller Monomere können

geeignete Primer oder selbstadhäsive Komposite direkt an die Oberflächenoxide der Metalloberfläche binden und bilden somit die Basis für die Anpolymerisation von Kompositen. Zu diesen bifunktionellen Monomeren gehören unter anderem 10-MDP und Biphenyldimethacrylat (BPDM) [93, 108, 117, 135, 162, 169, 186]. Die genauen Bindungsmechanismen sind bisher nicht durch Molekülspektroskopie untersucht worden.

Diverse Studien belegen den besseren adhäsiven Verbund auf der mit Al_2O_3 abgestrahlten und mit phosphathaltigen funktionellen Primern vorbehandelten Titanoberfläche im Vergleich zur unbehandelten Oberfläche [10, 44, 78, 151, 180, 184]. Eine Studie von *Taira et al.* von 2014 [163] zeigte, dass sich der Haftverbund zu Titan durch zusätzliche Säureätzung der Oberfläche weiter verbessern lässt. Auch andere Untersuchungen belegen den Vorteil der Säureätzung im Vergleich zum alleinigen Abstrahlen [13, 26, 55]. Weiterhin werden in der Literatur Oberflächenvorbehandlungen unter anderen mit Hitze und Lauge [26], Titan-Tetrafluorid [42], Plasma [76], Laser [10] und tribochemischer Silikatisierung [4, 75, 184] untersucht. In der Literatur werden je nach verwendeter Oberflächenvorbereitung, Adhäsivsystem und Komposit auf Titanoberflächen mittlere Haftwerte zwischen 0,7 MPa [151] und 24,9 MPa [93] angegeben.

Einige Studien beschäftigen sich mit dem adhäsiven Verbund zwischen Titan und Zirkoniumdioxid, vermittelt durch unterschiedliche Adhäsive und Komposite. *Mehl et al.* fanden in ihrer Studie aus 2018 auf Zirkoniumdioxidoberflächen vermehrt adhäsives Versagen, während auf Titanoberflächen vermehrt kohäsives Versagen beobachtet wurde [107]. Zu ähnlichen Erkenntnissen kamen auch *Hansen et al.* [60]. Im direkten Vergleich der Verbundfestigkeiten an Zirkoniumdioxid und Titan stellten *Carrabba et al.* keinen signifikanten Unterschied fest [28], wohingegen andere Studien die Überlegenheit der adhäsiven Verbindungen zu Titan gegenüber Zirkoniumdioxid proklamieren [112, 151].

2.2.6 Niob

Niob ist ein Übergangsmetall der fünften Nebengruppe des Periodensystems und steht damit in direkter Nachbarschaft zu Titan, was Ähnlichkeiten in Bezug auf Biokompatibilität und Materialeigenschaften nahelegt [11]. Niob wird aus Erzen immer in Kombination mit Tantal gewonnen, von dem es nicht restlos

zu trennen ist [147]. Beide Materialien haben eine sehr gute Biokompatibilität, die bei Niob in der hohen Korrosionsbeständigkeit durch eine sich schnell ausbildende passivierende Oxidschicht begründet ist [105, 119, 131]. Die häufigste Oxidationsform des Niobs ist Nb_2O_5 , welches sich als fest anhaftende Oxidschicht auf der gesamten Materialoberfläche auflagert und neben der hohen Korrosionsbeständigkeit eine herausragende chemische und thermische Stabilität, eine hohe mechanische Belastbarkeit sowie gute biologische Eigenschaften hat [142].

In der Medizin werden Nioboxid sowie Niob-Legierungen mit Zirkonium oder Titan sowohl als Implantatmaterialien, [103, 142] als auch als mögliche Oberflächenbeschichtungen von Implantaten zur Verbesserung der Biokompatibilität diskutiert [119, 131, 157]. Die Biokompatibilität und Gewebefreundlichkeit sowie die Möglichkeit der Osseointegration von endossalen Implantaten ist sowohl in-vitro [105, 119] als auch in-vivo [66] untersucht und bestätigt worden. Die mechanische Stabilität von reinem Niob ist allerdings nicht ausreichend für einen Einsatz als Implantatmaterial [116]. Die Weiterentwicklung von Niob-Legierungen im Hinblick auf die Entwicklung neuer Implantatmaterialien ist Gegenstand aktueller Forschung im Teilprojekt B04 des DFG-geförderten Sonderforschungsbereiches SFB/TRR-298 (SIIRI), an den diese Studie über eine „Integrated Research Training Group (IRTG) – Implant Technologies“ assoziiert ist.

2.2.7 Die experimentelle ultrafeinkörnige Niob-Legierung (UFG-Nb)

Die Legierungen des Übergangmetalls Niob haben eine hohe Duktilität und thermische Stabilität [114, 139]. Speziell Legierungen von Niob mit Zirkonium zeichnen sich zudem durch eine gute Biokompatibilität, Osseointegration und Korrosionsresistenz aus und sind daher in den Fokus der Biomaterialforschung, insbesondere der Forschung im Bereich neuer Implantatmaterialien, gelangt [105, 132, 138, 153]. Klassische Niob-Legierungen haben bei hoher Biokompatibilität und Korrosionsresistenz eine verhältnismäßig geringe Festigkeit [116]. Mittels Severe Plastic Deformation kann eine ultrafeinkörnige Mikrostruktur erzielt werden, wodurch sich die Festigkeit der Legierung erhöht, ohne dass die Duktilität des Materials wesentlich nachlässt. Die dafür notwen-

dige Reduktion der Korngröße wird durch wiederholte Deformation des Materials unter hohem Druck erzielt. Zur Härtung ist im Gegensatz zu anderen metallischen Biomaterialien keine Zugabe weiterer Legierungsbestandteile notwendig, was für die Biokompatibilität von Vorteil ist. [114, 132, 137, 138, 140, 153, 166]

UFG-Nb zeigen in-vitro eine hohe Langzeitstabilität auch bei mechanischer und chemischer Belastung. Selbst bei vorhandenen Ermüdungsrissen erhöht sich die Korrosionsanfälligkeit nur in geringen Maßen [138]. Die hohe Korrosionsbeständigkeit verdankt die Legierung unter anderem einer dichten Passivierungsschicht, die Reaktionen mit der Umgebung verhindert. Zudem führt die hohe Oberflächenhärte des Materials zu einem geringen Abrieb und bietet dadurch weniger freie Partikel, durch die Unverträglichkeitsreaktionen ausgelöst werden können [132, 138]. In der Vergangenheit wurden Niob-Legierungen als mögliche Implantatmaterialien [103] und für die Herstellung von Oberflächenbeschichtungen [131, 142] untersucht und teilweise klinisch angewendet. Als Implantatmaterial konnten sich klassische Niob-Legierungen bisher nicht etablieren. Die verbesserten Eigenschaften machen die neue UFG-Niob-Legierung zu einem vielversprechenden Material für zukünftige Implantate und die Legierung muss daher in Hinblick auf die unterschiedlichen Anforderungen an Implantatmaterialien weiter untersucht werden. Sowohl die mechanischen Eigenschaften als auch das Korrosionsverhalten der Legierung sind Gegenstand vorhandener in-vitro-Untersuchungen [114, 132, 138, 140, 166]. Die bisherigen Erkenntnisse hinsichtlich Biokompatibilität und Osseointegration beruhen größtenteils auf Untersuchungen an reinem Niob oder klassischen Niob-Legierungen [66, 105, 119, 131]. Demnach ergibt sich ein Forschungsbedarf bezüglich dieser Aspekte an der UFG-Niob-Legierung. Zu anderen relevanten Themen in der klinischen Anwendung, wie der Möglichkeit des adhäsiven Verbundes an UFG-Niob-Legierungen, gibt es bisher keine Daten.

2.2.8 Adhäsiver Verbund zu UFG-Niob-Legierungen

In der Literatur finden sich keine Untersuchungen zum adhäsiven Verbund an einer UFG-Niob-Legierung. *Yanagida et al.*, *Hieda et al.* und *Koizumi et al.* untersuchten den adhäsiven Verbund an unterschiedlichen Legierungen mit

Niob und proklamieren einen stabilen Verbund an diesen Materialien, was die Herstellung eines stabilen adhäsiven Verbundes auch an der UFG-Niob-Legierung vermuten lässt [63, 84, 185].

2.3 Anforderungen an Implantatmaterialien und Komplikationen in der dentalen Implantologie

Dentale Implantate erfahren in der Mundhöhle durch den Kaudruck eine stetige dynamische Belastung. Deshalb müssen Implantatmaterialien hohen mechanischen Belastungen standhalten und zudem eine hervorragende Biokompatibilität aufweisen und die Möglichkeit der Osseointegration bieten [18, 25, 59]. Aufgrund seiner Materialeigenschaften hat sich Titan zur Herstellung von Implantaten durchgesetzt und wird heute am häufigsten verwendet [85, 183]. Bereits in der Anfangsphase der modernen dentalen Implantologie ab den 1960er Jahren wurden auch Implantate aus Keramik, damals Aluminiumoxidkeramik, entwickelt. Infolge der geringen Biegefestigkeit kam es bei extraaxialer Belastung häufig zu Implantatfrakturen. Erst parallel zur Weiterentwicklung der Zirkoniumdioxidkeramik als Zahnersatzmaterial in den letzten Jahren wird Hochleistungskeramik wieder zunehmend auch als Implantatmaterial genutzt. [98, 141]

Mit steigender Zahl der implantologisch versorgten Patienten in der Zahnmedizin steigt auch die Relevanz der möglichen Komplikationen [32]. Es wird zwischen frühen Komplikationen während der Einheilphase des Implantats von Komplikationen am bereits osseointegrierten Implantat unterschieden [149]. Am häufigsten treten biomechanische und infektionsassoziierte Komplikationen am osseointegrierten Implantat auf [40, 95].

Mechanische Komplikationen können die Implantatfixtur sowie prothetische Komponenten betreffen [95]. Der Fokus dieser Arbeit liegt auf der Überprüfung der adhäsiven Verbundfähigkeit von Kompositen an UFG-Nb als potentiell hochbelastbares Material für Implantatfixturen. Im Folgenden werden daher Komplikationen an Implantatfixturen näher betrachtet. Frakturen der Implantatfixtur führen in der Regel zur Entfernung des Implantats und zählen daher zu den schwersten Komplikationen in der Implantologie. *Stoichkov* und *Kirov* stellten über einen Beobachtungszeitraum von 3 bis 10 Jahren eine Prävalenz für Implantatfrakturen von 2,3% fest [161]. Ursächlich scheinen primär eine

okklusale Überbelastung durch Parafunktionen oder insuffiziente okklusale Gestaltung der Suprakonstruktion sowie ein dünner Implantatdurchmesser zu sein [57, 161]. Ein vorangegangener infektionsbedingter Knochenabbau kann das Risiko für Implantatfrakturen weiter erhöhen [95]. In der Literatur finden sich zudem Hinweise, dass Implantatfrakturen an Zirkoniumdioxidimplantaten häufiger auftreten als an Titanimplantaten [59, 62, 156].

Die biologischen Komplikationen umfassen im Wesentlichen die Mucositis und Periimplantitis. Dabei handelt es sich um bakteriell bedingte entzündliche Erkrankungen des periimplantären Gewebes, die bei der Mucositis auf die Weichgewebe begrenzt bleiben und bei der Periimplantitis zu einem fortschreitenden Verlust des implantatumgebenden Knochens führen [40, 87, 149]. Periimplantitis hat laut *Dreyer et al.* und *Derks et al.* eine Prävalenz von 22 % und ist die häufigste Ursache für Implantatverlust [37, 40, 149]. Zu den Risikofaktoren der Periimplantitis zählen unter anderem schlechte Mundhygiene, eine positive Parodontitis-Anamnese, Rauchen sowie Diabetes Mellitus [40]. Die Therapie der Periimplantitis ist komplex und der Erfolg schlecht vorhersagbar [148]. Aktuelle Konzepte setzen daher verstärkt auf Prävention. Sollte eine Intervention unerlässlich sein, basiert die Therapie heutzutage auf Entfernung des pathogenen Biofilms sowie adjuvanter lokaler antiseptischer oder chirurgischer Therapie [38, 148]. *Schwarz et al.* geben je nach Technik im Rahmen der chirurgischen Therapie bei Patienten/Patientinnen mit regelmäßiger Nachsorge Erfolgsraten von 33 – 75 % an. *Schwarz et al.* definieren „Therapieerfolg“ als klinisch entzündungsfreie Verhältnisse mit stabilem Knochniveau, nicht zwingend als Gewinn von neuem Knochen [148].

Neben bakteriell bedingten Entzündungen des periimplantären Gewebes wird auch der Einfluss von Unverträglichkeitsreaktionen auf die periimplantäre Gesundheit diskutiert [77]. Grundsätzlich können Implantat- oder Zahnersatzmaterialien über den Kontakt zu Schleimhäuten oder die systemische Aufnahme kleiner Partikel immunologische Unverträglichkeitsreaktionen auslösen. In der Literatur finden sich keine Beschreibungen von toxischen oder Unverträglichkeitsreaktionen auf Zirkoniumdioxid. Unverträglichkeitsreaktionen auf metallische Dentallegierungen werden von Korrosionsprodukten ausgelöst, folglich sind korrosionsresistente Metalle tendenziell biokompatibler als korrosionsanfällige Legierungen [9, 99, 155]. Entsprechend *Sicilia et al.* liegt

die Prävalenz der allergischen Reaktionen auf Titan bei 0,6 % [154]. Im Vergleich reagierten in einer 2019 von *Rosholm Comstedt et al.* veröffentlichten Studie 7,5 % der Personen allergisch auf Cobalt, welches ein wichtiger Bestandteil gängiger Nichtelegierungen ist [136]. Die Prävalenz von Titanallergien ist zwar gering, jedoch nehmen Allergien, auch auf Titan, in der Bevölkerung seit Jahren ohne schlüssige Erklärung zu [90, 160].

Die mechanischen Einschränkungen von Zirkoniumdioxidkeramik als Implantatmaterial und die möglichen biologischen Kontraindikationen bei der Verwendung von Titan machen die Entwicklung neuer Implantatmaterialien notwendig. Die Erarbeitung erfolgreicher Strategien in der Periimplantitistherapie ist angesichts der großen klinischen Tragweite dieser Erkrankung und der aktuell wenig zufriedenstellenden Behandlungsoptionen zwingend erforderlich.

3 Problemstellung

Dentale Implantate werden heute meist aus Titan gefertigt [56, 85, 183]. In den seltenen Fällen von Materialunverträglichkeiten gegen Titan als dentalen Werkstoff eignet sich Zirkoniumdioxidkeramik als Alternativmaterial [154]. Aufgrund seiner im Vergleich zu Metallen reduzierten mechanischen Belastbarkeit bestehen jedoch Einschränkungen im Indikationsspektrum [59]. Die häufigste biologische Komplikation bei dentalen Implantaten ist die Periimplantitis, eine entzündliche Erkrankung des implantatumgebenden Knochens, die zum Knochenabbau und langfristig zum Implantatverlust führen kann [36, 40]. Im Rahmen der Entwicklung neuer präventiver Therapien ergeben sich Anforderungen an Implantatmaterialien, die Titan und Zirkoniumdioxid bisher nicht erfüllen können. Eine ultrafeinkörnige Legierung mit Niob (UFG-Nb), einem Metall aus der Titangruppe, scheint in Bezug auf mechanische und biologische Materialeigenschaften eine vielversprechende Alternative als Werkstoff zur Herstellung dentaler Implantate zu sein.

Im Rahmen des Teilprojekts B04 des DFG-geförderten Sonderforschungsbereich SIIRI (= **S**icherheitsintegrierte und **i**nfektionsreaktive Implantate) soll ein Implantat mit integrierter Pumpe zur benutzerinduzierten Wirkstofffreisetzung entwickelt werden. Abbildung 6 zeigt ein Modell des Implantats (Abb. 6). Das verwendete Implantatmaterial soll den Anforderungen an die Entwicklung eines Implantats mit integrierter Pumpe gerecht werden sowie eine hohe mechanische Belastbarkeit und exzellente Biokompatibilität aufweisen. Ein vielversprechendes Material für dieses Implantat ist UFG-Nb. Abbildung 7 zeigt den Prototypen eines Implantats aus UFG-Nb (Abb. 7). Elementar für die angestrebte Funktion des neuen Implantats ist die sichere Fixierung der Mikropumpe im Implantatinneren, die durch Pumpbewegungen oder denkbare Kollision von Instrumenten beim Nachfüllen des Wirkstoffes verschiedenen Kräften ausgesetzt ist. Für die Befestigung kommen dentale Adhäsivsysteme und Komposite verschiedener Viskosität in Frage.

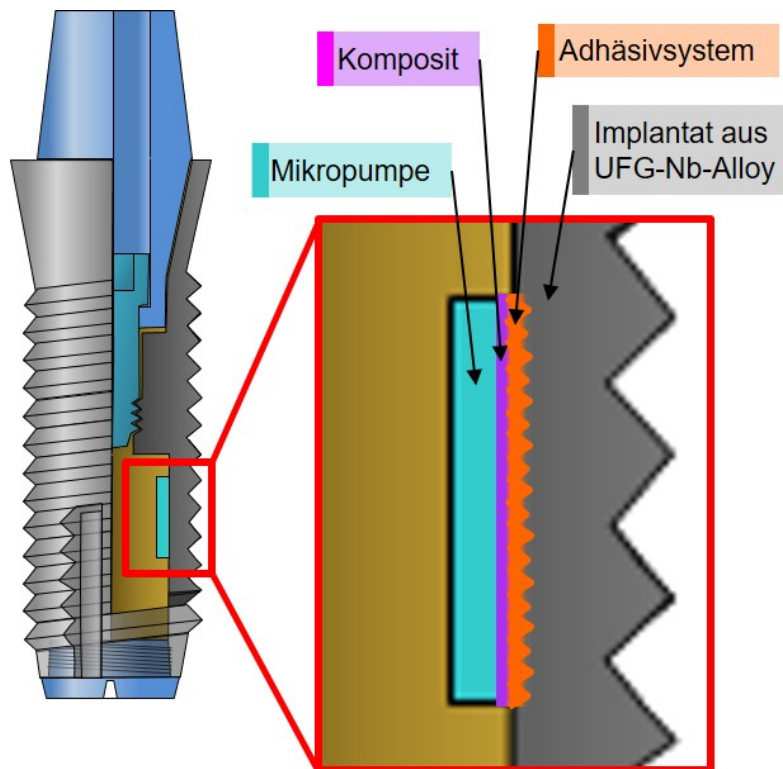


Abbildung 6 - Modell eines Implantats mit integrierter Pumpe. Abbildung modifiziert nach Pott et al.



Abbildung 7 - Prototyp eines Implantats aus UFG-Nb bestehend aus Implantatfixtur (■) und experimentellem Abutment (▲).

Das Ziel dieser Studie war es, den adhäsiven Verbund zwischen UFG-Nb und verschiedenen Adhäsivsystem-Komposit-Kombinationen mit den jeweiligen Verbundfestigkeiten zu den etablierten Materialien Ti-6Al-4V und Zirkoniumdioxid zu vergleichen. Dafür wurden folgende Hypothesen aufgestellt:

1. Die initiale Verbundfestigkeit der untersuchten UFG-Nb-Adhäsiv-Komposit-Kombinationen ist unabhängig vom verwendeten Adhäsivsystem.
2. Die initiale Verbundfestigkeit der untersuchten UFG-Nb-Adhäsiv-Komposit-Kombinationen ist unabhängig vom verwendeten Komposit.
3. Die initiale Verbundfestigkeit der Substrat-Adhäsiv-Komposit-Kombinationen ist unabhängig vom Substrat.
4. Künstliche Alterung hat keinen Einfluss auf die Verbundfestigkeit der untersuchten Substrat-Adhäsiv-Komposit-Kombinationen.

4 Material und Methoden

4.1 Studiendesign

Für die Untersuchung der Verbundfestigkeit zwischen den unterschiedlichen Adhäsivsystem-Komposit-Kombinationen (AKK) jeweils zu den Substraten UFG-Nb, Titan und Zirkoniumdioxid wurden die drei Substrate in Epoxidharz eingebettet. Auf die Oberflächen wurde jeweils eins der drei untersuchten Adhäsivsysteme aufgetragen. Um eine definierte Verbundfläche zu erreichen, wurde auf die vorbereitete Fläche jeweils eines der drei Komposite in einen Plexiglaszylinder appliziert und polymerisiert (Abb. 8). Im ersten Teil des Versuchs wurde die Bruchbelastbarkeit der Proben im Schertest ohne vorherige künstliche Alterung überprüft. Im zweiten Versuchsteil wurden die Proben vor der Bruchbelastung künstlich durch 5000 Zyklen im Thermocycling gealtert. In den resultierenden 54 Versuchsgruppen wurden jeweils 10 Probekörper genutzt ($n=10$).

Aufgrund der begrenzten Materialverfügbarkeit von UFG-Nb wurden jeweils 20 Prüfkörper je Substrat hergestellt. Die Oberflächen der Prüfkörper wurden nach den Scherversuchen zur Entfernung von Adhäsiv- und Kompositresten und zur Vorbereitung der Oberfläche sandgestrahlt, was durch Sichtung der Oberfläche unter dem Lichtmikroskop überprüft wurde (Abb. 8b). Anschließend konnten die Prüfkörper für weitere Versuchsreihen genutzt werden.

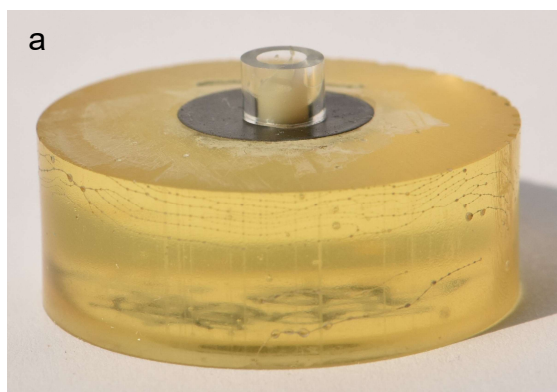


Abbildung 8a - Probe aus Titan mit appliziertem Adhäsiv und Komposit im Plexiglaszylinder.

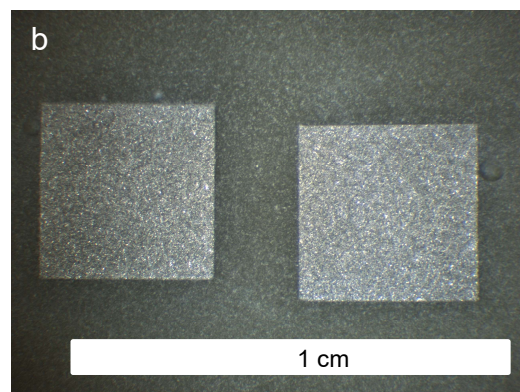


Abbildung 8b - mit 110 µm Al_3O_2 abgestrahlte UFG-Nb-Oberfläche bei 6,5-facher Vergrößerung.

Der detaillierte Versuchsablauf ist im Flowchart-Diagramm in Abbildung 9 skizziert (Abb. 9).

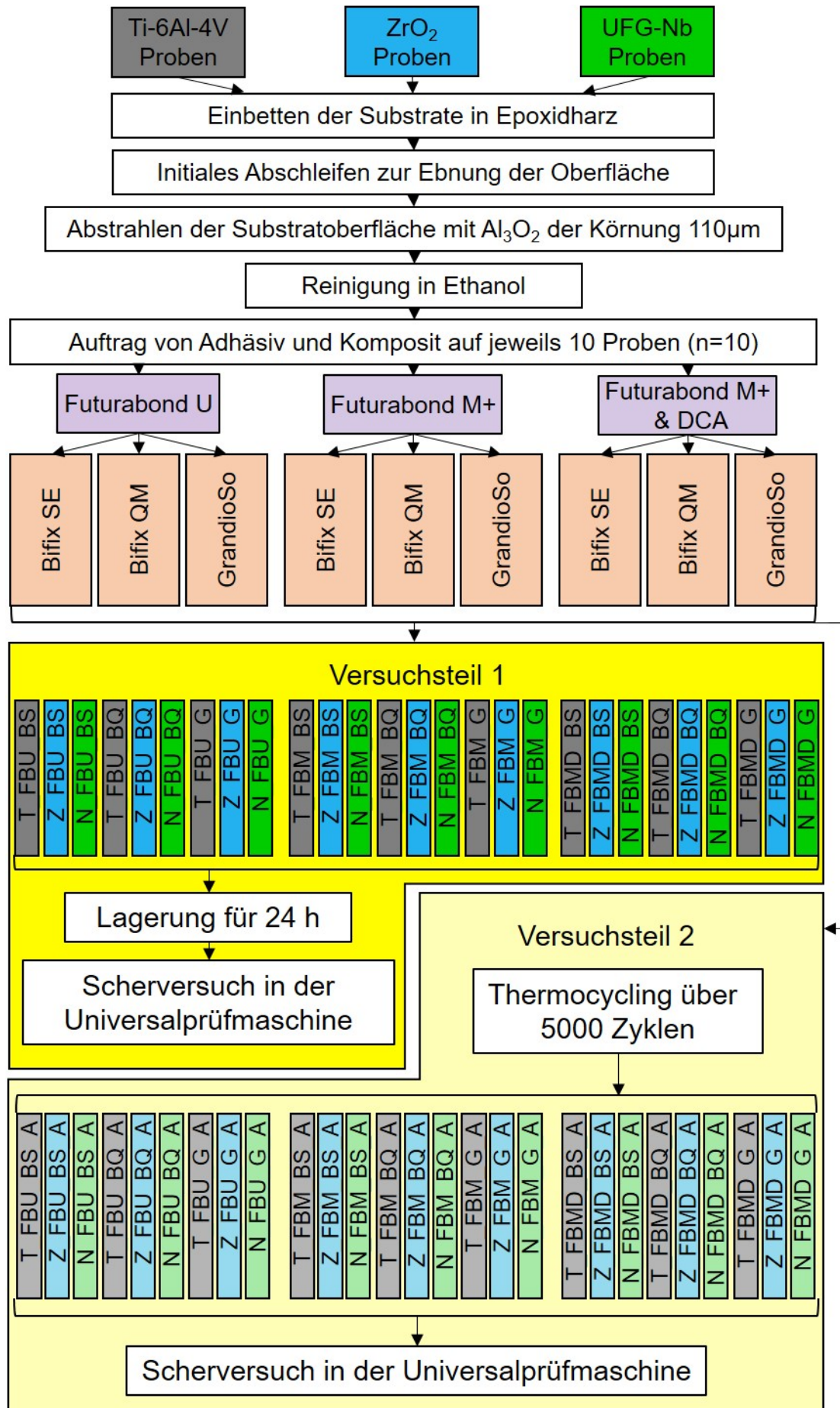


Abbildung 9 - Schema des Versuchsablaufs.

4.2 Verwendete Materialien

4.2.1 Substrate

Die Probekörper aus Ti-6Al-4V (T) und aus Zirkoniumdioxidkeramik (Z) wurden aus Materialrohlingen im Biomaterialforschungslabor der Klinik für Zahnärztliche Prothetik und Biomedizinische Werkstoffkunde hergestellt. Die Proben aus UFG-Nb (N) wurden im Institut für Werkstoffkunde der Leibniz Universität Hannover durch die Arbeitsgruppe von Prof. Dr.-Ing. Hans-Jürgen Maier gefertigt und für diese Studie zur Verfügung gestellt.

4.2.2 Adhäsivsysteme

Es wurden drei Adhäsivsysteme der Firma VOCO GmbH verglichen (Abb. 10a-c).

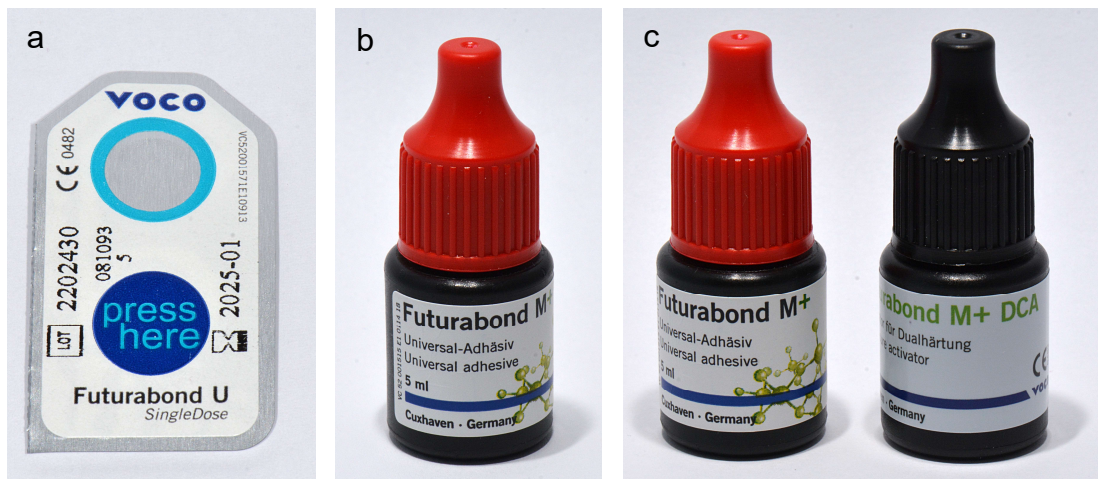


Abbildung 10a-c - Gebinde der getesteten Adhäsivsysteme Futurabond U (a), Futurabond M+ (b) und Futurabond M + DCA (c), alle VOCO GmbH.

Futurabond U (FBU) (VOCO GmbH, Cuxhaven, Deutschland) ist ein dualhärtendes Universaladhäsiv, das neben organischen Säuren, Katalysatoren, Initiatoren und Stabilisatoren die Methacrylate Bis-GMA, UDMA, HEMA und HEDMA enthält. Neben der Befestigung von Restaurationen am Zahn ist es auch zur Reparatur von Materialien aus Oxidkeramik, Metall und weiteren Materialien zugelassen. Dafür können alle licht-, dual- und selbsthärtenden Komposite auf Methacrylatbasis verwendet werden. (Abb. 10a) [172]

Futurabond M+ (FBM) (VOCO GmbH, Cuxhaven, Deutschland) ist ein lichthärtendes Universaladhäsiv, das als vernetzende Monomere die Methacrylate UDMA und HEMA enthält. Auch dieses Adhäsiv ist unter anderem für die

Verwendung an Oxidkeramik und Metall zugelassen. Nach dem Auftragen von Futurabond M+ können alle lichthärtenden Komposite auf Methacrylatbasis verwendet werden. (Abb. 10b) [175]

Sowohl Futurabond U als auch Futurabond M+ enthalten saure bifunktionelle Monomere mit einer Phosphorsäuregruppe, die eine chemische Bindung zwischen Substrat und Komposit ermöglichen [170, 172].

Durch die Mischung des Dual Cure Activators (VOCO GmbH, Cuxhaven, Deutschland) mit Futurabond M+ (FBMD) wird dieses dualhärtend, sodass z. B. vor der Befestigung indirekter Restaurationen auf die Lichthärtung verzichtet werden kann. Zudem können nach der Anwendung des Dual Cure Activators zusätzlich dual- und selbsthärtende Komposite auf Methacrylatbasis verwendet werden. (Abb. 10c) [171]

4.2.3 Komposite

Es wurden zwei fließfähige Befestigungskomposite und ein modellierbares direktes Füllungskomposit der Firma VOCO Dental verglichen, die in Abbildung 10a-c dargestellt sind. (Abb. 11a-c)

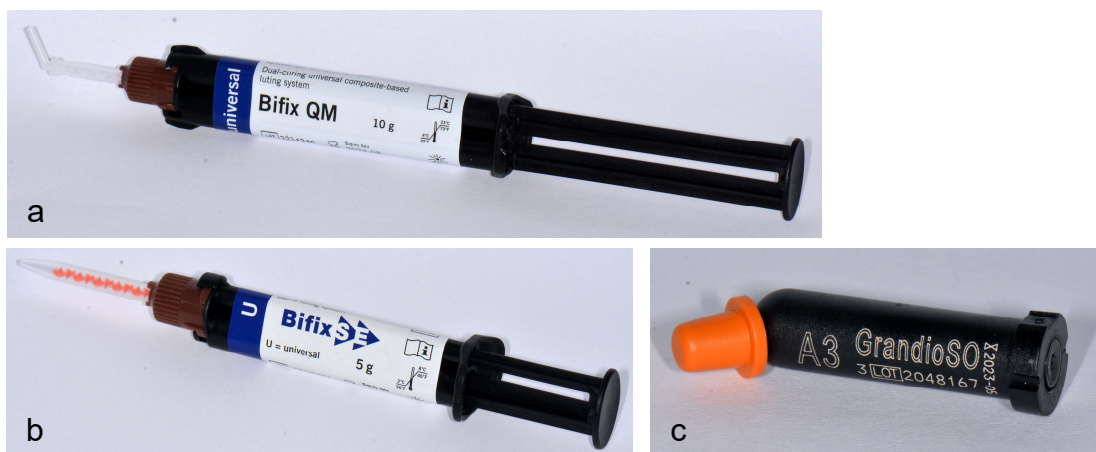


Abbildung 11a-c - Gebinde der getesteten Komposite Bifix QM (a), Bifix SE (b) und GrandioSo (c), alle VOCO GmbH.

BifixQM (BQ) (VOCO GmbH, Cuxhaven, Deutschland) ist ein dualhärtendes, universelles Befestigungssystem auf Kompositbasis. Es wird zur definitiven Befestigung von Restaurationen aus Keramik, Metall und Komposit verwendet. Restaurationen aus Metall, Komposit und Zirkoniumdioxid werden mit maximal 2 bar Druck abgestrahlt und im Anschluss mit einem geeigneten Adhäsivsystem vorbereitet. Anschließend wird BifixQM aufgetragen und die

Restauration auf dem vorbereiteten Zahn befestigt. Nach der Entfernung von Überschüssen wird die Befestigungsfuge für mindestens 20 s mit der Polymerisationslampe beleuchtet. (Abb. 11a) [174, 179]

BifixSE (BS) (VOCO GmbH, Cuxhaven, Deutschland) ist ein dualhärtendes, selbstadhäsives Befestigungssystem auf Kompositbasis. Es eignet sich zur definitiven Befestigung indirekter Restaurationen aus Keramik, Zirkoniumdioxid, Komposit und Metall. Die Restaurationsoberfläche wird vor der Applikation von BifixSE getrocknet und nach den Angaben des Restaurationsherstellers vorbereitet. Im Anschluss wird BifixSE aufgetragen. Transluzente Restaurationen werden von allen Seiten 20 s lichtgehärtet. Opake Restaurationen werden entlang der Befestigungsfuge für 10 s pro Seite lichtgehärtet. Die Polymerisation ist nach 4 min abgeschlossen. (Abb. 11b) [177, 178]

GrandioSO (G) (VOCO GmbH, Cuxhaven, Deutschland) ist ein lichthärtendes Füllungsmaterial auf Methacrylatbasis. Nach der Anwendung eines lichthärtenden Dentin-Schmelzbonds kann es für Füllungen und Aufbauten im Front- und Seitenzahnbereich genutzt werden. Das Material wird in maximal 2 mm dicken Inkrementen aufgebracht und anschließend mindestens 20 s lichtgehärtet. (Abb. 11c) [173, 176]

4.3 Prüfkörperherstellung

Das im Folgenden beschriebene Verfahren zur Prüfkörperherstellung ist an der Medizinischen Hochschule Hannover etabliert [125, 126, 128, 130].

Für die Herstellung der Zirkoniumdioxidprüfkörper wurden 30 Weißlingrotunden der Firma METOXIT (Metoxit AG, Thayngen, Schweiz) mit einer zirkumferenten Rille etwa 2-3 mm von einem Ende entfernt versehen, die der Makroretention der Probe in der Einbettmasse dient. Im Anschluss wurden die Weißlinge entsprechend der Verarbeitungsvorgaben des Herstellers bei einer Maximaltemperatur von 1500 °C gesintert. Die Rotunden mit 12 mm Durchmesser wurden mit Aluminiumoxid der Körnung 150 µm abgestrahlt und in Epoxidharz eingebettet.

Für die Prüfkörperherstellung aus Titan wurden Scheiben von industriell gefertigten Titanstangen mit 12 mm Durchmesser in Epoxidharz eingebettet. Die UFG-Nb-Proben wurden in Quadern mit Maßen von 5x5 mm vom Institut für

Werkstoffkunde der Leibniz-Universität Hannover zur Verfügung gestellt und ebenfalls in Epoxidharz eingebettet. Auf allen Proben war ausreichend Platz für die runde Klebefläche mit 3 mm Durchmesser vorhanden.

Vor dem Einbetten wurden die Proben mit doppelseitigem rückstandslos entfernbarem Klebeband (Tesa Doppelband / FotoStrip, Tesa, Norderstedt, Deutschland) am Boden einer Hohlform mit einem Innenmaß von 30 mm (Buehler SamplKups 1.5 in, Buehler, Lake Bluff, Illinois, USA) befestigt, um zu vermeiden, dass große Mengen Epoxidharz unter die Probe laufen. Im Anschluss wurden die Formen mit 2-Komponenten Epoxidharz (Buehler EpoThin, Buehler, Lake Bluff, Illinois, USA) aufgefüllt, das im Verhältnis fünf (Basis) zu zwei (Härter) angemischt wurde. Zur Vermeidung von Blasenbildung fand die initiale Aushärtungsphase unter Vakuum statt. Im Anschluss härtete das Epoxidharz über 24 Stunden aus. Abbildung 12a-c stellen den Einbettvorgang exemplarisch dar (Abb. 12a-c)

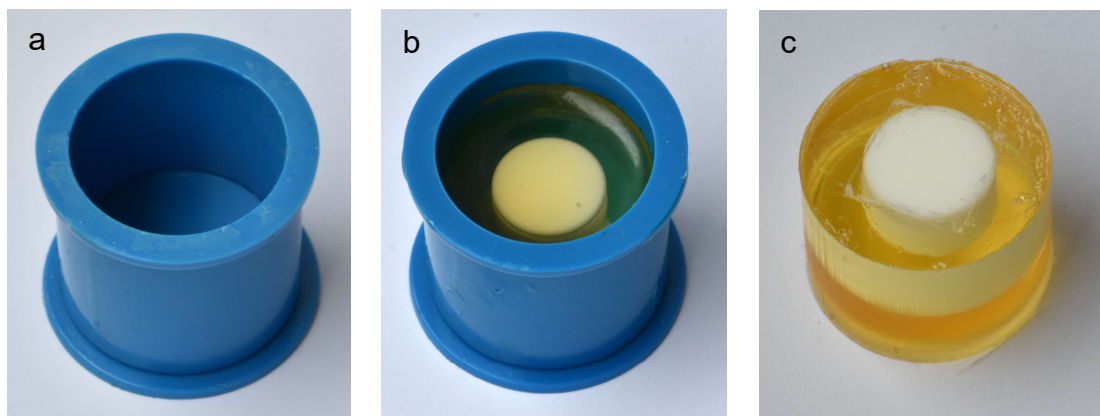


Abbildung 12a-c - Buehler Hohlform mit 30mm Innenmaß leer (a) und mit in Epoxidharz eingebetteter Zirkoniumdioxidrotunde (b) sowie Prüfkörper aus Zirkoniumdioxid nach dem Ausbetten (c).

Nach dem Aushärten wurden die Prüfkörper aus den Hohlformen gelöst. Epoxidharzreste auf der Probenoberfläche wurden manuell mit Diamantscheiben der Körnungen 165 μm , 70 μm und 45 μm entfernt. Im Anschluss wurden alle Proben zur Vorbereitung der Oberfläche mit Aluminiumoxid der Körnung 110 μm in einem Abstand von etwa 2 cm und bei 6 bar abgestrahlt (Abb. 13).

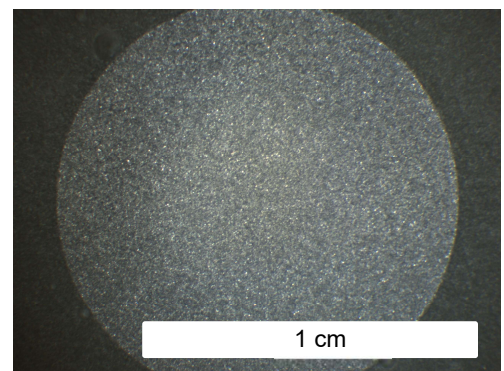


Abbildung 13 - mit 110 μm Al_3O_2 abgestrahlte Titanoberfläche bei 6,5-facher Vergrößerung.

Abbildung 14 demonstriert die Probenherstellung schematisch (Abb. 14).

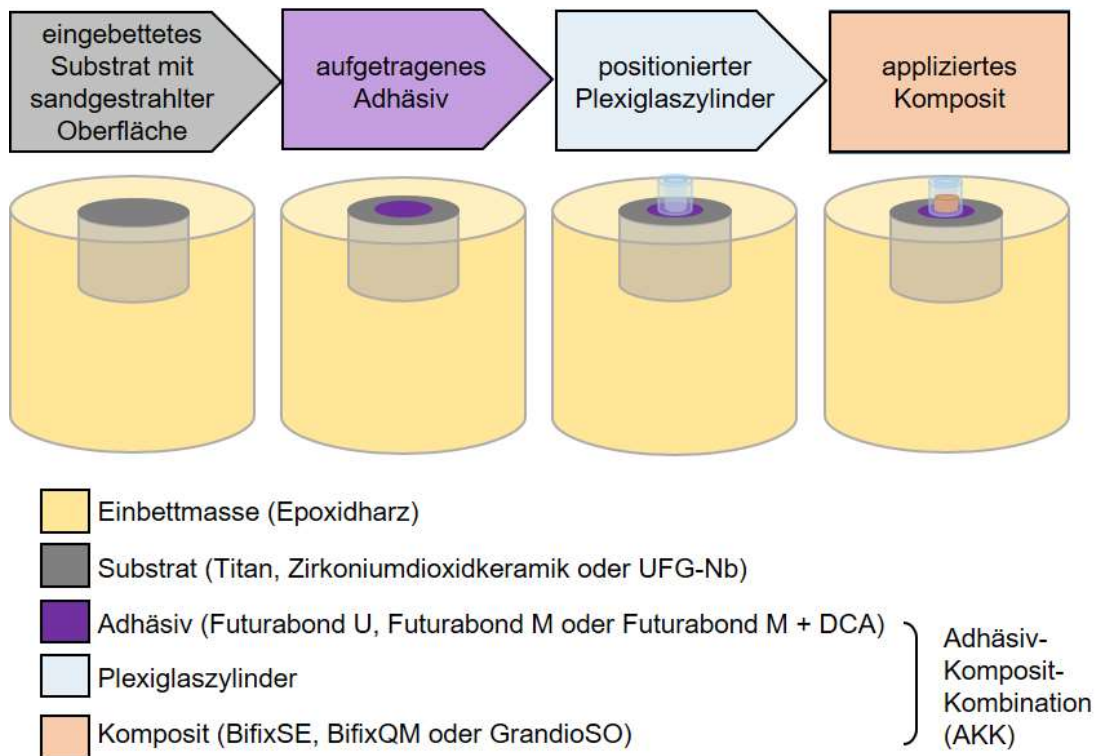


Abbildung 14 - Schematischer Ablauf der Prüfkörperherstellung.

Auf die Probenoberflächen wurde entsprechend der jeweiligen Gruppenzugehörigkeit ein Adhäsiv appliziert und lichtgehärtet. Alle getesteten Adhäsive wurden 20 s auf der Substratoberfläche einmassiert, 5 s mit Druckluft verblasen und anschließend 10 s mit einer Polymerisationslampe (Bluephase® G2, Ivoclar Vivadent, Ellwangen, Deutschland) lichtgehärtet. Die Polymerisationslampe wurde so in einer Halterung fixiert, dass der Abstand der Lichtquelle zum Prüfkörper immer um 3 cm betrug.

Auf die vorbereitete Oberfläche wurde das Komposit in einem Plexiglaszylinder mit einem Innendurchmesser von 3 mm (BEGO Hohlsticks 5 mm, BEGO Implant Systems GmbH & Co KG, Bremen, Deutschland) aufgetragen und anschließend entsprechend der Verarbeitungsvorgabe des Herstellers lichtgehärtet. Die Materialien BifixSE und BifixQM wurden 30 s lichtgehärtet. Das Komposit GrandioSO wurde 60 s lichtgehärtet.

4.4 Scherversuch

Nach der Herstellung der Proben wurden diese 24 Stunden bei Raumtemperatur gelagert, um eine vollständige Durchhärtung der dual härtenden Komposite zu gewährleisten.

Die aufgebrachten Kompositzylinder wurden im Anschluss unter Messung der Kraft in einer Universalprüfmaschine (UTS 20K, UTS Testsysteme GmbH & Co KG, Ulm, Deutschland) im Scherversuch bis zum Bruch belastet. Dabei konnte der Plexiglaszylinder an der Probe verbleiben, da sich das Adhäsiv nicht mit dem Formmaterial verbindet [125].

Um alle Prüfkörper an gleicher Stelle in der Universalprüfmaschine zu fixieren, wurden sie in eine zweiteilige Halterung eingespannt. Der zweigeteilte Probenträger hat eine mittige 30 mm-Bohrung, um die Probe aufzunehmen. Sein Unterteil wird fest an der Basis der Universalprüfmaschine ver-

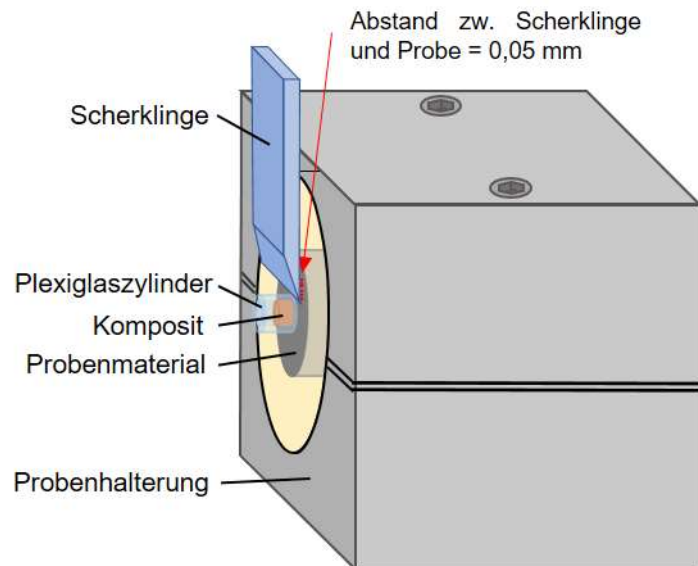
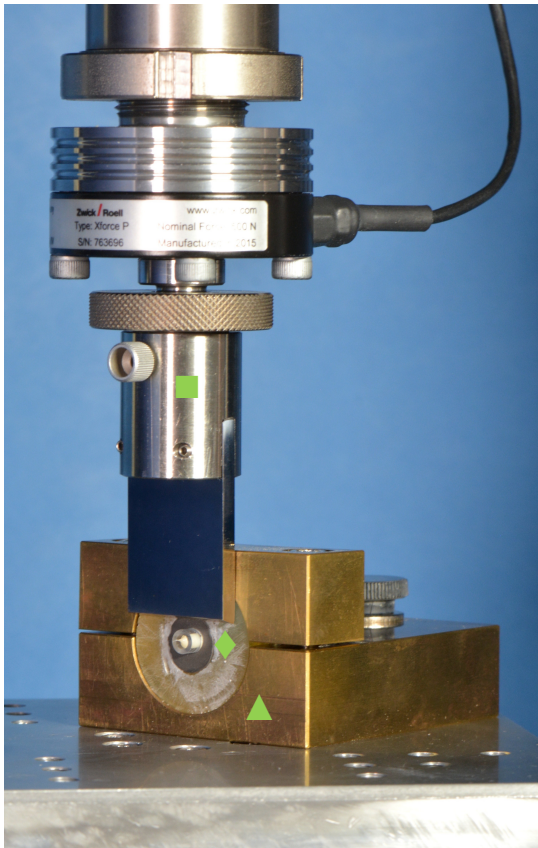


Abbildung 15 - Schemazeichnung der Einspannung einer Probe im Probenträger.

schraubt. Das Oberteil wird mit zwei Schrauben auf dem Unterteil verschraubt. Die Halterung wurde auf dem Träger der Universalprüfmaschine so fixiert, dass die vordere Fläche einen Abstand von 50 μm zur Scherklinge hatte.

Um die Probe in die Probenhalterung einzuspannen, wurde die Scherklinge auf ihre Null-Position etwas Oberhalb der Öffnung in der Probenhalterung gebracht. Nach Einlegen des Prüfkörpers wurde die Scherklinge abgesenkt bis wenige Millimeter Platz zum Kompositzylinder verblieben. Im nächsten Schritt wurde der Prüfkörper so positioniert, dass zwischen Scherklinge und Probenoberfläche oberhalb des Kompositzylinders eine 0,05 mm Fühlerlehre mit leichtem Widerstand hängen blieb. In dieser Position wurde der Prüfkörper fixiert, indem das Oberteil der Probenhalterung fest auf das Unterteil geschraubt wurde. Im Anschluss wurde die Scherklinge möglichst nah an den Kompositzylinder herangefahren, ohne diesen zu berühren. Aus dieser Position wurde die Messung gestartet. Abbildung 15 zeigt schematisch die eingespannte Probe in der Halterung (Abb. 15).



Während der Messung bewegt sich die Scherklinge kontinuierlich mit einer Geschwindigkeit von 0,5 mm/min nach unten. Dabei misst eine Kraftmessdose die Kraft, die auf den Kompositzylinder aufgebracht wird. Die Messung wird automatisch beendet, wenn ein Kraftabfall von 20 N eintritt, der dem Versagen des adhäsiven Verbundes entspricht. Abbildung 16 zeigt eine Probe in der Universalprüfmaschine (Abb. 16).

Abbildung 16 – Probe aus Titan (◆) fixiert in Probenhalterung (▲) für die Universalprüfmaschine (■)

4.5 Künstliche Alterung

Zur künstlichen Simulation der Alterung des Haftverbundes im Patientenmund wurden Proben nach gleicher Methodik hergestellt und anschließend für 5000 Zyklen im Thermocycling belastet. Die Proben verweilten jeweils 30 Sekunden in 5 °C und 55 °C warmem Wasser, die Wechseldauer betrug 10 Sekunden. Ein Zyklus dauerte somit 80 Sekunden. Die verwendete Prüfkörperhalterung und die Thermocyclingbäder sind in Abbildung 17 a-b dargestellt (Abb. 17a-b). Nach der künstlichen Alterung wurden die Proben ebenfalls im Scherversuch belastet.

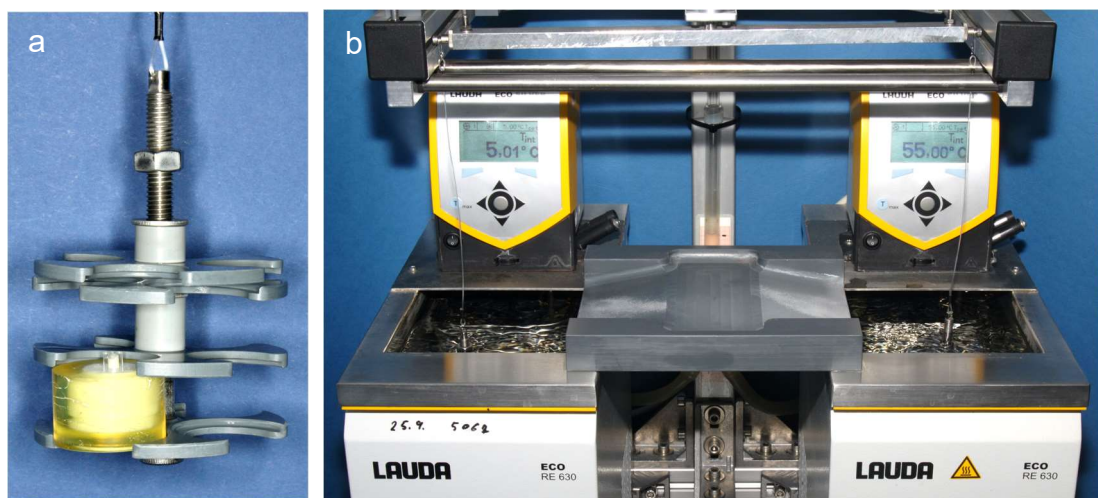


Abbildung 17a-b - Prüfkörperhalterung für bis zu 8 Proben, exemplarisch mit einer Probe bestückt (a) und Thermocyclingbäder mit eingehängten Prüfkörperhalterungen (b).

4.6 Statistische Auswertung

Die Auswertung der Ergebnisse erfolgte mit IBM SPSS Statistics Version 26/27. Die Ergebnisse wurden mittels Levene-Test auf Varianzgleichheit geprüft. Die Homogenität der Varianzen wurde mittels Kolmogorov-Smirnov-Anpassungstest nachgewiesen. Die im Anschluss durchgeführte einfaktorielle ANOVA ergab Unterschiede unter den verschiedenen Gruppen. Mittels Post-hoc Tukey Tests wurden diese Unterschiede in relevanten Einzelvergleichen identifiziert. Das Signifikanzniveau wurde auf $p=0,05$ festgelegt.

5 Ergebnisse

Zunächst werden die Ergebnisse des ersten Versuchsteils vor künstlicher Alterung innerhalb der Substrate Titan, Zirkoniumdioxid und UFG-Niob-Legierung dargestellt. Im Anschluss erfolgt der Vergleich der drei Substrate mit gleicher Adhäsiv-Komposit-Kombination (AKK) untereinander. In der Ergebnisdarstellung des zweiten Versuchsteils erfolgt zuerst die Darstellung der Vergleiche innerhalb der gealterten Gruppen des jeweils gleichen Substrats. Anschließend werden auch nach Alterung die drei Substrate mit gleicher AKK untereinander verglichen. Danach werden paarweise die Vergleiche der ungealterten und gealterten Gruppen gezogen.

5.1 Deskriptive Ergebnisdarstellung aus Versuchsteil 1 - Scherbelastbarkeit ungealterter Probekörper

Tabelle 1 gibt einen Überblick über die Mittelwerte, die Standardabweichungen sowie die Minimal- und Maximalwerte der Scherbelastbarkeiten der Versuchsgruppen ohne künstliche Alterung (Tab. 1).

Tabelle 1 – Messergebnisse der Versuchsgruppen ohne künstliche Alterung.

Versuchsgruppe	Mittelwert [MPa]	Std.-Abweichung [MPa]	Minimum [MPa]	Maximum [MPa]
T_FBU_BS	19,06	1,91	16,75	22,17
T_FBU_BQ	16,88	1,59	14,58	19,33
T_FBU_G	15,72	1,86	12,40	18,71
T_FBM_BS	18,55	7,00	3,28	30,68
T_FBM_BQ	16,29	1,82	13,29	20,20
T_FBM_G	14,68	2,83	9,37	19,52
T_FBMD_BS	17,78	2,83	14,05	21,66
T_FBMD_BQ	19,88	2,72	13,92	23,73
T_FBMD_G	14,97	3,29	6,63	18,88
Z_FBU_BS	16,66	2,28	13,27	21,48
Z_FBU_BQ	16,01	3,25	12,32	23,88
Z_FBU_G	15,51	3,28	11,98	23,13
Z_FBM_BS	14,45	2,61	10,42	18,62
Z_FBM_BQ	14,30	1,26	12,33	15,68
Z_FBM_G	16,69	2,41	13,65	22,32
Z_FBMD_BS	16,00	2,56	12,80	21,79
Z_FBMD_BQ	18,67	2,93	14,33	23,70
Z_FBMD_G	14,59	2,89	11,06	21,28

Fortsetzung Tabelle 1				
Versuchsgruppe	Mittelwert [MPa]	Std.-Abweichung [MPa]	Minimum [MPa]	Maximum [MPa]
N_FBU_BS	19,74	2,38	16,37	24,41
N_FBU_BQ	17,20	1,52	15,52	20,51
N_FBU_G	15,88	3,26	11,66	22,28
N_FBM_BS	18,49	2,98	14,75	25,06
N_FBM_BQ	14,57	3,66	4,80	17,44
N_FBM_G	15,88	3,27	11,66	22,28
N_FBMD_BS	18,91	2,92	13,52	23,03
N_FBMD_BQ	18,98	2,60	14,95	22,94
N_FBMD_G	16,89	3,17	11,45	21,71

Aufgrund der Anzahl der einzelnen Versuchsgruppen erfolgt aus Gründen der Übersichtlichkeit die grafische Darstellung der Messergebnisse in Boxplot-Diagrammen aufgeteilt nach dem verwendeten Substratmaterial (Tab. 2-4).

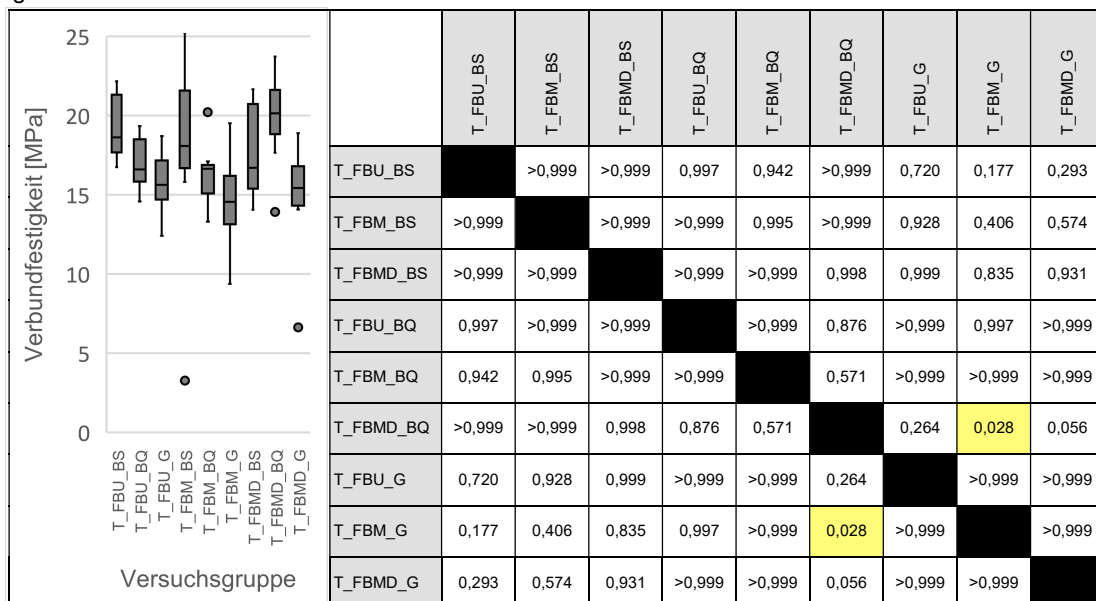
5.2 Statistische Auswertung der Messergebnisse aus Versuchsteil 1

Für die statistische Auswertung der Ergebnisse wurde zunächst die Normalverteilung der Daten mittels Kolmogorov-Smirnoff Test bestätigt. Die Varianzgleichheit wurde mittels Levene-Analyse belegt.

Die zunächst durchgeführte ANOVA war signifikant ($p < 0,001$). Die relevanten Einzelvergleiche der Verbundfestigkeiten erfolgten mittels Tukey-Tests.

5.2.1 Einzelvergleiche innerhalb der Titan-Gruppen

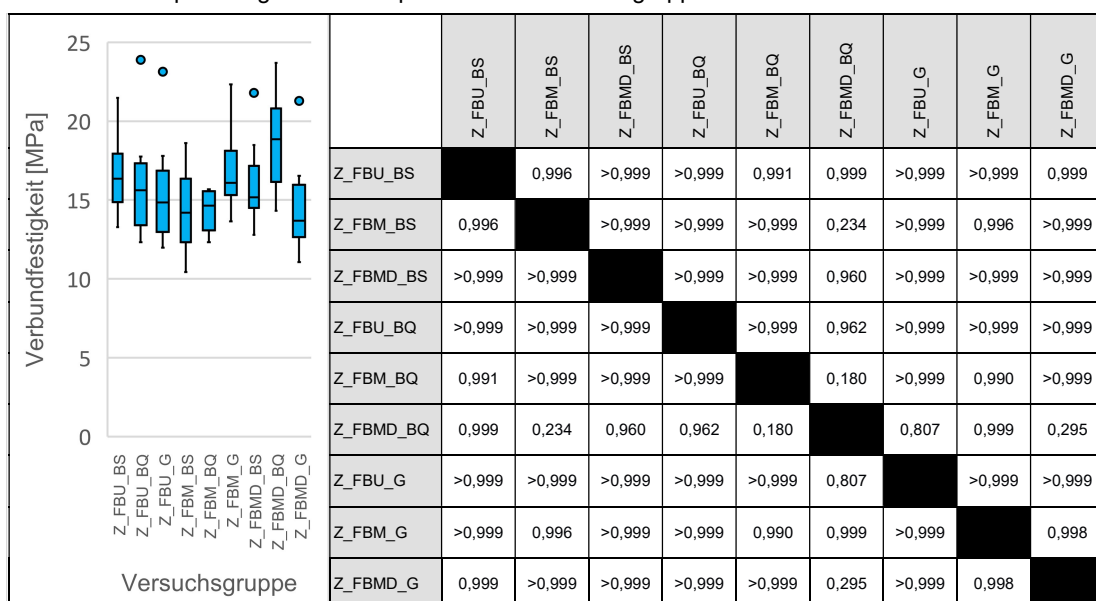
Tabelle 2 - Boxplot-Diagramme und p-Werte der Versuchsgruppen mit Titan, signifikante Werte sind gelb markiert.



Bei den Einzelvergleichen zwischen den Titan-Gruppen war lediglich die Gruppe T_FBMD_BQ signifikant höher als die Gruppe T_FBM_G (p=0,028). Alle übrigen Einzelvergleiche zwischen den Titan-Gruppen blieben ohne statistische Signifikanz (Tab. 2).

5.2.2 Einzelvergleiche innerhalb der Zirkoniumdioxid-Gruppen

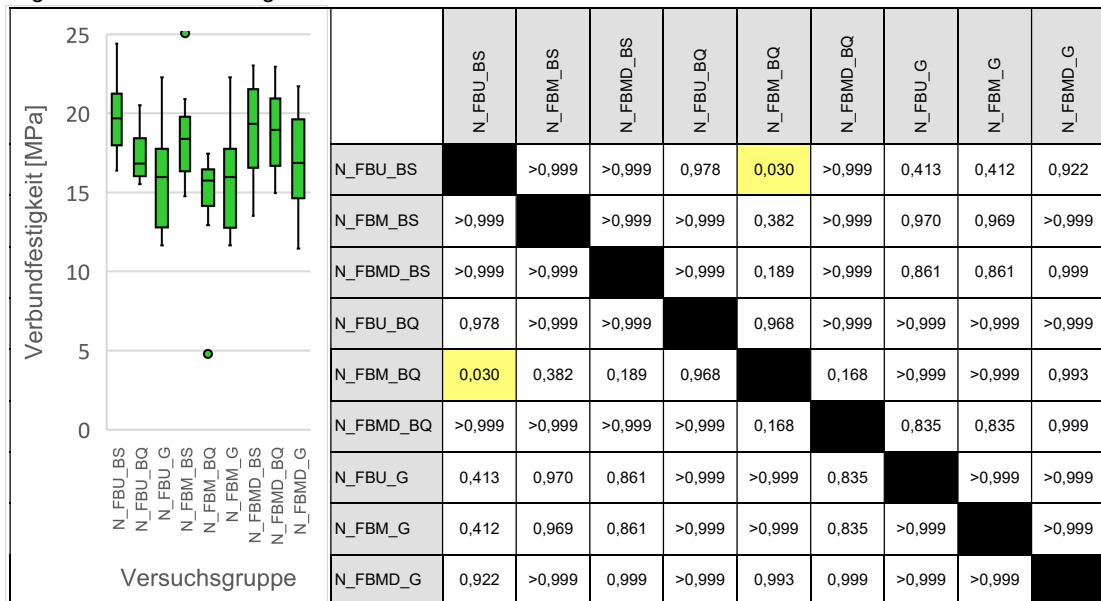
Tabelle 3 - Boxplot-Diagramme und p-Werte der Versuchsgruppen mit Zirkoniumdioxid.



Im Einzelvergleich der Zirkoniumdioxid-Gruppen untereinander wurde kein statistisch signifikanter Unterschied gefunden (Tab. 3).

5.2.3 Einzelvergleiche innerhalb der UFG-Nb-Gruppen

Tabelle 4 - Boxplot-Diagramme und p-Werte der Versuchsgruppen mit UFG-Niob-Legierung, signifikante Werte sind gelb markiert.



Der Vergleich der einzelnen UFG-Nb-Gruppen untereinander zeigte einen statistisch signifikanten Unterschied. Die Verbundfestigkeit der Gruppe N_FBM_BQ war niedriger als die von N_FBU_BS ($p=0,030$). Die Einzelvergleiche der übrigen Gruppen zeigten keine Signifikanz (Tab. 4).

Diese Studie beschäftigt sich vorrangig mit dem adhäsiven Verbund zu UFG-Nb, daher werden die Ergebnisse der UFG-Nb-Gruppen im Folgenden detaillierter dargestellt. Zur besseren Visualisierung wird dabei wiederholt das Boxplotdiagramm aus Tabelle 4 mit Fokussierung der jeweils relevanten Gruppen dargestellt (Abb. 18-19).

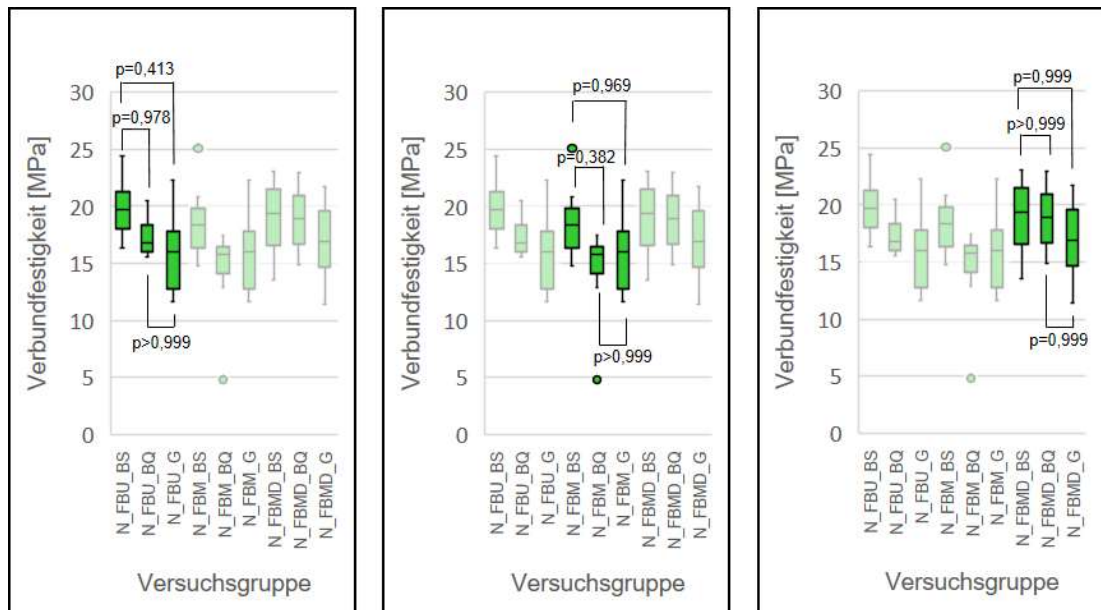


Abbildung 18 - Einzelvergleiche innerhalb desselben Adhäsivsystems auf UFG-Nb.

Die Einzelvergleiche der Gruppen mit unterschiedlichen Kompositen bei gleichem Adhäsivsystem auf UFG-Nb haben keine statistisch signifikanten Unterschiede gezeigt (Abb. 18).

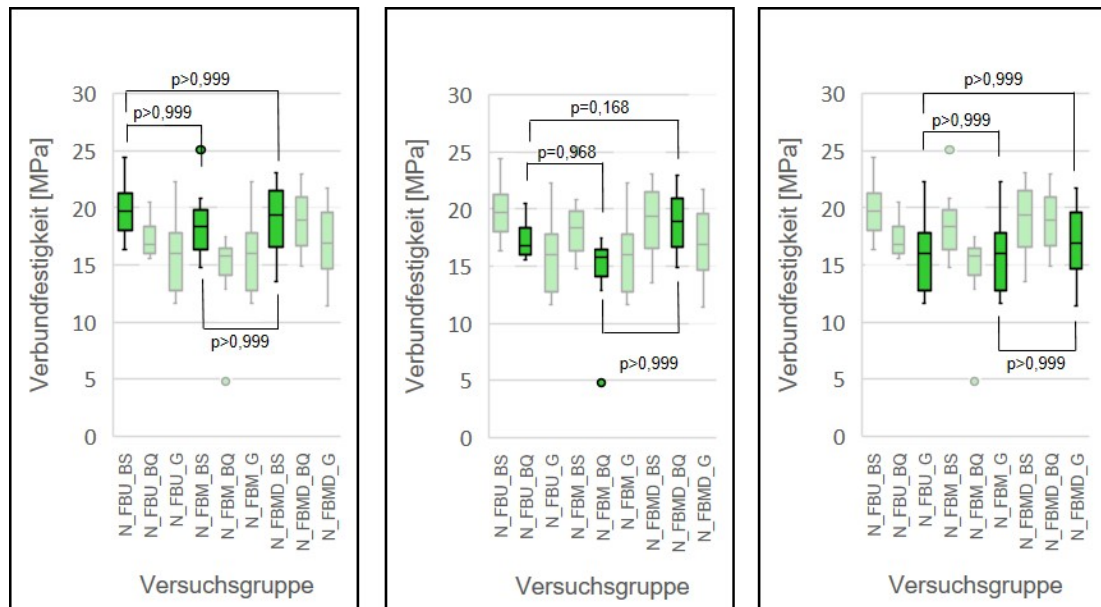


Abbildung 19 - Einzelvergleiche innerhalb desselben Kompositen auf UFG-Nb.

Zwischen den Gruppen des gleichen Kompositen auf UFG-Nb gab es in den relevanten Einzelvergleichen keine statistisch signifikanten Unterschiede (Abb. 19).

5.2.4 Einzelvergleiche innerhalb der Gruppen derselben Adhäsiv-Komposit-Kombination auf Titan, Zirkoniumdioxid und UFG-Nb

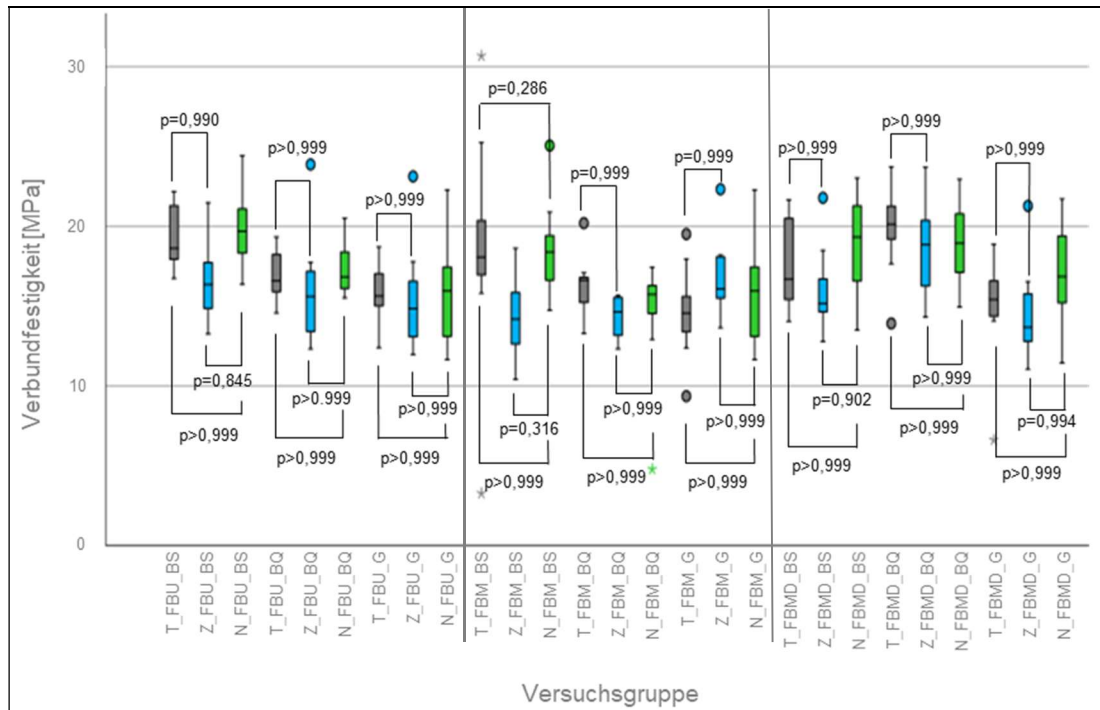


Abbildung 20 - Boxplots und p-Werte aus dem Vergleich innerhalb der Gruppen gleicher Adhäsiv-Komposit-Kombination.

Bei den Einzelvergleichen innerhalb der Gruppen mit der gleichen Adhäsiv-Komposit-Kombination wurden keine statistisch signifikanten Unterschiede gefunden (Abb. 20).

5.3 Deskriptive Ergebnisdarstellung aus Versuchsteil 2 - Scherbelastbarkeit gealterter Probekörper

Alle Proben aus der künstlichen Alterung gehen in die Auswertung mit ein. Der Tabelle 5 sind die Mittelwerte, die Standardabweichungen sowie die Minimal- und Maximalwerte der Scherbelastbarkeiten der Versuchsgruppen nach künstlicher Alterung zu entnehmen (Tab. 5).

Tabelle 5 - Messergebnisse der Versuchsgruppen nach künstlicher Alterung.

Versuchsgruppe	Mittelwert [MPa]	Std.-Abweichung [MPa]	Minimum [MPa]	Maximum [MPa]
T_FBU_BS_A	15,33	4,33	8,13	21,91
T_FBU_BQ_A	17,98	2,60	13,18	20,71
T_FBU_G_A	14,46	2,55	11,56	19,46
T_FBM_BS_A	17,39	2,35	14,03	22,34
T_FBM_BQ_A	17,41	2,10	14,50	20,08
T_FBM_G_A	12,61	2,41	9,14	16,72
T_FBMD_BS_A	19,16	2,98	13,33	23,34
T_FBMD_BQ_A	18,02	2,12	15,18	21,25
T_FBMD_G_A	16,47	2,13	13,91	19,98
Z_FBU_BS_A	15,60	2,33	12,12	19,15
Z_FBU_BQ_A	14,49	2,40	10,19	17,72
Z_FBU_G_A	18,95	2,03	17,34	23,37
Z_FBM_BS_A	13,12	2,23	9,84	16,77
Z_FBM_BQ_A	15,53	3,25	9,68	19,78
Z_FBM_G_A	18,86	1,98	16,56	22,17
Z_FBMD_BS_A	14,03	1,61	12,37	17,08
Z_FBMD_BQ_A	15,74	2,47	11,92	18,77
Z_FBMD_G_A	17,36	1,80	14,91	20,44
N_FBU_BS_A	17,93	4,45	10,00	23,46
N_FBU_BQ_A	18,31	0,69	17,43	19,31
N_FBU_G_A	13,59	2,28	9,85	17,75
N_FBM_BS_A	16,74	1,29	15,55	19,76
N_FBM_BQ_A	17,63	2,94	12,07	22,06
N_FBM_G_A	15,08	2,71	10,97	19,17
N_FBMD_BS_A	16,72	3,08	11,25	21,55
N_FBMD_BQ_A	19,39	1,37	17,32	21,52
N_FBMD_G_A	15,73	3,39	8,64	19,35

5.4 Statistische Auswertung der Messergebnisse aus Versuchsteil 2

Für die statistische Auswertung der Ergebnisse aus Versuchsteil 2 wurde die Normalverteilung der Daten mittels Kolmogorov-Smirnoff Test bestätigt. Mittels Levene-Analyse wurde die Varianzgleichheit belegt.

Der Vergleich der Versuchsgruppen untereinander mittels ANOVA war signifikant ($p > 0,001$). Mittels Tukey-Tests erfolgten die relevanten Einzelvergleiche der Verbundfestigkeiten zunächst innerhalb der einzelnen Substrat-Gruppen. Anschließend wurden die relevanten Vergleiche zwischen den unterschiedlichen Materialien nach Alterung gezogen.

5.4.1 Einzelvergleiche innerhalb der Substratgruppen nach künstlicher Alterung

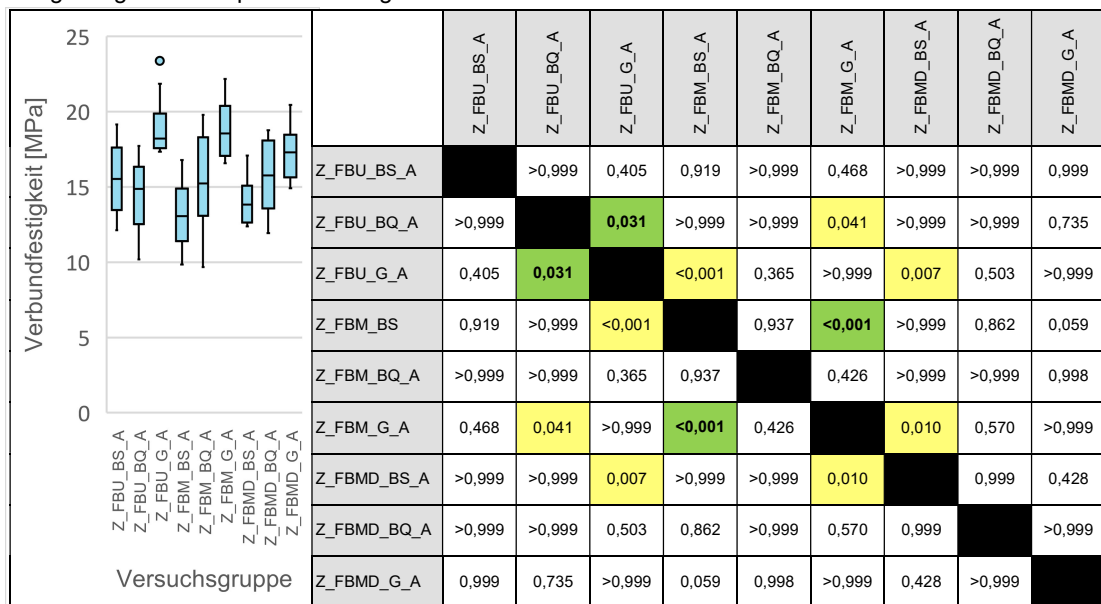
Der Übersicht halber wird wie in der Ergebnisdarstellung des ersten Versuchsteils die Darstellung sortiert nach den Substratgruppen erfolgen. In den Tabellen 6-8 sind die Boxplot-Diagramme der Versuchsgruppen nach künstlicher Alterung dargestellt (Tab. 6-8).

Tabelle 6 - Boxplot-Diagramme und p-Werte der Versuchsgruppen mit Titan nach künstlicher Alterung. Für die Fragestellung relevante und signifikante p-Werte sind grün markiert, die übrigen signifikanten p-Werte sind gelb markiert.

	T_FBU_BS_A	T_FBU_BQ_A	T_FBU_G_A	T_FBM_BS_A	T_FBM_BQ_A	T_FBM_G_A	T_FBMD_BS_A	T_FBMD_BQ_A	T_FBMD_G_A
T_FBU_BS_A		0,854	>0,999	0,991	0,990	0,818	0,164	0,838	>0,999
T_FBU_BQ_A	0,854		0,305	>0,999	>0,999	0,002	>0,999	>0,999	>0,999
T_FBU_G_A	>0,999	0,305		0,692	0,681	0,998	0,015	0,287	0,993
T_FBM_BS_A	0,991	>0,999	0,692		>0,999	0,012	0,999	>0,999	>0,999
T_FBM_BQ_A	0,990	>0,999	0,681	>0,999		0,011	0,999	>0,999	>0,999
T_FBM_G_A	0,818	0,002	0,998	0,012	0,011		<0,001	0,001	0,153
T_FBMD_BS_A	0,164	>0,999	0,015	0,999	0,999	<0,001		>0,999	0,835
T_FBMD_BQ_A	0,838	>0,999	0,287	>0,999	>0,999	0,001	>0,999		>0,999
T_FBMD_G_A	>0,999	>0,999	0,993	>0,999	>0,999	0,153	0,835	>0,999	

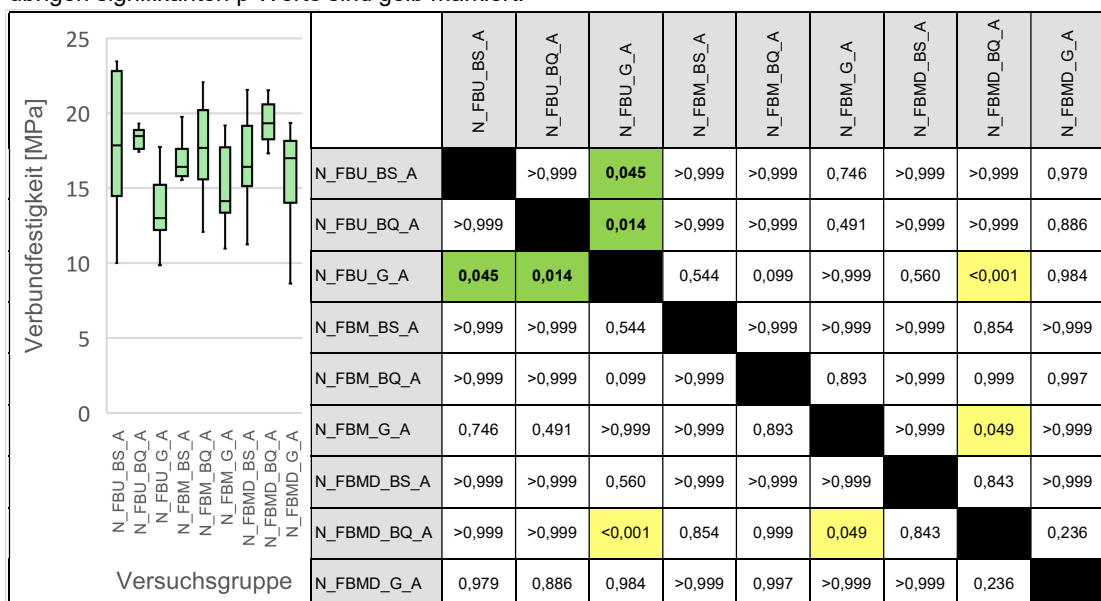
Tabelle 6 zeigt die Ergebnisse aus den Einzelvergleichen der gealterten Titan-Gruppen untereinander. Es wurden sechs statistisch signifikante Ergebnisse gefunden (Tab 6.). Zwei signifikante Unterschiede bestanden zwischen Gruppen mit jeweils gleichem Adhäsivsystem und sind in Tabelle 6 grün markiert.

Tabelle 7 - Boxplot-Diagramme und p-Werte der Versuchsgruppen mit Zirkoniumdioxid nach künstlicher Alterung. Für die Fragestellung relevante und signifikante p-Werte sind grün markiert, die übrigen signifikanten p-Werte sind gelb markiert.



Die Einzelvergleiche der Zirkoniumdioxidgruppen nach künstlicher Alterung untereinander ergaben sechs Paarungen, die statistisch signifikante Unterschiede aufwiesen (Tab. 7). Die zwei statistisch signifikanten Werte zwischen Gruppen mit gleichem Adhäsivsystem sind grün markiert.

Tabelle 8 - Boxplot-Diagramme und p-Werte der Versuchsgruppen mit UFG-Niob-Legierung nach künstlicher Alterung. Für die Fragestellung relevante und signifikante p-Werte sind grün markiert, die übrigen signifikanten p-Werte sind gelb markiert.



Bei den Einzelvergleichen der gealterten UFG-Niob-Legierungsgruppen untereinander zeigten vier Paarungen statistisch signifikante Unterschiede, von denen zwei zwischen Gruppen mit gleichem Adhäsiv bestanden und grün markiert sind (Tab. 8).

5.4.2 Einzelvergleiche innerhalb der gealterten Gruppen derselben Adhäsiv-Komposit-Kombination auf Titan, Zirkoniumdioxid und UFG-Nb

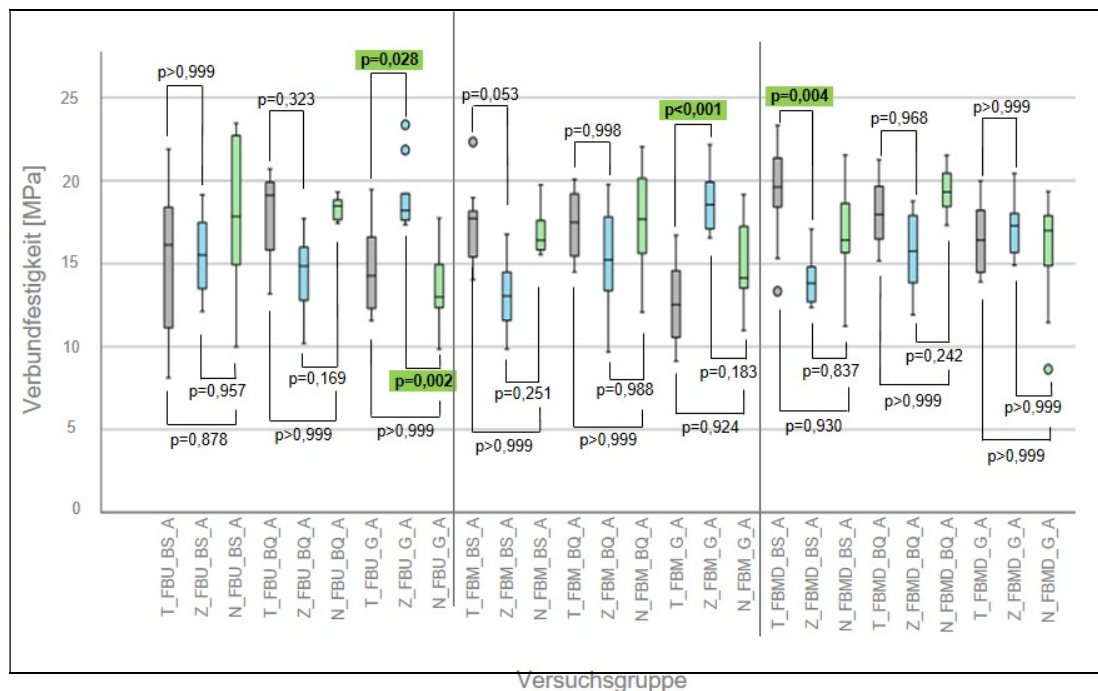


Abbildung 21 - Boxplots und p-Werte aus den Einzelvergleichen der Gruppen mit gleicher Adhäsiv-Komposit-Kombination nach künstlicher Alterung.

Im Einzelvergleich der gealterten Gruppen mit gleicher Adhäsiv-Komposit-Kombination zeigten sich folgende statistisch signifikante Unterschiede: Z_FBU_G_A erzielte höhere Verbundfestigkeiten als T_FBU_G_A ($p=0,028$) sowie N_FBU_G_A ($p=0,002$). Die Werte von Z_FBM_G_A waren signifikant höher als die von T_FBM_G_A ($p<0,001$). Die Gruppe T_FBMD_BS_A war signifikant höher als die Gruppe Z_FBMD_BS_A ($p=0,004$) (Abb. 21).

5.5 Einzelvergleiche zwischen den Gruppen vor künstlicher Alterung und den Gruppen nach künstlicher Alterung

Aufgrund der großen Gruppenzahl erfolgt der Übersicht halber die Darstellung der Boxplot-Diagramme aufgeteilt nach den Substratgruppen (Abb. 22 - 24).

Im paarweisen Einzelvergleich zwischen den jeweils ungealterten und gealterten Titangruppen mit gleicher AKK gab es keine statistisch signifikanten Unterschiede (Abb. 22). Im Einzelvergleich der gealterten und nicht gealterten Zirkoniumdioxidgruppen mit jeweils gleicher AKK wurde kein signifikanter Unterschied gefunden (Abb. 23). Im Vergleich der UFG-Nb-Gruppen mit gleicher AKK vor und nach künstlicher Alterung untereinander sind keine signifikanten Ergebnisse aufgetreten (Abb. 24).

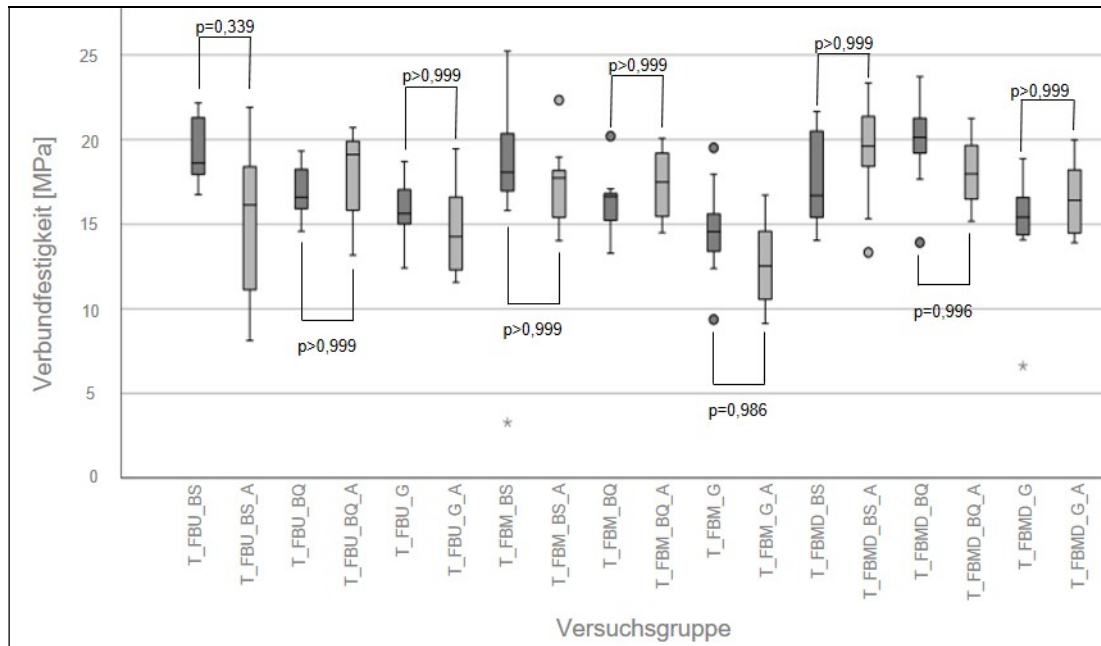


Abbildung 22 - Boxplots und p-Werte der Einzelvergleiche zwischen Titangruppen vor und nach künstlicher Alterung.

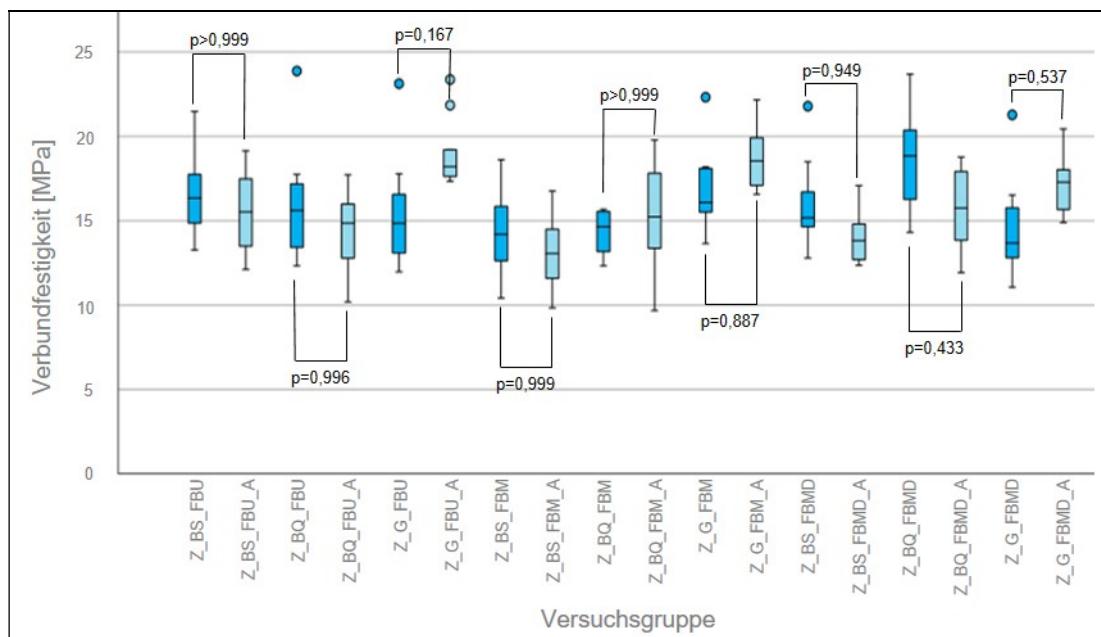


Abbildung 23 - Boxplots und p-Werte der Einzelvergleiche zwischen Zirkondioxidgruppen vor und nach künstlicher Alterung.

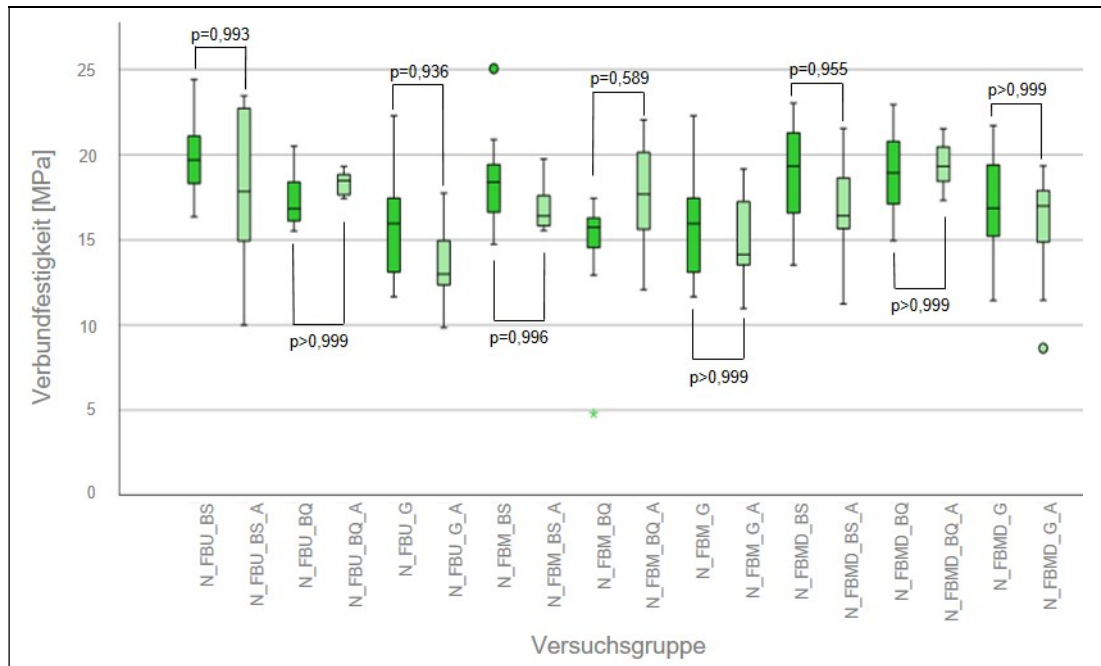


Abbildung 24 - Boxplots und p-Werte der Einzelvergleiche zwischen UFG-Nb-Gruppen vor und nach künstlicher Alterung.

6 Diskussion

6.1 Diskussion der Methodik

6.1.1 Verwendete Materialien

Ziel der vorliegenden Studie war die Überprüfung der Verbundfestigkeit verschiedener Adhäsiv-Komposit-Kombinationen auf einer experimentellen ultrafeinkörnigen Niob-Legierung, die im Rahmen des DFG-geförderten Sonderforschungsbereiches SFB/TRR 298 für die Entwicklung eines neuartigen aktiven Stimulus-responsiven Implantats eingesetzt werden soll. Als Vergleichsmaterialien zu der untersuchten UFG-Niob-Legierung wurden zwei in der Zahnmedizin gründlich erforschte und etablierte Materialien gewählt, die ein großes Indikationsspektrum abdecken. Titan ist der am weitesten verbreitete Werkstoff unter den dentalen Implantatmaterialien [56]. Zirkoniumdioxid ist als Material für festsitzenden Zahnersatz etabliert [121, 127, 159, 191] und eignet sich darüber hinaus ebenfalls zur Herstellung von Implantaten [59, 141]. Zudem ist der adhäsive Verbund verschiedener zahnmedizinischer Adhäsivsysteme zu beiden Materialien ausführlich erforscht und deren Stabilität ist gut belegt [2, 3, 5, 6, 10, 13, 17, 26, 28, 44, 55, 112, 151, 184].

Moderne Adhäsivsysteme zeichnen sich durch ihre breite Anwendbarkeit an verschiedenen Restaurationsmaterialien und Zahnhartsubstanzen aus. Besonders geeignet erscheinen solche mit dem funktionellen Monomer 10-MDP [6, 34, 111, 128, 133, 145, 169, 188, 189]. Sowohl Futurabond U als auch Futurabond M+ sind als Vertreter solcher modernen Adhäsivsysteme sowohl für die Anwendung an Metallen als auch an Zirkoniumdioxid zugelassen und enthalten phosphathaltige Monomere [170]. Die Zugabe eines speziellen Aktivators zur chemischen Polymerisation (Dual Curing Activator, DCA, VOCO GmbH, Cuxhaven) zu Futurabond M+ ermöglicht eine Aushärtung auch in Bereichen, in denen Lichtpolymerisation nicht möglich ist. In der klinischen Anwendung betrifft das insbesondere die Befestigung von metallischen indirekten Restaurationen. Bei der im Teilprojekt B04 des Sonderforschungsbereichs geplanten Befestigung einer Mikropumpe im Inneren eines Implantats kann eine Lichtpolymerisation ebenfalls erschwert sein, weshalb bei dieser Studie

auch autopolymerisierbare Adhäsive und Komposite untersucht wurden.

Für die intraorale Anwendung stehen Komposite als fließfähige Befestigungs- oder als plastisch modellierbare Restaurationsmaterialien zur Verfügung. Beide Viskositäten können eigene Vorteile bei der Befestigung der Pumpe mit sich bringen. Bei der Nutzung modellierbarer Komposite ist durch deren geringere Fließfähigkeit eine komplexere, dafür kontrollierbare Applikation und damit eine besser definierte Positionierung der Mikropumpe an der Implantatinnenwand zu erwarten. Bei der Verwendung eines dünnfließenden Komposits wäre die Positionierung der Pumpe im beengten Implantatinneren durch Rutschen auf dem fließfähigen Kompositfilm dagegen erleichtert. Ein Nachteil wäre jedoch, dass fließfähige Komposite gewollte Porositäten im Implantatmaterial unkontrolliert verstopfen könnten. Aufgrund dessen wurden neben den beiden fließfähigen Befestigungskompositen BifixSE und BifixQM auch ein plastisch modellierbarer Füllungswerkstoff (GrandioSO) untersucht.

Für einen stabilen adhäsiven Verbund von nicht selbstadhäsiven Kompositen am Substrat, in dieser Studie an Titan, Zirkoniumdioxid und UFG-Nb, ist die Verwendung eines geeigneten Adhäsivsystems notwendig. Auch bei der Anwendung selbstadhäsiver Befestigungskomposite wie BifixSE führte im Rahmen von in-vitro-Untersuchungen die zusätzliche Nutzung von Universaladhäsiven zu verbesserten Haftwerten an verschiedenen Substraten, weshalb in der vorliegenden Studie in allen Versuchsgruppen Adhäsivsysteme verwendet wurden. [106, 144, 150]

6.1.2 Versuchsdesign

In-vitro-Untersuchungen bieten in der medizinischen Forschung die Möglichkeit zur Vereinfachung komplexer Zusammenhänge durch die Eliminierung beeinflussender Faktoren, sodass gezielte Untersuchungen einzelner Zusammenhänge möglich werden. Sie bieten zudem den Vorteil der sicheren und häufigen Reproduzierbarkeit, ohne Tier oder Mensch zu schädigen, und generieren durch große Versuchsgruppengrößen statistisch genaue Ergebnisse. Die Ergebnisse von in-vitro-Untersuchungen dienen als Grundlage für in-vivo-Untersuchungen. Die Vereinfachung komplexer Zusammenhänge ist gleichzeitig auch der Nachteil von in-vitro-Studien, da sie nicht in der Lage sind, die Gesamtheit aller im Kontext relevanten Einflussfaktoren nachzubilden.

Die Ergebnisse dieser in-vitro-Untersuchung sind essenziell für die Entwicklung eines Implantats mit integrierter Mikropumpe, welche mittels dentaler Adhäsivsysteme und Komposite im Inneren des Implantats fixiert werden soll. Der adhäsive Verbund zwischen der Pumpe und dem Implantatmaterial wird durch den in das Implantat inserierten flüssigen Wirkstoff hydrolytischen Einflüssen ausgesetzt, die vereinfacht durch die künstliche Alterung im zweiten Versuchsteil simuliert wurden. Zudem ist beim Nachfüllen des Wirkstoffs eine Kollision von Instrumenten mit der Pumpe denkbar, die eine Scherbelastung auf den adhäsiven Verbund bedeutet. Für die Messung der Verbundkraft wurde daher ein Scherversuch in der Universalprüfmaschine durchgeführt. Die Krafteinleitung erfolgte wie in vergleichbaren Studiendesigns durch eine Scherklinge [33, 92, 109, 126, 128, 130]. Die Belastung der Proben erfolgte im 90° Winkel, die Probenoberfläche musste daher plan sein, um sie parallel zur Scherklinge auszurichten. Die Ausrichtung erfolgte in der bereits in vorangegangenen Studien mehrfach genutzten Prüfkörperhalterung zur Aufnahme zylinderförmiger Prüfkörper. Die Herstellung der Proben in der beschriebenen Weise ist an der MHH etabliert [125, 128, 130]. Die Testung von Scherbelastungen an planen Oberflächen ist in der Wissenschaft gängige Praxis, auch wenn die Innenwand eines Implantats nicht plan ist [14, 49, 72, 92, 93, 186].

Aufgrund der nur geringen zur Verfügung stehenden Menge der UFG-Niob-Legierung war es erforderlich, Probekörper für weitere Versuchsreihen erneut aufzubereiten, indem die Oberfläche abgestrahlt wurde (siehe S. 22). Die Wiederaufbereitung der Proben war möglich, da die Dicke der Proben vor dem Einbetten ausreichend hoch gewählt worden war. Dieses materialschonende Verfahren ermöglichte eine mehrfache Nutzung der Proben und dadurch eine, trotz begrenzter Materialverfügbarkeit an UFG-Nb, große Versuchsgruppenanzahl. Neben der Reinigung führt das Abstrahlen der Oberfläche zu einer Aktivierung und Oberflächenvergrößerung und dadurch zu einer Verbesserung des adhäsiven Verbundes an Metall und Zirkoniumdioxid [10, 34, 44, 78, 92, 133, 145, 151, 184]. Bei Zirkoniumdioxid führt Sandstrahlen erwiesenermaßen zu einer Reduktion der Oberflächenqualität und damit zur mechanischen Schwächung des Materials sowie zur erhöhten Anfälligkeit für Alterung durch hydrolytische Prozesse [65, 192]. In der Literatur werden verschiedene Korngrößen zum Abstrahlen von Zirkoniumdioxid

empfohlen, wobei große Korngrößen von 250 µm und hoher Druck von über 2 bar zu einer größeren Schwächung der Keramik führen [118, 190], als kleine Korngrößen bei wenig Druck [89, 100, 118, 145]. In vergleichbaren Studien wird daher häufig eine Korngröße von 50 µm zum Abstrahlen verschiedener Materialoberflächen verwendet [60, 107, 112, 151]. Autoren wie *Borges et al.* sowie *Luthra* und *Kaur* stellen allerdings die ausreichende Oberflächenvergrößerung bei kleinen Korngrößen in Frage und schlagen daher die Verwendung von Partikeln mit 110 µm Durchmesser vor [20, 100]. An Titan beschreiben *Almihatti et al.* und *Alfadda* eine Überlegenheit der Korngröße von 250 µm in Bezug auf die Haftkraft des adhäsiven Verbundes [4, 5]. In Anbetracht der Studienlage wurde an allen Materialien Aluminiumoxid der Korngröße 110 µm zum Abstrahlen verwendet.

Das Protokoll der Prüfkörperherstellung wurde identisch für alle Gruppen angewendet, jedoch ließen sich im Rahmen dieser Untersuchung wie auch in der klinischen Anwendung Abweichungen in Bezug auf Umgebungsparameter wie Zeitabstände zwischen einzelnen Arbeitsschritten oder Umgebungstemperatur nicht vermeiden. Die Applikation der Adhäsivsysteme und der jeweiligen Komposite in die Plexiglaszylinder erfolgte manuell, weshalb geringe Abweichungen der applizierten Kompositmenge auftraten. Dies kann jedoch vernachlässigt werden, da die für die Untersuchung relevante Kontaktfläche zwischen Komposit und Substrat durch den Innendurchmesser des Plexiglaszylinders für alle Proben identisch gewesen ist. Insbesondere bei dem rein lichthärtenden Füllungskomposit GrandioSO wurde auf eine maximale Inkrementhöhe von 2 mm entsprechend der Herstellerangaben geachtet, um eine ausreichende Polymerisation an der Kontaktfläche zu garantieren. Zudem wurden alle rein lichthärtenden Materialkombinationen für 60 s polymerisiert. Die vollständige Polymerisation der beiden dualhärtenden Befestigungskomposite BifixSE und BifixQM wurde durch den zeitlichen Abstand von 24 h bis zur Testung sichergestellt.

Für die Berechnung der Verbundfestigkeit mussten die gemessene Bruchkraft sowie die Größe der Klebefläche (hier 7,06 cm²) bekannt sein. Die Komposite wurden mit Hilfe eines Plexiglaszylinders aufgebracht, die selber keinen Verbund mit der Substratoberfläche eingehen und daher den adhäsiven Verbund

nicht beeinflusst, jedoch eine identische Größe aller Klebeflächen sicherstellt [125].

6.1.3 Künstliche Alterung

Für die Simulation der intraoralen Alterung wurden die Proben über 5000 Wechselzyklen im Thermocycling zwischen 5 °C und 55 °C mit einer Verweildauer von jeweils 30 s belastet. Thermocycling ist ein etabliertes Verfahren zur künstlichen Alterung von Materialproben [88, 109, 122, 145]. Die ISO Norm 10477 schreibt für die Prüfung eines adhäsiven Verbundes zwischen polymerisierbarem Kunststoff und Metall ein Minimum von 5000 Zyklen vor [64]. Eine höhere Anzahl an Zyklen verändert die Ergebnisse der Alterung nicht signifikant [33, 109]. Die Alterungsprozesse an den Proben werden im Thermocycling durch hydrothermalen Stress und hydrolytische Prozesse durch Wassereinlagerung ausgelöst [88]. Wechselnde Temperaturen lösen durch unterschiedliche Ausdehnung der Materialien Stress innerhalb der Materialien und auf den adhäsiven Verbund aus. Damit die Materialien die Umgebungstemperatur annehmen, müssen sie eine ausreichende Zeit im entsprechenden Wasserbad verbleiben. Im Fall dieser Studie betrug die Verweildauer pro Bad 30 s bei einer Zykluslänge von 80 s, was im Bereich der in der Literatur gebräuchlichen Zykluslängen von 60 - 120 s liegt [33, 92, 109, 125, 130, 186]. Thermocycling kann zu vermehrter Spaltbildung an der adhäsiven Verbundgrenze führen [7, 61]. Durch unterschiedliches Ausdehnungsverhalten der aneinander befestigten Materialien unter wechselnden Temperaturen ist ein Pumpeffekt vorstellbar, der vermehrtes Eindringen von Wasser in die Mikrospalten provoziert und dadurch hydrolytische Prozesse verstärken könnte.

Auch Wasserlagerung ist eine mögliche Methode zur künstlichen Alterung und führt nach mindestens einem Monat erwiesenermaßen zu Degradationsprozessen an adhäsiven Verbunden sowie zur Niedrigtemperaturdegradation (LTD = Low temperature degradation) der Zirkoniumdioxidkeramik [74, 145]. Auf Ti-6Al-4V und andere metallische Substrate hat künstliche Alterung keinen Einfluss [167]. Zirkoniumdioxid kann sich durch künstliche Alterung zwar in seinen Eigenschaften verändern, jedoch führt Thermocycling allein ohne zusätzliche künstliche Alterung nicht zu LTD [182]. Ob der adhäsive Verbund an

gealtertem Zirkoniumdioxid schwächer ist als an nicht gealtertem Zirkoniumdioxid, wird in unterschiedlichen Studien kontrovers diskutiert [14, 33, 49]. *Cinar* und *Kirmali* haben Zirkoniumdioxid jeweils mit 3000, 6000 sowie 12000 Zyklen im Thermocycling gealtert und anschließend den adhäsiven Verbund auf der gealterten Keramik gemessen. Sie stellten gegenüber ungealterten Vergleichsgruppen einen signifikant schlechteren Verbund auf der gealterten Zirkoniumdioxidkeramik fest, wobei die Anzahl der Thermocyclingzyklen keinen Einfluss gehabt hat [33]. *Galvao Ribeiro* et al. dagegen stellten keinen Einfluss künstlicher Alterung von Zirkoniumdioxidproben, in diesem Fall durch Autoklavieren, auf den anschließenden adhäsiven Verbund fest [49].

6.2 Diskussion der Ergebnisse

Es folgt die Diskussion der Ergebnisse aus dem ersten Versuchsteil, dem die Hypothesen 1 - 3 zugrunde liegen. Anschließend werden die Ergebnisse aus dem zweiten Versuchsteil diskutiert, dem die vierte Hypothese zugrunde liegt. Abschließend werden die Hypothesen beantwortet.

6.2.1 Diskussion der Ergebnisse aus Versuchsteil 1

Ziel dieser Untersuchung war der Vergleich der Haftverbundkräfte verschiedener Adhäsivsystem-Komposit-Kombinationen (AKK) auf Titan und Zirkoniumdioxid zu denen auf einer neuen ultrafeinkörnigen Niob-Legierung (UFG-Nb). Im ersten Versuchsteil erfolgte die Messung der Verbundkräfte der unterschiedlichen AKK an den Substraten ohne künstliche Alterung, um die drei folgenden Hypothesen zu prüfen:

1. Die initiale Verbundfestigkeit der untersuchten UFG-Nb-Adhäsiv-Komposit-Kombinationen ist unabhängig vom verwendeten Adhäsivsystem.
2. Die initiale Verbundfestigkeit der untersuchten UFG-Nb-Adhäsiv-Komposit-Kombinationen ist unabhängig vom verwendeten Komposit.
3. Die initiale Verbundfestigkeit der Substrat-Adhäsiv-Komposit-Kombinationen ist unabhängig vom Substrat.

Die gemessenen Haftverbundkräfte der verschiedenen AKK auf Titan lagen zwischen $14,68 \pm 2,83$ MPa (T_FBM_G) und $19,88 \pm 2,72$ MPa

(T_FBMD_BQ). Mehrere vergleichbare Studien untersuchen die Haftverbundkräfte von verschiedenen Befestigungs- und Verblendkompositen unter der Verwendung von Adhäsivsystemen bzw. Primern auf unterschiedlich vorbehandelten Titanoberflächen. Dabei liegen die angegebenen Verbundkräfte zwischen 0,7 MPa [151] und 24,9 MPa [93]. Nach dem Abstrahlen der Titanoberfläche mit Aluminiumoxid und der Verwendung unterschiedlicher Primer-Komposit-Kombinationen maßen *Cao et al.* Haftwerte von bis zu $19,39 \pm 1,59$ MPa [26]. *Lee et al.* erzielten Haftwerte bis zu 20,95 MPa bei der Testung von Verblendkompositen [93]. Die in dieser Studie mit Titan erzielten Haftwerte bewegen sich im Rahmen der in der Literatur angegebenen Werte [13, 26, 42, 44, 55, 75, 76, 78, 93, 112, 163, 184]. Es lässt sich entsprechend schließen, dass die hier verwendeten Adhäsivsysteme und Komposite einen stabilen Verbund zu Titan eingehen und dass dabei Verbundfestigkeiten erreicht werden können, wie sie auch mit anderen marktüblichen Adhäsivsystemen und Kompositen erreicht werden.

In den Zirkoniumdioxidgruppen lagen die gemessenen Verbundkräfte zwischen $14,30 \pm 1,26$ MPa (Z_FBM_BQ) und $18,67 \pm 2,93$ MPa (Z_FBMD_BQ). *Pott et al.* ermittelten in einer vergleichbaren Studie mit den gleichen Adhäsivsystemen und Kompositen Haftwerte zwischen $10,4 \pm 5,0$ MPa und $19,4 \pm 5,7$ MPa. Diese Werte entsprechen den ermittelten Werten der durchgeführten Studie und sprechen damit für die korrekte Durchführung des Versuchs [128]. *Alammar* und *Blatz* fassen in einem Review von 2022 die Ergebnisse diverser Studien zum adhäsiven Verbund an Zirkoniumdioxidkeramik zusammen [3]. Bei der Verwendung von verschiedenen Universaladhäsiven und Kompositen auf mit Aluminiumoxid abgestrahlter Zirkoniumdioxidoberfläche werden Haftwerte zwischen $17,51 \pm 1,34$ MPa [152] und $57,6 \pm 11,0$ MPa [86] erreicht. Die verwendeten Materialien reihen sich im unteren Bereich des breiten Spektrums der Verbundfestigkeiten von unterschiedlichen AKK auf Zirkoniumdioxidkeramik ein.

In den Gruppen mit der UFG-Niob-Legierung lagen die gemessenen Verbundfestigkeiten zwischen $14,57 \pm 3,66$ MPa (N_FBM_BQ) und $19,74 \pm 2,38$ MPa (N_FBU_BS) und ähneln damit den erzielten

Verbundwerten auf den anderen Materialien. Vergleichswerte aus der Literatur für dieses Material gibt es nicht.

In der statistischen Auswertung wurden zunächst Einzelvergleiche innerhalb der Substratgruppen gezogen. Die statistisch signifikanten Unterschiede lagen innerhalb der Titangruppe zwischen den Gruppen T_FBM_G und T_FBMD_BQ ($p=0,028$) sowie innerhalb der UFG-Nb-Gruppe zwischen N_FBM_BQ und N_FBU_BS ($p=0,030$). Innerhalb der Zirkoniumdioxidgruppen wurden bei den relevanten Einzelvergleichen keine statistisch signifikanten Unterschiede gefunden. Die beiden signifikant unterschiedlichen Paarungen sind aufgrund der mangelnden Vergleichbarkeit bei sowohl unterschiedlichem Adhäsiv als auch unterschiedlichem Komposit für die Fragestellung des Versuchs nicht relevant. Es lässt sich folgernd zusammenfassen, dass innerhalb der Substratgruppen keine relevanten Unterschiede bezogen auf die Verbundfestigkeit bei gleichem Adhäsiv oder Komposit bestehen. Auf den einzelnen Substraten ist der adhäsive Verbund aller getesteter AKK gleichermaßen stabil.

Die Fragestellung dieser Studie bezieht sich besonders auf den Verbund auf UFG-Nb, daher wurde dieser ausführlicher dargestellt. Es zeigten sich innerhalb der UFG-Nb-Gruppen mit gleichem Komposit beim Vergleich der verschiedenen Adhäsivsysteme keine signifikanten Unterschiede. Auf UFG-Nb zeigten alle untersuchten Adhäsivsysteme gleichermaßen stabile Haftwerte. Auf den anderen Substraten gab es zwischen den verschiedenen Adhäsivsystemen bei gleichem Komposit ebenfalls keine signifikanten Unterschiede, was sich mit den Ergebnissen von *Pott et al.* deckt, die beim Vergleich der Verbundkräfte der gleichen Adhäsivsysteme keine Unterschiede feststellten [128].

Bei dem Vergleich zwischen den verschiedenen Kompositen innerhalb der UFG-Nb-Gruppen mit gleichem Adhäsivsystem wurde kein statistisch signifikanter Unterschied gefunden. Bei Betrachtung der Mittelwerte fällt eine tendenziell geringere Verbundfestigkeit von GrandioSO im Vergleich zu den beiden Befestigungskompositen BifixSE und BifixQM auf, diese Beobachtung ist jedoch nicht statistisch signifikant (Abb. 20).

In diversen Studien wird die Scherbelastbarkeit des Verbundes von verschiedenen Kompositen auf Zirkoniumdioxidkeramik untersucht. Auf mit Aluminiumoxid abgestrahlter Zirkoniumdioxidoberfläche können Befestigungskomposite Haftwerte von bis zu $57,6 \pm 11,0$ MPa erreichen [86]. Beim adhäsiven Verbund von Füllungskompositen an abgestrahlter und mit phosphathaltigen Primern vorbereiteter Zirkoniumdioxidkeramikoberfläche werden in der Literatur Haftwerte zwischen $12,10 \pm 18,62$ MPa [43] und $19,1 \pm 4,4$ MPa [128] angegeben. Es zeichnet sich bei den in der Literatur angegebenen Werten ebenso wie in den hier gemessenen Werten ein Trend ab, dass plastische Füllungskomposite weniger starke Verbundkräfte erzielen, als dünnfließende Befestigungskomposite. Eine denkbare Begründung ist die geringere Benetzung der Oberfläche durch das Füllungskomposit aufgrund der höheren Viskosität. Für die Verbundfestigkeit ist die Größe der Kontaktfläche mitentscheidend. Um zwischen vorbereiteter Oberfläche und dem Komposit großflächigen Kontakt herzustellen, ist bei der Verwendung von Füllungskompositen ein gutes Adaptieren des Materials an die Oberfläche notwendig, wohingegen niedrigvisköse Komposite ohne weitere Adaptation an die Oberfläche heranfließen. Plastische Komposite könnten daher sensibler für Anwendungsfehler sein. Um dieser Beobachtung nachzugehen, sind weiterführende Untersuchungen notwendig. In dieser Untersuchung wurden keine statistisch signifikanten Unterschiede zwischen den unterschiedlichen Kompositen innerhalb der Substratgruppen gefunden, daher lässt sich entsprechend der Fragestellung schließen, dass der Haftverbund unabhängig vom verwendeten Komposit ist.

Nach dem Vergleich innerhalb der einzelnen Substratgruppen erfolgte der Vergleich zwischen den verschiedenen Substratgruppen mit jeweils gleicher AKK. Es wurden keine statistisch signifikanten Unterschiede zwischen den Verbundfestigkeiten der drei Substrate Titan, Zirkoniumdioxidkeramik und UFG-Nb gefunden. In der Literatur finden sich kontroverse Angaben zum adhäsiven Verbund an Zirkoniumdioxid, verglichen mit dem an Titan. Es überwiegt insgesamt die Ansicht, dass der Verbund an Titanoberflächen stabiler ist als der an Zirkoniumdioxidoberflächen [60, 107, 151], teilweise wird jedoch auch ein gleichwertiger Verbund proklamiert [28]. *Nakamura* et al. stellen zur Diskussion, dass die geringere Verbundstabilität an Zirkoniumdioxid in der verminderten

Oberflächenrauigkeit bei gleicher Vorbehandlung begründet ist, die sich durch die extreme Härte von Zirkoniumdioxid im Vergleich zu Titan ergibt [112]. In den Studien, die eine Überlegenheit von Titan nachweisen, wurden die Proben mit Aluminiumoxid der Körnung 50 µm abgestrahlt [60, 106, 150], wohingegen *Carrabba* et al. Aluminiumoxid in 70 µm Korngröße verwenden und zu gleichwertigen Verbundkräften zwischen beiden Materialien kommt [28]. Die Ergebnisse dieser Studie zeigten keinen signifikanten Unterschied zwischen den Verbundfestigkeiten der Titan- und Zirkoniumdioxidgruppen mit jeweils gleicher AKK. In Anbetracht der verwendeten verhältnismäßig großen Korngröße von 110 µm und dem hohen Abstrahl Druck im Rahmen der Vorbehandlung der Substrate ist eine im Vergleich zur Literatur höhere Oberflächenrauigkeit auch der Zirkoniumdioxidproben plausibel. Zur Bestätigung dieser Vermutung bedarf es weiterführender Untersuchungen.

Auch der Vergleich von Titan und Zirkoniumdioxid mit UFG-Nb ergab keine signifikanten Unterschiede. Diverse Studien bestätigen die Verbesserung des adhäsiven Verbundes an Metalloberflächen durch Abstrahlen mit Aluminiumdioxid und die Nutzung phosphathaltiger Primer [10, 44, 78, 151, 180, 184]. *Miyahara* et al. proklamieren nach der Analyse von mit Aluminiumoxid abgestrahlten Metalloberflächen, an denen anschließend adhäsive Verbunde untersucht worden waren, dass ein maßgeblicher Faktor für die Verbesserung des Verbundes die durch das Abstrahlen erfolgte Oxidierung der Legierungsbestandteile ist [108]. Der hier festgestellte gleichwertige Haftverbund an Titan und UFG-Nb könnte darin begründet sein, dass beide Materialien eine dichte Oxidschicht ausbilden, die eine direkte Bindung von funktionellen Monomeren moderner Adhäsivsysteme ermöglicht [117].

6.2.2 Diskussion der Ergebnisse aus Versuchsteil 2

Im zweiten Versuchsteil erfolgte die Messung der Verbundkräfte der unterschiedlichen AKK auf den drei Substraten Titan, Zirkoniumdioxidkeramik und UFG-Nb-Legierung nach künstlicher Alterung durch 5000 Zyklen im Thermocycling. Diesem Versuchsteil lag die Hypothese zu Grunde, dass:

4. Künstliche Alterung [...] keinen Einfluss auf die Verbundfestigkeit der untersuchten Substrat-Adhäsiv-Komposit-Kombinationen [hat].

Die gemessenen Verbundkräfte der unterschiedlichen AKK auf Titan nach künstlicher Alterung lagen zwischen $12,61 \pm 2,41$ MPa (T_FBM_G_A) und $19,16 \pm 2,98$ MPa (T_FBMD_BS_A) und liegen im Bereich der Werte aus vergleichbaren Studien. Cao et al. untersuchten in ihrer Studie die Verbundkräfte von Komposit auf unterschiedlich vorbereiteten Titanoberflächen vor und nach künstlicher Alterung. Die Verbundkräfte auf mit Aluminiumoxid abgestrahltem und mit Primern behandeltem Titan lagen nach 5000 Zyklen im Thermocycling bei bis zu $17,31 \pm 2,39$ MPa [26]. Almilhatti et al. untersuchten ebenfalls die Verbundkräfte auf abgestrahlter Titanoberfläche unter der Nutzung phosphathaltiger Primer nach künstlicher Alterung und stellten Werte von bis zu $12,4 \pm 2,0$ MPa fest [5].

Auf Zirkoniumdioxidkeramik lagen die Haftverbundkräfte der unterschiedlichen AKK nach künstlicher Alterung zwischen $13,12 \pm 2,23$ MPa (Z_FBM_BS_A) und $18,95 \pm 2,03$ MPa (Z_FBU_G_A). Diverse Studien beschäftigen sich mit dem adhäsiven Verbund an Zirkoniumdioxidkeramik nach künstlicher Alterung. Ahn et al. maßen auf aluminiumgestrahlter und mit phosphathaltigem Primer vorbereiteter Zirkoniumdioxidoberfläche nach künstlicher Alterung im Thermocyclingverfahren Verbundkräfte von $15,23 \pm 1,97$ MPa [2]. Fathpour et al. maßen bei einer vergleichbaren Untersuchung mit einem anderen Adhäsivsystem nach künstlicher Alterung Verbundkräfte von $5,18 \pm 7,07$ MPa [43]. Mit bis zu $18,88 \pm 1,41$ MPa stellten Klaisiri et al. etwas höhere Verbundkräfte zu Zirkoniumdioxid nach künstlicher Alterung fest. Krifka et al. maßen bei gleicher Vorbehandlung nach künstlicher Alterung auf Zirkoniumdioxid im Vergleich sehr hohe Verbundkräfte von $67,0 \pm 18,8$ MPa [86]. Im breiten Spektrum der in der Literatur angegebenen Werte reihen sich die in dieser Untersuchung festgestellten Werte im unteren Mittelfeld ein.

Auf der neuen UFG-Niob-Legierung wurden nach künstlicher Alterung Verbundkräfte zwischen $13,59 \pm 2,28$ MPa (N_FBU_G_A) und $19,39 \pm 1,37$ MPa (N_FBMD_BQ_A) gemessen. Vergleichswerte aus der Literatur existieren für dieses Material nicht.

In der statistischen Auswertung wurden zunächst Einzelvergleiche innerhalb der einzelnen Substratgruppen nach Alterung gezogen. Innerhalb der gealterten Titangruppen wurden sechs statistisch signifikante Unterschiede

gefunden, von denen vier sich unterscheidende Gruppen aufgrund nicht gegebener Vergleichbarkeit bei sowohl unterschiedlichem Adhäsiv als auch unterschiedlichem Komposit nicht relevant sind. Die zwei signifikanten und relevanten Unterschiede betrafen die Gruppe T_FBM_G_A, deren Verbundfestigkeit jeweils im Einzelvergleich zu den Gruppen T_FBM_BS_A ($p=0,012$) sowie T_FBM_BQ_A ($p=0,011$) unterlegen war. Beim Vergleich der gealterten UFG-Nb-Gruppen untereinander wurden vier statistisch signifikante Unterschiede gefunden, von denen zwei für die Fragestellung relevant sind. Diese relevanten Unterschiede lagen zwischen den Gruppen N_FBU_G_A und N_FBU_BS_A ($p=0,045$) sowie N_FBU_G_A und N_FBU_BQ_A ($p=0,014$). Auch hier zeigt GrandioSO schlechtere Haftwerte als das jeweils anderen Komposit. In der Tendenz wurde bereits im ersten Versuchsteil eine geringere Verbundfestigkeit der Gruppen mit dem plastischen Komposit GrandioSO im Vergleich zu denen mit BifixSE und BifixQM gesehen, die sich nach Alterungssimulation in signifikant geringeren Werten manifestieren konnte. Die in diesem Kontext erwähnte höhere Sensibilität des hochviskosen Komposits für Anwendungsfehler im Vergleich zu den dünnfließenden Befestigungskompositen könnte einen kleineren Adhäsionsgrad zur Folge haben und damit geringere Verbundkräfte erklären. Zur Bestätigung dieser Theorie bedarf es jedoch weiterer Untersuchungen. Auch innerhalb der gealterten Zirkoniumdioxidgruppen waren die Einzelvergleiche zwischen den Gruppen Z_FBU_G_A und Z_FBU_BQ_A ($p=0,031$) sowie zwischen Z_FBM_G_A und Z_FBM_BS_A ($p<0,001$) signifikant, jedoch zeigt GrandioSO in beiden Fällen bessere Haftwerte als das andere Komposit. Im Gegensatz zur jeweils erreichten Verbundfestigkeit ohne künstliche Alterung fällt hierbei jedoch auf, dass in den Fällen der Gruppen Z_FBU_G_A und Z_FBM_G_A wider Erwarten nach Alterung höhere Verbundfestigkeiten als vor Alterung gemessen wurden. Der statistische Vergleich zwischen den gealterten und ungealterten Gruppen blieb dabei ohne Signifikanz. Auch in einer Studie von *Pott et al.* mit den gleichen AKK zeigte sich ein Trend zu höheren Verbundfestigkeiten auf Zirkoniumdioxidkeramik nach künstlicher Alterung im Vergleich zu ungealterten Proben, welcher statistisch allerdings nicht nachgewiesen werden konnte. *Pott et al.* kamen dementsprechend zu dem

Schluss, dass Alterung bei der Verwendung dieser Adhäsivsysteme keinen Einfluss auf die Verbundfestigkeit hat [129].

Im Vergleich der gealterten Gruppen mit unterschiedlichen Substraten und jeweils gleicher AKK wurden vier relevante statistisch signifikante Unterschiede gefunden (Abb. 21). Diese bestanden zwischen den Gruppen T_FBU_G_A und Z_FBU_G_A ($p=0,028$), Z_FBU_G_A und N_FBU_G_A ($p=0,002$), T_FBM_G_A und Z_FBM_G_A ($p<0,001$) sowie T_FBMD_BS_A und Z_FBMD_BS_A ($p=0,004$). Wie bereits auf Seite 55 erwähnt, wurden bei den Gruppen Z_FBU_G_A und Z_FBM_G_A außerordentlich hohe Haftwerte nach künstlicher Alterung gemessen, die sogar höher als die der äquivalenten Gruppen vor Alterung waren. Es lassen sich daher erwartungsgemäß signifikante Unterschiede beim Vergleich dieser Gruppen mit den anderen Materialien erkennen. Die bereits vermutete hohe Sensibilität von GrandioSO für Anwendungsfehler kann ebenfalls eine breite Streuung der Ergebnisse unter den einzelnen GrandioSO-Gruppen und eine resultierende Häufung von signifikant unterschiedlichen Verbundkräften erklären.

Die statistisch signifikanten Unterschiede liegen in allen Fällen zwischen Zirkoniumdioxid und Titan bzw. Zirkoniumdioxid und UFG-Nb und in keinem Fall zwischen Titan und UFG-Nb. Zwischen den Titan- und UFG-Nb-Gruppen, jeweils nach künstlicher Alterung, waren die p-Werte in allen Fällen $\geq 0,878$ und damit insgesamt höher als viele p-Werte zwischen Zirkoniumdioxid und Titan bzw. UFG-Nb. In Abbildung 21 sind die p-Werte der signifikanten Einzelvergleiche hervorgehoben (Abb. 21).

Es zeigt sich zudem oft, dass die erzielten Verbundkräfte mit gleicher AKK auf Titan und UFG-Nb-Legierung jeweils beide höher oder beide niedriger liegen, als auf Zirkoniumdioxid. Die werkstoffkundlichen Ähnlichkeiten zwischen den beiden metallischen Materialien legen Parallelen in der Art des adhäsiven Verbundes und damit auch in der Stabilität der erzielten adhäsiven Verbindungen nahe. Die Eigenschaften von Zirkoniumdioxid weichen teils deutlich von denen der beiden anderen Substrate ab, es ist dementsprechend naheliegend, dass auch der adhäsive Verbund zwischen der Keramik und den metallischen Werkstoffen in einigen Fällen unterschiedlich ist. Insgesamt lässt sich aus den Ergebnissen keine generelle Überlegenheit des adhäsiven Verbundes auf

einem der drei Substrate oder einzelner Adhäsiv-Komposit-Kombinationen ablesen.

Um der Frage nach dem Einfluss der künstlichen Alterung auf den Haftverbund nachzugehen, erfolgte der Vergleich zwischen den Gruppen mit gleicher Substrat-Adhäsiv-Komposit-Kombination vor und nach künstlicher Alterung. Zwischen den ungealterten und gealterten Titangruppen wurden keine statistisch signifikanten Unterschiede festgestellt. In der vorliegenden Untersuchung hatte künstliche Alterung keinen Einfluss auf den Haftverbund an den Titanoberflächen. In der Literatur wird kontrovers diskutiert, ob künstliche Alterung den Haftverbund an Titanoberflächen signifikant verschlechtert. *Cao et al.* [26] proklamieren genauso wie *Yanagida et al.* [184] den negativen Einfluss des Thermocyclings auf die gemessenen Verbundkräfte. *Almilhatti et al.* [5] und *Tróia et al.* [167] maßen dagegen keine signifikant reduzierten Verbundkräfte nach Thermocycling, was von den Ergebnissen dieser Studie unterstützt wird.

Beim Vergleich der ungealterten und gealterten Zirkoniumdioxidgruppen wurden keine statistisch signifikanten Unterschiede festgestellt. In der Literatur wird vorrangig eine signifikante Verschlechterung des adhäsiven Verbundes an Zirkoniumdioxidkeramik durch künstliche Alterung proklamiert, die Studien nutzen dabei jedoch diverse verschiedene Methoden der Oberflächenvorbehandlung [120, 145]. Der mikromechanische und chemische Verbund von Kompositen zu Zirkoniumdioxid wird durch Sandstrahlen der Oberfläche und Verwendung von 10-MDP-haltigen Adhäsivsystemen signifikant stabilisiert und dadurch hydrolysestabiler [3, 6, 30, 92, 110, 112, 126, 128, 133, 145]. Einige Untersuchungsergebnisse zeigen, dass künstliche Alterung einen deutlich geringeren Einfluss auf den adhäsiven Verbund Zirkoniumdioxidoberflächen hat, wenn diese sandgestrahlt wurden und ein 10-MDP-haltiges Adhäsivsystem zum Einsatz kam [43, 80, 88, 92, 129]. Die Ergebnisse dieser Untersuchung unterstützen diese These.

Zwischen den ungealterten und gealterten UFG-Nb-Gruppen mit jeweils gleicher AKK wurden keine signifikanten Unterschiede gefunden. An allen drei Substraten wurde mit den verwendeten Adhäsivsystemen und Kompositen nach Sandstrahlung der Oberfläche ein hydrolysestabiler adhäsiver Verbund

erzielt. Die Datenlage zum adhäsiven Verbund an Titanlegierungen und Zirkoniumdioxid lässt vermuten, dass diese Stabilität auch an der UFG-Nb-Legierung wesentlich durch das Sandstrahlen der Oberfläche sowie die Verwendung eines 10-MDP-haltigen Adhäsivsystems erreicht wurde. Um diese Theorie zu bestätigen, bedarf es weiterer Untersuchungen.

6.2.3 Beantwortung der Hypothesen

Die ersten drei Hypothesen konnten auf Basis der Ergebnisse aus Versuchsteil 1 beantwortet werden.

Die erste Hypothese lautete: „Die initiale Verbundfestigkeit der untersuchten UFG-Nb-Adhäsiv-Komposit-Kombinationen ist unabhängig vom verwendeten Adhäsivsystem“. Aufgrund der Ergebnisse dieser Untersuchung kann die Hypothese bestätigt werden.

Die zweite Hypothese, dass „Die initiale Verbundfestigkeit der untersuchten UFG-Nb-Adhäsiv-Komposit-Kombinationen [...] unabhängig vom verwendeten Komposit [ist]“, kann aufgrund der Ergebnisse dieser Studie ebenfalls bestätigt werden.

Die dritte Hypothese lautete: „Die initiale Verbundfestigkeit der Substrat-Adhäsiv-Komposit-Kombinationen ist unabhängig vom Substrat.“ Auch die dritte Hypothese kann bestätigt werden.

Die vierte Hypothese bezieht sich auf die Ergebnisse des zweiten Versuchsteils und lautete: „Künstliche Alterung hat keinen Einfluss auf die Verbundfestigkeit der korrelierenden Substrat-Adhäsiv-Komposit-Kombinationen“. Die vierte Hypothese kann ebenfalls bestätigt werden.

6.3 Schlussfolgerung und Fazit

Etablierte dentale Adhäsivsysteme und Komposite ermöglichen einen, auch nach Alterungseinflüssen, stabilen adhäsiven Verbund zu einer experimentellen UFG-Nb-Legierung mit Verbundkräften, die mit denen auf den gängigen Implantatmaterialien Ti-6Al-4V und Zirkoniumdioxidkeramik vergleichbar sind. Die erzielten Verbundkräfte sind dabei unabhängig von dem verwendeten Komposit und Adhäsivsystem sowie von künstlicher Alterung. Für die zukünft-

tige klinische Anwendung von UFG-Nb als Material für ein Implantat mit integrierter Mikropumpe zur behandlergesteuerten Wirkstofffreisetzung sind diese Erkenntnisse von Bedeutung, müssen allerdings durch weitere Untersuchungen untermauert werden. Dabei muss beispielsweise ein chemischer Einfluss des Wirkstofflösungsmittels auf den adhäsiven Verbund ausgeschlossen werden. Damit der Wirkstoff durch die Implantatwand dringen kann, muss diese eine poröse Struktur haben. Aufgrund der niedrigen Viskosität von dentalen Adhäsiven ist es denkbar, dass die wichtigen Porositäten bei der Befestigung der Pumpe partiell verschlossen werden. Diese mögliche Komplikation muss geprüft werden, sobald das Implantatmaterial in seiner finalen Struktur vorliegt, und gegebenenfalls müssen Alternativen beispielsweise in Form geeigneter selbstadhäsiver Komposite untersucht werden. Neben einem stabilen Verbund auf der Implantatoberfläche muss das Komposit auch mit der aktuell noch in der Entwicklung befindlichen Mikropumpe eine stabile Verbindung eingehen. Ob diese ebenfalls durch Adhäsivtechnik oder durch makromechanische Retentionsformen erreicht werden kann, wird Fragestellung zukünftiger Forschung sein.

7 Zusammenfassung

Der DFG-geförderte Sonderforschungsbereich SFB/TRR 298 untersucht Technologien zur Steigerung der Implantatsicherheit. Unter anderem wird ein dentales Implantat aus einer neuen ultrafeinkörnigen Niob-Legierung (UFG-Nb) entwickelt, aus dem behandlergesteuert mit einer Mikropumpe antibakterieller Wirkstoff freigesetzt werden soll. Die Befestigung der Mikropumpe soll mit dentaler Adhäsivtechnik erfolgen. Ziel dieser in-vitro-Untersuchung war es, die Verbundstabilität etablierter Adhäsiv-Komposit-Kombinationen (AKK) an UFG-Nb zu untersuchen und mit der Verbundstabilität an Titan und Zirkoniumdioxidkeramik (ZrO_2) zu vergleichen.

In dieser Studie wurden Quader aus UFG-Nb sowie Scheiben aus Titan und ZrO_2 in Epoxidharz eingebettet. Die freiliegenden Substratoberflächen wurden mit Al_3O_2 (110 μm) abgestrahlt und mit Ethanol gereinigt. Auf die getrocknete Oberfläche wurde je eins der drei Adhäsive Futurabond U (FBU), Futurabond M+ (FBM) und Futurabond M+ DCA (FBMD) (alle VOCO GmbH, Cuxhaven, Deutschland) aufgetragen und lichtgehärtet. Je eins der drei Komposite GrandioSO (G), BifixSE (BS) und BifixQM (BQ) (alle VOCO GmbH, Cuxhaven, Deutschland) wurde auf das vorbereitete Substrat appliziert und lichtgehärtet. Nach 24 h wurde die Verbundfestigkeit im Scherversuch gemessen. Im zweiten Versuchsteil erfolgte vor dem Scherversuch eine zusätzliche Alterungssimulation mit 5000 Zyklen im Thermocycling zwischen 5 °C und 55 °C.

Die maximalen Verbundkräfte der 27 Gruppen vor künstlicher Alterung lagen zwischen $18,67 \pm 2,93$ MPa (Z_FBMD_BQ) und $19,88 \pm 2,72$ MPa (T_FBMD_BQ). In den Einzelvergleichen der unterschiedlichen AKK innerhalb der Substratgruppen sowie zwischen korrelierenden Gruppen unterschiedlicher Substrate mit gleicher AKK wurden keine signifikanten Unterschiede gefunden. In den 27 Gruppen nach künstlicher Alterung wurden Maximalwerte zwischen $18,95 \pm 2,03$ MPa (Z_FBU_G_A) und $19,39 \pm 1,37$ MPa (N_FBMD_BQ_A) gemessen. Bei den Einzelvergleichen innerhalb der gealterten Substratgruppen zeigten die Gruppen T_FBM_G_A und N_FBU_G_A

signifikant geringere Verbundkräfte als die korrelierenden Gruppen mit den anderen Kompositen ($p \leq 0,045$). Nach künstlicher Alterung war die Verbundfestigkeit von Z_FBU_G_A höher als die von T_FBU_G_A ($p=0,028$) und N_FBU_G_A ($p=0,002$). Die Verbundfestigkeit von Z_FBM_G_A war höher als die von T_FBM_G_A ($p < 0,001$). Z_FBMD_BS_A zeigte im Vergleich zu T_FBMD_BS_A ($p=0,004$) eine reduzierte Verbundfestigkeit. Beim Vergleich der korrelierenden Gruppen vor und nach Alterung wurden keine signifikanten Unterschiede gefunden.

Die Ergebnisse dieser Studie zeigen, dass ein stabiler adhäsiver Verbund an UFG-Nb mit den etablierten AKK erzielt werden kann. Hinsichtlich der hier untersuchten Parameter eignen sich alle getesteten AKK gleichermaßen für die Befestigung einer Mikropumpe im Inneren eines UFG-Nb-Implantats. Für die Etablierung von UFG-Nb als Material für ein neues Implantat mit integrierter Mikropumpe sind die Erkenntnisse dieser Studie in höchstem Maße relevant. Die Untersuchung zusätzlicher werkstoffbezogener Parameter ist aktuell Gegenstand weiterer Forschung, in der unter anderem der Einfluss möglicher Wirkstofflösungsmittel auf den adhäsiven Verbund geprüft werden muss. Zudem muss sichergestellt werden, dass die geplante poröse Materialstruktur des Implantates auch nach adhäsiver Befestigung der Pumpe erhalten bleibt.

8 Literaturverzeichnis

1. Adler L, Buhlin K, Jansson L. Survival and complications: a 9-to 15-year retrospective follow-up of dental implant therapy. *J Oral Rehabil* 2020;47:67-77.
2. Ahn J, Yi Y, Lee Y, et al. Shear bond strength of MDP-containing self-adhesive resin cement and Y-TZP ceramics: effect of phosphate monomer-containing primers. *BioMed Res Int* 2015:389234 [EPub].
3. Alammari A, Blatz M. The resin bond to high-translucent zirconia-A systematic review. *J Esthet Restor Dent* 2022;34:117-135.
4. Alfadda S. Effect of Alumina Particle Size on the Bond Strength between Autopolymerized Acrylic Resin and Commercially Pure Titanium. *J Prosthodont* 2019;28:466-470.
5. Almilhatti H, Neppelenbroek K, Vergani C, et al. Adhesive bonding of resin composite to various titanium surfaces using different metal conditioners and a surface modification system. *J Appl Oral Sci* 2013;21:590-596.
6. Amaral M, Belli R, Cesar P, et al. The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia. *J Dent* 2014;42:90-98.
7. Aquino C, Mathias C, Barreto S, et al. Repair Bond Strength and Leakage of Non-Aged and Aged Bulk-fill Composite. *Oral Health Prev Dent* 2020;18:783-791.
8. Asgar K. Casting metals in dentistry: past--present--future. *Adv Dent Res* 1988;2:33-43.
9. Asri R, Harun W, Samykano M, et al. Corrosion and surface modification on biocompatible metals: A review. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl* 2017;77:1261-1274.
10. Ates SM, Korkmaz F, Caglar I, et al. The effect of ultrafast fiber laser application on the bond strength of resin cement to titanium. *Lasers Med Sci* 2017;32:1121-1129.
11. Balarew C. The periodic table of chemical elements--history, nature, meaning. *Pure Appl Chem* 2019;91:2037-2042.
12. Balasubramaniam G. Predictability of resin bonded bridges - a systematic review. *Br Dent J* 2017;222:849-858.
13. Ban S, Taniki T, Sato H, et al. Acid etching of titanium for bonding with veneering composite resins. *Dent Mater J* 2006;25:382-390.
14. Barchetta N, Silva A, Domingues N, et al. Cleaning and Surface Treatment Protocols for Repair of Aged Y-TZP with Composite Resin. *Int J Periodontics Restorative Dent* 2021;41:e19-e26.
15. Becker M, Etruscan Gold Dental Appliances. In *Etruscology*, Hrsg. A. Naso. 2017, De Gruyter: Boston, Berlin. p. 523-534.

16. Bedran-Russo A, Leme-Kraus A, Vidal C, et al. An Overview of Dental Adhesive Systems and the Dynamic Tooth-Adhesive Interface. *Dent Clin North Am* 2017;61:713-731.
17. Blatz M, Vonderheide M, Conejo J. The Effect of Resin Bonding on Long-Term Success of High-Strength Ceramics. *J Dent Res* 2018;97:132-139.
18. Block M. Dental Implants: The Last 100 Years. *J Oral Maxillofac Surg* 2018;76:11-26.
19. Borchers L, Stiesch M, Bach F, et al. Influence of hydrothermal and mechanical conditions on the strength of zirconia. *Acta Biomater* 2010;6:4547-4552.
20. Borges G, Sophr A, De Goes M, et al. Effect of etching and airborne particle abrasion on the microstructure of different dental ceramics. *J Prosthet Dent* 2003;89:479-488.
21. Branemark P. Osseointegration and its experimental background. *J Prosthet Dent* 1983;50:399-410.
22. Brauchli L, Steineck M. Siloranes–Suitability of a Novel Adhesive for Orthodontic Bracket Bonding. *Dent J* 2021;9:135.
23. Briel H. *Chemie der Werkstoffe. Korrosion von Metallen.* 2008, Wiesbaden: Teubner.
24. Buonocore M. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955;34:849-853.
25. Buser D, Sennerby L, De Bruyn H. Modern implant dentistry based on osseointegration: 50 years of progress, current trends and open questions. *Periodontol 2000* 2017;73:7-21.
26. Cao Y, Guo Y, Chen L, et al. Effects of Different Surface Treatments on Bond Strength of Resin Cement to Machined Pure Titanium. *J Adhes Dent* 2019;21:401-411.
27. Carabelli G. *Systematisches Handbuch der Zahnheilkunde.* 1844, Hildesheim, Zürich, New York: Georg Olms Verlag.
28. Carrabba M, Nagasawa Y, Parrini S, et al. Zirconia Translucency and Cement Systems as Factors Influencing the Zirconia-Titanium and Zirconia-Zirconia Shear Bond Strength. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2019;34:1053-1058.
29. Carrilho E, Cardoso M, Marques Ferreira M, et al. 10-MDP Based Dental Adhesives: Adhesive Interface Characterization and Adhesive Stability-A Systematic Review. *Materials* 2019;12:790.
30. Chen Y, Lu Z, Qian M, et al. Effect of 10-Methacryloxydecyl Dihydrogen Phosphate Concentration on Chemical Coupling of Methacrylate Resin to Yttria-stabilized Zirconia. *J Adhes Dent* 2017;19:349-355.
31. Chen Y, Moussi J, Drury J, et al. Zirconia in biomedical applications. *Expert Rev Med Devices* 2016;13:945-963.

32. Cholmakow-Bodechtel C, Füßl-Grünig E, Geyer S, et al. Fünfte Deutsche Mundgesundheitsstudie (DMS V). 2016, Köln: Deutscher Zahnärzte Verlag.
33. Çınar S, Kırmalı Ö. Repair bond strength of composite resin to zirconia restorations after different thermal cycles. *J Adv Prosthodont* 2019;11:297-304.
34. Comino-Garayoa R, Pelaez J, Tobar C, et al. Adhesion to Zirconia: A Systematic Review of Surface Pretreatments and Resin Cements. *Materials* 2021;14:2751.
35. Denry I, Kelly J. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 2008;24:299-307.
36. Derks J, Tomasi C. Peri-implant health and disease. A systematic review of current epidemiology. *J Clin Periodontol* 2015;42 Suppl 16:158-171.
37. Derks J, Tomasi C. Peri-implant health and disease. A systematic review of current epidemiology. *J Clin Periodontol* 2015;42 Suppl 16:158-71.
38. Deutsche Gesellschaft Für Implantologie Im Zahn- Mund- Und Kieferbereich, Deutsche Gesellschaft Für Zahn- Mund- Und Kieferheilkunde. S3-Leitlinie: Die Behandlung periimplantärer Infektionen an Zahnimplantaten Aufl. 2. 2022, Berlin: AWMF online Leilinenregister.
39. Dhesi G, Sidhu S, Al-Haj Husain N, et al. Evaluation of Adhesion Protocol for Titanium Base Abutments to Different Ceramic and Hybrid Materials. *Eur J Prosthodont Restor Dent* 2021;29:22-34.
40. Dreyer H, Grischke J, Tiede C, et al. Epidemiology and risk factors of peri-implantitis: A systematic review. *J Periodontal Res* 2018;53:657-681.
41. Eichner K. Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung. Aufl. 3. 1974, Heidelberg: Dr. Alfred Hüthig Verlag. 481.
42. Elsaka S. Effectiveness of Titanium Tetrafluoride on the Bond Strength of Composite Cement to Titanium. *J Adhes Dent* 2018;20:143-149.
43. Fathpour K, Nili Ahmadabadi M, Atash R, et al. Effect of Different Surface Treatment Methods on the Shear Bond Strength of Resin Composite/Zirconia for Intra-oral Repair of Zirconia Restorations. *Eur J Dent* 2022:Epub ahead of print.
44. Fonseca R, Haneda I, Almeida-Junior A, et al. Efficacy of air-abrasion technique and additional surface treatment at titanium/resin cement interface. *J Adhes Dent* 2012;14:453-459.
45. Frankenberger R. Adhäsiv-Fibel: Adhäsive Zahnmedizin - Wege zum klinischen Erfolg. Aufl. 4. 2018, Balingen: Spitta 279.
46. Frankenberger R. Adhäsive. *ZWR* 2018;127:300-304.
47. Frankenberger R, Heidemann D, Staehle H, et al. DGZ-Gutachten zur Adhäsivtechnik. *Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift*. 2014.

48. Fu L, Engqvist H, Xia W. Glass-Ceramics in Dentistry: A Review. *Materials* 2020;13:1049.
49. Galvao Ribeiro B, Galvao Rabelo Caldas M, Almeida A, et al. Effect of surface treatments on repair with composite resin of a partially monoclinic phase transformed yttrium-stabilized tetragonal zirconia. *J Prosthet Dent* 2018;119:286-291.
50. Garvie R, Hannink R, Pascoe R. Ceramic steel?. *Nature* 1975;258:703-704.
51. Gellrich N, Rahlf B, Zimmerer R, et al. A new concept for implant-borne dental rehabilitation; how to overcome the biological weak-spot of conventional dental implants?. *Head Face Med* 2017;13:17.
52. Gellrich N, Zimmerer R, Spalthoff S, et al. A customised digitally engineered solution for fixed dental rehabilitation in severe bone deficiency: A new innovative line extension in implant dentistry. *J Craniomaxillofac Surg* 2017;45:1632-1638.
53. Gente M, Willamowski M. *Zahnärztliche Werkstoffkunde*. Aufl. 1. 2020, Balingen: Spitta. 326.
54. Go E, Shin Y, Park J. Evaluation of the Microshear Bond Strength of MDP-containing and Non-MDP-containing Self-adhesive Resin Cement on Zirconia Restoration. *Oper Dent* 2019;44:379-385.
55. Guilherme N, Wadhvani C, Zheng C, et al. Effect of surface treatments on titanium alloy bonding to lithium disilicate glass-ceramics. *J Prosthet Dent* 2016;116:797-802.
56. Guillaume B. Dental implants: A review. *Morphologie* 2016;100:189-198.
57. Hamed MT, Mously HA, Ghulman MM, et al. Impact of dental implant diameter on the efficiency of fatigue: A systematic review analysis. *J Pak Med Assoc* 2021;71:1648-1654.
58. Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, et al. TEM interfacial characterization of an experimental self-adhesive filling material bonded to enamel/dentin. *Dent Mater* 2011;27:818-824.
59. Hanawa T. Zirconia versus titanium in dentistry: A review. *Dent Mater J* 2020;39:24-36.
60. Hansen N, Wille S, Kern M. Effect of reduced airborne-particle abrasion pressure on the retention of zirconia copings resin bonded to titanium abutments. *J Prosthet Dent* 2020;124:60-67.
61. Hariri I, Shimada Y, Sadr A, et al. The effects of aging on shear bond strength and nanoleakage expression of an etch-and-rinse adhesive on human enamel and dentin. *J Adhes Dent* 2012;14:235-243.
62. Hashim D, Cionca N, Courvoisier DS, et al. A systematic review of the clinical survival of zirconia implants. *Clin Oral Investig* 2016;20:1403-17.
63. Hieda J, Niinomi M, Nakai M, et al. Improvement of adhesive strength of segmented polyurethane on Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr alloy through H₂O₂

- treatment for biomedical applications. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2013;101:776-83.
64. International Organization for Standardization. Metal-resin adhesion, Amendment 1, ISO 10477. 1996, International Organization For Standardization: Genf.
 65. Jakovac M, Klaser T, Radatovic B, et al. Impact of Sandblasting on Morphology, Structure and Conductivity of Zirconia Dental Ceramics Material. *Materials* 2021;14:2834.
 66. Johansson C, Albrektsson T. A removal torque and histomorphometric study of commercially pure niobium and titanium implants in rabbit bone. *Clin Oral Implants Res* 1991;2:24-29.
 67. Kelly J, Benetti P. Ceramic materials in dentistry: historical evolution and current practice. *Aust Dent J* 2011;56:84-96.
 68. Kelly J, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dent Mater* 2008;24:289-298.
 69. Kern M, Beuer F, Frankenberger R, et al. Vollkeramik auf einen Blick. Aufl. 6. 2015, Ettlingen: Arbeitsgemeinschaft für Keramik in der Zahnmedizin e.V. . 190.
 70. Kern M, Keramik A. Was hat sich langfristig bewährt, was noch nicht?. *ZWR* 2015;124:292-298.
 71. Kern M, Thompson V. Durability of resin bonds to a cobalt-chromium alloy. *J Dent* 1995;23:47-54.
 72. Kern M, Thompson V. Durability of resin bonds to pure titanium. *J Prosthodont* 1995;4:16-22.
 73. Kern M, Wegner S. Bonding to zirconia ceramic: adhesion methods and their durability. *Dent Mater* 1998;14:64-71.
 74. Keuper M. Transformationskinetik der Niedertemperaturumwandlung von Zirkoniumdioxid., in Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät. 2015, Universität Tübingen: Tübingen. 59.
 75. Khan A, Al Kheraif A, Syed J, et al. Enhanced resin titanium adhesion with silane primers using tribochemical silica-coating. *Dent Mater J* 2017;36:111-116.
 76. Kibayashi H, Teraoka F, Fujimoto S, et al. Surface modification of pure titanium by plasma exposure and its bonding to resin. *Dent Mater J* 2005;24:53-58.
 77. Kim KT, Eo MY, Nguyen TTH, et al. General review of titanium toxicity. *Int J Implant Dent* 2019;5:10.
 78. Kim S, Vang M, Yang H, et al. Effect of adhesive primers on bonding strength of heat cure denture base resin to cast titanium and cobalt-chromium alloy. *J Adv Prosthodont* 2009;1:41-46.
 79. Kimmich M, Stappert C. Intraoral treatment of veneering porcelain chipping of fixed dental restorations: a review and clinical application. *J Am Dent Assoc* 2013;144:31-44.

80. Klaisiri A, Krajangta N, Thamrongananskul N. The Durability of Zirconia/Resin Composite Shear Bond Strength using Different Functional Monomer of Universal Adhesives. *Eur J Dent* 2021;16:756-760.
81. Kohorst P, Borchers L, Stempel J, et al. Low-temperature degradation of different zirconia ceramics for dental applications. *Acta Biomater* 2012;8:1213-1220.
82. Kohorst P, Dittmer M, Borchers L, et al. Influence of cyclic fatigue in water on the load-bearing capacity of dental bridges made of zirconia. *Acta Biomater* 2008;4:1440-1447.
83. Kohorst P, Stiesch M. Zirkoniumdioxid-Eine Keramik auf dem Weg zum Goldstandard. 2011 [zitiert am 21.09.2022]; abrufbar von: <https://www.zwp-online.info/fachgebiete/zahntechnik/werkstoffe/zirkoniumdioxid-eine-keramik-auf-dem-weg-zum-goldstandard>.
84. Koizumi H, Naito K, Ishii T, et al. Adhesive bonding of Ti-6Al-7Nb alloy and component metals with acidic primers and a tri-n-butylborane initiated resin. *J Adhes Dent* 2012;14:283-292.
85. Kramer K. Metallische Implantatwerkstoffe—ein Überblick. *BioNanoMaterials* 2001;2:187-197.
86. Krifka S, Preis V, Rosentritt M. Effect of Decontamination and Cleaning on the Shear Bond Strength of High Translucency Zirconia. *Dent J* 2017;5:32.
87. Kroeger AT. Periimplantitis und Parodontitis: ein Vergleich auf mikrobiologischer Ebene. *ZWR-Das Deutsche Zahnärzteblatt* 2020;129:157-158.
88. Kwon S, Kim Y, Kwon T. Challenging the resin-zirconia interface by thermal cycling or mechanical load cycling or their combinations. *Appl Sci* 2020;10:7352.
89. Kwon S, Min B, Kim Y, et al. Influence of Sandblasting Particle Size and Pressure on Resin Bonding Durability to Zirconia: A Residual Stress Study. *Materials* 2020;13:5629.
90. Langen U, Schmitz R, Steppuhn H. Häufigkeit allergischer Erkrankungen in Deutschland. *Bundesgesundheitsblatt-Gesundheitsforschung-Gesundheitsschutz* 2013;56:698-706.
91. Lawson N, Bansal R, Burgess J. Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials. *Dent Mater* 2016;32:e275-e283.
92. Le M, Larsson C, Papia E. Bond strength between MDP-based cement and translucent zirconia. *Dent Mater J* 2019;38:480-489.
93. Lee S, Vang M, Yang H, et al. Shear bond strength of composite resin to titanium according to various surface treatments. *J Adv Prosthodont* 2009;1:68-74.
94. Li R, Chow T, Matinlinna J. Ceramic dental biomaterials and CAD/CAM technology: state of the art. *J Prosthodont Res* 2014;58:208-216.

95. Liaw K, Delfini RH, Abrahams JJ. Dental Implant Complications. *Semin Ultrasound CT MR* 2015;36:427-33.
96. Lin S, Huang L, Li J, et al. Assessment of preparation time and 1-year Invisalign aligner attachment survival using flowable and packable composites: A split-mouth clinical study. *Angle Orthod* 2021;91:583-589.
97. Livaditis G, Thompson V. The Maryland bridge technique. *TIC* 1982;41:7-10.
98. Lorenz J, Holländer J, Ghanaati S, et al. Keramikimplantate–eine Übersicht. 2015 [zitiert am 02.01.2022]; abrufbar von: <https://www.zwp-online.info/fachgebiete/implantologie/keramikimplantate/keramikimplantate-eine-uebersicht>.
99. Lundstrom I. Allergy and corrosion of dental materials in patients with oral lichen planus. *Int J Oral Surg* 1984;13:16-24.
100. Luthra R, Kaur P. An insight into current concepts and techniques in resin bonding to high strength ceramics. *Aust Dent J* 2016;61:163-173.
101. Manicone P, Rossi Iommetti P, Raffaelli L. An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent* 2007;35:819-826.
102. Manso A, Carvalho R. Dental Cements for Luting and Bonding Restorations: Self-Adhesive Resin Cements. *Dent Clin North Am* 2017;61:821-834.
103. Mantripragada V, Lecka-Czernik B, Ebraheim N, et al. An overview of recent advances in designing orthopedic and craniofacial implants. *J Biomed Mater Res A* 2013;101:3349-3364.
104. Marxkors R, Meiners H, Geis-Gerstorfer J. Taschenbuch der zahnärztlichen Werkstoffkunde. Aufl. 6. 2012, Köln: Deutscher Zahnärzte Verlag. 350.
105. Matsuno H, Yokoyama A, Watari F, et al. Biocompatibility and osteogenesis of refractory metal implants, titanium, hafnium, niobium, tantalum and rhenium. *Biomaterials* 2001;22:1253-1262.
106. Meharry M, Schwartz J, Montalvo A, et al. Comparison of 2 self-adhesive resin cements with or without a self-etching primer. *Gen Dent* 2020;68:22-28.
107. Mehl C, Zhang Q, Lehmann F, et al. Retention of zirconia on titanium in two-piece abutments with self-adhesive resin cements. *J Prosthet Dent* 2018;120:214-219.
108. Miyahara H, Ikeda H, Anggraini S, et al. Adhesive bonding of alumina air-abraded Ag-Pd-Cu-Au alloy with 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate. *Dent Mater J* 2020;39:262-271.
109. Moura D, Do Nascimento Januario A, De Araujo A, et al. Effect of primer-cement systems with different functional phosphate monomers on the adhesion of zirconia to dentin. *J Mech Behav Biomed Mater* 2018;88:69-77.

110. Nagaoka N, Yoshihara K, Feitosa V, et al. Chemical interaction mechanism of 10-MDP with zirconia. *Sci Rep* 2017;7:45563.
111. Nagarkar S, Theis-Mahon N, Perdigao J. Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2019;107:2121-2131.
112. Nakamura K, Kawaguchi T, Ikeda H, et al. Bond durability and surface states of titanium, Ti-6Al-4V alloy, and zirconia for implant materials. *J Prosthodont Res* 2022;66:296-302.
113. Nicolaisen M, Bahrami G, Schropp L, et al. Comparison of metal-ceramic and all-ceramic three-unit posterior fixed dental prostheses: a 3-year randomized clinical trial. *Int J Prosthodont* 2016;29:259-264.
114. Niendorf T, Canadinc D, Maier H, et al. Microstructure–mechanical property relationships in ultrafine-grained NbZr. *Acta Mater* 2007;55:6596-6605.
115. Nouh I, Kern M, Sabet A, et al. Mechanical behavior of posterior all-ceramic hybrid-abutment-crowns versus hybrid-abutments with separate crowns—A laboratory study. *Clin Oral Implants Res* 2019;30:90-98.
116. O'Brien B, Niobium biomaterials. In *Advances in Metallic Biomaterials.*, Hrsg. M. Niinomi, T. Narushima, and M. Nakai. 2015, Springer: Berlin, Heidelberg. p. 245-272.
117. Ohno H, Yamane Y, Endo K, et al. Adhesion of adhesive resin to dental precious metal alloys. Part I. New precious metal alloys with base metals for resin bonding. *Dent Mater J* 1998;17:275-284.
118. Okada M, Taketa H, Torii Y, et al. Optimal sandblasting conditions for conventional-type yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals. *Dent Mater* 2019;35:169-175.
119. Olivares-Navarrete R, Olaya J, Ramírez C, et al. Biocompatibility of Niobium Coatings. *Coatings* 2011;1:72-87.
120. Ozcan M, Bernasconi M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent* 2015;17:7-26.
121. Ozkurt Z, Kazazoglu E. Clinical success of zirconia in dental applications. *J Prosthodont* 2010;19:64-68.
122. Perdigao J, Pinto A, Monteiro R, et al. Degradation of dental ZrO₂-based materials after hydrothermal fatigue. Part I: XRD, XRF, and FESEM analyses. *Dent Mater J* 2012;31:256-265.
123. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials* 1999;20:1-25.
124. Poli P, De Miranda F, Polo T, et al. Titanium Allergy Caused by Dental Implants: A Systematic Literature Review and Case Report. *Materials* 2021;14:5239.
125. Pott P. Experimentelle In-Vitro-Untersuchung zur Stabilität intraoraler Reparaturen von vollkeramischem Zahnersatz, in *Klinik für*

- Zahnärztliche Prothetik und Biomedizinische Werkstoffkunde. 2012, Medizinischen Hochschule Hannover: Hannover.
126. Pott P, Borchers L, Stiesch M, et al. Scherfestigkeit von ZrO₂-Komposit-Verbindungen nach künstlicher Alterung. *ZWR* 2014;123:132-137.
 127. Pott P, Eisenburger M, Stiesch M. Survival rate of modern all-ceramic FPDs during an observation period from 2011 to 2016. *J Adv Prosthodont* 2018;10:18-24.
 128. Pott P, Stiesch M, Eisenburger M. Influence of 10-MDP adhesive system on shear bond strength of zirconia-composite interfaces. *J Dent Mater Tech* 2015;4:117-126.
 129. Pott P, Stiesch M, Eisenburger M. Influence of artificial aging on the shear bond strength of zirconia-composite interfaces after pretreatment with new 10-MDP adhesive systems. *J Dent Mater Tech* 2016;5:1-10.
 130. Pott P, Syväri T, Stiesch M, et al. Influence of nonthermal argon plasma on the shear bond strength between zirconia and different adhesives and luting composites after artificial aging. *J Adv Prosthodont* 2018;10:308-314.
 131. Pradhan D, Wren A, Mixture S, et al. Investigating the structure and biocompatibility of niobium and titanium oxides as coatings for orthopedic metallic implants. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl* 2016;58:918-926.
 132. Purcek G, Saray O, Rubitschek F, et al. Effect of internal oxidation on wear behavior of ultrafine-grained Nb–Zr. *Acta Mater* 2011;59:7683-7694.
 133. Quigley N, Loo D, Choy C, et al. Clinical efficacy of methods for bonding to zirconia: A systematic review. *J Prosthet Dent* 2021;125:231-240.
 134. Roberts H, Berzins D, Moore B, et al. Metal-ceramic alloys in dentistry: a review. *J Prosthodont* 2009;18:188-194.
 135. Rosentritt M, Ilie N, Lohbauer U, et al. *Werkstoffkunde in der Zahnmedizin - Moderne Materialien und Technologien*. Aufl. 1. 2018, Stuttgart, New York: Georg Thieme Verlag KG. 470.
 136. Rosholm Comstedt L, Dahlin J, Bruze M, et al. Prevalence of contact allergy to metals: nickel, palladium, and cobalt in Southern Sweden from 1995-2016. *Contact Derm* 2020;82:218-226.
 137. Rubitschek F. Biokompatible ultrafeinkörnige Niob-Zirkonium Legierungen-Integrität unter mechanischer und korrosiver Beanspruchung., in Fakultät für Maschinenbau. 2012, Universität Paderborn: Paderborn.
 138. Rubitschek F, Niendorf T, Karaman I, et al. Corrosion fatigue behavior of a biocompatible ultrafine-grained niobium alloy in simulated body fluid. *J Mech Behav Biomed Mater* 2012;5:181-192.
 139. Rubitschek F, Niendorf T, Karaman I, et al. Microstructural stability of ultrafine-grained niobium–zirconium alloy at elevated temperatures. *J Alloys Compd* 2012;517:61-68.

140. Rubitschek F, Niendorf T, Karaman I, et al. Surface hardening of biocompatible ultrafine-grained niobium zirconium alloy by two-stage oxidation treatment. *J Mater Sci* 2013;48:4549-4556.
141. Ruiz Henao P, Caneiro Queija L, Mareque S, et al. Titanium vs ceramic single dental implants in the anterior maxilla: A 12-month randomized clinical trial. *Clin Oral Implants Res* 2021;32:951-961.
142. Safavi M, Walsh F, Visai L, et al. Progress in Niobium Oxide-Containing Coatings for Biomedical Applications: A Critical Review. *ACS Omega* 2022;7:9088-9107.
143. Sagsoz O, Polat Sagsoz N. Chemical degradation of dental CAD/CAM materials. *Biomed Mater Eng* 2019;30:419-426.
144. Sarahneh O, Gunal-Abduljalil B. The effect of silane and universal adhesives on the micro-shear bond strength of current resin-matrix ceramics. *J Adv Prosthodont* 2021;13:292-303.
145. Scaminaci Russo D, Cinelli F, Sarti C, et al. Adhesion to Zirconia: A Systematic Review of Current Conditioning Methods and Bonding Materials. *Dent J* 2019;7:74.
146. Schaumann S, Stiesch M, Pott P. Von tierischen Zähnen zur Implantatversorgung. *ZWR* 2014;123:542-545.
147. Schulz K, Piatak N, Papp J, Niobium and tantalum. In *Critical mineral resources of the United States—Economic and environmental geology and prospects for future supply*, Hrsg. K. Schulz, et al. 2017, US Geological Survey. p. M1-M34.
148. Schwarz F, Jepsen S, Obreja K, et al. Surgical therapy of peri-implantitis. *Periodontol 2000* 2022;88:145-181.
149. Schwarz F, Ramanauskaite A. It is all about peri-implant tissue health. *Periodontol 2000* 2022;88:9-12.
150. Sekhri S, Mittal S, Garg S. Tensile Bond Strength of Self Adhesive Resin Cement After Various Surface Treatment of Enamel. *J Clin Diagn Res* 2016;10:ZC01-4.
151. Serichetaphongse P, Chitsutheesiri S, Chengprapakorn W. Comparison of the shear bond strength of composite resins with zirconia and titanium using different resin cements. *J Prosthodont Res* 2022;66:109-116.
152. Sharafeddin F, Shoale S. Effects of universal and conventional MDP primers on the shear bond strength of zirconia ceramic and nanofilled composite resin. *J Dent (Shiraz)* 2018;19:48.
153. Sharkeev Y, Eroshenko A, Kulyashova K, et al. Microstructure, mechanical and biological properties of zirconium alloyed with niobium after severe plastic deformation. *Materwiss Werksttech* 2013;44:198-204.
154. Sicilia A, Cuesta S, Coma G, et al. Titanium allergy in dental implant patients: a clinical study on 1500 consecutive patients. *Clin Oral Implants Res* 2008;19:823-835.

155. Siddiqi A, Payne A, De Silva R, et al. Titanium allergy: could it affect dental implant integration? *Clin Oral Implants Res* 2011;22:673-680.
156. Sivaraman K, Chopra A, Narayan A, et al. Is zirconia a viable alternative to titanium for oral implant? A critical review. *J Prosthodont Res* 2018;62:121-133.
157. Skjoldebrand C, Tipper J, Hatto P, et al. Current status and future potential of wear-resistant coatings and articulating surfaces for hip and knee implants. *Mater Today Bio* 2022;15:100270.
158. Song D, Han M, Kim S, et al. Influence of Sequential CAD/CAM Milling on the Fitting Accuracy of Titanium Three-Unit Fixed Dental Prostheses. *Materials* 2021;14:1401.
159. Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, et al. Three generations of zirconia: From veneered to monolithic. Part I. *Quintessence Int* 2017;48:369-380.
160. Stockert K, Die allergische „Epidemie“. In *Allergieprävention: Moderne Strategien der Allergieforschung im Dialog mit der TCM*. 2020, Springer Berlin Heidelberg: Berlin, Heidelberg. p. 7-17.
161. Stoichkov B, Kirov D. Analysis of the causes of dental implant fracture: A retrospective clinical study. *Quintessence Int* 2018;49:279-286.
162. Strub J, Türp J, Witkowski S, et al. *Curriculum Prothetik*. Aufl. 3. Band II. 2005, Berlin: Quintessenz Verlags-GmbH. 1298.
163. Taira Y, Egoshi T, Kamada K, et al. Surface modification with alumina blasting and H₂SO₄-HCl etching for bonding two resin-composite veneers to titanium. *Eur J Oral Sci* 2014;122:84-88.
164. Thompson V, Del Castillo E, Livaditis G. Resin-bonded retainers. Part I: Resin bond to electrolytically etched nonprecious alloys. *J Prosthet Dent* 1983;50:771-779.
165. Thompson V, Livaditis G. Etched casting acid etch composite bonded posterior bridges. *Pediatr Dent* 1982;4:38-43.
166. Toker S, Rubitschek F, Niendorf T, et al. Anisotropy of ultrafine-grained alloys under impact loading: The case of biomedical niobium–zirconium. *Scr Mater* 2012;66:435-438.
167. Tróia M, Henriques G, Nóbilo M, et al. The effect of thermal cycling on the bond strength of low-fusing porcelain to commercially pure titanium and titanium-aluminium-vanadium alloy. *Dent Mater* 2003;19:790-796.
168. Tschernitschek H, Borchers L, Geurtsen W. Nonalloyed titanium as a bioinert metal--a review. *Quintessence Int* 2005;36:523-530.
169. Tsuchimoto Y, Yoshida Y, Mine A, et al. Effect of 4-MET- and 10-MDP-based primers on resin bonding to titanium. *Dent Mater J* 2006;25:120-124.
170. Voco GmbH. *Futurabond U M+ Scientific Compendium.*, Cuxhaven: VOCO GbmH
171. Voco GmbH. *Futurabond DC Liquid 1 Sicherheitsdatenblatt*. Vol. 6. 2016, Cuxhaven: VOCO GmbH.

172. Voco Gmbh. Futurabond U Sicherheitsdatenblatt. Vol. 18. 2016, Cuxhaven: VOCO GmbH.
173. Voco Gmbh. GrandioSO Gebrauchsanweisung. 2016, Cuxhaven: VOCO GmbH.
174. Voco Gmbh. Bifix QM Gebrauchsanweisung. 2017, Cuxhaven: VOCO GmbH.
175. Voco Gmbh. Futurabond M+ Sicherheitsdatenblatt., ed. V. GmbH. Vol. 24. 2017, Cuxhaven: VOCO GmbH.
176. Voco Gmbh. GrandioSO Sicherheitsdatenblatt. Vol. 11. 2021, Cuxhaven: VOCO GmbH.
177. Voco Gmbh. Bifix SE Basis Sicherheitsdatenblatt. Vol. 13. 2022, Cuxhaven: VOCO GmbH.
178. Voco Gmbh. Bifix SE Gebrauchsanweisung. 2022, Cuxhaven: VOCO GmbH.
179. Voco Gmbh. Bifix QM Basis Sicherheitsdatenblatt. Vol. 11. 2023, Cuxhaven: VOCO GmbH.
180. Von Maltzahn N, Holstermann J, Kohorst P. Retention Forces between Titanium and Zirconia Components of Two-Part Implant Abutments with Different Techniques of Surface Modification. *Clin Implant Dent Relat Res* 2016;18:735-744.
181. Wang Y, Guo Y, Jin Y, et al. Mechanical properties, corrosion resistance, and anti-adherence characterization of pure titanium fabricated by casting, milling, and selective laser melting. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2022;110:1523-1534.
182. Wertz M, Fuchs F, Hoelzig H, et al. The Influence of Surface Preparation, Chewing Simulation, and Thermal Cycling on the Phase Composition of Dental Zirconia. *Materials* 2021;14:2133.
183. Willis J, Li S, Crean S, et al. Is titanium alloy Ti-6Al-4 V cytotoxic to gingival fibroblasts-A systematic review. *Clin Exp Dent Res* 2021;7:1037-1044.
184. Yanagida H, Minesaki Y, Matsumura K, et al. Bonding durability between acrylic resin adhesives and titanium with surface preparations. *Dent Mater J* 2017;36:69-75.
185. Yanagida H, Taira Y, Shimoe S, et al. Adhesive bonding of titanium-aluminum-niobium alloy with nine surface preparations and three self-curing resins. *Eur J Oral Sci* 2003;111:170-174.
186. Yanagida H, Tanoue N, Hodate K, et al. Evaluation of the effects of three pretreatment conditioners and a surface preparation system on the bonding durability of composite resin adhesive to a gold alloy. *Dent Mater J* 2021;40:1388-1393.
187. Yang H, Xu Y, Hong G, et al. Effects of low-temperature degradation on the surface roughness of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal ceramics: A systematic review and meta-analysis. *J Prosthet Dent* 2021;125:222-230.

188. Yang L, Chen B, Xie H, et al. Durability of Resin Bonding to Zirconia Using Products Containing 10-Methacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate. *J Adhes Dent* 2018;20:279-287.
189. Yue X, Hou X, Gao J, et al. Effects of MDP-based primers on shear bond strength between resin cement and zirconia. *Exp Ther Med* 2019;17:3564-3572.
190. Zarone F, Di Mauro M, Ausiello P, et al. Current status on lithium disilicate and zirconia: a narrative review. *BMC Oral Health* 2019;19:134.
191. Zhang Y, Lawn B. Novel Zirconia Materials in Dentistry. *J Dent Res* 2018;97:140-147.
192. Zhang Y, Lawn B, Rekow E, et al. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2004;71:381-386.
193. Zhao Q, Han F, Yuan X, et al. Effects of Solvents and pH Values on the Chemical Affinity of 10-Methacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate toward Hydroxyapatite. *ACS Omega* 2021;6:19183-19193.

9 Abbildungs-, Tabellen- und Abkürzungsverzeichnis

9.1 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1	Schemazeichnung eines experimentellen Implantats mit fixierter Mikropumpe. Abb. mit freundlicher Genehmigung von PC Pott, C Klose und HJ Maier. TP B04, SIIRI.	2
Abbildung 2	Strukturformel von 10-MDP.	5
Abbildung 3	Einteilung der Dentalkeramiken unter Hervorhebung der Zirkoniumdioxidkeramik, modifiziert nach Kern M, Beuer F, Frankenberger R, et al. [69]).	7
Abbildung 4	Kristallmorphologie verschiedener Zirkoniumdioxidphasen, modifiziert nach Kohorst P, Stiesch M [83].	8
Abbildung 5a-c	mögliche chemische Bindungen von 10-MDP zu Zirkoniumdioxid, Abbildung modifiziert nach Nagaoka et al. [110].	11
Abbildung 6	Modell eines Implantats mit integrierter Pumpe. Abbildung modifiziert nach Pott et al.	21
Abbildung 7	Prototyp eines Implantats aus UFG-Nb bestehend aus Implantatfixtur (■) und experimentellem Abutment (▲).	21
Abbildung 8a	Probe aus Titan mit appliziertem Adhäsiv und Komposit im Plexiglaszylinder.	22
Abbildung 8b	mit 110 µm Al ₃ O ₂ abgestrahlte UFG-Nb-Oberfläche bei 6,5-facher Vergrößerung	22
Abbildung 9	Schema des Versuchsablaufs.	23
Abbildung 10a-c	Gebinde der getesteten Adhäsivsysteme Futurabond U (a), Futurabond M+ (b) und Futurabond M + DCA (c), alle VOCO GmbH.	24
Abbildung 11a-c	Gebinde der getesteten Komposite Bifix QM (a), Bifix SE (b) und GrandioSo (c), alle VOCO GmbH.	25
Abbildung 12a-c	Buehler Hohlform mit 30mm Innenmaß leer (a) und mit in Epoxidharz eingebetteter Zirkoniumdioxidrotunde (b) sowie Prüfkörper aus Zirkoniumdioxid nach dem Ausbetten (c).	27
Abbildung 13	mit 110 µm Al ₃ O ₂ abgestrahlte Titanoberfläche bei 6,5-facher Vergrößerung.	27
Abbildung 14	Schematischer Ablauf der Prüfkörperherstellung.	28
Abbildung 15	Schemazeichnung der Einspannung einer Probe im Probenträger.	29
Abbildung 16	Probe aus Titan (♦) fixiert in Probenhalterung (▲) für die Universalprüfmaschine (■)	30
Abbildung 17a-b	Prüfkörperhalterung für bis zu 8 Proben, exemplarisch mit einer Probe bestückt (a) und Thermocyclingbäder mit eingehängten Prüfkörperhalterungen (b)	31
Abbildung 18	Einzelvergleiche innerhalb desselben Adhäsivsystems auf UFG-Nb	36
Abbildung 19	Einzelvergleiche innerhalb desselben Komposits auf UFG-Nb	36
Abbildung 20	Boxplots und p-Werte aus dem Vergleich innerhalb der Gruppen gleicher Adhäsiv-Komposit-Kombination	37
Abbildung 21	Boxplots und p-Werte aus den Einzelvergleichen der Gruppen mit gleicher Adhäsiv-Komposit-Kombination nach künstlicher Alterung	41
Abbildung 22	Boxplots und p-Werte der Einzelvergleiche zwischen Titangruppen vor und nach künstlicher Alterung	42
Abbildung 23	Boxplots und p-Werte der Einzelvergleiche zwischen Zirkoniumdioxidgruppen vor und nach künstlicher Alterung	42
Abbildung 24	Boxplots und p-Werte der Einzelvergleiche zwischen UFG-Niob-Legierungsgruppen vor und nach künstlicher Alterung	43

9.2 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1	Messergebnisse der Versuchsgruppen ohne künstliche Alterung.	32
Tabelle 2	Boxplot-Diagramme und p-Werte der Versuchsgruppen mit Titan, signifikante Werte sind gelb markiert.	34
Tabelle 3	Boxplot-Diagramme und p-Werte der Versuchsgruppen mit Zirkoniumdioxid.	34
Tabelle 4	Boxplot-Diagramme und p-Werte der Versuchsgruppen mit UFG-Niob-Legierung, signifikante Werte sind gelb markiert.	35
Tabelle 5	Messergebnisse der Versuchsgruppen nach künstlicher Alterung.	38
Tabelle 6	Boxplot-Diagramme und p-Werte der Versuchsgruppen mit Titan nach künstlicher Alterung. Für die Fragestellung relevante und signifikante p-Werte sind grün markiert, die übrigen signifikanten p-Werte sind gelb markiert.	39
Tabelle 7	Boxplot-Diagramme und p-Werte der Versuchsgruppen mit Zirkoniumdioxid nach künstlicher Alterung. Für die Fragestellung relevante und signifikante p-Werte sind grün markiert, die übrigen signifikanten p-Werte sind gelb markiert.	40
Tabelle 8	Boxplot-Diagramme und p-Werte der Versuchsgruppen mit UFG-Niob-Legierung nach künstlicher Alterung. Für die Fragestellung relevante und signifikante p-Werte sind grün markiert, die übrigen signifikanten p-Werte sind gelb markiert.	40

9.3 Abkürzungsverzeichnis

9.3.1 Allgemeine Abkürzungen

Bis-GMA	Bisphenol A-glycidylmethacrylat
UDMA	Urethandimethacrylat
TEGDMA	Triethyleneglycoldimethacrylate
HEMA	Hydroxyethylmethacrylat
10-MDP	10-Methacryloyloxydecryldihydrogenphosphat
CAD/CAM	Computer aided design / Computer aided manufacturing
Y-TZP-Keramiken	yttrium stabilized tetragonal zirconia polycrystals Keramiken
LTD	low temperature degradation = Niedertemperaturumwandlung
BPDM	Biphenyldimethacrylat

9.3.2 Spezielle Abkürzungen

UFG-Nb	Ultrafeinkörnige Niob-Legierung
SIIRI	S icherheitsintegrierte und i nfektionsreaktive I mplantate
T	Titan in der Versuchsgruppenbezeichnung
Z	Zirkoniumdioxid in der Versuchsgruppenbezeichnung
N	UFG-Nb in der Versuchsgruppenbezeichnung
FBU	Futurabond U in der Versuchsgruppenbezeichnung
FBM	Futurabond M+ in der Versuchsgruppenbezeichnung
FBMD	Futurabond M+ und Dual Core Activator in der Versuchsgruppenbezeichnung
BS	BifixSE in der Versuchsgruppenbezeichnung
BQ	BifixQM in der Versuchsgruppenbezeichnung
G	GrandioSO in der Versuchsgruppenbezeichnung
AKK	Adhäsiv-Komposit-Kombination

11 Erklärung

Ich erkläre, dass ich die der Medizinischen Hochschule Hannover zur Promotion eingereichte Dissertation mit dem Titel „Untersuchung zum adhäsiven Verbund an einer experimentellen Niob-Legierung in-vitro“ in der Klinik für Zahnärztliche Prothetik und Biomedizinische Werkstoffkunde unter Betreuung von Privatdozent Dr. med. dent. Philipp-Cornelius Pott und mit Unterstützung von Prof. Dr. med. dent. Michael Eisenburger PhD ohne sonstige Hilfe durchgeführt und bei der Abfassung der Dissertation keine anderen als die dort aufgeführten Hilfsmittel benutzt habe. Die Gelegenheit zum vorliegenden Promotionsverfahren ist mir nicht kommerziell vermittelt worden. Insbesondere habe ich keine Organisation eingeschaltet, die gegen Entgelt Betreuerinnen und Betreuer für die Anfertigung von Dissertationen sucht oder die mir obliegenden Pflichten hinsichtlich der Prüfungsleistungen für mich ganz oder teilweise erledigt. Ich habe diese Dissertation bisher an keiner in- oder ausländischen Hochschule zur Promotion eingereicht. Weiterhin versichere ich, dass ich den beantragten Titel bisher noch nicht erworben habe.

Teilergebnisse dieser Arbeit wurden bereits im Rahmen verschiedener Tagungen vorgestellt:

- Klose C, Pott PC, Brümmer N, Maier HJ. New Biocompatible Materials für Active Stimulus-responsive Dental Implants. 55. Jahrestagung der DGBMT 2021, Hannover, Oktober 2021
- Brümmer N, Klose C, Maier HJ, Pott PC. Influence of different adhesive systems on the shear bond strength of niobium-adhesive-composite interfaces, 1st SIIRI Summer School, Hannover, September 2022
- Schleich JT, Brümmer N, Klose C, Maier HJ, Pott PC. Active Stimulus-responsive Implants, 2nd SIIRI Retreat, Hannover, Dezember 2022
- Brümmer N, Klose C, Maier HJ, Stiesch M, Pott PC. Lassen sich durch dentale Adhäsivsysteme stabile Verbindungen zu einem experimentellen Niob-basierten Implantatmaterial aufbauen? 70. Jahrestagung der DGPro 2023, Würzburg, Mai 2023

Hannover, den _____

(Unterschrift)

12 Danksagung

Mein Dank gilt den vielen Personen, die mich in den vergangenen Jahren im Beruflichen wie im Privaten bei der Arbeit an meiner Dissertation unterstützt haben.

Besonders möchte ich mich bei Herrn Privatdozent Dr. Philipp-Cornelius Pott für die hervorragende Betreuung während der Entstehung dieser Arbeit bedanken. Er hat mich in den letzten Jahren jederzeit dabei unterstützt, diese wissenschaftliche Arbeit voranzubringen.

Des Weiteren bedanke ich mich bei Prof. Dr. Michael Eisenburger PhD, dessen produktiver Rat mir ebenfalls zu jedem Zeitpunkt bei der Entwicklung dieser Arbeit geholfen hat.

Außerdem möchte ich mich für die technische Unterstützung im Labor herzlich bei Herrn Richard Werth bedanken.

Für die Möglichkeit, neben der klinischen Tätigkeit in der Klinik für Zahnärztliche Prothetik und Biomedizinische Werkstoffkunde an meiner Dissertation zu arbeiten, bedanke ich mich bei Prof. Dr. Meike Stiesch.

Mein ausdrücklicher Dank gilt daneben Prof. Dr.-Ing. Hans-Jürgen Maier für die Bereitstellung der UFG-Niob-Legierung sowie Dr. Christian Klose für seine inhaltliche Unterstützung bei Fragen zu diesem Material.

Zuletzt danke ich der Firma VOCO GmbH für die Bereitstellung der Materialien.