# Universität Witten/Herdecke Fakultät für Gesundheit Department für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde

# Klinisch experimentelle Testung neuer Lichtfilter für Operationsmikroskope zur Verarbeitung lichthärtender Composite-Materialien

Inaugural-Dissertation
zur Erlangung des Doctor medicinae dentariae
der Universität Witten/Herdecke

- vertraulich -

vorgelegt von Anna Dorothea Halves aus Hameln

Dekan: apl. Prof. Dr. Stefan Wirth Mentor: Prof. Dr. Dr. h.c. Peter Gängler Tutor: Dr. Tomas Lang Zweitgutachter: Tag der Disputation: Was ist das Schwerste von allem?
Was dir das Leichteste dünket:
Mit den Augen zu sehen,
was vor den Augen dir liegt.

Johann Wolfgang von Goethe (1749-1832)

1.	Einleitung	.1
2.	Grundlagen	.2
2.1.	Chemische Zusammensetzung lichthärtender Composite-Materialien	.2
2.1.1.	Organische Matrix	.2
2.1.2.	Inhibitoren	.3
2.1.3.	Anorganische Füllkörper	.4
2.1.4.	Haftvermittler und Verbundphase	.5
2.1.5.	Photoinitiatoren	.6
2.1.5.1.	Campherchinon	.7
2.1.5.2.	Phosphinoxide	.8
2.1.5.3.	Phenylpropandion	.9
2.1.5.4.	Ivocerin	.9
2.2.	Photopolymerisation	.10
2.3.	Polymerisationslampen	.11
2.4.	Anwendungsgebiete lichthärtender Composite-Materialien	.12
2.5.	Lichtempfindlichkeit und Verarbeitungszeit	.13
2.6.	Methoden zur Verlängerung der Verarbeitungszeit	.15
2.6.1.	Dichroitische vs. konventionelle Farbfilter	.16
2.7.	Methoden zur Bestimmung der Verarbeitungszeit	.16
2.8.	Licht und Farbe	.18
3.	Zielstellung	.21
4.	Material und Methode	.23
4.1.	Operationsmikroskop	.23
4.2.	Versuchsaufbau	.24
4.3.	Verwendete Lichtquelle	.27

4.4.	Untersuchte Filter
4.4.1.	Glasfilter Zeiss
4.4.2.	Glasfilter 1 und 2
4.4.3.	Glasfilter 3
4.5.	Getestete Composite-Materialien30
4.5.1.	Charisma30
4.5.2.	GrandioSo30
4.5.3.	Tetric EvoCeram Bulk Fill31
4.5.4.	Venus Diamond31
4.6.	Statistische Auswertung33
5.	Ergebnisse
5.1.	Verwendete Messreihen34
5.2.	Auswirkungen der Filter auf die Verzögerung des Viskositätsanstiegs38
5.2.1.	Charisma39
5.2.2.	GrandioSo46
5.2.3.	Tetric EvoCeram Bulk Fill53
5.2.4.	Venus Diamond60
5.3.	Mit den Filtern erreichbare Verlängerungsfaktoren67
5.4.	Photometrische Daten der Filter68
6.	Diskussion71
6.1.	Material und Methode71
6.2.	Viskositätsänderungverläufe der Composite-Materialien75
6.3.	Effekt der Filter auf die Verarbeitungszeit77
6.4.	Effekt der Filter auf die Belichtungssituation und die Farbverhältnisse des Operationsgebiets
6.5.	Klinische Bedeutung und Anwendung der Filter

7.	Schlussfolgerung	84
8.	Zusammenfassung	86
9.	Summary	88
10.	Verzeichnisse	90
10.1.	Literatur	90
10.2.	Materialien	96
10.3.	Abkürzungen	98
11.	Anhang	99
12.	Danksagung	105
13.	Lebenslauf	106
14.	Eidesstattliche Erklärung	107

# 1. Einleitung

Heutzutage kommen besonders lichthärtende Composite-Materialien in der Zahnmedizin häufig zum Einsatz. Einer der Vorteile dieser Materialien ist, dass diese erst dann aushärten, wenn der Behandler es intendiert. Lichthärtende Composite-Materialien polymerisieren durch bestimmte Wellenlängenbereiche im blauen Abschnitt des sichtbaren Lichts. Im Umgebungslicht des Behandlungszimmers, in Lichtquellen von Behandlungsplatzlampen, Operationsmikroskopen oder Stirnlampen von Lupenbrillen sind diese kritischen Wellenlängenbereiche enthalten. Insbesondere an die Beleuchtungsstärken von Lichtquellen in Operationsmikroskopen werden hohe Anforderungen gestellt, weil die einzelnen optischen Komponenten (Blende für mehr Schärfentiefe, Strahlteiler für Kamerasysteme, hohe Vergrößerung) sehr viel Licht absorbieren, so dass die Beleuchtungsstärke des Arbeitsfeldes groß sein muss, um okularseitig ausreichend zu sein. Aus diesem Grund kommt man bei der Arbeit mit Operationsmikroskopen sehr schnell an die Grenzen der Verarbeitungszeit lichthärtender Materialien.

Durch den Einfluss des Raum- oder OP-Lichts wird die Verarbeitungszeit teils drastisch verkürzt. Vorzeitig ausgehärtete Bereiche im Composite-Material wirken sich negativ auf die Qualität und Langlebigkeit der Restauration aus. Deshalb ist es wichtig, das Material während der Verarbeitung durch bestimmte Maßnahmen vor frühzeitiger Aushärtung zu schützen. Bisher existieren zwei Methoden, die Verarbeitungszeit zu verlängern: die Reduktion der Lichtintensität durch Dimmen oder Defokussieren der Behandlungsplatzleuchte und der Einsatz bestimmter Farbfilter, die die für lichthärtende Composite-Materialien kritischen Wellenlängenbereiche herausfiltern. Diese Methoden haben den Nachteil, dass das Operationsfeld nicht mehr optimal ausgeleuchtet ist oder die Farben des Operationsfeldes durch die Filter negativ verändert werden. Die daraus resultierende Abnahme der Helligkeit und des Kontrasts beeinträchtigt das Seh- und auch das Differenzierungsvermögen sich ähnelnder Farben.

# 2. Grundlagen

## 2.1. Chemische Zusammensetzung lichthärtender Composite-Materialien

Composite-Materialien im allgemeinen sind aus drei Hauptkomponenten zusammengesetzt. Sie bestehen aus einer organischen Matrix, aus anorganischen Füllkörpern und einem Haftvermittler (Silan), der die Füllkörper chemisch in die organische Matrix einbindet. Ein in Bezug auf lichthärtende Composite-Materialien wesentlicher Bestandteil der organischen Matrix ist das Initiatorsystem, das mit Hilfe der Energie elektromagnetischer Wellen bestimmter Länge die Polymerisation startet [Ferracane, 2011].

## 2.1.1. Organische Matrix

Hauptbestandteil der organischen Matrix sind die Monomere, die sich durch Belichtung mit sichtbarem Licht von einer flüssigen Phase in ein dichtvernetztes dreidimensionales Netzwerk von Polymeren umbauen [Cramer et al., 2011]. Das Monomersystem bildet das Grundgerüst des Composite-Materials. Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat (BisGMA), das von Bowen 1962 erfunden wurde, stellt in heutigen Composite-Materialien das am meisten verwendete Basismonomer dar. BisGMA ist ein langkettiges difunktionelles Monomer mit hohem Molekulargewicht und ist deshalb hoch viskös. Das hat zwar eine niedrige Polymerisationsschrumpfung [Peutzfeld, 1997], aber aufgrund der Immobilität des Moleküls auch eine niedrige Konversionsrate zur Folge [Pfeifer et al., 2009].

Um zur Verbesserung der physikalischen und mechanischen Eigenschaften Füllkörper in ausreichender Menge in diese zähe Masse inkorporieren zu können, werden deshalb Co-Monomere wie Ethylenglycoldimethacrylat (EGDMA) oder Triethylenglycoldimethacrylat (TEGDMA) mit geringerem Molekulargewicht hinzugegeben, die als Verdünner wirken und mit denen die Viskosität des Materials kontrolliert werden kann. Damit lässt sich eine höhere Konversionsrate erzielen; das hat als negativen Effekt aber eine höhere Polymerisationsschrumpfung zur Folge [Peutzfeld, 1997; Gonçalves et al., 2009]. Ethoxyliertes Bisphenol-A-Dimethacrylat (BisEMA) und Urethandimethacrylat (UDMA) sind weitere Monomere, die aufgrund ihrer niedrigen Viskosität als Verdünner eingesetzt werden können, aber ein ähnliches Molekulargewicht wie BisGMA besitzen

und so eine größere Menge von Füllkörpern in das Composite-Material integriert werden kann [Pfeifer et al., 2009]. Die Zugabe von Verdünnern wie TEGDMA/UDMA führt zu einer höheren Konversionsrate, einem höheren Elastizitätsmodul, aber gleichzeitig auch zu mehr Polymerisationsschrumpfung und -schrumpfungsstress [Asmussen und Peutzfeld, 1998; Gonçalves et al. 2008].

In den letzten Jahren wurden verschiedenste neuartige Monomere durch Modifizierung der bereits seit Jahren klinisch gut funktionierenden Basismonomere BisGMA und UDMA entwickelt, um deren Mängel auszubessern. Es sind spezielle schrumpfungsarme Monomere. Das Flow-Composite-Material SDR<sup>TM</sup> (Stress Decreasing Resin) von Dentsply De Trey, Konstanz, Deutschland enthält eine fotoaktive Gruppe am urethanbasierten Monomer, was den Polymerisationsstress reduziert. Ein anderes Composite-Material (Venus Diamond und Venus Diamond Flow von Heraeus Kulzer, Hanau, Deutschland) enthält TCD-urethanbasierte Monomere, die niedrig viskös sind und verglichen mit konventionellen Methacrylaten eine geringere Polymerisationsschrumpfung und -schrumpfungsstress aufweisen [Ilie und Hickel, 2011].

Neben dem Monomersystem sind in der organischen Matrix weitere Bestandteile enthalten, die unterschiedliche Funktionen erfüllen. UV- bzw. Farbstabilisatoren absorbieren Wellenlängen unter 350 nm, um die Wirkung von UV-Licht auf im Material enthaltene und als Reaktionsbeschleuniger verwendete Amine zu verhindern, was auf lange Zeit zu Materialverfärbungen führen würde [Hervás-García et al., 2006]. Um die Farben der Composite-Materialien denen natürlicher Zähne anzupassen, werden Farbstoffe und Pigmente hinzugegeben. Meist sind das anorganische Pigmente aus Metalloxiden (gelb, rot, weiß, schwarz) [Klapdohr und Moszner, 2005].

#### 2.1.2. Inhibitoren

Zur Stabilisierung werden Inhibitoren zugesetzt. Das sind z.B. Phenole wie Butylhydroxytoluol (BHT) oder Hydrochinonmonomethylether (MEHQ), die zum einen mit vorzeitig gebildeten Radikalen reagieren und damit die Lagerfähigkeit des Materials erhöhen und zum anderen die vorzeitige Polymerisation bei Raumlicht verhindern sollen [Klapdohr und Moszner, 2005]. Damit die Polymerisationsreaktion starten kann, muss der Inhibitor vollständig verbraucht sein. Ein allgegenwärtiger Inhibitor ist Sauerstoff, durch den an der Oberfläche eines ausgehärteten Inkrements die sogenannte Sauerstoffinhibitionsschicht entsteht [Andrzejewska, 2001].

## 2.1.3. Anorganische Füllkörper

Das erste Composite-Material ist 1962 von Bowen entwickelt worden, indem er Dimethacrylate mit silanisiertem Quarzpuder kombinierte, um damit die mit der Polymerisation von Monomeren verbundene Schrumpfung zu reduzieren. Die Beschaffenheit, die Größe und die Menge der Füllkörper bestimmen maßgeblich die mechanischen, physikalischen und nicht zuletzt auch die optischen Eigenschaften der Composite-Materialien. Füllkörper gewährleisten Dimensionsstabilität, reduzieren die Polymerisationsschrumpfung, den thermischen Expansionskoeffizienten und erhöhen die Festigkeit [Albers, 2002]. Um besagte Eigenschaften immer mehr zu verbessern, war das wesentliche Ziel, einen möglichst hohen Füllkörperanteil zu erreichen und die Füllkörper in ihrer Größe immer mehr zu verkleinern. Die gängigste Art Composite-Materialien einzuteilen, ist anhand ihrer Füllkörpergrößen. Diese Einteilung von Lutz und Philips aus dem Jahr 1983 hat noch bis heute nicht an Aktualität verloren.

Konventionelle oder auch makrogefüllte Composite-Materialien enthielten Füllkörper aus gemahlenem, splitterförmigem Quartz, Glas oder Keramik mit einer durchschnittlichen Größe von 10-50 µm. Diese Materialien hatten gute mechanische Eigenschaften, waren aber sehr schlecht polierbar und wenig verschleißfest aufgrund der im Verhältnis zur Monomermatrix sehr harten Füllkörper. Die Matrix abradierte schneller, die großen Füllkörper gingen verloren und hinterließen ein relativ großes Loch. Die raue Oberfläche begünstigte die Plaqueakkumulation und führte auf Dauer zu Verfärbungen. Diese konventionellen Composite-Materialien sind aufgrund ihrer Nachteile gänzlich vom dentalen Markt verschwunden.

Um die Polierbarkeit zu verbessern, wurden mikrogefüllte Composite-Materialien entwickelt. Sie enthielten Füllkörper aus pyrogener Kieselsäure mit einer Korngröße von 0,01-0,1 μm (ø 0,04 μm). Im Grunde genommen sind mikrogefüllte auch schon nanogefüllte Composite-Materialien (0,04 μm = 40 nm) [Ferracane, 2011]. Die kleinen sphärischen Kieselsäurepartikel haben im Vergleich zu ihrem Volumen eine große Oberfläche, so dass ein höherer Matrixanteil nötig war, um die relativ große Oberfläche der Füller benetzen zu können. Es konnte so nur ein geringer Füllkörpergehalt erzielt werden, was zu schlechten mechanische Eigenschaften führte. Zudem waren diese homogenen, mikrogefüllten Composite-Materialien durch ihre höhere Viskosität und Klebrigkeit schwierig zu verarbeiten. Einen etwas höheren Füllkörpergehalt, verbesserte mechanische Eigenschaften und eine bessere Handhabung erzielte man durch splitterförmige, sphärische oder

agglomerierte Vorpolymerisate (inhomogene, mikrogefüllte Compsoite-Materialien) [Lutz und Phillips, 1983; Ferracane, 1995].

Einen Nachteil, den Quartz- und Glaspartikel sowie auch die organischen Vorpolymerisate haben, ist die fehlende Radioopazität. Deshalb wurde Quartz teilweise durch radioopaque Partikel aus Barium-, Aluminium-, Zink-, Strontium-, Zirkonoxid oder Ytterbiumfluorid ersetzt [Ferracane, 1995].

Die positiven Eigenschaften von mikro- und makrogefüllten wurden in den Hybrid-Composite-Materialien vereint, die eine durchschnittliche Partikelgröße von bis zu 10  $\mu$ m hatten. Durch weitere Fortschritte in der Füllertechnologie und Verbesserung der Mahlprozesse konnte der Durchmesser der in Hybrid-Composite-Materialien verwendeten Füllkörper weiter reduziert werden, die anhand ihrer mittleren Partikelgrößen in Feinpartikelhybrid- (< 5  $\mu$ m), Feinstpartikelhybrid- (< 3  $\mu$ m) und Submikrometerhybrid-Composite-Materialien (< 1  $\mu$ m) unterteilt werden [Ernst und Willershausen, 2003].

Die Einführung der Nanotechnologie in den dentalen Werkstoffbereich führte zur Entwicklung von reinen Nano- und Nanohybrid-Composite-Materialien mit einer Füllkörpergröße von 0,001 - 0,1 µm. Diese Composite-Materialien weisen eine durch den höheren Füllkörpergehalt resultierende geringere Polymerisationsschrumpfung, eine bessere Härte, Abrasionsfestigkeit und eine höhere Festigkeit auf [Klapdohr und Moszner, 2005].

Mikrohybrid-, Nanohybrid- und Nanofüller-Composite-Materialien repräsentieren den aktuellen Stand der Technik in Bezug auf die Füllertechnologie [Ferracane, 2011].

# 2.1.4. Haftvermittler und Verbundphase

Um die Füllkörper chemisch in die organische Matrix integrieren zu können, sind Haftvermittler, sog. Silane, nötig. Das am weitesten verbreitete Silan für die Oberflächenbehandlung von Füllkörpern ist Methacryloxypropyltrimethoxysilan (MPS). Silane sind difunktionelle Moleküle, die hauptsächlich zwei Funktionen haben. Sie sind zum einen dazu in der Lage, eine Brücke zwischen den hydrophilen anorganischen Füllern und der hydrophoben organischen Matrix herzustellen. Zum anderen reduzieren sie die Oberflächenenergie der Füllkörper und fördern so ihre Verteilung innerhalb der Matrix [Cramer et al., 2011]. Die Silanisierung hat großen Einfluss auf die Festigkeit des Materials [Ikejima et al., 2003] und minimiert die Abnutzung [Lim et al., 2002].

#### 2.1.5. Photoinitiatoren

Die Verwendung von Photoinitiatoren in Composite-Materialien hat im Vergleich zu chemisch härtenden Materialien verschiedene Vorteile. Das Mischen von Katalysator- und Basispaste, durch das die Polymerisation bereits beginnt, entfällt. Die Polymerisation lichthärtender Materialien kann "auf Kommando" gestartet werden, was dem Behandler die Kontrolle über die Verarbeitungszeit gibt. Die Polymerisationszeit, also die Zeit, die das Material zum Aushärten benötigt, wird durch die lichtinduzierte Polymerisation stark verkürzt. Die ersten lichthärtenden Materialien enthielten UV-Initiatoren, von denen man aufgrund der Gewebe und Augen schädigenden Eigenschaften von UV-Strahlen Abstand nahm. Seit den 1980er Jahren wurden in Composite-Materialien Initiatoren verwendet, die durch sichtbares Licht angeregt werden [Stansbury, 2000].

Anhand ihrer Initiationsreaktion lassen sich Photoinitiatoren in zwei verschiedene Hauptgruppen unterteilen. Typ-I-Photoinitiatoren zerfallen an der Stelle des α-Kohlenstoffatoms durch Lichtenergie direkt in zwei aktive freie Radikale, die die Polymerisation starten können. Typ-II-Photoinitiatoren (auch: Photo*sensitizer*) benötigen einen Wasserstoffdonor, um ein Radikal bilden zu können, das die Polymerisation starten kann. Im angeregten Zustand bildet es mit dem Wasserstoffdonor, der als Coinitiator fungiert, einen angeregten Komplex. Aus diesem Komplex entstehen ein schwach reaktives Radikal (aus dem Initiator) sowie ein hochreaktives Coinitiatorradikal [Kwon et al., 2012].

Photoinitiatoren werden allein oder in Kombination verwendet, um Nachteile einzelner Initiatoren auszugleichen bzw. synergistische Effekte auszunutzen. Nicht nur das verwendete Initiatorsystem, sondern auch die Konzentration haben großen Einfluss auf die Umsetzungsrate von Monomeren zu Polymeren und damit auch auf die mechanischen und physikalischen Eigenschaften des Composite-Materials. Eine zu geringe Konzentration kann beispielsweise zu unzulänglicher Polymerisation führen, während eine zu hohe Konzentration Probleme mit der Biokompatibilität oder unerwünschte Materialverfärbung hervorrufen kann [Moin Jan et al., 2001; Musanje et al. 2009; Kwon et al., 2012].

#### 2.1.5.1. Campherchinon

Campherchinon (CQ), ein α-1,2,-Diketon, ist der am häufigsten verwendete Photoinitiator in dentalen Composite-Materialien. CQ ist ein Photoinitiator vom Typ II und benötigt ein Amin, um ein reaktionsfreudiges Radikal produzieren zu können. Durch die Absorption sichtbaren Lichts wird CQ in einen angeregten Energiezustand versetzt. Zusammen mit einem Aminmolekül bildet es einen angeregten Komplex, indem das Aminmolekül als Wasserstoffdonor fungiert. Der angeregte Komplex zerfällt in zwei freie Radikale, in ein reaktionsträges CQ-Ketylradikal und ein reaktionsfreudiges α-Aminoalkylradikal, das die Polymerisation startet. In Kombination mit CQ werden tertiäre aliphatische Amine wie Dimethylaminoethylmethacrylate (DMAEMA) oder aromatische Amine wie Ethyldimethylaminobenzoat (EDMAB) verwendet. Während das Amin direkt kein sichtbares Licht absorbiert, hat CQ ein relativ breites Absorptionsspektrum zwischen 400-550 nm, mit einem Absorptionsmaximum bei 468 nm [Stansbury, 2000; Jakubiak et al. 2003; Kwon et al. 2012].

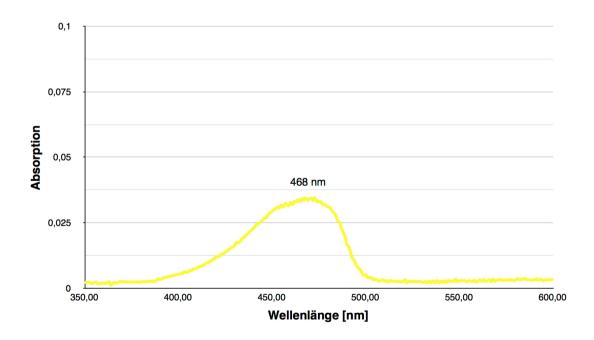


Abb. 2.1. Absorptionsspektrum von Campherchinon in Ethanol [Quelle: Utterodt]? Die Kurve an, wie viel Licht von CQ pro nm Wellenlänge absorbiert wird. Absorptionsmaximum = 468 nm.

CQ ist eine intensiv gelbe Chemikalie, deren Farbe unter dem Einfluss von Lichtenergie nicht vollständig ausbleicht. Mit einer relativ geringen Radikalausbeute [Neumann et al., 2006] und

vergleichsweise niedrigem Absorptionskoeffizienten [Neumann et al., 2005] ist CQ kein besonders effizienter Photoinitiator.

Eine optimale Photoinitiatorkonzentration ist wichtig, weil eine zu hohe Konzentration dazu führen kann, dass nicht verbrauchtes CQ die Biokompatibilität beeinflussen und zu einer unerwünschten Gelbfärbung führen kann, während eine zu niedrige Konzentration sich negativ auf mechanische und physikalische Eigenschaften auswirken und zu geringer Farbstabilität und unvollständiger Aushärtung führen kann [Moin Jan et al., 2001; Musanje et al., 2009]. Auch die Amine können zu einer Verfärbung des Materials führen. Während des Polymerisationsprozesses entstehen Nebenprodukte, die unter Einfluss von Licht oder Wärme zu gelben oder braunen Verfärbungen führen können [Janda et al., 2004].

Diese Einschränkungen des Photoinitiatorsystems CQ/Amin haben zu der Entwicklung von nachstehenden alternativen Photoinitiatoren beigetragen, die effektiver in der Polymerisation sein und zu mehr Farbstabilität führen sollen. Meistens werden sie in Kombination mit CQ verwendet, wodurch ein synergistischer Effekt erzielt werden soll [Park et al., 1999; Rueggeberg, 2011].

#### 2.1.5.2. Phosphinoxide

Phosphinoxide, die in der Industrie z.B. für die UV-Härtung von Lacken, Acrylaten und Druckfarben Verwendung finden, haben in der Zahnmedizin für die lichthärtende Polymerisation an Aufmerksamkeit gewonnen. Phosphinoxide sind Photoinitiatoren vom Typ I, die also durch homolytische Spaltung und ohne die Notwendigkeit tertiärer Amine zwei reaktionsfreudige freie Radikale bilden können. Das Absorptionsspektrum liegt zwar überwiegend im UV-Bereich, weitet sich aber bis in den sichtbaren Bereich des Lichtspektrums aus. In Composite-Materialien verwendete Phosphinoxide sind beispielsweise Lucirin, ein Acylphosphinoxid (APO), und Irgacure 819, ein Bisacylphosphinoxid (BAPO) [Ikemura und Endo, 2010].

Das Absorptionsspektrum von Lucirin liegt zwischen 360 und 420 nm sowie einem Absorptionsmaximum von 381 nm. Lucirin ist unter der Voraussetzung, dass das Spektrum der Polymerisationslampe mit dem des Absorptionsspektrums überlappt, ein hoch reaktiver und effektiver Initiator für die Polymerisation [Neumann et al., 2005, 2006]. Diesen Initiator findet man vor allem in sehr hellen Farben der Composite-Materialien, da er durch den Belichtungsprozess vollkommen ausbleicht und im Vergleich zu anderen alternativen Photoinitiatoren als einziger eine

zufriedenstellende Farbstabilität besitzt [Arikawa et al., 2009; Rueggeberg, 2011; Albuquerque et al., 2012].

Das Absorptionsspektrum von Irgacure 819 liegt zwischen 360 und 440 nm mit einem Absorptionsmaximum bei 370 nm [Neumann et al., 2005, 2006; Ikemura und Endo, 2010].

#### 2.1.5.3. Phenylpropandion

Der Photoinitiator Phenylpropandion (PPD) hat sowohl einen aromatischen Ring als auch eine Methylgruppe, so dass er Radikale über beide Wege (intramolekulare Spaltung und Wasserstoffabspaltung), effektiver aber über intramolekulare Spaltung bilden kann [Park et al. 1999; Sun und Chae, 2000]. PPD absorbiert in einem Bereich von 360-510 nm mit einem Absorptionsmaximum bei 398 nm [Neumann et al., 2005].

PPD wird in Kombination mit CQ verwendet. Durch die Kombination beider Initiatoren in einem System soll eine synergistische Wirkung erzielt werden, der die Polymerisationsreaktion zum einen effektiver machen und zum anderen die gelbeVerfärbung reduzieren soll. Während Park et al. diesen synergistischen Effekt und die Reduktion der Gelbfärbung in einer Studie 1999 bestätigen konnten, fanden Neumann et al. 2008 heraus, dass CQ und PPD für sich allein genommen als Initiatoren effektiver funktionieren. In einer Studie von Schneider et al. 2008 konnte ein positiver Effekt auf die Verfärbung des Materials durch das Initiatorsystem nur bei geringen Konzentrationen von PPD gefunden werden.

#### 2.1.5.4. Ivocerin

Die Firma Ivoclar Vivadent hat vor kurzem einen neuen Photoinitiator patentieren lassen, der chemisch Lucirin ähnelt und im sichtbaren blauen Bereich des Farbspektrums absorbiert. Ivocerin ist ein Dibenzoyl-Germaniumderivat, das eine um ein Vielfaches stärkere Absorption im Vergleich zu Campherchinon zeigt. Ivocerin hat wie Campherchinon zwar auch ein gelbe Farbe, kann aber in viel geringerer Konzentration als Campherchinon verwendet werden und benötigt kein tertiäres Amin, um freie Radikale zu bilden, da es bei Belichtung direkt in reaktionsfreudige Radikale zerfällt. Das Absorptionsspektrum liegt zwischen 370-460 nm mit einem Maximum bei 415nm [Moszner et al., 2009; Todd und Wanner, 2013].

# 2.2. Photopolymerisation

Der Polymerisationsmechanismus von dentalen Composite-Materialien beginnt mit der durch freie Radikale vermittelten Aktivierung der in der Matrix enthaltenen difunktionellen Monomere, die sich zu einem stark querverbundenen dreidimensionalen Netzwerk aus Polymeren verketten. Durch diese Reaktion wird aus dem viskösen, formbaren ein hochfestes, rigides Material. Die Polymerisationsreaktion lässt sich in drei Phasen unterteilen: Initiation (Startreaktion), Propagation (Kettenwachstumsreaktion) und Termination (Abbruchreaktion).

Die Reaktion wird gestartet, indem der Photoinitiator durch die Zufuhr von geeigneter Lichtenergie in aktive Radikale zerfällt, die dann die C=C-Doppelbindungen der Monomermoleküle öffnen. Das daraus neu gebildete Monomerradikal reagiert mit den C=C-Doppelbindungen weiterer Monomere, die sich auf diese Weise zu einem Polymer verketten. Treffen zwei Radikale aufeinander, kommt es zu einem Abbruch der Wachstumsreaktion. Difunktionelle Monomere, wie sie in Composite-Materialien enthalten sind, können sich aufgrund der vier statt zwei Bindungsstellen nicht nur linear, sondern auch quer vernetzen. Nach dem Start der Photopolymerisationsreaktion hat diese Quervernetzung einen raschen Anstieg der Viskosität zur Folge, so dass sich aus dem zähflüssigen Material ein elastisches Gel formt. Diese erste Viskositätsänderung bedeutet das Ende der Verarbeitbarkeit des Materials. Sobald die Gelphase beginnt, ist die Beweglichkeit großer Molekülstrukturen erheblich eingeschränkt, während kleine Monomermoleküle sich noch durch Diffusionsvorgänge bewegen können. Die geringe Beweglichkeit großer Radikale vermindert zunächst die Abbruchreaktionsrate, während gleichzeitig neue aktive Reaktionszentren durch die Startreaktion gebildet werden. Das hat einen radikalen Anstieg der Polymerisationsrate zur Folge (Autoakzeleration). Die Viskosität steigt so weit an bis das Material vom Gel- in den Glaszustand übergeht (Vitrifizierung), wodurch sich die Wachstumsreaktion stark verlangsamt (Autodezeleration). Durch die Vitrifizierung des Materials sind keine nennenswerten Reaktionen mehr möglich, was unreagierte Restmonomere und den Einschluss freier Radikale zur Folge hat [Bowman und Kloxin, 2008].

Das Ausmaß der Polymerisation wird angegeben mit der Konversionsrate, die das Verhältnis von noch übrigen zu anfänglich vorhandenen Doppelbindungen angibt. Für lichthärtende Composite-Materialien wird die Konversionsrate mit einem relativ großen Bereich zwischen 35-77% angegeben [Leprince et al., 2013].

# 2.3. Polymerisationslampen

Es gibt vier verschiedene Arten von Lichtquellen, die im Bereich der Zahnmedizin für die Polymerisation von lichthärtenden Materialien eingesetzt werden können: Halogenlampen, Plasmabogenlampen, Laser und LEDs. Plasmabogenlampen und Laser sind unter den Geräten der Lichtpolymerisation insgesamt schwach vertreten. Halogenpolymerisationsgeräte stellten in der Zahnmedizin jahrelang den Standard in der Lichtpolymerisation dar, werden jedoch durch Weiterentwicklungen in der LED-Technologie langsam von diesen abgelöst [Krämer et al., 2008]. Durch das relativ breite Spektrum, das Halogenlampen emittieren, werden sie in der Zahnmedizin mit einem Bandpassfilter eingesetzt, der sichtbares Licht im blauen Bereich zwischen 400 und 550 nm durchlässt, um das Absorptionsspektrum von Campherchinon abzudecken [Rueggeberg, 2011]. Nachteilig ist bei Halogenlampen, dass nur wenig Energie in Licht als vielmehr in Wärme umgewandelt wird, so dass die Polymerisationslampen durch einen Ventilator gekühlt werden müssen. Halogenlampen haben eine vergleichsweise kurze Lebensdauer. Sowohl der Filter als auch der Reflektor sind durch die große Wärmeentwicklung Abbauprozessen ausgesetzt [Jandt und Mills, 2013; Krämer et al., 2008].

Der heutzutage am meisten verwendete Polymerisationslampentyp sind LED-Lampen. LED-Polymerisationslampen sind effizienter und leichter. LEDs emittieren ein schmales Spektrum, so dass kein Filter notwendig ist, um das gewollte Spektrum zu erzeugen. Die erste LED, die ein blaues Emissionsspektrum hatte und in den Absorptionsbereich von Campherchinon fiel, wurde Anfang der 90er Jahre entwickelt. Seit Markteinführung der ersten Generation LED-basierter Polymerisationslampen hat sich diese Technologie mit rascher Geschwindigkeit weiterentwickelt. Die erste LED-Generation hatte eine zu geringe Leistung, um eine ausreichende Polymerisation zu gewährleisten. Mit dem Einsatz leistungsstärkerer LEDs wurde dieses Problem in der zweiten Generation behoben. Beide LED-Generationen waren auf das Absorptionsspektrum von Campherchinon ausgerichtet, was zu Kompatibilitätsproblemen mit Materialien führte, die neben Campherchinon auch Co-Initiatoren im kurzwelligeren Bereich enthielten [Jandt und Mills, 2013]. Diese Inkompatibilität veranlasste Hersteller, die alternative Initiatoren verwendet haben, wieder Campherchinon zu verwenden [Kwon et al., 2012] oder effektive Initiatoren zu entwickeln, deren Absorptionsspektrum im Bereich von Campherchinon liegen [Moszner et al., 2009].

Dass das Emissionsspektrum der Polymerisationslampe mit dem Absorptionsspektrum des Photoinitiatorsystems übereinstimmt, ist entscheidend für die mechanischen Eigenschaften des Composite-Materials [Uhl et al., 2003]. Die dritte und neueste Generation von LED-Polymerisationslampen enthält neben den LED-Chips, die beim Absorptionsmaximum von Campherchinon liegen, auch LEDs, die im kurzwelligeren violetten Bereich liegen, und damit auch geeignet sind, um Materialien mit UV-Initiatoren suffizient auszuhärten [Rueggeberg, 2011; Jandt und Mills, 2013].

# 2.4. Anwendungsgebiete lichthärtender Composite-Materialien

Konnten Composite-Materialien aufgrund schlechter Materialeigenschaften anfänglich nur für kleinere Defekte im Frontzahngebiet verwendet werden, so hat sich ihr Indikationsbereich durch stetige Verbesserung der Materialeigenschaften zu universell einsetzbaren Restaurationsmaterialien erweitert. Lichthärtende Composite-Materialien sind unter anderem für die Restauration mikroinvasiver Defekte im Seitenzahnbereich bis hin zu Klasse II- Kavitäten, für die Rekonstruktion durch Traumata bedingter Schäden sowie Formkorrekturen und für aufwändige direkte Herstellung von Veneers an Frontzähnen geeignet. Neben der Erweiterung des Einsatzbereichs von Composite-Materialien hat sich durch die Änderung des Polymerisationsmechanismus auch die Verarbeitungsmethode geändert.

Trotz aller Fortschritte sind diesen Materialien ein paar Nachteile eigen. Die zwei häufigsten Gründe, weshalb Restaurationen erneuert werden müssen, sind Sekundärkaries und Füllungsfraktur [Deligeorgi et al., 2001]. Die durch den Polymerisationsvorgang einhergehende Schrumpfung bzw. der sich auf die Grenzfläche zwischen Restauration und Zahnhartsubstanz auswirkende Schrumpfungsstress und die nur zu einem begrenzten Maß erreichbare Durchhärtungstiefe sind Gründe dafür, weshalb bei der Verarbeitung von lichthärtendem Composite-Materialien bestimmte Maßnahmen ergriffen werden, um diesen Defiziten entgegenzuwirken oder diese auszugleichen. Lichthärtende Composite-Materialien sollen inkrementweise mit einer Schichtstärke von maximal 2 mm eingebracht werden und ausreichend lang polymerisiert werden, wobei dunklere und opakere Materialien generell länger polymerisiert werden müssen als beispielsweise transparente Materialien [Ruyter und Øysæd, 1982; Rueggeberg et al. 1993]. Um den Schrumpfungsstress gering zu halten, muss der C-Faktor (Konfigurationsfaktor) berücksichtigt werden. Der C-Faktor gibt das

Verhältnis von gebundenen zu freien Kavitätenflächen an und soll möglichst gering sein, da das Material von freien Flächen weg zu den gebundenen Flächen hin schrumpft [Davidson und Feilzer, 1997; Ritter, 2005; Ferracane, 2008]. Ausgenommen von dieser 2 mm- Inkrementtechnik sind sogenannte lichthärtende Bulkfillmaterialien, die bis zu einer Schichtstärke von 4 mm verarbeitet werden können. Diese Materialien sind eher transparent. Durch Modifikationen einzelner Parameter wie der Monomermatrix (SDR<sup>TM</sup> = Stress Decreasing Resin) oder effektivere Initiatorkombinationen kann eine geringere Polymerisationsschrumpfung und eine größere Durchhärtungstiefe erreicht werden [Ilie und Hickel, 2011; Cramer et al., 2011].

# 2.5. Lichtempfindlichkeit und Verarbeitungszeit

Im Vergleich zu chemisch härtenden Composite-Materialien, bei denen die Polymerisationsreaktion unmittelbar dann einsetzt, wenn sich Basis- und Katalysatorpaste mischen, haben lichthärtende Materialien eine verlängerte Verarbeitungszeit. Diese Materialien suggerieren, erst unter Verwendung der Polymerisationslampe auszuhärten, als ob der Zeitpunkt des Polymerisationsbeginns gänzlich in der Kontrolle des Behandlers läge. Allerdings wird von den Lichtquellen zahnärztlicher Behandlungsplatzleuchten und Operationsmikroskope (meist Halogenoder Xenonlampen) sowie von Lichtquellen der Decken- bzw. Raumbeleuchtung auch das Wellenlängenspektrum emittiert, das zur Aktivierung der Photoinitiatoren benötigt wird. Insofern ist die Verarbeitungszeit lichthärtender Materialien unter klinischen Arbeitsbedingungen begrenzt. In der ISO-Norm (ISO 4049:2000(E), Dentistry -- Polymer-based filling restorative and luting materials) wird eine Verarbeitungszeit von  $60 \pm 5$  s bei einer Beleuchtungsstärke von  $8 \pm 1$  klux gefordert. Die Beleuchtungsstärke zahnärztlicher OP-Leuchten liegt mit 19-25 klx (Abstand 70± 5 cm) [Jacobsen, 1986; Dionysopopoulos und Watts, 1990; Lane et al., 1998, Althaus und Gente, 2007] allerdings deutlich höher. Bei Operationsmikroskopen wird teilweise eine Beleuchtungsstärke von bis zu 80 klux (30 cm Arbeitsabstand) erreicht. Bei diesen Beleuchtungsbedingungen verkürzen sich die Verarbeitungszeiten lichthärtender Composite-Materialien teils drastisch und liegen weit unter 60s, teils unter 30s [Jacobsen, 1986; Dionysopopoulos und Watts, 1990; Lutz, 1992; Lane et al., 1998]. Der Einfluss der Decken- und Raumbeleuchtung scheint in Bezug auf die Verarbeitungszeit lichthärtender Composite-Materialien einen unerheblichen Einfluss zu haben [Jacobsen, 1986; Dlugokinski et al., 1998].

Die Verarbeitungszeiten unterschiedlicher Materialien variieren. Demnach ist jene nicht nur abhängig von der Beleuchtungsintensität und Zeit, sondern es spielen auch materialimmanente Eigenschaften wie Füllkörpergehalt und -größe, Opazität, Farbe, Konzentration und Zusammensetzung des Initiatorsystems eine Rolle [Ruyter und Øysæd, 1982; Rueggeberg et al., 1993; Musanje und Darvell, 2006].

Die Anforderungen an die Verarbeitungszeit von lichthärtenden Composite-Materialien sind je nach Art und Ort der Behandlung unterschiedlich. Composite-Materialien werden sowohl im Front- als auch im Seitenzahngebiet für restaurative Zwecke eingesetzt. Im Seitenzahngebiet sollte ausreichend Zeit dazu sein, das Höcker-Fissuren-Relief zu modellieren und den Zahn schichtweise wieder aufzubauen, um die Anatomie und die Zahnfarbe möglichst naturgetreu wiederherstellen zu können. Die Adaptation des Materials an die Kavitätenwände und die jeweils zuvor eingebrachten Inkremente ist dabei sehr wichtig. Zwar liegen die Seitenzähne weiter hinten im Mund, dennoch fällt Licht, insbesondere bei der Arbeit mit einem Operationsmikroskop, bei dem der Fokus sehr genau auf den Arbeitsbereich eingestellt ist, direkt auf das Operationsfeld sowie indirekt über den zahnärztlichen Behandlungsspiegel. Der Frontzahnbereich ist jeder Beleuchtungsquelle direkt exponiert. Aufwändige Prozeduren wie das Einkleben von Veneers verlangen eine längere Verarbeitungszeit. Setzt die Polymerisation vorzeitig ein, entstehen an der Oberfläche ausgehärtete Bereiche, durch die im Material Risse und Lufteinschlüsse entstehen können und die Adaptation an Kavitätenwände und zuvor eingebrachte Inkremente erschweren. Diese Folgen vorzeitig einsetzender Polymerisation können sich negativ auf den Langzeiterfolg der Restaurationen auswirken [Jacobsen, 1986; Pagniano et al., 1989]. Die Autoren letztgenannter Studien beschäftigten sich mit der Lichtsensitivität und der Verarbeitungszeit lichthärtender Materialien. Da sie davon ausgingen, dass ein Behandler keinesfalls länger als 10-15 Minuten Verarbeitungszeit benötigen würde, wurden Messungen abgebrochen, bei denen sich nach dieser Zeit keine Veränderung der Verarbeitbarkeit zeigte [Jacobsen, 1986; Pagniano et al., 1989]. In einer anderen Studie von Hagge et al. [2003] wurde die Verarbeitungszeit von erfahrenen Zahnärzten bestimmt, denen ungefiltertes Licht keine ausreichende Verarbeitungszeit gestattete, wohingegen eine durch entsprechende Farbfilter erreichte Verarbeitungszeit von circa zweieinhalb Minuten als ausreichend bewertet wurde.

## 2.6. Methoden zur Verlängerung der Verarbeitungszeit

Es existieren verschiedene Methoden, die Verarbeitungszeit lichthärtender Materialien zu verlängern. Es ist bei der Arbeit mit lichthärtenden Materialien für Zahnärzte nicht unüblich, das Licht der Operationsleuchte zu dimmen oder den Fokus des Lichts vom Arbeitsfeld wegzudrehen. Die Lichtintensität nimmt mit zunehmendem Abstand vom Fokus sehr stark ab. Mithilfe dieser Methode lässt sich die Verarbeitungszeit wirksam verlängern [Pagniano et al., 1989; Althaus und Gente, 2007]. Nachteilig dabei ist, dass der Behandler unter sehr schlechten Sichtverhältnissen arbeiten muss, so dass einzelne Strukturen wie Kavitätenboden oder -ränder nicht mehr einwandfrei zu erkennen sind, die Augen dadurch sehr strapaziert werden und schnell ermüden. Eine andere Methode ist die Verwendung geeigneter Filtersysteme, die den kritischen Wellenlängenbereich von unter 500 nm herausfiltern. In verschiedenen Studien wurden dazu Standardfolienfilter oder dichroitische Filter [Jacobsen, 1986; Althaus und Gente, 2007], über sog. "Blue-Blocker-Shields", die eigentlich zum Schutz der Augen vor dem emittierten Spektrum der Polymerisationslampen gedacht sind [Dlugokinski et al., 1998], bis hin zu im Supermarkt erhältlicher gelb eingefärbter Frischhaltefolie [Hagge et al., 2003] getestet. Bei der Wahl der geeigneten Filter wurde in diesen Studien zum einen auf die Transmissionseigenschaften im Bereich von Campherchinon geachtet, insbesondere im Bereich des Absorptionsmaximums bei 468 nm, sowie auf die Auswirkung der Filter auf die Beleuchtungsstärke. Die Filter sollten eine akzeptable Verarbeitungszeit haben und dabei die Beleuchtungsstärke möglichst nur gering reduzieren. Die in den Studien empfohlenen Filter zur Verlängerung der Verarbeitungszeit hatten die Eigenschaft, die kritischen Wellenlängen herauszufiltern und die Beleuchtungsstärke weitgehend aufrechtzuerhalten [Jacobsen, 1986; Hagge et al., 2003; Althaus und Gente, 2007]. Als nachteilig bei diesen meist gelben oder orangefarbenen Filtern wurde die durch das reduzierte Farbspektrum bedingte negative Auswirkung auf die Farbwahrnehmung angesehen [Jacobsen, 1986; Hagge et al., 2003].

In Operationsmikroskopen sind zur Verhinderung frühzeitiger Aushärtung von lichthärtenden Materialien standardmäßig Orangefilter eingebaut, die bei Bedarf eingeschwenkt werden können. Nachteil dieser Orangefilter ist, dass sie einen großen Bereich des sichtbaren Lichtspektrums herausfiltern. Das Auge unterliegt einem Adaptationsprozess an die neue Farb- sowie Belichtungssituation. Nach dem Prinzip der subtraktiven Farbmischung werden alle Farben bis auf Orange dunkler empfunden. In Bereichen, die ähnliche Farben wie Orange und Gelb enthalten, wird

der Kontrast und die Plastizität als geringer wahrgenommen. Dies erschwert die Differenzierung ähnlicher Farben (Schmelz und Dentin) und das Erkennen anatomischer Strukturen, Kavitätenformen und Präparationsgrenzen. Trotz Vergrößerung und guter Ausleuchtung bei Operationsmikroskopen werden die Sichtverhältnisse durch den Filter kompromittiert. Dadurch, dass dieser Filter einen sehr großen Bereich filtert, ist anzunehmen, dass er eine lange Verarbeitungszeit hat.

#### 2.6.1. Dichroitische vs. konventionelle Farbfilter

In Operationsmikroskopen werden sowohl Farbfilter als auch dichroitische Filter verwendet. Dichroitische Filter bestehen aus einem Glassubstrat, auf dem metallische Schichten unterschiedlicher Anzahl und Dicke aufgedampft sind, durch die der Bereich, der gefiltert bzw. durchgelassen werden soll, genau festgelegt werden kann. Bei konventionellen Glasfiltern wird das Glas mit der gewünschten Farbe eingefärbt, so dass nur der Spektralbereich dieses Farbtons transmittiert wird. Das übrige Spektrum wird absorbiert. Bei dichroitischen Filtern werden die übrigen Wellenlängenbereiche nicht absorbiert, sondern reflektiert. Dadurch erhitzt sich der Filter auch bei hoher Lichtintensität kaum. Es kann eine hohe Farbsättigung bei am höchsten möglicher Helligkeit erzielt werden. Dichroitische Filter haben eine lange Lebensdauer und bleichen im Gegensatz zu konventionellen Farbfiltern nicht aus [Meyn, 2013]. Diese Eigenschaften sind für den Einsatz in Dentalmikroskopen wichtig, weil an der Stelle, an der der Filter eingebaut ist (direkt hinter dem Eintritt des Lichtleiters in das Mikroskopgehäuse), Temperaturen von bis zu 130 °C entstehen (eigene Messung).

### 2.7. Methoden zur Bestimmung der Verarbeitungszeit

Die nach ISO 4049:2000(E) geforderte Verarbeitungszeit lichthärtender Composite-Materialien, also die Zeit, in der das Material unter Einwirkung von Umgebungslicht verarbeitbar sein soll, beträgt 60±5 s. Bei diesem Verfahren wird das Licht einer Xenonlampe mit einem UV- und Farbfilter so modifiziert, dass es mit einer Farbtemperatur zwischen 3600 K und 6500 K dem Emissionsspektrum einer Behandlungsplatzlampe entspricht. Die Entfernung der Lichtquelle zur Probe wird mit einem Luxmeter so eingestellt, dass die Beleuchtungsstärke bei 8±1 klx liegt. Die

Materialprobe wird auf einen Objektträger aufgebracht und für 60±5 s belichtet. Anschließend wird ein zweiter Objektträger so auf das Material gedrückt, dass ein dünner Film entsteht, der auf Homogenität überprüft wird. Die belichtete Probe wird zur Kontrolle mit einer unbelichteten Probe verglichen. Wenn die Polymerisation innerhalb der Belichtungszeit schon begonnen hat, sind innerhalb des ausgepressten Materials Risse oder Lufteinschlüsse erkennbar. Indem die Belichtungszeiten variiert werden, kann damit die Verarbeitungszeit der Materialien relativ genau bestimmt werden [Dionysopopoulos und Watts, 1990; Lane et al., 1998; Althaus und Gente, 2007; Voco, 2010].

In einer Studie von Hagge et al. [2003] wird die Verarbeitungszeit subjektiv durch erfahrene Zahnärzte ermittelt, die ein Imkrement modellieren, und die Zeit, in der das Material noch formbar ist, mit einer Stoppuhr festgehalten.

Mit einer von Jacobsen [1986] beschriebenen Messeinrichtung wird die belichtete Materialprobe einem kontinuierlichen Belastungstest unterzogen, indem ein Prüfkörper mit konstanter Geschwindigkeit in die Probe eindringt. Der Widerstand, den die Probe dem Prüfkörper über der Zeit entgegenbringt, wird mit einem Messsystem festgehalten. Damit kann jede Viskositätsänderung in der aushärtenden Probe ununterbrochen aufgezeichnet werden.

Mit einem an der Universität Marburg von Althaus und Gente [2007] entwickelten und mit der ISO 4049 kalibrierten akustischen Messsystem ist es ebenfalls möglich, einen kontinuierlichen Verlauf der Veränderung der Fließeigenschaften des aushärtenden Composite-Materials aufzuzeichnen. Bei diesem Messsystem werden zwei Lautsprecher, die einander gegenüber in einem Aluminiumgehäuse angebracht sind, durch eine mit einer Behandlungsplatzlampe beleuchteten Materialprobe miteinander verbunden. Ein Frequenzgenerator erzeugt eine sinusförmige Wechselspannung von 30 mV und einer Frequenz von 600 Hz und versetzt damit die Membran des ersten Lautsprechers in Schwingungen, an dem ein Metallstab befestigt, der ca. 1 mm tief in die Probe eintaucht. Das Material befindet sich auf einem Objektträger, der auf die Membran des zweiten Lautsprechers geklebt ist. Die Schwingungen des ersten Lautsprechers werden durch die Probe auf den zweiten Lautsprecher übertragen. Ein Millivoltmeter registriert die ansteigende Spannung zweiten Lautsprecher, die von einem xt-Schreiber als Funktion über der Zeit aufgezeichnet wird. Da die Probe durch die Belichtung der Behandlungsplatzlampe allein nicht den maximal erreichbaren Polymerisationsgrad erreicht [Dlugokinski et al., 1998], wird die Probe anschließend mit einer Halogen-Polymerisationslampe belichtet. Dieser Endwert, der den maximal

erreichbaren Grad der Polymerisation darstellt, wird gleich 100% gesetzt. Das Ende der Verarbeitungszeit wurde beim akustischen Messsystem mithilfe der Methode der ISO 4049 für das Material Grandio (Farbe A4) von Voco, Cuxhaven, Deutschland bestimmt und ist erreicht, wenn die Spannung des Mikrofons um 5% angestiegen ist. Unterschiedlich visköse Composite-Materialien führen im akustischen Messsystem zu unterschiedlichen Kurvenverläufen, die für den jeweiligen Materialtyp charakteristisch sind [Althaus, 2008].

#### 2.8. Licht und Farbe

Der für das menschliche Auge wahrnehmbare und als Licht bezeichnete Anteil elektromagnetischer Strahlung liegt in einem Wellenlängenbereich zwischen 400 bis 700 nm. Bei der Betrachtung der Wirkung von Lichtfiltern oder beispielsweise Strahlengängen in einem OPMI steht die Eigenschaft des Lichts als sich ausbreitende Welle oder Schwingung im Vordergrund. Ist stattdessen die Interaktion des Lichts mit Materie von Interesse, wie z.B. die Absorption von Photonen durch die in lichthärtenden Composite-Materialien enthaltenen Photoinitiatoren, ist die Eigenschaft des Lichts als Teilchen von Bedeutung.

Die Netzhaut enthält drei verschiedene Typen von Farbrezeptoren für Blau, Grün und Rot. Mit diesen drei Farbrezeptoren, auch Zapfen genannt, ist es dem Auge möglich, alle Farben des sichtbaren Spektrums wahrzunehmen. Durch die Internationale Beleuchtungskommission (CIE, Commission Internationale de l'Eclairage) wurden drei Normspektralwertfunktionen  $x(\lambda)$ ,  $y(\lambda)$ ,  $z(\lambda)$  festgelegt, die die Empfindlichkeitskurven der drei Zapfentypen darstellen. Da zwischen diesen Funktionen das Verhältnis x + y + z = 1 gilt, kann ein Farbort allein mittels x- und y- Werten in einem Koordinatensystem, der sogenannten CIE-Normfarbtafel (vgl. Abb. 2.2.), eindeutig angegeben werden. Begrenzt wird die Farbtafel durch die Purpurgerade und den Spektralfarbenzug, auf dem die reinen Spektralfarben liegen. Im Zentrum des Farbfeldes, am sogenannten Weißpunkt (W), sind die drei Grundfarben rot, grün und blau zu gleichen Teilen enthalten [Baer, 2006; Lange, 2013].

Die Normspektralwertfunktion  $y(\lambda)$  entspricht der Hellempfindlichkeitskurve  $V(\lambda)$  des menschlichen Auges. Das Maximum dieser Kurve liegt im grünen Bereich bei ca. 555 nm, für den das helladaptierte menschliche Auge am empfindlichsten ist. Diese Kurve spielt eine wichtige Rolle im Zusammenhang mit der Messung der Beleuchtungsstärke E, die den Lichtstrom pro Fläche

angibt und in der Einheit Lux (lx) angegeben wird. Die Beleuchtungsstärke wird mit einem Luxmeter gemessen. Für exakte Messungen ist es wichtig, dass das Luxmeter auf die Hellempfindlichkeitskurve des menschlichen Auges angepasst ist [Baer, 2006].

Jeder Helligkeitseindruck, den das Auge als Licht wahrnimmt, ist auch immer mit einem dazu gehörigen Farbeindruck verbunden. Die Farbe einer Lichtquelle wird bestimmt, indem man sie mit der Farbe eines Schwarzen Körpers vergleicht, die er bei einer bestimmten Temperatur annimmt. Diese sogenannte Farbtemperatur einer Lichtquelle wird in Kelvin (K) angegeben und kann als warmweiß (mit mehr Rotanteil, < 3300 K) bis kaltweiß (mit mehr Blauanteil, > 5000 K) empfunden werden [Lange, 2013]. Die Farben, die ein Schwarzer Körper bei einer bestimmten Temperatur annimmt, liegen in Form der sogenannten Schwarzkörper-Kurve innerhalb der CIE-Normfarbtafel (vgl. Abb. 2.2.).

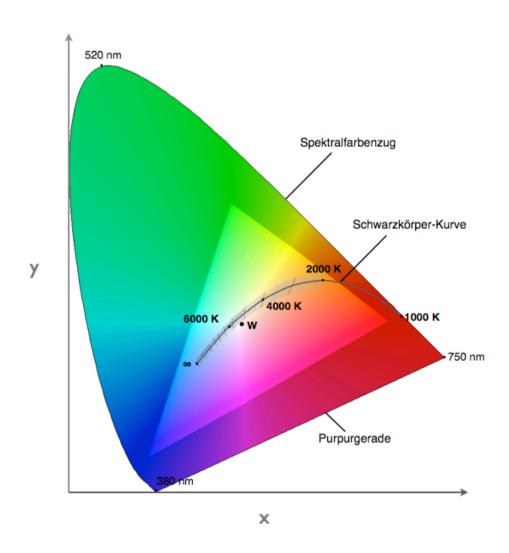


Abb. 2.2. CIE-Normfarbtafel mit eingezeichneter Schwarzkörper-Kurve

Nach dem Prinzip der additiven Farbmischung müssen also alle drei Grundfarben mit gleicher Helligkeit im Lichtspektrum enthalten sein, um einen weißen Farbeindruck zu erzeugen. Die Farbe eines Objekts verändert sich, wenn es mit Lichtquellen unterschiedlicher Lichtfarbe beleuchtet wird. Ein möglichst natürlicher Farbeindruck ist nur dann möglich, wenn die Lichtquelle das gesamte sichtbare Spektrum emittiert.

Ein Maß für die Qualität, mit der eine Lichtquelle dazu in der Lage ist, Farben naturgetreu wiederzugeben, kann mithilfe des Farbwiedergabeindex  $R_a$  (CRI, Color Rendering Index) angegeben werden. Um diesen Index zu bestimmen, wird der Farbeindruck eines Objekts unter Belichtung mit einer Standardlichtquelle mit dem Farbeindruck unter Belichtung der zu testenden Lichtquelle verglichen. Der Farbwiedergabeindex ist für einen Bereich zwischen 0 und 100 definiert. Wären beide Farbeindrücke identisch, so betrüge der Farbwiedergabeindex für diese Lichtquelle  $R_a = 100$ . Allerdings kann der Wert auch außerhalb dieses Bereichs liegen, wenn das Spektrum der Lichtquelle monochromatisch ist. Zusammenfassend gilt: je höher der Index, desto höher ist die Güte der Lichtquelle und desto naturgetreuer werden die Farben eines Objekts wiedergegeben [Baer, 2006; Lange, 2013].

# 3. Zielstellung

Lichthärtenden Composite-Materialien kommen in der Zahnmedizin heutzutage häufig zum Einsatz. Der Wellenlängenbereich des Lichts, der die Polymerisation dieser Materialien initiiert, ist auch Bestandteil der Lichtquellen von Behandlungsplatzlampen oder Operationsmikroskopen, die zum Teil sehr hohe Beleuchtungsstärken aufweisen. Deshalb wird unter diesen Beleuchtungsbedingungen das Ende der Verarbeitungszeit von lichthärtenden Composite-Materialien schnell erreicht.

Um bei der Verarbeitung lichthärtender Composite-Materialien eine ausreichend lange

Verarbeitungszeit zu erzielen, gibt es derzeit die Möglichkeiten, das Lichtspektrum durch Orangefilter zu verändern oder die Lichtintensität zu reduzieren. Nachteil ist, dass sich dadurch die Sichtverhältnisse negativ verändern. Das Operationsfeld wird nicht mehr optimal ausgeleuchtet. Durch den fehlenden Blauanteil können die Farben des Operationsfeldes nicht mehr naturgetreu wiedergegeben werden und es ist schwierig, einander ähnliche Farben differenzieren zu können. In dieser klinisch experimentellen Studie soll die Effektivität von drei neuen Lichtfiltern im Vergleich zu dem bereits in OP-Mikroskopen eingebauten Orangefilter und zu ungefiltertem Licht getestet werden. Es soll bestimmt werden, in welchem Maß die Filter die Verarbeitungszeit verschiedener lichthärtender Composite-Materialien im Vergleich zu ungefiltertem Licht verlängern können. Neben der Verlängerung der Verarbeitungszeit sind die optischen Eigenschaften der Filter von Bedeutung. Die Transmissionseigenschaften und die Auswirkung der Filter auf die Farb- und Lichtverhältnisse des Arbeitsfeldes sollen untersucht werden. Die Analyse der neuen Lichtfilter und des Orangefilters bezüglich letztgenannter Eigenschaften wird von der Firma start.design, Essen, Deutschland durchgeführt.

Untersucht werden die neuen Glasfilter *KW4,3* (GF1), *KW4,3+M1,7* (GF2) und *0,8* (GF3) sowie der Orangefilter (GF Zeiss) der Carl Zeiss Meditec AG, Oberkochen, Deutschland (Zeiss), der im für den Versuchsaufbau verwendeten Operationsmikroskop Pico als Standard eingebaut ist. Als Kontrolle dient ein Versuchsdurchlauf ohne Filter. Es sollen insgesamt vier verschiedene Composite-Materialien getestet werden, die jeweils unterschiedliche Photoinitiatorsysteme enthalten: Charisma und Venus Diamond von Heraeus, Tetric EvoCeram Bulk Fill von Ivoclar und GrandioSo von Voco. GrandioSo enthält nur CQ, während die drei anderen Materialien zu CQ zusätzlich unterschiedliche UV-Initiatoren enthalten.

Die neuen Filter werden für die Testung analog zu dem Orangefilter an den dafür vorhandenen Steckplatz im OPMI eingebaut. Zur Bestimmung der Verarbeitungszeit soll ein an der Universität Marburg entwickeltes und in dieser Arbeit modifiziertes Messsystem verwendet werden, das Viskositätsänderungen im getesteten Material sekundengenau aufzeichnet. Für jede Material-/Filterkombination sollen jeweils sieben Versuchsdurchläufe (n=7) angefertigt werden.

### 4. Material und Methode

# 4.1. Operationsmikroskop

Das in dieser Studie für den Versuchsaufbau verwendete Operationsmikroskop ist das OPMI Pico von Zeiss. Das Pico ist mit einem Falttubus mit 10x- Weitwinkelokularen, einer MORA-Kupplung mit Dokumentationsausgang, einem 300 mm Objektiv mit Feinfokussierung und Drape Aufnahmering und einer 180 W Xenon-Beleuchtung ausgestattet. Das Xenonlicht wird über ein Glasfaserkabel an der Rückseite in das Mikroskop geleitet (Abb. 4.1.). Direkt dahinter befindet sich die Vorrichtung für die Glasfilter. Standardmäßig gehören ein Orange- und ein Grünfilter zur Ausstattung des OPMI Pico. Die Filter können bei Bedarf eingeschwenkt werden (Abb. 4.2.).

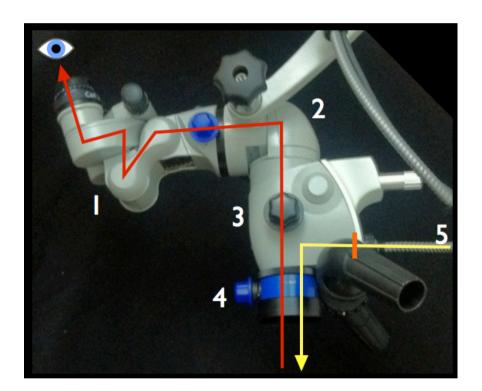


Abb. 4.1. OPMI pico von Zeiss mit schematischer Darstellung der Strahlengänge des Lichts. (1) Falttubus mit 10x- Weitwinkel-Okularen, (2) MORA-Kupplung (Dokumentenausgang ist auf dieser Abb. nicht zu sehen), (3) Vergrößerungswechsler, (4) 300 mm Objektiv mit Feinfokussierung und Drape Aufnahmering, (5) Glasfaserkabel, über das das Xenonlicht in das Innere des Mikroskops geleitet wird. Gelb: Strahlengang von der Lichtquelle zum Objekt. Rot: Strahlengang des Lichts vom Objekt zum Auge. Orange: Position der Glasfilter im Mikroskop.



Abb. 4.2. Vorrichtung für die Lichtfilter im OPMI pico von Zeiss, grüner Pfeil: Steckplatz für Grünfilter, orangefarbener Pfeil: Steckplatz für Orangefilter, grauer Doppelpfeil: Rädchen, mit dem die Filter vor die Lichtquelle geschwenkt werden können. [Quelle: Tomas Lang]

#### 4.2. Versuchsaufbau

Zur Bestimmung der Verarbeitungszeit der Materialien wurde ein vertikal oszillierendes Rheometer verwendet, das auf dem Messsystem nach Althaus und Gente [2007] basiert. Dieses Oszillationsrheometer misst Viskositätsänderungen im belichteten Material besteht aus vier Aluminiumplatten, die wie ein großes "E" zueinander aufgebaut sind. Die oberste und unterste Platte ist an der senkrecht zum Boden stehenden Platte fixiert, während die mittlere Platte höhenverstellbar ist. In den oberen beiden parallel zum Boden stehenden Platten sind zwei Lautsprecher einander gegenüber angebracht. An der Lautsprechermembran des oberen Lautsprechers ist ein Metallstab (Ø 0,7 mm) angebracht, der senkrecht zu einer auf ca. 25 x 25 mm zugeschnittenen Objektivträger-Glasplatte steht, die auf der unteren Lautsprechermembran befestigt ist. An den oberen Lautsprecher wurde der Funktionsgenerator HPG 1 von Reichelt Elektronik, Sande, Deutschland angeschlossen, der die Lautsprechermembran und den daran befestigten Metallstab in sinusförmige Schwingungen versetzt. Für die Composite-Materialien wurden unterschiedliche Einstellungen für Spannung und Frequenz der Schwingungen gewählt, die Tab. 1 entnehmbar sind. An den unteren Lautsprecher mit dem Objektivträger wurde das Digitalmultimeter UNI-T TRMS, 20.000 Counts von Reichelt Elektronik, Stadt, Deutschland angeschlossen, das die an die untere Lautsprechermembran weitergeleitete Spannung maß.

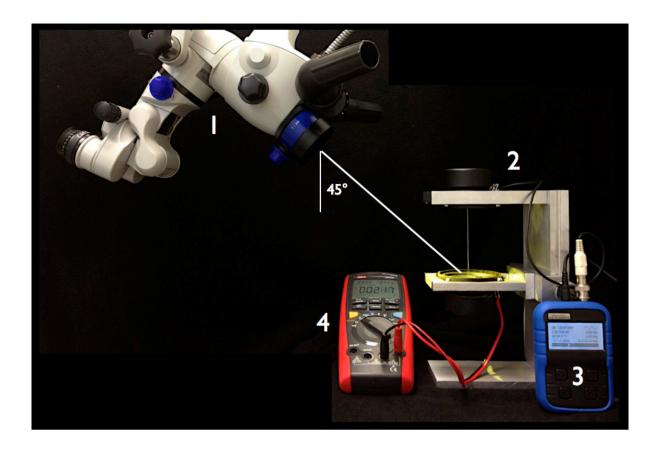


Abb. 4.3. Versuchsaufbau. (1) OPMI Pico von Zeiss, (2) Oszillierendes Rheometer, nachgebaut nach dem Messsystem von Althaus und Gente [2007], (3) Funktionsgenerator HPG 1 und (4) Digitalmultimeter UNI-T TRMS 20.000 Counts, beide von Reichelt Elektronik. Abstand Objektivlinse - Probe = 300 mm. Winkel des Lichtstrahls zur Probe: 45°.

Ein Anstieg der Spannung bedeutet, dass sich auch die Viskosität des Materials erhöht. Das Digitalmultimeter wurde an einen Computer angeschlossen und die dazu gehörige Software hat die Messwerte sekündlich aufgezeichnet.

Die Proben des jeweiligen Composite-Materials wurden so auf dem Objektivträger positioniert, dass der Metallstab in der Mitte der Proben etwa 1 mm tief eintauchte. Der Lichtstrahl des Mikroskops wurde in einem Winkel von 45° auf die Probe eingestellt. Der Abstand des Mikroskops zur Probe wurde bestimmt durch die Brennweite der Objektivlinse und betrug 300 mm. Die Position des Mikroskops blieb für alle Versuchsdurchläufe gleich.

*Tab. 4.1.* Einstellungen für den Funktionsgenerator HPG 1 von Reichelt Elektronik, Sande, Deutschland

Composite-Material	Frequenz [Hz]	Spannung [mV]
Charisma	100	100
GrandioSo	100	100
Tetric EvoCeram Bulk Fill	100	100
Venus Diamond	500	200

Die Beleuchtungsstärke wurde mit dem von Prof. Dr.-Ing. Peter Marx entwickelten Digitalluxmeter Minilux auf 20 klx eingestellt. Dieser Wert blieb für alle Versuche konstant. Für die Versuchsdurchläufe mit Filter wurde die Beleuchtungsstärke zusätzlich mit eingeschwenktem Filter gemessen.



Abb. 4.4. Digitalluxmeter "Minilux" für die Messung der Beleuchtungsstärke von Prof. Dr.-Ing. Peter Marx, Berlin. (1)
Photometerkopf [Quelle:Tomas Lang]

Die Versuche wurden in einem abgedunkelten Raum durchgeführt, so dass die Messungen nicht von Fremd-/Raumlicht verfälscht werden konnten. Die Raumtemperatur betrug  $23 \pm 1$  °C. Wenn der gemessene Spannungswert deutlich angestiegen war und sich nicht mehr stark veränderte, so dass eine durch die Lichtquelle des Mikroskops erfolgte Aushärtung der Probe anzunehmen war, wurde

sie anschließend mit der LED-Polymerisationslampe VALO von Ultradent mit einer Lichtleistung von 1400 mW/cm² für 3 x 4 s lichtgehärtet, um den maximal erreichbaren Polymerisationsgrad zu erzielen. Die VALO emittiert ein für alle in den Materialien enthaltenen Photoinitiatoren passendes Spektrum. Ein Beispiel für eine Messreihe ohne Filter befindet sich im Anhang (10.7.1.). Für den Orangefilter von Zeiss wurden nur zwei Messreihen erstellt, weil der Anfangswert (= 0 %) auch noch nach 24 h Belichtung konstant geblieben war.

### 4.3. Verwendete Lichtquelle

Als Lichtquelle wird für die Versuche die im Operationsmikroskop eingebaute Xenon-Lichtquelle XBO® R 180W/45C von OSRAM verwendet. Die Xenonlampe hat eine Farbtemperatur von ca. 6000 K und einen Farbwiedergabeindex von > 90 [Osram, 2006]. Xenonlampen emittieren ein relativ gleichmäßiges Spektrum. Im Bereich von 450 bis 500 nm enthält das Spektrum mehrere Maxima mit der insgesamt höchsten Strahlungsleistung.

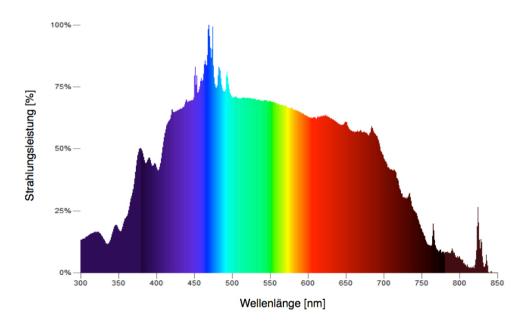


Abb. 4.5. Spektrale Verteilungskurve Xenon XBO® R 180W von OSRAM. Diese Funktion gibt an, wie viel Strahlungsleistung die Xenonlampe pro Wellenlänge aufweist [Quelle: Osram]

#### 4.4. Untersuchte Filter

Die Prototypen wurden auf das Absorptionsspektrum von Campherchinon angepasst, weil das der am häufigsten verwendete Photoinitiator in dentalen Composite-Materialien ist. Photometrische Daten der Prototypen und des Orangefilters von Zeiss wurden von der Firma start.design, Essen erhoben.

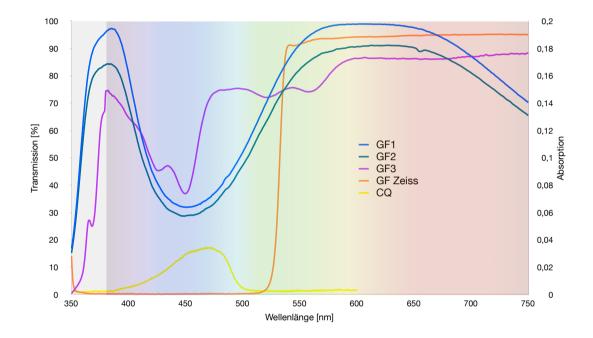


Abb. 4.6. Transmissionsspektra der getesteten Filter GF1, GF2, GF3, GF4 und GF Zeiss. Sie geben an, wie viel Licht die einzelnen Filter pro Wellenlänge durchlassen [Quelle: start.design]. Absorptionsspektrum von Campherchinon (CQ). Diese Funktion gibt an, wie viel Licht von CQ pro Wellenlänge absorbiert wird [Quelle: Utterodt].

#### 4.4.1. Glasfilter Zeiss

Der GF Zeiss weist im Wellenlängenbereich zwischen 350 nm und ca. 520 nm eine Transmission von 0 % auf. Damit verhindert dieser Filter im Bereich des Absorptionsspektrums von Campherchinon die Lichttransmission vollständig. Dieser Bereich entspricht farblich dem violetten, blauen und einem Teil des grünen Wellenlängenbereichs. Die Lichttransmission steigt ab ca. 520

nm dann abrupt an. Im Bereich von ca. 520 - 750 nm beträgt die Transmission zwischen 90 und 95 %.

#### 4.4.2. Glasfilter 1 und 2

GF1 und GF2 unterscheiden sich nur insofern, als dass letzterer eine insgesamt geringere Transmission aufweist bei ansonsten annähernd ähnlichem Kurvenverlauf. Im Bereich der UV-Initiatoren (350 - 400 nm Wellenlänge) liegt die Transmission zwischen 17 und 97 % bzw. 15 und 84 %, während im Bereich von CQ die Transmission abfällt auf 32 bzw. 29 %. Im Bereich des Maximum von CQ weist der Filter GF1 eine Transmission von 35 % und der Filter GF2 von etwa 32 % auf. Zwischen 575 und 625 nm erreichen GF1 und GF2 ihre maximale Transmission von 100 bzw. 90 %. Im Bereich von 650 bis 750 nm fällt die Lichttransmission ab auf 70 bzw. 65 %.

#### 4.4.3. Glasfilter 3

GF3 hat im Bereich zwischen 420 und 500 nm Wellenlänge mit 37 - 75 % und mit 70 % beim Absorptionsmaximum von CQ die höchste Transmission im Vergleich zu GF1 und GF2. Im Bereich der UV-Initiatoren (350 bis 400 nm) liegt die Transmission des GF3 mit maximal 75 % niedriger als die beiden anderen Prototypen. Die höchste Transmission bietet der GF3 ab 600 nm bis 750 nm mit 85 %.

### 4.5. Getestete Composite-Materialien

Die verwendeten Compoisite-Materialien wurden allein aufgrund der Zusammensetzung ihrer Photoinitiatorsysteme ausgewählt, die in jedem Material unterschiedlich ist. Für die Tests wurde für alle Composite-Materialien die Farbe A2 gewählt. Bei Tetric EvoCeram Bulk Fill sind nur die Farben IVA, IVB und IVW verfügbar. IVB wird für leicht gelbliche Zähne verwendet [Wanner, 2013] und kommt der Farbe A2 damit am nächsten.

### 4.5.1. Charisma

Charisma ist ein Feinstpartikelhybrid-Composite-Material der Firma Heraeus Kulzer, Hanau, Deutschland (Heraeus) mit einem Füllstoffgehalt von 78 Gew.-% (61 Vol.-%). Die anorganischen Füllkörper bestehen aus röntgenopakem Microglass® mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 0,7  $\mu$ m und maximalen Partikelgröße von unter 2  $\mu$ m. Daneben ist hochdisperses Siliciumdioxid im Nanometerbereich (0,01 - 0,07  $\mu$ m/ Ø 0,04  $\mu$ m) enthalten. Das Monomersystem setzt sich aus BisGMA und TEGDMA zusammen.

Der Hersteller empfiehlt für hellere Farben eine Belichtunsgzeit von 20 s pro 2 mm Inkrement mit einer Lichtleistung von mindestens 400-500 mW/cm² [Heraeus, 2008]. Das Photoinitiatorsystem in Charisma ist eine Kombination aus Campherchinon/Amin und dem UV-Initiator Irgacure 819 [Utterodt, 2012].

### 4.5.2. GrandioSo

GrandioSo ist ein universelles Nanohybrid-Composite-Material der Firma Voco, Cuxhaven, Deutschland (Voco) mit einem Füllstoffgehalt von 89 Gew.-% (73 Vol.-%). Die Füllstoffe setzen sich aus Glaskeramikfüllern einer mittleren Parikelgröße von 1 μm, Siliciumdioxid-Nanopartikeln mit einer Größe von 20-40 nm und Farbpigmenten aus Eisen- und Titanoxid zusammen. Die organische Matrix enthält eine Mischung aus den Monomeren BisGMA, BisEMA und TEGDMA. Als Inhibitor/Stabilisator wird BHT verwendet. Der alleinige Photoinitiator in GrandioSo ist Campherchinon/Amin. Vom Hersteller wird für das Material eine Tageslicht-beständigkeit von viereinhalb Minuten angegeben (nach ISO 4049). Für LED-Polymerisationsgeräte mit einer

Leistung ab 800 mW/cm<sup>2</sup> wird eine Belichtungszeit von 10s für die Farbe A2 (2 mm Inkrement) empfohlen [Voco, 2010].

#### 4.5.3. Tetric EvoCeram Bulk Fill

Tetric EvoCeram Bulk Fill (Tetric ECBF) ist ein Nanohybrid-Composite-Material von Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein, das in 4 mm-Inkrementen verarbeitet werden kann. Für die Versuche wurde die Farbe IVB gewählt. Bei einer Lichtleistung von >1000 mW/cm² genügen 10 s Belichtungszeit. Der Füllkörperanteil setzt sich aus 61 Vol.-% Standardfüllern (röntgenopake Glasfüller mit zwei mittleren Partikelgrößen von 0,4 und 0,7 μm, Ytterbiumfluorid mit einer durchschnittlichen Größe von 0,2 μm und sphärischem Mischoxid mit einer mittleren Partikelgröße von 0,16 μm) sowie aus 17% als Schrumpfungsstressrelaxator bezeichneten Isofillern (Vorpolymerisate aus Dimethacrylaten, Glasfüllern und Ytterbiumfluorid). Die organische Matrix enthält eine Monomerkombination aus BisGMA, BisEMA und UDMA. Tetric EvoCeram Bulkfill enthält einen als Licht-Controller bezeichneten Inhaltstoff, der eine längere Verarbeitungszeit gewähren soll (nach ISO 4049 200 s). Das verwendete Initiatorsystem setzt sich aus den drei Initiatoren Campherchinon/Amin, Lucirin TPO und dem von Ivoclar entwickelten Ivocerin zusammen [Todd und Wanner, 2013].

### 4.5.4. Venus Diamond

Venus Diamond ist ein universelles Nanohybrid-Composite-Material von Heraeus mit einem Füllkörperanteil von 81 Gew.-% (64 Vol.-%). Die röntgenopaken Glasfüller und hochdispersen Nanopartikel bewegen sich in ihrer Größe in einem Bereich von 0,005 bis 20 μm. Venus Diamond enthält ein neues, von Heraeus selbst entwickeltes besonders schrumpfungsarmes Monomer, TCD-di-HEA, in einer Kombination mit UDMA. Darüber hinaus enthält Venus Diamond nicht näher spezifizierte Inhaltsstoffe zur Modifizierung der Fließeigenschaften, Stabilisatoren und Farbpigmente [Heraeus, 2011]. Das Photoinitiatorsystem in Venus Diamond besteht aus einer Kombination von Campherchinon/Amin, Lucirin TPO und PPD [Utterodt, 2012]. Während Heraeus nach ISO 4049 eine Verarbeitungszeit von 210 s angibt [Heraeus, 2008], bestimmt die Firma Voco

nach ISO 4049 eine Verarbeitungszeit von 420 s [Voco, 2010]. Für hellere Farben wie A2 wird eine Belichtungszeit von 20 s (> 500 mW/cm²) empfohlen [Heraeus, 2008].

 Tabelle 4.2.
 Übersicht der getesteten Composite-Materialien

Handelsname	Charisma	GrandioSo	Tetric ECBF	Venus Diamond
Art	Feinstpartikelhybrid	Nanohybrid	Nanohybrid	Nanohybrid
Farbe	A2	A2	IVB	A2
Füllkörperanteil	73 Gew% 61 Vol%	89 Gew% 73 Vol%	61 Vol% Standardfüller, 17% Isofiller	81 Gew% 64 Vol%
Organische Matrix	BisGMA, TEGDMA	BisGMA, BisEMA, TEGDMA	BisGMA, BisEMA, UDMA	TCD-di-HEA, UDMA
Inhibitoren	n.a.	ВНТ	"Licht- Controller"	n.a.
Photoinitiatorsystem	CQ/Amin + Irgacure 819	CQ/Amin	CQ/Amin + Lucirin TPO + Ivocerin	CQ/Amin + Lucirin TPO + PPD
Verarbeitungszeit bei 8±1klx (ISO 4049)	n.a.	270 s	200 s	210 s (Heraeus) 420 s (Voco)
Belichtungszeit (Hersteller)	20s (>500 mW/cm <sup>2</sup> ), 2mm	10s (>8mm mW/ cm <sup>2</sup> ), 2mm	10s (> 1000 mW/cm <sup>2</sup> ), 4mm	20s (>500 mW/ cm <sup>2</sup> ), 2mm

### 4.6. Statistische Auswertung

Es wurden für jede Material-/Filterkombination sieben Versuchsdurchläufe durchgeführt. Die sich aus der Differenz des End- und Anfangswerts jeder Messreihe ergebenden Datenreihen wurden zunächst auf mögliche Ausreißer untersucht. Dabei wurde jede Datenreihe entfernt, die mehr als das 1,5-fache vom jeweiligen Interquartilsabstand der Stichprobe abwich. Die vorliegenden Daten waren intervallskaliert, so dass die zentrale Tendenz der Datenreihen durch das arithmetische Mittel abgebildet werden konnte und die Varianz der Daten eine sinnvoll interpretierbare Größe darstellte. Mittels t-Tests können Hypothesen in Bezug auf die Unterschiede zweier Mittelwerte überprüft werden [Gujarti, 2003]. Es wurden zweiseitige Tests vorgenommen. Die kritischen Werte waren durch den geringen Stichprobenumfang (n=7) t-verteilt. Dafür stellte die Annahme, dass die Grundgesamtheit eine Normalverteilung aufweist, eine wichtige Bedingung für die Aussagekraft der ermittelten Testergebnisse dar. Mit Jarque-Bera-Tests wurde überprüft, ob die vorliegenden Daten normalverteilt sind. Die Nullhypothese der Normalverteilung der Daten konnte mit einem Signifikanzniveau von 5 % nicht abgelehnt werden [Weiß, 2010; Bortz, 2005]. Die Stichprobenumfänge der untersuchten Untergruppen waren ähnlich. Deshalb war für einen Mittelwertvergleich der Standard-t-Test ein geeignetes Instrument. Zusätzlich zum Standard-t-Test wurde ein Mann-Whitney-U-Test für den Median durchgeführt, um die Ergebnisse abzusichern [Rinne, 2003]. Wenn sowohl t- als auch U-Test ergaben, dass die Nullhypothese der Gleichheit der Mittelwerte/Mediane mit einer Irrtumswahrscheinlichkeit von unter 5 % abgelehnt werden konnte, wurde der Unterschied in den zentralen Tendenzen der untersuchten Variablen als signifikant bewertet.

Für die getesteten Filter GF1, GF2 und GF3 wurden Faktoren ermittelt, um die die Filter die Verarbeitungszeit bei jedem der getesteten Materialien Charisma, GrandioSo, Tetric ECBF und Venus Diamond im Vergleich zu der Verwendung ohne Filter verzögern konnten.

Die Werte wurden zur besseren Vergleichbarkeit normiert. Der Anfangswert jeder Messung entspricht nach Normierung einer Viskositätsänderung von 0 %, der gemessene Endwert der höchst möglichen Viskosität von 100 %. Zur Bestimmung der Verlängerungsfaktoren wurden die Zeitpunkte verglichen, bei denen die Viskosität um 50 % anstieg.

### 5. Ergebnisse

### 5.1. Verwendete Messreihen

Die Materialien wiesen jeweils unterschiedliche gemessene Anfangs- und Endspannungen auf, die für das Material jeweils charakteristisch waren. Besonders die Anfangswerte der Messungen konnten auch innerhalb eines Materials teils beträchtlich schwanken. Abb. 5.1. zeigt die Messreihen der Materialien Charisma und Venus Diamond in graphischer Darstellung.

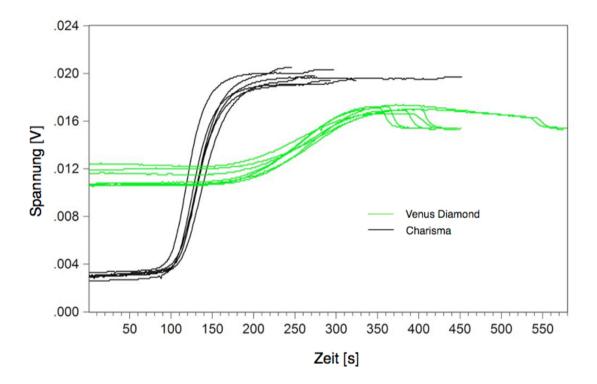


Abb. 5.1. Nicht normierte graphische Darstellung der Messreihen von Venus Diamond und Charisma im Durchlauf OF. Die Graphen zeigen die gemessenen Spannungswerte in Abhängigkeit von der Zeit.

Die gemessenen Anfangswerte bewegten sich bei dem Material Charisma zwischen 20 und 33 mV, während sie bei Venus Diamond zwischen 107 und 124 mV lagen. Auch die Differenz zwischen gemessenem Anfangs- und Endwert war je nach Material unterschiedlich. Bei Venus Diamond lag der gemessene Endwert bei 154 mV, so dass die Differenz nur ca. 30 - 50 mV betrug. Bei dem Material Charisma hingegen bewegte sich der Endwert um 200 mV. Damit betrug die Differenz bei Charisma mehr als das Dreifache der Differenz von dem Material Venus Diamond. Aus diesem

Grund wurden die Messreihen normiert, um die Viskositätsänderungsverläufe der Materialien besser miteinander vergleichen zu können.¹ Die gemessenen Spannungswerte wurden in Prozent Viskositätsänderung umgerechnet. 0 % Viskositätsänderung hatte das Material direkt nach Entnahme aus der LCCM-Spritze, während es nach der Polymerisation mit der Lichthärtelampe eine Viskositätsänderung von maximal erreichbaren 100 % aufwies.

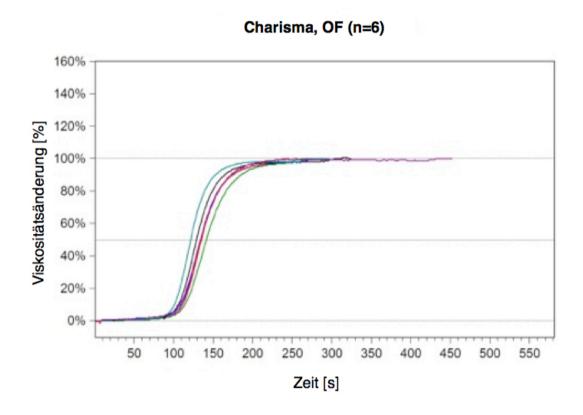


Abb. 5.2. Viskositätsänderungskurven (n=6) des Materials Charisma ohne Filter in normierter Darstellung. Die Graphen zeigen die Viskositätsänderung in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden.

Die Viskositätsänderungsverläufe des Materials Charisma (Abb. 5.2.) waren sehr gleichmäßig und wiesen nur geringe Schwankungen auf. Beim Durchlauf ohne Filter stieg die Viskosität in den ersten 100 s um nur wenige Prozent an, ging dann in einen exponentiellen Anstieg über und innerhalb von nur 60 s stieg die Viskosiät von ca. 5 % auf 95 % an. Zum Zeitpunkt der

$$X_{norm} = \left( \frac{(X - AW)}{(EW - AW)} \right) * 100.$$

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Zu diesem Zweck subtrahiert man die gemessenen Werte X vom Anfangswert (AW) und dividiert anschließend das Ergebnis durch die Differenz zwischen Endwert (EW) und Anfangswert (AW). Die sich daraus ergebende Zahl wird mit 100 multipliziert:

Polymerisation mit der Lichthärtelampe erreichte das Material mit einem leichten Anstieg schließlich die höchst mögliche Viskosität von 100 %.

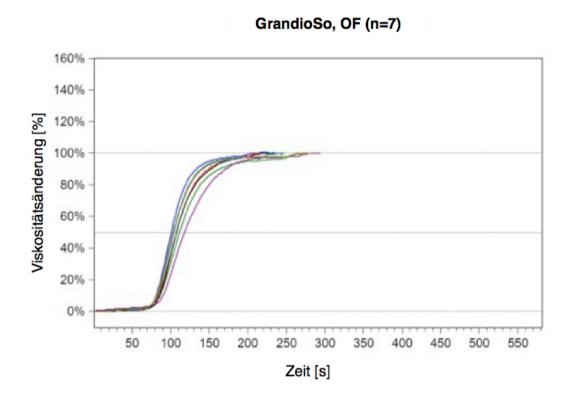


Abb. 5.3. Viskositätsänderungsveräufe (n=7) des Materials GrandioSo ohne Filter in normierter Darstellung. Die Graphen zeigen die Viskositätsänderung in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden.

Auch GrandioSo hatte sehr gleichmäßige Kurvenverläufe. Die Viskositätsänderungskurven von Charisma und GrandioSo ähnelten sich mit dem Unterschied, dass der exponentielle Anstieg bei GrandioSo früher einsetzte. Durch die Lichtquelle im OPMI stieg die Viskosität des Materials GrandioSo auf 95 % an, aber erst mithilfe der Polymerisationslampe auf die maximal erreichbaren 100 %.

Die Kurvenverläufe von Tetric ECBF ohne Filter waren sehr unregelmäßig und wiesen vor allem im Bereich von 0 - 15 % bzw. 70 - 90 % sehr große Schwankungen auf. Wie bei Charisma und GrandioSo stiegen die Kurven zum Zeitpunkt der Belichtung mit der Polymerisationslampe geringfügig an bis zur 100 % - Marke.

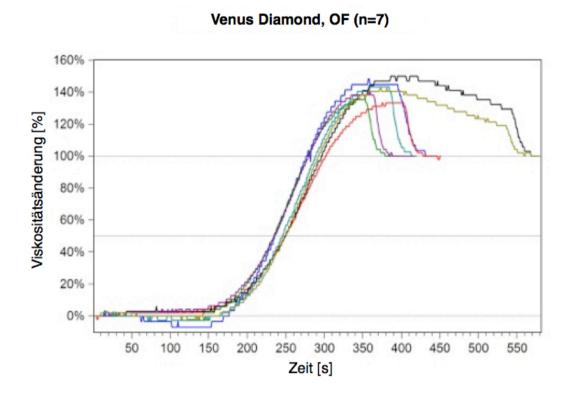
### 160% 140% Viskositätsänderung [%] 120% 100% 80% 60% 40% 20% 0% 100 150 200 250 300 350 550 50 400 450 500 Zeit [s]

Tetric ECBF, OF (n=6)

## Abb. 5.4. Viskositätsänderungsverläufe (n=6) des Materials Tetric ECBF ohne Filter in normierter Darstellung. Die Graphen zeigen die Viskositätsänderung in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden.

Im Vergleich zu den anderen Materialien begann die exponentiell ansteigende Änderung der Viskosität des Materials Venus Diamond erst sehr spät nach etwa 190 s. Die Kurvenverläufe ähnelten denen des Materials Tetric ECBF und waren insgesamt sehr unregelmäßig. Zu Beginn der Messungen wies das Material die größten Schwankungen auf. Venus Diamond war das einzige Material, bei dem der Kurvenverlauf nach dem Beginn der Messungen unter den Anfangswert von 0 % absank und dann im Verlauf bis auf über 140 % anstieg. Sobald die Polymerisation mit der Lichthärtelampe begann, fielen alle Kurven ab auf den Endwert von 100 %.

Allen Materialien war ein sigmoider Kurvenverlauf eigen mit mehr oder weniger beträchtlichen Schwankungen im Anfangs- und Endbereich der vom Messsystem aufgezeichneten Werte. Das Ende der Verarbeitungszeit war innerhalb der ersten 5 % Viskositätsänderung bereits erreicht, so dass es aufgrund der beträchtlichen Schwankungen nicht möglich war, die Verarbeitungszeit für alle getesteten Materialien eindeutig zu bestimmen.



### Abb. 5.5. Viskositätsänderungsverläufe (n=7) des Materials Venus Diamond ohne Filter in normierter Darstellung. Die Graphen zeigen die Viskositätsänderung in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden.

Um die Effektivität der getesteten Filter vergleichen zu können, wurde deshalb ein Punkt gewählt, bei dem alle Materialien statistisch die geringsten Schwankungen aufwiesen und ein Verlängerungsfaktor berechnet, um welchen die Filter diesen Punkt zeitlich verschieben. Dieser Punkt lag bei einem 50 %-igen Anstieg der Viskosität im Vergleich zum Anfangswert.

Der folgende Abschnitt gibt Aufschluss darüber, wie sehr sich der Viskositätsanstieg bei den einzelnen Material-/Filterkombinationen verschoben hat. Mithilfe der statistischen Tests wurde ermittelt, ob die gefundenen Unterschiede mit einer Irrtumswahrscheinlichkeit von unter 5% nicht zufallsbedingt, sondern statistisch signifikant waren.

### 5.2. Auswirkungen der Filter auf die Verzögerung des Viskositätsanstiegs

In diesem Abschnitt wird die Verlängerung der Verarbeitungszeit unter Verwendung der einzelnen Filter für jedes Material separat untersucht. Dazu wurden die Zeitpunkte miteinander verglichen, bei

denen die Viskosität um 50 % angestiegen war. Als Kontrolle diente hierbei immer der Durchlauf ohne Verwendung eines Filters. Die gesamte Entwicklung wird in linearer Darstellung abgebildet. Ein Box-Plot-Diagramm zeigt, ob und in welchem Maß sich unter Betrachtung der mittleren Viskositätsänderung von 50% durchschnittlich eine Verzögerung des Endes der Verarbeitungszeit unter Verwendung der Filter ergeben hat. Es wurden Tests durchgeführt, um zu überprüfen, ob die Unterschiede in den zentralen Tendenzen zum Zeitpunkt des 50 %-igen Viskositätsanstiegs zwischen der Situation ohne und der Verwendung des jeweils analysierten Filters signifikant waren.

### 5.2.1. Charisma

Abbildung 5.6. vergleicht die Viskositätsänderung des Materials Charisma zwischen der Belichtungssituation ohne Filter und mit dem GF1.

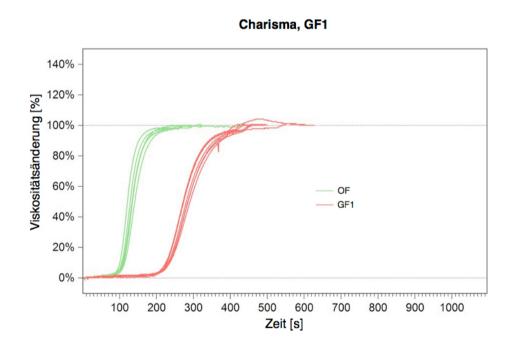


Abb. 5.6. Die Kurven zeigen die Viskositätsänderung des Materials Charisma in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden. Vergleich OF (grün) und GF1 (rot). Anzahl der Beobachtungen: OF n=6, GF1 n=7. Normierte Darstellung.

Die Durchläufe mit dem GF1 zeigten zwischen 80 - 100 % größere Schwankungen und vereinzelt Unregelmäßigkeiten. Abgesehen davon waren die Kurvenverläufe nahezu identisch. Mit Einsatz des GF1 wurde eine deutlich erkennbare zeitliche Verschiebung der Viskositätsänderung erzielt. Der

exponentielle Anstieg begann beim GF1 bei ca. 220 s, während der Anstieg ohne Filter bereits bei ca. 100 s zu erkennen war.

### 50 % Viskositätsänderung

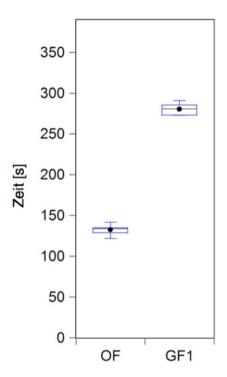


Abb. 5.7. Vergleich der durchschnittlich benötigten Zeit in Sekunden bis zum Anstieg der Viskosität um 50 % für Charisma zwischen OF und GF1 als Boxplot-Diagramm. Der Mittelwert wird durch den schwarzen Punkt (●) gekennzeichnet, der Median durch den schwarzen Strich (—) innerhalb der Box. Die Box umfasst die Werte vom unteren bis zum oberen Quartil. Die Antennen umfassen jene Beobachtungen, deren Werte noch innerhalb des 1,5-fachen vom Interquartilsabstand liegen.

Das Boxplot-Diagramm (Abb. 5.7.) zeigt die Verteilung der Messwerte für die Durchläufe OF und mit GF1. Die dafür verwendeten Messwerte umfassen die für einen 50 %-igen Viskositätsanstieg benötigte Zeit. Beim Durchlauf OF waren dies durchschnittlich 133 s, beim Durchlauf mit dem GF1 280 s. Anhand dieses Diagramms ist zu erkennen, dass die Schwankungen bei 50 % Viskositätsänderung insgesamt gering ausfielen.

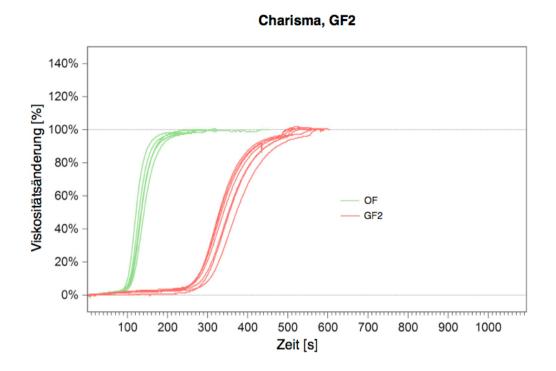


Abb. 5.8. Die Kurven zeigen die Viskositätsänderung des Materials Charisma in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden. Vergleich OF (grün) und GF2 (rot). Anzahl der Beobachtungen: OF n=6, GF2 n=7. Normierte Darstellung.

Die Kurvenverläufe der Viskositätsänderung unter Verwendung des GF2 zeigten im Vergleich zu den Messreihen ohne Filter und mit GF1 größere Schwankungen (vgl. Abb. 5.8.). Auch beim GF2 war im Vergleich zum Durchlauf OF eine deutliche Verzögerung des Anstiegs der Viskosität zu erkennen, die die Verzögerung beim GF1 übertraf. Der erste geringe Anstieg der Viskosität um wenige Prozent erfolgte nach ca. 60 s. Bei ca. 280 s stieg die Viskosität innerhalb von 100 s von 5 % auf 90 % an. Der Beginn der Polymerisation mit der Lichthärtelampe war deutlich zu erkennen durch den finalen Anstieg der Viskosität von ca. 95 auf 100 %. Die bis zu einem Viskositätsanstieg von 50 % benötigte Zeit betrug mit dem GF2 durchschnittlich 344 s (vgl. Abb. 5.9.).

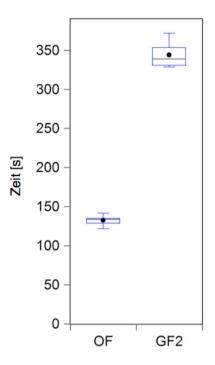


Abb. 5.9. Vergleich der durchschnittlich benötigten Zeit in Sekunden bis zum Anstieg der Viskosität um 50 % für Charisma zwischen OF und GF2 als Boxplot-Diagramm. Der Mittelwert wird durch den schwarzen Punkt (●) gekennzeichnet, der Median durch den schwarzen Strich (—) innerhalb der Box. Die Box umfasst die Werte vom unteren bis zum oberen Quartil. Die Antennen umfassen jene Beobachtungen, deren Werte noch innerhalb des 1,5-fachen vom Interquartilsabstand liegen.

Abb. 5.10. zeigt den Viskositätsänderungsverlauf des GF3 im Vergleich zu dem OF. Insgesamt waren die Schwankungen bei den Messreihen von Charisma unter Verwendung des GF3 gering. Dieser Filter bewirkte im Vergleich zu GF1 und GF2 die geringste Verzögerung des Beginns des Viskositätsanstiegs beim Material Charisma. Der steilste Anstieg begann bereits bei 160 s, nur etwa 60 s nach dem der Viskositätsänderungsverläufe OF. Ein 50 %-iger Viskositätsanstieg lag bei durchschnittlich 190 s vor (vgl. Abb. 5.11.).

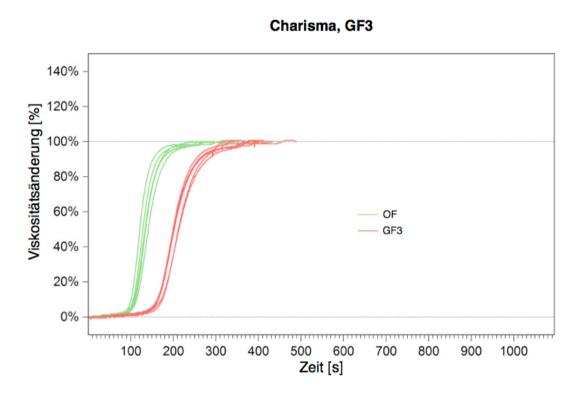


Abb. 5.10. Die Kurven zeigen die Viskositätsänderung des Materials Charisma in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden. Vergleich OF (grün) und GF1 (rot). Anzahl der Beobachtungen: OF n=6, GF3 n=7. Normierte Darstellung.

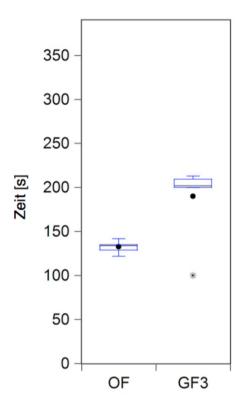


Abb. 5.11. Vergleich der durchschnittlich benötigten Zeit in Sekunden bis zum Anstieg der Viskosität um 50 % für Charisma zwischen OF und GF3 als Boxplot-Diagramm. Der Mittelwert wird durch den schwarzen Punkt (●) gekennzeichnet, der Median durch den schwarzen Strich (—) innerhalb der Box. Die Box umfasst die Werte vom unteren bis zum oberen Quartil. Die Antennen umfassen jene Beobachtungen, deren Werte innerhalb des 1,5-fachen vom Interquartilsabstand liegen. Messwerte außerhalb dieses Bereichs (Ausreißer) werden mit (★) gekennzeichnet

Tab. 5.1. untersucht die ermittelten Unterschiede bei einem Viskositätsanstieg von 50%. Die Signifikanztests ergaben, dass sich die Viskositätsänderung beim Material Charisma unter Verwendung eines Glasfilters mit einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 5 % jeweils in einem signifikantem Maß verzögerte. Zu diesem Ergebnis kamen sowohl der Standard-t-Test für den Mittelwert als auch der U-Test für den Median. Durchschnittlich ergab sich für GF1 und GF3 eine Verzögerung um den Faktor 2,11 bzw. 1,43 im Vergleich zur Referenzsituation OF. Der stärkste Effekt wurde durch den GF2 für das Material Charisma mit einem Verzögerungsfaktor von 2,6 erzielt.

*Tab. 5.1.* Mittelwerte und Signifikanztests der durchschnittlich benötigten Zeit bis zum 50 %-igen Viskositätsanstieg für Charisma. Durchschnittlicher Verlängerungsfaktor: Mittelwert (GF) / Mittelwert (OF).

Filter	OF	GF1	GF2	GF3
Mittelwert [s] bei 50 %	133	280	344	190
Viskositätsanstieg	133	200	311	170
Median [s] bei 50 %	134	281	339	202
Viskositätsanstieg	154	201		202
t-Test (Mittelwerte)		-37,94	-30,45	-3,44
prob(t-Test)		<0,01	<0,01	<0,01
sign. (p=0,05)		ja	ja	ja
U-Test (Mediane)		2,93	2,93	2,07
prob (U-Test)		<0,01	<0,01	0,038
sign. (p=0,05)		ja	ja	ja
Durchschnittlicher		2 11	2.50	1 /2
Verlängerungsfaktor	2,11		2,59	1,43

### 5.2.2. GrandioSo

Abbildungen 5.12. bis 5.17. geben einen Überblick über die Viskositätsänderungsverläufe und die durchschnittlich benötigte Zeit bis zu einem Viskositätsanstieg von 50% für das Material GrandioSo. Auch bei GrandioSo waren die Schwankungen bei den Durchläufen mit Filter jeweils geringfügig größer als im Durchlauf ohne Filter. Bei den einzelnen Durchläufen der Filter war der Punkt, an dem die Polymerisationslampe zum Einsatz kam, durch einen abrupten Anstieg auf 100 % gut zu erkennen. GrandioSo benötigte von allen getesteten Materialien die kürzeste Zeit bis zum Anstieg der Viskosität um 50 % ohne Verwendung eines Filters.

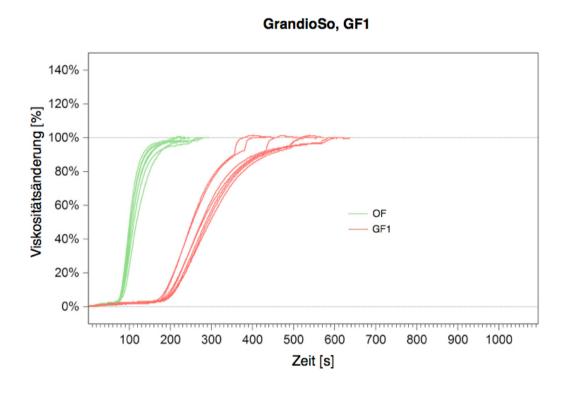


Abb. 5.12: Die Kurven zeigen die Viskositätsänderung des Materials GrandioSo in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden. Vergleich OF (grün) und GF1 (rot). Anzahl der Beobachtungen: OF n=7, GF1 n=7. Normierte Darstellung.

Innerhalb der ersten 180 s war beim GF1 ein geringer Anstieg der Viskosität bis zu 5 % erkennbar, der dann in einen exponentiellen Anstieg überging. Bei ca. 350 s nahmen die Kurven wieder einen flachen Verlauf an.

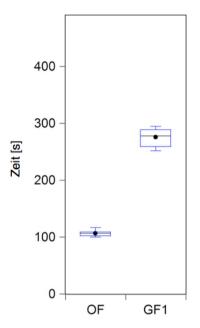


Abb. 5.13. Vergleich der durchschnittlich benötigten Zeit in Sekunden bis zum Anstieg der Viskosität um 50 % für GrandioSo zwischen OF und GF1 als Boxplot-Diagramm. Der Mittelwert wird durch den schwarzen Punkt (●) gekennzeichnet, der Median durch den schwarzen Strich (—) innerhalb der Box. Die Box umfasst die Werte vom unteren bis zum oberen Quartil. Die Antennen umfassen jene Beobachtungen, deren Werte noch innerhalb des 1,5-fachen vom Interquartilsabstand liegen.

Im Vergleich zu dem Durchlauf OF war auch bei GrandioSo eine deutliche Rechtsverschiebung unter der Verwendung des GF1 erkennbar. Bei der Betrachtung der benötigten Zeit bis zu einem Viskositätsanstieg von 50 % lag diese durchschnittlich bei 107 s OF, während sie sich beim GF1 um knapp 170 s verlängerte (vgl. Abb. 5.13.).

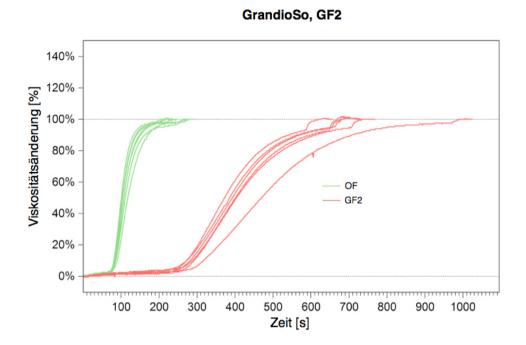


Abb. 5.14. Die Kurven zeigen die Viskositätsänderung des Materials GrandioSo in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden. Vergleich OF (grün) und GF2 (rot). Anzahl der Beobachtungen: OF n=7, GF2 n=6. Normierte Darstellung.

Beim GF2 ergab sich eine Verlängerung von knapp 300 s, bis die Viskosität um 50 % angestiegen war. Dieser Filter erzielte damit auch bei GrandioSo den größten Effekt. Bis auf einen Ausreißer unterlagen die Messreihen verhältnismäßig geringen Schwankungen und zeigten einen regelmäßigen Kurvenverlauf.

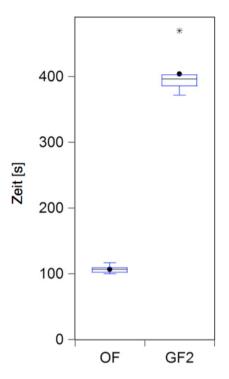


Abb. 5.15. Vergleich der durchschnittlich benötigten Zeit in Sekunden bis zum Anstieg der Viskosität um 50 % für GrandioSo zwischen OF und GF2 als Boxplot-Diagramm. Der Mittelwert wird durch den schwarzen Punkt (●) gekennzeichnet, der Median durch den schwarzen Strich (—) innerhalb der Box. Die Box umfasst die Werte vom unteren bis zum oberen Quartil. Die Antennen umfassen jene Beobachtungen, deren Werte noch innerhalb des 1,5-fachen vom Interquartilsabstand liegen. Messwerte außerhalb dieses Bereichs (Ausreißer) werden mit (★) gekennzeichnet

Die Durchläufe unter der Verwendung des GF3 (vgl. Abb. 5.16.) hatten gegenüber den anderen Filtern die Besonderheit, dass der erste flache Anstieg der Kurven vor dem ersten Wendepunkt um wenige Prozent oberhalb der Kurven der Durchläufe ohne Filter verlief. Innerhalb der ersten 100 s verzeichnete das oszillierende Rheometer schon kurz nach Beginn eine höhere Viskosität von GrandioSo unter Verwendung des GF3 als ohne Verwendung eines Filters. Die Verlängerung beim GF3 betrug nur etwa 85 s, der wie auch bei dem Material Charisma den geringsten Effekt auf die Verzögerung des Viskositätsanstieg hatte (vgl. Abb. 5.17.).

# 140% 120% 100% 80% — OF — GF3

20%

0%

GrandioSo, GF3

Abb. 5.16. Die Kurven zeigen die Viskositätsänderung des Materials GrandioSo in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden. Vegrleich OF (grün) und GF3 (rot). Anzahl der Beobachtungen: OF n=7, GF3 n=7. Normierte Darstellung.

Zeit [s]

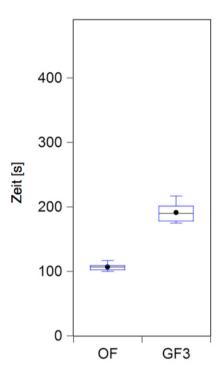


Abb. 5.17. Vergleich der durchschnittlich benötigten Zeit in Sekunden bis zum Anstieg der Viskosität um 50 % für GrandioSo zwischen OF und GF3 als Boxplot-Diagramm. Der Mittelwert wird durch den schwarzen Punkt (●) gekennzeichnet, der Median durch den schwarzen Strich (—) innerhalb der Box. Die Box umfasst die Werte vom unteren bis zum oberen Quartil. Die Antennen umfassen jene Beobachtungen, deren Werte noch innerhalb des 1,5-fachen vom Interquartilsabstand liegen.

Auch beim Material GrandioSo verlängert sich die Verarbeitungszeit durch Verwendung eines Filters in allein drei Fällen signifikant. Der GF3 hat mit einer 1,8-fachen Verzögerung der Viskositätsänderung den geringsten Effekt. Der GF1 lag in der Mitte mit einem Verlängerungsfaktor von 2,6, während der GF1 mit dem Faktor 3,8 im Vergleich zur Situation ohne Filter den größten Effekt hatte.

*Tab. 5.2.* Mittelwerte und Signifikanztests der durchschnittlich benötigten Zeit bis zum 50 %-igen Viskositätsanstieg für GrandioSo. Durchschnittlicher Verlängerungsfaktor: Mittelwert (GF) / Mittelwert (OF).

Filter	OF	GF1	GF2	GF3
Mittelwert [s] bei 50 %	107	276	404	191
Viskositätsanstieg	107	270	707	171
Median [s] bei 50 %	107	278	397	190
Viskositätsanstieg	107	276	371	170
t-Test		-25,07	-22,79	-13,65
prob(t-Test)		<0,01	<0,01	<0,01
sign. (p=0,05)		ja	ja	ja
U-Test		3,07	2,93	3,07
prob (U-Test)		<0,01	<0,01	<0,01
sign. (p=0,05)		ja	ja	ja
Durchschnittlicher		2.50	2 70	1.70
Verlängerungsfaktor		2,59	3,79	1,79

### 5.2.3. Tetric EvoCeram Bulk Fill

Das Material Tetric ECBF hatte im Durchlauf OF einen sehr unregelmäßigen Kurvenverlauf, aber eine geringe Streuung der Messwerte. Bei den Viskositätsänderungsverläufen unter Verwendung eines Filters weisen die Messreihen insgesamt größere Streuungen auf. Dies zeigte sich insbesondere im Bereich des Abschnitts vor dem ersten und nach dem zweiten Wendepunkt der Kurven.

### Tetric ECBF, GF1 140% 120% Viskositätsänderung [%] 100% 80% 60% OF GF1 40% 20% 0% 100 200 300 400 500 600 700 800 900 1000 Zeit [s]

Abb. 5.18. Die Kurven zeigen die Viskositätsänderung des Materials Tetric ECBF in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden. Vergleich OF (grün) und GF1 (rot). Anzahl der Beobachtungen: OF n=6, GF1 n=7. Normierte Darstellung.

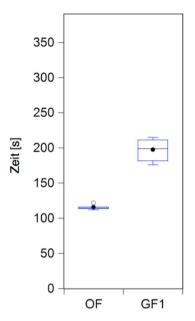


Abb. 5.19. Vergleich der durchschnittlich benötigten Zeit in Sekunden bis zum Anstieg der Viskosität um 50 % für Tetric ECBF zwischen OF und GF1 als Boxplot-Diagramm. Der Mittelwert wird durch den schwarzen Punkt (●) gekennzeichnet, der Median durch den schwarzen Strich (—) innerhalb der Box. Die Box umfasst die Werte vom unteren bis zum oberen Quartil. Die Antennen umfassen jene Beobachtungen, deren Werte noch innerhalb des 1,5-fachen vom Interquartilsabstand liegen. Ausreißer werden mit (○) gekennzeichnet.

Bei dem Material Tetric ECBF lag die benötigte Zeit bis zu einem Viskositätsanstieg um 50 % im Durchlauf OF unter zwei Minuten und damit nur geringfügig über dem Material GrandioSo. Auffällig ist, dass die Filter bei Tetric ECBF im Vergleich zu den übrigen Materialien den geringsten Einfluss auf die Verzögerung der Viskositätsänderung hatten. So lag beim GF1 die durchschnittlich benötigte Zeit bis zu einem 50 %-igen Anstieg der Viskosität im Vergleich zu dem Durchlauf OF nur 80 s darüber (vgl. Abb. 5.18 und 5.19.).

### Tetric ECBF, GF2 140% 120% Viskositätsänderung [%] 100% 80% 60% OF GF2 40% 20% 0% 100 200 300 400 500 600 700 800 900 1000 Zeit [s]

## Abb. 5.20. Die Kurven zeigen die Viskositätsänderung des Materials Tetric ECBF in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden. Vergleich OF (grün) und GF2 (rot). Anzahl der Beobachtungen: OF n=6, GF2 n=6. Normierte Darstellung.

Abb. 5.20 vergleicht die Kurvenverläufe OF und mit dem GF2. Die Kurven des GF2 zeigten ein ähnliches Verteilungsmuster und einen ähnlichen Verlauf wie beim GF1. Der GF2 verzögerte die Viskositätsänderung um 50 % noch um weitere 100 s im Vergleich zum GF1 (vgl. Abb. 5.21).

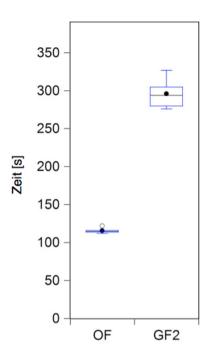


Abb. 5.21. Vergleich der durchschnittlich benötigten Zeit in Sekunden bis zum Anstieg der Viskosität um 50 % für Tetric ECBF zwischen OF und GF2 als Boxplot-Diagramm. Der Mittelwert wird durch den schwarzen Punkt (●) gekennzeichnet, der Median durch den schwarzen Strich (—) innerhalb der Box. Die Box umfasst die Werte vom unteren bis zum oberen Quartil. Die Antennen umfassen jene Beobachtungen, deren Werte noch innerhalb des 1,5-fachen vom Interquartilsabstand liegen. Ausreißer werden mit (○) gekennzeichnet.

### 140% 120% Viskositätsänderung [%] 100% 80% 60% OF GF3 40% 20% 0% 100 200 300 400 500 600 700 800 900 1000 Zeit [s]

Tetric ECBF, GF3

## Abb. 5.22. Die Kurven zeigen die Viskositätsänderung des Materials Tetric ECBF in Prozent in

Beobachtungen: OF n=6, GF3 n=7. Normierte Darstellung.

Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden. Vergleich OF (grün) und GF3 (rot). Anzahl der

Abb. 5.22. zeigt die Kurvenverläufe OF im Vergleich mit dem GF3. Beim GF3 zeigten sich ähnlich geringe Schwankungen wie OF. Auch bei diesem Material hatte der GF3 den geringsten Effekt. Die Verzögerungszeit lag lediglich ein Drittel über der des Durchlaufs OF (vgl. Abb. 5.23.).

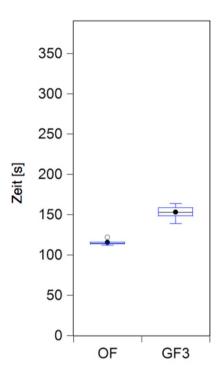


Abb. 5.23. Vergleich der durchschnittlich benötigten Zeit in Sekunden bis zum Anstieg der Viskosität um 50 % für Tetric ECBF zwischen OF und GF3 als Boxplot-Diagramm. Der Mittelwert wird durch den schwarzen Punkt (●) gekennzeichnet, der Median durch den schwarzen Strich (—) innerhalb der Box. Die Box umfasst die Werte vom unteren bis zum oberen Quartil. Die Antennen umfassen jene Beobachtungen, deren Werte noch innerhalb des 1,5-fachen vom Interquartilsabstand liegen. Ausreißer werden mit (○) gekennzeichnet.

Trotz der geringen Effekte der Filter ergab sich auch bei Tetric ECBF bei allen Filtern eine Verzögerung des 50%-igen Viskositätsanstiegs in jeweils signifikantem Maße. Die Verlängerungsfaktoren lagen durchschnittlich zwischen 1,33 bis 2,56.

*Tab. 5.3.* Mittelwerte und Signifikanztests der durchschnittlich benötigten Zeit bis zum 50 %-igen Viskositätsanstieg für Tetric ECBF. Durchschnittlicher Verlängerungsfaktor: Mittelwert (GF) / Mittelwert (OF).

Filter	OF	GF1	GF2	GF3
Mittelwert [s] bei 50 %	116	198	296	153
Viskositätsanstieg	110	170	250	103
Median [s] bei 50 %	115	199	294	153
Viskositätsanstieg		177		
t-Test		-12,24	-23,06	-10,39
prob(t-Test)		<0,01	<0,01	<0,01
sign. (p=0,05)		ja	ja	ja
U-Test		2,93	2,80	2,93
prob (U-Test)		<0,01	<0,01	<0,01
sign. (p=0,05)		ja	ja	ja
Durchschnittlicher		1,71	2,56	1,33
Verlängerungsfaktor	längerungsfaktor			

### 5.2.4. Venus Diamond

Bei Venus Diamond stiegen alle Kurven der Viskositätsänderung über die 100 %-Grenze auf bis zu 140 % an. Der Beginn der Polymerisation mit der Lichthärtelampe ist bei allen Kurven gut zu erkennen. Zum Zeitpunkt der Belichtung mit der Polymerisationslampe fallen die Kurven abrupt auf 100 % ab. Venus Diamond war das Material mit dem unregelmäßigsten Kurvenverlauf und den größten Schwankungen im Anfangs- und Endbereich der Messungen (vgl. vor allem Abb. 5.26.).

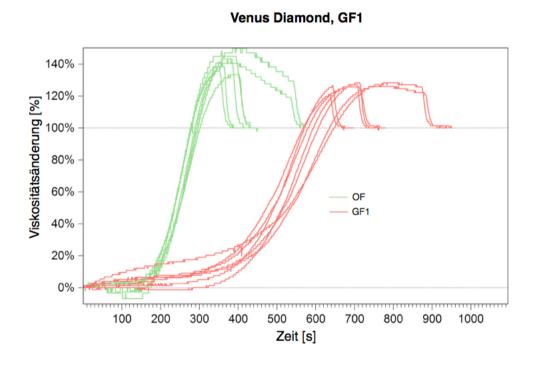


Abb. 5.24. Die Kurven zeigen die Viskositätsänderung des Materials Venus Diamond in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden. Vergleich OF (grün) und GF1 (rot). Anzahl der Beobachtungen: OF n=7, GF1 n=7. Normierte Darstellung.

Die beim Durchlauf OF im Durchschnitt benötigte Zeit bis zu einem Viskositätsanstieg von 50 % lag bei Venus Diamond erst bei 243 s. Im Vergleich zu den übrigen Materialien ist das der höchste Wert von allen Durchläufen OF.

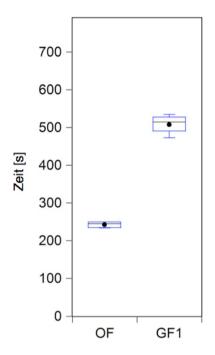


Abb. 5.25. Vergleich der durchschnittlich benötigten Zeit in Sekunden bis zum Anstieg der Viskosität um 50 % für Venus Diamond zwischen OF und GF1 als Boxplot-Diagramm. Der Mittelwert wird durch den schwarzen Punkt (●) gekennzeichnet, der Median durch den schwarzen Strich (—) innerhalb der Box. Die Box umfasst die Werte vom unteren bis zum oberen Quartil. Die Antennen umfassen jene Beobachtungen, deren Werte noch innerhalb des 1,5-fachen vom Interquartilsabstand liegen.

Beim Durchlauf mit dem GF1 verzögerte sich der Viskositätsanstieg um 50 % um das Doppelte. Durchschnittlich lag die dafür benötigte Zeit bei 508 s.

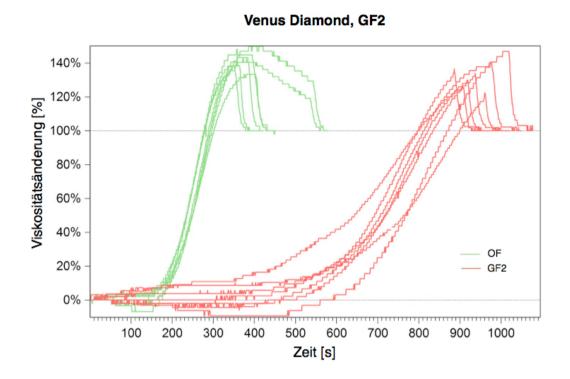


Abb. 5.26. Die Kurven zeigen die Viskositätsänderung des Materials Venus Diamond in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden. Vergleich OF (grün) und GF2 (rot). Anzahl der Beobachtungen: OF n=7, GF2 n=7. Normierte Darstellung.

Das Material Venus Diamond wies unter Verwendung des GF2 im Anfangsbereich der Messungen bis zu einem Anstieg der Viskosiät auf ca. 30 % relativ große Schwankungen auf. Der GF2 hatte auch bei Venus Diamond den größten Effekt auf die Verzögerung des Viskositätsanstiegs.

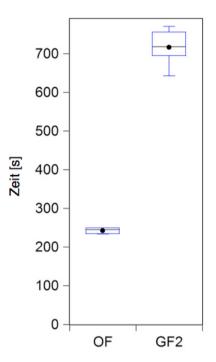


Abb. 5.27. Vergleich der durchschnittlich benötigten Zeit in Sekunden bis zum Anstieg der Viskosität um 50 % für Venus Diamond zwischen OF und GF2 als Boxplot-Diagramm. Der Mittelwert wird durch den schwarzen Punkt (●) gekennzeichnet, der Median durch den schwarzen Strich (—) innerhalb der Box. Die Box umfasst die Werte vom unteren bis zum oberen Quartil. Die Antennen umfassen jene Beobachtungen, deren Werte noch innerhalb des 1,5-fachen vom Interquartilsabstand liegen.

Die durchschnittlich benötigte Zeit bis zu einem Viskositätsanstieg um 50 % lag beim GF2 bei etwa 12 Minuten. Abb. 5.27. zeigt, dass die Verteilung der Messwerte beim GF2 auch bei 50 % noch relativ breit gestreut war.

### 140% OF GF3 20% 0% 100 200 300 400 500 600 700 800 900 1000 Zeit [s]

Venus Diamond, GF3

## Abb. 5.28. Die Kurven zeigen die Viskositätsänderung des Materials Venus Diamond in Prozent in Abhängigkeit von der Zeit in Sekunden. Vergleich OF (grün) und GF3 (rot). Anzahl der Beobachtungen: OF n=7, GF3 n=7. Normierte Darstellung.

Der GF3 hatte bei Venus Diamond den geringsten Effekt, wie auch bei allen übrigen getesteten Materialien. Auffällig ist, dass die Kurven vom GF3 regelmäßiger verlaufen als bei dem GF1 und GF2.

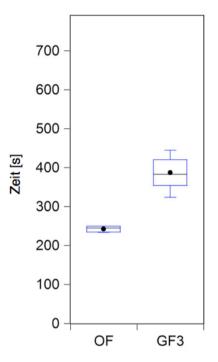


Abb. 5.29. Vergleich der durchschnittlich benötigten Zeit in Sekunden bis zum Anstieg der Viskosität um 50 % für Venus Diamond zwischen OF und GF3 als Boxplot-Diagramm. Der Mittelwert wird durch den schwarzen Punkt (●) gekennzeichnet, der Median durch den schwarzen Strich (—) innerhalb der Box. Die Box umfasst die Werte vom unteren bis zum oberen Quartil. Die Antennen umfassen jene Beobachtungen, deren Werte noch innerhalb des 1,5-fachen vom Interquartilsabstand liegen.

Die durchschnittlich benötigte Zeit bis zu einem Viskositätsanstieg um 50 % war beim GF3 etwa 390 s und damit knapp 1,5 Minuten länger als beim Durchlauf OF. Der durchschnittliche Verlängerungsfaktor lag beim GF3 bei 1,6. Mit den Filtern GF1 und GF2 kann eine 2- bzw. 3-fache Verzögerung des Viskositätsanstiegs erreicht werden. Alle Filter verzögerten den Viskositätsanstieg beim Material Venus Diamond jeweils signifikant, wenn eine Irrtumswahrscheinlichkeit von 5% zugrunde gelegt wurde.

*Tab. 5.4.* Mittelwerte und Signifikanztests der durchschnittlich benötigten Zeit bis zum 50 %-igen Viskositätsanstieg für Venus Diamond. Durchschnittlicher Verlängerungsfaktor: Mittelwert (GF) / Mittelwert (OF).

Filter	OF	GF1	GF2	GF3
Mittelwert [s] bei 50%	243	508	717	387
Viskositätsanstieg	213	200	, 1 ,	307
Median [s] bei 50 %	245	515	718	383
Viskositätsanstieg	213	313	710	303
t-Test		-28,97	-27,95	-8,74
prob(t-Test)		<0,01	<0,01	<0,01
sign. (p=0,05)		ja	ja	ja
U-Test		3,07	3,06	3,07
prob (U-Test)		<0,01	<0,01	<0,01
sign. (p=0,05)		ja	ja	ja
·				
Durchschnittlicher		2.00	2.06	1.60
Verlängerungsfaktor		2,09	2,96	1,60

# 5.3. Mit den Filtern erreichbare Verlängerungsfaktoren

Dieser Abschnitt fasst die Ergebnisse aus Kapitel 5.2. in anderer Anordnung zusammen. Im Fokus stehen hierbei nicht die Materialien, sondern welche Verlängerungsfaktoren mit den einzelnen Filtern durchschnittlich erreicht werden konnten. In Abbildung 5.30. werden die Ergebnisse für diese Fragestellung zusammengefasst.

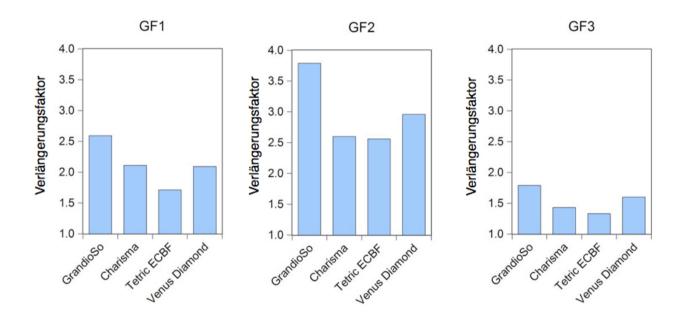


Abb. 5.30. Verlängerungsfaktoren der getesteten Materialien unter Verwendung der einzelnen Filter (Referenzpunkt: 50% Viskositätsanstieg vgl. Boxplots und Tabellen in Kapitel 5.2.)

Beim GF3 lagen die durchschnittlichen Verlängerungsfaktoren alle unter 2. Mit diesem Filter ließ sich die Verarbeitungszeit also maximal verdoppeln. Beim GF1 lagen die Verlängerungsfaktoren zwischen 1,7 und 2,6. Für alle getesteten Materialien ließ sich mit dem GF2 die größte Wirkung erzielen: die Verlängerungsfaktoren liegen zwischen 2,5 und 3,8.

#### 5.4. Photometrische Daten der Filter

Tabelle 5.5. zeigt die photometrischen Daten der getesteten Filter. Die Beleuchtungsstärke gibt den Lichtstrom pro Fläche an. Diese wurde an der Stelle bestimmt, an der sich die LCCM-Probe befand. Eine primär eingestellte Beleuchtungsstärke von 20 klx wurde durch die einzelnen Filter in unterschiedlichem Maß reduziert. Der Originalfilter von Zeiss mit 13,9 klx hatte dabei den größten Effekt auf die Reduktion der Beleuchtungsstärke. GF2 und GF3 lagen mit 14,5 klx in der Mitte. Die höchste Beleuchtungsstärke im Vergleich der einzelnen Filter wurde mit dem GF1 erreicht.

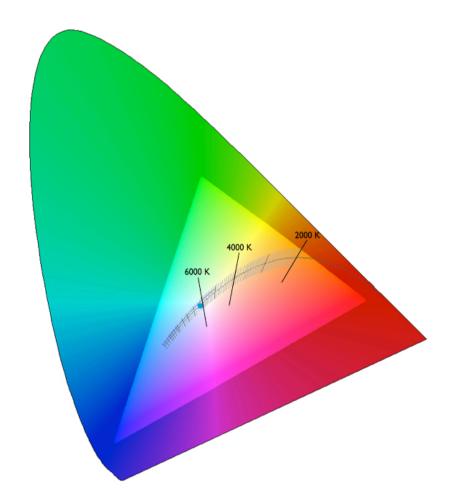
*Tab. 5.5.* Photometrische Daten der getesteten Belichtungssituationen

Filterart	OF	GF1	GF2	GF3	GF Zeiss
Beleuchtungsstärke [klx]	20	17,5	15,9	16,1	13,9
Farbwiedergabeindex Ra	> 90	88,1	88,6	n.a.	außerhalb
Farbtemperatur [K]	ca. 6000	3824	3778	2556	2541
CIE-Koordinaten (x/y)	0,317/0,326	0,3968/0,4086	0,3989/0,4087	0,4762/0,42	0,5139/0,481

Der Farbwiedergabeindex ist ein Maß für die Güte einer Lichtquelle und gibt an, wie naturgetreu eine Lichtquelle Farben wiedergeben kann. Dieser Index ist für einen Bereich von 0 bis 100 definiert. Je höher der Index, desto höher die Güte und desto naturgetreuer werden Farben wiedergegeben. Die Xenonlampe hatte einen sehr hohen Farbwiedergabeindex von über 90. GF1 und GF2 lagen nur wenig darunter, mit einem hohen Farbwiedergabeindex von ca. 88. Der für den GF Zeiss berechnete Wert lag außerhalb des für den Farbwiedergabeindex definierten Bereichs. Für den GF3 wurde kein Wert bestimmt.

Die CIE-Koordinaten geben an, wo sich die Farborte der Xenonlichtquelle und der Filter innerhalb der Normfarbtafel befinden. Am Rand dieser Tafel befinden sich alle Farben des sichtbaren Lichtspektrums in höchster Sättigung, die zur Mitte hin abnimmt. In der Mitte, am sogenannten Weißpunkt, sind die Farben Rot, Grün und Blau zu gleichen Teilen enthalten. Dieser Punkt hat die Koordinaten 0,33/0,33. Der Farbeindruck, den eine Lichtquelle hervorruft, wird durch die Farbtemperatur angegeben. Sie zeigt, welche Farbe ein Schwarzer Körper bei einer bestimmten Temperatur annimmt. Diese Lichtfarben liegen in Form der sogenannten Schwarzkörper-Kurve auf der CIE-Normfarbtafel. Eine Lichtquelle, die als weiß empfunden werden soll, muss nah an dieser

Kurve liegen. Abbildungen 5.31. und 5.32. zeigen die Farborte der jeweiligen Belichtungssituationen. Die Xenonlichtquelle erzeugte einen tageslichtweißen Eindruck. Die Koordinaten lagen nah an der Schwarzkörper-Kurve und am Weißpunkt (vgl. Tab. 5.5. und Abb. 5.31.).



*Abb. 5.31.* CIE-Normfarbtafel mit dem Farbort der Xenonlichtquelle XBO R 180 W (●) von Osram [Quelle: Osram]

Der GF Zeiss und der GF3 erzeugten einen warmweißen Farbeindruck. Allerdings befand sich der Farbort des GF3 nah an der Schwarzkörper-Kurve, wohingegen der GF Zeiss deutlich im gelben Bereich und nah am Spektralfarbenzug der CIE-Normfarbtafel lag.

Mit einer Farbtemperatur von ca. 3800 K erzeugten GF1 und GF2 einen neutralweißen Farbeindruck. Die Farborte von GF1 und GF2 lagen dicht beieinander.

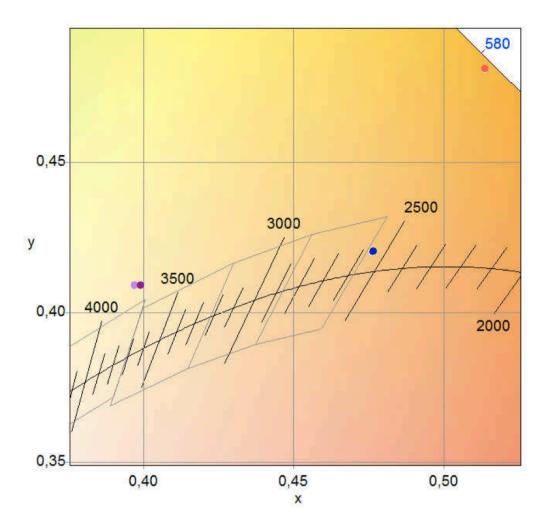
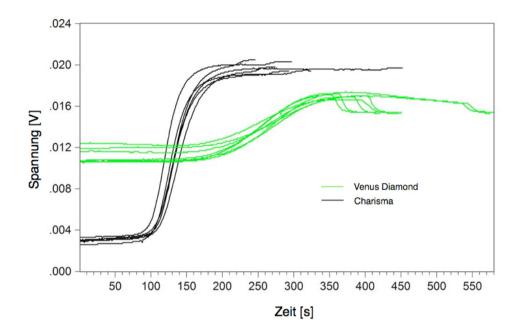


Abb. 5.32. Ausschnitt aus der CIE-Normfarbtafel mit den Farborten der getesteten Filter. GF1 (●), GF2 (●), GF3 (●), GF Zeiss (●) [Quelle: start.design]

#### 6. Diskussion

#### 6.1. Material und Methode

Ursprünglich sollte mit dem oszillierenden Rheometer, das in diesem Versuchsaufbau die Viskositätsänderung (%) einer belichteten Composite-Materialprobe über der Zeit (s) aufzeichnete, eine Verarbeitungszeit bestimmt werden. Das Rheometer wurde dem Messsystem der Universität Marburg, das zur Bestimmung der Verarbeitungszeit von lichthärtenden Composite-Materialien entworfen wurde, exakt nachgebaut. Im Rahmen der Studie an der Universität Marburg wurde das Rheometer für das Composite-Material Grandio (Farbe A4) von Voco mithilfe der ISO-Norm kalibriert [Althaus und Gente, 2007]. Das Ende der Verarbeitungszeit sollte dieser Kalibrierung zufolge bei einem Anstieg der Messwerte um 5% erreicht sein. Das Material Grandio ist ein Composite-Material mit niedriger Viskosität. Die Messreihen, die mit dem Rheometer aufgezeichnet wurden, ergaben für Grandio einen regelmäßigen Kurvenverlauf mit sehr geringen Schwankungen. Die Viskosität, die Fließeigenschaften und die Art und Weise, wie die Materialien auf Oszillation unterschiedlicher Amplitude (Volt) und Frequenz (Hertz) reagieren, wurde stark beeinflusst von der Zusammensetzung der Composite-Materialien (Matrixmonomere, Füllkörpergehalt, -größe, -form) [Ellakwa et al., 2007; Lee et al., 2008; Lee et al., 2006]. Somit bestimmten die Materialeigenschaften maßgeblich den Kurvenverlauf sowie den Anfangs- und Endwert der Messungen, die vom Rheometer aufgezeichnet wurden. Während Charisma und GrandioSo Composite-Materialien mit niedriger Viskosität sind und einen regelmäßigen Kurvenverlauf zeigten, sind Venus Diamond und Tetric ECBF hoch visköse Materialien, die einen unruhigen und zackigen Kurvenverlauf zeigten. Materialien mit unruhigem und zackigem Kurvenverlauf wurden von Althaus und Gente [2007] allerdings für die Messungen im Vorhinein ausgeschlossen. Abb. 6.1. vergleicht die Kurvenverläufe von Charisma und Venus Diamond, die jeweils von unterschiedlicher Viskosität sind. Messungen, die im Voraus angefertigt wurden, zeigten, dass sich die Kurvenverläufe mit der eingestellten Amplitude und Frequenz geringfügig verändern ließen. Deshalb wurden für das Material Venus Diamond eine höhere Amplitude und Frequenz gewählt als bei den übrigen Materialien. Mit diesen Einstellung ergaben sich für jedes Material Kurvenverläufe, die so regelmäßig waren, wie es die Materialeigenschaften zuließen. Dennoch zeigten Venus Diamond und Tetric ECBF im Vergleich zu GrandioSo und Charisma Kurvenverläufe, die sehr unregelmäßig waren und vor allem im Anfangsbereich große Schwankungen zeigten. Folglich ergaben sich ebenso große Schwankungen für die Werte des Viskositätsanstiegs auf 5%, bei dem das Ende der Verarbeitungszeit erreicht sein sollte.



**Abb. 6.1.** Viskositätsänderungsverläufe von Charisma und Venus Diamond OF im Vergleich in nicht normierter Darstellung

In der ISO 4049 sind die Parameter (Transmissionsspektrum, Beleuchtungsstärke) für die Bestimmung der Verarbeitungszeit lichthärtender Composite-Materialien genau festgelegt. Die Composite-Material-Probe wird auf einen Objektträger aufgebracht. Die Probe wird mit dem Spektrum einer Xenonlampe, das durch einen Farbfilter zu Halogen modifiziert wird, mit  $8\pm1$  klx für  $60\pm5$  s belichtet. Anschließend wird ein zweiter Objektträger über den ersten gelegt und die Probe zwischen beiden Glasplättchen ausgedrückt. Ein Composite-Material entspricht der ISO 4049, wenn die Probe nach  $60\pm5$  s keine Inhomogenitäten aufweist. Die Methode der ISO 4049 kann dazu verwendet werden, um die Verarbeitungszeit von Composite-Materialien zu bestimmen. Dazu werden die Proben jeweils um ein bestimmtes Zeitintervall länger belichtet. Das Ende der Verarbeitungszeit ist erreicht, sobald das Material Inhomogenitäten zeigt.

Trotz dieses normierten Verfahrens gibt es in der Auswertung und den Ergebnissen große Schwankungen und Unterschiede, was eine Vergleichbarkeit erschwert. Heraeus und Voco haben nach der ISO-Methode die Verarbeitungszeit für verschiedene lichthärtende Composite-Materialien

bestimmt. Für das Material Venus Diamond wurde von Voco eine Verarbeitungszeit von 420 s bestimmt, während Heraeus eine Verarbeitungszeit von 210 s festlegte [Voco, 2010; Heraeus, 2011]. Auch wenn es innerhalb von Chargen durchaus Unterschiede bei der Verarbeitungszeit eines Materials geben kann [Utterodt, 2013], so ist ein Unterschied von 3,5 Minuten kein zufriedenstellendes Ergebnis, wenn für die Bestimmung der Verarbeitungszeit dasselbe normierte Verfahren angewendet wurde.

Nach der ISO 4049 setzt die Polymerisation eines Composite-Materials dann ein, wenn die zwischen den Objektträgern ausgedrückte Probe Inhomogenitäten aufweist. Das Auftreten von Inhomogenitäten bedeutet demnach also das Ende der Verarbeitungszeit. Bei der Kalibrierung des Messsystems mit der ISO-Norm hat Althaus [2008] die aushärtenden Composite-Materialproben mit einem Abstand von einer halben Minute untersucht. Das Ende der Verarbeitungszeit wurde auf 2,5 Minuten festgelegt. Inhomogenitäten im Material waren aber schon nach 1,5 Minuten zu sehen. Daraus ergibt sich eine Diskrepanz von einer Minute. Die Ergebnisse der ISO-Methode wurden mit dem Viskositätsänderungsverlauf des Rheometers verglichen. Nach 2,5 Minuten war die Viskosität im Material um 5 % angestiegen. Nur bei Composite-Materialien mit regelmäßigem Kurvenverlauf zeigten sich bei diesen 5 % geringe Schwankungen, so dass die Verarbeitungszeit innerhalb eines begrenzten Zeitintervalls bestimmt werden konnte. Problematisch wird es allerdings, wenn das Ende der Verarbeitungszeit schon bei 1,5 Minuten erreicht ist, und zwar auch dann, wenn die Materialien einen regelmäßigen Kurvenverlauf zeigen. 1,5 Minuten entsprechen einem Anstieg der Viskosität von nur ca. 1-2 %. Vor allem bei Materialien mit hoher Viskosität würde die Verarbeitungszeit bei den großen Schwankungsbreiten eine sehr große Spanne haben (vgl. Abb. 5.26.). Die Verarbeitungszeit von Composite-Materialien kann aber bis auf wenige Sekunden genau bestimmt werden [Dionysopopoulos und Watts, 1990].

Die Viskositätsänderungsverläufe desselben Materials waren sich sehr ähnlich. Mit Verwendung einzelner Filter resultierten lediglich eine Rechtsverschiebung und zum Teil größere Schwankungen der Viskositätsänderungsverläufe im Vergleich zum Durchlauf OF. Diese Rechtsverschiebung entsprach einer zeitlichen Verzögerung der Viskositätsänderung. Für jede Material- und Filterkombination verschoben sich die Kurvenverläufe um ein charakteristisches Maß.

Um die Effektivität der Filter miteinander zu vergleichen, wurde aus diesen Gründen mit dem oszillierenden Rheometer keine Verarbeitungszeit bestimmt, sondern ein Verlängerungsfaktor berechnet, um den sich die Kurven unter Verwendung eines Filters im Vergleich zum Durchlauf OF

jeweils nach rechts verschoben. Referenzpunkt für die Berechnung der Verlängerungsfaktoren bildete die zu einem Viskositätsanstieg um 50 % benötigte Zeit, weil jede Material- und Filterkombination an diesem Punkt die geringsten Schwankungen zeigte (vgl. Boxplot-Diagramme in Kapitel 5.2.).

Durch diese Art der Auswertung können nun eine Vielzahl von Composite-Materialien mit diesem oszillierenden Rheometer untersucht werden.

Methoden, mit denen die Lichtsensitivität von Materialien oder der Effekt bestimmter Hilfsmittel auf die Verlängerung der Verarbeitungszeit untersucht werden, ohne dass diese bestimmt wurde, findet man auch bei Pagniano et al. [1989] und Dlugokinski et al. [1998]. Bei ersteren wurden die Composite-Material-Proben unterschiedlichen Lichtverhältnissen ausgesetzt, unterschiedlich lang belichtet und anschließend mit einem definierten Gewicht beschwert. Aus den daraus entstehenden Unterschieden im Durchmesser der Proben wurden Rückschlüsse auf die Effektivität verschiedener Methoden gezogen, die Verarbeitungszeit zu verlängern [Pagniano et al., 1989]. Dlugokinski et al. ermittelten mit Infrarotspektroskopie den Polymerisationsgrad von belichteten Proben [Dlugokinski et al., 1998]. Auch ohne die Verarbeitungszeit der getesteten Materialien bestimmt zu haben, kamen beide Studien zu dem Ergebnis, dass die untersuchten Methoden einen statistisch und klinisch signifikanten Effekt auf die Verlängerung der Verarbeitungszeit hatten (Defokussieren der Lampe [Pagniano et al., 1989] bzw. Einsatz eines Blue-Blocker-Shields [Dlugokinski et al., 1998]). Der Vorteil der Verlängerungsfaktoren ist, dass sie dazu benutzt werden können, um verfahrensunabhängig Verarbeitungszeiten zu kalkulieren. Damit wird zusätzlich eine bessere Vergleichbarkeit der Effektivität der Filter untereinander erreicht. Jedes Material hatte ohne Verwendung eines Filters eine andere Verarbeitungszeit. Durch die Bestimmung eines Faktors wurde die Verarbeitungszeit als Referenzwert gleich 1 gesetzt. Damit wurden materialinhärente Eigenschaften wie Füllkörper, Matrixzusammensetzung und Inhibitoren zu vernachlässigbaren Eigenschaften, während der Fokus auf das Absorptionsspektrum der Photoinitiatorsysteme und die Transmissionseigenschaften der einzelnen Filter fiel.

Die in diesem Versuchsaufbau eingestellte primäre Beleuchtungsstärke von 20 klx wurde aus im Voraus bei restaurativen Maßnahmen unter Einsatz des Operationsmikroskops gemessenen Beleuchtungsstärken ermittelt. Höhere Beleuchtungsstärken sind vor allem dann notwendig, wenn hohe Vergrößerungen benötigt werden, etwa im Rahmen endodontischer Behandlungsmaßnahmen. In anderen Studien verwendete Beleuchtungsstärken lagen mit 22-24 klx geringfügig höher,

allerdings wurden dort Halogenlichtquellen verwendet [Althaus und Gente, 2007; Lane et al., 1998]. Im Vergleich zu Xenonlampen haben Halogenlampen einen geringeren Blauanteil und ermöglichen damit tendenziell eine etwas längere Verarbeitungszeit.

Da auch die Farbe des Composite-Materials einen Einfluss auf die Verarbeitungszeit hat [Dionysopopoulos und Watts, 1990; Lane et al., 1998], wurde für alle Materialien die Farbe A2 ausgewählt, um eine höhere Vergleichbarkeit der Ergebnisse untereinander zu gewährleisten.

#### 6.2. Viskositätsänderungverläufe der Composite-Materialien

Unterschiedliche Composite-Materialien zeigten bei den Messungen mit dem oszillierenden Rheometer unterschiedliche Kurvenverläufe. Allen Materialien gemeinsam war ein sigmoider Kurvenverlauf. Zu Beginn der Messungen, sobald die Probe belichtet wurde, stieg die Viskosität zunächst nur langsam auf etwa 5-10 % an. Auf den langsamen Anstieg folgte ein Abschnitt, in dem die Viskosität des Materials innerhalb kurzer Zeit sehr stark zunahm. Die Kurven nahmen einen exponentiellen Verlauf an und stiegen auf bis zu 95 % an. Nach dem Einsatz der Polymerisationslampe erreichten die Kurven einen für jedes Material spezifischen Endwert, der einer Viskosität von 100 % entsprach. Während des Polymerisationsvorgangs veränderte sich das Material von einer formbaren, plastischen Masse über ein elastisches Gel zu einem Festkörper. Das Rheometer zeichnete auf, wie viel von den Schwingungen durch die Composite-Material-Probe abgedämpft bzw. weitergegeben wurden. Je härter das Material wurde und je mehr die Viskosität im Material zunahm, desto mehr Schwingungen wurden übertragen und desto mehr stiegen die aufgezeichneten Kurven an. Der Übergang des Materials vom Gel- in den sogenannten Glaszustand wird im Bereich des exponentiellen Anstiegs nach dem ersten Wendepunkt liegen.

Erst durch die Polymerisationslampe erreichten die Materialien einen Viskositätsanstieg von 100 %. Das sprach dafür, dass das Spektrum einer Xenonlampe bei 20 klx bzw. das durch Lichtfilter modifizierte Xenonlicht-Spektrum keine ausreichende Energie lieferten, um den maximal erreichbaren Polymerisationsgrad zu erlangen. Zu diesem Ergebnis kamen auch Dlugokinski et al. [1998].

GrandioSo und Charisma sind Composite-Materialien mit niedriger Viskosität. Die Kurven, die beide Materialien erzeugten, waren regelmäßig im Verlauf und wiesen auch zu Beginn der Messungen nur geringe Schwankungen auf. Tetric ECBF und Venus Diamond zeigten unregelmäßige Kurven mit gezacktem Verlauf und relativ großen Schwankungen zu Beginn der Messungen vor dem exponentiellen Anstieg. Für diese Unterschiede ist die Zusammensetzung der Materialien verantwortlich. Die Materialien Charisma und GrandioSo enthalten die Monomere Bis-GMA und TEGDMA. Das Monomer TEGDMA ist ein kurzkettiges Molekül, das dazu verwendet wird, die Viskosität des Bis-GMA herabzusetzen. Bei Tetric ECBF wird dazu UDMA verwendet. Venus Diamond enthält kein Bowen-Monomer, sondern allein auf UDMA basierende Monomere, deren Moleküle relativ groß sind [Peutzfeldt, 1997; Ilie und Hickel, 2011]. Alle getesteten Materialien sind Nano-bzw. Feinstpartikelhybrid-Composite-Materialien mit relativ ähnlichen durchschnittlichen Füllkörpergrößen. Auffällig ist jedoch, dass Venus Diamond Füllkörper von bis zu 20 µm enthält, was verglichen mit den übrigen Materialien relativ groß ist [Heraeus, 2011]. Tetric ECBF enthält zusätzlich zu konventionellen Füllkörpern Vorpolymerisate [Todd und Wanner, 2013]. Während der Messung waren die Composite-Material-Proben einer oszillierenden Bewegung ausgesetzt, auf die die Materialien je nach Zusammensetzung der Matrixmonomere und Füllkörper unterschiedlich reagierten. Dass Venus Diamond und Tetric ECBF unregelmäßige und gezackte Kurvenverläufe erzeugten, könnte mit den relativ großen Molekülen der Monomere und Füllkörper zusammenhängen, die sich während der Messungen ineinander verhaken oder miteinander kollidieren.

Bei den Verlaufskurven des Materials Venus Diamond und vereinzelt bei den übrigen Materialien sanken die Messwerte nach Beginn der Messung unter den Anfangswert, also unter 0 %, ab. Im weiteren Verlauf der Polymerisation des Materials Venus Diamond stiegen die Messwerte auf ca. 140 % an, bevor die Lichthärtelampe zum Einsatz kam und die Kurven auf 100 % absanken. Venus Diamond wurde mit einer höheren Frequenz und Amplitude getestet als die restlichen Materialien. Dass die Werte bei der Testung unter 0 % abfielen, liegt vermutlich am pseudoplastischen Verhalten von Composite-Materialien. Lee et al. [2003] untersuchten mit einem die rheologischen Eigenschaften von fließfähigen, Hybrid- und kondensierbaren Composite-Materialien mit einem dynamischen oszillatorischen Schertest. Mit zunehmender Oszillationsfrequenz verringerte sich die Viskosität der Materialien.

Bei 100 % Viskositätsanstieg hatten die Materialien ihren höchstmöglichen Polymerisationsgrad und damit auch die höchstmögliche Viskosität erreicht. Der Anstieg der Viskosität auf über 100 % bedeutete demnach nicht, dass das Material kurzfristig härter wurde und sich die Viskosität durch den Einsatz der Polymerisationslampe wieder verringert hätte. Dieser Anstieg war im Aufbau des

Messsystems begründet. Vermutlich kam es bei der höheren Frequenz und Amplitude bei Venus Diamond zu einem Überschwingen des Rheometers, vergleichbar mit dem Phänomen der Resonanz. Dieses Phänomen hat auch Althaus [2008] bei ihren Messungen beobachten können.

# 6.3. Effekt der Filter auf die Verarbeitungszeit

Die Verarbeitungszeit lichthärtender Composite-Materialien wird maßgeblich beeinflusst von folgenden Faktoren: dem Emissionsspektrum und der Beleuchtungsstärke der gewählten Lichtquelle, den Transmissionseigenschaften der einzelnen Filter, der Zusammensetzung der Photoinitiatoren eines Materials und der Belichtungsdauer.

Zur Bestimmung der Effektivität der Filter wurden Verlängerungsfaktoren bestimmt. Die Versuchsdurchläufe OF entsprechen dabei einem Faktor von 1. Referenzpunkt zur Berechnung der Faktoren war dabei der Viskositätsanstieg der Probe um 50 %. Dieser Faktor soll dazu verwendet werden, eine ungefähre Vorhersage über die Verarbeitungszeit von Materialien unter Verwendung der einzelnen Filter treffen zu können. Jedes Material benötigte ohne Verwendung eines Filters (OF) unterschiedlich viel Zeit bis zum Anstieg der Viskosität um 50 % und hatte damit auch eine unterschiedliche Verarbeitungszeit. Diese ist abhängig von der Zusammensetzung (insbesondere der Initiatoren und Inhibitoren) der Materialien.

Abb. 6.2. zeigt die von allen getesteten Materialien durchschnittlich benötigte Zeit bis zu einem Viskositätsanstieg von 50 % ohne Verwendung eines Filters. Auf der Grundlage dieser Zeiten lassen sich Rückschlüsse auf die Verarbeitungszeit der Materialien ziehen. Die Verarbeitungszeiten von GrandioSo, Charisma und Tetric ECBF dürften nah beieinander liegen. Venus Diamond hatte von allen Materialien die längste Verarbeitungszeit; sie dürfte in etwa das Doppelte betragen.

Die Filter verlängerten die Verarbeitungszeit der Materialien in unterschiedlichem Maß. Der GF Zeiss erzielte eine unendliche Verarbeitungszeit. Über einen Testungszeitraum von 24 Stunden stieg der gemessene Anfangswert der Materialien nicht an. Die Transmission des GF Zeiss beträgt im Bereich von CQ durchgehend 0 %, so dass an der Probe kein Licht ankam, das die Energie enthielt, eine Polymerisationsreaktion starten zu können. Der GF2 hat den geringsten Transmissionsgrad im Bereich von CQ und erzielte mit Verlängerungsfaktoren zwischen 1,5 und 3,8 den größten Effekt.

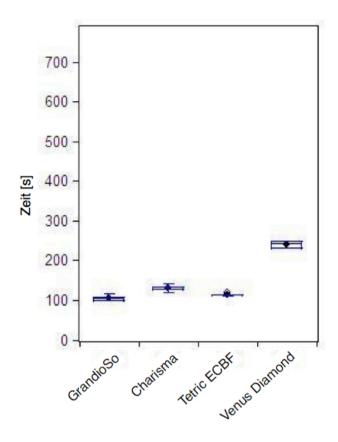


Abb. 6.2. Boxplot-Diagramm der durchschnittlich benötigten Zeit bis zu einem Viskositätsanstieg von 50 % im Durchlauf OF für alle getesteten Materialien im Vergleich

Der Filter mit der höchsten Transmission im Bereich von CQ ist der GF3 und erzielte mit Verlängerungsfaktoren zwischen 1,3 und 1,8 den geringsten Effekt. Mit Verlängerungsfaktoren zwischen 1,8 und 2,6 lag der GF1 in der Mitte. Die Transmissionskurven des GF1 und GF2 sind nahezu identisch. Der GF1 hat im Unterschied zum GF2 allerdings eine zwischen 5 und 15 % höhere Transmission. Bei GrandioSo, das CQ als alleinigen Initiator verwendet, war die Wirkung der Filter insgesamt am größten. Im kurzwelligeren Bereich nimmt die Transmission der Filter deutlich zu. Entsprechend geringer ist der Effekt auf die Verlängerung der Verarbeitungszeit bei den Materialien Charisma, Venus Diamond und Tetric ECBF, die neben CQ zusätzlich UV-Initiatoren enthalten.

Obwohl neben dem in lichthärtenden Composite-Materialien gebräuchlichsten Photoinitiator Campherchinon (Absorptionsmaximum bei 468 nm) eine Vielzahl von weiteren Initiatoren mit Maxima im kurzwelligeren Bereich des Lichtspektrums verwendet werden, wurden die neuen Filter auf CQ abgestimmt. Bei Betrachtung der Transmissionseigenschaften der einzelnen Filter im

Zusammenhang mit der Wirkung auf die Verarbeitungszeit war der Bereich des Absorptionsspektrums von Campherchinon für die grundlegenden Unterschiede der einzelnen Filter zueinander der entscheidende Faktor. Zwar war bei Composite-Materialien mit Photoinitiatoren im UV-Bereich durch Einsatz der einzelnen Filter ein insgesamt geringerer Verlängerungsfaktor erzielbar, doch diese Tendenz zeigte sich auch beim GF3, obwohl dieser im kurzwelligeren Bereich die geringste Transmission aufwies, im Bereich von CQ jedoch die höchste. In Anbetracht der Ergebnisse ist CQ der Initiator, der die größte Rolle spielt. Es ist deshalb sinnvoll, die Transmissionseigenschaften von Lichtfiltern zur Verarbeitung von lichthärtenden Composite-Materialien auf CQ zuzuschneiden. Wie bereits im Literaturteil gezeigt wurde, wird dieser Initiator auch in Zukunft der gebräuchlichste Initiator bleiben. Weiterentwicklungen von Initiatoren, die eine höhere Polymerisationseffizienz aufweisen als CQ/Amin, werden auch innerhalb des Bereichs des Absorptionsspektrums dieses Systems liegen (vgl. Ivocerin) [Kwon et al., 2012; Moszner et al., 2009].

# 6.4. Effekt der Filter auf die Belichtungssituation und die Farbverhältnisse des Operationsgebiets

Neben der Auswirkung auf die Verarbeitungszeit der Materialien war der Einfluss der neuen Filter auf die Belichtungssituation von Interesse. Alle Prototypen waren dazu in der Lage, Farben möglichst naturgetreu wiederzugeben. Im Vergleich zum tageslichtweißen Xenonlicht konnte mit den Glasfiltern GF1 und GF2 ein neutralweißer Farbeindruck erzeugt werden, während GF3 im warmweißen Bereich liegt. Der Einsatz der Filter wirkte sich also kaum und nicht negativ auf die Belichtungssituation aus. Durch die neu entworfenen Filter wurde ein polychromatisches Lichtspektrum erzeugt. Ganz im Kontrast dazu stand der GF Zeiss. Bis 520 nm Wellenlänge weist der Filter eine Transmission von 0 % auf, so dass der Bereich der Photoinitiatoren komplett geblockt und ein großer Anteil des sichtbaren Lichtspektrums gefiltert wird. Dieser Filter lässt keinen Blauanteil durch. Dadurch war die Verarbeitungszeit mit dem GF Zeiss zwar unendlich, jedoch wirkte sich das monochromatische Licht negativ auf die Sichtverhältnisse aus. Der Farbwiedergabeindex des GF Zeiss lag außerhalb des definierten Bereichs von 0-100. Trotz Vergrößerung und optimaler Ausleuchtung des Operationsfeldes durch das Arbeiten mit dem Operationsmikroskop gehen durch das monochromatische Licht Informationen verloren.



Abb. 6.3. Lichtverhältnisse der Filter GF1, GF3, GF Zeiss im Vergleich OF in klinischer Behandlungssituation unter dem OPMI.

Die dadurch beeinträchtigte Fähigkeit, Füllungsränder sowie die Schmelz-Dentin-Grenze deutlich zu erkennen, kann die Qualität und Langlebigkeit der Restauration beeinträchtigen. Abb. 6.3. zeigt die unterschiedlichen Lichtverhältnisse der Filter im Vergleich zur Belichtungssituation mit Xenonlicht in einer klinischen Behandlungssituation. Im Vergleich zum GF Zeiss, der das gesamte Behandlungsfeld in orangefarbenes Licht taucht, wodurch ähnliche Farben nur noch schwer differenziert werden können, wird mit den neuen Filtern ein annähernd weißes Licht erzeugt. Bisher in Studien getestete Filter für die Verlängerung der Verarbeitungszeit von Composite-Materialien waren Gelb- oder Orangefilter. Diese Filter erzeugten nur monochromatisches Licht und wirkten sich durch den fehlenden Blauanteil auch negativ auf die Sichtverhältnisse aus [Jacobsen, 1986; Dlugokinski et al., 1998; Hagge et al., 2003; Althaus und Gente, 2007].

# 6.5. Klinische Bedeutung und Anwendung der Filter

Die Kriterien, die ein neuer Lichtfilter für die Verarbeitung lichthärtender Composite-Materialien erfüllen sollte, waren, ein annähernd weißes Lichtspektrum zu erzeugen und eine unter klinischen Bedingungen akzeptable Verarbeitungszeit zu gewährleisten.

Ein Filter, der den gesamten blauen Bereich des sichtbaren Spektrums bis zu einer Wellenlänge von 520 nm komplett filtert und damit eine unendlich lange Verarbeitungszeit bietet, ist im Bereich der Herstellung und Umverpackung von lichthärtenden Composite-Materialien von größter Wichtigkeit. In dieser Situation darf die Polymerisationsreaktion auf keinen Fall gestartet werden. Aber unter klinischen Gesichtspunkten ist eine so lange Verarbeitungszeit nicht notwendig. Bei der Verarbeitung von lichthärtenden Composite-Materialien etwa im Rahmen einer Füllungstherapie besteht die Intention, ein platziertes Inkrement nach Fertigstellung der Modellation zu polymerisieren. Dafür sind zwei Faktoren von Bedeutung: zum einen soll die Polymerisation nicht beginnen, bevor die Modellation des Inkrements abgeschlossen ist und zum anderen sollten die Sichtverhältnisse optimal sein. Je besser die Lichtverhältnisse sind, desto zeiteffektiver kann ein Inkrement modelliert werden.

Ideal ist für eine klinische Behandlungssituation also ein Filter, der die Verarbeitungszeit so verlängert, dass für die Modellation ausreichend Zeit zur Verfügung steht, und gleichzeitig die Lichtverhältnisse im Vergleich zu der Situation ohne Filter kaum verändert. Die neu entwickelten

Filter erfüllen die geforderten Kriterien in Bezug auf die Licht- und Farbverhältnisse in vollem Umfang.

Im Rahmen dieser Studie wurden für die Filter keine Verarbeitungszeiten der Composite-Materialien, sondern Verlängerungsfaktoren bestimmt. In verschiedenen Studien wurde die Verarbeitungszeit für eine Vielzahl unterschiedlicher Composite-Materialmarken und -farben bestimmt, die mit dem Spektrum einer Halogenlampe und Beleuchtungsstärken von 20-24 klx belichtet wurden. Dabei erreichten die Materialien bei 20 klx überwiegend eine Verarbeitungszeit von weit über 60s, bei einer Beleuchtungsstärke von 24 klx fiel die Verarbeitungszeit nicht unter 30 s [Dionysopopoulos und Watts, 1990; Lane et al., 1998]. Bei vorhandenem Xenonlichtspektrum mit einem höheren Blauanteil und einer Beleuchtungsstärke von 20 klx wird die Verarbeitungszeit der meisten Materialien bei etwa 30 s liegen. Eine so kurze Verarbeitungszeit ist viel zu gering. Die ISO 4049 fordert, dass ein Composite-Material für 60±5 s verarbeitbar sein soll. Demnach kann davon ausgegangen werden, dass die Verarbeitungszeit für Composite-Materialien also mindestens eine Minute betragen sollte und dies auch die Zeit ist, die für die Modellation eines Inkrements höchstens benötigt wird. Die benötigte Verarbeitungszeit kann jedoch je nach Applikationsbereich variieren. Für die restaurative Therapie haben ideale Lichtverhältnisse und eine natürliche Farbwiedergabe einen hohen Stellenwert. Im Rahmen einer Füllungstherapie, bei der Form und Funktion von Zähnen mit Dentin- und Schmelzmassen individuell und naturgetreu wiederhergestellt werden sollen, wird aufgrund der erforderlichen hohen Präzision bei der Modellation eine tendenziell längere Verarbeitungszeit benötigt. Für die Langlebigkeit der Restaurationen ist es wichtig, dass die Füllung unmittelbar mit dem Kavitätenrand abschließt. Dafür muss dieser gut erkennbar sein. Bei der Herstellung direkter Veneers oder der Therapie von Zähnen, die traumabedingt einen Substanzverlust erlitten haben, ist die Modellation der einzelnen Schichten sehr aufwändig, um die Restaurationen so zu gestalten, dass sie möglichst unsichtbar sind. Im Rahmen der endodontischen Therapie liegen meistens größere Substanzdefekte vor. Die Zugangskavitäten sind sehr tief, so dass bevorzugt selbst nivellierende Bulk-Fill-Materialien zum Einsatz kommen, die bis zu einer Schichtstärke von 4 mm eingebracht werden können, um den größten Anteil der Kavität damit zu füllen. Endodontisch behandelte Zähne werden häufig mit dem Ziel restauriert, um später mit einer laborgefertigten Konstruktion versorgt werden zu können. Der Wiederaufbau vor dem Beginn endodontischer Maßnahmen oder der Verschluss endodontischer Kavitäten erfolgt relativ zügig, so dass keine besonders hohen Anforderungen an die Verarbeitungszeit gestellt werden. Für die Empfehlung der Verwendung der neuen Filter ist neben der Berücksichtigung der Applikationsart von Composite-Materialien der Aufbau des OPMI von Bedeutung. Operationsmikroskope mit komplexem Aufbau, die viele optische Komponenten besitzen, durch die viel Licht verloren geht, stellen initial höhere Anforderungen an die Beleuchtungsstärke und benötigen einen Filter mit höherem Verlängerungsfaktor. Für Mikroskope mit eher einfachem Aufbau und einer kleineren benötigten primären Beleuchtungsstärke ist ein Filter mit einem niedrigeren Verlängerungsfaktor ausreichend.

Mit ungefiltertem Xenonlicht und einer Beleuchtungsstärke von 20 klx liegt die Verarbeitungszeit der meisten Materialien mit CQ allein oder mit CQ in Kombination mit UV-Initiatoren etwa zwischen 30 und 60 s. Der GF1 verlängert die Verarbeitungszeit durchschnittlich um etwas mehr als das Doppelte, so dass mit diesem Filter Verarbeitungszeiten von mindestens 1,5 Minuten erzielt werden können. Für Mikroskope mit einfachem Aufbau und im Rahmen simpler restaurativer Behandlungsmaßnahmen dürfte der GF1 eine ausreichende Verarbeitungszeit bieten. Für restaurative Maßnahmen mit hohen Anforderungen an die Verarbeitungszeit oder Mikroskope mit komplexem Aufbau wird der GF2 suffizient sein. Dieser gewährleistet mit einem durchschnittlichen Verlängerungsfaktor von 3 eine Verarbeitungszeit von mehr als 2 Minuten. Der GF3 mit dem geringsten Effekt erzielt bei einem durchschnittlichen Verlängerungsfaktor von 1,5 etwa eine Verarbeitungszeit von mindestens 60 s, so dass dieser für rekonstruktive Maßnahmen im Rahmen endodontischer Therapien ausreichend ist.

Der GF Zeiss mit einer unendlichen Verarbeitungszeit kann immer noch dann verwendet werden, wenn keine hohen Anforderungen an die Licht- und Farbverhältnisse gestellt, aber viel Sicherheit bei Verarbeitung lichthärtender Materialien gefordert wird. Das kann etwa bei der adhäsiven Befestigung von laborgefertigten Restaurationen oder Glasfaserstiften der Fall sein. Für Composite-Materialien, die ausschließlich UV-Initiatoren enthalten und bei gebleachten oder sehr hellen Zähnen zum Einsatz kommen, besitzen die in dieser Arbeit bestimmten Verlängerungsfaktoren keine Gültigkeit. Die Verwendung des Standardfilters für die Verarbeitung dieser lichthärtenden Composite-Materialien ist ratsam.

# 7. Schlussfolgerung

Zum Schutz lichthärtender Composite-Materialien vor frühzeitiger Polymerisation standen bisher nur Methoden zur Verfügung, die zwar eine lange Verarbeitungszeit boten, aber die Licht- und Farbverhältnisse des Behandlungsfelds in hohem Maß verschlechterten.

Die ISO 4049 fordert eine Verarbeitungszeit von  $60 \pm 5$  s, so dass davon ausgegangen werden kann, dass dies die Zeit ist, die maximal für die Platzierung und Modellation eines Inkrements benötigt wird. Für die neu entwickelten Filter wurden mit einem oszillierenden Rheometer Verlängerungsfaktoren berechnet. Für die Bestimmung der Verarbeitungszeit ist das oszillierende Rheometer in diesem Aufbau ungeeignet. Damit erhält man zwar keinen exakten Richtwert, aber die Faktoren bieten für die Einschätzung der Effektivität der Filter eine gute Orientierung. Durch die Bestimmung von Verlängerungsfaktoren war es außerdem möglich, Composite-Materialien unterschiedlicher Viskosität und Zusammensetzung ohne Einschränkung zu testen.

Mit einem sehr hohen Farbwiedergabeindex und neutralweißen Farbeindruck wird die Belichtungssituation im Vergleich zu Xenonlicht durch den GF1 und GF2 kaum wahrnehmbar verändert. Der GF1 bietet einen Verlängerungsfaktor von mindestens 1,7. Für restaurative Therapien, etwa für direkte Restaurationen im Seitenzahngebiet oder für einfach gebaute Mikroskope, durch deren Komponenten nur wenig Licht verloren geht und die primär keine besonders hohe Beleuchtungsstärke benötigen, ist dieser Filter gut geeignet. Der GF2 hingegen ist mit einem Verlängerungsfaktor von mindestens 2,5 für Mikroskope geeignet, die initial mehr Beleuchtungsstärke benötigen und deshalb höhere Anforderungen an die Verarbeitungszeit gestellt werden. Dieser Filter ist auch dann geeignet, wenn im Rahmen restaurativer Therapien lange Verarbeitungszeiten benötigt werden. Dies ist z.B. der Fall bei der Herstellung direkter Veneers oder bei Eckenaufbauten im Frontzahngebiet, deren individuelle Schichtung von Dentin- und Schmelzmassen zeitaufwändig ist. Für geringere Anforderungen an die Verarbeitungszeit, z.B. bei präendodontischen Aufbauten oder dem Verschluss von Zugangskavitäten, wo die Modellation der Inkremente nicht besonders zeitaufwändig ist, ist der GF3 mit maximal einer Verdoppelung der Verarbeitungszeit ausreichend.

Der in Operationsmikroskopen als Standard eingebaute Orangefilter schafft mit einer unter Laborbedingungen unendlichen Verarbeitungszeit Voraussetzungen, die für die Herstellung von lichthärtenden Composite-Materialien benötigt werden. Durch das monochromatische Licht ist die Farbwahrnehmung aber stark beeinträchtigt. Wenn die optischen Eigenschaften eine hintergründige Rolle spielen und eine große Sicherheit für die Verarbeitung lichthärtender Composite-Materialien gefordert wird, wie bei der adhäsiven Befestigung laborgefertigter Restaurationen oder Glasfaserstiften, findet der GF Zeiss noch immer seine Berechtigung.

In Anbetracht der derzeitigen und zukünftigen Entwicklung von Photoinitiatoren ist es sinnvoll, Filter auf das Absorptionsspektrum von Campherchinon abzustimmen. Variationen in der Transmission der Filter im Bereich von CQ haben den größten Einfluss auf die Verarbeitungszeit bei Composite-Materialien mit CQ oder Kombinationen von CQ und alternativen Initiatoren. Die Anforderungen, die ein idealer Filter erfüllen sollte, werden von den neu entwickelten Filtern erfüllt. Sie erzeugen ein annähernd weißes Licht und erreichen eine unter klinischen Gesichtspunkten ausreichende Verarbeitungszeit.

# 8. Zusammenfassung

Lichtquellen heutiger Behandlungsplatzlampen und Operationsmikroskope (OPMI) verkürzen die Verarbeitungszeit lichthärtender Composite-Materialien (LCCM) z.T. drastisch. Methoden wie die Reduktion der Beleuchtungsstärke oder die Verwendung von Orangefiltern können die Verarbeitungszeit zwar ausreichend verlängern, verschlechtern die Licht- und Farbverhältnisse aber erheblich.

Ziel dieser Studie war die Testung von neu entwickelten Lichtfiltern im Vergleich zu einem Orangefilter und Xenonlicht in Bezug auf die Verarbeitungszeit und ihren Einfluss auf die Lichtund Farbverhältnisse. Die neuen Filter sollten annähernd weißes Licht erzeugen und die Verarbeitungszeit klinisch akzeptabel verlängern.

Getestet wurden drei neue Glasfilter (GF1, GF2, GF3) und der in OPMI standardmäßig eingebaute Orangefilter (GF Zeiss) im Vergleich zu der Situation ohne Verwendung eines Filters (OF). Das in dieser Studie verwendete OPMI Pico von Zeiss ist mit einer Xenonlichtquelle ausgestattet. Es wurden insgesamt vier LCCM (Charisma/Farbe A2, Venus Diamond/A2, beide Heraeus, Hanau, DE; GrandioSo/A2, Voco, Cuxhaven, DE; Tetric EvoCeram Bulk Fill/IVB, Ivoclar Vivadent, Schaan, FL) mit jeweils unterschiedlichen Photoinitiatorsystemen getestet. Die Proben wurden mit einer primären Beleuchtungsstärke von 20 klx und einem Abstand von 30 cm belichtet, die durch die einzelnen Filter in unterschiedlichem Maß reduziert wurde. Mit einem an der Universität Marburg entwickelten vertikal oszillierenden Rheometer, das Viskositätsänderungen im aushärtenden Material erfasst, wurden für jede Filter- und Materialkombination Verlängerungsfaktoren ermittelt, um die die Verarbeitungszeit im Vergleich zur Situation ohne Filter jeweils verlängert werden konnte. Darüber hinaus wurden alle Filter in einem Fachlabor auf ihre Licht- und Farbeigenschaften analysiert.

Auswirkung der Filter auf die Verarbeitungszeit: Die neuen Filter verlängerten die Verarbeitungszeit der getesteten LCCM in signifikantem Maß. GF2 hatte den höchsten, GF3 den geringsten Effekt. Verlängerungsfaktoren: OF=1; GF1 = 1,7 bis 2,6; GF2 = 2,5 bis 4; GF3 = max. 2. Der GF Zeiss gewährte eine unendliche Verarbeitungszeit. Auswirkung der Filter auf die Licht- und Farbverhältnisse: Der GF Zeiss hatte durch das monochromatische Licht eine schlechte Farbwiedergabe und erzeugte warmweißes/gelbes Licht. Auch die Farbtemperatur des GF3 lag im

warmweißen Bereich. GF1 und GF2 erzeugten neutralweißes Licht und eine Farbwiedergabe, die nur gering unter der der Xenonlichtquelle lag.

Die neu entwickelten Lichtfilter erfüllten die Anforderungen, die Verarbeitungszeit unter klinischen Aspekten ausreichend zu verlängern und ein annähernd weißes Licht zu erzeugen. Bei hohen Anforderungen an die Verarbeitungszeit bzw. hoher initialer Beleuchtungsstärke sollte ein Filter mit hohem Verlängerungsfaktor (> 3) gewählt werden. Bei geringeren Anforderungen an Verarbeitungszeit und niedrigerer erforderlicher Beleuchtungsstärke kann ein Filter mit Faktoren > 2 ausreichend sein.

# 9. Summary

The lights of dental operating microscopes (OPMI) and dental units dramatically shorten the working time of light cured composite materials (LCCM). Methods such as averting or dimming the operating light or the use of orange light filters successfully prolong the working time but they also adveresly effect the visibility conditions.

The aim of this study was to analyze three new light filters with particular reference to the following aspects: the ability to (a) sufficiently prolong the working time of visible light cured materials under clinical considerations and (b) produce approximately white light.

Three new glass filters (GF1, GF2, GF3) and the orange color conversion filter (GF Zeiss) that is fitted as standard in OPMI have been tested in comparison to the situation without any filter employed (OF). The OPMI used in this study was a Zeiss Pico with a xenon light source. Four LCCM (Charisma/shade A2, Venus Diamond/A2, both Heraeus, Hanau, DE; GrandioSo/A2, Voco, Cuxhaven, DE; Tetric EvoCeram Bulk Fill/IVB, Ivoclar Vivadent, Schaan, FL) each with different kinds of photoinitiator systems have been tested. The composite specimen were irradiated at 30 cm distance with a primary illuminance of 20 klx that was lowered by each filter to varying extents. An acoustic mearurement system developed at the University of Marburg, Germany, that records changes of viscosity within the setting material was used to determine lengthening factors by that the working times of the tested materials were increased by each filter. Additionally the filters were subjected to a photometric analysis by a specialist laboratory.

Effect of the filters on working time: the new light filters were able to extend the working time to statistically significant extent. GF2 had the greatest impact on extending the working time, GF3 the least. Lengthening factors: OF = 1;GF1 = 1,7 to 2,6; GF2 = 2,5 to 4; GF3 = max. 2. The GF Zeiss had an unlimited working time. Effect on light and color conditions: the color reproduction of the GF Zeiss was poor due to the monochromatic light and the light produced by it was of warm white/ yellow color. The color temperature of the GF3 was also warm white. GF1 and GF2 provided a neutral white light color with a good color reproduction close to that of the xenon light source.

The new light filters meet the requirements to (a) retard polymerization sufficiently under clinical considerations and (b) generate white light that does not negatively alter the lighting conditions. If a higher primary illuminance is needed or a long working time is required a filter with lengthening

factors >3 should be used. If the demands on the illuminace or working time are lower a filter with lengthening factors >2 should be sufficient.

#### 10. Verzeichnisse

#### 10.1. Literatur

- Albers HF: Tooth Colored Restoratives: Principles and Techniques. 9th edition. BC Decker Inc. Hamilton, 2002.
- Albuquerque PPAC, Moreira ADL, Moraes RR, Cavalcante LM, Schneider LFJ: Color stability, conversion, water sorption and solubility of dental composites formulated with different photoinitiator systems. Journal of Dentistry. 2013; 41: 67–72.
- Althaus AC, Gente M: Eine Methode zur Verlängerung der Verarbeitungszeit von Komposit. ZWR Das Deutsche Zahnärzteblatt. 2007. 116: 394–6.
- Althaus AC. Eine Methode zur Verlängerung der Verarbeitungszeit von lichthärtendem Komposit. Zahnmedizinische Dissertation, Philipps Universität Marburg, 2008.
- Andrzejewska E: Photopolymerization kinetics of multifunctional monomers. Progress in Polymer Science. 2001; 26: 605–65.
- Arikawa H, Takahashi H, Kanie T, Ban S: Effect of various visible light photoinitiators on the polymerization and color of light-activated resins. Dental Materials. 2009; 28: 454–60.
- Asmussen E, Peutzfeldt A: Influence of UEDMA, BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. Dental Materials. 1998;14: 51–6.
- **B**aer R: Grundlagen Beleuchtungstechnik. 3. Auflage. Huss-Medien. Berlin 2006.
- Bortz J: Statistik für Human- und Sozialwissenschaftler. 6. Auflage. Springer Medizin Verlag. Heidelberg 2005
- Bowen RL: Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. Journal of the American Dental Association. 1963; 66: 57–64.
- Bowman CN, Kloxin CJ: Toward an enhanced understanding and implementation of photopolymerization reactions. American Institute of Chemical Engineers Journal. 2008; 54: 2775–95.
- Cramer NB: Stansbury JW, Bowman CN. Recent advances and developments in composite dental restorative materials. Journal of Dental Research. 2011; 90: 402–16.
- **D**avidson CL, Feilzer AJ: Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. Journal of Dentistry. 1997; 25: 435–40.

- Deligeorgi V, Mjör IA, Wilson NHF: An Overview of Reasons for the Placement and Replacement of Restorations. Primary Dental Care. 2001; 8: 5-11.
- Dionysopopoulos P, Watts DC: Sensitivity to ambient light of visible light-cured composites. Journal of Oral Rehabilitation. 1990; 17: 9–13.
- Dlugokinski MD, Caughman WF, Rueggeberg FA: Assessing the effect of extraneous light on photoactivated resin composites. Journal of the American Dental Association. 1998; 129: 1103–9.
- Ellakwa A, Cho N, Lee IB: The effect of resin matrix composition on the polymerization shrinkage and rheological properties of experimental dental composites. Dental Materials. 2007; 23: 1229–35.
- Ernst CP, Willershausen B: Eine aktuelle Standortbestimmung zahnärztlicher FüllungsLCCMe. Zahnärztliche Mitteilungen. 2003; 93: 30-40.
- Ferracane JL: Current trends in dental composites. Critical Reviews in Oral Biology and Medicine. 1995; 6: 302–18.
- Ferracane JL: Buonocore Lecture. Placing dental composites a stressful experience. Operative dentistry. 2008; 33: 247–57.
- Ferracane JL: Resin composite state of the art. Dental Materials. 2011; 27: 29–38.
- Gonçalves F, Pfeifer CS, Ferracane JL, Braga RR: Contraction stress determinants in dimethacrylate composites. Journal of Dental Research. 2008; 87: 367–71.
- Gonçalves F, Kawano Y, Pfeifer C, Stansbury JW, Braga RR: Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. European Journal of Oral Sciences. 2009; 117: 442–6.
- Gujarati, DN: Basic Econometrics. 4th edition. McGraw-Hill. New York 2003
- Hagge MS, Lorenzo SC, Lindemuth JS, Latta MA, Smith JW: Use of Yellow Plastic Food Wrap to Retard Composite Resin Polymerization. Journal of Esthetic and Restorative Dentistry. 2003; 15: 370–6.
- Heraeus: Charisma® Scientific Information. 2008. http://webmedia.heraeus.com/media/hkg/general\_1/wissenschaft/wissenschaftlicheinformationen/Charisma\_ScientificInforation\_GB\_20080102.pdf

- Heraeus: Venus® Diamond Gebrauchsanweisung. 2008. http://heraeus-venus.com/media/downloads/de/diamond 5/GBA 66038962 00 VENUS DIAMOND 210 x 25.pdf
- Heraeus: Venus® Diamond, Venus® Diamond Flow Scientific Compendium. 2011. http://heraeus-dental.de/media/webmedia\_local/scientific/2011\_1/ VenusDiamond\_Scientific\_Compendium\_WEB\_20110815.pdf
- Hervás García A, Martínez Lozano MA, Cabanes Vila J, Barjau Escribano A, Fos Galve P: Composite resins. A review of the materials and clinical indications. Medicina Oral Patología Oral y Cirugía Bucal. 2006; 11: 215–20.
- Ikejima I, Nomoto R, McCabe JF: Shear punch strength and flexural strength of model composites with varying filler volume fraction, particle size and silanation. Dental Materials. 2003; 19: 206–11.
- Ikemura K, Endo T: A review of the development of radical photopolymerization initiators used for designing light-curing dental adhesives and resin composites. Dental Materials. 2010; 29: 481–501.
- Ilie N, Hickel R: Resin composite restorative materials. Australian Dental Journal. 2011; 56: 59–66.
- ISO 4049:2000 (E): Dentistry Polymer-based filling, restorative and luting materials. Sensitivity to ambient light. Class 2 materials. 2000. S. 13–14.
- *J*acobsen PH: Extending the working time of light-activated composite restorative materials. British Dental Journal. 1986; 160: 162–5.
- Jakubiak J, Allonas X, Fouassier JP, Sionkowska A, Andrzejewska E, Linden LÅ, Rabek JF: Camphorquinone–amines photoinitating systems for the initiation of free radical polymerization. Polymer. 2003; 44: 5219–26.
- Janda R, Roulet JF, Kaminsky M, Steffin G, Latta M: Color stability of resin matrix restorative materials as a function of the method of light activation. European Journal of Oral Sciences. 2004;112: 280–5.
- Jandt KD, Mills RW: A brief history of LED photopolymerization. Dental Materials. 2013; 29: 605–17.
- Klapdohr S, Moszner N: New Inorganic Components for Dental Filling Composites. Monatshefte für Chemie Chemical Monthly. 2005; 136: 21–45.

- Krämer N, Lohbauer U, García-Godoy F, Frankenberger R: Light curing of resin-based composites in the LED era. American Journal of Dentistry. 2008; 21: 135–42.
- Kwon TY, Bagheri R, Kim YK, Kim KH, Burrow MF: Cure mechanisms in materials for use in esthetic dentistry. Journal of Investigative and Clinical Dentistry. 2012; 3: 3–16.
- Lane DA, Watts DC, Wilson NH: Ambient light working times of visible light-cured restorative materials. Does the ISO standard reflect clinical reality? Dental Materials. 1998; 14: 353–7.
- Lange H: Handbuch für Beleuchtung. 59. Auflage. ecomed Sicherheit Verlag. Heidelberg, München, Landsberg, Frechen, Hamburg 2013.
- Lee IB, Son HH, Um CM. Rheologic properties of flowable, conventional hybrid, and condensable composite resins. Dental Materials. 2003; 19: 298–307.
- Lee JH, Um CM, Lee I: Rheological properties of resin composites according to variations in monomer and filler composition. Dental Materials. 2006; 22: 515–26.
- Lee IB, Cho BH, Son HH, Um CM: Rheological characterization of composites using a vertical oscillation rheometer. Dental Materials. 2007; 23: 425–32.
- Leprince JG, Palin WM, Hadis MA, Devaux J, Leloup G: Progress in dimethacrylate-based dental composite technology and curing efficiency. Dental Materials. 2013; 29: 139–56.
- Lim BS, Ferracane JL, Condon JR, Adey JD: Effect of filler fraction and filler surface treatment on wear of microfilled composites. Dental Materials. 2002; 18: 1–11.
- Lutz F, Phillips RW: A classification and evaluation of composite resin systems. The Journal of Prosthetic Dentistry. 1983; 50: 480–8.
- Lutz F, Krejci I, Frischknecht A: Lichtpolymerisation. Grundlagen und Praxistips für die korrekte Anwendung. Schweizer Monatsschrift für Zahnmedizin. 1992; 102: 574–88.
- *M*arx P: Digitalluxmeter für universelle Anwendung in der Lichttechnik. Elektro Journal. November 2002: 2-5. http://www.mx-electronic.com/pdf/minilux.pdf
- Meyn, JP: Filter. In: Grundlegende Experimentiertechnik im Physikunterricht. 2. Auflage. Oldenbourg Wissenschaftsverlag GmbH. München 2013.
- Moin Jan C, Nomura Y, Urabe H, Okazaki M, Shintani H: The relationship between leachability of polymerization initiator and degree of conversion of visible light-cured resin. Journal of Biomedical Materials Research. 2001; 58: 42–6.

- Moszner N, Zeuner F, Lamparth I, Fischer UK: Benzoylgermanium derivatives as novel visible-light photoinitiators for dental composites. Macromolecular Materials and Engineering. 2009; 294: 877–86.
- Musanje L, Darvell BW. Curing-light attenuation in filled-resin restorative materials. Dental Materials. 2006; 22: 804–17.
- Musanje L, Ferracane JL, Sakaguchi RL: Determination of the optimal photoinitiator concentration in dental composites based on essential material properties. Dental Materials. 2009; 25: 994–1000.
- Neumann MG, Miranda WG, Schmitt CC, Rueggeberg FA, Correa IC: Molar extinction coefficients and the photon absorption efficiency of dental photoinitiators and light curing units. Journal of Dentistry. 2005; 33: 525–32.
- Neumann MG, Schmitt CC, Ferreira GC, Correa IC: The initiating radical yields and the efficiency of polymerization for various dental photoinitiators excited by different light curing units. Dental Materials. 2006; 22: 576–84.
- Neumann MG, Schmitt CC, Correa IC, Goi BE: The effect of using mixed initiator systems on the efficiency of photopolymerization of dental resins. Journal of the Brazilian Chemical Society. 2008; 19: 1413–7.
- **O**sram: Xenon Short Arc Reflector Lamp XBO® R 180W/45C OFR. Technical Information. Edition 10/2006.
- **P**agniano R, Longenecker S, Chandler H: Effect of unit and operatory lights on the consistency of light-activated composites. The Journal of Prosthetic Dentistry. 1989; 61: 150–2.
- Park YJ, Chae KH, Rawls HR: Development of a new photoinitiation system for dental light-cure composite resins. Dental Materials. 1999; 15: 120–7.
- Peutzfeldt A: Resin composites in dentistry: the monomer systems. European journal of oral sciences. 1997; 105: 97–116.
- Pfeifer CS, Silva LR, Kawano Y, Braga RR: Bis-GMA co-polymerizations: influence on conversion, flexural properties, fracture toughness and susceptibility to ethanol degradation of experimental composites. Dental Materials. 2009; 25: 1136–41.
- Rinne, H: Taschenbuch der Statistik. 3. Auflage. Verlag Harri Deutsch. Frankfurt am Main 2003.

- Ritter AV: Direct resin-based composites: current recommendations for optimal clinical results. Compendium of Continuing Education in Dentistry. 2005; 26: 481–90.
- Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis JW, Davis HC: Factors affecting cure at depths within light-activated resin composites. American Journal of Dentistry. 1993; 6: 91–5.
- Rueggeberg FA: State-of-the-art: dental photocuring a review. Dental Materials. 2011; 27: 39–52.
- Ruyter IE, Øysæd H: Conversion in different depths of ultraviolet and visible light activated composite materials. Acta Odontologia Scandinavica; 1982; 40: 179–92.
- Schneider LFJ, Pfeifer CSC, Consani S, Prahl SA, Ferracane JL: Influence of photoinitiator type on the rate of polymerization, degree of conversion, hardness and yellowing of dental resin composites. Dental Materials. 2008; 24: 1169–77.
- Stansbury JW: Curing Dental Resins and Composites by Photopolymerization. Journal of Esthetic and Restorative Dentistry. 2000; 12: 300–8.
- Sun GJ, Chae KH: Properties of 2,3-butanedione and 1-phenyl-1,2-propanedione as new photosensitizers for visible light cured dental resin composites. Polymer. 2000; 41: 6205–12.
- **T**odd JC, Wanner M: Wissenschaftliche Dokumentation Tetric EvoCeram® Bulk Fill. Ivoclar Vivadent AG, Forschung und Entwicklung. 2013
- *Uhl* A, Mills RW, Jandt KD: Photoinitiator dependent composite depth of cure and Knoop hardness with halogen and LED light curing units. Biomaterials. 2003; 24: 1787–95.
- Ultradent: VALO the light. 2011. http://www.altschul.de/framework/modules/cmn\_easyoffer/files/229\_1\_pdf.pdf
- Voco: GrandioSo Wissenschaftliche Produktinformation. 2010. http://www.voco.de/de/products/ \_products/GrandioSo/20101006\_GrandioSo\_WP\_DE\_Ha.pdf
- Weiß, C: Basiswissen Medizinische Statistik. 5. Auflage. Springer Medizin Verlag. Heidelberg 2010.

# 10.2. Materialien

Produkt/Handelsname	Hersteller/Bezugsquelle
Operationsmikroskop <i>Pico</i> mit Orangefilter	Carl Zeiss Meditech AG
	Carl-Zeiss-Str. 22
	D-73447 Oberkochen
Xenonlampe XBO® R 180W/45 C	Osram GmbH
	Hellabrunner Str. 1
	D-81543 München
Glasfilter-Prototypen 1 (KW 4.3), 2 (KW 4.3 +	start.design GmbH
M 1.7), 3 (0,8)	Kupferdreher Str. 266
	D-45257 Essen
Composite-Materialien Charisma,	Heraeus Kulzer GmbH
Venus Diamond	Grüner Weg 11
	D-63450 Hanau
Composite-Material GrandioSo	Voco GmbH
	Anton-Flettner-Str. 1-3
	D-27472 Cuxhaven
Composite-Material Tetric EvoCeram Bulk Fill	Ivoclar Vivadent AG
	Bendererstr. 2
	FL-9494 Schaan
Digitalluxmeter Minilux	Prof. DrIng. Peter Marx
	Am Kleinen Wannsee 12 J
	D-14109 Berlin
Digitalmultimeter UNI-T RMS, 20.000 Counts	reichelt elektronik GmbH und Co.
(mit Aufzeichnungssoftware),	KG
Funktionsgenerator HPG 1	Elektronikring 1
	D-26452 Sande

Produkt/Handelsname	Hersteller/Bezugsquelle
Osszillierendes Rheometer nach dem	Piaschek GmbH
Messsystem von Althaus und Gente [2007]	Wullener Feld 58
	D-58454 Witten
VALO LED-Polymerisationslampe	Ultradent Dental-Medizinische
	Geräte GmbH und Co. KG
	Dental Units. Made in Germany
	Eugen-Sänger-Ring 10
	D-85649 Brunnthal

## 10.3. Abkürzungen

APO Acylphosphinoxid

BAPO Bisacylphosphinoxid

BHT Butylhydroxytoluol

BisEMA ethoxyliertes Bisphenol-A-Dimethacrylat

BisGMA Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat

CIE Commission Internationale de l'Eclairage (Internationale

Beleuchtungskomission)

CQ Campherchinon

CRI Color Rendering Index (Farbwiedergabeindex)

DMAEMA Dimethylaminoethylmethacrylate

EDMAB Ethyldimethylaminobenzoat

EGDMA Ethylenglycoldimethacrylat

ISO International Organization for Standardization

(Internationale Organisation für Normung)

LCCM light cured composite material(s)

MEHQ Hydrochinonmonomethylether

OPMI Operationsmikroskop

PPD Phenylpropandion

SDR Stress Decreasing Resin

TCD-di-HEA Tricyclodecanurethandimethacrylat

TEGDMA Triethylenglycoldimethacrylat

UDMA Urethandimethacrylat

# 11. Anhang

Tab. 11.1. Typische Messreihe des vertikal oszillierenden Rheometers, wie sie vom Digitalmultimeter aufgezeichnet wird. Exemplarisch für das Material GrandioSo im Durchlauf ohne Verwendung eines Filters.

Messwert Nr.	Uhrzeit [hh:mm:ss]	Spannung [V]
1	10:32:33	0,0038
2	10:32:34	0,0038
3	10:32:35	0,0038
4	10:32:35	0,0038
5	10:32:36	0,0038
6	10:32:37	0,0038
7	10:32:37	0,0038
8	10:32:38	0,0038
9	10:32:39	0,0038
10	10:32:39	0,0038
11	10:32:40	0,0038
12	10:32:41	0,0038
13	10:32:41	0,0038
14	10:32:42	0,0038
15	10:32:43	0,0038
16	10:32:43	0,0038
17	10:32:44	0,0038
18	10:32:45	0,0038
19	10:32:45	0,0038
20	10:32:46	0,0038
21	10:32:47	0,0038
22	10:32:47	0,0038
23	10:32:48	0,0038
24	10:32:49	0,0038
25	10:32:49	0,0038
26	10:32:50	0,0038
27	10:32:51	0,0038
28	10:32:51	0,0038
29	10:32:52	0,0039
30	10:32:53	0,0039
31	10:32:53	0,0039
32	10:32:54	0,0039
33	10:32:55	0,0039
34	10:32:55	0,0039
35	10:32:56	0,0039

Messwert Nr.	Uhrzeit	Spannung [V]
mocomore in:	[hh:mm:ss]	opainiang [1]
36	10:32:57	0,0039
37	10:32:58	0,0039
38	10:32:58	0,0039
39	10:32:59	0,0039
40	10:33:00	0,0039
41	10:33:00	0,0039
42	10:33:01	0,0039
43	10:33:02	0,0039
44	10:33:02	0,0039
45	10:33:03	0,0039
46	10:33:04	0,0039
47	10:33:04	0,0039
48	10:33:05	0,0039
49	10:33:06	0,0039
50	10:33:07	0,0039
51	10:33:07	0,0039
52	10:33:08	0,0039
53	10:33:09	0,0039
54	10:33:09	0,0039
55	10:33:10	0,0039
56	10:33:11	0,0039
57	10:33:11	0,0039
58	10:33:12	0,0039
59	10:33:13	0,0040
60	10:33:14	0,0039
61	10:33:14	0,0039
62	10:33:15	0,0040
63	10:33:16	0,0040
64	10:33:16	0,0040
65	10:33:17	0,0040
66	10:33:18	0,0040
67	10:33:18	0,0040
68	10:33:19	0,0040
69	10:33:20	0,0041
70	10:33:20	0,0041
71	10:33:21	0,0041
72	10:33:22	0,0042
73	10:33:23	0,0043
74	10:33:23	0,0043
75	10:33:24	0,0044
76	10:33:25	0,0046
77	10:33:25	0,0047
78	10:33:26	0,0048
79	10:33:27	0,0050

Messwert Nr.	Uhrzeit	Spannung [V]
	[hh:mm:ss]	opamiang [1]
80	10:33:27	0,0052
81	10:33:28	0,0054
82	10:33:29	0,0056
83	10:33:30	0,0059
84	10:33:30	0,0062
85	10:33:31	0,0064
86	10:33:32	0,0067
87	10:33:32	0,0070
88	10:33:33	0,0074
89	10:33:34	0,0077
90	10:33:34	0,0080
91	10:33:35	0,0083
92	10:33:36	0,0087
93	10:33:36	0,0091
94	10:33:37	0,0094
95	10:33:38	0,0098
96	10:33:39	0,0101
97	10:33:39	0,0105
98	10:33:40	0,0108
99	10:33:41	0,0112
100	10:33:41	0,0115
101	10:33:42	0,0118
102	10:33:43	0,0122
103	10:33:43	0,0126
104	10:33:44	0,0129
105	10:33:45	0,0132
106	10:33:46	0,0135
107	10:33:46	0,0138
108	10:33:47	0,0141
109	10:33:48	0,0144
110	10:33:48	0,0147
111	10:33:49	0,0149
112	10:33:50	0,0151
113	10:33:50	0,0154
114	10:33:51	0,0156
115	10:33:52	0,0158
116	10:33:52	0,0160
117	10:33:53	0,0162
118	10:33:54	0,0164
119	10:33:55	0,0165
120	10:33:55	0,0167
121	10:33:56	0,0169
122	10:33:57	0,0170
123	10:33:57	0,0171

Messwert Nr.	Uhrzeit [hh:mm:ss]	Spannung [V]
124	10:33:58	0,0173
125	10:33:59	0,0174
126	10:33:59	0,0175
127	10:34:00	0,0176
128	10:34:01	0,0177
129	10:34:02	0,0178
130	10:34:02	0,0179
131	10:34:03	0,0180
132	10:34:04	0,0180
133	10:34:04	0,0181
134	10:34:05	0,0182
135	10:34:06	0,0183
136	10:34:06	0,0183
137	10:34:07	0,0184
138	10:34:08	0,0185
139	10:34:08	0,0185
140	10:34:09	0,0185
141	10:34:10	0,0186
142	10:34:11	0,0186
143	10:34:11	0,0187
144	10:34:12	0,0187
145	10:34:13	0,0188
146	10:34:13	0,0188
147	10:34:14	0,0188
148	10:34:15	0,0189
149	10:34:15	0,0189
150	10:34:16	0,0189
151	10:34:17	0,0189
152	10:34:18	0,0190
153	10:34:18	0,0190
154	10:34:19	0,0190
155	10:34:20	0,0191
156	10:34:20	0,0191
157	10:34:21	0,0191
158	10:34:22	0,0191
159	10:34:22	0,0191
160	10:34:23	0,0191
161	10:34:24	0,0191
162	10:34:24	0,0192
163	10:34:25	0,0192
164	10:34:26	0,0192
165	10:34:27	0,0192
166	10:34:27	0,0192
167	10:34:28	0,0192

Messwert Nr.	Uhrzeit [hh:mm:ss]	Spannung [V]
168	10:34:29	0,0192
169	10:34:29	0,0192
170	10:34:30	0,0192
171	10:34:31	0,0192
172	10:34:31	0,0193
173	10:34:32	0,0193
174	10:34:33	0,0193
175	10:34:34	0,0193
176	10:34:34	0,0193
177	10:34:35	0,0193
178	10:34:36	0,0193
179	10:34:36	0,0193
180	10:34:37	0,0194
181	10:34:38	0,0194
182	10:34:38	0,0194
183	10:34:39	0,0194
184	10:34:40	0,0194
185	10:34:40	0,0194
186	10:34:41	0,0194
187	10:34:42	0,0194
188	10:34:43	0,0194
189	10:34:43	0,0194
190	10:34:44	0,0194
191	10:34:45	0,0194
192	10:34:45	0,0194
193	10:34:46	0,0194
194	10:34:47	0,0195
195	10:34:47	0,0195
196	10:34:48	0,0195
197	10:34:49	0,0195
198	10:34:50	0,0195
199	10:34:50	0,0196
200	10:34:51	0,0196
201	10:34:52	0,0196
202	10:34:46	0,0196
203	10:34:47	0,0197
204	10:34:47	0,0197
205	10:34:48	0,0197
206	10:34:49	0,0197
207	10:34:49	0,0197
208	10:34:50	0,0197
209	10:34:51	0,0197
210	10:34:51	0,0197
211	10:34:52	0,0197

Messwert Nr.	Uhrzeit [hh:mm:ss]	Spannung [V]
212	10:34:53	0,0197
213	10:34:54	0,0197
214	10:34:54	0,0197
215	10:34:55	0,0197
216	10:34:56	0,0198
217	10:34:56	0,0198
218	10:34:57	0,0198
219	10:34:58	0,0198
220	10:34:58	0,0198
221	10:34:59	0,0198
222	10:35:00	0,0198
223	10:35:01	0,0198
224	10:35:01	0,0198
225	10:35:02	0,0198
226	10:35:03	0,0198
227	10:35:03	0,0197
228	10:35:04	0,0197
229	10:35:05	0,0197
230	10:35:05	0,0197
231	10:35:06	0,0197
232	10:35:07	0,0197
233	10:35:08	0,0198
234	10:35:08	0,0197
235	10:35:09	0,0197
236	10:35:10	0,0197
237	10:35:10	0,0197
238	10:35:11	0,0197
239	10:35:12	0,0197
240	10:35:12	0,0197
241	10:35:13	0,0197
242	10:35:14	0,0197
243	10:35:14	0,0197
244	10:35:15	0,0197
245	10:35:16	0,0197

# 12. Danksagung

An erster Stelle danke ich Herrn Dr. Tomas Lang und Herrn Dipl. Ing. Ralph Kensmann, ohne deren gemeinsame Idee dieses faszinierende und vielseitige Thema nicht zutage getreten wäre.

Im Speziellen möchte ich Herrn Dr. Tomas Lang für die Überlassung dieses Dissertationsthemas danken, für die außerordentlich engagierte Betreuung und dafür, dass er mir die Praxisräumlichkeiten für den Laborteil zur Verfügung gestellt hat.

Herrn Dipl. Ing. Ralph Kensmann von der Firma start.design danke ich außerdem für die Beantwortung zahlreicher lichttechnischer Fragen, für die Analyse der Filter und die tatkräftige Unterstützung im Laborteil.

Meinem Doktorvater Prof. Dr. h.c. Peter Gängler danke ich für die professionelle Betreuung, für die äußerst gründliche und gleichzeitig rasante Korrektur dieser Arbeit und die zahlreichen wertvollen Anregungen zu diesem Thema.

Frau Dr. Annette Althaus und Herrn apl. Prof. Dr. Michael Gente von der Universität Marburg danke ich für die umfangreiche Einführung in das von ihnen entwickelte und in dieser Studie verwendete Messsystem und dafür, dass sie es für die Zeit, bis das Messsystem nachgebaut war, zur Verfügung gestellt haben.

Frau Dr. Barbara Jennes danke ich für ihre umfangreiche Unterstützung in Bezug auf die Statistik sowie für die Auseinandersetzung mit und Ideen zu diesem Thema.

Den Firmen Heraeus, Voco und Ivoclar danke ich für die großzügige Überlassung der Composite-Materialien. Insbesondere gilt mein Dank an dieser Stelle Herrn Dr. Andreas Utterodt von der Firma Heraeus, der mir zahlreiche Fragen zu Photochemie, Polymerisation und Testverfahren ausführlich und mit viel Geduld beantwortet hat.

# 13. Lebenslauf

#### Persönliche Daten

Name Halves

Vorname Anna Dorothea

Adresse Hauptstraße 74

58452 Witten

Geburtsdatum 25.04.1986

Geburtsort Hameln

Familienstand ledig

Staatsangehörigkeit deutsch

Eltern Ralph Michael Schröder

Beatrix Halves-Schröder, geb. Evertz

Geschwister Christiane Helene Halves

### Berufstätigkeit

seit 03/2012 Assistenzzahnärztin in der Zahnarztpraxis Elisabeth Janson,

Wetter/Volmarstein

12/2011 Approbation als Zahnärztin

#### Schul- und Hochschulbildung

10/2006 - 12/2011 Studium der Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde an der Privaten

Universität Witten/Herdecke, Witten

Abschluss: Staatsexamen

08/1998 - 06/2005 Kaiser- Wilhelm- und Ratsgymnasium, Hannover

Abschluss: Allgemeine Hochschulreife

# 14. Eidesstattliche Erklärung

anna Dorothea Halves	
Iauptstraße 74	
8452 Witten	
ch versichere an Eides statt, dass ich die zur Erlangung des Doktorgrades der Zahnheilkung	de
orgelegte Dissertation mit dem Thema	
Klinisch experimentelle Testung neuer Lichtfilter für Operationsmikroskope zu	ır
erarbeitung lichthärtender Composite-Materialien"	
elbstständig und ohne fremde Hilfe angefertigt und die in der Arbeit verwendete Literat	ur
ollständig zitiert habe.	
ch habe diese Dissertation weder in dieser noch in einer ähnlichen Form an einer andere	en
Iochschule eingereicht.	
Witten, den	
Anna Halves	