

---

# Forschung · Wissenschaft Recherche · Science

**Editor-in-chief**  
**Chefredaktor**  
**Rédacteur en chef**  
Jürg Meyer, Basel

**Editors**  
**Redaktoren**  
**Rédacteurs**  
Urs Belser, Genève  
Rudolf Gmür, Zürich  
Peter Hotz, Bern

**Assistant Editor**  
**Redaktions-Assistent**  
**Rédacteur assistant**  
Tuomas Waltimo, Basel

## **Advisory board / Gutachtergremium / Comité de lecture**

T. Attin, Zürich  
P. Baehni, Genève  
J.-P. Bernard, Genève  
C.E. Besimo, Basel  
M. Bornstein, Bern  
D. Bosshardt, Bern  
S. Bouillaguet, Genève  
U. Brägger, Bern  
D. Buser, Bern  
M. Cattani, Genève  
B. Ciucchi, Genève  
K. Dula, Bern  
D. Ettlín, Zürich  
G. Eyrich, Zürich  
A. Filippi, Basel  
J. Fischer, Zürich  
L.M. Gallo, Zürich  
U. Gebauer, Bern  
R. Glauser, Zürich  
W. Gnoinski, Zürich  
T. Göhring, Zürich  
K.W. Grätz, Zürich  
Ch. Hämmerle, Zürich

N. Hardt, Luzern  
T. Imfeld, Zürich  
K.H. Jäger, Basel  
J.-P. Joho, Genève  
R. Jung, Zürich  
S. Kiliaridis, Genève  
I. Krejci, Genève  
J.Th. Lambrecht, Basel  
N.P. Lang, Bern  
T. Lombardi, Genève  
H.U. Luder, Zürich  
A. Lussi, Bern  
H. Lüthy, Basel  
C. Marinello, Basel  
G. Menghini, Zürich  
R. Mericske-Stern, Bern  
J.-M. Meyer, Chêne-Bougeries  
A. Mombelli, Genève  
W. Mörmann, Zürich  
F. Müller, Genève  
S. Palla, Zürich  
S. Paul, Zürich  
T. Peltomäki, Zürich

M. Perrier, Lausanne  
B. Pjetursson, Bern  
M. Ramseier, Bern  
M. Richter, Genève  
H.F. Sailer, Zürich  
G. Salvi, Bern  
J. Samson, Genève  
U.P. Saxer, Zürich  
J.-P. Schatz, Genève  
S. Scherrer, Genève  
P. Schüpbach, Horgen  
J. Türp, Basel  
H. van Waes, Zürich  
P. Velvart, Zürich  
T. von Arx, Bern  
F. Weber, Zürich  
R. Weiger, Basel  
A. Wichelhaus, Basel  
A. Wiskott, Genève  
H.F. Zeilhofer, Basel  
N.U. Zitzmann, Basel

**Publisher**  
**Herausgeber**  
**Editeur**  
Schweizerische Zahnärzte-Gesellschaft SSO  
Société Suisse d'Odonto-Stomatologie  
CH-3000 Bern 7

**Adresse der wissenschaftlichen Redaktion**  
Prof. Jürg Meyer  
Universitätskliniken für Zahnmedizin  
Institut für Präventivzahnmedizin und Orale Mikrobiologie  
Hebelstr. 3  
4056 Basel

# PVD-Beschichtung für verbesserte Retention glasfaserverstärkter Wurzelkanalstifte

## Zusammenfassung

Wurzelkanalstifte aus Faserverbundwerkstoffen erreichen aufgrund ästhetischer und biomechanischer Vorzüge eine zunehmende klinische Bedeutung. Zudem verfügen sie im Vergleich zu Stiften aus Metall oder Keramik über den Vorteil, dass sie bei Bedarf relativ einfach wieder entfernt werden können. Zur adhäsiven Eingliederung sollte nicht nur der Wurzelkanal, sondern auch die Oberfläche des faserverstärkten Kompositstiftes konditioniert werden. Die erforderliche Stiftkonditionierung wird bislang noch am Stuhl vorgenommen. Dieser Vorgang verzögert einen flüssigen Behandlungsablauf und birgt das Risiko von Anwendungsfehlern in sich. Der Wurzelkanalstift kann jedoch mit modernen Beschichtungstechnologien auch «herstellereitig» vorkonditioniert werden. Im Rahmen einer In-vitro-Untersuchung wurden die Wurzelkanalstifte für die «herstellereitige» Konditionierung durch intensives Reinigen oberflächenaktiviert, PVD-beschichtet und mit einer glasklaren konservierenden Schutzschicht versehen. Diese leicht abwaschbare Schutzschicht schützt die PVD-Beschichtung vor Kontamination und ermöglicht so die Lagerung und Einprobe der Stifte. Die Funktion der Schutzschicht ist unabhängig von der Art des Befestigungskomposits (seiner Zusammensetzung, selbst-/licht-/dualhärtend). Zur Verifizierung der Verbundstabilität unter simulierten klinischen Bedingungen wurde die Auszugskraft nach bis zu 180-tägiger Lagerung in physiologischer Kochsalzlösung bei Mundtemperatur untersucht.

Schweiz Monatsschr Zahnmed 116: 992–999 (2006)

Schlüsselwörter: Glasfaserstifte, Adhäsivtechnik, Oberflächenkonditionierung, PVD-Beschichtung, Kontamination

Zur Veröffentlichung angenommen: 21. Juli 2006

## Korrespondenzadresse:

Univ.-Prof. Dr. rer. nat. R. Marx, Dipl.-Physiker  
Universitätsklinikum Aachen, Lehr- und Forschungsgebiet  
zahnärztliche Werkstoffkunde  
Pauwelsstrasse 30, D-52057 Aachen  
Tel. und Fax +49/(0)241-8088266  
E-Mail: marx@rwth-aachen.de

DANIEL EDELHOFF<sup>1</sup>, MICHAEL WEBER<sup>2</sup>,  
HUBERTUS SPIEKERMANN<sup>2</sup> und RUDOLF MARX<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik, Ludwig-Maximilians-Universität, München

<sup>2</sup> Klinik für Zahnärztliche Prothetik, Universitätsklinikum der RWTH Aachen

## Einleitung

Neben biomechanischen und ästhetischen Vorzügen im Vergleich zu metallischen (NERGIZ et al. 2002b) oder keramischen Wurzelstiften (PAUL & WERDER 2004) zeigen Stifte aus faserverstärktem Komposit ein elastisches und lichtoptisches (Zahnfarbe, Transluzenz) Verhalten, das gut an das des Zahnes angeglichen ist. Faserverstärkte Wurzelkanalstifte auf Komposit- oder Epoxidharzbasis (Fibre Reinforced Composite = FRC) bieten darüber hinaus den wichtigen Vorteil, dass nach einer Fraktur Fragmente

leicht zu entfernen sind (DE RIJK 2000, MONTICELLI et al. 2003). Ihre dauerhafte Ermüdungsfestigkeit ist inzwischen gut untersucht und steht nicht in Zweifel (REID et al. 2003).

Der Elastizitätsmodul  $E$  der hier zu untersuchenden Wurzelkanalstifte (DT Light Post® bzw. DT Light SL®; Vertrieb: VDW Endodontic Systems GmbH, München; Hersteller: RTD, St-Egrève, Frankreich) beträgt 15 GPa (KAMPE 2005; andere Wurzelkanalstiftsysteme aus glasfaserverstärktem Kunststoff haben ganz ähnliche Elastizitätsmoduli) und liegt damit sehr nahe bei dem des Dentins ( $E = 13$  GPa), allerdings deutlich unterhalb dem des Schmelzes ( $E = 47$  GPa; MARX 2003). Steife Stiftmaterialien wie Metalllegierungen und Keramik, insbesondere Zirkoniumdioxid ( $E = 210$  GPa; MARX 2003), haben um mindestens eine Grössenordnung höhere Elastizitätsmoduli (mit Ausnahme von unlegiertem Titan; hier liegt der Elastizitätsmodul bei etwa 100 GPa; ZWICKER 1974). Dieser Unterschied kann zu Wurzelfrakturen führen (MONTICELLI et al. 2003). Ziel muss es sein, eine isoelastische Einheit aus Dentin, Stift und Aufbau zu bilden, um die mechanische Belastung gleichmässig auf die Restzahnsubstanz zu verteilen (KAMPE 2005; gegenteilige Aussage: PAUL & WERDER 2004).

Die vorliegende Untersuchung ist fokussiert auf ein FRC-Stiftsystem auf Epoxidharzbasis. Vor der adhäsiven Eingliederung derartiger Stifte muss das Dentin des Wurzelkanals konditioniert werden (MONTICELLI et al. 2003). Für die Modalitäten der adhäsiven Befestigung stiftseitig gibt es bisher keine allgemein gültigen Richtlinien. Der dauerhafte Verbund zwischen Wurzelkanalstift und Befestigungssystem kann aber massgeblich zum Erfolg der Rekonstruktion unter kaufunktioneller Belastung beitragen (WRBAS et al. 2005). Um die Retention zum Befestigungskomposit zu erhöhen, wird die Oberfläche des Wurzelkanalstiftes fast immer konditioniert (WRBAS et al. 2006).

Die Konditionierung sowohl *zahn-* als auch *stiftseitig* wird derzeit noch am Stuhl vorgenommen. Diese Massnahme kann den flüssigen klinischen Behandlungsablauf stören. Zudem birgt die am Stuhl vorgenommene Konditionierung vermeidbare Risiken in sich, die bei einer stiftseitigen Konditionierung durch den Hersteller zum Teil vermieden werden können.

Die vom Hersteller empfohlene Konditionierung des DT-Light-Post-Systems besteht aus einer «Prime&Bond»-Schicht, die nach dem Auftrag mit Licht zu härten ist. Dieser Schritt kann vermieden werden, indem die Oberfläche des Wurzelkanalstiftes mit moderner PVD (Physical-Vapour-Deposition)-Beschichtungstechnologie konditioniert wird. Eine «herstellereitige» Konditionierung setzt voraus, dass die Wirksamkeit der Konditionierung während der durch den Hersteller angegebenen Lagerfrist unverändert erhalten bleibt, dass also auf dem Weg zwischen Herstellung, Zwischenlagerung und Anwendung beim Patienten keine Deaktivierung erfolgt. Durch diese durch die Praxis gegebene Forderung scheidet ein breites Spektrum von industriellen Konditionierungsverfahren aus, z.B. die für viele Materialien, insbesondere auch Kunststoffe und Gläser, so wirksame Plasmaaktivierung (HABENICHT 1990).

Die Plasmaaktivierung bleibt aber nur Minuten oder höchstens Stunden wirksam, da durch Wechselwirkung mit der umgebenden Atmosphäre die Aktivierung allmählich verloren geht und schliesslich wieder der (inaktive) Ausgangszustand erreicht wird. Dieser Mangel haftet tendenziell jeder «herstellereitigen» Konditionierung an, es sei denn, es gelänge, den «herstellereitigen» bewirkten Aktivierungszustand praxisgerecht zu konservieren. Eine solche Konservierung ist in der Tat möglich, indem nach der Aktivierung auf das der Aktivierung dienende Schichtsystem eine sehr dünne, die Passgenauigkeit des Stiftes nicht in Frage

stellende «Schutzschicht» aufgetragen wird, die nach der Polymerisation chemisch und mechanisch widerstandsfähig ist, z.B. gegen Kontamination durch Speichel und Blut, und der Voraussetzung genügt, mit den gängigen Befestigungskompositen auf BisGMA- und UDMA-Basis kompatibel zu sein und deshalb einpolymerisiert zu werden. Ohne diese Schutzschicht würde die PVD-Beschichtung auch ohne Kontamination durch Kontakt mit Luftbestandteilen (Feuchtigkeit, Oxidation) nach einigen Stunden unwirksam. Es besteht insofern eine gewisse Analogie zwischen dem hier angestrebten und – wie die Auszugstests zeigen werden – zielführenden Mechanismus der Interdiffusion der Monomere des Befestigungskompositen in die MMA-haltige Schutzschicht und der von MANNOCCI et al. (2005) beschriebenen Penetration von Monomeren aus Adhäsivsystemen in die Matrix von PMMA-haltigen Glasfaserstiften.

Die hier angewendete Schutzschicht haftet auf der  $\text{SiO}_2$ -Schicht durch molekuläre Kräfte, vermittelt durch das auf die Schutzschicht abgestimmte Silan, unterstützt durch die nach der Aktivierung raue Stiftoberfläche. Auf diese Weise kann eine Monate oder Jahre dauernde Zeitspanne (Versand, Lagerung) zwischen der Fertigung des Stiftes und der Anwendung am Stuhl überbrückt werden. Nach der Einpolymerisation bilden Befestigungskomposit und diese Schutzschicht chemisch eine Einheit. Dies setzt aber voraus, dass die Schutzschicht aus Monomeren besteht, die entweder mit denen des Befestigungskompositen identisch oder ihnen sehr ähnlich sind (MARX & FISCHER 2002).

Hier werden also beide von MANNOCCI et al. (2005) beschriebenen Mechanismen zur Steigerung der Haftfestigkeit zwischen Befestigungskomposit und Wurzelkanalstift realisiert: die Textur der Stiftoberfläche bedingt durch eine und verbunden mit einer intensiven Reinigung und Oberflächenaktivierung *und* die Interdiffusion von Monomeren des Befestigungskompositen in die MMA-haltige Schutzschicht.

Ziel der vorliegenden In-vitro-Untersuchung ist es, die Dauerhaftigkeit der Verbundstabilität des PVD-Beschichtungsverfahrens unter simulierten klinischen Bedingungen zu überprüfen. Ferner sollte überprüft werden, ob Kontaminierungen leicht zu entfernen sind und inwieweit die Schutzschicht die Auszugskraft weitgehend unabhängig von der Art des verwendeten Befestigungskompositen macht. Letzteres ist eine wichtige Voraussetzung für die klinische Akzeptanz, denn der Anwender sollte in der Auswahl des Befestigungskompositen, das am besten seinen Erfahrungen, Gewohnheiten und individuellen Ansprüchen genügt, nicht eingeschränkt sein (MONTICELLI et al. 2003).

Es ist plausibel, anzunehmen, dass vorzugsweise dualhärtende Kompositen einzusetzen sind, damit auch in den tieferen Regionen des Wurzelkanals eine durchgehende Aushärtung erzielt wird. Dem widerspricht allerdings eine klinische Studie, die gezeigt hat, dass die Art der Aushärtung keinen Einfluss auf den klinischen Erfolg haben sollte (MONTICELLI et al. 2003).

## Material und Methode

Die Stifte des ausgewählten DT-Light-Post-Systems (alle hier gemachten Angaben beziehen sich auf Grösse 2) bestehen aus einer Epoxidharz-Matrix, verstärkt mit dicht gepackt in der Achse des Stiftes verlaufenden Quarzglasfasern (Hauptbestandteil  $\text{SiO}_2$ ) der Dicke 14  $\mu\text{m}$  (Faser- zu Matrixgewicht 3:1). Die Fasern sind für eine verbesserte Haftung mit der Epoxidumgebung konditioniert (KAMPE 2005). Der Stift ist doppeltkonisch (NERGIZ et al. 2002b).

Die Wurzelkanalstifte wurden durch intensives Reinigen mit 10%iger HF (90 Sekunden) «oberflächenaktiviert» (Abb. 1). Nach

der Flusssäurebehandlung zeigte sich eine minimal abgetragene und deshalb saubere, für den PVD-Silikatauftrag sachgerecht vorbereitete hochretentive Oberfläche (Abb. 1).

Neben der Flusssäurebehandlung wurden auch Versuche gemacht, die HF-Behandlung durch eine Wasserstoffperoxidbe-

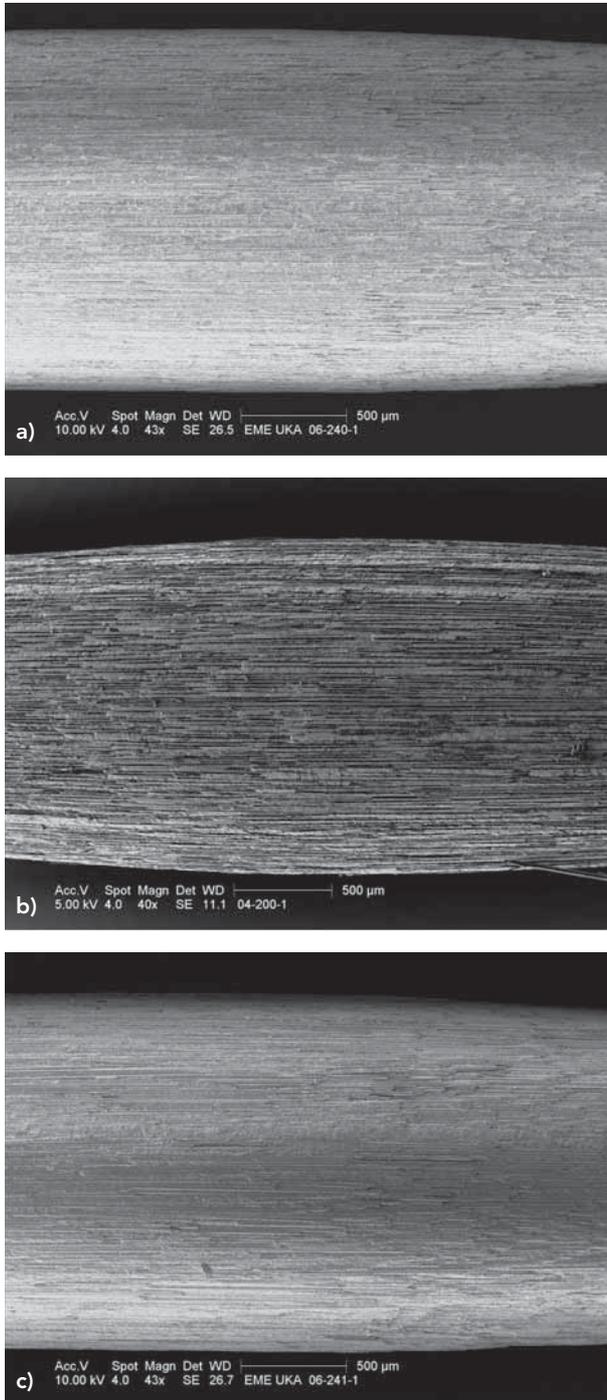


Abb. 1 REM-Aufnahmen der Stiftoberfläche (DT Light Post), unbehandelt a) und nach Aktivierung mit HF b) bzw. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> c). Die Flusssäure ätzt in erster Linie die oberflächennahen Quarzglasfasern an, und es ergibt sich eine insgesamt ausgeprägtere Textur als bei H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

handlung (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) zu ersetzen (VANO et al. 2006). Die in dieser Arbeit demonstrierte schonende Texturierung der Oberfläche konnte hier ebenfalls nachgewiesen werden (Abb. 1), allerdings wird sich herausstellen, dass in Verbindung mit Prime&Bond NT eine deutlich niedrigere Auszugskraft erreicht wird.

Auf die durch die Flusssäurebehandlung vorbereitete Oberfläche wurde in einer PVD-Anlage (Eigenbau; MARX & FISCHER 2002, MARX et al. 2004) im Hochvakuum ( $p = 2 \cdot 10^{-5}$  mbar) bei 1130 °C Quelltemperatur Silikat aufgedampft. Als Silikatquelle diente ein Tantal/Molybdän-Schiffchen, gefüllt mit SiO<sub>x</sub> (Siliziumoxid, Balzers Materials, Liechtenstein), mit einer schornsteinförmigen Öffnung, aus der die SiO<sub>x</sub>-Teilchen als Dampfstrahl austreten und auf der Oberfläche des Wurzelkanalstiftes als dünne, gleichmässige Schicht kondensieren. Für eine gleichmässige Schichtdicke wurden die büstenförmig aufgestellten Wurzelkanalstifte entlang der Achse der Halterung und in zwei Stellungen um diese Achse mithilfe einer Dreiachssteuerung im SiO<sub>x</sub>-Dampfstrahl bewegt. Die Schichtdicke betrug  $300 \pm 50$  nm, gemessen mit einem interferometrischen Verfahren (UV/VIS-Spektrometer Lambda 35, Perkin Elmer, Boston, USA) an einem mitlaufenden Spiegelclip. Aus dem Abstand zweier Interferenzminima oder -maxima, durch Reflexion an diesem Spiegelclip erzeugt, ergibt sich die Schichtdicke.

Anschließend wurde Silan (Espe Sil, 3M ESPE, Seefeld) aufgetragen und nach Abdampfung des Lösungsmittels (Alkohol) das auf dem Stift befindliche Schichtsystem mit einer transparenten, vorwiegend aus MMA bestehenden, hochglänzenden und deshalb schmutzabweisenden Schutzschicht im Tauchverfahren abgedeckt. Die Schutzschicht wurde unter Vakuum ( $p = 10^{-1}$  mbar) mit Licht, das einen hohen blauen Spektralanteil hat, ausgehärtet (Polymerisationszeit 5 Minuten). Die Mohshärte der Schicht betrug danach etwa 2, gemessen an einem Stift, willkürlich aus jeweils einer Charge herausgegriffen. Die Bestimmung der Mohshärte dient als einfache Kontrolle, ob die Schutzschicht ausgehärtet ist.

Zur Verifizierung der dauerhaften mechanischen Stabilität insbesondere unter simulierten Mundbedingungen wurde die Auszugskraft (unbeschichtet, beschichtet nach Herstellerangaben, PVD-Beschichtung nach H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>- und HF-Aktivierung der Oberfläche, verschiedene Befestigungskomposits, Kontamination mit Rinderblut, Fehlbehandlung der Beschichtung) nach bis zu 180-tägiger Lagerung in physiologischer Kochsalzlösung bei 37 °C im Vergleich zu diesen Werten ohne diese Belastung gemessen.

Die Lagerung der unbeschichteten Stifte wurde nach nur einem Monat abgebrochen, da schon nach dieser kurzen Zeitspanne ein gravierender Abfall der Auszugskraft stattgefunden hatte.

Abbildung 2 zeigt die Versuchsanordnung für die Auszugskraft, die sich selbst erklärt. Der (untere) PMMA-Zylinder (später wegen der höheren Festigkeit ein nicht transparenter Technovit-Zylinder [auf PMMA-Basis, Heraeus-Kulzer, Wehrheim]) hatte wegen der in die Wurzelkanalstifte am oberen Stifende eingravierten Markierungsringe genügend Retention und garantierte eine gute körperliche Fassung der druckempfindlichen Stifte ohne die Gefahr einer Gefügeschädigung der Stifte. Die (obere) Messingschraube mit Bohrung erwies sich allerdings im Laufe der Untersuchungen bei überwiegend oder ausschliesslich lichthärtenden Befestigungskomposits als ungeeignet, da das zum Festsetzen des Wurzelkanalstiftes verwendete Komposit (erfasst wurde das apikale Drittel des Wurzelstiftes, also 6 mm) wegen der mangelnden Lichtdurchlässigkeit der Messingschraube nicht immer ganz durchhärtete. Deshalb wurde in einer späteren Phase (als auch ausschliesslich lichthärtende Befestigungskomposits in die Untersuchung einbezogen wurden; z. B. «X-Flow»)

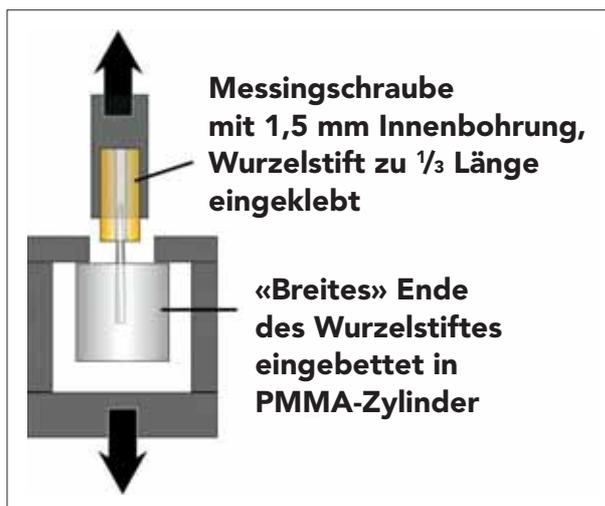


Abb. 2 Versuchsanordnung zutreffend für DualCement (Ivoclar-Vivadent); für X-Flow und andere ausschliesslich lichthärtende Kompositen musste diese wie im Text beschrieben modifiziert werden.

der obere Teil der Versuchsanordnung modifiziert, indem aus dem Komposit um das apikale Drittel des Stiftes eine hantelförmige Verdickung modelliert wurde, die sich leicht durchgehend lichthärten liess. Für den Auszugstest wurde diese Hantel dann analog zur unteren Seite mit Technovit gefasst. Die Proben wurden bis zum Versagen des Verbundsystems «Wurzeldentinersatz»/ Befestigungskomposit/Stift belastet.

Hinsichtlich der zylindrischen Bohrung in der Messingschraube wurde vorübergehend in Erwägung gezogen, diese durch eine konische Bohrung entsprechend der Konizität der Stifte zu ersetzen. Diese Überlegung wurde nicht weiterverfolgt, weil die Messingschraube wie oben beschrieben nur für einen eingeschränkten Kreis von Messungen am Anfang der Untersuchungen eingesetzt wurde (DualCement als Befestigungskomposit).

## Resultate

Abbildung 3 zeigt beispielhaft zwei Wurzelkanalstifte, der obere ist beschichtet (nur der koronale Bereich ist ausgespart; dieser Bereich wird am Stuhl individuell abgelängt), der untere unbeschichtet. Die O-Ringe dienen hier der Grössencodierung (alternativ waren bei dem hier untersuchten System eingravierte Ringe üblich). Man sieht deutlich die glänzende oberflächliche Schutzschicht, die in das Befestigungskomposit einpolymerisieren und so ein schlüssiges Verbundsystem zwischen der aktivierten Oberfläche des Wurzelkanalstiftes, seiner Silikatisierung, also der  $\text{SiO}_x$ -Schicht und dem Wurzeldentin herstellen kann. Die konservierende Schutzschicht hat eine Dicke von  $10 \pm 5 \mu\text{m}$  (Abb. 4), ist sehr gleichmässig reproduzierbar und stellt die Passgenauigkeit nicht infrage, weil sie im Toleranzbereich liegt, der für den Durchmesser der Stifte ermittelt wurde ( $20 \pm 5 \mu\text{m}$ ). Dies steht im Gegensatz zur Prime&Bond-NT-Schicht, die – weil vor dem Einsetzen schon lichtgehärtet – bei nicht sachgerechtem ungleichmässigem Auftrag die Passgenauigkeit beeinträchtigen kann.

Der bläuliche Farbschimmer auf der Oberfläche des oberen Stiftes ist durch Interferenzerscheinungen an der  $\text{SiO}_x$ -Schicht verursacht. Analoge Interferenzerscheinungen auf einem mitlaufenden Spiegelclip dienen der Bestimmung der Schichtdicke.



Abb. 3 Stifte (DT Light Post) mit  $\text{SiO}_x$  beschichtet mit konservierendem Lackauftrag (oben) vs. Stift ohne Beschichtung und ohne diesen Lack. Bläulicher Schimmer: Interferenzfarbe der Silikatschicht.

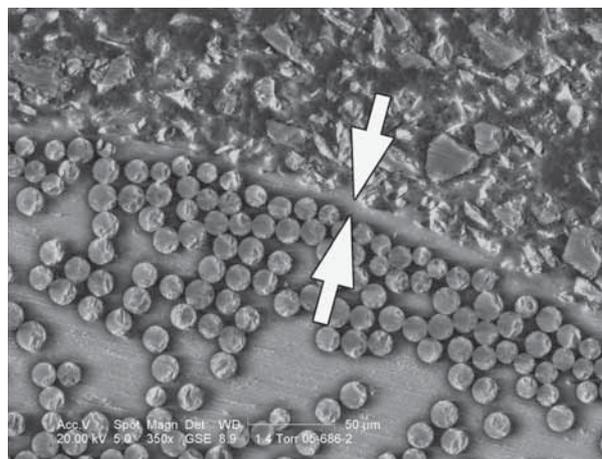


Abb. 4 REM-Aufnahme des Querschnitts eines glasfaserverstärkten Wurzelkanalstiftes (DT Light Post, in Technovit® 4002 [Heraeus-Kulzer, Werheim, Deutschland] eingebettet, Ausschnitt). Die konservierende Schutzschicht ist der durch Pfeile gekennzeichnete Saum zwischen den Glasfasern bzw. der Epoxidharzmatrix und der grobkörnig gefüllten Struktur des Technovits. Dicke der Lackschicht  $10 \pm 5 \mu\text{m}$  (aus Grössenvergleich zu den Glasfasern: Dicke  $10 \dots 15 \mu\text{m}$ ).

Tabelle I zeigt den Vergleich der Auszugskräfte «ohne Anätzung der Oberfläche vs. Anätzung der Oberfläche mit Wasserstoffperoxid bzw. Fluorwasserstoffsäure».

Tabelle II zeigt die Auszugskraft im Vergleich ohne/mit  $\text{SiO}_x$ -Beschichtung, konditioniert nach Herstellerangaben (Prime&Bond NT; mittlere Gruppe), und beschichtet, ohne den Prime&

Tab. I Einfluss Säurebehandlung der Stiftoberfläche

	ohne Ätzung [MPa]	$\text{H}_2\text{O}_2$ (20%, 10 Min.) [MPa]	HF (10%, 2 Min.) [MPa]
Mittelwert	208,7	211,7	252,3
SD	16,7	17,9	49,3

Auszugskraft. Mittelwert aus jeweils fünf Einzelmessungen, DT Light Post, mit Prime&Bond NT konditioniert, mit Variolink II zementiert

Tab. II Einfluss der Oberflächenbeschichtung

	unbeschichtet DualCement [MPa]	Prime&Bond NT DualCement [MPa]	PVD-beschichtet DualCement [MPa]
0 d	179,7 (9,4)	243,0 (17,4)	377,6 (26,6)
180 d	138,0 (11,8)	201,7 (13,1)	425,8 (12,2)

Auszugskraft. Mittelwert aus jeweils fünf Einzelmessungen, DT Light Post, SD in Klammern. Prime&Bond-NT-Konditionierung vs. PVD-Silikatbeschichtung mit Schutzlackauftrag im Vergleich zu «unbeschichtet», einzementiert mit Dual-Cement

Bond-NT-Schritt (rechte Gruppe). Mit der Beschichtung nach Herstellerangaben werden eine 35%ige Erhöhung der Auszugskraft und eine gewisse Stabilisierung in hydrolytischer Umgebung gegenüber dem unbeschichteten Zustand erreicht; die PVD-Beschichtung bewirkt eine weitere Steigerung um mindestens 50% und eine deutliche Stabilisierung in hydrolytischer Umgebung.

Tabelle III zeigt Auszugstests mit einer Auswahl von typischen Befestigungskompositen (mittlerer Block), ferner einer Auswahl typischer Fehlbehandlungen (z. B. Schutzschicht wird zusätzlich mit Silan oder/und Prime&Bond NT behandelt) oder nach Kontamination (unterer Block). Als Referenz dienen die Auszugskräfte ohne Schichtsystem (oberer Block).

Tabelle IV zeigt Auszugstests nach weiteren Fehlbehandlungen (z. B. Auftragen eines zusätzlichen Haftvermittlers auf die Schutzschicht), Autoklavieren oder den Einfluss erhöhter Lagertemperaturen, als Referenz dient der Wert «wie beschichtet».

Allgemein wurde beobachtet, dass die am wenigsten belastbare Grenzfläche jene zwischen der konservierenden Schutzschicht und der Oberfläche des Wurzelkanalstiftes ist, denn beim Auszug erfolgte das Versagen meist dort. Lediglich bei den Prüflingen, bei denen die konservierende Schutzschicht kontaminiert oder sonst zusätzlich verändert wurde (z. B. durch Autoklavieren, Abreiben mit Alkohol, [nicht sachrechtes] Auftragen von Silan usw.) verschob sich das Versagen in die Grenzfläche zwischen Schutzschicht und Befestigungskomposit.

Tab. III Einfluss verschiedener Zemente, Kontamination, Fehlbehandlung

	ohne, mit Konditionierung/ verschiedene Zemente/ Kontamination, Fehlbehandlung	Mittelwert [MPa]	SD [MPa]
unbeschichtet, einzementiert mit Variolink	wie geliefert	179,8	9,4
	Prime&Bond NT	208,7	16,7
	Silan, Prime&Bond NT	232,4	18,2
PVD-beschichtet, einzementiert mit dem angegebenen Zement	Variolink II hochviskos (Ivoclar)	355,4	21,3
	Multilink Automix transp. (Ivoclar)	362,7	38,5
	2bond2 (Heraeus Kulzer)	355,3	31,5
	Panavia F 2.0 (Kuraray)	360,6	19,7
	RelyX ARC A1 (3M ESPE)	344,3	29,2
	DuoLink REF A-19020P (Bisco)	350,2	42,5
	Calibra normalviskos (Dentsply)	335,9	25,1
	X-Flow (Dentsply)	460,6	8,9
PVD-beschichtet, einzementiert mit Variolink	Rinderblutkontamination, Ethanol	272,1	14,8
	Silan	343,7	31,2
	Prime&Bond NT	332,5	27,4
	Silan, Prime&Bond NT	337,9	32,0

Auszugstest. Mittelwerte aus jeweils fünf Einzelmessungen, DT Light Post. Prüfung des Schichtsystems auf seine Kompatibilität mit verschiedenen Kompositen (mittlerer Block), der Möglichkeit, die Schicht nach Kontamination mit Ethanol zu reinigen (10-minütige Kontamination mit Rinderblut/Knochenmehl-Gemisch; unterer Block), und der Toleranz gegen Fehlbehandlung (zusätzlicher, nicht sachgerechter Auftrag von Prime&Bond NT, Silan; unterer Block). Referenz «wie geliefert» etc. (oberer Block)

Tab. IV Lagerstabilität, Fehlbehandlung durch zusätzlichen Primer-/Bonder-Auftrag auf die Schutzschicht, Autoklavierbarkeit

	Anzahl der Tests	Mittelwert [MPa]	SD [MPa]
wie PVD-beschichtet	6	365,7	30,6
7 d, 37 °C Lagerung	5	343,7	31,7
2 d, 50 °C Lagerung	2	333,5	21,9
7 d, 50 °C Lagerung	3	313,4	27,1
<b>Excite-Haftvermittler</b>			
(Ivoclar)	5	336,2	25,4
Scotch Primer (3M Espe)	5	349,0	27,5
Scotch Adhesive (3M Espe)	5	354,6	24,9
Clearfill Primer (Kuraray)	5	365,0	42,0
Clearfill Bonder (Kuraray)	5	347,6	21,4
Autoklav, 132 °C, 15 min unbeschichtet, 37 °C, 28 d in H <sub>2</sub> O	4	315,8	15,0
	4	138,0	11,8

Auszugstest. DT Light Post. Prüfung des Schichtsystems auf Lagerstabilität (z. B. bei erhöhten Temperaturen von 37 °C und 50 °C), der Autoklavierbarkeit und der Toleranz gegen Fehlbehandlung (zusätzlicher, nicht sachgerechter Auftrag von Haftvermittlern, Primern und Bondern). Referenz «wie PVD-beschichtet». Die Wurzelkanalstifte wurden mit dem Komposit Variolink II einzementiert.

## Diskussion

Ziel dieses Vorhabens war es, eine Vereinfachung des Behandlungsablaufes bei der adhäsiven Befestigung von FRC-Wurzelkanalstiften zu erreichen. Dies bedeutet, dem praktisch tätigen Zahnarzt am Stuhl die Möglichkeit zu geben, sich ganz auf die unabdingbare Konditionierung des Wurzelkanalstiftes und danach auf das Einsetzen des Wurzelkanalstiftes zu konzentrieren; es war nicht das primäre Ziel dieses Vorhabens, eine Verbesserung der Auszugskraft zu erreichen, denn mit dem gemäss Herstellerempfehlungen verwendeten Prime&Bond-NT-Schritt werden bereits Auszugskräfte erreicht, die im Hinblick auf die weniger stabile Anbindung an das Wurzelknochen als ausreichend

angesehen werden könnten. Ohne den Prime&Bond-NT-Schritt und ohne Beschichtung werden allerdings Auszugskräfte erreicht, die möglicherweise entweder unzureichend sind oder im unteren Grenzbereich des zu Fordern den liegen, besonders nach hydrolytischer Belastung. Bereits nach einmonatiger hydrolytischer Belastung sinkt die Auszugskraft von 180 N auf 138 N ab (Tab. II: linke Spalte).

Die konservierende Schutzschicht mit der darunter liegenden PVD-Beschichtung ermöglicht gegenüber der Prime&Bond-NT-Behandlung eine 20- bis 50%ige Verbesserung der Auszugskraft. Dies wird besonders nach hydrolytischer Belastung deutlich (Vergleich der unteren Zeile in Tab. II). Dies ist ein im Sinne zusätzlicher Systemsicherheit erwünschter Effekt. Klinisch wird allerdings beobachtet, dass die wichtigste Versagensursache der Verlust der Adhäsion zwischen dem Befestigungskomposit und der Wurzelkanalwand ist (MONTICELLI et al. 2003). Leider ist den Autoren keine Literaturreferenz bekannt, in der eine Mindestanforderung an die Auszugskraft diskutiert wird, also welche Retentionswerte für einen dauerhaften Verbund adhäsiv befestigter Faserstifte klinisch zu fordern sind. Solange dieser Zustand fortbesteht, ist es zweckmässig, stets die höchste erreichbare Auszugsfestigkeit anzustreben.

Wie beschrieben, würde ohne die beschriebene Schutzschicht die Wirkung der PVD-Schicht innerhalb kurzer Zeit durch Kontamination aus der Luft deaktiviert; aus dem gleichen Grunde wäre eine Einprobe des Stiftes am Stuhl nicht möglich.

Aus Tabelle I ergibt sich auch, dass zumindest bei Anwendung von Prime&Bond NT die Flusssäurebehandlung in höheren Auszugswerten resultiert. Dies steht im Gegensatz zu anderen in der Literatur dokumentierten Ergebnissen (VANO et al. 2006). Allerdings ergab sich für andere Komposite (UniFil & Gradia, GC, Tokio, Japan), die hier nicht untersucht wurden, die umgekehrte Aussage.

Pilotversuche, diese Reinigung und Aktivierung mittels einer Glimmentladung oder Plasmabehandlung vorzunehmen, wurden zugunsten einer kurzen Behandlung mit verdünnter Flusssäure (VANO et al. 2006) aufgegeben, da die Behandlung im Hochspannungsfeld grossen Aufwand bedeutete und zudem unklar war, welche Folgen die intensive, begleitende UV-Strahlung für eine eventuelle, unerwünschte Alterung der Epoxidharz-Matrix mit den eingebetteten Quarzglasfasern hat.

Tabelle III demonstriert, dass die Schutzschicht mit einer grossen Zahl von gängigen Befestigungskompositen kompatibel ist. In Verbindung mit Tabelle IV ergibt sich darüber hinaus, dass die hochglänzende, lackartige Schutzschicht für eine hohe Toleranz gegenüber Fehlbehandlung sorgt. Es ist möglich, die Schicht nach Kontamination mit Alkohol zu reinigen und im Autoklaven zu sterilisieren. Beides wird allerdings mit einer Abnahme der Auszugskraft erkauf.

Die Einprobe, wichtig u. a. wegen der fast immer notwendigen Längen Anpassung, wird durch das Vorhandensein der Schutzschicht erleichtert, denn wegen der Beständigkeit gegen Alkohol lässt sich eine Blut- und Speichelkontamination durch Abreiben leicht beheben. Die Schicht ist zwar im Autoklaven sterilisierbar, die Sterilisation geht jedoch bei einer eventuellen Einprobe verloren; eine nachträgliche Desinfektion lässt sich jedoch durch Abreiben mit Alkohol (z. B. 70%iger Ethanol) auf einem geeigneten Trägermaterial wie Kunststoffpellets (z. B. Pele Tim No 1, Voco, Cuxhaven, Germany) erreichen.

Eine aufwändigere Alternative wäre die adhäsive Zementierung in stiftformkongruente künstliche Wurzelkanäle boviner Dentinproben gewesen (WRBAS et al. 2006). Da in diesem Falle die Unterschiede aber primär in der dentinseitigen Retention bestehen

würden, wurde von der aufwändigen Präparation dieser Dentinproben abgesehen und auf die oben beschriebenen künstlichen «Wurzelkanäle» zurückgegriffen.

Als Mass für die Retention der Wurzelstifte wurde die axiale Auszugskraft definiert. Dies ist in Übereinstimmung mit den Versuchsanordnungen vieler anderer Autoren (KAMPE 2005, NERGIZ et al. 2002a&b, WRBAS et al. 2006) und beansprucht die Verbundgrenzfläche zwischen Komposit und Wurzelkanalstift auf Zug- und Scherkräfte, wobei wegen der Konizität der Stifte die Zugkräfte im Vordergrund stehen. Adhäsion lässt sich am ehesten im Zugversuch überprüfen, wobei die Aussage für die Adhäsion umso spezifischer ist, je mehr sich der Winkel zwischen der die Adhäsion vermittelnden Fläche und der Zugrichtung einem rechten (90°) Winkel nähert (MARX & HAASS 1992, WRBAS et al. 2006). Der axiale Zugversuch wird zur Überprüfung der Retention in der Literatur als relevant angesehen (KAMPE 2005; dort auch eine Vielzahl weiterer Literaturbelege), wobei die gemessene Auszugskraft umso kleiner sein wird, je grösser der Konizitätswinkel ist, denn grössere Winkel bedingen beim Ausziehen weniger Friktion an den Wänden (NERGIZ et al. 2002a). Alternativ werden zu dem hier favorisierten Auszugstest, der naturgemäss, weil axial über alle Regionen des Wurzelkanals mittelnd, ein sehr pauschaler Test ist, «Micro» (Tensile- und Push-Out)-Tests (Zug- und Druck-Tests) vorgeschlagen (GORACCI et al. 2004, VANO et al. 2006). Diese Tests sollten einerseits sehr gut geeignet sein, bestimmte Details der Retention besonders in den verschiedenen Regionen des Wurzelkanals aufzuklären, erfordern aber andererseits einen viel höheren labortechnischen Aufwand.

Bisher wurden SiO<sub>x</sub>-Schichten im zahnmedizinischen Bereich vorzugsweise auf Metallen zur randdichten Verblendung und sporadisch auch auf Keramiken zur Verbesserung des Verbundes zu einem Befestigungskomposit eingesetzt. Die hier vorgeschlagene Anwendung bei Wurzelkanalstiften stellt eine Erweiterung des Spektrums der Anwendungsmöglichkeiten im zahnmedizinischen Bereich dar. Dass SiO<sub>x</sub> auch auf dem Kunststoffanteil des Wurzelkanalstiftes (Epoxidharzpolymer) sehr gut haftet, überrascht nicht, denn hauchdünne SiO<sub>x</sub>-Schichten werden seit Jahren in der Verpackungsindustrie für die gasdichte, trotzdem transparente und hochflexible Beschichtung von Polyester (PE)- und Polyethylenterephthalat (PET)-Folien eingesetzt ([http://pffc-online.com/mag/paper\\_oxidecoated\\_films\\_finding/](http://pffc-online.com/mag/paper_oxidecoated_films_finding/), <http://www.isco.ch/schutzzeigenschaften.htm>), insbesondere auch im Nahrungsmittelbereich.

Für die vorliegenden Untersuchungen wurde methodenbedingt nicht nur die Epoxidharzmatrix des Stiftes beschichtet, sondern zwangsläufig auch der nicht weggeätzte Quarzglasfaseranteil. Auf welchem Anteil die SiO<sub>x</sub>-Schicht besser haftet, bleibt hier offen. In Abbildung 1 (mittleres Bild) gewinnt man den Eindruck, dass nach der HF-Behandlung die oberflächlich liegenden Faserstifte herausgelöst sind und vorwiegend die Epoxidmatrix exponiert ist. Deshalb kann aus den vorliegenden Ergebnissen, bei denen die Schutzschicht mit der darunter liegenden Silikatschicht als haftvermittelnde Schicht auftritt, geschlossen werden, dass SiO<sub>x</sub> zumindest auf der Epoxidharzmatrix exzellent haftet. In der in Abbildung 4 gezeigten REM-Analyse könnte man den Eindruck gewinnen, dass die Schutzschicht vorzugsweise Kontakt zum Faseranteil hat. Dies ist aber nicht zutreffend und wird nur suggeriert, weil sich die Wiedergabe von Schutzschicht und Epoxidharzmatrix im REM-Bild nicht unterscheidet.

Das dichte Schichtsystem, besonders die abschliessende konservierende Lackschicht, hat einerseits eine positive Bedeutung für die Integrität der darunter liegenden Schichten, gleichzeitig

jedoch auch eine negative Bedeutung für darunter befindliche, ggf. verborgene, geradezu konservierte, dem Patienten potenziell Schaden zufügende Keime, Bakterien, Sporen etc. Diese würden im Falle des Debondings der konservierenden Schicht (was im Normalfall nicht eintritt, aber natürlich nicht auszuschliessen ist und in der Praxis tatsächlich sporadisch vorkommt) freigesetzt und sich in der feuchtwarmen Umgebung des Wurzelkanals (auch wenn dieser devital ist) vermehren. Dies könnte zu apikalen Entzündungen führen. Deshalb ist es wichtig, nur desinfizierte Stifte zu beschichten, was sich leicht erreichen lässt, da das Auftragen der SiO<sub>2</sub>-Schicht ohnehin eine intensive Reinigung der Oberfläche voraussetzt.

Das Schichtsystem könnte die Praxistauglichkeit der Stifte erheblich fördern, da es die Anzahl der am Stuhl erforderlichen Einzelschritte reduziert. Die Vorbeschichtung schliesst eine ungleichmässig aufgetragene Konditionierungsschicht, die die Passgenauigkeit infrage stellen kann, aus. Dies bedeutet eine grössere Sicherheit in der klinischen Anwendung. Eine endgültige Beurteilung der Praxistauglichkeit und der verbesserten Sicherheit in der Anwendung ist jedoch erst nach dem Vorliegen von weiteren In-vivo-Ergebnissen möglich. Eine prospektiv angelegte klinische Studie hat allerdings schon stattgefunden, die die Praxistauglichkeit des Schichtsystems bestätigte (WEBER 2005). Wie bei vielen anderen zahnmedizinischen und allgemeinmedizinischen (ERLI et al. 2003, MARX et al. 2004) Restaurationen (z. B. die kunststoffverblendete Krone bzw. Brücke, die Adhäsivbrücke) gelingt mit der Silikatisierung/Silanisierung der Oberfläche auch hier die Stabilisierung der Auszugskraft in feuchter Umgebung bei gleichzeitiger Vereinfachung des Behandlungsablaufes.

## Summary

EDELHOFF D, WEBER M, SPIEKERMANN H, MARX R: **PVD-layering for increased retention of glass fibre reinforced endodontic posts** (in German). Schweiz Monatsschr Zahnmed 116: 992–999 (2006)

For esthetical and biomechanical reasons root canal posts made of fibre-reinforced composite (FRC) have gained an important role in clinical application. Additionally, in contrast to metal or ceramic posts, FRC-posts offer the option of removal. Prior to adhesive placement of FRC-posts the root canal dentin of the non-vital tooth and the post surface have to be preconditioned. Up to now the post preconditioning has to be proceeded in the chair side technique. This leads to an additional time expense in the clinical treatment schedule. Also a certain risk of errors in application during chair side conditioning procedure is of concern. Modern PVD-technologies can help to make the treatment by the manufacturer well in advance of the clinical use more efficient and reliable, as well as saving clinicians valuable chair-time.

For this reason the apical surfaces of the posts were intensively cleaned and activated, PVD-layered and coated by a conserving transparent layer. This coating has the meaning to protect the surface against environmental contamination and allows the try-in of the posts without any risk of damage of the preconditioned surface. To prove the stability of the layer system under simulated clinical conditions pull out tests after 180 days' storage in physiological saline solution have been performed.

## Résumé

Les tenons radiculaires en composite renforcé aux fibres de verre jouent un rôle de plus en plus important dans le procédé clinique en raison de leurs excellentes propriétés esthétiques et biomé-

caniques. De plus ils ont l'avantage par rapport aux tenons métalliques ou céramiques d'être facilement retirables en cas de réaccès canalaire nécessaire. Avant de sceller le tenon «fibré» dans le canal, il faut non seulement conditionner le canal, mais aussi la surface du tenon. Jusqu'à maintenant, le conditionnement du tenon se faisait en cabinet. Ce procédé retarde le traitement et présente le risque d'erreurs d'application. Le tenon radiculaire pourrait pourtant être préconditionné par le fabricant sur la base des technologies de traitement de surface modernes.

Dans ce sens et dans le cadre d'une analyse in vitro, les tenons fibrés ont été d'abord nettoyés de manière intensive pour activer la surface, traités en surface par un procédé PVD et recouverts d'une couche protectrice transparente conservatrice. Cette couche protectrice et facile à nettoyer protège le traitement de surface d'une possible contamination et permet ainsi le stockage et l'essai en bouche du tenon sans risque d'affecter l'efficacité du conditionnement. Le rôle de la couche protectrice reste le même, quelle que soit la nature du composite de scellement utilisé (composition, méthode de polymérisation). Afin de vérifier la stabilité de l'adhésion sous condition clinique simulée, la résistance à l'arrachement a été testée après 180 jours de stockage dans une solution saline physiologique à température intra-orale.

## Literaturverzeichnis

- DE RIJK W G: Removal of fiber posts from endodontically treated teeth. *Am J Dent* 13: 19B–21B (2000)
- ERLI H J, MARX R, PAAR O, NIETHARD F U, WEBER M, WIRTZ D C: Surface pretreatments for medical application of adhesion. *BioMedical Engineering OnLine* 2: 15–32 (2003)
- GORACCI C, TAVARES A U, FABIANELLI A, MONTICELLI F, RAFFAELLI O, CARDOSO P C, TAY F, FERRARI M: The adhesion between fiber posts and root canal walls: comparison between microtensile and push-out bond strength measurements. *Eur J Oral Sci* 112: 353–361 (2004)
- HABENICHT G: *Kleben – Grundlagen, Technologie, Anwendungen*. Springer, Berlin (1990)
- KAMPE M T: Retention glasfaserverstärkter Wurzelkanalstifte in Abhängigkeit vom Befestigungskomposit. Dissertationsschrift, Freiburg (2005)
- MANNOCI F, SHERRIFF M, WATSON T F, VALLITTU P K: Penetration of bonding resins into fibre-reinforced composite posts: a confocal microscopic study. *International Endodontic J* 38: 46–51 (2005)
- MARX R, FISCHER H: DE-Patent 199 378 64, EU-Patent 1 202 702, US-Patent 10/049,435 (2002)
- MARX R, HAASS C: Zug- oder Schertest. Welcher Test ist für den Verbund Metall-Kunststoff aussagekräftiger? *Dtsch Zahnärztl Z* 47: 165–168 (1992)
- MARX R, WIRTZ D C, MUMME T, NIETHARD F U, JUNGWIRTH F, PAAR O, ERLI H J, WEBER M: Adhäsive Verbundtechniken aus dem zahnmedizinischen Umfeld etablieren sich in der Medizintechnik. *Dtsch Zahnärztl Z* 60: 61–68 (2004)
- MARX R: Vollkeramische Kronen- und Brückenmaterialien – Restaurationmaterialien. Eigenverlag (ISBN 3-00-002643-6), Eichenbach (2003)
- MONTICELLI F, GRANDINI S, GORACCI C, FERRARI M: Clinical Behavior of Translucent-Fiber Posts: A 2-Year Prospective Study. *Int J Prosthodont* 16: 593–596 (2003)
- NERGIZ I, SCHMAGE P, ÖZCAN M, PLATZER U: Effect of length and diameter of tapered posts on the retention. *J of Oral Rehabilitation* 29: 28–34 (2002a)

- NERGIZ I, SCHMAGE P, PLATZER U, ÖZCAN M: Bond strengths of five tapered root posts regarding the post surface. *J of Oral Rehabilitation* 29: 330–335 (2002b)
- PAUL S J, WERDER P: Clinical Success of Zirconium Oxide Posts with Resin Composite or Glass-Ceramic Cores in Endodontically Treated Teeth: A 4-Year Retrospective Study. *Int J Prosthodont* 17: 524–528 (2004)
- REID L C, KAZEMI R B, MEIERS J C: Effect of Fatigue Testing on Core Integrity and Post Microleakage of Teeth Restored with Different Post Systems. *J Endodontics* 29: 125–131 (2003)
- VANO M, GORACCI C, MONTICELLI F, TOGNINI F, GABRIELE M, TAY F R, FERRARI M: The adhesion between fibre posts and composite resin cores: the evaluation of microtensile bond strength following various surface chemical treatments to posts. *International Endodontic J* 39: 31–39 (2006)
- WEBER, A W: Klinische Erfahrungen mit zwei Stiftsystemen aus faserverstärktem Komposit. Inaugural-Dissertation RWTH Aachen (2005)
- WRBAS K-TH, KAMPE M T, SCHIRRMESTER J F, ALTENBURGER M J, HELLWIG E: Retention glasfaserverstärkter Wurzelkanalstifte in Abhängigkeit vom Befestigungskomposit. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 116: 18–24 (2006)
- ZWICKER U: Titan und Titanlegierungen, Springer, Berlin (1974)