



Roland Frankenberger



R. Frankenberger<sup>a</sup>, V. E. Hartmann<sup>b</sup>, M. Krech<sup>c</sup>, N. Krämer<sup>d</sup>, S. Reiche<sup>e</sup>,  
A. Braun<sup>f</sup>, M. Roggendorf<sup>g</sup>

## Adhesive luting of new CAD/CAM materials

### Adhäsive Befestigung neuer CAD/CAM-Materialien

#### Zusammenfassung

**Ziel:** Im Rahmen der vorliegenden Arbeit sollte die adhäsive Performance neuer zahnfarbener CAD/CAM-Materialien nach unterschiedlicher Vorbehandlung und bei unterschiedlicher Befestigung evaluiert werden. **Methoden:** Untersuchte CAD/CAM-Materialien waren e.max CAD (Lithiumdisilikatkeramik/Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), Celtra Duo (zirkonverstärkte Lithiumsilikatkeramik/Dentsply DeTrey, Konstanz), Lava Ultimate (Resin Nano Keramik/3M Espe, Neuss) und Enamic (kompositinfiltrierte Keramik/Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen). 240 Blöcke (n = 5) wurden unterschiedlich vorbehandelt (keine Vorbehandlung, Silan, Sandstrahlen, Sandstrahlen + Silan, Flusssäure, Flusssäure + Silan) und danach mit unterschiedlichen Klassen adhäsiver Befestigungsmaterialien verklebt (Adhäsiv: Prime&Bond XP + SCA + Calibra / selbstadhäsiv: RelyX Unicem). Nach 24 Stunden Wasserlagerung und 10.000 Thermozyklen (5°C/55°C) wurden die Proben in Stäbchen geschnitten und ein Mikrozugversuch durchgeführt. **Ergebnisse:** Das Bonding neuer CAD/CAM-Materialien zeigte eine klare Abhängigkeit von der Vorbehandlung (p < 0,05). Für die

#### Abstract

**Objective:** To evaluate the adhesive bonding performance of recently introduced tooth-colored CAD/CAM materials after different pretreatment protocols and using different luting materials. **Materials and methods:** The CAD/CAM materials under investigation were e.max CAD (lithium disilicate glass ceramic; Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), Celtra Duo (zirconia-reinforced lithium disilicate ceramic; Dentsply DeTrey, Konstanz, Germany), Lava Ultimate (resin nano ceramic; 3M ESPE, Neuss, Germany), and Enamic (resin infiltrated ceramic; Vita, Bad Säckingen, Germany). A total of 240 blocks (n = 5) received various pretreatments (no pretreatment, silane, sandblasting, sandblasting + silane, hydrofluoric acid, hydrofluoric acid + silane), and then different classes of adhesive luting composites were applied (adhesive: Prime&Bond XP + SCA + Calibra; Dentsply DeTrey; self adhesive: RelyX Unicem; 3M ESPE). After 24 h water storage and 10,000 thermocycles (5°C/55°C), specimens were cut into beams and microtensile bond strengths were recorded. **Results:** Bonding performance of recent CAD/CAM materials was clearly influenced by the pretreatment method

a Prof. Dr. med. dent. Roland Frankenberger  
b Dr. med. dent. Vera E. Hartmann  
c Dr. med. dent. Michael Krech  
d Prof. Dr. med. dent. Norbert Krämer  
e Prof. Dr. Sven M. Reich  
f Prof. Dr. med. dent. Andreas Braun  
g Dr. med. dent. Matthias J. Roggendorf

a, b, c, f, g Abteilung für Zahnerhaltungskunde, Med. Zentrum für ZMK, Universität Marburg und Universitätsklinikum Gießen und Marburg, Campus Marburg, Marburg  
d Poliklinik für Kinderzahnheilkunde, ZMK-Klinik, Universität Gießen und Universitätsklinikum Gießen und Marburg, Campus Gießen, Gießen  
e Klinik für Prothetik, Implantologie und Biomaterialien, Universitätsklinikum der RWTH, Aachen

( $P < 0.05$ ). In general, significantly higher  $\mu$ -TBS values were recorded for the ceramic materials compared to the hybrid materials ( $P < 0.05$ ). Among the hybrid materials, Enamic exhibited higher bond strengths than Lava Ultimate ( $P < 0.05$ ). However, despite the differences found, all materials showed a high level of bonding performance, being sufficient to withstand intraoral chewing forces during mastication. **Conclusion:** When pretreated as recommended by the manufacturers, recent tooth-colored CAD/CAM materials show an encouraging bonding performance for adhesive luting.

**Keywords:** adhesive luting, CAD/CAM, ceramics, enamel, dentin, hybrid materials, resin composite

## Introduction

Tooth-colored dental restorations are routinely used today for cavitated carious lesions.<sup>1-4</sup> Direct approaches have gained in importance with growing excellence in clinical application and simplified use of both adhesive systems and bulk-fill resin composites.<sup>2,5,6</sup> On the other hand, indirect restorations have also been reported to be very successful in extended restorations, primarily when it comes to re-dentistry, where restoration repair is not an option.<sup>4,7-13</sup>

CAD/CAM technologies are a growing sector among indirect restoratives, allowing for more or less semi-direct procedures, eg, with Cerec chairside processing, without contamination with temporary cements and without crack formation during provisional restoration.<sup>14</sup> The success of tooth-colored CAD/CAM materials has been demonstrated for decades. Several clinical trials since 1990 have documented feldspathic ceramics and the leucite-reinforced glass ceramic IPS Empress (Ivoclar Vivadent), reporting outstanding clinical performance.<sup>4,7-11,13</sup> In the case of all commercially available ceramics, fractures have been the main cause of clinical failures of CAD/CAM restorations.<sup>4,7-11,13</sup> These fractures have been of a marginal nature in Class I inlays; in Class II situations, they have been dominated by chippings and bulk fractures.<sup>7,8,10,11,13</sup> Although many authors have described a reduced marginal quality over time, the vast majority of these have not been crucial for clinical survival.<sup>7,13,15</sup>

Recently, innovative CAD/CAM ceramics were introduced in two main materials science areas: 1) lithium

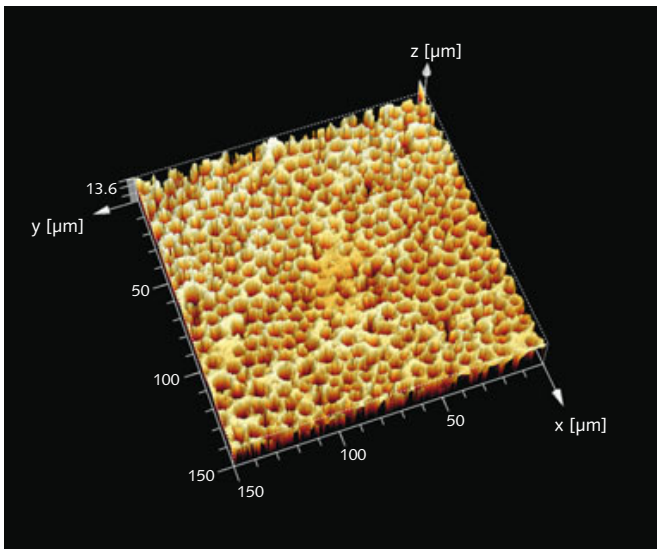
Keramiken konnten höhere Verbundfestigkeiten gemessen werden als für die Hybridmaterialien ( $p < 0,05$ ). Unter den Hybridmaterialien zeigte Enamic höhere Haftwerte als Lava Ultimate ( $p < 0,05$ ). Trotz aller Unterschiede waren die Ergebnisse für alle untersuchten Materialien auf einem so hohen Niveau, dass Kaukräften in der Mundhöhle gut widerstanden werden kann. **Schlussfolgerungen:** Werden die Vorbehandlungsempfehlungen der Hersteller eingehalten, zeigen neue zahnfarbene CAD/CAM-Materialien ein vielversprechendes Verhalten im Rahmen der adhäsiven Befestigung.

**Schlüsselwörter:** CAD/CAM, Keramik, Komposit, Adhäsive, Hybridmaterialien, adhäsives Befestigen, Schmelz, Dentin

## Einleitung

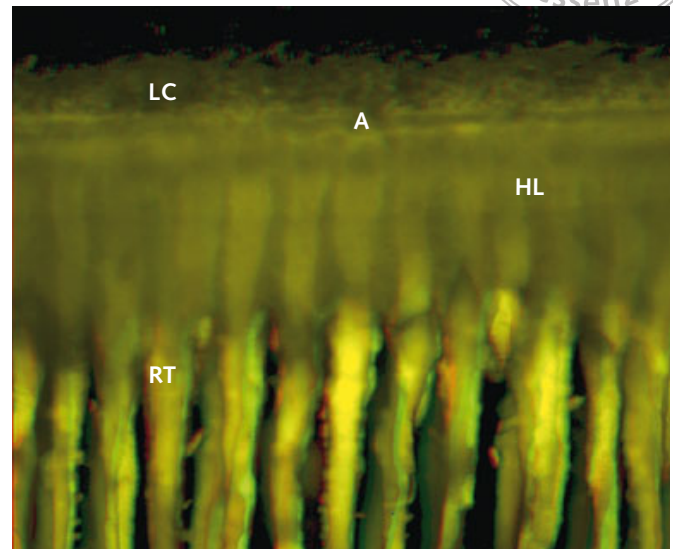
Zahnfarbene Restaurationen sind heute klinischer Standard für kavitierte kariöse Läsionen<sup>1-4</sup>. Direkte Füllungstechniken werden dabei immer wichtiger, da die behandlerische Exzellenz in diesen Techniken sowie vereinfachte Adhäsive und Bulk-Fill-Komposite hier den Weg geebnet haben<sup>2,5,6</sup>. Auf der anderen Seite zeigen auch indirekte Methoden sehr gute Resultate, gerade wenn es um extendierte Kavitäten in der sogenannten „Re-Dentistry“ geht und Reparaturen präexistenter direkter Restaurationen nicht mehr infrage kommen<sup>4,7-13</sup>.

Die digitale Zahnmedizin und CAD/CAM stellen einen beträchtlichen Wachstumsmarkt im Rahmen der indirekten Versorgung dar, und gerade die semi-direkten Chairside-Methoden wie Cerec (Sirona, Bensheim) bergen die Vorteile, dass keine Kontaminationsproblematik mit provisorischem Zement besteht und auch keine non-adhäsive Befestigung von Provisorien zu Rissbildungen führt<sup>14</sup>. Zahnfarbene CAD/CAM-Materialien haben seit Jahrzehnten gezeigt, wie leistungsfähig sie sind – beginnend bei Feldspat bis hin zu Empress. Nach 1990 haben diverse klinische Studien dokumentiert, wie außergewöhnlich die klinische Performance dieser Restaurationsvariante ist<sup>4,7-11,13</sup>. Ein dominantes Verlustszenario für alle CAD/CAM-Restaurationen war von jeher die Fraktur<sup>4,7-11,13</sup>. Während in der Klasse I hauptsächlich Randfrakturen auftreten, sind in der Klasse II die katastrophale Fraktur („bulk fracture“) und das „Chipping“ vorherrschend<sup>7,8,10,11,13</sup>. Obwohl bei allen klinischen Studien eine longitudinale Verschlechterung der Ränder dieser Restaurationen beschrieben wurde, führte



**Fig 1** CLSM view of phosphoric acid etched enamel providing the best microretention for CAD/CAM materials (2000x).

**Abb. 1** CLSM-Bild von Phosphorsäure-geätztem Schmelz als beste Retention für CAD/CAM- Materialien (2000x).



**Fig 2** CLSM view of the resin-dentin interface of Prime&Bond XP + SCA + Calibra (3000x) (LC: luting composite; A: adhesive layer; HL: hybrid layer; RT: resin tag).

**Abb. 2** CLSM-Bild eines Komposit-Dentin-Interface (Prime&Bond XP + SCA + Calibra; 3000x; LC: Befestigungskomposit / luting composite; A: Adhäsivschicht / adhesive layer; HL: Hybridschicht / hybrid layer; RT: Bondingzotten / resin tag).

dieser nachlassende marginale Bereich in der Regel nicht zum Versagen der Restauration<sup>7,13,15</sup>.

In den letzten Jahren wurden innovative CAD/CAM-Materialien im Markt eingeführt: 1) Lithiumdisilikat-Keramik (LS<sub>2</sub>) ist durch verbesserte Biegefestigkeit und Ermüdungsresistenz charakterisiert, was klinisch zu reduzierten Frakturaten führen soll<sup>16-18</sup>. 2) Sogenannte Hybridmaterialien bestehen sowohl aus Keramik als auch aus Komposit und sollen die positiven Eigenschaften beider Materialklassen vereinen, wobei eine Art Stoßdämpfereffekt – wiederum zur Reduktion der klinischen Frakturanfälligkeit und Schonung der Antagonisten – herbeigeführt werden soll<sup>15,19-22</sup>. Im Rahmen der adhäsiven Befestigung werden diese Materialien wie Keramiken eingesetzt, das heißt, die Haftung an Schmelz und Dentin wird ähnlich sein. Interprismatische und interkristalline Mikroretention (Abb. 1) auf Schmelz und erfolgreiche Hybridisierung auf Dentin (Abb. 2) stellen noch immer die dominanten Adhäsionseffekte an den Zahnhartsubstanzen dar<sup>23</sup>. Während im Schmelz die „Etch-and-rinse“-Technik nach wie vor das Optimum darstellt und „Self-etch“-Adhäsive sowie selbstadhäsive Kompositzemente diese Effektivität (noch) nicht erreichen (Abb. 3)<sup>24</sup>, ist im Dentin der „self-etch“-Ansatz heute als stabil akzeptiert<sup>25,26</sup>.

disilicate ceramics, promising an enhanced flexural fatigue behavior for reduced fracture rates;<sup>16-18</sup> and 2) so-called hybrid materials (partially ceramic and partially resin composite), providing a supposed cushion effect compared to the more brittle ceramics so that chewing forces are reduced, fewer fractures result, and there is presumably less damage to the enamel of antagonistic teeth.<sup>15,19-22</sup> Regarding bonding to tooth hard tissue, these materials have to be adhesively luted, so there will be no influence of these recent materials on enamel/dentin bonding. Interprismatic and intercrystalline interlocking (Fig 1) on enamel, and successful hybridization (Fig 2) on dentin remain the predominant retention elements in adhesive luting.<sup>23</sup> In the case of enamel, the optimal approach is still considered to be etch-and-rinse, with self-adhesive resin cements considered to be inferior (Fig 3).<sup>24</sup> In the case of dentin, the self-etch approach is reported to be the most favorable way of achieving durable adhesion.<sup>25,26</sup>

A special clinical problem with indirect restorations such as CAD/CAM ceramics or polymers is light transmission when purely light-curing materials or components are used. Insufficient interfaces especially to dentin are characterized by short resin tags, which means in the clinical situation nonpolymerized adhesive in the dentin tubules



**Fig 3** SEM image of a gp formation between self-adhesive resin cement (Maxcem Elite, Kerr, CA, USA) and the enamel margin of a ceramic inlay (300x) (SALC: self-adhesive luting composite; E: enamel).

**Abb. 3** REM-Bild eines Randspalts zwischen selbstadhäsivem Befestigungskomposit (Maxcem Elite Kerr, CA, USA) und dem Schmelzrand eines Keramikinlays (300x; SALC: Kompositement / self-adhesive luting composite; E: Schmelz / enamel).

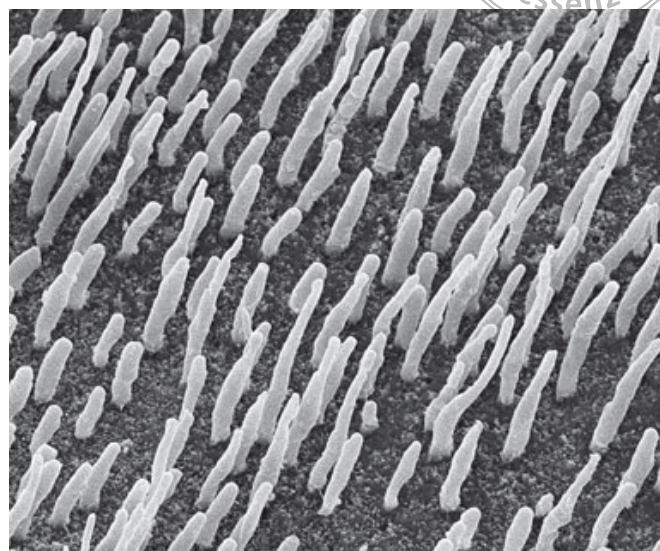
beneath esthetic restorations (Fig 4). This particular problem with indirect restorations can be easily avoided by using either adhesive build-ups or completely dual-curing luting materials and procedures, or both.<sup>27</sup> Finally, the question remains as to the quality and performance of the bonding between these novel CAD/CAM blocks and luting agents.

## Materials and methods

The present investigation used 240 CAD/CAM blocks of four different materials. Table 1 shows the materials (blocks and luting agents under investigation), classifications, compositions, and manufacturers.

Specimens measuring 10 mm × 10 mm × 10 mm were retrieved from original blocks using a slow-speed diamond saw (IsoMet, Buehler, Lake Bluff, IL, USA). One surface of each specimen was ground using 600-grit silicon carbide paper under water rinsing. Specimens were randomly assigned to six different pre-treatment groups:

1. Negative control: no pretreatment.
2. Silane.



**Fig 4** SEM view (2000x) of short resin tags in dentin when a light curing adhesive is not separately light cured. These tags are actually longer but the non-polymerized part is diminished during SEM processing.

**Abb. 4** REM-Bild (2000x) kurzer Bondingzotten wenn ein lighthärtendes Adhäsiv durch die Keramik belichtet wurde. Diese „Tags“ sind natürlich viel länger, aber nicht genug polymerisiert. Dadurch sind nur die polymerisierten Anteile sichtbar.

Ein spezielles klinisches Problem mit CAD/CAM-Materialien ist die Lichttransmission, wenn lighthärtende Materialien oder Komponenten verwendet werden. Insuffizient polymerisierte Verbundzonen im Dentin sind durch kurze Bondingzotten charakterisiert, welche natürlich nur im Rasterelektronenmikroskop kurz sind, in Wirklichkeit jedoch genauso lang sind wie immer (ca. 200 µm), nur eben nicht polymerisiert und daher im Rasterelektronenmikroskop „verschwinden“ (Abb. 4). Dieses Problem bei indirekten Restaurationen kann einfach verhindert werden, indem man adhäsive Aufbaufüllungen macht oder komplett dual-härtende Materialien zum Einsatz kommen oder beides<sup>27</sup>. Es bleibt zuletzt jedoch die Frage, in wie weit adhäsive Befestigungsmaterialien an den neuen Materialien haften können.

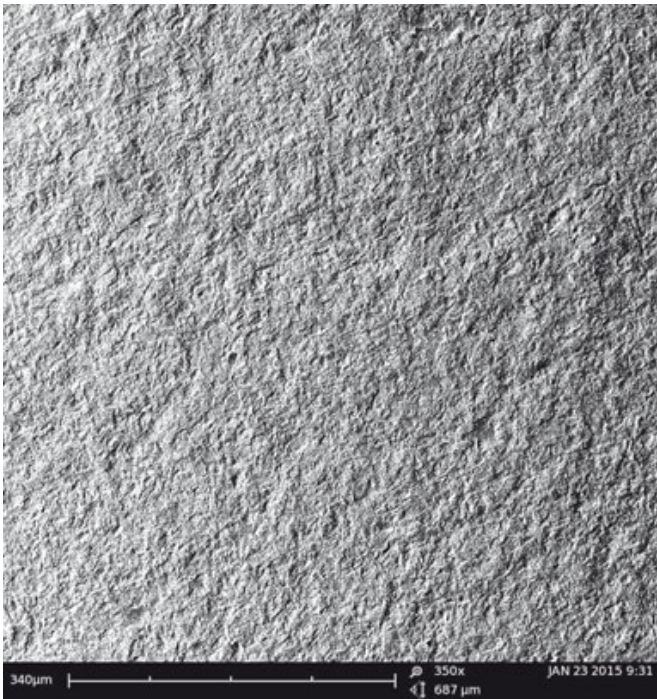
## Materialien und Methoden

240 CAD/CAM-Blöcke vier verschiedener Materialien kamen in dieser Studie zum Einsatz. Materialien (Blöcke und Befestigungsmaterialien), Klassifikationen, Zusammensetzungen und Hersteller sind in Tabelle 1 dargestellt.

**Table 1** Materials under investigation

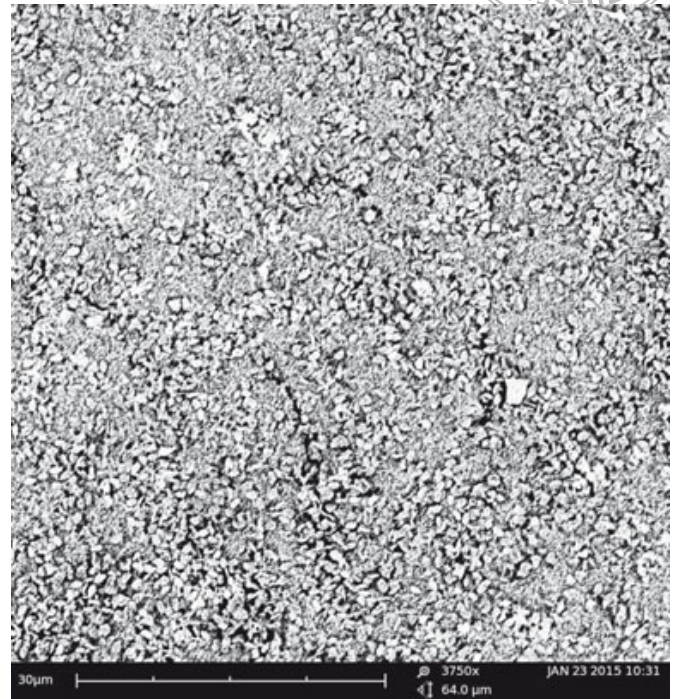
**Tab. 1** Materialien.

CAD/CAM material/ CAD/CAM-Material	Classification/ Klassifikation	Composition (%wt)/ Zusammensetzung (%)	Manu- facturer/ Hersteller
<b>e.max CAD</b>	Lithium disilicate ceramic (LS <sub>2</sub> ) Lithiumdisilikatkeramik (LS <sub>2</sub> )	57-80% SiO <sub>2</sub> , 11-19% Li <sub>2</sub> O, 0-13% K <sub>2</sub> O, 0-11% P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , 0-8% ZrO <sub>2</sub> , 0-8% ZnO, ZnO, 0-5% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , 0-5% MgO	Ivoclar Vivadent
<b>Celtra Duo</b>	Zirconia- reinforced lithium silicate ceramic (ZLS) zirkonverstärkte Lithiumsilikatkeramik (ZLS)	Lithium silicate with ~10% ZrO <sub>2</sub>  Lithiumsilikat mit ~10% ZrO <sub>2</sub>	Dentsply DeTrey
<b>Lava Ultimate</b>	Hybrid A: resin nano ceramic (RNC) Hybrid A: Resin-Nano-Keramik (RNK)	80% nano ceramic, 20% resin matrix 80% Nanokeramik, 20% Kompositmatrix	3M ESPE
<b>Enamic</b>	Hybrid B: polymer infiltrated ceramic network (PIC) Hybrid B: polymerinfiltriertes Keramiknetzwerk (PIK)	86% feldspathic ceramic, 14% polymer  86% Feldspat, 14% Polymer	Vita
<b>Luting material/ Befestigungsmaterial</b>			
<b>Prime&amp;Bond XP + SCA</b>	Etch-and-rinse adhesive with Self-Cure Activator  Etch-and-rinse-Adhäsiv mit Self-cure-Aktivator	Carboxylic acid modified dimethacrylate (TCB resin); phosphoric acid modified acrylate resin (PENTA); urethane dimethacrylate (UDMA); triethyleneglycol- dimethacrylate (TEGDMA); 2-hydroxyethylmethacrylate (HEMA); butylated benzenediol (stabilizer); ethyl-4-dimethylamino-benzoate; camphorquinone; functionalized amorphous silica; tert-Butanol Self-Cure Activator: urethane dimethacrylate (UDMA); 2-hydroxy-ethylmethacrylate (HEMA); catalyst; photoinitiators; stabilizers; acetone; water Carboxylsäuremodifiziertes Dimethacrylat (TCB); Phosphorsäuremodifiziertes Acrylat (PENTA); Urethandimethacrylat (UDMA); Triethyleneglycoldimethacrylat (TEGDMA); 2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA); Butyliertes Benzenediol (Stabilisator); Ethyl-4-Dimethylamino-Benzolat; Campherquinon; funktionalisiertes amorphes Silikat; Tert-Butanol Self-Cure Aktivator: Urethandimethacrylat (UDMA); 2-Hydroxy-ethylmethacrylat (HEMA); Katalysator; Photoinitiatoren; Stabilisatoren; Aceton; Wasser	Dentsply DeTrey
<b>Calibra</b>	Luting resin composite  Luting resin Komposite	Base: dimethacrylate resins; camphorquinone (CQ) photoinitiator; stabilizers; glass fillers; fumed silica; titanium dioxide; pigments Catalyst: dimethacrylate resins; catalyst; stabilizers; glass fillers; fumed silica Basispaste: Dimethacrylatharz; Campherquinon (CQ) Photoinitiator; Stabilisatoren; Glassfüller; Silikat; Titandioxid; Pigmente Katalysator: Dimethacrylatharz; Katalysator; Stabilisatoren; Glassfüller; Aerosol	Dentsply DeTrey
<b>RelyX Unicem</b>	Self-adhesive luting resin composite  Selbstadhäsive Befestigung resin Komposite	Powder: glass powder, silica, calcium hydroxide, pigment, substituted pyrimidine, peroxy compound, initiator Liquid: methacrylated phosphoric ester, dimethacrylate, acetate, stabilizer, initiator Pulver: Glasmehl, Silikat, Calciumhydroxid, Pigmente, Pyrimidin, Peroxybestandteile, Initiator Flüssigkeit: Methacryliertes Phosphorsäureester, Dimethacrylat, Acetat, Stabilisator, Initiator	3M ESPE



**Fig 5** Celtra Duo surface after sandblasting (SEM, 350x).

**Abb. 5** Celtra Duo-Oberfläche nach dem Sandstrahlen (REM, 350x).



**Fig 6** Celtra Duo surface after etching with hydrofluoric acid (SEM, 3750x).

**Abb. 6** Celtra Duo-Oberfläche nach 30 s Ätzung mit Flusssäure (REM, 3750x).

3. Sandblasting: the surfaces were subjected rectangularly to airborne particle abrasion for 10 s (50  $\mu\text{m}$  aluminium oxide: RONDOflex; KaVo, Biberach, Germany), at a distance of 5 mm.
4. Sandblasting + silane: after air abrasion, specimens were silanated (Monobond Plus; 3M ESPE, Seefeld, Germany) for 1 min and then dried.
5. Hydrofluoric acid (HF): surfaces were etched with 5% HF (Vita Ceramics Etch; Vita), 20 s (e.max CAD; Ivoclar Vivadent), 30 s (Celtra Duo; Dentsply DeTrey), and 60 s (Enamic, Vita/Lava Ultimate, 3M ESPE), then rinsed for 60 s and dried.
6. HF + silane: after etching (as in group 5), silane was applied (as in group 2). Examples of differently pretreated surfaces were submitted to scanning electron microscopy (SEM, Phenom, FEI, Amsterdam, Netherlands) and confocal laser scanning microscopy (TCS SL, Leica, Bensheim, Germany) (Figs 5 to 7).

Luting agents under investigation were: 1) Calibra Esthetic Resin Cement bonded with Prime&Bond XP + Self-Cure Activator (Dentsply DeTrey); and 2) RelyX Unicem (3M ESPE).

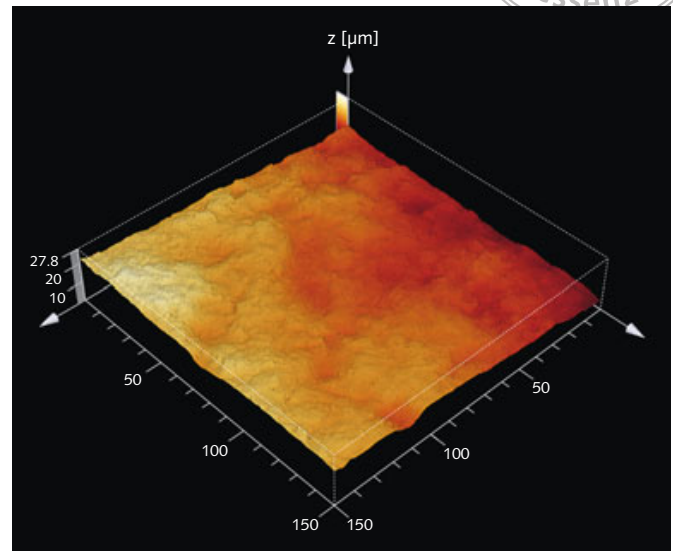
Aus den Originalblöcken wurden 10 mm  $\times$  10 mm  $\times$  10 mm messende Proben geschnitten (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) und eine Oberfläche pro Probe wurde mit 600-grit-Nassschleifpapier eingeebnet. Die Proben wurden auf sechs Vorbehandlungsgruppen aufgeteilt:

1. Negativkontrolle: Keine weitere Vorbehandlung.
2. Silan.
3. Sandstrahlen für 10 s (50  $\mu\text{m}$  Aluminiumoxid, Rondoflex, KaVo, Biberach) bei einem Abstand von 5 mm.
4. Sandstrahlen + 1 min Silan (Monobond Plus, 3M Espe).
5. Flusssäure: 5 % HF (Vita Ceramics Etch, Vita Zahnfabrik) für 20 s (e.max), 30 s (Celtra Duo), 60 s (Enamic, Lava Ultimate).
6. HF+Silan. Beispiele unterschiedlicher Vorbehandlungsmuster wurden im Rasterelektronenmikroskop (REM, Phenom, FEI, Amsterdam, Holland) und im konfokalen Laserrasterelektronenmikroskop (TCS SL, Leica GmbH, Bensheim) betrachtet (Abb. 5 bis 7).

Die Befestigungskomposite waren (1) Calibra Esthetic Resin Cement mit Prime&Bond XP + Self-cure-Aktivator und (2) RelyX Unicem. Die Befestigungskomposite

**Fig 7** e.max CAD after sandblasting and silanating (CLSM, 300x).

**Abb. 7** e.max CAD nach Sandstrahlen und Silan (CLSM, 300x).



wurden in 3 mm-Schichten direkt appliziert, wobei die Proben mit der vorbehandelten Oberfläche nach oben in einer speziellen Silikonform eingebettet waren und mit einem isolierten transparenten Stempel auf die Oberfläche gepresst wurden, um den klinischen Anpressdruck zu simulieren. Die Photopolymerisation erfolgte mit einer Bluephase-Lampe (Ivoclar Vivadent) mit 1.200 mW/cm<sup>2</sup> für 60 s. Nach Entfernung der Applikationshilfen wurde die Lichthärtung für 20 s von jeder Seite wiederholt.

Nach 25-stündiger Wasserlagerung bei 37°C und 10.000 Thermozyklen (5°C/55°C; THE 1100, SD Mechatronic, Feldkirchen) wurden die Proben in Scheiben geschnitten (Isomet), welche wiederum in Stäbchen gesägt wurden. Das Sägeblatt erhielt einen Abstandsmarker bei 1,3 mm, durch die Dicke des Sägeblatts (300 µm) erhielten wir sodann ~20 Stäbchen mit 1 mm × 1 mm pro Probe und 100 Stäbchen pro Gruppe. Für den Fall einer Spontanfraktur des Stäbchens vor der Testung wurden die Prozentsätze früh frakturierter Proben notiert und als 0 MPa in das Gesamtergebnis extrapoliert. Die Stäbchen wurden schließlich bei 0,5 mm/min Traversengeschwindigkeit auseinandergesogen (MTD 500, SD Mechatronic).

Die statistische Analyse erfolgte mit SPSS, Version 14.0 für Windows (SPSS Inc., Chicago, IL, USA). Durch die mehrheitliche Nicht-Normalverteilung (Kolmogorov-Smirnov-Test) kamen nicht-parametrische Tests zum Einsatz (Wilcoxon matched-pairs signed-ranks Test, Mann-Whitney-U-Test), gerechnet auf dem 95%-Niveau.

Luting agents were directly applied in one 3 mm layer into a special silicone mold with the specimens surface-up at the bottom, and condensed using an isolated transparent block to simulate pressure, as in a clinical situation, and to guarantee light transmission. Light curing was performed using a Bluephase curing unit (Ivoclar Vivadent) operating at 1,200 mW/cm<sup>2</sup> for 60 s. After removal of the mold, light curing was repeated from four sides for 20 s each.

After 24 h of water storage at 37°C and 10,000 thermocycles (5°C/55°C; THE1100, SD Mechatronic, Feldkirchen, Germany), the specimens were sectioned into slices (IsoMet), which were sectioned again to receive beams. The saw was adjusted to steps of 1.3 mm, due to the thickness of the blade (300 µm), resulting in ~20 sticks per block, with a cross-sectional area of 1 mm × 1 mm. In case one or more of the selected sticks failed due to the sectioning process, the percentage of prematurely failed specimens in relation to the total number of selected specimens was recorded. The same (or approximated) percentage of the 100 final specimens per group received 0 MPa as a final µ-TBS result. The µ-TBS sticks were then fractured according to a well-suited protocol, with a crosshead speed of 0.5 mm/min (MTD 500, SD Mechatronic).

Statistical analysis was performed using SPSS, Version 14.0 for Windows XP (SPSS, Chicago, IL, USA). As the majority of groups did not exhibit normal data distribution (Kolmogorov-Smirnov test), nonparametric tests were used (Wilcoxon matched-pairs signed-ranks test, Mann-Whitney test) for pairwise comparisons at the 95% significance level.

**Table 2**  $\mu$ -TBS between Prime&Bond XP + SCA + Calibra and different CAD/CAM blocks [MPa]**Tab. 2** Ergebnisse für Calibra [MPa](SD).

Prime&Bond XP + SCA + Calibra							
CAD/CAM material/ CAD/ CAM-Material	Classification/ Klassifikation	Control/ Kontrolle	Silane/ Silan	Sandblasting/ Sandstrahlen	Sandblasting + silane/ Sandstrahlen + Silan	HF/HF	HF + silane/ HF + Silan
<b>e.max CAD</b>	Lithium disilicate ceramic Lithiumdisilikatkeramik (LS <sub>2</sub> )	3.5 (8.3) <sup>A</sup>	4.5 (9.0) <sup>A</sup>	18.4 (4.5) <sup>A</sup>	18.9 (4.9) <sup>A</sup>	24.3 (8.2) <sup>B</sup>	26.3 (7.7) <sup>B</sup>
<b>Celtra Duo</b>	Zirconia-reinforced lithium disilicate ceramic zirkonverstärkte Lithiumsili- katkeramik (ZLS)	2.4 (7.2) <sup>A</sup>	3.8 (9.3) <sup>A</sup>	15.3 (4.6) <sup>B</sup>	16.2 (5.0) <sup>B</sup>	30.2 (8.1) <sup>A</sup>	31.2 (7.9) <sup>A</sup>
<b>Lava Ultimate</b>	Hybrid A: resin nano ceramic Hybrid A: Resin-Nano-Keramik (RNK)	4.5 (6.7) <sup>A</sup>	4.2 (9.1) <sup>A</sup>	17.9 (4.5) <sup>A</sup>	16.8 (4.6) <sup>B</sup>	10.4 (6.9) <sup>C</sup>	11.2 (5.5) <sup>C</sup>
<b>Enamic</b>	Hybrid B: resin infiltrated ceramic Hybrid B: Polymerinfiltrier- tes Keramiknetzwerk (PIK)	0 <sup>B</sup>	3.1 (8.7) <sup>A</sup>	15.2 (3.9) <sup>B</sup>	15.7 (4.5) <sup>B</sup>	21.8 (6.2) <sup>B</sup>	23.4 (5.0) <sup>B</sup>

Yellow: best subgroups for each CAD/CAM material; subgroups that were significantly the same within columns received the same superscript letters.  
Die besten Subsets sind gelb hinterlegt, gleiche Gruppen innerhalb der Spalten haben die gleichen hochgestellten Buchstaben.

## Results

Table 2 shows the  $\mu$ -TBS results for Calibra, while Table 3 shows the results for RelyX Unicem. In general, the  $\mu$ -TBS results for Calibra were slightly higher compared to those for RelyX Unicem ( $P < 0.05$ ); however, in the untreated specimens, RelyX Unicem performed better ( $P < 0.05$ ). Whereas sandblasting was the most effective pretreatment method for Lava Ultimate ( $P < 0.05$ ), all other materials exhibited the best bonding performance when hydrofluoric acid etching was performed, followed by silane treatment. For Calibra, statistical subgroups of best performing groups were Celtra Duo > e.max CAD > Enamic > Lava Ultimate ( $P < 0.05$ ), and for RelyX Unicem, statistical subgroups of best performing groups were Celtra Duo = e.max CAD > Enamic > Lava Ultimate ( $P < 0.05$ ). To sum up, it was shown that the manufacturers' instructions for use gave the best bonding results and that pretreatment of CAD/CAM blocks is a decisive factor in adhesive luting procedures.

## Ergebnisse

Die Mikrozugergebnisse sind in Tabelle 2 (Calibra) und Tabelle 3 (RelyX Unicem) dargestellt. Die Ergebnisse für Calibra waren etwas höher als für RelyX Unicem ( $p < 0,05$ ), aber in den unbehandelten Gruppen war wiederum RelyX Unicem besser ( $p < 0,05$ ). Sandstrahlen zeigte sich als beste Methode zur Vorbehandlung von Lava Ultimate ( $p < 0,05$ ), bei den anderen Materialien war HF+Silan überlegen. Für Calibra waren die statistischen Untergruppen mit bester Performance Celtra Duo > e.max CAD > Enamic > Lava Ultimate ( $p < 0,05$ ), für RelyX Unicem Celtra Duo = e.max CAD > Enamic > Lava Ultimate ( $p < 0,05$ ). Insgesamt zeigten die von den Herstellern empfohlenen Vorbehandlungsstrategien die besten Ergebnisse und es wurde deutlich, dass das Vorbehandlungsmuster einen substanziellen Einfluss auf das Haftresultat hat.



**Table 3**  $\mu$ -TBS between RelyX Unicem and different CAD/CAM blocks [MPa]

**Tab. 3** Ergebnisse für RelyX Unicem [MPa](SD).

RelyX Unicem							
CAD/CAM material/ CAD/ CAM-Material	Classification/ Klassifikation	Control/ Kontrolle	Silane/ Silan	Sandblasting/ Sandstrahlen	Sandblasting + silane/ Sandstrahlen + Silan	HF/HF	HF + silane/ HF + Silan
<b>e.max CAD</b>	Lithium disilicate ceramic Lithiumdisilikatkeramik (LS <sub>2</sub> )	7.5 (3.3) <sup>B</sup>	8.5 (4.0) <sup>B</sup>	14.6 (3.8) <sup>A</sup>	14.9 (3.9) <sup>B</sup>	18.2 (6.2) <sup>A</sup>	24.1 (5.4) <sup>A</sup>
<b>Celtra Duo</b>	Zirconia-reinforced lithium disilicate ceramic zirkonverstärkte Lithiumsili- katkeramik (ZLS)	6.4 (2.9) <sup>B</sup>	6.8 (3.3) <sup>B</sup>	13.1 (3.5) <sup>B</sup>	14.2 (4.1) <sup>B</sup>	20.1 (5.2) <sup>A</sup>	26.9 (6.0) <sup>A</sup>
<b>Lava Ultimate</b>	Hybrid A: resin nano ceramic Hybrid A: Resin-Nano-Keramik (RNK)	9.5 (3.7) <sup>A</sup>	10.2 (3.1) <sup>A</sup>	15.7 (3.2) <sup>A</sup>	16.0 (4.0) <sup>A</sup>	9.1 (3.1) <sup>C</sup>	10.0 (3.5) <sup>C</sup>
<b>Enamic</b>	Hybrid B: resin infiltrated ceramic Hybrid B: Polymerinfiltrier- tes Keramiknetzwerk (PIK)	8.4 (3.0) <sup>AB</sup>	9.1 (2.7) <sup>A</sup>	12.7 (2.9) <sup>B</sup>	13.0 (3.5) <sup>B</sup>	16.1 (4.7) <sup>B</sup>	20.2 (4.9) <sup>B</sup>

Yellow: best subgroups for each CAD/CAM material; subgroups that were significantly the same within columns received the same superscript letters.  
Die besten Subsets sind gelb hinterlegt, gleiche Gruppen innerhalb der Spalten haben die gleichen hochgestellten Buchstaben.

## Diskussion

Es war das Ziel dieser Studie, das adhäsive Potenzial neuer CAD/CAM-Blöcke beim Bonding mit unterschiedlichen Befestigungskompositen zu untersuchen. In-vitro-Studien sind von jeher kaum dazu in der Lage, ein komplettes klinisches Restaurationsleben mit allen kritischen relevanten Faktoren zu imitieren, daher war dies auch nicht das Ziel der vorliegenden Arbeit. Aber der Fokus auf die Adhäsivleistung an der Oberfläche neuer Materialien ist nicht eingehend erforscht und daher handelt es sich um eine aktuelle Fragestellung von großer Bedeutung für die marginale Qualität solcher Restaurationen<sup>6,11,12,24,26</sup>. Man hätte auch die Kausimulation als Szenario wählen können, da auch hier die Prädiktabilität für die klinische Situation durchaus vorhanden ist<sup>14,28</sup>. Aber auch das gewählte Versuchsdesign mit eingehendem Thermocycling vor dem Probenschneiden ist ein stressreiches Vorgehen mit maximaler Belastung der Interfaces, welche untersucht werden sollten. Dies

## Discussion

The aim of the present *in vitro* study was to evaluate the potential of novel CAD/CAM blocks to bond to different luting composites. Due to the limited nature of *in vitro* studies and their limited potential to simulate all decisive and clinically relevant factors, this study was not planned and designed to answer the full, complex question of clinical survival; instead, it focused exclusively on the potential weak link during adhesive luting procedures, ie, bonding of luting resin composites to the CAD/CAM material itself, because it is well known that marginal quality *in vitro* is an indispensable prerequisite for clinical success.<sup>6,11,12,24,26</sup> The simulation of intraoral conditions, eg, using a thorough thermomechanical loading scenario in a chewing simulator, may predict clinical behavior in terms of marginal integrity.<sup>14,28</sup> Moreover, the chosen setup, with the long thermocycling period before cutting the  $\mu$ -TBS specimens, effectively stressed the investigated

interfaces. This was clearly recordable by analyzing pretest failures that had considerable percentages, primarily in the test groups with insufficient pretreatment of CAD/CAM blocks prior to adhesive luting.

Clinical studies and systematic reviews about CAD/CAM inlays and partial crowns show favorable annual failure rates,<sup>7-11</sup> always accompanied, however, with a considerable longitudinal decrease of marginal quality over time.<sup>12,13</sup> Decreasing marginal integrity is primarily dependent on luting composite wear and the tendency of adjacent structures to loose adhesion.<sup>12,13</sup> Exactly this aspect was the aim of the present investigation, where we tried to pre-identify potential weak links for adhesive luting of recently introduced CAD/CAM materials. Elsaka investigated the bonding performance of Lava Ultimate and Enamic to Bifix SE self-adhesive resin cement (Voco)<sup>19</sup> with mostly different  $\mu$ -TBS results but a similar tendency in his conclusions: Although distinct differences between different pretreatments were found, the overall performance of the tested materials was promising, and the values of adhesion made it clear that the recorded  $\mu$ -TBS values were high enough to withstand masticatory forces in the oral cavity. Elsaka's methodology was not exactly the same as that used in our study – no thermocycling, but longer water storage – so direct comparisons are not applicable.<sup>19</sup> It is probably due to our intensive thermocycling of 10,000 cycles that up to 100% of the specimens were lost during the processing of the beams, primarily in the negative control groups. A remarkable difference between our study results and those of Elsaka is the effect of HF on Lava Ultimate. Whereas our results clearly show a detrimental effect compared to sandblasting or sandblasting + silane, Elsaka's values for HF treatment of Lava Ultimate were reasonably promising.

To date, very few data have been published for Enamic;<sup>19,22,29</sup> the database for Lava Ultimate is already larger.<sup>20,30</sup> The same is true for Celtra Duo, with very little information in the literature, whereas e.max ceramics have been more widely investigated.<sup>17,18,31</sup> Despite the limited data thus far, it became clear to us in this study that the manufacturers' recommendations are feasible and led to reliable bonding performances for all CAD/CAM materials under investigation. Sandblasting is recommended only for the resin nano ceramic, Lava Ultimate. The other materials showed the best outcome after hydrofluoric acid etching. Although some differences in bonding behavior were found among the groups studied, it can be stated that the best performing subgroups for each material

zeigten nicht zuletzt die PTFs („pre-test-failures“), welche in den schwachen Gruppen durchaus vorkamen.

Sowohl klinische Studien als auch systematische Übersichten zeigten vielversprechende jährliche Verlustquoten von CAD/CAM-gefertigten Inlays und Teilkronen<sup>7-11</sup>, jedoch wie oben beschrieben immer einhergehend mit einem gewissen longitudinalen Abfall der marginalen Qualität<sup>12,13</sup>. Eine abfallende marginale Integrität geht auf das Konto des Verschleißes beim Befestigungskomposit, ist aber auch durch Adhäsionsverluste an den Grenzflächen bedingt<sup>12,13</sup>. Genau hier setzte die aktuelle Untersuchung an, da es galt, potenzielle Schwachstellen im Verbund Zahn – Komposit – Bonding – CAD/CAM-Material zu identifizieren. Elsaka untersuchte kürzlich eine ähnliche Fragestellung bei Lava Ultimate und Enamic in Verbindung mit dem selbstadhäsiven Befestigungszement Bifix SE<sup>19</sup>, die Ergebnisse waren in den meisten Aspekten auf einem anderen Niveau, zeigten aber immerhin ähnliche Tendenzen in der Schlussfolgerung: Obwohl die unterschiedlichen Vorbehandlungsmuster unterschiedlich effektiv waren, war die Gesamtperformanz der getesteten Materialien vielversprechend. Es wurde deutlich, dass die Mikrozugergebnisse auf einem auch klinisch akzeptablen Niveau waren. Die Methode von Elsaka war nicht exakt gleich wie im vorliegenden Beispiel – kein Thermocycling, aber längere Wasserlagerung – daher kann man die Studien nicht beliebig vergleichen<sup>19</sup>. Vermutlich zeichnet unser substanzielles Thermocycling von 10.000 Zyklen dafür verantwortlich, dass gerade in den Kontrollgruppen bei uns bis zu 100% der Proben beim Sägen gebrochen sind. Ein bemerkenswerter Unterschied zwischen unserer Arbeit und Elsaka's Resultaten ist der Effekt von Flusssäure auf Lava Ultimate. In der vorliegenden Studie war HF im Vergleich zu Sandstrahlen oder Sandstrahlen und Silan deutlich schlechter, Elsaka's Werte für HF bei Lava Ultimate jedoch ziemlich gut.

Bis zum heutigen Zeitpunkt sind für Enamic nur wenige Daten publiziert<sup>19,22,29</sup>, die Datenbank für Lava Ultimate ist da schon breiter<sup>20,30</sup>. Dasselbe gilt für Celtra Duo mit spärlichen Informationen in der Literatur, wobei e.max-Keramiken schon wesentlich häufiger Ziel werkstoffkundlicher Untersuchungen waren<sup>17,18,31</sup>. Unabhängig von der Zahl der Publikationen wurde jedoch klar, dass ein striktes Befolgen der Herstellerempfehlungen zur Vorbehandlung neuer CAD/CAM-Materialien wichtig und empfehlenswert ist. Nur für die Resin-Nano-Keramik Lava Ultimate wird Sandstrahlen klar empfohlen, die anderen Materialien profitieren am meisten von HF-Ätzung + Silan. Obwohl zwischen den Haftwerten per se gewisse Unterschiede zu detektieren waren, kann abschließend festgehalten werden, dass die jeweils

erfolgreichsten Untergruppen für alle Materialien vielversprechende Haftungen hervorbrachten, um damit zielführend klinisch arbeiten zu können.

## Schlussfolgerungen

Unter strikter Einhaltung der Herstellerempfehlungen zur Vorbehandlung zeigen die neuen CAD/CAM-Materialien mit den gewählten Befestigungskompositen gute Ergebnisse in der adhäsiven Performance.

provided  $\mu$ -TBS values that are completely satisfactory for clinical work.

## Conclusion

Under application of the recommended pretreatment protocols, the novel CAD/CAM materials show promising bonding performances to different types of luting resin composites.

## References

1. Frankenberger R, Lohbauer U, Roggendorf MJ, Naumann M, Taschner M. Selective enamel etching reconsidered: better than etch-and-rinse and self-etch? *J Adhes Dent* 2008;10:339–344.
2. Frankenberger R, Reinelt C, Krämer N. Nanohybrid vs. fine hybrid composite in extended class II cavities: 8-year results. *Clin Oral Investig* 2014;18:125–137.
3. Opdam NJ, Bronkhorst EM, Loomans BA, Huysmans MC. 12-year survival of composite vs. amalgam restorations. *J Dent Res* 2010;89:1063–1067.
4. Roggendorf MJ, Kunzi B, Ebert J, Roggendorf HC, Frankenberger R, Reich SM. Seven-year clinical performance of CEREC-2 all-ceramic CAD/CAM restorations placed within deeply destroyed teeth. *Clin Oral Investig* 2012;16:1413–1424.
5. Opdam NJ, Bronkhorst EM, Loomans BA, Huysmans MC. 12-year survival of composite vs. amalgam restorations. *J Dent Res* 2010;89:1063–1067.
6. Roggendorf MJ, Krämer N, Appelt A, Naumann M, Frankenberger R. Marginal quality of flowable 4-mm base vs. conventionally layered resin composite. *J Dent* 2011;39:643–647.
7. Frankenberger R, Taschner M, Garcia-Godoy F, Petschelt A, Krämer N. Leucite-reinforced glass ceramic inlays and onlays after 12 years. *J Adhes Dent* 2008;10:393–398.
8. Otto T, De Nisco S. Computer-aided direct ceramic restorations: a 10-year prospective clinical study of Cerec CAD/CAM inlays and onlays. *Int J Prosthodont* 2002;15:122–128.
9. Posselt A, Kerschbaum T. Longevity of 2328 chairside Cerec inlays and onlays. *Int J Comput Dent* 2003;6:231–248.
10. Reiss B. Clinical results of Cerec inlays in a dental practice over a period of 18 years. *Int J Comput Dent* 2006;9:11–22.
11. Sjögren G, Molin M, van Dijken JW. A 10-year prospective evaluation of CAD/CAM-manufactured (Cerec) ceramic inlays cemented with a chemically cured or dual-cured resin composite. *Int J Prosthodont* 2004;17:241–246.
12. Taschner M, Krämer N, Lohbauer U, et al. Leucite-reinforced glass ceramic inlays luted with self-adhesive resin cement: a 2-year in vivo study. *Dent Mater* 2012;28:535–540.
13. Thordrup M, Isidor F, Hörsted-Bindslev P. A prospective clinical study of indirect and direct composite and ceramic inlays: ten-year results. *Quintessence Int* 2006;37:139–144.
14. Frankenberger R, Krämer N, Appelt A, Lohbauer U, Naumann M, Roggendorf MJ. Chairside vs. labside ceramic inlays: effect of temporary restoration and adhesive luting on enamel cracks and marginal integrity. *Dent Mater* 2011;27:892–898.
15. Krämer N, Kunzelmann KH, Taschner M, Mehl A, Garcia-Godoy F, Frankenberger R. Antagonist enamel wears more than ceramic inlays. *J Dent Res* 2006;85:1097–1100.
16. Guess PC, Vagkopoulou T, Zhang Y, Wolkewitz M, Strub JR. Marginal and internal fit of heat pressed versus CAD/CAM fabricated all-ceramic onlays after exposure to thermo-mechanical fatigue. *J Dent* 2014;42:199–209.
17. Schultheis S, Strub JR, Gerds TA, Guess PC. Monolithic and bi-layer CAD/CAM lithium-disilicate versus metal-ceramic fixed dental prostheses: comparison of fracture loads and failure modes after fatigue. *Clin Oral Investig* 2013;17:1407–1413.
18. Wiedhahn K. The impression-free Cerec multilayer bridge with the CAD-on method. *Int J Comput Dent* 2011;14:33–45.
19. Elsaka SE. Bond strength of novel CAD/CAM restorative materials to self-adhesive resin cement: the effect of surface treatments. *J Adhes Dent* 2014;16:531–540.
20. Keul C, Müller-Hahl M, Eichberger M, et al. Impact of different adhesives on work of adhesion between CAD/CAM polymers and resin composite cements. *J Dent* 2014;42:1105–1114.
21. Peampring C. Restorative management using hybrid ceramic of a patient with severe tooth erosion from swimming: a clinical report. *J Adv Prosthodont* 2014;6:423–426.



22. Dirxen C, Blunck U, Preissner S. Clinical performance of a new biometric double network material. *Open Dent J*;7:118–122.
23. De Munck J, Mine A, Vivian Cardoso M, et al. Effect of dentin location and long-term water storage on bonding effectiveness of dentin adhesives. *Dent Mater J* 2011;30:7–13.
24. Frankenberger R, Lohbauer U, Schaible RB, Nikolaenko SA, Naumann M. Luting of ceramic inlays in vitro: marginal quality of self-etch and etch-and-rinse adhesives versus self-etch cements. *Dent Mater* 2008;24:185–191.
25. Peumans M, De Munch J, Van Landuyt K, Van Meerbeek B. Thirteen-year randomized controlled clinical trial of a two-step self-etch adhesive in non-cariou cervical lesions. *Dent Mater* 2015.pii:S0109-5641(15)00019-6. doi:10.1016/j.dental.2015.01.005. [epub ahead of print].
26. Van Meerbeek B, Yoshihara K. Clinical recipe for durable dental bonding: why and how? *J Adhes Dent* 2014;16:94.
27. Frankenberger R, Lohbauer U, Taschner M, Petschelt A, Nikolaenko SA. Adhesive luting revisited: influence of adhesive, temporary cement, cavity cleaning, and curing mode on internal dentin bond strength. *J Adhes Dent* 2007;9(suppl 2):269–273.
28. Frankenberger R, Hehn J, Hajtó J, et al. Effect of proximal box elevation with resin composite on marginal quality of ceramic inlays in vitro. *Clin Oral Investig* 2013;17:177–183.
29. Della Bona A, Corazza PH, Zhang Y. Characterization of a polymer-infiltrated ceramic-network material. *Dent Mater* 2014;30:564–569.
30. Belli R, Geinzer E, Muschweck A, Petschelt A, Lohbauer U. Mechanical fatigue degradation of ceramics versus resin composites for dental restorations. *Dent Mater* 2014;30:424–432.
31. Lührs AK, De Munck J, Geurtsen W, Van Meerbeek B. Composite cements benefit from light-curing. *Dent Mater* 2014;30:292–301.

### Address/Adresse

Prof. Dr. Roland Frankenberger, Abteilung für Zahnerhaltungskunde, Med. Zentrum für ZMK, Universität Marburg und Universitätsklinikum Gießen und Marburg, Campus Marburg, Georg-Voigt-Straße 3, 35039 Marburg, Tel.: +49 (0) 6421 5863240; Fax: +49 (0) 6421 5863745; E-Mail: frankbg@med.uni-marburg.de