

**Aus der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie  
der Universität München  
Direktor: Prof. Dr. R. Hickel**

**Oberflächeneigenschaften von  
Zahnrestaurationsmaterialien**

**Dissertation  
zum Erwerb des Doktorgrades der Zahnheilkunde  
an der Medizinischen Fakultät der  
Ludwig-Maximilians-Universität zu München**

**Vorgelegt von  
Maksim Tschernin  
aus Lemberg  
2003**

**Mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät  
Der Universität München**

Berichterstatter:	Prof. Dr. K.-H. Kunzelmann
Mitberichterstatter:	Prof. Dr. R. Breul Priv. Doz. Dr. E. Euler
Dekan:	Prof. Dr. med. Dr. h. c. K. Peter
Tag der mündlichen Prüfung:	25.11.2003

*Meiner wunderbaren Mutter*

## **Inhaltsverzeichnis**

<b>1. Einleitung.....</b>	<b>1</b>
<b>2. Literaturübersicht.....</b>	<b>4</b>
2.1 Einfluss der freien Oberflächenenergie auf die bakterielle Adhäsion.....	4
2.1.1 In-vitro-Tests auf unbenetzten Oberflächen.....	7
2.1.2 In-vitro-Tests auf pellicelbenetzten Oberflächen.....	9
2.1.3 Experimente in vivo.....	12
2.2 Einfluss der Oberflächenrauigkeit auf bakterielle Adhäsion.....	14
2.2.1 In-vivo-Studien über die supragingivale Plaque.....	17
2.2.2 Methoden der klinischen Plaquequantifizierung.....	17
2.2.2.1 Quantitative Verfahren.....	17
2.2.2.2 Qualitative Verfahren.....	20
2.3 In-vivo-Studien über die subgingivale Plaque.....	22
2.3.1 In-vitro-Studien.....	24
2.4 Wechselwirkungen zwischen Oberflächenrauigkeit und freien Oberflächenenergie.....	25
<b>3. Theoretische Grundlagen.....</b>	<b>27</b>
3.1 Theoretische Grundlagen der Oberflächenspannung.....	27
3.1.1 Auswerteverfahren.....	31
3.2 Oberflächenmesstechnik, theoretische Grundlagen.....	33
3.2.1 Arten der Gestaltabweichungen.....	33
3.2.2 Unterscheidung der Gestaltabweichungen 1. bis 4. Ordnung.....	34
3.2.3 Ermittlung der genormten Oberflächen-Kennwerte.....	37
3.2.4 Definition der Oberflächen-Kennwerte.....	38
3.2.4.1 $R_z$ Gemittelte Rauhtiefe – DIN 4768/1.....	38

## Inhaltsverzeichnis

---

3.2.4.2	$R_{\max}$ Maximale Rauhtiefe- Din 4768.....	39
3.2.4.3	$R_a$ Arithmetischer Mittenrauhwert- DIN 4768, ISO 4287/1.....	39
3.2.5	Erfassung der Gestaltabweichungen mit dem Tastschnittverfahren.....	40
3.3	Rasterkraftmikroskop - theoretische Grundlagen.....	42
3.4	Interferenzmikroskop - theoretische Grundlagen.....	43
<b>4.</b>	<b>Material und Methode.....</b>	<b>46</b>
4.1	Untersuchungsmaterialien.....	46
4.2	Probenherstellung.....	50
4.3	Kontaktwinkelmessung.....	53
4.3.1	Kontaktwinkelmessgerät.....	53
4.3.2	Kontaktwinkelmessungen.....	55
4.4	Rauhigkeitsmessungen.....	56
4.4.1	Perthometer.....	56
4.4.2	Rasterkraftmikroskop.....	58
4.4.3	Interferenzmikroskop.....	59
<b>5.</b>	<b>Ergebnisse.....</b>	<b>61</b>
5.1	Oberflächenenergie von polierten und geschliffenen Proben.....	61
5.2	Speichelbenetzung von polierten und geschliffen Proben.....	64
5.3	Rauhigkeitsmessungen.....	66
5.3.1	Perthometer.....	66
5.3.1.1	Rauhigkeit der polierten Proben.....	66
5.3.1.2	Rauhigkeit der geschliffenen Proben.....	68
5.3.2	Rasterkraftmikroskop.....	70

## Inhaltsverzeichnis

---

5.3.3 Interferenzmikroskop.....	72
<b>6. Diskussion.....</b>	<b>74</b>
6.1 Oberflächenenergie von polierten und geschliffenen Proben.....	75
6.2 Speichelbenetzung der polierten und geschliffnen Proben.....	84
6.3 Bestimmung der Rauigkeit.....	87
6.3.1 Perthometer.....	88
6.3.2 Rasterkraftmikroskopie.....	90
6.3.3 Interferenzmikroskopie.....	91
6.4 Schlussfolgerung.....	91
<b>7. Zusammenfassung.....</b>	<b>94</b>
<b>8. Literaturverzeichnis.....</b>	<b>98</b>
<b>9. Anhang.....</b>	<b>112</b>
<b>10. Danksagung.....</b>	<b>114</b>
<b>11. Lebenslauf.....</b>	<b>116</b>

### 1. Einleitung

In der Mundhöhle liegen verschiedene Hartsubstanzoberflächen mit unterschiedlichen Charakteristika vor (Zähne, Füllungsmaterialien, dentale Implantate oder Prothesen). Sie bieten unterschiedliche Möglichkeiten zur bakteriellen Adhäsion. Bei gesunden Verhältnissen existiert auf solchen Oberflächen ein dynamisches Gleichgewicht zwischen retinierenden und abstoßenden Kräften. Liegt jedoch eine erhöhte bakterielle Anhäufung in der Mundhöhle vor, so bringt diese oft die Verschiebung in eine krankhafte Situation mit sich. Es führt zur den häufigsten Erkrankungen in der Mundhöhle: Karies und Erkrankungen des Parodonts.

Im Falle von Karies kommen häufig Adhäsivtechnik, Amalgamfüllungen oder Restaurationen mit Einlagefüllungen zum Einsatz. Auch konservative Therapien, wie fluoridierungs- und antibakterielle Maßnahmen, sowie Verbesserung der Mundhygiene, spielen dabei eine wichtige Rolle. Bei Versorgung kariöser Läsionen treten „Probleme der Reparatur“ auf. Derzeit stehen keine plastischen Füllungswerkstoffe oder Techniken zur Verfügung, die keine Probleme in der Randspaltbildung aufweisen. Ca. 70% aller zahnärztlichen Leistungen im Bereich der Kariologie beschäftigen sich mit dem Ersatz vorhandener Füllungen aufgrund von Sekundärkaries. Reduktion von Sekundärkaries ist deshalb sehr wünschenswert.

Prinzipiell existieren drei grundsätzlich verschiedene Ansätze, plaque- und karieshemmende Effekte in Füllungswerkstoffe zu integrieren. Zum einen können dem Material Bestandteile zugefügt werden, die während der Verweilzeit in situ freigesetzt werden (z.B. Fluorid), und zum anderen kann das Material so modifiziert werden, dass die karieshemmenden Bestandteile an den Füllungs-

werkstoff gebunden sind (Methacrylyloxydodecylpyridiniumbromide (MDPB)) (Imazato 1994). Während die beiden erstgenannten Prinzipien auf biochemischen bzw. biologischen Interaktionen beruhen, nutzt die dritte Möglichkeit lediglich physikalische Effekte. So erscheint es denkbar, die Oberflächenenergie von Füllungsmaterialien gezielt zu optimieren und in einen Bereich zu verlagern, in dem die initiale Adhäsion von Bakterien deutlich erschwert wird (De Jong 1984; Weerkamp et al. 1985, 1988; Quirinen & Bollen 1995).

Wasseraufnahme und Löslichkeit der Kunststoffe können Eigenschaften der Materialien negativ beeinflussen. Die geringe Größe des Wassermoleküls ermöglicht dessen Diffusion in die Maschen des Polymernetzwerkes. Die entstehenden Druckspannungen können die Zahnhartsubstanz schädigen. Gleichzeitig kann das Polymernetzwerk durch die Wassermoleküle auch an empfindlichen Stellen gespalten werden. Es führt zur Freisetzung von Matrixbestandteilen, Verschlechterung der Abriebfestigkeit und der allgemeinen Festigkeit. Außerdem steigt das Allergierisiko gegen Matrixbestandteile an.

Ziel dieser Arbeit ist es, den Einfluss der Oberflächenrauigkeit und Materialeigenschaften auf die freie Oberflächenenergie zu untersuchen. Sowohl In-vitro- als auch In-vivo-Untersuchungen unterstreichen die Bedeutung der freien Oberflächenenergie und Oberflächenrauigkeit bei der Anlagerung supragingivaler Plaque. Hochenergetische Oberflächen sammeln mehr Plaque, da sie Plaque stärker binden und die Adhäsion spezifischer Bakterien begünstigen. Es ist auch bekannt, dass raue Oberflächen Plaquebildung und Reife unterstützen. Der Anstieg der freien Oberflächenenergie durch Erhöhung der Rauigkeit rechtfertigt die Forderung nach glatten Oberflächen. Niedrigenergetische und glatte O-



## 1 Einleitung

---

berflächen reduzieren die Plaqueanlagerung. Dadurch wird das Aufkommen von Karies und Parodontitis reduziert.

### 2. Literaturübersicht

#### 2.1 Einfluss der freien Oberflächenenergie auf die bakterielle Adhäsion

Die Fläche, die zwei Phasen voneinander trennt, wird allgemein als Grenzfläche bezeichnet; für Grenzflächen zwischen einer Gasphase und einer flüssigen oder festen Phase wird oft auch der Begriff Oberfläche verwendet. In Abhängigkeit vom Aufbau und den Eigenschaften der phasenbildenden Stoffe treten an Phasengrenzflächen zwischenmolekuläre (van-der-Waalsche Kräfte) und elektrostatische Wechselwirkungskräfte auf, die das gegenseitige Verhalten der Stoffe unterschiedlich beeinflussen (Näser 1990). (Siehe auch Kapitel 3. Theoretische Grundlagen).

Wenn ein Bakterium an einer Oberfläche haftet, kann der unterstützende Wasserfilm zwischen miteinander wechselwirkenden Oberflächen vernachlässigt werden. Es wird angenommen, dass Verbindungen zwischen Bakterium/Flüssigkeit (bl) ( $l = \text{Liquid}$ ) und Substrat/Flüssigkeit (sl) durch Substrat/Bakterium-Verbindung (sb) ersetzt werden. Daraus kann die Wechselwirkungsenergie errechnet werden. Die Veränderung der Gibbsschen Energie der Adhäsion ( $\Delta G_{\text{adh}}$ ) wird anhand der Formel (Absolom et al. 1983):  $\Delta G_{\text{adh}} = \sigma_{\text{sb}} - \sigma_{\text{sl}} - \sigma_{\text{bl}}$  beschrieben. Die freie Energie der Adhäsion von Bakterien ( $\Delta G_{\text{adh}}$ ) korreliert in der Formel mit freien Verbindungsenergien von Substrat/Bakterium ( $\sigma_{\text{sb}}$ ), Substrat/Flüssigkeit ( $\sigma_{\text{sl}}$ ) und Bakterium/Flüssigkeit ( $\sigma_{\text{bl}}$ ).

Die Adhäsion von Bakterien wird unter anderem auch durch hydrophobe Wechselwirkungen zwischen Oberfläche und Bakterium beeinflusst. Die Ursache für das Verhalten der Oberflächen und Bakterien ist ihr molekularer Aufbau.

## 2 Literaturübersicht

---

Jedes Molekül besteht aus einer hydrophilen (wasserfreundlichen) polaren Gruppe und einem hydrophoben (wasserabweisenden) Molekülrest. Hydrophile Gruppen sind Carbonyl- und Carboxylgruppen. Hydrophobe Moleküle bestehen aus Kohlenwasserstoffketten mit unterschiedlicher Anzahl an C-Atomen. Aufgrund der Reaktionsfreudigkeit von hydrophilen Gruppen besitzen hydrophilere Oberflächen höhere freie Oberflächenenergie (Näser 1990).

Die Bedeutung der freien Oberflächenenergie ( $\sigma_{sv}$ ) des Substrates für die bakterielle Adhäsion kann anhand der Formel für die freie Oberflächenenergie  $\Delta G_{adh} = \sigma_{sb} - \sigma_{sl} - \sigma_{bl}$  abgeleitet werden. Die theoretische Berechnung der Veränderungen von  $\Delta G_{adh}$  bei der Anhaftung von Bakterien, die sich in umgebender Flüssigkeit befinden, zu den Substraten mit verschiedenen Oberflächenenergien, ist in der Abb. 2.1 (Absolom et al. 1983, 1988) dargestellt.

Die Ergebnisse zeigen das Zusammenwirken von drei Energien: der freien Oberflächenenergie eines Bakteriums  $\sigma_{bv}$ , der freien Oberflächenenergie des Substrates  $\sigma_{sv}$  und der Oberflächenspannung der umgebenden Flüssigkeit  $\sigma_{lv}$ . Wenn die Oberflächenspannung der umgebenden Flüssigkeit ( $\sigma_{lv}$ ) größer als die freie Oberflächenenergie des Bakteriums ( $\sigma_{bv}$ ) ist, dann wird die  $\Delta G_{adh}$  (freie Energie der Adhäsion) weniger negativ. Es bewirkt die Vergrößerung der freien Oberflächenenergie des Substrates ( $\sigma_{sv}$ ) und die zunehmende Adhäsion von Bakterien an den niedrigenergetischen (hydrophoben) Werkstoffen. Von der anderen Seite, wenn  $\sigma_{lv} < \sigma_{bv}$  ist, dann tritt das Gegenteil auf, d.h. zunehmende Adhäsion an den hochenergetischen (hydrophilen) Werkstoffen. Für den Fall, dass  $\sigma_{lv} = \sigma_{bv}$  ist, wird  $\Delta G_{adh}$  gleich Null, unabhängig von der Oberflächenenergie ( $\sigma_{sv}$ ) des Substrates.

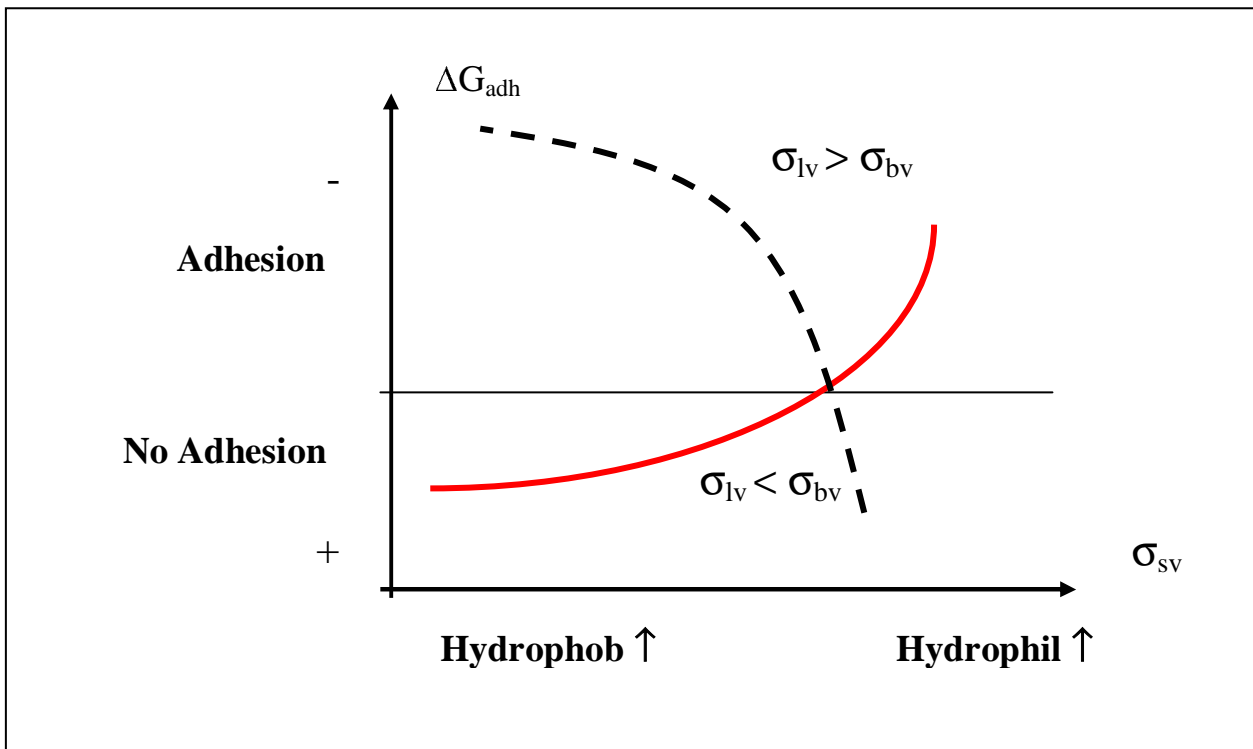


Abb. 2.1: Theoretische Berechnung der freien Energie der Adhäsion (Die Adhäsion ist begünstigt, wenn freie Enthalpie des Systems ( $\Delta G_{adh}$ ) weniger als 0 ist) eines einzelnen Bakteriums, das sich in einem Medium (umgebende Flüssigkeit) mit niedrigerer Oberflächenspannung befindet, als die freie Oberflächenenergie des Bakteriums ( $\sigma_{lv} < \sigma_{bv}$ ), oder in einem Medium mit höherer Oberflächenspannung, als die freie Oberflächenenergie des Bakteriums ( $\sigma_{lv} > \sigma_{bv}$ ). Die freie Energie der Adhäsion ( $\Delta G_{adh}$ ) wird als Funktion der freien Oberflächenenergie des Substrates ( $\sigma_{sv}$ ) berechnet. Wenn  $\sigma_{lv} > \sigma_{bv}$  (unterbrochene Linie) ist, dann wird  $\Delta G_{adh}$  (die freie Energie der Adhäsion) nach und nach weniger negativ mit Erhöhung der freien Oberflächenenergie des Substrates ( $\sigma_{sv}$ ). Hier aus kann man ableiten, dass es zu einer erhöhten Adhäsion auf niedrigenergetischen (hydrophoben) Substraten kommt. Andererseits, wenn  $\sigma_{lv} < \sigma_{bv}$  (ununterbrochene Linie) ist, dann wird das entgegengesetzte Muster des Verhaltens vorausgesagt, d.h. es besteht eine erhöhte Adhäsion auf hochenergetischen (hydrophilen) Substraten. In seltenen Fällen in denen  $\sigma_{lv} = \sigma_{bv}$  ist, wird  $\Delta G_{adh} = 0$  unabhängig von Wert der freien Oberflächenenergie des Substrates ( $\sigma_{sv}$ ). (Adaptiert aus Quiryne & Bollen 1995).

Das ist wichtig zu verstehen, dass dieses Model nicht die Anzahl der Bakterien, die adhäsiv an einer Oberfläche haften werden, voraussagt, sondern nur das relative Maß (mehr oder weniger) der Adhäsion der Bakterien voraussagt. (Absolom et al. 1983, 1988).

Aus dieser mathematischen Gleichung können folgende Schlussfolgerungen abgeleitet werden:

(1) Die meisten Bakterien in der Mundhöhle haben höhere Oberflächenenergien ( $\sigma_{bv}$ ) (Van Pelt et al. 1984) als Speichel (relativ niedrige Oberflächenspannung ( $\sigma_{lv}$ )) (Glanz 1970), so trifft für die meisten Bakterien die Beziehung  $\sigma_{lv} < \sigma_{bv}$  zu. Das führt zu der Schlussfolgerung: je höher die freie Oberflächenenergie des Substrates (z.B. Füllungsmaterialien) ist, desto leichter findet die bakterielle Adhäsion statt (Abb. 2.1).

(2) Abgeleitet aus der Gleichung könnte angenommen werden, dass die Bakterien mit einer niedrigen freien Oberflächenenergie eher an die Werkstoffe mit der niedrigen freien Oberflächenenergie und im Gegenteil die Bakterien mit hohen Oberflächenenergie besser an hochenergetischen Oberflächen anhaften (Quiryne & Bollen 1995).

### 2.1.1 In-vitro-Tests auf unbenetzten Oberflächen

Absolom et al. (1983) stellten fest, dass wenn die Suspension von Bakterien ( $10^8$  Staphylococcus aureus, Staphylococcus epidermis, Escherichia coli und Listeria monocytogenes) für 30 Minuten in Kontakt mit verschiedenen Polymeroberflächen mit unterschiedlichen freien Oberflächenenergien ( $\sigma_{sv}$ ) gebracht

## 2 Literaturübersicht

---

wurde, so korrelierte die Zahl der Bakterien pro Flächeneinheit gut mit der oben erwähnten thermodynamischer Vorhersage. Minagi et al. (1995) analysierten die Adhäsion von *Candida albicans* (hohe  $\sigma_{bv}$ ) und *Candida tropicalis* (niedrige  $\sigma_{bv}$ ) an zahnärztlichen Prothesenkunststoffen mit unterschiedlichen freien Oberflächenenergien und kamen zu der Schlussfolgerung, dass ihre Ergebnisse gut zu dem thermodynamischen Model der Adhäsion passten.

Die Experimente der Adhäsion (für 1 Stunde in einem fließenden Zellsystem) an unbeweglichen Substraten, dem Boden des Prüfsystems und poliertem Schmelz, haben gezeigt, dass die Bakterienstämme mit der niedrigen freien Oberflächenenergie (*Streptococcus mitis*) in höherer Anzahl an den hydrophoben als an den hydrophilen Oberflächen haften (Uyen et al 1985, Sjollema et al 1988). Die Bakterienstämme mit der hohen Oberflächenenergie tendieren (*S. mutans*) im Gegensatz dazu zu den hydrophilen Oberflächen. Außerdem wurde beobachtet, dass die Bakterien reversibel an den Oberflächen hafteten, wenn  $\Delta G_{adh}$  positiv war (Busscher et al. 1986b). Das bedeutet, dass die Oberflächenenergie der Werkstoffe auch eine Auswirkung auf die Adhäsion der Bakterien hat (Van Pelt et al. 1985). Die zusätzlichen Studien zeigten jedoch, dass die Beziehung zwischen der freien Oberflächenenergie eines Werkstoffes und der Anzahl der haftenden Bakterien bleibt, aber sie wird mit der Zeit weniger deutlich (Veränderung der freien Oberflächenenergie durch Pelikelbildung) (Busscher et al 1986a). Darüber hinaus scheint die Beziehung zwischen  $\Delta G_{adh}$  und der Anzahl der anhaftenden Bakterien stammspezifisch zu sein. Für einige Stämme besteht die Möglichkeit der Adhäsion, auch wenn  $\Delta G_{adh}$  positiv ist (Pratt-Terpstra et al. 1988). Alle diese Ausnahmen in der Adhäsion der Bakterien zu den Oberflächen waren als Anpassung erklärt. Die Anpassung der Bakterien ermöglicht ihnen

einen stärkeren irreversiblen Verbund durch die Veränderungen in der fibrilären Oberflächenstruktur oder durch die Sekretion von interzellulärem Kleber, oder von den beiden (Busscher et al. 1986a). Es wird angenommen, dass diese Spezies bestimmte Oberflächenstrukturen (z. B.: surface Appendages: glycoprotein, protein responsible for interbacterial coaggregation) besitzen, um auf beide verschiedene physico-chemische Oberflächeneigenschaften (Oberflächenenergie, Hydrophobität und Hydrophilität) und spezifische molekulare Interaktionen zu wirken (Van der Mei et al. 1987, Weerkamp et al. 1986).

Für einige Stämme oraler Mikroorganismen mit relativ niedrig hydrophober Oberfläche und hohem Zeta-Potential könnte das elektrostatische Potential (Zeta-Potential) der Substratoberfläche eine wichtigere Rolle als deren Oberflächenenergie spielen. Das bedeutet jedoch, dass elektrostatische Wechselwirkungen zusammen mit freier Oberflächenenergie und hydrophoben Wechselwirkungen bakterielle Adhäsion in Rahmen des thermodynamischen Modells beeinflussen (Satou et al. 1988, Weerkamp et al. 1988).

### 2.1.2 In-vitro-Tests auf pellicelbenetzten Oberflächen.

Im Mundmilieu werden sowohl die natürlichen als auch die künstlichen Oberflächen sofort mit einem proteinreichen Film, dem Pellicel, benetzt (Meckel 1965). Als Hauptbestandteile des gebildeten Pellicels werden Speichelproteine vorgeschlagen (Sönju & Rölla 1973, Al-Haschimi & Levine 1989), vor allem prolinreiche Proteine (PRPs) (Bennick et al. 1983). Die Dicke des Pellicels steigt in den ersten 90 Minuten an, und bleibt dann bei einer Dicke von ca. 0,1 bis 0,7  $\mu\text{m}$ . konstant (Sönju & Rölla 1973). Im Vergleich zu dem „zwei

Stunden-Pellikel“ verändert sich die chemische Zusammensetzung der „24 Stunden-Pellikel“ im Falle einer normalen Nahrungsaufnahme; aber nicht wenn keine Nahrungsaufnahme erfolgt. Das deutet auf einen nahrungsbeeinflussenden Beitrag zur Pellikelbildung oder auf eine bakterielle Degradierung des Pellikels hin (Rykke & Sönju 1991).

Diese Proteinbildung auf der Oberfläche hat einen dramatischen Einfluss auf die endgültige Oberflächenenergie eines Werkstoffes. Sie steigt bei Werkstoffen mit einer niedrigen Oberflächenenergie und nimmt bei Werkstoffen mit einer hohen Oberflächenenergie ab (Jansen 1984, Van Dijk et al. 1987, Schakenraad et al. 1989). Die Pellikelbildung auf der Zahnoberfläche führt zur Verminderung der Oberflächenenergie (Van Pelt et al. 1983, Van Dijk et al. 1987). Durch die Pellikelbildung nähern sich die freien Oberflächenenergien unterschiedlicher Substrate einander an (Van Dijk et al. 1988).

Man kann die Beziehungen zwischen der bakteriellen Adhäsion und der freien Oberflächenenergie des Substrates für benetzte Oberflächen wie folgt zusammenfassen.

- Die Pellikelbildung führt, ungeachtet der freien Oberflächenenergie des Substrates, zu einer allgemeinen Reduktion der Zahl haftender Bakterien (Rölla 1977, Pratt-Terpstra et al. 1989, 1991, Weerkamp et al. 1988, Christersson & Glanz 1992).

- Der thermodynamische Ansatz bleibt wichtig, seine Bedeutung nimmt jedoch ab (Pratt-Terpstra et al. 1989, 1991).

- Hinsichtlich des Adhäsionsprozesses existieren zwischen einer „frühen (5 min)“ oder einer „reifen (2 h)“ Pellikelschicht nur geringe Unterschiede (Pratt-Terpstra et al. 1989), was bedeutet, dass auch eine frühe Pellikelschicht die bak-



terielle Adhäsion an der Zahnoberfläche reduziert. Diese Unterschiede sind stammabhängig und werden möglicherweise durch die Zusammensetzung des Pellikels während des Wachstums beeinflusst. Die zunehmende Adhäsion des *S. mutans* an ein „reifes“ Pellikel könnte z.B. auf die Erhöhung des adhäsionsfördernden Mucins während des Pellikelwachstums zurückgeführt werden (Gibbons et al 1986). Umgekehrt könnte die Abnahme der Adhäsion von *S. sanguis* während der Pellikelbildung durch die Verminderung des Mucins mit niedrigem molekularem Gewicht erklärt werden (Lommis et al. 1987).

- Als die Versuche in einem fließenden Zellsystem mit kontrollierten abscheidenden Kräften gemacht wurden (Christersson et al. 1987), wurde beobachtet, dass die Zahl der anhaftenden Zellen auf dem frischen Substrat von der freien Oberflächenenergie abhängt. Die höchste Retention wurde auf dem Substrat mit der kritischen Oberflächenspannung (Oberflächenspannung auf den mit Speichel benetzten Zähnen) beobachtet. Die geringste bakterielle Retention fand auf den Oberflächen mit extrem hoher oder extrem niedriger freier Oberflächenenergie statt (Christersson et al. 1989, Christersson & Glanz 1992). Außerdem wurde der Verlust von Bakterien beobachtet, der durch Bindemisserfolg an das Pellikel verursacht wurde, was natürlich von der Substratoberfläche abhängig war (Buscher et al. 1992b, 1992c).

- Auf den benetzten Oberflächen wurde ein neuer Mechanismus, die „positive Kooperation“, beobachtet, womit gemeint ist, dass die Adhäsion von einer oder mehreren Zellen die Wahrscheinlichkeit der Anheftung anderer Zellen bei der beginnenden Adhäsion erhöht (Doyle 1991). Es ist jedoch schwierig, dieses Phänomen und einfaches Bakterienwachstum auseinander zu halten, weil sie beide das gleiche mikroskopische Erscheinungsbild aufweisen (Caldwell 1987).

Diese Beobachtungen bestätigen die Aussage, dass sich die physikalischen und chemischen Eigenschaften von festen Werkstoffen signifikant auf die physiko-chemischen Oberflächeneigenschaften, Zusammensetzung, Packung, Dichte, und/oder Konfiguration des Pellicels auswirken (Lee et al. 1974, Baier & Glanz 1978, Ruan et al 1986, Fina et al. 1984, Rykke et al. 1991). Absalom et al. (1987) haben sogar eine klare Beziehung zwischen dem Typ des adsorbierten Proteins und der freien Oberflächenenergie des Substrates beobachtet, was zeigt, dass die Substrat-Protein-Grenzfläche die Substrateigenschaften in die Protein-Zell-Grenzfläche teilweise übertragen kann ( Pratt-Terpstra et al. 1989, 1991) und folglich die initiale bakterielle Adhäsion beeinflusst. Der genaue Mechanismus ist noch ungeklärt.

### 2.1.3 Experimente in vivo

Glanz (1969) war der erste, der in vivo die positive Korrelation zwischen der Oberflächenenergie und der Retentionskapazität von supragingivaler Plaque erkannte und überprüfte. Im Experiment wurde die ungestörte Plaquebildung (Gewichtsmessungen an 1, 3 und 7 Tag) auf Testplättchen mit verschiedenen Oberflächenenergien beobachtet. Ein positiver Zusammenhang wurde zwischen der Oberflächenenergie des Substrates und dem Gewicht der Plaque festgestellt. Dies wurde zwischen den Werkstoffen mit niedriger ( Poly-tetra-fluoro-ethylene oder Teflon) und mittlerer freier Oberflächenenergie (equivalent zu Oberflächenenergie von Schmelz und Dentin) beobachtet (Glanz 1969). Zwischen den Werkstoffen mit hoher (Gold) und extrem hoher (rostfreier Stahl) freier Oberflä-

chenenergie wurde jedoch kein signifikanter Unterschied beobachtet (Glanz 1969).

Als nach zwei Stunden Inkubation in der Mundhöhle von Beagle-Hunden die anhaftenden Mikroorganismen auf den untersuchten Oberflächen mit unterschiedlichen freien Oberflächenenergien (Van Dijk et al. 1987) gezählt wurde, wurde festgestellt, dass sich auf niedrigerenergetischen Oberflächen (z.B. Teflon und Parafin) wesentlich weniger Mikroorganismen als auf mittel oder hochenergetischen (Dentin, Schmelz, Glass) ansammelten. Auch bei Menschen wurde innerhalb von 9 Tagen eine positive Korrelation zwischen der anfänglichen freien Oberflächenenergie des Substrates und dem Betrag von Plaque festgestellt (Quirynen et al. 1989, 1990). Die hydrophoben Oberflächen (Teflon) akkumulierten zehnfach weniger Plaque als die hydrophilen Oberflächen (Schmelz). Außerdem wurde beobachtet, dass die Werkstoffe mit einer niedrigen freien Oberflächenenergie eine schwächere Plaqueretentionkapazität besaßen, weil die Plaquemasse häufig zwischen den Tagen sechs und neun abnahm (Quirynen et al. 1989). Plaquemuster, die am 3. Tag gesammelt wurden, zeigten, dass die Substrate mit niedriger freier Oberflächenenergie bevorzugt von den niedrigerenergetischen Bakterien besiedelt wurden, während das Gegenteil für die Oberflächen mit der mittleren Oberflächenenergie beobachtet wurde (Weerkamp et al. 1989). Zudem waren Stämme von *S. sanguis* I, die von den niedrigerenergetischen Oberflächen (Teflon) isoliert wurden, signifikant hydrophober als diese von den höherenergetischen Oberflächen (Weerkamp et al. 1989). Aus der Behandlung von Schmelzoberflächen mit einem Siliconoil, was die Oberflächenenergie minderte, resultierte *in vivo* eine signifikante Reduktion der Plaquebildung (Rölla et al. 1991). In einer klinischen Studie, in der drei Monate alte Plaque von reinen Ti-

tan oder Teflon beschichteten Implantatabutments bei Patienten mit gewöhnlicher Mundhygiene verglichen wurde (Quirynen et al. 1994b), hatten die niedrigerenergetische Oberflächen signifikant weniger reife Plaque. Diese Plaque war durch eine höhere Konzentration von kokkoiden Zellen und einer niedrigeren Konzentration von beweglichen Organismen und Spirochäten charakterisiert. Subgingival waren die Differenzen zwischen den beiden Abutments jedoch deutlich reduziert.

Die Verminderung der freien Oberflächenenergie von intraoralen festen Oberflächen, supragingival und in kleinerem Ausmaß subgingival, bewirkt eine Verzögerung der Plaquebildung und Reifung. Dies findet durch Reduktion der initialen Adhäsion und Verminderung der retentiven Kapazität von Mikroorganismen statt (Quirnen & Bollen 1995).

### 2.2 Einfluss der Oberflächenrauigkeit auf die bakterielle Adhäsion

Die Oberflächenrauigkeit von intraoralen Oberflächen beeinflusst die initiale bakterielle Adhäsion und Stagnation. Die Elektronenmikroskopie (SEM) zeigte offensichtlich, dass die initiale bakterielle Kolonisation auf der Schmelzoberfläche in Oberflächenunregelmäßigkeiten wie Rissen, Rinnen, Perikymatien oder Abrasionsdefekten beginnt. Anschließend verteilen sich die Zellen ausgehend von diesen Bereichen (oft entlang der Perikymatia). Mit der Zeit entwickeln sich umfangreiche und wenig kolonisierte Plaquebereiche in den Oberflächenirregularitäten (Lie 1977, 1978, 1979, Lie & Gusberti 1979, Nyvad & Fejerskov 1987). Ähnliche Beobachtungen der Kolonisation wurden auf Prothesenlager der Kunststoffprothesen registriert (Morris et al. 1987). Die Plaquebildung auf

den Zahnwurzeloberflächen, fand schneller statt und wurde durch zufälliger Verteilung charakterisiert (Nyvad & Fejerskov 1987).

Somit beginnt die initiale Adhäsion, vor allem supragingival, vorzugsweise an Stellen, wo Bakterien gegen abscherende Kräfte geschützt sind. In diesen Bereichen kommt es viel schneller zu einer irreversiblen Anhaftung von Bakterien an die Oberflächen. Der größte Teil der mikrobiellen Masse wird durch die Proliferation von initial anhaftenden Mikroorganismen erhöht. Dies findet während der frühen Plaquebildung statt, was die Bedeutung der Oberflächenrauigkeit in dieser Phase erklärt (Brex et al. 1983).

Auf den unregelmäßigen Oberflächen und anderen Nischen können einmal anhaftende Bakterien länger überleben, weil sie gegen physiologische Reinigung (Newman 1974) und auch gegen Mundhygiene geschützt sind (Quirynen 1986).

### 2.2.1 In-vivo-Studien über die supragingivale Plaque

Quirinen & Bollen (1995) haben in ihrer Arbeit 19 In-vivo-Studien über den Einfluss der Rauigkeit auf die supragingivale Plaque untersucht und sind zu folgenden Ergebnissen gekommen.

- Auf rauen Oberflächen (z.B.: Kronen, Implantatabutments, Prothesenlager) sammelt sich mehr Plaque an und bleibt länger erhalten. Das lässt sich an der Dicke der Anlagerungen, der Ausdehnungsfläche und der Anzahl der sich bildenden Kolonien nachweisen. Bei Patienten mit einer optimalen Mundhygiene oder wenn Plaque mit niedrigsensitiven Indizes erfasst wurde, waren diese Ergebnisse weniger offensichtlich.

## 2 Literaturübersicht

---

- Nach einigen Tagen ungestörter Plaquebildung beherbergten die rauen Oberflächen mehr reife Plaque, die durch eine erhöhte Anzahl von beweglichen Mikroorganismen und Spirochäten charakterisiert war.

- Als Konsequenz von vorangegangenen Aussagen, waren Kronen mit rauen Oberflächen öfter mit entzündlichem Parodontium umgeben, was durch höheren Blutungsindex, erhöhte zervikale Sulkussektion und/oder histologisch entzündetes Gewebe charakterisiert war.

Bei unvorsichtiger Durchführung einiger Behandlungsschritte besteht die Möglichkeit der Rauigkeitserhöhung auf harten Oberflächen in der Mundhöhle. Die große Bedeutung der supragingivalen Oberflächenrauigkeit rechtfertigt die Forderung nach extrem vorsichtigem Vorgehen bei folgenden Behandlungen: übermäßigem Einsatz von Polierbürsten auf Amalgam, Kunststoffveneers, Kompositen und Gold (Van Dijken & Ruyter 1987, Johansen et al. 1989, 1992), dem Einsatz von Polierpasten auf Schmelz mit hoher Geschwindigkeit und Druck (Christensen & Bangerter 1987), der Benutzung von Prophylaxepasten (vor allem Bimssteinhaltigen) an zahnärztlichen Restaurationen (Roulet & Roulet-Mehrens 1982, Serio et al. 1988), der Applikation von hochprozentigen Fluoridlösungen und Gelen auf Dentalkeramik (Wunderlich & Yaman 1986), der Applikation von fluoridhaltigen Medikamenten mit  $\text{pH} < 5$  an Titanimplantaten (Pröbster 1992) und dem Einsatz von kinetischen Abrasivsystemen (air-powder) an allen Materialien (Bergendal et al. 1990, Barnes et al. 1991, Eliades et al. 1991).

### 2.2.2 Methoden der klinischen Plaquequantifizierung

Die Auswahl einer geeigneten Methode zur Plaqueuntersuchung orientiert sich an der Fragestellung. Dabei ist grundsätzlich zwischen quantitativen (Erfassung der Plaquedimension und Menge) und qualitativen Fragestellungen (Lokalisation, Aufbau, Ultrastruktur, Oberfläche der Plaque) zu differenzieren.

Für beide Fragestellungen werden sowohl direkte Untersuchungsmethoden beschrieben, die *in situ oris* durchzuführen sind, sowie indirekte Verfahren, bei denen mit geeigneten Trägersystemen (z.B. Schienen) Plaque in der Mundhöhle auf gekennzeichneten Probenflächen heranwächst. Die Probenträger können anschließend entnommen werden und der eigentlichen Auswertungs-Methode zugeführt werden. Da die meisten bildgebenden Verfahren nur im Labor durchzuführen sind, liegt der Schwerpunkt bei den Untersuchungsmethoden auf den indirekten Verfahren.

#### 2.2.2.1 Quantitative Verfahren

Die einfachste Methode einer Plaquequantifikation *in vivo*, stellt die Erhebung von bekannten Plaque-Indizes (Silness & Loe 1964) dar. Da sich alle Indizes jedoch meist nur auf Punktmessungen mit einfachen Ja/Nein-Entscheidungen bei der Lokalisation von Plaque stützen, sind die damit zu erzielenden Ergebnisse für viele Fragestellungen nicht hinreichend und können nur eine grobe Orientierungshilfe bieten.

Die frühesten Verfahren zur objektiven Plaquebestimmungen sind die Gravimetrie sowie die direkten planimetrischen Verfahren.

Bei der Gravimetrie wird Plaque während einer festgelegten Inkubationsdauer auf intraoralen Probenträgern akkumuliert. Nach Trocknung im Labor und Ablösung von der Oberfläche kann anschließend das Gewicht der Trockenmasse bestimmt werden (Trapp et al. 1975). Da dieses Verfahren jedoch zeitaufwendig und mit zahlreichen Fehlerquellen behaftet ist, konnte in der Literatur dafür keine breite Anwendung festgestellt werden.

Ein übliches Verfahren zur Bestimmung der Lokalisation und der flächigen Ausdehnung von Plaque, bieten die planimetrischen Verfahren. Verschiedene Varianten dieser Technik werden beschrieben, die sich direkt *in situ oris* (Rekola & Scheinin 1977, Quirynen et al. 1985, Sagel et al. 2000) oder indirekt auf Plaque-Probenträger (Wood, S.R. et al. 2000) anwenden lassen. Verfahren, die direkt am Probanden Anwendung finden, nutzen vorwiegend makroskopische Fotografien angefärbter Plaqueregionen als Grundlage der Auswertung. Diese können anhand geeichter Maßstäbe und Koordinatennetze direkt vermessen (Rekola und Scheinin 1977) oder relativ durch Vergleich von Aufnahmen vor/nach Plaquebesiedelung beurteilt werden (Quirynen et al. 1985, Sagel et al. 2000), wobei moderne Verfahren verstärkt die Möglichkeiten der digitalen Bildverarbeitung nutzen (Sagel et al. 2000, Wood, S.R. et al. 2000).

Indirekte Verfahren erlauben es, auch neue bildgebende Verfahren zur Plaquequantifizierung heranzuziehen, wie die Fluoreszenzmikroskopie (Netuschil 1983, Guggenheim et al. 2001). Durch Auswahl geeigneter Farbstoffe und anregender Lichtwellenlängen gelingt es mit dieser Technik, zwischen vitalen und avitalen Plaquemikroorganismen zu differenzieren (Auschill T.M. et al. 2001, Zaura-Arite E. et al. 2001). Zudem erlaubt dieses Verfahren den Einsatz von Immunfluoreszenzfarbstoffen, die eine selektive Markierung von Markomolekü-



len in Biomembranen ermöglichen. Damit gelingt es, insbesondere feine Strukturen (Pellikel o.a.) auch auf harten Oberflächen (Schmelz) weitgehend artefaktfrei darzustellen (Amaechi et al. 1999). Confokale Varianten der Fluoreszenztechnik (CLSM = Confocal Laser Scanning Microscopy) erlauben zudem eine Beurteilung der dritten Dimension, so dass auch die Tiefe von Plaqueschichten vermessen werden kann. Konkrete Anwendung fanden diese Techniken bislang nur in der qualitativen Beurteilung der Plaque (Strukturanalyse), die Möglichkeiten zu einem konkreten quantitativen Einsatz wurden jedoch nur ansatzweise ausgeschöpft (Amaechi et al. 1999, Wood, S.R. et al. 2000, Auschill T.M. et al. 2001, Zaura-Arite E. et al. 2001).

Eine Sonderstellung innerhalb der planimetrischen Verfahren nimmt das 3D-Laserscanning ein (Yeganeh et al. 1999). Bei dieser Methode werden von definierten Gebißabschnitten jeweils vor und nach Plaquebesiedelung Abformungen erstellt, mit deren Hilfe Epoxidharz-Replika angefertigt werden. Nach einer dreidimensionalen Modellvermessung und Überlagerung der Oberflächendaten soll es möglich sein, die Ausdehnung und das Volumen der aufgelagerten Plaque zu bestimmen. Dabei ist kritisch anzumerken, dass die Präzision des Verfahrens von zahlreichen Fehlerquellen (Schrumpfung, Expansion) eingeschränkt wird und die nachzuweisende Schichtstärke der Plaque innerhalb der Auflösungsgrenze herkömmlicher Sensoroptiken zu liegen kommt. Es muss daher in Frage gestellt werden, ob sich dieses Verfahren tatsächlich zur objektiven Plaquevermessung eignet.

### 2.2.2.2 Qualitative Verfahren

Bei der Identifikation von Zusammensetzung und Ultrastruktur von Plaque spielen die elektronenmikroskopischen Verfahren die bedeutendste Rolle, wobei SEM (Scanning Elektron Microscopy) und TEM (Transmission Electron Microscopy) bei den Publikationen die häufigste Erwähnung finden. SEM- und TEM unterscheiden sich hinsichtlich des Auflösungsvermögens und der notwendigen Probenaufbereitung und werden bei gleicher Fragestellung häufig komplementär eingesetzt (Lie 1977, 1978; Nyvad und Fejerskov 1987 a,b; Hannig 1997,1999).

Beide Techniken ermöglichen eine indirekte, zweidimensionale Darstellung von Oberflächenstrukturen anhand der Elektronendichte. Um auf harten Oberflächen feine biologische Strukturen darstellen zu können, müssen diese zunächst mit aldehydhaltigen Präparaten fixiert werden. Zur Kontrastierung werden die Probenoberflächen für das SEM mit einer atomaren Goldschicht überzogen, für den Einsatz im TEM wird beispielsweise eine Kontrastierung mit Uranyl-Acetat und Blei-Citrat beschrieben (Hannig 1999, 2001). Proben für das TEM erfordern zudem eine Aufbereitung zu ultradünnen Schichten, und müssen zum Schneiden in technische Kunststoffe eingebettet werden (Lie 1978, Hannig 1999, 2001).

Die SEM-Technik wird überwiegend dazu verwendet, größere strukturelle Formationen (z.B. Bakterienkolonien) zu beobachten, wobei Vergrößerungen um 1000x – 8000x notwendig werden (Nyvad und Fejerskov 1987; Siegrist 1991; Hannig 1997, 1999). Die Darstellung von Feinstrukturen bis zur makromolekularen Ebene (z.B. bakterielle Fimbrien, Pellikel) bleibt der TEM vorbe-

halten, die detailgenaue Abbildung selbst bei Vergrößerungen von 30.000x (Hannig 1997) bis zu 100.000x (Lie 1978) erlaubt.

Nachteil aller elektronenmikroskopischen Techniken bleibt, dass mit der Aufbereitung der Proben möglicherweise Veränderungen der aufgelagerten Plaquestrukturen provoziert werden (Ablösung von Bakterien-Kolonien, Denaturierung oder Konformationsänderungen von Proteinen). Dies findet aber nur bei wenigen Autoren kurze Erwähnung (Lie 1977).

Eine Variante der SEM-Untersuchung von Plaque wird von Zee (2000) beschrieben. Er beschreibt in seiner Publikation ein ähnliches Verfahren wie Yeganeh (1999), bei dem mittels Abformung von plaquebesiedelten Frontzähnen Epoxyd-Replika erstellt werden, anhand derer die Struktur der Oberfläche zur Beurteilung der Plaque herangezogen werden soll.

Da dieses Verfahren zur Beurteilung der Plaquequalität- und Quantität in vielen Punkten problematisch erscheint, soll es an dieser Stelle nicht weiter kommentiert werden.

Neue Impulse zum Verständnis von Plaque als mikroökologische Lebensgemeinschaft lieferte in jüngster Vergangenheit die CLSM und die begleitenden Färbemethoden. Die zunehmende Bedeutung der CLSM-Methode erklärt sich damit, dass sie es erstmals ermöglicht, vollständige biologische Strukturen und lebende Zellen artefaktfrei in drei Dimensionen und in Echtzeit studieren zu können (Costerton & Lewandowski 1997). Nicht zu unrecht wird diese Methode derzeit als „Goldener Standard“ zur Untersuchung natürlicher biologischer Phänomene betrachtet (Costerton & Lewandowski 1997). Viele Beobachtungen werden jedoch erst durch entsprechende Färbeverfahren ermöglicht.

Mit Hilfe von Vitalfluoreszenz-Farbstoffen können beispielsweise gezielt vitale und avitale Mikroorganismen innerhalb einer Kolonie differenziert werden (Auschill et al. 2001, Zaura-Arite et al. 2001). Darüber hinaus lassen sich mit entsprechenden Immunfluoreszenz-Markern bereits zahlreiche Proteine und Imunglobuline der Pellikelschicht direkt nachweisen und visualisieren (Amaechi et al. 1999). Durch die confokale Technik können gezielt einzelne Schichten innerhalb der Plaque scharf abgebildet werden. Der Einsatz moderner Bildverarbeitungssoftware erlaubt es schließlich, aus den einzelnen Schichten ein räumliches Strukturmodell zu entwerfen.

### 2.3 In-vivo-Studien über die subgingivale Plaque

Es ist technisch schwierig, Änderungen der subgingivalen Oberflächenrauigkeit durch Politur ohne chirurgische Eingriffe festzustellen. Das könnte die niedrige Anzahl der Publikationen, die sich mit diesem Thema beschäftigen, erklären.

Wearhaug (1956) beobachtete an Hunden und Affen, dass das Anrauen des subgingivalen Schmelzes, in Kombination mit nicht optimaler Mundhygiene, zur verstärkten Plaque- und Kalkbildung, sowie ausgeprägten Entzündung der Gingiva führt. Khatiblou & Ghodssi (1983) haben die Heilung nach der Parodontitisbehandlung zwischen glatten und rauen Wurzeloberflächen bei Menschen verglichen. Es wurden keine Unterschiede in Taschenreduktion oder Attachmentgewinn festgestellt. Es wurden jedoch nur Oberflächen an Zähnen mit stark fortgeschrittenem Parodontitis angeraut (Taschensondierungstiefen: 7,4

mm für die rauen Oberflächen gegen 5,9 mm für die glatten Oberflächen). Je tiefer die Tasche, desto mehr Attachmentgewinn kann allerdings von einer Parodontitistherapie erwartet werden (Badersten et al. 1984). Die Taschensondierungstiefen und Rauigkeit der Oberflächen könnten dabei einen möglichen positiven Effekt im Attachmentgewinn negativ beeinflusst haben. Quirynen et al. (1993) verglichen subgingivale qualitative und quantitative Plaqueanlagerung mit verschiedenen Oberflächenrauigkeiten auf Titanabutments zahnärztlicher Implantate. Bei der Untersuchung der an den Abutments anheftenden Plaque wurde festgestellt, dass die rauen Stützpfiler 25fach mehr Bakterien, mit geringfügigem Übergewicht an nichtkokkoiden Zellen aufwiesen. Als jedoch die nicht anheftende Flora verglichen wurde, waren die Unterschiede weniger deutlich.

Diese Beobachtungen zeigen, dass die Bedeutung der Rauigkeit für die subgingivale Umgebung reduziert ist. Nichtsdestotrotz rechtfertigt es extra Vorsicht bei der Ausführung folgender Behandlungen, die für die Erhöhung von subgingivalen Oberflächenrauigkeit bekannt sind: während Wurzelglättung von Zähnen die Anwendung von Küretten (Green & Ramfjord 1966), rotierenden Diamanten, oder Ultraschallinstrumenten (Meyer & Lie 1977, Walmsley et al. 1990). Während der subgingivalen Reinigung von Titanabutments die Anwendung von Metalinstrumenten (Fox et al. 1990, Speelman et al. 1992) und die Anwendung von Polierpasten auf Dentin bei höheren Geschwindigkeiten und Belastung (Christensen & Bangerter 1987).

### 2.3.1 In-vitro-Studien

Einige In-vitro-Studien berichten über den Einfluss der Oberflächenrauigkeit auf die Plaquebildung. Nach dem Eintauchen der Zähne in Bakteriensuspension wurde eine zehnfache Erhöhung der Bakterianlagerung auf aufgerauten Oberflächen beobachtet (Swartz & Phillips 1957). Die Anheftung von *S. mutans* war an rauen viel stärker als auf hochglanzpolierten Füllungsmaterialien (Einwag et al. 1990). Es wurden nur unbedeutende Unterschiede in der Adhäsion von *S. sanguis* zu Kompositmaterialien mit vergleichbarer Rauigkeit (von 0,8 bis 1,4  $\mu\text{m}$ .) festgestellt. Somit besteht eine positive Korrelation zwischen Unterschieden in Oberflächenrauigkeit und in der initialen Adhäsion.

Yamauchi et al. (1990), der die Effekte der Adhäsion an Prothesenkunststoffen mit unterschiedlicher Oberflächenstruktur untersuchte, fand heraus, dass der Einfluss der Oberflächenrauigkeit bakterienstammabhängig ist. Einige Stämme (*S. oralis*, *P. gingivalis* C-101, und *P. intermedia*) wurden in höheren Proportion auf rauen Oberflächen, andere Stämme (*S. mutans*, *S. sanguis*, *S. mitis* und *P. gingivalis* ATCC 33277) in höherer Konzentration auf den glatten Oberflächen gefunden.

Der Effekt von Oberflächenrauigkeit zur Plaqueretentionskapazität wurde auch untersucht, doch waren diese Untersuchungen wenig aussagekräftig. Wise & Dykema (1975) stellten die Retentionskapazität der Oberfläche von hochglanzpolierten Materialien gegen Bürstenreinigung folgendermaßen auf: Kunststoff = Glaskeramik < Gold < Metallkeramik. Toulberg (1986) erforschte, dass die Politur von Gold und Kunststoff die Adhäsionskapazität auf deren Oberfläche vergrößert, wobei Yamauchi et al. (1990) die bessere Retention von *C. alb-*

cans auf rauem Prothesenkunststoff beobachtete. Diese Studien zeigen, dass der Einfluss der Oberflächenrauigkeit auf die Retentionskapazität noch nicht gut verstanden ist.

### 2.4 Wechselwirkungen zwischen Oberflächenrauigkeit und freier Oberflächenenergie

Der Einfluss von Oberflächenrauigkeit auf die Kontaktwinkel auf Polymeren und somit auch deren freie Oberflächenenergie wurde ausgiebig studiert. Die Veränderungen der Oberflächenrauigkeit ( $R_a$ ) unter  $0,1\mu\text{m}$  haben keinen Einfluss auf die Kontaktwinkel. Bei  $R_a$  über  $0,1\mu\text{m}$  hängt der Einfluss der Rauigkeit von dem auf der glatten Oberfläche gemessenen Kontaktwinkel ab. Bleibt der initiale Kontaktwinkel unter  $60^\circ$  (z.B. Schmelz), wird die steigende Oberflächenrauigkeit den Winkel weiter verkleinern. Bleibt der initiale Kontaktwinkel über  $86^\circ$ , wird die steigende Oberflächenrauigkeit den Winkel weiter vergrößern. Für die Oberflächen mit initialen Kontaktwinkeln zwischen  $60^\circ$  und  $86^\circ$  hat die steigende Oberflächenrauigkeit keinen Einfluss. Der Kontaktwinkel bleibt unverändert (Busscher et al. 1984).

Die entsprechende Bedeutung von beiden Parametern (freie Oberflächenenergie und Rauigkeit) auf die supragingivale Plaquebildung wurde in vivo durch ungestörte Plaquebildung auf Polymerstreifen (mit hoher und mittleren freien Oberflächenenergie) untersucht. Dabei war eine Hälfte des Streifens glatt ( $R_a = 0,1\mu\text{m}$ ) und die andere angeraut ( $R_a = 2,0\mu\text{m}$ ) (Quirynen et al. 1990). Die Ausdehnung und die Dicke der Plaque auf den rauhen Oberflächen der beiden Polymere war viermal größer als auf den polierten Oberflächen. Bei gleicher

Rauhigkeit sollten die Differenzen in der freien Oberflächenenergie Unterschiede in der Plaqueanlagerung resultieren. Als die rauen Hälften verglichen wurden, waren die Intra-Polymer-Differenzen fast verschwunden. Die hochglanzpolierten Polymeroberflächen mit höheren freien Oberflächenenergie akkumulierten mehr Plaque als die niedrigerenergetischen Oberflächen. Diese Ergebnisse zeigen, dass der Einfluss der Oberflächenrauigkeit über den Einfluss der freien Oberflächenenergie dominiert.

Der Einfluss der Oberflächenrauheit und der freien Oberflächenenergie rechtfertigt die Forderung nach glatten Oberflächen mit niedriger freier Oberflächenenergie zur Minimierung der Plaqueanlagerung (Quirinen & Bollen 1995).



### 3. Theoretische Grundlagen

#### 3.1 Theoretische Grundlagen der Oberflächenspannung.

Die Oberflächenspannung ist die spezifische freie Grenzflächenenergie ( $\sigma$ ), die reversible Arbeit zur Vergrößerung der Oberfläche um  $1 \text{ m}^2$  leistet. Phänomenologisch definiert entspricht das derjenigen Kraft, die an einer gedachten in der Grenzfläche befindlichen Linie von einem Meter Länge wirkt. Da beide Größen dimensionsgleich sind, beträgt die Einheit der Oberflächenspannung entweder  $\text{Newton Meter}^{-1}$  oder  $\text{Joule Meter}^{-2}$ .

Der Zahlenwert der Oberflächenspannung hängt von den zwischenmolekularen Kräften zwischen den Molekülen (oder Atomen oder Ionen) des jeweiligen Stoffes ab. Im Phaseninneren werden alle Moleküle in den drei Raumrichtungen von den gleichen Wechselwirkungskräften beansprucht (Abb. 3.1.1a). Anders verhält es sich an der Phasengrenze. So werden z.B. die Moleküle der kondensierten Phase an der Phasengrenze in Kontakt mit der Gasphase nur mit Molekülen im Volumeninneren und an der Phasengrenze selbst wechselwirken (Abb. 3.1.1b). An der Phasengrenze kondensierter Phasen wird die Oberflächenspannung zwischen denen beider Phasen liegen. Die Wechselwirkung zwischen den Molekülen dieser Stoffe ist schematisch in Abbildung 3.1.1c dargestellt (Jakube et al. 1987).

Bereits zu Beginn des letzten Jahrhunderts gewann Young die Erkenntnis, dass sich das Kräftegleichgewicht am Rande eines liegenden Tropfens durch die Grenzflächenenergien der jeweiligen Grenzflächen beschreiben lässt. Die geometrischen Verhältnisse werden in Abb. 3.1.2 deutlich.

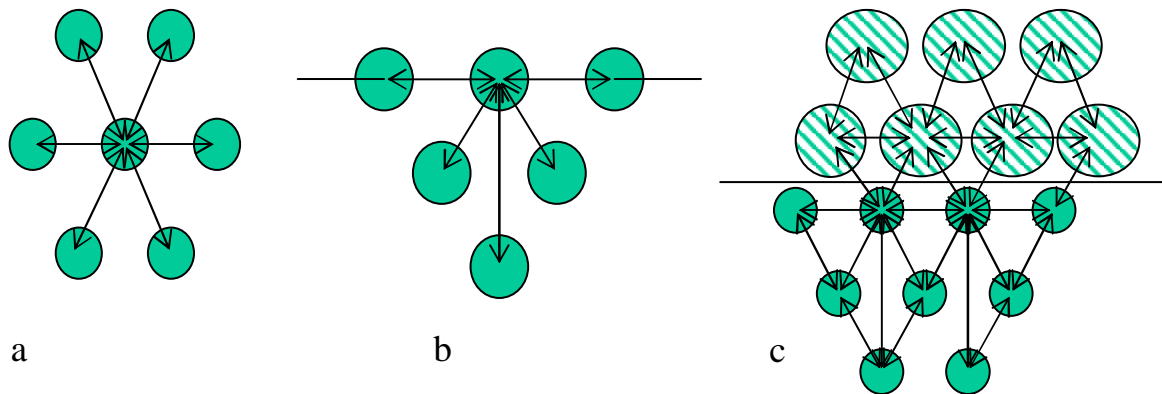


Abb. 3.1.1 Wechselwirkungen zwischen den Molekülen:

- a) Wechselwirkungen im Phaseninneren;
- b) Wechselwirkungen an der Phasengrenze;
- c) Wechselwirkungen an der Phasengrenze kondensierter Phasen.

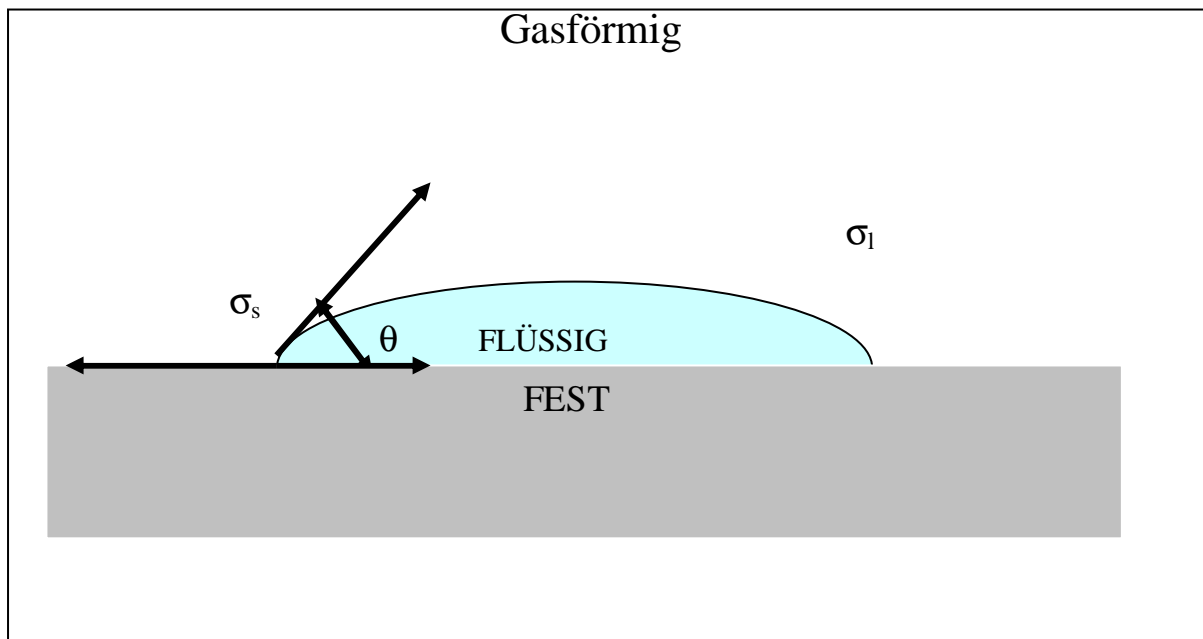


Abb. 3.1.2 Tropfen auf fester Oberfläche.

$\sigma_1$  - Oberflächenspannung zwischen Festkörper und dem gesättigten Dampf der Flüssigkeit;

$\sigma_{sl}$  - Grenzflächenspannung zwischen Tropfen und Festkörper;

$\sigma_s$  - Oberflächenspannung des Tropfens gegenüber dem gesättigten Dampf.

Aus dem Gleichgewicht der Kräfte ergibt sich für die jeweiligen Ober- und Grenzflächenspannungen:

$$\sigma_s = \sigma_{ls} + \sigma_l \times \cos \Theta \quad (\text{Young-Dupre}) \quad (1)$$

Hier bedeuten  $\sigma_s$  - die Oberflächenspannung zwischen Festkörper und dem gesättigten Dampf der Flüssigkeit,  $\sigma_{ls}$  - die Grenzflächenspannung zwischen Tropfen und Festkörper, sowie  $\sigma_l$  - die Oberflächenspannung des Tropfens gegenüber dem gesättigten Dampf.

Im Experiment ist zumeist die Oberflächenenergie des Festkörpers zu ermitteln, wobei zunächst auch die Grenzflächenspannung zwischen Flüssigkeit und Festkörper unbekannt ist. Die Oberflächenenergie des Festkörpers kann wegen der Starrheit von Festkörpern mit seiner Oberflächenspannung gleichgesetzt werden. Die Oberflächenspannung der Flüssigkeit wird hier als bekannt vorausgesetzt. Zudem müssen je nach Verfahren ebenfalls die Komponenten der Oberflächenspannung (polar und dispers) der verwendeten Flüssigkeiten bekannt sein.

Bringt man zwei Flüssigkeiten oder eine Flüssigkeit und einen Festkörper in Kontakt, so kommt es an der Grenzfläche zu Wechselwirkungen, die auf unterschiedlichen mikroskopischen Mechanismen beruhen. Für die Interpretation von Kontaktwinkelmessungen sind die elektrostatischen Anziehungskräfte zwischen Dipolen von besonderer Bedeutung. Phänomenologisch unterscheidet man dabei die Wechselwirkungen zwischen statischen Dipolen und induzierten Dipolen. In der Abb. 3.1.3 sind mögliche Wechselwirkungskräfte dargestellt. Moleküle, die

eine unsymmetrische Ladung haben, besitzen ein permanentes oder statisches Dipolmoment. Bekanntestes Beispiel ist Wasser. Diese Moleküle werden auch als polar bezeichnet. Wenn sich zwei polare Moleküle einander nähern, so findet eine elektrostatische Wechselwirkung zwischen den Dipolen statt. Eine Kopf-Schwanz Orientierung, wie in Abb. 3.1.3a dargestellt, ist energetisch günstiger und wird bevorzugt.

Wenn sich ein polares Molekül einem unpolaren Molekül mit symmetrischer Ladungsverteilung nähert, so induziert es in dem polarisierbaren Molekül ein Dipolmoment. Zwischen dem permanenten Dipol des ersten Moleküls und dem induziertem Dipol des zweiten Moleküls findet jetzt eine Wechselwirkung statt. Die beiden Moleküle ziehen sich gegenseitig an (Abb. 3.1.3b).

Zur Diskussion der Wechselwirkung zwischen zwei nicht-polaren Molekülen, wie sie in Abb. 3.1.3c dargestellt sind, betrachten wir die Moleküle im Abstand  $R$  zueinander. Sie haben zwar keine permanenten Dipolmomente, dennoch verlängert sich die Position ihrer Elektronen und somit der Ladungsschwerpunkte. Sie haben daher ein momentanes Dipolmoment, das zeitlich variiert. Diese momentanen Dipole können im benachbarten Molekül einen Dipol induzieren und es resultiert eine Anziehung. Diese Wechselwirkung zwischen induzierten Dipolen wird auch Dispersionswechselwirkung genannt, die dabei auftretenden Kräfte werden nach ihrem Entdecker „London-Kräfte“ benannt.

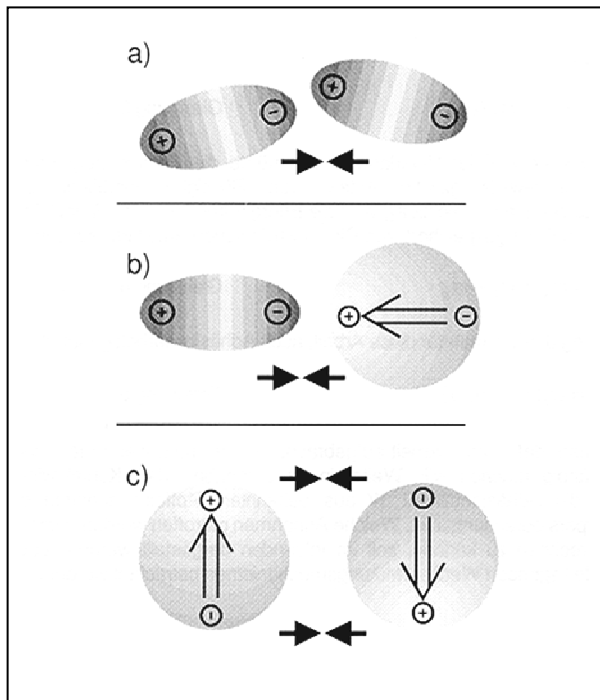


Abb. 3.1.3 Schematische Darstellung der anziehenden Wechselwirkungen zwischen permanenten und induzierten Dipolen:

- a) zwischen zwei permanenten Dipolen,
- b) zwischen einem permanenten und einem induzierten Dipol,
- c) zwischen zwei momentanen, bzw. induzierten Dipolen.

#### 3.1.1 Auswerteverfahren

Owens, Wendt, Rabel und Kaelbe entwickelten zum ersten Mal die Vorstellung, dass die Grenzflächenenergie der zugrundeliegenden Wechselwirkungen zwischen den Molekülen aufspalten lässt. Sie unterschieden hier zwischen dispersen Wechselwirkungen und polaren Wechselwirkungen. Unter polaren Wechselwirkungen werden die Coulomb-Wechselwirkungen zwischen permanenten Dipolen und die zwischen permanenten und induzierten Dipolen zusammengefasst (Abb.3.1.3a, b). Die Wechselwirkung aufgrund von zeitlichen Fluktuationen in der Ladungsverteilung innerhalb der Moleküle wird als disperse

Wechselwirkung bezeichnet (Abb. 3.1.3c). Der polare und disperse Beitrag zur Oberflächenenergie bzw. Oberflächenspannung setzen sich additiv zusammen. Demnach gilt:

$$\sigma_1 = \sigma_1^d + \sigma_1^p \qquad \sigma_s = \sigma_s^d + \sigma_s^p \qquad (2)$$

Hier bezeichnen  $\sigma_1^d$  und  $\sigma_1^p$  die dispersen und polaren Anteile der Flüssigkeit, während  $\sigma_s^d$  und  $\sigma_s^p$  die jeweiligen Anteile des Festkörpers bezeichnen. Die Grenzflächenenergie lässt sich nach Owens, Wendt, Rabel und Kaelbe aus den Anteilen der Flüssigkeit und des Festkörpers durch die Bildung des geometrischen Mittels berechnen.

Für  $\sigma_{1s}$  ergibt sich

$$\sigma_{1s} = \sigma_1 + \sigma_s - 2(\sqrt{\sigma_s^d} \times \sqrt{\sigma_1^d} + \sqrt{\sigma_s^p} \times \sqrt{\sigma_1^p}) \qquad (3)$$

Setzt man den Ausdruck für  $\sigma_{1s}$  in die Gleichung (1) ein und stellt die entstehende Gleichung nach unbekanntem Größen um, so erhält man eine Geradengleichung in Form

$$y = a \times x + b \qquad (4)$$

mit

$$y = (1 + \cos \Theta) / 2 \times (\sigma_1 / \sqrt{\sigma_1^d}) \qquad x = \sqrt{\sigma_1^p} / \sqrt{\sigma_1^d} \qquad (5)$$

$$a = \sqrt{\sigma_s^p} \quad b = \sqrt{\sigma_s^d}$$

Demnach kann durch die Auftragung von  $y$  gegen  $x$  aus der Steigung einer Ausgleichsgeraden  $\sigma_l^p$  und aus dem Achsenabschnitt  $\sigma_l^d$  berechnet werden. Dazu wird der Kontaktwinkel von mindestens zwei Flüssigkeitstropfen mit unterschiedlichen Eigenschaften auf der unbekanntem Unterlage vermessen.

## 3.2 Oberflächenmesstechnik, theoretische Grundlagen

### 3.2.1 Arten der Gestaltabweichungen

Werkstücke mit geometrisch vollkommener Oberfläche lassen sich nicht fertigen. Das vergrößerte Abbild einer bearbeiteten Oberfläche gleicht einer Gebirgslandschaft mit unterschiedlich breiten und tiefen Tälern. Jedes Werkstück weist Abweichungen von der geometrisch idealen Gestalt auf (Sander, M., Oberflächenmesstechnik für den Praktiker; Mahr GmbH Göttingen).

Neben den Maßabweichungen – also den Abweichungen von einem vorgegebenen Nennmaß – müssen folgende Abweichungen berücksichtigt werden:

1. Form und Lageabweichungen
2. Welligkeit
3. Rauheit

Form- und Lageabweichungen bezeichnet man als Grobgestaltabweichungen, Welligkeit und Rauheit sind Feingestaltabweichungen. Nach DIN 4760 werden die Gestaltabweichungen in 6 Ordnungen unterteilt (Tab. 3.2.1).

Tab. 3.2.1 Ordnungssystem für Gestaltabweichungen (DIN 4760).

Gestaltabweichung	Art der Abweichung	Wesentliche Normen
1. Ordnung: Formabweichung	Geradheit, Ebenheit, Rundheit, Zylinderform, Linienform, Flächenform	DIN ISO 1101
2. Ordnung: Welligkeit	Welligkeit	DIN 4774
3. Ordnung: Rauheit	Rauheit (Rillen)	DIN 4762
4. Ordnung: Rauheit	Rauheit, Riefen, Schuppen, Kuppen	DIN 4768
5. Ordnung: Rauheit	Gefügestruktur	DIN 4776
6. Ordnung	Gitteraufbau des Werkstoffes	
Überlagerung der Gestaltabweichungen 1. Bis 4. Ordnung		

### 3.2.2 Unterscheidung der Gestaltabweichungen 1. bis 4. Ordnung

Der wesentliche Unterschied zwischen den sich überlagernden Gestaltabweichungen – Formabweichungen, Welligkeit und Rauheit – liegt in ihrer horizontalen Merkmalsausprägung. Die Formabweichung ist langwellig und erstreckt sich oftmals in einem Zug über die gesamte Funktionsfläche. Der Abstand von Welle zu Welle der Welligkeit ist größer als der Abstand von Rille zu Rille der Rauheit. Die vertikale Abweichung kann sich dagegen in der gleichen Größen-



ordnung bewegen, d.h. Formabweichungen und Rauheit können gleich groß sein (Abb. 3.2.1).

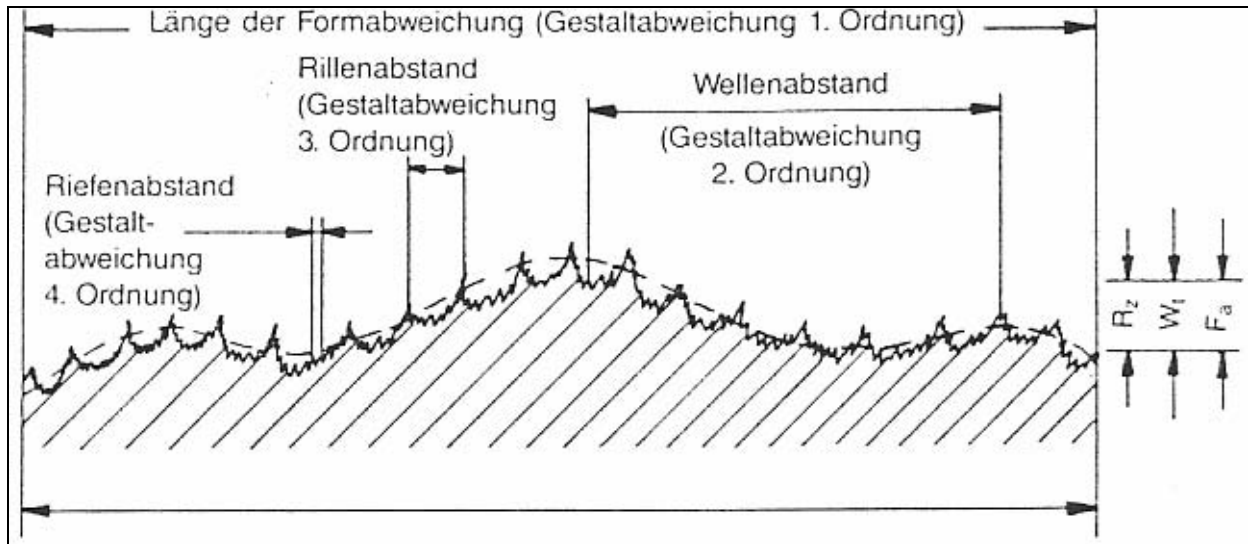


Abb. 3.2.1 Unterscheidung der Gestaltabweichungen 1. bis 4. Ordnung.

Zur besseren Unterscheidung der einzelnen Abweichungen kann man von folgenden Regeln ausgehen: die Länge ( $L$ ) bei einer Formabweichung ist mindestens 1000mal größer als die Formabweichung ( $F_a$ ) selbst (Abb. 3.2.2).

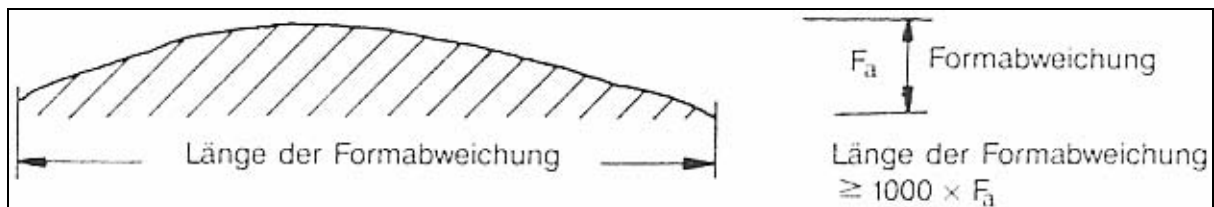


Abb. 3.2.2 Formabweichung.

Welligkeit kann dann angenommen werden, wenn das Verhältnis Wellenabstand ( $A_w$ ) zu Wellentiefe ( $W_t$ ) zwischen 100:1 und 1000:1 beträgt. Wellen sind überwiegend periodisch auftretende Abweichungen (Abb. 3.2.3).

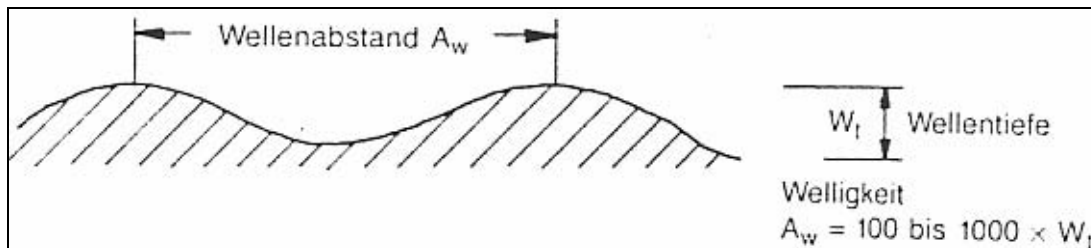


Abb. 3.2.3 Welligkeit.

Bei der Rauheit betragen die Abstände von Rille zu Rille ( $S_m$ ) das 5- bis 100fache der Rauhtiefe ( $R_z$ ), wobei die Abweichungen  $n$  – je nach Fertigungsverfahren – regelmäßig oder auch unregelmäßig wiederkehren (Abb.3.2.4).

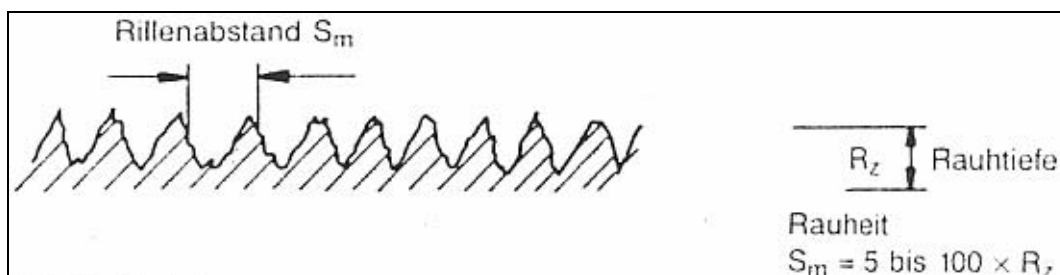


Abb. 3.2.4 Rauheit.

Ist der Abstand der Breite der Oberflächenbeschädigungen kleiner als das 5fache der Taltiefe, so könnte es sich um einen Ri, eine Pore oder dgl. handeln. rtliche Verformungen sowie Risse, Kratzer und dergl. zhlen nicht zur Rauheit, gehen aber mglicherweise in das Rauheitsmessergebnis ein.

Bei der Feingestaltabweichung kann es sich um ein rundkämmiges oder auch spitzkämmiges Oberflächenprofil handeln, die Oberfläche kann weitgehend glatt sein und nur wenige Profilausreißer aufweisen oder auch zerklüftet sein. Sie kann periodisch oder auch aperiodisch sein.

#### 3.2.3 Ermittlung der genormten Oberflächen-Kennwerte

Voraussetzung für eine korrekte Ermittlung der Oberflächen-Kennwerte ist es, zunächst eine sichere Basis in Form einer Bezugslinie zu finden. So sollen z.B. Oberflächen-Kennwerte, die aus dem ungefilterten Profil (P-Profil) errechnet werden, keine Lageabweichungen beinhalten. Diese entstehen z. B. durch Ausrichtfehler zwischen Meßdifferenz des Vorschubgerätes und Prüfling. Die Kenngrößen, die aus dem Rauheitsprofil (R-Profil) errechnet werden (z.B.  $R_z$ ;  $R_a$ ;  $R_{max}$ ) sollen nicht durch Welligkeit und Anteile der Formabweichungen beeinflusst werden. Die – allgemein – auf mathematischem Wege gefundene Bezugslinie ist eine Mittellinie, die das Oberflächenprofil so teilt, dass der Flächeninhalt der werkstofffreien Profiltäler und der werkstoffgefüllten Profilerhebungen gleich groß ist. Referenz für die Oberflächen-Kennwerte, die aus dem ungefilterten P-Profil bzw. dem gefilterten Welligkeitsprofil (W-Profil) errechnet werden, ist eine Ausgleichsgerade, die am unausgerichteten Profil eine Schräge aufweist.

Die Bestimmung der Oberflächen-Kenngrößen, die aus dem Rauheits- oder Welligkeitsprofil errechnet werden, macht es zunächst erforderlich, dass eine korrekte Trennung zwischen Welligkeit und Rauheit erfolgt. Diese Trennung wird mit Hilfe der elektrischen Filterung nach DIN 4777 erreicht. Durch diese

Filterung wird aus dem ungefilterten Profil (P-Profil) eine mittlere Linie berechnet, die die Welligkeit darstellt. Die Abweichung der mittleren Linie entspricht der Rauheit.

Die horizontale Begrenzung, innerhalb der die Oberflächen-Kennwerte errechnet werden, ist die Bezugs- bzw. die Meßstrecke ( $I$ ,  $I_m$ , bzw.  $I_{mw}$ ). Nach DIN 4768 wird die Meßstrecke  $I_m$  in 5 Einzelmessstrecken unterteilt. Die Länge der Einzelmessstrecke entspricht einer Grenzwellenlänge  $\lambda_c$  des eingestellten Filters. In der Oberflächenmesstechnik unterscheidet man weiterhin: Vorlaufstrecke ( $I_v$ ), Nachlaufstrecke ( $I_n$ ) und Taststrecke ( $I_t$ ).

Die Vor- und Nachlaufstrecke benötigt das elektrische Filter u.a. als Einschwing- bzw. Beruhigungsstrecke. Die Länge der Vor- und Nachlaufstrecke beträgt allgemein je eine Grenzwellenlänge. Die Taststrecke  $I_t$  ist die Strecke, die das Tastsystem während des Meßvorganges zurücklegt, und besteht somit aus Vor- und Nachlaufstrecke und der Meßstrecke  $I_m$ .

#### 3.2.4 Definition der Oberflächen-Kennwerte

##### 3.2.4.1 $R_z$ Gemittelte Rauhtiefe – DIN 4768/1

$R_z$  ist der Mittelwert aus den Einzelrauhtiefen fünf aufeinander folgender Einzelmessstrecken  $I_e$ .  $R_z$  gibt Auskunft über die durchschnittliche vertikale Oberflächenzerklüftung. Einzelne Ausreißer werden in Abhängigkeit von ihrer Anzahl nur z.T. berücksichtigt. Befindet sich z.B. innerhalb  $I_m$  nur ein Ausreißer, so wird dieser nur noch zu 20% berücksichtigt (Abb. 3.2.5).

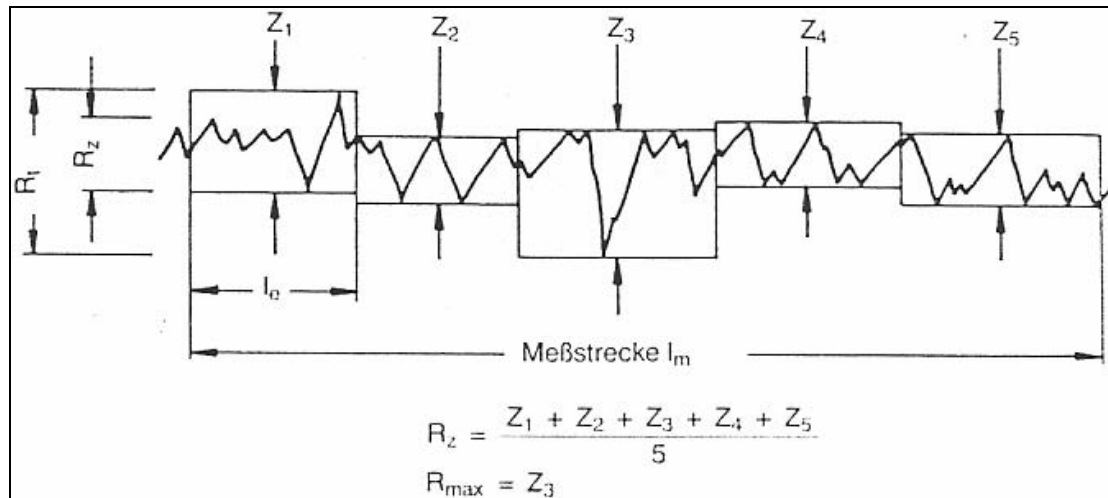


Abb. 3.2.5 Auswertung der Rauheitswerte  $R_z$  und  $R_{\max}$ .

#### 3.2.4.2 $R_{\max}$ Maximale Rautiefe - DIN 4768

$R_{\max}$  ist die größte Einzelrautiefe ( $Z$ ) aus den fünf aufeinanderfolgenden Einzelmessstrecken  $I_e$ . Im Beispiel von Abb. 3.2.5 entspricht  $R_{\max}$  somit  $Z_3$ .

#### 3.2.4.3 $R_a$ Arithmetischer Mittenrauwert – DIN 4768, ISO 4287/1

$R_a$  ist der arithmetische Mittelwert aller Abweichungen „y“ des Rauheitsprofils von der mittleren Linie innerhalb der Bezugsstrecke  $I_m$ .  $R_a$  entspricht theoretisch auch dem Abstand zweier Linien, die entstehen würden, wenn der Flächeninhalt der werkstoffgefüllten Flächen über der mittleren Linie sowie der Täler unter der mittleren Linie in gleich große Rechtecke umgewandelt würden. Da durch die Flächenintegration einzelne Profilausreißer weitgehend unberücksichtigt bleiben, hat  $R_a$  den Vor- oder auch Nachteil, dass die Meßwerte bei Abtas-

tung des Prüflings an unterschiedlichen Flächenausschnitten vor allem gegenüber dem Kennwert  $R_{\max}$ , aber auch  $R_z$ , relativ konstant bleiben.

#### 3.2.5 Erfassung der Gestaltabweichungen mit dem Tastschnittverfahren

Zur Erfassung der Feingestaltabweichungen stehen eine Anzahl verschiedener Mess- und Prüfverfahren zur Verfügung. Hierzu gehören: Tastschnittverfahren, optische Messverfahren, pneumatische Messverfahren, die zu zur messenden Prüfung gehören und Oberflächenvergleichsnormale –vergleichende Prüfung. Eine zentrale Rolle spielt in der Oberflächenmesstechnik das Tastschnittverfahren. Wie der Name bereits sagt, wird bei diesem Verfahren die dreidimensionale Oberfläche in einem zweidimensionalen Profilschnitt abgetastet (siehe Abb. 3.2.6).

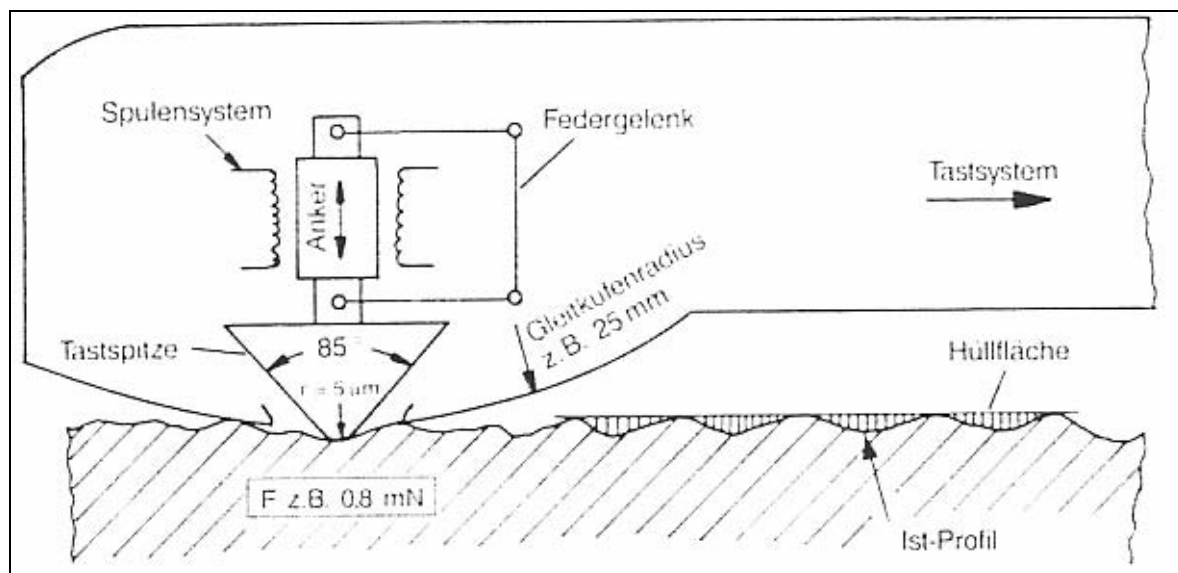


Abb. 3.2.6 Tastschnittverfahren – Aufbau eines Mikrotastsystems.

Zur Erfassung der Feingestaltabweichung dient im allgemeinen eine Diamant-Tastspitze. Die Tastspitze ist in einem Tastsystem, weitgehend reibungsfrei gelagert, eingebaut.

Wird das Tastsystem mit Hilfe eines Vorschubgerätes über die Oberfläche geführt, werden die Oberflächenabweichungen von der Tastspitze formgetreu erfaßt. Die durch die Profilzerklüftung der Oberfläche bedingten vertikalen Lageveränderungen der Tastspitze werden durch einen im Tastsystem befindlichen elektromechanischen Wandler in elektrische Signale umgewandelt und dem Meß- und Auswerterechner zugeleitet.

Das Tastsystem ist ein wesentlicher Teil des Oberflächen-Tastschnittgerätes. Es hat die Aufgabe, die Gestaltabweichungen der Oberfläche aufzunehmen und in ein elektrisches Signal umzuwandeln. Da ein Tastsystem selbst Abweichungen im Bereich von Nanometern aufnehmen muss, ist es erforderlich, die Tastspitze reibungsfrei im Tastsystem zu lagern. Die Diamant-Tastspitze ist kegelförmig und hat einen Winkel von  $90^\circ \pm 5$  (in Sonderfällen  $60^\circ \pm 5$ ). Der Spitzenradius beträgt allgemein  $5\mu\text{m} \pm 2\mu\text{m}$ .

Elektrisches Filter hat die Aufgabe, die Formabweichung und Welligkeit von der Rauheit zu trennen. Hierzu wird in das ungefilterte Ist-Profil eine Mittellinie errechnet, die dem Welligkeitsprofil entspricht. Die Abweichung des Ist-Profiles von der mittleren Linie ist die Rauheit. Mit Hilfe des Hochpassfilters werden aus dem ungefilterten Ist-Profil die langwelligen Abweichungen (Welligkeit), mit dem Tiefpassfilter die kurzwelligen Abweichungen (Rauheit) ausgefiltert.

Zu dem Perthometer Typ S3P gehören auch Vorschubgerät, Messverstärker und Messdatenrechner.

#### 3.3 Theoretische Grundlagen der Rasterkraftmikroskopie

Rasterkraftmikroskop (engl.= AMF, atomic force microscope) erfunden 1986 durch Gerd Binnig, Carl Quate, Christof Gerber. Einsatzmöglichkeit: rastern- des Nahfeldmikroskop zur hochauflösende Abbildung der Oberfläche von nicht-leitenden Proben, wie Kristalloberflächen (atomare Auflösung möglich), biologische Proben in wässriger Lösung, usw. (Schematische Aufbau Abb. 4.8, S. 58).

Physikalisches Prinzip: Eine einatomige Spitze wird unten an einer sehr weichen Plattfeder befestigt. Die der Spitze gegenüber liegende Oberseite der Feder besitzt einen Reflektor, auf den ein Laserstrahl in einem bestimmten Winkelgerichtet ist. Der reflektierte Strahl trifft zunächst auf einen weiteren Spiegel und dann auf einen lichtempfindlichen Segmentdetektor. Spiegel und Segmentdetektor sollen zu Beginn der Messung so justiert werden, dass der reflektierte Laserstrahl alle Segmente zu gleichen Teilen trifft. Aus dem Verhältnis der eingehenden Lichtstrahlen in die einzelnen Segmente können Winkeländerungen des reflektierten Laserstrahls festgestellt werden. Bewegt man nun die Spitze über die Oberfläche (oder bewegt man die Probe unter der Spitze weg), so bewegt sich mit ihr der Reflektor sowie der reflektierte Strahl auf und ab. Kleinste Unebenheiten der Probe werden durch Auf- und Abbewegungen der Spitze in Winkeländerungen des reflektierten Strahls und damit geänderte Lichtverhältnisse in den Dektorsegment umgesetzt. Durch Projektion werden also geringste Niveauunterschiede detektierbar. (Lichtzeiger oder Spiegelgalvanometerprinzip).



#### 3.4 Theoretische Grundlagen und Funktionsprinzip der Interferenzmikroskopie

Licht ist in vielen seiner Eigenschaften einer Wellenbewegung vergleichbar, beispielweise den Wellen auf der Wasseroberfläche. Es kommt nun auf Wasser-oberflächen und auch beim Licht häufig vor, dass sich zwei Wellenzüge überlagern. Dabei kann ein Wellenberg des einen Wellenzuges auf einen Wellenberg oder einen Wellental des anderen zu liegen kommen. Im ersten Fall werden sich die Wellen verstärken, im zweiten Fall gegenseitig aufheben. Wenn sich die Lichtwellen entsprechend überlagern, erhalten wir im ersten Fall Helligkeit, im zweiten Fall Dunkelheit. Diese Erscheinung nennt man Interferenz.

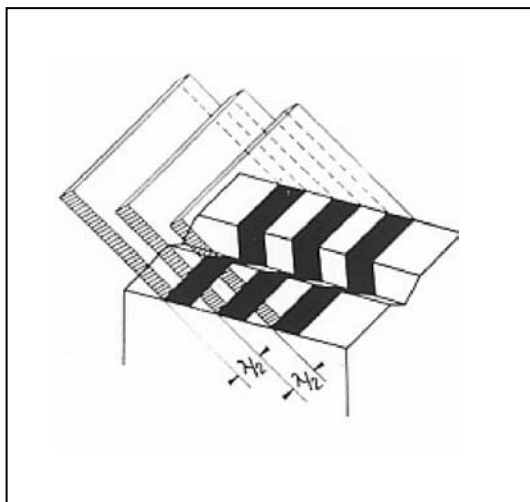


Abb.3.4.1 Prüfling.

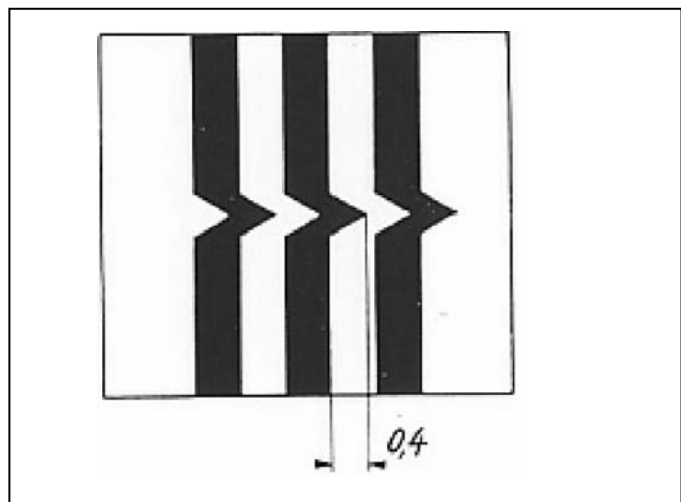


Abb. 3.4.2 Auswertung des Prüflings.

Die Wirkungsweise lässt sich durch folgende Vorstellung veranschaulichen: Man denke sich den Prüfling wie in der Abb. 3.4.1 von Ebenen geschnitten, die gegen seine Oberfläche geneigt sind und von einander eine halbe Wellenlänge Abstand haben; die Schnittlinien zwischen Ebenen und Prüflingsoberfläche ver-

laufen wie Interferenzstreifen. Man erhält also im Mikroskop ein Bild wie es der Abb. 3.4.2 entspricht.

Wenn die Prüflingsoberfläche nun von einer Furche durchzogen ist, so erfahren die Streifen eine Auslenkung, die ein direktes Maß für die Tiefe der Furche ist. Zur Bestimmung der Furchentiefe hat man nur die Streifenauslenkung (in Bruchteilen des Streifenabstandes) mit der halben Wellenlänge des benutzten Lichtes zu multiplizieren. Im Schema gemäß Abb. 3.4.2 ist die Furchentiefe demnach:  $0,4 * 0,27\mu \approx 0,11\mu$ . Technische Oberflächen enthalten immer mehr oder minder große Furchen; die Interferenzstreifen wirken dann wie Profillinien mit äußerst starker Tiefenvergrößerung.

#### Optischer Aufbau.

Der optische Aufbau des Gerätes ist in der Abb. 3.4.3 dargestellt. Zur Beleuchtung dient eine Thalliumspektrolampe Tha, deren Licht über den Beleuchtungsspiegel BSp durch den Kollimator K in den Teilungswürfel TW einfällt.

An dessen Teilungsfläche wird das Licht in zwei Strahlenbündel aufgeteilt. Ein Strahlenteil gelangt durch die Abschlussplatte API zum Prüfling P und von dessen Oberfläche reflektiert wieder zurück zum Teilungswürfel TW. Der andere Teil geht durch die Glaskeile GK (mit denen die Interferenzstreifen in der Breite verändert und gedreht werden können) zum Vergleichsspiegel VSp und nach Reflexion wieder zu TW. Im Teilungswürfel überlagern sich die Strahlen und gelangen durch das Objektiv Ob – Umkehrprisma UPr – Blende Bl – Optik des Vergrößerungswechslers VW – Prisma Pr – Sehfeldblende SBf zum Okular Ok. Im Okular wird die vergrößerte mit Interferenzstreifen durchzogene Oberfläche des Prüflings P beobachtet. – Anstelle des Monookularen Tubus kann ein



4. Material und Methode

4.1 Untersuchungsmaterialien

Es wurden 18 zahnärztliche kommerzielle Materialien untersucht. Dabei wurde die Oberflächenenergie (Polarer, Disperseranteil und Gesamtoberflächenenergie) der Materialien bestimmt. Die Werkstoffe sind in Tabelle 4.1 mit den Herstellerangaben, Lotnummern und Gültigkeitsdatum präsentiert. In der Tabelle 4.2 sind die Zusammensetzungen vorgestellt.

Alle Materialien wurden in der Farbe A3 untersucht, damit die Polymerisationstiefe bei den Werkstoffen sich nicht unterscheidet.

*Tabelle 4.1 Untersuchungsmaterialien.*

<b>Material</b>	<b>Lotnummer</b>	<b>Hersteller</b>
Admira	93681	Voco (Cuxhafen, Deutschland)
Arabesk	010629	Voco (Cuxhafen, Deutschland)
Pertac 2	FW0068677	3M-ESPE (Seefeld, Deutschland)
Definite	30000606	Degussa Dental(Hanau, Deutschland)
Z100	OKG	3M-ESPE (Seefeld, Deutschland)
Tetric Ceram	D0037	Vivadent Ets. (Schaan, Liechtenstein)
Tetric Flow	C16919	Vivadent Ets. (Schaan, Liechtenstein)
Helioseal F	C28500	Vivadent Ets. (Schaan, Liechtenstein)
Point 4	012718	Kerr USA (Orange, USA)
Esthet X	400361	Dentsply-DeTrey (Konstanz, Deutschland)
Heliomolar RO	B22542	Vivadent Ets. (Schaan, Liechtenstein)
Ketac Molar	090/012	3M-ESPE (Seefeld, Deutschland)

#### 4 Material und Methode

<b>Material</b>	<b>Lotnummer</b>	<b>Hersteller</b>
Compoglass F	B25980	Vivadent Ets. (Schaan, Liechtenstein)
Dyract AP	0008000531	Dentsply-DeTrey (Konstanz, Deutschland)
Sinfony	018	3M-ESPE (Seefeld, Deutschland)
Vita Zeta	6266	VITA Zahnfabrik (Bad Säckingen, Deutschland)
Dispersaloy	000914	Dentsply-DeTrey (Konstanz, Deutschland)
Degunorm	10001107	Degussa Dental (Hanau, Deutschland)

*Tabelle 4.2 Materialien und deren Zusammensetzung (Herstellerangaben).*

<b>Material</b>	<b>Material-kategorie</b>	<b>Matrix</b>	<b>Füllstoffe</b>
<b>Admira</b>	Ormocer	BIS-GMA, BHT, TEMA, Diurethanmethacrylat	Gläser, Keramik, Polysiloxane. 56 Vol %; (78 Gew. %). Mikrofüller, ca. 0,7µm.
<b>Arabesk</b>	Feinhybridkomposit	BIS-GMA, UDMA, TEDMA	Ba-Al-Glasfüllkörperchen. 60 Vol%, 76,5 Gew.%, Mikrofüller: 0,05µm, Kleinstpartikelfüllstoffe: ca. 0,5-2µm.
<b>Pertac 2</b>	Feinsthybridkomposit	Bifunktionelle Methacrylate	Anorganische Füllkörper, Korngröße: 0,1-2µm, 61Vol %.
<b>Definite</b>	Ormocer, Fluoridfrei-setzung	Polymerisierte Ormocermatrix.	Anorganische Füller.
<b>Z100</b>	Hybridkomposit	BIS-GMA, TEGDMA-Harze	Zirkonium, Silizium, 84,5 Gew %, Partikelchengröße: 3,5 bis 0,01µm.

#### 4 Material und Methode

<b>Material</b>	<b>Material-kategorie</b>	<b>Matrix</b>	<b>Füllstoffe</b>
<b>Tetric Ce-ram</b>	Feinpartikel-Hybrid-komposit, hohe Viskosität	BIS-GMA, Urethandimethacrylat, Triethylenglycol-methacrylat	Bariumglas, Ytterbiumtrifluorid, Ba-Al-Fluorsilikatglas, hochdisperses Siliciumoxid, spheroids Mischoxid. 80 Gew.%, 60 Vol.% , Partikelgröße: 0,04-3,0µm, Mittlere Partikelgröße- 0,7µm.
<b>Tetric Flow</b>	Feinpartikel-Hybrid-komposite, geringe Viskosität	BIS-GMA, Urethandimethacrylat, Triethylenglycol-methacrylat	Bariumglas, Ytterbiumtrifluorid, Ba-Al-Fluorsilikatglas, hochdisperses Siliciumoxid, spheroids Mischoxid. 68,1 Gew.%, 43,8 Vol.%, Partikelgröße: 0,04-3,0µm, Mittlere Partikelgröße- 0,7µm.
<b>Helioseal F</b>	Fissuren-versiegeler mit Fluoridfreisetzung	BIS-GMA, Urethandimethacrylat, Triethylenglycol-methacrylat	Hochdisperses Siliziumoxid, Fluorsilikatglas (40,5 Gew.%), Titanoxid.
<b>Point 4</b>	Submikrofüller-Komposit	BIS-GMA, TEGDM, EBADM	76 Gew.% (57 Vol.%) Ba-Al-Br-Silikat, Zn-Oxid, Silicon Dioxid; durchschnittliche Partikelgröße von 0,4 µm.
<b>Esthet X</b>	Submikrofüller-Komposit	BIS-GMA, BIS-EMA, TEGDMA	Bariumfluoroaluminiumborosilikat (mittlere Partikelgröße <1µm), hochdisperses Siliziumdioxid (Partikelgröße <0,04µm), 77 Gew %, 60 Vol %.

#### 4 Material und Methode

<b>Material</b>	<b>Material-kategorie</b>	<b>Matrix</b>	<b>Füllstoffe</b>
<b>Heliomolar RO</b>	Mikrogefülltes Komposit	BIS-GMA, Urethandimethacrylat, Triethylenglycolmethacrylat	Hochdisperses Siliziumoxid, Ytterbiumtrifluorid, Copolymer (77,8 Gew.%), anorganische Füller 46,0 Vol.%; 66,7 Gew.%. Partikelgröße: 0,04-0,2µm.
<b>Ketac Molar</b>	Glasionomere-zement	GIZ	Glasionomere.
<b>Compoglass F</b>	Compomer, Fluoridfreisetzung, hydrophil	Urethandimethacrylat, Tetraethylenglycoldimethacrylat, cycloaliphatisches Dicarbonsäure-dimethacrylat	Ytterbiumtrifluorid, Ba-AL-Fluorsilikatglas, sphäroides Mischoxid. (55 Vol.%; 77Gew.%), Partikelgröße: 0,2-3,0µm.
<b>Dyract AP</b>	Compomer, Fluoridfreisetzung, hydrophil	Polymerisierbare Harze	Strontium-Fluor-Silikat Glas, Strontiumfluorid.
<b>Vita Zeta</b>	mehrphasige Feldspatfritte als Füllstoff	Harzbasis	Mehrphasige Feldspatfritte als Füllstoff, 44,3 Gew%/ FISORA 58,1.
<b>Amalgam</b>	Dispersalloy (Dentsplay)	Quecksilber 396 mg	Silber 227,2 mg, Silber 71,6 mg, Kupfer 47,2 mg, Zink 4,0 mg.

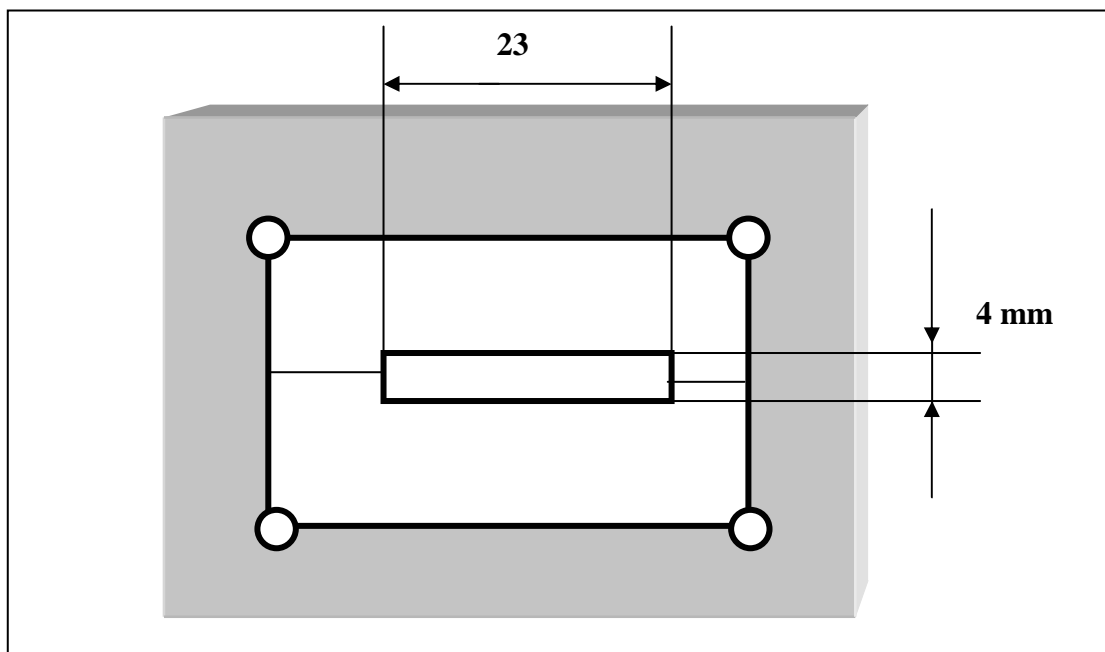
## 4 Material und Methode

<b>Material</b>	<b>Material-kategorie</b>	<b>Matrix</b>	<b>Füllstoffe</b>
<b>Sinfony</b>	lichthärtendes Feinstpartikelkomposit für Kronen, Brücken (Inlayanfertigung).	Methylmethakrylat Basis	Feinpartikelchen.
<b>Degunorm</b>	Hochgoldhaltige Legierung	Metallgitter	Au 73,8, Ag 9,2, Pt 9,0 in Massen-%.

### 4.2 Probenherstellung

Es wurden 16 Proben pro Material in einer speziell angefertigten Messingmatrize hergestellt. Eine Probe hat folgende Massen ( $23 \times 4 \times 1,5$ ) mm. (Abb. 4.3).

*Abb. 4.3 Schema der Matrize zur Probenherstellung.*





Die Matrize hatte angepasste Ränder, die zusammengesetzt gut aneinander anlagen. Bei der Herstellung der Proben lag die Konstruktion auf einer Glassplatte, die im Bereich der Öffnung mit einem Frasacostreifen abgedeckt war. Nach dem Stopfen des Komposites mit zahnärztlichen Instrumenten (Heidemann Spachtel, Kugelstopfer) in die Matrizenöffnung, wobei sehr auf die Blasenfreiheit geachtet wurde, wurde die äußere Schicht des Füllungsmaterials mit einem Frasacostreifen bedeckt und mit einem Objektträgerglas komprimiert. Danach erfolgte die Polymerisation in dem Lichtpolymerisationsgerät Dentacolor® XS (Heraeus Kulzer, Wehrheim, Deutschland). Die Polymerisation dauerte 2×40 Sekunden, wobei die Probe nach 40 Sekunden umgedreht wurde. Danach wurde die untere Fläche der Probe markiert. Es wurden immer 8 Proben auf einmal hergestellt und am gleichen Tag gemessen.

Die Amalgam-Proben wurden entsprechend der Herstellerangaben hergestellt und erst nach 24 Stunden poliert. Bei Degunorm-Proben wurden industriefertige Goldplättchen poliert und zur Auswertung verwendet.

Die Ketac Molar-Proben wurden entsprechend der Herstellerangaben in der gleichen Matrize angefertigt. Es wurde das Triturationsgerät Silamat® Typ S3 (Vivadent, Schaan, Liechtenstein) zum Anmischen der Kapseln benutzt.

Nach der Polymerisation wurden die Proben mit Siliziumcarbid- Schleifpapier 1200Grit/4000P (LECO Corporation, St. Joseph, Michigan, USA) plan geschliffen. Das Schleifen wurde mit einer Schleifmaschine (Manuelles Schleif-/Poliergerät, LECO VP 100) durchgeführt. Danach wurden die Plättchen mit Wasser und einem Spülmittel (Pril, Henkel, Düsseldorf, Deutschland) ca. 3 Minuten gewaschen. Es wurde besonders darauf geachtet, dass keine Seife mehr im Spülwasser (Seifenblasen) sichtbar war. Nachdem die Proben im Leitungs-

wasser gewaschen wurden, wurden sie im Ultraschallbad (TranssonicT310, Elma Trenew Electronic GmbH, Pforzheim, Deutschland) 2×5 Minuten mit destilliertem Wasser gereinigt, wobei nach jeweils 5 Minuten Reinigung das Wasser ausgewechselt wurde. So wurde sichergestellt, dass die Untersuchungsproben frei von Staubkörnchen waren. Für die Proben, bei denen eine raue Oberfläche erwünscht war, war die mechanische Vorbereitung hier zu Ende. Die Proben, die auf Hochglanz poliert werden sollten, wurden anschließend mit Hilfe einer Poliermaschine (Automatisches Schleif und Poliergerät DAP-7, STRUERS GmbH, Rodovre, Dänemark) und Diamantspray (DP-Diamantspray P, Nr 40600137 SPRON, 1µm. STRUERS GmbH, Rodovre, Dänemark) auf einem Polierdisk (Polishing discs, LECO Corporation, St. Joseph, Michigan, USA) bis zum Hochglanz poliert. Nach der Politur wurde der Wasch- und Reinigungsvorgang wiederholt, um die Proben möglichst von den Resten des Diamantsprays zu befreien.

Nachdem die Politur oder das Schleifen und die Reinigung erfolgt waren, wurden die Proben, um die Wasserreste zu beseitigen, getrocknet. Zunächst wurden die Plättchen mit Druckluft behandelt, bis sie vollständig frei von Wasser und sichtbar trocken waren. Danach kamen die Proben bei 37 Grad C° für 10 Minuten in den Trockenschrank (Memmert™, Schwabach, Deutschland). Nach der Entnahme aus dem Schrank wurden sie 20 Minuten auf Zimmertemperatur abgekühlt.

### 4.3 Kontaktwinkelmessung

#### 4.3.1 Kontaktwinkelmessgerät und Zubehör

Die Kontaktwinkelmessungen und die Auswertungen der Oberflächenenergie erfolgten mit dem OCA 15 Plus (Abb. 4.4) (Videogestütztes optisches Kontaktwinkelmessgerät, DataPhysics Instruments GmbH, Filderstadt, Deutschland). Zur Auswertung wurde die Software zur Messung des statischen und dynamischen Kontaktwinkels nach der „sessile drop“-Methode (liegender Tropfen) verwendet. Es wurde die Young-Laplace Methode zur Messung des Kontaktwinkels angewendet. Aus Kontaktwinkelmessungen mit verschiedenen Testflüssigkeiten wurde die freie Oberflächenenergie  $\sigma_s$ , die dispersen  $\sigma_s^d$ , sowie die nicht dispersen Anteile  $\sigma_s^{nd}$  (polare Anteile  $\sigma_s^p$ ) der freien Oberflächenenergie ermittelt.

Als Testflüssigkeiten wurden drei Flüssigkeiten mit bekannten Oberflächenenergien (Gesamte Oberflächenenergie, polarer Anteil und disperser Anteil) verwendet (Tab. 4.3).

<b>Testflüssigkeit</b>	<b>Gesamte Oberflächenenergie [mJ/m<sup>2</sup>]</b>	<b>Disperser Anteil der OE [mJ/m<sup>2</sup>]</b>	<b>Polarer Anteil der OE [mJ/m<sup>2</sup>]</b>
<i>Ethylenglycol</i>	47,7	26,4	21,3
<i>Dimethylsulsoxid</i>	43,45	34,86	8,68
<i>Diiodmethan</i>	50,8	50,42	0,38

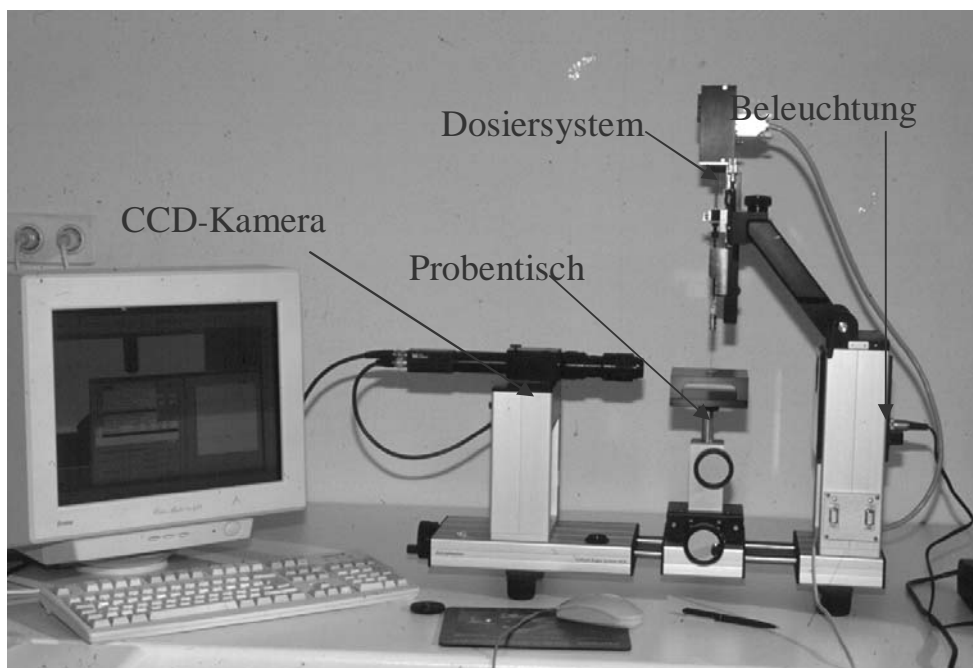
Tabelle 4.3 Testflüssigkeiten (Merck KGaA, Darmstadt, Deutschland).

## 4 Material und Methode

---

Folgende Dosierkanülen wurden verwendet: Gastight® #1750 (0,5ml, Hamilton-Bonaduz AG, Bonaduz, Schweiz) für Testflüssigkeiten und Microliter® #705 (50µl, Hamilton-Bonaduz AG, Bonaduz, Schweiz) für Speichel. Die Dosierkanülen wurden in das elektrische Mehrfachdosiersystem, das mit der Software verbunden war, eingespannt. Das Dosiervolumen betrug 1µl.

Für die Untersuchung der Benetzung der Proben mit Speichel wurden die Ependorf-Reaktionsgefäße (3810 Order No.: 0030102.002) mit ca. einem Milliliter Speichel aufgefüllt und im Tiefkühlfach bei  $-20^{\circ}\text{C}$  gelagert. Speichel wurde von einer Person genommen. Vor der Messung wurden die Speichelproben 30 min. im Brutschrank bei  $+37^{\circ}\text{C}$  aufgetaut. Danach kühlte der Speichel 30 Minuten bei Zimmertemperatur ab.



*Abb. 4.4 Kontaktwinkelmessgerät OCA 15.*

### 4.3.2 Kontaktwinkelmessung

Für die Durchführung der Kontaktwinkelmessung wurden acht vorbereitete Proben auf den Trägerhistogläsern plaziert. Zunächst wurde mit Hilfe der CCD-Kamera ein digitales Bild des Tropfens auf der Unterlage gespeichert. Die Lage der Basislinie und auch des Tropfenumrisses wurde durch die Berechnung der Differenz des Bildpunktes zwischen benachbarten Bildpunkten berechnet. Aus der Lage der maximalen Differenzen der Helligkeiten, d.h. des maximalen Kontrastes, ergibt sich der Tropfenumriss und die Basislinie.

Bevor ein Kontaktwinkel ermittelt werden konnte, musste die Tropfenkonturline an den gemessenen Tropfenumriss angepasst werden. Dabei kam die Young-Laplace Methode zum Einsatz. Bei der Methode wurde eine Kurve angepasst, die exakt dem Tropfenumriss entsprach. Die Tropfenform wurde durch das Kräftegleichgewicht zwischen Oberflächenspannung und Schwerkraft bestimmt. Bei der Young-Laplace Methode wurde die entsprechende Gleichung numerisch gelöst, wobei die Lösung mit Hilfe eines Parameters an den vorher ermittelten Tropfenumriss angepasst wurde.

Dann wurden die Messungen mit der ersten Testflüssigkeit an allen 8 Werkstoffen durchgeführt. Nach der Messung mit der ersten Testflüssigkeit wurde der gleiche Vorgang mit der zweiten und dritten Flüssigkeiten durchgeführt und anschließend auch mit dem Speichel. Die gemessenen Kontaktwinkel wurden mit Hilfe der Software nach der Owens-Wend-Kaelbe Methode ausgewertet. Dabei wurden die Ergebnisse der Oberflächenenergie (Gesamte Oberflächenenergie, disperser und polarer Anteil) ermittelt. Die Benetzbarkeit mit dem Speichel wurde anhand des Kontaktwinkels bestimmt.

### 4.4 Rauigkeitsmessungen

#### 4.4.1 Perthometer

Die Rauigkeit der einzelnen Proben wurde mit dem Perthometer S3P, mit der Abtastapparatur FRW – 750 (Feinprüf Perten GmbH, Göttingen, Deutschland) gemessen.  $R_a$  (Arithmetischer Mittenrauwert – DIN 4768, ISO 4287/1),  $R_z$  (Gemittelte Rautiefe – DIN 4768/1) und  $R_{max}$  (Maximale Rautiefe – DIN 47689) wurden in Mikrometern bestimmt.

Zur Vermessung der Proben wurde die Probe mit Hilfe von Knetmasse auf einer Haltevorrichtung angebracht und durch Antrieb eines Zahnriemengetriebes mit dem Taster abgefahren. Die Länge der Messstrecke betrug 1,75 mm ( $I_e(\text{Einzelmessstrecke}) = 5 \times 0,25 \text{ mm}$ ;  $I_m(\text{Messstrecke}) = 1,25 \text{ mm}$ ; Vor- und Nachlaufstrecke = 0,25 mm). Auf jeder Probe wurden parallel zu einander fünf Messungen durchgeführt. Die Messwerte wurden erfasst und mit einander verglichen.

Der Taster (Abb. 4.5) selbst ist eine durch einen Metallstab verlängerte Tasterspitze mit einem Durchmesser von  $3 \mu\text{m}$ , die die Rauigkeit der Oberfläche erfasst. Der Taster besitzt eine vertikale Auflösung von  $< 1 \mu\text{m}$ .

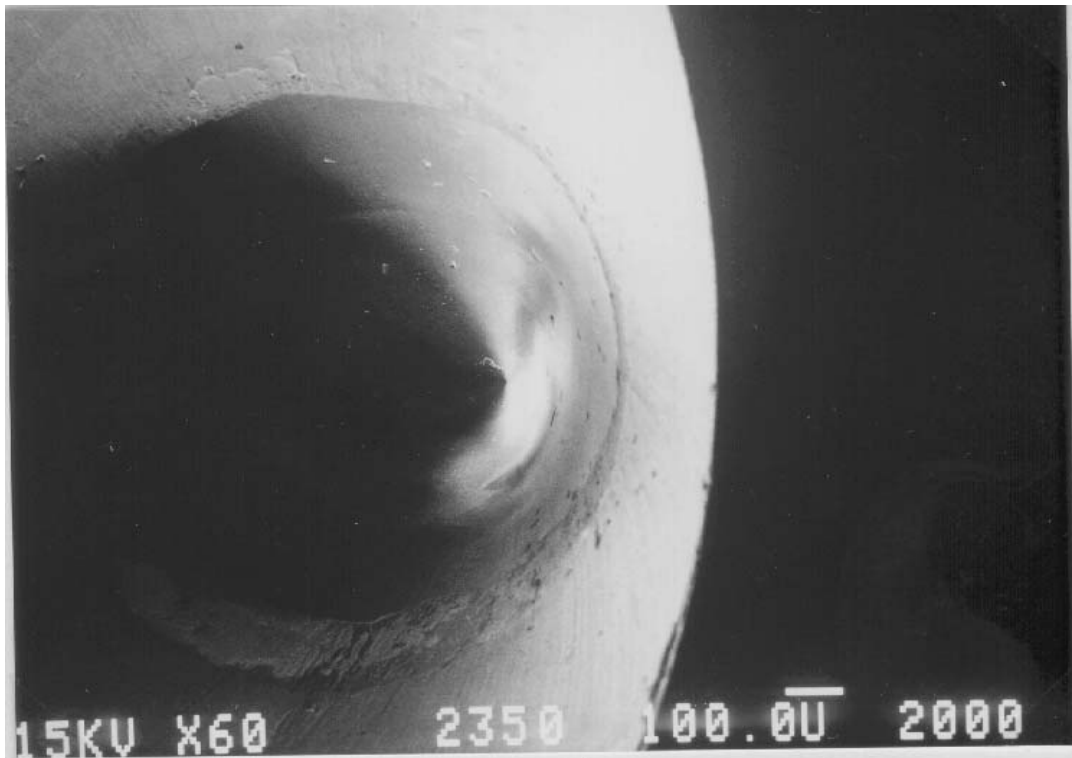


Abb. 4.5 Perthometer Tastspitze 60-fach vergrößert.

### 4.4.2 Rasterkraftmikroskop

In dem Versuch wurde die Rauigkeit einzelner Proben gemessen. Bei den Rasterverfahren wird das Objekt zeilenweise in einzelne Pixel aufgelöst, die nacheinander (seriell) abgetastet werden (Abb. 4.7). Dazu wurde eine geeignete feine Silicium-Carbid-Spitze (Abb. 4.6) (Topometrix<sup>®</sup>, Santa Clara, Californien, USA, Größe:  $1,5 \times 45 \times 150 \mu\text{m}$ .) an die Oberfläche herangeführt. Die Spitze wird per Piezoantrieb an die Probenoberfläche angenähert. Das Rasterkraftmikroskop (Atomic Force Microscope) gibt ein Bild der Kräfte (z.B unpolare Van-der-Waals-Kraft, elektrische Reibungskraft), die jeweils in einem sehr kleinen Ober-

flächenbereich lokal wirksam sind. Im speziellen Fall enthält das Bild daher mehr oder andere Information als nur die Kontur der Oberfläche.

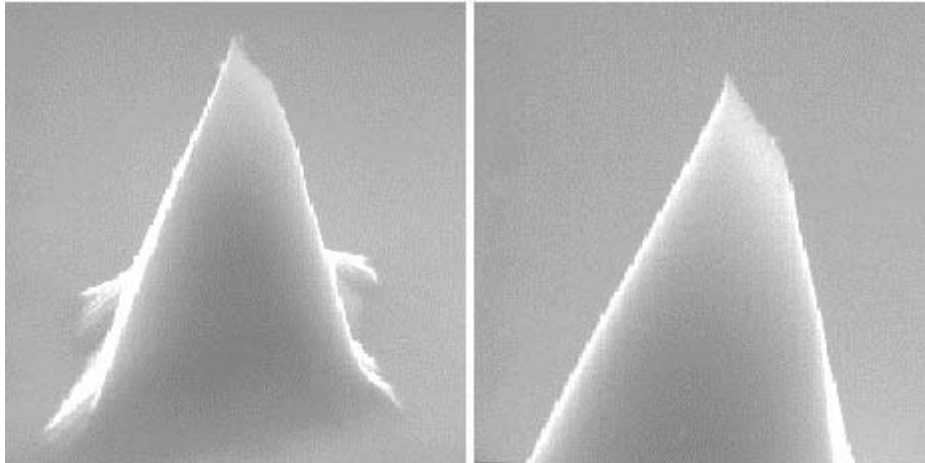


Abb. 4.6 Silicium-Carbid Spitze ([www.monet.physik.unibas.ch](http://www.monet.physik.unibas.ch)).

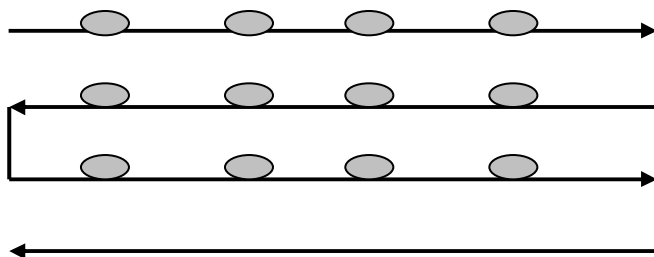


Abb. 4.7 Abrasterung eines Objekts.

Die Abbildung 4.8 zeigt die Anordnung schematisch. Die zu untersuchende Probe liegt auf einem Piezo-Scanner, mit dem sie in X- und Y-Richtung zur Scan-Bewegung verschoben und in Z-Richtung an die Spitze angenähert werden kann.



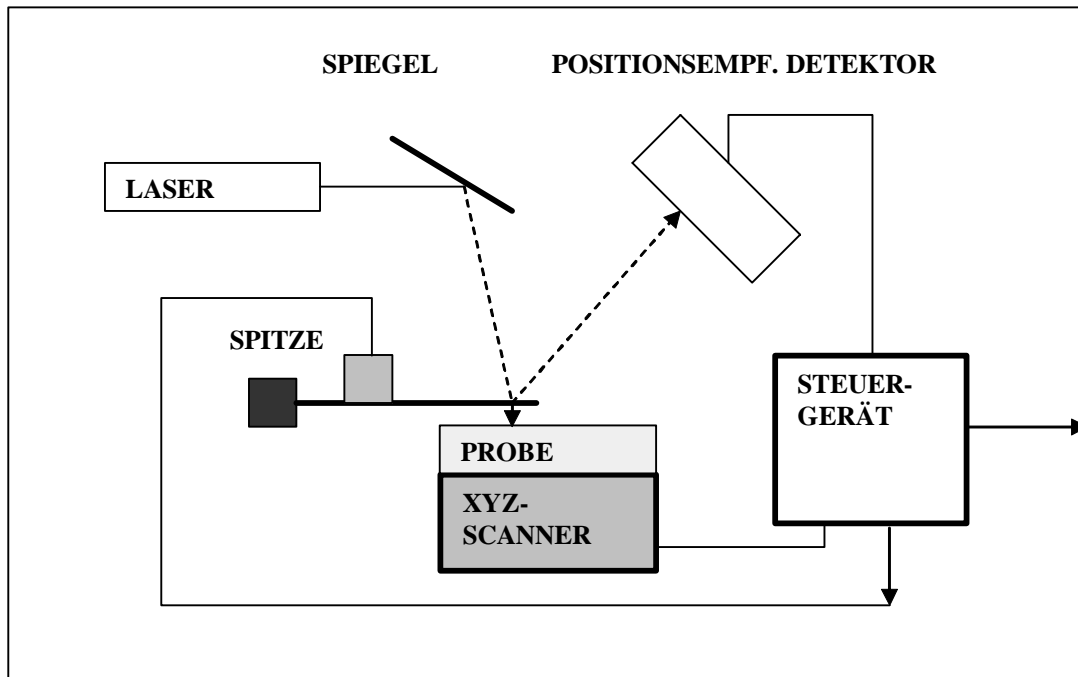


Abb. 4.8 Schematische Aufbau des AFM.

Im Kontakt Mode wurde die Spitze wurde mit geringer Kontaktkraft auf einer Fläche von  $50 \times 50 \mu\text{m}$  über die Probe geführt. Die Messung wurde mit dem Rasterkraftmikroskop Topometrix Explorer (Topometrix<sup>®</sup>, Santa Clara, Californien, USA) gemacht und dann mit der Software (Topometrix SPMLAB V.3.08.2) ausgewertet. Die Steuerung des Kopfes (Explorer) wurde über eine Schnittstelle zum PC TMX 2000 durchgeführt. Der Kopf des Mikroskops war mit einer CCD-Kamera ausgestattet, damit eine visuelle Kontrolle möglich war.

#### 4.4.3 Interferenzmikroskop

Zur Messung der Oberflächenrauigkeit der hergestellten Proben wurde der Interferenz-Flächenprüfer (Carl Zeiss Oberkochen/Württ, Deutschland) in der

Fachhochschule München (Labor für Automatisierungstechnik und Robottechnik) verwendet. Dafür mussten die Oberflächen der Proben vorbehandelt werden. Um den Proben Wasser zu entziehen wurden sie 48 Stunden im Exikator im Brutschrank bei  $37^{\circ}\text{C}$  getrocknet. Danach wurden sie mit einer dünnen Goldschicht bedampft, um eine für die Interferenzmikroskopie notwendige reflektierende Oberfläche zu bekommen. Die Auswertung der Proben ist in Abbildung 4.9 dargestellt. Der Abstand  $0,27\mu\text{m}$  zwischen den Streifen ist bekannt. Dann wird der Abstand zwischen einem der Streifen und der Auslenkung des Streifens nach oben mit einem Lineal gemessen. Er beträgt ca. 8,5 mm. Der Abstand zwischen den Streifen auf dem Bild ist ca. 3,5 mm. Demzufolge wird die Tiefe der Furche in Mikrometern mit dem Dreisatz bestimmt. Auf dem Metallbeispiel ist sie ca.  $0,11\mu\text{m}$ .

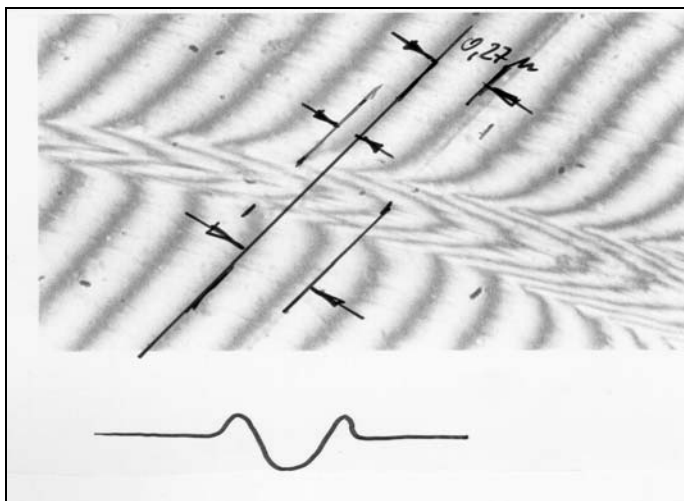


Abb. 4.9 Auswertung der Proben, Metallbeispiel.

## 5. Ergebnisse

## 5.1.1 Oberflächenenergie von polierten und geschliffenen Proben

Für die 18 kommerziellen Zahnrestaurationsmaterialien im polierten (Diamantpaste 1 $\mu$ m) und geschliffenen (1200Gritt/4000P) Zustand wird sowohl die gesamte Oberflächenenergie, als auch deren beide Komponenten disperser und polarer Anteil ermittelt.

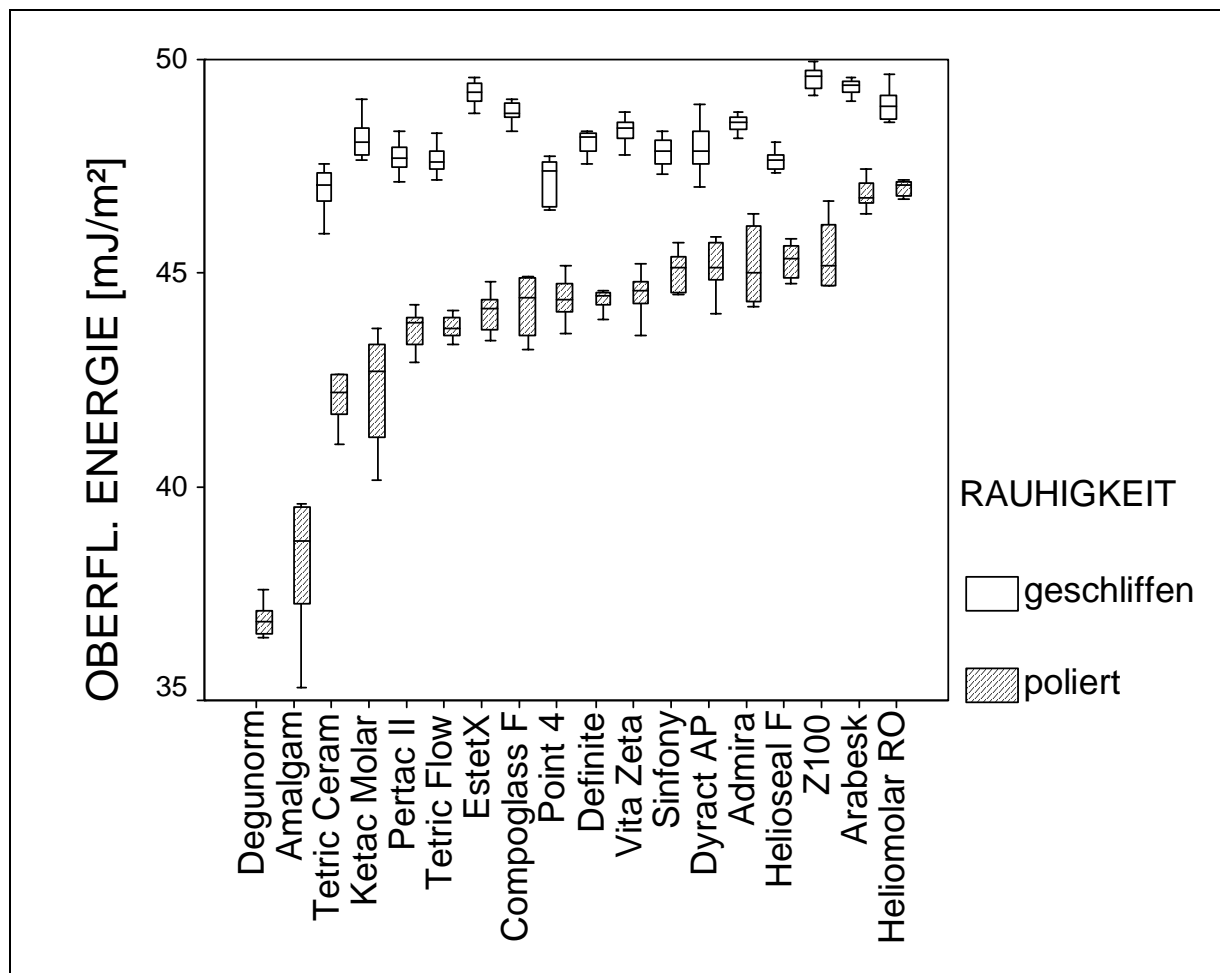


Abb. 5.1.1 Gesamte Oberflächenenergie der polierten und geschliffenen Proben.

Die statistischen Auswertungen wurden mit dem SPSS V 10.0 Programm (Post-Hoc-Tests, LSD-Test) durchgeführt. Entsprechend dem orientierenden Charakter dieser Untersuchung wurde das Signifikanzniveau auf 5% ( $\alpha = 0,05$ ) festgesetzt. In Abb. 5.1.1 ist die gesamte Oberflächenenergie von den untersuchten Materialien dargestellt. Die niedrigste Oberflächenenergie der polierten Proben weisen Amalgam ( $38,24 \text{ mJ/m}^2$ ) und Degunorm ( $36,77 \text{ mJ/m}^2$ ) (hochgoldhaltige Legierung) auf, die höchste Oberflächenenergie liegt bei Heliomolar RO ( $48,08 \text{ mJ/m}^2$ ) vor. Bei den geschliffenen Proben hat Z100 ( $49,57 \text{ mJ/m}^2$ ) die höchste und Tetric Ceram ( $46,96 \text{ mJ/m}^2$ ) die niedrigste Oberflächenenergie.

In der Abbildung 5.1.2 wird der disperse Anteil der Oberflächenenergie der polierten und geschliffenen Proben präsentiert. Im Vergleich zu den polierten Proben hat der disperse Anteil bei allen geschliffenen Proben zugenommen. Die Unterschiede zwischen den polierten und geschliffenen Materialien sind hoch signifikant. Die höchsten Werte bei den polierten Proben zeigten Sinfony ( $40,28 \text{ mJ/m}^2$ ), Helioseal F ( $39,41 \text{ mJ/m}^2$ ) und Dyract AP ( $38,62 \text{ mJ/m}^2$ ). Die niedrigsten dispersen Anteile der Oberflächenenergie hatten Tetric Ceram ( $32,78 \text{ mJ/m}^2$ ), Ketac Molar ( $33,74 \text{ mJ/m}^2$ ) und Tetric Flow ( $34,92 \text{ mJ/m}^2$ ). Bei den geschliffenen Proben wurden die höchsten Werte bei Helioseal F ( $41,90 \text{ mJ/m}^2$ ), Z100 ( $41,85 \text{ mJ/m}^2$ ), Sinfony ( $41,88 \text{ mJ/m}^2$ ), und Vita Zeta ( $41,84 \text{ mJ/m}^2$ ) gemessen.

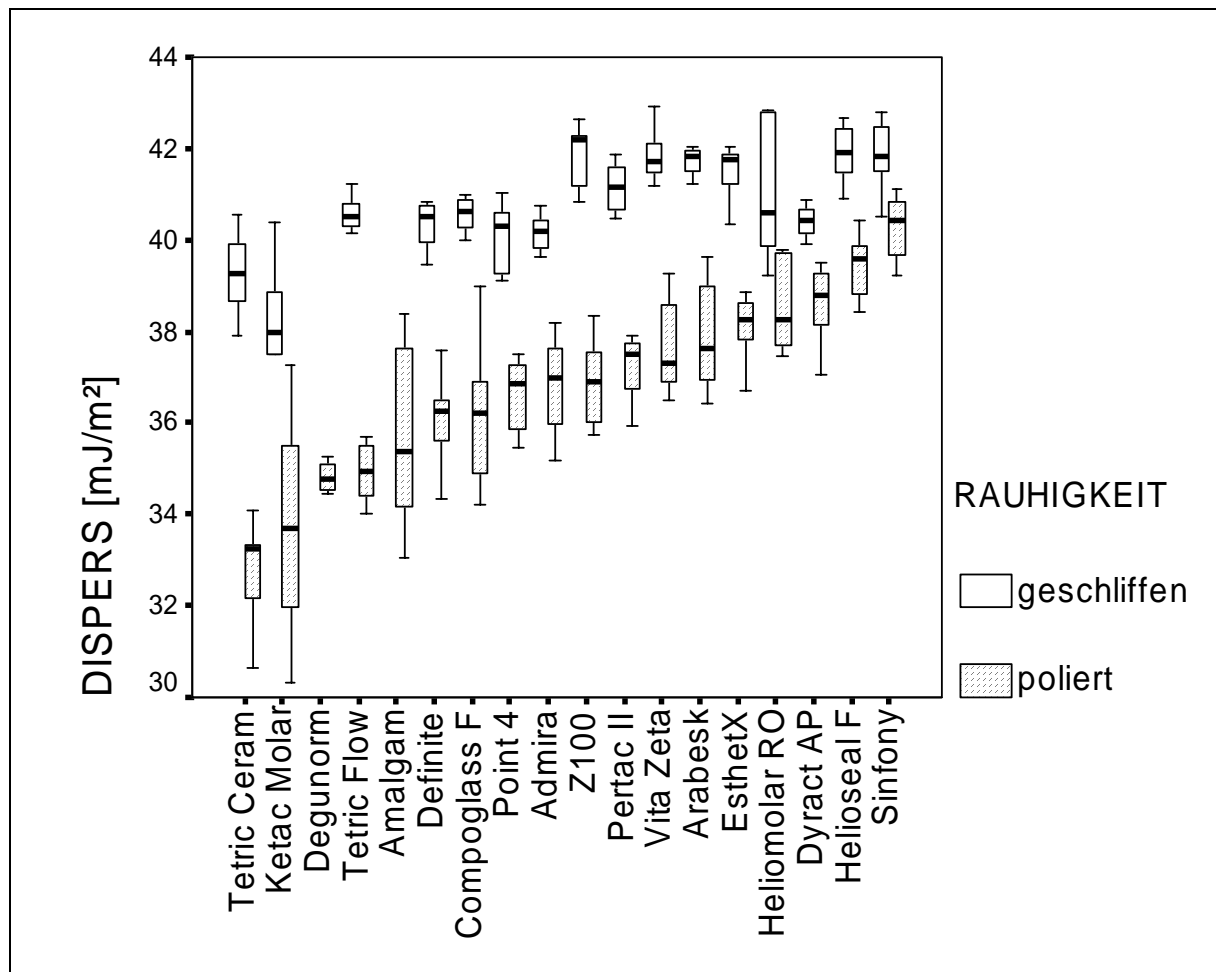


Abb. 5.1.2 Disperser Anteil der Oberflächenenergie von polierten und geschliffenen Proben.

In der Abbildung 5.1.3 werden die polaren Anteile der freien Oberflächenenergie dargestellt. Im Diagramm 5.1.3 zeigt der polare Anteil der Oberflächenenergie weniger ausgeprägte Veränderungen zwischen den polierten und geschliffenen Proben, als bei dem dispersen Anteil. Bei den geschliffenen Materialien Ketac Molar, Admira, Dyract AP, Esteth X und Sinfony steigt der polare Anteil der Oberflächenenergie an, bei den restlichen Materialien wird eine Verminderung des polaren Anteils beobachtet.

## 5 Ergebnisse

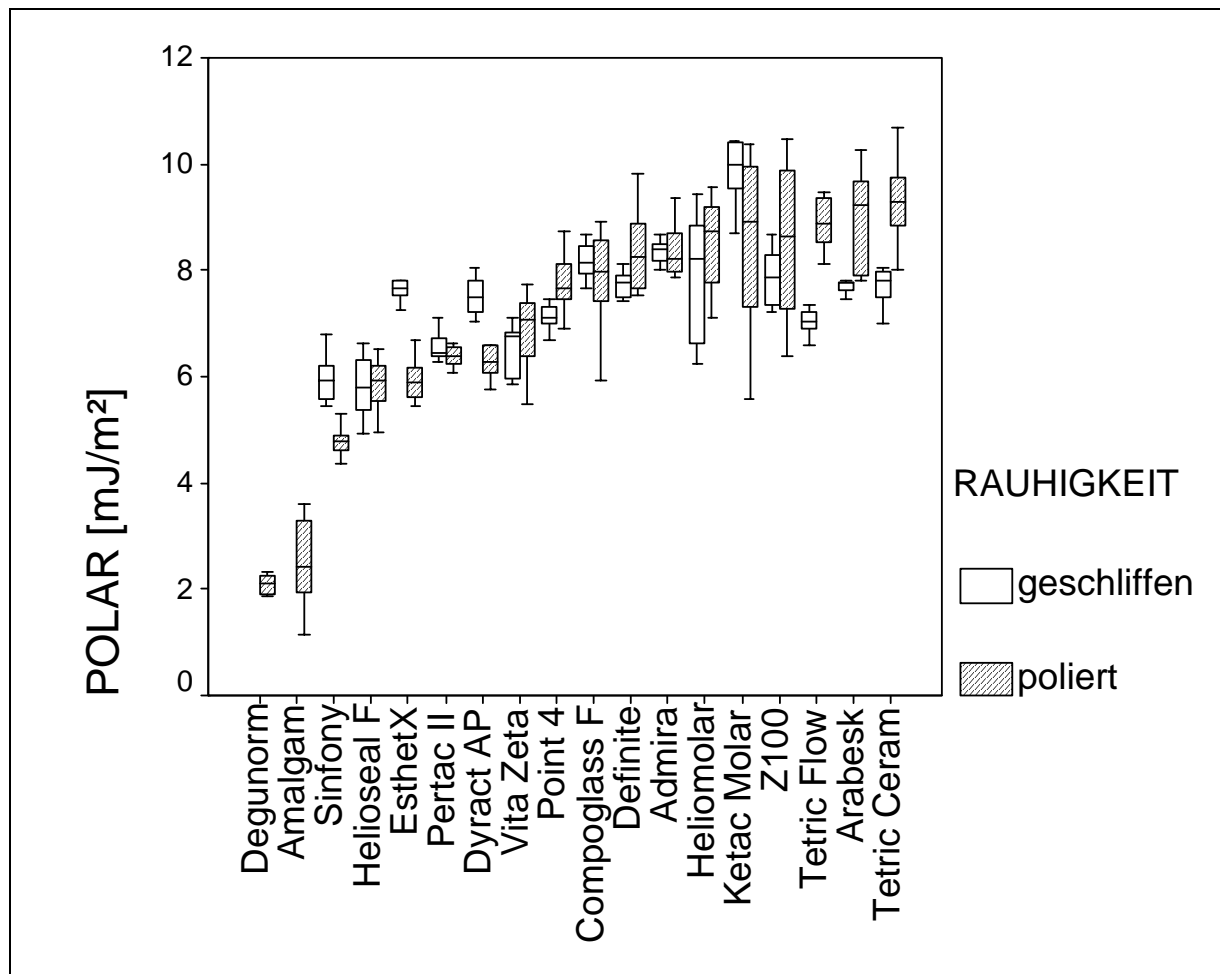


Abb. 5.1.3 Polarer Anteil der Oberflächenenergie der polierten und geschliffenen Proben.

### 5.2 Speichelbenetzung von polierten und geschliffenen Proben

Zur Charakterisierung der Speichelbenetzung der 18 Zahnrestaurationsmaterialien werden die Kontaktwinkelmessungen auf den polierten und geschliffenen Materialoberflächen durchgeführt. Es werden jeweils 8 Proben von jedem Material untersucht. Die Ergebnisse der Kontaktwinkelmessungen sind in der Abbildung 5.2.1 präsentiert. Die Unterschiede zwischen den Materialien sind hochsignifikant. Die Kontaktwinkeln, gemessen auf polierten und geschliffenen Pro-

## 5 Ergebnisse

ben von Dyract AP, Definite, Helioseal F, Z100 und Sinfony, unterscheiden sich nicht signifikant. Bei den polierten Proben wird eine geringere Benetzung auf Amalgam, Degunorm und Ketac Molar als auf den restlichen Materialien gemessen. Die Materialien Arabesk, Tetric Ceram, Tetric Flow, Esteth X und Point 4 haben geringere Benetzung (größere Kontaktwinkel) bei den geschliffenen, als bei den polierten Proben.

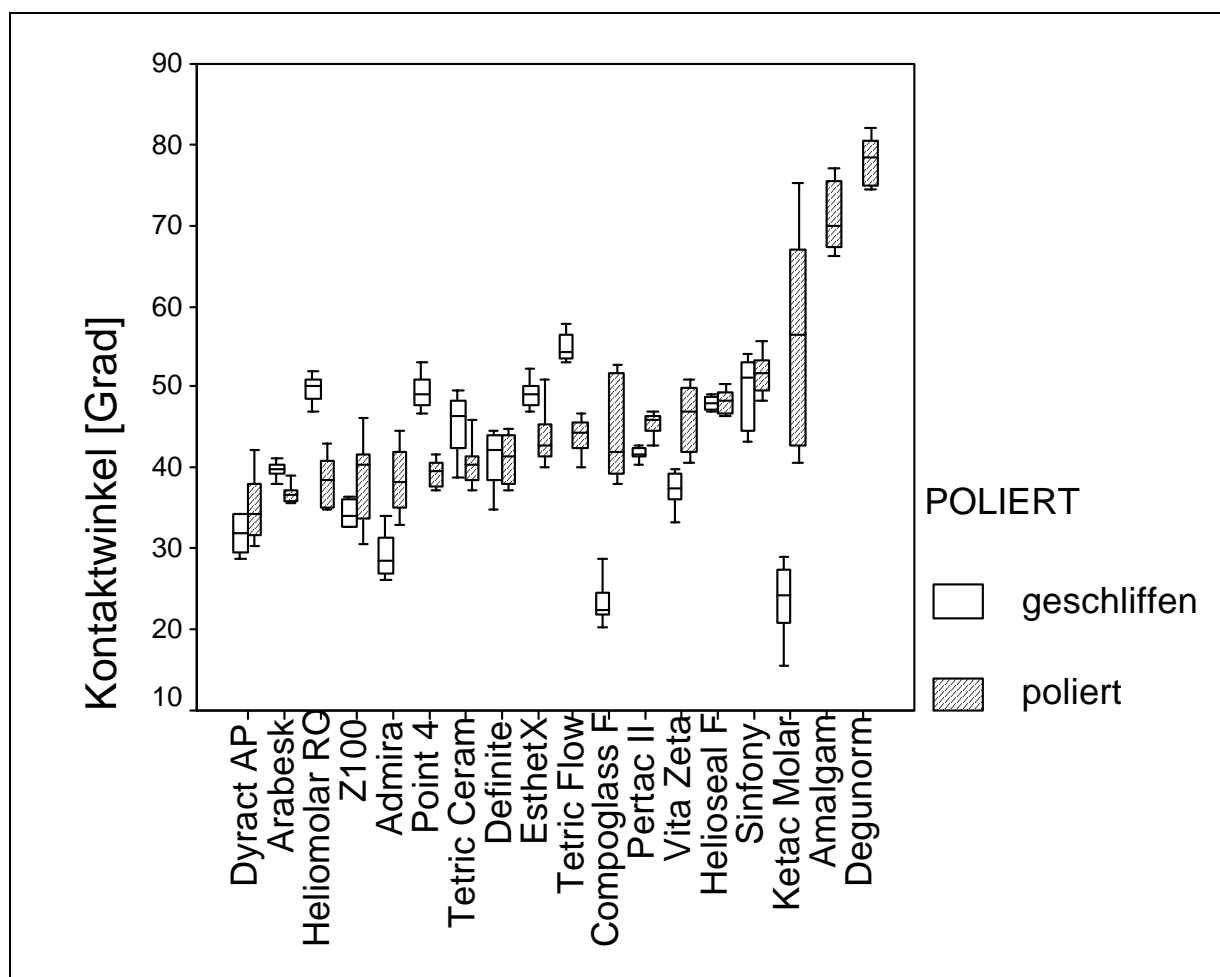


Abb. 5.2.1 Kontaktwinkeln gemessen mit Speichel auf den polierten und geschliffenen Proben.

5.3 Rauigkeitsmessungen

5.3.1 Perthometer

5.3.1.1 Rauigkeit der polierten Proben

Im Diagramm 5.3.1 wird der arithmetischer Mittenrauhwert  $R_a$  [ $\mu\text{m}$ .] von polierten Proben präsentiert.

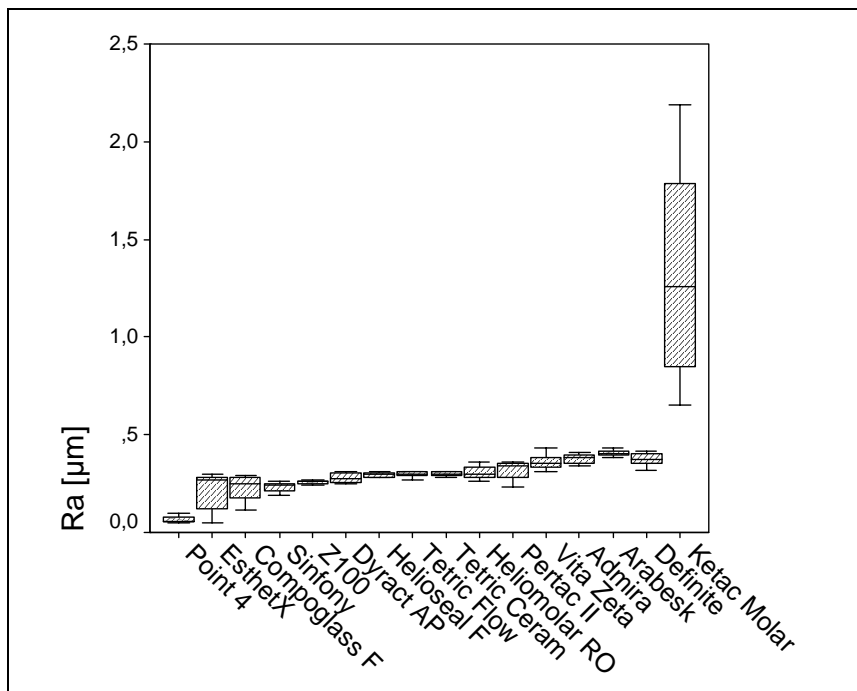


Abb. 5.3.1 Arithmetischer Mittenrauhwert  $R_a$  [ $\mu\text{m}$ ] polierter Proben.

Für die untersuchten Materialien wird mit einem Perthometer (S3P) der Arithmetischer Mitterauhwert ( $R_a$ ), die Gemittelte Rauhtiefe ( $R_z$ ) und die Maximale Rauhtiefe ( $R_{\text{max}}$ ) bestimmt. Zwischen den Materialgruppen („Proben poliert“ und „Proben geschliffen“) besteht auf dem 5% Niveau hohe Signifikanz. Bei dem  $R_a$ -Wert [ $\mu\text{m}$ ] unterscheiden sich bei diamantpolierten Proben nur Ke-



## 5 Ergebnisse

tac Molar (die höchsten Werte  $R_a=1,33 \mu\text{m}$ ) und Point 4 (die niedrigsten Werte  $R_a=0,07 \mu\text{m}$ ) von den anderen Materialien auf dem 5% Signifikanzniveau.

In der Abbildung 5.3.2 werden die Ergebnisse der gemittelten Rauhtiefe  $R_z$  [ $\mu\text{m}$ ] von polierten Proben dargestellt. Ketac Molar unterscheidet sich signifikant von den restlichen Materialien. Ketac Molar zeigt mit  $10,6 \mu\text{m}$  die höchste und Point 4 mit  $0,4 \mu\text{m}$  die niedrigste gemittelte Rauhtiefe [ $\mu\text{m}$ ].

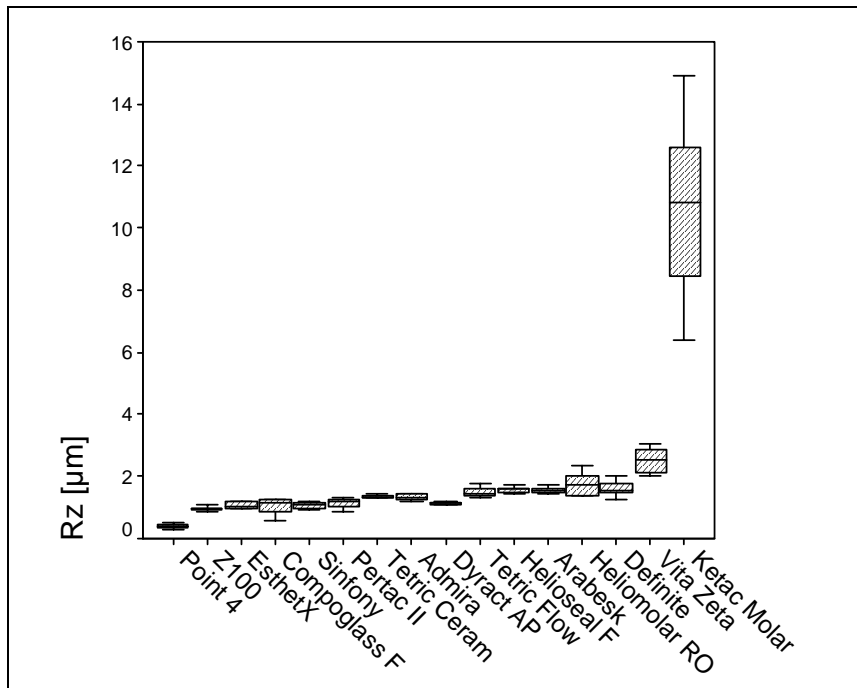


Abb. 5.3.2 Gemittelte Rauhtiefe  $R_z$  [ $\mu\text{m}$ ] polierter Proben.

Das Diagramm 5.3.3 zeigt die maximale Rauhtiefe  $R_{\text{max}}$  von polierten Proben. Ketac Molar (Abb. 5.3.3) zeigt mit  $19,9 \mu\text{m}$  die größte maximale Rauhtiefe Point 4 mit  $0,6 \mu\text{m}$  die niedrigste Rauhtiefe.

## 5 Ergebnisse

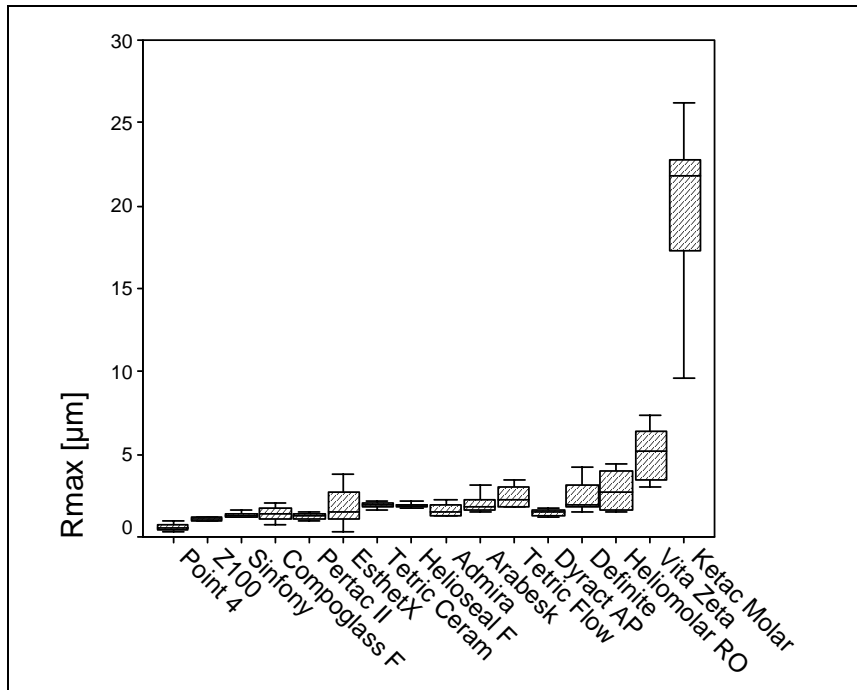


Abb. 5.3.3 Maximale Rauhtiefe  $R_{max}$  [μm] polierter Proben.

### 5.3.1.2 Rauhgigkeit der geschliffenen Proben

$R_a$  [μm] geschliffener Proben ist in Abbildung 5.3.4 präsentiert. Das Diagramm zeigt, dass sich der Arithmetische Mittenrauhwert der geschliffenen Proben nicht stark voneinander unterscheidet. Das einzige Material, das sich stark in der Rauhgigkeit von den anderen Untersuchungsmaterialien unterscheidet, ist Ketac Molar mit einem  $R_a$  von 1,1 μm. Die niedrigsten Mittenrauhwerte weist Point 4 ( $R_a=0,3$  μm) auf.

Die Abbildung 5.3.5 zeigt die gemittelten Rauhtiefen  $R_z$  [μm] geschliffener Materialien. Den höchsten Wert hat Ketac Molar mit 8,5 μm; Sinfony (1,6 μm) und Point 4 (1,6 μm) zeigen die niedrigsten Werte.

## 5 Ergebnisse

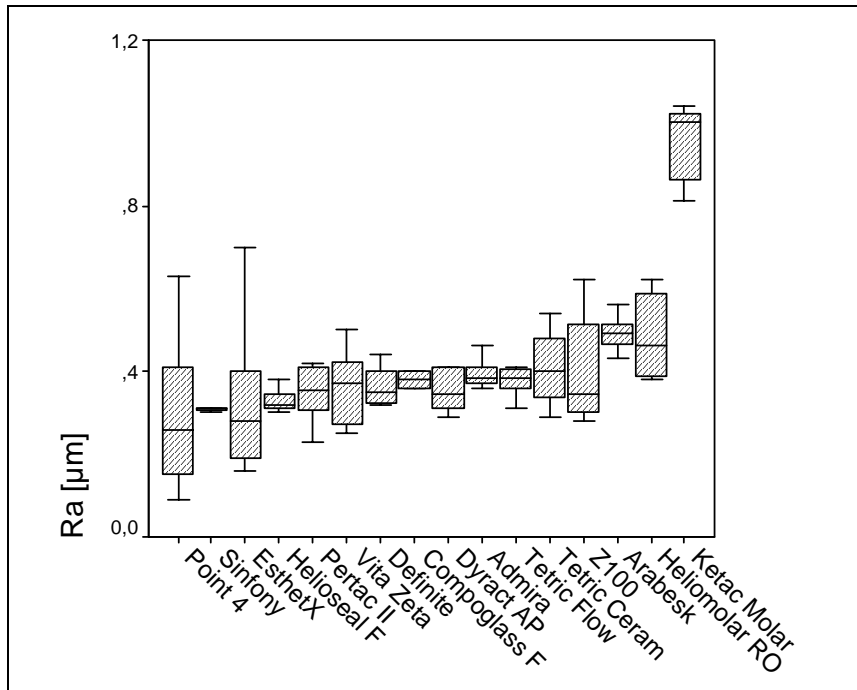


Abb.5.3.4 Arithmetischer Mittenrauhwert  $R_a$  [ $\mu\text{m}$ ] geschliffener Proben.

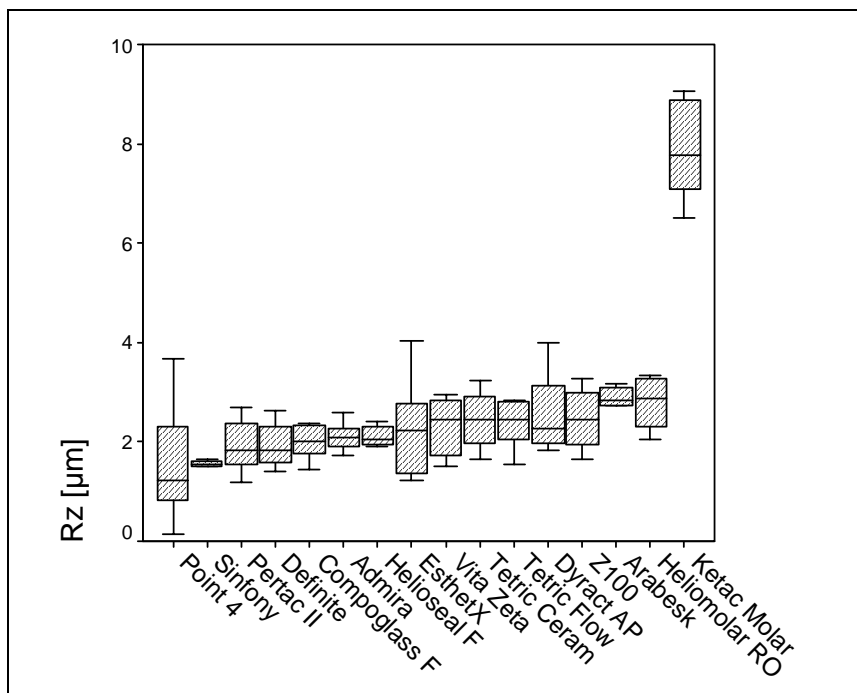


Abb. 5.3.5 Gemittelte Rauhtiefe  $R_z$  [ $\mu\text{m}$ ] geschliffener Proben.

## 5 Ergebnisse

Im Diagramm 5.3.6 wird die maximale Rauhtiefe  $R_{\max}$  [ $\mu\text{m}$ ] dargestellt. Den höchsten Wert mit  $16,3 \mu\text{m}$  hat Ketac Molar, den niedrigsten Point 4 mit  $1,7 \mu\text{m}$ .

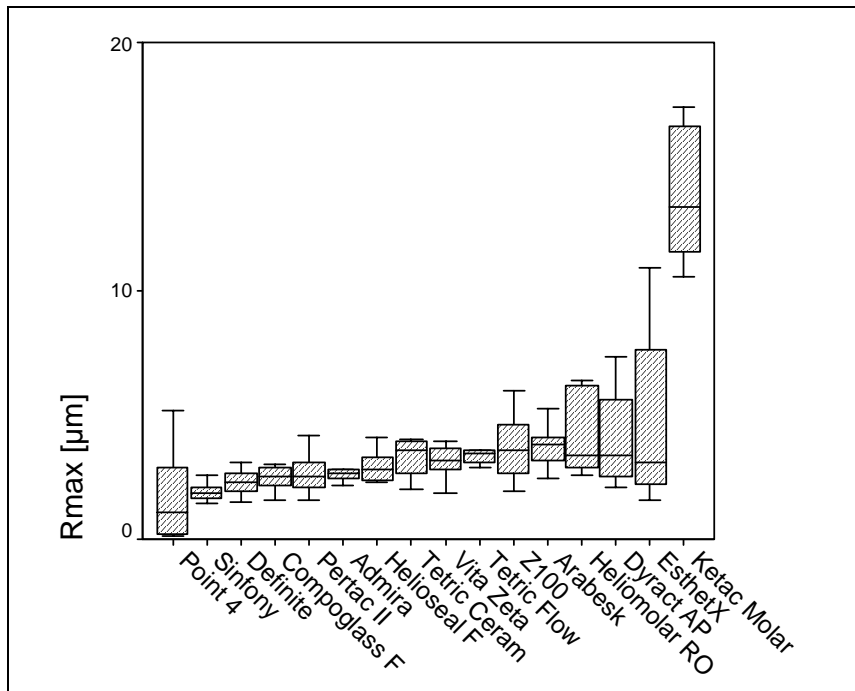


Abb.5.3.6 Maximale Rauhtiefe [ $\mu\text{m}$ ] geschliffener Proben.

### 5.3.2 Rasterkraftmikroskop

Von insgesamt acht polierten und geschliffenen Proben wurde die Rauigkeit untersucht. Die Rauigkeiten ( $R_a$  [ $\mu\text{m}$ ]) liegen im Nanometerbereich. Hier werden Bilder der untersuchten Materialien dargestellt. Als erstes wird Tetric Ceram (poliert) in der Abb. 5.3.7 präsentiert. In der Abb. 5.3.8 ist die geschliffene Probe von tetric Ceram dargestellt. Die Bilder zeigen jeweils Rauigkeiten auf der gesamten Fläche (Whole Image) und auf der ausgewählten Fläche (Partial Image).

## 5 Ergebnisse

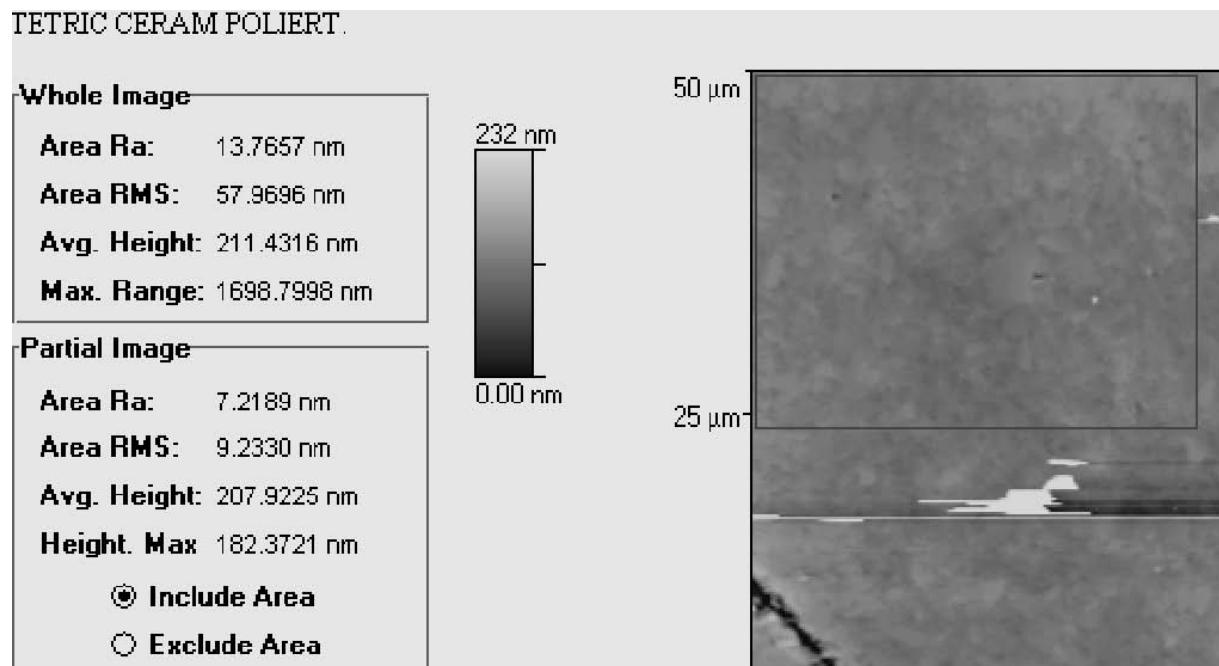


Abb. 5.3.7. Tetric Ceram poliert.

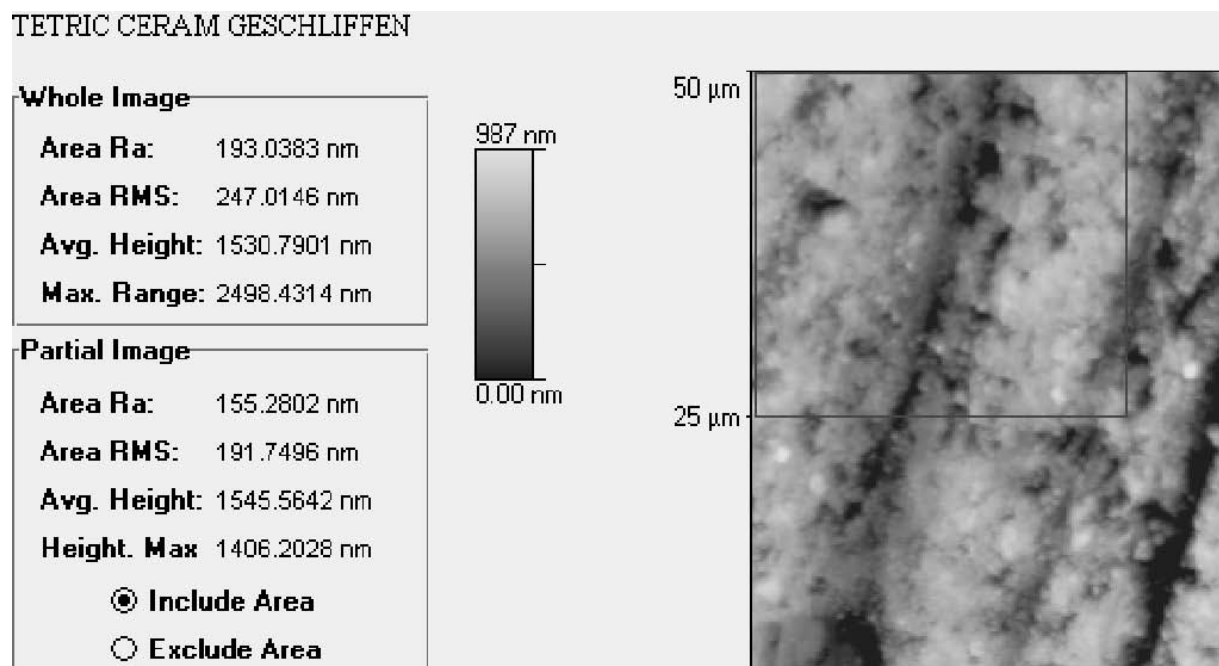


Abb. 5.3.8 Tetric Ceram geschliffen.

## 5 Ergebnisse

In der Tabelle 5.3.1 werden die Werte der Messungen mit dem Rasterkraftmikroskop in den markierten Zonen präsentiert.

<b>Material</b>	<b>Hochglanzpolierte Proben <math>R_a</math>[nm]</b>	<b>Geschliffene Proben <math>R_a</math>[nm]</b>
Tetric Ceram	7,2	155,2
Tetric Flow	10,6	140,2
Pertac 2	7,1	76,1
Definite	6,7	121,4
Compoglass F	8,4	90,2
Helioseal F	45,4	98,2
Point 4	10,6	139,1
Esteth X	7,2	135,3
Pertac 2	7,1	76,1

*Tabelle 5.3.1 Werte von markierten Zonen, gemessen mit Rasterkraftmikroskop.*

### 5.4.3 Interferenzmikroskop

Im Interferenzflächenprüfer wurden die mit einer Goldschicht bedampften Proben untersucht. Bei den polierten Proben war es möglich die Auswertung der Proben durchzuführen. In der Abb. 5.4.1 wird die Tiefe eines Kratzers in der Oberfläche bei der polierten Probe von Pertac 2 bestimmt. Die Tiefe des Kratzers beträgt  $0,14 \mu\text{m}$ . Die Oberfläche ist mit der 8-fachen Vergrößerung zu sehen.

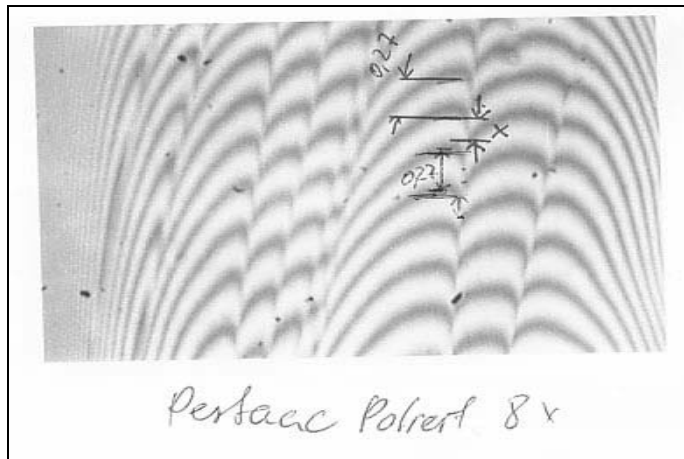


Abb. 5.4.1 Pertac2, poliert.  $0,27\mu\text{m}$  Abstand zwischen den Streifen; x-Tiefe des Kratzers.

Bei der geschliffenen Probe von Tetric Ceram kann die Rauigkeit wegen zu schwachen Lichtreflektion nicht bestimmt werden. In der Abbildung 5.4.2 wird die 8-fach vergrößerte Probenoberfläche präsentiert.

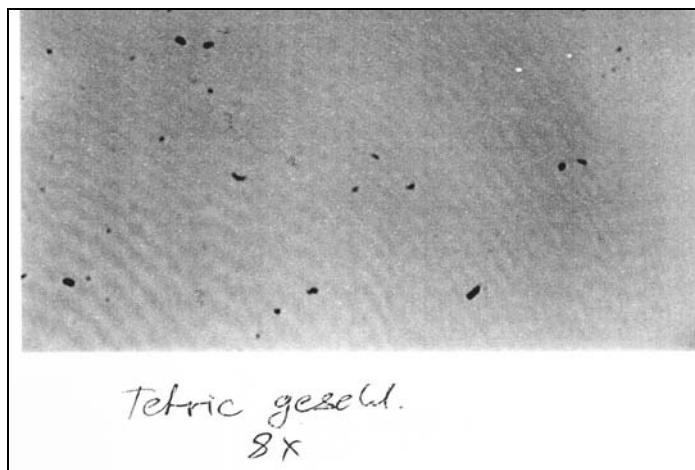


Abb. 5.4.2 Tetric Ceram geschliffen.

### 6. Diskussion

Für die meisten Bakterien ist die Adhäsion an desquamationsfreien Oberflächen die einzige Möglichkeit, in einem offenen Vegetationssystem wie etwa der Mundhöhle – zu überleben. In der Mundhöhle bieten sich verschiedene Hartsubstanzoberflächen mit unterschiedlichen Charakteristika für die bakterielle Adhäsion an (Zähne, Füllungsmaterialien, dentale Implantate oder Prothesen). Bei gesunden Verhältnissen existiert auf solchen Oberflächen ein dynamisches Gleichgewicht zwischen retinierenden und abstoßenden Kräften. Für retinierende Kräfte sind hohe Oberflächenenergie und Rauigkeit der Oberflächen verantwortlich. Verminderung der Oberflächenenergie durch die Pelikelbildung und niedrige Rauigkeit zählen zu den abstoßenden Kräften an einer Materialoberfläche (Quirynen & Bollen 1995).

Die vorliegende Arbeit untersucht *in vitro* den Einfluss der Oberflächenrauigkeit auf die freie Oberflächenenergie und Unterschiede zwischen den kommerziellen Füllungsmaterialien. Raue Oberflächen begünstigen Plaquebildung und Reife, und es ist bekannt, dass hochenergetische Oberflächen mehr Plaque ansammeln, Plaque stärker binden und die Adhäsion von spezifischen Bakterien begünstigen (Quirynen & Bollen 1995). Der Einfluss der Oberflächenrauheit und der freien Oberflächenenergie rechtfertigt die Forderung nach glatten Oberflächen mit niedriger freier Oberflächenenergie zur Minimierung der Plaqueanlagerung (Quirynen & Bollen 1995).



### 6.1 Oberflächenenergie von polierten und geschliffenen Proben

Es wird ein Unterschied in der Oberflächenenergie zwischen polierten und geschliffenen kommerziellen Materialien festgestellt. Die polaren Anteile der Oberflächenenergie zeigen kleinere Unterschiede zwischen den polierten und den geschliffenen Proben, was nicht nur auf die Zusammensetzungen und Polarität der Bestandteile (z.B. - OH, - COOH Gruppen) zurückzuführen ist, sondern auch auf die Außentemperatur, Luftfeuchtigkeit und Rauigkeit. Dagegen zeigen die dispersen Anteile der freien Oberflächenenergie größere Schwankungen, was durch die Erhöhung der Oberflächenrauigkeit und damit resultierenden Vergrößerung der Oberfläche mit Freilegung der hydrophoben Anteile der Matrix (C – C, C = C und C – CH<sub>3</sub> - Bindungen) erklärt werden kann.

Die niedrigsten Werte der Oberflächenenergie zeigen (zum besseren Vergleich mit den Kompositen) Metalle - Amalgam und Degunorm. Die Werte von den beiden polierten Metallen liegen unter 40 [mJ/m<sup>2</sup>]. Die Komposite und Ketac Molar (GIZ) haben die Werte zwischen 40 und 50 [mJ/m<sup>2</sup>]. Sowohl die Metalle als auch Komposite weisen in unbenetztem Zustand (ohne Pelikel) niedrigere Werte als Schmelz (84-94 [mJ/m<sup>2</sup>]) oder Dentin (84 [mJ/m<sup>2</sup>]) auf (Van Pelt et al. 1983, Van Dijk et al. 1987, 1988). Nach den Untersuchungen von Van Dijk et al. (1987, 1988) lässt sich bei den in dieser Arbeit bestimmten Oberflächenenergien folgendes erwarten: (1) die untersuchten Materialien besitzen im Vergleich zu den natürlichen oralen Oberflächen (Schmelz, Dentin) niedrigere freie Oberflächenenergie, was eine verminderte Plaqueanlagerung an die Füllungswerkstoffe erwarten lässt; (2) das orale Milieu verändert deutlich die freie Oberflächenenergie der Substrate (Zähne, Restaurationen), so dass durch Ad-

sorption von Speichelprotein die ursprünglich vorhandenen Unterschiede in der Oberflächenenergie verringert werden. — Niedrige Werte erhöhen sich, während höhere Werte absinken (Van Dijk et al. 1987, 1988). (3) Angesichts der Tatsache, dass die Oberflächen im Munde mit Pelikel abgedeckt werden und die eigentlichen chemisch-physikalischen Eigenschaften der darunterliegenden Substrate abgeschirmt werden, findet trotzdem die stärkere Adhäsion von Mikroorganismen an Substrate mit ursprünglich hoher Oberflächenenergie statt, während an die Oberflächen mit ursprünglich niedrigerer Oberflächenenergie weniger Bakterien anhaften (Van Dijk et al. 1987, 1988).

Moderne zahnärztliche Kompositmaterialien bestehen aus einer Vielzahl unterschiedlicher Komponenten, welche die Eigenschaften des Werkstoffes beeinflussen. Die drei Hauptbestandteile sind die organische Matrix (niedrige freie Oberflächenenergie) (Schwuger 1996), die disperse Phase (Füller) und die Verbundphase (Silane, Kopolymere) (Hellwig 1999).

Die unterschiedlichen Werte bei den Messungen sind auf die Zusammensetzungen der Materialien zurückzuführen. Ketac Molar ist ein Glasionomerezement und besitzt keine PMMA-Matrix. Alle anderen Materialien sind auf Kunststoffbasis hergestellt. GIZ besteht aus Glas als Füllkörper und Polyacrylsäure und härtet durch eine Säure-Base-Reaktion aus. Das Glas besitzt eine höhere Oberflächenenergie als die organische Matrix der Polymethylmetacrylate. Die Oberflächenenergie von Ketac Molar liegt aber bei 42,3 [mJ/m<sup>2</sup>], was unterhalb der meisten untersuchten Komposite liegt. Die Werte bei den polierten Proben liegen zwischen 43 und 47 [mJ/m<sup>2</sup>]. Die niedrigsten Werte innerhalb der Gruppe der Kunststoffe hat Tetric Ceram (42 [mJ/m<sup>2</sup>]). Obwohl der GIZ als Füllkörper Glas enthält, liegt die freie Oberflächenenergie nicht oberhalb der untersuchten

Kunststoffe. Möglicherweise gehört der GIZ der Gruppe von Materialien an, bei denen steigende Oberflächenrauigkeit keinen Einfluss auf die Oberflächenenergie hat (Busscher et al 1984). Außerdem kann Glasmatrix-„Smear layer“, der beim Schleifen der Proben entsteht, die Zusammensetzung der Oberfläche verändern und so die Erhöhung der Oberflächenenergie verursachen. Bei den rauen Proben bleibt die gesamte Oberflächenenergie im Bereich von 48 [mJ/m<sup>2</sup>]. Wenn die Rauheiten der Proben verglichen werden, fällt auf, dass die Rauheit der geschliffenen Ketac Molar Proben niedriger ist, als die Rauheit der Polierten. Es lässt vermuten, dass Füllkörper und Matrix beim Schleifen der Proben gleichmäßig reduziert werden. Dagegen wird GIZ-Matrix durch Politur mit Diamantpaste selektiver eliminiert, demzufolge nimmt die Rauheit der Proben zu. Außerdem entstehen durch längere Bearbeitung mehr Risse und Sprünge, die das Gesamtbild der Rauheit verfälschen können.

„Gleiche Matrix – unterschiedliche Füllkörper“.

Die Materialien der Firma Vivadent (Lichtenstein) Tetric Ceram, Tetric Flow, Helioseal F und Heliomolar RO haben eine gleiche Matrix, aber unterschiedliche Füllkörpermengen und -zusammensetzung. Die Matrix besteht aus BIS-GMA, Urethandimethacrylat, Triethylenglycolmethacrylat – eine klassische Dentalmatrix (Hickel et al. 2001). Die Matrix von Compoglass F wird durch Anwesenheit von cycloaliphatischem Dicarbonsäuredimethacrylat (22,75 Gew.%) hydrophiler. Die freie Oberflächenenergie der polierten Materialien liegt von 42 [mJ/m<sup>2</sup>] bei Tetric Ceram bis 47 [mJ/m<sup>2</sup>] bei Heliomolar RO. Die Oberflächenenergien bei den geschliffenen Proben zeigen weniger Unterschiede, als bei den Polierten. Das kann durch den während des Schleifens entstehenden

„Smear layer“ erklärt werden. Die Matrixtrümmer können dadurch die gemessene Oberflächenenergie beeinflussen. Außerdem wird beim Schleifen die Oberfläche gleichmäßiger reduziert. Die Werte der geschliffenen Proben liegen zwischen 46 [mJ/m<sup>2</sup>] bei Tetric Ceram und 48 [mJ/m<sup>2</sup>] bei Heliomolar RO. Die Unterschiede in der freien Oberflächenenergie bei den polierten Proben sind hoch signifikant, außer bei Compoglass F und Tetric Flow. Compoglass F ist ein Kompomer und Tetric Flow ein Hybridkomposit mit geringer Viskosität. Die annähernd gleichen Werte in der Oberflächenenergie von Compoglass F und Tetric Flow lassen sich durch die Hydrophilität der Matrix von Compoglass F und durch niedrigen Füllkörper Anteil bei Tetric Flow erklären. Außerdem kann bei der Verarbeitung der Proben der entstehende „Smear layer“ die Eigenschaften der beiden Materialien beeinflussen.

Die Unterschiede zwischen den geschliffenen Proben in der gesamten Oberflächenenergie sind ebenfalls hoch signifikant, außer Compoglass F und Heliomolar RO. Die annähernd gleichen Werte in der gesamten Oberflächenenergie und in dispersen und polaren Anteilen der Oberflächenenergie kommen durch den gegenseitigen Einfluss von unterschiedlichen Füllkörpern und unterschiedlichen Matrixbestandteilen zustande. Es ist möglich, dass die unterschiedlichen Füllkörper und Matrixbestandteile ihre physikalische Eigenschaften so gegenseitig beeinflussen, dass diese ihre Polarität verändern können (Hickel et al. 2001).

„Gleiche Matrix - unterschiedliche Füllkörperanteile.“

Die Unterschiede zwischen Tetric Ceram und Tetric Flow (gleiche Matrix, unterschiedlicher Füllkörperanteil) in der gesamten Oberflächenenergie bei den polierten Proben sind auf den höheren dispersen Anteil bei Tetric Flow und hö-

heren polaren Anteil der Oberflächenenergie bei Tetric Ceram zurückzuführen. Der größere Füllkörperanteil beim Tetric Ceram ist für den höheren polaren Anteil der Oberflächenenergie verantwortlich. Außerdem kann die höhere Beweglichkeit der Monomere durch niedrigere Füllkörpermenge bei Tetric Flow für die höhere Konversionsrate verantwortlich sein. Dadurch werden überwiegend hydrophobe Matrixbestandteile auf der Oberfläche polymerisiert. Um das zu prüfen, kann die Oberflächenenergie nach unterschiedlicher Polymerisationszeit der Proben (z.B. 10, 20, 120 Sekunden) ermittelt werden. Außerdem kann der höhere polare Anteil von poliertem Tetric Ceram durch den höheren Füllkörperanteil erklärt werden, der hydrophilere Eigenschaften als Matrix besitzt.

„Überwiegend Matrix – wenig Füller“.

Helioseal F ist ein wenig gefüllter Fissurenversiegeler. Seine Oberflächenenergie unterscheidet sich hoch signifikant von der anderer Materialien mit der gleichen Matrix. Die Hydrophobizität der organischen Matrix beeinflusst die Eigenschaften von Helioseal F. Der disperse Anteil der Oberflächenenergie ist bei Helioseal F im Vergleich zu dem dispersen Anteil anderer Materialien am höchsten. Sowohl bei den polierten als auch bei den geschliffenen Helioseal F Proben bleibt der polare Anteil der freien Oberflächenenergie fast unverändert (die Unterschiede sind nicht signifikant). Das lässt vermuten, dass die wenigen hydrophilen Füllkörper den polaren Anteil der Oberflächenenergie nicht beeinflussen können. Die Menge und die Größe der Füllkörper ist so niedrig (40,5 Gew.%), dass die Matrix die Füllkörper vollständig einmauert und somit deren hydrophile Eigenschaften überlagert. Bei den geschliffenen Proben steigt der disperse Anteil der Oberflächenenergie bei Helioseal F im Vergleich zu den an-

deren Materialien nur unwesentlich an. Der Anstieg der gesamten Oberflächenenergie wird somit nur durch den dispersen Anteil verursacht.

„Hydrophile Matrix“.

Die Kompomere Compoglass F (mit Fluoridfreisetzung) und Dyract AP (mit Fluoridfreisetzung) haben im Vergleich zur klassischen Dentalmatrix (BIS-GMA, Urethandimethacrylat, Triethylenglycolmethacrylat) hydrophilere Monomerbestandteile, z.B. durch polare Seitengruppen (z.B. -COOH), außerdem besitzen beide Kompomere Glasionomerfüllkörper. Die gesamte Oberflächenenergie bei den polierten Proben liegt nah beieinander, die Unterschiede liegen in den dispersen und polaren Anteilen der Oberflächenenergie. Compoglass F hat einen höheren polaren Anteil, was wahrscheinlich nicht nur auf die hydrophilere Matrix zurückzuführen ist, sondern auch mit den äußeren Bedingungen zusammen hängt. Die Luftfeuchtigkeit, Außentemperatur und der Restwassergehalt könnten den sensiblen polaren Anteil der Oberflächenenergie beeinflusst haben. Die Füllkörper bei den beiden Materialien besitzen durch die Silanisierung ähnliche Eigenschaften. Bei den geschliffenen Proben zeigt sich bei dem dispersen Anteil von Compoglass F ein stärkerer Anstieg der Oberflächenenergie als beim Dyract AP. Die Unterschiede des dispersen Anteils der geschliffenen Proben sind nicht signifikant. Die beiden Materialien haben sowohl unterschiedliche Füllkörpergröße und unterschiedliche Matrixzusammensetzung. Möglicherweise wurde die organische Matrix von Compoglass F durch die Politur aufgrund der Hybridfüllkörperchen weniger freigelegt, als von Dyract AP. Das Schleifen der beiden Kompomere verursachte aber gleichmäßigere Reduktion der Oberfläche und gleiche Freilegung der Matrix.

„Ormocere“.

Admira und Definite (mit Fluoridfreisetzung) gehören zu der Gruppe der Ormocere. Die Materialien haben silanisierte Füllkörper und einen für die Si-O-Si Verbund modifizierte Matrix. Die Oberflächenenergien (gesamt, polarer und disperser Anteil) der beiden Ormocere liegen nah beieinander. Die geschliffenen Proben unterscheiden sich nur minimal in dem polaren Anteil der Oberflächenenergie, was durch zusätzliche – COOH Gruppen in der organischen Matrix von Admira erklärt werden kann. Die Oberflächenenergien der Ormocere liegen im Bereich der Komposite.

„Submikrofüller“.

Die Gesamtoberflächenenergie der Submikrofüller-Kompositmaterialien Esteth X und Point 4 liegt im Bereich von 44 [mJ/m<sup>2</sup>]. Die Unterschiede in der Oberflächenenergie bei den polierten Proben liegen im dispersen und polaren Anteil. Point 4 hat einen höheren polaren Anteil als Esthet X, was möglicherweise auf unterschiedliche äußere Bedingungen wie Temperatur oder Luftfeuchtigkeit zurückzuführen ist. In weiteren Untersuchungen sollten deshalb die Versuche in klimatisierten Räumen bei gleichen Bedingungen durchgeführt werden. Bei den geschliffenen Proben von Point 4 wird ein stärkerer Anstieg des dispersen Anteils der Oberflächenenergie und praktisch keine Veränderung des polaren Anteils beobachtet, während bei Esteth X sowohl disperser als auch polarer Anteil der Oberflächenenergie ansteigen. Der Anstieg des dispersen Anteils der Oberflächenenergie kann durch die Vergrößerung der Oberfläche, das stärkere Freilegen der Matrix (hydrophobere Eigenschaften) und „Smear layer“ sowohl beim Esteth X, als auch beim Point 4 erklärt werden. Der Anstieg von den pola-

ren Anteilen der Oberflächenenergie bei Esthet X kann möglicherweise durch äußere Bedingungen (Temperatur, Luftfeuchtigkeit, unterschiedliche Wasseraufnahme) erklärt werden.

„Feinhybridkomposite“.

Pertac 2 (Feinhybridkomposit), Arabesk (Feinhybridkomposit) und Z100 (Hybridkomposit) besitzen eine klassische Dentalmatrix (BIS-GMA, TEGDMA). Die Matrix von Pertac 2 kann jedoch als verhältnismäßig hydrophob innerhalb der Gruppe der reinen Methacrylate betrachtet werden (Hickel et al. 2001). Die Füllkörper von Pertac 2 enthalten Quarz und hochdisperses SiO<sub>2</sub>, während Z100 aus Zirkondioxidfüllkörpern und Arabesk Ba-Al-Glasfüllkörperchen besteht. Die Oberflächenenergie von Z100 ist höher als die von Pertac 2, aber niedriger als die von Arabesk. Der polare Anteil der Oberflächenenergie von Z100 und Arabesk ist etwa gleich groß, aber höher als der von Pertac 2. Der Unterschied bei dem dispersen Anteil der Oberflächenenergie ist nicht signifikant. Wie auch bei den polierten Proben besitzen die geschliffenen Proben von Arabesk eine höhere Oberflächenenergie als Z100 und Pertac 2. Der polare Anteil der freien Oberflächenenergie bleibt bei Pertac 2 fast unverändert, während bei geschliffenem Arabesk und Z100 der Anteil leicht sinkt. Durch Rauigkeit steigt bei den Materialien der disperse Anteil. Das lässt sich durch die verhältnismäßig hydrophobe Matrixeigenschaften erklären. Außerdem wird die Oberfläche durch Schleifen mit „Smear layer“ bedeckt, was die polaren Anteile der Oberfläche vermindert. Bei der Politur werden Füller (hydrophile Eigenschaften) eher freigelegt, deshalb ergibt sich ein höherer polarer Anteil der Oberflächenenergie.



„Verblendmaterialien“.

Polierte Proben von Sinfony und Vita Zeta haben etwa die gleiche Gesamt-oberflächenenergie, aber der disperse Anteil bei Sinfony ist höher als bei Vita Zeta. Vita Zeta enthält als Füllkörper Keramikfritten, Sinfony ist ein Feinstpartikelkomposit und beinhaltet Zirkondioxidfüllkörperchen. Sinfony ist fließfähiges thixotropes Material, Vita Zeta ist dagegen stopfbar. Möglicherweise ist Zirkoniumdioxid hydrophober als Glas. Durch unterschiedliche Matrixbestandteile und die niedrigere Füllkörpermenge bekommt Sinfony hydrophobere Eigenschaften (hoher disperser Anteil der Oberflächenenergie und schlechtere Benetzung mit Speichel) als Vita Zeta. Außerdem verändert sich bei den geschliffenen Proben bei Vita Zeta nur der disperse Anteil der Oberflächenenergie, was auf hydrophobe Matrix und hydrophobere Füllkörper hindeutet. Dagegen steigt bei Sinfony sowohl der disperse, als auch der polare Anteil der Oberflächenenergie. Das kann durch höhere Konversationsrate und durch vorhandenen „Smear layer“ erklärt werden.

„Metalle“.

Im Vergleich zu den Kompositen haben die Metalle eine niedrigere Oberflächenenergie. Dabei ist auch der polare Anteil der Oberflächenenergie deutlich niedriger. Das könnte durch praktisch nicht vorhandene Wasseraufnahme und Hydrophobität (Jennissen, 2001) der Metalle erklärt werden. Die Benetzung von Amalgam und Degunorm mit Speichel war im Vergleich zu den Kompositen am niedrigsten.

Die freie Oberflächenenergie mit dem dispersen und polaren Anteil der zahnärztlichen Restaurationsmaterialien hängt von der Oberflächenbeschaffenheit und der Materialzusammensetzung ab. Das bedeutet, dass die rauen Oberflächen für den Anstieg der Oberflächenenergie verantwortlich sind. Nicht nur die Vergrößerung der Oberfläche, sondern auch die Materialbestandteile sind für die gemessene Oberflächenenergie verantwortlich. Die Wechselwirkungen zwischen den Füllkörpern und der Matrix beeinflussen sich gegenseitig und verändern die jeweiligen polaren Eigenschaften. Es wurde der Anstieg der gesamten Oberflächenenergie bei allen geschliffenen Proben beobachtet. Die gesamte Oberflächenenergie stieg um ca. 7,5%, der disperse Anteil der Oberflächenenergie erhöhte sich um 9,5%. Der polare Anteil der Oberflächenenergie war am stärksten den Schwankungen durch einen niedrigen Zahlenwert ausgesetzt. Zum Beispiel stieg er um 29% bei Esthet X und sank um 20% bei Tetric flow, im gesamten stieg er aber um 0,5%. Die Oberflächenbeschaffenheit der untersuchten Materialien beeinflusst die Erhöhung der Oberflächenenergie. Die rauen Oberflächen führen durch Vergrößerung der Kontaktfläche zum Anstieg der Oberflächenenergie. Für die Oberflächenenergie sind aber die Materialeigenschaften verantwortlich.

### 6.2 Speichelbenetzung der polierten und geschliffenen Proben

Bei der Bestimmung des Kontaktwinkels sowohl von polierten als auch von geschliffenen Proben wird erwartet, dass die Kontaktwinkel des Speichels auf den hochglanzpolierten Oberflächen größer als auf den geschliffenen Oberflächen der Proben sind, vorausgesetzt, die polierten Proben besitzen eine niedrige-

re Oberflächenenergie als die Geschliffenen. Busscher et al. (1984) haben festgestellt, dass die Veränderungen der Oberflächenrauigkeit unter  $R_a = 0,1 \mu\text{m}$  keinen Einfluss auf die Oberflächenbenetzbarkeit und auch auf die Oberflächenenergie haben. Die in dieser Arbeit gemessenen Oberflächen haben teilweise höhere Rauigkeiten ( $R_a$ -Werte zwischen  $0,07$  und  $1,33 \mu\text{m}$ ), also wird erwartet, dass die ansteigende Rauigkeit der Oberfläche die Kontaktwinkel verkleinert. Alle gemessenen Kontaktwinkel befinden sich unterhalb von  $60^\circ$ , deshalb wird die ansteigende Oberflächenrauigkeit die Kontaktwinkel eher verkleinern (Busscher et al. 1984). Auf den Metallen wurden Kontaktwinkeln (Amalgam und Degunorm) zwischen  $60^\circ$  und  $86^\circ$  gemessen. Entsprechend der Hypothese von Busscher et al. (1984) bedeutet das, dass die Oberflächenrauigkeit keinen Einfluss auf die gemessenen Kontaktwinkel hat.

Die Hypothese von Busscher et al. (1984), wonach steigende Oberflächenrauigkeit die gemessenen Kontaktwinkel verkleinert, wurde bei den geschliffenen Proben einiger Materialien nicht bestätigt. Bei Arabesk, Tetric Ceram, Tetric Flow, Point 4 und Heliomolar RO wird der Anstieg des Kontaktwinkels, trotz der steigenden Rauigkeit, verbunden mit dem Anstieg der Oberflächenenergie beobachtet. Die möglichen Ursachen dafür wären einerseits in der Rauigkeit zu suchen, andererseits in den unterschiedlichen äußeren Bedingungen (Temperatur, Luftfeuchtigkeit), oder in der hohen Hydrophobität der Oberflächen. Außerdem können die Kontaktwinkeln auf geschliffenen Oberflächen durch den entstandenen „Smear layer“ beeinflusst werden. Um einen negativen Einfluss der äußeren Bedingungen auf die Messergebnisse zu vermeiden, sollten in nächsten Dissertationen möglichst gleiche Voraussetzungen bei der Vermessung der Oberflächenenergie geschaffen werden (z.B. Klimaanlage). Wenn es

nicht möglich ist, müssen Materialien, die mit einander verglichen werden oder unterschiedlich verarbeitet sind (z.B. poliert oder geschliffen), an einem Tag untersucht werden.

Wenn bei der Politur die Proben  $R_a$  Werte unter  $0,1\mu\text{m}$  geblieben wären und die gemessenen Kontaktwinkeln über  $86^\circ$  erreicht hätten, wäre möglicherweise der gemessene Kontaktwinkel entsprechend der Feststellung von Busscher et al. (1984) gewesen, nämlich bei initialen Kontaktwinkeln von über  $86^\circ$  ein Kontaktwinkelanstieg mit zunehmender Rauigkeit der Proben, oder keine Veränderung des Kontaktwinkels unterhalb von  $0,1\mu\text{m}$ . Diese Hypothese von Busscher wurde bei Arabesk, Tetric Ceram, Tetric Flow, Point 4 und Heliomolar RO nur teilweise beobachtet: ein Anstieg der gemessenen Kontaktwinkeln. Die initialen Kontaktwinkeln lagen aber unterhalb von  $60^\circ$ . Aus diesem Grund lässt sich schließen, dass diese Materialien, trotz des niedrigen initialen Kontaktwinkels, zu der Gruppe von Materialien gehören, bei denen eine Erhöhung der Rauigkeit zum Anstieg des Kontaktwinkels führt. Diese Beobachtungen lassen den Schluss zu, dass die Materialien mit niedrigen initialen Kontaktwinkeln und einem Anstieg des Kontaktwinkels bei Erhöhung der Rauigkeit eine schlechtere Benetzbarkeit und somit hydrophobere Eigenschaften besitzen.

Die Kontaktwinkel werden durch die Oberflächenheterogenität, Oberflächenrauigkeit, Oberflächendeformation und chemische Kontamination mit Wasser beeinflusst (Jennissen 2001, Ph. Monsènègo et al. 1989). Demzufolge können Oberflächenrauigkeit und Oberflächencharakteristika die Messungen negativ beeinflussen. Um das in Zukunft zu vermeiden, sollte eine andere Methode zur Kontaktwinkelbestimmung angewandt werden. Dazu dienen dynamische Kontaktwinkelmessungen, die eine Veränderung des Kontaktwinkels mit der Zeit

berechnen (Bestimmung des dynamischen Kontaktwinkels mit der dynamischen Wilhelmy Methode (DataPhysics Instruments GmbH, Filderstadt, Deutschland)).

### 6.3 Bestimmung der Rauigkeit

Die Oberflächenrauigkeit von intraoralen Oberflächen beeinflusst die initiale bakterielle Adhäsion genauso wie die bakterielle Stagnation (Quirynen & Bolten 1995). Auf den unregelmäßigen Oberflächen und anderen stagnierenden Lagern können einmal angeheftete Bakterien länger überleben, weil sie gegen physiologische Reinigung (Newman 1974) und auch gegen Mundhygiene geschützt sind (Quirynen 1986).

Die Veränderungen der Oberflächen  $R_a$  unter  $0,1\mu\text{m}$  haben keinen Einfluß auf die Kontaktwinkel. Bei  $R_a$  über  $0,1\mu\text{m}$  hängt der Einfluß der Rauigkeit von dem auf der glatten Oberfläche gemessenen Kontaktwinkel ab: wenn der initiale Kontaktwinkel unter  $60^\circ$  (z.B. Schmelz) bleibt, wird die Oberflächenrauigkeit den Winkel weiter verkleinern; wenn der initiale Kontaktwinkel über  $86^\circ$  bleibt, wird die Oberflächenrauigkeit den Winkel weiter vergrößern, für die Oberflächen mit initialen Kontaktwinkeln zwischen  $60^\circ$  und  $86^\circ$  hat die Oberflächenrauigkeit keinen Einfluß (Busscher et al. 1984).

Für die Messung der Rauigkeit werden drei Methoden präsentiert. Das Tastschnittverfahren (Perthometer), die Rasterkraftmikroskopie und die Interferenzmikroskopie.

### 6.3.1 Perthometer

Das Tastschnittverfahren wird zur Bestimmung der Oberflächenrauigkeit angewandt. Das Oberflächen-Tastschnittverfahren ist derzeit das einzige Messverfahren, das in der Lage ist, diverse genormte und auch nicht genormte Oberflächenkennwerte zu berechnen und zur Anzeige zu bringen. Weiterhin kann mit Hilfe eines Schreibers und Protokolliergerätes das vergrößerte Abbild der Oberfläche, das alle Profilinformationen enthält, registriert – und ein komplettes Messprotokoll erstellt werden. Mit einem Tastschnittgerät können theoretisch Abweichungen von einer Größenordnung im Nanometerbereich bis über  $1000\mu\text{m}$  (abhängig vom Messbereich des Tasters) gemessen werden. Ein Oberflächen-Tastschnittgerät ermöglicht nicht nur die Messung der Rauheit, sondern auch der Welligkeit und Formabweichung. Weiterhin sind z.B. Schichtdickenmessungen (über Stufensprung) und dergleichen möglich.

Zu den Nachteilen zählt, dass die Ermittlung der Oberflächen-Kennwerte aus einem zweidimensionalen Profilschnitt erfolgt, obwohl die Oberfläche dreidimensional ist. Die Oberflächen-Kennwerte werden nur aus Teilbereichen der Oberfläche errechnet. Die Messstrecken betragen je nach Rillenabstand und Rauheitsgröße 0,4 bis 40 mm. Die Rauheitsmessung ist somit stets eine Stichprobenmessung. Die untere Grenze der noch erfassbaren Abweichungen wird weitgehend durch die Geometrie der Tastspitze (Spitzenradius und Kegelswinkel) bestimmt. Da der Öffnungswinkel von mechanisch bearbeiteten Oberflächen allgemein größer als  $120^\circ$  ist, sind bei einem Tastspitzenradius von  $5\mu\text{m}$  Rauheitsmessungen von nur  $R_z > 1\mu\text{m}$  ohne größere Verfälschungen möglich (Sander). Bei feineren Oberflächen (Rautiefe  $R_z < 1\mu\text{m}$ ), sowie bei Oberflächen

mit steileren Profilflanken (Poren, Risse und dergleichen), sind Profilverzerrungen nicht vermeidbar.

Der Arithmetische Mittenrauhwert ( $R_a$ ) lässt bei der Flächenintegration einzelne Profilausreißer weitgehend unberücksichtigt. Deshalb hat  $R_a$  den Vor- oder auch Nachteil, dass die Messwerte bei Abtastung des Prüflings an unterschiedlichen Flächenausschnitten vor allem gegenüber dem Kennwert  $R_{max}$ , aber auch  $R_z$ , relativ konstant bleiben.

$R_z$  reagiert dagegen auf Profilausreißer wesentlich stärker, so dass dieser stärker streut. Bei der laufenden Fertigungsprozessüberwachung hat der Kennwert  $R_a$  so gesehen Vorteile. Bei der Berücksichtigung folgender Gesichtspunkte erweist sich der Kennwert  $R_z$  für den allgemeinen Gebrauch als vorteilhafter, denn ein Oberflächen-Kennwert sollte leicht interpretierbar sein, sollte Auskunft über die durchschnittliche vertikale Profilerstörung geben und – wenn erforderlich – auch aus dem Profildiagramm zu ermitteln sein.

Die niedrigsten  $R_a$ ,  $R_z$  und  $R_{max}$  –Werte sowohl bei polierten als auch bei geschliffenen Proben hat Point 4 (poliert  $R_a=0,1 \mu\text{m}$ ; geschliffen  $R_a=0,3 \mu\text{m}$ ), die höchsten Werte bei polierten und geschliffenen Proben hat Ketac Molar (poliert  $R_a=1,3 \mu\text{m}$ ; geschliffen  $R_a=1,1 \mu\text{m}$ ). Die anderen Materialien zeigen Rauheitswerte die auf dem  $\alpha=0,05$  Niveau sich nicht signifikant von einander unterscheiden. Die höheren Werte der polierten Proben als auch bei den geschliffenen von Ketac Molar können durch höhere Welligkeit und starken ungleichmäßigen Materialverlust von der Oberfläche bei der Politur erklärt werden.

### 6.3.2 Rasterkraftmikroskopie

Zunächst haben die Messungen mit dem Rasterkraftmikroskop (AFM) einige Schwierigkeiten bereitet. Wahrscheinliche Fehlerquellen bei der Oberflächenbestimmung lagen in der Eigenresonanz der Bauteile, insbesondere der Feder. Bei dem sogenannten Kontakt-Modus wirken verschiedene Abstoßungskräfte auf die Spitze (z. B. Coulombabstoßung zwischen den äußersten Atomen von Spitze und Probe). Durch die Resonanzen könnten geordnete Strukturen vorgetäuscht werden.

Die gemessenen Werte befinden sich im Nanometerbereich (Tab. 5.3.1), was durch die Oberflächenbearbeitung unwahrscheinlich ist (Polierpaste 1  $\mu\text{m}$ , Schleifdisk 1200Gritt/4000P). Das könnte durch eine Hydrathülle auf der Oberfläche verursacht worden sein, obwohl die Proben zwei Tage im Exikator bei 37°C entwässert wurden (die vollständige Entwässerung kann nur bei 100°C erfolgen, was bei Kunststoffen nicht möglich ist). Die elektrostatischen Ladungen auf der Oberfläche können eine weitere Ursache darstellen, sowie Wasseraufnahme aus der Luft. Außerdem traten bei der Vermessung der Oberflächen ständige Störungen in der Art von Auflagerungen auf der Oberfläche auf. Das könnte möglicherweise durch elektrostatische Ladung der Proben verursacht worden sein. Die Interpretation des Gesamtergebnisses wurde somit erheblich behindert, da die Ausreißerwerte durch die Software automatisch in die Endberechnung aufgenommen wurden.

Bei den nächsten Untersuchungen mit dem Rasterkraftmikroskop wäre es von Vorteil, auf den Wassergehalt der Kunststoffe und auf die elektrostatische Beladung der Oberfläche zu achten, oder die Messungen gleich unter Wasser



durchzuführen. Allerdings hat das Gerät sehr hohe Anschaffungskosten (Topometrix<sup>®</sup>, Santa Clara, Californien, USA).

### 6.3.3 Interferenzmikroskopie

Mit dem Flächeninterferenzprüfer ist es möglich, in kürzester Zeit eine Übersicht über die Qualität der Oberfläche zu bekommen. Die Oberflächenrauigkeit kann durch die Reflektion von monochromatischem Licht von der zu untersuchenden Oberfläche bestimmt werden. Mit Gold beschichtete Proben zeigten nur teilweise ausreichende Lichtreflektion. Es waren nur wenige hochglanzpolierte Proben, die das Licht ausreichend reflektierten. Die geschliffenen Werkstücke hatten keine Lichtreflektion - sie waren matt.

Die polierten Proben mit ausreichender Lichtreflektion hatten eine zu starke Welligkeit, so dass die Bilder verzerrt waren. Interferenzmikroskopie ist ein sehr genaues und altes Verfahren, aber die zur Messung vorbereiteten Werkstoffe sollten genügende Reflektion besitzen und plan sein. Das Verfahren könnte zur Untersuchung von zahnärztlichen Metallwerkstoffen (ausreichende Reflektion) eingesetzt werden.

### 6.4 Schlussfolgerung

Die freie Oberflächenenergie mit dem dispersen und polaren Anteil der zahnärztlichen Restaurationsmaterialien hängt von der Oberflächenbeschaffenheit und der Materialzusammensetzung ab. Nicht nur die Vergrößerung der Oberfläche durch steigende Rauigkeit, sondern auch die Materialbestandteile sind für

die gemessene freie Oberflächenenergie verantwortlich. Füllkörper und Matrix interagieren miteinander und verändern gegenseitig ihre polaren Eigenschaften. Das beeinflusst wiederum die Verteilung der Oberflächenenergie in disperse und polare Anteile. Hydrophobe Anteile der Matrix (C – C, C = C und C – CH<sub>3</sub> - Bindungen) sind für den dispersen Anteil der freien Oberflächenenergie verantwortlich. Durch die Erhöhung der Rauigkeit der Proben ist die Oberflächenenergie bei allen Materialien angestiegen. Den stärksten Anstieg zeigt der disperse Anteil der Oberflächenenergie (9,5%). Der polare Anteil zeigt dagegen eine starke Streuung der Messwerte (von Plus 29% bei Esthet X, bis Minus 20% bei Tetric Flow). Der polare Anteil wird durch Wasseraufnahme, Luftfeuchtigkeit, hydrophile polare Gruppen (Carbonyl- und Carboxylgruppen), Füllkörper und starke Empfindlichkeit der Methode beeinflusst.

Diese Studie befasste sich primär mit Oberflächenenergien ohne den Einfluss des Mundmilieus. Der Einfluss von Pelikelbildung auf die freie Oberflächenenergie sollte ein weiteres Ziel der Untersuchungen sein. Erste Ergebnisse (Abb. 5.2.1) deuten darauf hin, dass sich die Oberflächeneigenschaften durch Pelikelbildung stark ändern können. Die bakterielle Anhaftung an die Oberflächen kann durch die Unterschiede in der Oberflächenenergie beeinflusst werden. Oberflächenrauigkeit zählt zu einem weiteren Faktor, was die bakterielle Adhäsion beeinflusst. Die Anhaftung der Plaque an Oberflächen in der Mundhöhle sollte aber in Zusammenhang mit der Oberflächenenergie der Materialien, Pelikelbildung und Oberflächenrauigkeit untersucht werden.

Die Bestimmung der Oberflächenenergien unterschiedlicher Kompositmatrixes (Kompomere, BIS-GMA, UDMA, TEDDMA), Füllkörper (Glas, SiO, Keramik), Variationen der Füllkörpermengen und deren Zusammensetzungen und

unterschiedlicher Polymerisationszeiten der Materialien bieten weitere Möglichkeiten zur Untersuchung der Bestandteile der Zahnrestaurationsmaterialien und deren Einfluss auf die Oberflächenenergie.

### 7. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde der Einfluss der Oberflächenrauigkeit und Materialeigenschaften auf die freie Oberflächenenergie untersucht. Von Interesse war vor allem, neue Erkenntnisse über die Oberflächenenergie und deren Verteilung auf disperse und polare Anteile in Abhängigkeit von Oberflächenrauigkeit und Zusammensetzung der 18 modernen, kommerziell verfügbaren zahnärztlichen Materialien zu gewinnen. Es sollte festgestellt werden, inwieweit die Oberflächenrauigkeit die freie Oberflächenenergie beeinflusst und durch welche Materialbestandteile der disperse und polare Anteil der freien Oberflächenenergie verändert werden kann. Außerdem wurde die Benetzbarkeit mit Speichel an polierten und geschliffenen Oberflächen und die genauen Rauigkeiten der Proben bestimmt.

Es wurden hochglanzpolierte ( $1\mu\text{m}$  Diamantpaste) und geschliffene (1200Gritt/4000P Schleifdisk) Proben hergestellt, und danach die freie Oberflächenenergie mit den dispersen und polaren Anteilen ermittelt. Die statischen Messungen mit der Methode des liegenden Tropfens (sessile drop-Methode) wurden mit dem Kontaktwinkelmessgerät durchgeführt. Die Gesamtoberflächenenergie bei den polierten Proben lag bei  $36,7$  bis  $38,2$   $\text{mJ}/\text{m}^2$  (Metalle) und  $42$  bis  $47,1$   $\text{mJ}/\text{m}^2$  bei den Kunststoffen. Bei den geschliffenen Proben wurden die Werte zwischen  $46,9$  und  $49,6$   $\text{mJ}/\text{m}^2$  bestimmt.

Die mit Speichel gemessenen Kontaktwinkeln lagen im Bereich von  $78^\circ$  bis  $35^\circ$  bei den polierten Proben und zwischen  $25,4^\circ$  und  $53,8^\circ$  bei den geschliffenen Proben. Die Benetzbarkeit der Proben wird durch die Oberflächenheteroge-

nität, Oberflächenrauigkeit, Oberflächendeformation und chemische Kontamination mit Wasser beeinflusst.

Die Rauigkeit der Proben wurde mit dem Perthometer, Rasterkraftmikroskop und Interferenzmikroskop untersucht. Es wurden folgende Rauigkeiten bei den polierten Proben mit dem Perthometer ermittelt  $R_a = 0,25 \pm 0,9 \mu\text{m}$ ;  $R_z = 1,34 \pm 0,64 \mu\text{m}$ ;  $R_{\text{max}} = 2,13 \pm 1,37 \mu\text{m}$ . Die geschliffenen Proben hatten  $R_a = 0,36 \pm 0,08 \mu\text{m}$ ;  $R_z = 2,26 \pm 0,52 \mu\text{m}$ ;  $R_{\text{max}} = 3,32 \pm 1,07 \mu\text{m}$ . Die Rauigkeitsmessungen belegen den Unterschiede zwischen den polierten und geschliffenen Proben. Eine Tastspitze kann leider nicht unendlich klein und schlank sein, außerdem können Welligkeit und Oberflächenzerklüftungen das Ergebnis negativ beeinflussen. Die Untersuchung mit dem Rasterkraftmikroskop hat zu niedrige Oberflächenrauigkeit ergeben und die Messungen waren mit Störungen und Artefakte verfälscht. Interferenzmikroskopie konnte aufgrund der fehlenden Reflexion und leichter Welligkeit der Proben nicht durchgeführt werden.

Es wurde ein Unterschied in der Oberflächenenergie zwischen polierten und geschliffenen kommerziellen Materialien festgestellt. Die polaren Anteile der Oberflächenenergie zeigten kleinere Unterschiede zwischen den polierten und den geschliffenen Proben. Vergrößerung der Oberfläche bei den geschliffenen Proben verursacht eine Erhöhung der Kontaktfläche und einen Anstieg der Oberflächenenergie. Die meisten Veränderungen der freien Oberflächenenergie sind auf die dispersen Anteile zurückzuführen. Der disperse Anteil wird von der Matrix dominiert. Die Matrix hat ein größeres Potential für Veränderungen als Füller. Somit ist der polare Anteil weniger für die Veränderungen der Oberflächenenergie verantwortlich.

Im Vergleich zu den Kompositen haben die Metalle niedrigere Oberflächenenergie, die vor allem aus den dispersen Anteilen der freien Oberflächenenergie besteht, was auf die hydrophoben Eigenschaften und nicht vorhandene Wasseraufnahme zurückzuführen ist.

Die unterschiedlichen Matrixzusammensetzungen, Matrixmenge und Matrixpolarität beeinflussen die freie Oberflächenenergie, disperse und polare Anteile. Gleiche Matrix und Füllkörper aber unterschiedliche Füllkörpermenge, wie Tetric Ceram und Tetric Flow, zeigen, dass größere Matrixmengen bei Tetric Flow für den höheren dispersen Anteil der polierten Proben verantwortlich sind.

Die polaren Seitengruppen der Matrix verleihen dem Compoglass F und dem Dyract AP hydrophilere Eigenschaften. Der polare Anteil der Oberflächenenergie ist vor allem bei Compoglass F höher als bei anderen Materialien. Hydrophile Füllkörper der Kompomere können den polaren Anteil der Oberflächenenergie beeinflussen. Die Veränderungen der Oberflächenenergie der Kompomere zeigen kein besonders Verhalten gegenüber anderen Kompositen.

Die Oberflächenenergien der Ormocere liegen in Bereich der Komposite. Admira unterscheidet sich in polarem Anteil der Oberflächenenergie nur unwesentlich von Definite. Die geschliffenen Proben von Definite verringern den polaren Anteil der Oberflächenenergie, der polarer Anteil der geschliffenen Proben von Admira bleibt unverändert.

Die Größe der Füllkörper hat keinen Einfluss auf die Verteilung der Oberflächenenergie auf dispersen und polaren Anteil. Es konnte kein Unterschied zwischen den Submikrofüllern (Esthet X, Point 4), Hybridkompositen (z.B. Tetric Ceram), Feinhybridkompositen (z.B. Pertac 2) festgestellt werden, der die Oberflächenenergie durch unterschiedliche Füllkörpergröße beeinflusst hat.

Die Füllkörper können die Oberflächenenergie durch unterschiedliche Zusammensetzungen beeinflussen. Leider werden die wesentlichen Anteile der Füllkörper und deren Eigenschaften von Herstellern geheim gehalten. Eine genaue Interpretation der Ergebnisse anhand der Füllkörperzusammensetzungen ist deswegen nicht möglich.

Die freie Oberflächenenergie mit dem dispersen und polaren Anteil der zahnärztlichen Restaurationsmaterialien hängt von der Oberflächenbeschaffenheit und der Materialzusammensetzung ab. Nicht nur die Vergrößerung der Oberfläche, sondern auch die Materialbestandteile sind für die gemessene freie Oberflächenenergie verantwortlich. Die Wechselwirkungen zwischen den Füllkörpern und der Matrix beeinflussen sich gegenseitig und verändern die Polarität von einander.

### 8. Literaturverzeichnis

Absolom, D.R., Lamberti, F.V., Policova, Z., Zingg, W., van Oss, C.J. & Neumann, A.W.: Surface thermodynamics of bacterial adhesion. *Appl Environ Microbiol* 46(1): 90-7 (1983).

Absolom, D.R., Zingg, W. & Neumann, A.W.: Protein adsorption to polymer particles: role of surface properties. *J Biomed Mater Res* 21(2): 161-71 (1987).

Absolom, D.R.: The role of bacterial hydrophobicity in infection: bacterial adhesion and phagocytic ingestion. *Can J Microbiol* 34(3): 287-98 (1988).

Al-Hashimi, I. & Levine, M.J.: Characterization of in vivo salivary-derived enamel pellicle. *Arch Oral Biol* 34(4): 289-95 (1989).

Amaechi, T., Higham, S.M., Edgar, W.M., Milosevic, A.: Thickness of acquired salivary pellicle as a determinant of the sites of dental erosion. *J Dent Res* 78(12): 1821-1828 (1999).

Asmussen, E., Peutzfeld, A.: Surface energy characteristics of adhesive monomers. *Dent Mater* 14(1): 21-8 (1998).

Auschill, T.M., Arweiler, N.B., Netuschil, L., Brex, M., Reich, E., Sculean, A., Artweiler, N.B.: Spatial distribution of vital and dead microorganisms in dental biofilms. *Arch Oral Biol* 46(5): 471-6 (2001).

Badersten, A., Nilveus, R. & Egelberg, J.: Effect of nonsurgical periodontal therapy II. Severely advanced periodontitis. *J Clin Periodontol* 11: 63-76 (1984).

Baier, R.E. & Glanz, P.-O., J.: Characterization of oral in vivo films formed on different types of solid surfaces. *Acta Odontol Scand* 36: 289-301 (1978).

Barnes, C.M., Fleming, L.S. & Muenninghoff, L.A.: An SEM evaluation of the in vivo effects of an air-abrasive system on various implant surfaces. *The Inter J Oral Maxillofacial Impl* 6: 463-469 (1991).



Bastioli, C., Romano, G., Migliaresi, C.: Water sorption and mechanical properties of dental composites. *Biomaterials* 11: 219-223 (1990).

Bennick, A., Chau, G., Goodlin, R., Abrams, S., Tustiand, D. & Madapallimattan, G.: The Role of human salivary acidic proline-rich proteins in the formation of acquired dental pellicle in vivo and their fate after adsorption to the human enamel surface. *Arch Oral Biology* 28: 19-27 (1983).

Bergendal, T., Forsgren, L., Kvint, S. & Löwstedt, E.: The effect of an airabrasive instrument on a soft and hard tissues around osseointegrated implants. A case report. *Swed Dent J* 14: 219-223 (1990).

Brex, M., Theilade, J & Attström, R.: An ultrastructural quantitative study of the significance of microbial multiplication during early dental plaque growth. *J Periodont Res* 18: 177-186 (1983).

Busscher, H.J., Van Der Mei, H.C.: Physico-chemical interactions in initial microbial adhesion and relevance for biofilm formation. *Adv Dent Res* 11(1): 24-32 (1997), Review.

Busscher, H.J., De Jong, H.P., Van Pelt, A.W., Arends, J.: The surface free energy of human dental enamel. *Biomater Med Devices Artif Organs* 12(1-2):37-49 (1994).

Busscher, H.J., Van Pelt, A.W.J., De Boer, H.P., De Jong, H.P. and Arends, J.: The Effect of Surface Roughening of Polymers on Measured Contact Angles of Liquids. *Colloids and Surfaces* 9: 319-331 (1984).

Busscher, H.J., Uyen, M.H.M.J.C., Weerkamp, A.H., Potsma, W.J. & Arends, J.: Kinetics of adhesion of the oral bacterium *Streptococcus sanguis* CH3 to polymers with different surface free energies. *Appl Environ Microbiol* 51: 910-914 (1986a).

Busscher, H.J., Uyen, M.H.M.J.C., Weerkamp, A.H., Potsma, W.J. & Arends, J.: Reversibility of adhesion of oral streptococci to solids. *FEMS Microbiol Lett* 35: 303-306 (1986b).

Busscher, H.J., Quirynen, M. & Van der Mei, H.C.: Formation and prevention of dental plaque – a physicochemical approach. In: *Biofilms – science and technology*, ed. Melo, L.F., 1992a; pp. 327-354. Amsterdam, Kluwer.

Busscher, H.J., Cowan, M.M. & Van der Mei, H.C.: On the relative importance of specific and non-specific approaches to oral microbial adhesion. *FEMS Microbiol Rev* 88: 199-210 (1992b).

Busscher, H.J., Doornbusch, G.I. & Van der Mei, H.C.: Adhesion of mutans streptococci to glass with and without a salivary coating as studied in a parallel-plate flow chamber. *J Dent Res* 71: 491-500 (1992c).

Caldwell, D.E.: Microbial colonization of solid-liquid interfaces. *Annals New York Academy of Sciences* 506: 274-280 (1987).

Christensen, R.P. & Bangerter, V.W.: Immediate and long-term in vivo effects of polishing on enamel and dentin. *J Prosth Dent* 57: 150-160 (1987).

Christersson, C.E., Fornalík, M.S., Baer, R.E. & Glanz, P.-O.J.: In vitro attachment of oral microorganisms to solid surfaces: Evaluation of a controlled flow method. *Scand J Dent Res* 95: 151-158 (1987).

Christersson, C.E., Dunford, R.G., Glanz, P.-O.J. & Baier, R.E.: Effect of critical surface tension on retention of oral microorganisms. *Scand J Dent Res* 97: 247-256 (1989).

Christersson, C.E. & Glanz, P.-O.J.: Retention of streptococci to dental solid surface in the presence of saliva secretions. *Scand J Dent Res* 100: 98-103 (1992).

Costerton, J.W., Lewndowski, Z.: The Biofilm Lifestyle. *Adv Dent Res* 11(2): 192-195 (1997).

Doyle, R.J.: Strategies in experimental microbial adhesion research. In: *Microbial cell surface analysis. Structural and physicochemical methods*, eds.

Mozes, N., Handley, P.S., Busscher, H.J. & Rouxhet, P.G., 1991; pp. 291-316. New York: VCH Publishers Inc.

Doyle, R.J., Rosenberg, M.: Measurement of microbial adhesion to hydrophobic substrata. *Methods Enzymol* 253: 542-50 (1995).

De Jong, H.P., Van Pelt, A.W., Arends, J.: Contact angle measurements on human enamel - an in vitro study of influence of pellicle and storage period. *J Dent Res* 61(1): 11-3 (1982).

De Jong, H.P., De Boer, P., Busscher, H.J., Van Pelt, A.W., Arends, J.: Surface free energy changes of human enamel during pellicle formation. An in vivo study. *Caries Res* 18(5): 408-15 (1984).

Einwag, J., Ulrich, A. & Gehring, F.: In-vitro Plaqueanlagerung an unterschiedliche Füllungsmaterialien. *Oralprophylaxe* 12: 22-27 (1990).

Eliades, G.C., Tzoutzas, J.G. & Vougiouklakis, G.J.: Surface alterations on dental restorative materials subjected to an air-powder abrasive instrument. *The J Prosth Dent* 65: 27-33 (1991).

Fine, D.H., Wilton, J.M.A. & Caravana, C.: In vitro sorption of albumin, immunoglobulin G, and lysozyme to enamel and cementum from human teeth. *Infect Immun* 44: 322-338 (1984).

Fletcher, M., Pringle, J.H.: The Effect of Surface Free Energy and Medium Surface Tension on Bacterial Attachment to Solid Surfaces. *J Colloid Interf Sci* 104(3): 5-14 (1985).

Fox, S.C., Moriarty, J.D. & Kusy, R.P.: The effects of scaling a titanium implant surface with metal and plastic instruments: An in vitro study. *J Periodontol* 61: 485-490 (1990).

Gibbons, R.J., Cohen, L. & Hay, D.L.: Strains of *Streptococcus mutans* and *Streptococcus sobrinus* attach to different pellicle receptors. *Infect Immun* 52: 555-561 (1986).

- Glanz, P.-O.: On wettability and adhesiveness. *Odontol Revy* 17: 1-132 (1969).
- Green, E. & Ramfjord, S.P.: Tooth roughness after subgingival root planing. *J Periodontol* 37: 396-399 (1966).
- Guggenheim, B., Giertsen, W., Schupbach, P., Shapiro, S.: Validation of an in vitro biofilm model of supragingival plaque. *J Dent Res* Jan 80(1), (2001).
- Hannig, M.: Bildung, Funktion und Bedeutung der Pellikel. *Oralprophylaxe* 16: 39-46 (1994).
- Hannig, M., Balz M.: Protective properties of salivary pellicles from two different intraoral sites on enamel erosion. *Caries Res* 33: 372-379 (1999).
- Hannig, M.: Ultrastructural investigation of pellicle morphogenesis at two different intraoral sites during a 24-h period. *Clin Oral Investig* 3(2): 88-95 (1999).
- Hannig, M.: Transmission electron microscopy of early plaque formation on dental materials in vivo. *Eur J Oral Sci* 105: 422-433 (1997).
- Helwig, E., Klimek, J. & Attin, T.: Einführung in die Zahnerhaltung, Urban & Fischer, München-Jena (1999).
- Hickel, R., Kunzelmann, K.-H., Lambrechts, P., Perdigão, J., Vanherle, G., Van Meerbeek, B., Frankenberger, R. & De Munck, J.: Die Adhäsivtechnologie, 3M ESPE; (2001).
- Imazato, S., Torii, M., Tsuchitani, Y., McCabe, J.F., Russell, R.R.: Incorporation of bacterial inhibitor into resin composite. *J Dent Res* 73: 1437-1443 (1994).
- Jakube, H.-D. & Jeschkeit, H.: Fachlexikon ABC Chemie, Harri Deutsch, Thun und Frankfurt/Main (1987).
- Jansen, A.A.: Epithelial cell adhesion to dental implant materials. Thesis, Nijmegen (1984).

Jennissen, H.P.: Ultra-hydrophile metallische Biomaterialien. *Bio Mater* 2(1): 45-53; (2001).

Johannsen, G., Redmalm, G. & Rydén, H.: Surface changes on dental materials. The influence of dentifrices on surface roughness measured by leser reflexion and profilometer techniques. *Swed Dent J* 13: 267-276 (1989).

Johannsen, G., Redmalm, G. & Rydén, H.: Surface changes on dental materials (II). The influence of dentifrices on surface roughness measured by leser reflexion and profilometer techniques. *Swed Dent J* 16: 13-20 (1992).

Kalachandra, S.: Influence of fillers on the water sorption of composites. *Dent Mater* 4: 283-288 (1989).

Khatiblou, F.A. & Ghossi, A.: Root surface smooosness or roughness in periodontal treatment. A clinical study. *J Periodontol* 54: 365-367(1983).

Krekeler, G., Kappert, H., Pelz, K., Graml, B.: Die Affinität der Plaque zu verschiedenen Werkstoffen. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 94(7): 647-51 (1984).

Lee, R.G., Adamson, C. & Kim, S.W.: Competitive adsorbtion of plasma proteins onto polymer surfaces. *Thromb Res Suppl* 4: 485-490 (1974).

Leonhardt, Å., Olsson, J. & Dahlén, G.: Bacterial Colonisation on Titanium, Hydroxylapatite, and Amalgam Surfaces in vivo. *J Dent Res* 74(9): 1607-1612, (1995).

Lie, T.: Early dental plaque morphogenesis. A scanning electron microscope study using the hydroxylapatite splint model and a low-sucrose diet. *J Periodont Res* 12: 73-89 (1977).

Lie, T.: Ultrasructural study of early dental plaque formation. *J Peridont Res* 13: 391-409 (1978).

Lie, T.: Morphologic studies on dental plaque formation. *Acta Odontol Scand* 37: 73-85 (1979).

Lie, T. & Gusberti, F.: Replica study of plaque formation on human tooth surfaces. *Acta Odontol Scand* 37: 65-72 (1979).

Loomis, R.E., Prakobphol, A., Levine, M.J., Reddy, M.S. & Jones, P.C.: Biochemical and biophysical comparison of two mucins from human submandibular-sublingual saliva. *Arch Biochem Biophys* 258: 452-464 (1987).

Meckel, A.H.: The formation and properties of organic films on teeth. *Archives of Oral Biology* 10: 585-598 (1965).

Meyer, K. & Lie, T.: Root surface roughness in response to periodontal instrumentation studied by combined use of microroughness measurements and scanning electron microscopy. *J Clin Periodontol* 4: 77-91 (1977).

Minagi, S., Miyake, Y., Inagaki, K., Tsuru, H. & Suginaka, H.: Hydrophylic interaction in *Candida albicans* and *Candida tropicalis* adherence to various denture base resin material. *Infect Immun* 47:11-14 (1985).

Ph. Monsènègo, D.C.D., D.C.O., D.E.O., Baszkin, Ph.D., M. de Lourdes Costa, Ph.D., & J. Lejoyoux, D.C.D., D.C.O., D.E.O.: Complete denture retention. Part II: Wettability studies on various acrylic resin denture base materials. *J Prosthet Dent* 62: 308-12 (1989).

Morris, I.J., Wade, W.D., Aldred, M.J. & Walker, D.M.: The early bacterial colonization of acrylic palates in man. *J Oral Rehabil* 14: 13-21 (1987).

Näser, K.-H.: *Physikalische Chemie für Techniker und Ingenieure*. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 19. Auflage: 411-431 (1990).

Netuschil, L.: Vitalfärbung von Plaque-Mikroorganismen mit Fluoresceindiacetat und Ethidiumbromid. *Dtsch Zahnärztl Z* 38: 914-917 (1983).

Newman, H.N.: Diet, attrition, plaque und dental disease. *Br Dent J* 136: 491-497 (1974).

Nyvad, B., Fejerskov, O.: Scanning electron microscopy of early microbial colonization of human enamel and root surfaces in vivo. *Scand J Dent Res* 95: 287-96 (1987).

Nyvad, B., Fejerskov, O.: Transmission electron microscopy of early microbial colonization of human enamel and root surfaces in vivo. *Scand J Dent Res* 85 (1987).

Phoenix, R.D., Shen, C.: Characterization of treated porcelain surfaces via dynamic contact angle analysis. *Int J Prosthodont* 8(2): 187-94 (1995).

Pratt-Terpstra, I.H., Weerkamp, A.H. & Busscher, H.J.: On a relation between interfacial free energy-dependent and noninterfacial free energy-dependent adherence of oral streptococci to solid substrata. *Current Microbiology* 16: 311-313 (1988).

Pratt-Terpstra, I.H., Weerkamp, A.H. & Busscher, H.J.: The effects of pellicle formation on streptococcal adhesion to human enamel and artificial substrata with various surface free energies. *J Dent Res* 68: 463-467 (1989).

Pratt-Terpstra, I.H., Mulder, J., Weerkamp, A.H., Feijen, J. & Busscher, H.J.: Secretory IgA adsorption and oral streptococcal adhesion to human enamel and artificial solid substrata with various surface free energies. *J Biomater Sci* 2: 239-253 (1991).

Pröbster, L., Lin, W. & Hütteman, H.: Effect of fluoride prophylactic agents on titanium surfaces. *The Intern J Oral Maxillofacial Impl* 7: 390-394 (1992).

Quirynen, M., Van Steenberghe, D., Vuylsteke, M.: The possibility of measuring plaque growth in vivo within 24 hours. *J Perio Res* 20: 321-328 (1985).

Quirynen, M.: Anatomical and inflammatory factors influence bacterial plaque growth and retention in man. Thesis, Leuven, 1986.

Quirynen, M. & Bollen, C.M.: The influence of surface roughness and surface-free energy on supra- and subgingival plaque formation in man. A review of the literature. *J Clin Periodontol* 22(1): 1-14 (1995).

Quirynen, M. & Van Steenberghe, D.: Bacterial adhesion to oral implants and assessment of attachment and marginal bone level. *Dtsch Zahnärztl Z* 48: 158-160 (1993).

Quirynen, M., Van der Mei, H.C., Bollen, C.M., Van den Bossche, L.H., Doornbusch, G.I., van Steenberghe, D. & Busscher, H.J.: The influence of surface-free energy on supra- and subgingival plaque microbiology. An in vivo study on implants. *J Periodontol* 65(2): 162-167 (1994).

Quirynen, M., van der Mei, H.C., Bollen, C.M., Schotte, A., Marechal, M., Doornbusch, G.I., Naert, I., Busscher, H.J. & Van Steenberghe, D.: An in vivo study of the influence of the surface roughness of implants on the microbiology of supra- and subgingival plaque. *J Dent Res* 72(9): 1304-309 (1993).

Quirynen, M., Marechal, M., Busscher, H.J., Weerkamp, A.H., Darius, P.L. & Van Steenberghe, D.: The influence of surface free energy and surface roughness on early plaque formation. An in vivo study in man. *J Clin Periodontol* 17(3): 138-44 (1990).

Quirynen, M., Marechal, M., Busscher, H.J., Weerkamp, A.H., Arends, J., Darius, P.L. & Van Steenberghe, D.: The influence of surface free-energy on planimetric plaque growth in man. *J Dent Res* 68(5): 796-9 (1989).

Quirynen, M., Marechal, M., Busscher, H., El-Abiad, M., Arends, J. & Van Steenberghe, D.: The influence of surface characteristics on the early bacterial colonization of intra-oral hard surfaces. *J Clin Dent* 1 Suppl A: A14-9 (1988).

Radford, D.R., Sweet, S.P., Challacombe, S.J. & Walter, J.D.: Adherence of *Candida albicans* to denture-base materials with different surface finishes. *J Dent* 26(7): 577-83 (1998).



Rekola, M. & Scheinin A.: Quantification of dental Plaque trough planimetric analysis. *Scand J Dent Res* 85(1): 51-55 (1977).

Rölla, G.: Formation of dental integuments. Some basic chemical considerations. *Swed Dent J* 1: 241-251 (1977).

Rölla, G., Ellingsen, J.E. & Herlofson, B.: Enhancement and inhibition of dental plaque formation – some old and neu concepts. *Biofouling* 3: 175-178 (1991).

Roulet, J.F. & Roulet-Mehrens, T.K.: The surface roughness restorative materials and dental tissues after polishing with prophylaxis aud polishing pastes. *J Periodont* 53: 257-266 (1982).

Ruan, M.-S., Di Paola, C. & Mandel, I.D.: Quantitative immunochemistry of salivary proteins adsorbed in vitro to enamel and cementum from caries-resistant and caries-suscepptible human adults. *Archieves of Oral Biology* 31: 597-601 (1986).

Rykke, M. & Sönju, T.: Amino acid composition of acquired pellicle collected in vivo after 2 hours and after 24 hours. *Scand J Dent Res* 99; 463-469 (1991).

Rykke, M., Ellingsen, J.E & Sönju, T.: Chemical analysis and scanning electron microscopy of acquired pellicle formed in vivo on stannous fluoride treated enamel. *Scandinavian J Dent Res* 99, 205-211 (1991).

Sagel, P.A., Lapujade, P.G., Miller J.M. & Sunberg, R.J. : Objective Quantification of plaque using digital image analysis. *Monogr Oral Sci* 17: 130-134 (2000).

Sander, M., Oberflächenmeßtechnik für den Praktiker; Mahr GmbH Göttingen.

Satou, J., Fukunaga, A., Satou, N., Shintani, H. & Okuda, K.: Streptococcal adherence on various restorative materials. *J Dent Res* 67(3): 588-91 (1988).

Schakenraad, J.M., Noordmans, J., Wildevuur, C.R.H., Arends, J. & Busscher, H.J.: The effect of protein adsorbtion on substratum surface free energy, infrared absorbtion and cell spreading. *Biofouling* 1:193-201 (1989).

Scheie, A.A.: Mechanisms of dental plaque formation. *Adv Dent Res* 8(2): 246-53 (1994).

Serio, F.G., Strassler, H.E., Litkowski, L.J., Moffitt, W.C. & Krupa, C.M.: The effect of polishing pastes on composite resin surfaces. A SEM study. *J Periodont* 59: 837-840 (1988).

Swartz, M.L. & Phillips, R.W.: Comparison of bacterial accumulations on rough and smooth enamel surfaces (1957).

Siegrist, B.E.: In vivo early human dental plaque formation on different supporting substances. A scanning electron microscopic and bacteriological study. *Clin Oral Impl Res* 2: 38-46 (1991).

Silness, J., Loe, H.: Periodontal disease in pregnancy. *Acta Odontol Scand* 22: 121-135 (1964).

Sjollema, J., Busscher, H.J. & Weerkamp, A.H.: Deposition of oral streptococci and polystyrene latices onto glass in a parallel plate flow cell. *Biofouling*. 1: 101-112 (1988).

Sönju, T. & Rölla, G.: Chemical analysis of acquired pellicle formed in two hours on cleaned human teeth in vivo-Rate of formation and amino acid analysis. *Caries Res* 7: 30-38 (1973).

Speelman, J.A., Collaert, B. & Klinge, B.: Evaluation of different methods to clean titanium abutments. *Clin Oral Implants Res* 3: 120-127 (1992).

Schwuger, M.J.: *Lehrbuch der Grenzflächenchemie*, Georg Thieme Verlag, 1996.

Trapp, L.D., Noble, W.H., Navarro, R., Green, E.: Objektive quantification method for measuring in vivo accumulated dental plaque. *J Dent Res* 54(1): 164-167 (1975).

Tullberg, A., An experimental study of the adhesion of bacterial layers to some restorative dental materials. *Scand J Dent Res* 94: 164-173 (1986).

Van Dijk, J., Herkströter, F., Busscher, H.J., Weerkamp, A., Jansen, H. & Arends, J.: Surface free energy and bacterial adhesion. An in vivo study in Beagle dogs. *J Clin Periodontol* 14: 300-304 (1987).

Van Dijk, L. J., Goldsweer, R & Busscher, H.J.: Interfacial free energy as a driving force for pellicle formation in the oral cavity: an in vivo study in Beagle dogs. *Biofouling* 1: 19-25 (1988).

Van Dijk, L.J., Goldsweer, R. & Busscher, H.J.: Interfacial Free Energy as a driving Force for Pellicle Formation in the Oral Cavity: an in vivo Study in Beagle Dogs. *Biofouling* 1: 19-25 (1988/89).

Van Dijken, J.W.V. & Ruyter, I.E.: Surface characteristics of posterior composites after polishing and toothbrushing. *Acta Odont Scand* 45: 337-346 (1987).

Van der Mei, H.C., Weerkamp, A.H. & Busscher, H.J.: Physico-Chemical surface characteristics and adhesiv properties of *Streptococcus salivarius* stains with defined cell surface structures. *FEMS Microbiol Lett* 40: 15-19 (1987).

Van Pelt, A.W.J., de Jong, H.J., Busscher, H.J., & Arends, J.: Dispersion and polar surface free energies of human enamel. *JBMR* 17: 637-641 (1983).

Van Pelt, A.W.J., van der Mei, H.C., Busscher, H.J., Arends, J., & Weerkamp, A.H.: Surface free energies of oral streptococci. *FEMS Microbiol Lett* 25: 279-282 (1984).

Van Pelt, A.W.J., Weerkamp, A.H., Uyen, H.M.W.J.C., Busscher, H.J., De Jong, H.P. & Arends, J.: Adhesion of *Streptococcus sanguis* CH3 to polymers with different surface free energies. *Appl Environ Microbiol* 49: 1270-1275 (1985).

- Uyen, M., Busscher, H.J., Weerkamp, A.H. & Arends, J.: Surface free energies of oral streptococci and their adhesion to solids. *FEMS Microbiol Lett* 30: 103-106 (1985).
- Waerhaug, J.: Effect of rough surfaces upon gingival tissue. *J Dent Res* 35: 323-325 (1956).
- Walmsley, A.D., Walsh, T.F., Laird, W.R.E. & Williams, A.R.: Effects of cavitation activity on the root surface of teeth during ultrasonic scaling. *J Clin Periodontol* 17: 306-312 (1990).
- Weber, H., Netuschil, L.: Biocompatibilität und Plaquewachstum bei unterschiedlichen Restaurationmaterialien. *Dtsch Zahnärztl Z* 47, 278-281 (1992) 5.
- Weerkamp, A.H., Handley, P.S., Baars, A. & Slot, W.J.: Negative staining and immunoelectron microscopy adhesion-deficient mutants of *Streptococcus salivarius* reveal that the adhesive protein antigens are separate classes of cell surface fibrils. *J Bacteriol* 165: 746-755 (1986).
- Weerkamp, A.H., Uyen, H.M., Busscher, H.J.: Effect of zeta potential and surface energy on bacterial adhesion to uncoated and saliva-coated human enamel and dentin. *J Dent Res* 67(12): 1483-7 (1988).
- Weerkamp, A.H., Quirynen, M., Marechal, M., Van Der Mei, H.C., Van Steenberghe, D. & Busscher, H.J.: The Role of surface free energy in the early in vivo formation of dental plaque on human enamel and polymeric substrata. *Microbial Ecology in Health and Disease* 2 (1989).
- Wise, M.D. & Dykema, R.W.: The plaque-retaining capacity of four dental materials. *J Prosthet Dent* 91: 101-106 (1975).
- Wood, S.R., Kirkham, J., Marsh, P.D., Shore, R.C., Nattres, B., Robinson, C.: Architecture of intact natural human plaque biofilms studied by confocal laser scanning microscopy. *J Dent Res* 79 (1): 21-27 (2000).

Wunderlich, R.C. & Yaman, P.: In vitro effect of topical fluoride on dental porcelain. *The J Prosth Dent* 55: 385-388 (1986).

Yamauchi, M., Yamamoto, K., Wakabayashi, M. & Kawano, J.: In vitro adherence of microorganisms to denture base resin with different surface texture. *Dent Mater J* 9: 19-24 (1990).

Yeganeh S., Lynch, E., Jovanovski, V. & Zou, L.: Quantification of root surface plaque using a new 3-D laser scanning method. *J Clin Periodontol* 26(10): 692-697 (1999).

Zaura-Arite E. & Ten Cate J.M.: Confocal microscopy study of undisturbed and chlorhexidine-treated dental biofilm. *Eur J Oral Sci* 108(2): 154-61 (2000).

Zee K.Y., Samaranayake L.P. & Attstrom R. : An in vivo replica study of microbial colonization in "rapid" and "slow" dental plaque formers. *APMIS* 108(2): 113-21 (2000).

## 9. Anhang

*Tabelle 9.1 Oberflächenenergien der polierten Proben mit Standardabweichungen aufsteigend eingeordnet.*

Material		Oberfl. Energie Gesamt [mJ/m <sup>2</sup> ]	St. Abw.	Dispes [mJ/m <sup>2</sup> ]	St. Abw.	Polar [mJ/m <sup>2</sup> ]	St. Abw.
Degunorm	1	36,77	0,59	34,81	0,64	1,97	0,48
Amalgam	2	38,24	1,56	35,73	1,94	2,52	0,85
Tetric Ceram	3	42,09	0,36	32,78	0,63	9,31	0,68
Ketac-Molar	4	42,29	1,32	33,74	2,45	8,55	1,79
Pertac2	5	43,68	0,46	37,22	0,72	6,46	0,37
Tetric Flow	6	43,82	0,41	34,92	0,65	8,9	0,51
Esteth X	7	44,09	0,48	38,12	0,70	5,95	0,42
CompoglassF	8	44,24	0,71	36,17	1,56	8,07	1,38
Point 4	9	44,41	0,50	36,62	0,80	7,76	0,59
Definite	10	44,45	0,34	36,09	0,94	8,36	0,80
Vita Zeta (Enamel)	11	44,52	0,50	37,66	1,01	6,86	0,75
Dyract AP	12	45,03	0,60	38,62	0,82	6,11	0,94
Sinfony	13	45,06	0,47	40,28	0,69	4,78	0,28
Admira	14	45,19	0,93	36,82	1,07	8,37	0,51
Helioseal F	15	45,28	0,40	39,41	0,67	5,87	0,52
Z100	16	45,43	0,80	36,87	0,94	8,56	1,53
Arabesk	17	46,86	0,34	37,89	1,28	8,97	2,05
Helomolar RO	18	47,08	0,35	38,57	1,01	8,51	0,89

## 9 Anhang

*Tabelle 9.2 Oberflächenenergien der geschliffenen Proben mit Standardabweichungen aufsteigend eingeordnet.*

Material		Oberfl. Energie Gesamt [mJ/m <sup>2</sup> ]	St. Abw.	Dispes [mJ/m <sup>2</sup> ]	St. Abw.	Polar [mJ/m <sup>2</sup> ]	St. Abw.
Tetric Ceram	3	46,96	0,54	39,27	0,85	7,69	0,36
Point 4	9	47,18	0,53	40,05	0,74	7,14	0,24
Helioseal F	15	47,65	0,25	41,90	0,60	5,82	0,60
Tetric Flow	6	47,66	0,34	40,58	0,37	7,04	0,25
Pertac2	5	47,71	0,36	41,14	0,51	6,57	0,27
Sinfony	13	47,85	0,36	41,88	0,73	5,97	0,45
Dyract AP	12	47,95	0,61	40,55	0,63	7,40	0,59
Ketac-Molar	4	48,03	0,75	37,86	1,93	10,16	1,19
Definite	10	48,07	0,28	40,34	0,49	7,73	0,25
Vita Zeta (Enamel)	11	48,35	0,33	41,84	0,57	6,51	0,50
Admira	14	48,51	0,20	40,18	0,41	8,35	0,24
CompoglassF	8	48,77	0,24	40,56	0,37	8,19	0,34
Helomolar RO	18	48,95	0,38	41,07	1,51	7,88	1,24
Esteth X	7	49,23	0,29	41,52	0,56	7,71	0,33
Arabesk	17	49,38	0,19	41,73	0,28	7,73	0,18
Z100	16	49,57	0,28	41,85	0,67	7,86	0,56

### 10. Danksagung

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. K.-H. Kunzelmann für die Überlassung dieses interessanten und vielseitigen Themas, dessen Bearbeitung mir viel Freude bereitet hat, und für die intensive Unterstützung bei der Lösung verschiedener wissenschaftlicher Probleme.

Herzlichen Dank an Frau Dipl.-Ing. N. Ilie für die immer vorhandene Hilfsbereitschaft, die tatkräftige Unterstützung bei vielen wissenschaftlichen Fragen und bei der Lösung technischer Schwierigkeiten. Danke für viele anregende Diskussionen, die einen wesentlichen Beitrag zur Erstellung dieser Arbeit geleistet haben. Außerdem danke ich für die vielen Tips bei der Gestaltung der Arbeit und für die Hilfe bei der Lösung manches Softwares Problems.

Herrn Prof. Dr. R. Hickel danke ich dafür, dass er mir ermöglichte, diese Untersuchung an der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie durchzuführen.

Bei Herrn Dr. G. Hamm bedanke ich mich für die Hilfe bei den statistischen Auswertungen meiner Ergebnisse.

Herrn Prof. Dr.-Ing. G. Fischer möchte ich für die Ermöglichung der Untersuchungen mit dem Interferenzmikroskop in Labor für Automatisierungstechnik und Robotik an der Fachhochschule München danken.



## 10 Danksagung

---

Herrn R. Brunner danke ich dafür, dass er mir die Untersuchungen mit dem Rasterkraftmikroskop in Labor für Atomphysik an der Fachhochschule München ermöglichte.

Nicht zuletzt möchte ich bei dem gesamten Team des Tribologischen Labors der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie, den wissenschaftlichen Mitarbeitern, Laborangestellten, Zivildienstleistenden und Kommilitonen für die ungezählten Stunden in freundschaftlicher Atmosphäre während der Anfertigung dieser Arbeit bedanken.

Abschließend möchte ich mich bei meiner Mutter herzlich bedanken, denn ohne ihre Unterstützung wäre dieses Studium nicht möglich gewesen.

## 11 Lebenslauf

---

### 11. Lebenslauf

Name: Maksim Tschernin  
Geboren: am 23.05.1976 in Lemberg, Ukraine  
Wohnort: Regina Ullmannstr. 26  
81927 München  
Familienstand: ledig

#### **Ausbildung:**

1983 – 1993 Allgemeinbildende Schule in Lemberg  
1993 – 1996 Studium der Stomatologie an der Staatlichen  
Medizinischen Universität in Lemberg  
1996 – 1997 Deutschkurse für Ausländer an der Universität  
München  
1998 – 2003 Studium der Zahnmedizin an der Ludwig-Maximilians-  
Universität München

#### **Beruf:**

01.05.2003 –  
31.10.2003 Tätigkeit als Technical Service Engineer bei 3M ESPE  
AG in Seefeld, Deutschland  
Seit 1.11.2003 Assistent in der Zahnarztpraxis von Dr. med. dent. K.-H.  
Leitl in München