

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

Dreikörperverschleiß und Oberflächenermüdung von
Kompositfüllungswerkstoffen

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

vorgelegt von
Florian Büttinghaus
aus München

2004

Mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät
der Universität München

Berichterstatter: Prof. Dr. K.-H. Kunzelmann

Mitberichterstatter: Prof. Dr. I. Rudzki-Janson
Prof. Dr. W. Keil

Dekan: Prof. Dr. med. Dr. h. c. K. Peter

Tag der mündlichen Prüfung: 27.01.2004

1.	Einleitung	1
2.	Literaturübersicht	2
2.1	Das tribologische Prüfsystem	2
2.1.1	Charakterisierung eines tribologischen Systems	2
2.1.2	Verschleißmechanismen eines tribologischen Systems	3
2.2	In-vitro-Verschleißprüfung	5
2.2.1	Die Entwicklung der ACTA-Maschine	5
2.2.2	Die Entwicklung des Fatigue-Testers	10
2.3	Klassifizierung der Komposite	11
2.3.1	Klassifikation nach dem Füllkörpersystem	12
2.3.2	Klassifikation nach der Matrixart	14
2.3.3	Klassifikation nach der Rheologie	15
3.	Problemstellung	17
4.	Material und Methode	18
4.1	Material	18
4.1.1	Experimentelle Komposite mit Hydroxylapatit und Präpolymerisat	18
4.1.2	Experimentelle Komposite mit porösen Füllkörpern	18
4.1.3	Kommerzielle Komposite	20
4.2	Methode	22
4.2.1	Übersicht	22
4.2.2	Vorbereitung der Verschleißprüfung	23
4.2.3	Materialbelegung der Probenräder	25
4.2.4	Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine	27
4.2.4.1	Technisches Prinzip	27
4.2.4.2	Versuchsablauf	28
4.2.5	Verschleißprüfung im Fatigue-Tester	29
4.2.5.1	Technisches Prinzip	30
4.2.5.2	Versuchsablauf	30
4.2.6	Makroskopischer Vergleich der Verschleißspuren	31
4.2.7	Vermessung der Verschleißspur mit dem Perthometer	31
4.2.7.1	Technisches Prinzip	31
4.2.7.2	Datenerhebung	32
4.2.8	Vermessung der Verschleißspur mit dem Laserscanner	32
4.2.8.1	Technisches Prinzip	32
4.2.8.2	Datenerhebung	33
4.2.9	Matching der Verschleißdaten und Statistik	33
4.2.10	REM-Untersuchung der Oberfläche nach Verschleißprüfung	34
4.2.11	Messung des Elastizitätsmoduls	35
4.2.11.1	Technisches Prinzip	35
4.2.11.2	Datenerhebung	36

5.	Ergebnisse	37
5.1	Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine	37
5.1.1	Experimentelle Komposite mit Hydroxylapatit und Präpolymersiat	37
5.1.2	Experimentelle Komposite mit porösen Füllkörpern	38
5.1.3	Kommerzielle Komposite	39
5.1.4	REM-Untersuchung	41
5.2	Verschleißprüfung im Fatigue-Tester	47
5.2.1	Experimentelle Komposite mit Hydroxylapatit und Präpolymersiat	47
5.2.2	Experimentelle Komposite mit porösen Füllkörpern	48
5.2.3	Kommerzielle Komposite	49
5.2.4	REM-Untersuchung	50
5.3	Korrelation der experimentellen Komposite nach Verschleißprüfung	56
5.4	Vergleich profilometrischer und laseroptischer Messverfahren	57
5.5	Messung des Elastizitätsmoduls	58
5.5.1	Experimentelle Komposite mit Hydroxylapatit und Präpolymersiat	58
5.5.2	Experimentelle Komposite mit porösen Füllkörpern	59
5.5.3	Kommerzielle Komposite	60
6.	Diskussion	62
6.1	Methodenkritik	62
6.1.1	Vorbereitung der Verschleißprüfung	62
6.1.2	Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine	63
6.1.3	Verschleißprüfung im Fatigue-Tester	65
6.1.3	Vergleich profilometrischer und laseroptischer Messverfahren	66
6.2	Evaluation der Verschleißprüfung und der elastischen Eigenschaften	70
6.2.1	Tribologische Erklärungsmodelle zum Verschleiß	70
6.2.2	Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine	78
6.2.2.1	Interpretation der Ergebnisse	78
6.2.2.2	Interpretation des Verschleißmusters	84
6.2.3	Verschleißprüfung im Fatigue-Tester	86
6.2.3.1	Interpretation der Ergebnisse	86
6.2.3.2	Interpretation des Verschleißmusters	88
7.	Zusammenfassung	91
8.	Literaturverzeichnis	93

9.	Anhang	100
9.1	Messwerte	100
9.2	Übersicht der Publikationen über die ACTA-Maschine	103
9.3	Danksagung	107
9.4	Lebenslauf	108

1. Einleitung

Die Suche nach einer plastischen Amalgamalternative und das gesteigerte ästhetische Bewusstsein der Patienten intensivierten in den vergangenen Jahren die Forschung auf dem Gebiet der direkten Kompositrestauration.

Nach einer aktuellen Stellungnahme der Deutschen Gesellschaft für Zahnerhaltung [Heidemann, 2003] wurde die Indikation der Komposite im Front- und Seitenzahnbereich ausgeweitet, um Zahnerhalt durch minimalinvasives Vorgehen zu fördern. Weitreichende Untersuchungen über das klinische Langzeitverhalten der Komposite fehlen jedoch bis heute.

Der Materialverschleiß durch Abrasion, Ermüdung oder chemische Interaktion mit der Umgebung ist der limitierende Faktor der Lebensdauer einer plastischen Füllung. Neben der Beachtung ethischer Grundsätze, ist der hohe Zeit- und Kostenaufwand einer In-vivo-Studie und die, international nicht standardisierte, Quantifizierung von Verschleiß unbefriedigend.

Der klinische Einsatz der Füllungsmaterialien basiert daher vor allem auf dem Kenntnis des komplexen Zusammenspiels anatomischer oraler Strukturen und der In-vitro-Verschleißsimulation des stomatognathen Systems. Laborale Versuchsanordnungen können Vorhersagen über das Verschleißverhalten treffen und über die Variation der Versuchsparameter Versagensmechanismen der Komposite herausfiltern. Das Augenmerk richtet sich dabei auf die Zusammensetzung der Komposite aus zwei unterschiedlich elastischen Phasen, der Kunststoffmatrix und dem Füllkörpersystem, deren Volumenverhältnis das Verschleißverhalten maßgeblich bestimmt. Experimentelle Materialien mit Matrix- oder Füllkörpervariationen helfen kommerzielle Füllungsmaterialien zu optimieren. Der Kreis lässt sich mit dem Vergleich der experimentellen und kommerziellen Verschleißdaten schließen. Es können Vorhersagen über das klinische Verschleißverhalten getroffen werden.

Ziel der vorliegenden Arbeit war die In-vitro-Verschleißquantifizierung kommerzieller und experimenteller Füllungsmaterialien unter Betrachtung der elastischen Eigenschaften und der zugrunde liegenden mikromorphologischen Verschleißmuster. Variationen des Füllkörpersystems sollten Aufschluss über die Möglichkeiten der Verschleißoptimierung von Füllungsmaterialien geben. Es wurde ein Prüfsystem mit und ohne Nahrungsmedium verwendet, deren Datenerhebungsmethode identisch und daher vergleichbar war. Die optische Abtastung der Probenoberfläche mittels eines Lasersensors wurde für diesen Versuchsaufbau erstmals erprobt.

2. Literaturübersicht

2.1 Das tribologische Prüfsystem

2.1.1 Charakterisierung eines tribologischen Systems

Der Begriff Tribologie leitet sich aus dem griechischen Wort „tribos“ ab und wird im Deutschen mit Reibung übersetzt. Er beinhaltet die Wissenschaft und Lehre auf dem Gebiet „Reibung-Verschleiß-Schmierung“ [DIN 50320]:

„Tribologie ist die Wissenschaft und Technik von aufeinander einwirkenden Oberflächen in Relativbewegung. Sie umfasst das Gesamtgebiet von Reibung und Verschleiß, einschließlich Schmierung und schließt entsprechende Grenzflächenwechselwirkungen sowohl zwischen Festkörpern als auch Flüssigkeiten oder Gasen ein.“

Das Zusammenspiel naturwissenschaftlicher Ansätze aus der Chemie, Physik, Werkstoffkunde, Ingenieurdisziplinen und der Medizin [Czichos, 1992] ergibt in Anlehnung an die DIN-Norm ein tribologisches System (Abb. 1).

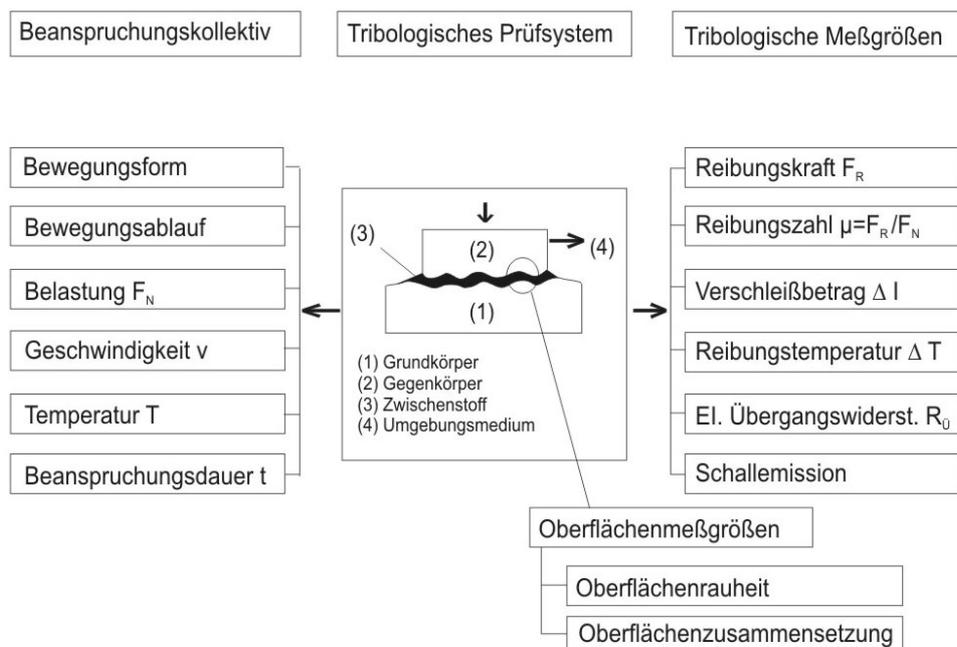


Abb. 1 Darstellung eines tribologischen Systems [nach DIN 50320]

Das tribologische Prüfsystem setzt sich aus einem Grundkörper, einem Gegenkörper, dem Zwischenstoff und dem Umgebungsmedium zusammen. Unterschiedliche Beanspruchungsparameter (Beanspruchungskollektiv) wirken von außen auf das System ein. Sie umfassen die Bewegungsformen Gleiten, Rollen, Stoßen, Strömen und den Bewegungsablauf, der kontinuierlich, oszillierend oder intermittierend ist. Weitere Parameter sind Belastungen durch Normalkräfte oder Tangentialkräfte sowie die Geschwindigkeit, die Temperatur und die Beanspruchungsdauer. Die aus einer tribologischen Beanspruchung hervorgehenden Materialveränderungen sind durch physikalische Messgrößen erfassbar, wie die Reibung (Reibungskraft, -zahl, -temperatur), der Verschleiß, der elektrische Übergangswiderstand und die Schallemission. Auch auftretende Oberflächenrauheiten oder Veränderungen in der Oberflächenzusammensetzung an Grund- und Gegenkörper werden quantifiziert.

Zwei tribologische Prüfsysteme mit verschiedenen Beanspruchungsparametern werden zur Verschleißprüfung verwendet [Mair, 1996]. Das Dreikörpersystem aus Agonist (Grundkörper), Antagonist (Gegenkörper) und Abrasionsmedium sowie das Zweikörpersystem ohne Zwischenmedium. Während beim Dreikörperverschleiß feste Stoffe zwischen Grund- und Gegenkörper Einfluss auf die Kontaktflächen nehmen, findet ein Zweikörperverschleiß durch direkten Kontakt der korrespondierenden Oberflächen statt [Kunzelmann, 1996 b]. Auf das stomatognathe System übertragen, werden zwei Areale der Okklusionsfläche durch je ein Prüfsystem imitiert. Die kontaktfreien Bereiche (contact free areas) werden durch das Dreikörpersystem simuliert. Die Okklusionskontakte (occlusal contact area) hingegen durch das Zweikörpersystem.

2.1.2 Verschleißmechanismen eines tribologischen Systems

Innerhalb eines tribologischen Systems werden durch die einwirkenden Beanspruchungsparameter energetische und stoffliche Wechselwirkungen zwischen Grundkörper und Gegenkörper hervorgerufen [Kunzelmann, 1996 a]. Sowohl die Reibung als auch die daraus resultierenden Verschleißmechanismen lassen sich auf die Kombination mechanisch-molekularer Wechselwirkungen zurückführen.

Energetische Wechselwirkungen basieren auf dem Zusammenspiel von mechanischer Belastung und Reibungskräften, die die Verschleißmuster Abrasion und Oberflächenzerrüttung hervorrufen. Stoffliche Wechselwirkungen hingegen führen über intermolekulare Veränderungen zur Adhäsion und der tribochemischen Reaktion [Kunzelmann, 1996 a].

Jeder Verschleißmechanismus kann für sich alleine, kombiniert oder mit weiteren Mechanismen überlagert auftreten (Abb. 2). Je nach Art des Mechanismus resultieren daraus Verschleißpartikel

durch Abrasion (I), Ermüdung (II), Adhäsivverschleiß (III) oder tribochemische Partikel (IV) [Friedrich, 1986].

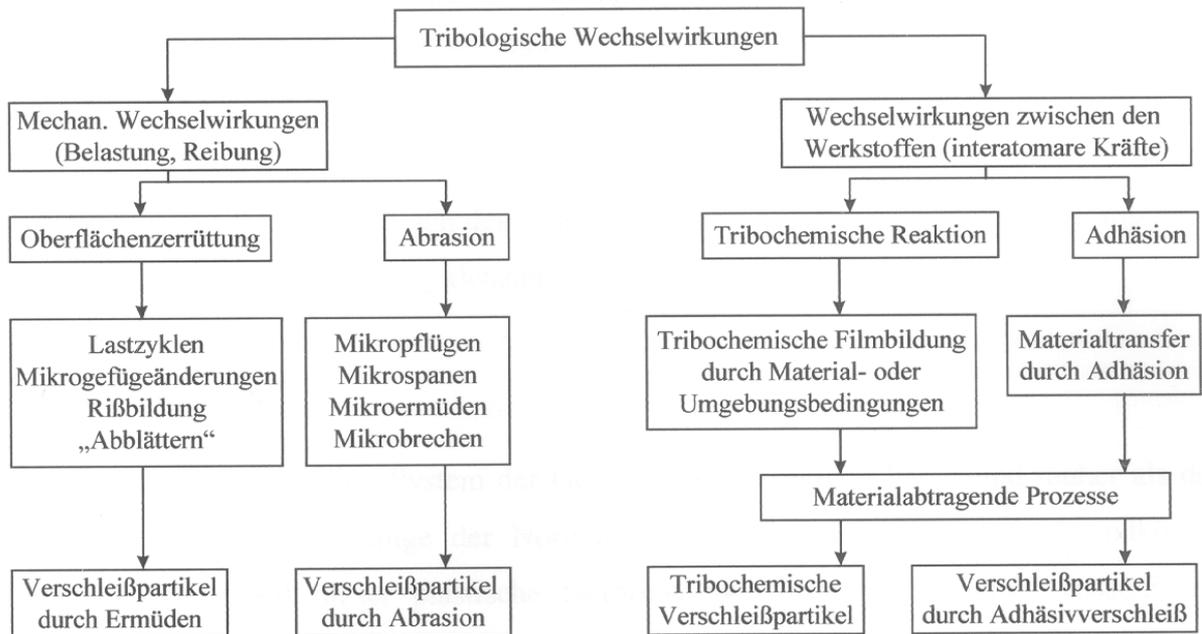


Abb. 2 Tribologische Wechselwirkungen und Verschleißmechanismen [Friedrich, 1986]

Ad (I)

Die Abrasion wird als schneidender Materialabtrag der Oberfläche durch abrasive Unebenheiten oder Partikel charakterisiert [Mair, 1992]. Vier Grundmechanismen bewirken den Substanzverlust der Materialoberflächen (Abb. 3): das Mikropflügen (microploughing), das Mikrospanen (microcutting), die Mikroermüdung (microfatigue) und das Mikrobrechen (microcracking) [Zum Gahr, 1987].

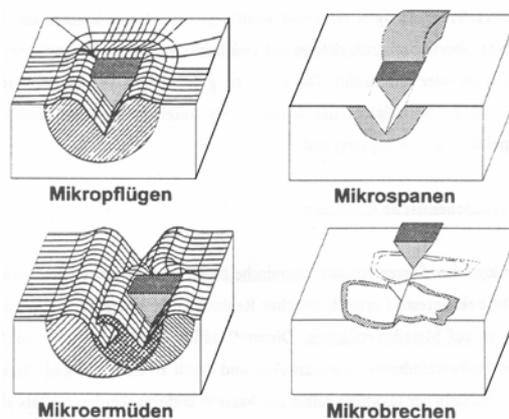


Abb. 3 Grundmechanismen der Abrasion [Zum Gahr, 1987]

Während das Mikropflügen die Verformung der Oberfläche ohne Substanzverlust darstellt, kommt es bei kontinuierlicher Beanspruchung zur Mikroermüdung mit der Bildung von Verschleißpartikeln. Das Mikrospanen bedeutet bereits beim ersten Durchlaufen einen Materialabhub von der Oberfläche. Werden Anteile splitterförmig aus ihrem Verbund gerissen, spricht man vom Mikrobrechen [Kunzelmann, 1996 a].

Ad (II)

Die Oberflächenzerrüttung ist das Ergebnis des wiederholten Einwirkens von Normal- und Tangentialkräften, die zu einer Materialermüdung durch elastische und plastische Deformation, Rissbildung und folgend zum Risswachstum führt.

Ad (III)

Das Verschleißphänomen der Adhäsion basiert auf dem Kontakt zweier glatter Flächen unter Bewegung, deren mikroskopische Oberflächenrauigkeit zu lokalen hohen Druckbelastungen führt. Diese sogenannten Grenzflächen-Haftverbindungen werden im weiteren Verlauf wieder gelöst oder es kommt zu Abscherung mit Materialübertrag der beiden Flächen.

Ad (IV)

Die tribochemische Reaktion ist das Resultat der wiederkehrenden Entfernung und Neubildung reaktiver Oberflächen der kontaktierenden Körper unter Bewegung. Jeglicher Einfluss von außen, der eine Oberflächenveränderungen bewirkt, wird als Verschleißmechanismus betrachtet.

2.2 In-vitro-Verschleißprüfung

2.2.1 Die Entwicklung der ACTA-Maschine

Zahlreiche Arbeitsgruppen [Fan, 1979; Ehrnford, 1980; Bailey, 1981; McCabe, 1981; Jørgensen, 1982; Pilliar, 1984] widmeten sich in den vergangenen Jahren der Entwicklung einer In-vitro-Versuchsordnung mit klinisch relevanten Versuchsparametern. Das Zusammenspiel der Variablen Anpresskraft, Bewegungsgeschwindigkeit, Slip und Zwischenmedium wurde nach Meinung De Gees dabei nicht ausreichend berücksichtigt [De Gee, 1986].

Mit der Vorgabe ein tribologisches System in vitro zu entwickeln, das klinisch vergleichbare Verschleißwerte und -muster hervorbringt, stellte er die ACTA-Maschine vor [De Gee, 1986]. Das Bauprinzip dieser Maschine, das bei allen Nachbauten unverändert blieb, wurde technisch einfach gelöst. Zwei separat ansteuerbare Elektromotoren bewegen über je eine Achse ein

Probenträgerrad und einen Antagonisten, die über eine Feder mit 15 N aneinander gepresst werden. Die Geschwindigkeitsdifferenz (Slip) der beiden Räder betrug 30 %. Die Versuche wurden mit vier unterschiedlichen Abrasionsmedien durchgeführt: gemahlene Hirsesamen in Wasser, PMMA-Perlen in Wasser, eine Suspension aus beiden in Wasser und reines Wasser. Die Bewertung der klinischen Relevanz wurde anhand der in vivo Verschleißdaten der Komposite [Lambrechts, 1985; Lutz, 1984] belegt. De Gee wies ausdrücklich auf die methodische Schwierigkeit der Reproduzierbarkeit von Verschleiß hin, die er auch bei anderen Arbeitsgruppen bemängelte [Dickson, 1979; De Long, 1983; Lambrechts, 1984]. Die bedeutendste Variable bezüglich der Rangfolge von Verschleißdaten sei in seinem Versuchsaufbau das Zwischenmedium, mit dessen Zusammensetzung die Ergebnisse korrelierten. Die Suspension aus gemahlenden Hirsesamen in Wasser ergab die höchsten Verschleißraten, mit dem Hinweis des Autors auf die Notwendigkeit der Verwendung einer Charge von Hirsesamen. Bereits die Zugabe einer geringen Menge von PMMA-Perlen verringerte den Verschleiß, wobei die Suspension aus Hirsesamen (80 Gew.%) und PMMA-Perlen (20 Gew.%) in Wasser vergleichbare Werte mit klinischen Daten lieferte.

Auf die Ergebnisse von De Gee aufbauend, verwendete Pallav [1988] ebenfalls eine Zusammensetzung des Zwischenmediums aus gemahlenden Hirsesamen (36 Gew.%), PMMA-Perlen (9 Gew.%) und Wasser (55 Gew.%). Die Rotationsfrequenz betrug 1,3 Herz. Alle weiteren Variablen waren mit denen in De Gees [1986] Versuchsaufbau identisch. Ziel Pallavs war die Verschleißquantifizierung verschiedener Komposite unter Laborbedingungen innerhalb eines kurzen Zeitraumes, die dem klinischen Verhalten der Komposite entspricht. Die evaluierten Verschleißdaten der Komposite wurden mit klinisch erhobenen Daten anderer Gruppen verglichen [Maier, 1980; Hörsted, 1984; Lutz, 1984, 1985; Lambrechts, 1985; Leinfelder, 1985]. Für geringe Abweichungen zu den klinischen Verschleißdaten machte er die verschiedenen Chargennummern, Defektlokalisationen und -ausdehnungen sowie die unterschiedliche Liegedauer, die Evaluation und Interpretation der Ergebnisse verantwortlich. Als Referenzmaterial innerhalb der In-vitro-Versuche verwendete er Amalgam und bovinen Schmelz, deren Verschleißwerte allen Kompositen überlegen waren. Innerhalb der Komposite konnte zwischen Hybridkompositen und mikrogefüllten Kompositen kein signifikanter Unterschied festgestellt werden. Pallav wies jedoch auf den wesentlichen Einfluss der Zusammensetzung der Komposite bezüglich der Füllergröße und des Füller-Matrix-Anteiles sowie der Silanisierung und des Polymerisationsgrades hin.

Basierend auf dieser Erkenntnis führte Pallav [1989] eine weitere Versuchsreihe mit ähnlichen Parametern durch. Es wurden sieben experimentelle Komposite verwendet, deren

Zusammensetzung bei einem konstanten Fülleranteil von 68 Vol.% lag. Das erste Komposit war mit 68 Vol.% Makrofüllern (3 μm) versehen, in allen weiteren wurden die Makrofüller schrittweise um 3-, 5-, 7,5-, 10-, 15- und 20 Vol.% durch Mikrofüller (0,04 μm) ersetzt. In der ACTA-Maschine wurde erneut eine Mischung aus Hirsesamen und PMMA-Perlen in Wasser verwendet und die Zyklenzahl auf 100 000 Zyklen erhöht. Pallav konnte aufweisen, dass es bei einer Erhöhung der Mikrofüllerfraktion zu einer generellen Zunahme der Verschleißfestigkeit kam. Bei einem Anteil von 15 Vol.% erreichte die Verschleißfestigkeit konstante Werte, ohne dass es zu einer Beeinflussung des Zugspannungsverhaltens und der Härte kam. Auf die Oberflächenstruktur hatten die Mikrofüller keinen positiven Effekt. Hauptverantwortlich für die Oberflächenrauigkeit seien die Makrofüller in den Kompositen. Ein Zusatz von 3- bis 4 Vol.% an Mikrofüllern sei ausreichend für die Verbesserung der Verarbeitbarkeit und Politur der Füllungswerkstoffe.

Mit der Optimierung der Versuchsvariable „Werkstoffverarbeitung“ befasste sich De Gee [1990] im folgenden Jahr. Er untersuchte den Einfluss der Nachvergütung der Proben bei 125° C für sieben Minuten unter Halogenlicht. Gegenüber der Kontrollgruppe ohne Nachvergütung stellte der Autor eine initiale Verbesserung der Verschleißfestigkeit aller nachvergüteten Materialien um 20- bis 60 % fest. Nach rund 70 Tagen konnte er keine Unterschiede mehr nachweisen. Dies führte er auf einen langsameren Ausgleich der Polymerisationsspannung in der Füllenumgebung der Kontrollgruppe zurück. Das Resultat sei eine verminderte Bildung von Mikrorissen (microcracks) und ein geringerer Verschleiß [Heymann, 1986]. Neben der Nachvergütung wurde zum ersten Mal in der Literatur von einer Oberflächenbearbeitung (grinding) vor der Versuchsdurchführung mit grobem bis feinem SiC-Papier (240-, 320-, 400-, 600 Grit) berichtet. Als Zwischenmedium wurden gemahlene Hirsesamen in Wasser verwendet.

Die störende Wachsschicht auf der Mantelfläche der Probenräder, deren Ursache das Herauslösen des Fettes aus den Hirsesamen (Fettgehalt 3- bis 4 Gew.%) während der Versuchsdurchführung war, nahm Pallav [1993] zum Anlass ein neues Zwischenmedium zu verwenden. Mit einem Anteil von 120 g weißem Reis und nur 30 g Hülsen von Hirsesamen konnte er diesen Effekt während der gesamten 200 000 Zyklen vermeiden. Er variierte stufenweise den Slip von 0- auf 90 % und darüber indirekt den Abstand zwischen Probenrad und Antagonist, der stufenweise abnahm. Eine Annäherung der beiden Räder ließ die Verschleißrate um das 2- bis 3-fache ansteigen. Ab einem Slip-Wert über 40 % trennte das Zwischenmedium diese nicht mehr und ein direkter Kontakt in Form eines Zweikörperverschleiß-Systems entstand.

Alle bisherigen Erkenntnisse der Forschungsgruppe um De Gee und Pallav über Versuchsparameter und Verschleißmuster in der Acta-Maschine fasste De Gee [1994]

zusammen. Mit einem durchschnittlichen Korrelationskoeffizienten von 0,9 zu klinisch evaluierten Daten sah der Autor den Nachweis der klinischen Relevanz der Versuche in der ACTA-Maschine erbracht.

Den Einfluss verschiedener Zusammensetzungen des Zwischenmediums auf die Verschleißdaten von Kompositen untersuchte Schnabel [1995]. Die Parameter Anpresskraft, Slip und Zyklenzahl wurden von De Gee [1994] übernommen. Als Zwischenmedium wurden drei Wassersuspensionen mit unterschiedlich lange gemahlene Hirsesamen (1-, 3-, 7 Sekunden) und drei weitere, deren Anteil an ungemahlene Hirsesamen mit gemahlene (0-, 3-, 7 Sekunden) gemischt wurden, verwendet. Das Ranking der Verschleißdaten zeigte, dass mit einem Anstieg der Partikelgröße im Abrasivum zugleich der Materialverlust zunahm. Umgekehrt nahm der Materialverschleiß über die Versuchsdauer bei dem ungemahlene Medium ab. Auf der Basis dieser Erkenntnisse wurde im Folgeversuch ein Zwischenmedium aus 150 g gemahlene Hirsesamen in 220 ml Wasser verwendet, das nach je 50 000 Zyklen erneuert wurde [Bauer, 1995]. Das Testmaterial bestand aus 10 kommerziellen Kompositen, einem Amalgam und drei experimentellen Ormoceren, deren Füllkörpergehalt und E-Modul variierte. Das Verschleißverhalten der Materialien nach der Versuchsdurchführung und nach sechs Monaten Lagerung ergab niedrige Verschleißwerte für die Ormocere auch nach 6 Monaten, in denen ein Abbau von Spannungen innerhalb des Matrixraumes erwartet wurde. Bessere Abrasionswerte konnten bei den Hybridkompositen gegenüber den Mikrofüllerkompositen verzeichnet werden. In gleicher Weise wurden in einer weiteren Versuchsreihe Kompomere, Silikophosphat- und Glasionomerezemente auf ihre Abrasionsbeständigkeit getestet [Bauer, 1996]. Obwohl für den Seitenzahnbereich zugelassen, empfahl die Autorin eine klinische Anwendung der Materialien generell nicht. Glasionomerezemente und Kompomere sollten nur als Langzeitprovisorium verwendet zu werden.

Zahlreiche Publikationen der Universität Erlangen-Nürnberg beschäftigen sich mit der Verschleißquantifizierung kommerzieller Komposite mit Hilfe der ACTA-Maschine [Krämer, 1997; Pelka, 1996, 1998; Reich, 1998; Sindel, 1998]. Um einen Vergleich von Daten mit der Universität München anstellen zu können, wurde für das Zwischenmedium die gleiche Charge an Hirsesamen bei identischem Herstellungsmodus der Suspension verwendet. Die Parameter Anpresskraft (15 N) und Slip (15 %) entsprachen ebenfalls den Angaben von Bauer [1995], lediglich die Zyklenzahl wich mit 100 000 Zyklen davon ab.

Pelka [1996] verglich die Verschleißraten verschiedener kommerzieller Füllungswerkstoffe nach einem Zweikörperabrasions-Versuch (Kausimulator) und einer Dreikörperabrasions-Simulation (ACTA-Maschine). Die Ergebnisse der ACTA-Maschine zeigten eine höhere

Standardabweichung als die des Kausimulators, was der Autor auf den Einfluss der zahlreichen Parameter des Dreikörperabriebs zurückführte. Nach Meinung des Autors sollte ein Ranking innerhalb eines Abrasionsversuches immer anhand eines Standardmaterialies, wie z.B. Amalgam, erfolgen. Sowohl Füllergröße und Verbundart der Füllkörper zur Matrix als auch das Prüfverfahren seien ausschlaggebend für das spezifische Abrasionsverhalten verschiedener Komposite. In weiteren Studien konnte gezeigt werden, dass die Verschleißraten aller für den Seitenzahnbereich freigegebenen Materialien signifikant differierten [Krämer, 1997; Reich, 1998; Sindel, 1998]. In allen drei Studien diente Amalgam aufgrund seiner niedrigen Verschleißwerte als Referenzmaterial. Die hohe Verschleißresistenz wurde auf die große Duktilitätsspanne des Materialies zurückgeführt [Pelka, 1996]. Alle kommerziellen Komposite waren den Kompomeren in ihrem Abrasionsverhalten überlegen.

Ein neuer Ansatz der Materialtestung in der ACTA-Maschine ist die Verwendung natürlicher Zahnmaterialien im antagonistischen Kontakt unter stark abrasiven Bedingungen [Pelka, 1998]. Diesen Bedingungen wurde durch die Beimengung von 100 g Al_2O_3 -Pulver (15 μm) in einer Suspension aus Hirse und Kochsalzlösung Rechnung getragen. Nach Meinung des Autors lassen die Ergebnisse der Versuchsreihe den Schluss zu, dass die heutigen Komposite in ihrer Abrasionsfestigkeit Schmelz und Dentin überlegen sind, wobei in dieser Studie nur ein Komposit Verwendung fand. Als Ausgangsstudie sollte sie weiteren Versuchsreihen mit natürlichen Antagonisten dienen.

Einen interessanten Aspekt bietet die Publikation von Sarrett [2000], in der er den Einfluss von Alkohol auf den Verschleiß von Kompositen beschrieb. In seinen Untersuchungen wurden verschiedenen Medien hergestellt, die zum einen eine Suspension aus gemahlene Hirsesamen (150 g) in Wasser, Bier oder Wein (275 ml) war und zum anderen eine Mischung aus gemahlene Hülsen von Hirsesamen (30 g) und Reis (120 g) in Wein oder 0,9 Vol.% Ethanol (275 ml). Im Hintergrund standen die Erkenntnisse, dass der Patient an sich eine entscheidende Variable im tribologischen System sei [Söderholm, 1998] und Nahrungsbestandteile, wie Enzyme und Säuren, keinen Einfluss auf den Dreikörperverschleiß hatten [De Gee, 1996]. Sarrett konnte zeigen, dass Wein und Ethanol in der ACTA-Maschine einen signifikanten Einfluss auf den Verschleiß hatten, während Bier ohne Einfluss blieb. Diesen Effekt führte er auf den höheren Ethanolgehalt in Wein von 9 Vol.% zurück, der die Polymermatrix erweichte [McKinney, 1985]. Als Nachteil der Versuchsanordnung gab der Autor den ständigen Kontakt der alkoholischen Flüssigkeiten mit den Kompositproben während des Versuches an, der nicht der kurzen Exposition in vivo entspräche.

Eine Übersicht der erwähnten Publikationen über die ACTA-Maschine findet sich im Anhang dieser Arbeit (9.2, Tab. 20).

2.2.2 Die Entwicklung des Fatigue-Testers

Zahlreiche Publikationen befassten sich mit der Oberflächenermüdung von Kompositen in vitro. Sie beschrieben entweder einen Kompressionsversuchsaufbau zur Ermüdung [Maier, 1994; McCabe, 1983, 1987], oder ein Pin-on-disc-Verfahren [Bailey, 1981; McKinney, 1982; Mueller, 1985]. Ein zyklischer Versuchsaufbau wurde von McCabe [1996], Kunzelmann [1998 a, b] und Grünwald [2001] beschrieben.

Für die Entwicklung des Fatigue-Testers an der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der Ludwig-Maximilians-Universität München war die Forschungsarbeit der Gruppe De Gee und Pallav bedeutend. Pallav [1993] wies darauf hin, dass mit der ACTA-Maschine erosive Verschleißmechanismen simuliert werden können, eine Ermüdung der Oberfläche (surface fatigue) jedoch nicht. Nach Autorenansicht setzt sich okklusaler Verschleiß aus drei Komponenten zusammen: die erosive Aktivität in kontaktfreien und kontakttragenden Arealen, das Pin-on-disc-Phänomen von Füllpartikeln im Mikrobereich der kontakttragenden Flächen [Rice, 1984] und die Oberflächenermüdung. In seinem Übersichtsartikel sprach De Gee [1994] diese Verschleißform erneut an. Er hob hervor, dass es durch das Design der ACTA-Maschine prinzipiell möglich sei einen direkten Kontakt zwischen den Rädern herzustellen und die Oberflächenermüdung zu testen. Dies sei auch in Anwesenheit eines Zwischenmediums möglich, dabei müsste der Slip jedoch auf Werte über 45 % angehoben werden.

Kunzelmann [1998 b] entwickelte ein Prüfsystem, das, basierend auf dem Bauprinzip der ACTA-Maschine, Oberflächenermüdung der Probenmaterialien erzeugt. Der Fatigue-Tester arbeitet mit einer Belastung der Proben von 45 N, wobei im Gegensatz zum Pin-on-disc-Verfahren eine zyklische Belastung erfolgt. Eine detaillierte Beschreibung des Bauprinzips ist im Abschnitt Material und Methode (4.2.5.1) nachzulesen. Acht experimentelle Komposite mit variierender Füllkörperfraktion (42,2-; 31,6-; 23,5-; 16,6-; 10,6 Vol.%; silanisiert), davon fünf Komposite mit der Füllkörpergröße von 1 μm und fünf mit 13,7 μm , wurden für 400 000 Zyklen getestet. Insgesamt korrelierte ein geringer Füllkörperanteil mit geringer Ermüdung in Form einer Ermüdungsspur auf der Probenoberfläche. Die Komposite mit der Füllkörpergröße von 13,7 μm zeigten bei gleichem Volumenanteil geringere Verschleißwerte als die Komposite der Füllkörpergröße von 1 μm .

Mit identischem Versuchsaufbau wurde von Grünwald [2001] eine Versuchsreihe im Fatigue-Tester mit experimentellen Kompositen durchgeführt. Von 17 Kompositen waren 10 Komposite

mit variierendem Füllkörperanteil (63-; 52-; 42-; 32-; 22 Gew.%; silanisiert), davon fünf mit einer Füllkörpergröße von 1 μm und fünf weitere der Größe 13,7 μm , versehen. Bei sieben weiteren Kompositen wurde bei einem konstanten Füllergehalt von 81,9 Gew.% (Füllkörpergröße 1 μm) die Monomerfraktion stufenweise von 0- auf 3,61 Gew.% erhöht. Einen signifikant höheren Verschleiß zeigte die Gruppe mit der Matrixvariation aufgrund des hohen Füllkörpergehaltes. Die Gruppen mit der Füllkörpervariation ergaben eine Abhängigkeit des Füllkörpergehaltes und der Verschleißraten. In Übereinstimmung mit Kunzelmann [1998 a] korrelierte ein niedriger Füllkörpergehalt mit geringen Verschleißwerten. Bei der Gruppe mit der Füllergöße von 13,7 μm war der Verschleiß insgesamt geringer als bei der Gruppe mit 1 μm Füllergöße.

McCabe [1996] führte eine Versuchsreihe zur Oberflächenermüdung mit einem, dem Münchner Fatigue-Tester verwandten, Rolling-Ball-Prüfsystem durch. Er testete sieben experimentelle Komposite mit variierendem Füllkörpergehalt (23,7-; 32-; 43-; 52,2-; 57-; 61,7-; 66,4 Vol.%; silanisiert) bei einer Füllergöße von 3,1 μm . Der Autor beschrieb, analog der Ergebnisse des Fatigue-Testers, eine Korrelation des Füllkörperanteiles mit dem Materialverlust nach zyklischer Belastung. Der Füllkörpergehalt von 32- bis 43 Gew.% zeigte ein optimales Ermüdungsverhalten. Ausdrücklich wies er auf die Bedeutung der Füllkörpersilanisierung hin, da eine intakte Füllkörper-Matrix-Verbindung für einen erhöhten Verschleißwiderstand mitverantwortlich sei.

2.3 Klassifizierung der Komposite

In den vergangenen Jahren haben sich zahlreiche plastische Materialien als Amalgamalternative etabliert (Tab. 1). Alleine die Gruppe der Komposite ist für eine definitive Versorgung im okklusionstragenden Seitenzahngebiet als Alternative geeignet [Hickel, 1998; Manhart, 2001]. Da Glasionomerezemente nicht Gegenstand der Untersuchung waren, werden sie im weiteren Kontext nicht mehr aufgeführt.

Eine Klassifizierung moderner Komposite kann nach verschiedenen Gesichtspunkten erfolgen. Durchgesetzt hat sich die Unterteilung nach der Füllkörpergröße, der Matrix und der Rheologie der Komposite. Die häufig verwendete Einteilung nach dem Polymerisationsverfahren (licht-, chemisch-, dualhärtende Komposite) wird heute nicht mehr verwendet, da sich bei den modernen Kompositen die Photopolymerisation durchsetzte.

GLASIONOMERZEMENTE (GIZ)	KOMPOSITE
konventionelle GIZ	Hybrid-Komposite
metallverstärkte GIZ (Cermet)	Mikrofüller-Komposite
hochvisköse GIZ	Kompomere
kunststoffmodifizierte GIZ (Hybridionomere)	polyacrylsäuremodifizierte Kunststoffe

Tab. 1 Einteilung der Füllungsmaterialien auf Glasionomer- und Kompositbasis [Hickel, 1999]

2.3.1 Klassifikation nach dem Füllkörpersystem

Lutz [1983] unterteilte die Komposite nach dem Füllkörpertyp und unterschied vier Komposit-systeme: die konventionell gefüllten Komposite (I), die Hybridkomposite (II), die homogenen und die inhomogenen Mikrofüllerkomposite (III).

Ad (I) Konventionelle Komposite

Die konventionellen Komposite (KK) enthalten neben der organischen Matrix rein anorganische splitterförmige Makrofüllkörper aus Quarz, Glas oder Keramik mit einer durchschnittlichen Füllkörpergröße von 5- bis 30 μm . Bei den modernen makrofüllerhaltigen Systemen wurde die durchschnittliche Füllergröße auf 1,5- bis 5 μm optimiert und es wurden sphärische Füllerformen angestrebt. Das Verschleißverhalten blieb jedoch, bedingt durch den Härteunterschied zwischen Füller und Matrix, schlecht. Dieser führte bei zusätzlicher Hydrolyse der Matrix zu einem Lösen der Füllkörper aus der Matrix [Hellwig, 1999].

Ad (II) Hybridkomposite

Bei den Hybridkompositen (HK) ist die organische Matrix mit anorganischen Makrofüllern zusätzlich mit Mikrofüllern (pyrogene SiO_2 -Perlen, mittlere Größe 0,04 μm) versehen, um die Verschleißunterschiede des Makrofüller/Matrix-Systems zu verringern. Etwa 85- bis 90 Gew.% der Füllkörper sind Makrofüller, 10- bis 15 Gew.% Mikrofüller [Hellwig, 1999]. Aufgrund der guten physikalischen Eigenschaften wurde die Gruppe der Hybridkomposite verbessert.

Die Weiterentwicklung der Mahltechnik ermöglichte die Herstellung immer feinerer Glasfüllkörper. Heute kann in Hybridkomposite, Feinpartikelhybridkomposite, Feinstpartikel- und Submikrometer-Hybridkomposite unterschieden werden (Tab. 2).

HYBRIDKOMPOSITE	MITTL. GLASFÜLLKÖRPERGRÖSSE
Hybridkomposite	< 10 µm
Feinpartikelhybridkomposite	< 5 µm
Feinstpartikelhybridkomposite	< 3 µm
Submikrometerhybridkomposite	< 1 µm

Tab. 2 Einteilung der Hybridkomposite nach der Größe der Glasfüllkörper [nach Kunzelmann, 2001 a]

Neben der Größe der Gläser kann eine weitere Klassifizierung moderner Hybridkomposite vorgenommen werden. Diese bezieht sich auf die Variation des Füllkörpersystems der Komposite [Kunzelmann, 2001 a]. Es wird unterschieden in Füllkörpersysteme aus Quarz und SiO₂, kompakten Gläsern und SiO₂ sowie kompakten Gläsern, SiO₂ und sphärischen gesinterten Mischoxiden (Tab. 3). Die erwartete Verschleißfestigkeit aufgrund der dichteren Packung der sphärischen Füllkörper bestätigte sich nicht, da diesen der mechanische Verbund fehlte und über die Silanbeschichtung eine rein chemische Bindung entstand. Zusätzlich zu dem System kompakte Gläser/SiO₂ wurden Hybridkomposite mit porösen Gläsern entwickelt. Die großen porösen Gläser haben eine geringe Eigenfestigkeit, die den Nachteil des erhöhten Antagonistenverschleißes von großen Füllern kompensieren soll. Allerdings führt ein hoher Füllkörpergehalt häufig zu ermüdungsbedingten Randfrakturen aufgrund der fehlenden mechanischen Härte der Füller [Kunzelmann, 2001 a].

FÜLLKÖRPERSYSTEME	PRODUKTBEISPIELE
Quarz + SiO ₂	Pertac II (3M/ESPE)
kompakte Gläser + SiO ₂	Charisma (Kulzer)
kompakte Gläser + SiO ₂ + sphärische, gesinterte Mischoxide	Tetric Ceram (Vivadent)
Zirkondioxidfüllkörper	Z 100 (3M ESPE)
poröse Gläser + kompakte Gläser + SiO ₂	Solitaire (Kulzer)
Fasern + kompakte Gläser + SiO ₂	Alert (Jeneric Pentron)
ionenfreisetzende Füllkörper + kompakte Gläser + SiO ₂	Ariston (Vivadent)

Tab. 3 Einteilung der Hybridkomposite nach dem Füllkörpersystem [Kunzelmann, 2001 a]

Weitere Modifikationen des Systems aus kompakten Gläser/SiO₂ sind die Verwendung von Fasern und ionenfreisetzenden Füllkörpern. Die Ionenfreisetzung erfolgt abhängig vom pH-Wert und soll der Sekundärkaries an vorhandenen Randspalten vorbeugen [Vivadent, 1998].

Ad (III) Mikrofüllerkomposite

Die homogenen Mikrofüller-Komposite (HMK) sind gekennzeichnet durch die direkte Beimengung von Mikrofüllern zur Matrix. Die Mikrofüller haben eine durchschnittliche Größe von 0,01- bis 0,04 µm [Hellwig, 1999]. Ihre homogene Verteilung in der Matrix soll ein gutes Verschleißverhalten gewährleisten, da sich wenig Füllkörper aus der Matrix lösen.

Bei den inhomogenen Mikrofüller-Kompositen (IMK) wird eine Kombination aus organischer Matrix, Mikrofüllern und Mikrofüllerkomplexen verwendet. Sie lassen sich in drei Untergruppen einteilen: IMK mit splitterförmigem Vorpolymerisat, IMK mit kugelförmigem Vorpolymerisat und IMK mit Mikrofüller-Agglomeraten. Bezogen auf das Verschleißverhalten und die Ästhetik werden die inhomogenen Mikrofüller mit splitterförmigem Vorpolymerisat bevorzugt.

2.3.2 Klassifikation nach der Matrixart

Seit der Entwicklung der ersten Matrixharze [Bowen, 1963] wurden in den vergangenen Jahren Anstrengungen unternommen neue Monomere zu entwickeln, deren Polymerprodukte eine geringere Polymerisationsschrumpfung verursachen. Zusätzlich sollten die mechanischen Eigenschaften und der Konversionsgrad verbessert sowie die Wasseraufnahme reduziert werden [Ferracane, 2000]. Jede Matrix der Komposite setzt sich aus Monomeren, Comonomeren und weiteren Additiven wie Initiatoren, Cointiatoren, Inhibitoren und Farbstabilisatoren zusammen. Über ein chemisches Kopplungsagens (meist Silane) werden die anorganischen Füllstoffe mit der Matrix verbunden [Geurtsen, 1999]. Verschiedene Monomerphasen sind in den letzten Jahren entwickelt worden [Braden, 1997]: das Bowenresin auf der Grundlage des Bis-GMA, das modifizierte Bowenresin Bis-MA, Bis-PMA und Bis-EMA, das aliphatische Dimethacrylat UDMA und neuere modifizierte Monomere, wie ringöffnende Systeme mit Spiroorthocarbonaten.

Bei einer Klassifizierung der Matrix nach funktionellen Gruppen unterscheidet man die reinen Methacrylate von säuremodifizierten Methacrylaten und den ringöffnenden Epoxiden [Kunzelmann, 2001 a].

Vor allem die ringöffnenden Systeme werden vielversprechend bewertet (Tab. 4). Aus den Gruppen der Oxirane und Siloxane konnten die Silorane synthetisiert werden, denen

Biokompatibilität, Hydrophobie, hohe Reaktivität und geringe Schrumpfung als Eigenschaften zugeschrieben werden [Guggenberger, 2000].

MATRIX	CHEM. SYSTEM	EIGENSCHAFT	BEISPIELE
reine Methacrylate	klassische Dentalmatrix	Polarität d. Matrix variierend, hohe Festigkeit	Tetric Ceram Charisma
	klassische Ormocere	hydrophob, geringe Monomerauslösung	Definite
säuremodifizierte Methacrylate	hydrophile Monomerbestandteile (z.B. COOH-Gruppen)	hydrophiler u. geringere Festigkeit als reine Methacrylate	Dyract AP Compoglass F
	Ormocere mit Carboxylfunktionen	geringe Monomerauslösung	Admira
ringöffnende Epoxide	Oxirane	schrumpfarm, hohe Festigkeit	nicht kommerziell verfügbar
	Silorane (Siloxane mit Oxiranfunktion)	schrumpfarm, hohe Festigkeit, hydrophob	nicht kommerziell verfügbar

Tab. 4 Einteilung der Komposite nach funktionellen Gruppen der Matrix [Kunzelmann, 2001 a]

2.3.3 Klassifikation nach der Rheologie

Neben der von Lutz [1983] verwandten Klassifizierung nach dem Füllkörpertyp, berücksichtigte Willems [1992, 1993] zudem den Füllgrad der Komposite. Die Komposite werden in fünf Kategorien unterteilt: verdichtete Komposite, mikrofeine Komposite, gemischte Komposite, traditionelle Komposite und faserverstärkte Komposite (Tab. 5). Während die verdichteten Komposite nach dem Volumenanteil der Füllkörper und ihrer Größe klassifiziert werden, richtet sich die Unterteilung der mikrofeinen Komposite nach der Füllkörperverteilung (homogen/inhomogen) und der Füllkörperstruktur (splitterförmige oder sphärische Präpolymerisate, Präpolymerisat-Agglomerate, gesinterte Agglomerate).

VERDICHTETE KOMPOSITE			
Füllergehalt < 60 Vol.%		Füllergehalt > 60 Vol.%	
Füllergöße < 3 µm ultrafein	Füllergöße > 3 µm fein	Füllergöße < 3 µm ultrafein	Füllergöße > 3 µm fein
GEMISCHTE KOMPOSITE			
homogene mikrofeine Komposite	<u>splitterförmige PP</u> <u>PP-Agglomerate</u> <u>gesinterte Agglomerate</u> <u>sphärische PP</u> heterogene mikrofeine Komposite		
MIKROFEINE KOMPOSITE			
TRADITIONELLE KOMPOSITE		FASERVERSTÄRKTE KOMPOSITE	

Tab. 5 Einteilung nach dem Füllungsgrad [nach Willems, 1993]

Die heutige Gliederung basiert, neben dem Füllgrad, auf den resultierenden rheologischen Eigenschaften (Tab. 6). Sie unterteilt Komposite in niedrigvisköse Komposite (Flowable-Komposite), Komposite mit „normaler“ Viskosität und hochvisköse Komposite (Packable-Komposite), die als stopfbar bezeichnet werden [Kunzelmann, 2003].

Niedrigvisköse Komposite erhalten ihren fließenden Charakter durch ihren geringeren Gehalt an Füllkörpern oder durch die Beimengung von Viskositätsverdünnern zur Matrix [Frankenberger, 1999]. Die daraus resultierende gute Benetzung der Dentinoberfläche und ihr niedriger E-Modul lassen sie, exemplarisch als Zwischenschicht unter stopfbaren Kompositen, als „stress breaker“ agieren [Manhart, 2001]. Bei hochviskösen Kompositen ist der erhöhte Füllkörperanteil für die stopfende Verarbeitung verantwortlich. Häufig werden auch größere Füllkörper, Fasern oder auch chemisch optimierte Füllkörper verwendet [Kunzelmann, 2003]. Durch den hohen Füllungsgrad sollten die hochviskösen Komposite in physikalischer und mechanischer Hinsicht verbessert werden. Die langfristige Beurteilung steht noch aus [Manhart, 2000].

NIEDRIGVISKÖSE KOMPOSITE = FLOWABLE-KOMPOSITE		
weniger Füllkörper	größere Füllkörper	Fasern
KOMPOSITE NORMALER VISKOSITÄT		
chem. optimierte Füllkörper	größere Füllkörper	Fasern
HOCHVISKÖSE KOMPOSITE = PACKABLE-KOMPOSITE		

Tab. 6 Einteilung der Komposite nach der Rheologie [nach Kunzelmann, 2003]

3. Problemstellung

Die Palette der kommerziell verfügbaren Materialien ist über die Jahre umfangreich geworden. Auf Basis der von Bowen [1963] synthetisierten Matrix wurden vor allem zahlreiche Modifikationen des Füllkörpersystems vorgenommen. Neben der Füllergröße, der Form und Struktur von Füllkörpern, wurde auch der Volumenanteil der Füllkörper variiert [Ferracane, 2000]. Durch die Zugabe von porösen Füllern, eingebrachte Faserverstärkungen und silanisierte Füllkörperoberflächen sowie chemische Veränderungen der dreidimensionalen Struktur wurde versucht, die Lebensdauer eines Füllungsmateriales zu verlängern.

Aufgabe der vorliegenden Dissertation war es, eine Datenbasis kommerzieller Materialien unterschiedlicher rheologischer Güte nach In-vitro-Verschleißprüfung zu erstellen. Dem gegenüber standen experimentelle Komposite mit Füllkörpervariationen. Die beiden Matrixsysteme der experimentellen Materialien wurden mit verschiedenen Füllkörperarten versehen, um die Frage nach einer möglichen Verschleißoptimierung zu klären.

1. Welchen Einfluss haben Hydroxylapatit- und Präpolymerisat-Variationen in experimentellen Kompositen auf das Verschleißverhalten?
2. Welchen Einfluss haben Variationen poröser Füllkörper in experimentellen Kompositen auf das Verschleißverhalten?
3. Korreliert das Verschleißverhalten der experimentellen Komposite mit dem Grad der Silanisierung an den porösen Füllkörper?
4. Ist eine Korrelation elastischer Eigenschaften von kommerziellen und experimentellen Füllungsmaterialien mit ihrem Verschleißverhalten belegbar?
5. Welche Verschleißmuster und mikromorphologischen Oberflächenveränderungen sind bei experimentellen Kompositen nach in vitro Abrasion, Erosion und Oberflächenermüdung erkennbar?

Abschließend wurde ein neues Laserscan-Verfahren zur Auswertung der Verschleißspuren getestet und bewertet.

4. Material und Methode

4.1 Material

Testmaterialien der Versuchsreihen waren experimentelle Komposite mit zwei verschiedenen Matrixsystemen und Füllkörpervariationen sowie kommerzielle Komposite mit unterschiedlichen rheologischen Eigenschaften.

4.1.1 Experimentelle Komposite mit Hydroxylapatit und Präpolymerisat

Alle zur Werkstoffprüfung verwendeten Komposite wurden von der Firma Degussa/Dentsply zur Verfügung gestellt. In den jeweiligen Gruppen variierte der Anteil an Glasfüllkörpern (G), Hydroxylapatit (HA) und Präpolymerisat (PP) bei identischer Kompositmatrix (Tab. 7). Die Matrix entsprach der des kommerziellen Hybridkomposites Degufil ultra (Fa. Degussa/Dentsply). Alle Daten in der Tabelle beziehen sich auf Angaben der Firma Degussa/Dentsply und waren zum Zeitpunkt der Studie nicht bekannt. Die Materialien wurden in schwarzen, lichtgeschützten Dosen geliefert. Aufgrund der Abfülltechnik im Werk waren die Materialproben mit kleinen Luftporen durchsetzt und ihre Konsistenz war klebrig-zäh.

MATERIAL	GLASFÜLLER	HYDROXYLAPATIT	PRÄPOLYMERISAT	SUMME
Komposit A	100 %	0 %	0 %	100 %
Komposit B	95 %	5 %	0 %	100 %
Komposit C	95 %	0 %	5 %	100 %
Komposit D	90 %	5 %	5 %	100 %
Komposit E	95 %	0 %	0 %	95 %
Komposit F	90 %	0 %	0 %	90 %

Tab. 7 Zusammensetzung der experimentellen Komposite mit Hydroxylapatit und Präpolymerisat

4.1.2 Experimentelle Komposite mit porösen Füllkörpern

Alle Materialien wurden von der Firma Degussa/Dentsply zur Verfügung gestellt. Jedes Material wurde als Paste in einer schwarzen, lichtundurchlässigen Tube mit einem Code versehen

geliefert. Die Zusammensetzung war zum Zeitpunkt der Versuchsdurchführung und Auswertung der Daten nicht bekannt.

Variiert wurde bei den einzelnen Proben das prozentuale Verhältnis des Glasanteiles, des Gehaltes an porösen Füllkörpern sowie der Silanisierungsgrad der porösen Füllkörper. Der gesamte Anteil an Glasfüllkörpern und porösen Füllern war mit 68- bis 72 Gew.% bei allen Materialien identisch. Aus rheologischen Gründen ist es nicht möglich prozentual exakt gleiche Gruppen zu mischen. Daher entstehen nur annäherungsweise vergleichbare Gruppen (Tab. 8). Die Gläser waren einheitlich mit 6 % Standardsilan behandelt, bei einer mittleren Größe von 1 μm . Die durchschnittliche Porengröße der porösen Füller betrug 60 nm bei einem Porenvolumen von 530 mm^3/g . Der Silanisierungsvorgang der porösen Füllstoffe wurde mit Hilfe eines Gasstroms (N_2) in einem geschlossenen Wirbelschichtmischer begonnen und nach Eindüsen des hydrolysierten Silangemisches auf 80-100° C erhitzt. Die Silanisierung war nach 30 Minuten Abkühlung abgeschlossen. Die Einarbeitung der silanisierten porösen Füllstoffe erfolgte in 5 %, 12 % und 23 % Schritten in Ultra DA-Flüssigkeit (Ch: 260597-1) unter Zugabe des Glaspulvers (Ch: 020998-M).

MATERIAL	REINES GLAS (GEW.%)	PORÖSE FÜLLER (GEW.%)	SILANKONZENTRATION AN PORÖSEN FÜLLERN
ULGFS 1	71,9	0	6 % MOPS
ULPFS 1	65,28	5,14	6 % MOPS
ULPFS 2	55,77	12,37	6 % MOPS
ULPFS 3	41,00	23,44	6 % MOPS
ULPFS 4	65,32	5,30	10 % MOPS
ULPFS 5	57,18	12,02	10 % MOPS
ULPFS 6	43,09	22,66	10 % MOPS
ULPFS 7	64,67	6,61	14 % MOPS
ULPFS 8	57,97	12,06	14 % MOPS
ULPFS 9	46,82	21,16	14 % MOPS
ULPFS 12	57,12	12,14	10 % DMAS
ULPFS 14	59,93	5,67	14 % MOPS

Tab. 8 Zusammensetzung der experimentellen Komposite mit porösen Füllkörpern

4.1.3 Kommerzielle Komposite

Aus der Vielzahl der kommerziell angebotenen Komposite und Kompomere wurden Materialien gewählt, die sich in ihren viskösen Eigenschaften unterscheiden (Tab. 9).

Als Vertreter der Hybridionomere wurden die Komposite Tetric Ceram, Charisma F, Prodigy, Z250 und Z100 gewählt. Die Gruppe der hochviskösen Komposite (Packables) setzte sich aus den Materialien Solitaire, Solitaire II, Prodigy Condensable, Surefil, Alert und Kerr Point 4 zusammen. Eine Reihe von niedrigviskösen Materialien, wie Tetric flow, Flowline, Revolution und Aelite flo (Flowable Komposite) sowie Dyract flow, Compoglass flow und Prima flow (Flowable Kompomere) wurden ebenfalls in die Versuchsreihen aufgenommen. Das Material Ariston pHc gehört zur Gruppe der ionenfreisetzenden Smart Materials.

Die beiden auf dem Dentalmarkt verfügbarenOrmocere Definite und Admira vervollständigten die Auswahl.

	MATERIAL	FIRMA	CHARGE	FARBE
Hybridionomere, Smart Material (Ariston)	Tetric Ceram®	Vivadent	914142	A3
			A01089	A3,5
	Charisma F®	Kulzer	28	A20
	Prodigy®	Kerr	810135	A3,5
			811580	A3,5
	Z 250®	3M ESPE	19990506	A3,5
			91U	A3,5
	Z 100®	3M ESPE	19990308	A3,5
			19990618	A3,5
	Kerr Point 4®	Kerr	910250	A2
	Palfique Toughwell®	Tokuyama Soda	201	A2
	Ariston®	Vivadent	05619	A
			00004	A

Packable-Komposite	Solitaire®	Kulzer	30	A20	
			23	A20	
	Solitaire II®	Kulzer	010221	A20	
	Prodigy Condensable®	Kerr	812698	A3	
	Surefil®	Degussa/Dentsply	980810	B	
			980818	A	
	Alert®	Jeneric/Pentron	N15AC	A2	
			N15AB	A2	
	Flowable-Komposite	Teric flow®	Vivadent	817519	A3,5
				B00048	A3,5
Flowline®		Kulzer	21	A3,5	
			040021	A3	
Revolution®		Kerr	98080254	A3,5	
			8-1293	A3,5	
Aelite flo®		Bisco	129236	A3,5	
			9900005616	A2	
Flowable-Kompomere		Prima flow®	DMG	98200302	A3,5
				99120158	A3,5
	Dyract flow®	Degussa/Dentsply	9809000652	A3	
			9903000912	A3	
	Compoglass flow®	Vivadent	A03341	A3,5	
Ormocere	Definite®	Degussa/Dentsply	203	A3	
			211	A3,5	
	Admira®	Voco	93535	A3	
			94512	A3	

Tab. 9 Auflistung der kommerziellen Komposite

4.2 Methode

4.2.1 Übersicht

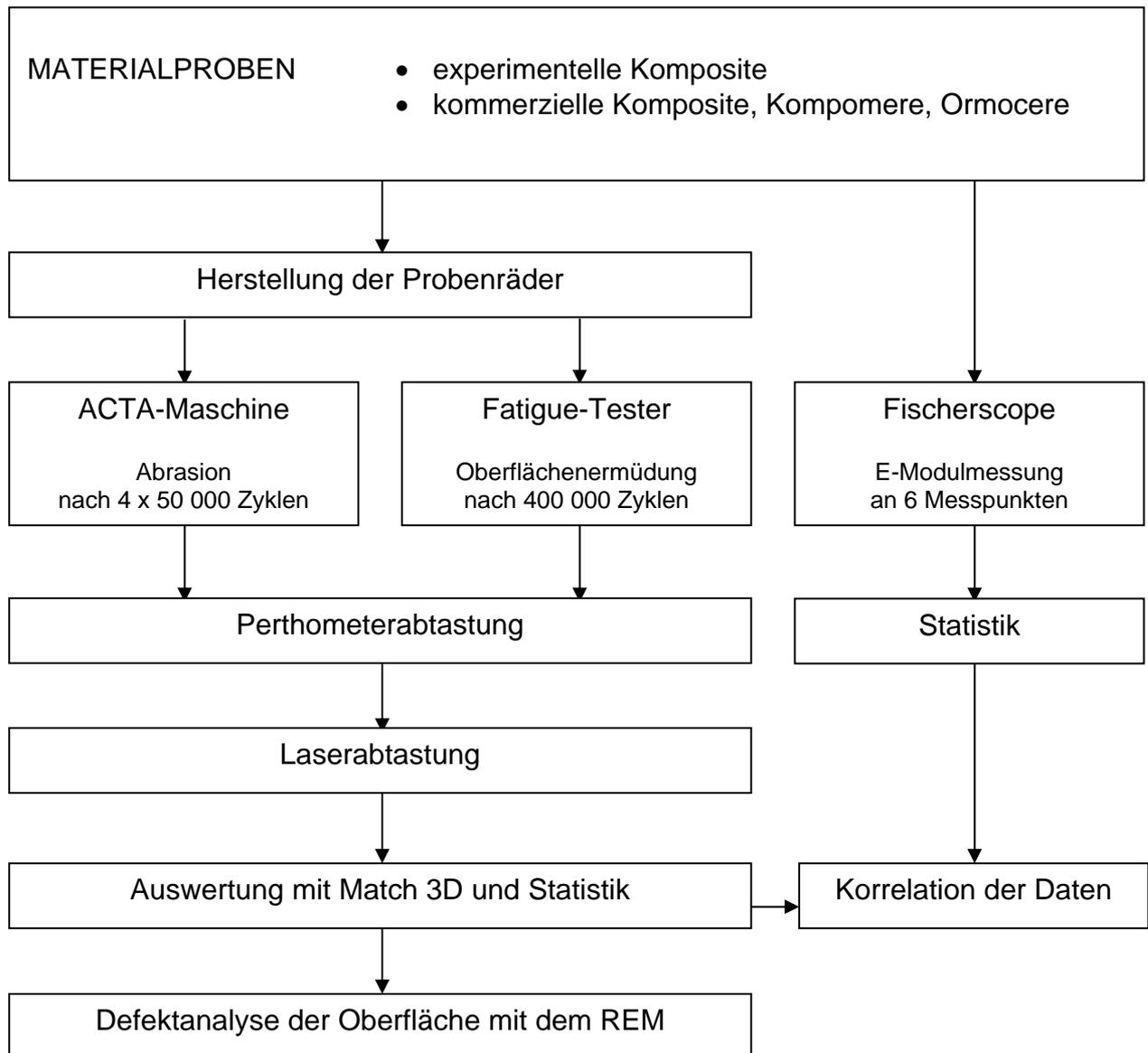


Abb. 4 Studienverlauf

4.2.2 Vorbereitung der Verschleißprüfung

Für die Versuchsreihen in der ACTA-Maschine und im Fatigue-Tester wurden identische Probenräder und Herstellungsverfahren der Proben verwendet. Diese sollen im Folgenden übergeordnet dargestellt werden.

Das Probenträgerrad beider Versuchsreihen ist aus rostfreiem Edelstahl gefertigt und auf seiner Zylindermantelfläche in 20 Probenkammern unterteilt. Sein Durchmesser beträgt 48 mm. Mittig ist eine Bohrung für die Antriebsachse der ACTA-Maschine, beziehungsweise des Fatigue-Testers angebracht. Eine am Rand gelegene Bohrung dient der zusätzlichen Fixation gegen Scherkräfte in den Maschinen und ist gleichzeitig für den Passstift der Vermessungseinheit vorgesehen. Die einzelnen Kammern zur Aufnahme der Probenmaterialien haben eine Länge von 5,5 mm und eine Breite von 10 mm. Zwischen ihnen liegen 1 mm starke Edelstahlwände mit einer Höhe von 4 mm. Damit es bei der Belegung der Kammern nicht zu Verwechslungen der Proben kommen kann, sind alle Kammern durchgehend nummeriert.

Zur Vorbehandlung wurde jedes Rad nach dem Rocatec-Verfahren silikatisiert. Das Rocatec-Verbundsystem (Rocatecor®, Fa. 3M ESPE) bringt eine Verbundschicht zwischen Metall und Kunststoff auf, die einen chemisch kraftschlüssigen Verbund zwischen den beiden strukturell unterschiedlichen Werkstoffen gewährleistet. Zunächst erfolgte das Abstrahlen des Rades mit Rocatec Pre, das eine Korundgröße von 110 µm hat und eine mechanische Aktivierung der Oberfläche bewirkt. Es folgt die Behandlung mit Rocatec plus für mindestens 13 Sekunden je Kammer. Das Rocatec Plus ist ein Korund, das mit Silikatkörnern angereichert ist. Ein lokaler Aufschmelzungsprozess ist die Folge des Aufpralls des amorphen SiO₂ und ergibt auf der Metallfläche eine glasartige, hydrolysestabile keramische Zwischenschicht. Die behandelten Oberflächen wurden nicht mit Luft abgeblasen. Unverzüglich wurde das Haftsilan (ESPE-Sil®, LOT 0022, Fa. 3M ESPE) mit einem Applikationspinsel dünn aufgetupft und für fünf Minuten unangetastet belassen. Das Haftsilan vermittelt die Polymerisationsreaktion der Acrylatgruppen des Silans mit dem Monomermolekülen der Füllungsmaterialien.

Zur Applikation der Materialproben wurde das Probenrad zwischen zwei Messingräder mit einem Durchmesser von 51 mm über eine Achse mit einer Flügelschraube eingespannt. Jedes Probenrad wurde unter standardisierten Bedingungen angefertigt. Aufgrund der Photosensitivität aller Materialien wurde das Umgebungslicht reduziert, um eine vorzeitige initiale Polymerisation zu verringern. Mittels eines Heidemann-Spatels (DE 421 stainless, Fa. Aesculap) wurden die Materialien in Zwei-Schicht-Inkrementtechnik auf das Probenträgerrad aufgebracht.

Die erste Schicht endete auf Höhe der Stegkante der Zwischenwände und wurde mit einem Planstopfer (DE 127 stainless, Fa. Aesculap) konzentrisch verdichtet, so dass zwischen Edelstahlrad und Werkstoff keine Hohlräume blieben. Die Schichten der Stärke 2 mm wurden für 40 Sekunden mit der Polymerisationslampe Elipar-Highlight (Seriennummer 3800396, Fa. Espe) ausgehärtet. Die Lampe erfüllte die Kriterien für eine gleichmäßige und vollständige Polymerisation durch Softstartpolymerisation, um initiale Polymerisationsspitzen, die zu internem Stress führen, zu vermeiden. Die Wellenlänge des Lichtes betrug 800 nm. Um standardisierte Bedingungen für alle Polymerisationsvorgänge in dieser Studie zu erhalten, wurde vor jeder Herstellung eines Rades die Lichtintensität der Lampe mit einem Curing Radiometer (Seriennummer 104931, Fa. Demetron Research Corporation) überprüft. Die zweite Schicht wurde bis auf Höhe der Außenräder in gleicher Weise aufgebracht. Um Überschüsse zu vermeiden und um dem Probenrad vorab eine konvexe Grundform zu geben, wurde es auf einem Block mit einer aufgelegten lichtdurchlässigen Kunststoffmatrize (Frasaco-Streifen, Fa. 3M ESPE) ausgewalzt, Überschüsse entfernt und anschließend für weitere 40 Sekunden polymerisiert.

Eine Besonderheit stellte die Versuchsreihe der experimentellen Komposite mit Hydroxylapatit und Präpolymerisat dar. Bei Entnahme der Proben aus den Kunststoffdosen waren zahlreiche Lufteinschlüsse im Material zu erkennen, die das Verschleißverhalten nachhaltig beeinflusst hätten. Vor dem Einbringen wurden die Komposite mit einem Kunststoffspatel für 5 Sekunden auf einem Block ausgestrichen und konnten als blasenfreie Masse eingebracht werden. Das weitere Vorgehen erfolgte wieder unter den standardisierten Bedingungen der anderen Versuche. Eine weitere Modifikation ergab sich bei den Versuchen der experimentellen Komposite mit porösen Füllkörpern. Da das Material individuell für diese Versuchsreihe hergestellt wurde, waren nicht ausreichende Mengen für beide Versuchsreihen vorhanden. Die Probenträgerräder der ACTA-Versuchsreihe konnten mit der oben beschriebenen Technik angefertigt werden. Für die Versuchsreihe der Oberflächenermüdung im Fatigue-Tester wurde in der ersten eingebrachten Schicht das Material mit dem Komposit Tetric Ceram unterlegt, um eine höhere Stückzahl an Proben zu erzielen. Eine Veränderung im Ermüdungsverhalten ergab sich daraus nicht und es konnte kein Einfluss auf die Untersuchungsergebnisse festgestellt werden.

Aufbewahrt in einem mit Ringerlösung (1123485, Fa. Pharmacia & Upjohn GmbH Erlangen) gefüllten Behälter, wurden die Räder nach der Herstellung jeweils 14 Tage bei 37° C in einem Wasserbad gelagert. In diesem Zeitraum hatte der Kunststoff die Möglichkeit zu quellen, so dass während der Versuchsreihen das Quellen auf ein Minimum reduziert wurde.

4.2.3 Materialbelegung der Probenräder

Alle Versuchsreihen wurden mit identischer Belegung der Radkammern durchgeführt. Ausschlaggebend für die Reihenfolge war eine grobe Unterteilung anhand der Elastizitätsmoduli der Komposite. Es wurden Materialien nach ihren viskösen Eigenschaften gruppiert und in aufeinanderfolgende Kammern eingebracht. Eine Beeinflussung der Ergebnisse untereinander sollte aus dieser Überlegung heraus minimiert werden. In den Tabellen 10 und 11 sind alle verwendeten Materialien mit der Radcodierung für beide Versuchsreihen aufgeführt. Die Reihenfolge der Materialbelegung war für beide Verschleißprüfungen identisch.

		<u>VERSUCH 1</u> EXPERIMENTELLE KOMPOSITE	<u>VERSUCH 2</u> EXPERIMENTELLE KOMPOSITE	<u>VERSUCH 3</u> KOMMERZIELLE KOMPOSITE
Kammernummer	1	A	ULPFS 1	Tetric Ceram®
	2	B	ULPFS 2	Z 100®
	3	C	ULPFS 3	Prodigy®
	4	D	ULPFS 4	Z 250®
	5	E	ULPFS 5	Tetric flow®
	6	F	ULPFS 6	Flowline®
	7	A	ULPFS 7	Revolution®
	8	B	ULPFS 8	Aelite flo®
	9	C	ULPFS 9	Dyract flow®
	10	D	ULPFS 12	Compoglass flow®
	11	E	ULPFS 14	Prima flow®
	12	F	ULGFS 1	Solitaire®
	13	A	Tetric Ceram®	Solitaire II®
	14	B	Carisma F®	Prodigy Condensable®
	15	C	Alert/Protect It®	Surefil®
	16	D	Alert®	Alert®
	17	E	Definite®	Ariston®
	18	F	Surefil®	Definite®
	19	Carisma F®	Ariston®	Admira®
	20	Tetric Ceram®	Solitaire®	Palfique toughwell® / Kerr Point 4®

Tab.10 Materialbelegung der Probenräder in der ACTA-Maschine

		<u>VERSUCH 4</u> EXPERIMENTELLE KOMPOSITE	<u>VERSUCH 5</u> EXPERIMENTELLE KOMPOSITE
Kammernummer	1	A	ULPFS 1
	2	B	ULPFS 2
	3	C	ULPFS 3
	4	D	ULPFS 4
	5	E	ULPFS 5
	6	F	ULPFS 6
	7	A	ULPFS 7
	8	B	ULPFS 8
	9	C	ULPFS 9
	10	D	ULPFS 12
	11	E	ULPFS 14
	12	F	ULGFS 1
	13	A	Tetric Ceram®
	14	B	Carisma F®
	15	C	Alert/Protect It®
	16	D	Alert®
	17	E	Definite®
	18	F	Surefil®
	19	Carisma F®	Ariston®
	20	Tetric Ceram®	Solitaire®

Tab. 11 Materialbelegung der Probenräder im Fatigue-Tester

Vor der Versuchsdurchführung in der ACTA-Maschine und dem Fatigue-Tester wurden die hergestellten Probenräder zum Ausgleich der Herstellungstoleranzen rundgeschliffen (grinding). Mit Hilfe von Schleifkörpern unterschiedlicher Körnung (Fa. Winter & Sohn, Hamburg) werden die Unebenheiten auf der Mantelfläche des Probenträgerrades ausgeglichen, um ein Rundlaufen zu gewährleisten. Beendet ist der Vorgang bei einem Durchmesser des Rades von 52 mm. Das Grinding stellt einen wichtigen Faktor für die Standardisierung des gesamten Versuchsaufbaues dar, der während der Versuche eine konstante Anpresskraft und eine glatte Referenzebene garantiert. Dieser Vorgang erfolgt in der ACTA-Maschine in einem Wasserbehälter mit 400 ml Wasser, um den entstehenden Schleifschlamm aufzunehmen.

Mit einem konstanten Anpressdruck von 15 N wird, angefangen mit der größten Körnung, eine Kontaktfläche zwischen dem Schleifzylinder an der rechten und der Materialfläche des Rades an der linken Achse hergestellt, die zunächst aufgrund der Unebenheiten tupfend arbeiten. Dabei laufen beide Flächen gleichsinnig. Mit zunehmendem Abrieb werden größere Flächen beschliffen, die mit abnehmender Korngröße der Schleifzylinder zu einer durchgängig rundlaufenden Mantelfläche geschliffen werden.

4.2.4 Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine

Seit der Entwicklung der ersten ACTA-Maschine an der Universität Amsterdam [De Gee, 1986] sind verschiedene Nachfolger des Prototypen entwickelt worden. Durch die hohe Übereinstimmung mit klinischen Daten [Finger, 1987] und das genormte Abrasionsverfahren wurde die ACTA-Maschine zu einem Standardprüfsystem in der tribologischen Forschung. Für diese Versuchsreihe wurde der zweite Nachbau der Firma Willytec (München) gewählt (Abb. 5). Das Bauprinzip und die Funktionsweise der Maschine blieben identisch. Es wurden hingegen Verbesserungen in der Handhabung der Maschine vorgenommen. Ein Vergleich mit früheren Ergebnissen der Münchner Forschungsgruppe mit den Vorgängermodellen ist somit möglich.



Abb. 5 ACTA-Maschine

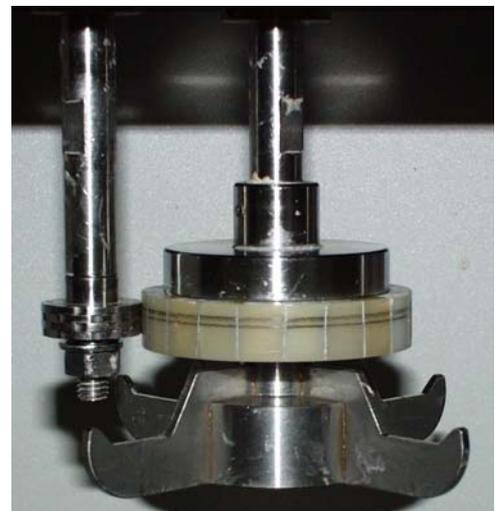


Abb.6 Technisches Prinzip

4.2.4.1 Technisches Prinzip

Der Kern der Maschine besteht aus zwei separat ansteuerbaren Elektromotoren, die jeweils mittels einer Achsen-Zahnriemen-Mechanik das Antagonistenrad und das Probenträgerrad über je eine Achse betreiben. Beide Achsen laufen parallel zueinander, so dass sich die Mantelflächen

der Räder auf der ganzen Breite berühren. Sie werden separat an der Vorderseite der Maschine in ihrer Geschwindigkeit reguliert. Ihre Drehrichtung ist für den Abrasionsversuch gegensinnig (Abb. 6). Die aktuelle Geschwindigkeit der beiden Achsen wird an einer digitalen Anzeige in Umdrehungen pro Minute (U/min) abgelesen. Das Probenrad auf der rechten Achse wird mit einer Frequenz von 1 Hz bewegt, das entspricht einer Rotationsgeschwindigkeit von 60 U/min. Gegensinnig wird die linke Achse mit dem Antagonistenrad bei einer Rotationsgeschwindigkeit von 206 U/min bewegt. Die Mantelflächengeschwindigkeit des Antagonisten zu der des Probenrades war dabei um 15 % geringer. Der relative Geschwindigkeitsunterschied zwischen beiden Mantelflächen wird als Slip-Wert bezeichnet.

Die linke Achse ist beweglich gelagert und wird über ein Zugfedersystem mit Gewichten belastet. Diese Gewichte hängen über eine Gewichtsstange an einem Schäkel. Die Andrucklast, die das Antagonistenrad auf das starr gelagerte Probenrad überträgt, ist für den Versuch mit 15 N angesetzt worden. Da die ACTA-Maschine den Verschleißmechanismus auf der Kaufläche außerhalb der okklusalen Kontakte wiedergibt [Finger, 1987], ist eine Kraft dieser Größenordnung als Mittelwert klinisch relevant [De Gee, 1994].

Das verwendete Antagonistenrad ist mit dem von De Gee [1986] identisch. Das Edelstahlrad hat einen Durchmesser von 20 mm. Seine Mantelfläche ist 6 mm breit und wabenförmig durchsetzt. Dieses Oberflächenrelief dient dem Transport des Zwischenmediums, so dass während der Versuchsdauer kein aktiver Oberflächenkontakt zwischen beiden Rädern besteht.

Zur Simulation des Nahrungsabriebes ist das Zwei-Räder-System mit einem Hirsemedium umgeben, auf dessen Zusammensetzung im Abschnitt Methodenkritik (6.1.2) eingegangen wird. Hierfür wird über einen schwenkbaren Arm ein Glasgefäß mit dem Medium unter die Räder geführt und an einer Führungsstange nach oben gefahren, bis beide Räder vollständig mit dem Abrasionsmedium bedeckt sind. Um den Feuchtigkeitsgehalt des Mediums während des Versuches konstant zu halten war das Gefäß mit einem Kunststoffdeckel abgedeckt.

4.2.4.2 Versuchsablauf

Nach Lagerung und Grinding wurden das Proben- und das Antagonistenrad in der ACTA-Maschine zur Materialprüfung angebracht. An der rechten Achse wurde das Probenrad mit einem Rührrad befestigt. Dieses Rührrad diente der konsequenten Materialdurchmischung des Abrasionsmediums während des Versuches. Die vier Flügel des Rührrades verhinderten zudem eine Sedation des Mediums auf den Gefäßboden. Die linke Achse trug das Antagonistenrad, das mit seiner Mantelfläche exakt zur Mitte der Mantelfläche des Probenrades ausgerichtet wurde.

Dafür wurden drei Beilagscheiben oberhalb des Rades benötigt und eine weitere zusammen mit einer Mutter zur Befestigung an der Achse.

Das Zwischenmedium bestand aus 150 g Hirse, die mit 220 ml destilliertem Wasser angesetzt wurden. Die Hirse wurde in je zwei Portionen zu 75 g in einer elektrischen Kaffeemühle für fünf Sekunden gemahlen. Um für alle Versuche ein standardisiertes Medium zu bekommen, wurden vorab die benötigte Menge an gemahlener Hirse hergestellt. Alle bisher im tribologischen Labor der Universität München durchgeführten Versuche waren mit der gleichen Hirsecharge durchgeführt worden.

Insgesamt wurde die ACTA-Maschine für 200 000 Zyklen je Rad gestartet. Das Hirsemedium wurde nach 50 000 abgelaufenen Zyklen erneuert. Nach viermaligem Mediumwechsel und Ablauf der Zyklenzahl wurden die Räder demontiert und unter fließendem Wasser gereinigt.

4.2.5 Verschleißprüfung im Fatigue-Tester

Der von Kunzelmann [1998] an der Universität München entwickelte und der Firma Willytec (München) konstruierte Fatigue-Tester (Abb. 7) ist dem Bauprinzip der ACTA-Maschine nachempfunden und erweitert das Spektrum der Verschleißprüfung um das Phänomen der Oberflächenermüdung (surface fatigue).



Abb. 7 Fatigue-Tester

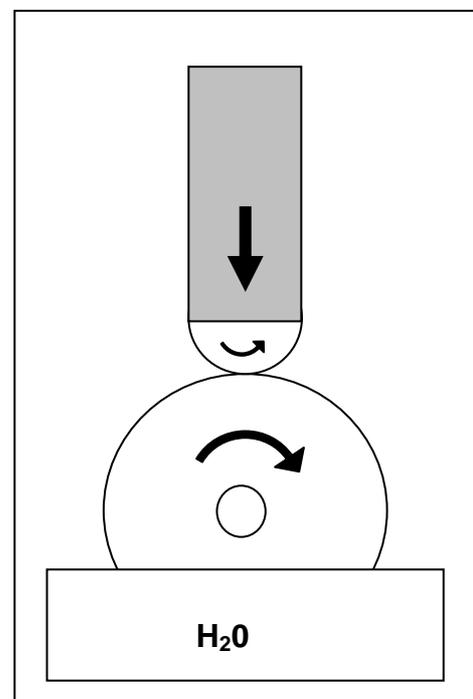


Abb. 8 Technisches Prinzip

4.2.5.1 Technisches Prinzip

Abweichend von der ACTA-Maschine sind im Fatigue-Tester das Probenrad und das Antagonistenrad senkrecht zum Boden gelagert (Abb. 8). An einer waagrechten Achse, die über einen Elektromotor im Inneren der Maschine betrieben wird, ist mittels einer Mutter mit Beilagscheibe das Probenrad befestigt. Über ein Potentiometer wird diese Achse bei einer Einstellung von 8,5 mit 1 Hz Drehfrequenz rotiert. Mit seinem unteren Viertel hängt das Probenrad in einer bis zur Oberkante mit destilliertem Wasser gefüllten Metallwanne und wird somit über die ganze Versuchsdauer ausreichend auf seiner Mantelfläche benetzt. Gelöste Probenbestandteile werden durch das Wasser abtransportiert und eine Anlagerung freier Debris auf der Materialoberfläche wird vermieden.

Das Antagonistenrad ist aus rostfreiem Edelstahl gefertigt und hat einen Durchmesser von 20 mm. Seine Mantelfläche ist konvex gestaltet. Über ein Kugellager ist das Rad an einer Metallstange befestigt und frei rotierbar. Bei korrekter Lagerung beider Räder läuft das Antagonistenrad aufgrund seines punktuellen Aufliegens auf der Mantelfläche des Probenrades passiv und gegensinnig mit. Um auf dem Probenrad eine mittige Spur zu hinterlassen, wurde das Antagonistenrad anfangs geeicht und für den gesamten Versuchsablauf nicht mehr verändert oder ausgetauscht. Die führende Metallstange ist mit zwei je 2 kg schweren Gewichten belegt, die zusammen mit ihrem Eigengewicht von 0,5 kg eine Kraft von 45 N auf das Antagonistenrad bringt. Antagonisten- und Probenrad wurden darüber mit 45 N an ihren Mantelflächen aneinandergespreßt und über die Achse des Probenrades mit einer Drehfrequenz von 1 Hz rotiert. Um einer Überlastung der Achse bei einem unvorhergesehenen Probenbruch vorzubeugen, ist ein Sicherheitsanschlag angebracht, der das Gewicht abfängt.

4.2.5.2 Versuchsablauf

Nach Montage beider Räder im Fatigue-Tester wurde nach Lösen der Arretierung das Antagonistenrad auf die Mantelfläche des Probenrades gesenkt. Eine optische Kontrolle der geeichten Ausrichtung erfolgte routinemäßig. Gleichzeitig wurde die Wanne mit ausreichend frischem destilliertem Wasser gefüllt.

Der Versuch wurde für je 400 000 Zyklen pro Rad gestartet und lief über vier Tage ohne Unterbrechung. Während der Laufzeit wurde die Wanne mit destilliertem Wasser nachgefüllt. Nach Ablauf der gesamten Zyklenanzahl stoppte das Gerät automatisch und das Probenrad konnte entnommen werden. Es wurde unter fließendem Wasser von gelösten Verschleißpartikeln gereinigt.

4.2.6 Makroskopischer Vergleich der Verschleißspuren

Bei makroskopischer Betrachtung der Probenräder lassen sich sowohl nach der ACTA-Maschine als auch nach dem Fatigue-Tester Abrasionsspuren auf der Mantelfläche erkennen.

In der ACTA-Maschine ergab sich, aufgrund der unterschiedlichen Breite der Probenradmantelfläche von 10 mm und der Antagonistenmantelfläche von 6 mm, eine mittige Abrasionsspur auf der Oberfläche des Probenrades. Diese Spur von circa 6 mm Breite war lateral gesäumt von Randbereichen ohne Materialverlust (je 2 mm), die als Referenzflächen für die Vermessung dienten. Die Spurbreite war auf allen Proben konstant.

Die konvexe Mantelfläche des Antagonisten im Fatigue-Tester hinterließ, nach Ablauf der Zyklenzahl, eine konkave Spur mittig auf der Oberfläche des Probenrades. Sie variierte bei den Proben in der Breite, abhängig von der Verschleißgröße der Proben, und war lateral von Randbereichen ohne Materialverlust gesäumt.

Die einzelnen Kammern der Probenräder aus beiden Versuchsreihen wurden nach ihrer Materialprüfung auf Höhe ihrer Trennstege mit einem Sägeblatt separiert.

4.2.7 Vermessung der Verschleißspur mit dem Perthometer

4.2.7.1 Technisches Prinzip

Das Standardmesssystem für alle ACTA- und Fatigue-Auswertungen ist die computergesteuerte Perthometervermessung [Paulus 1990]. Dieses Messsystem besteht aus einem digitalen Steuergerät S3P (Fa. Feinprüf Perthen, Göttingen), das über eine serielle Schnittstelle Daten direkt zum PC überträgt und alle Schritte der Abtastung koordiniert. Auf einem mechanischen Präzisionskreuztisch wurde eine speziell für die Probenräder entwickelte Haltevorrichtung angebracht und fixiert, die über ein Zahnriemengetriebe mit einem Schrittmotor (LM 23, MIR, München) verbunden ist. Nach vertikaler Befestigung des Rades an der Antriebsachse der Vorrichtung konnte das Rad für die Vermessung schrittweise rotiert werden. Ein in vertikaler Richtung vollkommen uneingeschränktes Freitastsystem (FRW-750) liegt der Mantelfläche des Probenrades an und wird mittels eines Vorschubsystems (Vorschubgerät PRK) abfahren. Alle gewonnenen Daten werden digital auf einen angeschlossenen PC übertragen. Dieser PC ist mit dem dreidimensionalen Abtastprogramm Dentmes (Version 2.03, Erlangen) ausgestattet, das sowohl zur Steuerung des Perthometers, als auch zur Speicherung der Daten dient.

4.2.7.2 Datenerhebung

Nach Montage des Probenrades mit Hilfe des Passstiftes der Vermessungseinheit, wurden die Einstellungen des Steuerungsgerätes überprüft. Die Abrasionsspur wurde in der Breite von 8 mm abgetastet. Die abgefahrenen Randbereiche ohne Materialverlust wurden somit als Referenzpunkte miterfasst. Ihre Ebene bildete die Nulllinie, relativ zum Höhenverlust der Abrasionsspur. Durch die Rotation des Schrittmotors um $0,225^\circ$, sprich $100\ \mu\text{m}$, wurde das Probenrad nach jeder Messung weiterbewegt. Insgesamt wurden 1600 Messstrecken gefahren, je Probe erfolgten somit 80 Profilmessungen.

Es wurde ein Abstand der Messpunkte von $25\ \mu\text{m}$ mit einer vertikalen Auflösung von weniger als $1\ \mu\text{m}$ eingehalten.

Für die Auswertung der beiden Versuche wurden unterschiedliche Taster verwendet. Die Probenräder aus dem ACTA-Versuch wiesen eine Spurbreite von etwa 6 mm auf und konnten mittels einer Metallkugel abgetastet werden. Diese Kugel hatte einen Durchmesser von 3 mm und erfasste zuverlässig auch die Übergangsbereiche des Saumes zur Abrasionsspur.

Für die Probenräder aus dem Fatigue-Tester konnte die Kugel nicht verwendet werden, da wegen der geringen Spurbreite tiefe Bereiche aufgrund des Kugeldurchmessers nicht erfasst würden. Sie wurden mit einer Metallspitze vermessen, die in ihrer vertikalen Auslenkung auch den Grund der Abrasionsspur erfasste (Abschnitt 6.1.3).

4.2.8 Vermessung der Verschleißspur mit dem Laserscanner

4.2.8.1 Technisches Prinzip

Bei einer Reihe von werkstoffkundlichen Versuchen wird die dreidimensionale Vermessung der Oberfläche mittels eines Lasersensors bereits standardisiert angewendet. Für die Vermessung von ACTA- und Fatigue-Rädern wurde diese Methode in Zusammenarbeit mit der Firma Willytec (München) erweitert und erstmalig eingesetzt (Abb. 9).

Der an der Universität München entwickelte Lasersensor wandelt den Spot einer Halbleiterlaserdiode mit 670 nm über eine Linienoptik in eine Lichtlinie um, die auf die Mantelfläche der Probenräder in x-Richtung abgebildet wird [Mehl, 1996; 1997].

Speziell für die Vermessung der Probenräder wurde ein Einsatz entwickelt, der mittels einer Schnittstelle mit dem Lasersensor verbunden wurde (Abb. 10). Mit ihrer Mantelfläche senkrecht zum Boden wurden die Probenräder montiert und während der Abtastung schrittweise rotiert. Das dabei entstehende Profil wird unter einem Triangulationswinkel auf einen CCD-Chip

projiziert. Das Höhenprofil (z-Richtung) der Proben lässt sich durch die Auswertung der einzelnen Pixel des CCD-Chips darstellen.



Abb. 9 Lasersensor, Original (München)



Abb. 10 Probenradeinsatz

4.2.8.2 Datenerhebung

Auf allen in beiden Verschleißsimulatoren getesteten Probenrädern wurden die Verschleißspuren in identischer Weise erfasst. Routinemäßig wurden alle Räder über ein mechanisches Messverfahren computergesteuert profilometrisch vermessen. Daneben wurde eine vergleichende Versuchsreihe mit dem Lasersensor nachvermessen.

Die Probenräder wurden zur Vermeidung der Reflexion der Lichtlinie mit einem mattierenden Sublimat besprüht und eine gleichmäßig dünne Schicht aufgetragen. Nach Montage des Rades auf den Einsatz im Lasersensor erfolgte die Abtastung, wobei je einzeltem Lichtprofil die Menge von 512 Oberflächenpunkten erfasst wurde.

4.2.9 Matching der Verschleißdaten und Statistik

Alle aus der Perthometer- und Laserabtastung gewonnenen Daten wurden unter der Bildverarbeitungsoberfläche Khoros® (Universität New Mexiko) vermessen. Hierfür wurde ein UNIX-Betriebssystem auf einem Indy-Rechner (Fa. Silicon Graphics Industries, Silicon Valley, USA) verwendet, das graphisch über Khoros aus den 1600 gewonnen Bildern die Messspur zu

einem dreidimensionalen Bild generierte. Das graphische Abbild der Spur ließ zum einen den Randsaum ohne Materialabtrag erkennen, zum anderen waren auch die Sägeschlitze zur Probenrennung ersichtlich. Mit Hilfe des Programmes Match3D konnte durch Auswahl jedes Probenabschnittes und Markierung der Referenzpunkte lateral auf dem Randsaum der relative mittlere vertikale Höhenverlust errechnet werden.

Die statistische Analyse der Rohdaten erfolgte als Rangfolge über einen Vergleich der Mittelwerte mit Hilfe einfaktorieller ANOVA mit dem Programm SPSS[®] (Statistical Package for the Social Sciences, Version 11.0, Windows XP[®]).

4.2.10 REM-Untersuchung der Oberfläche nach Verschleißprüfung

Neben der statistischen Auswertung aller Daten mit vergleichbaren Ergebnissen, stellte die Defektanalyse der Oberflächen einen weiteren Modus bei der Bewertung der einzelnen Proben dar. Exemplarisch wurde je eine Verschleißprobe der experimentellen und kommerziellen Komposite gewählt, die mit dem Rasterelektronenmikroskop (Scanning Mikroskope JSM-35 CF JEOL) der Anatomischen Anstalt der Universität München abgetastet wurden.

Zur Abtastung der Oberfläche wurden standardisiert 15 KV verwendet. Die Probe war mit drei Freiheitsgraden beweglich gelagert, wobei bei jeder Probe zunächst von einer vertikalen Gradausrichtung von 7,7 und einer Rotation von 0 ausgegangen wurde. Kontrast und Helligkeit wurden ohne Vorgaben eingestellt. An das REM war ein Fotoapparat (Mamiya 6x7) zur Ablichtung der ausgewählten Region auf der Probe angebracht.

Nach der Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine und dem Fatigue-Tester wurden die Materialproben herausgetrennt. Sie wurden mit Druckluft gereinigt und zum Transport in einem Kunststoffbehälter staubfrei aufbewahrt. Für die Untersuchungen im REM wurden die Proben auf einem Probenträger aus Metall aufgeklebt und in einem Vakuumbehälter mit Silber besputtert.

Nach Einschleusen der Probe in das Vakuum innerhalb des REM wurde die Probe manuell auf ihrer Abrasionsspur mit einer 540-fachen Vergrößerung abgefahren. Ziel dieses Screeningverfahrens war es Defektmuster, die wiederholt auf der Probenoberfläche zu erkennen waren, photographisch in verschiedenen Vergrößerungen zu erfassen. Begonnen wurde an der gewählten Defektlokalisierung mit einer 10 000-fachen Vergrößerung, absteigend folgten 6000-, 3000- und 540-fache Vergrößerungen mit jeweiliger Ablichtung.

Alle Negative wurden als Fotos belichtet und mit ihrer jeweiligen Bildnummer und Vergrößerung nach der Materialart katalogisiert.

4.2.11 Messung des Elastizitätsmoduls

4.2.11.1 Technisches Prinzip

Von jeder Materialprobe wurde eine runde Flachprobe hergestellt (Durchmesser 10 mm, Höhe 2 mm) und analog der Verschleißproben 40 Sekunden polymerisiert (Elipar Highlight, Seriennummer 3800396, 800 nm). Für zwei Wochen wurden die Proben bei 37° C im Wasserbad gelagert.

Der computergesteuerte Härtemessplatz (Fischerscope® H100C XY) besteht aus einem Messkopf, in dem Eindringkörper, Krafterzeugungseinheit und Wegmesssystem zur Bestimmung der Eindringtiefe enthalten sind [Fischer, 2001]. Der Eindringprüfkörper ist eine Diamantpyramide mit einer quadratischen Grundfläche und einem Winkel von 136° zwischen ihren gegenüberliegenden Flächen [DIN 50359-1]. Bei kontinuierlich gesteigerter Prüfkraft wird die Eindringtiefe der Vickerspyramide an sechs verschiedenen Messpunkten der Oberfläche erfasst (Abb. 11). Die Messpunkte werden unter dem Mikroskop für jede Probe individuell ausgewählt, um Falschmessungen an Oberflächendefekten auszuschließen.

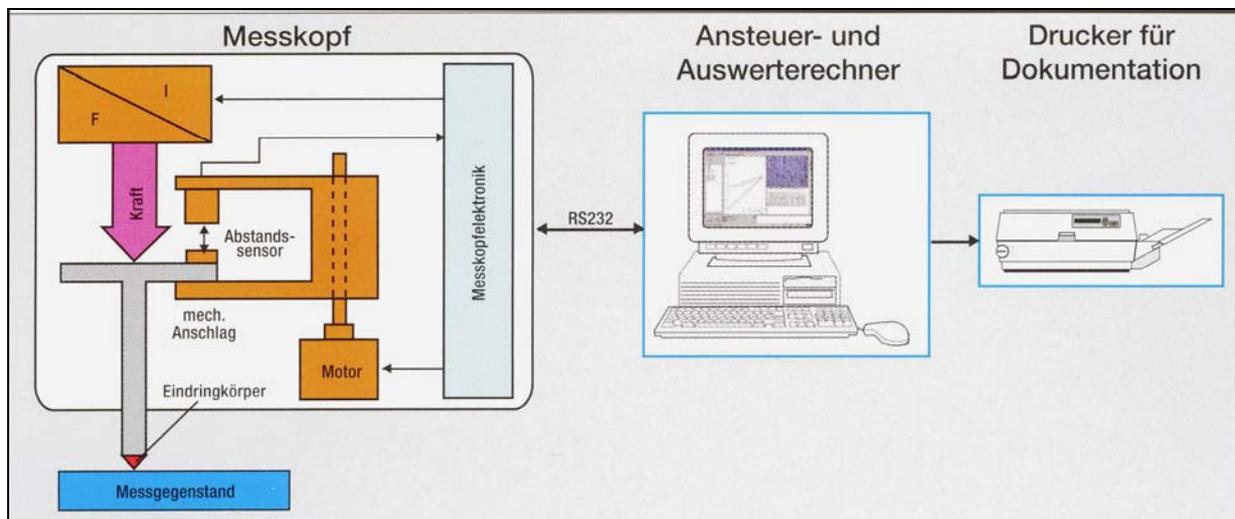


Abb. 11 Schematischer Aufbau des Härtemessplatzes [Fischer, 2001]

4.2.11.2 Datenerhebung

Die Messdaten wurden an die Auswerteinheit mit WIN-HCU®-Software zur Berechnung der Parameter E-Modul, plastische und elastische Energie, plastische Härte, Kriechen, Relaxation und Universalhärte übermittelt. Die statistische Datenauswertung wurde nur für den Elastizitätsmodul mit Hilfe der Software SPSS® (Statistical Package for the Social Sciences, Version 11.0, Windows XP®) am PC durchgeführt. Die statistische Analyse der Rohdaten erfolgte als Rangfolge über einen Vergleich der Mittelwerte mit Hilfe einfaktorieller ANOVA.

5. Ergebnisse

5.1 Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine

5.1.1 Experimentelle Komposite mit Hydroxylapatit und Präpolymerisat

Abbildung 12 zeigt in einer Boxplotgraphik den mittleren Höhenverlust der experimentellen Komposite unter Einbezug des kommerziellen Referenzmaterialies Charisma F.

In der ACTA-Maschine konnten signifikante Unterschiede des Verschleißverhaltens innerhalb der experimentellen Gruppe durch die prozentuale Veränderung der Glasfüllkörper, des Hydroxylapatits und der Präpolymerisate festgestellt werden. Das Komposit mit einem 5 %igen Hydroxylapatit- und Präpolymerisatanteil (Komposit D) hatte die höchsten Verschleißwerte, gefolgt von dem kommerziellen Füllungsmaterial Charisma F. Komposite, die nur eines der beiden Füllkörpersysteme enthielten (Komposit B, Komposit C), zeigten eine hohe Verschleißfestigkeit, ohne sich signifikant voneinander zu unterscheiden. Das hydroxylapatit- und präpolymerisatfreie Komposit E mit 95 % Glasanteil und Komposit A mit 100 % Glasanteil erreichten analog niedrige Verschleißraten.

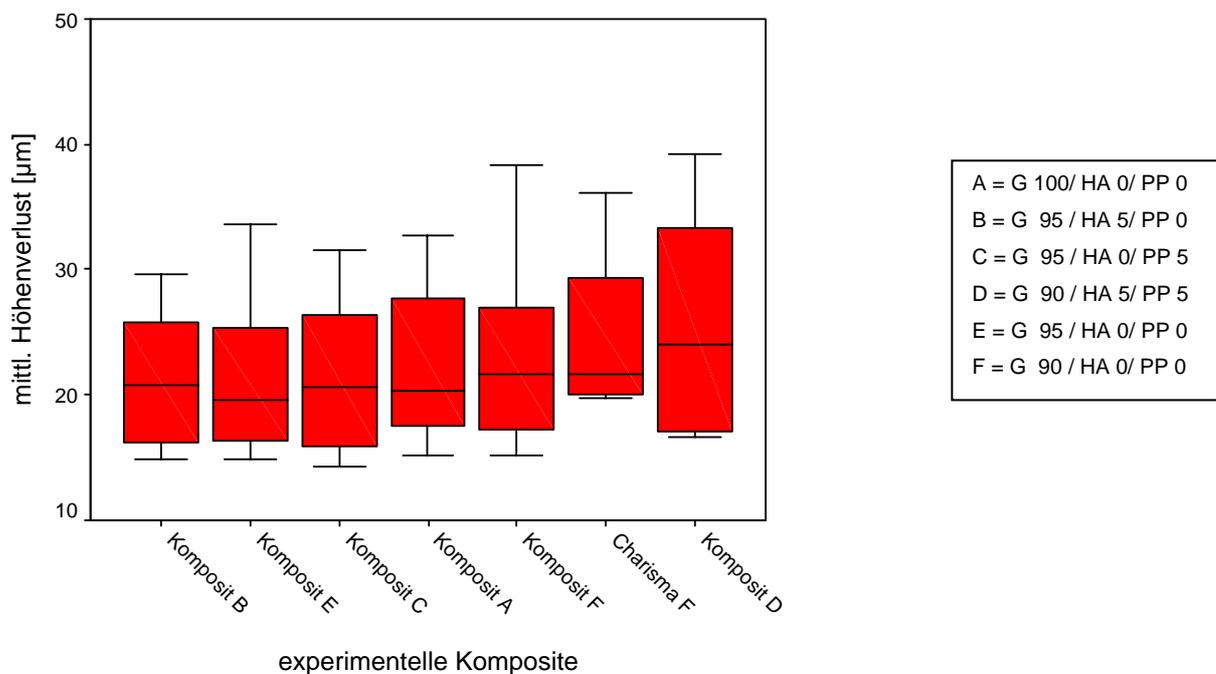


Abb. 12 Experimentelle Komposite nach Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine

Erläuterung: G = Glasfüllkörper, HA = Hydroxylapatit, PP = Präpolymerisat

5.1.2 Experimentelle Komposite mit porösen Füllkörpern

Die Ergebnisse der ACTA-Versuchsreihe mit den experimentellen Kompositen sind in Abbildung 13 dargestellt. Es konnten signifikante Unterschiede im Verschleißverhalten der Komposite durch Füllkörpervariation mit porösen Füllkörpern beobachtet werden. Der Verschleiß der Materialien mit einem geringen Volumenanteil an porösen Füllkörpern (ULPFS 14, -4, -1) oder ohne poröse Füllkörper (ULGFS 1) war signifikant erhöht. Ein mittlerer und hoher Anteil von durchschnittlich 12 Gew.% oder 22 Gew.% an porösen Füllern hatte einen positiven Einfluss auf das Verschleißverhalten. Eine sehr hohe Verschleißfestigkeit in der ACTA-Maschine zeigte das Komposit ULPFS 9, das einen großen Anteil an porösen Füllkörpern (23 Gew.%) mit einer Silankonzentration von 14 % hatte. Bei den rangfolgenden Kompositen (ULPFS 5, -2, -6) konnten ähnliche Verschleißraten beobachtet werden, ohne erkennbare Korrelation des Glasanteiles sowie des Gehaltes an porösen Füllkörper und der Silankonzentration.

Der Silanisierungsgrad der porösen Füller hatte keinen erkennbaren Einfluss auf die Rangfolge. Der Verbund der Füllkörper zur Matrix wurde rasterelektronenmikroskopisch untersucht (Abschnitt 5.1.4).

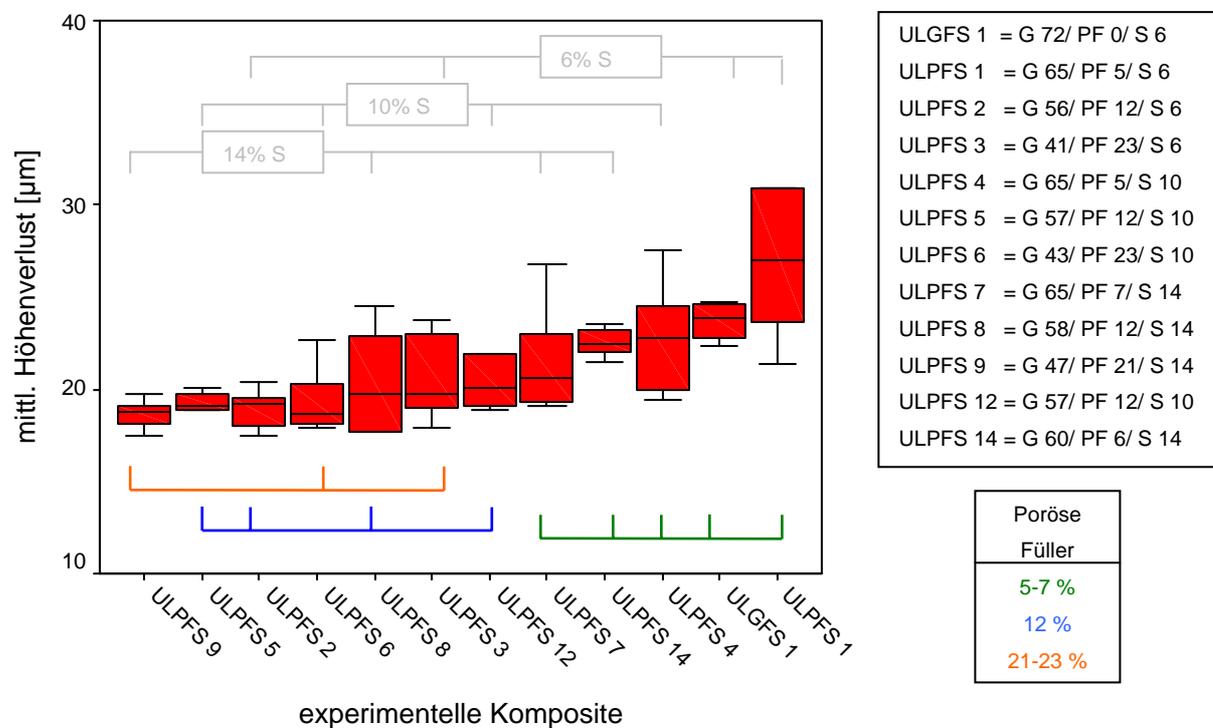


Abb. 13 Experimentelle Komposite nach Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine

Erläuterung: G = Glasfüllkörper, PF = poröse Füllkörper, S = Silankonzentration der PF

5.1.3 Kommerzielle Komposite

In der Versuchsreihe der kommerziellen Füllungsmaterialien wurden Gruppen mit vergleichbaren rheologischen Eigenschaften gebildet.

In Abbildung 14 sind alle Materialien mit „normaler“ Viskosität zusammengefasst. Die Verschleißfestigkeit der Hybridkomposite, Ormocere und des ionenfreisetzenden Materiales Ariston pHc differierte. Mittels eines Post-hoc-Testes wurden 5 homogene Untergruppen gebildet, die sich signifikant unterschieden. Der mittlere Höhenverlust des Materiales Ariston pHc war gegenüber der Gruppe deutlich erhöht. Die niedrigsten Verschleißwerte hatte das Hybridkomposit Z100, dessen Zirkonium- und Siliziumpartikel von 3,5- bis 0,01 mm Größe variierten. Das klassische Ormocer Definite zeigte gegenüber dem modifizierten Ormocer Admira ein besseres Verschleißverhalten in der ACTA-Maschine.

Die Graphik enthält die Materialien Tetric Ceram, Definite und Ariston pHc mehrfach, da diese Komposite auch in den Versuchsreihen der experimentellen Materialien verwendet wurden. Ihr variierendes Verschleißverhalten zeigt die Abhängigkeit des Materialverschleißes in der ACTA-Maschine von den mitgetesteten Materialien.

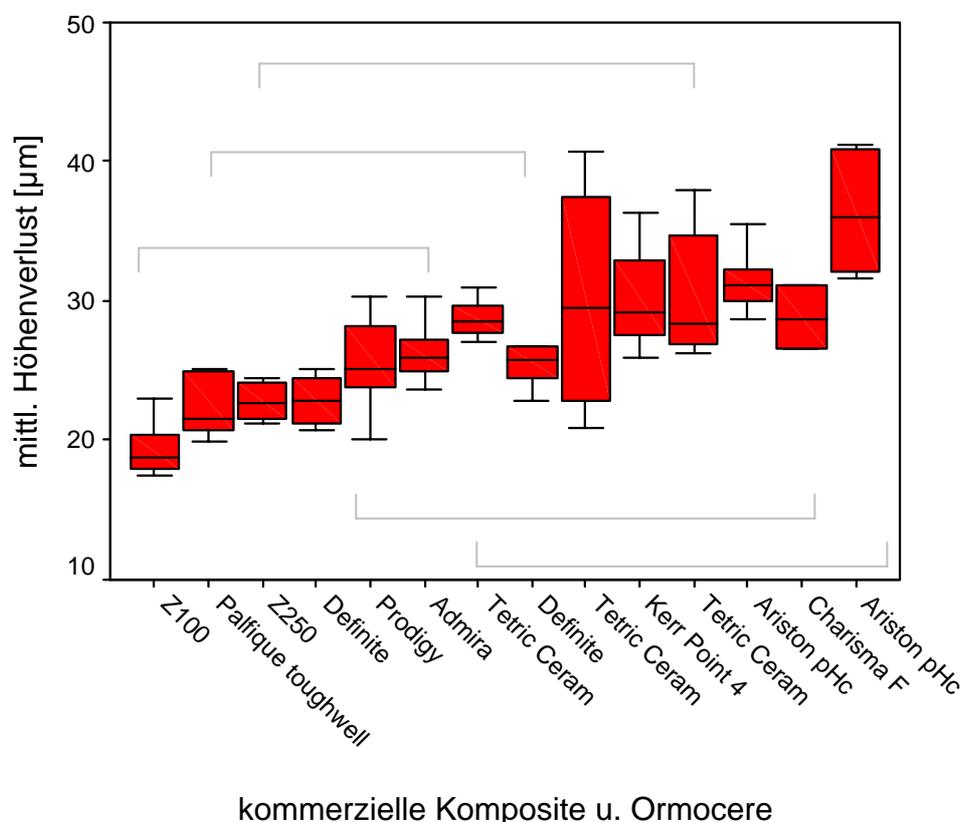


Abb. 14 Kommerzielle Komposite nach Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine

Erläuterung: Abgrenzung der homogenen Untergruppen nach Post-hoc-Test (Balken)

Das Verschleißverhalten der niedrigviskösen Komposite und Kompomere wird in Abbildung 15 veranschaulicht. Der Abrasionsgrad des Komposites Tetric flow war gegenüber der Gruppe geringer. Ein signifikanter Unterschied zeigte sich zum Komposit Aelite flo, das etwa 10 % weniger Füllkörper (60 Gew.%) der gleichen Größe (0,7 μm) enthält. Bei den niedrigviskösen Kompomeren hatte das Material Dyract flow das beste Verschleißverhalten.

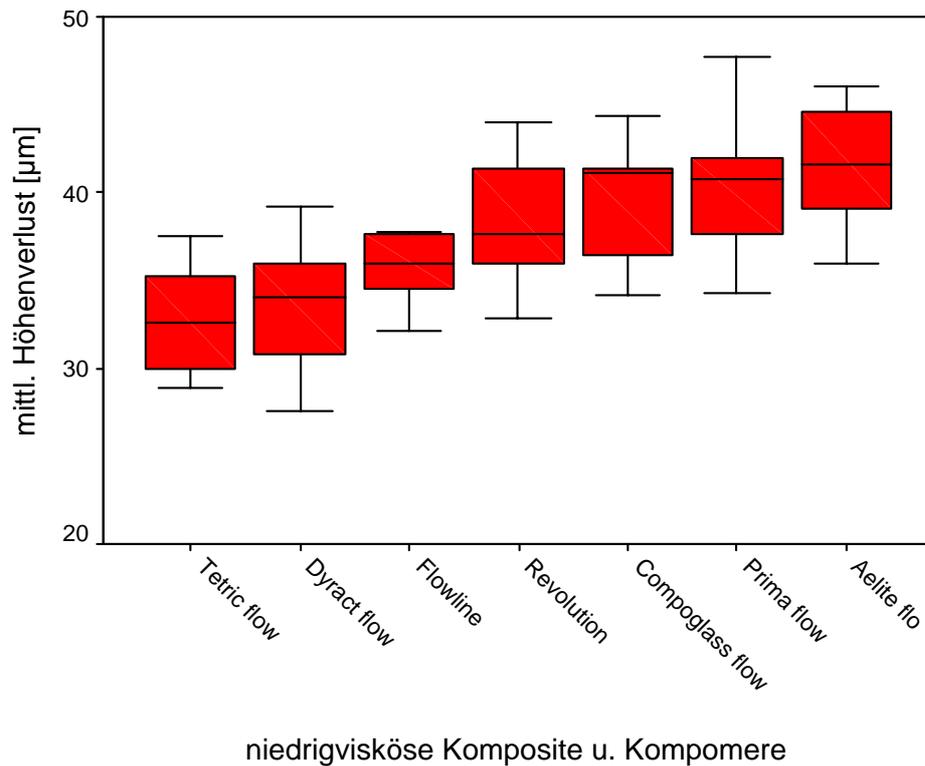


Abb. 15 Niedrigvisköse Komposite und Kompomere nach Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine

Die Abbildung 16 fasst die Abrasionswerte der hochviskösen Komposite aus der ACTA-Versuchsreihe zusammen. Doppelt aufgeführte Materialien waren in der Versuchsreihe der kommerziellen Materialien und der experimentellen Ormocere enthalten. Das faserverstärkte Komposit Alert hatte den geringsten mittleren Höhenverlust in beiden Versuchsreihen. Das Auftragen der Schutzschicht Protect It hatte keinen zusätzlichen Einfluss auf das Abrasionsverhalten von Alert. Signifikante Unterschiede gab es beim Verschleißverhalten der Materialien Solitaire und des modifizierten Solitaire II. In beiden Versuchsreihen zeigte Solitaire, das poröse Füllkörper enthält, die höchsten Abrasionswerte.

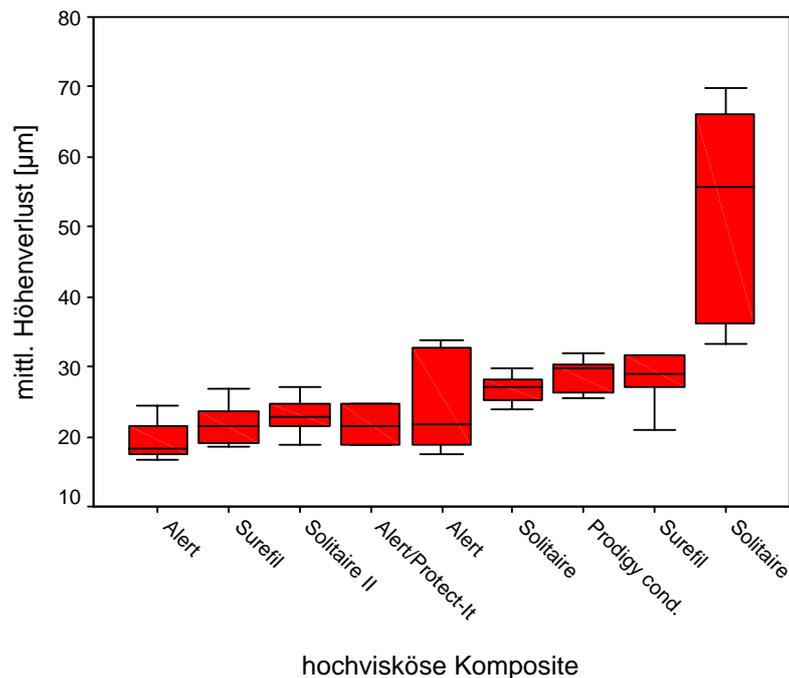


Abb. 16 Hochvisköse Komposite nach Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine

5.1.4 REM-Untersuchung

	Material	Füllkörperverteilung	REM-Beobachtung	
EXPERIMENTELLE KOMPOSITE	A	100% G, 0% HA, 0% PP	<i>Oberfläche</i>	Schollenbildung, lokale Einbrüche
			<i>Füllkörper</i>	herausragende G,
			<i>Interface</i>	Matrixverlust, F/M-Verbund teils aufgelöst
	B	95% G, 5% HA, 0% PP	<i>Oberfläche</i>	Schollenbildung, lokale Einbrüche
			<i>Füllkörper</i>	herausragende G, gelöstes HA
			<i>Interface</i>	Matrixverlust, F/M-Verbund meist erhalten
C	95% G, 0% HA, 5% PP	<i>Oberfläche</i>	plan geschliffenes PP und G	
		<i>Füllkörper</i>	PP unregelmäßig begrenzt, G eingebettet	
		<i>Interface</i>	Matrixverlust an PP-Rand, noch verankert	
D	90% G, 5% HA, 5% PP	<i>Oberfläche</i>	Bild 1: Zerrüttung, Bild 2: Einbruch	
		<i>Füllkörper</i>	herausragende G + Verlust, gelöstes HA	
		<i>Interface</i>	tiefe Auswaschung Matrix	
E	95% G, 0% HA, 0% PP	<i>Oberfläche</i>	Zerrüttung, freie Matrixstränge, tiefe Löcher	
		<i>Füllkörper</i>	herausragende G + Verlust	
		<i>Interface</i>	tiefe Matrixauswaschung, interpart.Raum groß	
F	90% G, 0% HA, 0% PP	<i>Oberfläche</i>	freiliegende G-Konglomerate	
		<i>Füllkörper</i>	herausragende G + Verlust	
		<i>Interface</i>	Matrixverlust um Konglomerate	

EXPERIMENTELLE KOMPOSITE	ULGFS1	72% G, 0% PF + 6% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	lokale Löcher, „bulk fracture“ G plan geschliffen F/M-Verbund meist intakt
	ULPFS1	65% G, 5% PF + 6% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	Schollenbildung, wenig plan geschliffene PF herausragende G Matrixverlust an Schollenrand, PF integriert
	ULPFS2	56% G, 12% PF + 6% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	Bruchstücke von PF, plan geschliffene PF G-Konglomerate, kaum herausragende G geringer Matrixverlust um PF
	ULPFS3	41% G, 23% PF + 6% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	plan geschliffene PF, zentraler PF-Verlust G-Konglomerate, kaum herausragende G Matrixverlust um PF, PF nahe aneinander
	ULPFS4	65% G, 5% PF + 10% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	plan geschliffen, wenig PF herausragende G-Konglomerate F/M-Verbund meist erhalten
	ULPFS5	57% G, 12% PF + 10% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	plan geschliffen, Löcher vereinzelt herausragende G + Konglomerate F/M-Verbund teils gelockert, PF integriert
	ULPFS6	43% G, 23% PF + 10% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	Riss durch PF, Löcher, Randaufwerfung an PF viele herausragende G, Bruchstücke von PF PF Rand von Matrix gelöst
	ULPFS7	65% G, 7% PF + 14% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	„bulk fracture“, evtl. Bruchstück von PF vereinzelt herausragende G, Konglomerate F/M-Verbund gelockert, Bruchstücke
	ULPFS8	58% G, 12% PF + 14% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	Schollenbildung, Rand mit gelösten G, Löcher Konglomerate mit herausragenden G F/M-Verbund gelockert, Matrixverlust Scholle
	ULPFS9	47% G, 21% PF + 14% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	Rand PF gelöst, Rand glatt begrenzt, Risse Bruchstücke PF, PF zerfällt in viele Stücke PF aus Matrix gelöst
	ULPFS12	57% G, 12% PF + 10% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	PF mit Schollenbildung, Artefakt viel plan geschliffene G PF gut in Matrix integriert
	ULPFS14	60% G, 7% PF + 14% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	herausragende G + Konglomerate, Löcher PF mit leichter Schollenbildung F/M-Verbund gelockert

Tab. 12 Übersicht der im REM beobachteten Oberflächendefekte der experimentellen Materialien

Erläuterung: G = Glasfüllkörper, PF = poröse Füllkörper, S = Silankonzentration der PF

HA = Hydroxylapatit, PP = Präpolymerisat, F/M = Füllkörper/Matrix-Verbund

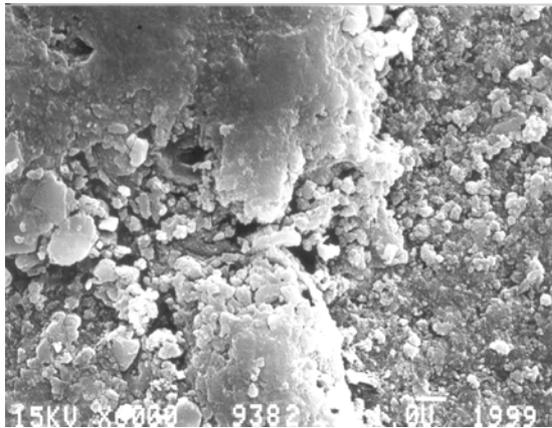


Abb. 17 Komposit A (G100/HA0/PP0), x3000



Abb. 18 Komposit B (G95/HA5/PP0), x3000

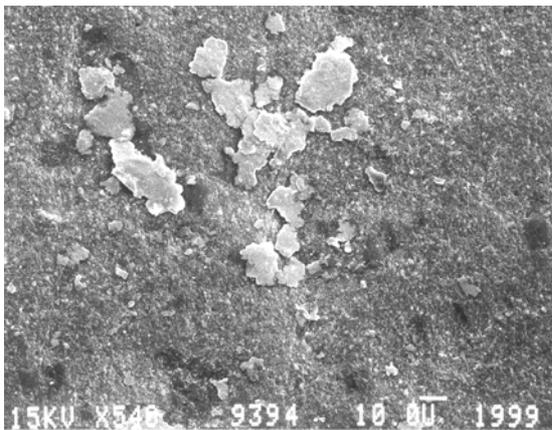


Abb.19 Komposit C (G95/HA0/PP5), x540

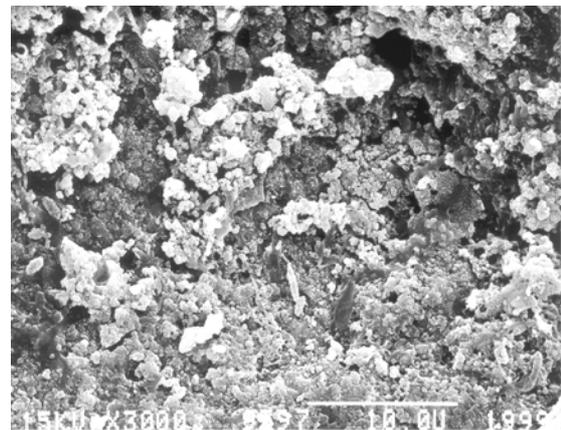


Abb. 20 Komposit D (G90/HA5/PP5), x3000
(Bild 1)

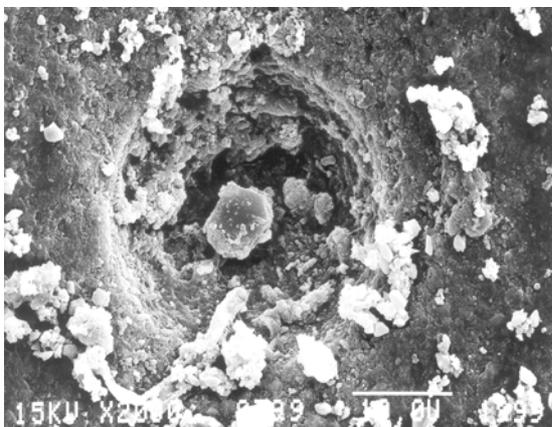


Abb. 21 Komposit D (G90/HA5/PP5), x2000
(Bild 2)

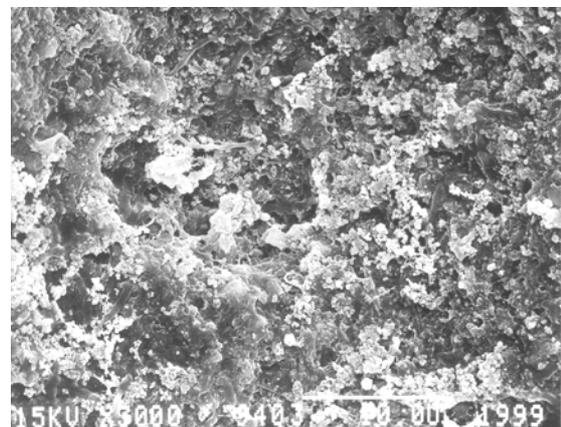


Abb. 22 Komposit E (G95/HA0/PP0), x3000

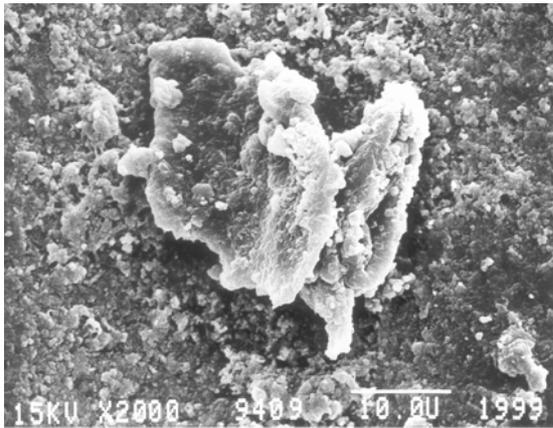


Abb. 23 Komposit F (G90/HA0/PP0), x2000

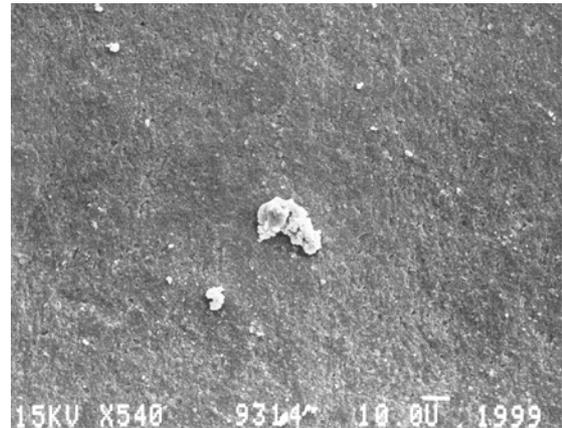


Abb. 24 Komposit ULGFS 1 (G72/PF0/S6), x540

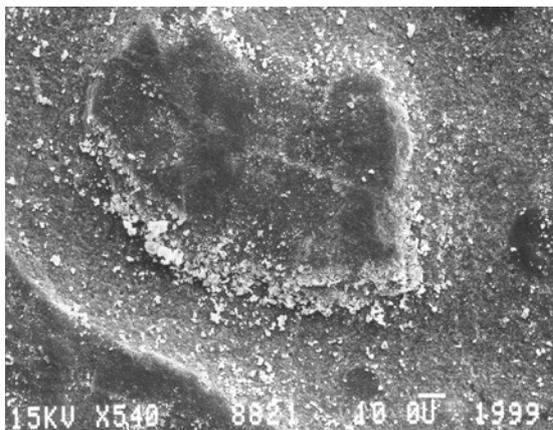


Abb. 25 Komposit ULPFS 1 (G65/PF5/S6), x540

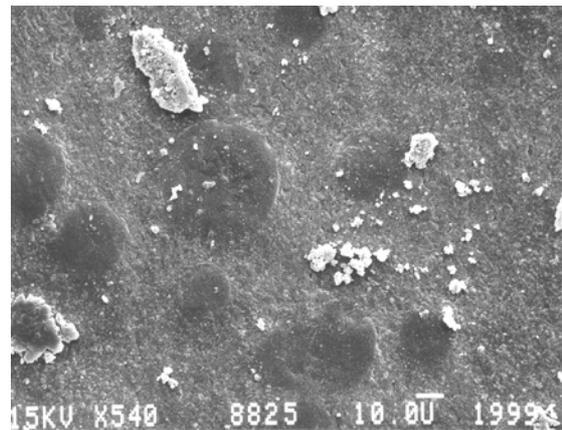


Abb. 26 Komposit ULPFS 2 (G56/PF12/S6), x540

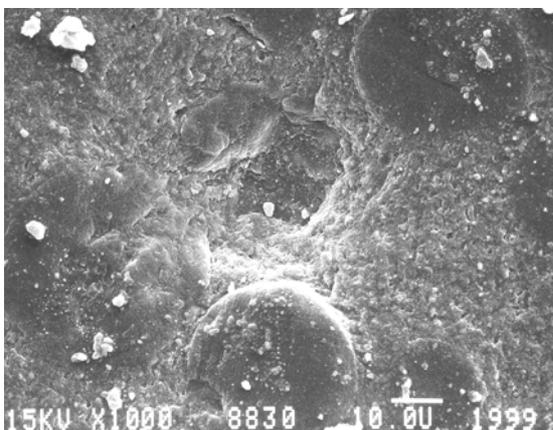


Abb. 27 Komposit ULPFS 3 (G41/PF23/S6), x1000

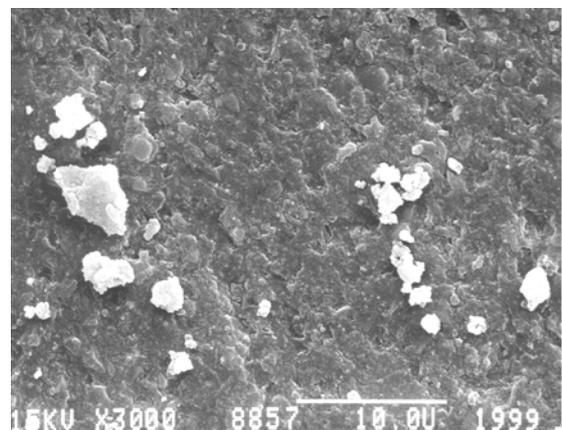


Abb. 28 Komposit ULPFS 4 (G65/PF5/S10), x3000

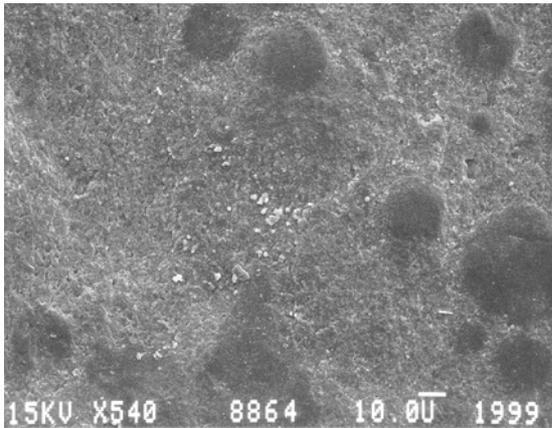


Abb. 29 Komposit ULPFS 5 (G57/PF12/S10), x 540

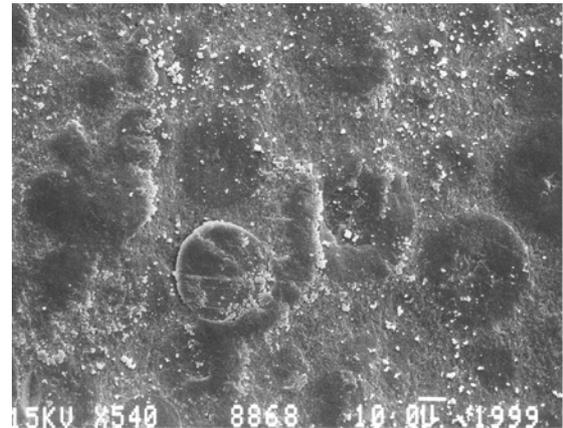


Abb. 30 Komposit ULPFS 6 (G43/PF23/S10), x540

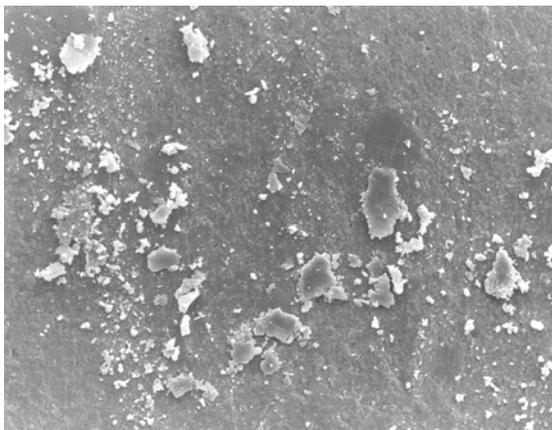


Abb. 31 Komposit ULPFS 7 (G65/PF7/S14), x540



Abb. 32 Komposit ULPFS 8 (G58/PF12/S14), x540

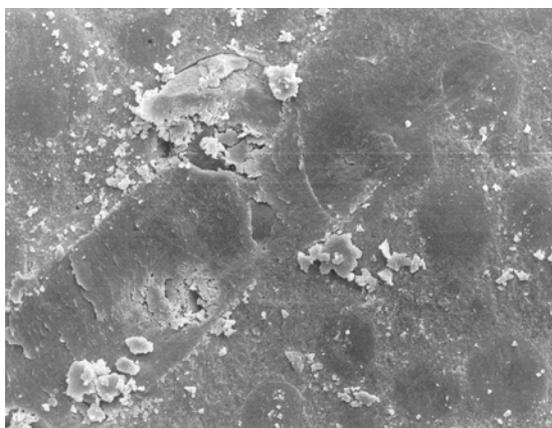


Abb. 33 Komposit ULPFS 9 (G47/PF21/S14), x540

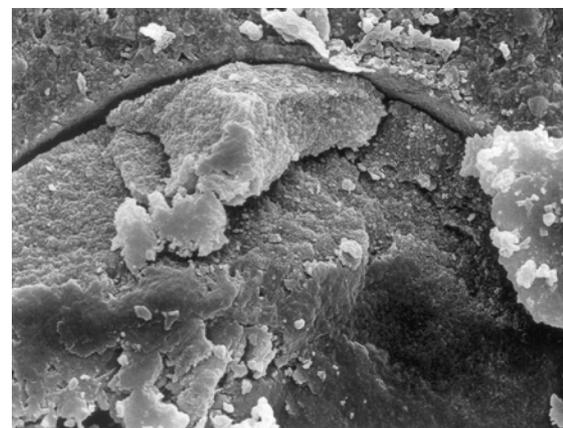


Abb. 34 Komposit ULPFS 9 (G47/PF21/S14), x3000

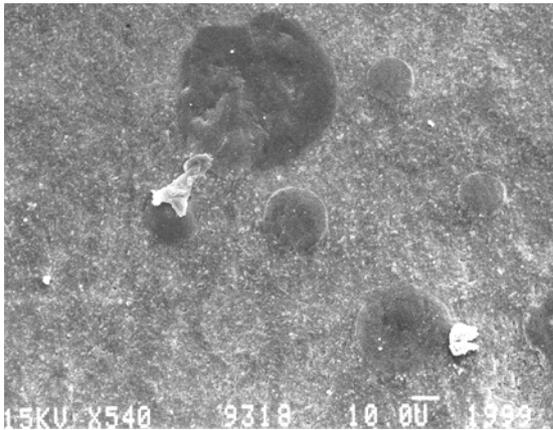


Abb. 35 Komposit ULPFS 12 (G57/PF12/S10), x540

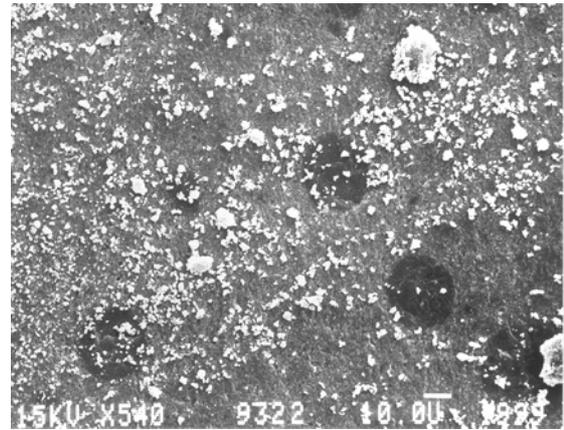


Abb. 36 Komposit ULPFS 14 (G60/PF6/S14), x540

5.2 Verschleißprüfung im Fatigue-Tester

5.2.1 Experimentelle Komposite mit Hydroxylapatit und Präpolymerisat

Die Abbildung 37 zeigt den mittleren Höhenverlust der experimentellen Komposite und eines Referenzmaterials Charisma F nach zyklischer Belastung im Fatigue-Tester. Die experimentellen Komposite unterschieden sich nicht signifikant in ihrem Verschleißverhalten. Die Hydroxylapatit- und Präpolymerisatvariationen hatten keinen Einfluss auf die Rangfolge. Die höchste Verschleißfestigkeit zeigten die glasgefüllten Komposite E und F. Das Referenzmaterial Charisma F hatte gegenüber der experimentellen Gruppe signifikant erhöhte Verschleißraten.

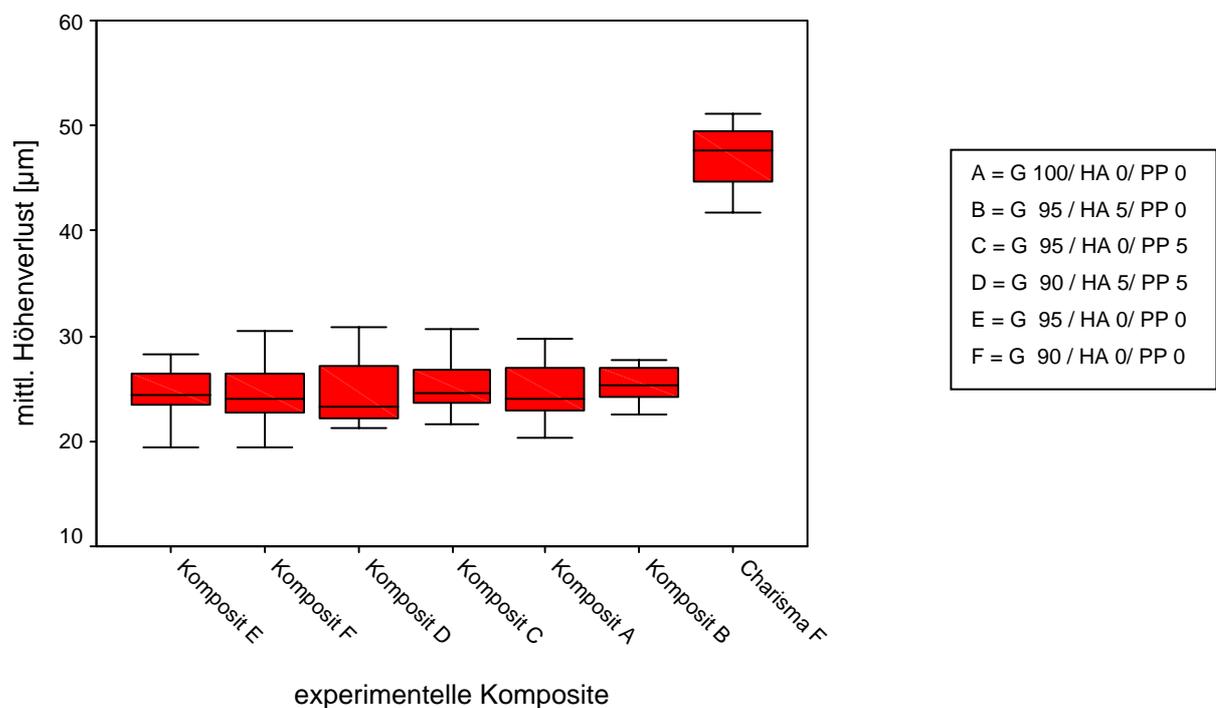


Abb. 37 Experimentelle Komposite nach Verschleißprüfung im Fatigue-Tester

Erläuterung: G = Glasfüllkörper, HA = Hydroxylapatit, PP = Präpolymerisat

5.2.2 Experimentelle Komposite mit porösen Füllkörpern

Die Abbildung 38 fasst das Verschleißverhalten der experimentellen Komposite im Fatigue-Tester zusammen. Der mittlere Höhenunterschied durch die Oberflächenermüdung der Komposite variierte signifikant. Die niedrige Fallzahl zeigte nur Tendenzen des Verschleißverhaltens auf.

Das Komposit ohne poröse Füllkörper (ULGFS 1) war das Material mit der geringsten Verschleißtendenz. Bei der Variation mit porösen Füllkörpern unterschied sich das Komposit ULPFS 5 mit 12 Gew.% porösen Füllern signifikant von der experimentellen Gruppe und erreichte eine hohe Verschleißfestigkeit. Zusammen mit dem Komposit ohne poröse Füllkörper (ULGFS 1) führte es die Rangfolge an. Die Komposite mit einem geringen (5 Gew.%) oder hohen (22 Gew.%) Gehalt an porösen Füllkörpern hatten tendentiell die höchsten Verschleißraten.

Bezogen auf die Silankonzentration der porösen Füller wurde insgesamt ein besseres Verschleißverhalten für Materialien mit 10 % oder 14 % Silanisierung beobachtet.

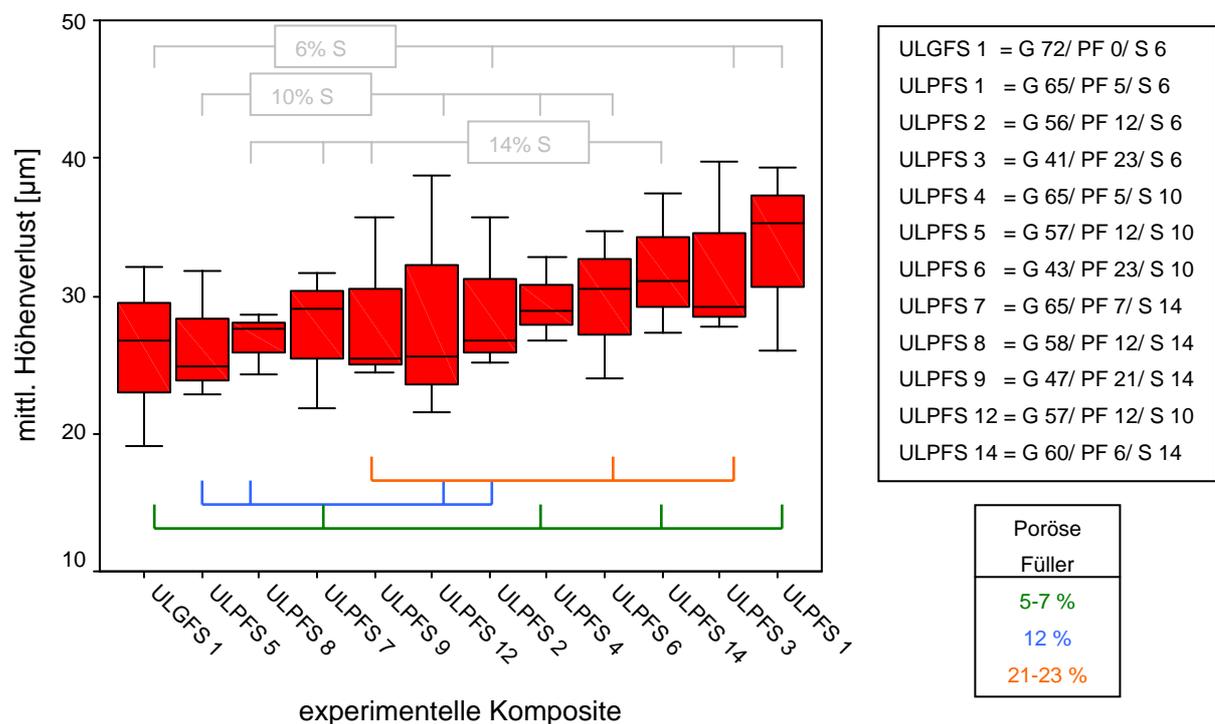


Abb. 38 Experimentelle Komposite nach Verschleißprüfung im Fatigue-Tester

Erläuterung: G = Glasfüllkörper, PF = poröse Füllkörper, S = Silankonzentration der PF

5.2.3 Kommerzielle Komposite

Von den kommerziellen Materialien der ACTA-Versuchreihe wurden ausgewählte Komposite zusammen mit den experimentellen Kompositen mit porösen Füllkörpern im Fatigue-Tester geprüft (Abb. 39, Abb. 40). Die niedrige Fallzahl der Materialien zeigte nur Tendenzen des Ermüdungsverhaltens.

Im Vergleich der Materialgruppen zeigten die hochviskösen Materialien ein signifikant besseres Ermüdungsverhalten. Vor allem das faserverstärkte Komposit Alert hatte, versehen mit der Oberflächenschutzschicht Protect It, die geringste Ermüdungsrate.

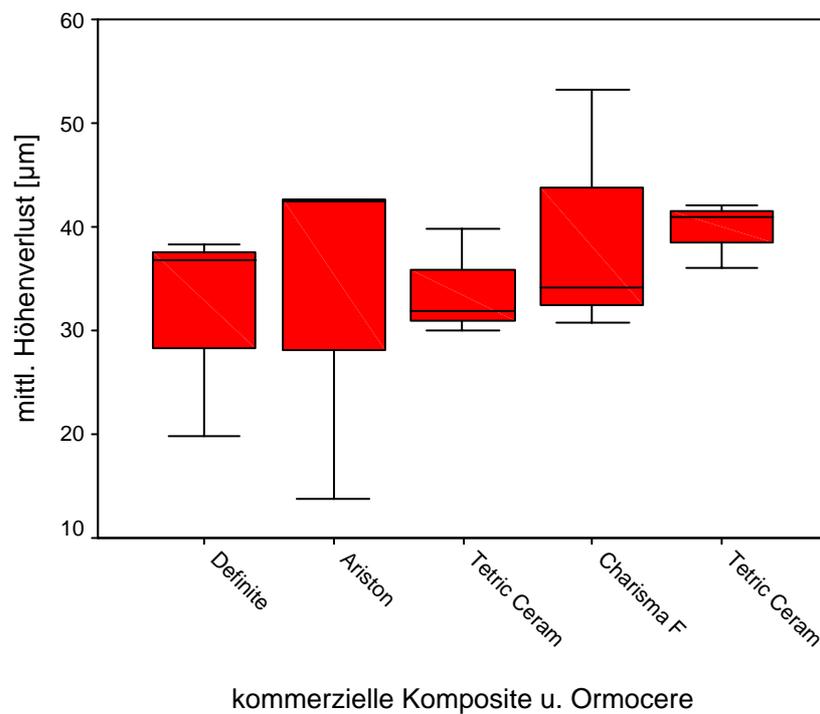


Abb. 39 Kommerzielle Komposite nach Verschleißprüfung im Fatigue-Tester

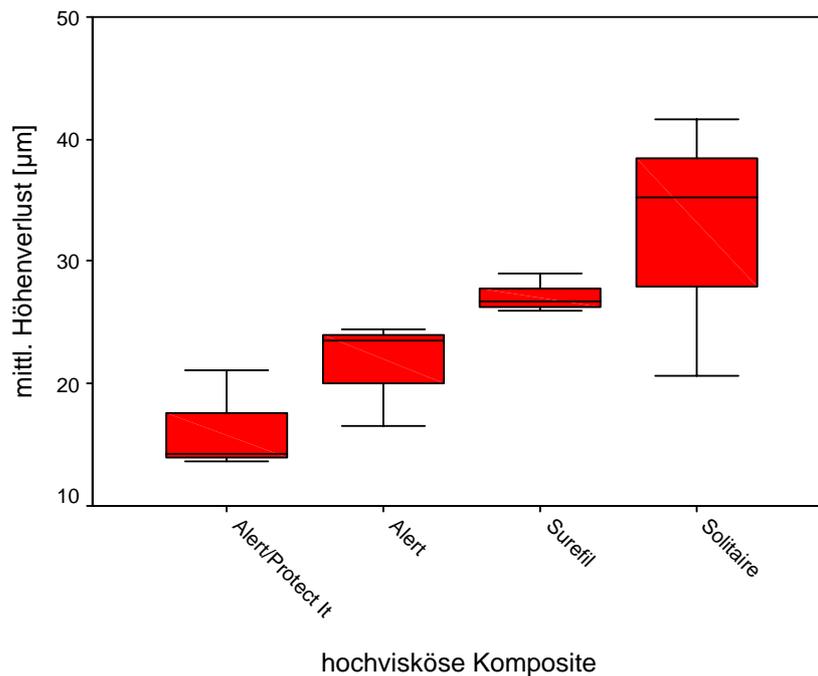


Abb. 40 Hochvisköse Komposite nach Verschleißprüfung im Fatigue-Tester

5.2.4 REM-Untersuchung

	Material	Füllkörperverteilung	REM-Beobachtung	
EXPERIMENTELLE KOMPOSITE	A	100% G, 0% HA, 0% PP	<i>Oberfläche</i>	leichte Schollenbildung, lokaler Einbruch
			<i>Füllkörper</i>	herausragende G
			<i>Interface</i>	F/M-Verbund an Schollenrändern gelockert
	B	95% G, 5% HA, 0% PP	<i>Oberfläche</i>	tiefe Risse in Oberfläche, Schollenbildung
			<i>Füllkörper</i>	„bulk fracture“ an Rissen
			<i>Interface</i>	F/M-Verbund an Schollenrändern gelockert
C	95% G, 0% HA, 5% PP	<i>Oberfläche</i>	leichte Schollenbildung	
		<i>Füllkörper</i>	herausragende G und PP	
		<i>Interface</i>	F/M-Verbund an PP-Rändern gelöst	
D	90% G, 5% HA, 5% PP	<i>Oberfläche</i>	größere Schollenbildung	
		<i>Füllkörper</i>	gelöstes HA	
		<i>Interface</i>	F/M-Verbund an Schollenrändern gelöst	
E	95% G, 0% HA, 0% PP	<i>Oberfläche</i>	Schollenbildung, lokaler Einbruch	
		<i>Füllkörper</i>	G-Konglomerate aufliegend	
		<i>Interface</i>	G an Einbruch noch integriert	
F	90% G, 0% HA, 0% PP	<i>Oberfläche</i>	„bulk fracture“, homogener Bruchkörper	
		<i>Füllkörper</i>	wenig herausragende G	
		<i>Interface</i>	F/M-Verbund Bruchstück weitgehend intakt	

EXPERIMENTELLE KOMPOSITE	ULGFS1	72% G, 0% PF + 6% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	Zerrüttung G-Konglomerate herausragend oder gelöst F/M-Verbund an Konglomeraten in Auflösung
	ULPFS1	65% G, 5% PF + 6% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	Bild 1: PF-Verlust, Bild 2: PF-Fraktur G und G-Konglomerate an Kraterboden F/M-Verbund an Schollen/Kraterboden gelöst
	ULPFS2	56% G, 12% PF + 6% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	massive Schollenbildung, deformierte PF herausragende G zw. Schollen zw. Schollen Matrix ausgewaschen
	ULPFS3	41% G, 23% PF + 6% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	massive Schollenbildung, deformierte PF herausragende G zw. Schollen Schollenränder einseitig abgelöst
	ULPFS4	65% G, 5% PF + 10% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	starke Schollenbildung, Narbenzüge, Risse weit herausragende G Schollenränder beidseitig abgelöst
	ULPFS5	57% G, 12% PF + 10% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	Schollenbildung, Narbenzüge herausgebrochene G und Konglomerate PF integriert, Matrixauswaschung Schollen
	ULPFS6	43% G, 23% PF + 10% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	Schollenbildung mit Ablösung d. Ränder herausragende G, aufliegende Konglomerate Matrixauswaschung an Schollenrändern und G
	ULPFS7	65% G, 7% PF + 14% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	plan geschliffene kleine Schollen aufliegende G, PF kaum erkennbar Matrix an Schollenrändern gelöst, PF integriert
	ULPFS8	58% G, 12% PF + 14% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	Schollenbildung mit Frakturen herausragende G Schollenfragmente gelöst, F/M-Verbund gelöst
	ULPFS9	47% G, 21% PF + 14% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	deformierte PF, Schollenbildung, Risse herausragende G zw. Schollen ausgewaschene Matrix
	ULPFS12	57% G, 12% PF + 10% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	große Scholle mit abgegrenzten Rändern herausragende G Schollenrand einseitig abgelöst
	ULPFS14	60% G, 7% PF + 14% S	<i>Oberfläche</i> <i>Füllkörper</i> <i>Interface</i>	Zerrüttung, Formation kl. Schollen, Narbenzüge herausragende G F/M-Verbund gelockert, kleine Spalten

Tab. 13 Übersicht der im REM beobachteten Oberflächendefekte der experimentellen Materialien

Erläuterung: G = Glasfüllkörper, PF = poröse Füllkörper, S = Silankonzentration der PF

HA = Hydroxylapatit, PP = Präpolymerisat, F/M = Füllkörper/Matrix-Verbund

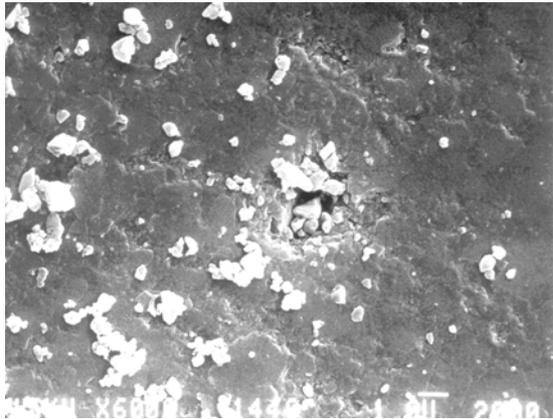


Abb. 41 Komposit A (G100/HA0/PP0), x6000

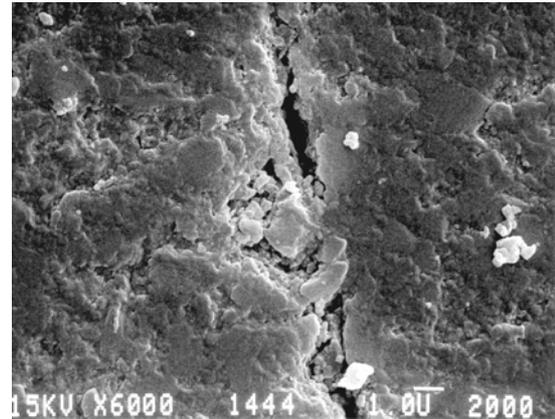


Abb. 42 Komposit B (G95/HA5/PP0), x6000

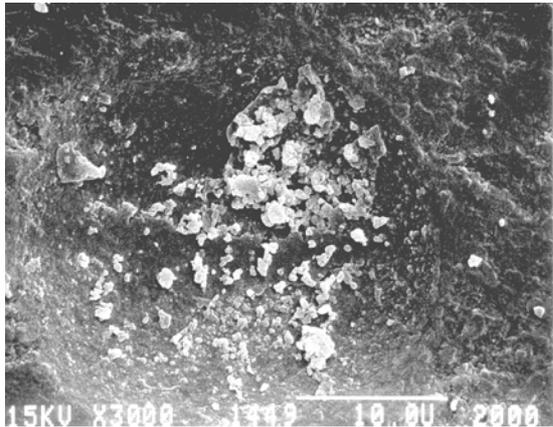


Abb. 43 Komposit C (G95/HA0/PP5), x3000

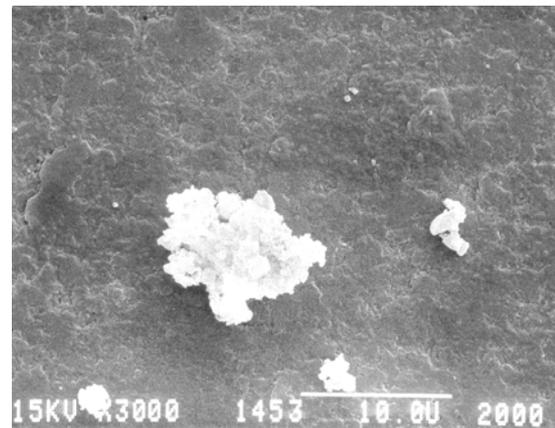


Abb. 44 Komposit D (G90/HA5/PP5), x3000

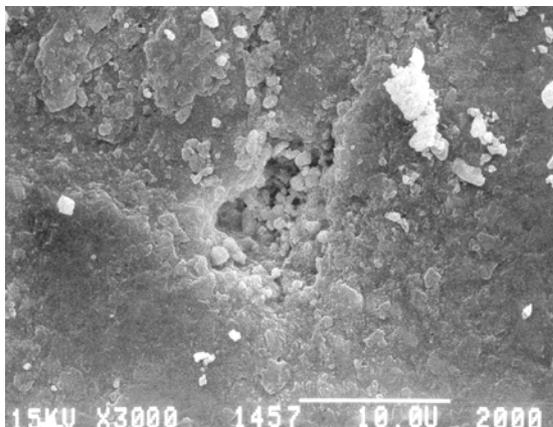


Abb. 45 Komposit E (G95/HA0/PP0), x3000

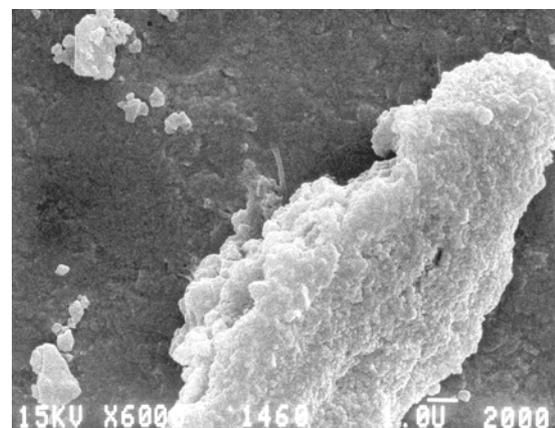


Abb. 46 Komposit F (G90/HA0/PP0), x6000

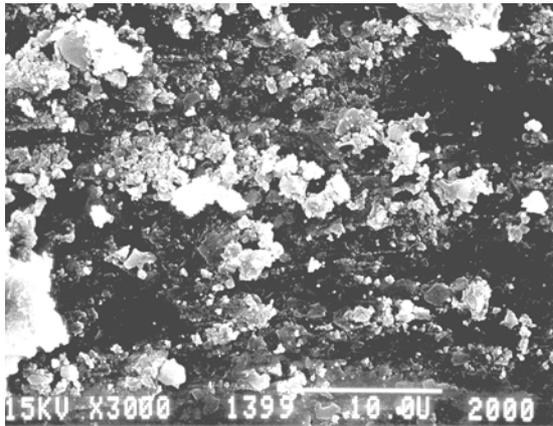


Abb. 47 Komposit ULGFS 1 (G72/PF0/S6), x3000

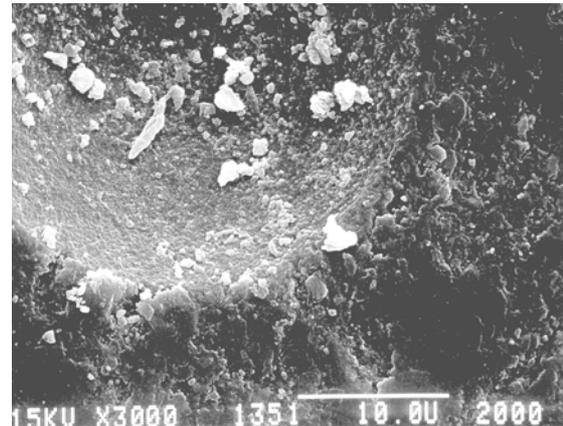


Abb. 48 Komposit ULPFS 1 (G65/PF5/S6), x3000

Bild 1

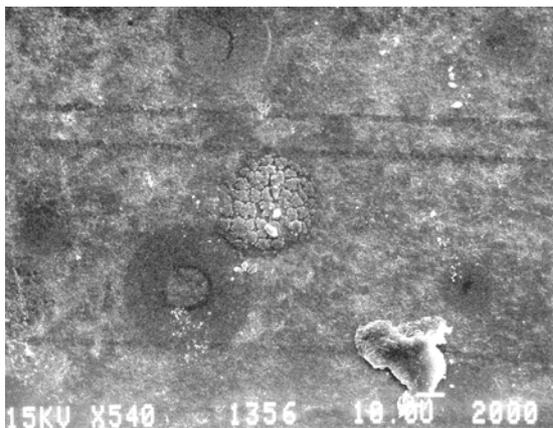


Abb. 49 Komposit ULPFS 1 (G65/PF5/S6), x540

Bild 2

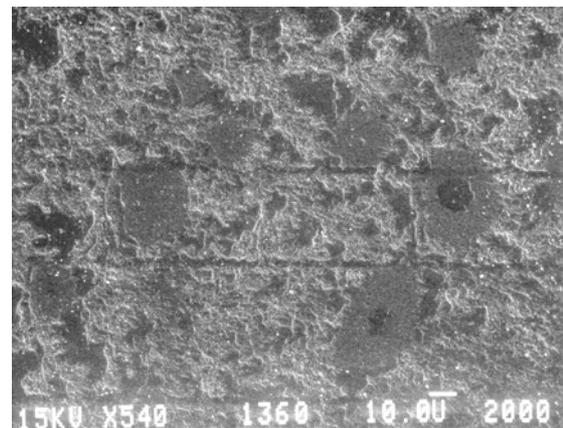


Abb. 50 Komposit ULPFS 2 (G56/PF12/S6), x540

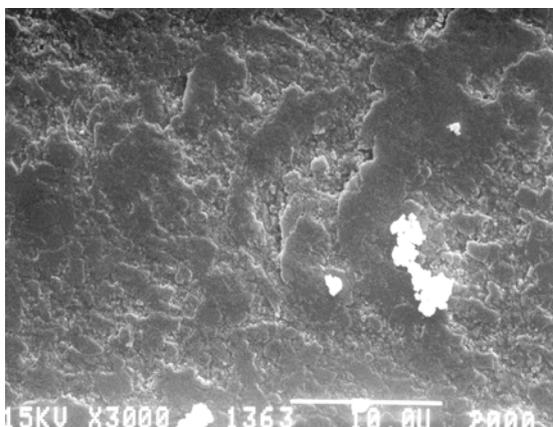


Abb. 51 Komposit ULPFS 3 (G41/PF23/S6), x3000

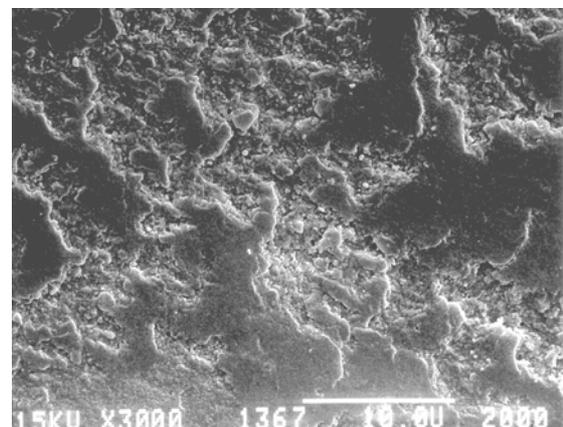


Abb. 52 Komposit ULPFS 4 (G65/PF5/S10), x3000

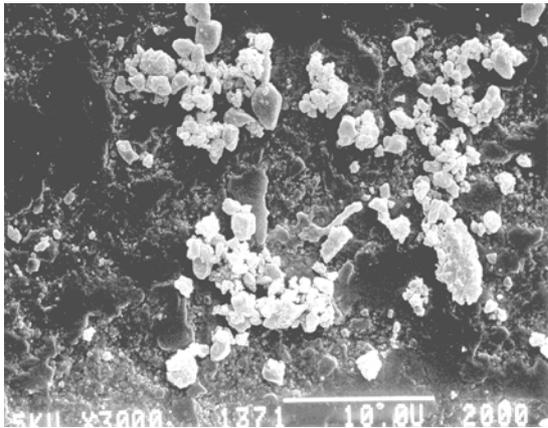


Abb. 53 Komposit ULPFS 5 (G57/PF12/S10), x3000

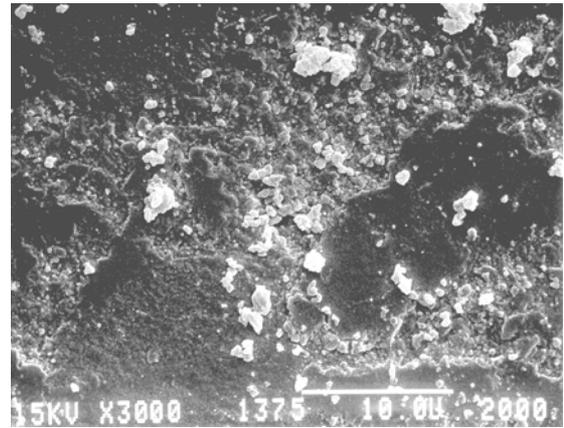


Abb. 54 Komposit ULPFS6(G43/PF23/S10), x3000

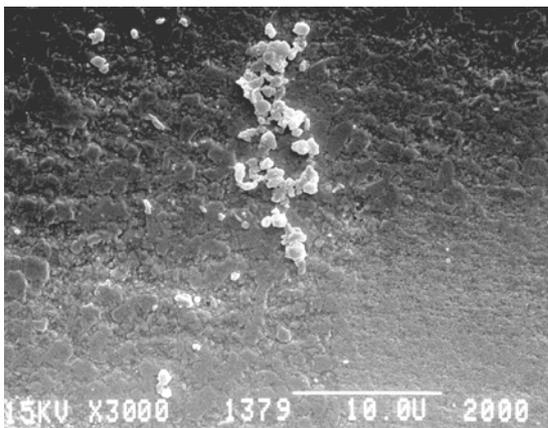


Abb. 55 Komposit ULPFS 7 (G65/PF7/S14), x3000

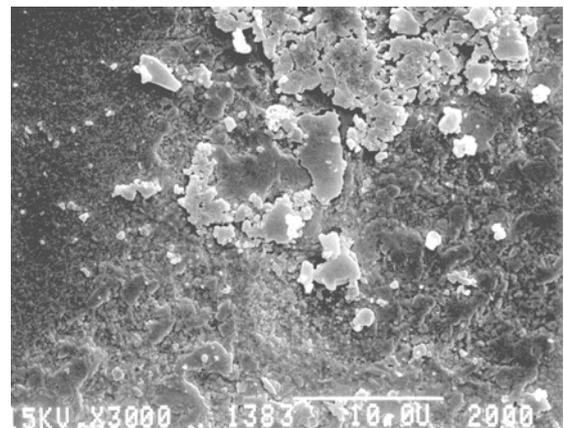


Abb. 56 Komposit ULPFS 8(G58/PF12/S14),x3000

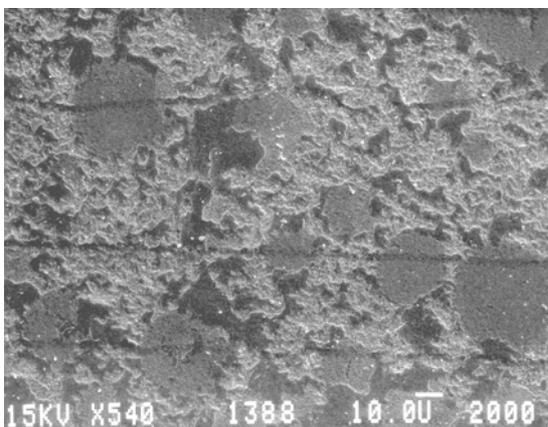


Abb. 57 Komposit ULPFS 9 (G47/PF21/S14), x 540

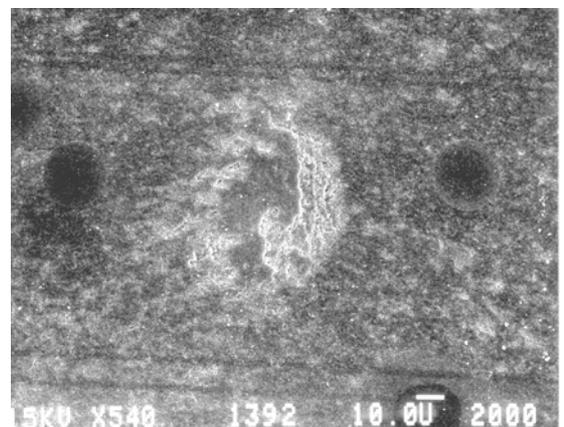


Abb. 58 Komposit ULPFS12(G57/PF12/S10), x540

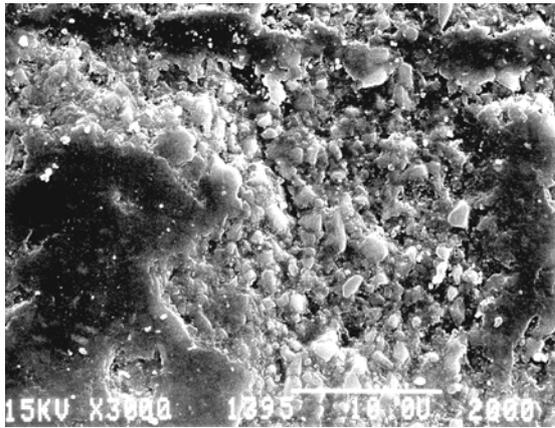


Abb. 59 Komposit ULPFS 14 (G60/PF6/S14), x3000

5.3 Korrelation der experimentellen Komposite nach Verschleißprüfung

Zur Analyse einer Korrelation der ACTA- und Fatigue-Daten wurden die Mittelwerte aller experimentellen Materialien berechnet und in einem Streudiagramm dargestellt (Abb. 60).

Die X-Achse verzeichnet den mittleren Höhenverlust der Komposite im Fatigue-Tester. Die korrespondierenden Werte der ACTA-Maschine sind auf der Y-Achse erfasst. Die Streuung der Daten zeigt keine Korrelation der Ergebnisse beider Prüfverfahren.

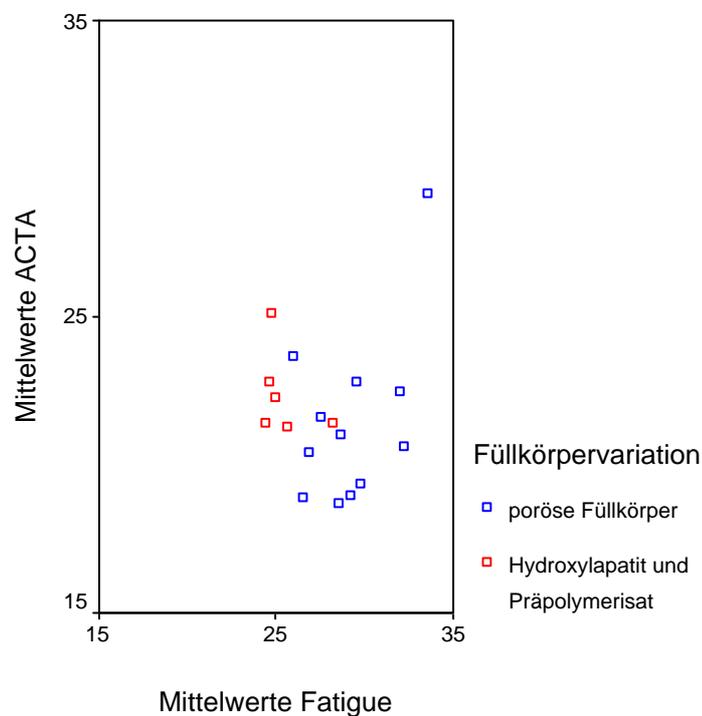


Abb. 60 Streudiagramm der Mittelwerte aller experimentellen Komposite nach Verschleißprüfung

5.4 Vergleich profilometrischer und laseroptischer Messverfahren

Zur vergleichenden Darstellung der Perthometer- und Lasermeßmethode nach Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine wurde ein Streudiagramme gewählt (Abb. 61). Auf der X-Achse ist der mittlere Höhenverlust der Materialien, der mit dem Perthometer erfasst wurde, verzeichnet. Die Y-Achse zeigt die korrespondierenden Messwerte des Laserscanners.

In der Abbildung ist eine hohe Übereinstimmung der Perthometermessungen mit dem Laserverfahren zu erkennen.

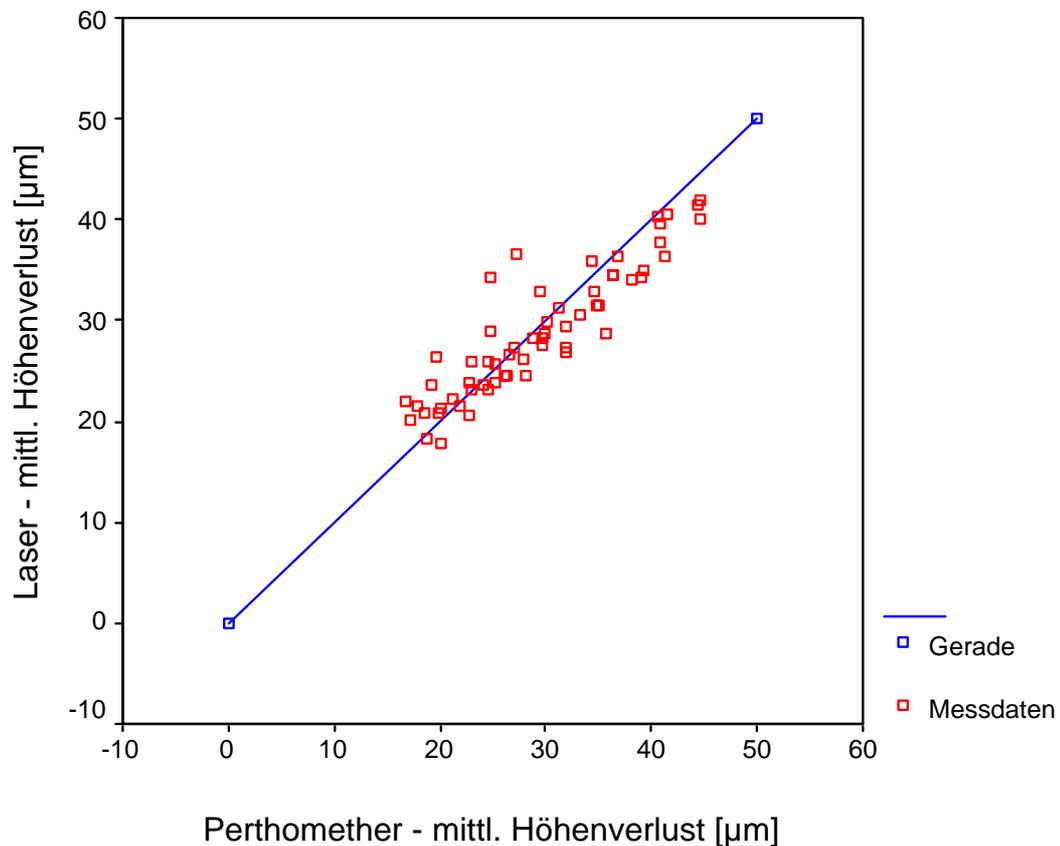


Abb. 61 Darstellung der Korrelation Perthometer- und Laservermessung nach Verschleißprüfung

5.5 Messung des Elastizitätsmoduls

Von allen mit dem Fischerscope erhobenen Materialeigenschaften (E-Modul, plastische und elastische Energie, plastische Härte, Kriechen, Relaxation, Universalhärte) wurde der Elastizitätsmodul der Materialien statistisch ausgewertet.

5.5.1 Experimentelle Komposite mit Hydroxylapatit und Präpolymerisat

Die Variation der Matrix durch Hydroxylapatit und Präpolymerisat führte zu signifikanten Unterschieden der Elastizitätsmoduli der experimentellen Komposite (Abb. 62). Der Gehalt von 5 % Hydroxylapatit und 5 % Präpolymerisat (Komposit D) zeigte einen signifikant niedrigen E-Modul gegenüber der experimentellen Gruppe. Der reine Glasfüllkörperanteil (Komposit A), bzw. das Beimengen von 5 % Hydroxylapatit (Komposit B), erhöhte den E-Modul der Materialien signifikant. Beigefügtes Präpolymerisat (Komposit C) hatte einen geringeren Einfluss auf den E-Modul als das Hydroxylapatit. Hinsichtlich der Betrachtung der Korrelation des E-Moduls mit dem Glasanteil ist festzustellen, dass 90 % reine Glasfüllkörper dem erhöhten Glasanteil von 95 % und 100 % überlegen waren.

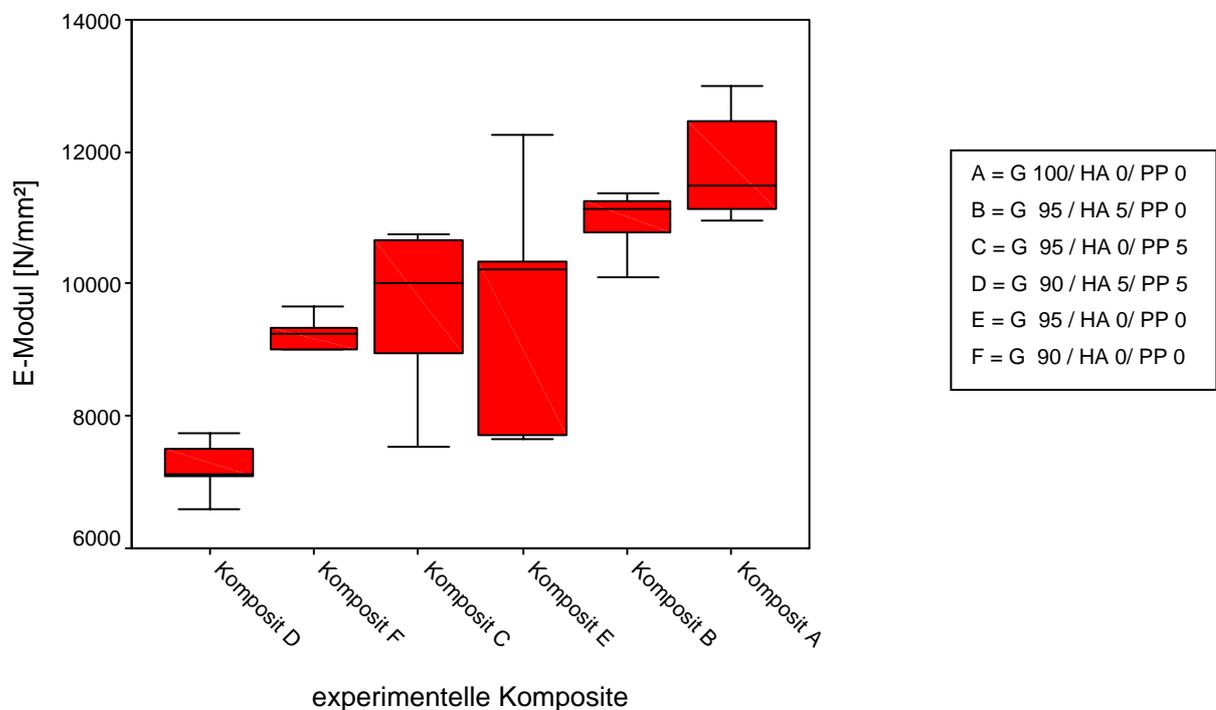


Abb. 62 Elastizitätsmodul experimenteller Komposite

Erläuterung: G = Glasfüllkörper, HA = Hydroxylapatit, PP = Präpolymerisat

5.5.2 Experimentelle Komposite mit porösen Füllkörpern

Zur Veranschaulichung der signifikant unterschiedlichen Elastizitätsmoduli der experimentellen Komposite wurden der Graphik neben den kommerziellen Ormocere Definite und Admira, auch zwei Hybridionomere Solitaire und Solitaire II hinzugefügt (Abb. 63). Diese haben einen sehr geringen E-Modul und sind aufgrund der enthaltenen porösen Füllkörper mit den experimentellen Materialien vergleichbar. Das Komposit ULPFS 5 mit einem Anteil an porösen Füllern von 12 Gew.% hatte einen signifikant geringeren E-Modul gegenüber der experimentellen Kompositgruppe. Er entspricht annähernd den Elastizitätsmoduli der kommerziellen Ormocere Definite und Admira. Auch ein sehr hoher Anteil an porösen Füllern, wie bei Material ULPFS 3 (23 Gew.%), verringerte den E-Modul des Materiales. Alle weiteren Materialien mit porösen Füllern hatten einen signifikant höheren E-Modul, unabhängig vom Anteil der porösen Füllkörper und ihrer Silanisierung. Sie erreichten E-Modul-Werte in der Größenordnung des Komposites ULGFS 1, das keine porösen Füller enthielt.

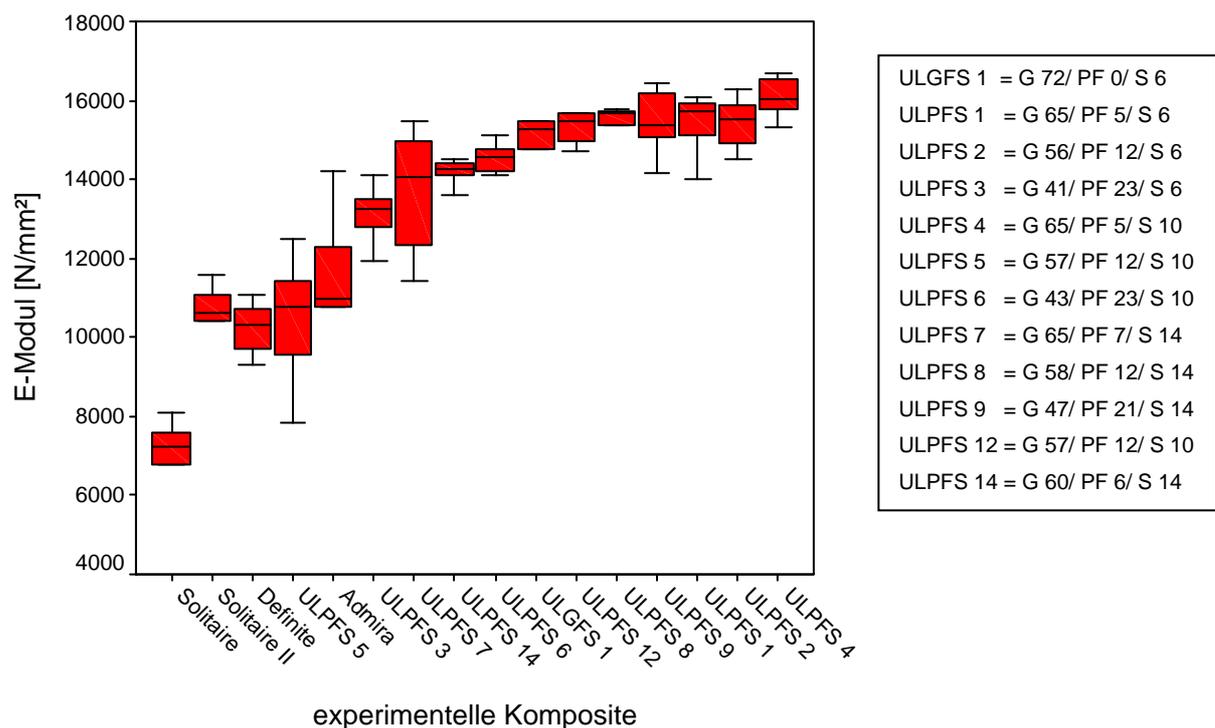


Abb. 63 Elastizitätsmodul experimenteller Komposite

Erläuterung: G = Glasfüllkörper, PF = poröse Füllkörper, S = Silankonzentration der PF

5.5.3 Kommerzielle Komposite

Zur übersichtlichen Darstellung der kommerziellen Materialien wurden sie nach ihren rheologischen Eigenschaften in Gruppen zusammengefasst.

Die Elastizitätsmoduli der Hybridionomere sind mit den E-Moduli der Ormocere und des ionenfreisetzenden Materiales Ariston pHc in der Abbildung 64 dargestellt. Alle Materialien unterschieden sich signifikant in ihren elastischen Eigenschaften. Das Komposit Prodigy erreichte den niedrigsten mittleren Elastizitätsmodul, der dem E-Modul der niedrigviskösen Materialien entsprach. Hohe E-Modul-Werte erreichte das Material Z100 sowie das, ihm verwandte, Komposit Z250.

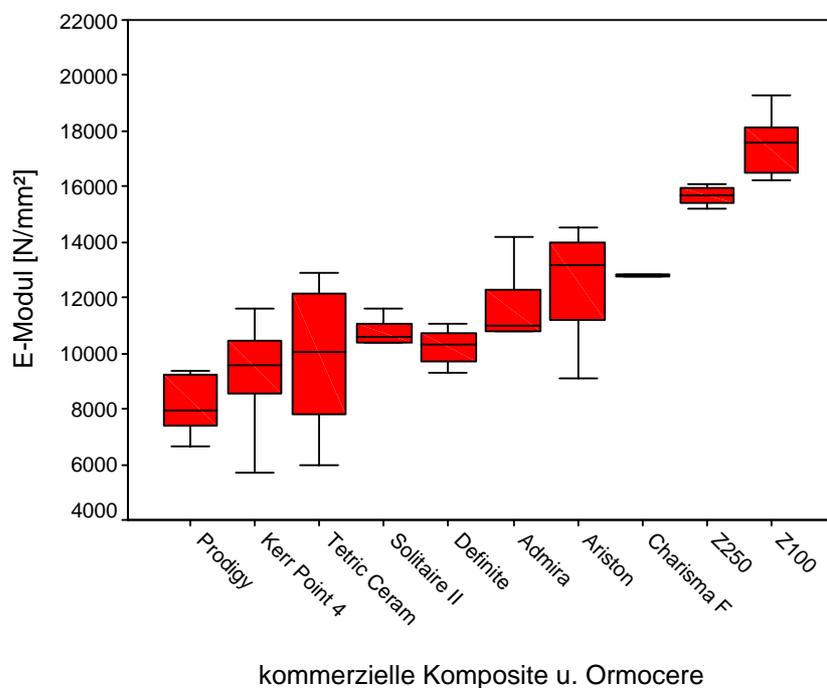


Abb. 64 Elastizitätsmodul kommerzieller Komposite

In der Gruppe der niedrigviskösen Komposite und Kompomere wurden die höchsten mittleren E-Modul-Werte für das Kompomer Compoglass flow ermittelt (Abb. 65). Sehr geringe elastische Eigenschaften mit einem E-Modul unter 6000 N/mm² waren für das Kompomer Dyract flow und die Komposite Revolution und Aelite flo zu verzeichnen. Für das Material Flowline wurde eine hohe E-Modul-Varianz gemessen.

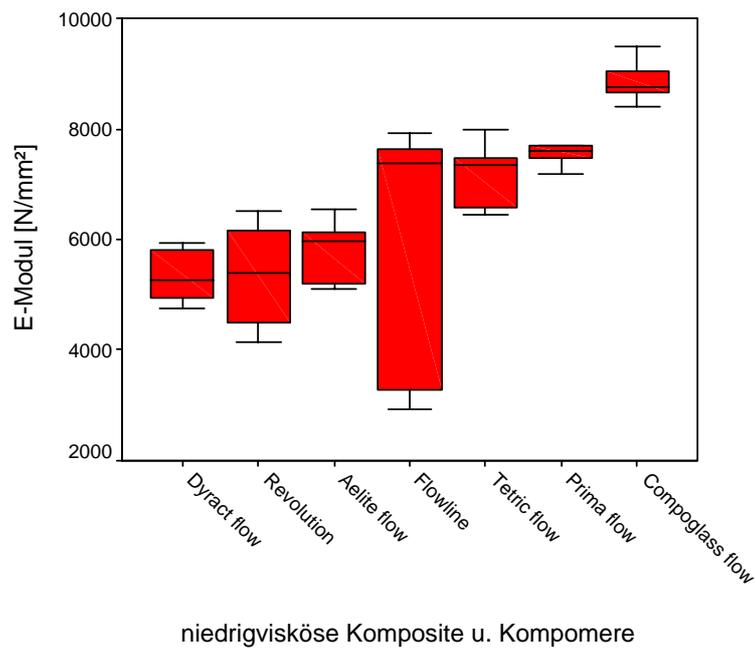


Abb. 65 Elastizitätsmodul niedrigvisköser Komposite und Kompomere

Die Graphik der hochviskösen Komposite veranschaulicht die signifikanten Unterschiede des elastischen Verhaltens (Abb. 66). Mit einem mittlerem Wert von 6000 N/mm² lagen das faserverstärkte Komposit Alert mit der Schutzschicht Protect It und das Komposit Prodigy condensable weit unter dem Komposit Alert, das einen mittleren E-Modul von etwa 18000 N/mm² erreichte.

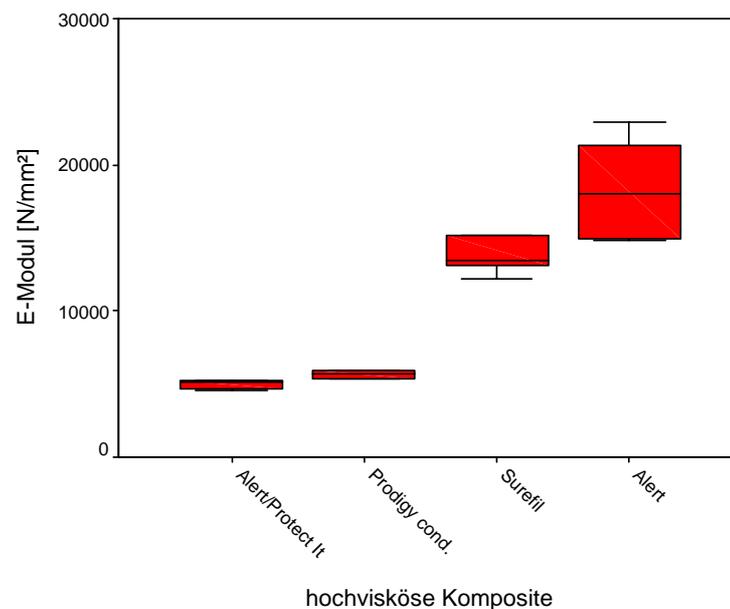


Abb. 66 Elastizitätsmodul hochvisköser Füllungsmaterialien

6. Diskussion

6.1 Methodenkritik

6.1.1 Vorbereitung der Verschleißprüfung

Die Gewährleistung standardisierter Bedingungen bei der Probenverarbeitung ist zur Qualitätssicherung der lichthärtenden Materialien unabdingbar, wenngleich in der Literatur die Herstellung und Verarbeitung der Materialproben meist unbeschrieben blieb (Tabelle 20). Zu beachten war die Vermeidung von direktem Umgebungslicht, die Verwendung einer einheitlichen Schichtstärke von 2 mm je Polymerisationsvorgang, die konstante Lichtintensität über eine Belichtungszeit von 40 Sekunden und die Lichtquelle im identischen Abstand zum Material bei allen Proben [Kunzelmann, 2001 a].

Die Nachvergütung der Probenräder im Lichtofen wird in einigen Publikationen genannt (Tabelle 20). Durch das „Überhärten“ (overcure) der Materialien wird ein hoher Durchhärungsgrad auch in tieferen Arealen erreicht [De Gee, 1994]. Die Ergebnisse De Gees [1990] im direktem Vergleich konventionell lichtgehärteter Materialien und im Lichtofen bei einer Temperatur von 125° C nachvergüteter Proben zeigten nur initial verbesserte Verschleiß-eigenschaften, die nach einigen Tagen von beiden Versuchsgruppen erreicht wurden. Vor allem in den ersten 5 bis 10 Tagen nahm die Verschleißrate der rein lichtgehärteten Materialien signifikant ab, bis nach etwa 70 Tagen die Verschleißfestigkeit der nachvergüteten Proben erreicht wurde. Zurückgeführt wurde dieser Effekt auf ein Nachlassen der Polymerisations-spannung in der Matrix, die sich initial um die Füllkörper konzentrierte. Es folgte zeitlich verzögert eine homogenere Verteilung auf die ganze Matrix. Dieser Prozess wurde durch das Nachvergüten unter Wärme beschleunigt und hielt nach dem Abkühlen an [De Gee, 1990]. Interessant sind diese Ergebnisse für indirekte Verfahren der Probenherstellung und das nachträgliche Aufbringen auf die Probenräder, gleich der Herstellung von Kompositinlays. Für das, in der vorliegenden Arbeit gewählte, direkte Aufbringen der plastischen Materialien auf das Probenrad war ein Nachvergüten aufgrund der Probenschichtstärke von 2 mm zur vollständigen Polymerisation nicht erforderlich. Dem beschriebenen Effekt des Spannungsausgleiches in der Matrix wurde mit der zweiwöchigen Wasserlagerung Rechnung getragen.

6.1.2 Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine

Bewährte Versuchsparameter der ACTA-Maschinen der ersten und zweiten Generation des tribologischen Labors der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie in München wurden für die ACTA-Maschine der dritten Generation übernommen. Auf Vorversuche konnte verzichtet werden, da das technische Prinzip und die Versuchsdurchführung sich nicht von den Vorgängermodellen unterschieden.

Unter physiologischen Bedingungen werden im Seitenzahngebiet über die Kontraktion der Kaumuskulatur Kraftfelder aufgebaut, die lokal bis zu 800 N bemessen [Lehmann, 1993]. Die einwirkenden funktionellen Kräfte unter okklusalem Kontakt sind nach Körber [1995] mit durchschnittlich 15- bis 20 N deutlich geringer, als die im Bereich der parodontalen Schmerzgrenze gemessenen maximalen Kaukräfte. An der verwendeten ACTA-Maschine ist es möglich den Anpressdruck, mit dem die Mantelflächen der beiden Probenräder aneinander gepresst werden, über seitliche Gewichte zu erhöhen. In den meisten publizierten Versuchsaufbauten wurden in den vergangenen Jahren ebenfalls 15 N Belastung gewählt, um die klinisch relevante mittlere Kaubelastung zu simulieren (Tabelle 20).

Der Slip bezeichnet den relativen Geschwindigkeitsunterschied der beiden Mantelflächen des Agonisten- und Antagonistenrades, über den maßgeblich die Dicke des zwischenliegenden Flüssigkeitsfilmes beeinflusst werden kann. Pallav [1993] konnte mit einer stufenweisen Variation des Slipwertes von 0- bis 90 % in der ACTA-Maschine zeigen, dass ein Geschwindigkeitsunterschied von 100 %, der ein rotierendes und ein stehendes Rad bedeutete, bei einer Belastung von 15 N zu einer Berührung der Mantelflächen führte. Der dickste Flüssigkeitsfilm wurde hingegen bei gleicher Geschwindigkeit und gegensinniger Rotation beider Räder erreicht, der als Slip von 0 % bezeichnet wurde. Je dünner der Flüssigkeitsfilm zwischen beiden Rädern war, desto größer war der Verschleiß der Materialproben [De Gee, 1994]. Aufgrund dieser Erkenntnisse wurde für alle ACTA-Versuchsreihen der vorliegenden Arbeit ein Slip von 15 % gewählt, der einen Flüssigkeitsfilm zwischen beiden Rädern ohne Kontakt der Mantelflächen zulässt.

Das Zwischenmedium ist demnach ein entscheidender Versuchsparameter in der ACTA-Maschine. Als Umgebungsmedium wurde eine Suspension aus gemahlenden Hirsesamen und destilliertem Wasser verwendet. Zahlreiche Publikationen haben sich mit der Zusammensetzung des Umgebungsmediums in der ACTA-Maschine beschäftigt (Tabelle 20). Es wurden Suspensionen gewählt, da sie in ihrer Konsistenz der klinischen Situation am nächsten kommen. In den ersten ACTA-Versuchen wurden von De Gee [1986] und Pallav [1988, 1989] die Variation natürlicher und synthetischer Materialien verwendet. Reis wurde als weiches

Abrasivum und die Hülsen der Hirsesamen als Analogon harter faseriger Nahrungsbestandteile beigefügt. Die Zugabe von synthetisierten PMMA-Perlen führte zu einer Abnahme der Verschleißrate. Vermehrter Verschleiß wurde durch die experimentelle Zugabe von Al_2O_3 erreicht [Pelka, 1998]. Als Zwischenmedium hat sich die Verwendung einer Suspension aus Hirsesamen und Wasser in der ACTA-Maschine mittlerweile als Standard etabliert, unter Berücksichtigung folgender Aspekte:

Hirsesamen: Hirse ist ein Analogon natürlicher faseriger Nahrungsbestandteile. Eine Suspension aus Hirsesamen und Wasser bewirkt ein klinisch relevantes Verschleißverhalten [De Gee, 1986]. Während des Versuches lösen sich Phytolithe, die aus aufgenommenen Mineralresten bestehen und bei Austrocknung pflanzlicher Strukturen ausgefällt werden [Gügel, 1998]. Diese sogenannten „Pflanzensteine“ sind, nach anfänglicher Einweichung der harten abrasiven Zellulosefasern der Samen, hauptverantwortlich für den Verschleiß.

Charge: Verschleiß steht im direkten Zusammenhang mit der verwendeten Hirsecharge [De Gee, 1986]. Vergleichbare Datensätze werden nur bei einer verwendeten Charge und identischem Verarbeitungsmodus erreicht [Kunzelmann, 1996].

Verarbeitung: Die Standardisierung der Hirsesamensuspension ist Voraussetzung, da die Ausgangskornverteilung den Verschleiß beeinflusst [Schnabel, 1995].

Mediumwechsel: Der aus den Hirsesamen gelöste Fettanteil (Fettgehalt von 4 %) führt über die Versuchsdauer zur Ausbildung einer Fettschicht auf den Mantelflächen der Probenräder [Pallav, 1993]. Durch den Wechsel der Suspension nach je 50 000 Zyklen wird dieses Phänomen verhindert.

pH-Wert: Ein Abfall des pH-Wertes, induziert durch bakterielle Zersetzung des Mediums, kann die Säurelöslichkeit der Materialien erhöhen [De Gee, 1994]. De Gee löste dieses Problem durch den Zusatz einer Pufferlösung [De Gee, 1994]. Der Wechsel der Suspension nach 50 000 Zyklen verhindert ebenfalls einen großen Abfall des pH-Wertes.

Die Zyklenzahl wurde in den publizierten Versuchsreihen unterschiedlich angesetzt (Tabelle 20). Entscheidend für die Auswahl ist das gewählte Zwischenmedium, das aufgrund seiner Abrasivität auf den Verschleißmechanismus Einfluss nimmt. Mit der Anzahl von je 200 000 Zyklen wird mit der verwendeten Hirsesamen/Wasser-Suspension eine auswertbare Abrasionsspur erzeugt, wie auch Publikationen mit analogem Versuchsaufbau zeigten [Bauer

1995, 1996]. Die Versuchsreihen der Universität Erlangen wurden durchgehend mit 100 000 Zyklen in einer Hirsesamen/Wasser-Suspension durchgeführt [Pelka, 1996; Pelka 1998; Krämer, 1997; Reich, 1998; Sindel, 1998]. Abweichungen ergaben sich bei der Verwendung humaner Schmelz- und Dentinproben, da keine ausreichende Spurtiefe auf dem Probenrad erzeugt werden konnte. Mit der Beimengung abrasionsfördernder Aluminiumoxid-Perlen wurde bei gleicher Umdrehungszahl die Verschleißspur vermessbar [Pelka, 1998]. Dabei wurde jedoch der von De Gee [1994] genannte wichtige Versuchsparameter im Dreikörperverschleiß, nahrungsähnliche Materialien zu verwenden, modifiziert. Alternativ wurden in weiteren Publikationen mit einer Erhöhung der Zyklenzahl [Gügel, 1998] oder der Prüflast auf 20 N [Graf, 2002] bei Beibehaltung der Hirsesamen/Wasser-Suspension klinisch relevante Verschleißdaten und Verschleißmuster erreicht.

6.1.3 Verschleißprüfung im Fatigue-Tester

Die zyklische Belastung der Probenoberfläche im Fatigue-Tester ist eine einfache und zuverlässige Methode Oberflächenermüdung hervorzurufen [Kunzelmann, 1998 a].

Bei den plastischen Füllungsmaterialien variiert der Elastizitätsmodul abhängig von Füllkörper- und Matrixanteil. Im Fatigue-Tester wird bei einem niedrigen E-Modul der Antagonist vermehrt in die Probenoberfläche eingedrückt. Der Lauf des Rades wird dadurch unregelmäßig. Um diesen Effekt auf ein Minimum zu reduzieren, sollten Materialien mit vergleichbaren Elastizitätsmoduli auf einem Probenrad getestet werden.

Grünwald [2001] beschrieb, dass eine Zahl von 200 000 Zyklen im Fatigue-Tester nicht genug war, um eine ausreichend tiefe Verschleißspur des Antagonistenrades auf der Probenoberfläche zu hinterlassen. Der Verschleiß war gegenüber dem Höhenverlust in der ACTA-Maschine bei gleicher Zyklenzahl um etwa die Hälfte geringer. Die von ihm vorgeschlagene Erhöhung auf 400000 Zyklen wurde daher übernommen.

Während der Versuchsdauer wurde das, mit dem unteren Anteil durch die Wasserwanne laufende, Probenrad nicht angehalten. Allein über den Spüleffekt sollten die sich lösenden Materialanteile von der Oberfläche entfernt werden. Durch das ständige Nachfüllen des Flüssigkeitspegels und die Reinigung der Wanne nach jeder Versuchsdurchführung wurde weitestgehend ausgeschlossen, dass zu dem reinen Wasser eine abrasive Komponente durch aufgenommene Verschleißpartikel hinzukam. Ein Metallabrieb am Antagonistenrad ist anzunehmen, da die Mantelfläche des Antagonistenrades hochglänzend war und bei Betrachtung der Verschleißspur auf den Probenrädern der mediane Anteil dunkel eingefärbt war. Die von Grünwald [2001] erwähnte Graufärbung der in der Wanne aufgenommenen Verschleißdebris

war nach Versuchsdurchführung gering. Die Graufärbung der Debris ist auf die Zusammensetzung aus Komposit- und Metallanteilen zurückzuführen.

Aus der zu Versuchsbeginn punktuellen Auflage des Antagonistenrades wird über die Zyklenzahl eine lineare Fläche, die wiederum über eine breitflächigere Verteilung den Druck sinken lässt. Der Verschleiß je Zeiteinheit nimmt somit tendenziell ab. Der von Grünwald [2001] vorgeschlagene Wechsel des Antagonistenrades nach jedem Durchgang würde dieses Problem vermindern. Durch diesen Wechsel wird jedoch die Achse des zuvor parallel zur Oberfläche der Proben eingestellten Antagonistenrades jeweils leicht verändert. Dies führt im Übergangsbereich der Verschleißspur zur Referenzfläche zu vermehrter Druckbelastung und Scherkräften. Aus diesem Grund wurde in der vorliegenden Arbeit ein Antagonistenwechsel erst nach der vollständig abgelaufenen Zyklenzahl je Probenrad vorgenommen.

Retrospektiv sind Fehlerquellen im Achsensystem des Fatigue-Testers nicht ausgeschlossen. Eine Materialermüdung des Achsensystems, über die das Probenrad bewegt wird, ist bei der ständigen Belastung mit 45 N nicht auszuschließen. Um ein unregelmäßiges Laufen der Achse zu vermeiden, sollte sie bei langer Beanspruchung überprüft werden.

6.1.4 Vergleich profilometrischer und laseroptischer Messverfahren

Für die quantitative Bestimmung von Oberflächenveränderungen nach Verschleißprüfung haben sich verschiedene Methoden etabliert [Krejci, 1994] (Tab. 14).

VERSCHLEISSMESSVERFAHREN IN DER ZAHNMEDIZIN	
Optische Messverfahren	Laserinterferometrie Holographie Stereofotogrammetrie Reflex-Mikroskopie Moiré-Topographie Replikaschnitte Stereomikroskopie 3-Koordinaten-Tisch 3D-Mikroskopie Occlusal mapping Laserscanning
Rasterelektronenoptische Messverfahren	Stereofotogrammetrie Füllerhöhe Kavitätenwandhöhe
Volumetrische Messverfahren	Volumetrie
Mechanische Messverfahren	Profilometrie 3-Achsen-Mikrometrie
Mechanische computergestützte Messverfahren	MTS-Extensometer (Minnesota) MC-GCM-System (Michigan) 3D-Scanner (Zürich)

Tab. 14 Einteilung der Verschleißmessverfahren nach zugrundeliegendem Sensorprinzip [Krejci, 1994]

Bei der dreidimensionalen Erfassung der Verschleißspur nach Versuchsdurchführung in der ACTA-Maschine und dem Fatigue-Tester haben sich mechanische Messverfahren aufgrund des großen vertikalen Messbereiches und der relativen Unabhängigkeit von der Oberflächenbeschaffenheit etabliert [Pelka, 1993].

Die profilometrische Auswertung der Verschleißspur wurde von zahlreichen Autoren publiziert und gilt als Standardverfahren zur Datenerhebung nach Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine [De Gee, 1994]. Nähere Angaben zu den benützten Tastern der Oberflächenerfassung wurden häufig nicht gemacht (Tab. 20). In den beschriebenen Fällen wurde entweder eine Abtastspitze eingespannt [Pallav, 1988; De Gee, 1990; De Gee, 1994] oder eine Abtastkugel verwendet [Bauer, 1995; Schnabel, 1995]. Zur Vermessung der ACTA- und Fatigue-Probenräder kamen beide Methoden in der vorliegenden Arbeit zur Anwendung.

Die Verschleißspur der ACTA-Probenräder konnte mit Hilfe der Kugel erfasst werden (Abb. 67). Das Signal/Rauschverhältnis ist gegenüber der Abtastspitze aufgrund geringerer Auslenkung klarer. Für den Fatigue-Tester ist wegen der geringen Spurbreite von durchschnittlich 1 mm die vollständige Abtastung nicht gewährleistet, da die Abtastkugel sie mit ihrem Durchmesser von 3 mm nicht erfassen kann. Mit Hilfe der Abtastspitze wurde dies umgangen (Abb. 68).

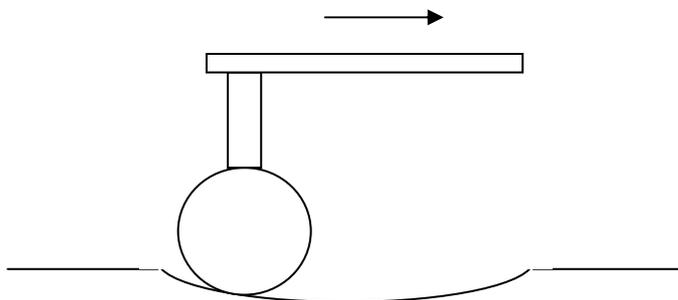


Abb. 67 Perthometerabtastung der Spurbreiten von ACTA-Rädern mit einer Abtastkugel

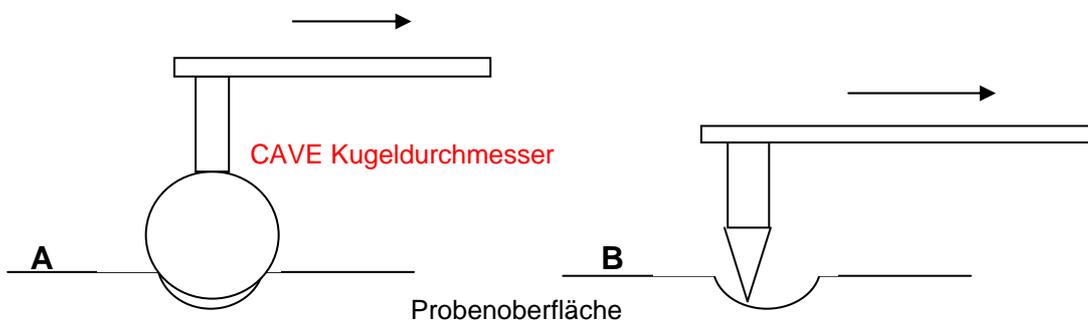


Abb. 68 Perthometerabtastung der Spurbreite von Fatigue-Rädern mit einer Abtastkugel (A) und mit einer Abtastspitze (B)

Nachteilig ist die Gefahr der Verwindung der Spitze in Abtastrichtung oder die Torsion senkrecht zur Abtastrichtung. Des Weiteren können, bedingt durch die Geometrie der Spitze mit ihrem Öffnungswinkel von 90° , Fehler bei der Erfassung von Bereichen mit einem Öffnungswinkel größer 45° auftreten [Pelka, 1995]. Bei wiederholten Messungen kann zudem eine Veränderung der Oberfläche durch die Diamantspitze nicht ausgeschlossen werden [Pelka, 1993].

In seiner Publikation zu Messfehlern in der mechanischen Profilometrie wies Pelka [1993] darauf hin, dass das Verfahren Daten mit sehr hoher Genauigkeit in Bezug auf Rauigkeitsveränderungen liefert. Nach Herstellerangaben liegt die Genauigkeit beim Perthometer unter $0,1 \mu\text{m}$. Er gab jedoch zu bedenken, dass sich, neben der bereits angesprochenen Problematik, weitere Faktoren wie Schrittmotorverluste und Eichung des Tasters als Fehlerquellen summieren. Zudem werden seiner Ansicht nach Vertiefungen bei der Erfassung zu klein und Erhebungen zu groß wiedergegeben. Diese Beobachtung hatte für die Errechnung des relativen Höhenverlustes gegenüber der Referenzebene bei der vorliegenden Studie keine Relevanz. Der zeitliche Aufwand der Messmethode ist jedoch immens. Je Rad muss mit einer Vermessungsdauer von 24 Stunden gerechnet werden.

Ein Ziel der vorliegenden Arbeit war es den zeitlichen Aufwand der Probenvermessung bei gleicher Präzision und Reproduzierbarkeit zu verkürzen. Das Verfahren der dreidimensionalen Laserabtastung mittels des von Mehl [1996] entwickelten Triangulationssensors wird zur routinierten Verschleißquantifizierung verschiedener Verschleißprüfverfahren bereits angewandt [Kunzelmann, 2001 b]. Die Genauigkeit von bis zu $1 \mu\text{m}$, das Vermessen von Oberflächenpunkten in etwa 20 bis 40 Sekunden, sein großer Höhenmessbereich und die modularen Adaptionsmöglichkeiten an variable Objektgrößen werden als Vorteile gegenüber den mechanischen Sensoren genannt [Mehl, 1996]. Mit Hilfe der für diese Studie entwickelten Messvorrichtung zur vertikalen Lagerung der Probenräder und der Gleichschaltung eines Schrittmotors wurde es ermöglicht fortlaufend gekrümmte Oberflächen zu erfassen. Durch die Rotation des Probenrades wird daher jeweils nur ein planer linearer Bereich mit vernachlässigbarer Oberflächenkrümmung vermessen. Der Schritt einer Replika-Herstellung der Verschleißspur durch Abdrucknahme und Gipsmodellherstellung, wie sie exemplarisch zur Erfassung klinischer Füllungen oder gekrümmter Oberflächen durchgeführt wird [Mehl, 1997], konnte umgangen werden.

Zur Vermeidung der Reflexion der Lichtlinien auf den transparenten Kompositoberflächen wurde ein Sublimat aufgetragen [Mehl, 1996], das eine monokristalline Schicht auf der Oberfläche bildet. Trotz gleichbleibend dünner Schicht kann eine Anhäufung des Sublimates in

den Übergängen der Referenzebenen zur Abrasionsspur und in Oberflächenvertiefungen nicht ausgeschlossen werden. Dadurch kann es zu einer Minimierung des relativen Höhenverlustes kommen. Die mit dem Perthometer und dem Laser erfassten Höhenreliefe unterschieden sich durch das aufgetragene Sublimat nicht signifikant voneinander. Das Sublimat ist somit als Parameter in der Laserversmessung vernachlässigbar (Abb. 69).

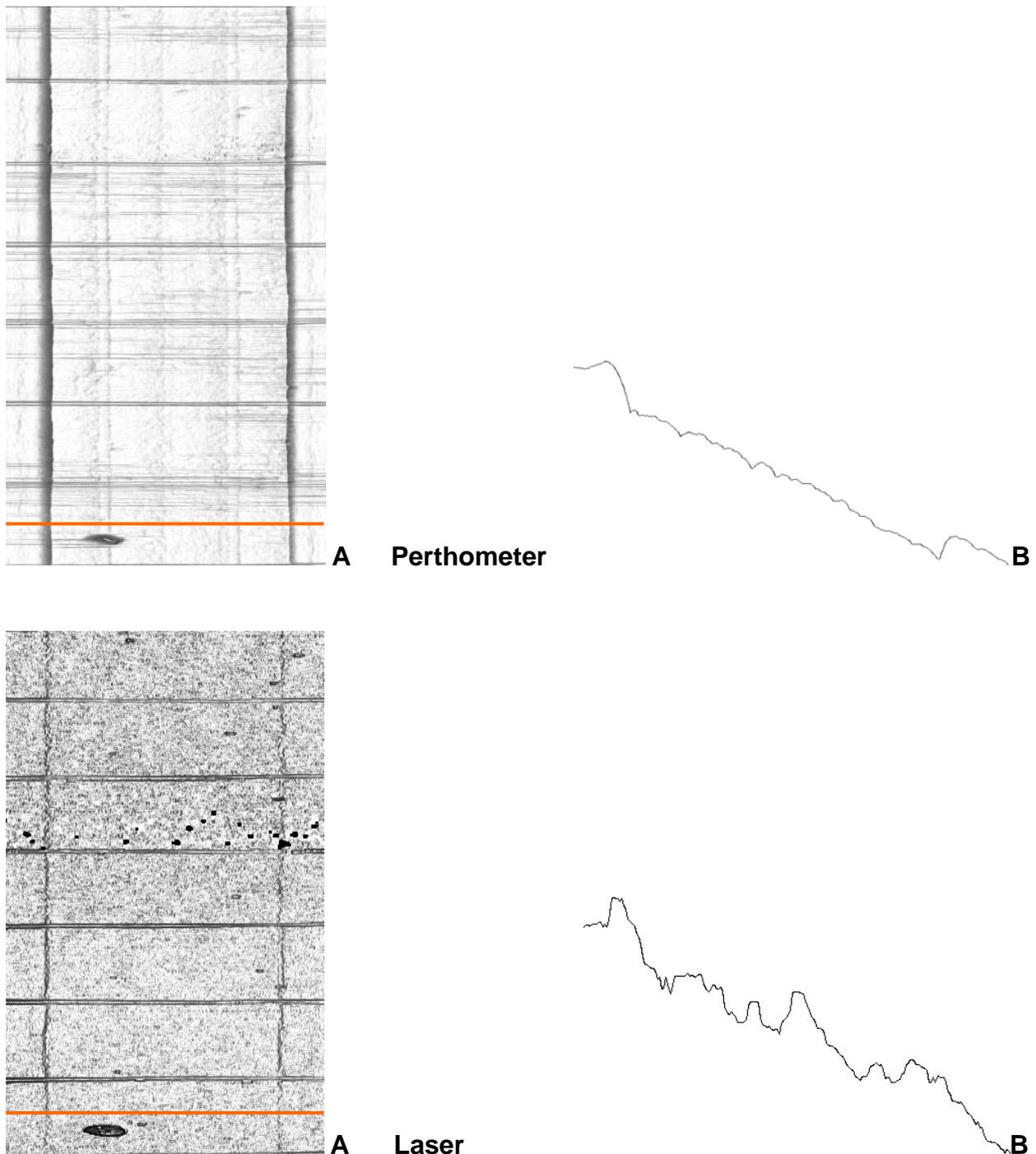


Abb.69 Die generierten Computerbilder (A) mit Höhenrelief (B) der ausgewählten Schnittebene (rot) aus der Perthometer- und Laserabtastung einer Probenoberfläche

In Hinblick auf die Auswertbarkeit der generierten dreidimensionalen Bilder an der Unix-Station haben sich zwischen beiden Messverfahren keine Unterschiede ergeben. Die Kalibrierung des Lasers mit der vorhandenen Auswertungssoftware gelang problemlos und Datenverluste traten nicht auf.

Die statistische Auswertung der Messdaten zeigte eine Korrelation der Laser- und Perthometermessdaten bei der Erfassung der ACTA-Verschleißspur. Das Auftragen des Sublimates auf die Probenoberfläche hatte nach statistischer Bewertung der Radproben keinen Einfluss auf die Reproduzierbarkeit der Laserabtastung.

Es ist zu berücksichtigen, dass ein relevanter Unterschied beider Meßmethoden nur hinsichtlich der Datenkorrelation der Methoden von Bedeutung ist. Ein Vergleich beider Messmethoden ist notwendig, um eine Kalibrierung der neuen Meßmethode mit der alten Meßmethode zu erreichen und die damit erhaltenen Höhenverluste mit dem Perthometerdatenpool vergangener Versuchsreihen vergleichbar zu machen.

Ausschlaggebend für die Bewertung der Messmethode sind die erfassten mittleren Höhenverluste innerhalb eines Probenrades. Die Oberflächenstruktur muss mit reproduzierbarer Präzision für die gesamte Mantelfläche des Probenrades wiedergegeben werden und nach Ausblendung von Artefakten vermessbar werden. Die Laservermessung erfüllt diese Voraussetzungen. Ein routinierter Einsatz der Messmethode zur Auswertung der ACTA- und Fatigue-Probenräder sollte in weiteren Versuchen mit dem Perthometer vergleichend angewendet werden.

6.2 Evaluation der Verschleißprüfung und der elastischen Eigenschaften

6.2.1 Tribologische Erklärungsmodelle zum Verschleiß

Nach Kunzelmann [1996 b] setzt sich der Verschleiß der Füller/Matrix-Einheit aus dem reinen Matrixverschleiß, dem Füllkörperverschleiß, dem Füllkörperausriss und dem Lösen größerer Verschleißpartikel zusammen. Der Füllkörperverlust wird von verschiedenen Füllkörpereigenschaften beeinflusst. Von Bedeutung sind dabei die Größe der Füllkörper, ihre Form und Struktur, der Volumengehalt an Füllkörpern in der Matrix sowie die Verbundstärke der Füllkörper/Matrix-Einheit. Die mikromorphologischen Mechanismen des Verschleißes lassen sich jedoch keinem standardisierten Muster zuordnen. Vielmehr setzen sie sich aus Einzelbeobachtungen zusammen, aus denen sich Theorien zum Verschleiß ableiten lassen.

Zur Bewertung der Ergebnisse der vorliegenden Arbeit waren eine detaillierte Literaturstudie notwendig, um das Verschleißverhalten der Materialien und die beobachteten Oberflächenveränderungen in Relation zu publizierten Erklärungsmodellen zu setzen und zu bewerten. Ziel ist es die Schwachpunkte des Füllkörper-Matrix-Systems der experimentellen Materialien zu extrahieren. Es ergaben sich folgende hypothetischen Fragestellungen:

- (I) Welchen Einfluss hat der Elastizitätsmodul eines Komposites?
- (II) In welchen Zusammenhang stehen der Elastizitätsmodul und der Mikromechanismus des Verschleißes von Kompositen?
- (III) Wie beeinflussen Füllkörper den Verschleiß der Oberfläche von Kompositen?
- (IV) Gibt es ein Füllkörperoptimum in Bezug auf die Verschleißfestigkeit?
- (V) Wie beeinflussen Füllkörper, vor allem Füllkörpertyp, die Rissmechanik beim Verschleiß unterhalb der Oberfläche eines Komposites?
- (VI) Welche Rolle beim Verschleiß eines Komposites spielt die Füllkörper/Matrix-Einheit und die Silanisierung von Füllkörpern?

Ad (I)

Unter antagonistischem Kontakt wird, abhängig vom Verhältnis der angewandten Kraft (F) zur belasteten Fläche (A), Druck auf der Kompositoberfläche erzeugt. Durch diesen punktuellen Druck wird unterhalb der belasteten Oberfläche ein Hertzsches Spannungsfeld induziert, in dem sich die Kraft verteilt.

Mit der Zusammensetzung der Komposite wird der Elastizitätsmodul (E-Modul) eines Materiales variiert. Der E-Modul der Füllkörper und der Matrix unterscheiden sich in ihrer Höhe beträchtlich [Suh, 1986]. Es sind zwei unterschiedlich elastische Phasen in einem Komposit enthalten. Nach Braem [1989] kann der E-Modul eines Materiales sowohl über die Erhöhung des Matrixanteiles als auch des Füllkörpervolumenanteiles variiert werden. Eine schrittweise Erhöhung des Füllkörperanteiles läßt den Elastizitätsmodul eines Komposites exponentiell ansteigen (Abb. 70). Eine Zunahme des Elastizitätsmoduls reduziert die Kontaktfläche, der Druck erhöht sich. Umgekehrt führt eine Abnahme zu einer Kontaktflächenerhöhung und der Druck verringert sich.

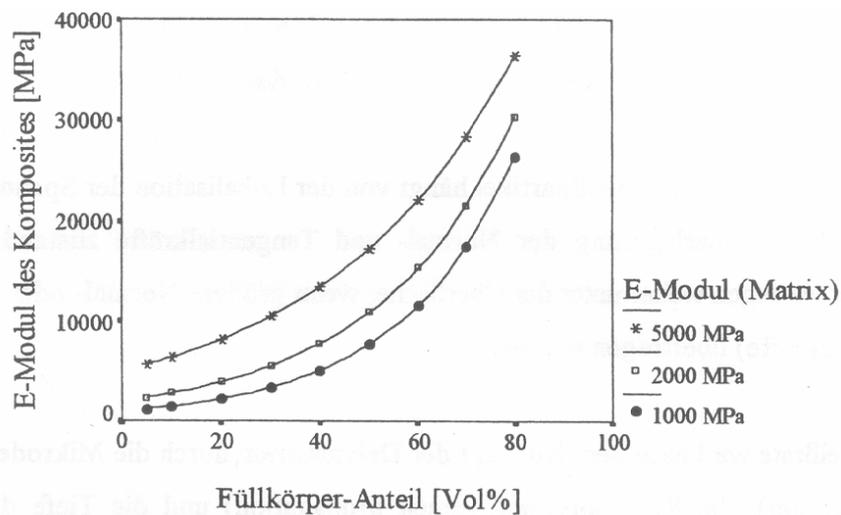


Abb. 70 Der Einfluss des Füllkörperanteiles auf den E-Modul eines Komposites [Kunzelmann, 1996 a]

In Einklang mit diesen Beobachtungen zeigte Kunzelmann [1996 b] anhand einer Finite-Elemente-Studie, dass Materialien mit hohem E-Modul das Maximum der Hertzschen Spannung nahe der Oberfläche haben. Bei Materialien mit niedrigem E-Modul hingegen liegt das Maximum der Hertzschen Spannung tiefer unter der Oberfläche (Abb. 71).

Bezogen auf die Oberflächenermüdung eines Materiales werden aufgrund dieses Phänomens bei unterschiedlich hohen Elastizitätsmoduli größenvariierte Verschleißpartikel hervorgebracht. Je höher der E-Modul eines Materiales ist, desto kleiner werden die Verschleißfragmente [Kunzelmann, 1996 b].

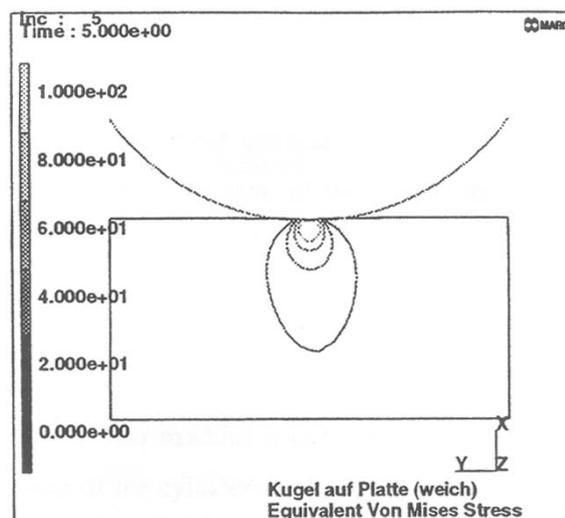


Abb. 71 Darstellung eines Hertzschen Belastungsfeldes [Kunzelmann, 1996 b]

Ad (II)

Im Einklang zu diesen Erkenntnissen stehen die Beobachtungen von Suh [1986]. Sein Verschleißmodell beschreibt den Verschleiß unter Kontakttrieb als „delamination wear“. Die Delaminationstheorie geht davon aus, dass durch Zerrüttung der Oberfläche unter Kontakttrieb eine Abblätterung von großen Verschleißpartikeln erfolgt (Abb. 72). Kunzelmann [1996 a] ordnet diese Annahme als Teilaspekt der Oberflächenzerrüttung durch Mikrofatigue zu.

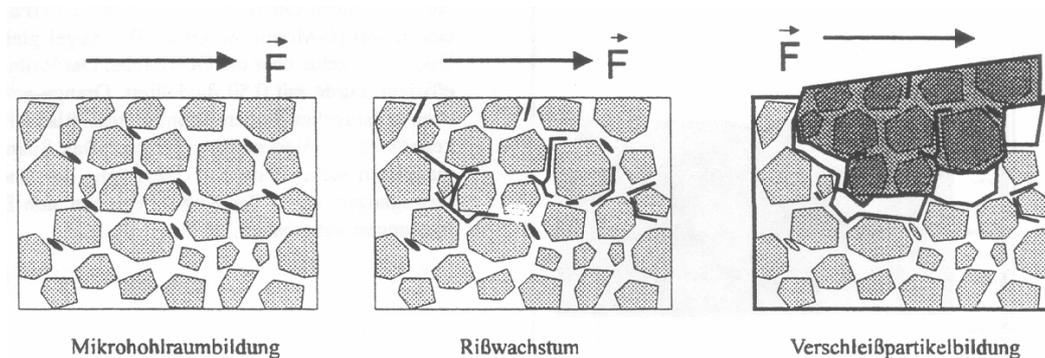


Abb. 72 Die Delaminationstheorie nach Suh [1986]

Der nach Suh [1986] zugrunde liegende Mikromechanismus wird durch die elastische und plastische Verformung des Materiales unter zyklischer Belastung hervorgerufen. Sobald Scherkräfte auf die Oberfläche einwirken, deren Belastung höher als die Zugfestigkeit des Materiales sind, kommt es abhängig vom E-Modul des Materiales zu vertikalen Rissen in der Materialoberfläche. Parallel verlaufende Risse in der Matrix hingegen resultieren aus den unterschiedlichen Elastizitätsmoduli der Füllkörper und der Matrix. Durch die Scherbelastung bauen sich variierende Druck- und Zugspannungen um den Füllkörper auf, die zu Hohlraumbildung (void nucleation) unterhalb der Oberfläche führen. Die Hertzischen Spannungsfelder sind mit ihren Maxima für ein Fortschreiten des Rißwachstums unterhalb der Oberfläche verantwortlich, bis vertikale Risse sich mit ihnen vereinen. Letztendlich kommt es bei weiterer Belastung zu einem Lösen des Verschleißpartikels und er wird zwischen den Flächen abtransportiert. Die Zone der Mikrohohlraumbildung liegt in Abhängigkeit vom Elastizitätsmodul unterschiedlich tief [Kunzelmann, 1996 b]. Unter Vernachlässigung der Zeit entstehen bei einem hohen E-Modul des Materiales oberflächennahe Spannungmaxima mit sich lösenden kleinen Verschleißpartikeln und kleinen Oberflächendefekten. Bei geringem E-Modul werden große Verschleißpartikel gelöst, deren Verlust große Mikrodefekte der Oberfläche hinterlässt.

Als vom Elastizitätsmodul abhängige Größe wird der Verschleiß eines Materiales durch die Menge an Mikrohohlräumen, der Tiefe der Hohlraumbildung und dem Fortschreiten vertikaler und paralleler Risse getragen.

Ein weiterer Aspekt wurde von Leinfelder [1985] bezüglich der Entstehung von Mikrofrakturen genannt. Er erkannte ebenfalls die Problematik der Elastizitätsmoduldifferenz von Füllkörpern und Matrix. Die wiederkehrende Kaubelastung machte er für ein Eindringen der Füllkörper in die umgebende weichere Matrix verantwortlich, mit der Folge von lokalen Mikrofrakturen. Das Wachsen und die Vereinigung von Rissen führt letztendlich zur Oberflächenzerrüttung.

Ad (III)

Kenntnisse über das Füllkörper-/Matrixverhalten von Kompositen wurden bereits von Jørgensen [1978, 1979] veröffentlicht. Er nannte die Verringerung des Raumes zwischen den Füllkörpern den Schlüssel zur Verbesserung der Verschleißresistenz im kontaktfreien Bereich (CFA = contact free area). Liegen Füllkörper nahe zusammen, ist die weichere Matrix vor dem Abrasivum geschützt und der Verschleiß wird reduziert. Füllkörpernähe wird durch kleine Füllkörper, sowie einem hohen Volumenanteil an Füllkörpern erreicht. Die „protection hypothesis“ wurde von Bayne [1992] erneut aufgegriffen.

Er unterscheidet zwischen „macro-protection“ durch minimalinvasive Kavitätenpräparation und „micro-protection“, basierend auf den Erkenntnissen von Jørgensen [1978, 1979]. Ausschlaggebend für eine hohe Verschleißresistenz ist eine homogene Verteilung der Füllkörper in der Matrix mit einem Optimum von 0,1- bis 0,2 μm interpartikulärem Raum. Bei optimaler Füllkörperverteilung sind 6 % an Mikrofüllern zum Schutz der Matrix theoretisch ausreichend, während praktisch 35 % zur Verarbeitbarkeit eines Materiales notwendig sind. Negativ beeinflusst wird die Verschleißrate vor allem durch das Vorkommen von Füllkörperagglomeraten, deren Anteil mit zunehmendem Volumenanteil an Mikrofüllern steigt. Dies steht im Einklang mit den Beobachtungen von Yuasa [1990], der dem Füllkörperanteil ebenfalls einen Matrixschutz zuschreibt (Abb.73). Er zeigte jedoch, dass beim Dreikörperverschleiß das Verhältnis der Füllkörpergröße zur Größe der abrasiven Partikel entscheidend ist. Sind die abrasiven Partikel größer als die enthaltenen Füller, wird der Verschleiß nur durch die Matrix bestimmt. Sind die Füllkörper jedoch größer, greift der bereits beschriebene Matrix-Schutz-Effekt ein, der Verschleiß wird nun durch die Füllkörper bestimmt.

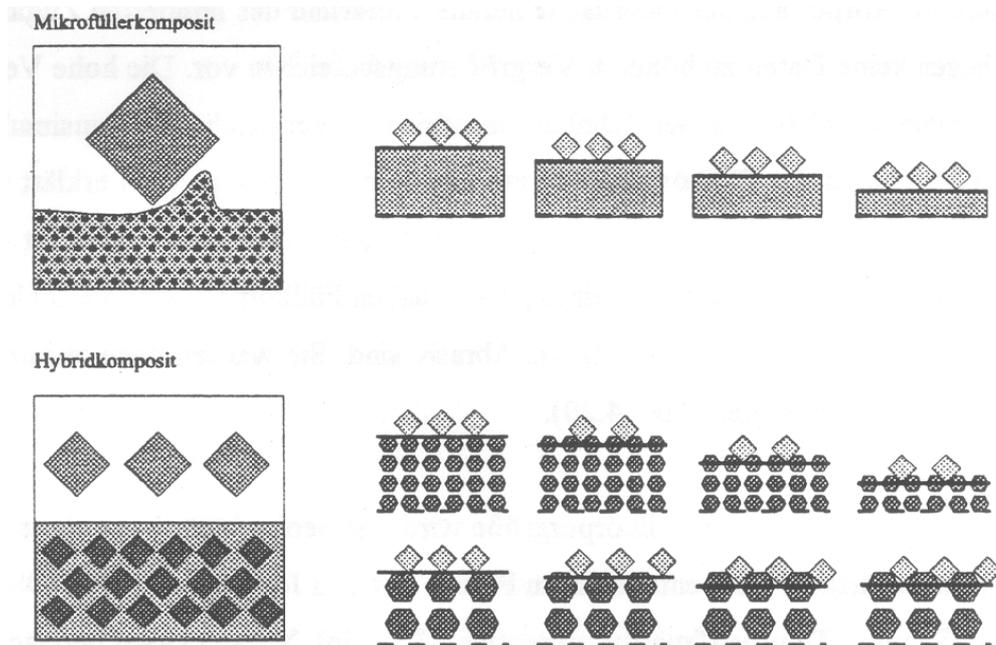


Abb. 73 Darstellung des Zusammenhangs zwischen Füllkörper und Abrasionspartikel [Yuasa, 1990]

Ad (IV)

Wie aus den vorausgegangenen Hypothesen hervorgeht, sind Füllkörper entscheidend für die Verschleißigenschaften eines Komposites. Ihre Größe und ihr Volumenanteil vermögen es, die Verschleißresistenz eines Materials zu verbessern, jedoch spielt die Zusammensetzung und Verteilung der Füllkörper dabei eine entscheidende Rolle.

Mit der Frage nach einem Füllkörperoptimum bezüglich der Verschleißrate beschäftigte sich Axén [1994]. Er führte eine Unterscheidung des Verschleißmechanismus in zwei Modi ein:

Modus 1 – gleiches lineares Verschleißverhalten der Phasen (EW = equal wear mode)

Modus 2 – gleiche Last auf beide Phasen (EP = equal pressure mode)

In Modus 1 verschleifen die beiden Phasen Füllkörper und Matrix zeitgleich. Die Hauptlast der Belastung wird dabei von den Füllkörpern getragen. Mit steigender Menge an Füllkörpern nimmt die spezifische Verschleißresistenz linear zu. Ein optimales Füllkörpermengenverhältnis führt zu einem optimalen Verschleißverhalten, da die Füllkörpereigenschaften hervorragend ausgenutzt werden können. Dieser Modus bildet somit die Obergrenze der Verschleißresistenz.

Im Modus 2 tragen Füllkörper und Matrix zu gleichen Teilen die Belastung. Die Matrix hat die gleiche Verschleißfestigkeit, die sie von alleine hat, und die Füllkörper leisten dem Verschleiß

weniger Widerstand. Dieser Modus bildet die Untergrenze der Verschleißresistenz. Zwei Bedingungen kommen dem Modus 2 entgegen: gegenüber der Größe der abrasiven Partikel kleine Füllkörper und ein Anagnost, der weicher und elastischer ist, so dass die Last um die herausragenden Füllkörper verteilt werden kann. Der dominierende Verschleißmechanismus ist dabei der Füllkörperverlust durch Herausreißen und die Füllkörperfraktur.

Fazit aus Axéns [1994] Veröffentlichung ist, dass über die Optimierung des Füllkörpermengenverhältnisses der Verschleißmodus EP (gleiche Last) in Richtung EW (gleicher Verschleiß) verschoben werden kann (Abb. 74).

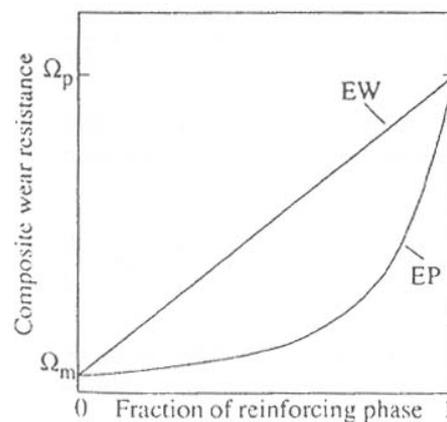


Abb. 74 Darstellung des Verschleißverhaltens der Kompositphasen [Axén, 1994]

Ad (V)

Neben Matrixschutz und verbesserter Verschleißresistenz durch Füllkörper, war der Studienansatz Beaumonts [1975], Youngs [1975, 1977] und Spanoudakis [1984 a, b] die Untersuchung des Einflusses der Füllkörper auf die Rissmechanik.

Beaumont zeigte [1975] experimentell anhand ungefüllter PMMA-Modelle, dass die Geschwindigkeit des Risswachstums initial durch Belastung und Umgebung, später jedoch durch mechanisches Versagen bedingt ist, unabhängig von der Umgebung. Er zeigte, dass das Mikroversagen in Kompositen abhängig von der Rissgeschwindigkeit ist, die über die Belastungsverstärkung an der Risspitze materialabhängig gesteuert wird. In der Folgearbeit mit Young [1975] wurde dieser Aspekt auf gefüllte Komposite mit 42 Volumenprozent Füllkörperanteil übertragen. Die Rissgeschwindigkeit beeinflusst dabei maßgeblich die Rissmechanik. Eine hohe Wachstumsgeschwindigkeit lässt Risse durch Füllkörper laufen (Füllkörperfraktur), während eine geringe Geschwindigkeit zum Risswachstum im Interface von Füllkörper und Matrix führt (Füller-pull-out). Wasser als Umgebungsmedium führt zu einer

Steigerung der Rissgeschwindigkeit um den Faktor acht. Bei Variation des Füllkörperanteiles wird die Rissausbreitung von der Füllkörpermenge beeinflusst [Young, 1977]. Ein hoher Füllkörperanteil führt zu einem schmalen Interface der Füllkörper und durch lokale Kontakte der Füllkörper miteinander ist der Matrixlayer unterbrochen. Je höher der Füllkörperanteil in den Kompositen ist, desto langsamer breiten sich Risse aus. Young konnte für seine experimentellen Komposite zeigen, dass bei gleicher Füllkörpergröße für das Versagen eines Komposites der Füllkörpervolumenanteil entscheidend ist und ein Optimum an Füllkörpern anhand mechanischer Parameter in einem Kompositsystem festgelegt werden kann, über dessen Wert hinaus die mechanischen Eigenschaften sich wieder verschlechterten.

Die Beeinflussung mechanischer Eigenschaften eines Komposites beschäftigte auch Spanoudakis [1984 a, b], unter Verwendung experimenteller Komposite mit Variation des Füllkörpervolumenanteiles und der Füllkörpergröße. Die Bruchenergie eines Materiales wird durch Füllkörpergröße und -form, sowie dem eingenommenen Raum und dem Füllkörper-Matrixverbund gesteuert. Die Rissausbreitung schreitet durch Rissanheftung fort, begleitet vom „Breakdown“ des Füllkörper-Matrix-Interfaces. Steigt der Füllkörperanteil, so wird das Muster der Rissfortpflanzung unstabil, Spanoudakis nennt es den „stick-slide-Type“. Dem zuträglich sind große Füllkörper. Er berief sich auf die Erkenntnisse Langes [1970], der eine Ablenken von Primärrissen durch Hindernisse beschrieb und darüber die Entstehung sekundärer Risse erklärte (Abb. 75). Bei gutem Füllkörper-Matrix-Verbund werden Risse zu den Polen der Füllkörper abgelenkt, dabei bleibt der Füllkörper mit einer Matrixschicht bedeckt. Ein schlechter Verbund läßt Risse direkt entlang dem Äquator laufen, es entstehen hemisphärische Hohlräume um den Füllkörper. Die Vorbehandlung von Füllkörpern ist somit einer stabilen Bruchmechanik zuträglich und steigert die Bruchstärke.

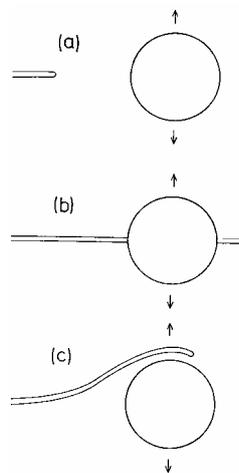


Abb. 75 Rissausbreitung an Füllkörpern [Spanoudakis, 1984]

Essentiell an Youngs [1975, 1977] Publikation ist ebenfalls die Erkenntnis, dass die Härte eines Materiales durch die Größe der Eigenrisse bestimmt wird, die über kleine Füllkörper und geringen interpartikulären Raum günstig beeinflusst wird.

Ad (VI)

Söderholm [1981, 1983, 1984, 1990] beschäftigte sich weitreichend mit der Frage des Wassereinflusses auf den Füllkörper-Matrix-Verbund und die Auswirkungen auf das Frakturverhalten der Werkstoffe. Seine Theorie der hydrolytischen Degradation von Kompositen beruft sich auf den Diffusionsmechanismus während der Interaktion von Wasser und Komposit. Verantwortlich für die Wasseraufnahme sind die Oberflächeneigenschaften der Füllkörper und der Matrix. Hydrophile, nicht silanisierte Füllkörper und die hydrophilen polaren Gruppen der Polymermoleküle der Matrix erleichterten die Wasseraufnahme, die wiederum zu einem Expansions- und Weichmachereffekt innerhalb der Komposite führen. Silanisierte Füllkörper verlangsamten diese Degradation, ihre chemischen Eigenschaften lenkt die Belastung von der weicheren Matrix auf die Füllkörper um. Ein Ablösen der Matrix von den silanisierten Füllkörpern nach Wasserlagerung kann jedoch nicht verhindert werden, zumal Söderholm das sehr sensitive Verfahren der Silanisierung ebenfalls als Schwachstelle beschreibt, da nicht alle Kohlenstoff-Doppelbindungen mit der Matrix reagieren oder bereits besetzt sind. Das Versagen des Füllkörper-Matrix-Verbundes und Füllkörperverlust reduziert nach Söderholm [1990] die Spannungskraft (tensile strength) des Komposites, darüber werden Rissentstehung und Rissfortschreiten begünstigt und Verschleiß durch „bulk fracture“ ist die Folge.

6.2.2 Verschleißprüfung in der ACTA-Maschine

6.2.2.1 Interpretation der Ergebnisse

Diskussionsgrundlage der verschleißorientierten Bewertung der experimentellen Komposite war die Erstellung einer Datenbasis kommerziell verfügbarer plastischer Füllungsmaterialien. In der Literatur sind einige Publikationen zu ACTA-Versuchsreihen mit kommerziellen Materialien zu finden, deren Versuchsparameter jedoch erheblich variieren und deren Materialien nicht dem aktuellen Markt entsprechen (Tabelle 20). Bei der Erstellung der Datenbasis wurde bewusst eine breite Palette von Materialien mit verschiedenen rheologischen Eigenschaften gewählt, darunter „normal“ visköse Hybridkomposite und Ormocere, niedrigvisköse Komposite und Kompomere, sowie hochvisköse Komposite.

Ein Vergleich der drei Materialgruppen lässt eine Korrelation der rheologischen Eigenschaften, des E-Moduls und des Verschleißes in der ACTA-Maschine erkennen. Kunzelmann [1996 a] konnte zeigen, dass Komposite mit einem hohen Füllungsgrad, einem hohen E-Modul und Härte in der ACTA-Maschine den geringsten Verschleiß aufwiesen. Die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit stehen im Einklang zur Publikation Kunzelmanns.

In Abhängigkeit vom Grad der Viskosität, der, gleich dem E-Modul eines Materiales, durch das Verhältnis Füllkörper/Matrix bedingt ist [Suh, 1986; Braem, 1989], verschleifen Materialien in der ACTA-Maschine unterschiedlich schnell. Die niedrigviskösen Komposite und Kompomere haben durch ihren geringen Füllkörperanteil einen niedrigen E-Modul. Analog der Hypothese Baynes [1992] ist bei homogener Verteilung der Füllkörper der interpartikuläre Abstand größer als bei höher gefüllten Kompositen. Ein matrixorientierter Verschleiß in der ACTA-Maschine führt bei großem freien Matrixraum zu hohen Verschleißwerten [Willems, 1992]. Diese Aussage stimmt mit dem großen mittleren Höhenverlust der niedrigviskösen Materialien überein. Eine Verringerung des interpartikulären Abstandes führt folglich, nach Baynes Hypothese [1992], zu einer Erhöhung der Verschleißresistenz. Im Einklang dazu stehen die Verschleißdaten der hochviskösen Komposite, deren hoher Füllkörperanteil zu einem hohen E-Modul der Materialien führt.

Verschleißvariationen innerhalb der Gruppen lassen sich auf die Theorie Yuasas [1990] zurückführen, die das Verhältnis der Füllkörpergröße zur Größe der abrasiven Partikel beschreibt. Dieses Größenverhältnis wäre eine Erklärung für das gute Abschneiden des faserverstärkten Materiales Alert beim Verschleiß in der ACTA-Maschine. Aufgrund ihrer Größe bleiben sie lange in die Matrix integriert. Der hohe E-Modul des Materiales entspricht der oben genannten Aussage über die Korrelation des ACTA-Verschleißes und des E-Moduls.

Bei Aussagen über den bestimmten E-Modul eines Materiales muss jedoch Folgendes berücksichtigt werden. Der in der vorliegenden Studie gemessene E-Modul der Materialien ist die Summe aus dem E-Modul der Füllkörper und der Matrix.

$$E_{\text{Gesamt}} = E_{\text{Füllkörper}} + E_{\text{Matrix}}$$

Beide Faktoren beeinflussen daher die elastischen Eigenschaften. Meist gilt dabei, dass der Einfluss der Matrix wesentlich geringer ist als der Einfluss der Füllkörper. Das Hybridkomposit Z100 jedoch ist ein typisches Beispiel für ein umgekehrtes Größenverhältnis. Mit einem Füllkörperanteil von 84,5 Gew.% hat das Komposit Z100 einen geringeren Fülleranteil als die meisten hochviskösen Komposite. Trotzdem hat es einen hohen E-Modul und geringe

Verschleißraten, analog den Verschleißtests von Kunzelmann [1996 a] und Sindel [1998] in der ACTA-Maschine. Diese Tatsache ist durch den hohen E-Modul der Matrix bedingt. Das heißt, auch kleine Füllkörper können zu einem verschleißresistenten Komposit führen, vorausgesetzt der E-Modul der Matrix ist hoch.

Ein weiterer Aspekt ist, dass nach Axén [1994], neben der Füllkörpergröße und dem Volumenanteil, vor allem die Übertragung der Hauptlast auf die Füllkörper für die spezifische Verschleißresistenz verantwortlich ist. Übertragen auf das Abschneiden des Komposites Z100, scheinen, spezifisch für den Dreikörperverschleiß in der ACTA-Maschine, die lasttragenden Füllkörpereigenschaften ausgeschöpft zu sein.

Zusammenfassend lassen sich folgende allgemeingültige Aussagen zum Verschleißverhalten kommerzieller Materialien in der ACTA-Maschine aufstellen:

1. Die Viskosität eines Materiales wird, neben Matrixbestandteilen, über den Füllkörperanteil und die Füllkörpergröße bestimmt. Die Verschleißunterschiede niedrig- und hochvisköser Materialien lassen auf eine Korrelation des Füllungsgrades, der Materialhärte und des E-Moduls mit dem Verschleißverhalten schließen.
2. Die Parameter Füllkörpertyp, -größe und -integration in das Matrixgefüge haben einen zusätzlichen Einfluss auf das Verschleißverhalten, deren singuläre Bedeutung für den Gesamtverschleiß eines Materiales nicht über eine Rangfolge entschlüsselt werden kann.

Zur Verbesserung der Verschleißbeständigkeit wurden bei den experimentellen Kompositen zwei Wege beschritten:

1. Das Einbringen von Hydroxylapatit und Präpolymerisat basierend auf der Kenntnis über ionenfreisetzende Komposite.
2. Die Verwendung von porösen Füllstoffen mit differierender Silankonzentration.

Die experimentellen Komposite mit Hydroxylapatit und Präpolymerisat orientierten sich an der Matrixzusammensetzung des kommerziellen Hybridkomposites Degufil ultra (Fa. Degussa/Dentsply), einem ionenfreisetzenden Komposit. Dieses enthielt wenige unsilanisierte Füllkörper ohne chemischen Verbund zur Matrix. Auf gleicher Matrixbasis wurde experimentell

eine Optimierung des Systems mit silanisierten Füllkörpern und variierender Menge an Hydroxylapatit und Präpolymerisat vorgenommen. Die Idee der Ionenfreisetzung war, dass bei einem Säureangriff der Oberfläche das Hydroxylapatit gelöst wird und Calcium- und Phosphationen aus dem Füller dem Zahn zur Remineralisierung zur Verfügung stehen. Dieser Idee stand die Frage gegenüber, ob die unsilanisierten Hydroxylapatit-Füller die Verschleißfestigkeit des Komposites beeinflussen. Der Gedanke bei der Zugabe des Präpolymerisates war die Volumensubstitution, da größere Füller in größerer Menge in die Matrix gemischt werden können. Zudem ist das Präpolymerisat trotz seiner Größe gut polierbar, was zur Qualität der Oberfläche entscheidend beiträgt. Das Problem dabei ist jedoch der Verbund zur Matrix, der als anfällig gegenüber Ermüdung gilt. Der E-Modul wird durch die Zugabe von Präpolymerisat geringer beeinflusst als durch eine Erhöhung des Glasanteiles.

Ein Glasanteil von 95 % (Komposit B, C, E) war für einen geringen Verschleiß in der ACTA-Maschine verantwortlich, wobei die Beimengung von 5 % Hydroxylapatit (Komposit B) oder Präpolymerisat (Komposit C) keinen signifikanten Unterschied mehr ergab. Das Hydroxylapatit und das Präpolymerisat waren mit dem geringen prozentualen Gesamtanteil nicht für eine Verbesserung der Abrasionsbeständigkeit verantwortlich. Vielmehr war der Verschleiß bei dem Komposit mit 5 % Anteil an Hydroxylapatit und Präpolymerisat am höchsten (Komposit D). Grund dafür ist zum einen der fehlende Silanverbund der Hydroxylapatitfüller und der resultierende vorzeitige Verlust unter wechselnder Scher- und Druckbelastung. Durch den ebenfalls schwachen Verbund der Präpolymerisate zur Matrix kann dieser Verlust nicht durch die großen Präpolymere ausgeglichen werden. Vielmehr scheint die Zugabe beider Füllerkomponenten eine Schwächung der Füllkörper-Matrix-Einheit zu bedeuten.

Eine mögliche Erklärung zum Verlust der Hydroxylapatitfüller bringt die Betrachtung der pH-Werte zu verschiedenen Zeitpunkten des Versuchsablaufes.

ZYKLENSZAHL	PH-WERT NACH 50.000 ZYKLEN	PH-WERT NACH 50.000 ZYKLEN	PH-WERT NACH 50.000 ZYKLEN	PH-WERT NACH 50.000 ZYKLEN
Versuchsbeginn	6,35	6,35	6,36	6,30
10 000	6,33	6,30	6,34	6,27
20 000	6,26	6,02	5,92	5,97
30 000	6,08	4,82	5,33	5,47
40 000	5,94	4,73	4,61	4,78
50 000	3,93	3,93	3,91	3,92

Tab. 15 Messung des pH-Wertes des Abrasionsmediums nach jedem Mediumwechsel ohne Pufferung

Die Tabelle 15 zeigt den pH-Wert-Verlauf des Abrasionsmediums während der Versuchsdauer. Nach 50 000 Zyklen wurde das Medium gewechselt und eine neue Messreihe gestartet.

Es ist anzunehmen, dass die geringen Mengen an unsilanisiertem Hydroxylapatit sich leicht aus der Matrix lösen und zu dem pH-Wert-Abfall beitragen. Die REM-Aufnahmen zeigen gelöste Hydroxylapatitanteile, wodurch die Oberflächenstruktur der Proben durch das Fehlen gelockert scheint (Abb. 18, Abb. 19). Das Sinken des pH-Wertes im umgebenden Hirsebrei führt weitergehend zur vermehrten Löslichkeit der enthaltenen Gläser [Kunzelmann, 2002], was in dieser Versuchsreihe durch den Mediumwechsel unterbunden wurde. Zudem scheint das in Lösung gehen der Hydroxylapatit-Ionen linear mit dem Höhenverlust verknüpft zu sein, da nach jedem Mediumwechsel der pH-Wertabfall in gleicher Abstufung erfolgte.

Interessant ist, dass der E-Modul durch die Zugabe von Hydroxylapatit und Präpolymerisat (Komposit D) signifikant geringer war als bei der Kontrollgruppe mit nur einem (Komposit B, C) oder ohne ihrem Anteil (Komposit E, F). Ursächlich ist die E-Moduldifferenz der einzelnen Komponenten des Systems, da Silan, Präpolymerisat und Hydroxylapatit weicher sind als Glas. Dies scheint auf das Verschleißverhalten einen geringen Einfluss zu haben. Die Größe der Glasfüllkörper gegenüber der gemahlene Hirsepartikel könnte eine Erklärung dafür sein [Yuasa, 1990], dass auch nach einer zehnpromzentigen Abnahme des Glasanteiles von Komposit F gegenüber Komposit A der Matrix-Schutz gewährleistet ist.

Geht man von Baynes [1992] mathematischer Formel zur Berechnung des minimalen und maximalen Interpartikelabstand aus, ergibt sich ein näherungsweise identischer Abstand bei einer zehnpromzentigen Differenz des Glasanteiles. Zehn Prozent ist, bezogen auf das Volumen, sehr gering und erklärt das ähnliche Verschleißverhalten beider Materialien. Die Berechnung des Interpartikelabstand muss jedoch klar von der realen Füllkörperverteilung in einem Komposit abgegrenzt werden. Durch Füllkörperagglomerate und inhomogene Verteilung in einem Komposit bleibt die Berechnung Theorie. Eine Gegenüberstellung mit erfassten Verschleißwerten ergibt daher keinen direkten Zusammenhang.

Wünschenswert für weitere Versuchsreihen wäre ein verändertes Kompositdesign mit größerer prozentualer Abstufung der Hydroxylapatit- und Präpolymerisatanteile, um eine differenziertere Aussage bezüglich des Einflusses der einzelnen Komponenten auf das Verschleißverhalten treffen zu können. Zudem muss darauf hingewiesen werden, dass die experimentellen Materialien in ihrer klebrig-zähen Darreichungsform nicht zur Kavitätenversorgung in vivo geeignet wären und der klinische Zusammenhang dadurch relativiert wird.

In der zweiten experimentellen Kompositreihe wurden silanisierte poröse Füller der identischen Matrix beigemischt. Die Matrix unterschied sich von der vorangegangenen experimentellen Kompositreihe. Die porösen Füller wurden in Anteilen von 5 Gew.%, 12 Gew.% und 23 Gew.% zu den Glasfüllkörpern hinzugegeben. Der Gesamtgehalt an Füllkörpern betrug stets 68- bis 72 Gew.%.

Aus Versuchsreihen mit Mikrofüllerkompositen ging hervor, dass es einen Zusammenhang des schlechten Verschleißverhaltens mit dem niedrigen E-Modul der Komposite gibt [Kunzelmann, 1996 a]. Die höhere Deformation unter Belastung führt zu vermehrter Dehnung und Rissen in der Matrix, deren Wachstum durch die zyklische Belastung beschleunigt wurde. Vermehrter Ermüdungsverschleiß war die Folge. Zudem war die Benetzung kleiner Füllkörper hoch, was wiederum die Viskosität beeinflusste.

Der Gedanke bei den experimentellen Kompositen war, über große poröse Füllkörper die Verschleißfestigkeit zu beeinflussen. Unter zyklischer Belastung soll es nicht zu einem Herausbrechen der porösen Füllkörper als Ganzes kommen, vielmehr soll der Verschleiß durch stufenweises Zerfallen der porösen Füllkörper erfolgen, die gegenüber kompakten Gläsern eine geringe Eigenfestigkeit haben. Die Silanisierung der porösen Füllkörper soll auch nach ihrer Fraktur die Verbindung zur Matrix halten und den Verlust der Fragmente verzögern. Über die Zugabe großer Füllkörper, zum Beispiel poröser Füller, ist es zudem möglich Verschleiß und Schrumpfung zu minimieren. Poröse Füllkörper haben gegenüber kompakten Gläsern den Vorteil der einfacheren Polierbarkeit, daher fiel die Wahl auf ihre Zugabe zur Matrix.

Die geringste Verschleißfestigkeit hatten, neben dem Material mit reinem Glasanteil, hauptsächlich die Komposite mit durchschnittlich 5 % Anteil an porösen Füllern, unabhängig vom Silanisierungsgrad. Eine Erhöhung des Gehaltes an porösen Füllern führte, ebenfalls unabhängig vom Silanisierungsgrad, zu einem signifikant besseren Verschleißverhalten in der ACTA-Maschine. Das Zerfallmuster der porösen Füllkörper, und damit der Schutz der restlichen Oberfläche, scheint erst bei einer höheren Verteilung durch mehr poröse Füllkörper auf der Oberfläche zum Tragen zu kommen. Die porösen Füller sind größer als die Hirsepartikel und bei homogener Verteilung der porösen Füller auf der Oberfläche wird der Verschleiß durch die Füllkörper bestimmt. Dies stimmt mit der Theorie Yuasas [1990] überein. Nach der Hypothese Axéns [1994] wird dann die Hauptlast von den porösen Füllkörpern getragen und die Füllkörpereigenschaften werden optimal ausgenutzt.

Keine Korrelation ergab sich bei der Betrachtung des E-Moduls und des Verschleißverhaltens in der ACTA-Maschine. Der mittlere Höhenverlust der Materialien scheint unabhängig vom Elastizitätsmodul zu sein, vielmehr hat das Komposit ULPFS 5 den geringsten Verschleiß, aber

auch den niedrigsten E-Modul. Generell ist kein Zusammenhang der Menge an porösen Füllkörper mit dem E-Modul erkennen. Ein Messfehler kann dabei nicht ausgeschlossen werden, da durch die inhomogene Verteilung der porösen Füllkörper Messareale mit oder ohne Häufung poröser Füllkörper vorkommen können.

6.2.2.2 Interpretation des Verschleißmusters

Das Design der ACTA-Maschine erlaubt es, aufgrund des Hirsebreies zwischen den beiden Rädern, kontaktfreies Verschleißverhalten zu simulieren [Finger, 1987]. Nach De Gee [1994] sind folgende Verschleißmuster zu beobachten: Erosion, Abrasion und Oberflächenermüdung.

Erosion ist per definitionem der Verlust an Oberfläche bedingt durch einen Flüssigkeitsstrom, dessen pH-Wert dabei einen signifikanten Einfluss hat [Mair, 1992]. In der ACTA-Maschine ist, neben dem Anpressdruck und der Scherbelastung, vor allem die Filmdicke des Hirsemediums für die erosive Aktivität an der Oberfläche verantwortlich [De Gee, 1994]. Zwischen die beiden Mantelflächen der Räder gepresst, bildet der Hirsebrei eine zweite Oberfläche, dessen harte Partikel die weichere Probenoberfläche verformen [Mair, 1992]. Dabei ist der Übergang zur Abrasion fließend, die als Materialabtrag durch direkten Kontakt mit harten Bestandteilen charakterisiert ist [Mair, 1992]. Nach Kunzelmann [1996 a] kann zwischen einer Zweikörper- oder einer Dreikörperabrasion differenziert werden. Während herausragende, fest an der Probenoberfläche verankerte Füllkörper durch die Oberflächenrauigkeit zu ersterer führen, ist die Aufnahme gelöster Füllkörper in den Hirsebrei und ihre eigenen abrasiven Bestandteile für die Dreikörperabrasion verantwortlich.

Die dritte Verschleißkomponente der ACTA-Maschine ist die Oberflächenermüdung. Zwei, sich unter Belastung bewegende Oberflächen führen zu Formation und zum Wachsen von Mikrorissen unter der Oberfläche, abhängig vom plastischen Deformationsvermögen des Materiales [Mair, 1992]. De Gee [1994] beschrieb dieses Phänomen in der ACTA-Maschine erst ab einer Anpresskraft weit über 15 N, in Annäherung an eine Belastung von 50 N. Nach Kunzelmann [1996 b] ist die Oberflächenermüdung in der ACTA-Maschine auch bei einer Anpresskraft von 15 N das dominierende Verschleißmuster, das von einer erosiven Komponente überlagert wird. Die Rotation der Räder mit einem Slip von 15 % lässt zwischen ihnen, aufgrund der Stömungsverhältnisse, einen keilförmigen Spalt mit einer distalen Öffnung von etwa 7 μm erscheinen. Die Ermüdung ist indirekt abhängig von der Ausgangsgröße der Hirsepartikel. Ist der Abstand der Radmantelflächen zueinander kleiner als die Partikelgröße der Hirse, wirken über die Partikel Scherkräfte auf die Probenoberfläche ein. Die resultierende lokale Ermüdung an der Oberfläche und der Strömungsverleiß durch die Hirsepartikel führen zu exponierten

Füllkörpern unterschiedlicher Größe an der Oberfläche, die größenabhängig variierende Tangentialkräfte unter die Oberfläche übertragen. Hinzu kommt die Ermüdungsbeanspruchung durch hydrodynamische Schmierung. Die Hirsepartikel werden während des Versuchsablaufes feiner gemahlen und, sobald ihre Größe unter der Spaltbreite von 7 μm liegt, ändert sich die Strömungsdynamik an der Probenoberfläche. Dies hat wiederum abhängig vom E-Modul des Materiales Einfluss auf die Hertzschen Spannungsfelder in der Tiefe der Proben und der Entstehung von Mikrorissen.

Die REM-Aufnahmen der experimentellen Materialien zeigen Oberflächendefekte, die Rückschlüsse auf lokale Versagensmechanismen zulassen.

Füllkörperverlust und -fehlstellen sind vor allem bei den experimentellen Kompositen ohne Präpolymerisat und Hydroxylapatit zu erkennen. Tiefe Auswaschungen der Matrix haben die Glasfüllkörper an der Oberfläche durch erosiven Verschleiß freigelegt, die zum großen Teil durch ihre suffiziente Silanverbindung noch in die Matrix eingebunden sind (Abb. 20, Abb. 22). Die großen zerrütteten Areale auf der Oberfläche (Abb. 19) sprechen für einen dominierenden Einfluss des surface fatigue in der ACTA-Maschine. In geringeren Ausmaßen war dieser Verschleißmechanismus bei den höher gefüllten experimentellen Materialien mit zusätzlichen Hydroxylapatit- und Präpolymerisatanteil lokal zu finden (Abb. 20). Häufig scheint das unsilanisierte Hydroxylapatit keine Verbindung mit der Matrix mehr zu haben und der Oberfläche nur mehr aufzuliegen, während das Präpolymerisat noch in der Matrix verankert ist (Abb. 20). Dafür spräche eine noch intakte Silanschicht als Verbindung zur Matrix.

Bei den experimentellen Kompositen mit porösen Füllkörpern ist die Oberfläche des Materiales mit kompakten Gläsern (ULGFS 1) mit zahlreichen Löchern versehen, was auf einen vermehrten Füllkörperverlust durch Abrasion schließen lässt (Abb. 24). Im Sinne der Delaminations-Theorie nach Suh [1986] sind oberflächlich aufliegende Fragmente als „bulk fracture“ zu interpretieren (Abb. 24). Bei genauerer mikroskopischer Betrachtung sind einzelne, in Matrix eingebettete, Glasfüllkörper erkennbar. Durch die Zugabe der porösen Füllkörper scheint der Füllkörperverlust insgesamt geringer zu sein, weniger Löcher sind auf der Oberfläche erkennbar. Ursächlich könnte das spezifische Verschleißverhalten der porösen Füllkörper sein. Neben Schollenbildung (Abb. 28) und Rissen durch den Füllkörper (Abb. 30), sind auch bereits freie Bruchstücke (Abb. 34) erkennbar. Diese Defekte unterstützen die Annahme, dass der dominierende Verschleißmechanismus der porösen Füllkörper der „surface fatigue“ ist. Das Frakturverhalten der porösen Füllkörper steht in Einklang mit der Theorie von Spanoudakis [1984 a, b]. Das Muster der Rissausbreitung wird durch die frakturanfälligeren porösen

Füllkörper instabil. Bedingt durch ihre geringe Eigenfestigkeit werden die Risse jedoch durch den Füllkörper zu den Polen gelenkt, der Matrixlayer bleibt, analog zu Spanoudakis, jedoch erhalten. Ein Füllkörperverlust in toto ist bei dem Komposit ULPFS 3 mit dem Silanisierungsgrad von 6 % zu vermerken (Abb. 27). Eine, bedingt durch die Silankonzentration, zu schwache Matrixverbindung kann die Ursache dafür gewesen sein. Diese Beobachtung steht im Einklang mit der Erkenntnis Söderholms [1990], der über den Füllkörperverlust eine Begünstigung der Rissausbreitung sah. Die, durch den Verlust entstehenden, Materialüberhänge aus Glasfüllkörpern und Matrix stellen die Ausgangsstellen für Risse dar (Abb. 27). Bei allen weiteren Materialien war kein Verlust zu verzeichnen, vielmehr war der Verbund der porösen Füllkörper weitestgehend intakt. Dies spricht für die Annahme, dass die Festigkeit der Silanverbindung die Eigenfestigkeit der porösen Füllkörper übertrifft. Keine mikroskopischen Unterschiede waren mit der prozentualen Abstufung der porösen Füller zu vermerken.

6.2.3 Verschleißprüfung im Fatigue-Tester

6.2.3.1 Interpretation der Ergebnisse

Das Bauprinzip des Fatigue-Testers erlaubt durch zyklische Belastung des Probenrades Oberflächenermüdung hervorzurufen, die, entgegen der ACTA-Maschine, von keinem weiteren Verschleißmuster überlagert ist.

In der Literatur wurde mehrfach beschrieben, dass Ermüdung (Fatigue) vom Elastizitätsmodul eines Materiales dominiert wird [Kunzelmann, 1996 a; Grünwald, 2001]. Die Annahme geht davon aus, dass bei einem geringen E-Modul eines Materiales das Antagonistenrad unter zyklischer Belastung tief eingedrückt wird und eine große Kontaktfläche entsteht. Nach der physikalischen Gesetzmäßigkeit ist der Druck gleich Kraft pro Fläche, das heißt bei einem niedrigen E-Modul eines Materiales mit großer Kontaktfläche des Antagonistenrades ist die Belastung durch die Verteilung lokal geringer. Das Resultat wäre ein niedriger Fatigue-Wert. Ein weiterer Aspekt muss jedoch bei der Evaluation der Ermüdung angeführt werden, der für die Interpretation der Ergebnisse entscheidend ist. Nach dem Bauprinzip des Fatigue-Testers, mit der senkrechten Lasteinleitung über das Antagonistenrad in den Probenkörper, sollte Ermüdung aufgrund der Gesetze der linearen Frakturmechanik nicht vom E-Modul eines Materiales abhängig sein. Bei Kompositen gibt es jedoch sekundäre Effekte, die diesen Eindruck erwecken. Je höher Komposite gefüllt sind, desto höher ist ihr E-Modul [Kunzelmann, 1996 a]. Gleichzeitig vermehren sich die Interfaces von Füllkörper und Matrix, was jedoch wiederum viele potentielle Fehlstellen bedeuten kann.

In der Versuchsreihe der experimentellen Komposite ergab sich nach der Rangfolge kein signifikanter Einfluss der prozentualen Verteilung an Hydroxylapatit und Präpolymerisat in der Matrix auf den mittleren Höhenverlust. Alle Materialien zeigten ein ähnliches Verschleißverhalten.

Nach der oben angeführten Hypothese dürften sich die E-Modulwerte der experimentellen Komposite somit nicht signifikant unterscheiden. Bei Betrachtung der Abbildung 62 sind jedoch signifikante Unterschiede der E-Moduli erkennbar, die diese Hypothese widerlegen. Der Elastizitätsmodul bei den experimentellen Kompositen wird maßgeblich über den Anteil der Glasfüllkörper bestimmt. Der Fatigue-Tester ist so konzipiert, dass es zur linienförmigen Lasteinleitung mit hoher Oberflächenspannung kommt. Im Sinne einer linearen Frakturmechanik ist der Fatigue unabhängig vom E-Modul. Eine Erklärung wäre der überlagernde Einfluss der Glasfüllkörper, deren prozentualer Anteil nur gering variierte. Nach der Hypothese Axéns [1994] wird die Hauptlast auf die Glasfüllkörper übertragen und kompensiert den Verlust des unsilanisierten Hydroxylapatites. Der Matrix-Schutz nach Bayne [1992] ist durch die Glasfüllkörper gewährleistet. Notwendig wäre eine Kontrollgruppe mit größerer prozentualer Abstufung des Glasfüllkörperanteiles gewesen. Es könnte die Frage geklärt werden, zu welchem Zeitpunkt der überlagernde Einfluss der Glasfüllkörper wegfällt.

Zieht man die ACTA-Verschleißdaten der Materialien zum Vergleich heran, sprechen diese ebenfalls für die Theorie des überlagernden Einflusses der Glasfüllkörper, da sich hier auch keine großen Unterschiede im Verschleißverhalten zeigten. Eine mikromorphologische Erklärung wäre der verschleißresistente Verbund der dominierenden Glasfüllkörper mit der Matrix. Wie das Präpolymerisat sind sie silanisiert, während das Hydroxylapatit unsilanisiert ist und frühzeitig aus der Matrix gelöst wird. Der Verlust des Hydroxylapatites wird, unabhängig vom E-Modul, dann durch den Glasanteil kompensiert.

Betrachtet man die Rangfolge der experimentellen Komposite mit porösen Füllern, so hat das Komposit ULGFS1 mit dem reinen Glasanteil ohne poröse Füllkörper die höchste Verschleißfestigkeit. Die Zugabe von porösen Füllkörpern scheint mit dem Anteil von 12 % bei einer Silankonzentration von 6 % (Komposit ULPFS 5) die verschleißresistenteste Komposition zu sein, da auch die ACTA-Rangfolge die gleichen Daten liefert. Dafür spricht auch der geringe Verschleiß des Komposites ULPFS 8, das sich durch den höheren Silanisierungsgrad von 14 % unterscheidet. Die oberflächenvergrößernden Eigenschaften poröser Füllkörper sind bei einem mittleren Anteil an der Füllergesamtmenge (12 Gew.%) zum Tragen gekommen, unabhängig vom Silanisierungsgrad. Auf den hinteren Rängen sind die Materialien platziert, deren Gehalt an

porösen Füllkörpern um die 5 Gew.% oder 22 Gew.% lag, was ebenfalls Beleg für ein optimales Ermüdungsverhalten der porösen Füllkörpern bei 12 Gew.% gesehen werden kann.

Betrachtet man die Rangfolge der E-Moduli der experimentellen Komposite, so ist keine Korrelation der Oberflächenermüdung mit dem E-Modul zu erkennen (Abb. 63). Allein das Material ULPFS 5 stimmt mit den Erkenntnissen Grünwalds [2001] überein, da hier ein geringer E-Modulwert mit einem niedrigem Fatigue-Wert korreliert.

Kritisch ist zudem die Ausbildung eines Tribofilmes im Fatigue-Tester zu beurteilen. Verschleißpartikel (Debris), wie lose Füllkörper und Verschleißchips, sowie Verunreinigungen der Umgebung werden durch die Belastung häufig in die Oberfläche der Probenmaterialien gedrückt. Abhängig vom E-Modul werden die Partikel unterschiedlich tief in die Oberfläche gepresst und die Probenoberfläche durch den Tribofilm modifiziert, bzw. das Ermüdungsverhalten beeinflusst. Die Verschleißchips der porösen Füller werden durch die zyklische Belastung in die Oberfläche gedrückt und verkeilen sich dort. Ein geringer E-Modul begünstigt diesen Vorgang und trägt nachhaltig zu einem geringeren Ermüdungsgrad bei. Der Einfluss des Tribofilmes schien jedoch auf diese Versuchsreihe keinen wesentlichen Einfluss zu haben.

Interessant wäre für zukünftig weiterführende Untersuchungen eine Abstufung der Materialien hinsichtlich des Füllkörpergesamtgehaltes. McCabe [1996] konnte in einem ähnlichen Versuchsaufbau zeigen, dass das Verschleißverhalten maßgeblich durch den Füllkörperanteil eines Komposites bestimmt wird. Der Materialverlust sank durch Ermüdung mit sinkendem Füllkörpergehalt, wobei silanisierte Füllkörper ein besseres Verschleißverhalten zeigten.

Beeinflusst werden die Ergebnisse der Verschleißprüfung im Fatigue-Tester von der geringen Fallzahl, die nicht als signifikant angesehen werden kann und nur Tendenzen widerspiegelt.

6.2.3.2 Interpretation des Verschleißmusters

Verschiedene Versuchsmethoden sind zur Ermittlung der Oberflächenermüdung eines Materiales in der Zahnheilkunde bekannt: die Festigkeitsermüdung (bulk fatigue) durch Druckermüdung oder Biegeermüdung, und die Ermüdung der Oberfläche (surface fatigue) durch „stain damage zone“ oder die Rolling-Ball-Ermüdung [Kunzelmann, 1998 b].

Der Fatigue-Tester ist ein geeignetes In-vitro-Verfahren Verschleiß unter antagonistischen Kontakt zu simulieren. Die zyklische Beanspruchung der Proben führt zu einer subkritischen Belastung der Materialien [Kunzelmann, 1998 a]. Abhängig vom E-Modul des Materiales liegen die Hertzchen Spannungsmaxima bei Belastung unterschiedlich tief im Probenkörper

[Kunzelmann, 1996 b]. In direkter Abhängigkeit dazu stehen Mikrohohlraumbildung und Risswachstum innerhalb eines Materiales [Suh, 1986]. Abhängig von Füllkörpergröße und Füllkörpermenge breiten sich Risse mit unterschiedlicher Geschwindigkeit unter der Oberfläche aus [Beaumonts, 1975; Young, 1975, 1977; Spanoudakis, 1984 a, b].

Die Oberflächenzerrüttung ist die Folge der wechselnden plastischen und elastischen Verformung, der Rissbildung und des Risswachstums [Kunzelmann, 1996 a] und hinterlässt folgende Defekte:

- Grübchenbildung an der Oberfläche: „*surface pitting*“ als Folge vertikalen Risswachstums und -verästelung
- Absplitterung größerer Füllungsanteile, vor allem im Randbereich: „*chipping*“
- Verlust großer Füllungsanteile: „*bulk fracture*“ als Folge horizontalen Risswachstums

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen zeigen bei allen experimentellen Kompositen mit Hydroxylapatit und Präpolymerisat Schollenbildung auf der Oberfläche in unterschiedlicher Ausprägung. Die plan geschliffenen Schollen sind unregelmäßig begrenzt und lösen sich teilweise an ihren Rändern von der Oberfläche ab. Sie sind als Schritt zur Degradation der Oberfläche zu sehen, letztendlich lösen sich die Schollen von der Oberfläche im Sinne der Delaminations-Theorie von Suh [1986]. Ein Beispiel dafür ist in Abbildung 44 zu sehen, auf der ein Fragment im Sinne der „*bulk fracture*“ zu erkennen ist. Auch das Auftreten von Ermüdungsrissen spricht ebenfalls für die Theorie Suhs. Viele Ermüdungsrisse wies die Oberfläche des Komposites B auf (Abb. 42), was mit seinem, gegenüber den anderen experimentellen Kompositen, hohen E-Modul in Zusammenhang stehen könnte. Da das Hertzsche Maximum hier nahe der Oberfläche liegt [Kunzelmann, 1996 b] kommt es zu Verlust kleiner Verschleißpartikel. Unsilanisiertes Hydroxylapatit geht vermehrt am verbleibenden Oberflächendefekt in Lösung und vertieft den Defekt. Es waren keine Oberflächendefekte auf den direkten Einfluss des unsilanisierten Hydroxylapatites zurückzuführen.

Bei den experimentellen Kompositen mit porösen Füllkörpern dominierte ebenfalls die Schollenbildung das Erscheinungsbild nach zyklischer Belastung. Vor allem das Komposit ULGFS 1 ohne poröse Füllkörper zeigt eine stark degradierte Oberfläche (Abb. 47). Neben der Schollenbildung ist sie lokal zerrüttet, mit zahlreichen Mikrodefekten (*surface pitting*) und herausragenden Glasfüllkörpern. Bei stärkerer Vergrößerung zeigen sich initial Mikrorisse der Oberfläche. Bei den Materialien mit den beigemengten porösen Füllkörpern ist der

Degradationsgrad der Oberfläche geringer. Die porösen Füllkörper sind plan geschliffen und an ihren Rändern gut in die Matrix integriert. Es konnten drei Versagensmechanismen der porösen Füllkörper beobachtet werden: der Verlust von porösen Füllkörpern, die Fraktur mit und ohne Partikelverlust, und die Deformation.

Der Verlust eines porösen Füllkörpers ist auf das Versagen der Silanverbindung zwischen porösen Füllkörper und Matrix zurückzuführen. Dies war bei dem Komposit ULPFS 3 mit dem Silanisierungsgrad von 6 % zu beobachten, das auch nach der ACTA-Maschine dieses Phänomen zeigte. Die Ursachen der Fraktur eines porösen Füllkörpers wurde bereits in Abschnitt 6.2.2.2 erläutert. Abhängig von den Risstiefen und ihrem Verlauf sowie dem Zustand der Silanverbindung bleiben die Verschleißpartikel noch in Verbund oder lösen sich bereits. Im Gegensatz zu den REM-Aufnahmen nach der ACTA-Maschine sind auf verschiedenen Proben deformierte poröse Füllkörper zu sehen. Diese scheinen in die Matrix integriert zu sein. Die Deformation kann durch die Scherbelastung bedingt sein, die jedoch Voraussetzungen würde, dass Matrix und poröser Füller sich in gleicher Größenordnung deformieren [Kunzelmann, 1996 a].

7. Zusammenfassung

In einer In-vitro-Untersuchung sollten Erkenntnisse über den Verschleißvorgang kommerzieller und experimenteller Füllungsmaterialien gewonnen werden. Schwerpunkte der Studie waren die Verschleißquantifizierung, der Einfluss elastischer Eigenschaften auf die Verschleißfestigkeit und die zugrunde liegenden mikromorphologischen Verschleißmuster.

Zur Erstellung einer Datenbasis wurden kommerzielle Komposite mit unterschiedlichen rheologischen Eigenschaften verwendet. Von der Firma Degussa/Dentsply wurden Blindproben experimenteller Komposite mit Füllkörpervariationen des Hydroxylapatit- und Präpolymerisatgehaltes sowie experimentelle Komposite mit differierendem Anteil an porösen Füllkörpern und unterschiedlichem Silanisierungsgrad zur Verfügung gestellt. Die Kompositmatrix war für beide experimentellen Gruppen unterschiedlich.

Die Verschleißprüfung der Materialproben wurde in der ACTA-Maschine (Fa. Willytec, München) als Dreikörperverschleiß durchgeführt, die als internationaler Standard gilt [De Gee, 1994]. Die Oberflächenermüdung der Materialien wurde von den Verschleißmechanismen Abrasion und Erosion in der ACTA-Maschine überlagert, daher erfolgte zusätzlich ein Zweikörperverschleiß zur Oberflächenermüdung im Fatigue-Tester (Fa. Willytec, München). Alle Proben wurden nach der Verschleißprüfung mit einem computergesteuerten Perthometer vermessen. Daneben wurden 60 ausgewählte Proben vergleichend mit einem neu entwickelten Probeneinsatz (Fa. Willytec, München) im Laserscanner dreidimensional erfasst und, gleich den Perthometerdaten, mit dem Programm Match 3D ausgewertet. Von allen Materialien wurde mit Hilfe des Fischerscopes (Fa. Fischer, Sindelfingen) der Elastizitätsmodul ermittelt.

Zur Ergänzung der Verschleißdaten wurden Aufnahmen der Probenoberflächen mit dem Rasterelektronenmikroskop erstellt, um einen Einblick in mikromorphologische Verschleißmechanismen zu erhalten.

Das Verschleißverhalten der Komposite wurde von den Füllkörpern dominiert, mit vernachlässigbarem Einfluss der Matrix. Bei den kommerziellen Kompositen war aufgrund der hohen E-Modul-Varianz eine Korrelation der rheologischen Eigenschaften und des Verschleißverhaltens gegeben. Die Verschleißdaten der experimentellen Materialien korrelierten nicht mit dem E-Modul der Materialien. Der prozentual geringe Hydroxylapatit- und Präpolymerisatgehalt führte bei den experimentellen Kompositen gegenüber der Kontrollgruppe

ohne ihren Zusatz nicht zu einer höheren Verschleißfestigkeit, was auf einen frühzeitigen Verlust des unsilanisierten Hydroxylapatites und den überlagernden Einfluss der Glasfüllkörper zurückzuführen ist. Die porösen Füller der experimentellen Komposite beeinflussten das Verschleißverhalten in beiden Testreihen unterschiedlich. Während in der ACTA-Maschine kein oder ein geringer Anteil an porösen Füllkörpern zu einem signifikant schlechtem Verschleißverhalten führte, ist diese Korrelation nach der Oberflächenermüdung im Fatigue-Tester nicht gegeben. Kein direkter Einfluss auf den Verschleiß der Komposite konnte der Silankonzentration der porösen Füllkörper zugeschrieben werden. Das Komposit mit 12 Gew.% porösen Füllern und zehnpromzentiger Silanisierung schien die optimale Zusammensetzung in Bezug auf die Verschleißresistenz zu sein.

Die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der experimentellen Materialien zeigten füllkörperdominierte Oberflächendefekte. Neben Füllkörperfehlstellungen, Matrixauswaschung an Korngrenzen oder dem Lösen von Glasfüllkörpern, wurde bei den experimentellen Kompositen der Verlust von Hydroxylapatitpartikeln beobachtet. Bei den experimentellen Kompositen mit porösen Füllkörpern war die Degradation der großen porösen Gläser in verschiedenen Stufen zu erkennen. Anfangen mit Rissen auf der Oberfläche und angelösten Randbereichen, traten Füllkörperfrakturen und der Verlust ganzer Füllkörper auf.

In der vorliegenden Arbeit konnten interessante Wege der Verbesserung der Verschleißfestigkeit von Kompositen gewonnen werden und Verschleißmuster nach Zweikörper- und Dreikörperbelastung belegt werden.

8. Literaturverzeichnis

1. *Axén, N., Jacobs, S.:* A model for the abrasive wear resistance of multiphase materials. *Wear* 174, 187-199 (1994)
2. *Bailey, W.F., Rice, S.L. :* Comparative sliding-wear behavior of a dental amalgam and a composite restorative as a function of contact stress. *J Dent Res* 60, 731-732 (1981)
3. *Bauer, C.M., Kunzelmann, K.-H., Hickel, R.:* Simulierter Nahrungsabrieb von Kompositen und Ormoceren. *Dtsch Zahnärztl Z* 50, 635-638 (1995)
4. *Bauer, C.M., Kunzelmann, K.H., Hickel, R.:* Silikophosphat- und Glasionomerezemente – eine Amalgamalternative? *Dtsch Zahnärztl Z* 51, 339-341 (1996)
5. *Bayne, S.C., Taylor, D.F., Heymann, H.O.:* Protection hypothesis for composite wear. *Dent Mater* 8, 305-309 (1992)
6. *Beaumont, P.W.R., Young, R.J.:* Failure of brittle polymers by slow crack growth. Part 1: Crack Propagation in polymethylmethacrylate and time-to-failure predictions. *J Mater Sci* 10, 1334-1342 (1975)
7. *Bowen, R.L.:* Properties of a silica reinforced polymer for dental restorations. *J Am Dent Assoc* 66, 57 (1963)
8. *Braden, M., Clarke, R.L., Nicholson, J., Parker, S.:* Glassy polymers. In: *Polymeric dental materials*, 1. Auflage (1997)
9. *Braem, M., Finger, W., Van Doren, V.E., Lambrechts, P., Vanerle, G.:* Mechanical properties and filler fraction of dental composites. *Dent Mater* 5, 346 (1989)
10. *Czichos, H., Habig, K.-H.:* *Tribologie Handbuch, Reibung und Verschleiß*. Vieweg, Braunschweig/Wiesbaden (1992)
11. *De Gee, A.J., Pallav, P., Davidson, C.L. :* Effect of abrasion medium on wear of stress-bearing composites and amalgam in vitro. *J Dent Res* 65, 654-658 (1986)
12. *De Gee, A.J., Pallav, P., Werner, A., Davidson, C.L. :* Influence of sliding action of food on wear of stress-bearing composites. *J Dent Res* 68, 114, Abstr. 331 (1989)
13. *De Gee, A.J., Pallav, P., Werner, A., Davidson, C.L. :* Annealing as a mechanism of increasing wear resistance of composites. *Dent Mater* 6, 266-270 (1990)
14. *De Gee, A.J., Pallav, P. :* Occlusal wear simulation with the ACTA wear machine. *J Dent Suppl* 22, 21(1994)

15. *De Gee, A.J., Wendt, S.L., Werner, A., Davidson, C.L.*: Influence of enzymes and plaque acids on in vitro wear of dental composite. *Biomaterials* 17, 1327-1332 (1996)
16. *De Long, R., Douglas, W.H.*: Development of an artificial oral environment for the testing of dental restoratives: bi-axial force and movement control. *J Dent Res* 62, 32-36 (1983)
17. *Dickson, G.*: Physical and chemical properties and wear. *J Dent Res* 58, 1535-1543 (1979)
18. *DIN 50320*: Deutsche Normen, Verschleiß – Begriffe, Systemanalyse von Verschleißvorgängen, Gliederung des Verschleißgebietes. Beuth, Berlin (1979)
19. *DIN 50359-1*: Deutsche Norm, Universalhärteprüfung – Teil 1: Prüfverfahren. Beuth, Berlin (1997)
20. *Ehrnford, L., Dérand, T., Larsson, L.A., Svensson, A.*: An abrasion test for composite resins. *J Dent Res* 59, 716-720 (1980)
21. *Fan, P.L., Powers, J.M., Craig, R.G.*: In vitro wear of mikrofilled and visible light-cured composites. *J Dent Res* 58, 1535-1543 (1979)
22. *Ferracane, J.L.*: Status of research on new fillers and new resins for dental composites. In: *Advanced adhesive dentistry – 3rd International Kuraray Symposium 1999*. Grafiche Erredue, Cirimodo, 3-29 (2000)
23. *Finger, W., Thiemann, J.*: Correlation between in vitro and in vivo wear of posterior restorative materials. *Dent Mater* 3, 280-286 (1987)
24. *Fischer, H.*: Produktdossier Fischerscope H100C Xyp (2001)
25. *Frankenberger, R., Schmidt, G., Krämer, N., Petschelt, A.*: Fließfähige Komposite. *Quintessenz* 50, 1145-1154 (1999)
26. *Friedrich, K.*: Friction and wear of polymer composites. Elsevier, Amsterdam (1986)
27. *Geurtsen, W.*: Kunststofffüllung. In: *Praxis der Zahnheilkunde* 2, 4. Auflage, 179-217 (1999)
28. *Graf, K.*: The influence of dental alloys on three-body wear of human enamel and dentin in an inlay-like situation. *Oper Dent* 2, 167-174 (2002)
29. *Grünwald, A.*: Nahrungsverschleiß und Materialermüdung experimenteller Füllungswerkstoffe. Dissertation Zahnmedizin, München (2001)
30. *Guggenberger, R., Weinmann, W.*: Exploring beyond methacrylates. *Am J Dent* 13, 82D-84D (2000)
31. *Gügel, I.L.*: Simulationsversuch von Microwear mit Mehrmalsvergleich an frühmittelalterlichen Molaren. Diplomarbeit Biologie, München (1998)

32. *Heidemann, D., Hellwig, E., Hickel, R., Klaiber, B., Staehle, H.J.:* Direkte Kompositrestaurationen – Erweiterte Anwendung im Front- und Seitenzahngebiet. Stellungnahme der DGZ. Zahnärztl Mitt 93, 354-355 (2003)
33. *Hellwig, E., Klimek, J., Attin, TH.:* Restaurationen mit plastischen Füllungsmaterialien. In: Einführung in die Zahnerhaltung, 2. Auflage, 122-190 (1999)
34. *Heymann, H.O., Wilder, A.D., May, K.N., Leinfelder, K.F.:* Two-year clinical study of composite resins in posterior teeth. Dent Mater 2, 37-41 (1986)
35. *Hickel, R., Dasch, W., Janda, R., Tyas, M., Anusavice, K.:* New direct restorative materials. Int Dent J 48, 3-16 (1998)
36. *Hickel, R., Kunzelmann, K.-H.:* Glasionomer- und Kompomerfüllung. In: Praxis der Zahnheilkunde 2, 4. Auflage, 155-176 (1999)
37. *Hørsted, P., Borup, J.:* In vivo abrasion of Profile and Adaptic composite resins. Scand J Dent Res 92, 249-252 (1984)
38. *Jørgensen, K.D., Asmussen, E.:* Occlusal abrasion of a composite restorative resin with ultra-fine filler – an initial study. Quintessence Int 9, 73-78 (1978)
39. *Jørgensen, K.D., Hørsted, P., Janum, O., Krogh, J., Schultz, J.:* Abrasion of class 1 restorative resins. Scand J Dent Res 87, 140-145 (1979)
40. *Jørgensen, K.D.:* In vitro wear tests on macro-filled composite restorative materials. Aust Dent J 27, 153-157 (1982)
41. *Körber, K.:* Funktionslehre. In: Zahnärztliche Prothetik, 4. Auflage, 1-62 (1995)
42. *Krämer, N., Pelka, M., Kautetzky, P., Sindel, J., Petschelt, A.:* Abrasionsbeständigkeit von Kompomeren und stopfbaren Glasionomerzementen. Dtsch Zahnärztl Z 52, 186-189 (1997)
43. *Krejci, I., Reich, T., Bucher, W., Lutz, F.:* Eine neue Methode zur dreidimensionalen Verschleißmessung. Schweiz Monatsschr Zahnmed 104, 160-167 (1994)
44. *Kunzelmann, K.-H.:* Verschleißanalyse und -quantifizierung von Füllungsmaterialien in vivo und in vitro. Habilitationsschrift an der Ludwig-Maximilians-Universität München (1996 a)
45. *Kunzelmann, K.-H.:* Glass-ionomer cements, cermet cements, hybrid-glass-ionomers and compomers – laboratory trials – wear resistance. Academy of dental materials, Transactions 9 (1996 b)
46. *Kunzelmann, K.-H., Mehl, A., Hickel, R.:* Fatigue behaviour of model composites in a new surface fatigue simulator. J Dent Res 77, 914 (1998 a)
47. *Kunzelmann, K.-H.:* Präsentation IADR (1998 b)

48. *Kunzelmann, K.-H., Hickel, R.*: Klinische Aspekte der Adhäsivtechnik mit plastischen Werkstoffen. In: Die Adhäsivtechnologie, ein Leitfaden für Theorie und Praxis, 3M ESPE (2001 a)
49. *Kunzelmann, K.-H.*: Persönliche Mitteilung, München (2001 b)
50. *Kunzelmann, K.-H.*: Persönliche Mitteilung, München (2002)
51. *Kunzelmann, K.-H.*: <http://www.kunzelmann.de/infokollegen/komposite.html> (2003)
52. *Lambrechts, P., Vanherle, G., Vuylsteke, M., Davidson, C.L.*: Quantitative evaluation of the wear resistance of posterior dental restorations: a new three-dimensional measuring technique. *J Dent* 12, 252-267 (1984)
53. *Lambrechts, P., Braem, M., Vanherle, G.*: Accomplishments and expectations with posterior materials. In: Posterior composite resin dental restorative materials, Proc. Int. Symp., G. Vanherle and D.C. Smith, Eds., Utrecht: Szulc Press (1985)
54. *Lange, F.F.*: *Phil. Mag.* 22, 983 (1970)
55. *Lehmann, K.M., Hellwig, E.*: Aufbau der Zähne und Zahnreihen. In: Einführung in die restaurative Zahnheilkunde, 7. Auflage, 22-63 (1993)
56. *Leinfelder, K.F.*: Evaluation of clinical wear of posterior composite resins. In: Posterior composite resin dental restorative materials, Proc. Int. Symp., G. Vanherle and D.C. Smith, Eds., Utrecht: Szulc Press (1985)
57. *Leinfelder, K.F.*: Composites: current status and future developments. International state-of-the-art conference on restorative dental materials. National Institute of dental research, Bethesda (1986)
58. *Lutz, F., Phillips, R.W., Roulet, J.-F., Imfeld, T.H.*: Komposit – Klassifikation und Wertung. *Schweiz Mschr Zahnheilk* 93, 914-929 (1983)
59. *Lutz, F., Phillips, R.W., Roulet, J.F., Setcos, J.C.*: In vivo an in vitro wear of potential posterior composites. *J Dent Res* 63, 914-920 (1984)
60. *Lutz, F., Imfeld, T., Phillips, R.W.*: P-10 – his potential as a posterior composite. *Dent Mater* 1, 61-65 (1985)
61. *Maier, C., Lutz, F.*: Vergleichende Verschleißfestigkeitsmessungen in vivo zwischen Amalgam und Komposit. *Dtsch Zahnärztl Z* 35, 489-492 (1980)
62. *Maier, L.*: Subsurface compression fatigue in seven dental composites. *Dent Mater* 10, 111-115 (1994)
63. *Mair, L.H.*: Wear in dentistry – current terminology. *J Dent* 20, 140-144 (1992)
64. *Mair, L.H., Stolarski, T.A., Vowles, R.W., Lloyd, C.H.*: Wear - mechanisms, manifestations and measurement. Report of a workshop. *J Dent* 24, 141-148 (1996)

65. *Manhart, J., Kunzelmann, K.-H., Chen, H.Y., Hickel, R.:* Mechanical properties and wear behavior of light-cured packable composite resins. *Dent Mater* 16, 33-40 (2000)
66. *Manhart, J.:* Plastische Werkstoffe. *Zahnarzt Wirtschaft Praxis* 2, 70-72 (2001)
67. *McCabe, J.F., Smith, B.H.:* A method for measuring the wear of restorative materials in vitro. *Br Dent J* 151, 123-126 (1981)
68. *McCabe, J.F.:* Compressive fatigue limits and wear of restorative materials. *J Dent Res* 62, Abstr. 188 (1983)
69. *McCabe, J.F., Ogden, A.R.:* The relationship between porosity, compressive fatigue limit and wear in composite resin restorative materials. *Dent Mater* 3, 9-12 (1987)
70. *McCabe, J.F., Clearly, S.M., Abu Kasim, N.H.:* Surface fatigue of model composites. *J Dent Res* 75 (IADR Abstracts), 256 (1996)
71. *McKinney, J.E., Wu, W.:* Relationship between subsurface damage and wear of dental restorative composites. *J Dent Res* 61, 1083-1088 (1982)
72. *McKinney, J.E., Wu, W.:* Chemical softening and wear of dental composites. *J Dent Res* 64, 1326-1331 (1985)
73. *Mehl, A., Gloger, W., Kunzelmann, K.-H., Hickel, R.:* Entwicklung eines neuen optischen Oberflächenmessgerätes zur präzisen dreidimensionalen Zahnvermessung. *Dtsch Zahnärztl Z* 51, 23-27 (1996)
74. *Mehl, A., Gloger, W., Kunzelmann, K.-H., Hickel, R.:* A new optical 3-D-device for the detection of wear. *J Dent Res* 76, 1799-1807 (1997)
75. *Mueller, H.J., Bapna, M.S., Knoepfel, R.:* Human enamel-dental amalgam pin on disc wear. *Dent Mater* 1, 31-35 (1985)
76. *Pallav, P., Davidson, C.L., De Gee, A.J.:* Wear rates of composites, an amalgam, and enamel under stress-bearing conditions. *J Prosthet Dent* 59, 426-429 (1988)
77. *Pallav, P., De Gee, A.J., Davidson, C.L., Erickson, R.L., Glasspoole, E.A.:* The influence of admixing microfiller to small-particle composite resin on wear, tensile strength, hardness and surface roughness. *J Dent Res* 68, 489-490 (1989)
78. *Pallav, P., De Gee, A.J., Werner, A., Davidson, C.L.:* Influence of shearing action of food on contact stress and subsequent wear of stress-bearing composites. *J Dent Res* 72, 56-61 (1993)
79. *Paulus, M.:* Rechnergestützte Oberflächenabtastung für Verschleißuntersuchungen an zahnärztlichen Werkstoffen. Diplomarbeit im Fach Informatik. Institut für Mathematische Maschinen und Datenverarbeitung, Forschungsgruppe E, Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg (1990)

80. *Pelka, M., Krämer, N., Kunzelmann, K.-H.*: Oberflächenveränderungen verschiedener Modellmaterialien durch mechanische Profilometrie. Dtsch Zahnärztl Z 48, 488-491 (1993)
81. *Pelka, M., Krämer, N., Kunzelmann, K.-H.*: Messfehler bei der 3D-Erfassung von Oberflächen durch mechanische Profilometrie. Dtsch Zahnärztl Z 50, 725-728 (1995)
82. *Pelka, M., Ebert, J., Schneider, H., Krämer, N., Petschelt, A.* : Comparison of two- and three-body wear of glass-ionomers and composites. Eur J Oral Sci 104, 132-137 (1996)
83. *Pelka, M., Frankenberger, R., Sindlinger, R., Petschelt, A.* : Verschleißsimulation natürlicher Zahnhartsubstanzen im abrasiven Kontakt. Dtsch Zahnärztl Z 53, 61-64 (1998)
84. *Pilliar, R.M., Smith, D.C., Maric, B.* : Oscillatory wear tests of dental composites. J Dent Res 63, 1166-1172 (1984)
85. *Reich, S., Sindel, J., Morneburg, T.* : In-vitro-Verschleißverhalten von Verblendkunststoffen bei der Nahrungszerkleinerung. Dtsch Zahnärztl Z 53, 448-453 (1998)
86. *Rice, S.L., Bailey, W.F., Wayne, S.F., Burns, J.A.* : Comparative in vitro sliding-wear study of conventional, microfilled, and light-cured composite restoratives. J Dent Res 63, 1173-1175 (1984)
87. *Sarrett, D.C., Coletti, D.P., Peluso, A.R.* : The effects of alcoholic beverages on composite wear. Dent Mater 16, 62-67 (2000)
88. *Schnabel, C., Kunzelmann, K.-H., Hickel, R.*: The influence of different abrasion media on three-body-wear of composites. J Dent Res 74, Abstr. 625, (1995)
89. *Sindel, J., Frankenberger, R., Krämer, M., Pelka, M.*: Simulation des Verschleißverhaltens von Kompositen. Zahnärztl Mitt 88, 48-50 (1998)
90. *Söderholm, K.-J.*: Degradation of glass filler in experimental composites. J Dent Res 11, 1867-1875 (1981)
91. *Söderholm, K.-J.*: Leaking of fillers in dental composites. J Dent Res 2, 126-130 (1983)
92. *Söderholm, K.-J.*: Hydrolytic degradation of dental composites. J Dent Res 10, 1248-1254 (1984)
93. *Söderholm, K.-J., Lambrechts, P., Sarrett, D., Willems, G., Longmate, J.*: Clinical wear performance of eight experimental dental composites after three years. J Dent Res 77, Abstr. 1241 (1998)
94. *Söderholm, K.-J., Roberts, M.J.*: Influence of water exposure on the tensile strength of composites. J Dent Res 12, 1812-1816 (1990)

95. *Spanoudakis, J., Young, R.J.*: Crack propagation in a glass particle-filled epoxy resin. Part 1: Effect of particle volume fraction and size. *J Mater Sci* 19, 473-486 (1984 a)
96. *Spanoudakis, J., Young, R.J.*: Crack propagation in a glass particle-filled epoxy resin. Part 2: Effect of particle-matrix adhesion. *J Mater Sci* 19, 487-496 (1984 b)
97. *Suh, N.P.*: Tribophysics. Prentice-Hall, New Jersey (1986)
98. *Vivadent, D-Schaan*: Wissenschaftliche Dokumentation Ariston pHc (1998)
99. *Willems, G., Lambrechts, P., Braem, M., Celis, J.P., Vanherle, G.*: A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics. *Dent Mater* 8, 310-319 (1992)
100. *Willems, G., Lambrechts, P., Braem, M., Vanherle, G.*: Composite resins in the 21st century. *Quintessence Inter* 24, 641-658 (1993)
101. *Yuasa, S.*: Influences of composition on brush wear of composite resins. Influences of particle size and content of filler. *Shika Zairyo Kikai* 9, 659 (1990)
102. *Young, R.J., Beaumont, P.W.R.*: Failure of brittle polymers by slow crack growth. Part 2: Failure processes in a silica particle-filled epoxy resin composite. *J Mater Sci* 10, 1343-1350 (1975)
103. *Young, R.J., Beaumont, P.W.R.*: Failure of brittle polymers by slow crack growth. Part 3: Effect of composition upon the fracture of silica particle-filled epoxy resin composites. *J Mater Sci* 12, 684-692 (1977)
104. *Zum Gahr, K.-H.*: Microstructure and wear of materials. Elsevier, Amsterdam (1987)

9. Anhang

9.1 Messwerte

Materialproben ACTA-Maschine														
	MATERIAL	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
VERSUCH 1	Komposit A	32,7	28,7	26,8	18,4	19,5	18,9	23,1	21,3	22,6	15,2	16,6	15,1	
	Komposit B	28,0	27,4	29,6	18,5	18,6	15,7	24,1	23,0	23,0	14,8	16,2	16,1	
	Komposit C	31,6	29,0	28,6	17,0	18,7	19,3	22,0	24,1	22,5	14,9	14,3	14,5	
	Komposit D	33,4	35,9	33,3	16,7	39,2	19,3	24,2	23,8	24,2	17,3	16,6	16,8	
	Komposit E	26,9	29,2	33,6	18,4	17,5	18,4	22,3	20,9	23,9	15,0	14,9	15,2	
	Komposit F	30,1	29,9	38,3	21,0	21,2	18,4	22,0	22,6	24,0	16,0	15,2	15,3	
	Charisma F	40,7	24,9	34,1	20,9									
	Tetric Ceram	36,1	20,5	22,7	19,7									
VERSUCH 2	ULPFS 1	44,9	27,6	30,9	26,5	21,4	23,7							
	ULPFS 2	20,4	17,5	19,5	19,4	19,0	18,0							
	ULPFS 3	20,3	19,3	23,8	23,0	17,9	19,0							
	ULPFS 4	22,6	23,0	24,5	27,5	20,0	19,4							
	ULPFS 5	19,8	18,9	19,1	20,1	19,1	16,4							
	ULPFS 6	19,1	18,2	20,3	22,7	18,1	17,9							
	ULPFS 7	26,8	19,7	21,5	23,0	19,3	19,1							
	ULPFS 8	21,5	17,7	17,7	24,5	22,9	18,1							
	ULPFS 9	19,0	17,5	19,1	18,6	18,1	19,7							
	ULPFS 12	19,7	19,1	26,1	21,9	20,4	18,9							
	ULPFS 14	22,0	22,6	22,4	23,5	23,2	21,5							
	ULGFS 1	24,7	22,3	24,0	23,8	22,8	24,6							
	Tetric Ceram	27,9	26,3	26,9	37,9	28,9	34,7							
	Charisma F	27,1	26,6	30,4	52,7	26,6	31,1							
	Alert+P	34,0	23,6	24,8	18,7	19,6	18,8							
	Alert	33,9	17,5	23,3	32,6	20,3	18,7							
	Definite	26,8	26,1	47,5	25,6	24,4	22,8							
	Surefil	29,7	28,1	47,6	27,2	21,0	31,7							
Ariston	39,1	31,6	40,9	41,3	32,9	32,1								
Solitaire	36,2	69,8	66,0	33,2	54,3	57,1								
VERSUCH 3	Tetric Ceram	29,6	27,0	28,2	30,1	28,8	27,8	27,0	28,4	28,6	30,9			
	Z 100	23,0	20,0	17,6	19,2	17,9	20,4	18,0	27,6	17,4	18,5			
	Prodigy	30,4	28,2	24,3	26,5	26,1	23,7	24,0	20,1	23,8	29,0			
	Z 250	24,4	22,8	21,3	24,2	22,9	21,5	21,2	22,0	24,5	22,5			
	Tetric flow	35,3	32,0	28,9	36,4	33,3	29,6	30,2	33,5	30,0	37,5			
	Flowline	37,7	35,1	37,3	36,9	34,5	33,3	32,1	37,8	35,0	43,0			
	Revolution	37,9	36,4	32,8	38,2	41,4	37,5	35,1	42,3	35,9	44,0			
	Aelite flo	42,7	40,5	36,0	44,7	44,6	39,8	39,1	43,1	38,5	46,0			
	Dyract flow	36,0	34,7	30,0	35,6	39,2	30,9	27,5	33,3	30,8	38,2			
	Compoglass flow	41,2	39,0	34,2	41,2	44,4	41,4	36,5	41,1	35,2	42,1			
	Prima flow	47,3	34,3	30,0	40,8	40,8	42,0	47,7	38,6	37,7	41,6			
	Solitaire	26,6	25,3	24,0	27,8	29,4	25,2	27,7	28,3	26,3	29,9			
	Solitaire II	22,7	22,7	21,6	24,8	27,2	18,7	21,2	23,6	22,7	25,3			
	Prodigy cond.	30,7	29,7	29,6	32,0	29,7	25,8	25,5	29,5	26,3	30,2			
	Surefil	22,6	20,2	18,9	19,7	18,5	23,7	26,9	23,3	30,6	19,1			
	Alert	18,2	18,7	18,4	16,7	17,2	21,4	24,5	17,6	41,7	18,0			
	Ariston	31,2	30,0	28,9	31,8	31,2	34,0	31,2	35,5	28,7	32,2			
	Definite	22,8	24,5	21,0	24,7	22,9	22,8	20,8	25,1	21,3	22,5			
	Admira	27,2	25,3	23,6	26,3	24,6	24,9	26,9	30,3	25,7	29,7			
	Palfique tough.	25,1	21,8	20,8	21,3	19,9	25,0							
Kerr Point 4							36,4	29,5	29,0	26,0				

Tab. 16 Messwerte der Versuchsreihen mit der ACTA-Maschine

Materialproben Fatigue-Tester										
	MATERIAL	1	2	3	4	5	6	7	8	9
VERSUCH 4	Komposit A	27,0	26,5	24,1	24,0	21,0	28,6	20,4	22,9	29,7
	Komposit B	23,4	26,6	25,3	22,6	24,2	27,0	24,8	27,8	28,3
	Komposit C	26,7	23,9	24,6	21,6	23,7	30,7	25,7	27,2	19,2
	Komposit D	28,6	23,7	27,2	22,1	23,3	30,8	21,8	23,3	21,2
	Komposit E	24,3	25,1	26,5	19,5	23,4	28,3	27,2	21,1	24,1
	Komposit F	23,0	22,8	24,4	19,4	30,4	26,4	24,0	29,7	20,9
	Charisma F	47,7	51,5	41,7						
Tetric Ceram	42,0	41,0	36,0							
VERSUCH 5	ULPFS 1	35,3	39,9	26,1						
	ULPFS 2	26,8	35,7	25,1						
	ULPFS 3	29,2	39,8	27,7						
	ULPFS 4	28,9	32,8	26,8						
	ULPFS 5	31,8	24,9	22,8						
	ULPFS 6	30,5	34,7	24,0						
	ULPFS 7	29,1	31,6	21,9						
	ULPFS 8	28,6	27,6	24,3						
	ULPFS 9	35,7	24,5	25,4						
	ULPFS 12	38,8	25,6	21,5						
	ULPFS 14	37,5	31,1	27,4						
	ULGFS 1	32,1	19,1	26,8						
	Tetric Ceram	39,9	30,0	31,8						
	Charisma F	53,3	30,8	34,1						
	Alert+P	21,1	14,2	13,6						
	Alert	23,5	24,5	16,6						
	Definite	38,3	36,8	19,9						
	Surefil	26,7	25,9	29,0						
Ariston	42,5	42,7	13,7							
Solitaire	35,2	41,6	20,7							

Tab. 17 Messwerte der Versuchsreihen mit dem Fatigue-Tester

Materialproben Perthometer- u. Laservermessung							
	MATERIAL	Perth. 1	Laser 1	Perth. 2	Laser 2	Perth. 3	Laser 3
VERSUCH 6	Tetric Ceram	27,0	27,4	30,1	29,9	28,8	28,2
	Z 100	20,0	17,7	19,2	23,6	17,9	21,6
	Prodigy	28,2	24,6	26,5	26,7	26,1	24,5
	Z 250	22,8	20,7	24,2	23,7	22,9	23,1
	Tetric flow	32,0	27,4	36,4	34,4	33,3	30,5
	Flowline	35,1	31,6	36,9	36,4	34,5	32,9
	Revolution	36,4	34,6	38,2	34,1	41,4	40,5
	Aelite flo	40,5	40,2	44,7	40,1	44,6	41,9
	Dyract flow	34,7	31,5	35,6	28,7	39,2	35,0
	Compoglass flow	39,0	34,2	41,2	36,3	44,4	41,5
	Prima flow	34,3	35,9	40,8	37,8	40,8	39,7
	Solitaire	25,3	25,6	27,8	26,1	29,4	32,8
	Solitaire II	22,7	23,8	24,8	34,2	27,2	36,6
	Prodigy cond.	29,7	27,5	32,0	29,5	29,7	28,3
	Surefil	20,2	21,4	19,7	26,5	18,5	20,8
	Alert	18,7	18,2	16,7	22,0	17,2	20,2
	Ariston	30,0	28,6	31,8	26,8	31,2	31,3
	Definite	24,5	26,0	24,7	28,9	22,9	26,0
	Admira	25,3	23,9	26,3	24,5	24,6	23,2
	Palfique tough.	21,8	21,5	21,3	22,2	19,9	20,8

Tab. 18 Messwerte der Perthometer- und Laservermessung

Materialproben der E-Modulbestimmung						
MATERIAL	1	2	3	4	5	6
Komposit A	13007,8	12479,0	11633,0	11331,4	10953,7	11130,9
Komposit B	11256,5	11058,1	11382,5	11192,9	10113,4	10779,2
Komposit C	8947,2	7541,4	9611,8	10676,2	10762,9	10422,8
Komposit D	7143,0	7119,2	6580,0	7079,3	7514,3	7736,4
Komposit E	7707,6	7649,9	10172,9	10345,4	10260,7	12246,0
Komposit F	8386,1	9018,5	9350,1	9238,5	9675,3	9273,3
ULPFS 1	13998,7	15855,7	16103,3	15927,4	15126,2	15587,7
ULPFS 2	14518,6	15867,0	14940,7	15730,4	16304,2	15330,6
ULPFS 3	13489,9	14089,6	13523,0	12807,6	13033,5	11940,7
ULPFS 4	15793,1	16524,4	16706,6	16069,3	16027,6	15325,8
ULPFS 5	7818,3	11107,2	12466,4	9583,9	10430,2	11419,2
ULPFS 6	15096,9	14773,8	14192,0	14749,7	14392,0	14129,9
ULPFS 7	11447,0	12349,1	14456,0	14966,6	15457,8	13645,7
ULPFS 8	15757,0	14280,9	15643,6	15667,4	15737,9	15367,4
ULPFS 9	15047,7	16195,5	16415,0	15051,3	15681,5	14151,2
ULPFS 12	14965,1	15245,4	14702,5	15678,5	15684,7	15656,1
ULPFS 14	14256,0	13620,2	14085,1	14435,4	14516,2	14238,9
ULGFS 1	14788,6	15485,4	15447,8	15494,1	15081,4	12018,6
Tetric Ceram	12172,6	12906,4	7814,1	5949,4	8636,5	11469,5
Charisma F	12841,4	12761,0	12842,4	12820,5	12860,1	11450,8
Alert+P	4608,6	5297,6	5122,5	7177,4	5178,2	4719,4
Alert	21341,4	22945,2	19035,6	17024,8	14846,8	14987,0
Definite	11095,4	9725,4	10726,8	10069,2	10552,40	9293,22
Surefil	15167,4	15198,3	13574,0	13151,4	12257,4	13426,2
Ariston	13991,8	14553,9	13891,1	12513,5	11220,2	9083,9
Solitaire	7570,1	6788,8	6907,8	7522,2	5191,9	8086,2
Z 100	17639,6	18128,5	17569,9	16195,1	16507,4	19267,0
Prodigy	7367,1	7970,1	7954,3	6641,1	9350,0	9199,9
Z 250	15402,3	15480,3	15221,8	16085,9	15973,4	15910,3
Tetric flow	7371,8	6579,8	6439,9	7973,0	7318,9	7478,3
Flowline	7930,6	7619,2	7509,5	7212,6	3280,2	2919,6
Revolution	4490,8	4713,2	4136,9	6095,6	6510,3	6147,7
Aelite flo	6114,3	6073,8	5876,1	5101,2	5206,6	6551,8
Dyract flow	5822,7	5426,4	4957,0	4745,9	5122,6	5935,9
Compoglass flow	8662,9	9030,9	8406,6	8640,7	9488,6	8857,8
Prima flow	7487,9	8057,3	7619,9	7600,0	7708,1	7197,3
Solitaire II	10541,2	11065,5	11601,9	10399,1	10692,9	6699,5
Prodigy cond.	5957,0	5511,0	5982,9	5404,6	5837,3	5309,8
Admira	8380,4	10992,7	12277,8	10793,5	10998,2	14215,0
Kerr Point 4	10437,5	9269,7	5706,8	11604,6	9862,5	8524,1

Tab. 19 Elastizitätsmodulbestimmung der Materialproben

9.2 Übersicht der Publikationen über die ACTA-Maschine

Autor	Material	Verarbeitung	Lagerung	Zyklen	Kraft	Slip	3. Medium
De Gee, 1986	5 kommerzielle Komposite, 1 Amalgam	indirekte Applikation, adhäsive Befestigung der Proben auf Rad (Cyanoacrylat-Adhäsive)	37° C in Wasser	85 000 ohne Wechsel des Mediums	15 N	30 % RF 2 Hz	<ul style="list-style-type: none"> • 0,73 g Hirsesamen je ml Wasser • 1,5 g PMMA-Perlen je ml Wasser • 80 Gew.% gemahlene Hirsesamen u. 20 Gew.% PMMA-Perlen in Wasser • Wasser
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Zyklenzahl, Anpresskraft, Slip; Variation des 3. Mediums. 2. Verschleißrate und relatives Verschleißmuster sollte unter klinischen Bedingungen quantifiziert werden. 3. Bewertung der klinischen Relevanz anhand vergleichbarer In-vivo-Studien [Lambrechts 1985, Lutz 1984]. Realistische Daten mit Hirse/PMMA/Wasser-Mischung als 3. Medium, höchste Verschleißrate mit Hirse/Wasser-Medium (nimmt bei geringster Zugabe von PMMA-Perlen ab), PMMA/Wasser-Medium niedrigste Verschleißrate. 						
Pallav, 1988	19 kommerzielle Komposite, 1 Amalgam, 1 Schmelzprobe (bovin)	indirekte Applikation; adhäsive Befestigung der Proben auf Rad	37° C in Wasser	85 000	15 N	30 % RF 1,3 Hz	<ul style="list-style-type: none"> • 36 Gew.% gemahlene Hirsesamen und 9 Gew.% PMMA-Perlen in Wasser (55 Gew.%)
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Zyklenzahl, Anpresskraft, Slip und 3. Medium. 2. Vorhersage des okklusalen Verschleißverhaltens anhand in vitro Daten. 3. Vergleich kommerzieller Komposite und Amalgam in vitro und in vivo [Maier, 1980; Hörsted, 1984; Lutz, 1984; Lutz, 1985; Lambrechts, 1995; Leinfelder, 1985]. Vergleich des okkl. Verschleißverhaltens in vitro zu Amalgam und Rinderschmelz: kommerzielle Komposite höherer Verschleiß als Amalgam, kein signifikanter Unterschied zw. Hybriden und Mikrofüllern, die Zusammensetzung der Komposite (Füller/Matrix-Anteil) beeinflusst das Verschleißverhalten. 						
Pallav, 1989	7 experimentelle Komposite: Füller gesamt 68 Vol.%; • Komposit 1: Makrofüller (68,5 Vol.%), • Komposit 2 - 7: um 3-, 5-, 7.5-, 10-, 15-, 20 Vol.% durch Mikrofüller ersetzt	nach Pallav [1988] 120 s Lichthärtung; Grinding mit 600 Grit SiC-Papier	37° C in Wasser	100 000	15 N	30 %	<ul style="list-style-type: none"> • Mischung aus pulverisierten Hirsesamen + PMMA-Perlen + Wasser; keine näheren Angaben zu Verteilung (Gew.%)
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Zyklenzahl, Anpresskraft, Slip u. 3. Medium. 2. Einfluss der Vol.-%-Zunahme an Mikrofüllern auf den okkl. Verschleiß, die Oberflächenrauigkeit, Zugfestigkeit u. Härte. 3. generelle Zunahme der Verschleißfestigkeit bei Erhöhung des Mikrofülleranteiles; höchste Verschleißfestigkeit bei 15 Vol.% Mikrofüllern, weitere Erhöhung brachte konstante Werte. Erhöhung des Mikrofülleranteiles hatte keinen Einfluss auf Zugspannung und Härte. Makrofüller hauptverantwortlich für die Oberflächenrauigkeit. 						

De Gee, 1990	11 kommerzielle Komposite: • 8 lichthärtende Komposite (LH 120 s) • 3 chem.härtende Komposite (30 s Anmischen)	direkte Applikation der Proben auf Rad; Nachvergütung Lichtofen bei 125° C (7min); Kontrollgruppe ohne Vergütung	37° C in Wasser; Grinding mit 240-, 320-, 400-, 600 Grit SiC-Papier	200 000	15 N	30 %	• pulverisierte Hirsesamen + Wasser; keine näheren Angaben zur prozentualen Verteilung
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Zyklenzahl, Anpresskraft, Slip u. 3. Medium. 2. Einfluss der Nachvergütung der Proben bei 125° C auf die Verschleißfestigkeit 3. Nachvergütung verbesserte initial die Verschleißfestigkeit aller Materialien um 20 - 60% (bis zum 70. Tag); keine signifikanten Unterschiede nach einigen Wochen durch langsameren Ausgleich der Polymerisationsspannung. 						
Pallav, 1993	14 kommerzielle Komposite, 1 Amalgam	indirekte Applikation; keine genauen Angaben	Grinding; vor Test 2 Monate Lagerung in Wasser bei 37° C	200 000	15 N	0, 15, 30, 45, 60, 75, 90 %	• 120 g weißer Reis + 30 g Hülsen von Hirsesamen + 275 ml Wasser + 1 g Natriumazetat presskraft, Slip, 3.
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Zyklenzahl, Anpresskraft, 3. Medium; Variation des Slips. 2. Einfluss der Erhöhung des Slips (bzw. des Abstandes zw. Probenrad u. Antagonisten) auf den okklusalen Verschleiß. 3. Abnahme des Abstandes Probenrad zu Antagonist lässt Verschleißrate um das 2 bis 3-fache ansteigen. Kein surface fatigue; 3. Medium bildet keine Wachsschicht auf Oberfläche des Probenrades aus. 						
De Gee, 1994	13 kommerzielle Komposite 1 Amalgam	direkte Applikation; mit Cyanoacrylatkleber befestigt;	keine Lagerung; Grinding bis 600 Grit unter Wasser	200 000	15 N	15 %	• 120 g weißer Reis + 30 g pulver. Hirsesamenhülsen + 275 ml Phosphatpuffer + 1 g Natriumazetat
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Zyklenzahl, Anpresskraft, Slip, 3. Medium. 2. Nachweis der klinischen Relevanz des ACTA-Versuchaufbaus anhand klinischer Daten. 3. durchschnittlicher Korrelationskoeffizient von 0.90 zu klinischen Daten. 						
Finger, 1987	24 kommerzielle Komposite 1 Amalgam		in Wasser für 2 Wochen		10 N	10 %	• wässrige Lösung mit 25 Gew.% Mohnsamen
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Anpresskraft, Slip, 3. Medium; keine konstante Zyklenzahl. 2. Korrelation in vitro und in vivo Verschleißdaten der Komposite. 3. Gute Übereinstimmung der Daten, ausdrücklicher Hinweis auf den Wert dieser Methode als Screening-Verfahren. 						
Pelka, 1996	2 kommerzielle Komposite 6 GIZ 1 Kompomer 1 Amalgam	indirekte Herstellung (60 s Licht oder Auto-polymerisation) adhäsive Befestigung der Proben	2 Wochen bei 100% relativer Feuchte; Grinding bis 1000 Grit (nass)	100 000	15 N	15 %	• 150 g pulverisierte Hülsen von Hirsesamen in 275 ml Aqua dest. + 1 g Natriumazetat
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Zyklenzahl, Anpresskraft, Slip, 3. Medium. 2. Vergleich der Verschleißraten nach 2-Körper- und 3-Körper-Verschleißsimulation in vitro. 3. Keine signifikanten Unterschiede zwischen der 2-K.- u. 3-K.-Verschleißsimulation in vitro; Amalgam hatte die niedrigsten Verschleißraten in beiden Versuchen (Referenzmaterial). 						
Krämer, 1997	3 stopfbare GIZ 1 Cermetzement 1 Silikophosphatzement 3 Kompomere 1 Komposit 1 Amalgam	indirekte Herstellung (60 s Licht oder Auto-polymerisation); adhäsive Befestigung der Proben	2 - 4 Wochen bei 37° C und 100% relativer Feuchte; Grinding bis 1000 Grit (nass)	100 000	15 N	15 %	• 150 g gemahlener Hirsesamen in 200 ml Wasser + 3 ml Natriumazetat
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Zyklenzahl, Anpresskraft, Slip, 3. Medium. 2. Abrasionsbeständigkeit von Kompomeren und stopfbaren GIZ als Amalgamalternative im Milchgebiss. 3. Keine signifikanten Unterschiede zwischen Kompomeren, jedoch zum Komposit. Stopfbare GIZ haben signifikant besseres Verschleißverhalten als Cermetzement. 						

Reich, 1998	5 Verblendkunststoffe 1 Komposit 1 Amalgam	indirekte Herstellung in 3 Schichten (180 s Licht); Nachvergütung für 360 s 2-fach; adhäsive Befestigung	3 Monate in Kochsalzlösung bei 37° C	100 000	15 N	15 %	<ul style="list-style-type: none"> • 150 g gemahlene Hirsesamen in 220 ml Aqua dest. + 5 Tropfen Natrium-Azid
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Zyklenzahl, Anpresskraft, Slip, 3. Medium. 2. Verschleißraten unterschiedlicher Kunststoffverblendmaterialien gegenüber Amalgam und Komposit. 3. Geringste Verschleißraten für Amalgam und Komposit. 						
Sindel, 1998	8 Hybridkomposite 1 Kompomer 1 Amalgam	keine näheren Angaben	2 Wochen in Aqua dest. bei 37° C	100 000	15 N	15 %	<ul style="list-style-type: none"> • Hirsesuspension • Hirse-Reissuspension keine näheren Angaben
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Zyklenzahl, Anpresskraft, Slip; Variation des 3. Medium. 2. In vitro Verschleißverhalten von Kompositen. 3. Höchste Verschleißrate für das Kompomer, geringste unter den Kompositen für Z 100; Amalgam als Referenzmaterial mit bestem Ergebnis. 						
Pelka, 1998	Agonist: Schmelz (human), Schmelz (bovin), Dentin (bovin), Heliomolar Antagonist: 4 Antagonisten aus oben genannten Materialien	direkte Applikation der Proben adhäsiv mit Heliomolar	Grinding bis 1000 Grit; Lagerung bei 100% Feuchte	100 000	15 N	15 %	<ul style="list-style-type: none"> • 200g Hirse + 100 g Al₂O₃ (15µm) in 300 ml Kochsalzlösung
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Zyklenzahl, Anpresskraft, Slip, 3. Medium. 2. Simulation des Verschleiß natürlicher Zahnhartsubstanz im direkten abrasiven Kontakt unter stark abrasiven Bedingungen. 3. Geringste Abrasionswerte für Heliomolar, höchste Werte für das Rinderdentin; Ausgangsstudie für eine Reihe mit natürlichen Antagonisten bei abrasiv verändertem 3. Medium. 						
Sarrett, 2000	5 kommerzielle Komposite	indirekte Applikation; 2 mm Schichten, Licht 60 s, adhäsive Befestigung	Lagerung nicht angegeben; Grinding mit 600 Grit	250 000	15	15 %	<ul style="list-style-type: none"> • 150 g gemahlene Hirsesamen + 275 ml Wasser/ Bier/ Wein • 30 g gemahlene Hülsen von Hirsesamen + 120 g gemahl. Reis + 275 ml Wasser/ Wein/ 9 Vol% Ethanol in Wasser
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Zyklenzahl, Anpresskraft, Slip; Variation des 3. Mediums. 2. Einfluss von alkoholischen Getränken auf den Verschleiß von Kompositen. 3. Medien mit Wein oder Ethanol verursachen signifikant mehr Verschleiß Bier oder Wasser; Verschleißraten von Wein od. Ethanol sind ähnlich aufgrund des Ethanolgehaltes von Wein; die Ergebnisse waren unabhängig von den einzelnen Kompositen. 						
Bauer, 1995	8 Hybridkomposite 2 Mikrofüllerkomposite 3 experimentelle Ormocere (Variation Füllergehalt + E-Modul der Matrix) 1 Amalgam	Silikatisierung d. Räder; direkte Applikation in 2 Schichten; Licht je Schicht 60 s; Nachvergütung 6 min	<ul style="list-style-type: none"> • Lagerung 24 h • Lagerung 6 Monate beides in Aqua dest.; Grinding 	200 000	15 N	15 %	<ul style="list-style-type: none"> • 150 g gemahlene Hirsesamen in 220 ml Wasser <p>Mediumwechsel nach je 50.000 Zyklen</p>
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Zyklenzahl, Anpresskraft, Slip, 3. Medium; Lagerung variabel. 2. Verschleißwerte von Kompositen und Ormoceren nach ACTA-Versuch und nach 6 Monaten Lagerung. 3. Niedrige Verschleißwerte für Ormocere (auch nach 6 Mon.), bessere Verschleißwerte der Hybridkomposite gegenüber den Mikrofüllerkompositen. 						

Schnabel, 1995	5 Hybridkomposite 1 Mikrofüllerkomposit	keine genauen Angaben	24 h in Wasser	200 000	15 N	15 %	<ul style="list-style-type: none"> • 3 Medien mit 1s/ 3s/ 7s gemahlene Hirsesamen in Wasser • 3 Medien mit ungemahlene Hirsesamen + 0s/ 3s/ 7s gemahlene Hirsesamen
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Zyklenzahl, Anpresskraft, Slip; 3. Medium variabel. 2. Einfluss der verschiedenen Zusammensetzungen des 3. Mediums auf die Verschleißraten der Komposite. 3. Mit zunehmendem Ansteigen der Partikelgröße im Abrasivum nimmt auch der Materialverschleiß zu; umgekehrt nimmt der Materialverschleiß über die Versuchsdauer bei ungemahlene Medium ab. 						
Bauer, 1996	4 Silikophosphatzemente 2 GIZ 2 Kompomere 1 Amalgam	direkte Applikation	24 h in Aqua dest.; Grinding	200 000	15 N	15 %	<ul style="list-style-type: none"> • gemahlene 150 g Hirsesamen in 220 ml Wasser <p>Mediumwechsel nach je 50.000 Zyklen</p>
	<ol style="list-style-type: none"> 1. Standardisierte Verarbeitung, Lagerung, Zyklenzahl, Anpresskraft, Slip, 3. Medium. 2. Beurteilung der Verschleißraten von Silikophosphat- u. Glasionomerzementen, sowie Kompomeren. 3. GIZ u. Kompomere aufgrund hoher Verschleißwerte nur als Langzeitprovisorium geeignet, Silikophosphatzemente mit großer Streuung der Ergebnisse, klinische Anwendung nicht empfohlen. 						

Tab.20 Übersicht verschiedener Publikationen zu Versuchen mit der ACTA-Maschine

Erläuterungen zur Tabelle :

1. Versuchsparmeter
2. Ziel der Studie
3. Ergebnisse der Studie

9.3 Danksagung

Dank gilt Herrn Prof. Dr. Hickel, Direktor der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der Ludwig-Maximilians-Universität München, für die Bereitstellung der Einrichtung der Poliklinik.

Herrn Prof. Dr. Kunzelmann, Oberarzt der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der Ludwig-Maximilians-Universität München, danke ich ganz besonders für die Überlassung des Studienthemas und für seine kompetente Betreuung. In zahlreichen Unterredungen stand er mir bei wissenschaftlichen Fragestellungen beratend zur Seite.

Dank gilt auch allen Mitarbeitern des Tribologischen Labors der Poliklinik, insbesondere Frau Nicoleta Illie und Frau Kathrin Felten für die fachliche Unterstützung und die große Hilfsbereitschaft.

Bei Herrn Thomas Obermaier und Herrn Wolfram Gloger möchte ich mich für die Lösung technischer Schwierigkeiten sehr bedanken.

Meinen Eltern, meinem Bruder und meinen Großeltern möchte ich herzlich für die langjährige Unterstützung und die vielen aufmunternden Worte danken.

9.4 Lebenslauf

Name	Florian Büttinghaus	
Geburtsdatum	13.08.1974	
Geburtsort	München	
Eltern	Manfred Büttinghaus, Unternehmer Helga Büttinghaus, geb. Hendler	
Geschwister	Christoph Büttinghaus, Student	
Schulbildung	1981-1985	Grundschule Gemeinde Kirchheim bei München
	1985-1994	Franz-Marc-Gymnasium Gemeinde Markt Schwaben
	1994	allgemeine Hochschulreife
Zivildienst	1994-1995	Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der Ludwig-Maximilians-Universität München
Hochschule	1995-2001	Studium der Zahnheilkunde an der Ludwig-Maximilians-Universität München
	09.02.2001	Zahnärztliche Prüfung
	26.02.2001	Approbation als Zahnarzt
Beruf	bis Mai 2002	Vorbereitungsassistent in der Zahnarztpraxis Dr. Martin Bauer in München
	bis September 2003	Klinischer Assistent an der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik der Ludwig-Maximilians-Universität München
	seit Oktober 2003	Assistent in der Zahnarztpraxis Dr. Thomas Czekalla in Dießen a. Ammersee