

Aus der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie
der Ludwig-Maximilians-Universität München
Direktor: Prof. Dr. med. dent. Reinhard HICKEL

**Qualifizierung und Quantifizierung von Abrasionspartikeln
aus zahnärztlichen Füllungsmaterialien auf Kompositbasis**

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

vorgelegt von
Wolfgang Schleifenbaum

aus München
2006

Mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät
der Universität München

Berichterstatter: Priv. Doz. Dr. J. Manhart

Mitberichterstatter: Prof. Dr. I. Rudzki-Janson

Prof. Dr. Dr. h.c. W. Gernet

Dekan: Prof. Dr. med. D. Reinhardt

Tag der mündlichen Prüfung: 19.10.2006

Wenn man´s nur probiert, so geht´s –
das heißt mitunter, doch nicht steht´s.

(Wilhelm Busch)

Meiner Familie gewidmet.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Grundlagen	6
2.1	Ausgangssituation.....	6
2.2	Begriffsdefinitionen der Tribologie.....	8
2.2.1	Verlust von Zahnhartsubstanz	8
2.2.2	Verlust von Füllungsmaterialien	10
2.3	Aufbau und Einteilung dentaler Restaurationsmaterialien auf Kompositbasis	15
2.3.1	Aufbau	15
2.3.2	Einteilung.....	19
3	Materialien und Methoden.....	24
3.1	Materialien	24
3.1.1	Produkte	24
3.1.2	Geräte - Grundlagen	30
3.1.3	Geräteliste	36
3.2	Methode.....	46
3.2.1	Vorversuche.....	47
3.2.1.1	Filtration	47
3.2.1.2	Vorversuch Pipettieren	50
3.2.1.3	Aqua Tridest-Herstellung.....	51
3.2.1.4	Vorversuch zur optischen Auswertung:	55
3.2.2	Versuchsdurchführung und Umbaumaßnahmen.....	56
3.2.3	Filtration.....	64
3.2.4	Auswertung mit dem Rasterelektronenmikroskop	66
3.2.5	Photonenkorrelationsspektrometrie.....	73

4	Ergebnisse	75
4.1	Abrasion.....	75
4.1.1	Abrasion durch Degusit-Antagonisten.....	75
4.1.2	Abrasion durch natürliche Antagonisten.....	76
4.2	Rasterelektronenmikroskopische Partikelanalyse	79
4.2.1	Partikelgrößen	79
4.2.2	Partikelgrößenverteilungskurve.....	82
4.3	Photonenkorrelationsspektrometrische Partikelanalyse	97
4.4	Vergleich REM – PCS.....	101
5	Diskussion	103
5.1	Kausimulator.....	103
5.2	Verschleiß.....	105
5.3	Rasterelektronenmikroskopische Auswertung	107
5.4	Photonenkorrelationsspektrometrie.....	109
5.5	Partikelgrößen	110
6	Schlussfolgerungen	114
7	Zusammenfassung	116
8	Literaturverzeichnis.....	119
9	Anhang	132
9.1	Materialliste.....	132
9.2	Abrasionsanalyse.....	135
9.3	Partikelanalyse	138
9.4	Photonenkorrelationsspektrometrie.....	141
9.5	Versuchsläufe	142
10	Danksagung.....	158
11	Lebenslauf	159

1 Einleitung

Seit mehr als 100 Jahren haben sich Amalgame als Füllwerkstoffe in der Zahnheilkunde bewährt. Sie zeichnen sich durch eine lange Liegedauer und gute mechanische Werte aus. Doch in den letzten Jahren ist dieses Material als Füllwerkstoff auf Grund von gesundheitlichen Bedenken in große Kritik geraten.

Auch das Bundesamt für Arzneimittel und Medizinprodukte (BfArM) setzt Einschränkungen für die Verwendung von Amalgamen. So sollen diese nicht bei Schwangeren, bei Kindern unter 6 Jahren und bei Patienten mit Nierenleiden verwendet werden (Drasch 1994, Hellwig Klimek Attin 1999). Aus ästhetischen Gründen ist dieses Material auch nicht im Frontzahngebiet geeignet.

Der Wunsch nach zahnfarbenen Füllmaterialien wurde größer. Ein entscheidender Durchbruch gelang Bowen 1962 mit der Entwicklung des Basismonomers Bis-GMA (Hellwig Klimek Attin 1999), einem Additionsprodukt eines Epoxidharzes und der Methylmethacrylsäure, das neue Wege in der Entwicklung dentaler zahnfarbener Füllungs-materialien öffnete und nach wie vor eine zentrale Rolle spielt.

Noch bis vor einigen Jahren galten allerdings Komposite im Seitenzahngebiet zur Aufnahme von Kaulasten als umstritten (Lutz et al. 1987, Lampert & Behrens 1991), da die physikalischen Eigenschaften nicht ausreichend waren (Vanherle et al. 1989).

Obwohl die Verschleißeigenschaften durch stetige Fortentwicklung verbessert werden konnten (Roulet 1994), zeigen klinische Studien nach wie vor Probleme bei der Verschleißfestigkeit, Randspaltbildung, Verfärbungen, Sekundärkaries und vorzeitigen Füllungsverlust (Ferracane et al. 1997, Geurtsen 1990, Manhart et al. 2002). Glasionomerezemente und Kompomere, eine Modifikation von

Kompositen, weisen noch wesentlich höhere Verschleißraten auf und eignen sich nicht zum Einsatz im belastungstragenden Kaubereich (Rzanny et al. 1999a). Vor allem die geringe Frakturanfälligkeit der Glasionomerezemente führt zu vielen frühzeitigen Füllungsverlusten.

Neben diesen physikalischen Problemen spielt aber auch die biologische Verträglichkeit der Materialien eine große Rolle.

Experimente an Meerschweinchen zeigen, dass Elutionsprodukte wie etwa die Komonomere 2-Hydroxyethylmethacrylat (HEMA) und vor allem Triethylenglycoldimethacrylat (TEGDMA) (Örtengren et al. 2001) aus dem Füllungsmaterial herausgelöst und im Körper resorbiert und metabolisiert werden können (Reichl 2002, Sadoh et al. 1999). Bevor es zu einer Ausscheidung hauptsächlich in Form von CO₂ in der Expirationsluft kommt, wird ein Abbau der Komonomere, vor allem von TEGDMA über mutagene und kanzerogene Zwischenprodukte anhand vorläufiger Ergebnisse von Laborstudien postuliert (Reichl et al. 2002). Bis-GMA, meist der Hauptbestandteil der Monomermatrix, wird schon seit längerer Zeit eine angebliche östrogene Wirkung zugeschrieben (Olea et al. 1996, Schafer et al. 1999).

Des Weiteren sind Allergien gegen zahnärztlichen Füllmaterialien auf Kunststoffharzbasis bekannt, die wesentlich häufiger auftreten als bei Amalgamen (Kanerva et al. 1994, Munksgaard et al. 1996, Alanko et al. 2004). Selbst Mundschutz und Handschuhe können keinen hundertprozentigen Schutz gewährleisten (Andersson et al. 1999, Lönnroth und Shahnava 1997).

Auch Abrasionspartikel von zahnärztlichen Versorgungen stehen im Verdacht, Schäden im menschlichen Körper hervorrufen zu können. 2001 wurde ein klinischer Fall geschildert, bei dem nachweislich durch Verschleißpartikel aus prothetischem Ersatz chronische Entzündungsreaktionen im Körper eines 62jährigen Mannes entstanden (Ballestri et

al. 2001). Es konnten bis zu 20µm große Abrasionspartikel vor allem in Leber und Niere isoliert werden.

Obwohl kein unvertretbares Risiko bei der Verwendung von zahnfarbenen Füllungsmaterialien auf Kunststoffbasis besteht, muss erkannt werden, dass die Biokompatibilität dieser Werkstoffe noch nicht vollkommen erforscht ist (Hickel 1997, Staehle 1997).

Um die biologische Wirkung von Abrasionspartikeln aus zahnärztlichen Kompositmaterialien zu erfassen, muss zuerst eine neue Methode zur Isolation, Qualifizierung und Quantifizierung entwickelt werden. Ziel dieser Arbeit ist es, Abrasionspartikel, die durch Verschleiß von zahnärztlichen, auf Kunststoff basierenden Füllungsmaterialien in vitro entstehen, zu isolieren und zu analysieren. Des Weiteren soll das Verschleißvolumen der getesteten Materialien bestimmt werden.

2 Grundlagen

2.1 Ausgangssituation

Im Zuge der Dissertation „Entwicklung einer Methodik zur Ermittlung des Freisetzungsverhaltens verschiedener plastischer zahnfarbener Restaurationsmaterialien bei physiologisch modifizierter Kausimulation“ von Bettina Angela Glasl (2000) kam die Anregung, Abrasionspartikel aus zahnärztlichen Füllungswerkstoffen zu untersuchen. Als Nebenergebnis wurden zum erstenmal Filtrationsproben aus den Versuchsläufen eines Kausimulators gewonnen und durch ein Mikroskop betrachtet. Es konnten Partikel isoliert werden. Allerdings waren die Proben zu stark verschmutzt, um eine sinnvolle Auswertung zu gewährleisten (Abbildungen 1a-c zeigen Filtrationsproben, die im Zuge der Dissertation von B. Glasl (2000) angefertigt wurden). Des Weiteren war der Vergrößerungsfaktor des Lichtmikroskops nicht stark genug. Deshalb war es notwendig, ein neues Verfahren zu entwickeln, um abradierete Partikel zu isolieren und deren Größe zuverlässig bestimmen zu können.



Abbildung 1a: (100fach) Es ist nicht eindeutig zu bestimmen, ob es sich bei den hellen Partikeln (Pfeile) um Verschmutzungen oder Abrasionspartikel handelt

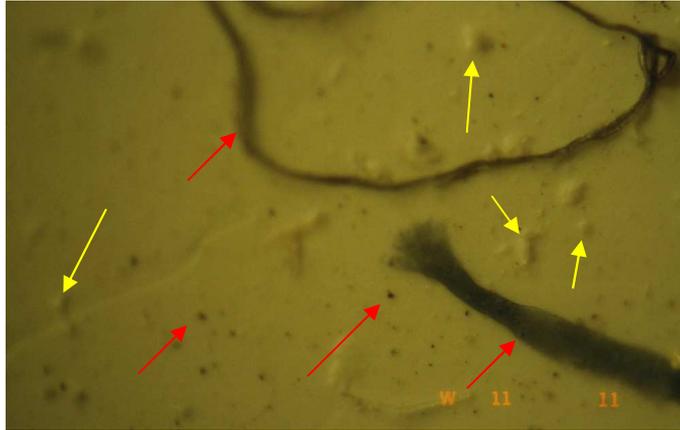


Abbildung 1b: (100fach) Es sind unbekannte Schmutzpartikel vorhanden (rote Pfeile), die teilweise die Größe von zahnfarbenen Partikel haben (gelbe Pfeile)

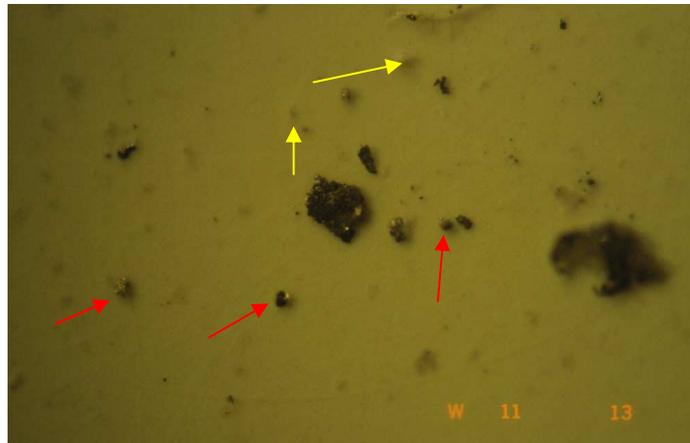


Abbildung 1c: (100fach) Metallischer Abrieb (rote Pfeile) verursacht einen teilweise gleichgroßen Abrieb wie die Abrasionspartikel (gelbe Pfeile; vergleiche auch mit Abbildung 1a und 1b)

2.2 Begriffsdefinitionen der Tribologie

Grundlage dieser Arbeit ist der Verschleiß von Füllungswerkstoffen.

In der Fachsprache unterscheidet man verschiedene Begriffe.

Definition „Tribologie“

Das Wort „Tribologie“ leitet sich aus dem griechischen „tribos“ (=Reiben) ab, und wurde zum erstenmal 1966 vom British Department of Education and Science zur Beschreibung der Wissenschaft und Lehre von „Reibung – Verschleiß – Schmierung“ (DIN 50320) verwendet.

2.2.1 Verlust von Zahnhartsubstanz

Kunzelmann (1998) unterscheidet nach Hickel (1989) zahnmedizinische Verschleißbegriffe nach Form und Ursache:

1. Abrasion

Abrasion ist Abrieb von Zahnhartsubstanz durch zwischengelagerte Partikel aus der Nahrung (=Demastikation) oder durch exogene Ursachen (z.B. berufliche Exposition mit Staub, Sand etc.). Hierbei kommt es durch das Prinzip des 3-Körper-Abriebs durch eine reibende bzw. rollende Bewegung eines Abrasionsmediums zu einem Zahnhartsubstanzverlust auch außerhalb der Kontaktstellen der Antagonisten. Es entsteht ein flächiger Substanzverlust (Sindel 1998).

2. Attrition

Diese Art von Verschleiß entsteht durch direkten Zahnkontakt. Dabei spielen Zahnkontakte, die beim Sprechen oder Schlucken entstehen, eher eine untergeordnete Rolle. Wichtiger sind hingegen Parafunktionen

(z.B. Pressen oder Knirschen), bei denen sehr hohe intermaxilläre Kräfte auftreten können (Hellwig, Klimek und Attin 1999).

3. Erosion

Zahnhartsubstanz besteht zum überwiegenden Teil aus Hydroxyl-, Carbonat- und Fluorapatit. Durch vermehrte Exposition mit Säuren kommt es zu einer chemischen Auflösung und somit zu einer Abtragung der Zahnhartsubstanz. Häufige Kontakte mit Säuren entstehen z.B. durch Ernährungsstörungen (Bulimie) oder dauerhaften Verzehr von säurehaltigen Lebensmitteln (Zitrusfrüchte, verschiedene Limonaden), aber auch durch berufliche Tätigkeiten mit Exposition chemischer Substanzen (z.B. Dämpfe). Im Gegensatz zur Abrasion und Attrition, die zum überwiegenden Teil an der okklusalen Fläche bzw. Inzisalkante entstehen, spielt sich die Erosion auf allen Zahnoberflächen ab (Hellwig, Klimek, Attin1999).

Des weiteren gibt es neben diesen drei Hauptmechanismen noch:

4. Stauchungsfraktur

Durch zyklische Überlastungen der Zahnhartsubstanz beim Kauen oder bei Parafunktionen kommt es zu einem lokalisierten zervikalen Substanzverlust (Kunzelmann 1998).

5. Abrosion

Abrosion ist ein iatrogener und beabsichtigter Substanzverlust. Durch mechanische und chemische Verfahren sollen verfärbte Zähne gebleicht werden. Dabei ist das Wort „Abrosion“ ein Akronym aus „Abrasion“ und „Erosion“ (Kunzelmann 1998).

2.2.2 Verlust von Füllungsmaterialien

Da dentale Füllmaterialien aus unterschiedlichen Komponenten zusammengesetzt sind (=>“Komposite“) und der Verschleiß unter Anderem von Art, Dauer und Größe der einwirkenden Kraft abhängig ist, kommen spezifische Abnutzungsmuster zustande. Thermische, biologische und chemische Bedingungen beeinflussen ebenfalls das Verschleißverhalten (Yap et al. 1999).

Die obenstehenden Definitionen können ähnlich auf das Verschleißverhalten von Füllungsmaterialien übertragen werden, wobei der Begriff der Ermüdung („fatigue“) hinzukommt.

Dieser Begriff kann in folgende Unterpunkte unterteilt werden (Kunzelmann 1998):

- bulk fracture = plötzlicher Verlust großer Anteile einer Füllung
- surface pitting = Bildung von Grübchen auf der Füllungsoberfläche
- chipping = Absplitterung großer Anteile am Füllungsrandbereich
- marginal ditching = vermehrter Verschleiß der Klebefuge eines Adhäsivinlays im Vergleich zum Schmelz oder Inlay selbst

Die Hauptverschleißmechanismen werden von Kunzelmann (1998) nach der mittlerweile zurückgezogenen DIN 50320 wie folgend beschrieben:

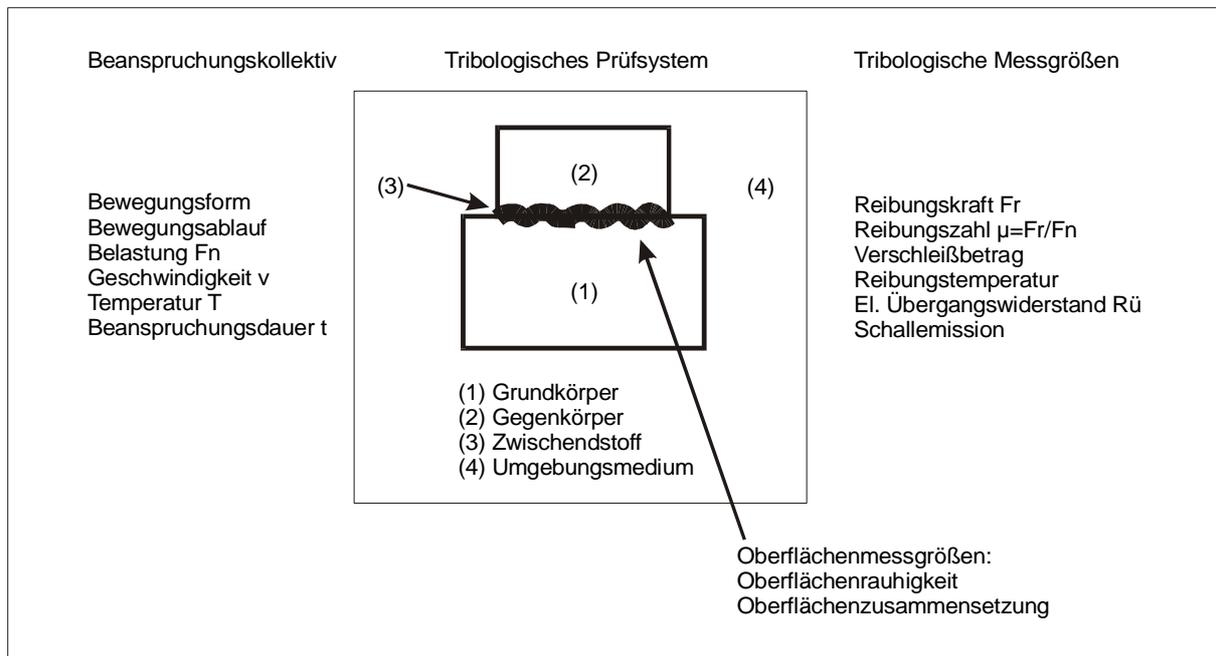


Abbildung 2: Tribologisches System nach DIN 50320

Abbildung 2 zeigt ein tribologisches System. Es setzt sich zusammen aus Grundkörper, Gegenkörper, Zwischenstoff (falls vorhanden) und einem Umgebungsmedium.

Folgende Beanspruchungsparameter wirken auf das System:

- Normalkraft
- Tangentialkraft
- Temperatur
- Belastungsdauer
- Bewegungsform (Rollen, Gleiten, Strömen, Stoßen)
- zeitlicher Bewegungsablauf (kontinuierlich, oszillierend, intermittierend)

Bei einem Belastungs- bzw. Verschleißvorgang kommt es im tribologischen System zu „energetischen“ und „stofflichen“ Wechselwirkungen. Mechanische Belastungen und Reibungskräfte führen im Sinne einer energetischen Wechselwirkung zu den Verschleißmechanismen „Abrasion“ und „Oberflächenzerrüttung“. Stoffliche Wechselwirkungen bewirken intermolekulare Veränderungen in den Elementen des Tribosystems und führen zu „Adhäsion“ und „Tribochemischer Reaktion“ (Kunzelmann 1998).

1. Abrasion

Abrasion ist ein Substanzverlust, der durch Schädigung der Oberfläche, hier einer Füllung, durch harte Materialien entsteht (Kunzelmann 1998, Pelka 1998a)

Grundmechanismus:

- Mikropflügen (microploughing):

Verformung des Materials ohne Substanzverlust, bei dem die verdrängte Masse an den Belastungsrand gedrängt wird.

- Mikroermüdung (microfatigue):

Durch wiederholtes Mikropflügen kommt es zu Materialverlust, dem Mikroermüden.

- Mikrospanen (microcutting):

Abtragen von Materialpartikeln bei Kraftbeginn. Der Volumenverlust entspricht der Abriebsfurche.

- Mikrobrechen (microcracking):

Durch fortschreitende Risse kommt es zu Aussplitterungen der Materialoberfläche. Der Materialverlust ist größer als die Schnittspur.

2. Oberflächenzerrüttung

Durch die wiederholte, regelmäßige Krafteinwirkung kommt es zunächst zu einer elastischen, dann zu einer plastischen Verformung des Materials. Es folgen Rissbildungen unterhalb der Materialoberfläche. Diese Risse können sich verbinden und es können Partikel aus dem Material herausgelöst werden (Wassell et al. 1994).

3. Adhäsion

Werden „glatte“ Oberflächen bei stärkerer Vergrößerung analysiert, so werden Vertiefungen und Erhöhungen, sogenannte Mikrorauhigkeiten sichtbar. Aufgrund der geringen Kontaktfläche reichen bereits geringe Anpresskräfte aus, um an den Erhebungen hohe Drücke entstehen zu lassen. Durch diese lokalen hohen Belastungen kommt es zu plastischen und elastischen Verformungen sowie zu sogenannten Grenzflächen-Haftverbindungen (Kunzelmann 1998). Bei diesen Verbindungen werden abstoßende Kräfte auf molekularer bzw. atomarer Ebene an den Oberflächen überwunden. Durch die gegenläufige Bewegung der Körper können sich die Grenzflächen-Haftverbindungen entweder wieder lösen (Kunzelmann 1998) oder es kann zu Abscherungen der entsprechenden Oberflächenrauigkeiten mit gleichzeitigem Materialtransfer vom Grundkörper zum Gegenkörper oder umgekehrt kommen (Kunzelmann 1998, Sindel 1998).

Dieser Verschleißmechanismus ist auf Grund der spröden Matrix und dem Anteil an spröden Füllkörpern sowie dem Speichel, der als Gleitfilm dient, zu vernachlässigen. Der Vorgang der Adhäsion findet viel mehr bei Amalgamen statt (Wassell et al. 1994).

4. Tribochemische Reaktion

In tribologischen Systemen können durch Kontakt der beteiligten Oberflächen chemische Reaktionen ablaufen. Diese können bei Ausbildung eines Oberflächenfilms zu einer Verschleißermüdung führen (z.B. Metalloxidfilme), bei Abnutzung als Zwischenmedium dienen und so den Verschleiß erhöhen.

Bei säureempfindlichen Kompositen, bei Zementen und bei der Zahnhartsubstanz sind solche Reaktionen bei schwankenden pH-Werten bekannt.

Enzyme und Bakterien, die im menschlichen Speichel enthalten sind, können ebenfalls zu einer Erweichung der Oberflächenmatrixstruktur führen und so einen erhöhten Verschleiß verursachen (Larsen et al. 1991, Olea et al. 1996). Dabei kommt es durch Enzyme zu einer hydrolytischen Spaltung der Methacrylester-Bindungen (Larsen et al. 1992, Göpferich 1996). Als Produkt entsteht unter anderem auch Formaldehyd (Ruyter 1995), das durch Oxidation von Methacrylatgruppen entsteht (Øysæd et al. 1998).

Wichtige Materialeigenschaften wie Oberflächenhärte und Oberflächengüte können reduziert werden (Santerre et al. 1999).

2.3 Aufbau und Einteilung dentaler Restaurationsmaterialien auf Kompositbasis

2.3.1 Aufbau

Dentale Komposite setzen sich aus unterschiedlichen Komponenten mit unterschiedlichen Aufgaben zusammen

- Organische Matrix
- Anorganische Phase (Füller)
- Verbundphase (Silane)
- Initiatorsystem
- Stabilisatoren, Inhibitoren
- Farbpigmente

Die organische Phase (Abbildung 3) besteht aus Monomeren, Komonomeren, Initiatoren, Akzeleratoren, Stabilisatoren und Farbpigmenten. Als Monomere werden fast ausschließlich mehrfunktionelle Methacrylate (MA) verwendet. Dabei bilden Urethan-Präpolymere, aliphatische Ketten oder aromatische Ringe die Zwischenketten R des Makromoleküls $MA-(R-MA)_n$. Die Zwischenketten sind wesentlich verantwortlich für die mechanischen Eigenschaften, für die Wasseraufnahme, den Polymerisationsgrad, die Schrumpfung (hohe Schrumpfung bei kurzkettigen Zwischenketten) und die Viskosität (hohe Viskosität bei langen Verbindungen) (Ferracane 1995).

Als Basismonomere werden bevorzugt Bis-GMA („Bowenmonomer“ = Bisphenol-A-glycidylmethacrylat), Bis-EDMA (ethoxyliertes Bisphenol-A-dimethacrylat) oder UDMA (Urethandimethacrylat) eingesetzt. Diese Substanzen zeigen eine niedrige Wasserlöslichkeit und eine hohe Viskosität. Um die Verarbeitungseigenschaften des Materials zu beeinflussen, werden kurzkettige Komonomere zugesetzt (Heidemann et

al. 1999). Dabei handelt es sich meistens um Diethylenglykoldimethacrylate (Kullmann 1990), wie zum Beispiel TEGDMA (Triethylenglycoldimethacrylat), das oft in Kombination mit Bis-GMA auf Grund seiner guten optischen Eigenschaften eingesetzt wird (Spahl 1995).

HEMA (2-Hydroxyethylmethacrylat) stellt ein weiteres Komonomer dar, das zur Einstellung der Viskosität dient. Es zeigt allerdings im Vergleich zu TEGDMA eine höhere Wasseraufnahme und eine höhere Polymerisationsschrumpfung (Taylor et al. 1998).

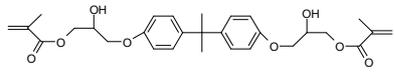
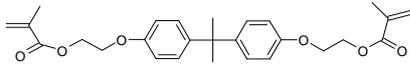
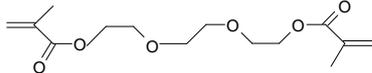
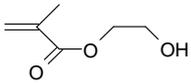
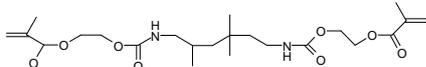
Monomer	Molekül	Eigenschaften
<p>BIS-GMA</p> <p>„Bowen-Monomer“ Bisphenol-A-glycidyl- methacrylat</p>		<ul style="list-style-type: none"> -Basismonomer -Hohe Viskosität -Komonomer nötig -Geringe Wasserlöslichkeit
<p>BIS-EDMA</p> <p>Ethoxyliertes Bisphenol- A-dimethacrylat</p>		<ul style="list-style-type: none"> -Basismonomer -Geringe Wasserlöslichkeit
<p>TEGDMA</p> <p>Triethylenglycoldi- methacrylat</p>		<ul style="list-style-type: none"> -Komonomer -Niedrige Viskosität -Hohe Polymerisations- schrumpfung -Erhöhte Wasseraufnahme
<p>HEMA</p> <p>2-Hydroxyethylmeth- acrylat</p>		<ul style="list-style-type: none"> -Komonomer -Niedrige Viskosität -Hohe Polymerisations- schrumpfung -Erhöhte Wasseraufnahme
<p>UDMA</p> <p>Urethandimethacrylat</p>	<p style="text-align: center;">  UDMA 1 </p> <p style="text-align: center;">  UDMA 2 </p>	<ul style="list-style-type: none"> -Basismonomer -Niedrigere Viskosität als BIS- GMA oder BIS- EDMA

Abbildung 3: Monomere und Komonomere (Ferracane 1998, Geurtsen 1998, Taylor et al. 1998). Es existieren zahlreiche Modifikationen.

Die lighthärtenden Komposite enthalten ein Initiator-Akzelerator-System. Der Initiator, z.B. Campherchinon, wird durch Licht der Wellenlänge $\lambda = 468\text{nm}$ in Radikale gespalten, deren Reaktivität durch Akzeleratoren auf Amin-Basis erhöht wird (Ferracane 1995). Als Stabilisatoren bzw. Inhibitoren werden meist sterische Phenole (z.B. Hydrochinon-monomethylether) verwendet. Sie wirken als Antioxydantien indem sie eine vorzeitige Radikalbildung vor der Polymerisation verhindern. Somit wird eine gewisse Lagerstabilität und eine ausreichende Verarbeitungszeit erreicht (Hellwig, Klimek, Attin 1999). Pigmente, oft Eisenoxide, gewährleisten eine individuelle Farbgestaltung der Komposite (Hellwig, Klimek und Attin 1999).

Um die mechanischen und physikalischen Eigenschaften der Komposite zu verbessern, werden der organischen Matrix anorganische Füllkörper zugemischt. Diese Materialien weisen günstige Zug-, Druck- und Biegefestigkeiten, sowie ein erhöhtes Elastizitätsmodul auf. Dies hat unter Anderem einen positiven Einfluss auf die Verschleißstabilität. Des Weiteren verringert sich durch Zugabe von Füllpartikeln die Polymerisationsschrumpfung, der lineare thermische Expansionskoeffizient und die Wasseraufnahmekapazität (Taylor et al. 1998, Yap et al.1999). Diese Füllpartikel bestehen aus Siliziumdioxid, verschiedenen Silikatgläsern (z.B. Strontium-Fluor-Silikat, Barium-Aluminium-Fluor-Silikat, Zinksilikat), Ytterbiumtrifluorid oder auch aus Strontium- oder Bariumgläsern. Letztgenannte werden zur Erhöhung der Röntgenopazität beigemischt. Silizium und Zirkonium zeigen im Vergleich zu Zink-, Barium- und Strontiumgläsern eine geringere Löslichkeit in wässriger Umgebung (Ferracane 1995).

Damit eine feste Einbindung der Füllpartikel in die Kunststoffharzmatrix stattfindet, werden Silanverbindungen verwendet. Diese Haftvermittler binden mit der anorganischen Silanolgruppe an den Füllpartikeln

(Silanisierung) und mit einer C=C-Doppelbindung an die organische Methacrylatgruppe der Kunststoffmatrix. Somit kommt es zu einer netzartigen Einbindung der Füllkörper in die Matrix (Kullmann 1990).

2.3.2 Einteilung

Zahnfüllungswerkstoffe auf Kompositbasis lassen sich nach Hickerl (1997) in folgende Untergruppen einteilen:

- Komposite
 - ~ Makrofüller-Komposite
 - ~ Mikrofüller-Komposite
 - homogene Mikrofüller-Komposite
 - inhomogene Mikrofüller-Komposite
 - ~ Hybridkomposite
- Ormocere
- Kompomere
- Polyacrylsäure-modifizierte Kunststoffe

1. Makrogefüllte Komposite (konventionelle Komposite)

Diese Komposite beinhalten splitterförmige Quarz-, Glas- und Keramikpartikel in einem Größenbereich von 0,1 – 100µm (Lutz 1983). Auf Grund der sehr großen Füller entsteht eine grobe, nur schlecht polierfähige Oberflächenstruktur, die zu einer schnellen Plaqueakkumulation und Verfärbung führt. Auch eine Schädigung der Antagonistenoberfläche (Condon und Ferracane 1996) und ein rasches Verschleiben auf Grund mangelhafter Einbindung der großen Füllkörper in die Matrix (Hydrolyseanfälligkeit der Verbundphase) ist zu verzeichnen (Lutz 1983). Aus diesen Gründen werden Makrofüller-Komposite in der

modernen Zahnheilkunde schon lange nicht mehr verwendet (Hickel und Kunzelmann 1992).

2. Mikrofüllerkomposite

Mikrogefüllte Komposite enthalten Füllpartikel, die kleiner als $1\mu\text{m}$ sind.

Bei homogenen Mikrofüllerkompositen sind die Füller gleichmäßig in der Matrix verteilt. Da die Füller mit einer Teilchengröße von $0,01\text{-}0,04\mu\text{m}$ (Hellwig, Klimek und Attin 1999, Heidemann et al. 1999) eine große spezifische Oberfläche haben, erhöht sich die Viskosität schon bei geringem Füllergehalt sehr stark (Yap et al. 1999). Da es sich hierbei somit um Materialien mit einem relativ niedrigen Füllergehalt handelt, zeigen diese Materialien eine hohe Polymerisationsschrumpfung und einen hohen thermischen Ausdehnungskoeffizienten.

Die inhomogenen Mikrofüller stellen eine Weiterentwicklung dar. Dazu werden mikrogefüllte Komposite zu splitterförmigen Vorpolymerisaten zermahlen. Alternativ können auch kugelförmige Vorpolymerisate hergestellt werden. Diese „Makrofüller“ besitzen eine Größe von $100\text{ - }200\mu\text{m}$ und erhöhen zusammen mit weiteren Mikrofüllern den Füllstoffgehalt auf bis zu 80% (Heidemann et al. 1999).

Werden Siliziumdioxidteilchen gesintert und anschließend in gröbere Partikel wieder zerkleinert, so können diese sogenannten Mikrofülleragglomerate den Füllstoffgehalt ebenfalls auf bis zu 70-80% steigern (Hellwig, Klimek und Attin 1999).

Generell zeigen mikrogefüllte Komposite eine gute Polierbarkeit und gute optische Eigenschaften, da der Durchmesser der Teilchen unterhalb der Wellenlänge des sichtbaren Lichtes liegt und bei Füllkörperverlust keine Rauigkeiten sichtbar werden. Ohne entsprechende Zusätze sind mikrogefüllte Komposite nicht röntgenopak. Sie sind verschleißfester als

makrogefüllte Komposite, haben aber schlechtere physikalische Eigenschaften (Hellwig, Klimek, Attin 1999).

3. Hybridkomposite

Um die positiven Eigenschaften von mikro- und makrogefüllten Kompositen zu kombinieren, wurden Hybridkomposite entwickelt. Dabei werden vor allem die physikalischen Eigenschaften und das Verschleißverhalten verbessert (Lutz 1983, Hickel et al. 1997). Die disperse Phase besteht zu 85-90 Gew.% aus Makrofüllern (Durchmesser kleiner als $2\mu\text{m}$) und zu 10-15 Gew.% aus Mikrofüllerpartikeln. Insgesamt wird ein Füllkörpergehalt von bis zu 85% erreicht. Hybridkomposite besitzen hervorragende physikalische Eigenschaften und sind gut polierbar.

4. Ormocere

Der Begriff Ormocer wird aus „organically modified ceramics“ zusammengesetzt. Es handelt sich um anorganisch-organische Hybridmaterialien, die ähnlich einem Komposit aufgebaut sind. Allerdings wurde die Matrix modifiziert. Diese besteht aus bifunktionellen Siliziumverbindungen, die sowohl einen organischen als auch einen anorganischen Charakter besitzen. Diese Monomere, genauer gesagt mehrfunktionelle Urethan- und Thioether(meth)acrylalkoxysilane, bestehen aus polymerisierbaren, organischen Kunststoffketten, die über ein Kopplungselement mit einem anorganischen Teil verbunden sind. Die Ausbildung des anorganischen Netzwerkes erfolgt durch Hydrolyse und Polykondensation der $\text{Si}(\text{OR})_3$ -Gruppen. Es entstehen Polysiloxane mit polymerisierbaren Gruppen. In diese Polysiloxan-Matrix sind anorganische Füllpartikel eingebettet. Durch Veränderungen im organischen oder anorganischen Anteil können dimere, lineare oder

dreidimensionale Netzwerke ausgebildet werden. Bei der Polymerisation bilden sich untereinander verkettete Verbundpolymere aus (sogenannte interpenetrierende Netzwerke) (Kunzelmann et al. 1997, Haller und Hellwig 1999, Manhart et al. 2000a, Rzanny 1999b, Degussa Dental Forschung 1998).

5. Kompomere

Diese Stoffgruppe ist seit 1994 auf dem Markt erhältlich. Der Begriff setzt sich aus den zwei Wörtern „Komposit“ und „Glasionomer“ zusammen (Hickel 1997). Sie sollen die positiven Eigenschaften von Kompositen und Glasionomern vereinigen (Rzanny 1999a). Dabei soll die chemische Adhäsion an Zahnhartsubstanz, Fluoridfreisetzung und einfache Applikation seitens der Glasionomern, aber auch das bessere Verschleißverhalten von Kompositen, deren Farbgestaltung und die Belastbarkeit direkt nach der Verarbeitung übernommen werden (Rzanny und Welker 1999a).

Neben den üblichen Methacrylat-Monomeren, die in Kompositen verwendet werden, kommen zusätzliche TCB-Harze (Tetra-carboxylatburan-Harze) zum Einsatz. Dieses bifunktionelle Harz besitzt sowohl zwei polymerisationsfähige Gruppen als auch zwei Carboxylatgruppen (Cattani-Lorente et al 1999). Die Carboxylatgruppen sollen dabei für die bei Glasionomern charakteristische Säure-Base-Reaktion sorgen, die sekundär nach der Polymerisation der Methacrylatgruppen eintritt und von der Anwesenheit von Wasser abhängig ist (Hellwig, Klimek, Attin 1999).

Neben dieser modifizierten Matrix werden reaktive, Fluoridionen freisetzende Gläser als Füllpartikel verwendet. Neben einem kariesinhibitorischen Effekt durch Einbau von Fluoridionen in die

Zahnhartsubstanz hemmt die Fluoridfreisetzung die Anlagerung von Plaque in der Nähe von Kompomerrestorationen (Hickel 1997).

Durch Wasseraufnahme unterliegen Kompomere einem Alterungsprozess, der sich in einer Verminderung der Biegefestigkeit von bis zu 50% (Rzanny und Welker 1999a) und somit in einer Verschlechterung der physikalischen Eigenschaften zeigt (Cattani-Lorente et al. 1999). Das Einsatzgebiet beschränkt sich auf Klasse-III -und -V-Restorationen, des weiteren auf Füllungen im Milchgebiss und als temporäre Füllung im okklusionstragenden Bereich (Rzanny und Welker 1999a). Neuere Kompomerentwicklungen mit optimierten mechanischen Eigenschaften können für alle Kavitätenklassen verwendet werden.

6. Polyacrylsäure-modifizierte Kunststoffe

Polyacrylsäure-modifizierte Komposite haben ähnliche chemische Eigenschaften wie Kompomere. Die Säure-Base-Reaktion tritt allerdings verzögert und gering auf. Das Material besteht aus zwei Komponenten, die vor Gebrauch, im Gegensatz zu Kompomeren, angemischt werden müssen. Dies ist auch der Grund, warum diese Materialgruppe nach Einführung der Kompomere 1993/94 stark an Bedeutung verloren hat (Hickel 1997).

3 Materialien und Methoden

3.1 Materialien

Die Auswahl der folgenden Materialien wurde an die Dissertation von B. Glasl (2000) angelehnt, da bei dieser Arbeit die Problematik der Abrasionspartikel zum erstenmal bewusst und die Forderung zur Untersuchung dieser Abriebsprodukte laut wurde.

Inhaltlich können aber nur wenige Parallelen gezogen werden.

3.1.1 Produkte

Arabesk[®] (VOCO, Cuxhaven, Deutschland)

Arabesk[®] besteht als Hybridkomposit aus einer Monomermatrix aus Bis-GMA, UDMA und TEGDMA, die anorganische Füllkörper (60 Vol.%) einschließt. Diese bestehen aus Mikrofüllern wie Barium-Gläser und Silizium mit einer durchschnittlichen Größe von 0,05µm und den restlichen Füllkörpern mit einer Größe zwischen 0,5 und 2,0µm (Glasl 2000).

Ariston[®] pHC (Vivadent, Schaan, Lichtenstein)

Ariston[®] pHC wurde als „Smart Material“ vorgestellt. Ohne Adhäsivtechnik und Mehrschichttechnik sollte es zur Versorgung von Kavitäten mit präparierten Unterschnitten im Seitenzahnggebiet eingesetzt werden. Daher ist auch nur eine Universalfarbe erhältlich. Der Randspalt sollte durch Abgabe protektiver Ionen aus patentierten alkalischen Gläsern geschützt werden. Bei absinkendem pH-Wert sollten verstärkt Hydroxylionen freigesetzt werden, die die stoffwechselbedingten Säuren

von Bakterien neutralisieren. Calcium- und Fluoridionen sollten einer Demineralisierung der Zahnhartsubstanz entgegenwirken.

Werkstoffkundlich kann es den Hybridkompositen zugeordnet werden. Die Monomermatrix besteht aus verschiedenen Methacrylaten, wie Bis-GMA, und Füllpartikeln. Diese beinhalten zum einen die alkalischen Gläser, zum anderen sind Ytterbiumtrifluorid und Barium-Aluminium-Silikatgläser beigemischt. Die Füllpartikel sind durchschnittlich 1,3µm groß und nehmen 59 Vol.% ein.

Charisma[®] (Heraeus Kulzer, Wehrheim, Deutschland)

Charisma[®] wird den Feinpartikelhybridkompositen zugeordnet. Als Besonderheit soll eingearbeitetes „Microglass[®]“ Fluoridionen abgeben. Mit Barium-Aluminium-Fluor-Gläsern (0,02-2µm) und hochdisperssem Siliziumdioxid (0,01-0,07µm) nimmt es 61 Vol.% ein. Die Füllkörper sind in einer Matrix aus Bis-GMA und TEGDMA eingebunden.

Definite[®] (Degussa, Hanau, Deutschland)

Als 1998 Definite[®] als Füllungsmaterial auf Ormocer-Basis auf dem Markt eingeführt wurde, wurde eine Optimierung der physikalischen Eigenschaften, Verschleißbeständigkeit, Polymerisationsschrumpfung und Biokompatibilität angestrebt. Neuartig ist die Ormocer-Matrix auf Polysiloxan-Basis, die zur Feineinstellung mit Dimethacrylaten versetzt wurde. Dabei wurde auf TEGDMA verzichtet. Die Füllkörper (59 Vol.%) setzen sich aus Bariumgläsern (mittlere Größe 1,0µm), pyrogener Kieselsäure (<0,1µm) und modifiziertem Apatit (durchschnittliche Größe 1,5µm) zusammen. Die Bariumgläser sichern die Verschleißfestigkeit, die Kieselsäure soll die Applikation verbessern und das Apatit soll als Fluoridquelle und Säurepuffer dienen. Definite[®] ist als universelles Füllungsmaterial auch für das Seitenzahnggebiet konzipiert. Durch

Ionenabgabe (Fluorid, Calcium, Phosphate) soll ein kariesinhibitorischer Effekt erreicht werden.

Dyract[®] AP (Dentsply DeTrey, Konstanz, Deutschland)

Dyract[®] AP ist ein Kompomer der 2. Generation. Laut Hersteller kann es im Gegensatz zu seinem Vorgänger Dyract[®] auch in Bereichen mit höherer Beanspruchung verwendet werden, vorausgesetzt, dass die Kavität kleiner zwei Drittel des vestibulo-oralen Höckerabstandes beträgt. Die Matrix (UDMA und TCB-Harze) schließt die Füller aus Strontium-Aluminium-Fluor-Silikatgläser und Strontiumfluorid ein. Die durchschnittliche Partikelgröße beträgt 0,8µm. Der Volumenanteil ist mit 48 Vol.% im Vergleich zu den anderen getesteten Materialien relativ niedrig (Sindel 1998).

Kompomere besitzen gegenüber Kompositen den Vorteil, dass sie kariesprophylaktische Fluorid-Ionen abgeben. Dies wurde bei Dyract[®] AP durch die Strontium-Aluminium-Fluor-Silikat-Gläser über einen Zeitraum von 96 Wochen (Lagerung in künstlichen Speichel) gemessen. Dabei ist die Fluoridfreisetzung allerdings geringer als bei Glasionomern (Glockmann et al. 1997). In vitro Versuche zeigen eine steigende Widerstandsfähigkeit von Zahnhartsubstanz in Korrelation zur Fluoridfreisetzung (Francci et al. 1999).

F2000[™] Rasant (3M, Pithiviers, Frankreich)

F2000[™] Rasant ist ein röntgenopakes, Fluorid-abgebendes Kompomer. Das Material ist zu 83,5 Gew.% mit Fluor-Aluminium-Silikatgläsern gefüllt, die in einer GDMA-haltigen Matrix (Glycerindimethacrylat) eingebettet sind.

Hytac[®] (ESPE, Seefeld, Deutschland)

Die Firma ESPE hatte mit Hytac[®] ein Kompomer auf dem Markt, das für den Einsatz in der Milchdentition, als temporäre Versorgung in belasteten Bereichen und für Klasse-III- und Klasse-V-Kavitäten vorgesehen war. Die Harzmatrix aus bifunktionellen Verbindungen mit Methacrylat- und Carboxylatgruppen schließen Calcium-Aluminium-Zinn-Fluor-Gläser mit einer mittleren Partikelgröße von 5µm ein. Des Weiteren ist Ytterbiumtrifluorid und disperses Siliziumdioxid zugesetzt. Die Füller nehmen 66 Gew.% ein.

Pertac[®] 2 (ESPE, Seefeld, Deutschland)

Das Feinstpartikel-Hybridkomposit Pertac[®] 2 besitzt ultrafein gemahlene, silanisierten Quarz, dessen Partikel zu 50% kleiner als 0,9µm sind, während die größten unter der 4,0µm-Grenze bleiben. Des Weiteren sind agglomerierte Mikrofüller, kombiniert mit Ytterbiumtrifluorid und hochdisperssem Siliziumdioxid in die bifunktionelle Methacrylat-Matrix eingearbeitet. Diese besteht aus Procrylat und Tricrylat. Tricrylat ist ein gesättigtes, tricyclisches Methacrylat, das zur Erhöhung des Vernetzungsgrades beigefügt wird. In Procrylat wird die OH-Gruppe von Bis-GMA durch Wasserstoff substituiert. Diese hydrophobere Eigenschaft ist auch Grund für die von Rzanny et al. (1998) gemessene geringe Wasseraufnahme.

Solitaire[®] (Heraeus Kulzer, Wehrheim, Deutschland)

Laut Hersteller handelt es sich bei Solitaire[®] um ein Fluoridionen-abgebendes Polyglas[®], das aufgrund seiner reduzierten Polymerisationsschrumpfung, stopfbaren Konsistenz und erhöhten Verschleißfestigkeit eine Amalgamalternative im Seitenzahnggebiet darstellen soll. Die disperse Phase besteht als Besonderheit bei diesem

Produkt aus bis zu 20µm großen Siliziumdioxidpartikeln, die ein gleichmäßiges Porensystem aufweisen. Die Matrix aus tetra- und hexafunktionellen Acrylaten soll in die silanisierten Hohlräume penetrieren und so einen chemischen und mechanischen Verbund der Makrofüller sichern. Des Weiteren sind noch Barium-Aluminium-Fluor-Silizium-Gläser (durchschnittliche Größe 0,7µm), Aluminium-Silizium-Fluor-Gläser (durchschnittliche Größe 1µm) und Strontium-Fluor-Gläser (<1µm) beigemischt (Haller und Hellwig 1999). Insgesamt nehmen die Füllpartikel lediglich 65 Gew.% ein. Auf Grund der volumenvergrößernden polyglobulären Struktur erreichen die Füller allerdings 90 Vol.%. Ob eine vollständige Polymerisation aufgrund der Porenstruktur erreicht werden kann ist fraglich, da bei Solitaire® eine hohe Menge an unverbrauchtem Campherchinon nachgewiesen werden konnte (Lygre et al. 1999). Dies könnte die Verschleißresistenz herabsetzen (Ferracane et al. 1997).

SureFil™ (Dentsply DeTrey, Konstanz, Deutschland)

SureFil™ wird als „stopfbares hochvisköses Komposit“ für die direkte Versorgung im Seitenzahnggebiet angeboten. Die Matrix besteht aus Urethan-modifiziertem Bis-GMA, das die Füllkörper aus Barium-Fluor-Aluminium-Bor-Silikatgläsern und Siliziumdioxid einschließt. Dabei nehmen die Füllpartikel 66 Vol.% bei einer mittleren Korngröße von 1µm ein (Manhart et al. 2000a).

Tetric® Ceram (Vivadent, Schaan, Lichtenstein)

Tetric® Ceram ist ein Feinpartikelhybridkomposit und basiert auf der „Advanced Composite Technology“. Die Füllpartikel aus Bariumgläsern, Barium-Aluminium-Fluor-Silikatgläsern, Ytterbiumtrifluorid, hochdispersen Siliziumdioxid und spärlichen Mischoxiden werden in einer Matrix aus

BIS-GMA, UDMA und TEGDMA zusammengehalten. Die Füllkörper sind zwischen $0,04\mu\text{m}$ und $3,0\mu\text{m}$ groß. Die mittlere Füllpartikelgröße beträgt $0,7\mu\text{m}$. Ytterbiumtrifluorid setzt Fluoridionen frei und sorgt somit für einen kariesinhibitorischen Effekt (Rzanny et al. 1999a). Allerdings ist die nachweisbare Fluormenge nur sehr gering (Francci et al. 1999).

Tetric[®] Classic

Tetric[®] Classic der Firma Vivadent (Schaan, Lichtenstein) wird zu den Hybridkompositen gezählt. Die anorganische Phase (61Vol.% entsprechend 79,5 Gew.%) besteht aus silanisierten Barium-Gläsern, Ytterbiumtrifluorid, silanisierten Mischoxiden und silanisiertem, hochdisperssem Siliziumdioxid. Der Größenbereich liegt zwischen $0,04$ und $3,0\mu\text{m}$. Die Matrix enthält UDMA, Bis-GMA und das Komonomer TEGDMA.

Z 100[™] MP (3M, Pithiviers, Frankreich)

Die Indikation des Z100[®] MP liegt sowohl im Seitenzahn- als auch im Frontzahnbereich. Die disperse Phase (66 Vol.%) besteht aus Zirkonium und Siliziumoxid, die in der organischen Matrix aus Bis-GMA und TEGDMA eingebettet sind. Die durchschnittliche Füllkörpergröße beträgt $0,6\mu\text{m}$, wobei die kleinsten Füllkörper lediglich $0,01\mu\text{m}$ und die größten bis zu $3,5\mu\text{m}$ groß sind. Durch eine runde Gestaltung der Füllkörper wird eine hohe Packungsdichte erzielt.

3.1.2 Geräte - Grundlagen

Kausimulator „München 3“

Der Kausimulator „München 3“ ist aus vier Prüfständen aufgebaut, die in einem Metallrahmen befestigt sind und über ein gemeinsames Druckluftsystem angetrieben werden (Abbildung 4). Die Antagonisten werden in ein senkrecht zu den Proben ausgerichtetes Bewegungselement geschraubt, so dass die Proben mit einer vertikalen Kraft belastet werden. Die Probenhalter sind in dem unteren Anteil der Prüfkammer horizontal angeordnet. Beim Starten des Kausimulators läuft eine zyklische, reproduzierbare Bewegung ab, die in zwei Komponenten unterteilt werden kann (2-Achsen-Bewegung). Es ergibt sich eine Abwärts-Vorwärts-Aufwärts-Rückwärts-Bewegung. Wenn sich der Balken mit den vertikalen Bewegungselementen absenkt, treffen die Antagonisten senkrecht auf die horizontal befestigten Proben mit einer Kraft von 50N. Unmittelbar nach dem Aufsetzen der Antagonisten auf die Probe wird eine horizontale Bewegung unter Oberflächenkontakt durch eine Vorschubbewegung von 0,5 mm des Tisches mit den montierten Prüfkammern durchgeführt. Die Antagonisten werden wieder um 3 mm angehoben, der Tisch fährt zurück. Der Zyklus kann erneut beginnen. Durch das Druckluftsystem mit integrierten Ventilen kann eine einheitliche Bewegung und eine einheitliche Geschwindigkeit erreicht werden, so dass in allen vier Kammern die gleiche Bewegung garantiert ist.

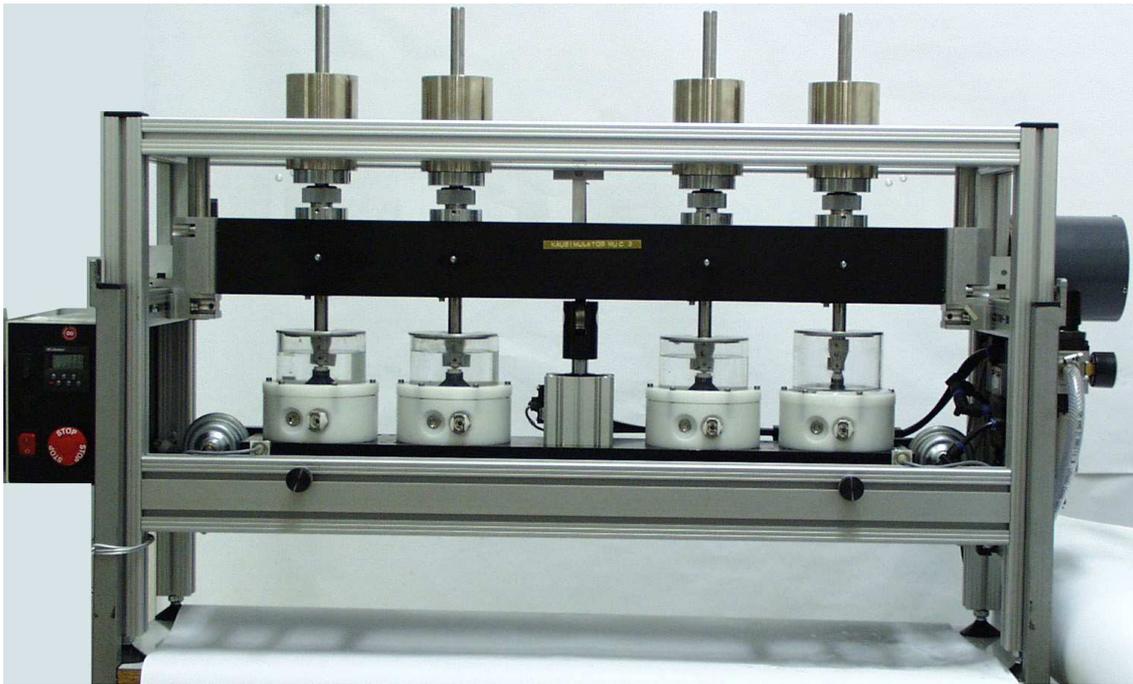


Abbildung 4: Kausimulator „München 3“ im Originalzustand

Scan 3D

Um den Volumenverlust einer Probe dreidimensional vermessen zu können, wird ein Triangulationslaser verwendet. Dafür ist die Anfertigung von Gipsreplikamodellen der Proben vor und nach Belastung im Kausimulator notwendig.

Das Messprinzip besteht darin, dass aus dem Spot einer Halbleiter-Laserdiode mit Hilfe spezieller optischer Verfahren eine Laserlinie über das zu vermessende Objekt projiziert wird. Das abgetastete Profil wird über einen Triangulationswinkel auf einem CCD-Chip abgebildet, mit Hilfe dessen Höhenberechnungen möglich sind. Die komplette dreidimensionale Vermessung eines Objektes wird durch das Vorschieben des beweglichen Objektisches erreicht, wodurch Laserlinie für Laserlinie ausgewertet werden kann. Pro Sekunde können so 10 bis 20 Profillinien ausgewertet und Höhendifferenzen bis zu 2,2 μm erfasst

werden. Bei einer exakten Reposition ist eine Reproduziergenauigkeit von 10µm möglich (Mehl et al. 1997).

Match 3D

Das Computerprogramm „Match 3D“ kann die von Scan 3D gewonnenen Datensätze der Ausgangs- und Abschlussbilder mit Hilfe eines Matching-Algorithmus in Korrelation zueinander setzen.

Dafür müssen sowohl in der Ausgangssituation (baseline) als auch im Endbild (follow-up) jeweils die gleichen charakteristischen Areale definiert werden (z.B. Höckerspitzen oder Schnittpunkte von Fissuren) die keiner Belastung unterliegen, also von ihrer Form her über die Dauer des Versuchs konstant sind. Artefakte wie Gipsperlen, Blasen oder steil abfallende Areale müssen von dem zu vermessenen Areal ausgegrenzt werden. Das entstandene Koordinatensystem von baseline und follow-up ist jedoch nicht exakt deckungsgleich, da die Ausgangs- und Endreplikamodelle eines Versuchs beim Scanvorgang nicht exakt die gleiche räumliche Lage aufweisen. Eine Verschiebung in den sechs räumlichen Freiheitsgraden (Rotation und Translation) ist möglich. Weitere Fehlerquellen wie Sensorrauschen, Abformschärfe und Abformverzerrung lassen keine exakte Gleichung zu. Daher wird mit einer Näherungslösung mit Restfehleranteil nach dem Prinzip der Superpositionierung gerechnet. Nach diesem Matchingvorgang, also nach der Beseitigung von Rotations- und Translationsfehlern, ist ein Differentialbild vorhanden, mit dessen Hilfe das Negativvolumen, also das Abrasionsvolumen der Probe errechnet werden kann. Dies ermöglicht eine schnelle und effiziente Bestimmung des Volumenverlustes (Kunzelmann et al. 1996).

Img2excel

Die im Rahmen der Doktorarbeit angefertigten, digitalisierten Fotos werden mit dem Programm „ImageTool for windows“ (Version 3.00, University of Texas Health Science, San Antonio, USA) ausgewertet. Die Messwerte für Länge und Breite der Abrasionspartikel werden in einer ASCII-Datei gespeichert, wobei die beiden Werte in einer Spalte abwechselnd untereinander abgespeichert sind. Das Programm Img2Excel (A. Schleifenbaum 2001) ist ein essentielles Brückenglied zwischen Rohdaten und Auswertung, da es unabhängig von der Datenmenge die Messwerte zu einem Material ordnet und die Datensätze für Länge und die dazugehörigen Breitenwerte in ASCII-Form oder als Excel-Datei ausgibt. Des Weiteren kann schnell und komplikationslos eine Übersicht über die gesammelten Partikeldaten wie Minimum, Maximum, Mittelwert, Standardabweichung sowie Varianz gewonnen werden. Die graphische Darstellung der Daten kann sowohl die absolute Häufigkeit als auch die relative Summenhäufigkeit von Partikeln anzeigen und in Tabellenform abspeichern. Die Größenklassenobergrenzen können individuell festgelegt werden. Dies ermöglicht auch den späteren Vergleich von Messverfahren. Alle Grafiken können dabei für die Parameter Länge, Breite, durchschnittlicher Durchmesser oder Kugelvolumen eines Partikels erstellt werden.

Photonenkorrelationsspektrometrie

Diese Messmethode beruht auf dem Prinzip der dynamischen Streulichtmessung. Dabei werden die Durchmesser von Partikeln in flüssiger Lösung und deren Größenverteilung bestimmt.

Monochromatisches Licht eines Argonionenlasers ($\lambda = 514,5\text{nm}$) wird durch die konstant temperierte Probe ($T = 20^\circ\text{C}$) geleitet. Die Partikel, die

sich in dieser Probe befinden, unterliegen der Brown'schen Bewegung. Dabei gilt, dass, eine konstante Viskosität des Lösungsmittels vorausgesetzt, kleine Partikel eine höhere Eigenbeweglichkeit besitzen als große Partikel. Diese Beweglichkeit verursacht schnelle Schwankungen („rapid fluctuation“) des an der Oberfläche der Partikel gebrochenen Lichts. Diese Eigenbeweglichkeit wird durch die Photonenkorrelationsspektrometrie gemessen. Die verwendete Autokorrelationsfunktion $G(\tau)$ ist ein Mittel, um die Veränderung eines Signals in Abhängigkeit von der Zeit zu messen. $G(\tau)$ gibt den Grad einer Korrelation des Signals zwischen zwei Zeitpunkten getrennt durch τ wieder. Mit größer werdenden τ nimmt die Funktion $G(\tau)$ ab. Die Intensität des gebrochenen Lichts wird durch Photonendetektoren ermittelt. Dabei ist die Intensität $I(\tau)$ von der Anzahl der ermittelten Photonen $n(\tau)$ in einem definierten Zeitintervall abhängig. Es wird nicht die absolute Anzahl der Partikel erfasst, sondern deren Intensitätsverteilung (Technische Anleitung R.T.G. Correlator).

Filtertypen – Strukturen und Eigenschaften

Die Versuchsergebnisse, d.h. Quantität und Qualität der Abriebspartikel hängen von Art und Zuverlässigkeit der verwendeten Filter ab. Man kann im wesentlichen zwei Filtertypen unterscheiden, nämlich Tiefenfilter und Membranfilter. Letztere werden auch Siebfilter genannt.

1. Tiefenfilter

Das Filtrationsprinzip kommt durch ein ungeordnetes Netzwerk gepresster, gewickelter oder anders verbundener Fasern zustande.

Diese Matrix bildet eine Art Fließkanäle, in denen sich Partikel verfangen bzw. adsorbiert werden.

Vorteil dieser Filter sind sowohl die hohe Schmutzaufnahme, da die Schmutzpartikel nicht nur an der Oberfläche sondern auch in der Tiefe des Filters abgefangen werden, als auch die Möglichkeit, hohe Flußraten zu bewältigen. Deswegen werden diese Filter häufig zur Abwasseranalyse oder auch bei der Vorfiltration zum Schutz von Membranfiltern genutzt.

Nachteilig ist, dass auf Grund des Konstruktionsprinzips hohe Flüssigkeitsmengen gebunden werden können, was bei geringen Probenmengen ein Problem darstellt. Zudem können sich größere Faserfragmente aus der Matrix lösen und das Eluat verunreinigen. Das Netzwerk zeigt keine definierte Porengröße, so dass lediglich 98% aller Partikel, die größer als die nominell angegebene Rückhalterate sind, ausgefiltert werden.

Für die nachfolgenden Versuchsreihen werden diese Filter nicht verwendet, da auf Grund des Konstruktionsprinzips keine Auswertung unter dem Mikroskop erfolgen kann.

2. Membran- oder Siebfilter

Im Gegensatz zu den Tiefenfiltern kommt hier ein Abscheiden der Partikel an der Membranoberfläche zustande. Diese Membran besteht aus einer belastbaren, gleichmäßigen und zusammenhängenden Siebstruktur aus polymerem Material, so dass keine Abgabe von Partikeln aus der Filtermatrix möglich ist. Die Porengröße lässt sich während der Herstellung exakt kontrollieren. Dadurch kann die Größe der noch passierbaren Partikel festgelegt werden.

Der Nachteil, dass diese Filter nur eine geringe Schmutzaufnahmekapazität besitzen und bei hoher Partikelbelastung schnell

verstopfen, muss bei den nachfolgenden Versuchen berücksichtigt werden.

3.1.3 Geräteliste

Probenhalter

Die Probenhalter bestehen aus farblos eloxiertem Aluminium. Sie werden von der Firma Heinrich Müller Präzisionsdrehteile (Schwarzenbruck, Deutschland) hergestellt. Die Halter für die Degusitantagonisten haben eine runde Form mit einem Innendurchmesser von 6,5mm und einer muldenförmigen Vertiefung von 3,5mm. Die Probenhalter für die Kompositmaterialien und für die natürlichen Antagonisten haben eine ovale Innenform mit den Abmessungen 11mm x 8mm x 2mm (L x B x T). Dabei entspricht die Tiefe von 2mm der Schichtdicke bei der Inkrementtechnik, bei der jeweils 2mm dicke Kompositschichten für je 40sec mit der Polymerisationslampe ausgehärtet werden.

Sandstrahlgerät

Um die mechanische Haftung der Füllungsmaterialien in den Probenhaltern zu verbessern, werden deren Innenflächen in der Feinstrahlkabine FK 30 der Firma Ivoclar AG, Schaan, Lichtenstein, mit dem Strahlgut Rocatec Pre (ESPE, Seefeld, Deutschland) bei einem Druck von 6 bar und einer Arbeitsfrequenz von 50-60 Hz abgestrahlt.

Die Probenhalter werden gewaschen und mit Hilfe von Aceton getrocknet.

Polymerisationslampe

Zur Polymerisation der Füllwerkstoffe wird die Lampe Elipar Highlight (ESPE, Seefeld, Deutschland) verwendet. Die Wellenlänge des Lichts beträgt 400 – 500 nm. Während der 40-sekündigen Bestrahlung wird die Intensität des Lichts durch den Modus „2-step“ gesteigert.

Künstliche Antagonisten

Die künstlichen Antagonisten sind Degusit-Körper aus Aluminiumoxid. Der Oberflächendurchmesser der sphärischen Belastungsfläche beträgt 5mm, die Oberflächenrauigkeit 20µm. Sie werden von der Firma Frialit-Degusit (Mannheim, Deutschland) hergestellt.

Klebstoff

Zur Befestigung der Degusitantagonisten kommt der Zwei-Komponentenkleber „Kraft-Mix“ auf Epoxid-Harz-Basis der Firma Henkel (Düsseldorf, Deutschland) zum Einsatz.

Plexiglas®

Es wurde Plexiglas® von der Firma Ruprecht (Oberschleißheim, Deutschland) verwendet.

Bunsenrichter

Der Bunsenrichter aus Duran® nach DIN 12445 stammt von der Firma Schott (Mainz, Deutschland).

Silikonscheiben

Aus einer 2mm dicken Silikonplatte (Fa. Faul, Bad Aibling, Deutschland) wurde eine Dichtungsscheibe herausgestanzt.

Des Weiteren wurde eine konfektionierte Silikonscheibe der Fa. Geberit (Jona, Schweiz) verwendet.

Natürliche Antagonisten

Bei den Zähnen handelt es sich um extrahierte Molaren und Prämolaren mit guterhaltenen Schmelzhöckern. Diese werden bis zu ihrer Verwendung in Ringerlösung mit Natriumazid aufbewahrt. Die Mischung wirkt sowohl bakterizid als auch fungizid. Die Zahnhöcker werden vor Gebrauch mit dem Bondingsystem Syntac[®] Classic (Fa. Vivadent, Schaan, Lichtenstein) und dem Komposit Pertac[®] 2 (Fa. ESPE, Seefeld, Deutschland) mit Hilfe der Säure-Ätz-Technik in den Antagonistenhaltern befestigt.

Säge

Um die Schmelzhöcker der Zähne den Antagonistenhaltern anzupassen, wird die Nasssäge Vari/Cut VC-50 der Firma Leco Corporation (Michigan, USA) benutzt.

Schleifapparat und Schmirgelpapier

Nach dem Aushärten mit der Polymerisationslampe befindet sich eine weiche Sauerstoffinhibitionsschicht von ca. 7 - 15µm an der Oberfläche des Komposits. Diese Schicht wird mit Hilfe eines Schleifapparats und Schmirgelpapier mechanisch entfernt. Außerdem soll zur Vereinfachung der späteren Vermessung der belasteten Proben mit Hilfe des Laserscanners und des Programms Match 3D eine ebene Oberfläche geschaffen werden, in der sich nach Belastung im Kausimulator eine

Abrasionsspur befindet. Deswegen werden die gefüllten Probenhalter solange mit dem metallographischen Schleifgerät VP 100 (Fa. Leco, Michigan, USA) mit einem Schmiergelpapier (Grit 1000) behandelt, bis ein glatter Übergang zwischen Probenhalter und Füllung sowie eine plane Oberfläche vorhanden ist.

Scan3D

Die bauliche Umsetzung des Triangulationslasers erfolgte durch die Firma Willytech (München, Deutschland) unter dem Namen Laser Scan 3D Pro Willytech.

Kausimulator

Der Kausimulator „München 3“ wird von der Firma Willytech (München, Deutschland) gebaut.

Elektromotoren

Für das Wasserrührsystem werden Kühlboxmotoren (Best.-Nr.: 220490-88, Katalog 2001, Leistung von 0,9W, Umdrehungszahl von 4500 U/min) der Fa. Conrad (Hirschau, Deutschland) verwendet.

Als Propeller dient eine Modellbootschraube der Fa. Graupner (Best.-Nr. 2307.20, Kirchheim / Teck, Deutschland).

Stromquelle

Die Stromquelle ist ein Trafo mit einer regulierbaren Ausgangsspannung. Die Motoren werden mit einer Gleichspannung von 14V versorgt, die an den zwei Polen der Motoren mit einem Spannungsmessgerät abgegriffen und kontrolliert werden kann.

Isolierung

Für die Isolierung der Prüfkammern des Kausimulators wird die Membran Dental Dam Silicone non latex (Fa. Roeko, Langenau, Deutschland) verwendet. Dabei werden bewusst latexfreie Silikonmembranen verwendet, da Latex bei Belastung einer höheren sichtbaren Abnutzung unterliegt als Silikon, und somit eine weitere Quelle für Verunreinigungen darstellen würde.

Destilliertes Wasser

Für die Versuchsdurchführung wird hochreines Wasser aus der Filtrationsanlage Millipore Q Reagent Water System der Firma Millipore (Molsheim, Frankreich) verwendet. Um die Geräte zu reinigen, wird auf das bidestillierte Wasser „Aqua bidest.“ (Fa. Kerndl, Weißenfeld, Deutschland) zurückgegriffen.

Filtrationseinheit und Filter

Die Filtrieranlage der Firma Millipore (Molsheim, Frankreich) besteht aus einem Trichter (Oberteil) mit einem Volumen von 300ml, einem Mittelteil mit der Glasfritte als Filterträger und dem Unterteil, einer 1000ml Pyrexflasche (Abbildung 5). Am Mittelteil der Saugflasche befindet sich der Anschluss für die Vakuumpumpe. Der Trichter wird mit einer Federklammer aus Aluminium auf den Mittelteil geklemmt. Damit kein Staub während des Filtrierens in den Trichter fallen kann, wird ein Plastikdeckel auf die Öffnung des Trichters gelegt.

Die Filter werden ebenfalls von der Firma Millipore (Molsheim, Frankreich) bezogen. Sie bestehen aus Zellulosemischester mit einer Porengröße von 0,22µm. Der Durchmesser beträgt 47mm. Die effektive Filtrierfläche ist allerdings durch den Innendurchmesser des Trichters vorgegeben.

An die Filtrationseinheit wird die Vakuumpumpe Laboport Membran Kompressor- und Vakuumpumpe der Fa. KNF Neuberger (Freiburg, Deutschland, Typ N86KT.18) angeschlossen. Die Pumpe erzeugt einen Unterdruck im Unterteil der Filtrationseinheit und saugt somit das Wasser aus dem Trichter durch den Filter.

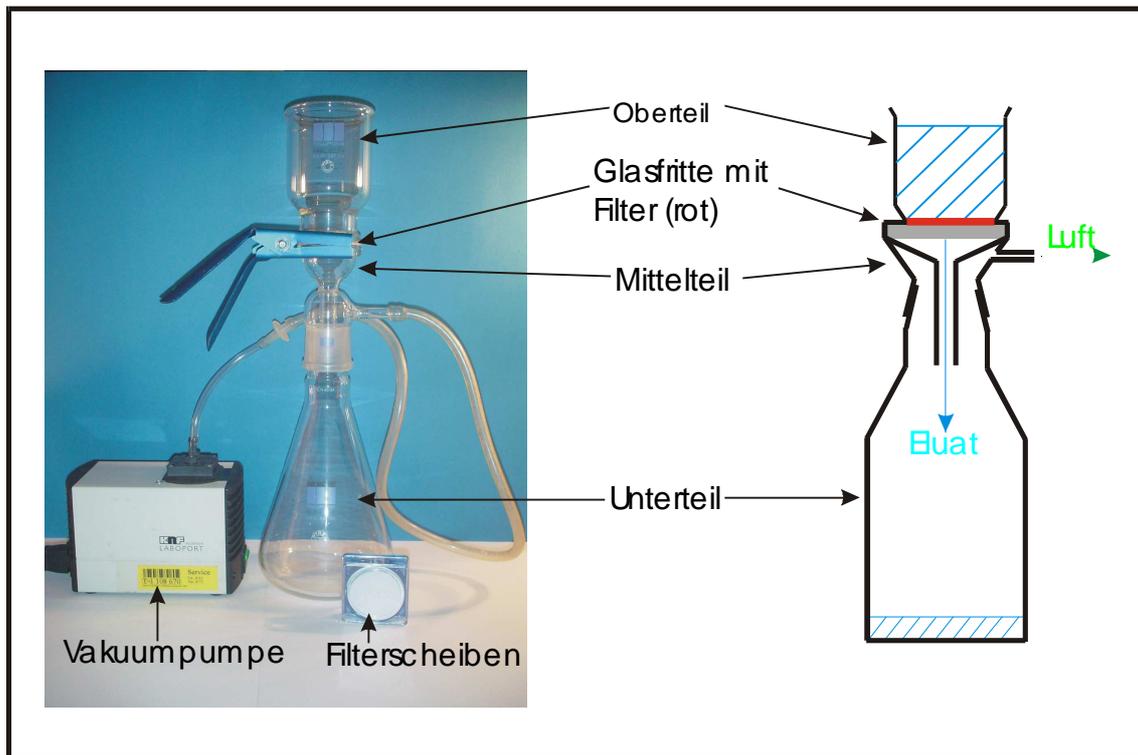


Abbildung 5: Die Filtrationseinheit der Firma Millipore (Molsheim, Frankreich). Ein Vakuum zieht die Flüssigkeit durch den 0,22µm Filter

Pipettierhilfe und Pipetten

Für die Versuchsdurchführung wird für das Umsetzen des Wassers zwischen den unterschiedlichen Gefäßen die elektronische Pipettierhilfe pipetus[®]-akku der Fa. Hirschmann Laborgeräte (Eberstadt, Deutschland) verwendet.

Dazu werden zwei 100ml Pipetten ebenfalls der Fa. Hirschmann Laborgeräte (Eberstadt, Deutschland) benötigt. Die eine dient dem Umsetzen von destilliertem Wasser ohne Partikel, die andere Pipette

zum Umsetzen von Wasser, in dem sich abradierte Partikel befinden. Letztere muss nach jeder Verwendung sorgfältig gereinigt werden.

Parafilm „M“

Es wurde der Parafilm „M“ der Firma American National Can™ (Greenwich CT, USA) verwendet. Dieser diente zum Verschluss des 300ml-Erlenmeyerkobens aus Duran® der Fa. Schott (Mainz, Deutschland).

Polyethylenflaschen

Als Aufbewahrungs- und Transportmedium wurden Polyethylenflaschen mit einem Volumen von 500ml über die Fa. Schultheiss (München, Deutschland) bezogen.

Langhalsflasche

Die Langhalsflasche aus Duran® nach DIN 12664A (Fa. Hirschmann EM techcolor, Eberstadt, Deutschland) besitzt ein Volumen von 2000ml.

Mikroskop

Für die Fotodokumentation stellte freundlicherweise Dr. Mückter (Walter-Straub-Institut für Pharmakologie und Toxikologie, München, Deutschland) sein Auflichtmikroskop, das Axioskop der Firma Zeiss (Jena, Deutschland), zur Verfügung. Als Lichtquelle wird die OP-Lampe KL1500 der Firma Schott (Mainz, Deutschland) als Auflicht verwendet. Mit Hilfe der 100fachen Vergrößerung kann ein guter Überblick über den Zustand der Proben gewonnen werden. Die Fotos werden mit der Spiegelreflexkamera OM-2 der Firma Olympus (Hamburg, Deutschland) aufgenommen. Diese ist auf das Mikroskop mit einem Langtubus

befestigt, der eine weitere Vergrößerung um das 0.25-fache erzeugt. Als Film dient der Diafilm Elite 400 der Firma Kodak (Rochester, USA).

Rasterelektronenmikroskop

Um die Größe der Partikel zu vermessen und deren Oberfläche zu analysieren, wird das Rasterelektronenmikroskop JSM-35CF Scanning Microscope der Firma JEOL (Tokyo, Japan) verwendet. Als Film dient der Schwarzweißfilm Ilford FP4 125.

Die zu untersuchenden Ausschnitte des Filters für die Rasterelektronenmikroskopie werden mit Kohlefolie auf die Probenhalter geklebt. Eine ca. 30nm dicke Goldschicht wird durch das Polaron Coating System erzeugt. Die Bedingungen sind dabei ein Druck von 0,08 torr, eine Spannung von 2400 Volt, eine Stromstärke von 20mA und eine Beschichtungsdauer von 3 Minuten.

Abformmaterialien

Um optimale Messergebnisse zu erreichen, wird eine Doppelmischabformung der belasteten Proben mit additionsvernetzten Abformmaterialien auf Polyetherbasis der Firma ESPE (Seefeld, Deutschland) durchgeführt. Dabei dient das dünnfließende Permadyne Garant 2:1 aus dem Dosierdispenser als detailtreue dünne erste Schicht. Darüber wird eine dimensionsstabile dicke Schicht aus Penta H mit Hilfe des Pentamixgerätes 2 (Fa. ESPE, Seefeld, Deutschland) gebracht. Durch die Verwendung der automatischen Mischgeräte lässt sich eine gleichbleibende Qualität der Abformungen, und damit die Bedingung für vergleichbare Ergebnisse realisieren.

Gips

Die Abformungen der Proben werden mit dem Superhartgips GC Fuji Rock EP (weiß) des Herstellers GC Belgium N.V. (Leuven, Belgien) ausgegossen. Dabei wird das durch den Hersteller vorgegebene Mischungsverhältnis von 100g Gips auf 20ml Wasser und einer Anrührzeit von 40 Sekunden genau eingehalten.

Scanner

Zum Einscannen der REM-Aufnahmen wird der CanoScan D2400U der Firma Canon Inc. (Tokyo, Japan) verwendet. Zunächst wurden von den Negativen Positivbilder angefertigt (Firma Sauter, München, Deutschland). Diese konnten mit einer Auflösung von 400dpi eingescannt und im Bitmap-Format abgespeichert werden. Mit Hilfe einer nachträglich installierten Durchlichtfunktion können Negative auch direkt eingescannt und mit Hilfe des Programms „Adobe Photoshop 5.0“ in das entsprechende Positiv umgerechnet werden. Als Speicherform wird das Bitmap-Format bei einer Scannerauflösung von 600 dpi gewählt.

Photonenkorrelationsspektrometer

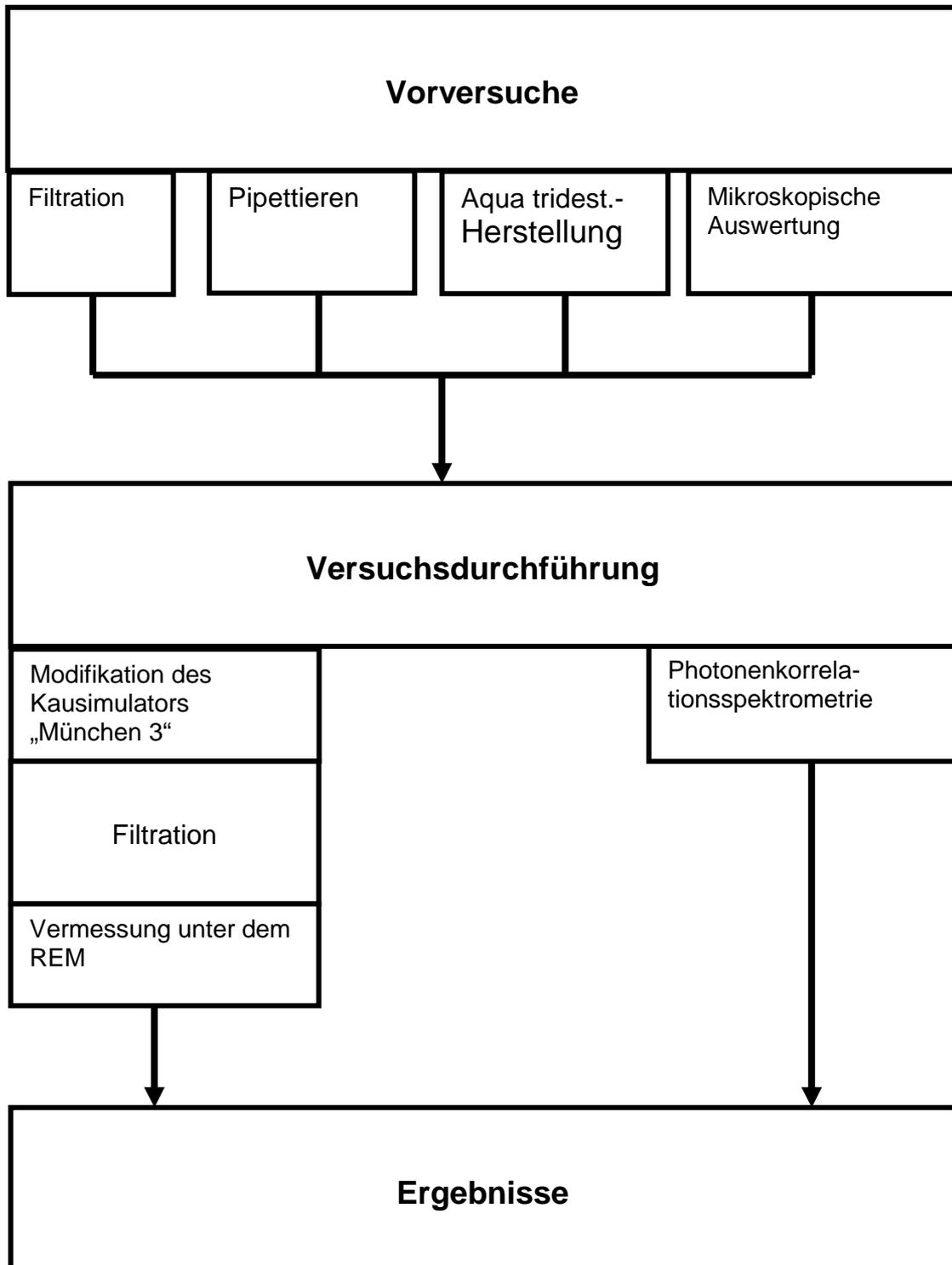
Für die Versuchsdurchführung wird das Gerät SEM-F60 der Fa. SEMATech (Nizza, Frankreich, Abbildung 6) mit einem laut Handbuch angegebenen Größenmessbereich von 3nm bis 10µm verwendet. Das Gerät steht am Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde der TU München in Weihenstephan (Freising, Deutschland). Es wurde für die Versuchsdurchführung von Herrn Dipl.-Ing. Weikl bedient.



Abbildung 6: Das Photonenkorrelationspektrometer SEM F-60 der Firma SEMATech (Nizza, Frankreich)

3.2 Methode

Schematische Darstellung der Versuchsabläufe



3.2.1 Vorversuche

3.2.1.1 Filtration

Der Filter mit einem Porendurchmesser von $0,22\mu\text{m}$ wurde von Herrn Schulz aus dem Walter-Straub-Institut für Pharmakologie und Toxikologie (München, Deutschland) durch Vorversuche ausgesucht.

Ein erstes Ziel war, eine möglichst hohe Partikelkonzentration auf einem kleinen Filterareal zu erzielen. Dies würde die Auswertung wesentlich erleichtern, da nur ein kleiner Bereich ausgezählt werden müsste. Aufgrund des geringen Volumenverlustes der Füllwerkstoffe unter Belastung im Kausimulator ging man davon aus, dass eine Verkleinerung der Filtrationsfläche zum erwünschten Erfolg führen könnte. Aus diesem Grund wurde der Oberteil der Filtriereinheit neu gestaltet.

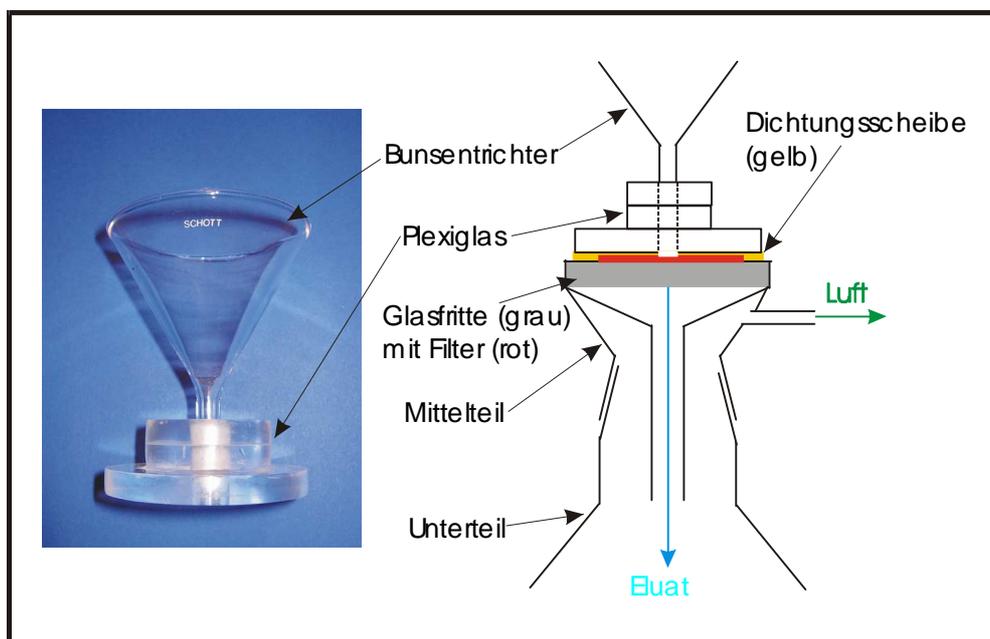


Abbildung 7: Umgebautes Oberteil der Filtrationseinheit

Es wurde handelsübliches Plexiglas[®] mit einer Dicke von 8mm verwendet. Um eine ausreichende Stabilität zu erreichen, wurden drei Scheiben (Durchmesser 6,7mm) des Plexiglasses[®] übereinandergeliebt.

In die Mitte dieser 2,4cm dicken Scheibe wurde ein Loch gebohrt, dessen Durchmesser dem Außendurchmesser (8mm) des Bunsentrichters entspricht. Zur Befestigung wurde der Zweikomponenten-Kleber „Pattex Kraft Mix“ verwendet. Die effektive Filtrationsfläche ($0,79 \text{ cm}^2$) berechnet sich aus dem Innendurchmesser des Glasschaftes des Bunsentrichters (5mm). Da die Unterseite des neuen Aufbaus nicht exakt plan war und somit keine ausreichende Abdichtung erzielt werden konnte, musste eine Dichtungsscheibe untergelegt werden. Dazu wurde eine Scheibe aus einer 2mm starken, handelsüblichen Silikonplatte für den Sanitärbereich ausgeschnitten (Abbildung 8, links). In die Mitte der Silikonscheibe wurde ein Loch mit einem Durchmesser von 5mm gestanzt.

Um die Funktionstüchtigkeit dieses Aufbaus zu untersuchen, wurde tridestilliertes Wasser aus der Millipore-Filtrationsanlage filtriert und der Filter anschließend unter dem Lichtmikroskop untersucht.

Es zeigten sich schwarze Partikel, die aus der schwarzen Dichtungsscheibe stammen. Den Hauptteil der Partikel bilden jedoch helle amorphe Partikel (Abbildung 9).

Es wurde ein Gegenversuch mit einer konfektionierten grauen Silikonscheibe der Fa. Geberit (Filtrationsfläche $7,54 \text{ cm}^2$, Abbildung 8, rechts) durchgeführt. Es konnten weder schwarze noch graue Partikel unter dem Lichtmikroskop festgestellt werden (Abbildung 10).

Bei beiden Versuchen waren dennoch durchsichtige, polymorphe Partikel zu sehen, die entweder aus dem Glas des Bunsentrichters oder aus dem Plexiglas stammten und eine erhebliche Verunreinigungen darstellten.

Des Weiteren war die Filtrationsgeschwindigkeit vor allem mit der zu dieser Zeit zur Verfügung stehenden Wasserstrahlpumpe zu langsam (ca. 10ml Flüssigkeit in 15 min).

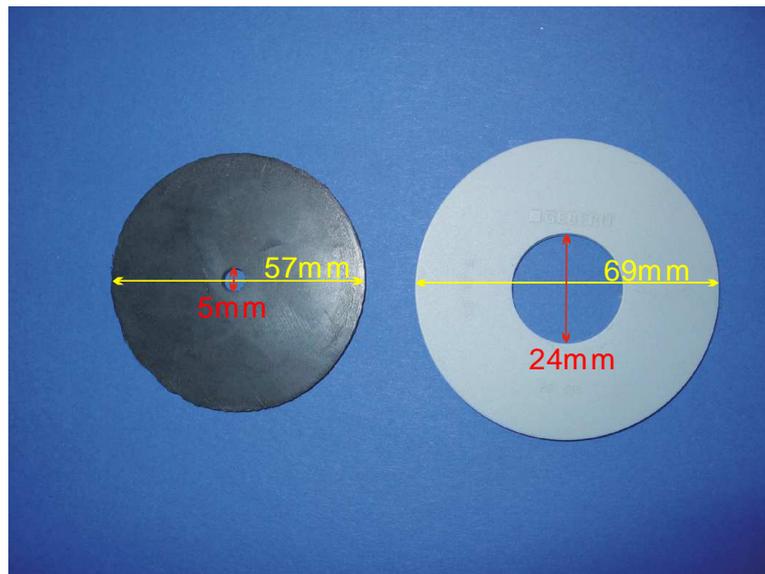


Abbildung 8 zeigt die zwei verwendeten Silikonscheiben. Sie dienen zur Reduktion der effektiven Filtrationsfläche in der Filtrationseinheit

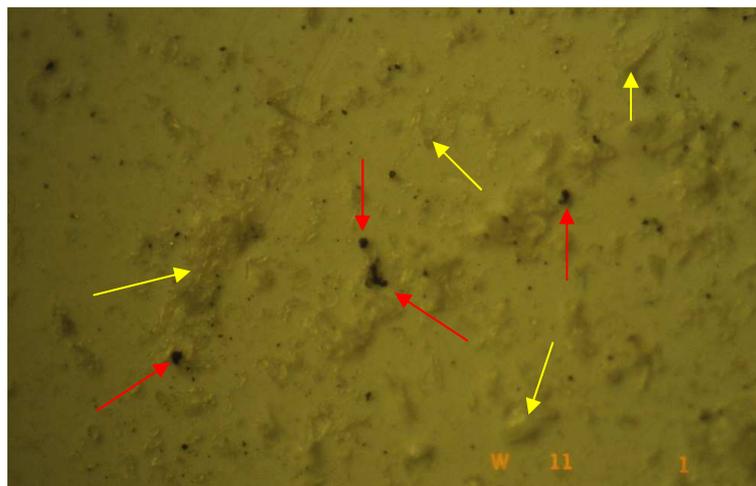


Abbildung 9: Es sind neben den hellen amorphen Partikel (gelbe Pfeile) vereinzelt schwarze Verunreinigungen (rote Pfeile) zu sehen

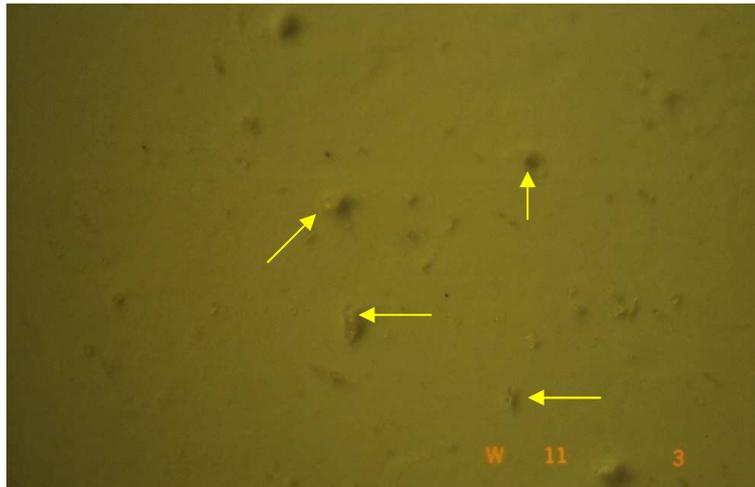


Abbildung 10 zeigt nur noch helle, amorphe Partikel (gelbe Pfeile)

Als Schlussfolgerung muss festgehalten werden, dass sich dieser Versuchsaufbau als nicht praktikabel erwies, da die Verschmutzung zu hoch und die Filtrationsgeschwindigkeit zu niedrig war. Die stark abnehmende Filtrationsgeschwindigkeit lässt sich durch das schnelle Verstopfen der Filterscheibe durch die Ablagerung von Partikeln erklären. Deswegen wurde entschieden, doch das Originaloberteil der Filtriereinheit zu verwenden, um eine größere Filterfläche und somit eine weniger dichte Verteilung der Partikel zu erreichen. Optional konnte die graue Silikonscheibe zur Reduktion der Filterfläche verwendet werden. Die anfängliche Absicht, eine kleine Filterfläche für eine leichtere Auswertung zu konstruieren erwies sich als nicht realisierbar.

3.2.1.2 Vorversuch Pipettieren

Für das Umsetzen des Wassers zwischen den verschiedenen Glasgefäßen wurde zunächst eine Glaspipette mit einem Peleusball aus Kautschuk verwendet. Das Saugvolumen reichte aber nicht aus, um 100ml-Pipetten zu befüllen. Deswegen wurde eine elektronische Pipettierhilfe pipetus[®]-akku erworben, die auf Pipetten aufgesetzt werden kann und mit Hilfe von Unterdruck Wasser in die Pipette aufzieht. Ein

dazwischen geschalteter Filter verhindert eine Verschmutzung der Pipette und des Inhalts.

3.2.1.3 Aqua Tridest-Herstellung

Für die Durchführung der Versuche wurde hochreines Wasser verwendet, um systemische Fehlerquellen zu minimieren.

Das destillierte Wasser wurde der Filtrationsanlage Millipore Q Reagent Water System des Walter–Straub–Institut für Pharmakologie und Toxikologie (München, Deutschland) entnommen.

Das hier verwendete Filtersystem besteht aus einem organischen Filter, zwei Ionenfiltern, einem Aktivkohlefilter und vor dem Auslass aus einem Staubfilter mit einer Porengröße von $0,22\mu\text{m}$.

Bei der Verwendung des destillierten Wassers ist zu beachten, dass das System eine Anlaufzeit benötigt, bis die gewünschte Destillation erreicht ist. Dazu befindet sich an dem Gerät ein Widerstandsmesser, der den ohmschen Widerstand auf einer logarithmisch angeordneten Anzeige wiedergibt. Das Wasser wird bei einem Wert von $18 \text{ M}\Omega\text{cm}^{-1}$ entnommen.

Strenggenommen handelt es sich hier nicht um destilliertes, sondern um deionisiertes Wasser.

Auch hier mussten Vorversuche durchgeführt werden, um eine geeignete Transportmethode zu schaffen, da sich die Filtrationsanlage und der Kausimulator in unterschiedlichen Instituten befinden.

1. Polyethylen – Flasche

Tridestilliertes Wasser wurde in eine Kunststoffflasche aus Polyethylen gegeben. Nach Filtration des Wassers aus der PE-Flasche durch die Millipore Saugflasche mit dem Milliporefilter (Porengröße $0,22\mu\text{m}$) wurde der Filter mit dem Auflichtmikroskop analysiert. Es konnten unter dem

Auflichtmikroskop leichte bis mittelstarke Verunreinigungen in Form von Kunststoffspänen und Kunststoffpartikeln beobachtet werden (Abbildung 11).

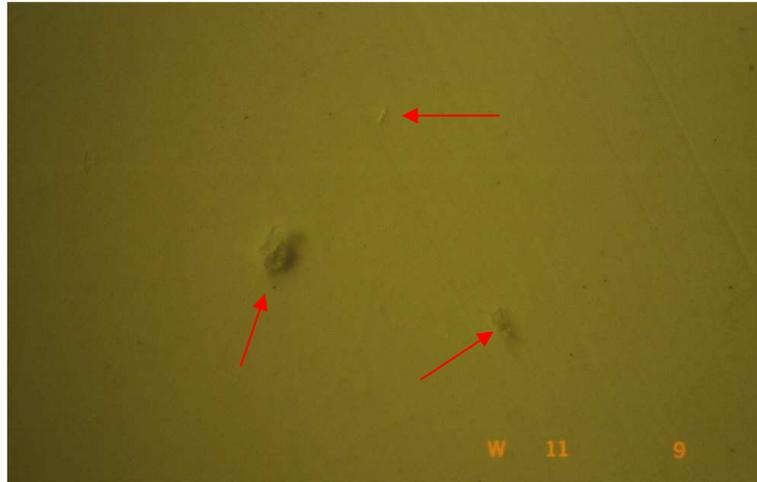


Abbildung 11 zeigt die Verunreinigung durch Kunststoffspäne (Pfeile)

2. Erlenmayerkolben

Es wurde ein 300ml Erlenmayerkolben aus Duran[®] der Fa. Schott mit destilliertem Wasser gefüllt. Damit keine Verunreinigungen in das Wasser gelangen konnten, musste der Kolben verschlossen werden.

Es wurde Parafilm „M“ über die Öffnung gezogen. Die plastische Folie wurde dabei auseinandergezogen und über die Öffnung des Erlenmayerkolben gespannt. Das Wasser wurde durch den Milliporefilter (Porengröße 0,22µm) mit Hilfe der Saugflasche filtriert und unter dem Auflichtmikroskop betrachtet. Es konnten erneut Verunreinigungen beobachtet werden (Abbildung 12).



Abbildung 12 zeigt die Verunreinigungen (Pfeile) durch Parafilm „M“

3. Schliffkolbenflasche

Eine 2000ml-Langhalsflasche mit Schliffkolben wurde mit Wasser gefüllt. Der saubere Schliffkolben wurde dreimal in die Flasche eingesetzt und wieder abgenommen, um den Gebrauch des Deckels im Zuge des Versuchablaufs zu simulieren. Das Wasser wurde aus der Flasche in die Filtrieranlage geschüttet und nicht pipettiert, da der Flaschenhals für die Pipetten zu lang war. Unter dem Mikroskop waren sehr starke Partikelablagerungen (Abbildung 13) zu sehen, die die Proben unbrauchbar machten.

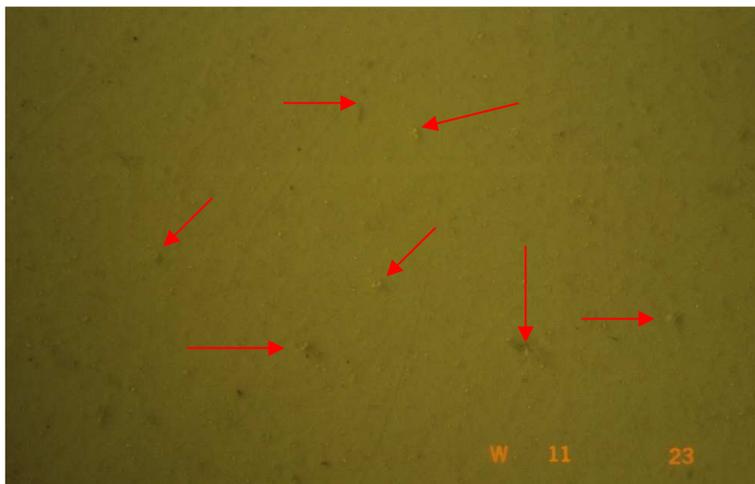


Abbildung 13 zeigt die Verunreinigungen (Pfeile) entstanden durch den Schliffkolben

4. Medizinflasche

In der Apotheke erhältliche 500ml-aponorm[®] Medizinflaschen (WEPA Apothekenbedarf, Hilscheid, Deutschland) wurden mit Wasser gefüllt, der Schraubverschluss mehrmals auf- und abgeschraubt, um die Benutzung zu simulieren und der Inhalt filtriert. Es konnten keine Verunreinigungen unter dem Auflichtmikroskop entdeckt werden. Aufgrund des geringen Volumens ist dieses Transportmedium allerdings unbrauchbar, obwohl es die sauberste Transportmöglichkeit darstellt.

5. Filtriereinheit

Aus den Versuchen 1-4 wurde die Konsequenz gezogen, dass es unmöglich war, größere Mengen des hochreinen Wassers aus dem Walter–Straub–Institut frei von Verunreinigungen in das tribologische Labor der Zahnklinik zu transportieren. Deswegen musste das Wasser, das in Kontakt mit den Proben und Apparaturen kommen sollte, im tribologischen Labor der Zahnklinik vor Gebrauch durch den Milliporefilter (Porengröße 0,22µm) filtriert werden, um Verunreinigungsquellen weitgehend auszuschalten. Dabei ist zu erwähnen, dass die Filtriereinheit am Flaschenhals ebenfalls einen Schliffkolben besitzt, um die dichte Verbindung zwischen dem Mittelteil mit Filter und Glasfritte, sowie dem Unterteil, der eigentlichen Flasche, zu gewährleisten. Hier ist allerdings die Schliffacetten nicht an der Innenseite, sondern an der Außenfläche des Flaschenhalses angebracht, so dass beim vorsichtigen Abziehen des Oberteils kein Glasstaub in den Unterteil fallen kann (siehe Abbildung 7).

Um die Qualität des Wassers zu überprüfen, wurde tridestilliertes Wasser in einem Kunststoffkanister aus Polyethylen transportiert und durch die Saugflasche mit dem 0,22µm Filter von Millipore filtriert. Anschließend wurde das filtrierte Wasser abermals aus dem Unterteil

der Filtriereinheit mit der Pipettierhilfe pipettus[®]-akku entnommen und durch einen neuen Filter durch die Filtrieranlage gesaugt. Der neue Filter wurde durch das Auflichtmikroskop beurteilt. Es konnten keine Verunreinigungen erkannt werden (siehe auch Abbildung 24).

Aufgrund des hohen zeitlichen Aufwands wurde beschlossen, für die Vorreinigung der Gefäße und Behälter normales Leitungswasser zu verwenden.

Zum Nachspülen wurde auf bidestilliertes Wasser, das ebenfalls mit der Filtrieranlage gereinigt wurde, zurückgegriffen.

Für die direkte Versuchsdurchführung kam das hochreine filtrierte Wasser aus dem Walter-Straub-Institut zur Anwendung.

3.2.1.4 Vorversuch zur optischen Auswertung:

Wie sich im Laufe der Vorversuche zeigte, reichte die 100-fache Vergrößerung des Mikroskops nicht aus, um auswertbare Bilder für die Vermessung der Partikel zu erhalten. Zum einen war die Vergrößerung zu gering, um alle Partikel ausreichend darzustellen, zum anderen war die Übersicht mangelhaft und der Kontrast zwischen den weißen Filterscheiben und den zahnfarbenen Partikeln, die bei Verwendung des Auflichtes mit der OP-Lampe KL1500 als nahezu durchsichtige Körper erschienen, unzureichend. Folglich wurde entschieden, die Analyse der Abrasionspartikel mit Hilfe rasterelektronenmikroskopischer Aufnahmen durchzuführen.

3.2.2 Versuchsdurchführung und Umbaumaßnahmen

Bei dem Kausimulator „München 3“ handelt es sich um eine druckluftbetriebene, mechanische Apparatur, bei der sich Konstruktionsteile aus Metall gegenläufig bewegen und somit einen Abrieb verursachen.

Bei regelmäßiger Wartung des Kausimulators wird mit Hilfe von Schmiermitteln die Reibung herabgesetzt.

Es treten vier situationsbedingte Schmutzquellen auf:

1. Schmiermittel und Abrieb

Das verwendete Schmiermittel zwischen Hebebalken und vertikalem Bewegungselement kann in die Prüfkammer gelangen.

Vor jedem Versuch muss diese Stelle gereinigt werden.

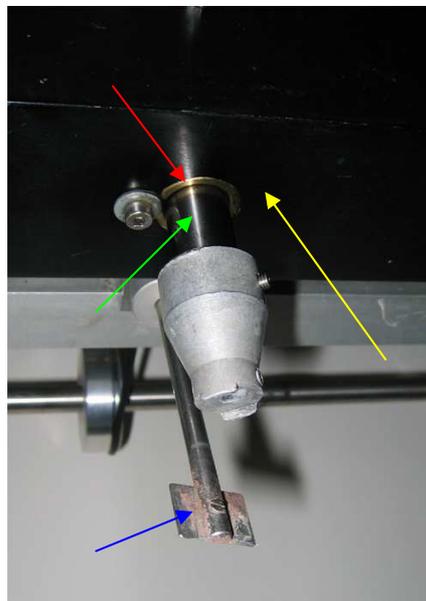


Abbildung 14: die kritische Stelle (roter Pfeil) zwischen Hehebalken (gelber Pfeil) und vertikalem Bewegungselement (grüner Pfeil) muss mit Aceton gereinigt werden. Das Rührwerk zeigt starke Verschmutzungen (blauer Pfeil)

2. Rührwerk

Der Kausimulator „München 3“ besitzt ein mechanisches Rührwerk (Abbildung 15), das über Gummiriemen angetrieben wird. Aufgrund der Walkarbeit tritt ein Verschleiß des Gummis auf. Dieser Abrieb kann in die Probenkammern fallen. Somit musste dieses System ausgetauscht werden.

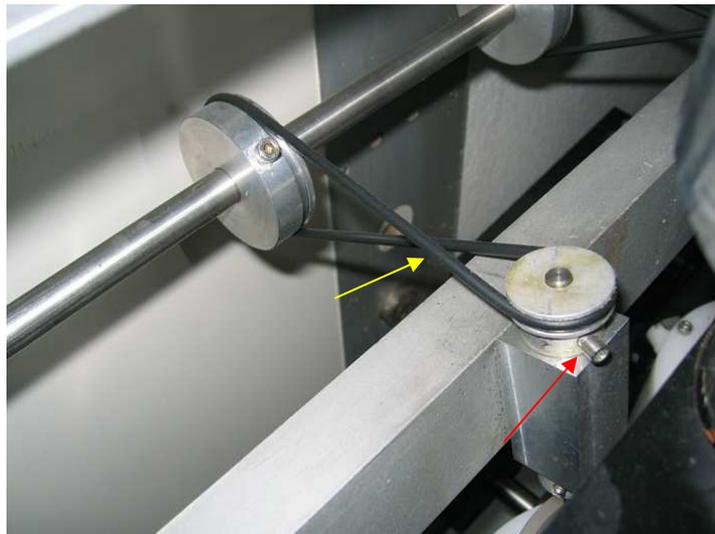


Abbildung 15: Gummiriemen (gelber Pfeil) und die Stelle, an der der Verschleiß des Gummis festzustellen ist (roter Pfeil)

3. Probekammer

Bei den Probekammern, die routinemäßig eingesetzt werden, handelt es sich um offene Behälter, in die das Rührwerk eintaucht (siehe Abbildung 4). Des Weiteren sind die Kammern mit Wasseranschlüssen für Thermocycling, also für Temperaturwechselbelastungen, ausgestattet. In diese Anschlüsse sind Siebe eingebaut, in denen sich Partikel festsetzen können.

4. Raumluf

Der Raum, in dem sich der Kausimulator befindet, wurde durch feuchtes Wischen gereinigt, um zu verhindern, dass Staub in die Proben gelangen konnte.

Um diese Verschmutzungsquellen weitgehend auszuschalten, musste eine Möglichkeit gefunden werden, das Rührwerk, das für die Umwälzung des Wassers in den Probenkammern sorgt, in die Prüfkammer zu integrieren. Des Weiteren musste die Prüfkammer von der Umgebung abgeschirmt, also isoliert werden.

Umbau des Rührwerkes

Es wurden Prüfkammern aus Aluminium verwendet, die glatte Innenwände haben. Außerdem waren Aluminiumdeckel vorhanden, auf die das neue Rührsystem gebaut werden konnte.

Die Kühlboxmotoren wurden auf die Deckel geklebt. Die Motorachse läuft durch ein Loch im Deckel, das ursprünglich für den Zugang von Pipetten vorgesehen war (Abbildung 16).

Die Modellbootschraube wurde an die verlängerte Motorachse aus Messing geklebt (Abbildung 17).

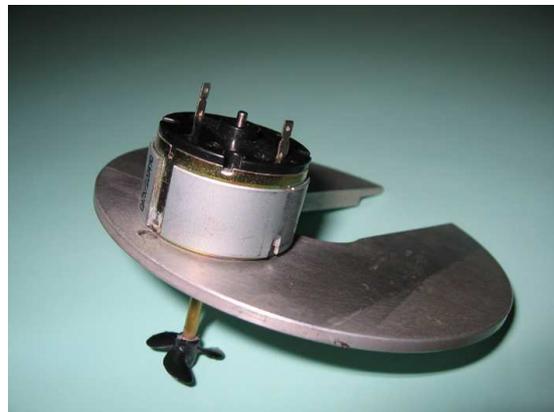


Abbildung 16: Der Motor ist auf den Deckel der Probenkammern montiert



Abbildung 17: Die Modellbootschraube ist auf die verlängerte Motorachse geklebt

Die Aluminiumdeckel mit den montierten Rührwerken wurden auf die Probekammern gesetzt und mit Klebeband fixiert, so dass die vertikalen Stangen der Antagonistenhalter zentral durch die dafür vorgesehenen Löcher im Deckel liefen und keinen Abrieb, also Verunreinigungen, erzeugten (Abbildung 18).



Abbildung 18: Die Probekammer aus Aluminium mit dem neuen integrierten Rührwerk.

Vor der Montage wurden die Probenbehälter zunächst noch mit handelsüblichem Spülmittel für den Haushalt und reichlich Leitungswasser gewaschen und danach mit bidestilliertem Wasser nachgespült. Die Teile des Kausimulators, in die die Probenhalter geschraubt werden und während des Versuches in das hochreine Wasser tauchen, wurden aus dem Kausimulator ausgebaut und ebenfalls mit Spülmittel und Leitungswasser vorgereinigt, mit bidestilliertem Wasser gespült und mit Aceton nachgereinigt. Danach wurde der Kausimulator gesäubert. Wichtige Stellen sind die Aufnahme des alten Rührwerks, da sich hier Gummiabrieb festsetzt (siehe Abbildung 15) und die Durchtrittsstelle des vertikalen Bewegungselementes durch den Hebebalken (siehe Abbildung 14). An beiden Stellen wurde mit Aceton gereinigt.

Danach wurden die Kompositproben in den Prüfkammern und die Antagonisten so montiert, dass die Flachproben zentral durch die Antagonisten belastet wurden (Abbildung 20).

In eine Kofferdammembran wurden zwei Löcher geschnitten (Abbildung 19). Durch das mittlere Loch (Durchmesser ca. 5mm) wurde die vertikale Stange des Kausimulators geführt. Das zweite Loch liegt auf der Diagonalen des quadratischen Kofferdams, und besitzt einen Durchmesser von ca. 1cm. Dieses Loch wurde über die Kühlboxmotoren gezogen.

Nun wurde mit Hilfe des pipettus[®]-akku 250ml des filtrierten tridestillierten Wassers aus der Millipore Saugflasche entnommen und in die Probenbehälter umgesetzt. Durch das seitliche Loch des Kofferdamgummis wurde der Motor mit den Anschlusskabeln geführt (Abbildung 21 und 22). Die Motoren wurden an die Stromquelle (14V Gleichstrom) angeschlossen.

Der Kausimulator wurde mit Gewichten bestückt, so dass die Belastung der Proben 50N betrug, das Zählwerk wurde auf 86400 Zyklen (Versuchsdauer 24 Stunden bei einer Frequenz von 1 Hz) eingestellt und der Lauf gestartet.

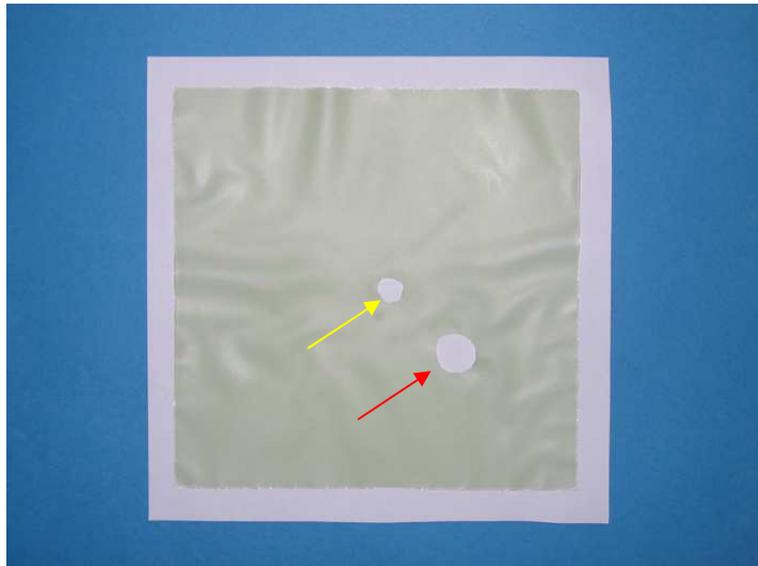


Abbildung 19: In die Kofferdammmembran wurden zwei Löcher geschnitten, die zur Aufnahme des Kühlboxmotors (roter Pfeil) und der Antagonistenstange (gelber Pfeil) dienen.

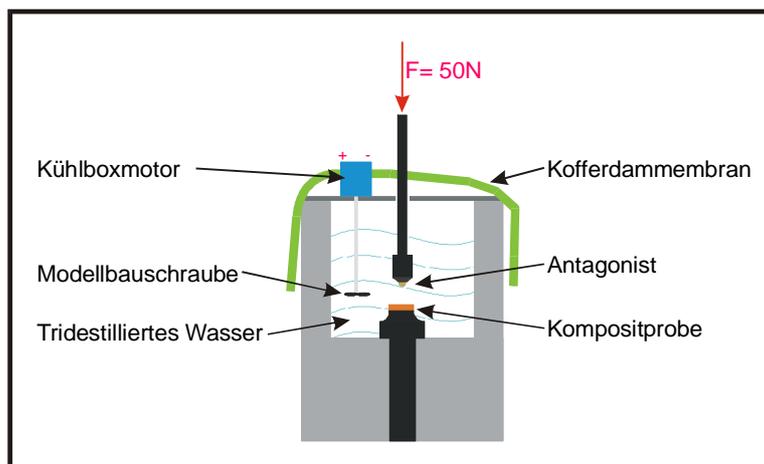


Abbildung 20: schematische Zeichnung der Probenkammer



Abbildung 21: betriebsbereite Probenkammer



Abbildung 22: Die Kofferdam-Membranen sind angebracht. Der Kausimulator kann gestartet werden.

Um die Funktionstüchtigkeit dieser Umbaumaßnahmen zu prüfen, wurde ein Probelauf gestartet, bei dem die Kammern in der beschriebenen Weise vorbereitet und mit filtriertem, tridestilliertem Wasser gefüllt wurden. Da es nicht möglich war, den Kausimulator so zu justieren, dass die Proben und der Antagonist sich während des Laufes nicht berührten, wurden keine Proben und keine Antagonisten in den Prüfkammern montiert. Eine Wasserprobe wurde nach 86400 Zyklen entnommen und

filtriert. Es konnten keine Verunreinigungen im Vergleich zu einem neuen, ungebrauchten Filter erkannt werden (Abbildung 23 und Abbildung 24).

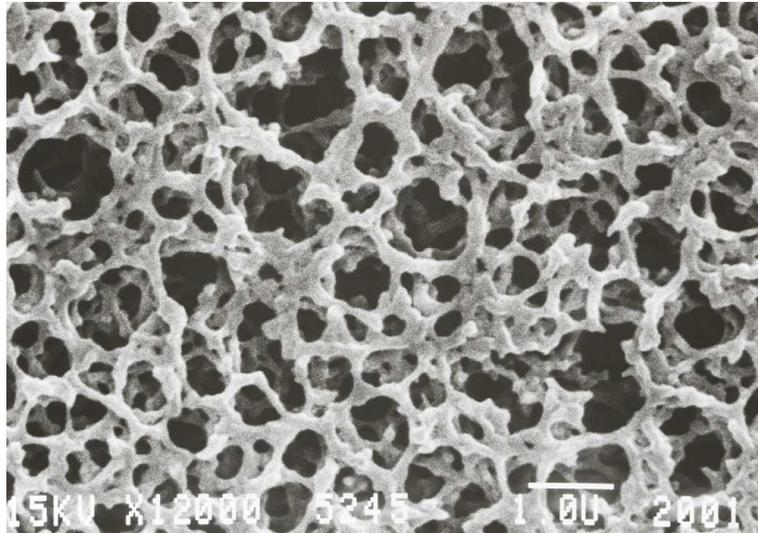


Abbildung 23: Aufnahme mit 12000-facher Vergrößerung eines neuen, ungebrauchten Filters.

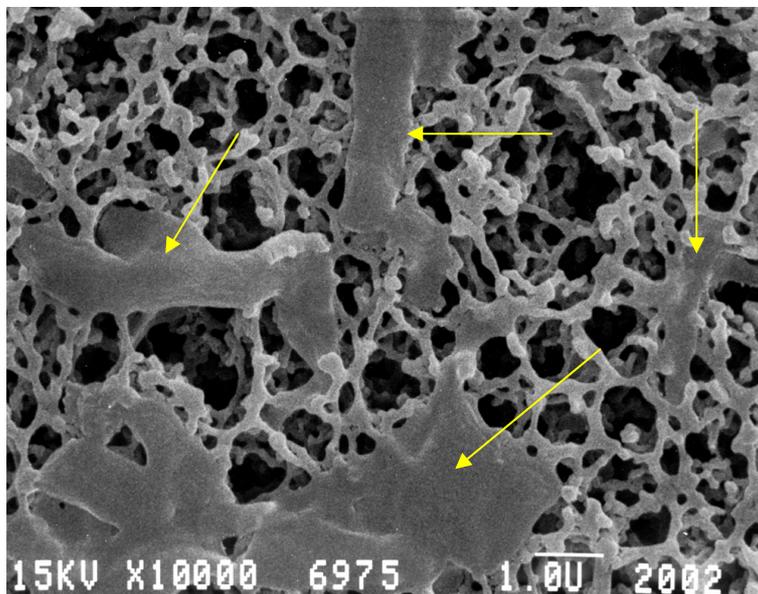


Abbildung 24: Aufnahme (10000-fach) des Filters nach dem Probedurchlauf. Die großflächigen Strukturen (gelbe Pfeile) sind nach mündlicher Aussage des Herstellers Inhomogenitäten in der Filterstruktur. Diese können immer wieder in den Aufnahmen entdeckt werden.

3.2.3 Filtration

Die Millipore-Saugflasche wurde gespült und mit einem 0,22µm Filter bestückt. Die Größe der effektiven Filtrieroberfläche wurde durch den Innendurchmesser des Oberteils der Filtriereinheit bestimmt (Innendurchmesser 3,7cm, Fläche 10,75cm²). Das Wasser mit den suspendierten Abrasionspartikeln wurde aus den Probekammern des Kausimulators mit Hilfe des pipetus[®]-akku entnommen und in den Oberteil der Saugflasche gegeben. Die Vakuumpumpe erzeugte im unteren Teil der Saugflasche einen Unterdruck. Das Wasser wurde durch den Filter gesaugt und die Partikel wurden durch diesen zurückgehalten. Jede Kammer wurde separat voneinander filtriert. Ziel war es, eine über die Filterfläche gleichmäßige Verteilung der Partikel zu erreichen, um diese bei der optischen Auswertung klar voneinander abgrenzen zu können (Abbildung 25).

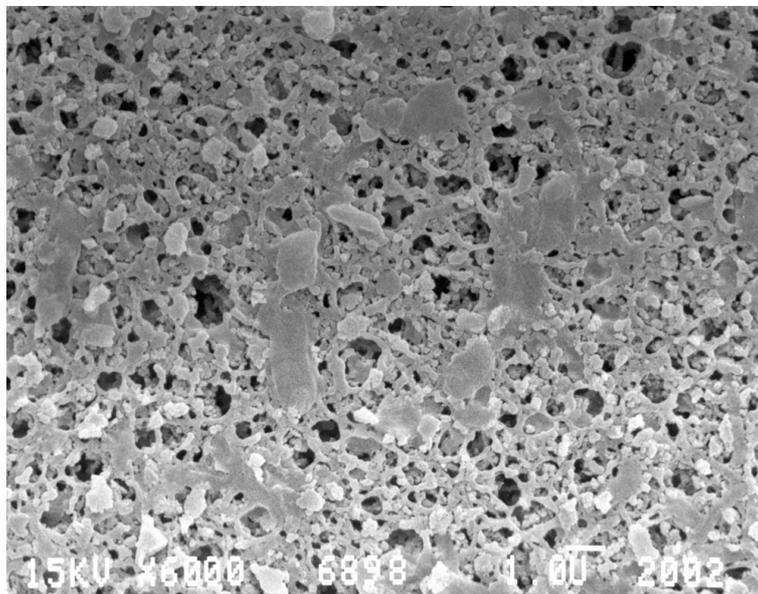


Abbildung 25 zeigt eine ideale Partikeldichte auf dem Filter (Solitaire)

Werden zu viel Partikel filtriert, entsteht eine Schicht von übereinandergelagerten Kompositpartikeln auf dem Filter. Eine Auswertung ist in diesem Falle nicht möglich (Abbildung 26).

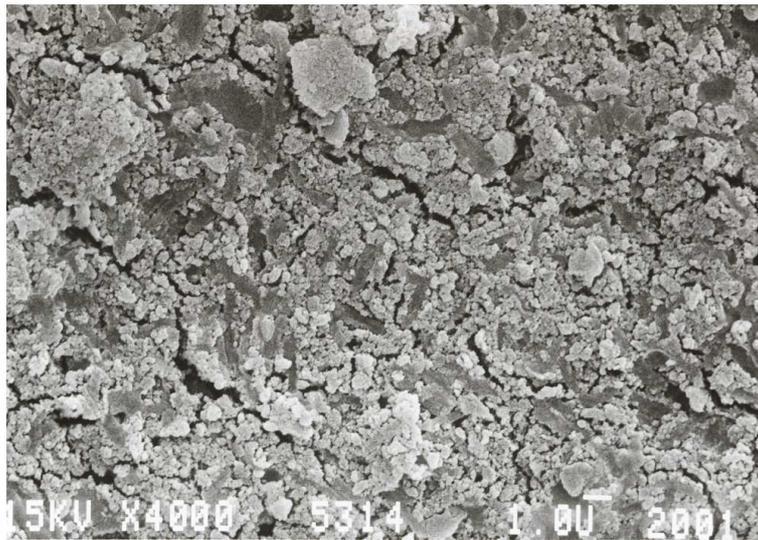


Abbildung 26 zeigt eine zu hohe Partikelkonzentration am Beispiel von Ariston® pHc. Man kann keine Filterstrukturen mehr erkennen

Sind weniger Partikel auf einem Filter vorhanden, so stellt dies kein Problem für die Auswertung dar (Abbildung 27). Allerdings ist der Aufwand erheblich höher, da mehr Fotos bearbeitet und ausgewertet werden müssen.

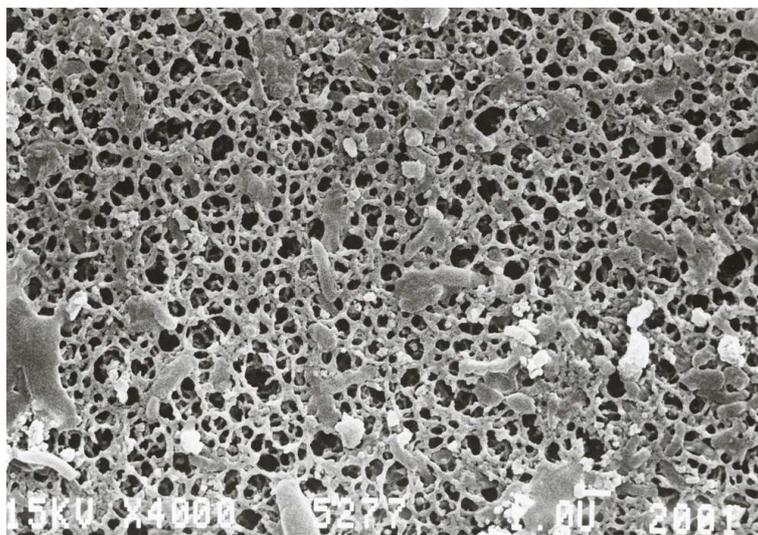


Abbildung 27 zeigt eine zu niedrige Partikeldichte an Hand von Pertac 2

Routinemäßig wurde versucht, jede Kammer eines Komposits durch einen einzigen Filter (Oberfläche 10,75cm²) zu filtrieren. Sank die

Filtrationsgeschwindigkeit aber derart, dass trotz konstantem Vakuum keine weitere Filtration, also kein Absinken des Flüssigkeitsspiegels im oberen Teil der Filtriereinheit stattfand, so wurde der Filter gewechselt. Bei der darauffolgenden rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung zeigte sich, dass der Filter mit Partikeln verblockt war. Das heißt, dass pro Kammer mehr als ein Filter notwendig war.

Zeigte sich bei der späteren Untersuchung unter dem REM, dass zu wenig Partikel nebeneinander lagen, so wurde für den nächsten Versuch mit dem gleichen Material die graue Silikonscheibe (siehe Abbildung 8) auf den Filter gelegt, der die effektive Filteroberfläche von $10,75\text{cm}^2$ auf $4,52\text{cm}^2$ verkleinerte.

3.2.4 Auswertung mit dem Rasterelektronenmikroskop

Probenverarbeitung

Die Proben wurden vor der Auswertung im REM über 24h im Excikator getrocknet.

Danach wurden die Filter in das anatomische Institut der LMU München gebracht, wo sich das Rasterelektronenmikroskop befindet. Es wurden kleine Teile aus dem Filter geschnitten und auf einen Objektträger mit Hilfe einer leitenden Kohlenstoffolie geklebt. Dann wurden die Proben nach dem Prinzip der Kathodenzerstäubung mit einer 30nm dicken Schicht aus Reingold überzogen.

Als Film für die Aufnahmen diente der Schwarzweißfilm Ilford FP4 125 mit einer Negativgröße von 6 x 7 cm. In der Regel wurden die Aufnahmen für die Auswertung bei einem Vergrößerungsfaktor von 4000 aufgenommen. Zeigte sich, dass Proben dichter mit Partikeln übersät

waren, so war es für die spätere Auswertung einfacher, eine stärkere Vergrößerung von 6000 zu verwenden.

Digitalisierung

Nach der Entwicklung der Negative wurden diese zur Fotoentwicklung an die Firma Sauter (München, Deutschland) gegeben. Es wurde das Format 9 x 13 cm und Hochglanz gewählt. Diese Fotos wurden dann mit dem Scanner CanoScan D2400U eingescannt und als Bitmap-Format abgespeichert. Später war es auch möglich, mit diesem Scanner direkt Schwarz-Weiß-Negative der Größe 7x6cm einzuscannen und mit Hilfe von „Adobe Photoshop Version 5.0“ (1989-1998 Adobe Systems Incorporated) in Positive umzuwandeln. Auch hier wurde das Bitmap-Format verwendet, da dies Voraussetzung für die spätere Auswertung mit dem Programm „ImageTool for Windows Version 3.00“ (University of Texas Health Center, San Antonio, USA) war.

Zur Nachbearbeitung von Bildern, um Mängel wie z.B. Über- oder Unterbelichtung bzw. -entwicklung, Kontraste oder leichte Unschärfe auszubessern, wurde ebenfalls „Adobe Photoshop Version 5.0“ verwendet.

Vorversuche zur digitalen Auswertung

Um eine effektive und schnelle Auswertung zu erhalten, wurde mit Hilfe des Computerprogramms Image J 1.31v (Wayne Rasband, National Institutes of Health, USA, http://rsb.info.nih.gov/ij/Java1.3.1_03) versucht, die auf dem Filter verteilten Partikel zu markieren und auszuwerten. Das heißt, das Programm sollte automatisch die Partikelgrenzen erkennen, die Grenzen anzeigen und die Größe berechnen.

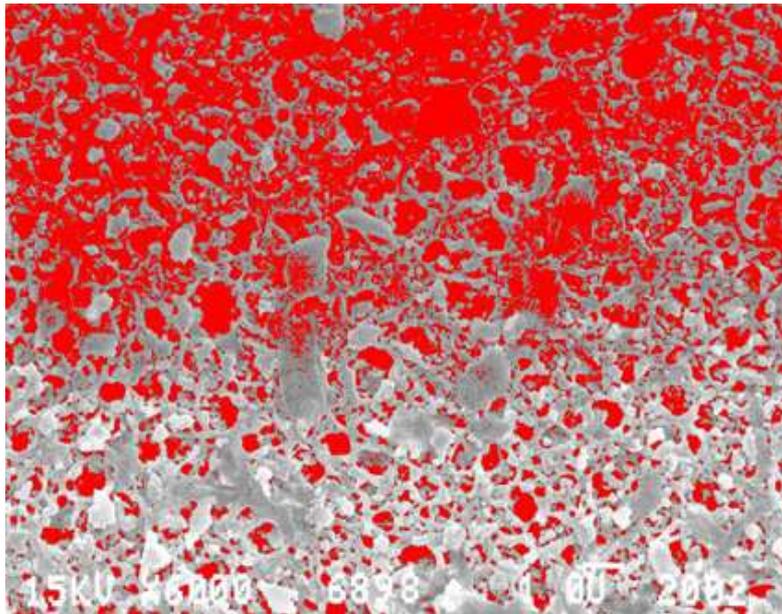


Abbildung 28: Das Programm ImageJ sollte automatisch versuchen, die Partikel zu erkennen und auszuwerten.

Es zeigte sich, dass eine softwaregesteuerte, automatische Auswertung nicht in Frage kam, da eine Differenzierung der Partikel von der unterliegenden Filterstruktur unmöglich war (Abbildung 28). Die Partikelgrenzen selber bestehen aus mehreren Graustufen, die zudem von einer rasterelektronenmikroskopischen Aufnahme zur nächsten unterschiedlich sind, sowie je nach Voltprofil und Detektorart des Rasterelektronenmikroskop schwanken (Russ 1999). Eine Kalibrierung war nicht möglich. Es konnten keine Ergebnisse mit der automatischen Erfassung erzielt werden.

Vermessung

Um eine systematische Vermessung, d.h. vollständige Erfassung und Vermeidung von Doppelfehlern, zu gewährleisten, wurde das Bild in Planquadrate unterteilt. Mit Hilfe von „Adobe Photoshop Version 5.0“ wurden Gitterlinien in den Fotos festgelegt, wobei der genaue Abstand der Linien bzw. die exakte Größe der Quadrate eine untergeordnete

Rolle spielte, da es sich hierbei nur um Hilfslinien für die optische Auswertung handelte (Abbildung 29).

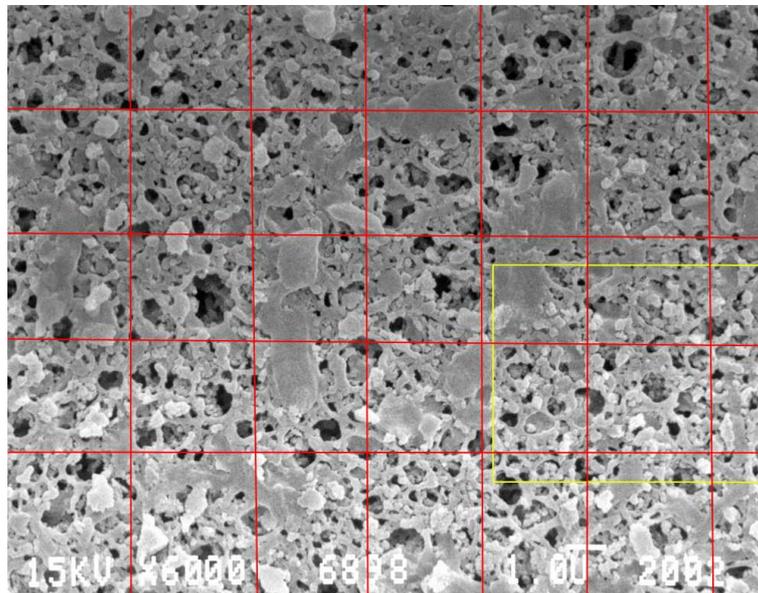


Abbildung 29 zeigt Gitterlinien, die dem Untersucher eine gute Orientierung bieten. Der Ausschnitt (gelb) ist in Abbildung 30 vergrößert dargestellt.

Das entstandene Bild wurde im Bitmap-Format abgespeichert. Die eigentliche Vermessung fand mit „ImageTool 3.00“ statt. Insgesamt wurden pro Material 1500 Partikel sowohl in der Länge als auch in der Breite vermessen. Die Höhe als dritte Dimension konnte bei den zweidimensionalen Fotos nicht erfasst werden.

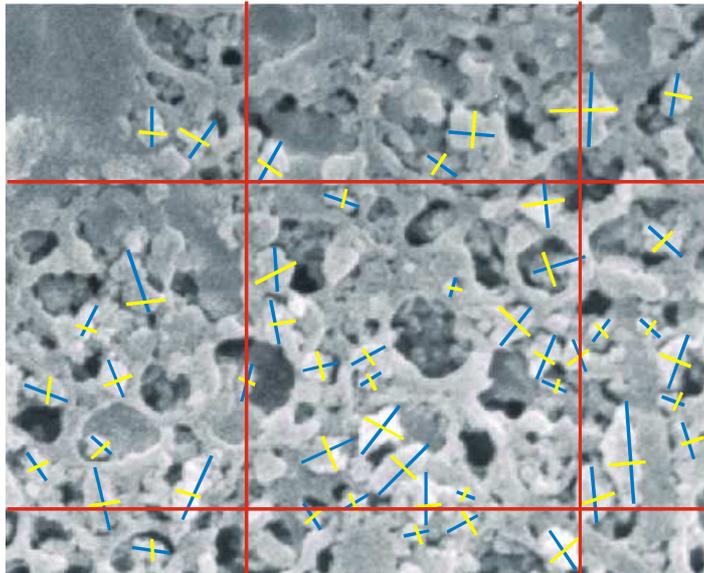


Abbildung 30: Vergrößerter Ausschnitt aus Abbildung 29. Die Längen sind blau und die Breiten gelb eingezeichnet.

Die Daten aus ImageTool wurden als ASCII-Datei abgespeichert. Länge und Breite der einzelnen Partikel sind dabei abwechselnd untereinander aufgelistet (Abbildung 31).

 A screenshot of the ImageTool software interface. The main window displays a list of particle measurements. The list is organized into two columns: 'Length (um)' and 'Std. Dev.'. The data is as follows:

	Length (um)
Mean	0.31
Std. Dev.	0.14
1	0.47
2	0.29
3	0.29
4	0.16
5	0.68
6	0.42
7	0.17
8	0.11
9	0.31
10	0.19
11	0.33
12	0.17
13	0.57
14	0.33
15	0.25
16	0.14
17	0.51
18	0.38
19	0.34
20	0.18
21	0.38
22	0.20
23	0.47
24	0.19
25	0.35
26	0.26
27	0.68
28	0.46
29	0.39
30	0.27
31	0.38
32	0.21
33	0.31
34	0.20
35	0.22
pc	0.18

 The software interface includes a menu bar (File, Edit, Appearance, Stacks, Plugins, Analysis, Processing, Script, Settings, Window, Help) and a toolbar with various icons. At the bottom, there is a status bar showing 'length = 0.10 um' and buttons for 'Copy', 'Num', 'Play', 'Calibrated', and 'Overwrite'.

Abbildung 31: Die Messwerte aus ImageTool sind untereinander aufgelistet. Längen- und Breitenwerte wechseln sich ab.

Mit Hilfe des Converter-Programms „img2Excel“ (Abbildung 32) wurden diese insgesamt 39000 Messungen durch eine Plausibilitätsprüfung kontrolliert und in Excel-Dateien umgeschrieben. Bei dieser Prüfung wurde kontrolliert, ob einem Längswert eines Partikels jeweils ein kleinerer Wert für die Querachse folgte. Somit sollten Unregelmäßigkeiten und Verwechslungen der beiden Werte verhindert werden. Als weitere Funktionen sind bei diesem Programm vorläufige Auswertungen wie Berechnung statistischer Parameter sowie graphische Darstellungen zur relativen oder absoluten Häufigkeitsverteilung der Partikel möglich, um eine schnelle Übersicht über Eigenschaften und Größenverteilung der vermessenen Partikel zu bekommen (Abbildung 33).

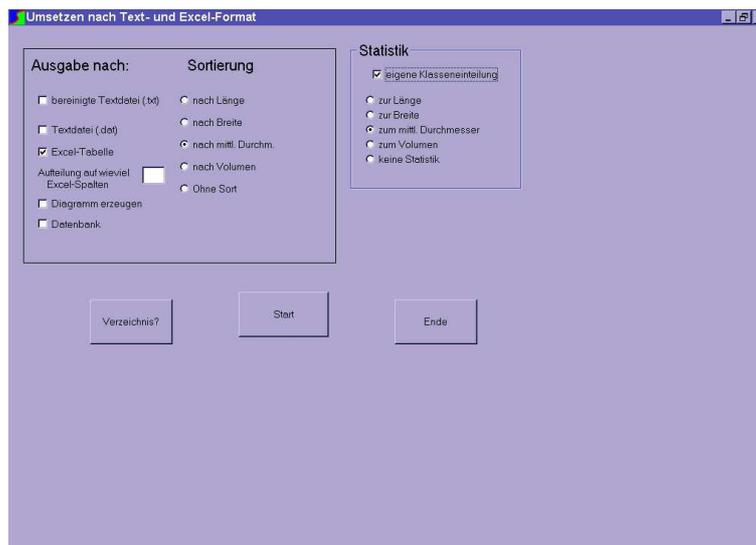


Abbildung 32 zeigt die Arbeitsfläche des Programms „img2excel“. Die Parameter können individuell festgelegt werden.

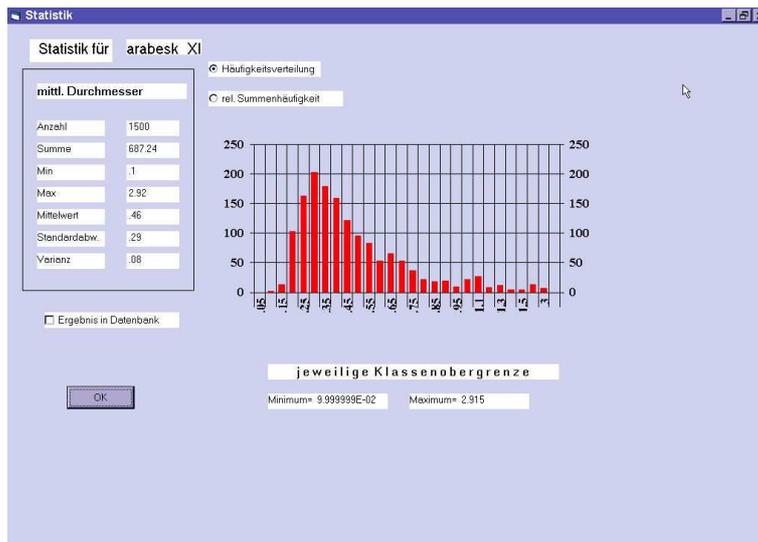


Abbildung 33: Das Programm „img2excel“ ermöglicht eine schnelle und komplikationslose Übersicht über die bis dato erfassten Daten.

Die Längen- und Breitenmesswerte werden in Spalten nebeneinander angeordnet und im Excelformat „.xls“ abgespeichert (Abbildung 34). Diese Daten können nun entweder mit Excel weiterverarbeitet oder in das statistische Analyseprogramm SPSS 11.00 for Windows übernommen werden.

	A	B
1	0,1	0,1
2	0,12	0,08
3	0,12	0,08
4	0,13	0,09
5	0,14	0,14
6	0,14	0,09
7	0,14	0,11
8	0,15	0,11
9	0,15	0,14
10	0,15	0,11
11	0,15	0,14
12	0,15	0,1
13	0,16	0,14
14	0,16	0,15
15	0,16	0,16
16	0,16	0,15
17	0,16	0,16
18	0,16	0,12
19	0,17	0,15
20	0,17	0,15
21	0,17	0,13
22	0,17	0,17
23	0,17	0,16
24	0,17	0,13
25	0,18	0,13

Abbildung 34: In Excel sind die Werte für Länge (Spalte A) und Breite (Spalte B) der 1500 Partikel am Beispiel von Arabesk in Spalten angeordnet.

3.2.5 Photonenkorrelationsspektrometrie

Da es sich bei dem Versuchsaufbau zur rasterelektronenmikroskopischen Größenuntersuchung von Abrasionspartikeln aus Kompositen um ein Verfahren handelt, das im wesentlichen durch den Autor entwickelt wurde, sollte noch ein zweites, objektives Verfahren zur Vermessung der Partikelgrößen herangezogen werden. Dieses sollte zum einen zu einer Überprüfung der rasterelektronischen Daten dienen, zum anderen eine alternative vollautomatisierte Auswertungsmethode anbieten.

Das Photonenkorrelationsspektrometer SEM F-60 ist Eigentum der Technischen Universität München in Weihenstephan (Freising, Deutschland) und wurde für die Auswertung von Herrn Dipl.-Ing. Weigl bedient.

Da dieses Gerät aus Gründen anderweitiger Auslastung und aufzuwendender Gebühren nur begrenzt zur Verfügung stand, wurden nur vier Materialien getestet. Diese sind die Hybridkomposite Tetric[®] Ceram und Arabesk[®], das stopfbare Komposit SureFil[™] und das Kompomer Hytac[®].

Die Proben, die für diese Untersuchung benötigt wurden, sind zum einen filtriertes tridestilliertes Wasser, mit dem die Eichung des Geräts erfolgte, zum anderen Proben des Kammerwassers aus dem Kausimulator für die Partikelanalyse. Da nach mündlicher Aussage von Herrn Dipl.-Ing. Weigl die vorhandene Konzentration der abradierten Partikel auf 250 ml Wasser zu niedrig sei, wurde vereinbart, für jedes Material mehrere Läufe mit jeweils dem gleichen Kammerwasser vorzunehmen und die benötigte Wassermenge in den Kammern auf ein Minimum zu reduzieren. So wurde anstelle der 86400 Belastungszyklen die dreifache Anzahl von 259200 und eine Wassermenge von 200 ml für diesen Versuch verwendet. Dabei mussten die Flachproben bei den Materialien

Tetric[®] Ceram, Arabesk[®] und SureFil[™] zweimal, beim Kompomer Hytac[®] dreimal während dieser Versuchsreihe gewechselt werden, da die Gefahr bestand, dass der Degusit-Antagonist, der in keinem der Fälle ausgetauscht wurde, die 2mm dicken Proben durchrieb.

Das Kammerwasser wurde in gut gereinigte 250ml-aponorm[®]-Medizinflaschen mit der Pipetierhilfe umgefüllt und nach Weihenstephan transportiert. Es wurden für jedes der 4 Materialien 3 Messreihen durchgeführt.

4 Ergebnisse

4.1 Abrasion

4.1.1 Abrasion durch Degusit-Antagonisten

Zunächst wird der Volumenverlust der Flachproben nach 86400 Belastungszyklen bestimmt. Pro Material wurden 6 Proben vermessen und der Mittelwert berechnet. Bei den beiden Materialien Ariston[®] pHc und Tetric[®] Classic waren jeweils nur 5 Flachproben auswertbar.

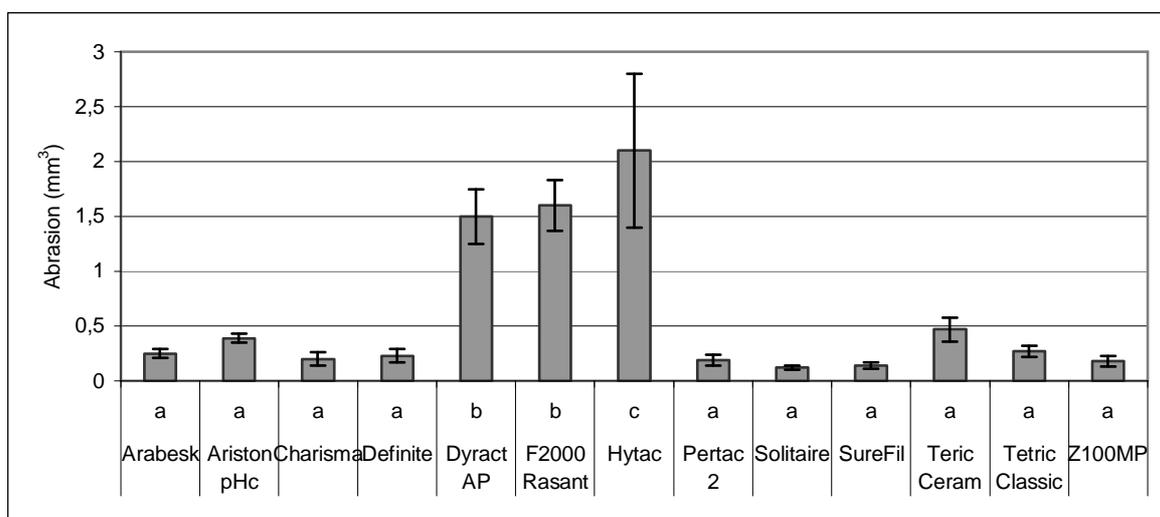


Abbildung 35: Das Balkendiagramm zeigt den Verschleiß der Flachproben in mm³. Es können 3 statistisch homogene Untergruppen a-c unterschieden werden.

Material	Abrasion (mm ³)	MWR (µm ³ / Zyklus)
Arabesk [®]	0,25 (0,04) ^a	2945
Ariston [®] pHc	0,39 (0,04) ^a	4460
Charisma [®]	0,20 (0,06) ^a	2346
Definite [®]	0,23 (0,06) ^a	2654
Dyract [™] AP	1,50 (0,25) ^b	17816
F 2000 [™] Rasant	1,60 (0,23) ^b	18467
Hytac [®]	2,10 (0,70) ^c	23863
Pertac [®] 2	0,19 (0,05) ^a	2225
Solitaire [®]	0,12 (0,02) ^a	1390
SureFil [™]	0,14 (0,03) ^a	1609
Tetric [®] Ceram	0,47 (0,11) ^a	5404
Tetric [®] Classic	0,27 (0,05) ^a	3085
Z100 MP [™]	0,18 (0,05) ^a	2071

Tabelle 1: Die den durchschnittlichen Abrasionswerten zugeordnete Superscripte zeigen die nach Oneway Anova und post hoc Tukey-HSD Test (SPSS 11.00) ermittelten statistisch signifikante Untergruppen a bis c an. MWR (Mean Wear Rate) bezeichnet den durchschnittliche Volumenverlust eines Materials pro Belastungszyklus.

Abbildung 35 und Tabelle 1 zeigen den totalen Volumenverlust (vol_tot in mm^3) der Füllmaterialien nach 86400 Belastungszyklen im Kausimulator. Die Auswertung erfolgt mit SPSS 11.00 mit Oneway Anova und post hoc Tukey-HSD Test. Es lassen sich drei statistisch homogene Untergruppen bilden. Dabei bilden die Materialien Solitaire, Surefil™, Z100™ MP, Pertac® 2, Charisma®, Definite®, Arabesk®, Tetric® Classic, Ariston® pHc und Tetric® Ceram die statistisch homogene Untergruppe a mit der geringsten Abrasion (Intervall 0,12 – 0,47 mm^3). Diese zehn Materialien gehören der Klasse der Hybridkomposite (stopfbare Hybridkomposite, Feinpartikelhybridkomposite, Feinstpartikelhybridkomposite) und Ormocere (Definite®) an. Die anderen zwei Untergruppen enthalten ausschließlich Kompomere. Dabei bilden Dyract® AP und F 2000™ (Intervall 1,5 bzw. 1,6 mm^3) die statistisch homogene Untergruppe b, während Hytac® als einziges Material die Untergruppe c mit der höchsten Abrasion (2,1 mm^3) darstellt. Alle drei Untergruppen zeigen untereinander einen statistisch signifikanten Unterschied. Eine Abrasion des Degusit-Antagonisten konnte nicht festgestellt werden.

4.1.2 Abrasion durch natürliche Antagonisten

Es wurde des Weiteren die Abrasion der Füllwerkstoffe nach Belastung mit einem natürlichen Antagonisten, also mit Schmelzhöckern, bestimmt. Auf Grund der großen Unterschiede in den Abrasionswerten lassen sich jedoch keine einheitlichen Aussagen zu diesen Versuchen machen, da bereits geringe Variationen der Zahnhartsubstanz zu großen Unterschieden im Verschleißverhalten führen können (Fang et al. 1993).

Die niedrige Anzahl der Proben (n=2) lässt keine statistische Auswertung zu. Die gewonnenen Daten können lediglich einen Trend für die Abrasionsbeständigkeit der getesteten Materialien wiedergeben.

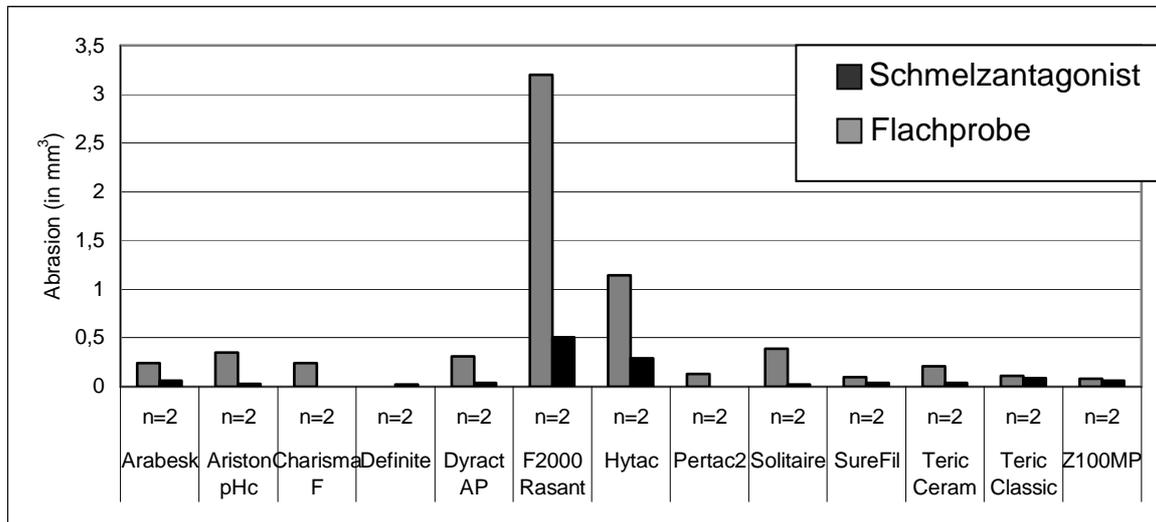


Abbildung 36: Graphische Darstellung des Volumenverlustes der Flachproben (grau) und der natürlichen Schmelzantagonisten (schwarz) in mm³.

Material	Volumenverlust der Flachproben mit Degusitantagonisten (in mm ³)	Volumenverlust der Flachproben mit Schmelzantagonisten (in mm ³)	Volumenverlust der Schmelzantagonisten (in mm ³)
Arabesk [®]	0,25	0,24	0,06
Ariston [®] pHc	0,39	0,35	0,03
Charisma [®]	0,20	0,24	
Definite [®]	0,23		0,02
Dyract [®] AP	1,50	0,31	0,04
F 2000 [™] Rasant	1,60	3,20	0,51
Hytac [®]	2,10	1,14	0,30
Pertac [®] 2	0,19	0,13	
Solitaire [®]	0,12	0,39	0,02
SureFil [™]	0,14	0,10	0,04
Tetric [®] Ceram	0,47	0,21	0,04
Tetric [®] Classic	0,27	0,11	0,09
Z100 MP [™]	0,18	0,08	0,06

Tabelle 2 zeigt eine Gegenüberstellung des Volumenverlustes der Flachproben bei Belastung sowohl mit Degusitantagonisten als auch mit natürlichen Schmelzantagonisten. Die Daten für den Volumenverlust der Flachproben von Definite[®] und die Werte für die Abrasion der Schmelzhöcker gegen Charisma[®] und Pertac[®] 2 mussten aus der Wertung genommen werden.

Abbildung 36 und Tabelle 2 zeigen die Abrasion der getesteten Materialien und der natürlichen Antagonisten (Natant) in mm^3 . Um eine Verfälschung der Daten zu verhindern, muss bei Definite[®] auf Grund eines offensichtlichen Verfahrensfehlers eine Probe zur Messung des Volumenverlustes der Flachproben aus der Wertung herausgenommen werden. Da die Anzahl der Versuche $n=2$ beträgt, findet keine Auswertung dieser Daten statt. Dies gilt nicht für die Abrasion der Schmelzantagonisten. Das gleiche Vorgehen findet Verwendung für den Ausschluss der Werte für den Volumenverlust der natürlichen Schmelzantagonisten bei Charisma[®] und Pertac[®] 2. In diesen beiden Fällen lassen sich nach wie vor die Abrasionswerte der Kompositflachproben ($n=2$) vergleichen.

Die 7 Materialien mit der geringsten Abrasion mit Schmelzantagonisten sind die Komposite Z100[™] MP, Surefil[®], Tetric[®] Classic, Pertac[®] 2, Tetric[®] Ceram, Arabesk[®] und Charisma[®], gefolgt vom Kompomer Dyract[®] AP, das in diesem Test seinen kompositähnlichen Verschleiß beweisen konnte.

Das Kompomer F2000[™] Rasant sowie die Komposite Solitaire[®] und Charisma[®] zeigen bei Belastung mit natürlichen Antagonisten einen im Vergleich zur Belastung mit Degusit höheren Verschleiß.

Die Kompomere Hytac[®] und F2000[™] Rasant weisen von allen getesteten Materialien den größten Verschleiß auf.

Die Messung der Abrasion der Schmelzantagonisten muss ebenfalls kritisch betrachtet werden, da auch hier die Probenanzahl mit $n=2$ zu klein ist und eine statistische Auswertung nicht zulässt. Allerdings sind die Abrasionswerte der natürlichen Antagonisten wieder bei den Materialien Hytac[®] und F2000[™] Rasant am höchsten. Die restlichen Werte befinden sich auf einem ähnlichen Niveau.

4.2 Rasterelektronenmikroskopische Partikelanalyse

4.2.1 Partikelgrößen

Definition Durchmesser eines Partikels:

Für die Auswertung der Partikelgrößen wurde sowohl die Längs-, als auch die Querachse eines Partikels bestimmt. Man erhält die zwei Werte „Länge“ und „Breite“. Es wurden also zwei Achsen eines dreidimensionalen Körpers gemessen. Es erschien nicht eindeutig, welcher der beiden Werte eine klinische Relevanz haben könnte. Deswegen wurde ein weiterer Wert für die Auswertung herangezogen. Dieser berechnet sich als Mittelwert von Länge und Breite (durchschnittlicher Durchmesser „DD“):

$$\text{durchschnittlicher_Durchmesser} = \frac{\text{Länge} + \text{Breite}}{2}$$

Die statistische Auswertung erfolgte mit SPSS 11.00 Oneway Anova und post hoc Tukey-HSD Test.

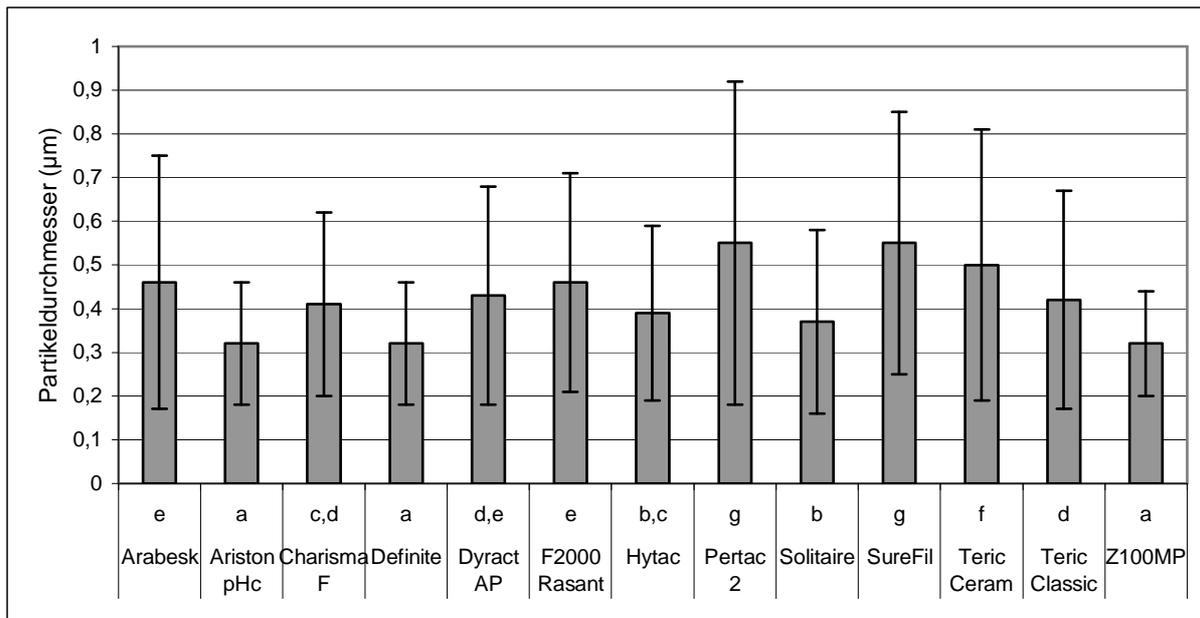


Abbildung 37: Graphische Darstellung der Mittelwerte für den „durchschnittlichen Durchmesser“. Das Programm SPSS 11.00 legt mit dem Oneway Anova und post hoc Tukey-HSD Test die 7 statistisch signifikant unterschiedliche Untergruppen a-g für Alpha= 0.05 fest.

Material	„durchschnittlicher Durchmesser“ (µm)
Anzahl	n = 1500
Arabesk®	0,46 (0,29) ^e
Ariston® pHc	0,32 (0,14) ^a
Charisma®	0,41 (0,21) ^{c,d}
Definite®	0,32 (0,14) ^a
Dyract® AP	0,43 (0,25) ^{d,e}
F 2000™ Rasant	0,46 (0,25) ^e
Hytac®	0,39 (0,20) ^{b,c}
Pertac® 2	0,55 (0,37) ^g
Solitaire®	0,37 (0,21) ^b
SureFil™	0,55 (0,30) ^g
Tetric® Ceram	0,50 (0,31) ^f
Tetric® Classic	0,42 (0,25) ^d
Z100 MP™	0,32 (0,12) ^a

Tabelle 3 zeigt noch mal die Größen der Abrasionspartikel („durchschnittlicher Durchmesser“) in absoluten Zahlen mit entsprechender Standardabweichung. Die Superskripte geben die statistisch signifikanten Untergruppen a-g an.

Der kleinste Mittelwert für den durchschnittlichen Durchmesser wird bei dem Hybridkomposit Z100™ MP (0,32µm) ermittelt, gefolgt von dem

Ormocer Definite[®] (0,32µm), Ariston[®] pHc (0,32µm), Solitaire[®] (0,37µm), Hytac[®] (0,39µm), Charisma[®] (0,41µm), Tetric[®] Classic (0,42µm), Dyract[®] AP (0,43µm), Arabesk[®] (0,46µm), F2000[™] Rasant (0,46µm), Tetric[®] Ceram (0,50µm), Pertac[®] 2 (0,55µm) und dem stopfbaren Komposit Surefil[™] (0,55µm).

Unterzieht man die Mittelwerte der Materialien der statischen Auswertung mittels Oneway Anova und post hoc Tukey-HSD Test, so lassen sich 7 Untergruppen unterscheiden.

Untergruppe a besteht aus Z100[™] MP, Definite[®] und Ariston[®] pHc. Gruppe b setzt sich zusammen aus Solitaire[®] und Hytac[®]. Das Kompomer Hytac[®] ist auch in Untergruppe c vorhanden. Diese beinhaltet des weiteren Charisma[®], das neben Tetric[®] Classic und Dyract[®] AP ebenfalls in Untergruppe d vorkommt. Untergruppe e beinhaltet noch mal Dyract[®] AP und zusätzlich Arabesk[®] und F2000[™] Rasant. Tetric[®] Ceram (Gruppe f) unterscheidet sich hinsichtlich seines Mittelwerts für den „durchschnittlichen Durchmesser“ statistisch signifikant von Gruppe g (Pertac[®] 2 und Surefil[™]).

4.2.2 Partikelgrößenverteilungskurve

Um die Größenverteilung der Partikel eines Materials näher aufzuschlüsseln und vergleichbar zu machen, wurden die 1500 ausgewerteten Partikel eines Materials definierten Größenklassen zugeordnet. Als Parameter für diese Einteilung wird der durchschnittliche Durchmesser gewählt. Die Größenklassen sind für alle Materialien gleich. Die Einteilung ist so gewählt, dass im Zentrum der Verteilung alle Größenklassen belegt sind und zum Ende auch Klassen vorhanden sind, die wenige oder überhaupt keine Partikel beinhalten (Toutenburg et al. 1991). Liegt die Größe eines Partikels genau auf der Grenze einer Größenklasse, so wird es statistisch korrekt zur einen Hälfte zu der niedrigeren Klasse und zur anderen Hälfte zur nächst größeren Klasse gezählt (Kreyszig 1968, Toutenburg et al. 1991). Treten ungerade Häufigkeiten in einer Größenklasse auf, so kann dies auch zu gebrochenen Häufigkeitszahlen führen (Toutenburg et al. 1991), es existieren also auch „halbe“ Partikel in einer Größenklasse.

Die 28 Größenklassen mit Unter- und Obergrenzen (in μm) wurden wie folgend festgelegt:

0,00 – 0,05	0,35 – 0,40	0,70 – 0,75	1,10 – 1,20
0,05 – 0,10	0,40 – 0,45	0,75 – 0,80	1,20 – 1,30
0,10 – 0,15	0,45 – 0,50	0,80 – 0,85	1,30 – 1,40
0,15 – 0,20	0,50 – 0,55	0,85 – 0,90	1,40 – 1,50
0,20 – 0,25	0,55 – 0,60	0,90 – 0,95	1,50 – 2,00
0,25 – 0,30	0,60 – 0,65	0,95 – 1,00	2,00 – 3,00
0,30 – 0,35	0,65 – 0,70	1,00 – 1,10	3,00 – 5,00

Tabelle 4: Nebeneinander die 28 Größenklassen (in μm), in welche die 1500 vermessenen Partikel eines Materials eingeordnet werden.

Als zusätzlicher fiktiver Wert wird die 1 μ m-Grenze angegeben, das heißt es wird bestimmt, wieviel Prozent der Partikel kleiner als 1 μ m sind. Dieser Wert ist auch bei Untersuchungen von Resorptionsvorgängen von 1 μ m-Partikeln in der Literatur anzutreffen (Sass et al. 1987) und wird zur späteren Diskussion verwendet.

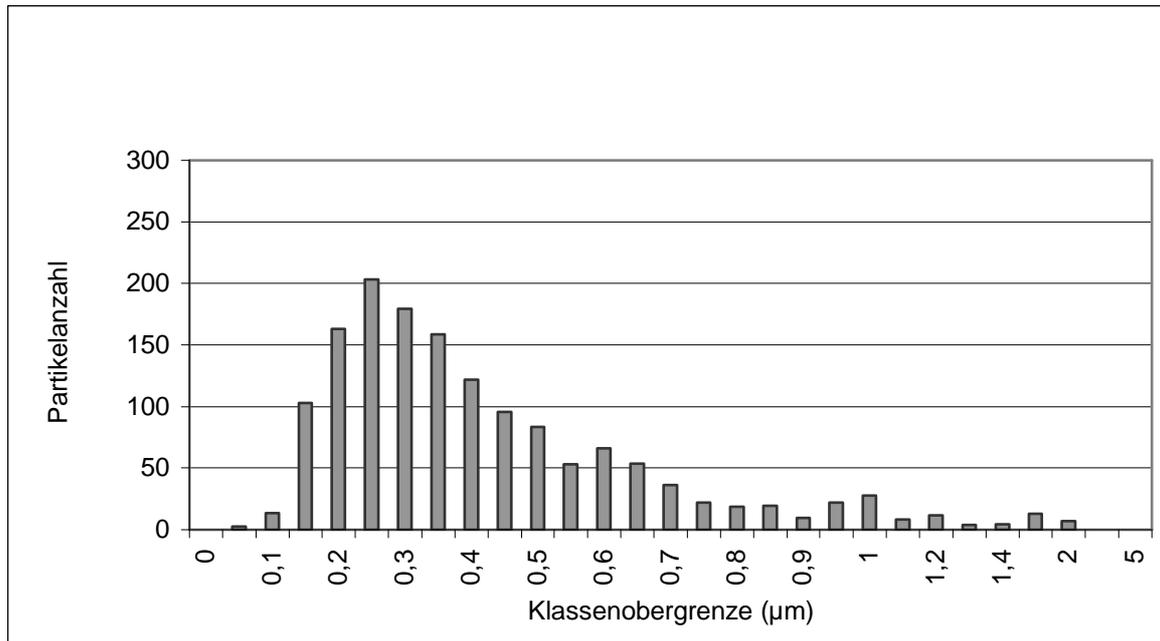


Abbildung 38: Verteilungskurve von Arabesk®

Für das Hybridkomposit Arabesk® werden Größenwerte zwischen 0,10µm und 2,92µm gemessen. Der Mittelwert beträgt 0,46µm (Standardabweichung SD = 0,29) und der Median 0,38µm. Betrachtet man die Verteilungskurve, so ist der Sprung zwischen der 0,10 – 0,15µm-Klasse (13,5 Partikel) und der 0,15 – 0,20µm-Klasse (103 Partikel) markant. Der weitere Verlauf ist durch das Maximum bei 0,25 – 0,30µm (203 Partikel) charakterisiert. Die Partikelanzahl der größeren Klassen unterliegt leichten Schwankungen. 1424,5 Partikel (= 95,0%) der vermessenen 1500 Partikel liegen unter oder auf der 1µm-Grenze. Die zwei Peaks (1,00-1,10µm und 1,50-2,00µm) kommen auf Grund der größeren Spannweite der Größenklasse zustande und sind somit nur ein graphisches Phänomen.

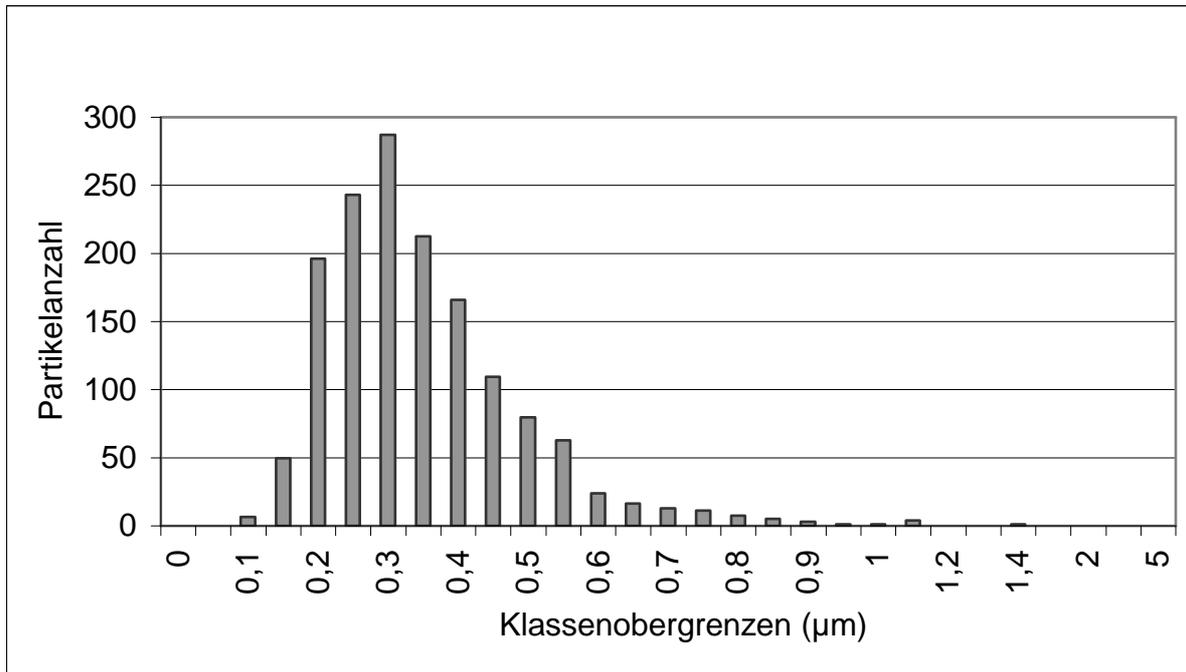
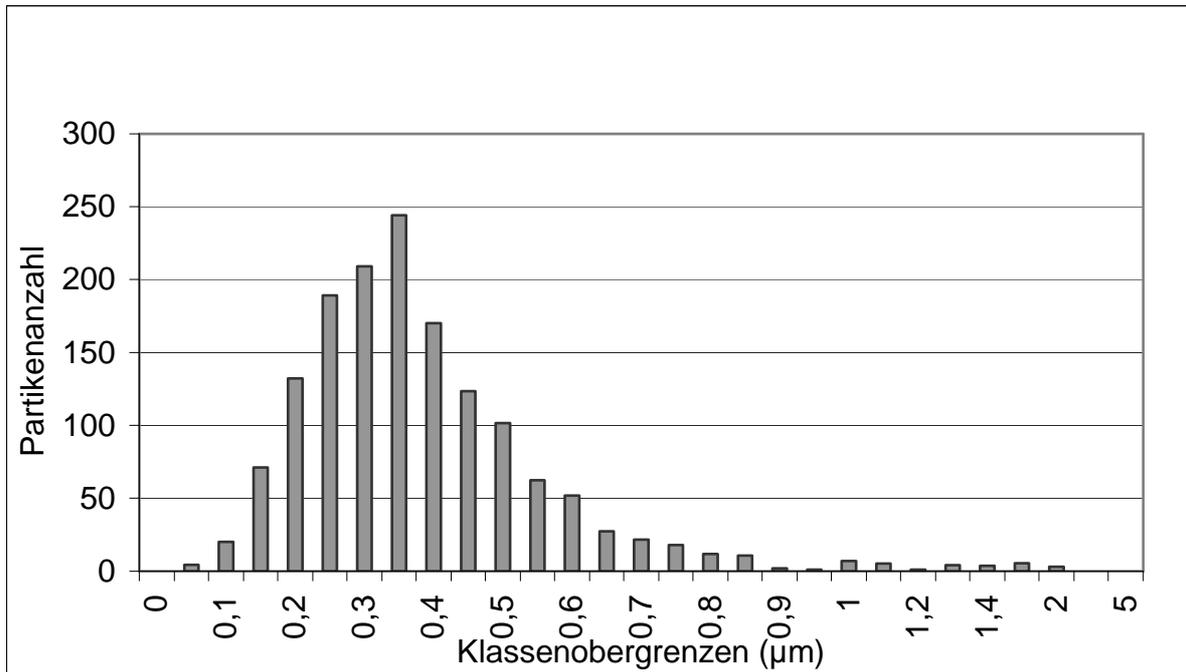


Abbildung 39: Verteilungskurve von Ariston® pHc

Die Verteilungskurve des ionenfreisetzenden Hybridkomposit Ariston® pHc ist durch einen initialen Sprung zwischen der 0,15 – 0,20µm und der 0,20 – 0,25µm-Klasse charakterisiert. Das Maximum liegt mit 287 Partikeln in dem 0,30 – 0,35µm Intervall. Der Mittelwert beträgt 0,32µm (SD = 0,14) und der Median 0,30µm. Die Werte für den DD liegen zwischen 0,06µm (kleinster gemessener Partikel aller Materialien) und 1,40µm. 1495 Partikel (= 99,7%) sind kleiner als oder gleich 1µm.

Abbildung 40: Verteilungskurve Charisma[®]

Bei dem Hybridkomposite Charisma[®] wird für das kleinste vermessene Partikel ein DD von 0,09µm, für das größte 2,99µm gemessen. Der Mittelwert beträgt 0,41µm (SD = 0,21) und der Median liegt bei 0,38µm. Betrachtet man die Verteilungskurve, so steigt diese bis zum Maximum (Größenintervall 0,35 – 0,40µm; 244 Partikel) kontinuierlich an und fällt ab dem Maximum parabelförmig ab. 98,1% (1471 Partikel) der Partikel befinden sich unter oder auf der 1µm-Marke.

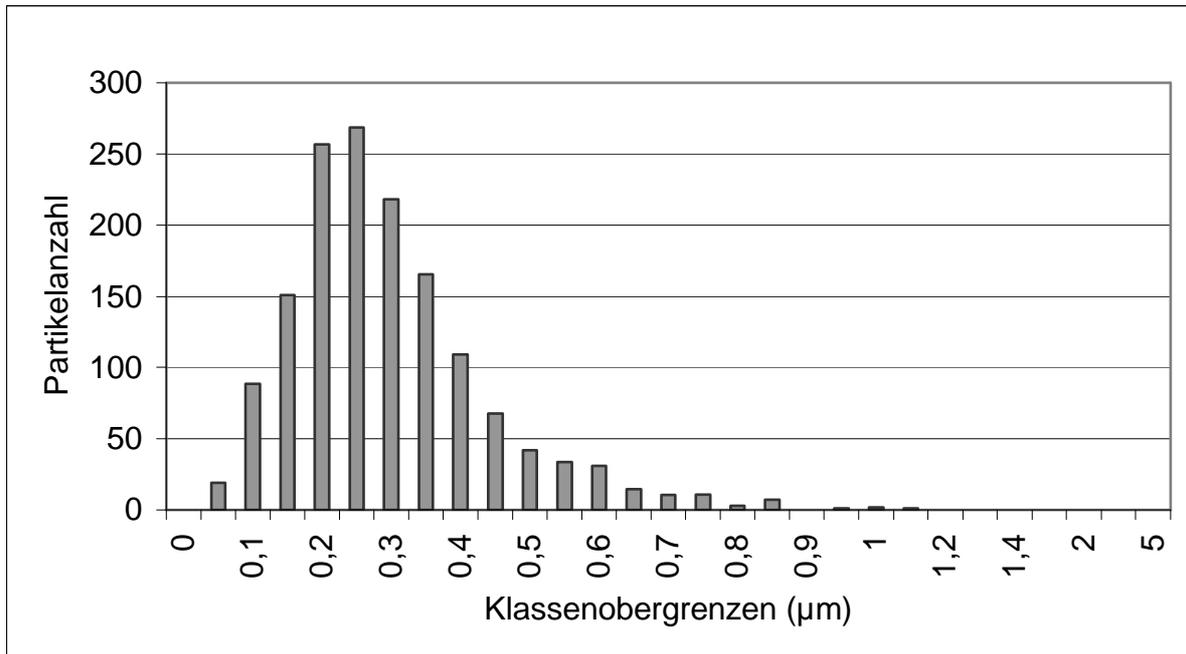


Abbildung 41: Verteilungskurve von Definite®

Als einziges Ormocer wurde Definite® in die Versuchsreihe aufgenommen. Die Verteilungskurve zeigt ihr Maximum im Größenintervall 0,25 – 0,30µm (268,5 Partikel). Die nächst größere als auch die nächst kleinere Größenklasse sind stark ausgeprägt und besitzen mit 256,5 Partikeln (0,20 – 0,25µm Klasse) bzw. 218 Partikeln (0,30 – 0,35µm Klasse) ebenfalls deutlich mehr Partikel als die übrigen Klassen. Der Größenbereich liegt zwischen 0,07µm und 1,14µm. Keines der anderen getesteten Materialien besitzt eine so kleine Spannweite ($\Delta = 1,07\mu\text{m}$). 99,8% (1497 Partikel) sind kleiner als oder gleich 1µm. Der Median liegt bei nur 0,30µm, der Mittelwert bei 0,32µm (SD = 0,14).

Dyract[®] AP

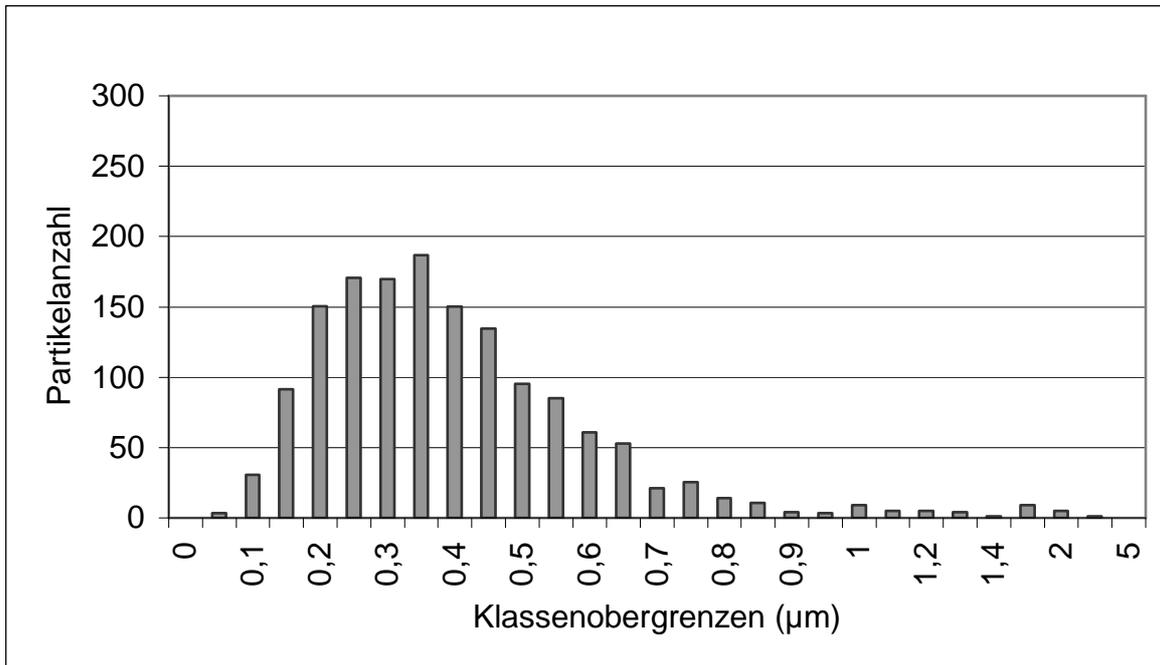


Abbildung 42: Verteilungskurve Dyract[®] AP

Für das Kompomer Dyract[®] AP wird eine maximale Partikelanzahl (187) für die Größenklasse 0,35 – 0,40µm gezählt. 1461 der 1500 Partikel (= 97,4%) sind kleiner als oder gleich 1µm. Der Mittelwert des DD der vermessenen Partikel beträgt 0,43µm (SD = 0,25) und der Median 0,39µm. Das kleinste ausgewertete Partikel hat einen Durchmesser von 0,08µm und das größte von 3,24µm Durchmesser.

F2000™ Rasant

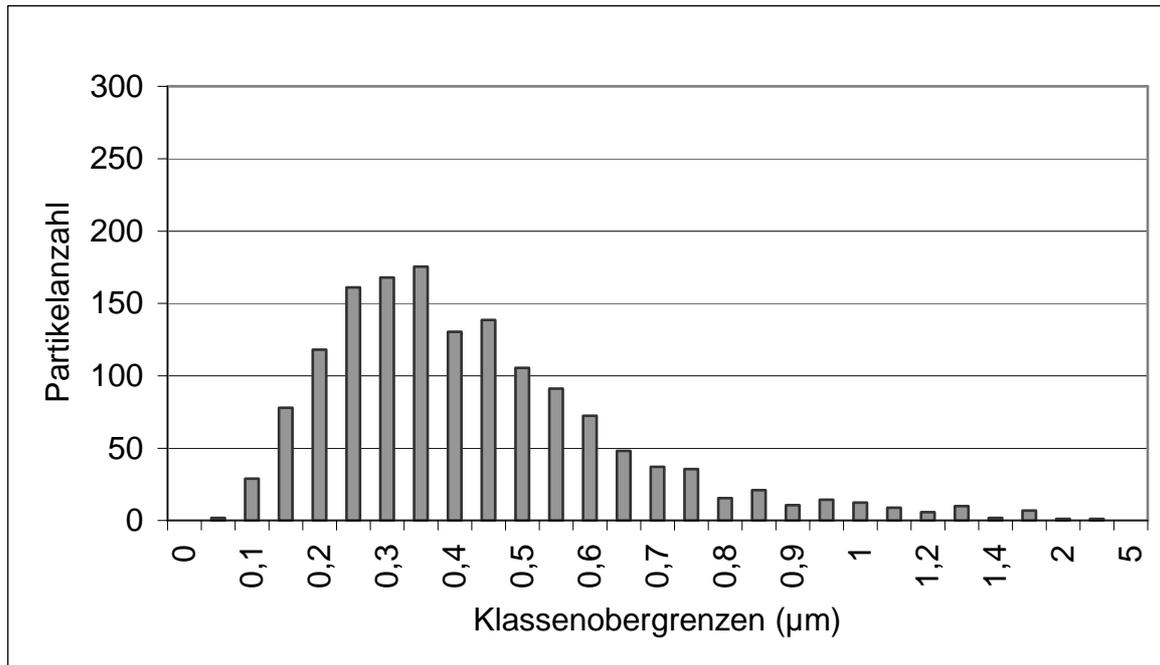


Abbildung 43: Verteilungskurve F2000™ Rasant

Das Kompomer F2000™ Rasant zeigt einen minimalen Partikeldurchmesser von $0,09\mu\text{m}$ und einen maximalen von $3,14\mu\text{m}$. Die Partikel haben eine mittlere Größe von durchschnittlich $0,46\mu\text{m}$ (Median $0,41\mu\text{m}$; $\text{SD} = 0,25$). Die Größenklasse mit den meisten Partikeln liegt bei $0,35 - 0,40\mu\text{m}$ (175,5 Partikel). Insgesamt sind 96,8% (1451,5) Partikel kleiner als oder gleich $1\mu\text{m}$.

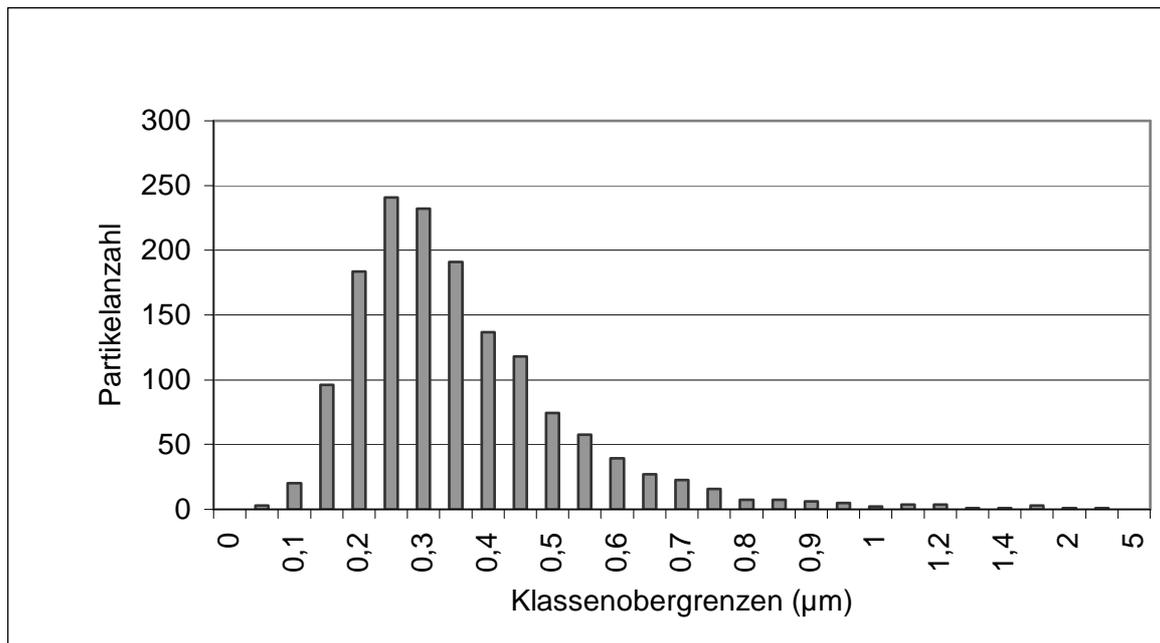


Abbildung 44: Verteilungskurve Hytac[®]

Das Kompomer Hytac[®] zeigt in seiner Verteilungskurve einen raschen Anstieg zu seinem Maximum bei 0,25 – 0,30µm (241 Partikel) und einen ebenso rapiden Abfall. Die Kurve läuft bis zur 5µm-Klasse aus. Der Mittelwert liegt bei 0,39µm (SD = 0,20) und der Median bei 0,35µm. Die Durchmesser reichen von 0,08µm bis 3,40µm. 96,8% (1451,5 Partikel) der Partikel liegen unterhalb oder auf der 1µm-Grenze.

Pertac[®] 2

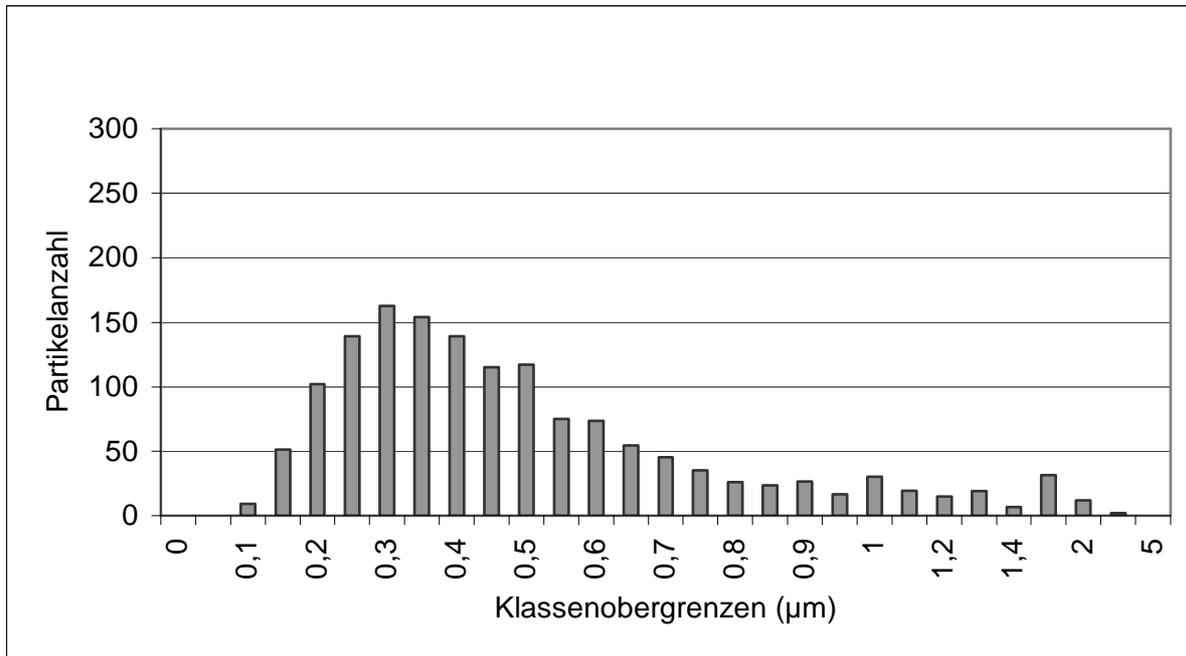


Abbildung 45: Verteilungskurve Pertac[®] 2

Dieses Feinstpartikelhybridkomposit zeigt einen relativ flachen Verlauf der Verteilungskurve. Das heißt, es gibt keine Größenklassen mit ausgeprägt hohen Partikelzahlen. Lediglich zwei Klassen (0,30 – 0,35µm und 0,35 – 0,40µm) sind mit mehr als 150 Partikeln (162,5 bzw. 154) vorhanden. So liegen auch nur 91,0% (1364,5 Partikel) unter oder auf der 1µm-Marke. Die Partikel sind durchschnittlich 0,55µm (SD = 0,37) groß und der Median befindet sich bei 0,45µm. Das Größenintervall für den DD liegt zwischen 0,12 und 4,92µm. Bei keinem anderen Material konnte ein ähnlich großes Partikel vermessen werden.

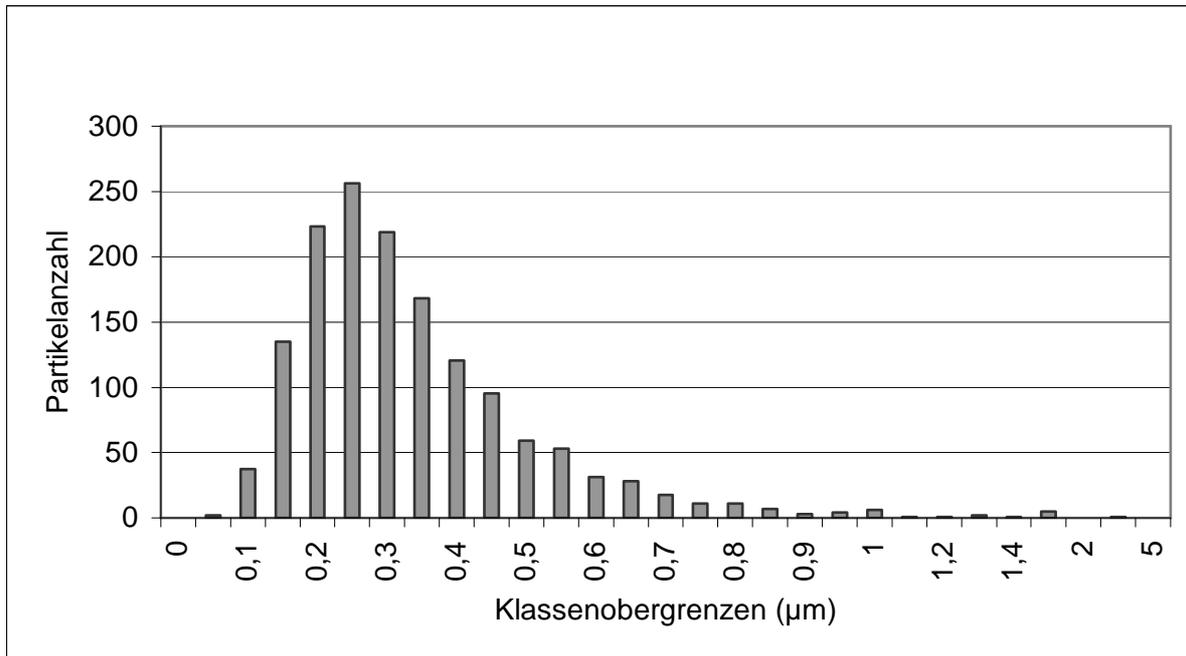


Abbildung 46: Verteilungskurve Solitaire®

Die Verteilungskurve von Solitaire® besitzt einen raschen Anstieg und einen langsamen Abfall ähnlich den Materialien Hytac® oder Definite®. Der Peak liegt im Größenintervall 0,25 – 0,30µm (256,5 Partikel). Das kleinste Partikel hat einen Durchmesser von 0,09µm, das größte 4,03µm. Der Mittelwert wird mit 0,37µm (SD = 0,21), der Median mit 0,32µm berechnet. 98,9% (1483 Partikel) der Partikel sind kleiner als oder gleich 1µm.

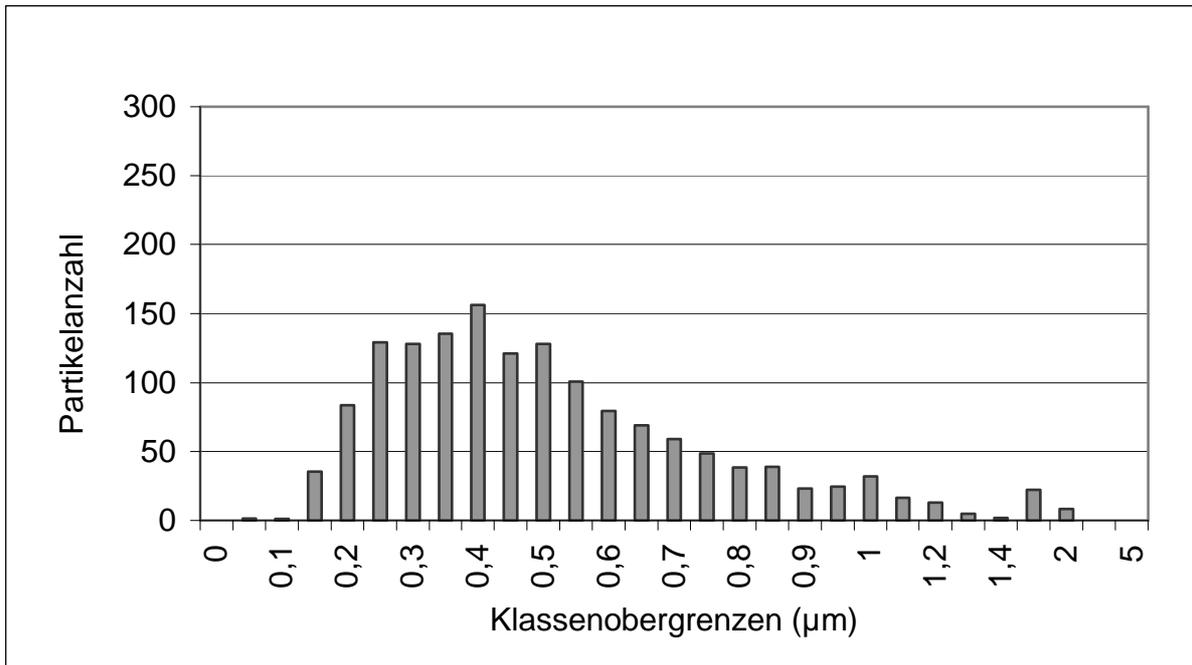


Abbildung 47: Verteilungskurve SureFil®

Im Gegensatz zu Solitaire® zeigt das ebenfalls stopfbare Komposit SureFil® einen unregelmäßigen Kurvenverlauf. Das Maximum gleicht eher einem Plateau im Größenbereich zwischen 0,25 und 0,55µm mit einem leichten Peak in der Klasse 0,40 – 0,45µm (156 Partikel). Der Mittelwert wird bei 0,55µm (SD = 0,30) berechnet, der Median liegt bei 0,48µm. Obwohl SureFil® die durchschnittlich größten Partikel aufweist, liegen immer noch 93,3% der Partikel unter oder auf der 1µm Grenze. Der Größenbereich der vermessenen Partikel liegt zwischen 0,09µm und 2,68µm.

Tetric® Ceram

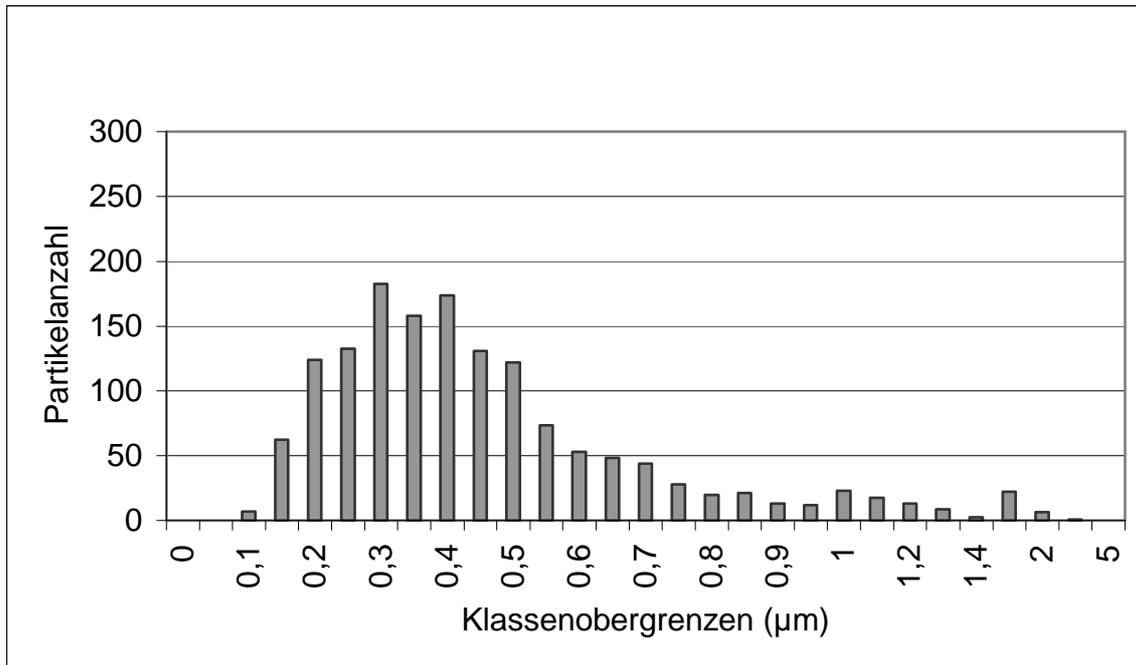


Abbildung 48: Verteilungskurve von Tetric® Ceram

Für das kleinste Partikel von Tetric® Ceram wird ein DD von $0,11\mu\text{m}$ und für das größte Partikel von $3,41\mu\text{m}$ gemessen. Der Mittelwert liegt bei einem Größenwert von $0,50\mu\text{m}$ ($\text{SD} = 0,31$), der Median bei $0,43\mu\text{m}$. Betrachtet man die Verteilungskurve, so sind zwei Peaks vorhanden. Diese liegen in den Größenklassen $0,30 - 0,35\mu\text{m}$ (182,5 Partikel) und $0,40 - 0,45\mu\text{m}$ (173,5 Partikel). 93,7% (=1406 Partikel) liegen unter oder auf der $1\mu\text{m}$ -Grenze.

Tetric® Classic

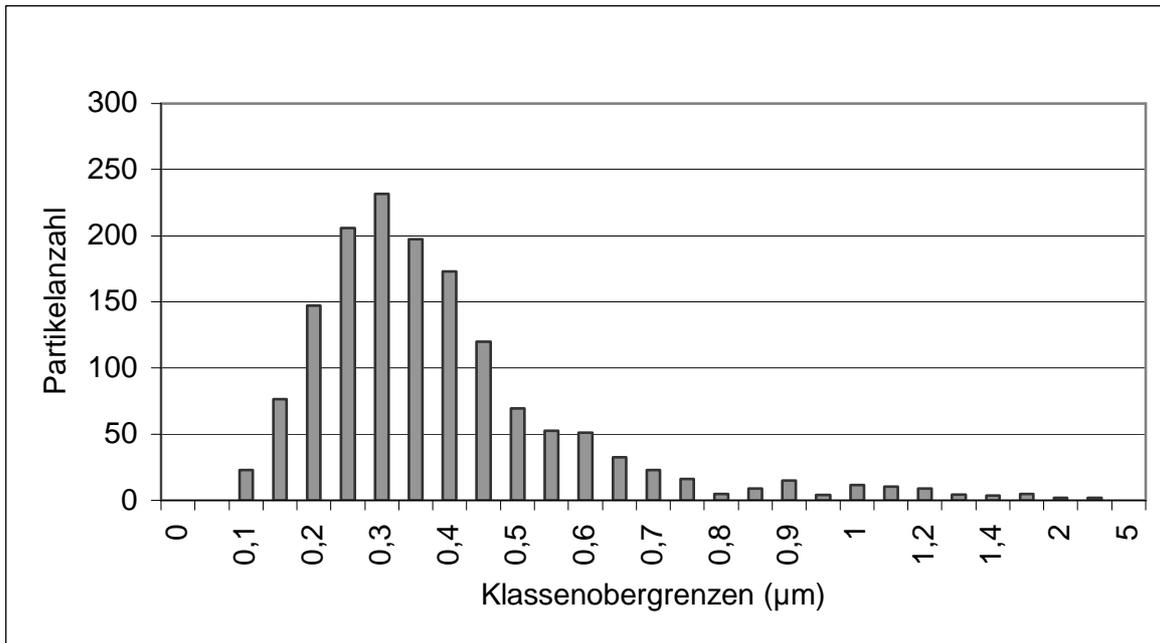


Abbildung 49: Verteilungskurve Tetric® Classic

Tetric® Classic ähnelt in seiner Verteilungskurve Solitaire®, Definite® oder Hytac®. Das Maximum liegt in der Größenklasse 0,30µm – 0,35µm (231,5 Partikel) und der Mittelwert wird mit 0,42µm (SD = 0,25) berechnet. Der Median beträgt 0,37µm. Die Partikelgrößen liegen zwischen 0,11µm und 3,45µm. 96,8% der Partikel (1452) sind kleiner als oder gleich 1µm.

Z100™ MP

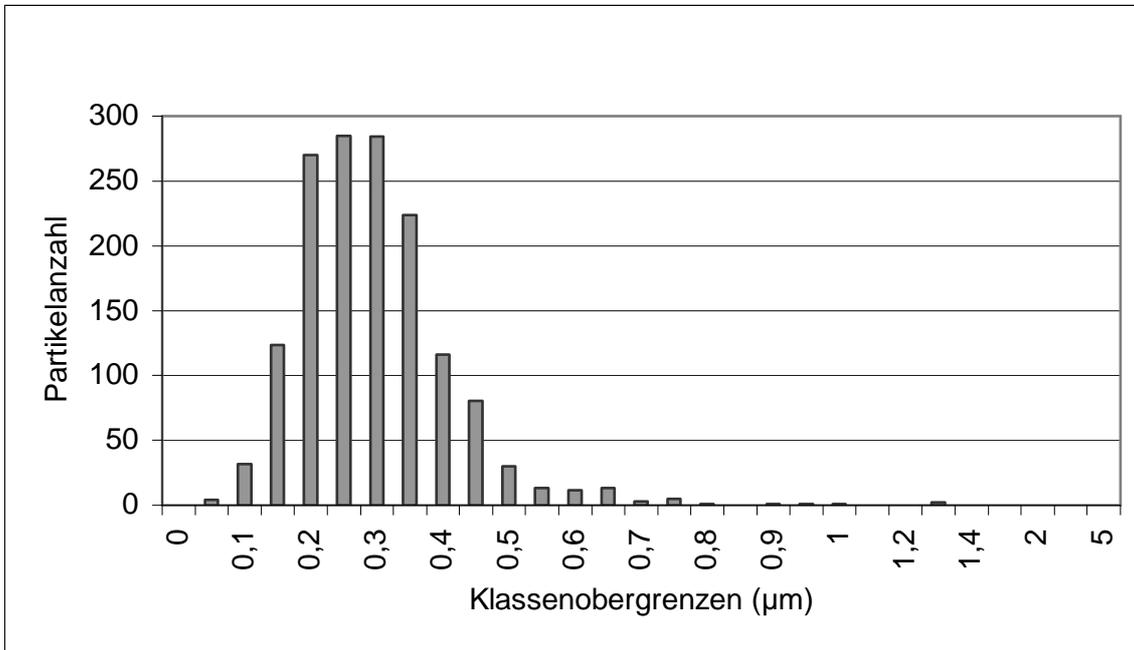


Abbildung 50: Verteilungskurve Z100™ MP

Bei diesem Hybridkomposit ist die schmale Verteilungskurve, also eine kleine Standardabweichung ($SD= 0,12$), auffällig. Der Mittelwert beträgt $0,32\mu\text{m}$ und der Median $0,31\mu\text{m}$. Das Größenintervall der Partikel liegt zwischen $0,09\mu\text{m}$ und $1,40\mu\text{m}$. 99,8% (1497) der Partikel konzentrieren sich auf den Bereich unter oder gleich $1\mu\text{m}$. Auf die vier stärksten der 28 Größenklassen ($0,20 - 0,25\mu\text{m}$; $0,25 - 0,30\mu\text{m}$; $0,30 - 0,35\mu\text{m}$; $0,35 - 0,40\mu\text{m}$) entfallen 70,9% der Partikel und bilden ähnlich wie SureFil® eine Art Plateau.

4.3 Photonenkorrelationsspektrometrische Partikelanalyse

Die Ergebnisse der Photonenkorrelationsspektrometrie (PCS) werden automatisch durch das System SEM F-60 der Fa. SEMA Tech mit der dazugehörigen Software gewonnen. Die Daten wurden von Herrn Dipl. Ing. J. Weigl (TU München Weihenstephan, Freising, Deutschland) in das Excelformat übertragen.

Das System SEM F-60 untersucht die Intensitätsverteilungen des gestreuten Lichts, und somit die Verteilung $Q(x_i)$ der Partikelgröße x_i . Die Verteilung entspricht dem Quotienten:

$$Q(x_i) = \frac{\text{Menge _ aller _ Partikel _ mit _ } x \leq x_i}{\text{Menge _ aller _ Partikel}}$$

Beispiel: Erhält man für x_i einen Wert für $Q(x_i) = 0,8$, dann haben 80% der Partikel einen Durchmesser von x_i oder kleiner.

Die Mengenart, nach der der Durchmesser bestimmt wird, ist die Streulichtintensität. Diese ist proportional zu x^6 , und ist weniger anschaulich als z.B. eine Massenangabe x^3 oder eine Anzahl.

Bei der Betrachtung der Intensitätsverteilungen kann man also von einer kumulierten Verteilungssumme ausgehen, nur dass die Auswertung nicht auf der Partikelanzahl beruht, sondern auf der Messung des gestreuten Lichts. Dieses Prinzip erhöht die Messgenauigkeit (mündliche Mitteilung Herr Dipl. Ing. J. Weigl).

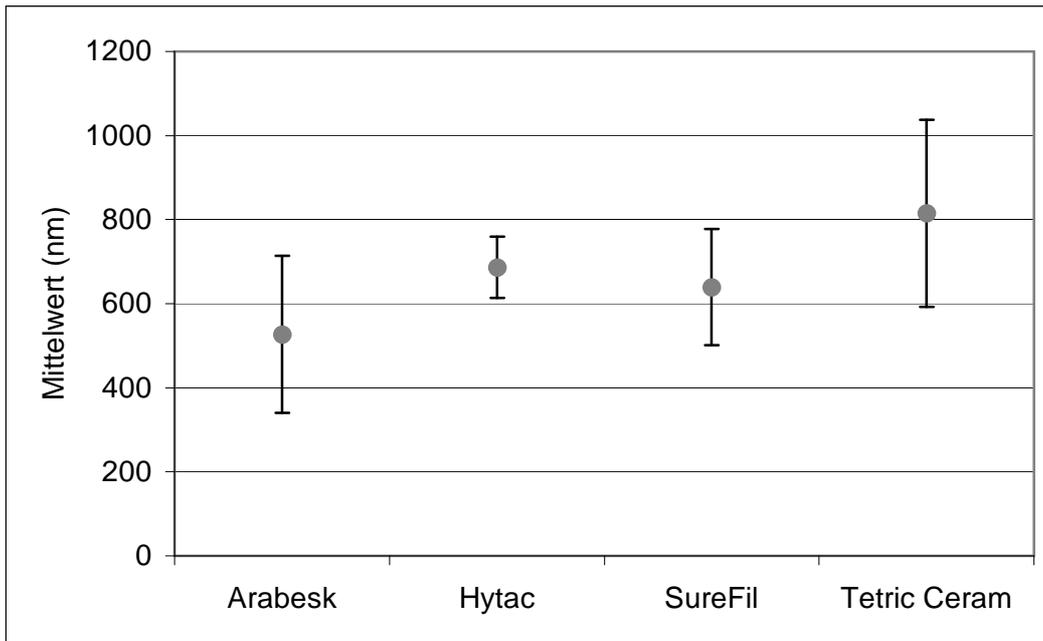


Abbildung 51: graphische Darstellung der gewonnenen Mittelwerte

Außer den Mittelwerten für die drei Messreihen eines Materials und der Standardabweichung liefert die Software des SEM F-60 keine Größenangaben für die Maxima und Minima der Partikelgrößen.

Tetric[®] Ceram zeigt einen Mittelwert für die Dreifachmessung von 815nm (SD= 221), Arabesk[®] 567nm (SD= 187), Surefil[®] 639nm (SD= 138) und Hytac[®] 687 (SD= 73). Bis auf den zweiten Messwert bei Tetric Ceram (1020nm) liegen alle Messwerte unter 1µm.

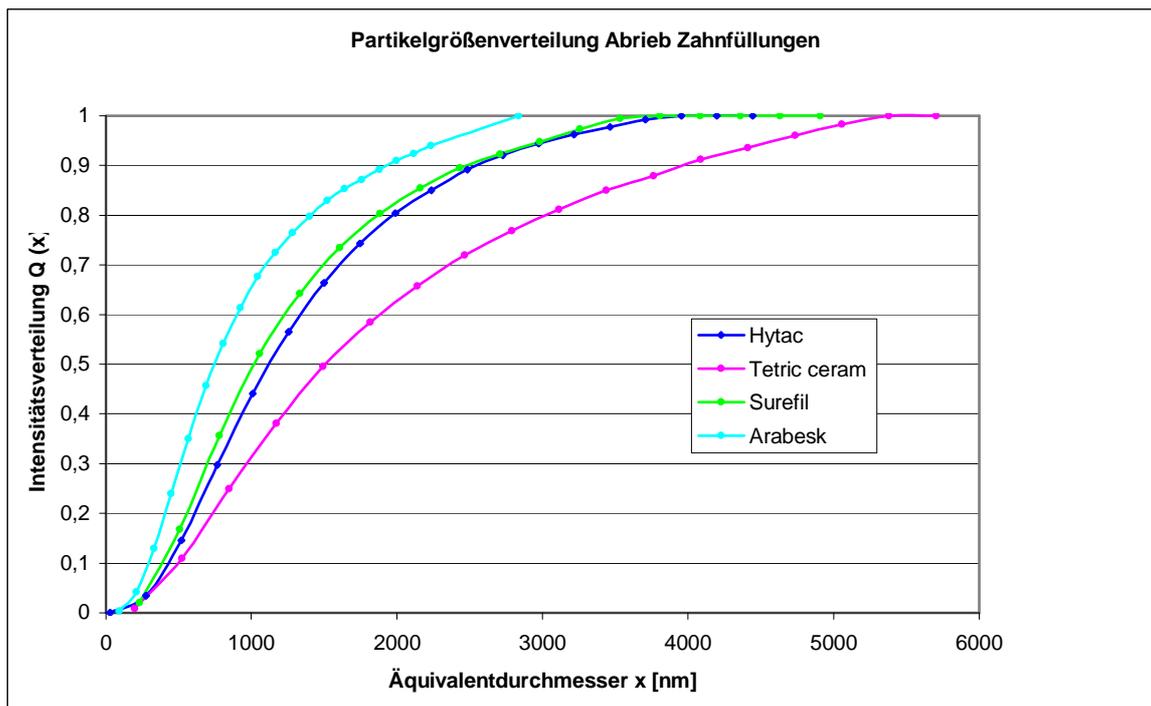


Abbildung 52: Die Intensitätsverteilung zeigt einen S-förmigen Verlauf

Das Diagramm zeigt die Intensitätsverteilungen und entspricht einer kumulierten Summenhäufigkeit bezogen auf den Äquivalenzdurchmesser der getesteten Materialien. Starke Anstiege im Kurvenverlauf bedeuten einen hohen Anstieg der Summenhäufigkeit in einer Größenklasse und entsprechen somit einem starken Anstieg der Partikelanzahl für dieses Intervall. Die Verteilungskurven aller Materialien zeigen einen „S“-förmigen Verlauf. D.h. im initialen Bereich ist nur eine relativ geringe Intensitätszunahme und somit Partikelanzahl zu verzeichnen. Danach werden die Kurven steiler und zeigen eine Intensitätszunahme, also eine starke Zunahme der Partikelzahl pro Größenklasse.

Der Schnittpunkt einer Kurve mit der Horizontalen $Q(x) = 1$ stellt allerdings die größte Klassenobergrenze dar, in der noch ein Partikel registriert wurde. Im Gegenzug dazu stellt der kleinste Wert auf der Abszisse die kleinste Klassenobergrenze dar, in der ein Partikel

gemessen wurde. Somit ergibt dies das Minimum für die Partikelgröße eines Materials.

Material	Minimum für Klassenobergrenze (μm)	Maximum für Klassenobergrenze (μm)
Tetric [®] Ceram	0,20	5,38
Arabesk [®]	0,09	2,84
SureFil [®]	0,23	3,53
Hytac [®]	0,03	3,96

Tabelle 5: Die Werte für Minimum und Maximum können aus dem Kurvenverlauf von Abbildung 52 abgelesen werden.

4.4 Vergleich REM – PCS

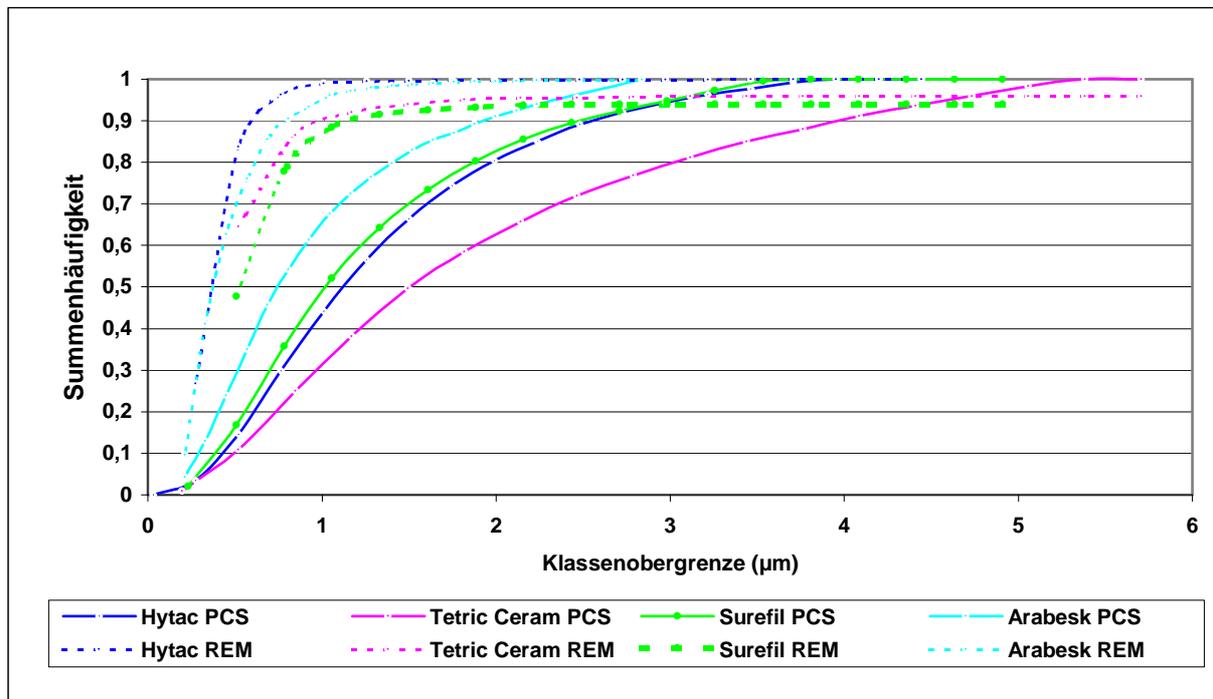


Abbildung 53: Vergleich der Daten aus der PCS und dem REM

Die Grafik (Abbildung 53) zeigt einen Vergleich der durch die Photonenkorrelationspektrometrie (PCS) und durch das Rasterelektronenmikroskop (REM) gewonnenen Daten. Dabei fällt der steile, nach links verschobene Anstieg der Summenhäufigkeit für die optisch vermessenen Daten aus dem REM im Vergleich zu denen aus der PCS auf. Diese Beobachtung steht im Einklang mit dem Vergleich der Mittelwerte zwischen REM und PCS (Tabelle 6), bei dem die Werte für das REM kleiner sind als für die PCS.

Material	Mittelwert REM (in μm)	Mittelwert PCS (in μm)
Arabesk [®]	0,46	0,53
Hytac [®]	0,39	0,69
SureFil [®]	0,55	0,64
Tetric [®] Ceram	0,50	0,82

Tabelle 6: Gegenüberstellung der Mittelwerte gewonnen aus der PCS und dem REM

5 Diskussion

5.1 Kausimulator

Kausimulatoren sind Maschinen, die, wie der Name bereits sagt, der Simulation kaufunktioneller Bewegungsabläufe des stomatognathen Systems dienen. Um möglichst realitätsnahe, aber standardisierte Bedingungen zu schaffen, können Parameter (Okklusalabstand, Gleitbewegungen, Kraftverlauf, Kontaktzeit, Belastungsfrequenz) eingestellt werden (Pelka 1998). Es gibt mittlerweile viele unterschiedlicher Geräte, die sich in ihrer Konstruktion unterscheiden.

1990 entwickelten Krejci und Mitarbeiter einen über Elektromagneten gesteuerten Apparat zur wirklichkeitsgetreuen Nachahmung der mechanischen Kaubelastungskomponenten unter gleichzeitiger Einbeziehung eines Wechseltemperaturzyklus im flüssigen Milieu (Krejci et al. 1990). Die Proben werden bei dieser Apparatur auf einem Gummigepufferten Basissockel montiert, der um 15° gegenüber der Horizontalfläche gekippt ist. Dieser Gummipuffer soll die Elastizität des Zahnhalteapparates simulieren. Durch die leichte Schräglage entsteht bei Belastung eine leichte Abgleitbewegung von 0,2mm, die dem Einfluss der Front-Eckzahnführung beim Kauen entspricht. Der interokklusale Abstand beträgt 2 mm, die Kraft 49 N und die Kaufrequenz 1,7 Hz (entsprechend 100 Zyklen pro Minute). Als Antagonisten werden Schmelzhöcker verwendet.

„Erlangen Typ 1“ ist ebenfalls ein für den Thermowechsel konzipierter Kausimulator, bei dem der Antrieb über einen durch Druckluft betriebenen Kurzzylinder erfolgt. Die Abscherbewegung beträgt ebenfalls wie bei Krejci 0,2mm. Doch auf Grund großer Streuungen in

den Ergebnissen wurde der Kausimulator „Erlangen Typ 2“ entwickelt, der ebenfalls mit Druckluft betrieben wird. Verbesserungen wurden bei den Gleitlagern, der Druckluftsteuerung und der Qualität der Gummipuffer erzielt.

Der Kausimulator „München 3“ ist eine Weiterentwicklung von „Erlangen Typ 2“. Es besteht ein geschlossener Regelkreis zur kontinuierlichen Kontrolle der Prüfkraft, wobei mit Hilfe von Drucksensoren der Ist-Wert mit dem programmierten Soll-Wert verglichen wird. Durch Korrekturen sind einheitliche Versuchsbedingungen möglich (Kunzelmann 1996).

Um diesen Kausimulator für die Versuchsdurchführung verwenden zu können, d.h. um eine weitgehende Isolierung des Abrasionsvorganges gegenüber der Umwelt zu garantieren, wurden zunächst umfangreiche Umbaumaßnahmen vorgenommen. So wurde das alte Rührwerk mit Riemenantrieb durch Elektromotoren ersetzt, die direkt der Kammer aufsitzen. Durch eine Silikonkofferdammembran wurden die Prüfkammern vor Verschmutzungen aus der Umgebung geschützt. Eine Verunreinigung kann somit theoretisch nur durch die Eigenabnutzung des Elektromotors und durch einen Abrieb der vertikalen Stange des Kausimulators am Kofferdam bzw. am Deckel der Probenkammer geschehen. Das tridestillierte Wasser musste aufwendig gereinigt werden. Vergleicht man die lichtmikroskopischen und die rasterelektronischen Bilder aus den Vorversuchen, so zeigt sich, dass die getroffenen Umrüstmaßnahmen entscheidend zur Sauberhaltung der Proben beitrugen.

5.2 Verschleiß

Die Verschleißresistenz dentaler Komposite wird von den mikromorphologischen Strukturen des Werkstoffs beeinflusst. Für Füllstoffe mit einer kleinen durchschnittlichen Füllkörpergröße und einem hohen Füllpartikelvolumenanteil werden in der Regel kleine Abrasionswerte ermittelt (Manhart et al. 2000).

So zeigt Z 100TM MP mit seinem sehr hohen Fülleranteil von 66 Vol% und einer durchschnittlichen Füllpartikelgröße von 0,6µm (0,01 – 3,5µm) unter den klassischen Hybridkompositen die geringste Abrasion. Auch in vivo konnten gute Resultate erzielt werden (Leinfelder 1995). Nur die beiden stopfbaren Komposite SureFil[®] und Solitaire[®] zeigen bessere Verschleißwerte.

Bestimmte Füller-Matrix-Interaktionen können einen Einfluss auf die Abrasionsbeständigkeit haben. So soll in Solitaire[®] auf Grund seiner großen porösen Füllerstruktur eine Penetration des Füllpartikels durch die organische Matrix möglich sein. Dadurch kommt eine innige Verbindung dieser beiden Phasen zustande. Bei Belastung kommt es nicht zu einem Herauslösen von Füllkörpern aus der Matrix, sondern es werden erhabene Stellen der Oberfläche abgetragen und geglättet (Pelka 1998).

Bei SureFil[®] kommt es ebenfalls zu einer synergistischen Verbindung zwischen Matrix und Füllkörpern, die als „Interlocking Particle Technologie“ bezeichnet wird. Dies soll eine besondere Widerstandskraft gegen Zerrüttungsprozesse haben (Manhart et al. 2000). Auch die Materialien Pertac[®] 2 und Charisma[®] zeigen sehr gute Verschleißwerte. So besitzt Pertac[®] 2 als Feinstpartikelhybridkomposit ultrafeingemahlene Quarz (50% < 0,9µm Durchmesser) mit immerhin 61 Vol%

Füllkörperanteil in einer trizyklischen Matrix und Charisma hochdisperse Füllkörper (0,01 – 0,07µm) mit einem Anteil von 61 Vol%.

Die in verschiedenen Literaturstellen beschriebene außerordentlich gute Abrasionsbeständigkeit des Ormocers Definite[®] (Bauer et al. 1995, Kunzelmann et al. 1997) konnte nicht bestätigt werden. Diese Ergebnisse stehen eher im Einklang mit Untersuchungen von Rzanny et al. (1999a), die ebenfalls keine Verbesserung der mechanischen Eigenschaften von Definite[®] gegenüber einem modernen Feinstpartikelhybridkompositen feststellen konnte.

Es folgen die Hybridkomposite Arabesk[®], Tetric[®] Classic, Ariston[®] pHc und Tetric[®] Ceram. Hierbei gilt wieder, dass Werkstoffe mit großen Füllkörpern eine geringere Verschleißresistenz aufweisen (Ferracane et al. 1997).

Die Kompomere Dyract[®] AP und F2000[™] Rasant zeigen ein statistisch schlechteres Verschleißverhalten als die Komposite bzw. als das Ormocer. Sie sind aber abrasionsstabiler als das Kompomer Hytac[®], das mit 5µm großen Kalzium-Aluminium-Zinn-Füllkörpern das gleiche Problem wie makrogefüllte Komposite aufweist, bei denen eine mangelhafte Einbindung der Füllkörper in der Matrix Grund für die niedrige Abrasionsbeständigkeit ist (Hellwig, Klimek und Attin 1995). Auch eine verstärkte Wasseraufnahme kann Grund für die schlechten abrasiven Eigenschaften sein (Cattani-Lorente et al. 1999). Ihre Indikation liegt in der Füllungstherapie in der Milchdentition, Klasse-III- und -V- Kavitäten, sowie als semipermanente Füllungen im Seitenzahnbereich (Rzanny 1999a).

5.3 Rasterelektronenmikroskopische Auswertung

Bei der Verwendung des Filters musste auf einen scheibenförmigen Siebfilter zurückgegriffen werden. Dabei ist die Oberfläche des Filters mit Poren durchsetzt, die ein Absaugen des Wassers erlaubt. Der verwendete Filter mit einem durchschnittlichen Porendurchmesser von $0,22\mu\text{m}$ wurde vorgegeben. Zieht man die ermittelten Partikelgrößen in Betracht, so ist es wahrscheinlich, dass ein Teil der Partikel in den Poren verschwindet und nicht ausgewertet werden kann. Diese Tatsache stellt einen systematischen Fehler dar. Die „verschluckten“ Partikel sind allerdings nicht alle kleiner als $0,22\mu\text{m}$, da die Poren einen Durchmesser von bis zu $1\mu\text{m}$ haben können (mündliche Mitteilung Fa. Millipore, siehe auch Abbildung 23). Der Hauptteil der ausgewerteten Partikel ist nun kleiner als ein $1\mu\text{m}$, so dass sämtliche Partikel die kleiner als $1\mu\text{m}$ sind im Filter verschwinden können. Es kommt also nicht zu einer befürchteten Rechtsverschiebung der Verteilungskurve, da alle Größenklassen in die Tiefe des Filters gesaugt werden. Dass dieses Problem tatsächlich zu vernachlässigen ist, zeigt ein Vergleich zwischen der rasterelektronenmikroskopischen und der photonenkorrelationspektrometrischen Auswertung. Wie in Kapitel 4.4 gezeigt, liefert die automatische Auswertung Durchmesserwerte, die größer sind als die optisch bestimmten Daten aus dem REM. Damit kann die Vermutung ausgeschlossen werden, dass durch den Filter speziell kleine Partikel verschluckt werden.

Kritisch sollte auch die Menge der analysierten Partikel zum gesamten Abrasionsvolumen betrachtet werden.

Zur Veranschaulichung soll das Hybridkomposit Arabesk[®] verwendet werden. Dazu bedient man sich des Kugelvolumens eines Abrasions-

partikels berechnet aus dem DD und des totalen Volumenverlusts der Flachproben. Dieser Kompromiss ist nötig, da es bei komplexen, ungleichförmigen Körpern, hier die polymorphen Abrasionspartikel, nicht möglich ist, aus zweidimensional gewonnenen Daten ein dreidimensionales Objekt zu errechnen (Russ 1999). Außerdem handelt es sich um einen Mittelwert. Die korrekte Größenverteilung lässt sich nur anhand der Verteilungskurve darstellen.

Der durchschnittliche Substanzverlust einer Arabesk[®]-Probe bei Belastung mit Degusit-Antagonisten beträgt: 0,25 mm³

$$DD_{(Arabesk)} = 0,46\mu\text{m}$$

$$r_{(Arabesk)} = \frac{1}{2} DD_{(Arabesk)} = 0,23\mu\text{m}$$

$$\text{Volumenformel einer Kugel: } V_K = \frac{4}{3} \pi r^3$$

Volumen eines Abrasionspartikels:

$$V_{K(Arabesk)} = 0,05097\mu\text{m}^3 = 0,05097 \times 10^{-9} \text{ mm}^3$$

Anzahl der Abrasionspartikel pro Probe:

$$\frac{\text{Volumenverlust}_{Arabesk}}{\text{Volumen}_{Abrasionpartikel}} = \frac{0,25\text{mm}^3}{0,05097 \times 10^{-9} \text{ mm}^3} = 4,91 \times 10^9$$

Für jedes Material wurden 1500 Partikel ausgewertet. Dies entspricht dem Rechenbeispiel zu Folge für Arabesk[®] 0,00003% der gesamten Partikelanzahl. Auf Grund des extrem hohen zeitlichen und technischen Aufwands ist allerdings eine Begrenzung der auszuwertenden Partikelanzahl in dieser Größenordnung unbedingt nötig, da nicht zuletzt das Urteilsvermögen des Untersuchers bei den langen Auswertungs- und Vermessungsvorgängen eingeschränkt wird.

Ein theoretisch grundsätzliches Problem stellt bei der Vermessung rasterelektronischer Bilder eine Differenz zwischen der echten durch das

Objekt vorgegebenen Kontur und dem durch das Signal des Rasterelektronenmikroskop bestimmten Umrisses dar, das durch die verwendeten Voltzahlen, durch das zu untersuchende Material und von der Detektorart und –lokalisierung abhängig ist (Russ 1999). Auch das Auflösungsvermögen des Schwarz-Weiß-Films, des Scanners und des Computers stellen einen limitierenden Faktor für die Genauigkeit der Untersuchung dar.

Obwohl die REM-Aufnahmen des Filters rasterförmig aufgenommen und ausgewertet wurden, wäre es möglich, dass durch Zufall Areale des Filters analysiert wurden, die hauptsächlich Partikel einer bestimmten Größe beinhalten. Da jedoch bei allen 13 Materialien die Mittelwerte in einem ähnlichen Größenbereich liegen und für jedes Material mehrere Filter ausgewertet wurden, konnte dieser mögliche Fehler minimiert werden.

5.4 Photonenkorrelationsspektrometrie

Um eine Kontrolle des rasterelektronischen Verfahrens zu ermöglichen und um eine Alternative zu einer schnelleren Analyse von Abrasionspartikeln zu stellen, wurde die Photonenkorrelationsspektrometrie verwendet.

Die Photonenkorrelationsspektrometrie wird zur Vermessung von Partikeln im flüssigen Medium verwendet. Für die Analyse der Ergebnisse muss bekannt sein, dass es sich bei dem gemessenen Partikeldurchmesser x um einen Äquivalenzdurchmesser handelt. Dieser Äquivalenzdurchmesser entspricht dem Durchmesser einer sphärischen Kugel, die das gleiche Streulicht liefern würde wie das gemessene Streulicht der polymorphen Abrasionspartikel. Es wird also angenommen, dass die Partikel in den Versuchen kugelförmig sind.

Die Bestimmung des Äquivalenzdurchmessers ist abhängig von dem im Zeitpunkt der Messung gestreuten Lichts eines bestimmten Oberflächenabschnittes und dessen dazugehörigen Oberflächenradius. Da es sich jedoch nicht um eine sphärische Partikeloberflächen handelt, sondern um unterschiedlichen Oberflächenradien, kann es zu Verfälschungen der Ergebnisse kommen.

Diese Vereinfachung im Sinne der Berechnung des Äquivalenzdurchmessers ist allerdings für die Funktion des Systems unumgänglich, da es das Grundprinzip der Messmethode darstellt.

Des Weiteren haben Kugeln die Eigenschaft, dass sie für ein vorgegebenes Volumen die kleinst mögliche Oberfläche darstellen. Diese Tatsache verringert bei der weiteren Verwendung dieser Daten die aktive Oberfläche von Abrasionspartikeln.

Zweiter Kritikpunkt gilt der Messgenauigkeit des F-60. Im Handbuch des Geräts ist ein messbarer Größenbereich zwischen 3nm und 10µm angegeben. Laut mündlicher Aussage von Herrn Dipl.-Ing. Weigl vom Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde der TU München Weihenstephan (Freising, Deutschland) arbeitet das Gerät in einem Größenbereich zwischen 10nm und 3µm am zuverlässigsten.

5.5 Partikelgrößen

Da auf Grund fehlender Studien zur Größenbestimmung von Abrasionspartikeln in der Literatur und wegen dem Mangel an Erfahrungswerten keine vergleichende Darstellung möglich ist, werden vorrangig Überlegungen zum Größenbereich der gewonnenen Daten gemacht.

Zunächst kann festgehalten werden, dass sich die Mittelwerte aller Materialien, gemessen sowohl mit dem Rasterelektronenmikroskop als

auch mit der Photonenkorrelationspektrometrie, in einem gemeinsamen Größenbereich unter $1\mu\text{m}$ bewegen.

Die Verteilungskurven des REM sind bei 6 der 13 Materialien einer Boltzmann-Verteilung ähnlich (Z100™ MP, Ariston® pHc, Charisma®, Solitaire®, Definite®, Hytac®). Es handelt sich hierbei um eine asymmetrische Verteilungskurve mit einem raschen exponentiellen Anstieg bis zum Maximum und einem langsamen Abfall bis in die größeren Verteilungsklassen.

Die anderen Materialien zeigen mehr als einen Peak. Mit größer werdenden Klassenobergrenzen laufen die Verteilungskurven asymptotisch bis auf bei Arabesk®, Tetric® Ceram, Pertac® 2 und Surefil® aus.

Die Maxima der Verteilungskurven bewegen sich in Größenbereichen zwischen $0,25\mu\text{m}$ (Z100™ MP) und $0,50\mu\text{m}$ (Surefil®). Die kleinsten gemessenen Werte konnten bei Ariston® pHc ($0,06\mu\text{m}$) nachgewiesen werden. Der größte Partikel wurde bei Pertac® 2 ($4,92\mu\text{m}$) gefunden.

Es ist kein Zusammenhang zwischen der Partikelgröße und dem abradierten Volumen vorhanden.

Versucht man einen klinischen Bezug zwischen Partikelgröße und Auswirkungen auf den Gesamtorganismus herzustellen, so müssen zwei Aspekte betrachtet werden. Auf der einen Seite steht die biologische Unverträglichkeit bestimmter Bestandteile der organischen Matrix mit einer diskutierten, potentiellen kanzerogenen und mutagenen (Reichl et al. 2002) bzw. östrogenen Wirkung (Olea et al. 1996, Schafer et al. 1999) in entsprechenden Konzentrationen, die allerdings nicht im menschlichen Körper erreicht werden (Reichl et al. 2001 und 2002). Speichel kann diese Stoffe aus Füllungen herauslösen (Ferracane et al. 1994). Die Resorption findet im Magen-Darm-Trakt statt (Reichl 2003).

Andererseits muss die disperse Phase, also die Füllkörper, betrachtet werden. Laut Sass et al. (1987) und LeFevre (1985) konnten

Resorptionsvorgänge von Fremdkörperpartikeln in der immunologisch tätigen Peyer'schen Plaque des Ileum nachgewiesen werden. In diesen Versuchreihen kamen inerte Polystyrol-Latex-Partikel in ähnlichen Größenbereichen von 0,5 bis 1µm (Sass et al. 1987) bzw. 2µm (LeFevre et al. 1978) zum Einsatz. Diese Partikel konnten auch in der Lymphflüssigkeit des Ductus thoracicus bei Wistar-Ratten nachgewiesen werden. Es findet also eine Resorption der Partikel statt. LeFevre (1978) vermutet, dass es sich bei diesem Vorgang um einen Schutzmechanismus des Körpers handelt, bei dem Fremdkörperpartikel in Körperregionen zur immunologischen Erkennung angereichert werden, die über eine Anhäufung von Makrophagen verfügen und so einen Teil der Fremdkörper phagozytieren und den Körper schützen.

Des Weiteren sind IgA-bildende Vorläuferzellen in der Peyer'schen Plaque vorhanden, die auf diesem Weg stimuliert werden können und über die Blutzirkulation in die Membranae mucosae des gastrointestinalen Traktes wandern (LeFevre et al. 1978).

Laut Reichl (2003) können diese Partikel aber nicht nur in den gastrointestinalen Trakt gelangen, sondern auch inhaliert werden. Bis zu 100µm große Partikel können somit in die Blutbahn aufgenommen werden. Studien an Hasen sind vorhanden, nach denen Kompositpartikel Entzündungen in der Lunge hervorrufen können (Goldberg et al. 1992). Werden Kompositpartikel durch das Ausarbeiten von Füllungen im Mund in die umliegende Gingiva eingeschlossen, so können lokale Entzündungsreaktionen hervorgerufen werden (Hansasuta et al. 1993). Deswegen kann nicht ausgeschlossen werden, dass Abrasionspartikel aus zahnärztlichen Füllungsmaterialien ähnlich den anfangs beschriebenen Keramikpartikeln (Ballestri et al. 2001) unter Umständen dem Organismus Mensch Schäden zufügen können, auch wenn schon seit Jahrzehnten Komposite erfolgreich in der Zahnheilkunde zum

Einsatz kommen und in der Literatur noch keine Fallstudien über Schädigungen am Menschen zu finden sind.

6 Schlussfolgerungen

- Die Verschleißwerte der 13 getesteten Materialien bewegen sich in vergleichbaren Größenordnungen anderer Studien.
- Die rasterelektronenmikroskopische Auswertung stellt eine sehr personal- und zeitintensive Methode zur Vermessung von Abrasionspartikeln dar. Der Messbereich ist nicht beschränkt. Aufgrund der zweidimensionalen Darstellung und der polymorphen Umrisse ist eine Auswertung kompromissbehaftet.
- Trotz der zu erhöhenden Partikelkonzentration in den Proben, die durch die dreifache Belastungszyklenanzahl erreicht wurde, stellt die Photonenkorrelationsspektrometrie langfristig das Mittel der Wahl dar um Abrasionspartikel routinemäßig zu untersuchen. Für das verwendete Gerät SEM F-60 gilt jedoch, dass eine vorauslaufende rasterelektronische Untersuchung der Proben notwendig ist, um einen Überblick über den Größenbereich der Abrasionspartikel anhand von Stichproben zu gewinnen, da der Größenmessbereich des SEM F-60 eingeschränkt ist. Neuartige Geräte auf dem Markt versprechen jedoch eine Abhilfe dieses Nachteils.
- Beide Verfahren liefern Ergebnisse für die Mittelwerte der Abrasionspartikelgrößen, die in einem ähnlichen Größenbereich liegen ($<1\mu\text{m}$).

- Es ist kein Zusammenhang zwischen Partikelgröße und Materialklasse erkennbar. D.h. dass zum Beispiel Kompomere keine statistisch signifikant andere Abrasionspartikelgröße aufweisen als etwa Hybridkomposite.
- Es konnte kein Bezug zwischen Volumenverlust und der Abrasionspartikelgröße gefunden werden.
- Die ermittelten Werte der Abrasionspartikelgrößen liegen im gleichen Größenbereich wie bei tierexperimentellen Studien bzw. klinischen Beobachtungen, bei denen Resorptionsvorgänge in den Organismus beschrieben wurden.

7 Zusammenfassung

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, ein Testverfahren zu entwickeln, um Abrasionspartikel aus zahnärztlichen Füllungsmaterialien, die aufgrund des mechanischen Verschleißes im Kausimulator „München 3“ entstehen, zu gewinnen und zu vermessen, da aus der Literatur bekannt ist, dass Fremdpartikel über Lunge und Magen-Darm-Trakt in den Organismus aufgenommen werden können.

Dieses Verfahren sollte an 13 verschiedenen Materialien durchgeführt werden, die den Gruppen der Kompomere, Komposite bzw. Hybridkomposite und der Ormocere angehören.

Dazu musste zunächst der Kausimulator „München 3“ umgebaut werden, um die Probekammern weitgehend von der Umgebung zu isolieren und somit vor Verunreinigungen zu schützen. Ein zweites Augenmerk galt der Herstellung von hochreinem Wasser für die Probekammern in denen der Abrieb statt fand. Die Kompositproben wurden nach 24-stündiger Lagerung in bidestilliertem Wasser (37°C) mit 86400 Belastungszyklen (entspricht einer Frequenz von 1Hz über 24 Stunden) und einer Kraft von 50N belastet. Als Antagonisten wurden Degusit bzw. zusätzlich zur Verschleißanalyse natürliche Schmelzhöcker verwendet.

Als Vermessungsverfahren zur Analyse der Abrasionspartikel kamen zwei Methoden zur Anwendung.

Zum einen wurden Abrasionspartikel nach Filtration durch einen Membranfilter (Porengröße 0,22µm, Fa. Millipore, Molsheim, Frankreich) vom Kammerwasser isoliert. Die Filterscheiben wurden unter einem Rasterelektronenmikroskop (REM) fotografiert. Mit Hilfe von Bildverarbeitungsprogrammen wurde die Größe der Abrasionspartikel in den digitalisierten Bildern durch den Untersucher bestimmt, indem für die 13

Materialien jeweils 1500 Partikeln sowohl in der Länge als auch in der Breite vermessen wurden. Die Höhe als dritte Dimension konnte nicht ermittelt werden. Die insgesamt 39000 Messdaten wurden durch das eigens entwickelte Programme „img2excel“ sortiert und mit SPSS 11.00 for Windows ausgewertet.

Um die Ergebnisse objektiv zu überprüfen, wurden Proben an den Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde der Technischen Universität München in Weihenstephan (Freising, Deutschland) zur Analyse mittels der Photonenkorrelationsspektrometrie (PCS) gegeben. Hierbei handelt es sich um eine vollautomatische dreidimensionale Auswertungsmethode, bei der mit Hilfe von monochromatischem Licht die Brown'sche Bewegung suspendierter Abrasionspartikel gemessen wird. Durch Messung der Schwankungen des an der Partikeloberfläche gebrochenen Lichts bzw. dessen Intensität wird eine Größenverteilungskurve berechnet. Es wurden vier der 13 Materialien mit diesem Verfahren zusätzlich getestet.

Werden die Ergebnisse miteinander verglichen, so kann festgestellt werden, dass beide Verfahren ähnliche Größenverteilungen für die Abrasionspartikel der vier gemeinsam getesteten Materialien liefern und somit in ihrem Funktionsprinzip gleichwertig sind.

Betrachtet man die Partikelgrößen aller 13 getesteten Materialien, so liegen die Mittelwerte der Partikelgrößen in einem Bereich zwischen $0,32\mu\text{m}$ (Z 100™ MP gemessen im REM) und $0,82\mu\text{m}$ (Tetric® Ceram gemessen in der PCS).

Der absolute Wert des kleinsten registrierten Partikels ($0,06\mu\text{m}$ bei Ariston® pHc) wurde mit Hilfe des REM bestimmt. Das größte Partikel ($5,38\mu\text{m}$ bei Tetric® Ceram) wurde mit Hilfe der PCS nachgewiesen.

Vergleicht man diese Daten mit tierexperimentellen Studien zur Fremdkörperresorption, so kann nicht ausgeschlossen werden, dass

Abrasionspartikel aus zahnärztlichen Füllungen auf Kompositbasis in einem Organismus aufgenommen werden können.

Des Weiteren wurden von den Proben und Schmelzantagonisten Replikamodelle aus Gips angefertigt. Der Volumenverlust wurde standardisiert durch einen dreidimensionalen Laserscanner ermittelt und anschließend mit computergestützter Software ausgewertet. Dabei zeigte sich der statistisch signifikant höhere Verschleiß der Kompomere gegenüber den Hybridkompositen bzw. demOrmocer. Auch der Grundsatz, dass hochgefüllte Komposite mit kleinen Füllerpartikeln, die fest in der organischen Matrix eingebettet sind, eine bessere Abrasionsstabilität aufweisen als solche mit Makrofüllern, konnte ebenfalls bestätigt werden.

8 Literaturverzeichnis

Alanko A., Susitaival P., Jolanki R., Kanrva L. (2004)

Occupational skin disease among dental nurses

Contact Dermatitis, 50(2), 77-82

Andersson T., Bruze M., Björker B. (1999)

In vivo testing of the protection of gloves against acrylates in dentin-bonding systems on patients with known contact allergy to acrylates.

Contact Dermatitis 41, 254-259

Ballestri M., Baraldi B., Gatti A. M., Furci L., Bagni A., Loria P.,

Rapanà R. M., Carulli N., Albertazzi A. (2001)

Liver and Kidnes Foreign Bodies Granulomatosis in a Patient with Malocclusion, Bruxism and worn Dental Protheses

Gastroenterology 121; 1234-1238

Bauer C., Kunzelmann K.-H., Hickel R. (1995)

Simulierter Nahrungsabrieb von Kompositen und Ormoceren

Dtsch Zahnärztl Z 50, 635-656

Cattani-Lorente M.A., Dupuis V., Moya F. Paya J., Meyer J.-M- (1999)

Comparative study of the physical properties of a polyacid-modified composite resin and a resin-modified glass ionomer cement.

Dent Mater 15, 21-32

Condon J.R., Ferracane J.L. (1996)

Evaluation of composite wear with a new multimode oral wear simulator

Dent Mater 12, 218-226

Degussa Dental Forschung

Wissenschaftliche Dokumentation – Definite® (Stand : Juni 1998)

Drasch G., Schupp I., Hofl H., Reinke R., Roider G. (1994)

Mercury burden of human fetal and infant tissues.

Eur J Pediatr 153, 607-610

Fang H., Kunzelmann K.-H., Hickel R., Petschelt A. (1993)

Standardisierung des Anatagonisten bei 2-Körper-Abriebsimulatoren

Dtsch Zahnärztl Z 48, 481-483

Ferracane J.L. (1994)

Elution of leachable components from composites

J Oral Rehab 21, 441-452

Ferracane J.L. (1995)

Current Trends in Dental Composites

Crit Rev Oral Biol Med 6(4), 302 – 318

Ferracane J.L., Mitchem J.C., Condon J.R., Todd R. (1997)

Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure

J Dent Res 76, 1508 - 1516

Francci J.L., Mitchem J.C. Condon J.R., Todd R. (1997/1999 ???)

Fluoride Release from restorative materials and its effect on dentin demineralisation

R Dent Res 78, 1647 - 1654

Geurtsen W. (1998)

Substance released from dentin resin composites and glass ionomer cements.

Eur J Oral Sci 106, 687-695

Geurtsen W (1990)

Der Kronen- und Füllungsrand

Dtsch Zahnärztl Z 45, 380

Glasl B.A. (2000)

Entwicklung einer Methodik zur Ermittlung des Freisetzungsverhaltens verschiedener plastischer zahnfarbener Restaurationsmaterialien bei physiologischer modifizierter Kausimulation

Dissertation an der medizinischen Fakultät der Ludwig-Maximilians-Universität München

Glockmann E., Gehroldt C., Triner K. (1997)

Freisetzung von Fluoriden aus unterschiedlichen Glasionomern

Dtsch Zahnärztl Z 52, 668 - 672

Göpferich A. (1996)

Mechanism of polymer degradation and erosion

Biomaterials 17, 103-114

Goldberg N.B., Goldberg A.F., Gergans G.A., Loga S., Taschini P.,

Molnar T.V. (1992)

A rabbit lung model for testing reaction to inhaled dental restorative particles

Chest 101, 829-832

Haller B., Hellwig E. (1999)

Neue Füllungsmaterialien für den Seitenzahnbereich. Eine kritische Bestandsaufnahme

Z Bay 03/99 24-31

Hansasuta C., Neiders M.E., Aguirre A., Cohen R.E. (1993)

Cellular inflammatory responses to direct restorative composite resins

J Prothet Dent 69(6); 611-6

Heidemann D., Becker J., Geurtsen W., Hahn R., Hellwig E., Hickel R.,

Hugo B., Klaiber B., Klimek J., Kunzelmann K.-H., Motsch A.,

Schmalz G., Staehle H.J., Thonemann B. (1999)

Kariologie und Füllungstherapie

Praxis der Zahnheilkunde Band 2

4. Auflage

Urban & Schwarzenberg Verlag München – Wien – Baltimore, 179 - 187

Hellwig, Klimek und Attin (1999)

Einführung in die Zahnerhaltung

2. Auflage

Urban & Fischer Verlag München-Jena

Hickel R. (1989)

Zahnabrasion und beruflich bedingte Einflüsse bei Steinbrucharbeitern

Hauptverband der Berufsgenossenschaften e.V., Sankt Augustin, S.13

Hickel R., Kunzelmann K.-H. (1992)

Neuer Stand der zahnfarbenen Seitenzahnrestauration

ZM 82, 74-84

Hickel R., Kunzelmann K.-H., Obermeier T. (1994)

Die Kompositfüllung im Seitenzahnbereich Teil1

ZWR 103, 610 - 618

Hickel R. (1997)

Moderne Füllungswerkstoffe

Dtsch Zahnärztl Z 52, 572-585

ISO CD 4049: 1997

Dentistry – Polymer-based filling, restorative and luting materials

Technical Committee 106 – Dentistry

DIN 50320 (Stand: Dezember 1979, zurückgezogen November 1997)

Verschleißanalyse, Systemanalyse von Beschleifvorgängen, Gliederung
des Verschleißgebietes

Beuth Verlag, Berlin

Kanerva L., Estlander T., Jolanki R. (1994)

Occupational skin allergy in the dental profession

Dermatol Clin 12, 517

Krejci I., Heinzmann J.-L., Lutz F. (1990)

Verschleiß von Schmelz, Amalgam und ihrer Antagonisten im Computer-
gesteuerten Kausimulator

Schweizer Monatsschr Zahnmed 100, 1285-1291

Kreyszig E. (1968)

Statistische Methoden und ihre Anwendungen

3. Auflage

Vandenhoeck & Ruprecht Göttingen, 31

Kullmann W. (1990)

Atlas der Zahnerhaltung mit Glasionomernzementen und Kompositen

1. Auflage, 70-99

Hanser Verlag München

Kunzelmann K.-H., Mehl A., Hickel R. (1997)

Plastische Keramik als Zahnfüllung

Biowissenschaften Medizin 2, 10-13

Kunzelmann K.-H., Mehl A., Gloger W., Hickel R. (1996)

Evaluation system for 3D-wear measurement without reference points

J Dent Res 75, 257, No.1913

Kunzelmann K.-H. (1998)

Verschleißanalyse und –quantifizierung von Füllungsmaterialien in vivo
and in vitro

Shaker-Verlag, Aachen

Lampert F., Behrens VG (1991)

Composite-Füllungen im Seitenzahnbereich

Philip J 8, 121

Larsen I.B., Muunksgaard E.C. (1991)

Effect of human saliva on surface degradation of composite resins.

Scand J Dent Res 99, 254-261

Larsen I.B., Freund M, Muunksgaard E.C. (1992)

Change in surface hardness of BIS-GMA/TEGDMA polymer

J Dent Res 71, 1851-1853

Leinfelder K.F. (1995)

Posterior composite resins: the material and their clinical performance

J Am Dent Assoc 126; 663-668

LeFevre M. E. Vanderhoff J.W., Laissue J. A. Joel D. D. (1978)

Accumulation of 2 μ m latex particles in mouse Peyer's patches during chronic latex feeding

Experiential 34/1, 120 - 122

LeFevre M. E., Joel D. D., Schidlovsky (1985)

Retention of ingested latex particles in Peyer's Patches of germfree and conventional mice

Proceedings of the society for experimental biology and Medicine 179, 522 - 528

Lönnroth EC, Shahnava H (1997)

Use of polymer materials in dental clinics. Case study.

Swed Dent J 21, 149

Lutz F., Krejci i., Mörmann W (1987)
Die Zahnfarbene Seitenzahnrestauration
Philip J 3, 127

Lutz F., Phillips R.W., Roulet J.-F., Imfeld Th. (1983)
Komposits – Klassifikation und Wertung
Schweiz Mschr Zahnheilk 93, 914-929

Lygre H., Høl P.J., Solheim E. Mol G. (1999)
Organic leachables from polymer-based dental filling materials
Eur J Oral Sci 107, 378 - 383

Manhart J., Kunzelmann K.-H., Chem H.Y. Hickel R. (2000)
Mechanical Properties of new composite restorative Materials
J Biomed Mater Res 53 (4), 353 - 361

Manhart J., Garcia-Godoy F., Hickel R. (2002)
Direct posterior restorations: clinical results and new developments
Dent Clin North Am 46 (2002), 303 - 339

Mehl A., Gloger W., Kunzelmann K.-H., Hickel R. (1997)
A new 3-D device for the detection of wear
J Dent Res 76 (11), 1799-1807

Munksgaard E.C., Hansen E.K., Engen T, Holm U.C. (1996)
Self reported occupational dermatological reactions among Danish
dentists
Eur J Oral Sci 104, 396-402

Örthengren U., Wellendorf H., Karlsson S., Ruyter I.E. (2001)
Water sorption and solubility of dental composites and identification of
monomers released in an aqueous environment
J Oral Reab 28(2), 1108 – 1115

Olea N., Pulgar R., Perez P., Olea-Serrano f., Rivas A., Novillo-Fertrell
A., Pedraza V., Soto A.M., Sonnenschein C. (1996)
Estrogenicity of resin-based composites and sealants used in dentistry
Environ Health Perspect 104:3, 298-305

Olea N. (2000)
Bisphenol A and dental sealants: Olea´s response
Environ Health Perspect 108 (12): A 546

Øysæd H., Ruyter I.E., Sjøvik Kleven I.J. (1998)
Release of formaldehyd from dental composites.
J Dent Res 67 (10), 1289 - 1294

Pelka M. (1998)
Verschleiß zahnärztlicher Füllungsmaterialien im antagonistischen
Kontakt.
Habilitationsschrift, Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg
Logos Verlag, Berlin

Reichl F.-X., Durner J., Hickel R., Spahl W., Kehe K. Walther U., Gempel
K., Liebl B., Kunzelmann K.-H., Hume W. (2002)
Uptake, clearance and metabolism of TEGDMA in guinea pigs
Dent Mater 18 (2002), 581 - 589

Reichl F.-X., Durner J., Hickel R., Kunzelmann K.-H., Jewett A., Wang M.Y., Spahl W., Kreppel H., Moes G.W., Kehe K., Walter U., Forth W., Hume W.R. (2001)

Distribution and excretion of TEGDMA in guinea-pigs and mice
J Dent Res 80(5), 1412 - 1415

Reichl F.-X. (2003)

Toxikologie dentaler Restaurationsmaterialien
ZM 7/2003, 74-83

Roulet J.F. (1994)

Zahnfarbene Restaurationen als Amalgam-Alternative
Dtsch Zahnärztl Z 49, 859-866

R.T.G. Correlator Manual

Fa. SEMATech

Nizza, Frankreich

Ruyter I.E. (1995)

Physical and chemical aspects related to substances from polymer materials in an aqueous environment

Adv Dent Res 9, 344-347

Russ J.C. (1999)

The Image Processing Handbook

CRC Press LCC, Boca Raton, USA

Rzanny A., Welker D. (1998)

Werkstoffkundliche Eigenschaften von Feinst-Hybrid-Komposits und Kompomeren

ZWR 107, 743-748

Rzanny A., Welker D. (1999a)

Materialkundlicher Fortschritt bei Füllungswerkstoffen?

ZWR 108, 650-660

Rzanny A., Göbel R., Welker D. (1999b)

Werkstoffkundlicher Vergleich zahnfarbener Füllungsmaterialien

Phillip J 16, 68-71

Sadoh DR., Sharif MK., Howarsd RS (1999)

Occupational exposure to methylmethacrylate monomere induces generalized neuropathy in dental technican

Brit Dent J 186, 380-381

Santerre J.P., Shajii L., Tsang H (1999)

Biodegradation of commercial dental composites by cholesterol esterase

J Dent Res 78, 1459-1468

Sass W., Dreyer H.-P., Böckeler W., Hamelmann H., Seifert J. (1987)

Prinzipien der Partikelresorption im Magen-Darm-Trakt

Z. Gastroenterologie 25; 306-315

Schafer T.E., Lapp C.A., Hanes C.M., Lewis J.B., Wataha J.C.,
Schuster G.S. (1999)

Estrogenicity of bisphenol A dimethacrylate in vitro
J Biomed Mater Res Jun 5; 45(3), 192 - 197

Sindel J. (1998)

Simulation des Verschleißverhaltens von Kompositen
ZM 88, 514-516

Spahl W. (1995)

Analyse zahnmedizinischer Komposite auf extrahierbare Restmonomere
und Additive mit Hilfe der Gaschromatographie/Massenspektrometrie
und der Hochleistungsflüssigkeitschromatographie/Massenspektrometrie
Dissertation an der Universität Köln
Hundt Druck GmbH, Köln

Staehe H.J. (1997)

Eine Risikoabschätzung bei Kunststoff-Materialien
ZM 87, 364-374

Taylor D.F., Kalachandra S., Sankarapandian M., McGrath J.E. (1998)

Relationship between filler and matrix resin characteristics and the
properties of uncured composite pastes.
Biomaterials 19, 197-204

Toutenburg H., Toutenburg S., Walther W. (1991)

Datenanalyse und Statistik für Zahnmediziner
Carl Hanser Verlag München – Wien, 35

Wassell R.W., McCabe J.F., Walls A.W. (1994)

Wear characteristics in a two-body wear test

Dent Mater 10, 269-274

Vanherle G., Lambrechts P., Brahm M (1989)

Erfahrungen mit Komposit - Füllungsmaterialien im Seitenzahnbereich

Dtsch Zahnärztl Z 44, 664

Yap A.U.J., Ong L.F.K.L., Teoh S.H., Hastings G.W. (1999)

Comparative wear ranking of dental restoratives with BIOMAT wear simulator

J Oral Rehab 26, 228-235

9 Anhang

9.1 Materialliste

Material	Hersteller (Charge bzw. LOT)	Stoffklasse	Monomer	Füller	Partikelgröße/ Füllergehalt	Indikation
Arabesk®	VOCO (013724)	Feinhybrid- komposit (A 3,5)	BIS-GMA UDMA TEDMA	Ba-Gläser SiO ₂	Mikrofüller: 0,05µm Feinstpartikel- füllstoffe: 0,5– 2µm Füllkörpergehalt: 60 Vol.%	uneingeschränkt
Ariston® pHC	Vivadent (A15148)	Smart Restorative (Einheitsfarbe)	BIS-GMA UDMA	alkalische Gläser Ytterbiumtrifluorid Ba-Al-Silikatgläser	1,3µm Füllkörpergehalt: 59 Vol.%	Seitenzahn- restauration
Charsima®	Heraeus Kulzer (010023)	„Microglass®“ A 3	BIS-GMA	Ba-Al-FI-Gläser hochdisperses SiO ₂ Siliziumoxid	Ba-Al-FI-Gläser: 0,02-2µm Siliziumoxid: 0,01-0,07µm Füllkörpergehalt: 61 Vol.%	uneingeschränkt
Definite®	Degussa (4981220)	Ormocer (A 3)	Polysiloxan- Matrix Dimethacrylate	Ba-Gläser Pyrogene Kieselsäure modifizierter Apatit	Ba-Gläser: 1,0µm Pyrogene Kieselsäure : <0,1µm modifiziertes Apatit : 1,5µm Füllkörpergehalt: 57 Vol.%	uneingeschränkt

Tabelle 7a

Tabelle 7b

Material	Hersteller (Charge bzw. LOT)	Stoffklasse	Monomer	Füller	Partikelgröße/ Füllergehalt	Indikation
Dyract® AP	Dentsply DeTrey (0103000225)	Kompomer (A 3)	UDMA-Harz TCB-Harz	Sr-FI-Silikatgläser SrFl ₂	Sr-FI-Silikatgl.: 0,8µm Füllkörpergehalt: 47 Vol.%	alle Anwendungs- gebiete (KI I. und KI. II mit begrenzter Ausdehnung)
F 2000™ Rasant	3M (19990810)	Kompomer (A 3)	GDMA	FI-Al-Silikatgläser	Füllkörpergehalt: 83,5 Gew.%	KI. I, II, III, IV Milchdentition
Hytac	ESPE (109138)	Kompomer (A 3)	Harzmatrix mit bifunktionellen Gruppen	Ca-Al-Zn-FI-Gläser Ytterbiumtrifluorid disperses SiO ₂	Ca-Al-Zn-FI-Gläser: 5µm Füllkörpergehalt: 66 Gew.%	KI. III, V, temporär KI. I, II Milchgebiss
Pertac® 2	ESPE (FW 0064451)	Hybridkompo- sit (A 3)	Procylat Tricrylat	Quarz Ytterbiumtrifluorid Hochdisperses SiO ₂	Quarz: 50% < 0,9µm 100% < 4,0µm Füllkörpergehalt: 61%	alle Indikationen (KI.I Und KI. II mit begrenzter Ausdehnung)

Tabelle 7c

Material	Hersteller (Charge bzw. LOT)	Stoffklasse	Monomer	Füller	Partikelgröße/ Füllergehalt	Indikation
Solitaire®	Heraeus Kulzer (010042)	„Polyglas®“ (A 2)	Tetra- bis hexafunktionelle Acrylate	infiltrierbare SiO ₂ - Gläser Ba-Al-Si-FI-Gläser Al-Si-FI-Gläser Sr-FI-Gläser	SiO ₂ -Gläser: 8-20µm Ba-Al-Si-FI- Gläser: 0,7µm Al-Si-FI-Gläser: 1µm Sr-FI-Gläser: 1µm Füllkörpergehalt 90 Vol.%	Amalgamalter- native
SureFil™	Dentsply DeTrey (980825)	Stopfbares Komposit (Shade B)	Urethanmodi- fiziertes BIS-GMA	Ba-FI-Al-B- Silikatgläser SiO ₂	0,8µm Füllkörpergehalt: 66 Vol.%	Amalgamalter- native im Seiten- zahngebiet
Tetric® Ceram	Vivadent (D00045)	Hybridkomposit (A 3,5)	BIS-GMA UDMA TEGDMA	Ba-Gläser Ba-Al-Si-FI-Gläser Ytterbiumtrifluorid hochdisperses SiO ₂ Sphärische Mischoxide	0,04 – 3µm Füllkörpergehalt 60 Vol.%	uneingeschränkt
Tetric® Classic	Vivadent (900491)	Hybridkomposit (A 3)	UDMA BIS-GMA TEGDMA	silanisiertes Ba-Glas Ytterbiumtrifluorid silanierte Mischoxide silanisiertes hochdisperses SiO ₂	0,04-3µm Füllkörpergehalt 60 Vol.%	außerhalb des Okklusions- gebietes
Z 100™ MP	3M (20000203)	Feinhybridkomposit (A 3)	BIS-GMA TEGDMA	Zirkonium-Gläser Si-Gläser	0,01 - 3,5µm (Ø= 0,6µm) Füllkörpergehalt: 66 Vol.%	uneingeschränkt

9.2 Abrasionsanalyse

Abrasion der Flachproben bei Belastung mit Degusit-Antagonisten

Tabelle 8

Material	Anzahl der Proben	Totaler Volumenverlust (vol_tot in μm^3) Untergruppe für Alpha=0,05			MWR (μm^3 /Zyklus) Untergruppe für Alpha=0,05		
		1	2	3	1	2	3
Solitaire [®]	6	1,2 E+08			1,4 E+03		
SureFil [®]	6	1,4 E+08			1,6 E+03		
Z100 [™] MP	6	1,8 E+08			2,1 E+03		
Pertac [®] 2	6	1,9 E+08			2,2 E+03		
Charisma [®]	6	2,0 E+08			2,3 E+03		
Definite [®]	6	2,3 E+08			2,7 E+03		
Arabesk [®]	6	2,5 E+08			2,9 E+03		
Tetric [®] Classic	5	2,7 E+08			3,1 E+03		
Ariston [®] pHC	5	3,9 E+08			4,5 E+03		
Tetric [®] Ceram	6	4,7 E+08			5,4 E+03		
Dyract [®] AP	6		1,5 E+09			1,8 E+04	
F 2000 [™] Rasant	6		1,6 E+09			1,8 E+04	
Hytac [®]	6			2,1 E+09			2,4 E+04
Signifikanz	6	,305	1,000	1,000	,305	1,000	1,000

Tukey-HSD^{a,b}

Die Mittelwerte für die in homogenen Untergruppen befindlichen Gruppen werden angezeigt.

Verwendet ein harmonisches Mittel für Stichprobengröße = 5,821

Die Gruppengrößen sind nicht identisch. Es wird das harmonische Mittel der Gruppengröße verwendet. Fehlerniveaus des Typ I sind nicht garantiert.

Abrasion der Flachproben bei Belastung mit natürlichen Antagonisten

Material	Anzahl der Proben	Totaler Volumenverlust (vol_tot in μm^3)		Mittelwert	MWR (μm^3 /Zyklus)
		1.Versuch	2. Versuch		
Z100™ MP	2	1,03055 E+08	0,57833 E+08	0,80444 E+08	931,1
SureFil®	2	1,1596 E+08	0,74788 E+08	0,9537 E+08	1104
Tetric® Classic	2	0,9029 E+08	1,3311 E+08	1,1170 E+08	1293
Pertac® 2	2	1,8055 E+08	0,83962 E+08	1,3226 E+08	1531
Tetric® Ceram	2	2,809 E+08	1,486 E+08	2,145 E+08	2483
Arabesk®	2	2,6629 E+08	2,0183 E+08	2,406 E+08	2709
Charisma®	2	2,611 E+08	2,2627 E+08	2,4369 E+08	28205
Dyract® AP	2	2,9554 E+08	3,2728 E+08	3,1141 E+08	36043
Ariston® pHC	2	3,0339 E+08	3,9336 E+08	3,4838 E+08	40322
Solitaire®	2	4,4586 E+08	4,3588 E+08	3,9087 E+08	45240
Hytac®	2	9,8302 E+08	13,008 E+08	11,4191 E+08	132166
F2000™ Rasant	2	26,385 E+08	37,700 E+08	32,043 E+08	370862
Definite®	2	0,33517 E+08	3,8994 E+08	3,8994 E+08	45132

Tabelle 9

Abrasion des natürlichen Antagonisten

Material	Anzahl der Proben	Totaler Volumenverlust (vol_tot in μm^3)		Mittelwert (in μm^3)	MWR (μm^3 /Zyklus)
		1.Versuch	2. Versuch		
Z100™ MP	2	0,55371 E+08	0,68566 E+08	0,6197 E+08	717,2
Surefil®	2	0,53622 E+08	0,32205 E+08	0,4291 E+08	620,6
Tetric® Classic	2	0,83263 E+08	1,0526 E+08	0,9426 E+08	1091,0
Tetric® Ceram	2	0,74541 E+08	0,10478 E+08	0,4251 E+08	492,0
Arabesk®	2	0,67598 E+08	0,62049 E+08	0,6482 E+08	750,3
Dyract® AP	2	0,44228 E+08	0,40103 E+08	0,4217 E+08	488,0
Ariston® pHc	2	0,29459 E+08	0,25210 E+08	0,2733 E+08	316,4
Definite®	2	0,26927 E+08	0,22912 E+08	0,2491 E+08	288,4
Solitaire®	2	0,26417 E+08	0,17635 E+08	0,2203 E+08	254,9
Hytac®	2	2,6231 E+08	3,210 E+08	2,9166 E+08	3375,6
F2000™ Rasant	2	7,5345 E+08	2,7221 E+08	5,1283 E+08	5935,5
Charisma®	2	0,074666 E+08	0,34079 E+08		
Pertac® 2	2	0,20808 E+08	3,4624 E+08		

Tabelle 10

9.3 Partikelanalyse

Analyse der Partikellängsachse „Länge“

Material	Mittelwert (in μm)	Median (in μm)	Standard- abweichung	Varianz	Größenintervall (in μm)
Arabesk [®]	0,5480	0,4450	0,3610	0,1302	0,10 – 3,46
Ariston [®] pHC	0,3827	0,3500	0,1695	0,0287	0,06 – 1,70
Charisma [®]	0,4827	0,4300	0,2560	0,0655	0,09 – 3,61
Definite [®]	0,3826	0,3500	0,1779	0,0317	0,08 – 1,47
Dyract [®] AP	0,5095	0,4500	0,3118	0,0972	0,11 – 3,93
F2000 [™] Rasant	0,5424	0,4800	0,3047	0,0929	0,11 – 3,49
Hytac [®]	0,4545	0,4000	0,2361	0,0558	0,09 – 3,59
Pertac [®] 2	0,6508	0,5300	0,4457	0,1986	0,14 – 5,61
Solitaire [®]	0,4305	0,3700	0,2501	0,0626	0,09 – 4,88
SureFil [®]	0,6468	0,5600	0,3620	0,1310	0,10 – 3,65
Tetric [®] Ceram	0,6090	0,5000	0,4137	0,1712	0,13 – 4,38
Tetric [®] Classic	0,4910	0,4150	0,3002	0,0901	0,11 – 4,33
Z100 [™] MP	0,3868	0,3700	0,1467	0,0215	0,10 – 1,53

Tabelle 11

Tukey HSD^a

Material	N	Untergruppe für Alpha= .05							
		1	2	3	4	5	6	7	8
Definite [®]	1500	,3826							
Ariston [®] pHC	1500	,3827							
Z100 [™] MP	1500	,3868							
Solitaire [®]	1500		,4305						
Hytac [®]	1500		,4545	,4545					
Charisma [®]	1500			,4827	,4827				
Tetric [®] Classic	1500				,4910				
Dyract [®] AP	1500				,5095	,5095			
F2000 [™] Rasant	1500					,5424	,5424		
Arabesk [®]	1500						,5480		
Tetric [®] Ceram	1500							,6090	
SureFil [®]	1500								,6468
Pertac [®] 2	1500								,6508
Signifikanz		1,000	,608	,330	,416	,124	1,000	1,000	1,000

Tabelle 12

Die Mittelwerte für die in homogenen Untergruppen befindlichen Gruppen werden angezeigt.

a. Verwendet ein harmonisches Mittel für Stichprobengröße = 1500,000

Analyse der Partikelquerachse „Breite“

Material	Mittelwert (in μm)	Median (in μm)	Standard- abweichung	Varianz	Größenintervall (in μm)
Arabesk [®]	0,3683	0,3000	0,2362	0,0558	0,08 – 2,60
Ariston [®] pHC	0,2633	0,2400	0,1217	0,0148	0,05 – 1,09
Charisma [®]	0,3442	0,3100	0,1838	0,0338	0,06 – 2,37
Definite [®]	0,2598	0,2400	0,1214	0,0147	0,05 – 0,93
Dyract [®] AP	0,3557	0,3200	0,2058	0,0424	0,04 – 2,56
F2000 [™] Rasant	0,3774	0,3300	0,2126	0,0452	0,05 – 2,77
Hytac [®]	0,3172	0,2800	0,1744	0,0304	0,05 – 3,20
Pertac [®] 2	0,4467	0,3700	0,3134	0,0982	0,10 – 4,23
Solitaire [®]	0,3011	0,2600	0,1744	0,0304	0,06 – 3,17
SureFil [®]	0,4540	0,4000	0,2583	0,0667	0,08 – 2,12
Tetric [®] Ceram	0,3876	0,3300	0,2385	0,0569	0,08 – 2,67
Tetric [®] Classic	0,3506	0,3000	0,2101	0,0442	0,07 – 3,38
Z100 [™] MP	0,2543	0,2400	0,1040	0,0108	0,06 – 1,26

Tabelle 13

Tukey HSD^a

Material	N	Untergruppe für Alpha= .05					
		1	2	3	4	5	6
Z100 [™] MP	1500	,2546					
Definite [®]	1500	,2598					
Ariston [®] pHC	1500	,2633					
Solitaire [®]	1500		,3011				
Hytac [®]	1500		,3172				
Charisma [®]	1500			,3442			
Tetric [®] Classic	1500			,3506			
Dyract [®] AP	1500			,3557	,3557		
Arabesk [®]	1500			,3683	,3683	,3683	
F2000 [™] Rasant	1500				,3774	,3774	
Tetric [®] Ceram	1500					,3876	
Pertac [®] 2	1500						,4467
SureFil [®]	1500						,4540
Signifikanz		,993	,627	,065	,160	,318	,999

Tabelle 14

Die Mittelwerte für die in homogenen Untergruppen befindlichen Gruppen werden angezeigt.

a. Verwendet ein harmonisches Mittel für Stichprobengröße = 1500,000

Analyse des „durchschnittlichen Durchmessers“ (Länge + Breite) /2

Material	Mittelwert (in μm)	Median (in μm)	Standard- abweichung	Varianz	Größenintervall (in μm)
Arabesk [®]	0,4582	0,3750	0,2911	0,0847	0,10 – 2,92
Ariston [®] pHC	0,3230	0,2950	0,1405	0,0197	0,06 – 1,40
Charisma [®]	0,4134	0,3750	0,2138	0,0457	0,09 – 2,99
Definite [®]	0,3212	0,2950	0,1443	0,0208	0,07 – 1,14
Dyract [®] AP	0,4326	0,3850	0,2538	0,0644	0,08 – 3,24
F2000 [™] Rasant	0,4599	0,4100	0,2517	0,0634	0,09 – 3,13
Hytac [®]	0,3858	0,3450	0,2001	0,0400	0,08 – 3,40
Pertac [®] 2	0,5488	0,4450	0,3717	0,1382	0,12 – 4,92
Solitaire [®]	0,3658	0,3200	0,2073	0,0430	0,09 – 4,03
SureFil [®]	0,5504	0,4800	0,3031	0,0919	0,09 – 2,68
Tetric [®] Ceram	0,4983	0,4250	0,3135	0,0983	0,11 – 3,41
Tetric [®] Classic	0,4208	0,3650	0,2487	0,0619	0,11 – 3,45
Z100 [™] MP	0,3206	0,3050	0,1172	0,0137	0,09 – 1,40

Tabelle 15

Tukey HSD^a

Material	N	Untergruppe für Alpha= .05						
		1	2	3	4	5	6	7
Z100 [™] MP	1500	,3206						
Definite [®]	1500	,3212						
Ariston [®] pHC	1500	,3230						
Solitaire [®]	1500		,3658					
Hytac [®]	1500		,3858	,3858				
Charisma [®]	1500			,4134	,4134			
Tetric [®] Classic	1500				,4208			
Dyract [®] AP	1500				,4326	,4326		
Arabesk [®]	1500					,4582		
F2000 [™] Rasant	1500					,4599		
Tetric [®] Ceram	1500						,4983	
Pertac [®] 2	1500							,5488
SureFil [®]	1500							,5504
Signifikanz		1,000	,571	,101	,637	,111	1,000	1,000

Tabelle 16

Die Mittelwerte für die in homogenen Untergruppen befindlichen Gruppen werden angezeigt.

a. Verwendet ein harmonisches Mittel für Stichprobengröße = 1500,000

9.4 Photonenkorrelationspektrometrie

Material	Tetric® Ceram	Arabesk®	SureFil®	Hytac®
Messung 1 (in μm)	0,85	0,45	0,78	0,77
Messung 2 (in μm)	1,02	0,39	0,63	0,68
Messung 3 (in μm)	0,58	0,74	0,51	0,62
Mittelwert (in μm)	0,82	0,53	0,64	0,69
Standardabweichung	0,22	0,19	0,14	0,07
Konfidenz (95%- Vertrauensintervall)	0,55	0,47	0,34	0,18

Tabelle 17

9.5 Versuchsläufe

Um die Versuche den Materialien zuzuordnen und eine Zuordnung und Reproduzierbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten, wurde eine Codierung durchgeführt.

Dabei soll aus der Codierung eines Laufes das Material, Versuchsnummer, die Kammer im Kausimulator „München 3“ und die Antagonistenwahl ersichtlich sein.

Material:

Wie aus Tabelle 7a und 4b hervorgeht, bekommt jedes Material eine römische Ziffer.

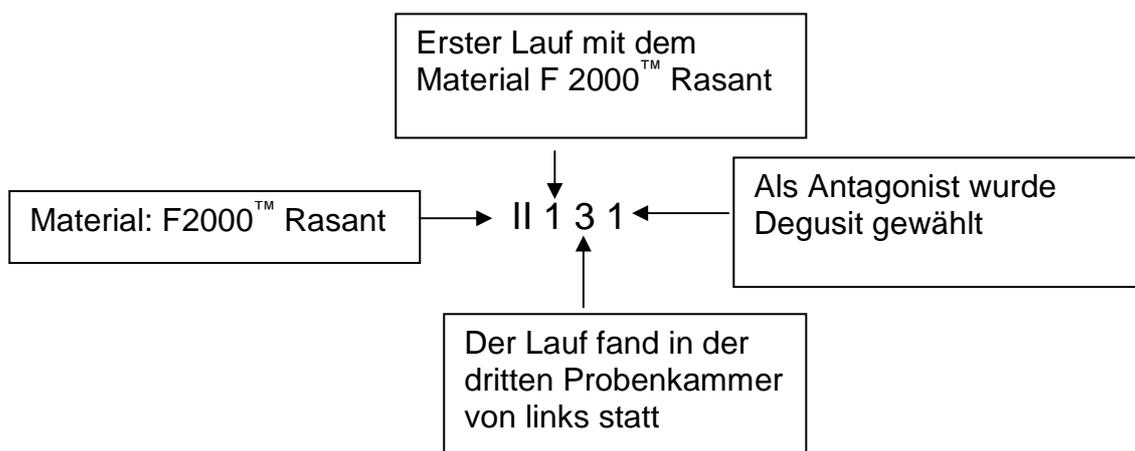
- I = Tetric Ceram[®]
- II = F2000[™] Rasant
- III = Z100[™] MP
- IV = Dyract[®] AP
- V = Pertac[®] 2
- VI = Ariston[®] pHC
- VII = Charisma[®]
- VIII = Solitaire[®]
- IX = SureFil[®]
- X = Definite[®]
- XI = Arabesk[®]
- XII = Hytac[®]
- XIII = Tetric[®] Classic

Die folgenden drei Ziffern geben in der Reihenfolge die Laufnummer des Materials, die Kammer des Kausimulators und den Antagonisten wieder. Dabei ist bei frontaler Ansicht des Kausimulators die am weitesten links gelegene Probenkammer die Nummer „1“ und die am weitesten rechts gelegene Probenkammer in aufsteigender Nummerierung die Nummer „4“.

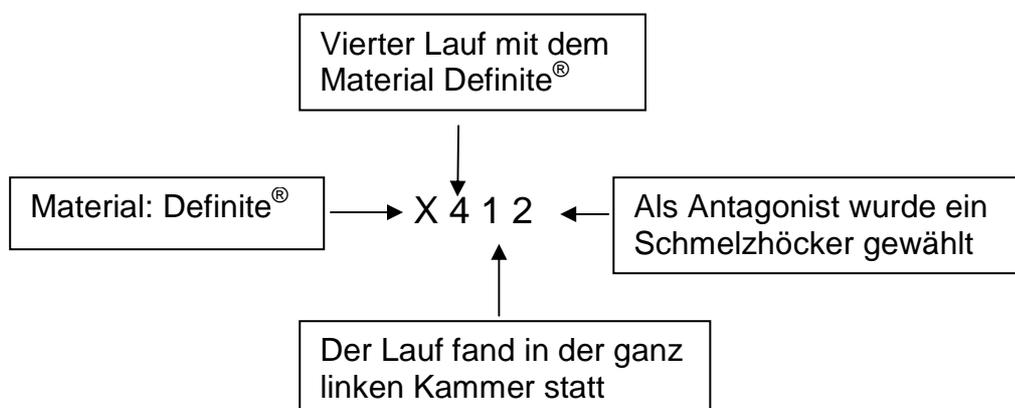
Die letzte Ziffer codiert den Antagonisten. „1“ steht für den Antagonisten aus Degusit und „2“ für die Wahl des natürlichen Schmelzhöckers (Natant = „natürlicher Antagonist“)

Beispiele:

1.



2.



3.

V 3 1 1 + V 3 1 2

Es wurden zwei Kammern zur Auswertung durch einen Filter filtriert um eine höhere Partikeldichte zu erzielen. Die Codierung der beiden Läufe ergibt sich aus Beispiel 1 und 2.

Tabelle 18

Tetric® Ceram						
Lauf	Codenummer	Auswertung erfolgt ja / nein	Anzahl der vermessenen Partikel	Anzahl der verwendeten Filter	Silikonscheibe verwendet ja / nein	Bilder REM-Nr.:
1	I 111 + I 121	nein	0	1	nein	4829
	I 131 + I 141	ja	500	1	nein	4844, 4846 – 4849
2	I 211	ja	250	1	nein	5413, 5414
	I 221	ja	250	1	nein	5419, 5420, 5421
	I 231	ja	250	1	nein	5426, 5427
	I 241	ja	250	1	nein	5432, 5433
Natürlicher Antagonist	I 312 I 322					

Tabelle 19

F 2000™ Rasant						
Lauf	Codenummer	Auswertung erfolgt ja / nein	Anzahl der vermessenen Partikel	Anzahl der verwendeten Filter	Silikonscheibe verwendet ja / nein	Bilder REM-Nr.:
1	II 111 + II 121	nein	0	1	ja	4855 – 4857
	II 131 + II 141	nein	0	0	ja	keine Bilder vorhanden
2	II 211 + II 221	ja	500	1	nein	5702, 5704
	II 231 + II 241	ja	500	1	nein	5706, 5711 - 5714
3	Codierungsfehler; dieser Lauf hat nicht stattgefunden					
Natürlicher Antagonist	II 332 II 342					
4	II 411	ja	250	2	ja	6906, 6911
	II 421	ja	250	2	ja	6914, 6915

Z100™ MP

Lauf	Codenummer	Auswertung erfolgt ja / nein	Anzahl der vermessenen Partikel	Anzahl der verwendeten Filter	Silikonscheibe verwendet ja / nein	Bilder REM-Nr.:
1	III 131 + III 141	nein	0	1	ja	4861 - 4863
2	III 211 + III 221	nein	0	1	ja	6667, 6668
	III 231 + III 241	nein	0	1	ja	6669, 6670
3	III 311	ja	250	1	ja	6679 - 6681
	III 321	ja	250	1	ja	6686, 6687
	III 331	ja	250	1	ja	6691 - 6693
	III 341	ja	250	1	ja	6697 - 6699
4	III 431	ja	250	1	ja	6872, 68773
	III 441	ja	250	1	ja	6874 - 6876
Natürlicher Antagonist	III 512 III 522					

Tabelle 20

Tabelle 21

Dyract® AP						
Lauf	Codenummer	Auswertung erfolgt ja / nein	Anzahl der vermessenen Partikel	Anzahl der verwendeten Filter	Silikonscheibe verwendet ja / nein	Bilder REM-Nr.:
1	IV 111 + IV 121	nein	0	1	ja	5255, 5256
	IV 131 + IV 141	nein	0	1	ja	5257, 5258
	IV 141	nein	0	1	ja	5259 - 5270
2	IV 211	ja	250	1	nein	5721 – 5724
	IV 221	ja	250	1	nein	5727
	IV 231	ja	250	1	nein	5733, 5734
	IV 241	ja	250	1	nein	5737, 5738
Natürlicher Antagonist	IV 332					
	IV 342					
4	IV 421	ja	250	1	nein	6951, 6953
	IV 431	ja	250	1	nein	6957, 6958

Tabelle 22

Pertac [®] 2						
Lauf	Codenummer	Auswertung erfolgt ja / nein	Anzahl der vermessenen Partikel	Anzahl der verwendeten Filter	Silikonscheibe verwendet ja / nein	Bilder REM-Nr.:
1	V 111 + V 121	ja	500	1	ja	5274 – 5278
	V 131 + V 141	ja	500	1	ja	5289 - 5298
Natürlicher Antagonist	V 212 V 222					
3	V 311 + V 321	ja	500	1	ja	6881, 6882, 6885 - 6887

Tabelle 23

Ariston® pHc						
Lauf	Codenummer	Auswertung erfolgt ja / nein	Anzahl der vermessenen Partikel	Anzahl der verwendeten Filter	Silikonscheibe verwendet ja / nein	Bilder REM-Nr.:
1	VI 111 + VI 121	nein	0	1	ja	5301, 5303, 5311, 5312
	VI 131 + VI 141	nein	0	1	ja	5304, 5305, 5313, 5314
2	VI 211	ja	250	1	nein	6602, 6609, 6610
	VI 221	ja	250	1	nein	6612, 6617, 6618
	VI 231	ja	250	1	nein	6622, 6623, 6628
	VI 241	ja	250	1	nein	6630, 6631, 6632, 6635
3	VI 331	ja	250	1	nein	6962, 6964
	VI 341	ja	250	1	nein	6967, 6969
Natürlicher Antagonist	VI 432					
	VI 442					

Tabelle 24

Charsima®						
Lauf	Codenummer	Auswertung erfolgt ja / nein	Anzahl der vermessenen Partikel	Anzahl der verwendeten Filter	Silikonscheibe verwendet ja / nein	Bilder REM-Nr.:
1	VII 111 + VII 121	nein	0	1	ja	5251, 5252
	VII 131 + VII 141	nein	0	1	ja	5253, 5254
2	VII 211	ja	250	1	nein	6415 - 6417
	VII 221	ja	250	1	nein	6421 - 6423, 6427
	VII 231	ja	250	1	nein	6431 - 6435
	VII 241	ja	250	1	nein	6441, 6443 - 6446
3	VII 311	ja	250	1	nein	6827, 6828
	VII 321	ja	250	1	nein	6831
Natürlicher Antagonist	VII 432					
	VII 442					

Tabelle 25

Solitaire®						
Lauf	Codenummer	Auswertung erfolgt ja / nein	Anzahl der vermessenen Partikel	Anzahl der verwendeten Filter	Silikonscheibe verwendet ja / nein	Bilder REM-Nr.:
1	VIII 111	nein	0	1	ja	5247
	VIII 121	nein	0	1	ja	5248
	VIII 131	nein	0	1	ja	5249
2	VIII 211 + VIII 221	ja	500	1	nein	6465 – 6375
	VIII 231 + VIII 241	ja	500	1	nein	6481 – 6492
3	VIII 311 + VIII 321	ja	500	1	nein	6898 - 6900
Natürlicher Antagonist	VIII 432					
	VIII 442					

Tabelle 26

SureFil®						
Lauf	Codenummer	Auswertung erfolgt ja / nein	Anzahl der vermessenen Partikel	Anzahl der verwendeten Filter	Silikonscheibe verwendet ja / nein	Bilder REM-Nr.:
1	IX 111	ja	250	1	ja	5117 – 5122
	IX 121	ja	250	1	ja	5130 – 5135
	IX 131	ja	250	1	ja	5225 – 5229
Natürlicher Antagonist	IX 212					
	IX 222					
3	Codierungsfehler; dieser Lauf hat nicht stattgefunden					
4	IX 431	ja	250	1	ja	6916, 6918 - 6920
	IX 441	ja	250	1	ja	6921 - 6923

Definite®

Lauf	Codenummer	Auswertung erfolgt <small>ja / nein</small>	Anzahl der vermessenen Partikel	Anzahl der verwendeten Filter	Silikonscheibe verwendet <small>ja / nein</small>	Bilder REM-Nr.:
1	X 111	nein	0	1	ja	5315, 5316
	X 121	nein	0	1	ja	5317, 5318
	X 131	nein	0	1	ja	5319, 5320
2	X 211	ja	250	1	nein	6838, 6839
	X 221	ja	250	1	nein	6848, 6849
	X 231	ja	250	1	nein	6852 – 6857
3	X 331	ja	250	1	nein	6926 – 6928
Natürlicher Antagonist	X 412					

Tabelle 27

Tabelle 28

Arabesk®						
Lauf	Codenummer	Auswertung erfolgt ja / nein	Anzahl der vermessenen Partikel	Anzahl der verwendeten Filter	Silikonscheibe verwendet ja / nein	Bilder REM-Nr.:
1	XI 111	ja	250	1	nein	4885, 4886
	XI 121	ja	250	1	nein	4897, 4901, 4902
	XI 131	ja	250	1	nein	4916, 4917
	XI 141	ja	250	1	nein	4928
Natürlicher Antagonist	XI 232					
	XI 242					
3	XI 331	ja	250	1	nein	6813 – 6817
	XI 341	ja	250	1	nein	6820 - 6823

Tabelle 29

Hytac®						
Lauf	Codenummer	Auswertung erfolgt ja / nein	Anzahl der vermessenen Partikel	Anzahl der verwendeten Filter	Silikonscheibe verwendet ja / nein	Bilder REM-Nr.:
1	XII 111	ja	250	2	nein	5019 – 5021
	XII 121	ja	250	2	nein	5028, 5029, 5036, 5037
	XII 131	ja	250	2	nein	5044, 5046, 5052 – 5054
	XII 141	ja	250	2	nein	5106 - 5112
Natürlicher Antagonist	XII 232					
	XII 242					
3	XII 331	ja	250	2	nein	6796, 6799
	XII 341	ja	250	2	nein	6803, 6808

Tabelle 30

Tetric® Classic						
Lauf	Codenummer	Auswertung erfolgt ja / nein	Anzahl der vermessenen Partikel	Anzahl der verwendeten Filter	Silikonscheibe verwendet ja / nein	Bilder REM-Nr.:
1	XIII 111 + XIII 121	ja	500	1	ja	6638 – 6650
	XIII 131 + XIII 141	ja	500	1	ja	6653 – 6658, 6660
2	XIII 231 + XIII 241	ja	500	1	ja	6943 - 6950
Natürlicher Antagonist	XIII 332 XIII 342					

10 Danksagung

An dieser Stelle möchte ich noch mal meinen besonderen Dank an Priv.-Doz. Dr. J. Manhart aussprechen, der mir diese wertvolle und herausfordernde Themenstellung anbot, mich unterstützte und betreute, mir aber auch meine Freiheiten zur Verwirklichung meiner eigenen Ideen ließ. Ferner wurde mir durch sein Engagement die Möglichkeit geboten, an internationalen Kongressen teilzunehmen und so einen Einblick in die internationalen Forschung zu gewinnen. Des weiteren bedanke ich mich für die Nutzung der Einrichtungen der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der LMU München und des Walter-Straub-Institut für Pharmakologie und Toxikologie in München, sowie für die großzügig zur Verfügung gestellten Materialien.

Außerdem möchte ich meinen herzlichen Dank an Frau E. Köbele und Frau N. Ilie aussprechen, die immer tatkräftig mit Rat und Tat für die Lösung von Problemen zur Verfügung standen und mich in die Lasertechnische Vermessung und Auswertung einführten. Aber auch Herrn Thielke, der mich stundenlang am Rasterelektronenmikroskop betreute und Herrn S. Schulz gilt mein besonderer Dank.

Bei den Firmen Degussa, Dentsply DeTrey, 3M Medica, ESPE, Heraeus Kulzer, Vivadent und vor allem Voco möchte ich mich für die meist großzügige Überlassung von Produktinformationen bedanken.

Durch die stetige Unterstützung meiner Eltern war es mir möglich, diese lange und hervorragende Ausbildung zu absolvieren. Aber auch meinem Bruder muss noch mal größter Dank ausgesprochen werden, der mir immer und zu jeder Zeit mit guten Rat zur Verfügung steht.

Diese Arbeit widme ich meiner Familie als Zeichen meiner Dankbarkeit.

11 Lebenslauf

Name Wolfgang Schleifenbaum
Geburtsdatum 11. November 1976
Geburtsort München
Eltern Axel Schleifenbaum
Rotraut Schleifenbaum, geb. von Gottstein
Geschwister Andreas Schleifenbaum
Familienstand ledig

Beruf

Seit 1. Juli 2003 Vorbereitungsassistentzahnarzt in der zahnärztlichen
Gemeinschaftspraxis Dr. R. Riedl, Dr. W. Kessler,
ZA J. Pinder, Bad Aibling
1. April – Vorbereitungsassistentzahnarzt in der mund-kiefer-
30. Juni 2003 gesichtschirurgischen Tagesklinik Dr. Dr. E. Lazik und
Dr. Dr. J. Gath, München

Studium

6. Februar 2003 Approbation als Zahnarzt

Oktober 1997 – Studium im Fach Zahnmedizin an der
Sep. 2002 Ludwig-Maximilians-Universität München

Zivildienst

Okt. 1996 – Senioren Residenz München

Okt. 1997

Schulbildung

Juni 1996 Allgemeine Hochschulreife

1987-1996 Gymnasium Grafing, Grafing bei München

1983-1987 Grundschule Grafing, Grafing bei München