

5. Diskussion

5.1 Fragestellung

Zum heutigen Zeitpunkt ist die Adhäsivtechnik aus der modernen Zahnheilkunde nicht mehr wegzudenken. Die Fortschritte, die auf diesem Gebiet in den letzten Jahren erzielt worden sind, sorgten dafür, dass die Adhäsivprothetik in der Zahnheilkunde einen festen Platz einnimmt. Mit der Anwendung der Klebebrücken ist es möglich, den geforderten Ansprüchen der Zahnhartsubstanzschonung und Ästhetik gerecht zu werden. Beide Kriterien stellen Forderungen der modernen Zahnmedizin dar und können mit Hilfe der Adhäsivprothetik realisiert werden. Der Brückenverlust durch Versagen des Metall-Kunststoff-Verbundes unter Dauerbelastung im oralen Milieu stellt neben der physiologischen Eigenbeweglichkeit der Zähne den limitierenden Faktor für den Einsatz von Klebebrücken im Praxisalltag dar. Aus diesem Grund gilt es, diesen Verbund zu optimieren und die Parameter, die die Verbundfestigkeit und -qualität beeinflussen, zu untersuchen.

5.2 Diskussion und Messfehler

5.2.1 Herstellung der Prüfkörper

Die Prüfkörper wurden aus NEM-Legierungen im Gussverfahren hergestellt. Um die mechanischen Eigenschaften des Metalls nach dem Guss nicht zu verändern, muss das Aufschmelzen und Gießen des Metalls nach den Angaben des Herstellers erfolgen. Beim Aufschmelzen des Metalls muss ein Überhitzen der Schmelze über die Liquidustemperatur verhindert werden. Die Funktion der verwendeten Gusschleuder basiert auf dem Induktionsprinzip. Das Festlegen des Liquiduspunktes erfolgt durch visuelle Kontrolle der Schmelze. Nach der erreichten Verflüssigung des Metalls wird der Gussvorgang durch Knopfdruck

ausgelöst. Das Festlegen des Gusszeitpunktes erfolgt personengebunden bei jedem Guss individuell. Ein geringfügiges Überhitzen des Metalls kann nach dieser Vorgehensweise nicht ausgeschlossen werden. Wird das Aufschmelzen des Metalls über den Schmelzpunkt hinaus fortgesetzt, besteht die Gefahr des Überhitzens der Legierung. Dadurch kann es zu einer zunehmenden Kornvergrößerung während des Erstarrens kommen. Dieses führt zu einer Schädigung der Legierung [60]. Als Folge der negativen Veränderung des Legierungsgefüges kann es zu Lunkerbildung und zur Entstehung von kleinen Porositäten kommen. Das Auftreten dieser Legierungsveränderungen macht das Gussobjekt unbrauchbar.

Die Prüfkörperoberflächen, die nach dem zahntechnischen Guss Veränderungen erfahren haben, werden nach dem Ausbetten solange bearbeitet, bis eine Vereinheitlichung der Oberflächen erreicht wird. Die Metallplättchen werden solange bearbeitet, bis alle Riefen und Unebenheiten beseitigt sind und ein einheitliches Oberflächenaussehen erzielt wurde. So wird ein verfälschender Einfluss der Metalloberflächen auf die Messergebnisse minimiert.

Für alle in der vorliegenden Arbeit angewandten Verbundverfahren spielt der Abstrahlvorgang eine wichtige Rolle. Die Verbundflächen aller Prüfkörper werden vor dem Fügen einer Bearbeitung durch Sandstrahlen unterzogen. Diesem Arbeitsschritt kommt für einen dauerhaften und stabilen Klebeverbund besondere Bedeutung zu. Bei der Konditionierung der Prüfkörper ist zu beachten, dass es innerhalb und zwischen den einzelnen Prüfserien zu Unterschieden bei der Oberflächenkonditionierung kommen kann, bedingt durch einen veränderten Strahlabstand oder -winkel. Dadurch ist eine unterschiedliche Oberflächenaktivierung einzelner Prüfkörper möglich [108]. Als Strahlgut wird Aluminiumoxid der Korngröße 250 µm bei einem Arbeitsdruck von 4 bar verwendet. Die Strahlzeit für jede Verbundfläche soll 10 s nicht unterschreiten. Das für diesen Zweck verwendete Korund soll als Einwegstrahlmittel Verwendung finden. Durch das Sandstrahlen wird die Legierungsoberfläche von Oxiden und Verunreinigungen befreit.

Die Legierungsoberfläche wird durch den Strahlvorgang aufgeraut. Als Folge kommt es zur Entstehung von Mikroretentionen, zusätzlich wird die Entstehung von Tangentialspannungen vermindert. Um bei den einzelnen Metallen gleiche mechanische Retentionen zu erzielen, müssen die Strahlzeiten, Korngrößen und Strahldrücke legierungsspezifisch abgestimmt werden. BUSCH [6] fordert für edelmetallfreie Legierungen einen Strahldruck von 4 bar. In Abhängigkeit des angewendeten Verbundverfahrens erfolgt durch den Strahlprozess eine chemische Konditionierung der Legierungsoberfläche [73]. Die erfolgreiche Durchführung des Abstrahlvorganges ist von der Art des verwendeten Strahlmittels, der Strahldauer, dem Strahldruck und dem Winkel, mit dem das Strahlgut auf die Legierungsoberfläche auftrifft, abhängig [111].

Die Benetzbarkeit der Oberfläche ist eine notwendige Voraussetzung für die Beschichtung von Legierungsoberflächen. Die Benetzung ist dabei in zweierlei Hinsicht von Bedeutung. Zum einen für die eigentliche Benetzung der Metalloberfläche und zum anderen stellt sie die Voraussetzung für das Ausfüllen von Mikroporen und Rauigkeiten der Legierungsoberfläche dar. Durch den Vorgang des Sandstrahlens wird eine Zunahme der Oberflächenspannung erzielt, was eine erhöhte Benetzbarkeit der Oberfläche zur Folge hat [111]. Die erhöhte Benetzbarkeit nach der Oberflächenaktivierung ist ein zeitlich begrenzter Zustand. Aus diesem Grund soll der Arbeitsablauf so gestaltet werden, dass ein langes Verweilen der gestrahlten Metallplättchen an der Luft unterbleibt. Durch Verunreinigungen der Raumluft (Wasserbelegung, Adsorption organischer Komponenten), kommt es zu einer Kontamination der Legierungsoberfläche, was eine Herabsetzung der Oberflächenbenetzbarkeit der gestrahlten Legierungsoberflächen zur Folge hat [73].

Um diesen negativen Einfluss auf den Haftverbund so gering wie möglich zu halten, wurde in der vorliegenden Arbeit bei der Konditionierung der Prüfkörper darauf geachtet, dass deren Weiterverarbeitung innerhalb von 10 Minuten erfolgte. Des weiteren wurde beachtet, dass die gestrahlten Oberflächen nicht mehr berührt wurden. Bei der Durchführung des Strahlvorganges kam nur sauberes, unbenutztes Einwegkorundmaterial zum Einsatz. Die Einstellung des Strahldrucks, der Strahldauer und des Strahlwinkels erfolgten unter strenger

Beachtung der Herstellerangaben. Durch sorgfältiges, den Herstellerangaben entsprechendes Arbeiten, können Fehler minimiert und deren Einflüsse auf die Verbundfestigkeit vermieden werden.

5.2.2 Konditionierung der Prüfkörperoberflächen

Trotz sorgfältigen Arbeitens sind bei der Oberflächenkonditionierung Fehlerquellen vorhanden, die den Haftverbund und damit die Verbundfestigkeit beeinflussen können. Beim Aufbringen der silikatischen Zwischenschicht auf die Legierungsoberfläche mit dem Rocatec-Verfahren kann durch Dunkelfärbung der Oberfläche das Konditionierungsergebnis visuell kontrolliert werden. Der Empfehlung des Herstellers, bei mangelndem optischen Erfolg die Strahlzeit mit Rocatec-Plus zu verlängern, musste bei der Prüfkörperkonditionierung nicht entsprochen werden, da nach jedem durchgeführten Strahlvorgang eine Färbung der Oberfläche deutlich zu erkennen war.

Eine konstante Einhaltung des vorgegebenen Abstandes von 1 cm zwischen der zu beschichtenden Oberfläche und der Strahldüse ist nicht möglich. Bei dem flammenpyrolytischen Auftrag der silikatischen Zwischenschicht auf die Metalloberfläche mit dem modifizierten Gasbrenner ist eine visuelle Kontrolle des Beschichtungsergebnisses auch nach korrekter Beflammungsdauer nicht möglich. Der Abstand der Metalloberfläche zum reaktiven Teil der Flamme ist nicht immer genau einzuhalten. Dadurch und durch die fehlende optische Kontrollmöglichkeit ist eine exakte Reproduzierbarkeit des Konditionierungsergebnisses nicht möglich [68]. Bei den verwendeten Haftsilanen muss darauf geachtet werden, dass deren Haltbarkeitsdatum nicht überschritten ist. Bei der Verwendung überlagerter Silane kommt es zu einem unzureichenden Haftverbund aufgrund der durch Hydrolyse bedingten Verkieselung der siliziumorganischen Verbindung. Mögliche Hydrolysereaktionen sind auch der Grund dafür, das Haftsilan unverzüglich nach dem Abstrahlen aufzutragen. Die Weiterverarbeitung der konditionierten Legierungsoberflächen erfolgt aus diesem Grund zügig.

Verunreinigungen, Berührungen oder ein Abdampfen der Oberflächen wurden auf jeden Fall vermieden. Bei der Herstellung des Klebeverbundes mit PANA VIA F ® erfolgt die Konditionierung der gestrahlten Legierungsoberfläche mit dem Alloy Primer. Das Auftragen der Flüssigkeit erfolgte mit einem Einwegpinsel, eine exakte Dosierung ist nicht möglich. Eine, wenn auch geringfügige Verschmutzung der Oberfläche durch in der Raumluft enthaltene Partikel, ist unter praxisnahen Versuchsbedingungen nicht auszuschließen. Die Auswirkungen auf die Verbundfestigkeit ist aber zu vernachlässigen.

5.2.3 Herstellen des Klebeverbundes

Die mechanischen Eigenschaften des Kompositklebstoffes werden durch das Mischungsverhältnis der Katalysator- und Basispaste beeinflusst. Die Untersuchungen von VIOHL und EICKHOFF [116] zeigten eine Abhängigkeit von der Löslichkeit, die von KULLMANN [48] eine Abhängigkeit der Filmdicke und der Oberflächenhärte von der Dosierung.

Das Befestigungskomposit Compolute ® wurde als Kapselsystem verwendet (Compolute ® Aplicap ®). Durch das Mischen der Kapseln im Hochfrequenzrüttler konnte ein homogenes, blasenfreies Anmischen des Materials erreicht werden. Mit der Verwendung des Kapselsystems ist es möglich, das genau vorgegebene Mischungsverhältnis exakt einzuhalten und eine reproduzierbare Anmischqualität zu gewährleisten. Durch das Verwenden des Kapselsystems werden die möglichen individuellen Verarbeitungsfehler durch den Anwender und deren Folgen für die Verbundfestigkeit minimiert.

Der Kompositklebstoff PANA VIA F ® wurde als Zwei-Pasten-System angewendet. Eine exakte Reproduzierbarkeit der gleichen Mengen wird durch an den Kartuschen angebrachte Markierungen gewährleistet. Durch die Anzahl der Gewindeumdrehungen kann ein stets gleiches Mischungsverhältnis der Komponenten sichergestellt werden. Durch genaues, den Herstellerangaben entsprechendes Anmischen und durch die guten viskösen Eigenschaften des Materials, wird das Untermischen von Luftblasen so gut wie ausgeschlossen.

Um zufällige Schwankungen des Polymerisationsgrades nach erfolgter Klebung auszugleichen, wurden die Prüfkörper einer 24stündigen Trockenlagerung unterzogen [8]. Das Kleben in der Zahnheilkunde erfolgt unter klinischen Bedingungen auf Grund der komplexen Fügeteilgestaltung und des komplexen Arbeitsablaufes manuell. Eine Standardisierung durch geeignete Vorrichtungen, wie sie bei Industrieklebungen erfolgt, ist unter klinischen Bedingungen nicht möglich. Der Druck, der während des Abbindevorgangs auf den Klebstoff einwirkt, hat Einfluss auf dessen Filmdicke, die wiederum die Verbundfestigkeit beeinflusst. Um die Klebungen unter In-vivo Bedingungen zu simulieren, wurde das Fügen der Prüfkörper von Hand durchgeführt. Es wurde darauf geachtet, dass die Klebeflächen genau aufeinander passten, so dass eine möglichst gleichmäßig dicke Klebeschicht resultierte. Um die Stabilität der Klebung während der Polymerisation zu gewährleisten, wurden die Metallplättchen mit einer Klemme fixiert. Es wurden jeweils die gleichen Klemmen benutzt, so dass der ausgeübte Anpressdruck gleich war. Der überschüssige Klebstoff wurde vor dem Aushärten mit einem Spatel entfernt.

5.2.4 Berechnung der Klebeflächen

Mit einer geeichten Bügelfeinmessschraube wurden die Kanten der Klebeflächen auf den zehntel Millimeter genau vermessen. Die Berechnung der Verbundflächen erfolgte für jede Klebung separat. Für die Ermittlung der individuellen Verbundfläche wurde das Produkt aus den gemessenen Kantenlängen und -breiten gebildet. Die Summe der beiden Klebeflächen eines Prüfkörpers ergab die Gesamtverbundfläche. Bei der Messung der Kantenlängen kann es zu Messungenauigkeiten kommen, die Einfluss auf die Größe der Verbundfläche haben. Der ermittelte Messfehler beeinflusst die Größe der Verbundfläche mit 0,25 %, das entspricht $0,01 \text{ mm}^2$ nur unwesentlich.

5.3 Die Verbundfestigkeitsprüfung

5.3.1 Abscherversuch

Bei dem in der vorliegenden Untersuchung gewählten Prüfverfahren handelt es sich um einen Abscherversuch. Der Druck-Abscherversuch stellt unter Berücksichtigung kaufunktioneller Belastungsformen, bei denen überwiegend Scherkräfte in die Verbundzone eingeleitet werden, ein geeignetes, praxisrelevantes Prüfverfahren dar [37, 110]. Die Verbundschicht wird durch Druckkräfte parallel zur Verbundfläche bis zum Bruch belastet. Nach Untersuchungen von KAPPERT [37] und TILLER et al. [110] ist der Abscherversuch für die Simulation der im Munde auftretenden Kaubelastungen besonders gut geeignet und von einer aussagekräftigen klinischen Relevanz. Eine genaue Aussage ist nur möglich, wenn die einwirkende Kraft auf den abzuscherenden Prüfkörper genau im rechten Winkel auftrifft und die Klebefläche senkrecht belastet wird. Durch die verwendete Abschervorrichtung und die vereinheitlichten Prüfkörpermaße, wurden die Proben immer im rechten Winkel und an der gleichen Stelle belastet, was eine Reproduzierbarkeit der Messergebnisse ermöglicht.

5.3.2 Auswertung der Klebeflächen

Die Auswertungen der Bruchflächen durch visuelle Kontrolle sollte klären, um welchen Bruchmechanismus es sich bei den abgescherten Prüfkörpern handelte. Beim Bruch des Metall-Kunststoff-Verbundes kann ein adhäsives oder kohäsives Versagen der Verbundmechanismen eintreten. Der adhäsive Bruch führt zu einem Verlust der Haftung des Kompositklebstoffes am Metall, ein kohäsiver Bruch dagegen ist durch ein Materialversagen des Kompositklebstoffes gekennzeichnet. Die Wertung der Bruchqualität erfolgte durch visuelle Begutachtung der Klebeflächen nach dem Bruch. Als Kriterium galt das Vorhandensein von Kompositklebstoff auf der Metalloberfläche nach dem

Abscherversuch. Haftete auf den Prüfkörperoberflächen nach dem Abscheren Kunststoff, handelte es sich um einen kohäsiven Bruch. War nach dem Abscheren eine freiliegende Metalloberfläche zu beobachten, lag ein adhäsives Bruchversagen der Klebeverbindung vor. Für einen dauerhaften Metall-Kunststoff-Verbund wäre ein rein kohäsiver Bruch des Klebeverbundes im Kunststoff zu bevorzugen.

5.4 Diskussion der Messergebnisse

5.4.1 Vergleich der Haftfestigkeitswerte der untersuchten Verbundsysteme nach unterschiedlicher künstlicher Alterung

Für einen stabilen und mundbeständigen Metall-Kunststoff-Verbund wird nach dem Ergänzungsentwurf zur ISO 10477 eine Mindestverbundfestigkeit von 5 MPa gefordert [34]. Wird dieser Wert als Referenzwert betrachtet, kann nach den Ergebnissen der vorliegenden Untersuchung mit den verwendeten Verbundverfahren ein hydrolysestabiler Metall-Kunststoff-Verbund erzielt werden. In der Literatur sind zahlreiche Verbundfestigkeitsprüfungen für den Metall-Kunststoff-Verbund dokumentiert und beschrieben worden. Die Untersuchungen variieren im Versuchsaufbau und der Versuchsanordnung. Für die Versuchsdurchführungen wurden verschiedene Materialien und Oberflächenkonditionierungsverfahren verwendet. Bei der vergleichenden Interpretation der Ergebnisse ist zu berücksichtigen, dass die ermittelten Abscherfestigkeiten unter anderem stark von der Oberflächenmorphologie der Verbundflächen und den gewählten Versuchsparametern, wie z.B. der Vorschubgeschwindigkeit der Prüfmaschine, beeinflusst werden [16, 64, 110]. Da die initial erreichbaren Haftwerte keine Aussage über die zu erwartende klinische Langzeitstabilität von Kunststoff-Metall-Verbundsystemen zulassen, werden in der Literatur zahlreiche In-vitro Prüfverfahren zur Simulation intraoraler Belastungen angegeben [16]. Da es für die Prüfung des Metall-Kunststoff-Verbundes zur Zeit keine allgemeingültige und verbindliche Norm

gibt, sollte ein Vergleich der Ergebnisse kritisch hinterfragt werden. Vergleichend weisen die in der vorliegenden Arbeit untersuchten Metall-Kunststoff-Verbundverfahren in Abhängigkeit zum verwendeten Kompositklebstoff unterschiedliche Verbundfestigkeiten nach unterschiedlicher künstlicher Alterung auf. Innerhalb der untersuchten Verbundkombinationen sind Unterschiede der Verbundfestigkeitswerte zwischen den verschiedenen Lagerungsarten ersichtlich. Die Variation der Abscherfestigkeiten wird durch die unterschiedlichen Lagerungsbedingungen beeinflusst.

WIRZ [118] konnte für den Metall-Kunststoff-Verbund im Abscherversuch mit dem Silicoater MD-Verfahren Abscherfestigkeiten von ca. 27 MPa und für das Rocatec-Verfahren von 37 MPa messen. Die in der vorliegenden Untersuchung ermittelten Abscherfestigkeiten nach Trockenlagerung sind mit 15,7 MPa und 12,3 MPa wesentlich niedriger. Ein direkter Vergleich sollte kritisch erfolgen, da Unterschiede im Aufbau der Abschervorrichtungen und in der künstlichen Alterung bestanden. In den Versuchen von WIRZ wurde ein Traversenvorschub von 5 mm pro Minute gewählt. Dieser Wert entspricht dem fünffachen des in dieser Untersuchung gewählten Vorschubs. Durch den schnelleren Traversenvorschub wird der Aufbau des Kraftfeldes, das sich materialabhängig in einem bestimmten Zeitraum über der Verbundfläche aufbaut, erschwert [110]. Durch diese Tatsache sind Unterschiede der gemessenen Verbundfestigkeitswerte zu erklären. Die Ergebnisse dieser Untersuchung zeigen für beide Silikatisierungsverfahren in Übereinstimmung mit bisherigen Studien klinisch akzeptable Ergebnisse.

Die Verbundfestigkeitswerte, die nach Silikatisierung mit dem Rocatec- und Silicoater-Verfahren unter Verwendung von Compolute® erzielt wurden, liegen für beide Verfahren auf ähnlich hohem Niveau. Beim Vergleich beider Verfahren ist eine minimal höhere Verbundfestigkeit für das Rocatec-Verfahren nach Wasserlagerung und 5000 Zyklen Temperaturwechsellast zu erkennen. Auf Grund der in dieser Untersuchung erreichten Verbundfestigkeitswerte kann festgestellt werden, dass mit beiden Verfahren ein adäquater, hydrolysebeständiger Metall-Kunststoff-Verbund erzielt werden kann. Die von MEINERS [67] festgestellte Überlegenheit des Rocatec-Verfahrens in Bezug auf

Beständigkeit gegenüber künstlicher Alterung kann nicht bestätigt werden. Die Verbundfestigkeiten nach flammenpyrolytischer Oberflächenkonditionierung zeigen Unterschiede in Abhängigkeit zum verwendeten Kompositkunststoff. Die mit Compolute ® verklebten Prüfkörper zeigen im Gegensatz zu den mit PANAVIA F ® verklebten, im Mittel weitgehend kontinuierliche Verbundwerte nach unterschiedlicher künstlicher Alterung. Der Vergleich der vorliegenden Maximal- und Minimalwerte lässt dagegen keine Diskrepanzen zwischen beiden Materialien erkennen. Die schwankenden Verbundfestigkeiten können durch das unterschiedliche Verhalten der Kompositmaterialien nach künstlicher Alterung bedingt sein. Die großen Streuungen der Haftwerte sind ein zentrales Problem der Haftfestigkeitsprüfungen von Kunststoff-Metall-Verbunden [21], Standardabweichungen von bis zu 30 % sind keine Seltenheit.

Die hydrolytische Degradation des Kompositklebstoffes bedingt eine Änderung seiner physikalischen Eigenschaften, welche die Verbundfestigkeit beeinflussen. Durch andere Autoren wird bestätigt, dass Art und Aufbau des für die Klebung verwendeten Kompositmaterials Einfluss auf die Abscherfestigkeit des Verbundsystems Kunststoff-Metall hat. Diese Feststellung kann durch die vorliegenden Ergebnisse bestätigt werden. Eine visuelle Kontrolle der flammenpyrolytisch aufgetragenen Silikatschicht ist nicht gegeben, dadurch können verfahrensbedingte haftmindernde Einflüsse nicht ausgeschlossen werden.

5.4.1.1 Oberflächenkonditionierung mit dem Rocatec-Verfahren und Klebung mit Compolute ®

In der vorliegenden Arbeit konnten für den mit dem Rocatec-Verfahren hergestellten Metall-Kunststoff-Verbund über die Gesamtdauer des Versuches nur geringe Änderungen der Verbundfestigkeiten festgestellt werden. Diese Feststellung bestätigt die Ergebnisse der Untersuchungen von KERN et al. [38]. Die für den Metall-Kunststoff-Verbund im Ergänzungsentwurf zur ISO 10477 geforderte Mindesthaftfestigkeit von 5 MPa konnte in dieser Untersuchung nach

jeder künstlichen Alterung ausnahmslos erreicht und deutlich überschritten werden [38]. Die höchste Verbundfestigkeit wurde nach 180 Tagen Wasserlagerung mit 13,36 MPa gemessen, nach 10000 Zyklen Temperaturwechsellast ist ein Abfall auf 11,35 MPa zu beobachten. Diese Feststellung bestätigt die Ergebnisse von Untersuchungen anderer Autoren [2, 14, 22, 39] (siehe Kapitel 2.2.6). Die dort ermittelten Verbundfestigkeitswerte zeigen tendenziell eine Übereinstimmung mit den Ergebnissen, die dieser Untersuchung zu Grunde liegen.

Erklärt werden kann diese Beobachtung dadurch, dass Wasser durch Diffusion auch bei einer spaltfreien Klebung in das hydrophile Klebepolymer gelangt. Durch das absorbierte Wasser wird das Klebepolymer plastisch und quillt. Die Polymerketten werden auseinander gedrängt und an wasserempfindlichen Stellen gespalten. Das Wasser wirkt als reversibler Weichmacher. Durch das Quellen der organischen Matrix kommt es zu einer Abnahme der Polymerisationsspannungen innerhalb des Kunststoffes. Durch diese Aussage kann die in dieser Arbeit festgestellte und in den Untersuchungen von GUGGENBERGER [22] und KERN [38] bestätigte zeitlich begrenzte Zunahme der Verbundfestigkeit nach Wasserlagerung erklärt werden. Durch die ungleichmäßige Quellung des Klebepolymer nach Wasseraufnahme kommt es zur erneuten Ausbildung von Spannungen im Kunststoff. Diese mechanischen Spannungen fördern das Entstehen von Mikrospalten und -rissen. Durch die Kapillarwirkung wird das Eindringen von Wasser in den Klebeverbund beschleunigt und gefördert. Durch Belastung im Temperaturwechselbad werden die Spannungen im Klebepolymer durch die unterschiedlichen thermischen Längenänderungen der miteinander verklebten Materialien verstärkt. Das vermehrte Eindringen von Wasser in den Klebeverbund hat eine Minderung der Verbundfestigkeit zur Folge.

In der vorliegenden Untersuchung konnten diese hohen Verbundfestigkeitswerte, die in der Literatur zum Teil beschrieben werden, (siehe Kapitel 2.6.2) nicht bestätigt werden. Bei dem Vergleich der Messwerte muss jedoch der unterschiedliche Versuchsaufbau sowie Unterschiede beim pyrolytischen Auftrag der silikatischen Zwischenschicht berücksichtigt werden [97].

5.4.1.2 Flammenpyrolytische Oberflächenkonditionierung und Klebung mit Compolute ®

Bei dem nach flammenpyrolytischer Oberflächenkonditionierung und Klebung mit Compolute ® hergestellten Klebeverbund findet sich entsprechend den unterschiedlichen Lagerungsbedingungen eine ähnliche Rangfolge der Verbundfestigkeiten wie für das Rocatec-Verfahren. Die nach dem Ergänzungsentwurf zur ISO 10477 geforderte Mindesthaftfähigkeit von 5 MPa [34] wird jedoch unter allen Lagerungsbedingungen überschritten. Der Einfluss von künstlicher Alterung in Form von Feuchtigkeitslagerung und/oder Temperaturwechsellast auf die Verbundfestigkeit wird in der Literatur widersprüchlich beschrieben. Die Aussagen reichen von einer Zunahme der Verbundfestigkeit [35, 70, 76], über gute Feuchtigkeitsbeständigkeit [108] bis zu einer deutlichen Abnahme der Verbundfestigkeit [67]. Die Verringerung der Verbundfestigkeit unter Wassereinwirkung wird von einigen Autoren [101, 102] mit der Tatsache begründet, dass es zur Einlagerung von Wasser und damit zur Quellung der Silanschicht kommt. Dieses Ergebnis steht im Gegensatz zu den Untersuchungen von MUSIL et al. [70], die einen Zuwachs der Verbundfestigkeit nach Wasserlagerung für das Silicoater-Verfahren ® beschreiben. Sie führen den Zuwachs auf eine nachträgliche Verkieselung der silanisierten Oberfläche zurück. Die Tatsache, dass es nach Lagerung der Proben im wässrigen Milieu zu einer Erhöhung der Haftfestigkeit kommt, kann durch die vorliegende Untersuchung nicht bestätigt werden. Vielmehr wurde eine Verringerung der Abscherfestigkeit nach Wasserlagerung beobachtet. Durch flammenpyrolytische Silikatisierung der Legierungsoberfläche konnte nach künstlicher Alterung keine wesentliche Änderung der Verbundfestigkeit festgestellt werden. Ähnliche Ergebnisse können durch die Untersuchungen anderer Autoren [35, 52] bestätigt werden.

5.4.1.3 Flammenpyrolytische Oberflächenkonditionierung und Klebung mit PANA VIA F ®

Der nach Auftrag einer silikatischen Zwischenschicht mit dem modifizierten Gasbrenner und PANA VIA F ® hergestellte Metall-Kunststoff-Verbund zeigte nach 90 Tagen Wasserlast im Vergleich zur Trockenlagerung einen temporär begrenzten Anstieg der Verbundfestigkeit von 9,54 MPa auf 11,35 MPa. Eine dauerhafte Erhöhung der Haftfestigkeit nach Lagerung im wässrigen Milieu kann durch die vorliegenden Ergebnisse nicht bestätigt werden, da nach 180 Tagen Wasserlast mit 9,19 MPa der nach Trockenlagerung ermittelte Wert unterschritten wurde. Eine Zunahme der Verbundfestigkeit in Abhängigkeit zur Dauer der Wasserlagerung wurde auch von anderen Autoren beobachtet [22, 24, 38, 53]. Dabei muss die Wirkung des Wassers auf die Silanschicht und das Kompositmaterial differenziert betrachtet werden. Qualitative Veränderungen beider Stoffe unter Wassereinwirkung müssen berücksichtigt werden und können Einfluss auf die Verbundfestigkeit haben. Durch die vorliegende Arbeit, kann die in den Untersuchungen von MARX und EGGERT [62, 63] festgestellte Beeinflussung des Metall-Kunststoff-Verbundes durch Veränderungen der physikalischen Eigenschaften des Klebepolymers, in Bezug auf Beständigkeit gegenüber Wasserlast und thermischer Wechselbelastung, bestätigt werden. LÜTHY et al. [52] konnten eine signifikante Zunahme der Verbundfestigkeit nach 33 Tagen Wasserlagerung feststellen. Durch die in die Klebeschicht eindiffundierenden Wassermoleküle kommt es zu einer Plastifizierung der Klebeschicht, was einen Abbau der Spannungsspitzen zur Folge hat [45, 77]. Ein Rückgang der Verbundfestigkeit wird in der Literatur erst nach länger andauernder Feuchtigkeitsexposition beschrieben und kann durch die vorgelegten Ergebnisse bestätigt werden [26, 58, 85]. Der Mechanismus, der der hydrolytischen Degradation des Metall-Kunststoff-Verbundes durch Quellung des Klebepolymers zu Grunde liegt, wurde im Kapitel 5.4.1.1 erläutert. MUSIL und TILLER [75] sowie JAKOB und MARX [35] führen die Zunahme der Verbundfestigkeit unter Wasserlast auf qualitative Veränderungen der Silanschicht durch Wassereinlagerung zurück. Im Verbundsystem kommt es zu

einer nachträglichen Verkieselung der silanisierten Metalloberfläche und damit zu einer Erhöhung der Verbundfestigkeit. Die Untersuchung der Bruchqualitäten ergab ein überwiegend adhäsives Versagen des Klebeverbundes. Der Einfluss der künstlichen Alterung auf die physikalischen Eigenschaften des Klebepolymers und damit die Verbundfestigkeit, kann durch die vorliegende Arbeit bestätigt werden.

5.4.1.4 Oberflächenkonditionierung mit Alloy Primer und Klebung mit PANA VIA F ®

Die erreichten Verbundfestigkeitswerte nach Konditionierung mit dem Alloy Primer und Klebung mit PANA VIA F ® widersprechen den Ergebnissen anderer Autoren [79, 105]. Sie ermittelten nach längerer Wasserlagerung und Belastung im Temperaturwechselbad keine Abnahme der Verbundfestigkeit. Ursache für die im Vergleich schlechteren Verbundfestigkeitswerte können durch die längere Wasserlagerung und Temperaturwechselbadbelastung bedingt sein [84]. Die Ursache für die geringeren Verbundwerte kann auch im Abscherversuch begründet sein. Durch den Schertest wird das Verbundsystem überwiegend Schubbelastungen ausgesetzt. Dadurch wird der Kunststoff stärker auf seine Eigenfestigkeit, also auf Kohäsion beansprucht. Auf Grund der Scherkräfte treten innerhalb des Materials Spannungen auf. Das Ausmaß der Spannungen ist abhängig vom Verformungsgrad des Kunststoffes. Bei Scherbelastung nimmt die Spannung bei großen Verformungen kaum noch zu [44]. Wegen des hohen Verformungsgrades bricht der Kunststoff schon bei viel niedrigeren Spannungen. Das bedeutet für die Verbundfestigkeitsprüfung, dass bei Anwendung des Schertestes der Kunststoff, bei ausreichend großer Verbundfestigkeit, die Prüfbelastung nicht mehr auf die zu testende Grenzfläche übertragen kann. Die Folge ist das Auftreten eines kohäsiven Bruchs im Kunststoff [64]. Die Untersuchung der Bruchqualität in der vorliegenden Arbeit ergab für diese Verbundkombination in der Mehrzahl kohäsive Brüche innerhalb des Kunststoffes. Diese Feststellung kann durch die Untersuchungen von

MARX und HAAS [64] bestätigt werden. Die von ihnen nach Durchführung des Abscherversuches untersuchten Prüfkörper zeigten in der Mehrzahl der Fälle sichelförmige Ausrisse im Kunststoff. Die Begründung dafür liegt in der für den Kunststoff typischen Deformation.

5.5 Diskussion des Verfahrens

Mit dieser Arbeit wurde untersucht, inwieweit das Oberflächenkonditionierungsverfahren und der verwendete Kompositklebstoff Einfluss auf den Verbund Metall-Kunststoff haben.

Die Prüfkörperherstellung, der Versuchsaufbau sowie die Versuchsanordnung wurden so gewählt, dass die Durchführung des Abscherversuches klinischen Vorgaben entspricht. Das angewendete Prüfverfahren erwies sich für die Beantwortung der dieser Arbeit zu Grunde liegenden Fragestellung als geeignet. Durch die gewählten Prüfparameter sind die Messwerte der verschiedenen Prüfserien untereinander gut zu vergleichen.

Der gewählte Abscherversuch stellt ein geeignetes Verfahren dar, die in der Mundhöhle auftretenden Kräfte zu simulieren. Mit ihm ist eine praxisnahe Prüfung des Metall-Kunststoff-Verbundes unter In-vitro Bedingungen möglich, da die Richtung der auftretenden Scherkräfte denen im Mund entspricht.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass die Messreihen eine hohe Reproduzierbarkeit besitzen. Verglichen mit der vorliegenden Literatur, scheint auch die Richtigkeit und Genauigkeit der Messwerte ausreichend zu sein.

Der gewählte Versuchsaufbau ist, bedingt durch die einfachen Geometrien des Prüfkörpers, robust gegen Verarbeitungseinflüsse.