

3 EIGENE UNTERSUCHUNGEN

3.1 Übersicht der Methodik

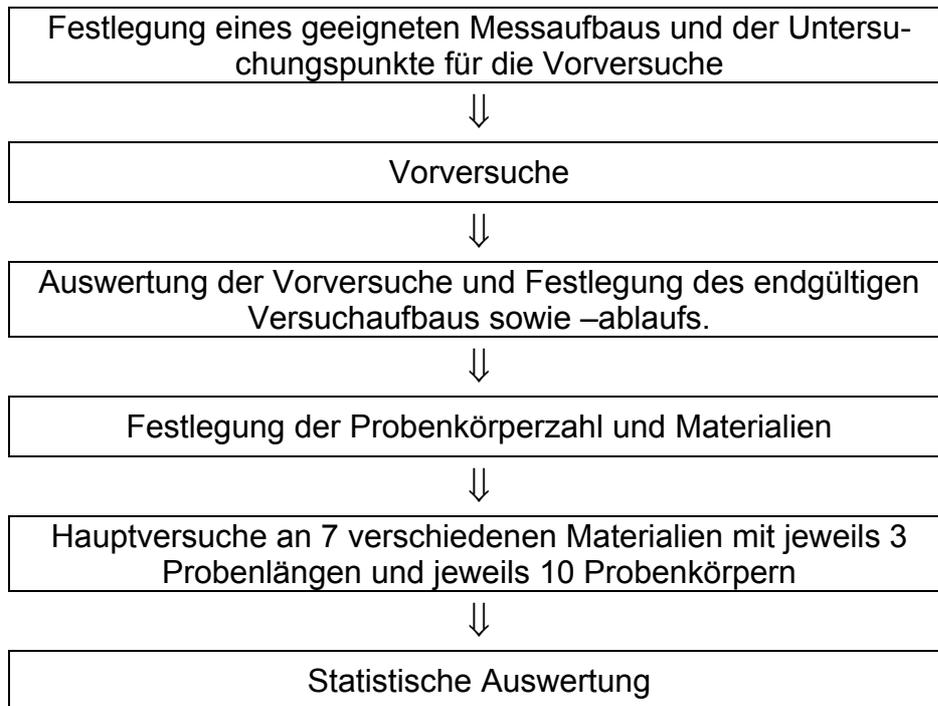


Tabelle 3-1: Untersuchungsplan

3.2 Versuchsaufbau

Die Kraftmessung des Versuchsmaterials erfolgt an einer Universalprüfmaschine vom Typ Instron 6025. Auf dem nachstehenden Foto ist im Ausschnitt die Universalprüfmaschine mit der Messdose (oben), den beiden Probenstempeln, den beiden Polymerisationsgeräten (Translux CL, Fa. Heraeus-Kulzer) und der beweglichen Traverse (unten) abgebildet.

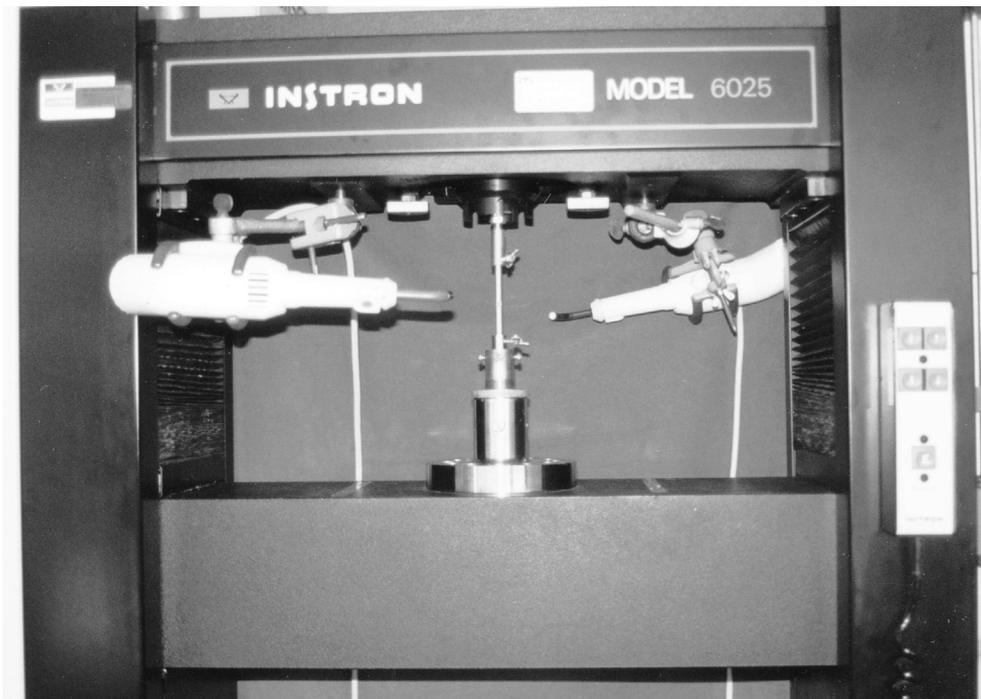


Abb. 3-1: Versuchsaufbau (Erläuterung im Text)

Die Daten werden an der Steuereinheit von dem Monitor abgelesen. Standardmäßig lagen keine geeigneten Befestigungsmöglichkeiten für die Prüfkörper vor. Zur Herstellung eines stabilen und einfach handzuhabenden Aufbaus wurden die entsprechenden Adapter für die Aufnehmer der Universalprüfmaschine angefertigt. Die zwei Probenstempel werden über einen Adapter in die Messdose und Traverse der Universalprüfmaschine eingespannt. Mit zwei um 180° versetzt angeordneten und wegdrehbaren Polymerisationsgeräten erfolgt die Lichthärtung.

Nach dem Schrifttum (16, 40, 111) sind Spannungen bis 2,5 MPa zu erwarten, bezogen auf die Fläche des Probekörpers mit 6 mm Durchmesser ist die Anwendung einer Messdose bis max. 100 N ausreichend. Der Lastaufnehmer erfährt konstruktionsbedingt bei einer Volllast von 100 N eine lineare Längenänderungen von 0,07 mm (87).

Der Versuchsaufbau ist für die Vor- und Hauptversuche nahezu identisch.

3.3 Versuchsdurchführung

Die vorbehandelten Probenstempel aus Stahl (Abb. 3-2) werden über einen Messingadapter in eine Messdose und in die Traverse der Universalprüfmaschine eingespannt (Abb. 3-3). Der Abstand der Probenstempel wird auf 0 mm tariert, indem die Haftflächen druckfrei auf Kontakt gebracht werden. Die Probenlänge wird über die Wegangabe der Universalprüfmaschine eingestellt und als Rückfahrpunkt fixiert. Das Versuchsmaterial wird zwischen die Probenstempel appliziert, die Polymerisationsgeräte ausgerichtet und der Versuch gestartet. Es erfolgt eine regelmäßige Messung der Kraft in definierten Zeitabständen. Die Experimente finden in einem klimatisierten Raum statt, um die Versuchsdaten nicht durch thermisch anfällige Bestandteile, vor allem durch den metallenen Aufbau, zu verfälschen.

Für die genauere Definition des Hauptversuchaufbaus werden Vorversuche (Kap. 3.4) durchgeführt.

3.3.1 Probenstempel

3.3.1.1 Auswahl und Herstellung

Die Probenstempel bestehen aus Rund-Edelstahl V2A mit einem Elastizitätsmodul von 200 GPa (176) und werden aus industriellen Stahlstangen geschnitten. Sie haben einen Durchmesser von 6 mm ($r = 3$ mm) und eine Höhe von 50 mm. Entsprechende Probenstempel verwendeten auch schon von BOWEN und ALSTER (2, 19). Jeweils eine Stirnfläche, die als Haftfläche verwendet werden soll, wird mit einer Karborundscheibe (Typ TF250, Fa. Jean Wirtz) senkrecht zur Längsachse plan geschliffen, damit die Haftflächen bei der Montage in die Messapparatur parallel zueinander liegen.

3.3.1.2 Vorbereitung der Haftflächen

Die Haftflächen werden mit dem System ESPE-Rocatec als Verbund zum Composites beschichtet. Das Rocatec-System der Firma Espe zielt auf einen adhäsiven Verbund zwischen Legierungen und Kunststoffen. Mit diesem Verfahren wird die Legierungsoberfläche durch Sandstrahlung mit Korund gereinigt und konditioniert. Kurz vor dem Versuch werden die Haftflächen mit der Flüssigkeit ESPE-Sil benetzt, die silanierte Oberfläche ermöglicht dann den Verbund zum Composites (149). Auf der folgenden Abbildung (Abb. 3-2) sind die Probekörper mit den vorbereiteten Haftflächen dargestellt. Diese Vorbehandlung ist nach PFEIFFER, welcher minimale Haftwerte von 9 MPa gemessen hat, ausreichend, und es werden Messfehler vermieden, welche bei einem teilweisen Haftungsverlust auftreten könnten (149).

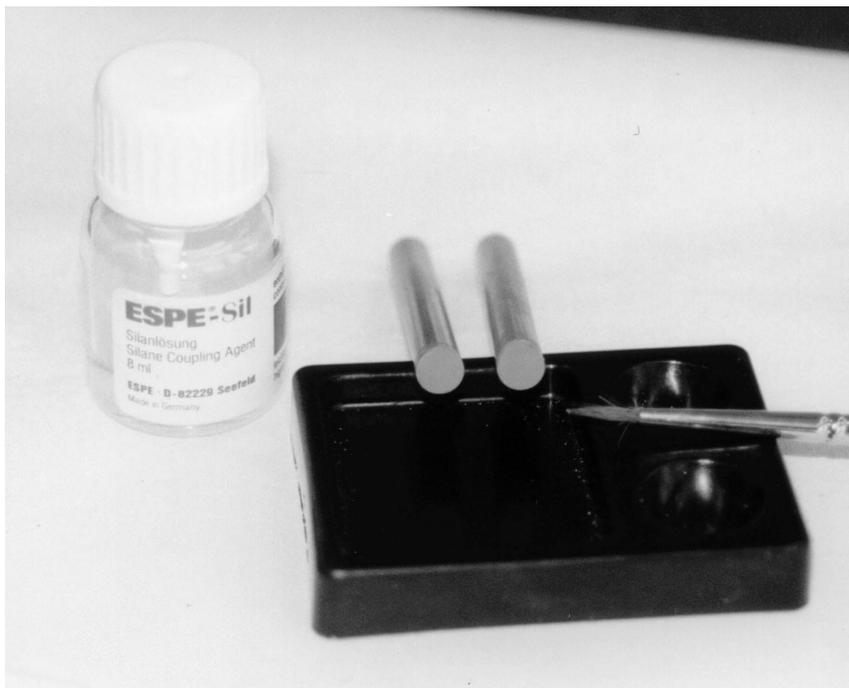


Abb. 3-2: Probekörper beim Benetzen der Haftfläche

3.3.2 Applikation der Materialien und Polymerisation

Größere Probenlängen von mehr als 3 mm können nicht ohne Unterstützung zwischen den beiden Stempeln appliziert werden, weil sonst das Untersu-

chungsmaterial wegfließt. Daher wird eine ca. 8 - 10 mm hohe Manschette aus einem Polyethylenschlauch mit einem Durchmesser von 6 mm abgeschnitten, geschlitzt, und um die beiden Stempel gelegt.

Nach der Einstellung der Probenlänge über die Wegangabe der Universalprüfmaschine (Abb. 3-3 links) wird der Abstand zwischen den Haftflächen vergrößert und das Material in die Manschette appliziert, welche an dem Probenstempel anliegt. Der Rücklauf auf die vorher eingestellte Probenlänge wird ausgelöst und ist in der Abb. 3-3 rechts dargestellt. Das überschüssige Material quillt aus dem Entlastungsschlitz oder über der Kante des Probenstempels heraus. Der Überschuss wird mit einem Skalpell bündig entfernt. Bei Beginn der Messung wird die Messeinrichtung auf 0 N tariert.

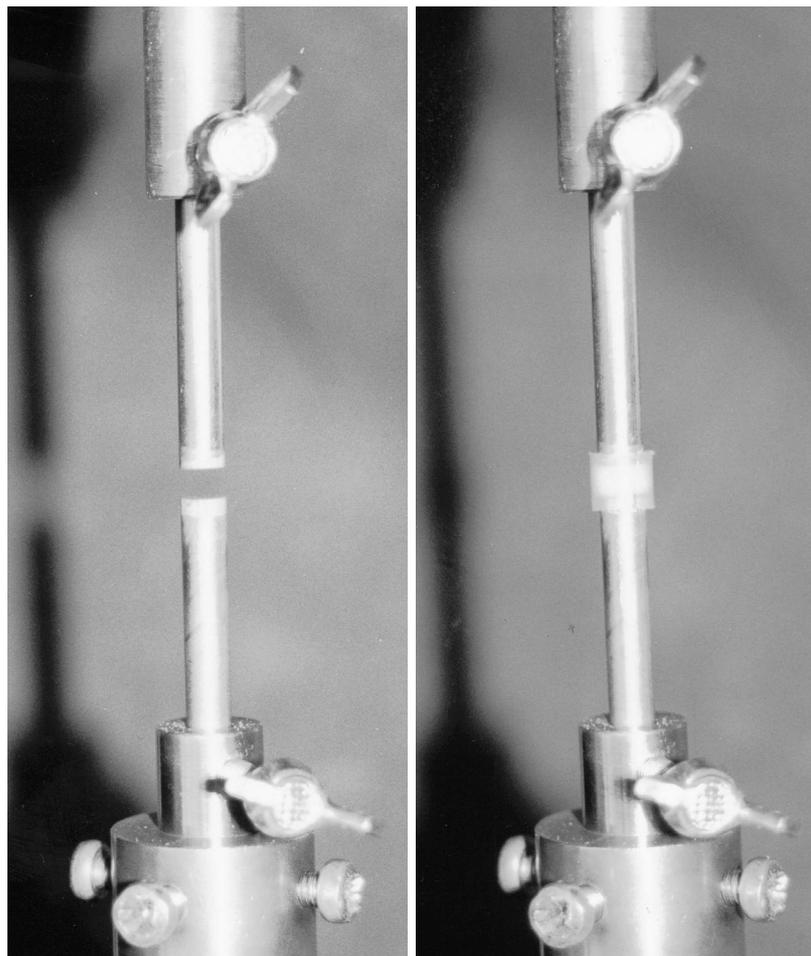


Abb. 3-3: 1. Probekörper auf Distanz 4 mm (links),
2. Material appliziert und gestützt durch Manschette (rechts)

Die Lichthärtung erfolgt mit zwei um 180° versetzt angeordneten Polymerisationsgeräten (Translux CL, Fa. Heraeus-Kulzer), wobei die Lichtaustrittsöffnungen mit einem Durchmesser von 7,5 mm etwa 3 mm von der Compositeoberfläche entfernt sind (Abb. 3-4). Die Laborstoppuhr (Fa. Junghans) und die Polymerisationsgeräte werden gleichzeitig gestartet. Einmal pro Versuchstag wird durch ein Luxmeter die Lichtintensität der Polymerisationsgeräte überprüft, damit ein Abfall der Lichtstärke erkannt und korrigiert werden kann.

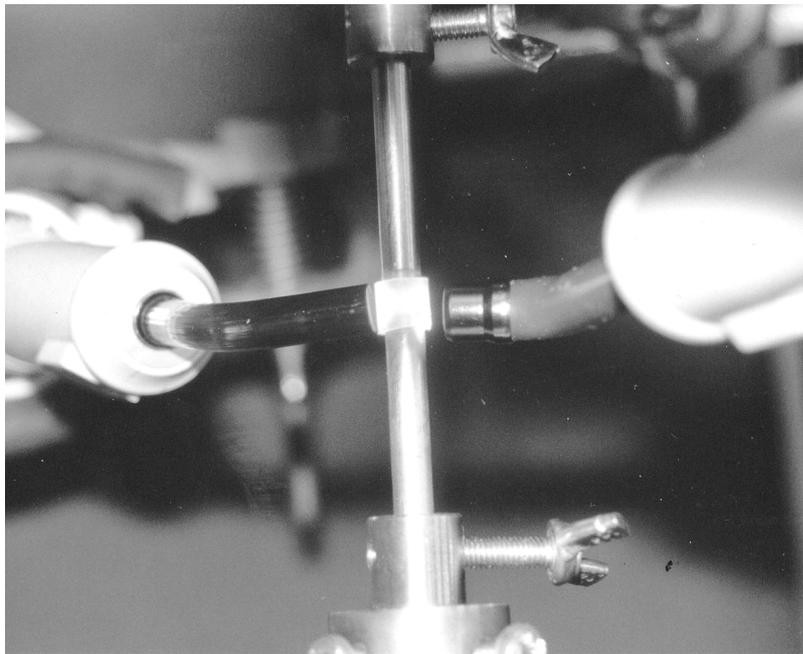


Abb. 3-4: Probekörper während der Bestrahlung

Mit der Anwendung von zwei Polymerisationsgeräten wird eine maximale Polymerisationstiefe von 3 mm, dem halben Durchmesser der Proben, erreicht. Auch wenn dies die obere Grenze für einen nicht geschichteten Compositekörper ist, kann eine komplette Durchhärtung erfolgen (187).

3.3.3 Messung

Zu dem Zeitpunkt 0 werden die beiden gegenüberliegenden Halogen-Polymerisationsgeräte eingeschaltet und die Raumtemperatur und Luftfeuchtigkeit gemessen (Abb. 3-4). Während der Polymerisation und danach wird die

Kraft im Zeitabstand von 10, 20, 30, 40, 50, 60 Sekunden und im Minutenabstand bis 6 Minuten dokumentiert.

Dieser Typ der Universalprüfmaschine ist nicht für eine statische Messung über einen längeren Zeitraum ausgelegt und es kann keine kontinuierliche Erfassung der Daten auf einem PC erfolgen. Aus diesem Grund werden die Daten in festen Zeitabständen vom Bildschirm abgelesen.

3.4 Vorversuche

Ziel der Vorversuche ist es, die Tauglichkeit des Versuchsaufbaus sowie die Relevanz der verschiedenen Umgebungsvariablen, Probenlängen und Applikationsarten zu untersuchen, welche dann bei den Hauptversuchen berücksichtigt werden sollen. In den Vorversuchen wird daher geklärt, ob Unterschiede bei verschiedenen Probenlängen, durch die Anwendung einer Manschette, bei unterschiedlichen Polymerisationszeiten oder bei Feuchtigkeitseinwirkung nach der Polymerisation messbar sind. Eine Übersicht der verschiedenen Reihen ist in der Tabelle 3-2 dargestellt.

3.4.1 Material

Für die Vorversuche wird zur Vergleichbarkeit der Reihen das Material Prisma Fil (Firma Dentsply) verwandt. Die Materialeigenschaften sind in der Tabelle 3-4 aufgeführt.

3.4.2 Probenlänge

In der Untersuchung sollen praxisrelevante Probenlängen verwendet werden. Das Volumen spielt hierbei eine untergeordnete Rolle, da dies bei gleichem C-Faktor keine beeinflussende Größe bei der Spannungsmessung ist (58, 80). Es werden drei unterschiedliche Probenlängen mit der Verdoppelung der Höhe von 2 mm auf 4 mm und 8 mm untersucht. Hierbei soll auch geklärt werden, ob

eine Messdose für den Bereich von 1 - 100 N ausreicht. Es werden die Versuchsreihen, jeweils mit den Rahmenbedingungen einer Bestrahlungsdauer von 60 Sekunden mit Polyethylenmanschette ohne Wassereinwirkung der Probenlängen von 2, 4 und 8 mm (Reihen E, D, F) gebildet.

3.4.3 Polyethylenmanschette

Zur Herstellung größerer Proben ab ca. 3 mm Länge wird zur Applikation ein Polyethylenschlauch benötigt, welcher als Manschette zur Stützung der unpolymerisierten Materialien dient. Eine eventuelle Haftung des Composites an der inneren Wand der Manschette vermindert die freie Oberfläche der Probe und könnte zu höheren Kräften führen. In pastösem Zustand haften die Composites zumindest an der Polyethylenoberfläche. Es wird untersucht, ob bei den 2 mm hohen Proben während der Aushärtung der Materialien mit und ohne Manschette unterschiedliche Kräfte entstehen. Deshalb werden Versuchsreihen mit (Reihen A, E) und ohne (Reihen C, L) Manschette mit jeweils zwei verschiedenen Bestrahlungszeiten (20 und 60 Sekunden) gebildet.

3.4.4 Bestrahlungszeit / Lichthärtung

Die Geschwindigkeit der Polymerisation und somit die Spannungszunahme ist abhängig von der Bestrahlungszeit. Weiterhin absorbiert die Polyethylenmanschette einen Teil des Kaltlichts der Polymerisationsgeräte. Zur Prüfung, ob die Art und Dauer der Lichthärtung und die Lichtabsorption der Polyethylenmanschette einen Einfluss haben, werden die Messergebnisse der Versuchsreihen mit und ohne Manschette bei 20 und 60 Sekunden Bestrahlungszeit (Reihen A, E, C, L) gegenübergestellt.

3.4.5 Feuchtigkeitseinwirkung

Eine Wassereinwirkung auf Composites kann zu einer hygroskopischen Expansion führen. Hierfür wird ein trichterförmiger Wasserbehälter, Volumen ca.

100 ml, an dem Adapter für die Probenstempel montiert und gefüllt. Nach der Applikation und Lichthärtung der Materialien kann dieser Behälter leicht über die Compositeoberfläche geschoben werden und verbleibt dort bis zum Versuchsende (6 Minuten). Während des Versuchstages ist der Wasserbehälter an der Versuchsanordnung montiert, so dass Werkstoffe und Instrumente die Umgebungstemperatur haben. Zur Klärung der Frage, ob diese Wassereinwirkung auch während der relativ kurzen Messdauer zum tragen kommt, werden 2 mm lange Proben 60 Sekunden bestrahlt und mit (Reihe K) bzw. ohne (Reihe L) Wassereinwirkung untersucht.

Weiterhin soll geprüft werden, ob Unterschiede messbar sind, wenn das Probenmaterial über die Kanten der Probenstempel herausragt und nicht entfernt wird, der Durchmesser der Probe also größer als 6 mm ist. Die Wiederholbarkeit der Proben ist nicht einheitlich möglich, weshalb auf eine Auswertung verzichtet wurde.

3.4.6 Ergebnisse und Auswertung der Vorversuche

Die folgende Tabelle zeigt die Versuchsergebnisse mit den gemessenen Schrumpfkraften nach 6 Minuten:

Reihe \ Merkmal	C	A	L	E	K	B	D	F	G
Probenlänge [mm]	2	2	2	2	2	4	4	8	2
Polyethylenmanschette		X		X		X	X	X	X
Bestrahlungszeit [s]	20	20	60	60	60	20	60	60	5
Feuchtigkeits- einwirkung					X				
Probenanzahl	9	10	9	10	10	9	9	9	5
Ø Kraft nach 6 min [N]	18,3	20,7	21,3	21,2	22,5	25,6	25,7	39,8	9,7
Standard- abweichung [N]	1,0	1,6	2,1	1,3	0,9	2,4	3,9	2,7	2,4
Variations- koeffizient %	5,2	7,9	10,0	6,2	4,1	9,3	15,3	6,8	24,3

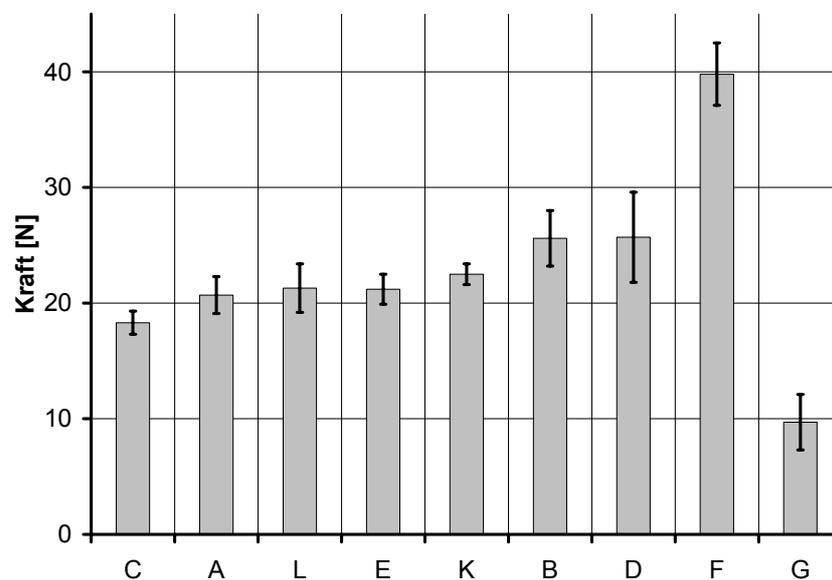


Tabelle 3-2: Gruppen der Voruntersuchungen sowie Ergebnisse

Prüfstatistisch wurde der U-Test nach MANN und WHITNEY für unabhängige, verteilungsfreie Stichproben gewählt. Eine Auswertung erfolgte nur für Reihenpaare mit jeweils einem unterschiedlichen Merkmal (Probenlänge, Manschette, Polymerisationszeit oder Feuchtigkeitseinwirkung). Es wurden folgende Ergebnisse ermittelt:

Reihe	Reihe	C	A	L	E	K	B	D	F	G
C			**	**	***	***	-	-	-	-
A				n.s.	n.s.	-	***	-	-	***
L					n.s.	n.s.	-	-	-	-
E						*	-	**	***	***
K							-	-	-	-
B								n.s.	-	-
D									***	-
F										-

Tabelle 3-3: Vorversuche - Zusammenfassung signifikanter Unterschiede

- = keine statistische Auswertung
- n.s. = $p > 0,05$, nicht signifikant
- * = $p \leq 0,05$, signifikanter Unterschied
- ** = $p \leq 0,01$, hoch signifikanter Unterschied
- *** = $p \leq 0,001$, mit 99,9 % Sicherheit signifikant.

Probenlänge (Reihen A, B, D, E, F):

Die durchschnittliche Kraft am Ende des Messezeitraums liegt bei den 20 und 60 Sekunden lang bestrahlten Probelängen von 4 mm (Reihe B, D) hoch signifikant ($p \leq 0,01$) über der Probelänge von 2 mm (Reihe A, E). Die Signifikanz ist bei dem Vergleich der Probelänge von 4 mm zu 8 mm (Reihen D, F) noch größer ($p \leq 0,001$).

Polyethylenmanschette (Reihen A, C, E, L):

Die Reihe A mit der Polyethylenmanschette entwickelt eine hoch signifikant größere Kraft während der Polymerisationsschrumpfung als die Reihe C ohne Manschette. Dies lässt darauf schließen, dass eine Haftung an der Manschette die freie Oberfläche der Probe vermindert und somit stärkere Zugkräfte entstehen. Dies bestätigt aber nicht die Gegenüberstellung der Ergebnisse der Reihen E und L mit der höheren Bestrahlungszeit, welche keine signifikanten Unterschiede aufweisen. Bei der Entfernung der Proben konnte zudem in keinem Fall festgestellt werden, dass das Probenmaterial mit der Polyethylenmanschette verbunden war.

Bestrahlungszeit (Reihen A, C, E, L):

Zwischen den Bestrahlungszeiten 20 und 60 Sekunden, Reihen A und E, lässt sich kein unterschiedliches Verhalten ermitteln. Bei den Reihen C und L, ohne Polyethylenmanschette, verursacht die nur 20 Sekunden bestrahlte Probe eine hoch signifikant niedrigere Zugkraft. Die Reihe G, deren Proben nicht vollständig durchgehärtet waren, bewirkt gegenüber den Reihen A und E eine mit 99,9 % signifikant geringere Zugkraft.

Feuchtigkeit (Reihen K, L):

Die Benetzung der Proben während der Aushärtung mit Wasser führt zu keiner signifikanten Veränderung der Kraftentwicklung.

3.4.6.1 Folgerung für die Hauptversuche

Am deutlichsten sind Unterschiede bei verschiedenen Probenlängen messbar. Die Polyethylenmanschette hat offenbar keinem Einfluss auf die Kraftentwicklung. Nur die kurze Bestrahlungszeit von 20 Sekunden führt bei Proben ohne Manschette zu geringeren Kräften. Diese Bestrahlungszeit wird bei den Hauptversuchen jedoch nicht angewandt. Das Merkmal Feuchtigkeitseinwirkung wird wegen der fehlenden Signifikanz nicht weiter untersucht.

Eine Weiterführung der Prüfungen in den Hauptversuchen mit einer Gegenüberstellung der Probenlängen erscheint sinnvoll. Erweitert werden soll dies durch die Prüfung verschiedener Materialien.

3.5 Hauptversuche

Da sich der Aufbau aus den Vorversuchen (Kap. 3.4) bewährt hat, werden die Hauptversuche mit dem selben Versuchsaufbau durchgeführt. Zur Herstellung der Proben wird für die Applikation generell eine Polyethylenmanschette verwendet. Die Bestrahlungszeit beträgt 60 Sekunden.

Weiterhin erfolgt die Überprüfung des Haftverbundes zwischen dem Composites und dem Probenstempel nach Abschluss des Versuches, indem die Probe auf Zug belastet wird. Die Messapparatur stoppt bei 100 N den Zugversuch, dem maximalen Messwert der Messdose, so dass nur geprüft werden konnte, ob der Verbund Stahlstempel/Composites standhält. Dies war immer der Fall. Nach dem Versuch werden die Proben auf eine komplette Durchhärtung hin visuell untersucht.

3.5.1 Material und Probenlänge

Untersucht werden sieben Materialien mit unterschiedlichem Füllstoffgehalt und unterschiedlicher Zusammensetzung sowie ein Compomer (Dyract). Die Bezeichnung, Hersteller, Charge, Farbe und die physikalischen Eigenschaften sind in der nachfolgenden Tabelle 3-5 aufgelistet und nach dem Hersteller sortiert. Die Daten zu den Materialeigenschaften beruhen auf den Angaben der Hersteller, herstellerunabhängige Untersuchungen sind mit der Quellenangabe gesondert erwähnt.

Vorversuch		Hauptversuche						
	Dy	Sp	VD	VM	Ch	ChF	Du	
Kürzel:								
Produkt:	Dyract HF	Spectrum TPH	Visio-Dispers	Visio-Molar	Charisma	Charisma F	Durafill VS	
Hersteller:	Dentsply	Dentsply	Espe	Espe	Kulzer	Kulzer	Kulzer	
Farbe:	A3	C2	Standard	Standard	A20 (hell)	A20 (hell)	A20 (hell)	
Chargen-Nr.:	9606142	9606224	166/33011	063/30883	84	23	48	
Füllstofftyp:	Compomer	Hybrid	Mikrofüllstoff	Mikrofüllstoff	Feinstpartikel-hybrid	Feinstpartikel-hybrid	Mikrofüllstoff	
Füllstoffgehalt (Gew. %):	72 %	57 %	55 %	87 %	72 %	79 %	57 %	
Monomer:	UDMA, TCB	Bis-GMA, TEGDMA	Bis(meta)acrylat	Bis(meta)acrylat	Bis-GMA, TEGDMA	Bis-GMA, TEGDMA	Bis-GMA, TEGDMA, UDMA	
Füllstoff:	Strontium Fluor-Silikat-Glas	Hochdisperses SiO ₂ , Ba-Al-B-Silikat	Silanisiertes SiO ₂ , CaF	Silanisiertes Quarz, SiO ₂ , CaF	Hochdisperses SiO ₂ , Ba-Al-B-Silikat, Aerosil	Hochdisperses SiO ₂ , Ba-Al-B-Silikat, Aerosil	Splitterförmige Vorpolymerisate	
Vol. Schrumpfung:	3%	2,5%	3,1% 4,5% / (58) 3,1% / (86) 4,3% / (145)	1,1%	2,8%	2,8%	2,1 % (86)	
E-Modul [MPa]:	7.500 7.200 (147)	10.500	7.362 10.800 (197)	13.240	8.000 14.100 (197)	8.000	6.100 (197)	

Tabelle 3-4: Untersuchte Materialien für die Vor- und Hauptversuche
Die Zahlen in Klammern entsprechen den Quellen im Schrifttumsverzeichnis für herstellerunabhängige Untersuchungswerte

Es werden nur lichthärtende Composites untersucht und es wird darauf geachtet, dass eine Auswahl verschiedener Füllstoffgruppen und -volumina berücksichtigt werden. Die Auswahl der Materialien war auf die der Hochschule von den Firmen zur Verfügung gestellten Composites beschränkt. Die weitere Bezeichnung und Gegenüberstellung der geprüften Materialien und Probenlängen erfolgt mit folgenden Kürzeln:

Material Probenlänge	Dyract HF	Spectrum TPH	Visio- Dispers	Viso- Molar	Charisma	Charisma F	Durafill VS
2 mm	Dy2	Sp2	VD2	VM2	Ch2	ChF2	Du2
4 mm	Dy4	Sp4	VD4	VM4	Ch4	ChF4	Du4
8 mm	Dy8	Sp8	VD8	VM8	Ch8	ChF8	Du8

Tabelle 3-5: Versuchsreiheneinteilung

Die folgende Übersicht gibt die Geometrie der Proben gemäß der Formel von FEILZER (58) wieder:

Prüfkörper: r 3 mm Höhe h	Volumen $V = r^2 \times h \times \pi$	Kreisfläche $F = r^2 \times \pi$	C-Faktor $C = d \div 2h$	C-Faktor ver- gleichbar mit
2 mm	56,54 mm ³	28,27 mm ²	1,5	Klasse II-III
4 mm	113,08 mm ³	28,27 mm ²	0,75	Klasse IV
8 mm	226,16 mm ³	28,27 mm ²	0,38	

Tabelle 3-6: Kenngrößen der Proben

3.6 Weitere Prüfungen

Konsistenz

In einem Handversuch soll die Konsistenz ermittelt werden. Zur Vermeidung spontaner Polymerisation findet der gesamte Versuch in einem abgedunkeltem Raum mit Rotlicht statt. Die Konsistenz wird mit Ziffern 1 (weich) bis 7 (steif) bewertet, wobei die gleiche Konsistenz mit der gleichen Ziffer bewertet wird. Jeweils ein Gramm der sieben verschiedenen Materialien wird abgewogen und zu einer Kugel geformt. Mit der flachen Seite eines Anrührspatels werden nach-

einander die auf einer Waage liegenden Proben mit kontrollierter, gleicher Kraft eingedrückt und dann entsprechend der Konsistenz angeordnet.

3.7 Statistische Auswertung

Die Versuchsdaten werden mittels der deskriptiven Statistik ausgewertet. Hierfür werden die Computerprogramme Microsoft Excel und Statibot (34, 82) benutzt. Aus den gemessenen Werten wird der Mittelwert, die Standardabweichung, der Variationskoeffizient sowie die prozentuale Kraftzunahme zu der vorhergehenden Probenlänge berechnet. Der Rang der Mittelwerte und Variationskoeffizienten einer Probenlänge wird in steigender Reihenfolge den Rangplätzen 1 - 7 zugeordnet.

Prüfstatistisch erfolgt eine Auswertung der drei Probenlängen einer Materialgruppe sowie die Gegenüberstellung aller Materialien einer Probenlänge. Als Signifikanzniveau wurde $p < 0,05$ angenommen. Die Irrtumswahrscheinlichkeit liegt also bei 5 % für alle Aussagen, die aufgrund der Untersuchung getroffen werden und der Unterschied wird als signifikant bezeichnet. Ein Signifikanzniveau von $p < 0,01$ ist hoch signifikant verschieden.

Eine statistische Verarbeitung der Materialeigenschaften Elastizitätsmodul, Füllstoffgehalt und Konsistenz ist aufgrund der geringen Anzahl von sieben verschiedenen Materialien nicht möglich und es wird nur eine beschreibende Bewertung vorgenommen.