

### 5. Diskussion

In der Zahnmedizin werden überwiegend optische und gravimetrische Methoden zur Bestimmung von Abrasion verwendet.

Die Methode der Wägung ist zum Feststellen des Materialverlustes bei hygroskopischen Materialien schlecht geeignet. Es muss angenommen werden, dass auch nach Trocknen der Komposite diese H<sub>2</sub>O (Feuchtigkeit) unterschiedlich binden, respektive abgeben. Wegen dieses Unsicherheitsfaktors kann man bei kleinen Massen den Abrieb nicht durch Wägen ermitteln (siehe 4.5).

Bei der optischen Auswertung zum Beispiel mit dem Lichtmikroskop oder Elektronenmikroskop (Raster -, Transmissions-Elektronenmikroskop) wird Abrieb mit Hilfe von starken Vergrößerungen topographisch vermessen. Bei dem Lichtmikroskop ist die Auflösung durch die Wellenlänge des Lichtes, mit dem das Objekt beleuchtet wird, begrenzt<sup>11</sup>. Mit zunehmender Vergrößerung nimmt die Schärfentiefe ab. Das Auflösungsvermögen eines Rasterelektronenmikroskops (REM) von 5 - 20 nm ist nur ca. eine Zehnerpotenz besser als das eines Lichtmikroskopes und um etwas mehr als eine Zehnerpotenz schlechter als die eines Transmissions-Elektronenmikroskopes (TEM)<sup>79</sup>. Beim REM wird das Objekt durch einen feinen Elektronenstrahl zeilenweise abgetastet. Wegen des geringen Öffnungswinkels des Elektronenstrahls im REM haben die Bilder eine große Tiefenschärfe (Plastizität). Beim TEM wird die Probe mit Elektronenstrahlen durchsetzt. Es eignet sich besonders für dünnpolierte Metallfolien und biologische Dünnschnitte.

Bei der Profilometrie und Laserprofilometrie kann die Abriebmasse über die ermittelten Profiltiefen bei bekannter Dichte des zu untersuchenden Materials berechnet werden. Es wird ein Mittelwert aus Tiefenmesswerten an verschiedenen Stellen der bearbeiteten Proben berechnet. Die erreichte Genauigkeit hängt von der Auflösung mit der die Oberfläche durch einen Sensor vermessen wird und von dem Berechnungsprogramm ab. In der Regel wurde die Vermessung mit mechanischen Sensoren wie mit einem Tastkopf oder Stylus durchgeführt, die trotz hoher Genauigkeit bei 1 µm Nachteile aufweisen. Der Tastkopf darf nicht zu klein sein, um die Oberfläche nicht zu beschädigen. Andererseits beschränkt ein größerer Tastkopf die Auflösung des Systems. Die lange Messzeit von mehreren Stunden ist ein weiterer Nachteil der mechanischen Sensoren<sup>65</sup>. Bei der Mes-

## 5. DISKUSSION

---

sung mit optischen Sensoren wie bei der Laserprofilometrie kann die Oberfläche berührungslos und schnell vermessen werden. Die Messgenauigkeit beträgt je nach Repositionsmöglichkeit zwischen 2,2 und 10  $\mu\text{m}$ . Beträgt der Oberflächenneigungswinkel mehr als  $60^\circ$ , so nimmt die Messgenauigkeit jedoch ab <sup>65</sup>. Transparente und spiegelnde Oberflächen lassen sich nur schwer mit Laserprofilometrie erfassen <sup>74</sup>. Je nach Technik der Datenverarbeitung beträgt die Genauigkeitsmessung zwischen 2% und 10% <sup>1</sup>. Eine beliebig große Fläche kann nicht ausgewertet werden. Von den beschriebenen Methoden ist die Laserprofilometrie die genaueste <sup>25</sup>.

Bei allen diesen Methoden sind zwei Messungen (jeweils vor und nach der Abrasion) notwendig, um aus der Differenz auf die Abrasion schließen zu können.

Das Auswerten des Abriebes durch Laserprofilometrie kann im Idealfall um 3 Zehnerpotenzen genauer sein als das in dieser Studie eingesetzte kernchemische Verfahren. Wie jedoch schon oben erwähnt, muss die Oberfläche des zu untersuchenden Werkstoffes bei der Laserprofilometrie bestimmte Kriterien erfüllen. Beim Ermitteln des Abriebes durch einen radioaktiven Tracer spielt die Oberflächenbeschaffenheit keine Rolle. Der Abrieb kann dabei direkt ermittelt und muss nicht aus der Differenz berechnet werden. Es sind daher keine Ungenauigkeiten durch die Reposition des Untersuchungswerkstoffes zu erwarten. Das Radiotracerverfahren ist bei allen Materialien einsetzbar unter der Voraussetzung, dass ein geeigneter Tracer vorhanden ist oder dem Material zugemischt werden kann.

### **Reproduzierbarkeit des Versuchablaufes**

Bezüglich der Reproduzierbarkeit der Ergebnisse müssen folgende Parameter diskutiert werden:

### **Probenherstellung**

Es wurde darauf geachtet, dass die Proben der jeweiligen Kompositprodukte aus einer Charge stammten. Im Gegensatz zu den chemisch aktivierten Kompositen, bei denen nach Mischen von Aktivator und Co-Aktivator die Aushärtung an jeder Stelle des Materials gleichzeitig abläuft, schreitet die Reaktion bei der Photopolymerisation in der Ausbreitungsrichtung des Lichtes von der Oberfläche in die Tiefe fort. Auf dem Weg in die

tieferen Füllungsschichten erfährt das Licht infolge von Reflexion und Absorption eine Abschwächung. Es besteht also die Gefahr, dass die der Strahlenquelle abgewandte Seite der Probe nicht vollständig auspolymerisiert. Dieses Problem konnte durch die beidseitige Aushärtung der Proben verhindert werden.

Für den Versuch wurde immer nur eine Probenseite für den Abriebvorgang ausgewählt, nämlich die in der Teflonform entstandene glatte Unterseite. Unter Hinweis auf vorhandene Literatur und auf die durchgeführten Härteprüfungen, kann bei der geringen Schichtdicke von 1 mm und einer beidseitigen Aushärtungszeit von 40 Sekunden in jedem Fall von einer vollständigen Polymerisation ausgegangen werden. Die Leistung des Lichtgerätes ( $420 \text{ mW/cm}^2$ ) war ausreichend. Sie wurde genutzt, da der Lichtleiter direkt an die Probe angelegt werden konnte. Es wurde keine "softstart-polymerisation" durchgeführt, da das entsprechende Gerät nicht vorhanden war. Die von der BAM (Bundesanstalt für Materialforschung) durchgeführten Härteuntersuchungen zeigten bei einer einseitigen Lichthärtung (Oberseite) einer 1 mm dicken Probe keinen signifikanten Härteunterschied zwischen Ober- und Unterseite.

Abweichend von anderen Verfahren zur Werkstoffprüfung wurde die matrixreiche Oberfläche der zu bearbeitenden Proben nach der Herstellung nicht beschliffen. Das heißt, die matrixreichen Schichten sind belassen worden. Das setzt voraus, dass Sauerstoff, welcher als Polymerisationsinhibitor wirkt, beim Aushärten möglichst unterdrückt wird<sup>33</sup>. Da die Probenabriebseite beim Aushärten nicht direkt mit dem Luftsauerstoff, sondern mit dem Muldenboden der Teflonform Kontakt hatte, konnte davon ausgegangen werden, dass die Sauerstoffinhibitionsschicht ausgeschlossen wurde. McCabe empfiehlt nach Möglichkeit die intakte Oberfläche zu belassen. Eine Politur der Füllung hätte eine Aufrauung der obersten Schicht zur Folge<sup>56</sup>. Es muss bedacht werden, dass deshalb weniger Füllkörper direkt an der Oberfläche lagen. Okazaki und Mitarbeiter untersuchten die obere 1 bis 2 nm dicke Schicht verschiedener Komposite durch ESCA (X-ray photoelectron spectroscopy). Im Gegensatz zu konventionell gefüllten Kompositen war bei den Mikrofüllern und Hybridkompositen eine geringere Kompression der Füllstoffe vorhanden, und es ragte weniger Polymermatrix (ohne Füllkörper) aus der Oberfläche heraus<sup>71</sup>. Dennoch waren die Komposite im Vergleich zu beschliffenen Materialien möglicherweise weniger abrasionsfest<sup>77</sup>.

## 5. DISKUSSION

---

### Lagerung der Proben

Zur Simulation mundähnlicher Verhältnisse wurden die Proben im feuchten Milieu für eine Woche gelagert. Als feuchtes Medium diente destilliertes Wasser. Die Lagerung in einer NaCl-Lösung kam nicht in Frage, da dieses die Proben zusätzlich mit Natrium kontaminiert hätte. Nach Angaben der Hersteller besteht kein wesentlicher Unterschied in der Löslichkeit der Komposite in einer physiologischen Kochsalz- oder H<sub>2</sub>O-Lösung. Auch McKinney und Wu bestätigen bei Kompositen nach der Lagerung in nahrungssimulierenden Flüssigkeiten nur eine geringe Oberflächenveränderung ähnlich wie bei der Lagerung in Wasser<sup>64</sup>.

### Pulverwasserstrahlgerät

Die Pulverwasserbestrahlungszeit ließ sich über die Blendenvorrichtung sehr genau einhalten.

Obwohl der Eingangsdruck innerhalb des Pulverwasserstrahlgerätes gesteuert wurde, könnten sich geringe Druckschwankungen auf die Zusammensetzung des Abrasivs ausgewirkt haben.

Ein Durchlauferhitzer steuerte die Wassertemperatur im Gerät. Trotzdem sind von der Eingangstemperatur abhängige Temperaturschwankungen zu erwarten. Diese Temperaturschwankungen beeinflussen die Viskosität des Wassers und somit das hydrodynamische Verhalten in der Düse. Bei den geringen anzunehmenden Temperaturunterschieden sind jedoch keine großen Veränderungen im hydrodynamischen Verhalten zu erwarten.

Trotz eingebauter Wasserfilter im Pulverwasserstrahlgerät kann es nach Herstellerangaben zu Kalkablagerungen im Wasserschlauch kommen. Deshalb wurde dieser regelmäßig mit Essigsäure gereinigt. Andererseits muss nicht befürchtet werden, dass es in dem zum Handstück führenden Pulverschlauch zu Pulverablagerungen kommt, da die Geschwindigkeit der Pulverpartikel bis zu 220 m/s beträgt. Nach langem Gebrauch kann es nach Herstellerangaben über die Jahre zu leichten Formveränderungen innerhalb der Reinigungsdüse kommen. Die im Versuch angewandte Düse wurde ausschließlich für diese Studie verwendet. Die gesamte Betriebszeit des PWS-Gerätes betrug bei den Vor- und Hauptversuchen 2 Stunden. Es bestand daher keine Gefahr der Formveränderung, die das Ergebnis beeinflussen würde.

Durch das Aus- und Einschalten des Pulverwasserstrahlgerätes nach Abrieb der einzelnen Proben-tabletten wurden die Steuerungsparameter jedes Mal erneut eingestellt. Dieses begünstigt die Reproduzierbarkeit des Abriebverfahrens durch das Pulverwasserstrahlgerät.

### **Aktivierung**

Bei den vorhandenen Bestrahlungsbedingungen war bei einem bis zu 1 cm hohen Probenkörper (10 Proben à 1 mm) mit einem örtlichen Neutronenflussunterschied bis zu 5% zu rechnen. Dieser Flussunterschied wurde bei der Berechnung durch das Normieren der gemessenen Zählrate auf die spezifische Zählrate der einzelnen unbehandelten Proben-tablette ausgeglichen. Bei dem gewählten Probendurchmesser von 7 mm ist mit einer unterschiedlichen Aktivierung innerhalb der Proben-tablette bis zu 3,5% zu rechnen. Dieser Einfluss wird weitgehend korrigiert durch die Bearbeitung von maximal 6 Mulden auf der Tablettenfläche. Die Selbstabsorption von Neutronen innerhalb der ca. 100 mg schweren Proben ist zu vernachlässigen.

Trotz der nach dem Aktivieren auftretenden Farbänderungen einiger Proben kann von einer Konstanz der mechanischen Eigenschaften der Komposite ausgegangen werden. Diese Vermutung wurde zusätzlich in einer Nachuntersuchung bestätigt.

### **$\gamma$ -Spektrometrie**

**Germaniumdetektor** Bei den Vorversuchen wurde für die Suche nach einem Tracer ein Reinstgermanium-Detektor zum Ermitteln der Zählraten benutzt. Bei Z100<sup>®</sup> ließ die NAA (Neutronenaktivierungsanalyse) auf eine homogene Verteilung und einen ausreichend hohen Gehalt von Natrium schließen. In Arabesk<sup>®</sup> war <sup>139</sup>Barium als möglicher Tracer ausreichend vorhanden, konnte jedoch aufgrund der inhomogenen Verteilung nicht verwendet werden.

Die  $\gamma$ -Spektrometrie des Komposites Durafill<sup>®</sup> zeigte keinen geeigneten Tracer, der die für den Hauptversuch benötigten Kriterien erfüllte (Seite 45). Bei Arabesk<sup>®</sup> und Durafill<sup>®</sup> wurde daraufhin durch die Hersteller Natrium zugefügt. Die homogene Verteilung des Natriums konnte nach dem Zumischen ebenfalls durch Neutronenaktivierung nachgewiesen werden (Tabelle 8).

## 5. DISKUSSION

---

Neben dem Tracer Natrium enthalten die untersuchten Materialien auch andere mit Neutronen aktivierbaren Elemente. Die von den erzeugten Radionukliden emittierten  $\gamma$ -Quanten konnten in den mit dem Germaniumdetektor gemessenen Spektren gezeigt werden. In der Umgebung der Fotolinie 1368 keV des  $^{24}\text{Na}$  fanden sich keine störenden Linien.

Die Hauptversuche konnten daher mit einem Natriumjodiddetektor höherer Zählausbeute aber geringerer Energieauflösung ausgeführt werden. Die Fehlerrate aus der Zählstatistik beträgt lediglich 0,01%. Ungenauigkeiten der Messgeometrie spielen in dem Marinelli-Behälter praktisch keine Rolle.

Durch Abändern des von Williams erstmals verwendeten Verfahrens konnte das Ermitteln des Abriebes präzisiert werden. Die Standardabweichung des arithmischen Mittelwertes von Mehrfachmessungen verringerte sich von 14% und 20% (für Fissurit F und Aqua Ionofil) auf 11,5% (Z100<sup>®</sup>), 11,0% (Arabesk<sup>®</sup>) und 11,7% (Durafill<sup>®</sup>). Die immer noch relativ hohe Standardabweichung muss wahrscheinlich auf die ungenau definierten Eigenschaften des Pulverstrahlgerätes zurückgeführt werden (Ausstromgeschwindigkeit, Pulverkonzentration).

Ein Zusammenhang zwischen Härte und Abriebsfestigkeit von Kompositen wurde von verschiedenen Autoren untersucht und verneint<sup>14, 29, 72</sup>. Im Gegensatz zur erstmals durchgeführten Studie von Williams mit Versiegelungsmaterialien hatten in der vorliegenden Studie die Füllungsstoffe mit höherer Vickershärte tatsächlich auch die höhere Abriebsfestigkeit. Die Studie kann daher die obigen Literaturreferenzen nicht bestätigen.

Bei der im Versuch durchgeführten Abrasion handelt es sich um eine Drei-Körper-Abrasion. Die eingesetzte Abrasionsapparatur in Form eines PWS-Gerätes ist kein in den DIN-Normen beschriebenes Gerät zum Ermitteln von Verschleiß. Dennoch ist der Einsatz dieses Gerätes für Abrasionsversuche in der Zahnmedizin von klinischem Interesse, um Erkenntnisse über die Abnutzung von Werkstoffen sowie Schmelz und Dentin unter dem Pulver-Wasser-Strahl zu gewinnen.

Aufgrund des großen Angebotes zahnärztlicher Füllungsstoffe wird es immer wichtiger, diese genau untersuchen zu können. Zur Ergänzung anderer Verfahren erlaubt das Tracerverfahren eine weitere Unterscheidung von Füllungswerkstoffen, die sich im Abriebverhalten sehr ähnlich sind. Besonders heutzutage ist auf dem Markt eine große Anzahl

von Kompositen vorhanden, die in ihrem Abriebverhalten ständig verbessert wurden. Durch dieses Testverfahren wird die Auswahl des geeigneten Füllungsmaterials erleichtert.