

Aus dem Institut für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde (CC3)
Zahnärztliche Prothetik, Alterszahnmedizin und Funktionslehre
der Medizinischen Fakultät Charité – Universitätsmedizin Berlin

DISSERTATION

Speckle-interferometrische Bestimmung des WAK von Kompositen
– Eine *in vitro*-Studie –

zur Erlangung des akademischen Grades
Doctor medicinae dentariae

(Dr. med. dent.)

vorgelegt der Medizinischen Fakultät
Charité – Universitätsmedizin Berlin

von

Matthias Siegel

aus Perleberg

30.05.2015

Meinen Eltern gewidmet

Abkürzungsverzeichnis

| | |
|------------|--|
| WAK | Wärmeausdehnungskoeffizient |
| CTE | „coefficient of thermal expansion“, englische Bedeutung für den WAK |
| E-Modul | Elastizitätsmodul |
| DMA | Dimethacrylat |
| Bis-GMA | Bisphenol-A-Glycidylmethacrylat |
| TMA | Trimethacrylat |
| TEGDMA | Triethylenglycidyl dimethacrylat |
| Bis-EMA | Bisphenol-A-Ethyloxyliertes-Dimethacrylat |
| PCDMA | Polycarbonatdimethacrylat |
| Vol% | Konzentration in Volumenprozent |
| Gew% | Konzentration in Gewichtsprozent |
| DIN | Deutsche Industrienorm |
| ISO | Internationale Organisation für Normung |
| Konv. | Konventionell, herkömmlich |
| CCD-Kamera | „charge-coupled device“, englische Bedeutung für sehr lichtempfindliche Sensoren als Baubestandteil der Kamera |
| Sd | Standardabweichung |
| k. A. | keine Angabe |

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|-----------|--|-----------|
| 1. | Abstrakt (Deutsch) | 3 |
| 2. | Abstract (English) | 5 |
| 3. | Einleitung | 7 |
| 4. | Literaturübersicht | 10 |
| 4.1 | Einteilung der Füllungskunststoffe | 10 |
| 4.2 | Bedeutung der Füllstoffpartikel für die physikalischen Eigenschaften der Komposite | 12 |
| 4.3 | Anforderungen an Füllungskunststoffe | 14 |
| 4.4 | Der Wärmeausdehnungskoeffizient | 16 |
| 4.5 | Der Wärmeausdehnungskoeffizient zahnärztlicher Materialien | 18 |
| 4.6 | Der intraorale Temperaturbereich | 22 |
| 4.7 | Untersuchungen des Randspalts zwischen Restaurationen und Zahn | 24 |
| 4.8 | Überblick über bisherige Apparaturen zur Messung des Dimensionsverhalten von Restaurationen und der Zahnhartsubstanz | 27 |
| 5. | Problemstellung | 35 |
| 6. | Aufgaben- und Zielstellung | 37 |
| 7. | Materialien und Methode | 38 |
| 7.1 | Übersicht über die untersuchten Materialien | 38 |
| 7.2 | Versuchsaufbau | 39 |
| 7.2.1 | Die elektronische Speckle-Interferometrie – Aufbau und Funktionsprinzip | 39 |
| 7.2.1.1 | Aufbau der ersten Versuchsreihe | 41 |
| 7.2.1.2 | Aufbau der zweiten Versuchsreihe | 42 |
| 7.2.2 | Herstellung der Prüfkörper | 42 |
| 7.2.3 | Steuerung der Temperaturen der Proben | 43 |
| 7.3 | Kalibrierung des Speckle-Messplatzes | 45 |
| 7.3.1 | Kalibrierung des Peltier-Elementes | 46 |
| 7.4 | Aufbau eines ESPI und Entstehung eines Speckle-Musters | 48 |
| 7.5 | Maßnahmen zum Ausschluss von Störungen am Speckle-Messplatz | 49 |
| 7.6 | Versuchsdurchführung | 50 |
| 7.7 | Auswertung der Messung | 50 |
| 7.8 | Statistik | 52 |
| 8. | Ergebnisse | 53 |
| 8.1 | Ergebnisse der Vorversuche | 53 |
| 8.1.1 | Diskussion der Ergebnisse in den Vorversuchen | 55 |

| | | |
|------------|--|------------|
| 8.2 | Ergebnisse der ersten Versuchsreihe | 55 |
| 8.2.1 | Darstellung der Wärmeausdehnungskoeffizienten aller Proben von 25 bis 65 °C | 55 |
| 8.2.2 | Tabellarische Übersicht der Wärmeausdehnungskoeffizienten aller Produkte aus Versuchsreihe 1 | 60 |
| 8.2.3 | Übersicht des Gesamtwärmeausdehnungskoeffizienten aller Produkte | 66 |
| 8.3 | Ergebnisse der zweiten Versuchsreihe | 69 |
| 8.3.1 | Darstellung der absoluten Ausdehnung aller Proben von 25 bis 55 °C | 69 |
| 8.3.2 | Darstellung der Wärmeausdehnungskoeffizienten aller Proben von 25 bis 55 °C | 72 |
| 8.3.3 | Darstellung der Wärmeausdehnungskoeffizienten aller Produkte von Raumtemperatur bis 55 °C | 75 |
| 9. | Diskussion | 78 |
| 9.1 | Diskussion des Messaufbaus | 78 |
| 9.2 | Diskussion der Einflüsse auf die Ergebnisse | 79 |
| 9.3 | Diskussion der Ergebnisse beider Versuchsreihen | 80 |
| 9.4 | Auswirkungen des WAK auf das Dimensionsverhalten des Komposit-Zahn-Komplexes | 84 |
| 10. | Zusammenfassung | 95 |
| 11. | Literaturverzeichnis | 97 |
| 12. | Danksagung | 104 |
| 13. | Lebenslauf | 105 |
| 14. | Publikationsliste | 106 |
| 15. | Eidesstattliche Erklärung | 107 |

1. Abstrakt (Deutsch)

Als Folge von wechselnden Temperaturen kommt es zu Dimensionsänderungen, die in zahnärztlichen Kompositrestaurationen zur Veränderung der marginalen Integrität führen. Infolge der daraus resultierenden Randspaltbildung kann es zum Verlust der Restauration und zur Sekundärkariesbildung kommen.

Einleitung:

Der Wärmeausdehnungskoeffizient (WAK) ist das Maß für die temperaturabhängige Dimensionsänderung und im Falle zahnärztlicher Restaurationen ein wichtiger Parameter für die Bewertung der marginalen Integrität.

Je größer der Unterschied zwischen dem WAK von Zahnhartsubstanz und Restauration ist, desto größer ist die zu erwartende Randspaltbildung.

Die temperaturabhängige Dimensionsänderung von dentalen Kompositen, die für die Herstellung zahnärztlicher Restaurationen genutzt werden, ist sowohl abhängig vom Füllstoffgehalt als auch von der Polymermatrix.

Die elektronische Speckle-Interferometrie (ESPI) ist eine zerstörungsfreie und berührungslose Technik zur Bestimmung von Verformungen.

Das Ziel dieser Arbeit war es, die thermoinduzierte Dimensionsveränderungen von fünf kommerziellen und fünf experimentellen Kompositen mit der ESPI-Methode zu messen und daraus den WAK zu bestimmen.

Methode:

Ein Mikrohybridkomposit (Arabesk Top[®]), zwei Nanohybridkomposite (Grandio Flow[®], Grandio[®]), zwei Ormocere (Admira Flow[®], Admira[®]) und fünf auf Arabesk Top[®] basierende experimentelle Komposite mit jeweils unterschiedlichen Fülleranteilen (75, 65, 55, 45 and 35 Gew%) wurden untersucht.

Je fünf Proben für die kommerziellen und je drei Proben für die experimentellen Komposite mit den Maßen 15*15*1mm³ wurden hergestellt und nach 24 Stunden im trockenen Zustand gemessen. Für diese Messungen wurde ein ESPI-Set-up aufgebaut und kalibriert sowie ein Messprotokoll erstellt.

Die Proben wurden hierfür auf einem Peltier-Element mit einer Thermopaste fixiert, und anschließend wurden Deformationsveränderungen in einem Temperaturbereich von 25 bis 65 °C für die kommerziellen und von 25 bis 55 °C für die experimentellen Komposite mit dem ESPI (Q300, DantecEttmeyer, Ulm, Deutschland) gemessen.

Ein Standardaluminiumplättchen mit einem WAK von $23,5 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ diene als Referenz.

Die Unterschiede im WAK der einzelnen Komposite wurden mit der Ein-Weg-ANOVA analysiert.

Ergebnisse:

Folgende Wärmeausdehnungskoeffizienten [$\cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] mit Standardabweichungen wurden ermittelt:

$43,53 \pm 12,83$ (Admira Flow[®]),

$39,87 \pm 5,37$ (Admira[®]),

$33,51 \pm 9,22$ (Arabesk Top[®]),

$28,89 \pm 3,14$ (Grandio Flow[®]),

$18,64 \pm 3,1$ (Grandio[®]),

$75,31 \pm 7,16$ (V44570A),

$69,73 \pm 6,62$ (V44570B),

$61,74 \pm 5,11$ (V44570C),

$52,53 \pm 6,74$ (V44570D),

$42,02 \pm 4,78$ (V44570E)

Zusammenfassung:

Die ESPI bietet als berührungsloses Messverfahren große Vorteile zur Messung des temperaturabhängigen Dimensionsverhaltens von Kompositen aufgrund ihrer hohen Messgenauigkeit und der Wiederholbarkeit der Messungen sowie der Bestimmung der Längenänderung in allen 3 Raumrichtungen.

Der Fülleranteil hat großen Einfluss auf die Größe des WAK. Das stark gefüllte Nanohybridkomposit Grandio[®] wies mit $18,64 \pm 3,1 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ den geringsten und dem des Zahnes ($11,4 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$, Souder 1920, O'Brien 2002) ähnlichsten Wert auf.

2. Abstract (English)

As a result of changing temperatures, there are alterations in dimension, leading to changes of the marginal integrity in dental composite restorations.

In consequence to the yielding marginal gap, a loss of the restoration and secondary caries formation may develop.

Introduction:

The linear Coefficient of Thermal Expansion (CTE) represents the degree for the linear temperature-dependent alterations in dimension.

Respectively dental restorations, this may represent an important influence on their marginal integrity, i. e. the greater the difference of dental hard tissue and restoration in the CTE the greater the marginal gap to be expected.

Alterations in dimension in dental composites depend on their filler content and their polymer matrix.

The Electronic Speckle Interferometry (ESPI) represents a non-destructive and non-contact technique for determining deformations.

This study was designed to measure thermally induced dimension variations of five commercial and five experimental composites by application of ESPI-method.

Method:

A micro-hybrid composite (Arabesk Top[®]), two nano-hybrid composites (Grandio Flow[®], Grandio[®]), two ormocerics (Admira Flow[®], Admira[®]) and five Arabesk Top[®]-based experimental composites with different filler contents (75, 65, 55, 45 and 35 wt%) were examined.

Five samples each for the commercial and three samples each for the experimental composite, sized 15*15*1mm³ had been manufactured to be measured in a dry state 24 hours thereafter.

For these measurements, an ESPI-set-up was constructed and calibrated, and a measurement protocol was produced.

The samples were fixed on a Peltier-element using a thermal paste. Thereafter, dimensional changes of these samples were measured at a temperature range from 25 to 65 °C for the commercial composites, from 25 to 55 °C for the experimental composites, applying the ESPI-method (Q300, DantecEttmeyer, Ulm, Germany).

A standardized aluminium plate with a constant CTE of $23.5 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ served as a reference.

The distinctions in the CTE in each composite were analyzed by applying one-way-ANOVA.

Results:

The following CTE's [$\cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] with standard deviations were obtained:

43,53 \pm 12,83 (Admira Flow[®]),

39,87 \pm 5,37 (Admira[®]),

33,51 \pm 9,22 (Arabesk Top[®]),

28,89 \pm 3,14 (Grandio Flow[®]),

18,64 \pm 3,1 (Grandio[®]),

75,31 \pm 7,16 (V44570A),

69,73 \pm 6,62 (V44570B),

61,74 \pm 5,11 (V44570C),

52,53 \pm 6,74 (V44570D),

42,02 \pm 4,78 (V44570E).

Summary:

The high accuracy of ESPI presents an advantage for contact-free and reproducible determination of the CTE in dental composites.

The filler concentration has great influence on CTE.

The well-filled nanohybrid composite Grandio[®] presented the lowest value at $18.64 \pm 3.1 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$, also revealing the most similar value to the tooth ($11.4 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$, Souder 1920, O'Brien 2002).

3. Einleitung

Kommt es infolge von Karies, Abrasionen, Erosionen, Frakturen, Zahnfehlbildungen bzw. -stellungen zur Störung der Integrität der Zähne, muss diese ästhetisch und funktionell wiederhergestellt werden.

Die Versorgung von Defekten an Zähnen ist mit unterschiedlichen dentalen Werkstoffen möglich. Hierbei ist der Zahnarzt bestrebt, das bestmögliche Material für seine Patienten zu wählen.

Dem Deutschen Ärzteblatt 2011 zufolge sind in Deutschland in der Altersgruppe der 30- bis 49-Jährigen 84,1 % mit einer oder mehreren dentalen Restaurationen versorgt (Deutsches Ärzteblatt 2011).

Erwachsene und Senioren behalten ihre eigenen Zähne immer länger.

Aus der Vierten Deutschen Mundgesundheitsstudie (DMS IV) geht ebenfalls hervor, dass bei Erwachsenen in der Altersgruppe von 35 bis 44 Jahren statistisch 14,5 Zähne kariös oder gefüllt sind, bzw. aufgrund einer Karies bereits gezogen wurden. Obgleich ein Kariesrückgang in allen Altersgruppen zu verzeichnen ist, rücken aufgrund der höheren Lebenserwartung zum einen und der Rückläufigkeit von Zahnverlust zum anderen, durchschnittlich fehlen Senioren (65- bis 74-Jährige) 14,2 Zähne, die zahnerhaltenden Maßnahmen in den Vordergrund

In der DMS IV zeigte sich zudem, dass bei Kindern, Jugendlichen und Senioren die meisten gefüllten Zahnflächen mit Komposit, bei Erwachsenen hingegen diese vornehmlich mit Amalgam versorgt sind. Die Restaurationen im Seitenzahnbereich bestanden bei Kindern und Jugendlichen zu etwa zwei Dritteln der gefüllten Zahnflächen aus Komposit, bei Erwachsenen und Senioren mit jeweils mehr als 50 % der versorgten Flächen aus Amalgam (Schiffner/Micheelis 2010).

Im Jahre 2012 wurden in Deutschland statistisch ca. 52,49 Millionen Füllungen von deutschen Zahnärzten abgerechnet (KZBV-Jahrbuch 2013). Untersuchungen, die den prozentualen Anteil von Kompositrestaurationen wiedergeben, existieren allerdings nicht.

Das Ziel einer jeden Restauration ist es, einen ästhetischen, dauerhaften, stabilen und dichten Verschluss des Defektes zu erreichen. Zur indirekten Versorgung von Defekten stehen dem Zahnarzt heutzutage Keramiken und Edel- bzw. Nichtedelmetalllegierungen zur Verfügung. Zu den direkten Versorgungsmöglichkeiten zählen beispielsweise Glasionomerezemente, Amalgame

sowie die große Gruppe der Füllungskunststoffe.

Die Entscheidung über den Einsatz wird u. a. von den werkstoffkundlichen Eigenschaften bestimmt. Neben der Abriebfestigkeit und der Verarbeitbarkeit spielt aber auch zunehmend die Dimensionsstabilität unter den Bedingungen der Mundhöhle eine bedeutende Rolle. Letzteres ist insbesondere unter dem Gesichtspunkt des dauerhaften Randschlusses zwischen Füllungsmaterial und Zahnkavität von Interesse.

So gesehen sind Informationen über das Dimensionsverhalten von Füllungsmaterialien im Vergleich zum Schmelz notwendig.

Anliegen dieser Arbeit ist es, ein Set-up und Messprotokoll für den Einsatz der Elektronischen Speckle-Interferometrie (ESPI) zur berührungslosen und zerstörungsfreien Messung von Dimensionsänderungen von dentalen Kompositen aufzubauen, zu entwickeln und auf seinen Einsatz hin zu testen.

Tab 1: Vergleich der Eigenschaften von Füllungskunststoffen, Keramiken und Metallen (O'Brien 2002)

| | Metalle | | Keramiken | | Polymere |
|----------------------------------|----------------|-------------------------------|------------------|---------|-----------------|
| Eigenschaften | Legierungen | intermetallische Verbindungen | kristallin | Glas | starre Polymere |
| Härte | mittel-hart | hart | hart | hart | weich |
| Festigkeit | mittel-hoch | mittel | hoch | hoch | niedrig |
| Belastbarkeit | hoch | niedrig | niedrig bis hoch | niedrig | niedrig |
| E-Modul | hoch | hoch | hoch | | niedrig |
| Elektrische Leitfähigkeit | hoch | hoch | niedrig | niedrig | niedrig |
| Thermoleitfähigkeit | hoch | hoch | niedrig | niedrig | niedrig |
| Wärmeausdehnung | niedrig | niedrig | niedrig | niedrig | hoch |
| Dichte | hoch | hoch | mittel | mittel | niedrig |
| Transluzenz | keine | keine | hoch | hoch | hoch |

Kunststoffe bestehen aus Ketten, die sowohl linear als auch vernetzt vorliegen. Die Atome innerhalb einer Kette sind untereinander ebenfalls sehr stark verbunden. Die intermolekularen Kräfte zwischen den Atomen unterschiedlicher Ketten sind allerdings nur sehr schwach.

Wird der Kunststoff erwärmt, so beginnen die Atome zu schwingen. Je stärker die Verbindung zwischen den einzelnen Atomen ist, desto geringer ist deren Amplitude. Die Schwingungen verlaufen hauptsächlich über die schwächeren Verbindungen und somit senkrecht zur Längsachse der Kettenachse des Kunststoffes. Die senkrechten Bewegungen der Atome führen zur Entfernung parallel laufender Ketten und damit zu einer Volumenzunahme, d. h. je schwächer die intermolekularen Verbindungen bei Kunststoffen sind, desto größer ist die Wärmeausdehnung.

Die schwachen intermolekularen Kräfte erleichtern auch die Wasseraufnahme. Die dabei entstehende Expansion korrigiert initial die Polymerisationsschrumpfung. Langfristig jedoch führt die Präsenz des Wassers zu einer hydrolytischen Zersetzung des Polymers. Zusätzlich kann das Polymer sich verfärben, und die entstandenen Porositäten werden von Bakterien besiedelt.

Zur Verbesserung der Kunststoffeigenschaften, wie z. B. der Festigkeit, Wasseraufnahme, Abrasionsfestigkeit und Wärmeausdehnung, wurde der Vernetzungsgrad, dem sog. „cross-linking“, erhöht. Jedoch weisen die Polymere in den o. g. Eigenschaften immer noch schlechtere Werte auf als die Dentallegierungen und –keramiken (O'Brien 2002).

4. Literaturübersicht

4.1 Einteilung der Füllungskunststoffe

1930 wurden von Bauer die Methacrylate entdeckt (Bauer 1948). Die modernen Komposite, als Substitut für Amalgam- und Zementfüllungen, basieren auf dem von Bowen 1962 entwickelten Bis-GMA (Bowen 1963).

Dentale Komposite gehören zu den zahnfarbenen plastischen Füllungsmaterialien. Sie lassen sich in Hybrid-, Makrofüller-, Mikrofüller- und niedrig-visköse ("flowable") Komposite sowie Polymerglas, Ormocer und Kompomer, die auch in fließfähiger Form existieren, unterteilen (Lehmann 2005).

Bisphenol-A-Glycidyl-Di-Methacrylat (Bis-GMA) bildet die Basis der Komposite. Die Polymerisation erfolgt radikalisch und kann auf unterschiedliche Art gestartet werden, entweder chemisch oder unter Einwirkung von Licht.

Komposite bestehen aus einer organischen und anorganischen Komponente, um so die Verarbeitung aber auch die Festigkeit, Farbe, Beständigkeit und Bearbeitbarkeit einstellen zu können (s. Abb. 1).

Zu der organischen Phase zählen Monomere, Comonomere, Initiatoren, (Akzeleratoren, Inhibitoren und Stabilisatoren).

Die anorganische Phase besteht aus Farbpigmenten und keramischen Füllstoffpartikeln, d. h. Quarze (SiO_2), Silikate (SiO_2 , Al_2O_3) und Bariumsilikat (BaSiO_2) (Kappert 2000).

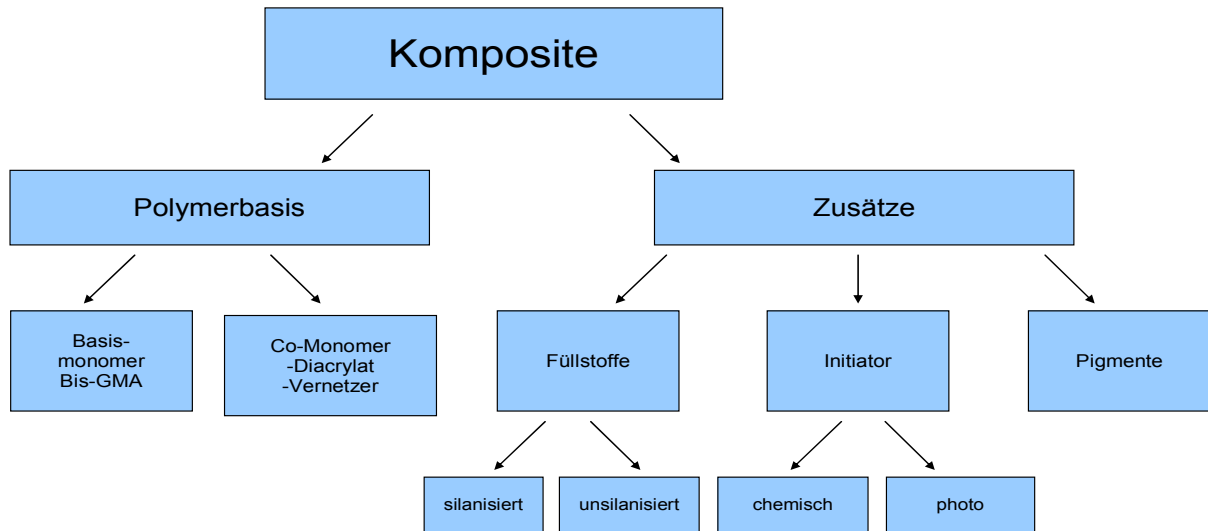


Abb. 1: Zusammensetzung der dentalen Komposite

Zu den Monomeren gehören das Bisphenol-A-Glycidyl-Di-Methacrylat (Bis-GMA) sowie das Urethandimethacrylat (UDMA).

Die in den Polymerstrukturen enthaltenen Sauerstoffatome sowie auch OH-Gruppen sind die Ursache für die erhöhte Hydrophilie. Dies bewirkt eine verstärkte Wasseraufnahme, mit der Folge von Quellung und Verschlechterung des adhäsiven Verbundes (Lutz 1976, Viohl 1986). Die Annahme, die Hydrophilie der Monomere und Comonomere könne durch Wasseraufnahme und Quellung Randspalten schließen, trifft nur für eine normale Wasserlagerung zu. Wenn zusätzlich thermische und mechanische Belastungen wirken, können durch den Kapillareffekt zwischen hydrophiler Kavitätenwand und Kunststoffmatrix eher Flüssigkeiten und Bakterien in die Randspalten eindringen.

Bis-GMA ist im hochreinen Zustand bei Raumtemperatur flüssig. Mit steigender Temperatur nimmt die Viskosität ab. Um jedoch auch bei Raumtemperatur die Verarbeitung zu gewährleisten, werden niedrig-visköse, kurzkettige Di-Acrylat-Comonomere zugesetzt. Damit wird auch Einfluss auf den Vernetzungsgrad und somit auf die Festigkeit genommen (Viohl 1986).

Als Comonomere eignen sich Di- und Triethylenglycoldimethacrylate (DEGDMA/TEGDMA/PEGDMA).

Für die chemisch-härtenden und photopolymerisierenden Systeme existieren spezielle Initiatoren. In chemisch-härtenden Kompositen ist es Benzoylperoxid. Benzoylperoxid wird durch den Einfluss von Hitze oder Akzeleratoren in zwei freie Radikale sowie CO_2 umgesetzt.

In photopolymerisierenden Kompositen werden die fotochemischen Initiatoren Benzoinalkylether und Kampherchinon verwendet. Letzteres hat sich in den vergangenen Jahrzehnten als dafür am besten geeignet, durchgesetzt. Hierfür wird Licht mit einer Wellenlänge um $450 \mu\text{m}$ (blau) zum Schaffen eines angeregten Zustandes, der zur Radikalbildung genutzt wird, eingesetzt.

4.2 Bedeutung der Füllstoffpartikel für die physikalischen Eigenschaften der Komposite

Die Füllstoffe beeinflussen die physikalischen Eigenschaften der Komposite in erheblichem Maß. So verringern sie die Polymerisationsschrumpfung und den WAK. Die Abrasionsstabilität, Röntgenopazität sowie die Druck- und Zugfestigkeit werden erhöht (Rupp 1979, Soltesz 1979). Sowohl der prozentuale Anteil der Füllstoffe als auch deren Form, Korngröße, Korngrößenverteilung und Art der Füllstoffpartikel sind hierbei von wesentlicher Bedeutung (Viohl 1986).

In der Literatur wird zwischen groben, feinen und mikrofeinen Füllstoffen unterschieden (Viohl 1986), wie in Abb. 2 schematisch dargestellt.

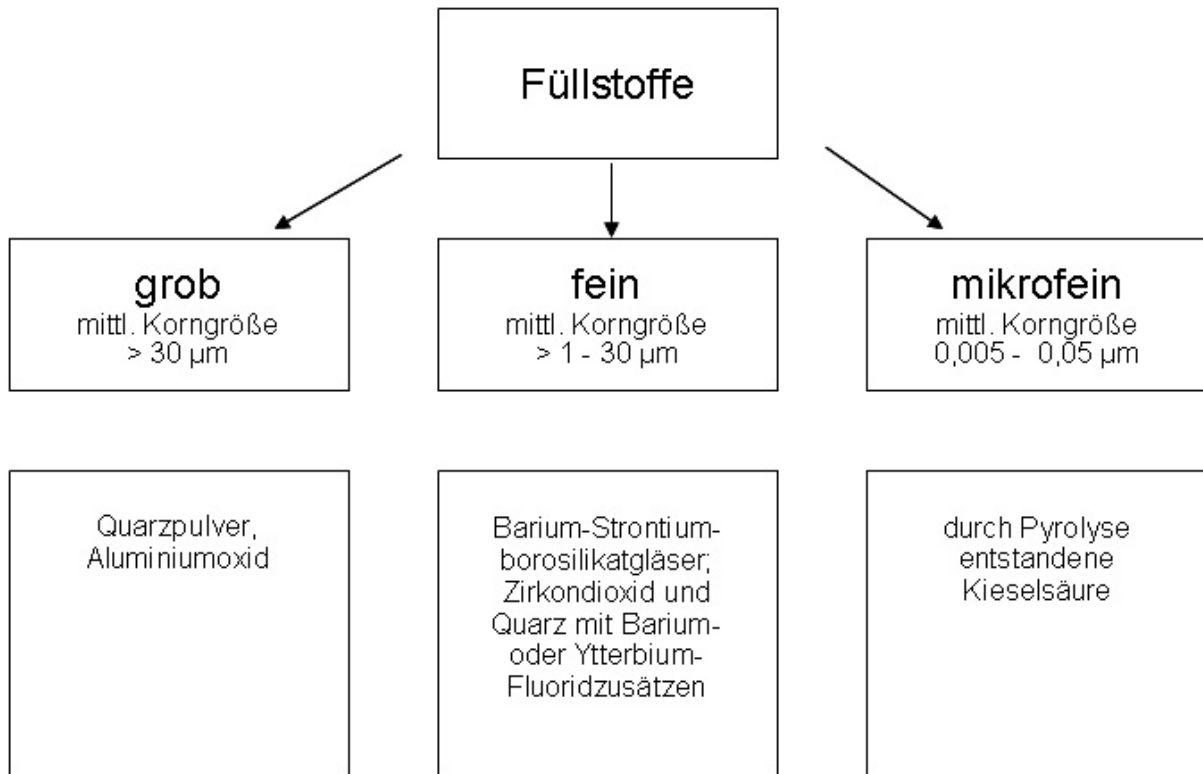


Abb. 2: Einteilung der in Kompositen verwendeten Füllstoffarten

Jedoch müssen die anorganischen Füllstoffe mit der Matrix eine Verbindung eingehen. Dieser Verbund wird mit Alkoxysilanen erreicht. Es kommt zu einer Veresterung an der Partikeloberfläche sowie zu einer Copolymerisierung der ungesättigten Vinyl- oder Methacryl-Gruppen mit den Monomeren und Comonomeren, wie sie in Abb. 3 dargestellt sind.

FÜLLER 3-METHACRYLOXYPROPYL-TRIMETHOXYSILAN

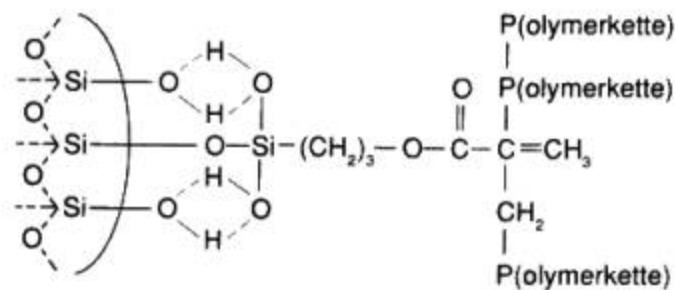


Abb. 3: Dargestellt ist die Verbindung von Polymerketten an einem Füllerpartikel durch das 3-Methacryloxypropyl-trimethoxysilan (Geurtsen 1989).

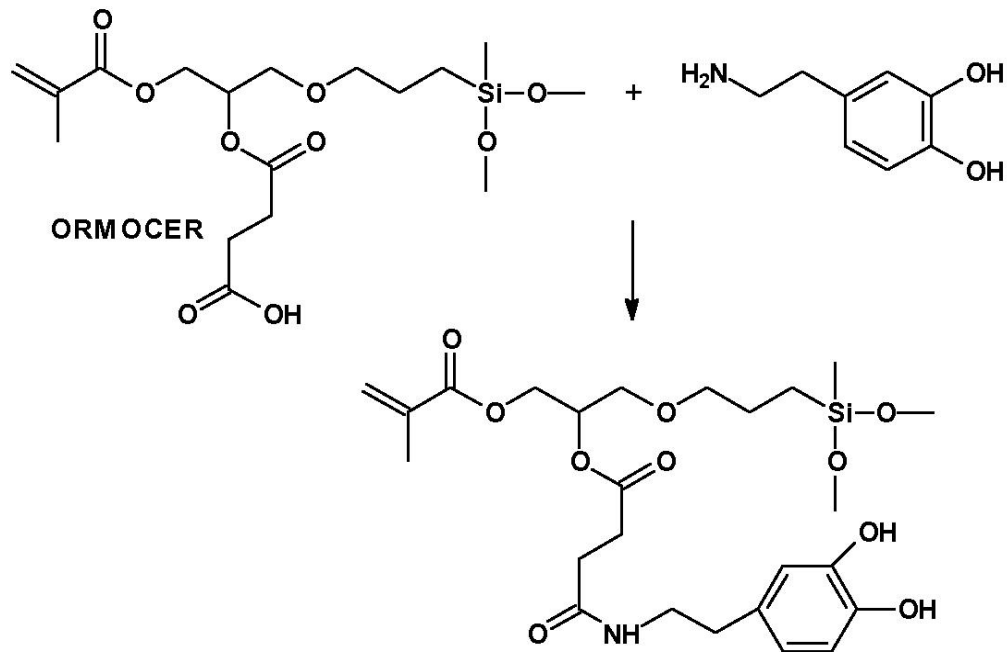


Abb. 4: Ormocere hingegen sind aus sog. „Polysiloxanclustern“ aufgebaut. Diese sind mit Dimethacrylaten modifiziert, die mit der anorganischen Matrix eine Verbindung eingehen (Ballweg/Nique 2011)

4.3 Anforderungen an Füllungskunststoffe

Dentale Füllungskunststoffe müssen folgende Anforderungen (s. Abb. 5) erfüllen:

Sie müssen eine hohe Biokompatibilität, Druck- und Abrasionsfestigkeit, geringe Dimensionsschwankungen infolge von Druck- bzw. Zugkräften und der Temperatur haben sowie leicht verarbeitbar und applizierbar sein.

Die Sorgfalt des Zahnarztes bei der Herstellung des adhäsiven Verbundes ist genauso unerlässlich wie die korrekte Auswahl eines guten Adhäsivs.

Der adhäsive Verbund ist aber nicht alleinig verantwortlich für den dauerhaften Verbleib einer Kompositrestauration in der Kavität. Die physikalischen und chemischen Eigenschaften des Restaurationsmaterials sind hierbei wesentlich relevanter.

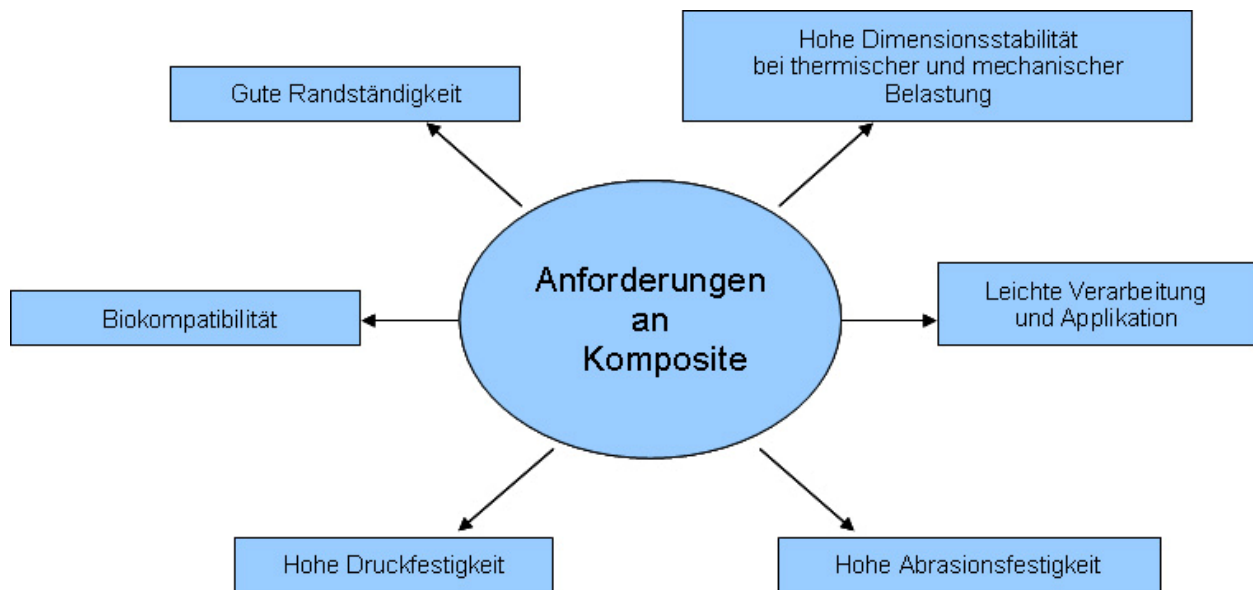


Abb. 5: Darstellung der notwendigen Eigenschaften eines kommerziellen Komposits

Dentale Füllungskunststoffe müssen folgende Anforderungen (s. Abb. 5) erfüllen: Sie müssen eine hohe Biokompatibilität, Druck- und Abrasionsfestigkeit, geringe Dimensionsschwankungen infolge von Druck- bzw. Zugkräften und der Temperatur haben sowie leicht verarbeitbar und applizierbar sein.

Die Sorgfalt des Zahnarztes bei der Herstellung des adhäsiven Verbundes ist genauso unerlässlich wie die korrekte Auswahl eines guten Adhäsivs.

Der adhäsive Verbund ist aber nicht alleinig verantwortlich für den dauerhaften Verbleib einer Kompositrestauration in der Kavität. Die physikalischen und chemischen Eigenschaften des Restaurationsmaterials sind hierbei wesentlich relevanter.

Eine beispielsweise zu geringe Abriebfestigkeit bei Kompositen bewirkt einen schnelleren Verschleiß durch Abrasion und Attrition. Ist die Druck- oder Zugfestigkeit zu gering, so steigt die Wahrscheinlichkeit der Füllungs- oder Zahnfraktur.

Die größte Bedeutung kommt jedoch der Dimensionsstabilität zu. Sie ist abhängig von der Elastizität, der Wasseraufnahme, dem WAK sowie von der Polymerisationsschrumpfung.

Während der Polymerisation der Monomere eines Kunststoffes verringert sich das Volumen des entstehenden Polymers. Diese sog. „Polymerisationsschrumpfung“ entsteht dadurch, dass der Molekülabstand der Monomere sich während der Polymerisation verkleinert. Die Polymerisationsschrumpfung tritt initial nach Eingliederung der Restauration auf.

LITERATURÜBERSICHT

Die Polymerisationsschrumpfung als Folge der Polymerisationsreaktion von DMA zu Poly-DMA beträgt 10 % und von Bis-GMA zu Poly-Bis-GMA beläuft sich auf etwa 5 %. Bei der Polymerisation entsteht die sog. „Kontraktionsspannung“ an der Grenzfläche von Restauration zum Zahn (Kappert 2000, Viohl 1986). Die Polymerisationsschrumpfung wird üblicherweise linear gemessen, allerdings bewirkt sie dreidimensionale Dimensionsveränderungen und müsste daher volumetrisch erfasst werden.

Kommt die Restauration in Kontakt mit dem Speichel, erfolgt die Aufnahme von Wasser. Dies bewirkt einmalig eine Quellung und damit eine Volumenexpansion der Füllung.

Je elastischer ein Restaurationsmaterial ist, desto stärker verformt sich bei Druckkräften zwar das Material lokal selbst, die Restauration als Ganzes bleibt jedoch dimensionsstabil. Das trifft bei Kompositen zu. Starre Restaurationen hingegen, wie z. B. Amalgamfüllungen, verlagern sich bei o. g. Kräften in der Kavität, wodurch approximale Stufenbildungen zwischen Restauration und Zahn und Formveränderungen an der präparierten Zahnhartsubstanz induziert wurden (Lang 1995). Der Temperatureinfluss ist wie die Elastizität ein permanent auf die Dimensionsstabilität wirkender Faktor. Jede Temperaturschwankung hat eine Ausdehnung und Kontraktion der gesamten Restaurationen zur Folge.

4.4 Der Wärmeausdehnungskoeffizient

Der WAK spielt gerade bei Kompositen eine entscheidende Rolle zur Erklärung des Auftretens bzw. der Ausbildung von Randspalten. Der WAK wird linear und volumetrisch erfasst.

Der volumetrische WAK ist das Verhältnis der Volumenzu- oder -abnahme eines Körpers $[\Delta V]$ pro Grad Kelvin $[\text{°K}]$ Temperaturveränderung $[\Delta T]$ im Vergleich zu seinem Ursprungsvolumen $[V_0]$.

Die Formel für den volumetrischen WAK γ lautet:

$$\gamma = \Delta V / V_0 * 1 / \Delta T \quad (1)$$

In wissenschaftlichen Studien an Füllungskunststoffen wird i. d. R. der lineare Wärmeausdehnungskoeffizient bestimmt.

LITERATURÜBERSICHT

Der lineare WAK gibt die thermoinduzierte Dimensionsveränderung $[\Delta L]$ pro Grad Kelvin $[\text{°K}]$ Temperaturveränderung $[\Delta T]$ im Vergleich zu seiner Ausgangslänge $[L_0]$ in einer Raumrichtung an.

Die Formel für den linearen WAK α lautet:

$$\alpha = \Delta L / L_0 * 1 / \Delta T \quad (2)$$

Der WAK von Kompositen ist u. a. abhängig vom Molekulargewicht, Polymerisations- sowie Vernetzungsgrad (Braem 1985).

Der WAK von Metallen ist konstant und divergiert, abhängig von der Art des Metalls bzw. der Legierung. Der WAK der Zahnkrone wird in der Literatur mit $11,4 \cdot 10^{-6} / \text{°K}$ angegeben (O'Brien 2002, Souder 1920). Jedoch liegen die Werte bei kommerziellem Komposite zwischen $19,2 \cdot 10^{-6} / \text{°K}$ für Grandio[®] (Voco 2005) und $59,4 \cdot 10^{-6} / \text{°K}$ für Sculpt-It[®] (Sideridou 2004). Daraus wird ersichtlich, dass Veränderungen von mehreren Mikrometern erreicht werden können, was allerdings abhängig davon ist, wie groß die Temperaturdifferenz im Munde des Patienten ist.

Wird ein Werkstoff erwärmt, so vergrößert sich sein Volumen. Wenn dieser Werkstoff nun aber durch angrenzende Strukturen gehindert wird, sich infolge einer Wärmezufuhr auszudehnen, entstehen sogenannte „Wärmespannungen“.

Je größer der WAK eines Restaurationswerkstoffes im Verhältnis zum WAK des Zahnes ist, desto größer sind die entstehenden Wärmespannungen sowohl im Zahn als auch in dem jeweiligen Restaurationsmaterial. Dem WAK ist somit eine entscheidende Rolle beim Verlust des adhäsiven Verbundes beizumessen, was wiederum eine mögliche Erklärung liefert, weshalb die Verlustrate bei Kompositfüllungen signifikant größer ist als die von Amalgamfüllungen (Bernardo 2007).

4.5 Der Wärmeausdehnungskoeffizient zahnärztlicher Materialien

In der Literatur sind WAK von zahnärztlichen Kompositen zwischen $19,2 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ und $93 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ zu finden (Voco 2005, Hirasawa 1979), siehe Tab. 2.

Bereits in einer Studie von 1920 wurde der WAK eines dentalen Füllungsmaterials von Souder beschrieben.

Hierbei untersuchte Souder verschiedene Amalgame, Porzellan und einige noch heute in der Zahnmedizin angewendete Metalle. Als Messgerät diente ihm ein Priest-Interferometer. In derselben Studie wurde aber auch der WAK von Zahnhartsubstanzen bestimmt. Die in dieser Studie ermittelten Wärmeausdehnungskoeffizienten für den Zahn ($11,4 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ für die Zahnkrone, $8,3 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ für die Zahnwurzel) sind noch heute in Lehrbüchern zu findende Angaben (Souder 1920). 1942 wurden von Souder und Paffenbarger die gerade neu entwickelten Methacrylate untersucht (Souder 1942).

Seitdem wurden in weiteren Studien Methacrylate bzw. die Komposite sowohl trocken als auch feucht gemessen. Bei Yamaguchi et al. wurden die niedrigsten WAK bei 10 bis 45 °C, die höchsten bei 37 °C gemessen. Im Vergleich zum zweiten Zyklus war die Wärmeausdehnung im ersten Durchgang größer. Im Messbereich von 0 bis 60 °C wurde für das Produkt P30[®] der niedrigste WAK [$28,0 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] und für Sinterfil[®] der höchste WAK [$82,8 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] ermittelt (Yamaguchi 1989).

Somit weist P30[®] nur einen 2,5-fachen WAK, Sinterfil[®] jedoch einen 7,3-fachen WAK als der Zahn auf.

Auch Powers stellte die Abnahme des WAK nach dem ersten Zyklus fest. Er vermutete eine Entlastung der internen Druckspannung, die infolge der Polymerisation entstanden war. Die Kurven der erfassten WAK verliefen nichtlinear. Glasgefüllte Komposite wiesen eine geringere Wärmeausdehnung auf als quarzgefüllte (Powers 1979).

Bei Hashinger verliefen die Kurven nach erstmaligem Erwärmen linearer. Die WAK der gemessenen Produkte waren umso niedriger je höher deren Füllergehalt war. Alle Komposite zeigte einen Anstieg des WAK bei 30 bis 65 °C, ab 70 bis 100 °C nahm dieser dann stark ab. Hashinger liefert hierfür zwei Erklärungen; zum einen eine fortgesetzte Polymerisation nicht umgesetzter freier Radikale und zum anderen die bei Powers beschriebene interne Druckentlastung (Hashinger 1984).

Tab. 2: Zusammenstellung gemessener Wärmeausdehnungskoeffizienten

| Material/Methode | WAK [$\cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] | | Autor |
|--|---|--|-------------------------|
| <p>Mit einem Priest-Interferometer (Messfehler: 0,005 μm) wurde der WAK unterschiedlicher dentaler Materialien gemessen; Zahnproben wurden von diversen Zähnen und diversen Stellen der Zähne entnommen; Messung der 1 cm großen Proben erfolgte feucht bei 20 bis 50 $^{\circ}\text{C}$</p> | <p>Der WAK diverser Materialien wurde ermittelt, u. a.:</p> <p>Zahnwurzel = 8,3 Zahnkrone = 11,4 Amalgam = 25,0 Aluminium = 23,1</p> | | <p>Souder (1920)</p> |
| <p>7 lichthärtende Komposite; je 3 Proben (3,7 mm im Durchmesser; 7,7 mm Länge); Lineare Ausdehnung der trockenen Proben wurde mit einem TMA gemessen; Temperaturbereich lag bei 0 bis 60 $^{\circ}\text{C}$; der WAK wurde durch den Kurvenverlauf für 0 bis 60 $^{\circ}\text{C}$, 10 bis 45 $^{\circ}\text{C}$ und bei 37 $^{\circ}\text{C}$ errechnet. Datenanalyse erfolgte mit der „three-way analysis of variance“; die Mittelwerte wurden mit dem Tukey-Test verglichen.</p> | <p>Der höchste WAK wurde für Sinterfil[®] festgestellt: (81,3 bei 0 bis 60 $^{\circ}\text{C}$; 78,3 bei 10 bis 45 $^{\circ}\text{C}$; 83,5 bei 37 $^{\circ}\text{C}$) und der niedrigste für P-30[®] (26,9 bei 0 bis 60 $^{\circ}\text{C}$; 27 bei 10 bis 45 $^{\circ}\text{C}$; 29 bei 37 $^{\circ}\text{C}$) Die WAK des zweiten Zykluses waren i. d. R. niedriger als die des ersten.</p> | | <p>Yamaguchi (1989)</p> |
| <p>7 Komposite und 4 Fissurenversiegler; je 5 Proben (3,7 mm im Durchmesser; 7,7 mm Länge); Messung der trockenen Proben erfolgte bei 20 bis 60 $^{\circ}\text{C}$; die lineare Ausdehnung wurde mit einem TMA, nach Kalibrierung der Proben mit einem Aluminiumplättchen ($\alpha = 23,2 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$), ermittelt</p> | <p>Die glasgefüllten Komposite (26,5 - 28,2) wiesen geringere WAK auf als die quartzgefüllten (32,2 - 43,7); quartzgefüllte Fissurenversiegler wiesen geringere Werte auf als die ungefüllten; die Verringerung des Füllergehaltes von 70,4 % auf 65,8 % bewirkte eine Zunahme des WAK von 37,8 auf 47,3</p> | | <p>Powers (1979)</p> |
| <p>7 kommerzielle Komposite (n = 5); 3 Zyklen zwischen 26 und 75 $^{\circ}\text{C}$; in den auf dem Dehnungsmessstreifen platzierten Proben (2,5 mm dick) wurde der Temperatursensor eingebaut; statistische Auswertung erfolgte mit der ANOVA und dem Scheffle-Test</p> | <p>22,5 \pm 1,4 (Z-100[®]) 23,5 \pm 1,4 (P-50[®]) 32,6 \pm 1,6 (Herculite XR[®]) 34,1 \pm 1,8 (APH[®]) 35,4 \pm 1,4 (Conquest[®]) 41,6 \pm 1,5 (Silux Plus[®]) 44,7 \pm 1,2 (Heliomolar[®]); das Kleinstpartikelkomposit Z-100[®] weist einen niedrigeren WAK als die Hybrid- (z. B. P50[®], Conquest[®]) und die Mikrofüllerkomposite (Silux Plus[®], Heliomolar[®]); Es besteht ein inverses Verhältnis von Füllergehalt und Höhe des WAK; der Vergleich von Z-100 und P-50 zeigt auch die Abhängigkeit von WAK zur chemischen Zusammensetzung</p> | | <p>Versluis (1996)</p> |
| <p>Der WAK von 5 Methacrylatmonomeren und 5 kommerzieller Komposite wurden feucht oder trocken in einem Temperaturbereich von 0 bis 80 $^{\circ}\text{C}$ mit einem TMA bestimmt; je 4 Proben wurden hergestellt; als Referenz diente ein Aluminiumplättchen ($\alpha = 23,6 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$); statistische Auswertung erfolgte mit der „one-way-ANOVA</p> | <p>Produkt</p> | <p>WAK [$\cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$]</p> | <p>Sideridou (2004)</p> |
| | | <p>Trocken</p> | |
| <p>Abfall des WAK nach dem ersten Zyklus; der WAK ist umso geringer, je höher der Füllstoffanteil ist, jedoch wird er durch die Zusammensetzung der Matrix beeinflusst; Unterschiede zwischen den weiteren Zyklen ist vernachlässigbar;</p> | | | |

LITERATURÜBERSICHT

Söderholm konnte ebenfalls den Zusammenhang von hohem Füllergehalt und niedrigem WAK beobachten. Komposite mit silanisierten Füllstoffen zeigten einen genauso hohen WAK wie die mit unsilanisierten Füllerpartikeln. Die Erklärung hierfür könnte entweder darin liegen, dass die Matrix auch ohne Silanisierung einen Haftverbund zu den Füllerpartikeln aufbaut oder infolge der Polymerisationsschrumpfung eine Ringspannung um die Partikel herum entsteht (Söderholm 1984).

Auch bei Versluis war die Abnahme des WAK mit zunehmendem Füllergehalt eine wichtige Beobachtung. Allerdings stellte er auch fest, dass der WAK sich nicht signifikant vom Kleinstpartikel- (Z-100[®]) zum Hybridkomposit (P-50[®]) bei ähnlich hohem Füllergehalt unterschied (Versluis 1996).

Aber nicht nur der Füllergehalt, die Füllerart und -form haben maßgeblichen Anteil an der Höhe des WAK. Bis-GMA und die Comonomere TEGDMA, UDMA haben einen niedrigeren WAK [$110,1-12,3 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] als Bis-EMA und PCDMA [$193,6-173,8 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$]. Je kleiner das Molekül und je höher die Konzentration an Hydroxylgruppen ist, desto niedriger ist auch der WAK (Sideridou 2004).

Sideridou beobachtete zwar ebenfalls den Unterschied zwischen dem ersten und den folgenden Durchgängen, aber auch eine leichte Veränderung des Kurvenverlaufs des ersten Zyklus im Bereich von 41 bis 45 °C, was die Glasübergangstemperatur repräsentiert.

Sculpt-It[®] und Alert[®], welche in ihrer Zusammensetzung gleich sind, zeigten wegen ihres verschiedenen Füllergehalts auch einen unterschiedlichen WAK.

Den Unterschied des WAK bei Sculpt-It[®] und Z-100[®] (beide haben einen ähnlichen Füllergehalt von 60 bis 62 Vol%) führte Sideridou auf die Zusammensetzung ihrer Matrix zurück (Bis-EMA/PCDMA bei Sculpt-It[®] und Bis-GMA/UDMA/Bis-EMA). In Wasser gelagerte Proben wiesen generell einen höheren WAK auf (Sideridou 2004).

LITERATURÜBERSICHT

Tab. 3: Übersicht des WAK verschiedener dentaler Restaurationsmaterialien

^aO'Brien (2002); [#]Voco-Studie (2005); ^{*}Versluis (1996); ⁺Sideridou (2004)

| Material | Hersteller | Produkt | Matrix | Füllerpartikel | Fülleranteil | | WAK [*10 ⁻⁶ /°K] |
|--------------------|-------------------|------------------------------|--------------------------------|---|--------------|------|--------------------------------|
| | | | | | Gew% | Vol% | |
| Amalgam | | | | | | | 22,1 - 2,0 ^a |
| Feldspatkeramik | | | | | | | 6,4 - 7,8 ^a |
| Keramik-Masse | | Vita (VMK- 68 [®]) | | | | | 12,73 - 14,45 ^a |
| Gold | | | | | | | 14,4 ^a |
| Fissurenversiegler | Kerr | Kerr [®] | | | | | 70,9 - 78,2 ^a |
| Komposit | Johnson & Johnson | Adaptic [®] | Bis-GMA, Bis-MA, TEDMA | α-Quarz | 77 | | 39,2 ^a |
| | Voco | Grandio [®] | | Fluorsilikatgläser, Siliziumdioxid, Nanofüller | 87 | 71,4 | 19,2 [#] |
| | Voco | Grandio Flow [®] | | Fluorsilikatgläser, Siliziumdioxid, Nanofüller | 80,2 | 65,7 | 28,9 [#] |
| | 3M-Espe | Filtek Supreme [®] | Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, Bis-EMA | SiO ₂ , Zirkonium, SiO ₂ -Zirkonium-Cluster | 78,5 | 63,3 | 31,8 [#] |
| | Heraeus Kulzer | Venus [®] | Bis-GMA, TEGDMA | Bariumglas, SiO ₂ | 78 | | 39,1 [#] |
| | Heraeus Kulzer | Venus Flow [®] | Bis-GMA, TEGDMA | Bariumglas, SiO ₂ | 62 | | 57,6 [#] |
| | Ivoclar-Vivadent | Evo Ceram [®] | Bis-GMA, TEGDMA, UDMA | Bariumglas, Ytterbiumfluorid, Präpolymer, Mischoxid | 82-83 | | 40,2 [#] |
| | Ivoclar-Vivadent | Tetric Flow [®] | Bis-GMA, TEGDMA, UDMA | Bariumglas, Ytterbiumfluorid, Präpolymer, Mischoxid | 63,8 | | 54,2 [#] |
| | 3M | Z-100 MP [®] | Bis-GMA, TEGDMA | Unsilanierte Zirkon- und SiO ₂ -Partikel | 84,5 | 71 | 23,2 ⁺ |
| | Vivadent | Heliomolar [®] | | | 41,3 | | 44,7 ⁺ |
| | 3M | P-50 [®] | | | 70,1 | | 23,5 ⁺ |
| | 3M | Filtek Z-250 [®] | Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA | Unsilanierte Zirkon- und SiO ₂ -partikel | | 60 | 51 ⁺ |
| | Jeneric/Pentron | Sculpt-It ^{®+} | Bis-EMA, PCDMA | Bariumboro-Silikatglas | 74 | 62 | 59,4 ⁺ |

4.6 Der intraorale Temperaturbereich

Ernst et al. zufolge wurde bereits seit den 1950er Jahren wurden regelmäßig Studien über den Einfluss der Temperaturveränderung auf dentale Restaurationen verfasst (Ernst 2004). Dabei sind die Temperaturschwankungen im Mund beträchtlich. In der Literatur werden für die Maximaltemperaturen 45 °C (Nelsen 1952) bzw. 68 °C (Youngson 2000), für die Minimaltemperaturen -2 °C (Pfeiffer 1989) bzw. 24 °C (Mesu 1983) angegeben.

Ernst et al. ermittelten in ihrer Studie eine oral gemessene Maximaltemperatur von 52,5 °C an den Unterkieferprämolaren. Der oral erfasste Minimalwert betrug 13,7 °C an den Unterkieferschneidezähnen. Der Mittelwert lag bei $43,8 \pm 3,7$ °C für die Maximal- und bei $24,2 \pm 4,6$ °C für die Minimaltemperatur (Ernst 2004).

Diesen Daten zufolge werden höhere Temperaturen im Mund weniger abgepuffert als niedrige Temperaturen. Der WAK ist jedoch temperaturabhängig und nimmt mit steigender Temperatur zu (Sideridou 2004, Hashinger 1984, Powers 1979, Yamaguchi 1989, Gente 1985). Somit ist der WAK im Temperaturbereich von 52,5 °C größer als bei 13,7 °C. Bei den temperaturbedingten Dimensionsveränderungen an dentalen Kunststoffrestaurationen kommt folglich dem Temperaturbereich von 35 bis 55 °C eine größere Bedeutung zu.

Beim Genuss heißer und kalter Getränke konnten Palmer et al. bei den Probanden einen Mittelwert der Maximaltemperatur im Unterkieferseitenzahnbereich von $53,1 \pm 4,1$ °C messen. An der Palatinalfläche der Oberkieferfrontzähne lag der Wert bei $58,5 \pm 3,3$ °C. Der Mittelwert der Minimaltemperatur im Unterkieferseitenzahnbereich betrug $1 \pm 1,0$ °C (Palmer 1992).

Bei Nelsen et al. wurden Extremtemperaturen von 9 °C mit 4 °C kaltem Wasser sowie 52 °C mit 60 °C heißem Kaffee gemessen (Nelsen 1952). Eine Temperaturspanne von 15 bis 45 °C wurde bei Peterson et al. nachgewiesen (Peterson 1966).

Barclay et al. stellte fest, welche intraoralen Temperaturen Menschen imstande sind auszuhalten. Kalte Getränke wurden dabei problemlos vertragen, wobei hingegen einige Probanden nur Temperaturen bis 46,8 °C aushielten. Andere Probanden vertrugen auch heiße Getränke bis 77,4 °C (Barclay 2005).

Dabei können Nahrungsmittel aber auch extreme Temperaturunterschiede aufweisen.

Tab. 4: Zusammenstellung intraoral gemessener Temperaturen

| Material/ Methode | Ergebnisse | Autor |
|---|---|----------------|
| 15 Teilnehmer á 14 Tests; Temperatursensor mit Zahnseide approximal fixiert; Temperatur der zu sich genommenen Getränke zwischen 5 und 55 °C; 0 °C-kalte und 85 °C-heiße Getränke dienten als Minimal- bzw. Maximalreferenz | Maximaltemperatur von 52,5 °C an unteren Prämolaren; Minimaltemperatur von 13,7 °C an den unteren Inzisivi; Mittelwert für die gemessene Maximaltemperatur: 43,8 ± 3,7 °C und 24,2 ± 4,6 °C für die Minimaltemperatur | Ernst (2004) |
| 13 Teilnehmer; Temperatursensor wurde mit Zahnseide an den UK-Molaren und OK-Frontzähnen fixiert; Getränketemperatur variierte von 0,1 bis > 61 °C | Im Unterkieferseitenzahnbereich wurde 53,1 ± 4,1 °C; an der Palatinalfläche der Oberkieferfrontzähne wurden 58,5 ± 3,3 °C ermittelt | Palmer (1992) |
| 3 Teilnehmer; 60 °C-heiße und 4 °C-kalte Getränke als jeweils obere und untere Grenze; Fixierung eines Thermosensors in Klasse-III-Frontzahn-Kunststoffrestaurationen; | Gemessene Werte: $T_{\max} = 52 \text{ °C}$ und $T_{\min} = 9 \text{ °C}$; $\Delta T = 43 \text{ °C}$ | Nelsen (1952) |
| 60 Teilnehmer; Thermistoren für den Front- und Seitenzahnbereich jeweils an einer OK-UK- Tiefziehschiene fixiert; Getränketemperatur jeweils 77,5 und 1 °C; diese wurden innerhalb von 5 min. jeweils 10mal zu sich genommen | Kalte Getränke werden problemlos vertragen; Missempfinden warmer Getränke variierten zwischen 46,8 und 77,4 °C | Barclay (2005) |
| Kupferkonstantthermo-elemente wurden jeweils in Frontzahn- und Backenzahnrestaurationen mit einem Abstand zur Schmelzoberfläche von 0,5 mm eingebettet; Versuchspersonen nahmen Nahrung unterschiedlicher Temperaturen ein ($T_{\max} = 75 \text{ °C}$, $T_{\min} = -7 \text{ °C}$) | Fortlaufende Messungen der Zahnschmelztemperatur ergaben beim Verzehr der Testmahlzeit ($T_{\max} = 75 \text{ °C}$, $T_{\min} = -7 \text{ °C}$) Temperaturdifferenzen von 43 °C bis 16 °C; Einverleibungstemperatur ($\Delta T = 82 \text{ °C}$) steht einer Temperaturschwankung von 27 °C gegenüber | Gräf (1960) |

Barclay et al. stellte fest, welche intraoralen Temperaturen Menschen imstande sind auszuhalten. Kalte Getränke wurden dabei problemlos vertragen, wobei hingegen einige Probanden nur Temperaturen bis 46,8 °C aushielten. Andere Probanden vertrugen auch heiße Getränke bis 77,4 °C (Barclay 2005).

Dabei können Nahrungsmittel aber auch extreme Temperaturunterschiede aufweisen.

Während heiße Getränke 85 °C heiß sein können, so hat Eiscreme beispielsweise

eine Temperatur von $-12\text{ }^{\circ}\text{C}$. Daher kann u. U. bei einer entsprechenden Nahrungsaufnahme ein Temperaturunterschied von 80 bis $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ betragen (Gräf 1960).

Zusammenfassend kann man also sagen, dass heiße und kalte Speisen bzw. Getränke extreme Temperaturen, sofern es der Mensch nicht als unangenehm empfindet, extremen Einfluss auf Zahn und Restauration übertragen können. Gerade im Auftreten großer Temperaturdifferenzen, z. B. durch Eis essen und heißen Kaffee trinken, liegt die Gefahr großer Dimensionsveränderungen.

4.7 Untersuchungen des Randspalts zwischen Restauration und Zahn

Ausgehend von den deutlichen Unterschieden in den Wärmeausdehnungskoeffizienten vom Zahn im Vergleich zu Kompositen sind Randspalten eine logische Folge.

Im Folgenden zeigt Tab. 5 eine Zusammenstellung von in der Literatur aufgeführten Ergebnissen von Randspaltmessungen.

Unter dem Randspalt versteht man den fehlenden Verbund von Restauration zum Zahn. Der Begriff des „microleakage“ ist definiert als die Penetration von Bakterien, Flüssigkeiten, Molekülen bzw. Ionen zwischen der Kavitätenwand und der applizierten Restauration (Kidd 1976).

Den Temperatureinflüssen unterliegt sowohl die Restauration als auch die Zahnhartsubstanz. Der Zahn zeigt hierbei mit seinem WAK von $11,4 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ (Souder 1920) eine deutlich geringere Dimensionsveränderung als die Kompositrestauration mit einem bis zu siebenfach größeren WAK.

Diese permanent ablaufende Dimensionsveränderung verursacht Spannungen innerhalb der Restauration, z. B. an den Molekülketten oder zwischen der Füller-Matrix-Phase (Söderholm 1984) sowie an der Adhäsivschicht. Langfristig kann es schließlich zur Zerstörung der adhäsiven Verbindung und damit zur Randspaltentstehung kommen. Das Ausdehnen und Zusammenziehen der Restauration bewirkt einen Pumpmechanismus, den sog. „Perkolationseffekt“ (Bullard 1988 und Kidd 1976).

Tab. 5: Zusammenstellung von Randspaltuntersuchungen

| Material/ Methode | Ergebnisse | Autor |
|---|--|----------------|
| In 60 extrahierten und kariesfreien Molaren wurden jeweils eine Klasse-V-Kavität in vitro präpariert und mit diversen Füllungsmaterialien versorgt; 125 Thermozyklen in einer Fuchsin-Lösung zwischen 5 und 55 °C; anschließend Inspektion der Fuchsinfiltration via Mikroskop | Die Tiefe und damit die Randspaltbildung zeigte eine Abhängigkeit von dem WAK. Ketac-Fil mit dem in der Materialgruppe kleinsten WAK wies die geringste Penetration, Sevriton mit dem größten WAK die stärkste Randspaltbildung auf. <u>WAK:</u> Ketac-Fil®: $\alpha = 14 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ Sevriton®: $\alpha = 80 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ (Rose 1955) | Bullard (1988) |
| 144 Klasse-2-Kavitäten wurden in vivo mit jeweils 3 verschiedenen Adhäsivsystemen und Füllungstechniken versorgt; Kavitätentiefe betrug 1,5 und 3 mm in bukkopalatinaler Richtung; nach 6 Wochen erfolgte die Extraktion und die Untersuchung mit einer Färbelösung | Von den 144 Restaurationen zeigten 65 minimale zervikale Randspalten, 5 in das Dentin reichende Randspalten und 74 waren frei von Randspalten; Randspaltbildungen traten unabhängig vom Adhäsivsystem auf | Opdam (1998) |
| 240 extrahierte Frontzähne und Prämolaren mit Klasse-V-Kavitäten; 120 Proben wurden mit und 120 Proben ohne Ätztechnik in vitro behandelt und anschließend mit unterschiedlichen kommerziellen Kompositen gefüllt und feucht gelagert; 100 Thermozyklen bei 4 und 58 °C wurden durchgeführt; nach einer Woche, 3, 6 und 12 Monaten wurden die Proben in eine ⁴⁵ Ca-Lösung eingelegt und geröntgt | Komposite (Adaptic®) mit einem geringen WAK zeigten nach einer vorherigen Anätzung nach einem Jahr nahezu keinen Randspalt, bei Mikrofüllern (Silar® und Finesse®) war nach Anätzung eine geringe Randspaltbildung nachweisbar, ungefüllte Produkte oder Komposite (Sevriton®) mit einem hohen WAK wiesen einen großen Randspalt auf, unabhängig einer vorherigen Anätzung <u>WAK:</u> Adaptic®: $\alpha = 33,3 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ (Hashinger 1984) Finesse®: $\alpha = 68,7 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ (Hashinger 1984) Sevriton®: $\alpha = 80 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ (Rose 1955) | Hembree (1983) |

Über diesen Mechanismus gelangen Säuren, Wasser und auch Bakterien mit ihren Metaboliten in die Tiefe des Grenzbereichs von Restauration zum Zahn. Das führt wiederum zu einer Hypersensibilität, Sekundärkaries oder einer Reinfektion der Wurzel bereits endodontisch behandelter Zähne.

Brannström und Nyborg (1971) wiesen Bakterien zwischen Restauration und der Kavitätenwand in einer in-vivo-Studie nach. Bereits im Jahr 1929 stellte Fraser eine Penetration von Bakterien an unterschiedlichen Füllungsmaterialien fest (Fraser 1929).

LITERATURÜBERSICHT

Die Randspaltentstehung ist ein Phänomen aller Restaurationsmaterialien (Bullard 1988 und Kidd 1976).

In einer in-vivo-Studie wiesen Opdam et al. bei der Untersuchung von 144 Kompositrestaurationen die Existenz von Randspalten bis in den Dentinbereich nach. Diese Erkenntnis deckt sich mit der Studie von Bullard et al. (Bullard 1988).

In derselben Studie wurde auch die Bedeutung des Adhäsivsystems deutlich. Mit Self Etching Primer inserierte Kompositfüllungen zeigten einen größeren okklusalen Randspalt (Opdam 1998).

Die Studie von Hembree et al. zeigt einerseits, dass eine vorherige Anätzung weniger eine Rolle für die Randspaltbildung spielt als die Art des Komposites bzw. die Konzentration von Füllerpartikeln; andererseits treten auch bei hochgefüllten Kompositen nach einiger Zeit Randspalten auf (Hembree 1983).

Schon Fraser (1929) vermutete in seiner vorgenannten Studie einen Zusammenhang von Temperatur und Randspalt. Bullard untersuchte 1988 sechs unterschiedliche Materialien hinsichtlich ihres Randspaltverhaltens nach Thermocycling und stellte sie ihrem WAK gegenüber. Es zeigte sich, dass die Materialien mit einem niedrigen WAK auch eine geringere Penetrationstiefe der Färbelösung aufwiesen. Wenngleich andere Faktoren die Spaltbildung mit beeinflussten, so ist der WAK einer der Hauptfaktoren dessen Entstehung (Bullard 1988).

Zu den weiteren Faktoren der Randspaltentstehung zählen die Polymerisationsschrumpfung, das E-Modul, die Fließfähigkeit während und nach der Polymerisation, die Art der Polymerisation, die Auswahl des Adhäsivs, das Gesamtvolumen des applizierten Komposits sowie der sog. „C-Faktor“, der das Verhältnis gebundener zu nicht-gebundener Kompositoberfläche angibt (Weber 2003).

4.8 Überblick über bisherige Apparaturen zur Messung des Dimensionsverhaltens von Restaurationen bzw. Zahnhartsubstanz

Für die Ermittlung des WAK gab es bisher unterschiedliche Messapparaturen. Sie werden in Kontakt- und Non-kontakt-Techniken unterschieden.

Die Tabelle 6 enthält eine Übersicht verschiedener Techniken zur Bestimmung des temperaturabhängigen Dimensionsverhaltens von Kompositen und der Zahnhartsubstanz.

Zu den Kontakt-Techniken zählen beispielsweise der induktive Wegaufnehmer, das thermomechanische Analysegerät, die Dehnungsmessstreifen und das Differentialdilatometer.

Tab. 6: Übersicht bisher angewandter Geräte zur Messung des WAK

| Gerät | Material/ Methode | Ergebnisse | Autor |
|---|--|--|------------------|
| Induktiver Wegaufnehmer (kontakt) | Je 3 feucht gelagerte Proben aus Rinderschmelz und –dentin in vitro gemessen; Temperaturbereich von 25 bis 48 °C | $WAK_{Schmelz} = 11,2 \pm 0,6 \cdot 10^{-6} / ^\circ K$ $WAK_{Dentin} = 6,9 \pm 0,6 \cdot 10^{-6} / ^\circ K$ Proben in feuchtem Zustand ergeben deutlich reproduzierbarere Ergebnisse als trockene | Gente (1985) |
| thermomechanisches Analysegerät (kontakt) | Der WAK von 5 Methacrylat-monomeren und 5 kommerzieller Komposite wurden feucht oder trocken in einem Temperatur-bereich von 0 bis 80 °C mit einem TMA bestimmt; je 4 Proben wurden hergestellt; als Referenz diente ein Aluminiumplättchen [$\alpha = 23,6 \cdot 10^{-6} / ^\circ K$]; statistische Auswertung erfolgte mit der „one-way-ANOVA | Werte der WAK's s. Tab. 2 Abfall des WAK nach dem ersten Zyklus; Unterschiede zwischen den weiteren Zyklen ist vernachlässigbar der WAK ist umso geringer, je höher der Füllstoffanteil ist, jedoch wird er durch die Zusammensetzung der Matrix beeinflusst; | Sideridou (2003) |
| Dehnungsmessstreifen (kontakt) | 7 kommerzielle Komposite (n = 5); 3 Zyklen zwischen 26 und 75 °C; in den auf dem Dehnungsmessstreifen platzierten Proben wurde der Temperatursensor eingebaut | WAK nimmt mit jedem Zyklus ab; WAK zeigt guten linearen Verlauf; WAK nimmt mit steigenden Füllergehalt (Vol%) ab; Komposite Z100 [®] und P-50 [®] weisen ähnlich hohen WAK bei unterschiedlicher Füllpartikelgröße auf | Versluis (1996) |
| Differentialdilatometer (kontakt) | Der WAK 9 kommerzieller Komposite mit hohem und niedrigem Füllergehalt wurde in vitro zwischen 25 und 120 °C gemessen; | WAK nimmt mit zunehmendem Füllergehalt des Produkts ab und verhält sich linearer nach erstmaliger Erhitzung; zwischen 30 und 65 °C war ein Anstieg und ab 70 °C ein Abfall des WAK erkennbar | Hashinger (1984) |
| Priest-Interferometer (non-kontakt) | Mit einem Priest-Interferometer (Messfehler: 0,005 µm) wurde der WAK unterschiedlicher Zahnhartsubstanzen und zahnärztlicher Werkstoffe untersucht. | Der WAK [$\cdot 10^{-6} / ^\circ K$] diverser Materialien wurde ermittelt, u. a.: Zahnwurzel = 8,3 Zahnkrone = 11,4 Amalgam = 25,0 Aluminium = 23,1 | Souder (1920) |

Fortsetzung Tab. 6: Übersicht bisher angewandter Geräte zur Messung des WAK

| Gerät | Material/ Methode | Ergebnisse | Autor |
|--------------------------------------|--|--|---------------------------|
| Speckle-Interferometer (non-kontakt) | Verschieden große mod-Kavitäten von 50 Prämolaren wurden in vitro mit unterschiedlichen Werkstoffen versorgt; die Restaurationen wurden mit einem Stößel zentral mit 30, 60 und 90 N vertikal belastet; Deformationsveränderungen wurden Speckle-interferometrisch (ArgonLASER 512 nm) erfasst | Nach vertikaler Belastung verlagerten sich starre Restaurationen, elastische verformten sich hingegen lokal; Spaltbildungen wurden bei EM-Inlays und Amalgamfüllungen beobachtet | Lang (1995) |
| | 3 Prämolaren und 3 aus Akrylat gefertigte Replika wurden in vitro mit einem Stößel an der vestibulären Höckerspitze vertikal bis 40 N (Replika) bzw. 100 N (Prämolaren) belastet; Dimensionsveränderungen wurden in x-, y- und z-Richtung aufgenommen | Es konnte kein großer Unterschied im Ausdehnungsverhalten von Zahn und Replika festgestellt werden; das impliziert einen Zusammenhang von Morphologie und Verhalten der Dimensionsveränderung; größte Belastung tritt auf der Höckerspitze auf, die sich als Ganzes verschiebt | Zaslansky (2006) |
| | 120 Prämolaren mit großen wie kleinen mod-Kavitäten wurden in vitro mit Amalgam, Gold- Komposit- und Keramikinlays sowie mit Kompositfüllungen versorgt; die Komposit- und Keramikinlays sowie die Kompositfüllungen wurden adhäsiv befestigt (Syntac Classic [®]); bei einer Last von 90 N zentral auf die Restauration, wurden die Verformungen Speckle-interferometrisch erfasst (n = 10) | Kleine Restaurationen zeigten nur geringförmige Verformungen; bei großen Restaurationen waren die Belastungen kleiner als bei ungefüllten Zähnen: elastische Materialien zeigten nur lokale Deformationen und nicht adhäsiv befestigte Materialien wiesen Translationen und marginale Diskrepanzen auf; adhäsiv befestigte Inlays verursachten eine Verformungen der Komposit-zements; Belastung der Höckerspitzen verursachte stärkere Verformungen als die der Restaurationen; adhäsiv befestigte Restaurationen stabilisierten die Höckerspitze | Lang (2004) |
| | 50 Molaren mit 2 mm breiten und 2,5 mm tiefen mod-Kavitäten wurden mit 5 unterschiedlichen Kompositen versorgt; alle Proben wurden geätzt und adhäsiv versorgt; ein Thermosensor wurde am bukkalen Höcker angebracht; 40 s wurde die Probe aus 5 mm Höhe ausgehärtet während die Verformungen Speckle-interferometrisch erfasst wurden (n = 10) | Fließfähige Composite verursachen keine stärkeren Deformationen als herkömmliche Hybridkomposite; Hermes [®] mit der geringsten Polymerisationsschrumpfung erzeugte auch die geringste Verformung | Bouillaguet (2006) |
| | 6 Zahnschmelz und Dentin enthaltende Proben wurden so geschnitten, dass die Schmelz-Dentin-Grenzschicht sichtbar ist; Dimensionsveränderungen wurden in x-, y- und z-Richtung erfasst | Festigkeit der Schmelz-Dentin-Grenzschicht liegt unter der von normalem Dentin; sie diene damit als Dämpfungsschicht zwischen Schmelz und Dentin | Zaslansky/ Friesem (2006) |

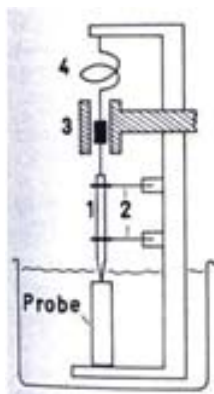
LITERATURÜBERSICHT

Gente et al. benutzten den induktiven Wegaufnehmer zur Bestimmung des WAK von Rinderzahnschmelz bzw. Dentin (Gente 1985).

Die Proben (Schmelz und Dentin vom Rind) wurden in dieser Studie feucht gemessen.

Die meisten induktiven Wegaufnehmer arbeiten nach dem Prinzip der Differentialdrossel (induktive Halbbrücken). Sie bestehen i. d. R. aus zwei miteinander verbundenen Spulen, die in einem Metallzylinder dicht und vibrationsicher eingegossen sind. Der induktive Wegaufnehmer funktioniert in der Weise, dass sich die Induktivität einer Spule ändert, wenn die magnetische Permeabilität des Materials in der Spule variiert (Goch 2005).

Die thermomechanische Analyse (TMA) ist eine Messung der thermischen Ausdehnung eines Festkörpers in Abhängigkeit von der Temperatur mit einem Dilatometer (Ehrenstein 2003).



- 1= Taststab
- 2= Blattfedern zur Parallelführung des Taststabes
- 3= induktiver Wegaufnehmer
- 4= Schraubenfeder

Abb. 6: Schematische Darstellung des induktiven Wegaufnehmers nach Gente (1985)

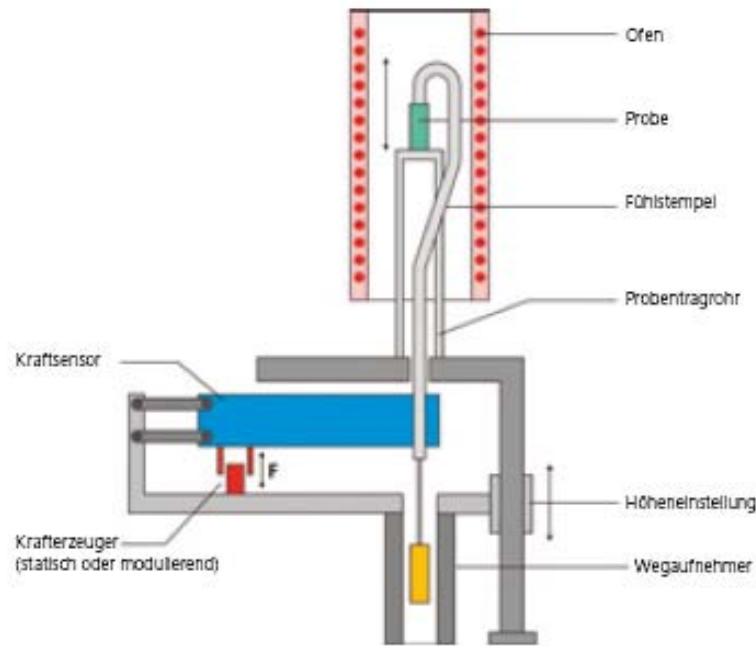
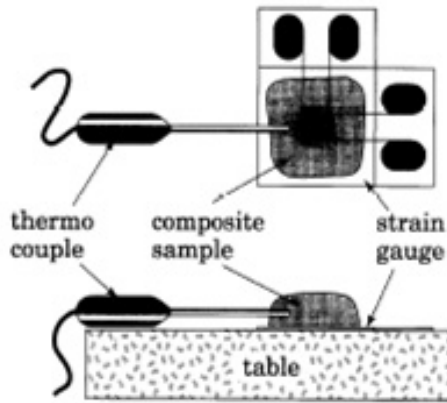


Abb. 7: Schematische Darstellung eines TMA-Gerätes (Netzsch 2014)

Die TMA bestimmt Dimensionsänderungen von Feststoffen, Flüssigkeiten oder pastösen Materialien als Funktion der Temperatur und/oder Zeit unter definierter mechanischer Belastung (DIN 51 005, ASTM E 831, ASTM D 696, ASTM D 3386, ISO 11359 – Teil 1 bis 3). Sie ist eng verwandt mit der Dilatometrie, welche die Längenänderung von Proben unter vernachlässigbarer Kraft ermittelt (DIN 51 045). Neben der thermischen Ausdehnung können z. B. Phasenumwandlungen, Sinterstufen oder Erweichungen auftreten. TMA-Untersuchungen geben somit wertvolle Hinweise auf Zusammensetzung, Struktur, Herstellungsbedingungen oder Einsatzmöglichkeiten von Werkstoffen. Der Anwendungsbereich von Geräten zur thermomechanischen Analyse erstreckt sich von der Qualitätskontrolle bis hin zu Forschung und Entwicklung. Typische Einsatzgebiete sind Kunststoffe und Elastomere, Farben und Lacke, Verbundwerkstoffe, Klebstoffe, Folien und Fasern, Keramiken, Gläser, Metalle oder Komposite. Jede Dimensionsveränderung einer Probe wird über einen Fühlstempel auf einen hochempfindlichen induktiven Wegaufnehmer übertragen, wo sie in ein digitales Signal umgewandelt wird (Netzsch 2014).



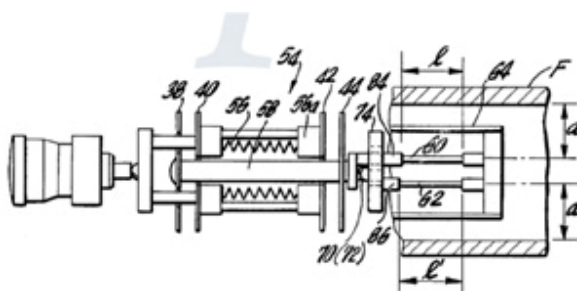
Der Thermosensor ist in der Kompositprobe, die auf einem Dehnungsmessstreifen fixiert ist.

Abb. 8: Schematische Darstellung der Dehnungsmessstreifen nach Versluis (1996)

Die Hauptanwendungsgebiete sind die experimentellen Spannungsanalysen und der Aufnehmerbau (Hoffmann 1973). Dehnungsmessstreifen können Verformungen im Submikrometerbereich messen. Sie sind leicht in der Anwendung und können überall auf der Oberfläche angebracht werden. In der Zahnmedizin kamen sie beispielsweise zur Spannungsmessung von Kompositen (Sakaguchi 1991, Versluis 1994 und 1996) zur Anwendung. Die Probe muss fest mit dem Streifen fixiert sein, so dass die von ihr ausgehende Dimensionsveränderung, sei es Expansion oder Kontraktion, auf den Streifen übertragen wird. Sie eignet sich zur Bestimmung des linearen WAK.

Ein anderes Gerät zur Bestimmung des WAK ist das Differentialdilatometer.

Mit ihm können gleichzeitig die Längenänderung von zwei Proben gemessen werden. Eine Probe steht in Kontakt mit einer Schubstange, die ihrerseits mit dem Kern eines Differentialtransformators verbunden ist. Die zweite Probe ist an eine andere Schubstange gekoppelt. Diese steht in Kontakt mit der Drahtspule des Differentialtransformators. Die Messung der Dimensionsveränderung erfolgt simultan.



- 38/42/44 = Blattfedern
- 54 = Differentialtransformator
- 56 = Drahtspule
- 58 = Kern
- 60/62 = Schubstangen 1 & 2
- 64 = Abstandshülse
- 70/72 = Abstandshalter
- 74 = Endplatte

Abb. 9: Schematische Darstellung eines Differentialdilatometers (Clusener 1974)

LITERATURÜBERSICHT

Zu den Non-Kontakt-Techniken zählen beispielsweise das Priest-Interferometer und das Speckle-Interferometer.

Mit dem Priest-Interferometer ist es möglich, kleine Verformungen mit einer Genauigkeit von $0,005 \mu\text{m}$ zu erfassen. Die wesentlichen Bestandteile dieses Interferometers sind zwei Glasplatten, die durch einen entsprechenden Separator getrennt werden.

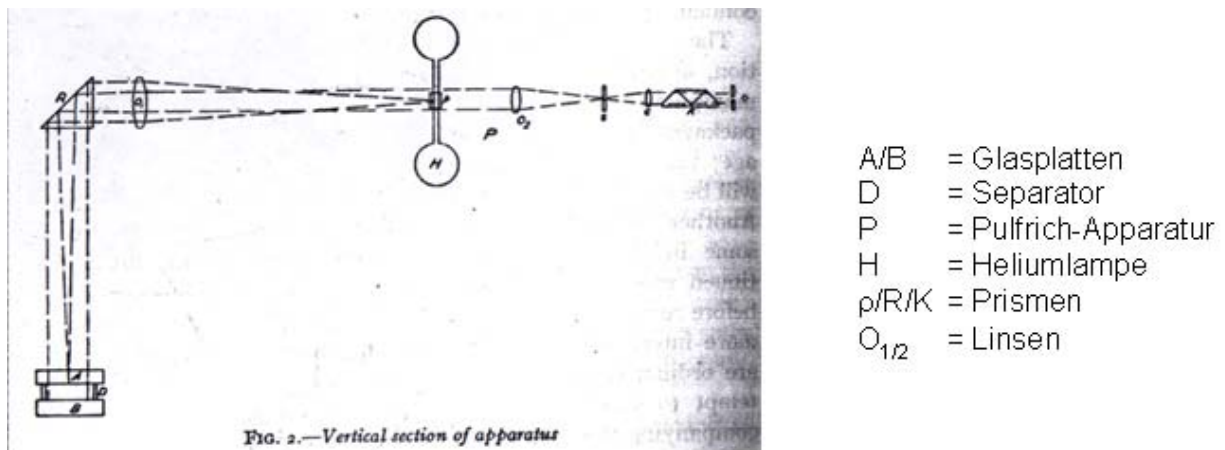


Abb. 10: Schematische Darstellung eines Priest-Interferometers nach Souder (1920)

Eine Pulfrich-Apparatur dient dazu, die Fringes, d. h. das Interferenzmuster, zu sehen. Das Licht einer Heliumlampe trifft auf das Prisma ρ . Der Strahl wird in der Linse O_1 kollimiert und wird dann durch das Prisma R auf die Glasplatten A und B, die in der Brennweite von O_1 liegen, zurückreflektiert. Von den Glasplatten gehen die Strahlen erneut auf die Linse O_1 , von wo aus sie kollimiert auf die Linse O_2 ausstrahlen. Dort entsteht das Interferenzmuster, das von Punkt C aus angesehen werden kann. Das Prisma K spaltet das Fringemuster auf (Souder 1920).

Eine weitere Messmethode, bei der die Interferenz von Licht zur Darstellung von Dimensionsveränderungen genutzt wird, ist die elektronische Speckle-Interferometrie.

Der Aufbau und die Methodik werden in dem Abschnitt 4 genauer erläutert. In der Tabelle 7 ist ein abschließender Vergleich der jeweiligen Messsysteme zusammengefasst dargestellt.

LITERATURÜBERSICHT

Tab. 7.: Übersicht bezüglich der Messgenauigkeit, Reproduzierbarkeit, Probenpräparation verschiedener Geräte zur Messung des WAK

| Messsystem | Messgenauigkeit | Reproduzierbarkeit | Probenpräparation |
|----------------------------|-----------------------------------|--|--|
| Differentialdilatometer | 10 - 50 nm ^[£] | 0,0 - 7,3 *10 ⁻⁶ /°K ^[†] | Kolbenprobe |
| TMA | 10 - 50 nm ^[£] | 1,0 - 9,2 *10 ⁻⁶ /°K ^[†] | Scheibenprobe |
| Dehnungsmessstreifen | 0 - 90 µm ^[#] | 0,8 - 1,9 *10 ⁻⁶ /°K ^[+] | Scheibenprobe |
| Induktiver Wegaufnehmer | 0,25 - 0,5 % ^[V] | 0,5 - 0,7*10 ⁻⁶ /°K ^[*] | Kolbenprobe |
| Priest-Interferometer | 0,005 µm ^[\$] | k. A. | Scheibenprobe |
| Speckle-Interferometer | 0,007 µm - 0,02 µm ^[²] | 0,09 – 0,65 GPa ^[¥] | Scheiben ^[¥] - und auch Kolbenproben |

[#] Vishay Precision Group, [†] Sideridou (2004), [+] Versluis (1996), [\$] Souder (1920),

[²] Lang (1995, 2004), [¥] Yap (2004), [£] Bähr-Thermoanalyse GmbH,

[*] Gente (1985), [V] Schreiber-Messtechnik GmbH

5. Problemstellung

Die Versorgung mit Kompositfüllungen ist heutzutage als direkte Einlagerrestauration Goldstandard. Jedoch unterliegen auch Kompositrestaurationen im Mund bakteriologischen, chemischen und physikalischen Einflüssen. Die temperaturabhängige Dimensionsänderung spielt bei diesen Werkstoffen daher eine besondere Rolle.

Die Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) dentaler Komposite weisen sehr unterschiedliche Werte auf, von $19,2$ bis $90 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$.

Intraoral gemessene Temperaturen nach Verzehr kalter oder heißer Speisen bzw. Getränke schwanken zwischen 9 und $58,5$ $^{\circ}\text{C}$. Der WAK, der die Dimensionsveränderung in $\mu\text{m}/\text{m}$ je Grad Celsius angibt, ergibt bei einer Temperaturveränderung von ca. 50 $^{\circ}\text{C}$ demzufolge eine Dimensionsveränderung von $19,2 \cdot 50$ bis $90 \cdot 50$ $\mu\text{m}/\text{m}$. Damit ist die bis zu achtfach höhere Wärmeausdehnung von dentalen Kompositen im Vergleich zum Zahn imstande, einen Randspalt im Restauration-Zahn-Komplex entstehen zu lassen.

Dieser Randspalt ist somit die Ursache für eine mögliche Hypersensibilität der Zähne, eine Sekundärkariesentwicklung am Grenzbereich von Zahn zur Restaurationsbasis und eine Schwächung des adhäsiven Verbundes an Kompositfüllungen, bis hin zum Füllungsverlust oder gar einer Fraktur des gesamten Zahnes. In der Literatur sind keine Zahlen für die mögliche Randspaltgröße aufgeführt, wenngleich die Wärmeausdehnung dentaler Füllungsmaterialien seit über 80 Jahren untersucht wird. So ist man bei der Entwicklung von Füllungskompositen bestrebt, einen möglichst niedrigen WAK, so weit dies im Falle von Kunststoffen möglich ist, zu erreichen.

Die Einführung der Nanohybridtechnologie hat bereits zu einer Herabsetzung des WAK von Kompositen geführt. Allerdings sind heutzutage auch noch Mikrohybridkomposite und Ormocere auf dem Markt. Nachgewiesenermaßen unterscheiden sich auf dem Markt erhältliche Komposite in ihrem Füllergehalt, der maßgeblich Einfluss auf den WAK hat.

Bisherige Messmethoden sind i. d. R. nicht kontaktlos. Der Goldstandard in der Ermittlung des WAK stellt z. Z. die thermomechanische Analyse (TMA).

Die Wärmeausdehnung findet jedoch im Nanometerbereich statt. Jegliche Behinderung der spannungsfreien Ausdehnung einer Probe bei Wärmezufuhr kann

daher zu einem Messfehler führen. Bereits Souder et al. hat bereits vor über 80 Jahren nachgewiesen, dass eine Messung des WAK zahnärztlicher Materialien mit der Interferometrie, d. h. einer kontaktlosen Messmethode möglich ist. Heutzutage bietet die computergestützte Interferometrie mit der elektronischen Speckle-Interferometrie bereits die Möglichkeit, druckinduzierte Verformungen an zahnärztlichen Werkstoffen und Zahnhartsubstanzen zu messen.

6. Aufgaben und Zielstellung

Die elektronische Speckle-Interferometrie erlaubt eine berührungslose und gleichzeitige Messung (Lang 2004, Musewald 1999, Zaslansky 2005). Daher ist die Messung des Wärmeausdehnungskoeffizienten störungsfreier und damit genauer möglich.

Mit optischen Verfahren ist es möglich, den komplexen Bedingungen bei der Messung von Verformungen an gefüllten Zähnen gerecht zu werden (Dermaut 1986). In unterschiedlichen Studien konnte der Einsatz der elektronischen Speckle-Interferometrie zur Messung von Zähnen oder zahnärztlichen Füllungsmaterialien festgestellt werden (s. Tab. 6).

Ziel dieser Arbeit war es, anhand der Messung des WAK von fünf kommerziell erhältlichen und fünf experimentellen Kompositen die Einsatzmöglichkeit des ESPI zur Bestimmung temperaturinduzierter Dimensionsveränderungen zu beweisen.

In diesem Zusammenhang sollte der Wärmeausdehnungskoeffizient o. g. Komposite im Temperaturbereich von 25 bis 65 °C bzw. 25° bis 55 °C bestimmt und dargestellt werden.

Mit der Untersuchung der experimentellen Komposite sollte außerdem der Unterschied zwischen fließfähigen und knetbaren Kompositen dargestellt sowie der Einfluss von Matrix- und Füllerzusammensetzung auf den WAK von dentalen Kompositen überprüft werden. Außerdem dienten die in dieser Studie ermittelten WAK dazu, die mögliche Spaltbildung nicht-adhäsiv befestigter Komposite mathematisch zu ermitteln, um damit auf deren klinische Relevanz hinzuweisen.

7. Materialien und Methode

7.1. Übersicht über die untersuchten Materialien

Für die Untersuchungen standen Kompositmaterialien der Fa. VOCO zur Verfügung. Eine Zusammenfassung der unterschiedlichen Zusammensetzung ist in Tab. 8 zu finden.

Tab. 8: Produkte der ersten Versuchsreihe

| Produkt | Hersteller | Produktart | Füllkörper | Füllergehalt | Füllergröße |
|---------------|--|--|--|------------------------|---|
| Grandio® | VOCO GmbH, Anton-Flettner-Str. 1, 27472 Cuxhaven | Nanohybrid Konv. Füllungskomposit | Fluorsilikat-Gläser, Siliziumdioxid, Nanofüller | 87 Gew% 71,4 Vol% | Mikrofüller < 1 µm Nanofüller < 5 µm |
| Grandio Flow® | VOCO GmbH, Anton-Flettner-Str. 1, 27472 Cuxhaven | Nanohybrid Flowkomposit | Fluorsilikat-Gläser, Siliziumdioxid, Nanofüller | 80,2 Gew% 65,7 Vol% | Mikrofüller < 1 µm Nanofüller < 5 µm |
| Arabesk Top® | VOCO GmbH, Anton-Flettner-Str. 1, 27472 Cuxhaven | Mikrohybrid Konv. Füllungs- komposit | Anorganische Füllstoffe | 77 Gew% 56 Vol% | Mikrofüller < 0,05 µm Kleinstpartikel mittl. Größe: 0,7 µm |
| Admira® | VOCO GmbH, Anton-Flettner-Str. 1, 27472 Cuxhaven | Ormocer Stopfbares Komposit | Anorganische Füllstoffe | 78 Gew% 56 Vol% | mittl. Größe: 0,7 µm max.: < 2 µm |
| Admira Flow® | VOCO GmbH, Anton-Flettner-Str. 1, 27472 Cuxhaven | Ormocer Flowkomposit | Anorganische Füllstoffe, hochdisperses Siliziumdioxid | 64 Gew% 50,5 Vol% | mittl. Größe: 0,7 µm max.: < 2 µm |

Für die Untersuchung der Einflüsse der Fülleranteile auf das Dimensionsverhalten wurden unterschiedliche Rezepturen eines Komposites hergestellt, die in Tab. 9 zusammengefasst sind.

Tab. 9: Produkte der zweiten Versuchsreihe

| Versuchskomposite (auf Arabesk Top basierend) | Hersteller | Produktart | Füllkörper | Füllergehalt | Füllergröße |
|---|------------|-------------|----------------------------|-----------------------|---|
| V44570A | VOCO | Mikrohybrid | Anorganische Füllstoffe | 35 Gew% Vol% k. A. | Mikrofüller < 0,05 µm Kleinstpartikel mittl. Größe: 0,7 µm |
| V44570B | VOCO | Mikrohybrid | Anorganische Füllstoffe | 45 Gew% Vol% k. A. | Mikrofüller < 0,05 µm Kleinstpartikel mittl. Größe: 0,7 µm |
| V44570C | VOCO | Mikrohybrid | Anorganische Füllstoffe | 55 Gew% Vol% k. A. | Mikrofüller < 0,05 µm Kleinstpartikel mittl. Größe: 0,7 µm |
| V44570D | VOCO | Mikrohybrid | Anorganische Füllstoffe | 65 Gew% Vol% k. A. | Mikrofüller < 0,05 µm Kleinstpartikel mittl. Größe: 0,7 µm |
| V44570E | VOCO | Mikrohybrid | Anorganische Füllstoffe | 75 Gew% Vol% k. A. | Mikrofüller < 0,05 µm Kleinstpartikel mittl. Größe: 0,7 µm |

7.2 Versuchsaufbau

7.2.1 Die elektronische Speckle-Interferometrie – Aufbau und Funktionsprinzip

Die Entwicklung der elektronischen Speckle-Interferometrie (ESPI) begann im Jahre 1971. Seitdem hat sie sich als Methode zur zerstörungs- und berührungslosen Messung von Formveränderungen etabliert (Butters 1971). Die Speckle-Interferometrie ist eine Messmethode, bei der zwei Speckle-Muster verrechnet werden (Yoshizawa 2009).

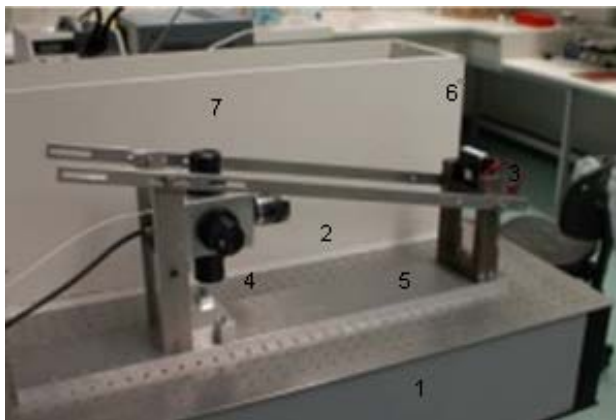
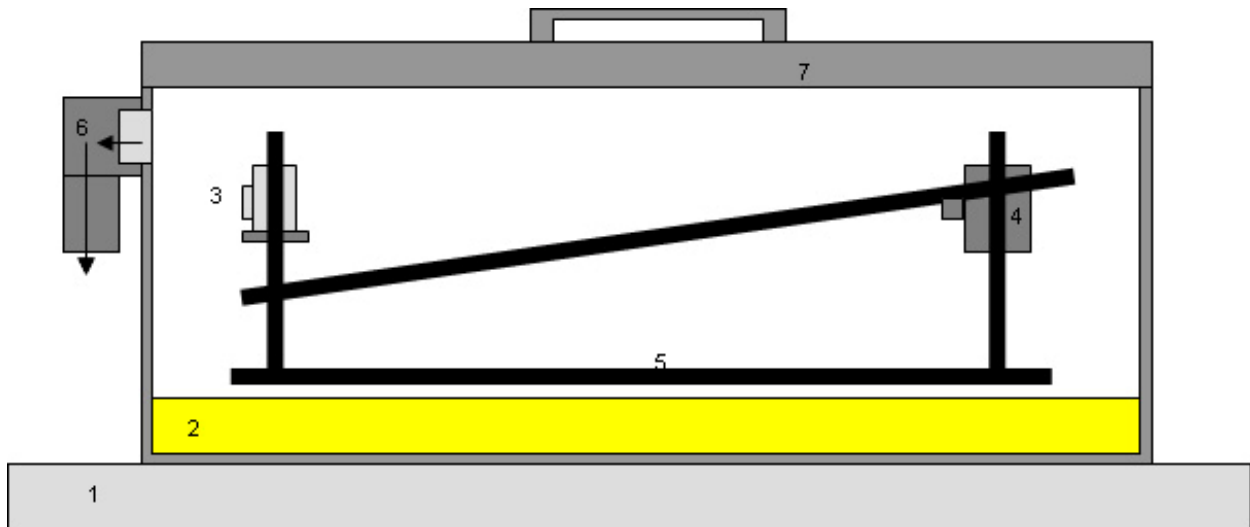
Die Speckle-Muster sind der Granulationseffekt, der durch Interferenz bei der Reflektion kohärenter Strahlung an einer rauen Oberfläche entsteht. Dies ist schematisch in Abb. 17a bis 17c dargestellt. Bei einer Messung wird vor und nach der Verformung einer Probenoberfläche jeweils ein unterschiedliches Speckle-Muster aufgenommen. Aus diesen Speckle-Mustern ergeben sich durch Subtraktion sog. „Fringes“, d. h. „Streifenmuster“. Diese Bildmodulation repräsentiert die Phasendifferenz, die die Weglängenänderung (Interferenz) des Ursprungs- mit dem Referenzbild darstellt. Bei der Verformung der Probenoberfläche verändert sich die Weglänge der von einem Oberflächenpunkt reflektierten kohärenten Strahlung. Aus der Weglängenänderung errechnet sich über geometrische Zusammenhänge die Verschiebung.

Die Vorteile der Messungen mit dem ESPI liegen darin, dass sie kontaktlos, sehr genau und zeitgleich erfolgen. Die Verschiebungsgenauigkeit liegt bei 100 nm. Die Darstellung eines Messbildes erfolgt typischerweise in 1/30 Sekunden (Butters 1971).

Die Verformungen werden in mehreren Raumrichtungen erfasst, in x-, y- (in-plane) und z-Richtung (out-of-plane) (Yoshizawa 2009). Daher ist es möglich, Verformungen in unterschiedlichen Raumebenen miteinander zu vergleichen. Die Evaluierung von Veränderungen in z-Richtung wird durch den bekannten Abstand von der CCD-Kamera zum Objekt ermöglicht.

7.2.1.1 Aufbau der ersten Versuchsreihe

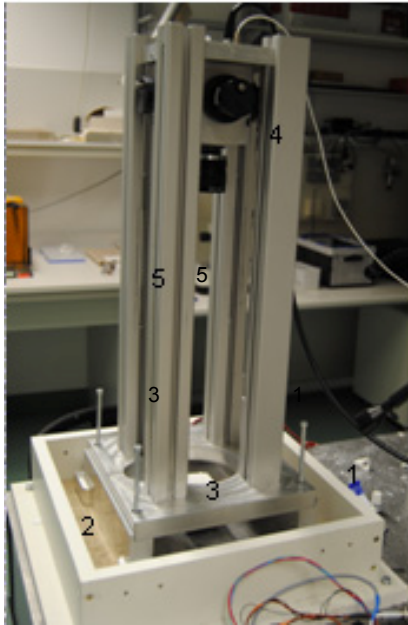
Aufbau der Messapparatur



1. Schwebetisch
2. mit Sand gefüllter Boden
3. Peltier-Element mit Meßobjekt
4. CCD-Kamera mit Umlenkspiegel
5. Stativ
6. Box

Abb. 11: Schematischer Aufbau der ESPI-Messapparatur der ersten Versuchsreihe

7.2.1.2 Aufbau der zweiten Versuchsreihe



1. Schwebetisch
2. mit Sand gefüllter Boden
3. Peltier-Element mit Meßobjekt
4. CCD-Kamera mit Umlenkspiegel
5. Stativ
6. Box

Abb. 12: Schematischer Aufbau der ESPI-Messapparatur der zweiten Versuchsreihe.

7.2.2 Herstellung der Prüfkörper

Für die Messungen der ersten Versuchsreihe wurden jeweils fünf, für die der zweiten jeweils drei Proben pro Produkt angefertigt. Zunächst wurden auf einen Objektträger zwei zusätzliche kleine halbierte Objektträger mit einer Dicke von einem Millimeter in einem Abstand von 15 mm aufgeklebt (s. Abb. 13). In die nun aus Glasplatten bestehende lichtdurchlässige Form wurden die Komposite manuell aufgebracht. Mit einer weiteren Glasplatte wurde die noch offene Seite der Form unter manuellem Druck verschlossen. Die Aushärtung erfolgte in dem Polymerisationsgerät Dentacolor XS (Fa. Kulzer) für 180 Sekunden.

Die Probenoberfläche wurde mit einem Sandstrahler bestrahlt. Die Kunststoff- und die Aluminiumprobe wurden jeweils mit der Wärmeleitpaste T12 Amasan[®] (Armack Löttechnik GmbH, Norderstedt) auf dem Peltier-Element fixiert und mit dem Pigmentspray Diffu-Therm[®] (Klumpf Technische Chemie KG, Herten) beschichtet (s. Abb. 15). Das Anrauen und die Beschichtung dienten der Erhöhung des Kontrastes bei der anschließenden Messung. Alle Proben wurden 24 Stunden vor der Messung hergestellt.

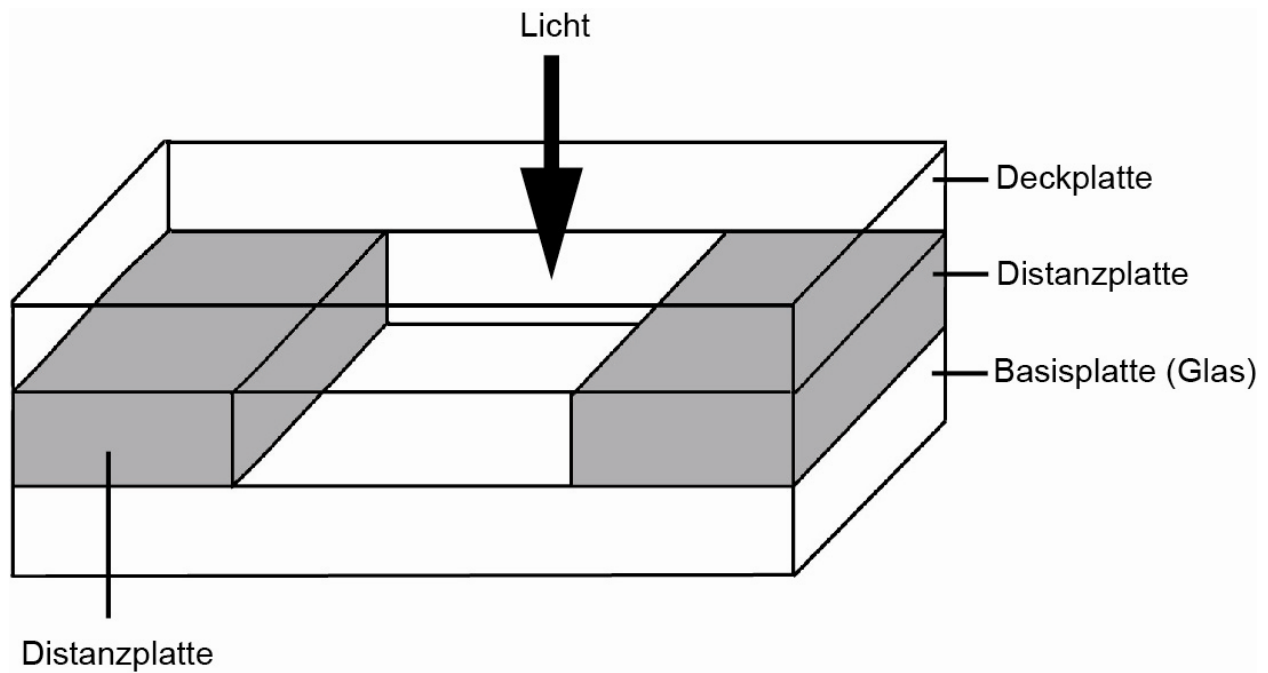


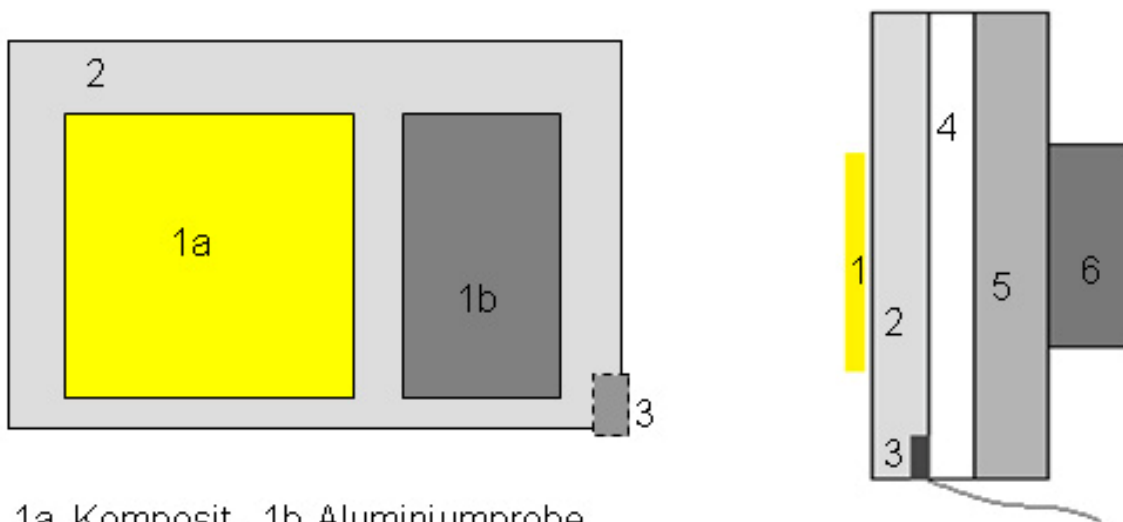
Abb. 13: Durch Glasträger hindurch zu sehende hergestellte Form.
Der Hohlraum hat die Maße 15mm x 20mm x 1mm.

7.2.3 Steuerung der Temperatur der Proben

Die Proben wurden mit einem Peltier-Element erwärmt. Ein Peltier-Element ist ein thermoelektrischer Kühler auf Halbleiterbasis. Es besitzt die Eigenschaft, flüssige oder feste Körper durch Senkung oder Erhöhung der Temperatur zu kühlen oder zu erwärmen.

Die Funktionsweise besteht darin, dass bei Stromdurchgang an der Kontaktstelle zweier verschiedener Metalle eine Temperaturabsenkung gegenüber der Umgebungsluft festzustellen ist. Das Peltier-Element besteht aus zwei unterschiedlich dotierten Halbleiterschchenkeln, die durch eine Kupferbrücke miteinander verbunden sind. Wenn durch dieses Element nun Gleichstrom fließt, so kühlt sich eine Seite ab und entnimmt der Umgebung Wärme, die dann wieder von der warmen Seite abgegeben wird. Somit wird Wärmeenergie von der kalten auf die warme Seite geleitet. Die Verwendung als Heizsystem wird durch Stromumpolung und einer damit einhergehenden Umkehrung des Wärmeflusses erreicht.

Der schematische Aufbau ist in Abb. 14 dargestellt.



- 1a. Komposit-, 1b Aluminiumprobe
- 2. zur CCD-Kamera gerichteter Halbleiterschlenkel
- 3. Thermosensor zur Temperaturregelung durch die Steuereinheit
- 4. Kupferbrücke
- 5. rückseitiger Halbleiterschlenkel
- 6. Ventilator

Abb. 14: Schematischer Aufbau des Peltier-Elementes in Frontal- und Seitenansicht

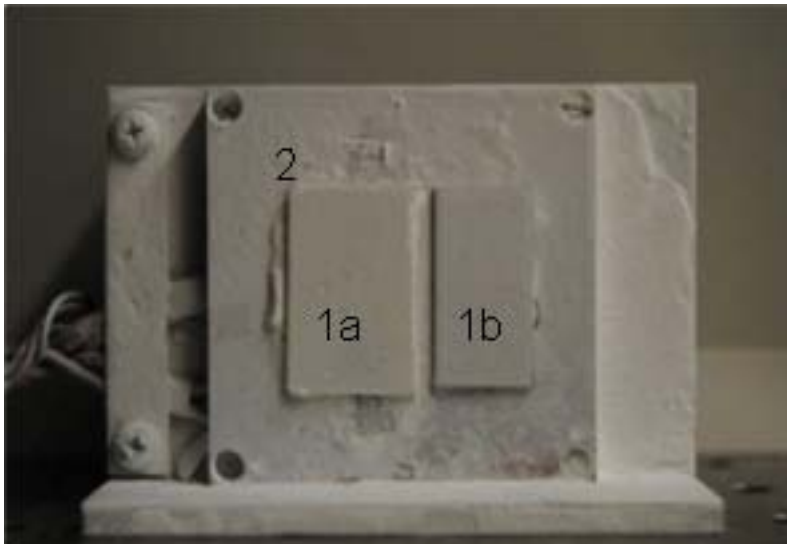


Abb. 15: Foto der Frontalansicht mit der zu messenden Probe (links) und der Aluminiumreferenz (rechts) des Peltier-Elementes

Zur Steuerung der Temperatur diente der digitale Temperaturregler E5CK (Fa. OMRON). Die Start- und Endtemperaturen können bestimmt werden (s. Abb. 16). Die Starttemperatur wird begrenzt durch die Eigenschaft des Peltier-Elements, da eine Abkühlung des zur Probe gewandten Halbleiters eine Erwärmung der

Umgebungsluft durch den rückseitigen Halbleiter zur Folge hat. Die Endtemperatur wird limitiert durch die Gefahr des Durchschmorens von elektronischen Bauteilen. Die dadurch resultierenden Temperaturbereiche sind der Versuchsdurchführung zu entnehmen.

Ferner kann der Temperatúrausgang individuell so eingestellt werden, dass ein gleichmäßiger Stromfluss und ein damit verbundener Temperaturanstieg erfolgt. Der Anstieg der Temperatur kann also konstant gehalten werden. Der Temperaturanstieg wurde so automatisiert, dass durch die CCD-Kamera drei Aufnahmen pro Grad Temperaturerhöhung erstellt wurden.

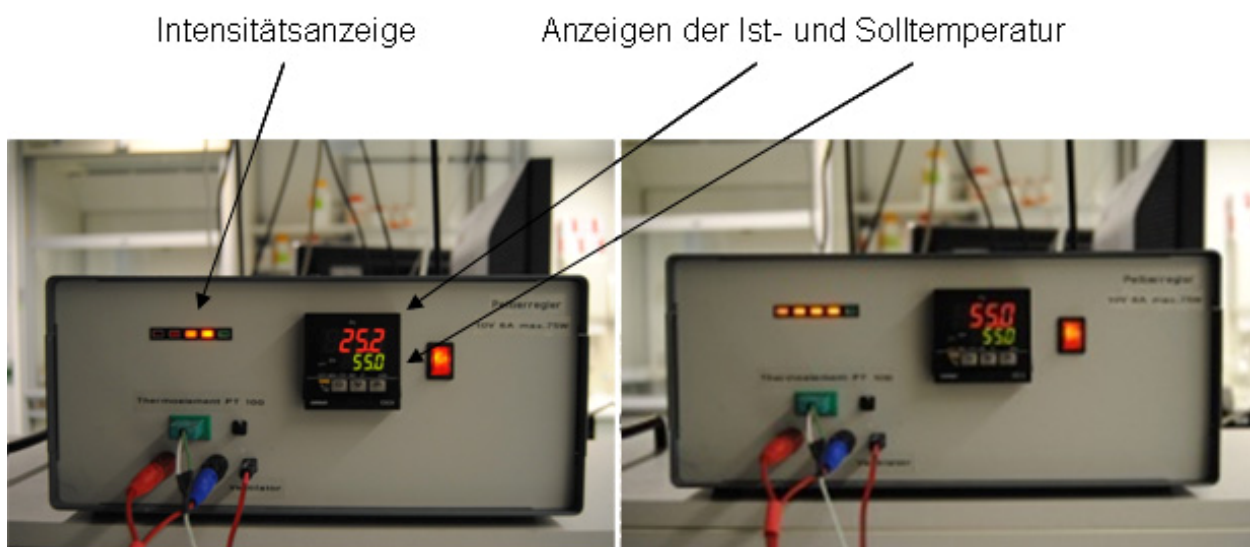


Abb. 16: links: Zustand nach Beginn der Heizphase;
rote Balken: Intensität des Hochheizens.
rechts: Plateauphase bei Erreichen der Endtemperatur

7.3 Kalibrierung des Speckle-Messplatzes

Das Speckle-Interferometer wurde auf einem Stativ fixiert, wie es später auch bei den Hauptversuchen zur Anwendung kam.

Die Vorversuche erfolgten zunächst auf einem herkömmlichen Tisch, mit Proben des Komposits x-tra fil. Das Material wurde auf einer Glasplatte aufgetragen, mit einer handelsüblichen Halogenlampe eine Minute lang ausgehärtet. Die Proben wurden erst auf die Maße 32,0 mm x 8,0 mm x 1,0 mm zurecht geschliffen. Zur Erwärmung der Proben diente ein durch ein Voltmeter gesteuerter Aluminiumwürfel.

Für die Genauigkeit der Messungen ist komplette Dunkelheit erforderlich. Daher wurde das Stativ mit dem ESPI in einer Holzbox positioniert. Erste Probedurchläufe

zeigten außerdem, dass die Speckle-Interferometrie sehr genau ist und sich geringfügige Schwankungen, beispielsweise infolge einer wenige Meter entfernt laufenden Person, auf die Messung auswirken. Daher wurde zum einen auf den Boden der Box Sand gefüllt und zum anderen die gesamte Holzbox auf einen Schwebetisch gestellt. Außerdem wurde das Peltier-Element nicht direkt an das Stativ geschraubt, sondern einige Glasplättchen dazwischen fixiert.

7.3.1 Kalibrierung des Peltier-Elementes

Die Temperatur konnte auf dem Voltmeter abgelesen werden. Zunächst wurde überprüft, ob die Hochheizgeschwindigkeit des Voltmeters konstant war. Jedoch konnte festgestellt werden, dass dies nicht der Fall war. Daher erfolgten die weiteren Messungen auf einem Peltier-Element. Das Peltier-Element funktioniert in der Weise, dass die eine Seite nur hochgeheizt werden kann, wenn die gegenüberliegende Seite abkühlt wird und umgekehrt. An dem Peltier-Element war ein Temperatursensor angebracht, so dass eine direkte Rückmeldung über die genaue Temperatur möglich war. Außerdem konnten somit über eine Steuereinheit die Hochheizgeschwindigkeit sowie die Start- und Endtemperatur genau bestimmt und kontrolliert werden. Allerdings stellte sich heraus, dass das Peltier-Element zu klein war, um eine adäquate Start- und Endtemperatur zu erzielen. Aus diesem Grunde wurde ein größeres angefertigt, mit dem dann alle Vor- und Hauptversuche durchgeführt wurden. Um die beim Abkühlen der probenzugewandten Seite entstehende Wärme auf der Rückseite entstehende Wärme abzuleiten, war dort ein Ventilator angebracht. Die Vibrationen hatten allerdings einen negativen Einfluss auf die Messungen.

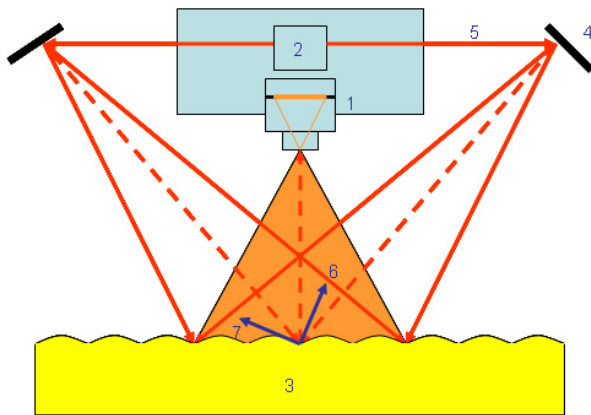
Daher wurde der Ventilator an der Box angebracht um die bei den Messungen entstehende warme Luft über ein Absaugrohr nach außen ableiten zu können. Die rechteckige Probengröße hatte allerdings den Nachteil, dass die y-Richtung nur schlecht ausgewertet werden konnte. Daher wurden alle für die Vorversuche notwendigen Proben in der Größe von 15,0 mm x 15,0 mm x 1,0 mm angefertigt. Die glatte Proben- sowie die Metalloberflächen reflektierten das LASERlicht zu stark. Um den dadurch entstehenden Glanzeffekt zu vermeiden, wurden die Stahloberfläche des Peltier-Elements sowie des Stativs eingeschwärzt sowie die Probe selbst sandgestrahlt und mit einem Kontrastspray besprüht.

Die Probe musste darüber hinaus einen direkten und gleichmäßigen Kontakt zur Stahloberfläche des Peltier-Elements haben, um auf diese Weise eine zeit- und temperaturnahe Messung zu gewährleisten. Die Proben wurden deshalb mit einer Thermopaste auf der Stahloberfläche fixiert.

Von dem für die Vorversuche verwendeten Produkt x-tra fil[®] wurde eine Probe hergestellt und wie oben beschrieben auf dem Peltier-Element befestigt. Die Proben wurden 24 Stunden später jeweils in vier Zyklen von 23 bis 62 °C erwärmt.

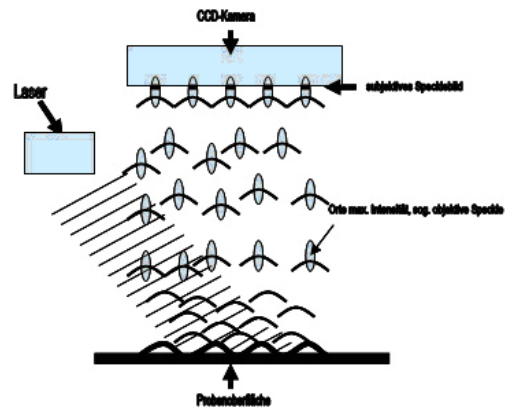
7.4 Aufbau eines ESPI und Entstehung eines Speckle-Musters

a)



- 1. CCD-Kamera
- 2. Laserdiode
- 3. Messobjekt
- 4. Umlenkspiegel
- 5. Laserstrahl
- 6. Out-of-plane
- 7. In-plane

b)



c)

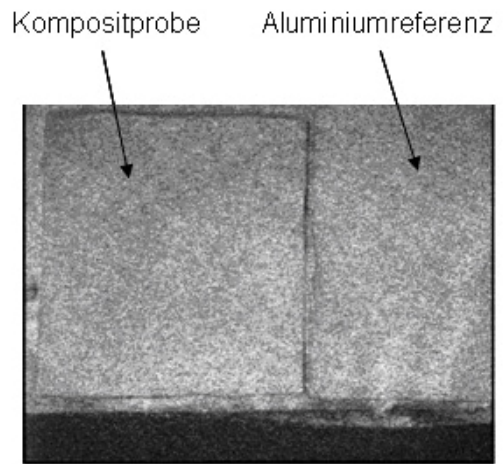


Abb. 17: a) Die LASERstrahlen werden von den Spiegeln auf die Probenoberfläche abgelenkt und von dieser zur CCD-Kamera reflektiert.

b) Schematischer Aufbau der Bildentstehung durch die CCD-Kamera

c) Subjektives Speckle-Bild einer Probe mit der Aluminiumreferenz

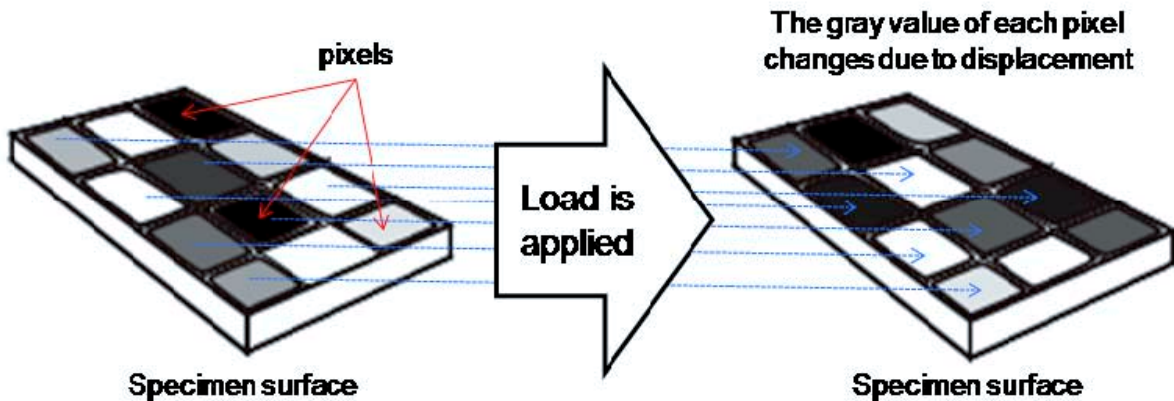


Abb. 18: Dimensionsveränderung einer Probe wird als Wechsel aller Grauwerte des Oberflächenbildes dargestellt (Kachrimanis 2013)

7.5 Maßnahmen zum Ausschluss von Störungen am Speckle-Messplatz

Zur Vibrationsminimierung sollte der Messaufbau auf einem Schwebetisch sowie auf einem Bett aus Kiessand positioniert werden.

Der Wärmetransfer sollte durch Fixierung der Proben mit einer Thermopaste verbessert

werden. Ferner sollte zur Eliminierung der externen Lichteinstrahlung die Messung in einer Box oder in einem abgedunkelten Raum erfolgen.

Die bei der Messung durch den LASER und das Peltier-Element aufgewärmte Luft sollte durch einen Ventilator zur Vermeidung eines Flimmerns auf das sehr sensible optische System nach außen abgeführt werden. Um eine ausreichende Start- und Zieltemperatur zu erreichen, ist ein ausreichend großes Peltier-Element notwendig. Somit ist eine bessere Kontrolle der Aufheizgeschwindigkeit anstelle eines Aluminiumwürfels mit angeschlossenem Voltmeter gewährleistet. Auch ein Einschwärzen der Oberfläche des Peltier-Elements zur Eliminierung störender Reflektionen sollte erfolgen. Das Anrauen der Probenoberfläche mit einem Sandstrahler und dem Aufsprühen mit Kontrastspray verbessert die Kontraststärke. Schließlich sollte die Probe mittig angebracht werden, um die Messung in Y-Richtung störungsfrei durchführen zu können.

7.6 Versuchsdurchführung

Die Proben der ersten Versuchsreihe wurden in dem Temperaturbereich von 25 bis 65 °C untersucht, die der zweiten im Bereich von 25 bis 55 °C. Alle Proben wurden im trockenen Zustand gemessen. Die Messungen erfolgten ausschließlich beim Erwärmen der Proben und verliefen automatisiert, um sie schneller und auch weniger fehleranfällig als durch eine manuelle Bedienung zu gestalten.

Als Referenz diente eine Aluminiumprobe mit einem bekannten WAK von $23,5 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$.

Die Aluminium- sowie die Kompositproben wurden mit einer temperaturleitenden Paste (AMASAN; Armack Löttechnik, Norderstedt, Deutschland) auf dem Peltier-Element fixiert. Der zeitliche Abgleich der Automatik mit dem Peltier-Element machte es erforderlich, bei jeder 1/3-Graderhöhung eine Messung durchzuführen.

Bei jeder dritten Messung ist die Probe um 1 °C erwärmt worden. Somit ergeben sich in einem Temperaturbereich von 40 °C 120 Einzelmessungen für die erste Versuchsreihe. Alle Proben wurden jeweils fünfmal gemessen.

In der zweiten Versuchsreihe wurden ebenfalls 120 Einzelmessungen durchgeführt. Jedoch erfolgten die ersten Aufnahmen bei einer konstanten Temperatur von 25 °C. Die letzten 15 Bilder wurden bei einer konstanten Temperatur von 55 °C aufgenommen. Dies hatte zum Zweck, das Peltier-Element zu Beginn der Messungen zu stabilisieren und am Ende nicht zu stark hochzuheizen. Alle Proben wurden jeweils dreimal gemessen.

7.7 Auswertung der Messung

Die einzeln aufgenommenen Bilder wurden im tif.-Format abgespeichert. Zur weiteren Auswertung wurden diese in txt.-Dokumente umgewandelt, um sie in Excel überführen zu können.

Pro Messung erhält man ein Bild im tif.-Format.

Formel:

$$\alpha = 1 / L_0 * \Delta L / \Delta T$$

Die Darstellung der aufgenommenen Bilder und deren Übersetzung in Textdateien erfolgte mittels des PC-Programms ImageJ. Dieses ist ein open-source Programm, das es erlaubt, Bilddaten darzustellen und zu bearbeiten. Die Textdateien wurden

zunächst wieder in Bilddaten (tif.-Format) mit dem Übersetzungsprogramm „BatchConvertText2Tiff.txt“ überführt. Jeder Punkt in einem tif.-Bild gibt die exakte Bewegung der x-, y- oder z-Richtung in μm an. Daher ist es möglich, einen Gradienten zu errechnen (s. Abb. 19/20).

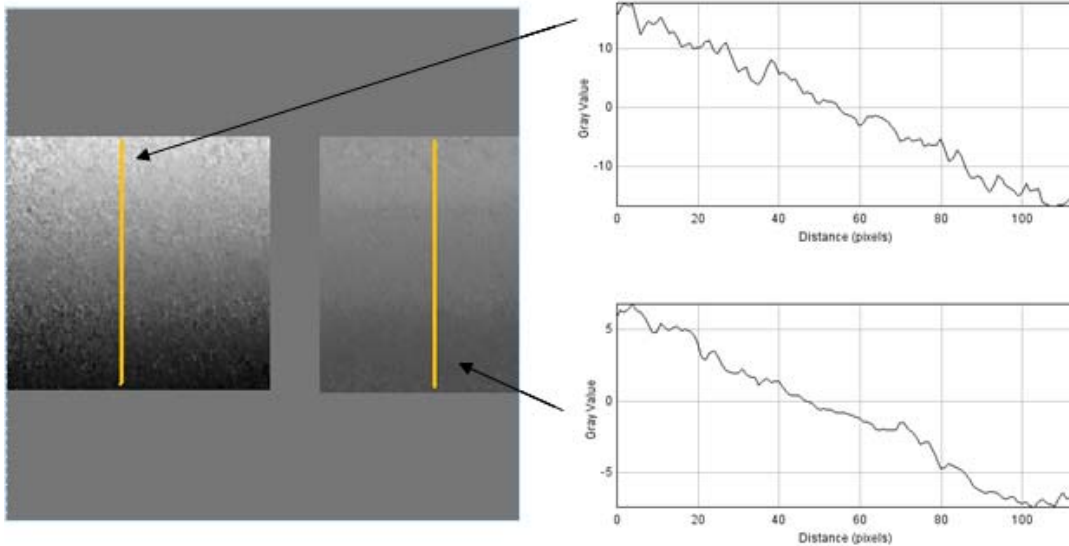


Abb. 19: Dimensionsveränderung der Kompositprobe und der Aluminiumreferenz; die gelben Linien geben jeweils den Bereich der rechts aufgeführten Ausdehnung wieder

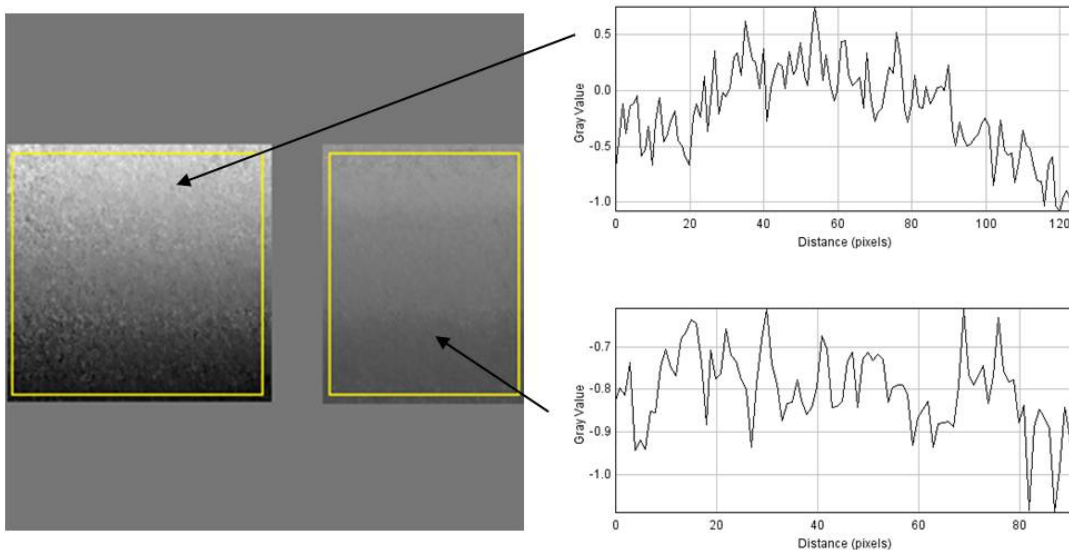


Abb. 20: Dimensionsveränderung der Kompositprobe und der Aluminiumreferenz. Anstelle von Linien kann auch die Ausdehnung einer Fläche dargestellt werden. Somit werden wesentlich mehr Daten über die Ausdehnung der Probe ermittelt.

Bei der Messung der in- und out-of plane-Richtung ergeben sich somit bei 120 Einzelmessungen insgesamt 360 Bilddaten. Die Bilder wurden zur besseren

Darstellung der Verformung zunächst geglättet (Plugins/surface/remove plane/output fit (plane instead)) und anschließend wurde der zu analysierende Bereich der Komposit- und der Aluminiumoberfläche bestimmt.

Die temperaturbedingte Lageveränderung aller Pixel eines Speckle-Bildes (s. Abb. 18), d. h. die Wärmeausdehnung der Probe pro Messung, wurde mit einem weiteren Macro anschließend in Exceltabellen zur weiteren Bearbeitung überführt.

7.8 Statistik

Die Dimensionsveränderungen, d. h. die Dehnung pro °K, des untersuchten Materials und der Aluminiumprobe wurden kumulativ erfasst und mit einem Kalibrierungsfaktor von $\mu\text{m}/\text{pix}$ auf m/m umgerechnet. Die daraus entstandenen Daten wurden mit dem Programm Origin Pro 7.5G graphisch dargestellt und weiter ausgewertet. Die Steigung der linearen Funktion repräsentiert den Wärmeausdehnungskoeffizienten:

$$Y = A + B * X \quad (1),$$

wobei

X = Temperatur [°K]

B = WAK (α) [$\mu\text{m}/\text{m}^\circ\text{K}$] = $\Delta\alpha_{\text{Mat}}$ bzw. $\Delta\alpha_{\text{Al}}$

A = Startpunkt [μm]

Y= gemessene Längenänderung je Temperaturänderung [μm]

Von allen Zyklen einer jeden Probe und der Aluminiumreferenz wurden in x- und y-Richtung die Wärmeausdehnungskoeffizienten ermittelt:

$$\alpha_{\text{Mat}} = \frac{\Delta\alpha_{\text{Mat}} * \Delta\alpha_{\text{Al}}}{\alpha_{\text{Al}}} \quad (2)$$

$$\alpha_{\text{Al}} = 23.5 * 10^{-6} / ^\circ\text{K}$$

Mit den Koordinaten der Steigungsformel kann jeder beliebige Wärmeausdehnungskoeffizient einer linearen Funktion im untersuchten Temperaturbereich bestimmt werden. Die statistische Auswertung erfolgte mit der one-way-ANOVA.

8. Ergebnisse

8.1 Ergebnisse der Vorversuche

Die Vorversuche wurden bereits mit dem elektronischen Speckle-Interferometer durchgeführt. Es war zunächst das Ziel hierbei festzustellen, ob temperaturbedingte Verformungen mit dem ESPI erfasst werden können.

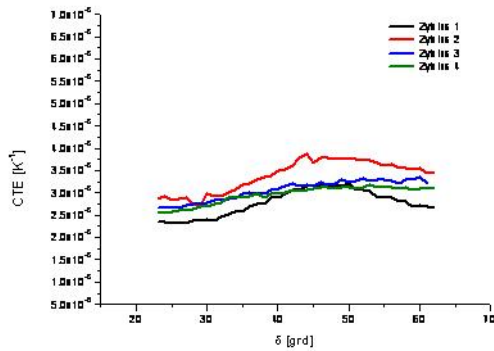


Abb. 21: Auflistung der Kurven von Zyklus 1 bis Zyklus 4 der Probe des Produkts x-tra fil®

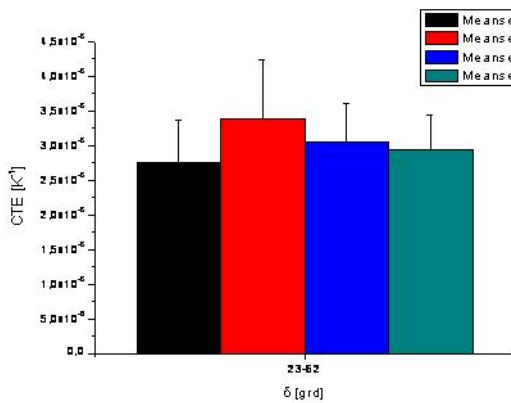


Abb. 22a: Durchgänge 1 bis 4 mit ungeglätteten Daten

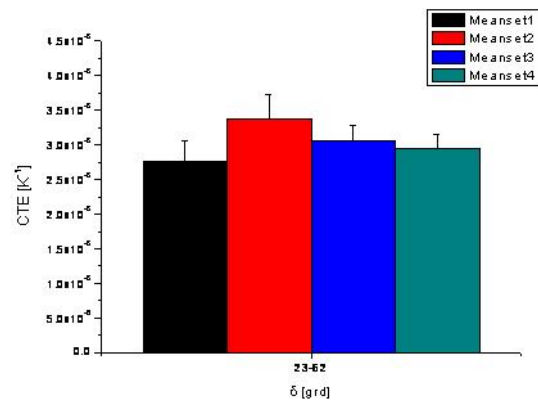


Abb. 22b: Durchgänge 1 bis 4 mit geglätteten Daten

ERGEBNISSE

Tab. 10: Auflistung der Wärmeausdehnungskoeffizienten [$\cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] der jeweiligen Zyklen

| T [$^{\circ}\text{K}$] | Mittelwert 1. Zyklus | Standard- abweichung | Mittelwert 2. Zyklus | Standard- abweichung | Mittelwert 3. Zyklus | Standard- abweichung | Mittelwert 4. Zyklus | Standard- abweichung |
|--------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| 23 - 62 | 27,7 | 2,97 | 33,8 | 3,59 | 30,6 | 2,26 | 29,5 | 1,97 |

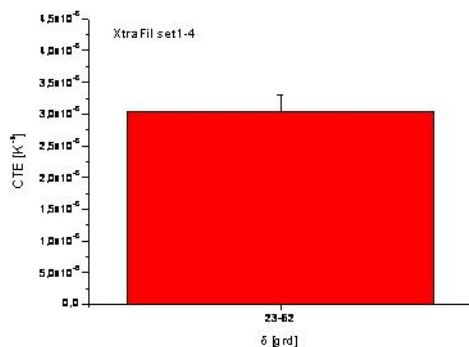


Abb. 23: Mittelwert de Zyklen 1 bis 4 aus den geglätteten Daten

Tab. 11: Auflistung des WAK [$\cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] von x-tra fil[®] im Temperaturbereich von 23 bis 62 $^{\circ}\text{C}$

| T [$^{\circ}\text{K}$] | WAK _{x-tra fil[®]} | Standardabweichung |
|--------------------------|--------------------------------------|--------------------|
| 23 - 62 | 30,4 | 2,70 |

In Abbildung 21 ist zu erkennen, dass der WAK der Probe im ersten Zyklus niedriger ist als der im zweiten. Mit Ausnahme des dritten. und vierten Zyklus ist zu erkennen, dass der WAK im Bereich von 45 $^{\circ}\text{C}$ am höchsten ist. Im Bereich von 45 bis 65 $^{\circ}\text{C}$ fällt er in Zyklus eins und zwei wieder ab. Zwischen den Zyklen drei und vier besteht kein signifikanter Unterschied. In der Abbildung 22b ist zu erkennen, dass der WAK im ersten Zyklus zunächst bei $27,7 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$, im zweiten auf $33,8 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ ansteigt und dann über $30,6 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ im dritten auf $29,5 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ im letzten Durchgang abfällt. Der Mittelwert aller Zyklen für die Probe liegt bei $30,4 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ [$\text{sd} = 2,7 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$].

8.1.1 Diskussion der Ergebnisse in den Vorversuchen

Die Ergebnisse zeigen, dass die Ermittlung des WAK mit dem Speckle-Interferometer möglich ist. Es wurden Werte für das Komposit x-tra-fil[®] ermittelt, wie sie in gängigen Lehrbüchern für den WAK von gleichartigen Materialien, d. h. 20 bis $80 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$, beschrieben wurden. Der erste Zyklus hätte einen höheren WAK als der zweite Zyklus aufweisen müssen. Zwischen den Zyklen zwei bis vier ist ein signifikanter Verlauf erkennbar.

8.2 Ergebnisse der ersten Versuchsreihe

8.2.1. Darstellung der Wärmeausdehnungskoeffizienten aller Proben von 25 bis 65 °C

In den Ergebnissen werden die Daten beider Versuchsreihen vorgestellt. Die erste Versuchsreihe befasst sich mit den WAK der Produkte Admira[®], Admira Flow[®], Arabesk Top[®], Grandio[®] und Grandio Flow[®].

Die WAK wurden ermittelt, indem die gemessene Ausdehnung o. g. Produkte mit dem für Aluminium bekannten und konstanten WAK [$23,5 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] in Beziehung gesetzt wurde.

Die Daten wurden 15-fach geglättet. Anschließend wurde der Mittelwert eines Zyklus aller Proben ermittelt. Der WAK der Produkte wurde schließlich aus dem Mittelwert der Wärmeausdehnung bei 15, 35 und 55 °C ermittelt.

Der zweite Abschnitt stellt die Ergebnisse der Versuchskomposite V44570A, V44570B, V44570C, V44570D und V44570C dar. Zunächst wurde die reine Ausdehnung in dem Temperaturbereich von 25 bis 55 °C graphisch dargestellt. Die Steigung der Graphen stellt den WAK der o. g. Versuchskomposite in diesem Temperaturbereich dar. Ferner werden die Verläufe der WAK, ermittelt wie bereits in der ersten Versuchsreihe durch den Dreisatz mit dem für Aluminium bekannten und konstanten WAK [$23,5 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$], graphisch dargestellt.

Für die Darstellung der folgenden Graphen wurden die bei der Messung gewonnenen Verformungswerte der Komposite in Relation zu den Verformungswerten des Aluminiumplättchens mit seinem bekannten WAK von $23,5 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ gesetzt.

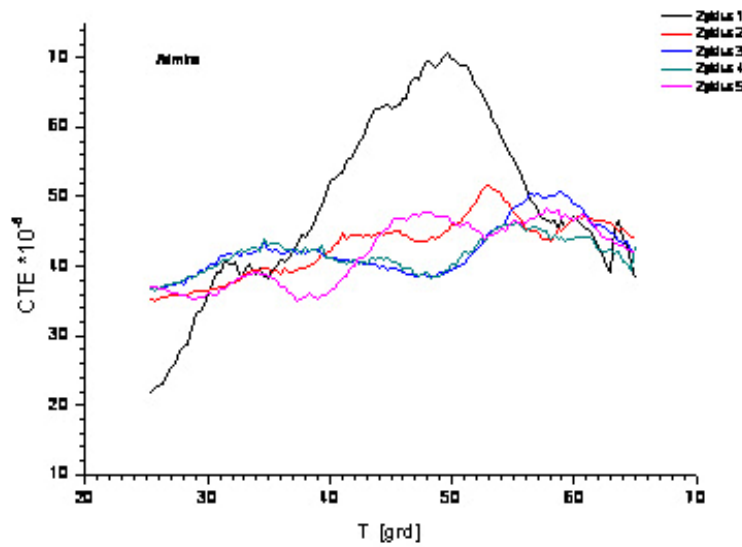


Abb. 24: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 65 °C (Probe Admira®)

Die Abb. 24 zeigt, dass der WAK des ersten Messzykluses (schwarze Linie) von Admira® am stärksten ansteigt. Besonders zwischen der Temperatur von 37 bis 57 °C gibt es einen signifikanten Anstieg. Das Maximum hierbei beträgt $71 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ bei einer Temperatur von 71 °C. Der zweite Zyklus weist eine größere Steigung auf als alle folgenden Zyklen, die sich nur geringfügig unterscheiden.

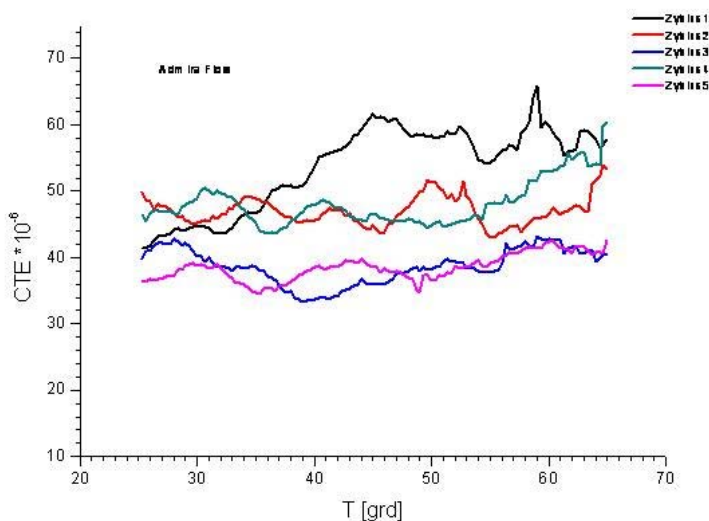


Abb. 25: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 65 °C (Probe Admira Flow®)

Die Abb. 25 zeigt, dass auch der erste Messzyklus von Admira Flow[®] den größten Anstieg des WAK verzeichnet, insbesondere ab einer Temperatur von 39 °C. Das Maximum bei 64 °C liegt bei $66 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$. Jeweils der zweite und der vierte sowie der dritte und fünfte Zyklus steigen ähnlich stark an.

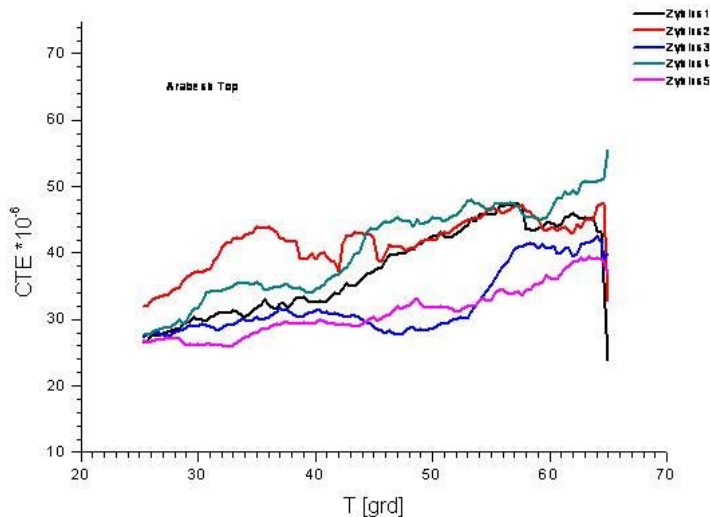


Abb. 26: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 65 °C (Probe Arabesk Top[®])

Die Abb. 26 zeigt, dass bei dem Produkt Arabesk Top[®] zunächst der vierte Zyklus am stärksten ansteigt und auch das Maximum von $57 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ bei 65 °C bildet. Der zweite und der erste Zyklus haben ab einer Temperatur von 48 °C einen ähnlichen Verlauf, obwohl der zweite Zyklus bis dahin höhere WAK aufweist. Bei einer Temperatur von 64 °C fällt jeweils der erste, zweite und fünfte Zyklus stark ab. Alle folgenden Zyklen weisen dann im gesamten Temperaturbereich auf ein reversibles und reproduzierbares Ausdehnungsverhalten hin.

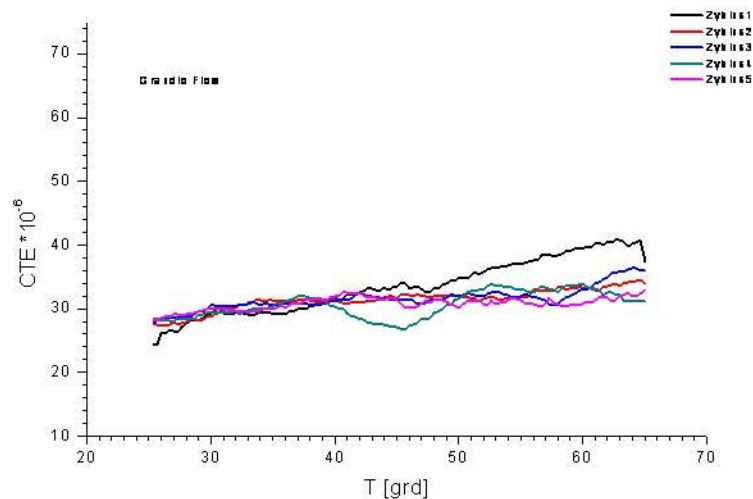


Abb. 27: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 65 °C (Probe Grandio Flow®)

Die Abb. 27 zeigt, dass im ersten Messzyklus der WAK von Grandio Flow® am stärksten ansteigt, insbesondere ab einer Temperatur von 48 °C. Das Maximum von $40 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ wird bei 64 °C erreicht. Alle folgenden Zyklen weisen dann im gesamten Temperaturbereich auf ein reversibles und reproduzierbares Ausdehnungsverhalten hin.

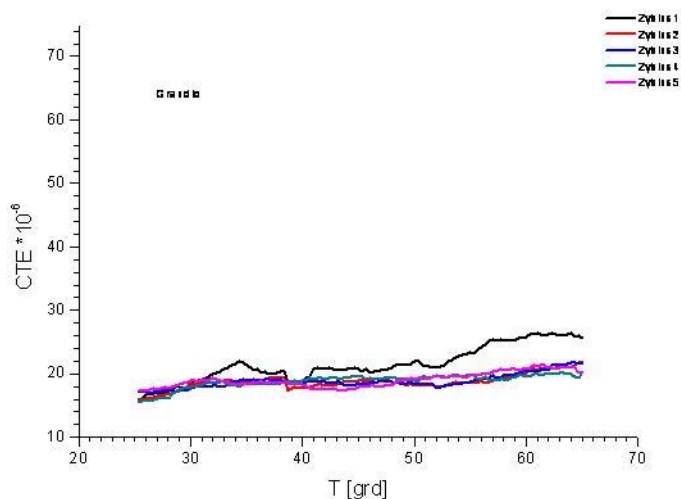


Abb. 28: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 65 °C (Probe Grandio®)

Die Abb. 28 zeigt einen ähnlichen Verlauf der einzelnen Zyklen wie bei Grandio Flow®. Auch bei diesem Produkt steigt der erste Zyklus stärker als alle weiteren an.

Das Maximum wird ebenfalls im ersten Messzyklus erreicht und beträgt $24 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ bei einer Temperatur von 61°C .

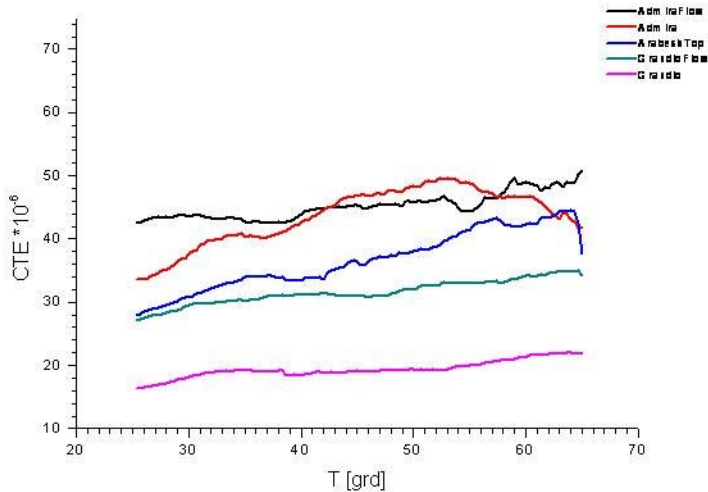


Abb. 29: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 65°C (Probe Admira Flow[®], Admira[®], Arabesk Top[®], Grandio Flow[®] und Grandio[®])

In der Abb. 29 ist erkennbar, dass die Verläufe der WAK produktabhängig sind. Bis 42°C und ab 58°C liegen die Werte von Admira Flow[®] am höchsten. Zwischen 43°C und 57°C sind die WAK von Admira[®] am stärksten. Dieser Zusammenhang liegt in dem Kurvenverlauf vom ersten Zyklus von Admira[®] begründet (s. Abb. 24). Die Steigung von Admira[®] ist vergleichbar mit der von Arabesk Top[®]. Die Steigungen von Grandio[®], Grandio Flow[®] und Admira Flow[®] verlaufen ähnlich stark. Grandio[®] weist im untersuchten Temperaturbereich die niedrigsten Werte auf. Der Maximalwert aller untersuchten Materialien liegt bei $51 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ und wurde bei 65°C von Admira Flow[®] erzielt.

8.2.2 Tabellarische Übersicht der WAK aller Produkte aus der ersten Versuchsreihe

In der Tabelle 12 sind alle mit Hilfe der Steigung evaluierten WAK aufgelistet. Ermittelt wurden sie jeweils bei 15, 35 und 55 °C. Bei allen Produkten nimmt der WAK von 15 bis 55 °C kontinuierlich zu. Am unteren Ende des Produkts ist jeweils der Mittelwert aufgelistet.

Der gemittelte WAK von Admira[®] nimmt von 15 auf 35 °C und von 35 auf 55 °C jeweils um $5,5 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ zu. Bei Admira Flow[®] allerdings beträgt die Differenz beim Schritt von 15 auf 35 °C $7,5 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ und von 35 auf 55 °C nur $1,6 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$. Arabesk Top[®] ($9,5 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ von 15 auf 35 °C und $8,0 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ von 35 auf 55 °C) und Grandio[®] ($2,7 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ von 15 auf 35 °C und $2,9 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ von 35 auf 55 °C) zeigen jeweils ähnliche Unterschiede. Bei Grandio Flow[®] beträgt der Unterschied jeweils $3,2 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ zwischen den Temperaturstufen. Admira Flow[®] weist einen mehr als doppelt so hohen WAK auf als Grandio[®] (Faktor 2,4 bei 15 auf 35 °C, Faktor 2,2 bei 55 °C). Auch bei Admira[®] ist die Differenz zu Grandio[®] noch mehr als doppelt so hoch (Faktor 2,2 bei 15 °C, Faktor 2,1 bei 35 und 55 °C). Vergleicht man die fließfähigen Produkte von Admira Flow[®] und Grandio Flow[®] miteinander, so ergibt sich ein Verhältnis von 1,42 bei 15 °C, 1,52 bei 35 °C und 2,19 bei 55 °C. Das Verhältnis verringert sich, je fließfähiger das Material ist.

ERGEBNISSE

Tab. 12: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 65 °C
(Probe Admira Flow[®], Admira[®], Arabesk Top[®], Grandio Flow[®] und Grandio[®])

| Produkt | Probe | WAK [$\cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] | WAK [$\cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] | WAK [$\cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] |
|---------------------------|-------|--|--|--|
| | | bei 15 °C | bei 35 °C | bei 55 °C |
| Admira [®] | 1 | 3,27E + 01 | 3,90E + 01 | 4,51E + 01 |
| | 2 | 4,15E + 01 | 4,24E + 01 | 4,33E + 01 |
| | 3 | 3,19E + 01 | 3,87E + 01 | 4,54E + 01 |
| | 4 | 3,57E + 01 | 4,07E + 01 | 4,82E + 01 |
| | 5 | 3,01E + 01 | 3,86E + 01 | 4,47E + 01 |
| Mittelwert | | 3,44E + 01 | 3,99E + 01 | 4,54E + 01 |
| Admira Flow [®] | 1 | 2,35E + 01 | 2,56E + 01 | 2,78E + 01 |
| | 2 | 2,47E + 01 | 4,56E + 01 | 3,68E + 01 |
| | 3 | 4,14E + 01 | 4,92E + 01 | 5,71E + 01 |
| | 4 | 5,41E + 01 | 5,66E + 01 | 5,91E + 01 |
| | 5 | 4,61E + 01 | 5,05E + 01 | 5,49E + 01 |
| Mittelwert | | 3,80E + 01 | 4,55E + 01 | 4,71E + 01 |
| Arabesk Top [®] | 1 | 2,07E + 01 | 2,71E + 01 | 2,59E + 01 |
| | 2 | 2,55E + 01 | 3,44E + 01 | 4,32E + 01 |
| | 3 | 2,78E + 01 | 3,66E + 01 | 4,53E + 01 |
| | 4 | 2,43E + 01 | 3,67E + 01 | 4,90E + 01 |
| | 5 | 2,44E + 01 | 3,54E + 01 | 4,64E + 01 |
| Mittelwert | | 2,45E + 01 | 3,40E + 01 | 4,20E + 01 |
| Grandio [®] | 1 | 1,65E + 01 | 2,17E + 01 | 2,69E + 01 |
| | 2 | 1,66E + 01 | 1,82E + 01 | 1,99E + 01 |
| | 3 | 1,57E + 01 | 1,72E + 01 | 1,88E + 01 |
| | 4 | 1,52E + 01 | 1,76E + 01 | 1,99E + 01 |
| | 5 | 1,55E + 01 | 1,80E + 01 | 2,19E + 01 |
| Mittelwert | | 1,59E + 01 | 1,86E + 01 | 2,15E + 01 |
| Grandio Flow [®] | 1 | 2,93E + 01 | 2,98E + 01 | 3,02E + 01 |
| | 2 | 2,50E + 01 | 2,89E + 01 | 3,28E + 01 |
| | 3 | 2,80E + 01 | 3,13E + 01 | 3,46E + 01 |
| | 4 | 2,68E + 01 | 3,03E + 01 | 3,37E + 01 |
| | 5 | 2,42E + 01 | 2,92E + 01 | 3,43E + 01 |
| Mittelwert | | 2,67E + 01 | 2,99E + 01 | 3,31E + 01 |

Für die folgenden Abbildungen wurden die in Tab. 12 aufgeführten Werte graphisch dargestellt.

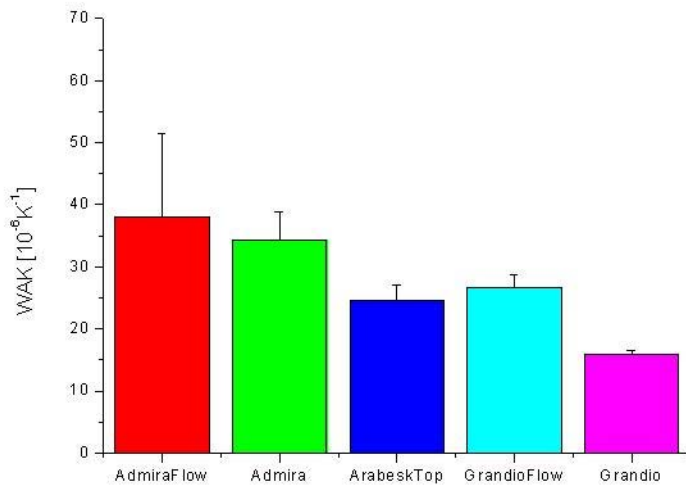


Abb. 30: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen bei einer Temperatur von 15 °C für alle Produkte

In der Abb. 30 weist Admira Flow[®] den höchsten, Grandio[®] den niedrigsten WAK auf. Arabesk Top[®] zeigt einen niedrigeren WAK als Grandio Flow[®].

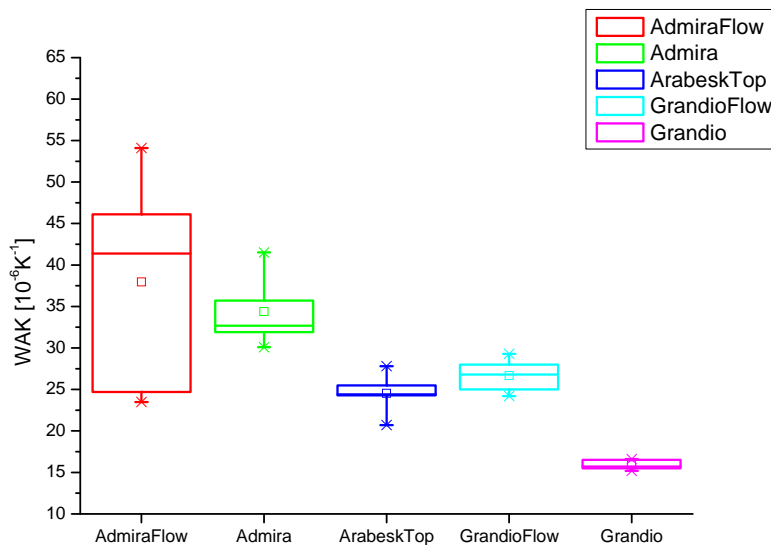


Abb. 31: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen bei einer Temperatur von 15 °C für alle Produkte

In der Abb. 31 verläuft der Interquartilsabstand, also 50 % aller Daten, von Admira Flow[®] von $25 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ bis $46 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ und ist damit am größten. Die Streuung von 50 % der Daten von Grandio[®] ist hingegen am geringsten. Die Box von Admira Flow[®] und Grandio Flow[®] sind rechtsschief, die von Admira[®] linksschief. Die maximalen Ausreißer liegen bei $54 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ bzw. $23 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$. Verhältnismäßig große Ausreißer

ERGEBNISSE

sind mit $42,5 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ auch für Admira[®] und mit $21 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ für Arabesk Top[®] erkennbar.

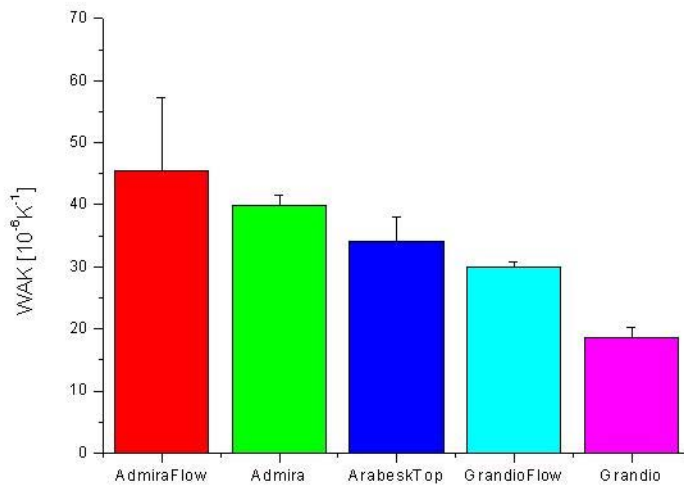


Abb. 32: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen bei einer Temperatur von 35 °C für alle Produkte

In der Abb. 32 weisen wiederum Admira Flow[®] den höchsten und Grandio[®] den niedrigsten WAK auf. Allerdings ist der WAK von Arabesk Top[®] bei dieser Temperatur höher als der von Grandio Flow[®].

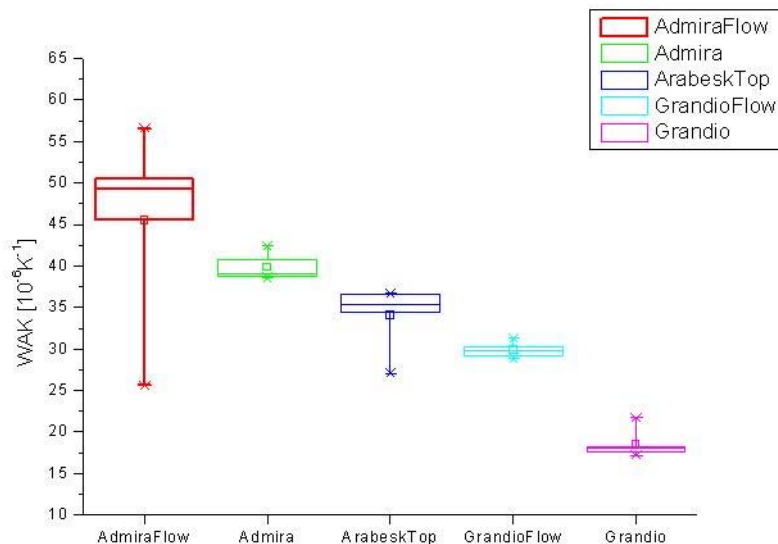


Abb. 33: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen bei einer Temperatur von 35 °C für alle Produkte

ERGEBNISSE

In der Abb. 33 reicht der Interquartilsabstand von Admira Flow[®] von $46 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ bis $50,5 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$. Die Streuung von 50 % der Daten ist hierbei also wesentlich geringer als in der Abb. 31. Allerdings weist Admira Flow[®] mit $56 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ bzw. $25,5 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$, die maximalsten Ausreißer auf. Starke Ausreißer sind mit $27,5 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ für Arabesk Top[®] und mit $22 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ für Grandio[®] erkennbar. Die Box von Admira Flow[®] ist links-, die von Admira[®] rechtsschief.

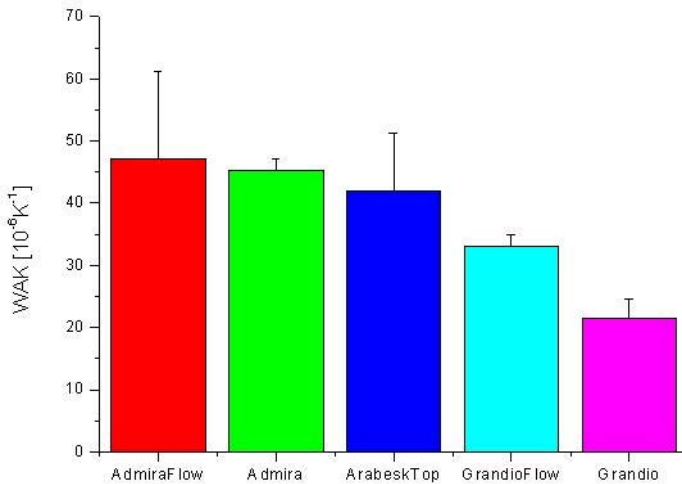


Abb. 34: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen bei einer Temperatur von 55 °C für alle Produkte

Wie schon in den beiden vorangegangenen Abbildungen ist auch in der Abb. 34 erkennbar, dass Admira Flow[®] den höchsten und Grandio[®] den niedrigsten WAK aufweist. Auch Arabesk Top[®] zeigt einen höheren WAK als Grandio Flow[®]. Zwischen Admira Flow[®], Admira[®] und Arabesk Top[®] ändert sich der WAK nur geringfügig.

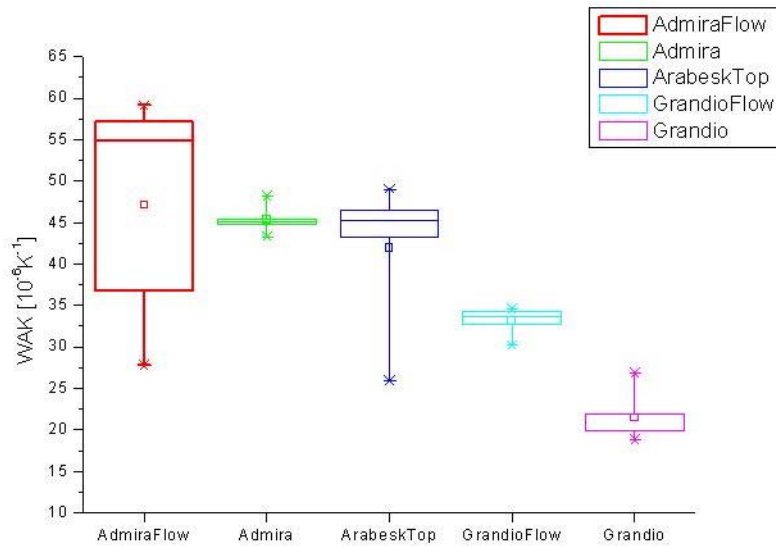


Abb. 35: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen bei einer Temperatur von 55 °C für alle Produkte

In dieser Abb. 35 liegen die Werte für das obere Quantil von Admira Flow[®] bei $57 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ bzw. bei $37 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ für das untere Quantil und weichen damit stark ab von denjenigen in Abb. 31. Die Streuung von 50 % der Daten ist hierbei also ähnlich stark wie für die Daten bei 15 °C. Starke Ausreißer weisen Admira Flow[®] mit $27,5 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$, Arabesk Top[®] mit $25,5 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$, und Grandio[®] mit $27,5 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ auf. Die Box von Admira Flow[®], Arabesk Top[®] und Grandio Flow[®] sind linksschief.

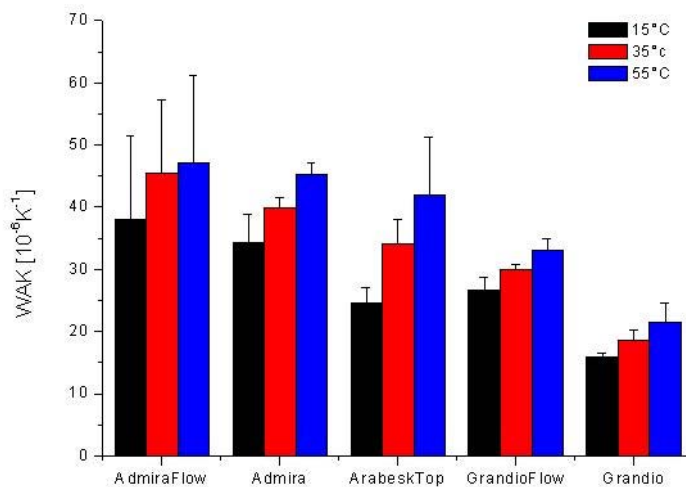


Abb. 36: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen bei einer Temperatur von 15, 35 und 55 °C für alle Produkte

Die Abb. 36 zeigt, dass die WAK bei 15 °C niedriger sind als die bei 35 °C und die bei 35 °C gemessenen Koeffizienten niedriger als die bei 55 °C. Die größten Differenzen zwischen den Messtemperaturen weist Arabesk Top[®] auf, die niedrigsten zeigen Grandio Flow[®] und Grandio[®]. Bei Admira Flow[®] sind die größten und bei Grandio Flow[®] und Grandio[®] die niedrigsten Standardabweichungen erkennbar.

8.2.3 Übersicht des Gesamtwärmeausdehnungskoeffizienten aller Produkte

Tab. 13: Aufgeführt sind die produktspezifischen WAK der ersten Versuchsreihe

| Produkt | WAK [$10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] | Standardabweichung |
|---------------------------|------------------------------------|--------------------|
| Admira Flow [®] | 43,53 | 12,83 |
| Admira [®] | 39,87 | 5,37 |
| Arabesk Top [®] | 33,51 | 9,22 |
| Grandio Flow [®] | 29,89 | 3,14 |
| Grandio [®] | 18,64 | 3,1 |

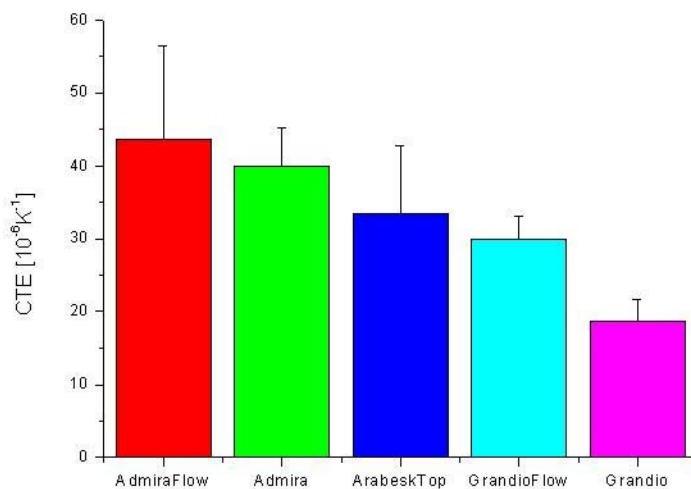


Abb. 37: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C (Probe Admira Flow[®], Admira[®], Arabesk Top[®], Grandio Flow[®] und Grandio[®])

Die Abb. 37 zeigt einen gleichmäßigen Abfall von Admira Flow[®] zu Grandio Flow[®].

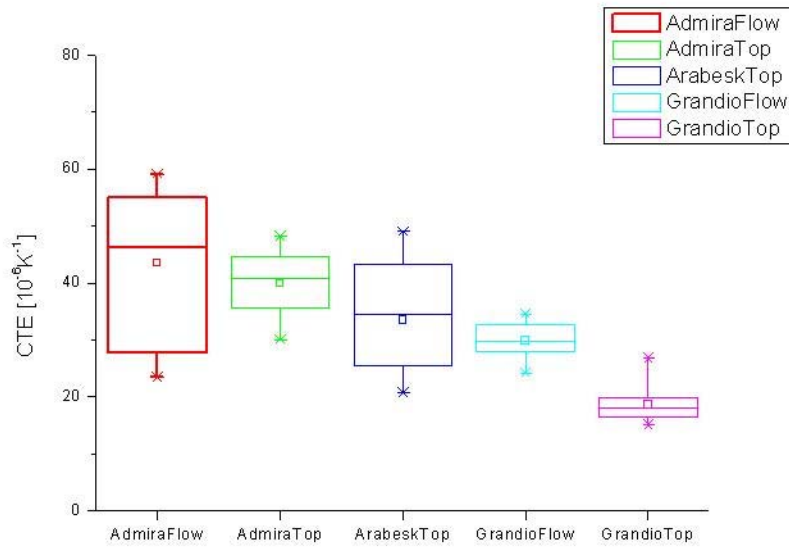


Abb. 38: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C für alle Produkte

In der Abb. 38 weisen Admira Flow[®] und Arabesk Top[®] die größten Interquartilsabstände auf. Admira Flow[®] und Admira[®] sind links-, Grandio Flow[®] rechtschief. Für die Produkte Arabesk Top[®] und Grandio[®] ist keine Schiefe ersichtlich. In Bezug zum Interquartilsabstand zeigt allein Grandio[®] mit $28 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ einen Ausreißer. Grandio[®] und Grandio Flow[®] weisen die geringste Streuung auf. Die Streuung von Admira[®] ist kleiner als die von Arabesk Top[®] und Admira Flow[®].

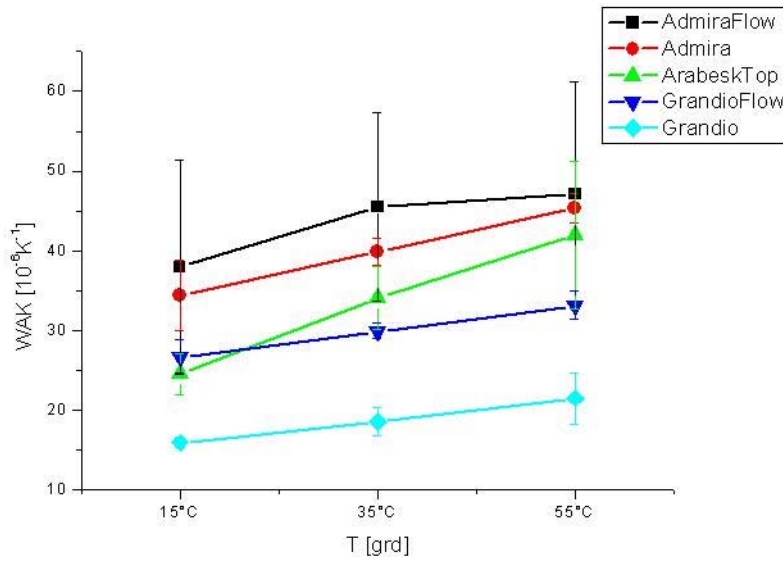


Abb. 39: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen bei einer Temperatur von 15, 35 und 55 °C

Die Abb. 39 spiegelt noch einmal die starke Abhängigkeit des WAK von der Temperatur wider. Den stärksten Anstieg und die größten Werte von 15 bis 55 °C weist Arabesk Top[®] auf. Die kleinsten Anstiege und Werte sind hingegen bei den Produkten Grandio[®] und Grandio Flow[®] festzustellen. Ein Abfall in der Steigung zwischen 35 und 55 °C ist für Admira Flow[®] erkennbar. Jedoch weist dieses Produkt auch die größten Fehlerbalken auf. Es bleibt festzustellen, dass offensichtlich nicht nur die Zusammensetzung eines Produktes sondern auch die Höhe der Temperatur Einfluss auf die temperaturbedingte Ausdehnung eines dentalen Komposites übt.

8.3 Ergebnisse der zweiten Versuchsreihe

8.3.1 Darstellung der absoluten Ausdehnung aller Proben von 25 bis 55 °C

In der Abb. 40 zeigt der zweite Zyklus für das Komposit und das Aluminium den stärksten Anstieg. Der erste und der dritte Zyklus des Komposits steigen gleich stark an. Einen signifikanten Unterschied für das Ausdehnungsverhalten des Aluminiumplättchens in den Zyklen ist erkennbar. Das Ausdehnungsmaximum wird bei der Zieltemperatur von 55 °C erreicht. Danach ist ein Abfall der Ausdehnung bei 55 °C zu sehen.

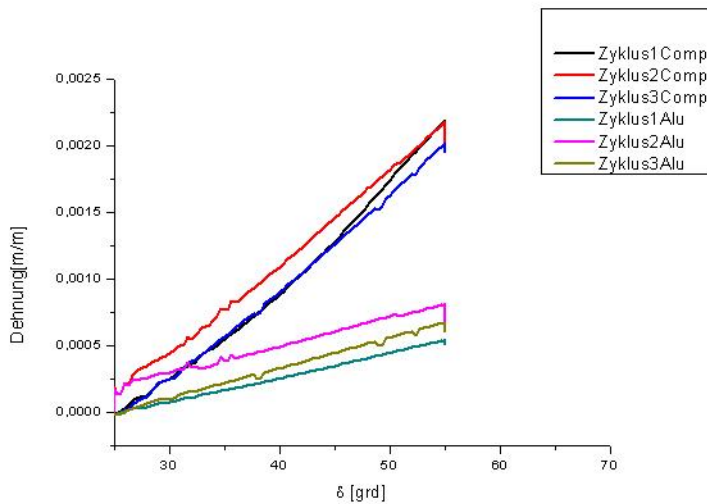


Abb. 40: Abhängigkeit der Dehnung von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C (Probe V44570A und Referenz Aluminium)

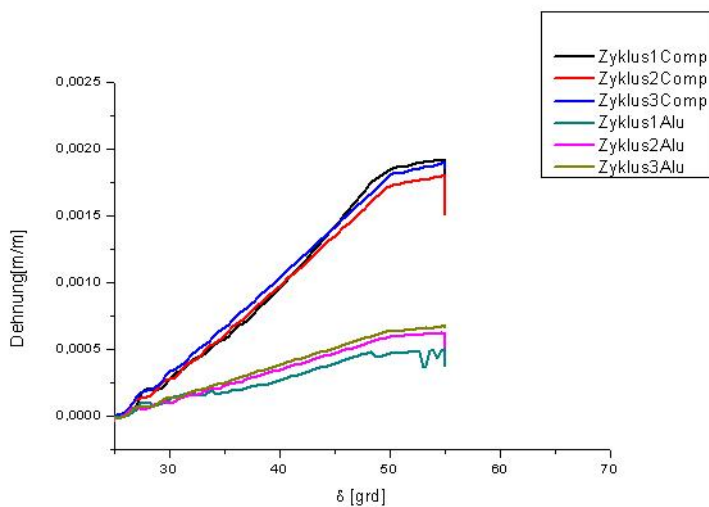


Abb. 41: Abhängigkeit der Dehnung von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C (Probe V44570B und Referenz Aluminium)

ERGEBNISSE

In der Abb. 41 steigt der erste Zyklus für das Komposit zunächst geringer, ab einer Temperatur von 44 °C stärker an. Der dritte Zyklus weist ein größeres Dehnungsmaximum auf als der zweite Zyklus. Die Dehnung des Aluminiums im dritten Zyklus ist stärker als die für den zweiten und ersten Zyklus.

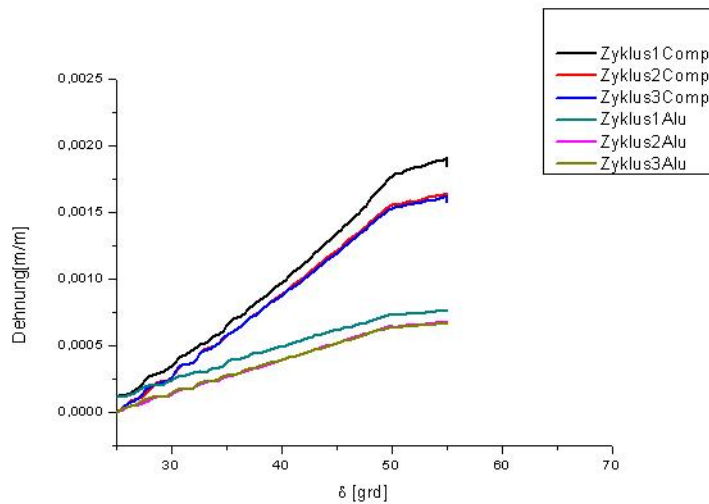


Abb. 42: Abhängigkeit der Dehnung von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C (Probe V44570C und Referenz Aluminium)

In der Abb. 42 ist ersichtlich, dass jeweils der erste Zyklus des Komposits und der Aluminiumreferenz eine stärkere Ausdehnung aufweisen als jeweils der zweite und dritte Zyklus, die sowohl für das Aluminium als auch das Komposit eine ähnliche Ausdehnung erkennen lassen.

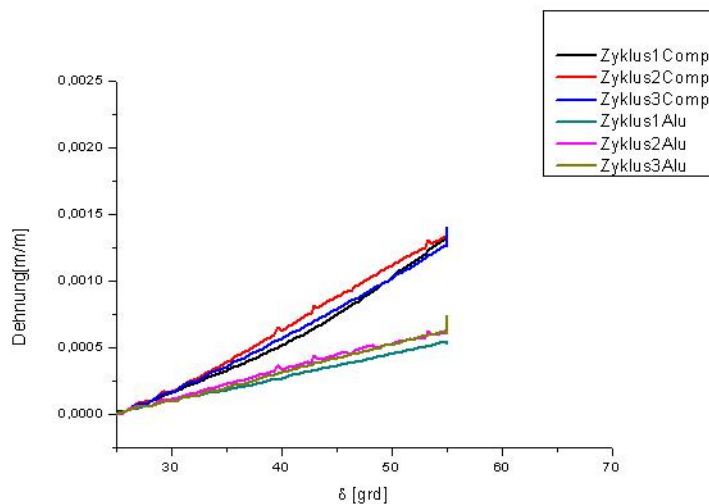


Abb. 43: Abhängigkeit der Dehnung von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C (Probe V44570D und Referenz Aluminium)

Der zweite Zyklus für das Komposit zeigt in der Abb. 43 eine stärkere Ausdehnung als der zweite und dritte Zyklus. Der erste Zyklus dehnt sich zunächst geringer, ab einer Temperatur von 50 °C stärker aus als der dritte Zyklus. In der Betrachtung der Aluminiumreferenz stellt sich heraus, dass der erste Zyklus sich geringer ausdehnt als die der zweite und dritte Zyklus, die ähnlich stark ansteigen.

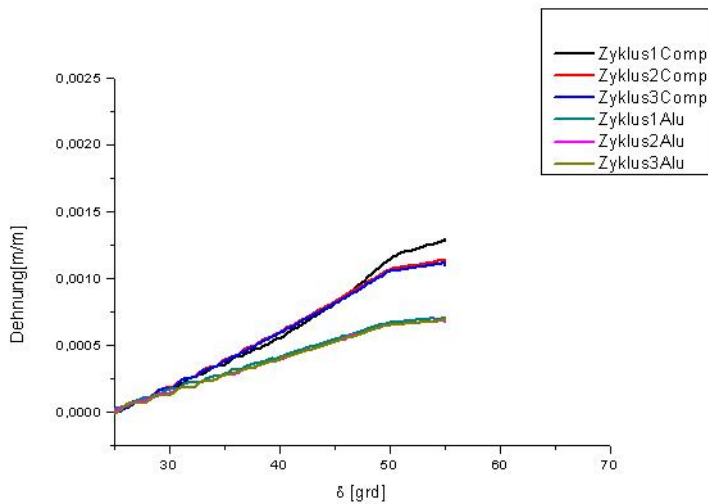


Abb. 44: Abhängigkeit der Dehnung von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C (Probe V44570E und Referenz Aluminium)

Das Komposit zeigt einen ähnlichen Verlauf wie das Produkt V44570C. Lediglich steigt das Komposit im ersten Zyklus erst ab 47 °C stärker an als im zweiten und dritten Zyklus. Die Aluminiumreferenz weist in allen drei Zyklen keinen signifikanten Unterschied auf.

8.3.2 Darstellung der Wärmeausdehnungskoeffizienten aller Proben von 25 bis 55 °C

In der Abb. 45 weist der erste Zyklus den größten Anstieg auf. Der dritte Zyklus zeigt höhere Wärmeausdehnungskoeffizienten auf als der zweite Zyklus. Das Maximum für den ersten Zyklus beträgt $95 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$, für den dritten Zyklus $75 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ und für den zweiten Zyklus $66 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ bei einer Temperatur von 55 °C. In dem Temperaturbereich von 25 bis 28 °C zeigen der erste und der dritte Zyklus starke Schwankungen.

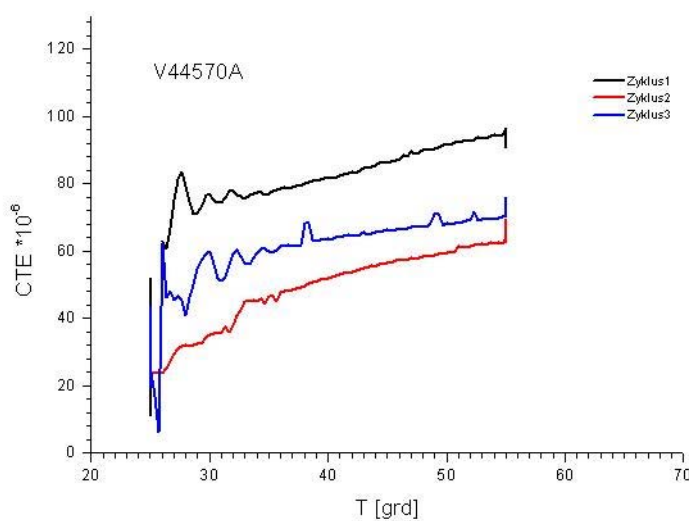


Abb. 45: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C (Probe V44570A)

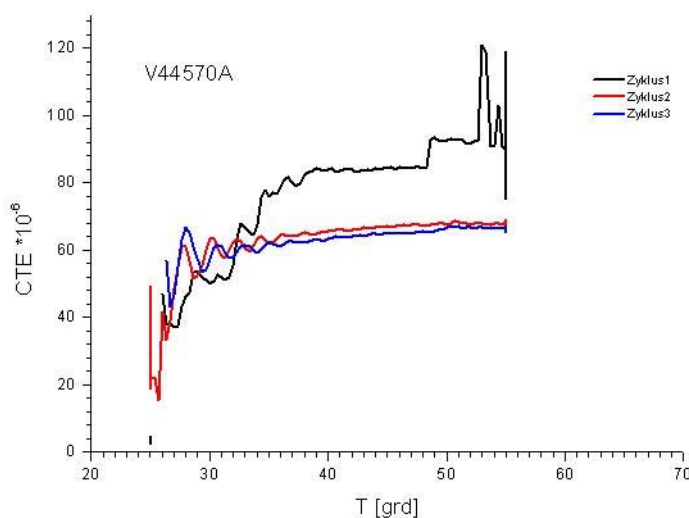


Abb. 46: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C (Probe V44570B)

Auch in der Abb. 46 weist der erste Zyklus den größten Anstieg auf. In dem Temperaturbereich von 52 bis 55 °C treten beim ersten Zyklus starke Schwankungen auf. Der zweite und der dritte Zyklus unterscheiden sich in ihrem Verlauf nicht signifikant. Der zweite Zyklus weist Schwankungen in dem Temperaturbereich von 25 bis 27 °C auf. Das Maximum für den ersten Zyklus, lässt man die Schwankungen außer Acht, beträgt $95 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$, für den zweiten und dritten Zyklus $65 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$.

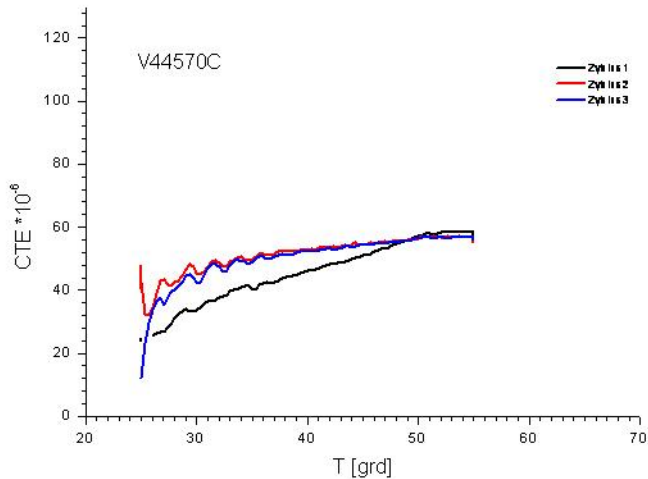


Abb. 47: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C (Probe V44570C)

In der Abb. 47 ist ein ähnlicher Verlauf des zweiten und des dritten Zyklus erkennbar. Der erste Zyklus weist bis 49 °C einen geringeren, dann einen stärkeren Anstieg als der zweite und der dritte Zyklus auf.

Die Maximalwerte der WAK liegen für den ersten Zyklus bei $59 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$, für den zweiten und den dritten Zyklus bei $55 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$.

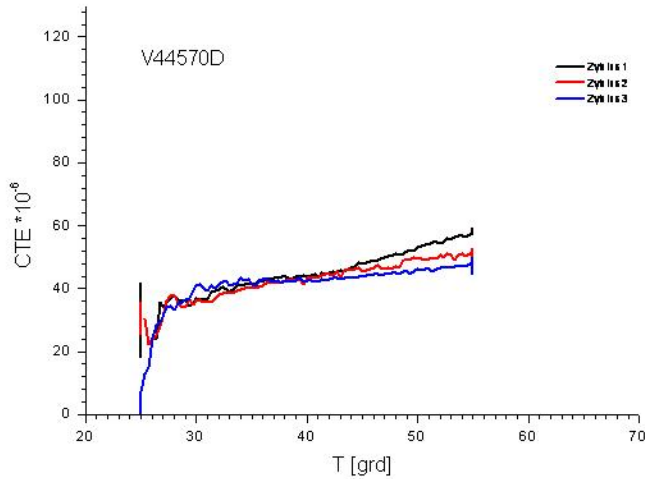


Abb. 48: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C (Probe V44570D)

In der Betrachtung der Abb. 48 stellt sich eine klare Abhängigkeit des WAK von der Anzahl der Zyklen auf. Der erste Zyklus steigt ab 43 °C stärker an als der zweite und der dritte Zyklus, der zweite wiederum stärker als der dritte Zyklus.

Auch die Maximalwerte unterstreichen die o. g. Abhängigkeit. So liegt das Maximum für den ersten Zyklus bei $59 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$, für den zweiten Zyklus $51 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ und für den dritten Zyklus $46 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ bei einer Temperatur 55 °C.

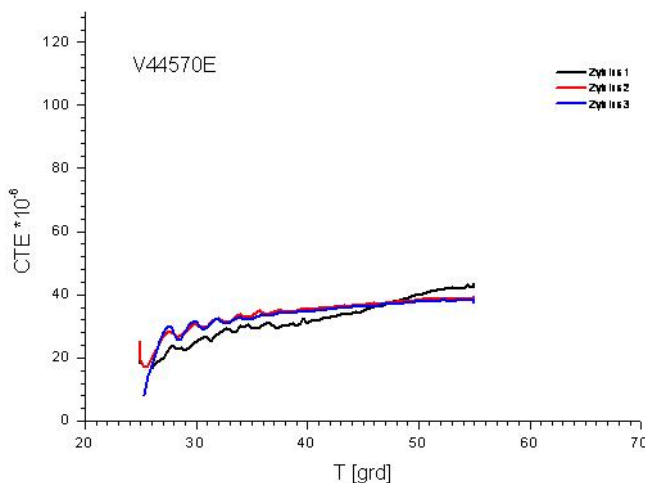


Abb. 49: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C (Probe V44570E)

In der Abb. 49 zeigt der erste Zyklus ab einer Temperatur von 48 °C einen größeren Anstieg auf. Ähnlich wie in Abb. 47 weist er zunächst niedrigere Wärmeausdehnungskoeffizienten auf als der zweite Zyklus und der dritte Zyklus, die zusammen ähnlich verlaufen. Das Maximum für den ersten Zyklus beträgt $43 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$, für den zweiten und den dritten Zyklus $37 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ bei einer Temperatur von 55 °C.

8.3.3 Darstellung der Wärmeausdehnungskoeffizienten aller Produkte von Raumtemperatur bis 55 °C

In der Abb. 50 ist eine klare Abhängigkeit des WAK vom Füllergehalt erkennbar. Das Material V44570A mit dem geringsten Füllergehalt weist den größten, das Produkt V44570E mit dem niedrigsten WAK weist den niedrigsten WAK auf. Es besteht ein linearer Zusammenhang zwischen dem Füllergehalt und dem WAK. Arabesk Top besitzt einen nahezu gleich hohen Füllergehalt wie V44570E, der WAK unterscheidet sich aber signifikant. Das impliziert einen möglichen Einfluss der Matrix auf den WAK. Der WAK von V44570A ist nahezu siebenmal so hoch wie der des Zahnes.

Tab. 14: Aufgeführt sind die produktspezifischen WAK der zweiten sowie von Arabesk Top aus der ersten Versuchsreihe

| Produkt | WAK [$10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] | Standardabweichung |
|--------------------------|------------------------------------|--------------------|
| V44570A | 75,31 | 7,16 |
| V44570B | 69,73 | 6,62 |
| V44570C | 61,74 | 5,11 |
| V44570D | 52,53 | 6,74 |
| V44570E | 42,02 | 4,78 |
| Arabesk Top [®] | 33,51 | 9,22 |

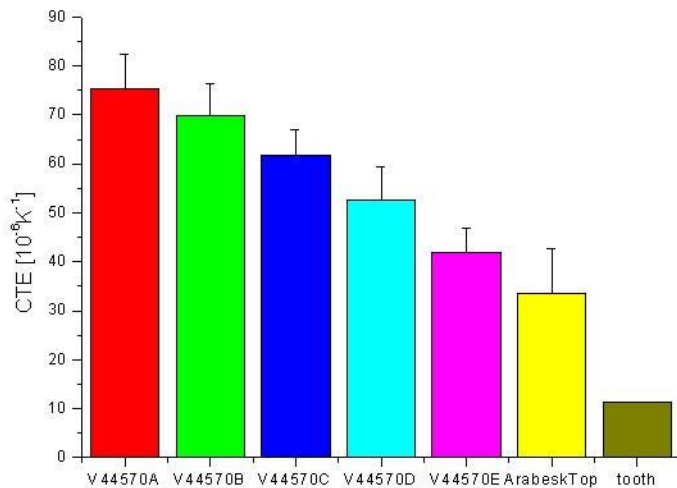


Abb. 50: Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C (Probe V44570A, V44570B, V44570C, V44570D, V44570E, Arabesk Top[®] und dem Zahn (Souder 1920))

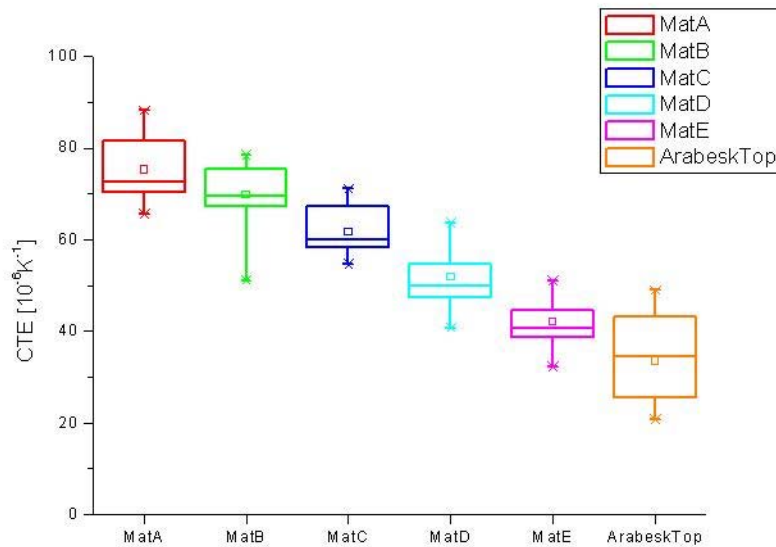


Abb. 51: Boxplots für V44570A, V44570B, V44570C, V44570D, V44570E und Arabesk Top[®] zur Darstellung der Abhängigkeit des WAK von der Temperatur, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C

Wie in der Abb. 50 ist auch in der Abb. 51 eine klare Abhängigkeit des WAK vom jeweiligen Material erkennbar. Der Interquartilsabstand von V44570A liegt zwischen $70 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ und $80 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$, der von V44570E hingegen zwischen $39 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ und $45 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$, d. h. 50 % aller Daten von V44570E sind nahezu halb so groß wie 50 % der Daten von V44570A. Da die untersuchten Produkte sich lediglich in ihrem

Füllergehalt unterscheiden, ist auch in dieser Abbildung die Abhängigkeit des WAK vom Füllergehalt erkennbar.

Die aus der ersten Versuchsreihe stammenden Daten von Arabesk Top[®] weisen die größte Streuung auf. Allerdings sind die Ausreißer weniger stark als die von V44570B und V44570D. Die Boxen aller experimentellen Komposite sind rechtsschief.

9. Diskussion

Die in den Ergebnissen dargestellten Daten zeigen, dass das ESPI eine sehr gut funktionierende Möglichkeit der Messung des WAK von Kompositen ist. Hiermit bietet das ESPI, im Gegensatz zur Äußerung Wichmanns (Wichmann 1995), eine sehr gut funktionierende Alternative für die gleichzeitige, spannungsfreie und drucklose Messung zu anderen Messmethoden (s. Kapitel 4.8).

9.1 Diskussion des Messaufbaus

Im Rahmen der Diskussion möchte ich zunächst auf die Herstellung der Probenkörper eingehen.

Die Probenkörper wurden in ihrer Länge und Breite gleichgroß gestaltet, so dass eine Messung des linearen WAK in x- und y-Richtung möglich ist. Schließlich stellt sich einerseits bei Kompositen die Frage, ob sie sich iso- oder anisotrop verhalten und zum anderen, ob es eine Rolle spielt, welche Raumrichtung zur Ermittlung des WAK genutzt wird. Eine genauere Klärung dieses Sachverhaltes wäre allerdings erst mit der Messung des volumetrischen WAK in x-, y- und z-Richtung zu erzielen.

Die Proben wurden 180 Sekunden ausgehärtet. Die Polymerisationsdauer unterscheidet sich damit von der in anderen Studien (120 sek. (Versluis 1996), 30 sek. (Yamaguchi 1989), 90 sek. (Powers 1979), 160 sek. (Sideridou 2004)). Aufgrund der längeren Polymerisationszeit ist von einer besseren Durchhärtung und somit eines geringeren Restmonomergehalts, auszugehen. Ein durch das Erwärmen der Proben auftretendes Nachpolymerisieren (z. B. Versluis 1996, Söderholm 1984, Powers 1979, Hashinger 1984, Sideridou 2004) während der Messungen sollte somit minimiert werden.

9.2 Diskussion der Einflüsse auf die Ergebnisse

Für die teilweise starken Schwankungen (Abb. 24: Zyklus 1 zwischen 37 bis 57 °C; Abb. 45: Zyklus 3 bei 26 °C; Abb. 46: Zyklus1 ab 53 °C) kommen verschiedene Erklärungen in Frage. Sie sind unterteilbar in externe und interne Einflüsse. Zu den externen gehören beispielsweise Vibrationen, bedingt durch Bewegungen von sich in der Nähe der Apparatur befindlichen Personen oder Luftpartikeln, die eine Ablenkung der Strahlen zur Folge haben. Interne Einflüsse entstehen durch die Messung selbst. So entsteht bei der Messung Wärme, die die Luft zum Flimmern bringt. Auch der am Peltier-Element angebrachte Ventilator verursacht minimale Vibrationen.

Aluminium besitzt als Metall außerdem eine andere Wärmekapazität und – leitfähigkeit als die Komposite. Das hat zur Folge, dass die Wärme schneller an die Oberfläche des Aluminiumplättchens gelangt. Das Komposit hingegen besitzt eine größere Wärmekapazität. Es speichert also am Ende der Messung die Wärme besser. Somit ist zu erklären, weshalb durch die in Schüben an die Probenoberfläche gelangende Wärme gerade am Anfang und am Ende der Messungen Schwankungen auftreten. Das Peltier-Element selbst weist zu Beginn der Heizphase eine diskontinuierliche Heizrate auf. Es vergleicht die gesamte Messung hindurch den Ist- mit dem Sollwert, aber erst nach ca. 16 sek. pendelt es sich auf eine konstante Heizrate ein.

Ein anderer externer Faktor ist das bei EinmodenLASERstrahlen auftretende sog. „Mode-Hopping“. Hierbei handelt es sich um ein diskontinuierliches Pendeln zwischen den Wellenlängen. Das Mode Hopping hängt stark vom Injektionsstrom und der Temperatur ab. Die Veränderung der Wellenlänge beträgt normalerweise 0,06 nm/°C, bei einigen Temperaturen können jedoch Sprünge von bis zu 0,3 nm auftreten (Heumier 2005).

Eine solche Veränderung der Wellenlänge zwischen Referenzmessung und Messbildentstehung würde eine Verfälschung der Messung darstellen, was naturgemäß großen Einfluss auf die Darstellung der Dehnungskurven hätte. Daher wurde in der zweiten Versuchsreihe das Mode Hopping jeweils für die Messung des Komposits und Aluminiumplättchens herausgenommen, indem der erste Wert nach dem Sprung der Wellenlänge entfernt wurde.

In der ersten Versuchsreihe erfolgte dies nicht. Jedoch tritt das Mode-Hopping gleichmäßig für das Komposit und das Aluminiumplättchen auf. Bei der Berechnung des WAK der untersuchten Materialien wurden die Messwerte der Kompositproben

mit denen der Aluminiumreferenz in Relation gesetzt. Somit konnten mit Hilfe des Dreisatzes das Mode Hopping und andere mögliche Einflussfaktoren rechnerisch entfernt werden.

9.3 Diskussion der Ergebnisse beider Versuchsreihen

Der gemessene WAK in der Voco-Studie von 2005 lag für Grandio[®] bei $19,2 \cdot 10^{-6}$ und für Grandio Flow[®] bei $28,9 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$. Die in diesen Versuchen gemessenen Werte lagen für Grandio[®] bei $18,64 \pm 3,1 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ und für Grandio Flow[®] bei $29,89 \pm 3,14 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$. Es zeigte sich also kein signifikanter Unterschied.

Die Ergebnisse der ersten und zweiten Versuchsreihe weisen einen klaren Zusammenhang von Zyklus und Höhe der Wärmeausdehnung auf. Der erste Zyklus zeigt bei allen gemessenen Produkten die größte Steigung und die höchsten WAK. Zwischen allen weiteren Zyklen ist kein signifikanter Unterschied mehr erkennbar. Das unterstreicht die Beobachtungen in anderen Studien.

Die Ursache hierfür kann vielseitig sein. Eine unterschiedliche Lagerung in Art und Zeit kommt nicht in Frage, da alle Proben eines Produktes gleichzeitig hergestellt wurden. Die Proben wurden gleich gelagert, und die Messung eines Produktes erfolgte am selben Tag. Entscheidender für den Unterschied vom ersten zum folgenden Zyklus ist eher die Postpolymerisation noch existierender Restradikale als auch eine durch die Erwärmung induzierte Konformationsänderung.

Der erhöhte Vernetzungsgrad stabilisiert die Molekülketten, so dass sie sich weniger stark senkrecht zur Längsachse der Polymerkette ausdehnen können. Die Volumenzunahme wird dadurch reduziert (O'Brien 2002, Söderholm 1984).

Infolge der Konformationsänderung geht das Polymer in eine stabilere Form über. Zum einen liegt das Polymer nunmehr in einer energiegünstigeren Konformation vor und zum anderen nähert sich das Polymer intern an mehr Stellen an, was zu mehr intramolekularen Bindungen führt, wie z. B. Wasserstoffbrückenbindungen. Das erklärt eine geringere Wärmeausdehnung des Kunststoffes beim Wiedererwärmen.

Die Ergebnisse zeigen auch, dass eine Abhängigkeit von WAK zur Art des Komposites besteht. Diese Beobachtung wurde bereits in einigen Studien beschrieben (Sideridou 2004, Gorschboth 1979, Braem 1985, Powers 1979, Yamaguchi 1989, Lambrechts 1983).

DISKUSSION

Begründet wurde die Beobachtung stets mit der unterschiedlichen Zusammensetzung der untersuchten Materialien. So übten Füllstoffanteil und -art sowie die Art der Matrix einen Einfluss auf den WAK aus. Bei den Produkten der ersten Versuchsreihe wiesen die Nanohybridkomposite Grandio[®] und Grandio Flow[®] einen niedrigeren WAK auf als das Mikrohybridkomposit Arabesk Top[®] und dieOrmocere Admira[®] und Admira Flow[®].

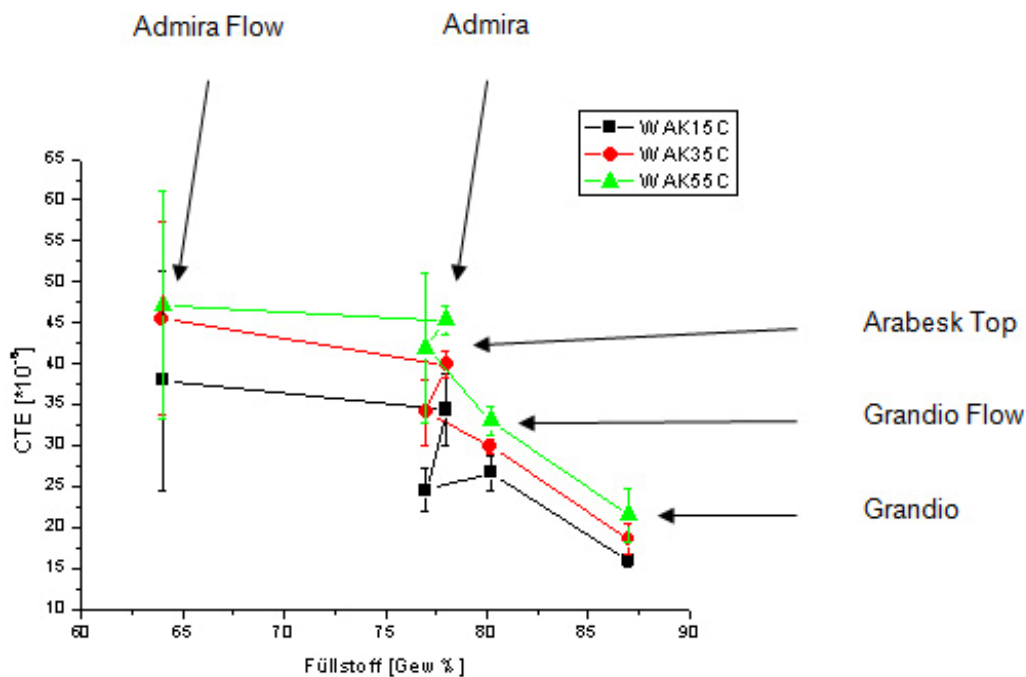


Abb. 52: Abhängigkeit des WAK von dem Füllstoffgehalt in Gew%, gemessen bei 15, 35 und 55 °C (Probe Admira Flow[®], Admira[®], Arabesk Top[®], Grandio Flow[®] und Grandio[®])

In der Abb. 52 ist ein gleichmäßiger Abfall des WAK von Admira Flow[®] zu Grandio[®] erkennbar. Wie in o. g. Graphen bereits beschrieben, steigt der WAK zwischen Arabesk Top[®] zu Grandio Flow[®] bei 15 °C an. Mit zunehmendem Füllstoffanteil nimmt der WAK ab, unabhängig von der jeweiligen Temperatur. Eine Ausnahme besteht hier bei der Betrachtung von Admira[®] und Arabesk Top[®].

Beide Produkte besitzen denselben Füllstoffgehalt. Das impliziert einen Einfluss der Art und Größe des Füllstoffes bzw. der Zusammensetzung der Matrix auf den WAK.

Ormocere sind grundsätzlich aufgebaut wie die Hybridkomposite. Jedoch besitzen sie ein siliciumorganisches hochmolekulares Dimethacrylat. Daraus erhofft man sich eine bessere Vernetzung zur organischen Matrix als bei Hybridkompositen mit entsprechend verbesserten Materialeigenschaften (Kappert 2008). Auf den WAK

DISKUSSION

scheint diese Verbesserung des Verbundes allerdings keinen Einfluss zu haben. Entscheidender ist eher die Größe der Partikel. Diese liegt bei dem Mikrohybridkomposit Arabesk Top[®] mit > 0,05 bis 0,7 µm weitaus niedriger als bei dem Ormocer Admira[®], bei dem die Partikelgröße 0,7 bis 2 µm beträgt.

Tab. 15: Abhängigkeit des WAK von dem Füllstoffgehalt in Gew%, gemessen bei 15, 35, 55 °C (Probe Admira Flow[®], Admira[®], Arabesk Top[®], Grandio Flow[®] und Grandio[®])

| Produkt | Füllstoffgehalt (Gew%) | WAK bei 15 °C [$10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] | WAK bei 35 °C [$10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] | WAK bei 55 °C [$10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] |
|---------------------------|------------------------|--|--|--|
| Admira Flow [®] | 64 | 37,96 | 45,5 | 47,14 |
| Admira [®] | 78 | 34,38 | 39,88 | 45,34 |
| Arabesk Top [®] | 77 | 24,54 | 34,04 | 41,96 |
| Grandio Flow [®] | 80,2 | 26,66 | 29,9 | 33,12 |
| Grandio [®] | 87 | 15,9 | 18,54 | 21,48 |

In der Tabelle 15 ist die Abhängigkeit des WAK vom Füllstoffgehalt (Gew%) und der Art, d. h. Ormocer, Mikro- oder Nanohybrid, dargestellt. Grundsätzlich kann man feststellen: je höher der Füllstoffgehalt, desto niedriger ist auch der WAK. Eine Ausnahme ist hierbei allerdings zwischen den Produkten Admira Top[®] und Arabesk Top[®] zu erkennen. Beide haben einen Füllstoffgehalt von 56 Vol%, aber bei allen Temperaturstufen unterschiedliche WAK. Dem liegt wahrscheinlich der Einfluss der Art der Matrix zugrunde und/oder die Art der Füllstoffe bzw. die Art des Verbundes von Füllstoff zur Matrix. Interessant ist auch die Beobachtung, dass die untersuchten Nanohybridkomposite in den jeweiligen Temperaturstufen einen konstanten Anstieg von $3 \cdot 10^{-6}$ aufweisen, was bei den anderen Materialien nicht der Fall ist. Den wesentlichen Zusammenhang von Füllergehalt zur Höhe des WAK zeigt die zweite Versuchsreihe.

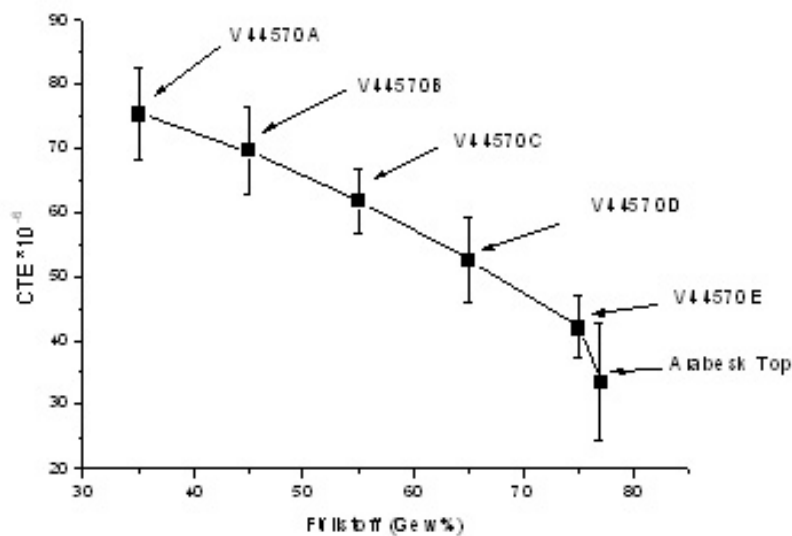


Abb. 53: Abhängigkeit des WAK von dem Füllstoffgehalt, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C (Probe V44570A, V44570B, V44570C, V44570D, V44570E, Arabesk Top)

In der Abb. 53 ist der Verlauf des WAK in Abhängigkeit vom Füllstoffgehalt dargestellt. Zwischen einem Füllstoffgehalt von 35 Gew% (V44570A) und 75 Gew% (V44570E) verläuft die Kurve nicht linear. Nur zwischen V44570A und V44570B sowie zwischen V44570C und V44570E ist ein linearer Verlauf erkennbar.

Die Abbildung zeigt aber auch, dass die anderen Bestandteile die Höhe des WAK beeinflussen, da sich der Füllstoffgehalt zwischen V44570E (75 Gew%) und Arabesk Top (77 Gew%) nicht signifikant unterscheidet.

Tab. 16: Abhängigkeit des WAK vom Füllstoffgehalt, gemessen zwischen Raumtemperatur und 55 °C (Probe V44570A, V44570B, V44570C, V44570D, V44570E, Arabesk Top[®] und dem Zahn (Souder 1920*))

| Art des Komposit | Produkt | Füllergehalt [Gew%] | WAK [$\cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] | Standardabweichung [$\cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$] |
|------------------|-------------------------|---------------------|--|---|
| Microhybrid | V44570A | 35 | 75,31 | 7,16 |
| Microhybrid | V44570B | 45 | 69,73 | 6,62 |
| Microhybrid | V44570C | 55 | 61,74 | 5,11 |
| Microhybrid | V44570D | 65 | 52,53 | 6,74 |
| Microhybrid | V44570E | 75 | 42,02 | 4,78 |
| Microhybrid | ArabeskTop [®] | 77 | 33,51 | 9,22 |
| | Zahn* | | 11,40 | |

Die Tab. 16 zeigt die WAK und die Füllerkonzentrationen der einzelnen Produkte. Vom Produkt V44570A zu V44570B beträgt die Differenz des WAK $5,58 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$, von V44570B zu V44570C $7,99 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$, von V44570C zu V44570D $9,21 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$ und von V44570D zu V44570E $10,51 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{K}$. Das bedeutet, dass offensichtlich ein geringer Unterschied im Füllergehalt einen kleineren Einfluss hat auf den WAK als eine große Konzentration an Füllerpartikeln. Im Umkehrschluss heißt das: je größer der Füllergehalt, desto stärker ist sein Einfluss auf die Verminderung des WAK.

9.4 Auswirkungen des WAK auf Dimensionsveränderungen des Komposit-Zahn-Komplexes

Wie Bullard et al. (1988) bereits nachweisen konnten, bewirkt ein mehrmaliges Erwärmen des Komposit-Zahn-Komplexes eine Randspaltbildung. Infolge des Randspaltes können nunmehr die im Wasser gelösten Teilchen, in dem Versuch von Bullard handelte es sich um eine Färbelösung, bis zum Füllungsboden hinfiltrieren (Bullard 1988). Gleichwohl Bullard in seiner Studie die Stärke der Filtration der Färbelösung in der Reihenfolge der Anfärbung des Dentins, in Abhängigkeit des jeweiligen Restaurationsmaterials, skalierte, fehlte es doch an der mathematischen Ermittlung der Randspaltgröße.

Jedoch ist dieser Parameter ein sehr wichtiges Auswahlkriterium für den Zahnarzt, da der WAK als rein physikalischer Wert in seiner Bedeutung auf die klinische Relevanz wenig greifbar ist.

Besitzt man allerdings die Kenntnis über den WAK des jeweiligen Füllungsmaterials, ist es aber unschwer, die Größe eines möglichen Randspalts infolge der Erwärmung des Restauration-Zahn-Komplexes zu ermitteln.

Wichtig sind hierbei mehrere Überlegungen: zum einen natürlich die Höhe des WAK in den jeweiligen Temperaturbereichen, da der WAK temperaturabhängig ist; zum anderen stellt sich die Frage, wie sich eine Restauration im Verhältnis zum Zahn bei Erwärmung bzw. Abkühlung verhält. Der Restauration-Zahn-Komplex dehnt sich nicht einheitlich aus. Schließlich bildet die Restauration eine Einheit im Zahn und besitzt zu diesem Grenzflächen. Demzufolge dehnt sich die Restauration bei Erwärmung im Zahn aus und zieht sich bei Abkühlung zusammen. Der Zahn seinerseits unterliegt denselben physikalischen Gesetzen.

Die Konsequenz dessen ist, dass selbst ein Füllungsmaterial mit dem gleichgroßen WAK wie dem des Zahnes einen Randspalt ausbilden würde. Wie stark und wie schnell ein Randspalt entsteht, ist maßgeblich abhängig von mehreren Faktoren.

Zu diesen zählen die Höhe des WAK, die Stärke und Existenz des adhäsiven Verbundes, die Anwesenheit von Wasser mit seinen darin gelösten Stoffen, die Einfluss üben auf die Höhe des WAK bzw. den adhäsiven Verbund, die Häufigkeit und Größe der Temperaturwechsel und demzufolge auch die Zeit.

In den Abbildungen 54 und 55 ist das Ausdehnungsverhalten bei Erwärmung bzw. Abkühlung dargestellt, um diesen Sachverhalt besser zu veranschaulichen.

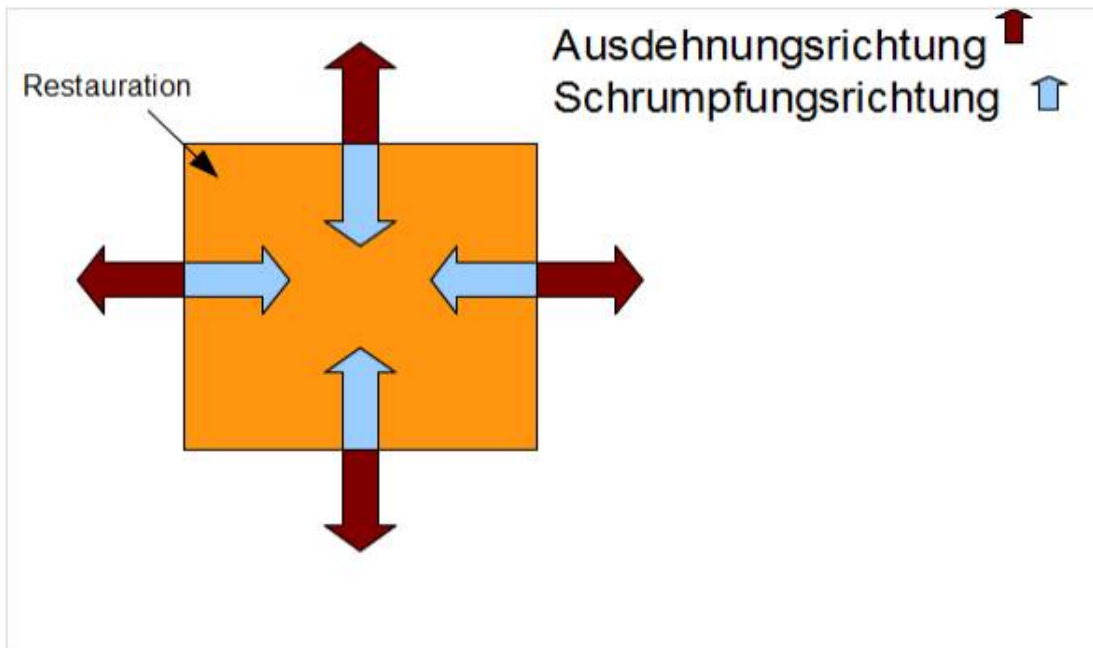


Abb. 54: Darstellung der Ausdehnungs- bzw. Schrumpfrichtung einer Restauration bei Erwärmung (rot) bzw. Abkühlung (blau)

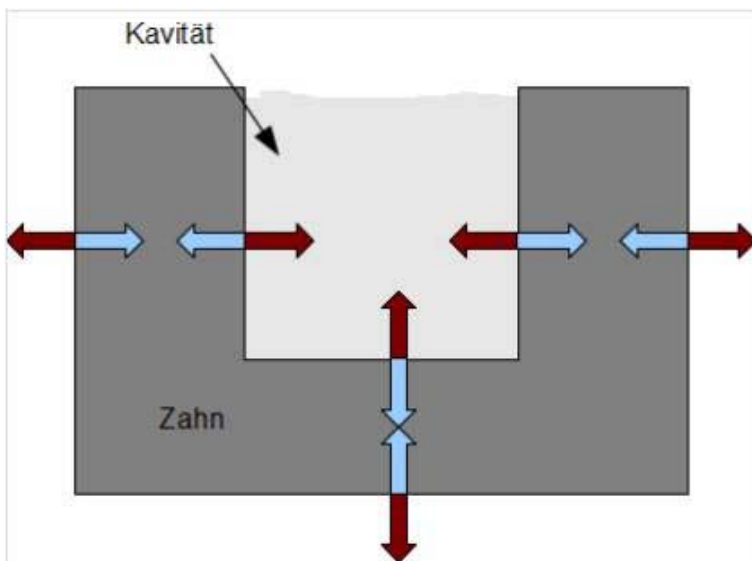


Abb. 55: Darstellung der Ausdehnungs- bzw. Schrumpfrichtung der Kavität zugewandten Zahnwänden bei Erwärmung (rot) bzw. Abkühlung (blau)

Aus den unterschiedlichen Ausdehnungs- bzw. Schrumpfrichtungen ergibt sich für die Ermittlung der Spaltgröße folgende Formel:

$$\Delta L_{Ges} = \alpha [\mu m / m] / ^\circ K * \Delta T [^\circ K] \quad (1)$$

$$\Delta L_{Restauration-Zahn} = [\Delta L_{Ges-Restauration} / 2] + [\Delta L_{Ges-Zahn} / 4] \quad (2)$$

Rechenbeispiel:

Der WAK des Restaurationsmaterials beträgt $20 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$, der des Zahnes $11,4 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$ und der Restauration-Zahn-Komplex wurde einer Temperaturdifferenz von $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ausgesetzt.

$$\begin{aligned}\Delta L_{\text{Restauration}} &= 20 [\mu\text{m}/\text{m}] / ^\circ\text{K} \cdot 20 [^\circ\text{K}] \\ &= 400 \mu\text{m}/\text{m} \\ &= 4 \mu\text{m}/\text{cm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\Delta L_{\text{Zahn}} &= 11,4 [\mu\text{m}/\text{m}] / ^\circ\text{K} \cdot 20 [^\circ\text{K}] \\ &= 228 \mu\text{m}/\text{m} \\ &= 2,28 \mu\text{m}/\text{cm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\Delta L_{\text{Restauration-Zahn}} [\mu\text{m}/\text{m}] &= [400/2] + [228/4] \\ &= 257 \mu\text{m}/\text{m} \\ &= 2,57 \mu\text{m}/\text{cm}\end{aligned}$$

Das Rechenbeispiel veranschaulicht, wie hoch die Diskrepanzen aufgrund unterschiedlicher WAK für die Dimensionsstabilität sein können. Geht man von einer Körpertemperatur von $35 \text{ }^\circ\text{C}$ aus und kühlt den Restauration-Zahn-Komplex um $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ab, so ergäbe das einen Randspalt von $2,57 \mu\text{m}/\text{cm}$ zwischen Restauration und Zahn. Bei einer Erwärmung des Komplexes könnte sich die Restauration aufgrund seiner Lage innerhalb des Zahnes nicht ausdehnen. An den Grenzflächen würden Spannungen auftreten. Eine stressfreie Ausdehnung könnte ausschließlich zu einer dem Zahn abgewandten Seite, d. h. zum oralen Lumen, erfolgen und würde in dem Rechenbeispiel $4 \mu\text{m}/\text{cm}$ betragen.

Tab. 17: Gesamtausdehnung und die daraus resultierende Spaltbildung der Produkte der ersten Versuchsreihe bei einer Probengröße von 1 cm über die Temperaturveränderung von 20 °C, von 15 bis 35 °C und von 35 bis 55 °C ausgehen.

| | Gesamtausdehnung ($\mu\text{m}/\text{cm}$) einer Probe ($L_0 = 1\text{cm}$) über 20 °C; $\Delta L = \alpha \cdot dT \cdot L_0$ | | Spaltbildung ($\mu\text{m}/\text{cm}$) | |
|---------------|---|--------------|--|--------------|
| | 15 bis 35 °C | 35 bis 55 °C | 15 bis 35 °C | 35 bis 55 °C |
| Admira® | 7,43 | 8,52 | 4,28 | 4,83 |
| Admira Flow® | 8,35 | 9,26 | 4,74 | 5,20 |
| Arabesk Top® | 5,86 | 7,60 | 3,50 | 4,37 |
| Grandio® | 3,44 | 4,00 | 2,29 | 2,57 |
| Grandio Flow® | 5,66 | 6,30 | 3,40 | 3,72 |
| Zahn | | 2,28 | | |

In der Tab. 17 ist erstens ersichtlich, dass aufgrund des temperaturabhängigen WAK sich für die Temperaturbereiche von 15 bis 35 °C und 35 bis 55 °C unterschiedliche Gesamtausdehnungen ergeben. Da der WAK mit zunehmender Temperatur ansteigt, nimmt folglich auch die Expansion bei größerer Erwärmung zu. Daraus resultiert letztlich eine größere Spaltbildung für den Temperaturbereich von 35 bis 55 °C für alle oben aufgeführten Produkte.

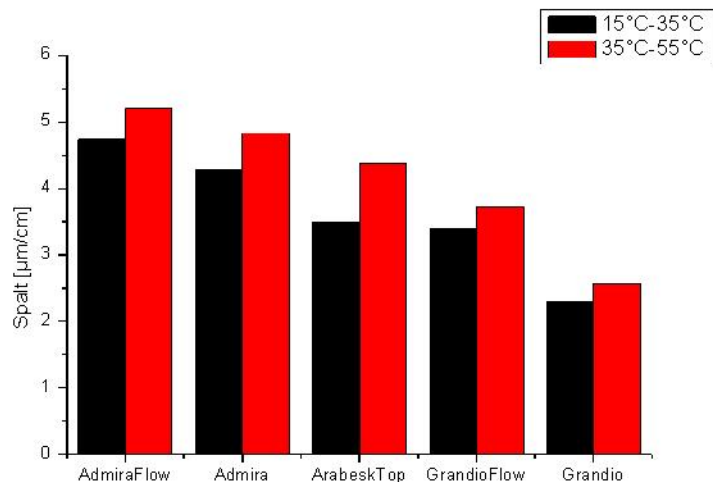


Abb. 56: Darstellung der Spaltgröße in $\mu\text{m}/\text{cm}$ in Abhängigkeit des Temperaturbereiches für die erste Versuchsreihe

Die Abb. 56 bietet einen graphischen Überblick der in Tab. 54 aufgeführten Spaltbildungen. Es ist erkennbar, dass alle Produkte zwischen 35 und 55 °C eine höhere Spaltbildung aufweisen als bei 15 bis 35 °C. Grandio[®] weist einen geringeren Spaltbildungsunterschied im Vergleich zu Admira[®] (15 bis 35 °C und 35 bis 55 °C) auf.

Das heißt, je höher der WAK eines Produktes ist, desto größer ist auch die Differenz in der Spaltbildung in den oben dargestellten Temperaturbereichen.

Arabesk Top[®] zeigt bei 15 bis 35 °C keinen signifikanten Unterschied zu Grandio Flow[®] auf. Bei 35 bis 55 °C ist jedoch ein Unterschied erkennbar. Das impliziert, dass Arabesk Top[®] sich in unterschiedlichen Temperaturbereichen auch unterschiedlich verhält.

Tab. 18: Gesamtausdehnung und die daraus resultierende Spaltbildung der Produkte der ersten Versuchsreihe bei einer Probengröße von 1 cm über die Temperaturveränderung von 30 °C, d. h. von 25 bis 55 °C

| | Gesamtausdehnung ($\mu\text{m/cm}$) einer Probe ($L_0 = 1\text{cm}$) über 30 °C; $\Delta L = \alpha \cdot \Delta T \cdot L_0$ | Spaltbildung ($\mu\text{m/cm}$) |
|---------------|--|--------------------------------------|
| Admira Flow® | 13,1 | 7,38 |
| Admira® | 12,0 | 6,84 |
| Arabesk Top® | 10,1 | 5,88 |
| Grandio Flow® | 8,97 | 5,34 |
| Grandio® | 5,59 | 3,65 |
| Zahn | 3,42 | |

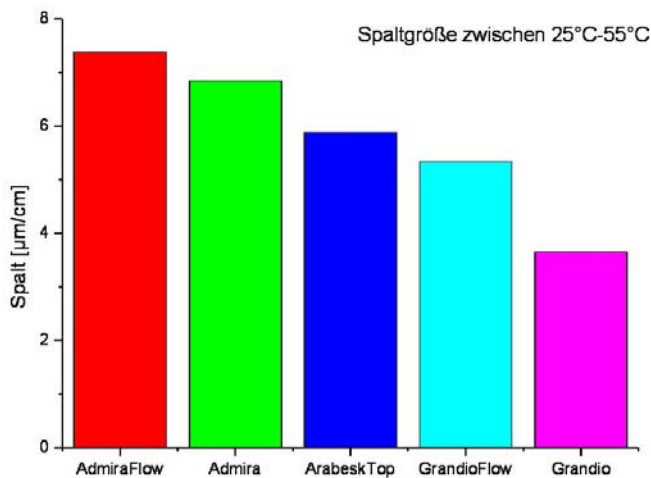


Abb. 57: Darstellung der Spaltgröße in $\mu\text{m/cm}$ zwischen 25 und 55 °C für die erste Versuchsreihe

Die Abb. 57 stellt die in Tab. 55 aufgeführten Daten graphisch dar. Es zeigt sich, dass Grandio® einen halb so großen Randspalt aufweist wie Admira Flow®. Außerdem besteht ein größerer Unterschied in der Spaltgröße von Arabesk Top® in Relation zu Admira Flow® zu Admira® sowie von Grandio® in Relation zu Arabesk Top® zu Grandio Flow®.

DISKUSSION

Tab. 19: Gesamtausdehnung und die daraus resultierende Spaltbildung der Produkte der zweiten Versuchsreihe bei einer Probengröße von 1 cm über die Temperaturveränderung von 30 °C, d. h. von 25 bis 55 °C

| | Gesamtausdehnung ($\mu\text{m}/\text{cm}$) einer Probe ($L_0 = 1\text{cm}$) über 30 °C; $\Delta L = \alpha \cdot \Delta T \cdot L_0$ | Spaltbildung ($\mu\text{m}/\text{cm}$) |
|--------------|---|---|
| V44570A | 22,6 | 12,2 |
| V44570B | 20,9 | 11,3 |
| V44570C | 18,5 | 10,1 |
| V44570D | 15,8 | 8,73 |
| V44570E | 12,6 | 7,16 |
| Zahn | 3,42 | |
| Arabesk Top® | 10,1 | 5,88 |

Obleich der Füllstoffanteil zwischen dem auf Arabesk Top basierenden Material V44570E (75 Gew%) und Arabesk Top® (77 Gew%) nahezu identisch ist, zeigt die Tab. 19. einen Unterschied in der Spaltgröße von ca. 1,3 $\mu\text{m}/\text{cm}$.

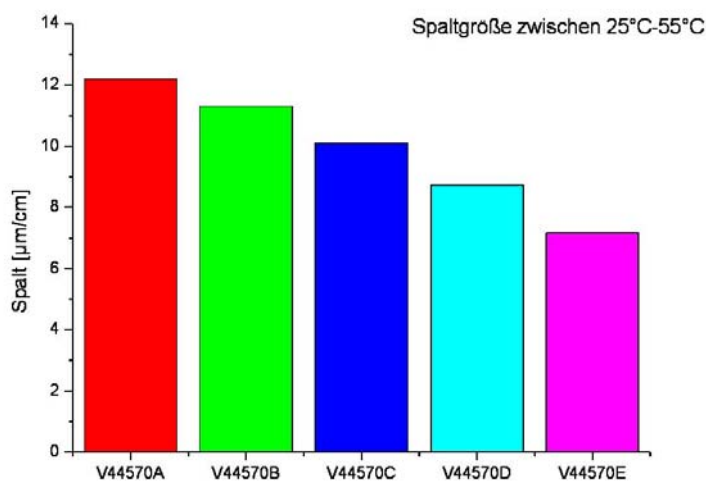


Abb. 58: Darstellung der Spaltgröße in $\mu\text{m}/\text{cm}$ zwischen 25 und 55 °C für die zweite Versuchsreihe

In der Abb. 58 sind die in Tab. 19 aufgeführten Daten für die zweite Versuchsreihe graphisch dargestellt. Von V44570A bis V44570C ist eine konstante Verringerung in der Spaltgröße erkennbar. Ab einem Füllergehalt von 65 Gew% für V44570D ist eine stärkere Abnahme der Spaltgröße ersichtlich.

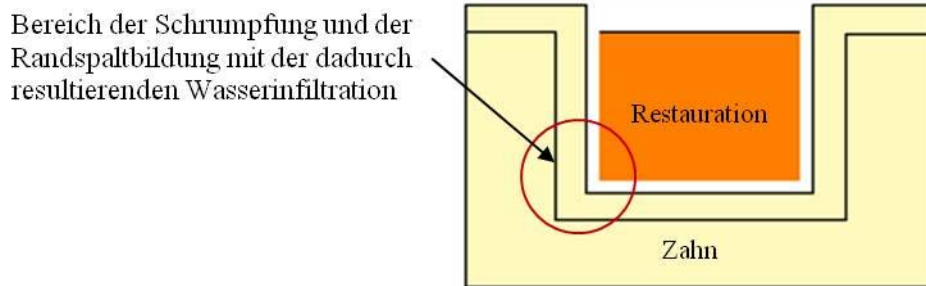


Abb. 59: Darstellung der Spaltentstehung zwischen Zahn und Restauration bei Abkühlung auf 15 °C

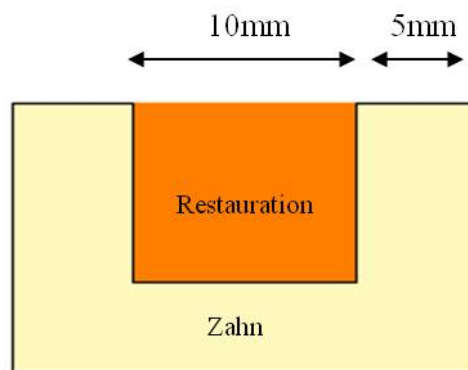


Abb. 60: Darstellung des Restauration-Zahn-Komplexes bei 35 °C

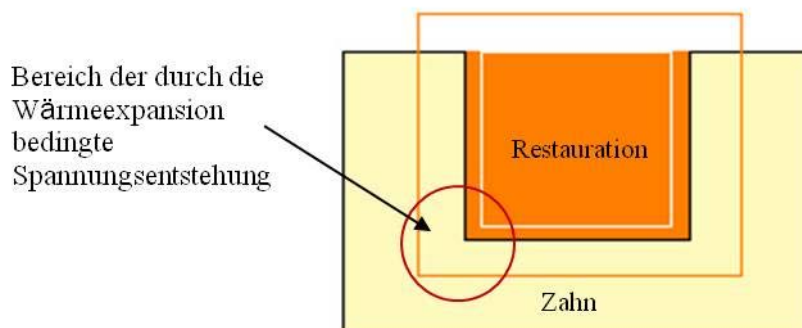


Abb. 61: Darstellung der Spannungsentstehung zwischen Zahn und Restauration bei einer Erwärmung auf 55 °C

In den Abbildungen 59 bis 61 ist schematisch dargestellt, wie sich eine Restauration

im Zahn bei Abkühlung resp. Erwärmung verhält. Bei der Abkühlung des Zahn-Restaurations-Komplexes schrumpfen sowohl die Restauration als auch die restaurationsbegrenzenden Wände. Dadurch entsteht ein Spalt. Infolge der Erwärmung des Zahn-Restaurations-Komplexes entstehen Spannungen, da sich sowohl die Restauration als auch die restaurationsbegrenzenden Zahnwände ausdehnen. Sowohl die Spaltbildung als auch die Spannungsentstehung sind klinisch relevant. Die Spaltbildung hat zur Folge, dass über diesen Säuren kariogene Substrate, Wasser mit seinen darin gelösten Metaboliten sowie in Abhängigkeit der Größe des Spaltes, Bakterien bis zum Fundus der Restauration gelangen. Der Restauration-Zahn-Komplex kann einer Temperaturspanne von 50 °C (Palmer 1992), wie sie beispielsweise beim Verzehr von Eis und heißem Kaffee vorkommt (wobei Eis eine wesentlich niedrigere Temperatur aufweist als das in dieser Studie benutzte kalte Wasser) ausgesetzt werden. Hierbei ergibt sich eine mögliche Randspaltbildung für Admira Flow[®] von 12,3 µm/cm und für Grandio[®] von 6,1 µm/cm.

Säuren könnten dazu führen, dass der Zahn überempfindlich wird. Farbstoffe aus der Nahrung können in den Spalt infiltrieren, was zu einer Beeinträchtigung der Ästhetik führen würde.

Das regelmäßige Schrumpfen und Expandieren kann einerseits den Randspalt vergrößern und letztlich bei adhäsiv befestigter Restauration zu einem kompletten Haftverlust führen. Ferner wird die Zahnhartsubstanz mechanisch stark beansprucht, was gerade bei dünnen füllungsbegrenzten Wänden zu Rissen bis hin zu einer Fraktur führen kann.

Kariogene Bakterien, wie z. B. Streptococcus mutans, besitzen eine Größe von 0,5 bis 2 µm. Ein Randspalt von 12,3 µm/cm reiche also aus, damit 24 Bakterien nebeneinander im Spalt Platz fänden. Diese können sich, sobald sie das Dentin erreicht haben, in den Dentinkanälchen ansammeln und vermehren. Der WAK spielt also maßgeblich eine Rolle bei der Entstehung der Sekundärkaries.

Um eine Spalt- bzw. Spannungsbildung zu verhindern, sollte das Restaurationsmaterial ein reziprokes Expansions- bzw. Schrumpfungsverhalten wie die Zahnhartsubstanz aufweisen. Das bedeutet, dass das Füllungsmaterial einen negativen WAK haben müsste. Da dies physikalisch nicht möglich ist, kann es also nur bedeuten, dass dentale Restaurationsmaterialien einen möglichst geringen WAK, d. h. maximal $0 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{K}$, haben sollte.

In weiteren Versuchen sollte der volumetrische WAK der in dieser Studie benutzten Materialien untersucht und bestimmt werden. Hierbei ist es wichtig, einen geeigneten Messaufbau zu finden, der im Hinblick auf die Problematik von Wärmeleitfähigkeit und -kapazität von kubusartigen Proben ausgerichtet ist. Außerdem sollten die Proben in feuchtem Milieu gemessen werden, da der Restauration-Zahn-Komplex im Mund dem Speichel ausgesetzt ist. Schließlich erhöht Wasser den WAK dentaler Komposite (Söderholm 1984).

Ferner ist es mit dem ESPI in weiteren Studien möglich, die Spaltgröße bzw. -bildung und Spannungsentstehung an der Grenzfläche von Zahn zur Restauration zu beobachten und zu messen. Im Rahmen dieser Untersuchung wäre es auch von klinischer Relevanz, den Einfluss und die Qualität von Adhäsiven auf die Spaltentstehung von adhäsiv befestigten Restaurationen zu erforschen.

Letztendlich wäre es wichtig, den fast 100 Jahre alten und stets in der aktuellen Fachliteratur aufgeführten WAK der Zahnhartsubstanz zu ermitteln.

Mit dem ESPI könnten auch in weiteren Studien unterschiedliche in der Zahnmedizin verwendete Materialien, bei denen der WAK eine bedeutende Rolle spielt, gemessen werden.

10. Zusammenfassung

Die Restauration von Kavitäten mit Kompositen ist heutzutage Goldstandard. Hierbei stehen dem Zahnarzt viele unterschiedliche Arten an Kompositen zur Verfügung. Das Ziel ist es, eine möglichst langlebige Füllung zu gestalten. Diese Langlebigkeit ist aber auch maßgeblich von deren Randdichtigkeit abhängig.

Ein Faktor, der die Randdichtigkeit beeinflusst, ist die Wärmeausdehnung. Für die Bestimmung des WAK kamen bisher Kontakt- und Non-kontakt-Techniken zur Anwendung.

Ziel dieser Untersuchung war die Überprüfung der Einsatzmöglichkeit des ESPI zur Darstellung der thermoinduzierten Dimensionsveränderung anhand der Messung des linearen WAK in x- und in y-Richtung von fünf kommerziellen und fünf experimentellen Kompositen.

Die kommerziellen Komposite waren die Nanohybridkomposite Grandio® (Füllergehalt 87 Gew%) und Grandio Flow® (Füllergehalt 80,2 Gew%), das Mikrohybridkomposit Arabesk Top® (Füllergehalt 77 Gew%) sowie die Ormocere Admira® (Füllergehalt 78 Gew%) und Admira Flow® (Füllergehalt 64 Gew%).

Die auf Arabesk-Top basierenden experimentellen Komposite waren V44570A (Füllergehalt 35 Gew%), V44570B (Füllergehalt 45 Gew%), V44570C (Füllergehalt 55 Gew%), V44570D (Füllergehalt 65 Gew%) und V44570E (Füllergehalt 75 Gew%). Bereits die Vorversuche zeigten, dass das ESPI geeignet ist, den WAK anhand des Komposites x-tra fil® zu messen und darzustellen. Hierbei wurde ein WAK von $30,4 \cdot 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ($\pm 2,7$) in einem Temperaturbereich von 23 bis 62°C ermittelt.

In den Hauptversuchen konnten Wärmeausdehnungskoeffizienten festgestellt werden, die mit in anderen Studien ermittelten Werten, bei denen Geräte wie TMA, Dehnungsmessstreifen, Differentialdilatometer oder induktive Wegaufnehmer zum Einsatz kamen, sehr gut korrelieren.

Die Speckle-Interferometrie ist somit sehr gut geeignet, zerstörungsfrei, ortsselektiv und kontaktlos den linearen WAK zahnärztlicher Materialien zu bestimmen.

Hinsichtlich der in dieser Dissertation erfassten Daten lassen sich einige Rückschlüsse auf die Einflussfaktoren des WAK zahnärztlicher Komposite schließen: Einerseits zeigen die Ergebnisse, dass der WAK stark abhängig vom Füllergehalt ist. Die Höhe des WAK verhält sich reziprok zur Höhe des Füllergehalts. Allerdings zeigt der Vergleich von Admira® (Füllergehalt 78 Gew%) zu Arabesk Top® (Füllergehalt 77

Gew%) sowie von Arabesk Top[®] zu V44570E (Füllergehalt 75 Gew%), dass die Größe der Füllstoffpartikel aber auch der Verbund von Matrix zum Füllstoffpartikel sowie die Zusammensetzung der Matrix selbst Einflussfaktoren des WAK sein können.

Die Nanohybridkomposite Grandio[®] und Grandio Flow[®] weisen in dieser Untersuchung den geringsten WAK auf.

Aus den gewonnenen Daten ist ferner eine Temperaturabhängigkeit des WAK erkennbar.

Der WAK ist umso größer, je höher die Temperatur ist. Hierbei verhält sich der WAK zwischen Raumtemperatur und 55 °C linear. Eine Kompositrestauration dehnt sich im höheren Temperaturbereich also stärker aus als im geringen Temperaturbereich. Das hat eine große Bedeutung, wenn die Restauration während der Mahlzeit großen Temperaturunterschieden ausgesetzt wird. Bei einem Temperaturunterschied von nur 30 °C ergibt sich theoretisch für Admira Flow[®] ein Randspalt von 7,38 µm/cm und für Grandio[®] 3,65 µm/cm. Infolge der entstehenden permanenten Beanspruchung des adhäsiven Verbundes durch Kontraktion und Expansion der Restauration kann es zum Abreißen eben jenes adhäsiven Verbundes kommen. Der sog. „Perkolationseffekt“ führt schließlich zur Infiltration von Wasser und den darin gelösten Stoffen, Bakterien und aus der Nahrung aufgenommenen Farbpartikel.

Außerdem zeigt der Vergleich der Zyklen untereinander, dass sich initial erwärmte Proben in weiteren Zyklen, aufgrund von Konformationsänderungen und auch Nachpolymerisieren, weniger stark ausdehnen.

Die zweidimensionale graphische Darstellung des Ausdehnungsverhaltens einer Kompositrestauration in einer Zahnkavität zeigt auch, dass bei einer Erwärmung Expansions- und bei einer Abkühlung Kontraktionsspannungen an der Grenzfläche von Restauration zum Zahn entstehen.

Um somit die Belastung des adhäsiven Verbundes und die damit einhergehende Randspaltbildung gering zu halten, müssten Füllungskomposite im Idealfall keine Wärmeausdehnung, aber mindestens einen so geringen WAK wie der Zahn aufweisen.

11. Literaturverzeichnis

Bähr- Thermoanalyse GmbH:, Dilatometer-Produktblatt, S. 4-15
D 32609 Hüllhorst

Ballweg, T., Nique, S.:
Dialkoxy- or dihydroxyphenyl radicals containing silanes, adhesives produced therefrom and method for producing silanes and adhesives.
Google Patents (2011), Patent-No. DE102008057684 A1,
<http://www.google.com/patents/DE102008057684A1?cl=en>.

Barclay, C.W., Spence, D., Laird, W.R.:
Intra-oral temperatures during function.
Journal of Oral Rehabilitation 32 (2005) 886-894.

Bauer W.:
Herstellung und Eigenschaften des Poly-Methacrylsäuremethylesters
und seine Anwendung als organisches Glas in der Zahnheilkunde.
Kunststoffe 38 (1948) 1.

Bernardo, M, Luis, H., Martin, M, Leroux, B.G., Rue, T., Leit, J., De Rouen, T.:
Survival and reason for failure of amalgam versus composite posterior restorations placed
in randomized clinical trial.
JADA June 238 (2007) 775-783.

Bouillaguet, S., Gamba, J., Forchelet, J., Krejci, I. & Wataha, J.C.:
Dynamics of composite polymerization mediates the development of cuspal strain.
Dental Materials 22/10 (2006) 896-902.

Bowen R.L.:
Properties of a silica reinforced polymer for dental restorations.
J Amer Dent Ass 66 (1963) 57.

Braem, M.:
An in-vitro investigation into the physical durability of dental composites.
Thesis, Catholic University of Leuven, Leuven/Belgium, 1985, S. 25-29.

Brannström, M., Nyborg, H.:
The presence of bacteria in cavities filled with silicate cement and composite resin
materials.
Sven Tandlak Tidskr. 64/3 (1971) 149-155.

Bullard, R.H., Leinfelder, K.F., Russell, C.M.:
Effect of coefficient of thermal expansion on microleakage.
J Am Dent Assoc 116/7 (1988) 871-874.

Bundeszahnärztekammer - Institut der Deutschen Zahnärzte:
Vierte Deutsche Mundgesundheitsstudie (DMS IV), Berlin, 2006.

Butters, J.N.:
Speckle Pattern Interferometry Using Video Techniques.
J Soc PhotoOpt Intrum Eng 10 (1971) 5-9.

LITERATURVERZEICHNIS

Clusener, G.R.:

Differential dilatometer. Google Patent (1974), Patent No. US 3898836 A.
<http://www.google.com/patents/US3898836>

Dermaut, L.R., Kleuthgen, J.P., De Clerk, H.:

Experimental determination of the center of resistance of the upper first molar in a macerated, dry human skull submitted to horizontal headgear traction.

Am J Dentofacial Orthop 90 (1986) 29.

Deutsches Ärzteblatt:

Karies - Wie viele Erwachsene in Deutschland haben Zahnfüllungen? In der Altersgruppe der 30- bis 49-Jährigen haben in Deutschland 84,1 Prozent eine oder mehrere Zahnfüllungen.

Deutsches Ärzteblatt 108/11 (2011) C402.

Ehrenstein, G.W., Riedel, G., Trawiel, P.:

Grundlagen und Prüfpraxis der Thermischen Analyse.

Carl Hanser Verlag, München, 2003, S. 137.

Ernst, C.P., Canbek, K., Euler, T., Willershäusen, B.:

In vivo validation of the historical in vitro thermocycling temperature range for dental materials testing.

Clin Oral Investig 8/3 (2004) 130-138.

Fraser, C.J.:

A study of the efficiency of dental fillings.

J Dent Res 9/4 (1929) 507-517.

Gente, M., Sondermann, U., Lehmann, K.M.:

Linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient von Rinderschmelz und Rinderdentin.

Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift 40 (1985) 488-490.

Geurtsen, W.:

Klinik der Kompositfüllung. Hanser, München-Wien, 1989.

Goch, G.:

Laborskript zur Vorlesung Messtechnik und Sensorik MS1.

Universität Bremen, FB 4, Produktionstechnik MSR, Bremen, 2005.

Gorschboth, L.:

Der thermische Ausdehnungskoeffizient von 11 zahnärztlichen Kunststoffen im Temperaturbereich von 4 bis 60 C.

Medizinische Dissertation, Freie Universität Berlin, Berlin, 1979.

Gräf, W., Knorr, M.:

Die thermische Belastung der Zähne beim Verzehr extrem heißer und kalter Speisen.

Dtsch Zahnärztl Z 15 (1960) 30-34.

Hashinger, D.T., Fairhurst, C.W.:

Thermal expansion and filler content of composite resins.

Journal of Prosthetic Dentistry 52/4 (1984) 506-510.

LITERATURVERZEICHNIS

Hembree, J.H., Jr.:

Marginal leakage of microfilled composite resin restorations.
Journal of Prosthetic Dentistry 50/5 (1983) 632-635.

Heumier, T.A., Carlsten, J.L.:

Mode Hopping in Semiconductor Lasers ILX Lightwave, Photonic Text & Measurement Instrumentation, No. 8.
Department of Physics, Application Note, Montana State University, Bozeman, MT/USA, 2005.

Hirasawa, T., Mori, R., Hirano, S., Hirabayashi, S., Harashima, I.:

Thermal expansion of restorative composite resins under the dry and wet conditions (author's transl.).
Shika rikogaku zasshi. 20 (1979) 188-193.

Hoffmann, K.:

Grundlagen der Dehnungsmessstreifen-Technik. Die Anwendung der Wheatstone'schen Brückenschaltung.
Hottinger Baldwin Messtechnik, Darmstadt, 1973.

Kachrimanis, N.:

The submicron dimensional behavior of post-cure dental composites: an Electronic Speckle Pattern-correlation Interferometry study
Medizinische Dissertation, Charité - Universitätsmedizin Berlin, Berlin, 2013.

Kidd, E.A.:

Microleakage: a review.
Journal of Dentistry 4/5 (1976) 199-206.

Kappert, H.F., Eichner, K. :

Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung, Band 2: Werkstoffe unter klinischen Aspekten.
Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 6. Aufl. 2008, S. 205, 218.

Kappert, H.F., Eichner, K.:

Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung.
Hüthig Verlag, Heidelberg, 7. Aufl., 2000, S. 192, 206-207.

Kassenzahnärztliche Bundesvereinigung-Jahrbuch: Zahnärztliche Versorgung im Detail: Anzahl, Füllungen, Extraktionen, Wurzelbehandlungen, 2013, S. 88-89.

Lambrechts, P.:

Basic properties of dental composites and their impact on clinical performance.
Katholieke Universiteit Leuven, 1983, S. 51.

Lang, H., Rampado, M., Mullejans, R., et al.:

Determination of the dynamics of restored teeth by 3D electronic speckle pattern interferometry.
Lasers Surg Med.34 (2004) 300-309.

LITERATURVERZEICHNIS

Lang, H., Schwan, R., Nolden, R.:

Die 3D-Speckle-Interferometrie zur dreidimensionalen Erfassung der Verformung eingegliedelter Restaurationen.

Dtsch Zahnärztl Z 50 (1995) 379-383.

Lehmann, K.M., Hellwig, E.: Zahnärztliche Propädeutik.

Elsevier GmbH, Urban & Fischer, München, 10. Aufl., 2005, S. 131.

Lutz, F., Lüscher, B., Ochsenbein, H., Mühlemann, H.R:

Adhäsive Zahnheilkunde.

Juris Druck & Verlag Zürich, 1976, pp. 103–186.

Mesu, F.P.:

The effect of temperature on the compressive and tensile strengths of cements.

Journal of Prosthetic Dentistry 49 (1983) 59-62.

Musewald, T.:

Anpassung eines Speckle-Interferometriemeßplatzes zur Messung des belastungsabhängigen Deformationsverhaltens von prothetischen Brückenkonstruktionen

Medizinische Dissertation, Humboldt-Univ., Berlin, 1999.

Nelsen, R.J., Wolcott, R.B., Paffenbarger, G.C.:

Fluid Exchange at the Margins of Dental Restorations.

J Am Dent Assoc, 44 (1952) 288-295.

NETZSCH Produktinformation: TMA 402 F1/F3 Hyperion®.

NETZSCH Gerätebau GmbH, Selb, Deutschland, 2014.

O'Brien, W.J.:

Dental materials and their selection.

Quintessence Pub. Co., 3rd ed. Chicago, Berlin, Tokyo, Copenhagen, London, Paris, Milan, Barcelona, Istanbul, Sao Paulo, New Delhi, Moscow, Prague, and Warsaw, 2002, S. 2, 9.

Opdam, N.J., Roeters, F.J., Feilzer, A.J., Verdonschot, E.H:

Marginal integrity and postoperative sensitivity in Class 2 resin composite restorations in vivo.

Journal of Dentistry 26/7 (1998) 555-562.

Palmer, D.S.; Barco, M.T., Billy, E.J.:

Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids.

Journal of Prosthetic Dentistry 67/3 (1992) 325-327.

Peterson, E.A., Phillips, R.W., Swartz, M.L.:

A comparison of the physical properties of four restorative resins.

Journal of the American Assoc 73/6 (1966) 1324-1336.

Pfeiffer, P., Marx, R.:

Temperaturbelastungen von Adhäsivbrücken und ihre Auswirkung auf die Verbundfestigkeit der Klebeverbindung.

Schweiz Monatsschr Zahnmed 99 (1989) 782-786.

LITERATURVERZEICHNIS

Powers, J.M., Hostetler, R.W., Dennison, J.B.:
Thermal expansion of composite resins and sealants.
Journal of Dental Research 58/2 (1979) 584-587.

Rose, E.E., Lal, J., Green, R., Cornell, J.:
Direct resin filling materials: coefficient of thermal expansion and water sorption of polymethyl methacrylate.
Journal of Dental Research 34/4 (1955) 589-596.

Rupp, N.W.:
Clinical placement and performance of composite resin restorations.
Journal of Dental Research 58 (1979) 1551.

Sakaguchi, R.L., Sasik, C.T., Bunczak, M.A., Douglas, W.H.:
Strain gauge method for measuring polymerization contraction of composite restoratives.
Journal of Dentistry 19/5 (1991) 312-316.

Schiffner, U., Micheelis, W.:
Die Versorgung kariöser Defekte mit verschiedenen Füllungsmaterialien in Deutschland.
Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift 65/4 (2010) 193-198.

Schreiber-Messtechnik GmbH
Produktdatenblatt serie sm20
Pöttinger Str. 21 a, 82041 Oberhaching
www.schreiber-messtechnik.de

Sideridou, I., Achilias, D.S., Kyrikou, E.:
Thermal expansion characteristics of light-cured dental resins and resin composites.
Biomaterials 25/15 (2004) 3087-3097.

Söderholm, K.J.:
Influence of silane treatment and filler fraction on thermal expansion of composite resins.
Journal of Dental Research 63/11 (1984) 1321-1326.

Soltész, U., Klaiber, B., Pergande, C., Richter, H.:
Vergleichende Untersuchung über das Abrasionsverhalten von Composite-Füllungsmaterialien.
Dtsch. Zahnärztl. Z. 34, (1979) 406.

Souder, W.H., Peters, C.G.:
An investigation of the physical properties of dental materials.
U.S. Government. Printing Office, 1920, S. 3-40.

Souder, W., Paffenbarger, G. C.:
Physical Properties of Dental Materials.
National Bureau of Standards, Circular No. C433, Washington: U.S. Government Printing Office, 1942, S. 14- 15; 152-171.

Versluis, A.:
Origin and development of internal stresses during polymerization of composite resins.
Medizinische Dissertation, University of Greenwich/UK, London/UK, 1994.

LITERATURVERZEICHNIS

Versluis, A., Douglas, W.H., Sakaguchi, R.L.:
Thermal expansion coefficient of dental composites measured with strain gauges.
Dental Materials 12/5 (1996) 290-294.

Vishay Precision Group:
Auswahl von Dehnungsmessstreifen; Kriterien, Verfahren, Empfehlungen; Tech Note TN-505-4.
<http://www.blh.de/appl/tn-505-4.pdf>

Viohl, J., Dermann, K., Quast, D., Venz, S.:
Die Chemie zahnärztlicher Füllungskunststoffe, 1. Chemische Zusammensetzung.
Carl Hanser Verlag, München, Wien, 1986 S.1 – 48, 16, 19-20, 20, 89.

Voco:
Datenblatt zu Grandio®.
Dr. H. Wolter, Fraunhofer-Institut für Silicatforschung ISC, Würzburg, Deutschland, 2005.
http://www.voco.de/de/products/_products/grandio/Folder.pdf.

Weber, K.:
Randqualität und Mikropenetrationsverhalten verschiedener Adhäsiv- und Kompositssysteme in gemischten Klasse-V-Kavitäten.
Medizinische Dissertation, Ludwigs-Maximilians-Universität, München, 2003.

Wichmann, M.:
Qualitätskontrolle zahnärztlicher Werkstücke Untersuchung zur Anwendung zerstörungsfreier Prüfverfahren in der Zahnheilkunde
Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift 50/2 (1995) 98-104.

Yamaguchi, R., Powers, J.M., Dennison, J.B.:
Thermal expansion of visible-light-cured composite resins.
Operative Dentistry 14/2 (1989) 64-67.

Yap, A.U.J., Tan, A.C.S., Quan, C.:
Non-destructive characterization of resin-based filling materials using Electronic Speckle Pattern Interferometry.
Dental Materials 20 (2004) 377-382

Yoshizawa, T.:
Handbook of Optical Metrology: Principles and Applications.
CRC Press Inc., Taylor and Francis Group, Boca Raton, FL/USA, 2009, S. 243-246.

Youngson, C.C., Barclay, C.W.:
A pilot study of intraoral temperature changes.
Clinical Oral Investigations 4/3 (2000) 183-189.

Zaslansky, P., Currey, J.D., Friesem, A.A., Weiner, S.:
Phase shifting speckle interferometry for determination of strain and Young's modulus of mineralized biological materials: a study of tooth dentin compression in water.
Journal of Biomedical Optics 10/2 (2005) 024020.

LITERATURVERZEICHNIS

Zaslansky, P., Friesem, A.A., Weiner, S.:

Structure and mechanical properties of the soft zone separating bulk dentin and enamel in crowns of human teeth: insight into tooth function.

Journal of Structural Biology 153/2 (2006) 188-199.

Zaslansky, P., Shahar, R., Friesem, A.A., Weiner, S.:

Relations Between Shape, Materials Properties, and Function in Biological Materials Using Laser Speckle Interferometry: In situ Tooth Deformation.

Advanced Functional Materials 16 (2006) 1925-1936.

12. Danksagung

Ich möchte an dieser Stelle allen Personen meinen Dank aussprechen, die mich bei der Realisierung dieser Arbeit unterstützt haben.

Meinem besonderen Dank gilt Prof. (UH) PD Dr. W.-D. Müller für sein persönliches Engagement, der hilfsbereiten Unterstützung, seinen zahlreichen Anregungen und wertvollen Hinweisen. Es war mir eine besondere Ehre, mit ihm diese wissenschaftliche Arbeit zu realisieren.

Ferner bin ich auch Dr. Zaslansky zu größtem Dank verpflichtet. Mit seinen ausgezeichneten Kenntnissen über die Speckle-Interferometrie, seinen vielen Hilfestellungen sowie der Bereitstellung des Messplatzes im Max-Planck-Institut konnten die Messungen so erfolgreich gestaltet werden.

Außerdem bin ich Clemens Randow für seine Computer- und Physikkenntnisse zu größtem Dank verpflichtet.

Für die große Unterstützung und den wissenschaftlichen Austausch möchte ich mich bei der gesamten Abteilung der Werkstoffkunde und Biomaterialforschung an der Klinik der Zahn- Mund- und Kieferheilkunde der Charité, insbesondere bei Frau Lion und Frau Schöpf bedanken.

Ich danke der Firma Voco, die die untersuchten Materialien zur Verfügung gestellt hat.

Abschließend möchte ich mich natürlich bei meiner Familie, meiner Verlobten, Frau Katrin Lützenrath, und meinem sozialem Umfeld bedanken, dass sie mir stets den Ruhepol boten und keinerlei Unterstützung versagten.

13. Lebenslauf

Mein Lebenslauf wird aus datenschutzrechtlichen Gründen in der elektronischen Version meiner Arbeit nicht veröffentlicht.

14. Publikationsliste

Siegel M, Zaslansky P, Müller WD: CTE determination of five composites using ESPI;
Poster, 45th Meeting of the CED-IADR with the Scandinavian Division
31.08. - 03.09.2011, Budapest, Ungarn.

15. Eidesstattliche Versicherung

„Ich, Matthias Siegel, versichere an Eides statt durch meine eigenhändige Unterschrift, dass ich die vorgelegte Dissertation mit dem Thema:

Speckle-interferometrische Bestimmung des WAK von Kompositen

– Eine *in vitro*-Studie –

selbstständig und ohne nicht offengelegte Hilfe Dritter verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel genutzt habe.

Alle Stellen, die wörtlich oder dem Sinne nach auf Publikationen oder Vorträgen anderer Autoren beruhen, sind als solche in korrekter Zitierung (siehe „Uniform Requirements for Manuscripts (URM)“ des ICMJE - www.icmje.org) kenntlich gemacht. Die Abschnitte zu Methodik (insbesondere praktische Arbeiten, Laborbestimmungen, statistische Aufarbeitung) und Resultaten (insbesondere Abbildungen, Graphiken und Tabellen) entsprechen den URM (s. o.) und werden von mir verantwortet.

Meine Anteile an etwaigen Publikationen zu dieser Dissertation entsprechen denen, die in der untenstehenden gemeinsamen Erklärung mit dem/der Betreuer/in, angegeben sind. Sämtliche Publikationen, die aus dieser Dissertation hervorgegangen sind und bei denen ich Autor bin, entsprechen den URM (s. o.) und werden von mir verantwortet.

Die Bedeutung dieser eidesstattlichen Versicherung und die strafrechtlichen Folgen einer unwahren eidesstattlichen Versicherung (§ 156,161 des Strafgesetzbuches) sind mir bekannt und bewusst.“

Datum

Unterschrift