

3 Material und Methode

3.1 Material

3.1.1 Kompositklebstoff

Die Prüfkörper wurden mit zwei verschiedenen Kompositmaterialien verklebt. Als Kompositklebstoffe kamen Compolute ® von der Fa. ESPE sowie PANAVIA F ® von der Fa. Kuraray zur Anwendung. Bei dem verwendeten Material Compolute ® handelt es sich um einen zweikomponentigen dualhärtenden Befestigungskomposit auf Dimethacrylat-Basis. Die materialtechnischen Kenndaten sind der Tab. 3.1 zu entnehmen. Die der Härtung zu Grunde liegende chemische Reaktion ist eine Polymerisationsreaktion. Compolute ® wird aus einem speziellen Kapselsystem Compolute ® Aplicap ® verwendet. Die Kapseln werden nach ihrer Aktivierung in einem Hochfrequenzanmischgerät ESPE ROTOMIX ® für die Verwendung vorbereitet [88].

Filmstärke [μm]	15
Biegefestigkeit [MPa]	100
Löslichkeit [$\mu\text{g}/\text{mm}^3$]	1
Wasseraufnahme [$\mu\text{g}/\text{mm}^3$]	6
Oberflächenhärte [MPa]	330
Druckfestigkeit [MPa]	260
Zahnbürstenabrasion [μm]	16
Polymerisationsschrumpf [%]	2,29

Tabelle: 3.1 Mechanische Eigenschaften von Compolute ® Aplicap ® nach Herstellerangaben [88]

Bei PANAVIA F ® handelt es sich um ein dualhärtendes Komposit auf Bis-GMA Basis, das durch ein phosphathaltiges Monomer modifiziert ist (siehe Kapitel 2.6.3). Das Material, bestehend aus einer Paste A und einer Paste B, wird vor der Anwendung im Verhältnis 1:1 manuell angemischt.

Filmstärke [μm]	18
Löslichkeit [$\mu\text{g}/\text{mm}^3$]	1,49
Wasseraufnahme [$\mu\text{g}/\text{mm}^3$]	18,7
Druckfestigkeit [MPa]	300

Tabelle 3.2 Mechanische Eigenschaften von PANAVIA F[®] nach Herstellerangaben [89]

3.1.2 Legierungen

Für die Durchführung der Versuche wurden von der Fa. BEGO zwei verschiedene Nichtelegmetalllegierungen zur Verfügung gestellt, Wirobond[®] C und Wiron[®] NT. Wirobond[®] C ist eine nickelfreie Kobalt-Chrom-Legierung, Wiron[®] NT eine Nickel-Chrom-Legierung. Eine Übersicht über die Zusammensetzungen sowie die Materialeigenschaften für die bei den Untersuchungen verwendeten Dentallegierungen sind in Tabelle 3.2 zusammengestellt.

	Wirobond [®] C	Wiron [®] NT
Chargenherstellungsnummer	1316	12307
Bruchdehnung (A5) [%]	6	30
Schmelzintervall [°C]	1380-1270	1350-1260
Gießtemperatur [°C]	1470	1450
0,2 Dehngrenze (Rp 0,2) [MPa]	390	370
Wärmeausdehnungskoeffizient (25-600°C) [$10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$]	14,2	14
Dichte g/cm ³	8,5	8,2
Elastizitätsmodul [MPa]	ca.210.000	ca.200.000
Vickers-Härte (HV 10)	310	195
Farbe	silber	silber

Tabelle 3.3: Legierungsmerkmale von Wirobond[®] C und Wiron[®] NT nach Herstellerangaben [87]

Material (Hersteller)	Zusammensetzung in Massen- %							
	Co	Cr	Mo	Wo	Si	Fe	Ce	C
Wirobond ® C Fa. BEGO	61	26	6	5	1	0,5	0,5	0.02

Tabelle 3.4: Zusammensetzung der Kobalt-Chrom-Legierung Wirobond ® C nach Herstellerangaben [87]

Material (Hersteller)	Zusammensetzung in Massen- %						
	Ni	Cr	Mo	Nb	Fe	Mn	Ti
Wiron ® NT Fa. BEGO	61,4	22,9	8,8	3,9	2,5	0,4	0,1

Tabelle 3.5: Zusammensetzung der Nickel-Chrom-Legierung Wiron ® NT nach Herstellerangaben [87]

3.1.2.1 Prüfkörperherstellung

Zur Vereinfachung der Prüfkörperherstellung wird eine stilisierte Marylandbrücke in Form eines Metallplättchens aus Wirobond ® C gegossen. Das Plättchen hat die Maße 10 mm * 3 mm * 1 mm und wird mit einem Kompositklebstoff auf zwei Trägerplättchen adhäsiv befestigt. Die Trägerplättchen werden aus Wiron ® NT gefertigt und haben die Maße 10 mm * 5 mm * 2 mm. Beide Plättchentypen unterscheiden sich in der Legierung und ihren Abmessungen. Vor dem Verkleben erfolgt die Oberflächenkonditionierung aller Verbundflächen (siehe Kapitel 3.1.3).

Um die Fertigung der Plättchen zu erleichtern, werden sie in einer Stangenform aus Wachs hergestellt. Dafür empfiehlt sich die Verwendung von Beauty-Pink-Wachs der Fa. Moyco ®, das auf Grund seiner Eigenschaften besonders gut geeignet ist. Um das weitere Bearbeiten zu erleichtern, sollte darauf geachtet werden, dass die Wachsobjekte gerade sind und eine plane Oberfläche

aufweisen. Es ist zu empfehlen, die Dimensionierung der Metallplättchen so zu gestalten, dass nach dem Umsetzen in Metall und der sich anschließenden Bearbeitung, eine ausreichende Materialstärke entsprechend der geforderten Maße zur Verfügung steht. Um die hergestellten Wachsformen in Metall zu überführen, werden sie auf einem Muffelformer (Fa. Degussa) mit Wachs fixiert. Jeweils 8 Wachsrohlinge werden in einem Muffelring der Größe 6, der zuvor mit einer Vlies-Einlage ausgekleidet wurde, eingebettet. Die Einbettmasse Wirovest® (Fa. BEGO) wird entsprechend den Herstellerangaben angemischt und blasenfrei in die Muffel eingebracht. Nach dem Abbinden und Trocknen der Einbettmasse erfolgt das Vorwärmen der Muffel. Das Hochheizen der Öfen, das Festlegen der Haltezeiten sowie der Endtemperatur, erfolgt für beide Legierungstypen nach den Angaben des Herstellers. Der zahntechnische Guss wird mit einer Hochfrequenzgusschleuder der Fa. BEGO durchgeführt. Nach dem Abkühlen der Muffeln erfolgt das Ausbetten der Gussstücke. Danach folgt das Abstrahlen mit Aluminiumkorund der Körnung 250 µm, bei einem Strahldruck von 2,5 bar sowie das Abtrennen der Gusskegel. Die Gussstücke werden jetzt an einem Schnellschleifer auf das gewünschte Längenmaß zugeschnitten. Die Oberfläche der Metallplättchen wird visuell auf Lunker und sonstige Veränderungen hin untersucht. Für die Herstellung der Plättchen wird ausschließlich neues Metall benutzt. Für den Klebeverbund werden nur Plättchen mit einer intakten Legierungsoberfläche verwendet. Um eine möglichst praxisnahe Bearbeitung der Prüfkörper zu gewährleisten, werden diese mit zahntechnischem Instrumentarium auf das gewünschte Endmaß gebracht (siehe Abbildung 3.1).

3.1.3 Konditionierung der Prüfkörperoberflächen

Vor der eigentlichen Oberflächenkonditionierung werden alle Verbundflächen mit Korund gestrahlt. Der Auftrag der silikatischen Zwischenschicht erfolgt mit dem Rocatec-Verfahren und flammenpyrolytisch mit einem modifizierten Gasbrenner (siehe Kapitel 3.1.3.2). Um den Haftverbund mit PANAVIA F®

herzustellen, erfolgt die Konditionierung mit dem vom Hersteller mitgelieferten Alloy Primer (siehe Kapitel 3.1.3.3). Die Prüfkörper einer Serie werden mit dem modifizierten Gasbrenner flammenpyrolytisch konditioniert und mit PANAVIA F ® verklebt (siehe Kapitel 3.1.3.4). Die Klebungen aller Prüfserien werden sämtlich den Herstellerangaben entsprechend durchgeführt. Es ergeben sich vier verschiedene Verbundkombinationen.

3.1.3.1 Konditionierung der Metalloberfläche mit dem Rocatec-Verfahren

Für die Oberflächenkonditionierung mit dem Rocatec-Verfahren ist der Rocatecor, ein spezielles von der Fa. ESPE entwickeltes Strahlgerät, erforderlich. Der Arbeitsdruck während des Strahlvorganges beträgt 2,5 bar. Jede zu konditionierende Fläche wird für einen vom Hersteller festgelegten Zeitraum mit dem Strahlmittel in Kontakt gebracht. Die Einhaltung der Strahlzeit wird durch ein akustisches Signal sichergestellt.

Der erste Arbeitsschritt beinhaltet die Reinigung und Aktivierung der Legierungsoberfläche (siehe Kapitel 2.4.1). Die Fläche wird 10 Sekunden lang mit den 110 µm großen Korundpartikeln des Vorstrahlmittels Rocatec-Pre behandelt. Durch das Umschalten mittels Sensor innerhalb der Strahlkammer wird der zweite Arbeitsschritt eingeleitet. In diesem werden die Verbundflächen mit dem Spezialstrahlmittel Rocatec-Plus behandelt. Der Abstand der Strahldüse zur Oberfläche soll ca. 1 cm betragen und das Strahlgut senkrecht auf die Oberfläche auftreffen. Der Erfolg des Beschichtungsvorganges ist optisch durch die dunkle, matte Verfärbung der Oberfläche kontrollierbar. Nachdem die Reste des Strahlgutes ohne Berührung der Oberfläche durch leichtes Abklopfen entfernt wurden, erfolgt der dritte Arbeitsschritt. Dieser beinhaltet den Auftrag des Haftsilans. Auf die silikatisierten Oberflächen wird mit einem Einmalpinsel die einkomponentige Silanlösung Rocatec Sil ® (Fa. ESPE) aufgetragen. Die Fläche wird leicht mit der Flüssigkeit benetzt und trocknet 5 Minuten bei Raumtemperatur. Auf die getrocknete Metalloberfläche

wird das Befestigungskomposit appliziert und es erfolgt die Klebung der Metallplättchen.

3.1.3.2 Flammenpyrolytische Konditionierung der Metalloberfläche

Die zu fügenden Klebeflächen werden vor dem Verkleben mit Einwegstrahlmittel der Korngröße 250 µm bei einem Arbeitsdruck von 2,5 bar gestrahlt. Als Strahlmittel kommt Aluminiumkorund zur Anwendung (siehe Kapitel 2.4.1). Die Oberfläche wird anschließend mit Siliclean® (Essigsäureethylester Fa. Kulzer) gereinigt. Das Auftragen der glasartigen Siliziumoxidschicht erfolgt mit einem modifizierten Brenngerät. Das Gerät wird mit Propangas betrieben. An dem Brenner ist eine Ampulle angebracht, die dem Tetraethoxysilan (Siliflam® Fa. Kulzer) als Reservoir dient. Das Siliflam® wird aus einem Vorratsbehälter am Brenner der Flamme zugeführt. Es bildet nach dem Passieren des Flammenbereiches auf der Metalloberfläche die Siliziumoxidschicht (SiO_x -Schicht). Bei dem Beflammungsvorgang ist darauf zu achten, dass die zu beschichtende Fläche in den reaktiven Teil der Flamme gehalten wird. Dieser befindet sich im Bereich der Flammenspitze. Des Weiteren ist zu beachten, dass die bei dem Vorgang entstehende Wärme abziehen kann und weder auf das Brenngerät, noch auf die zu beschichtende Oberfläche zurückschlägt. Der Kontakt der Legierungsoberfläche mit dem reaktiven Teil der Flamme soll für ca. 5 Sekunden pro cm^2 Fläche gewährleistet werden. Nachdem die beflamte Oberfläche abgekühlt ist, erfolgt das Auftragen des Haftsilans Silicoup® der Fa. Kulzer. Bei dem Silicoup® handelt es sich um ein Zweikomponentensystem. Der Inhalt der Ampullen A und B wird in einem Vorratsgefäß, entsprechend den Herstellerangaben im Verhältnis 1:1, in eine gebrauchsfertige Lösung gebracht. Es ist darauf zu achten, dass die Lösung nicht älter als 1 Woche ist. Das Haftsilan wird mit einem Einmalpinsel auf die abgekühlte Metalloberfläche aufgetragen und soll ca. 3 Minuten lang trocknen. Danach erfolgt die Applikation des Befestigungskomposits und die Klebung kann erfolgen.

3.1.3.3 Konditionierung der Metalloberfläche mit Alloy Primer

Die zu verklebenden Flächen werden mit Aluminiumoxid Einwegstrahlmittel der Korngröße 250 µm bei einem Strahldruck von 2,5 bar gestrahlt. Nach dem Entfernen des restlichen Strahlgutes durch leichtes Abklopfen erfolgt die Konditionierung der Klebeflächen mit dem Alloy Primer. Dieser wird mit einem Einwegpinsel auf die Oberfläche aufgetragen.

3.1.4 Herstellen des Metall-Kunststoff-Verbundes zwischen den Prüfkörpern

Beide Plättchentypen werden nach Konditionierung der Oberflächen mit dem jeweiligen Kompositmaterial verklebt. Das Befestigen der Trägerplättchen erfolgt zweizeitig, für jede Seite separat. Dadurch kann die Oberflächenkonditionierung der Klebeflächen unmittelbar vor dem Verbund erfolgen. Das Fügen der Prüfkörper erfolgt bei Raumtemperatur ($23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$). Nach dem Anmischen des Kompositklebstoffes entsprechend den Herstellerangaben, wird dieser auf die Oberfläche der Trägerplättchen appliziert. Die stilisierte Marylandbrücke wird auf den Trägerplättchen positioniert. Die geklebten Plättchen werden mit Hilfe einer Klemme fixiert. Nach dem Fügen wird das überschüssige Material mit einem Kunststoffspatel entfernt. Die Aushärtung erfolgt im Polymerisationsgerät Dentacolor XS (Fa. Kulzer) für 90 Sekunden. Die Lagerung der Proben entsprechend den festgelegten Bedingungen beginnt 24 ± 2 Stunden nach dem Fügen der Prüfkörper. Bis zu diesem Zeitpunkt lagern sie in unveränderter Umgebung bei einer Raumtemperatur von $23\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

3.1.4.1 Berechnung der Klebeflächen

Um die Größe der Verbundflächen exakt bestimmen zu können, wurden diese nach erfolgter Verklebung nochmals vermessen. Dabei wurde mit einer Bügelfeinmessschraube (Genauigkeit 1/10 mm) die Breite und die Länge der Überlappung des geklebten Plättchen bestimmt. Für die Längenbestimmung erfolgten zwei separate Messungen an der Ober- und Unterkante des geklebten Plättchens. Aus beiden gemessenen Werten wurde das arithmetische Mittel gebildet. Die gemessene Breite und der berechnete Längenmittelwert bilden die Grundlage für die Berechnung der Verbundfläche. Diese wird nach der Gleichung $A = L \cdot B$ für jede Verbundfläche separat bestimmt, mit A = Verbundfläche [mm²], B = gemessene Breite der Klebefläche [mm] und L = mittlere Länge der Klebefläche [mm].

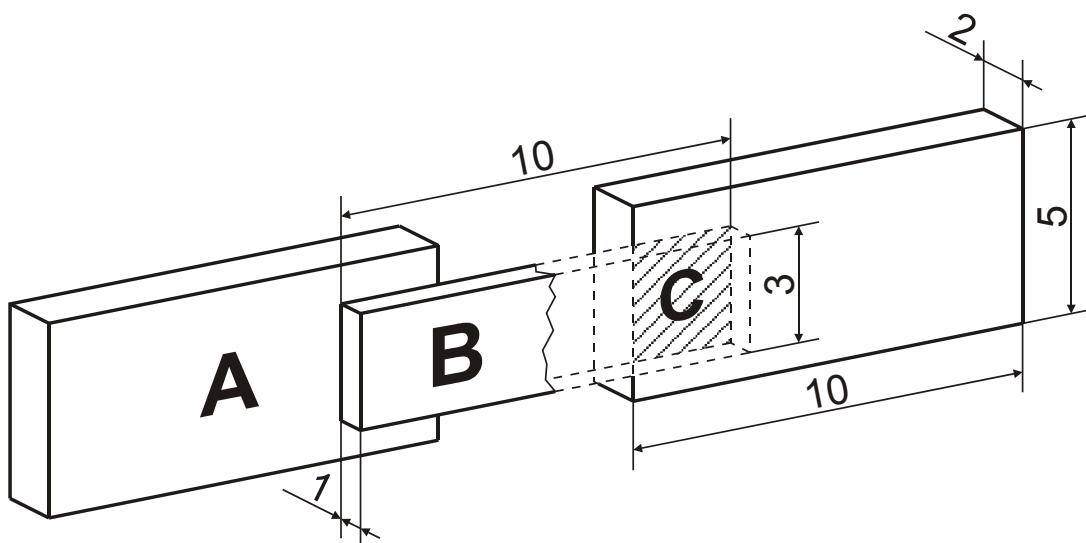


Abbildung 3.1: Schematische Darstellung der miteinander verklebten Prüfkörper (Abmessungen in mm)

A:	Trägerplättchen
B+C:	stilisierte Klebebrücke
C:	Klebefläche

3.2 Methode

3.2.1 Versuchsdurchführung

Um die Verbundfestigkeit der Klebungen zu testen, wurde von der Fa. BEGO eine Abschervorrichtung zur Verfügung gestellt (siehe Abbildung 3.2). Zur Anwendung kam die Abschervorrichtung in der Universalprüfmaschine der Fa. Instron, Typ 6025. Die abzuscherenden Proben wurden in die Vorrichtung eingespannt. Die Prüfkörper wurden auf beiden Seiten mit Hilfe von Schrauben fixiert. Die Vorrichtung mit den eingespannten Proben wurde so positioniert, dass der Abscherbolzen jederzeit senkrecht und mittig auf die stilisierte Klebebrücke auftrifft. In die Instron Universalprüfmaschine ist ein Rechner integriert, in den die gewünschten Prüfparameter eingegeben werden können (siehe Tabelle 3.6).

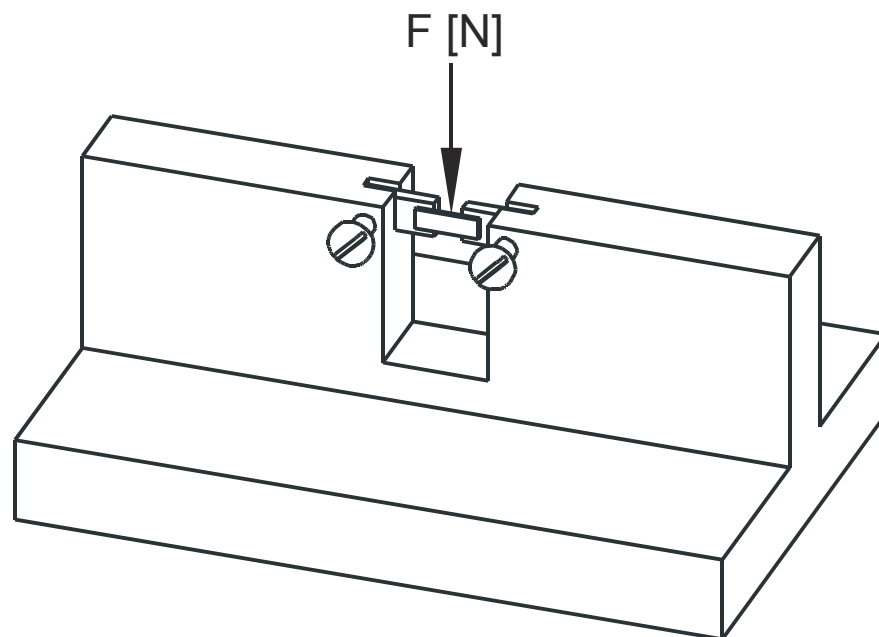


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung der Abschervorrichtung

Einstellung	Wert
Traversenvorschub [mm/min]	1
Wegerfassungsintervall [mm]	0,05
Messdose [kN]	1
Krafterfassungsintervall [kN]	0,002
Abbruch bei Bruch	

Tabelle 3.6: Einstellung der Universalprüfmaschine Instron, Typ 6025

Die in der Abschervorrichtung fixierten Prüfkörper wurden mit zunehmender Kraft bis zum Bruch der Verklebung belastet. Beim Abscheren wurden die Kraft [N] und der Weg [mm] bis zum Bruch der Probe gemessen. Aus den zuvor ermittelten Größen der Verbundflächen [mm²] und den gemessenen Verbundkräften [N], wurde die Abscherfestigkeit [MPa] ermittelt. Für jede Prüfserie wurden die jeweiligen Mittelwerte und Standardabweichungen berechnet. Die ermittelten Daten wurden in Diagrammen graphisch dargestellt (siehe Kapitel 4). Der graphischen Darstellung wurden verschiedene Abhängigkeiten zu Grunde gelegt. Dabei sind die Mittelwerte und Standardabweichungen der Verbundfestigkeit [MPa] auf der Abszisse (x-Achse) dargestellt. Auf der Ordinate (y-Achse) ist nach der gewählten Abhängigkeit das Konditionierungsverfahren bzw. die Art des Haftverbundes oder die Lagerungsart der Proben ersichtlich.

3.2.2 Prüfbedingungen

Die Proben werden 24 ± 2 Stunden nach dem Herstellen des Klebeverbundes bei Raumtemperatur ($23 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$) gelagert. Die Umgebungstemperatur sowie die Lagerungsdauer wurden genau eingehalten. Die Prüfkörper sind vollständig mit destilliertem Wasser (aqua dest.) bedeckt. Das Behältnis ist über den Zeitraum der Lagerung fest verschlossen, so dass keine Verdunstung stattfinden kann. Die Lagerung erfolgt in einem Wärmeschrank. Die Temperatur beträgt über den gesamten Lagerungszeitraum 35 °C .

3.2.2.1 Trockenlagerung

Die Proben werden 24 ± 2 Stunden nach dem Verkleben abgeschert. Bis dahin werden sie in einem offen Behältnis bei Raumtemperatur ($23 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$) gelagert. Diese Proben dienen als Referenz.

3.2.2.2 Wasserlagerung

Die Proben werden nach dem Verkleben in einem verschließbaren Behälter mit destilliertem Wasser gelagert. Die Lagerung in aqua dest. ist notwendig, damit keine Verunreinigungen den Klebeverbund angreifen.

3.2.2.3 Temperaturwechsellast

Nach dem Kleben lagern die Proben für 24 ± 2 Stunden unter Raumbedingungen ($23 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$). Danach wurden sie einer künstlichen Alterung durch Temperaturwechsellast (Thermocycling) ausgesetzt. Bei dieser Form der künstlichen Alterung werden die Prüfkörper für 30 Sekunden in einem Bad mit destilliertem Wasser von jeweils $5 \pm 2 \text{ °C}$ und $55 \pm 2 \text{ °C}$ gelagert. Die Proben werden an einem Schwenkarm befestigt. Dieser bewegt sich zwischen den beiden Bädern in der festgelegten Taktfrequenz. Das einmalige Durchlaufen beider Wannen entspricht jeweils einem Zyklus. Durch spezielle, mit einem Thermostat ausgestattete Heiz- und Kühlgeräte, bleibt die Wassertemperatur in den beiden Wannen in dem angegebenen Temperaturbereich konstant. Diese Prüfanordnung entspricht den Vorgaben des Ergänzungsentwurfes zur ISO 10477 [33]. In diesem Entwurf wird die Durchführung von 5000 Zyklen vorgeschlagen. Zusätzlich zu diesem Versuch durchläuft eine Testserie 10000 Zyklen im Temperaturwechselbad.