

4 Material und Methode

4.1 Material

4.1.1 Füllungsmaterialien

Für sechs handelsübliche lichthärtende Kompositmaterialien (Tab. 5) wurden Biegefestigkeit, E- Modul, Wasseraufnahme- und Löslichkeit, Polymerisationstiefe und Vickershärte, sowie die Polierbarkeit bestimmt. Herculite XRV und Tetric Ceram wurden aufgrund ihrer langjährigen Anwendungszeit und der vielfach untersuchten Eigenschaften als Standardmaterialien gewählt.

Tab. 5. Untersuchte Füllungsmaterialien

Material	Hersteller	Farbe	Chargennummer	Hybridkomposit Viskosität
Herculite XRV	Kerr-Sybron GmbH, Karlsruhe, Deutschland	A3	22861	Standard
Tetric Flow	Ivoclar Vivadent GmbH, Ellwangen, Deutschland	A3	D63754	Flowable
Tetric Ceram	Ivoclar Vivadent GmbH, Ellwangen, Deutschland	A3	D63754	Standard
Tetric Ceram HB	Ivoclar Vivadent GmbH, Ellwangen, Deutschland	A3	D63400	Condensable
Solitaire 2	Heraeus Kulzer GmbH, Hanau, Deutschland	A3	070236	Condensable
SureFil	Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Deutschland	A3	011205	Condensable

Tab. 6. Zusammensetzung der untersuchten Komposite nach Herstellerangaben ¹

Komposit	Herculite XRV	Tetric Flow	Tetric Ceram	Tetric Ceram HB	Solitaire 2	SureFil	
							organische Matrix
BIS-GMA	8,3	13,6	8,3	8,5	0.A. ²		
BIS-EMA	8,3						
BIS-GMA-Urethan						0.A. ²	
UDMA		14,2	7,6	6,1	0.A. ²		
TEGDMA	5,5	7,3	4,3		0.A. ²		
Aliphatische DMA				3,8			
tetrafunktionelle MA					0.A. ²		
gesamt in %	22,1	35,1	20,2	18,4			
Bariumglass		41,2	50,6	54,4			
Ytterbiumtrifluorid		13,7	17	12			
Mischoxide		4	5	3			
Ba-Al-F-Si-Gläser	67,9	4	5	1	0.A. ²	0.A. ²	
hochdisperses SiO ₂	7,4	0,9	1	10	0.A. ²	0.A. ²	
gesamt in %	75,3	63,8	78,6	80,4	75	82	
Füllkörper							

1.) ohne Aufführung von Additiven, Katalysatoren, Stabilisatoren und Pigmenten, der für die Materialcharakteristik nicht relevanten Inhaltsstoffe
 2.) vom Hersteller genannte Inhaltsstoffe, ohne nähere Mengenangaben

4.1.2 Polymerisationslampe

Zur Aushärtung der Materialien wurde das Polymerisationsgrät XL 1500 der Firma 3M Espe (Laboratoires 3M, Santé, Malakoff, Frankreich) mit einer 52 Watt Halogenlampe verwendet. Vor jeder Messserie wurde mittels des Optilux Radiometers (Kerr-Sybron GmbH, Karlsruhe, Deutschland) die Lichtintensität gemessen, da durch Ablagerungen im Lampenkolben und durch Reflektorschäden die Lichtleistung unbemerkt reduziert werden kann. Hierbei lag die Leistungsdichte zwischen 480 und 520 mW/cm². Die ausreichende Leistung einer Polymerisationslampe sollte laut Herstellerangabe zwischen 300 und 800 mW/cm² liegen.

4.2 Methode

4.2.1 Übersicht über die Untersuchungen

Die Tabelle 7 gibt einen Überblick der nach EN ISO 4049 durchgeführten Untersuchungen.

Tab.7. Durchgeführte Untersuchungen nach EN ISO 4049 [47]

Untersuchungen nach EN ISO 4049	Anzahl der Messerien und Prüfkörper
Biegefestigkeit (7.11.3)	Messserie 1: 24 h Wasserlagerung bei 37 °C Anzahl der Prüfkörper: 10 pro Material
Wasseraufnahme und Löslichkeit (7.12.3)	Anzahl der Prüfkörper: 10 pro Material
Aushärtungstiefe (7.10.2)	Anzahl der Prüfkörper: 5 pro Material
Röntgenopazität (7.14.3)	Anzahl der Prüfkörper: 1 pro Material

Übersicht der werkstoffwissenschaftlicher Untersuchungen abweichend von der EN ISO 4049

Die nachfolgenden in Tabelle 8 dargestellten werkstoffkundlichen Untersuchungen sind nicht in der zahnärztlichen Norm für Füllungskunststoffe beschrieben. Sie charakterisieren dennoch wichtige Materialeigenschaften, die für den Einsatz von Füllungskompositen wichtig sind. Für die Berechnung des E- Moduls wurden die gleichen Probekörper, wie die zur Biegefestigkeitsbestimmung verwendet.

Tab.8. Durchgeführte Untersuchungen abweichend von der EN ISO 4049

Biegefestigkeit (nach EN ISO 4049, 7.11.3)	Messserie 2: 4 Wochen Wasserlagerung bei 37°C, anschließend 5000 Zyklen Temperaturwechselbad
E-Modul (nach DIN 53457 [38])	Messserie 1: 24 h Wasserlagerung bei 37°C Messserie 2: 4 Wochen Wasserlagerung bei 37°C, anschließend 5000 Zyklen Temperaturwechselbad, Prüfkörper der Biegefestigkeit
Härtemessung (nach EN ISO 6507-1 [39])	Anzahl der Prüfkörper: 6 pro Material
Polierbarkeit (Rauhigkeitsmessung nach DIN 4768 [34])	Messserie 1: 24 h Wasserlagerung bei 37°C, Messserie 2: 4 Wochen Wasserlagerung, anschließend 5000 Zyklen Temperaturlastwechsel zwischen +5 und +55°C dann REM und Rauhigkeitsmessung Anzahl der Prüfkörper: 4 pro Material

Insgesamt wurden 272 Prüfkörper hergestellt.

4.2.2 Biegefestigkeit und Elastizitätsmodul

4.2.2.1. Überblick über die Methodik

Die Untersuchungen zur Biegefestigkeit wurden gemäß der für zahnärztliche Füllungsmaterialien gültigen Norm EN ISO 4049 vorgenommen. Die Probenkörperanzahl wurde für eine verbesserte Aussage abweichend von der Norm auf 10 verdoppelt. Um eventuelle Alterungsvorgänge beobachten zu können, erfolgte der Vergleich zweier Messserien vor und nach Temperaturwechselbadbelastung. Mittels Universalprüfmaschine Instron 4447 (Instron Corporation, Ludwigshafen, Deutschland) erfolgte die Belastung bis zum Bruch und die Berechnung von Biegefestigkeit und der Elastizitätsmodul.

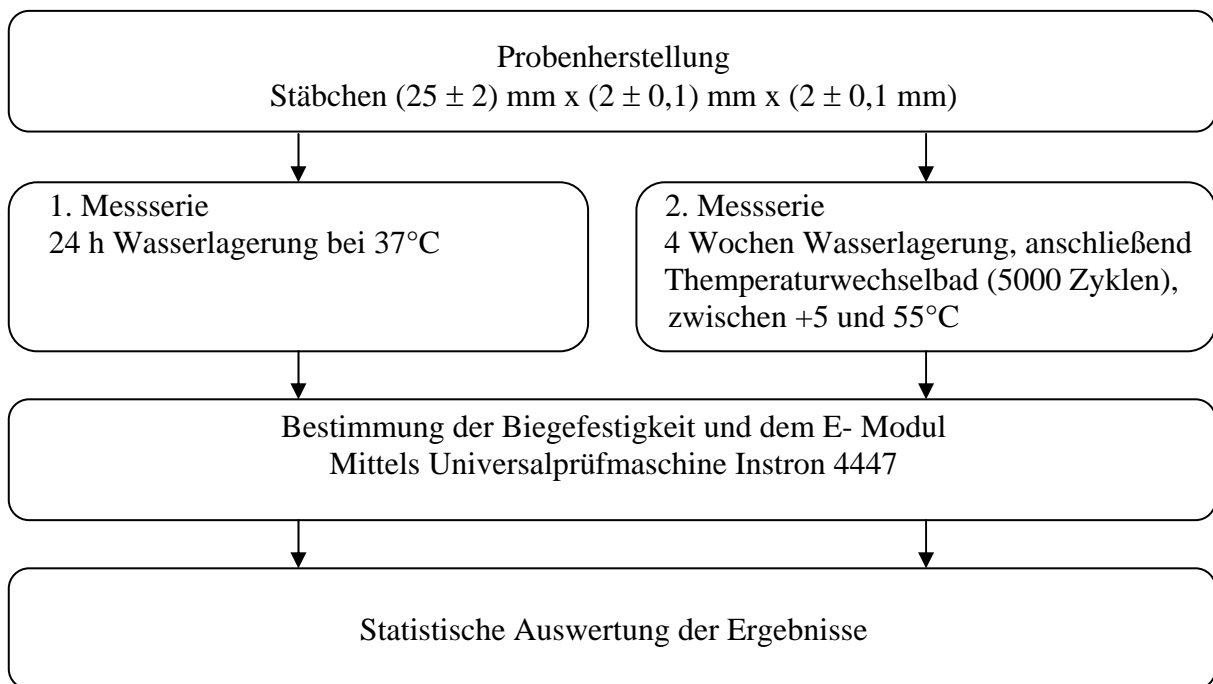


Abb.1. Ablaufdiagramm zur Bestimmung der Biegefestigkeit und E- Modul

4.2.2.2 Vorversuche zur Probenherstellung

Um sich mit dem Versuchsaufbau und den Materialien vertraut zu machen, wurden Vorversuche durchgeführt. Angefertigt wurden jeweils zwei Messserien mit fünf Prüfkörpern aus Herculite XRV, Farbe A3. Erste Ergebnisse lagen im Bereich der vom Hersteller ange-

gebenen Werte. Somit konnte davon ausgegangen werden, dass die Prüfkörperherstellung und die Durchführung der Versuche ordnungsgemäß war.

4.2.2.3 Herstellung der Prüfkörper und Versuchsanordnung

Benutzt wurde eine Form aus nicht rostendem Stahl für die Herstellung von fünf Prüfkörpern mit einer jeweiligen Abmessung von (25 ± 2) mm x $(2 \pm 0,1)$ mm x $(2 \pm 0,1)$ mm. Die Prüfkörperform mit eingelegten Metallstäbchen ist in Abbildung 2 dargestellt.

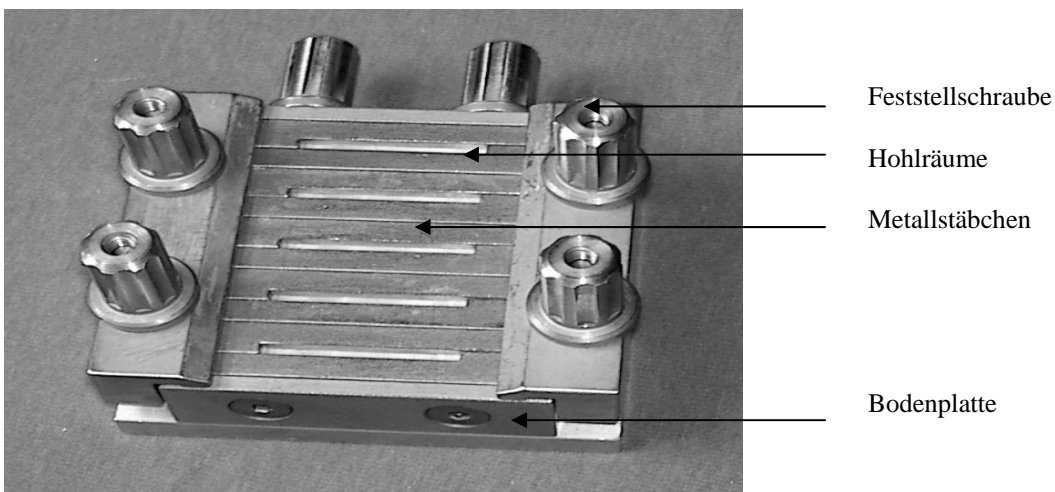


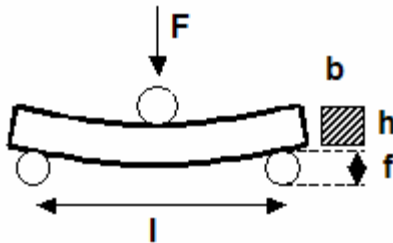
Abb.2. Form für die Prüfkörper 25mmx2mmx2mm

Die Bodenplatte hat für die vertikale Fixierung der Metallstäbchen an jeder Seite zwei Gewinde mit Feststellschrauben, sowie zwei Gewinde an einer Stirnseite für die horizontale Fixierung. Die Auflagefläche der Bodenplatte für die Prüfkörper wurde mit einer 50 µm starken Polyesterfolie abgedeckt. Hierauf wurden dann 10 speziell geformte Metallstäbchen so aufgelegt, dass sie fünf Hohlräume in Form der Prüfkörper in den gewünschten Abmessungen ergeben. Durch diese Anordnung ist ein leichtes Entformen möglich. Um ein Anhaften des zu prüfenden Materials zu vermeiden, wurde die Form mit einem PTFE-Trocken-Trennmittel besprüht. Das entsprechende Füllungsmaterial wurde nun mittels eines Kunststoffspatels in die Hohlräume gefüllt. Um Unterschüsse, sowie zu große Überschüsse, die zu starken Pressfahrten führen könnten, zu vermeiden, wurde die Form leicht überfüllt. Die gesamten Oberflächen der unausgehärteten Prüfkörper wurden nun ebenfalls mit einer 50 µm starken Polyesterfolie abgedeckt. Dann wurde eine Metallabdeckplatte aus rostfreien Stahl aufgelegt und die

Form unter einer Presse gepresst, um eine gute Verdichtung des zu prüfenden Material zu gewährleisten. Die Metallabdeckplatte wurde entfernt und durch zwei Metallplatten ersetzt, die so zu verschieben waren, dass jeder Prüfkörper separat polymerisiert werden konnte. Das gewährleistet, dass jeder Prüfkörper die gleiche Bestrahlungszeit erhielt. Die Austrittsöffnung des Bestrahlungsgerätes wurde gemäß EN ISO 4049 in der Mitte des Probekörpers auf die Folie gesetzt. Dieser Bereich des Probekörpers wurde nun 40 Sekunden bestrahlt. Die Austrittsöffnung wurde zum nächsten Bereich neben der Mitte bewegt, wobei der vorherige Bereich um den Radius der Austrittsöffnung überlappte. Der neue Bereich wurde wiederum für 40 Sekunden bestrahlt. Danach wurde der Bereich auf der anderen Seite der Mitte auf gleiche Weise bestrahlt. Der Vorgang wurde solange fortgesetzt, bis die gesamte Länge des Probekörpers bestrahlt worden war. Insgesamt wurden so pro Prüfkörper fünf Messpunkte 200 Sekunden lang pro Oberseite bestrahlt. Die Feststellschrauben wurden gelöst, die Form umgedreht und die Bodenplatte entfernt. Der Bestrahlungsvorgang wurde nun auf der Unterseite der Prüfkörper wiederholt. Nach dem Polymerisieren wurden die Prüfkörper aus der Form genommen und alle Pressfahnen mittels eines Skalpells entfernt. Die Prüfkörper wurden anschließend für 24 Stunden in destilliertem Wasser bei 37 °C gelagert. Für die zweite Messserie wurden ebenfalls zehn Probekörper pro Material wie dargestellt gefertigt. Nach Entnahme aus der Form wurden diese vier Wochen bei 37 °C in destilliertem Wasser gelagert. Anschließend erfolgte ein Temperaturwechselbad zwischen +5 und +55 °C mit 5000 Zyklen. Die Verweildauer in dem Wasserbecken betrug bei jeder Temperatur 30 s. Die Transferzeit lag bei 15 s.

Vor dem Einbringen der Prüfkörper in die Prüfmaschine wurden zuerst Breite und Höhe des Prüfkörpers mittels Bügelmessschraube mit einer Genauigkeit von $\pm 0,01$ mm gemessen. Biegefestigkeits- und Elastizitätsmodulmessung erfolgten im Dreipunktbiegeversuch in der Universalprüfmaschine Instron 4447 (Instron Corporation, Ludwigshafen, Deutschland), wobei der stäbchenförmige Prüfkörper auf zwei Auflagen mit einem Abstand von 20 mm lag. Die Belastung erfolgte mit einer Vorschubgeschwindigkeit von $0,75 \pm 0,25$ mm/min mittig bis zum Bruch. Die Biegefestigkeit σ wird in MPa nach folgender Gleichung berechnet:

$$\sigma = \frac{3 F l}{2 b h^2} .$$



F : die maximal auf die Probe ausgeübte Kraft, in Newton

l : der Abstand zwischen den Auflagen mit einer Genauigkeit von $\pm 0,001$ mm, in Millimeter

b : die Breite des Probekörpers unmittelbar vor der Prüfung gemessen, in Millimeter

h : die Höhe des Probekörpers unmittelbar vor der Prüfung gemessen, in Millimeter

f : Höhe der Durchbiegung, in Millimeter

Abb.3: Schema zur Durchbiegung

Der Biegeversuch ermöglicht sowohl plastische, als auch elastische Kennwerte zu bestimmen. Auch bei Biegungen gibt es einen Proportionalitätsbereich, nach Wegnahme der einwirkenden Kraft, stellt sich der Probekörper wieder in seine Ausgangsform zurück. Die Steigung der Spannungs-Dehnungskurve im linearen Bereich wird als Elastizitätsmodul bezeichnet. Die Steuerelektronik der Universalprüfmaschine zeichnete die Werte für Kraft und Durchbiegung auf. Aus ihnen erfolgte die Berechnung des Elastizitätsmoduls im linearen Verlauf der Spannungs-Dehnungskurve. Der E-Modul wird nach folgender Formel berechnet:

$$E = \frac{F l^3}{4 h^3 b f} .$$

4.2.3 Wasseraufnahme und Löslichkeit

4.2.3.1 Überblick über die Methodik

Gemäß DIN EN ISO 4049 wurden für die Proben die Masse m_1 des getrockneten Probekörpers vor Wasserlagerung, die Masse m_2 nach siebentägiger Wasserlagerung und die Masse m_3 des getrockneten Probekörpers nach Wasserlagerung ermittelt. Mit dem festgestellten Volumen V wurde die Wasseraufnahme und Löslichkeit des jeweiligen Kompositmaterials berechnet.

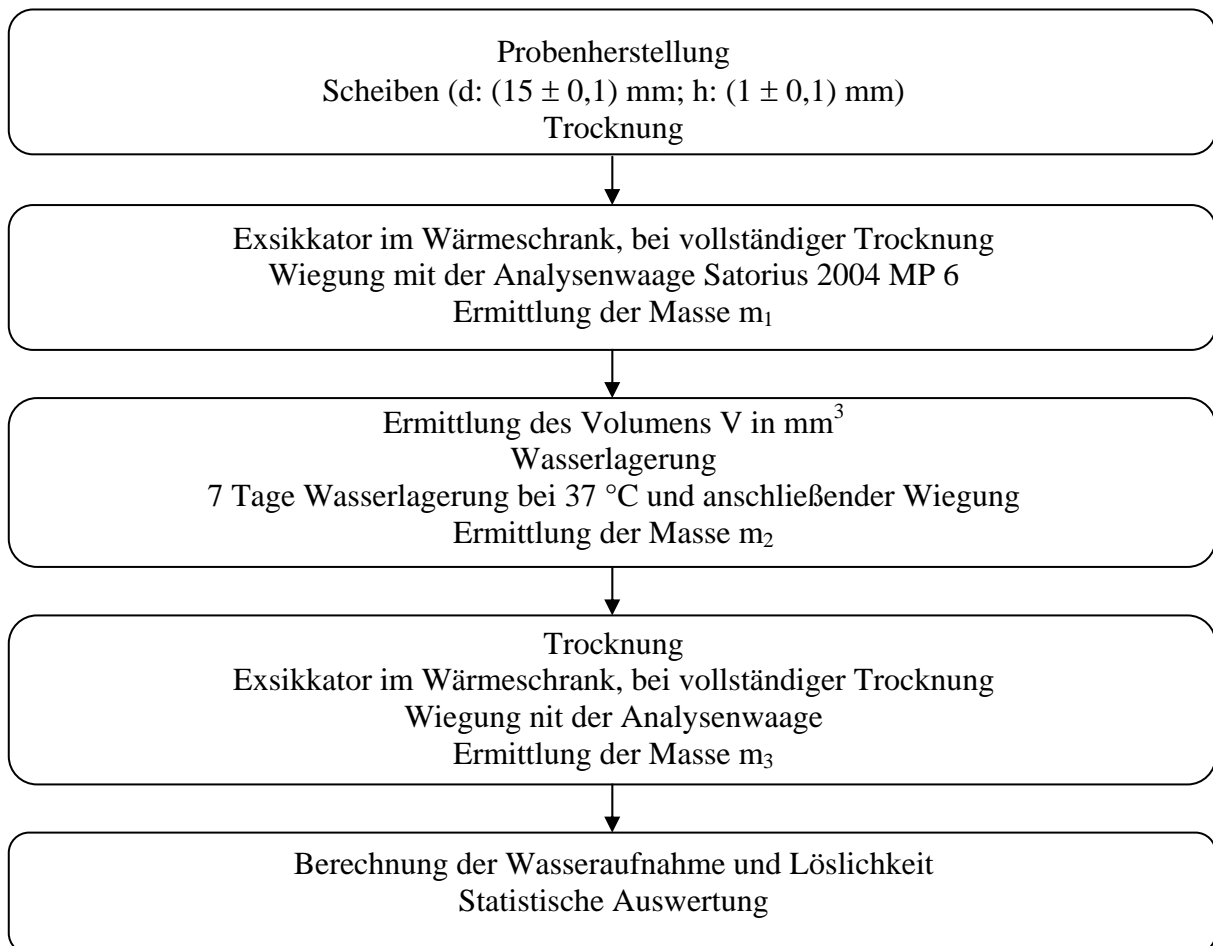


Abb.4. Ablaufdiagramm zur Bestimmung der Wasseraufnahme und Löslichkeit

4.2.3.2 Herstellung der Probekörper und Versuchsanordnung

Zur Herstellung der Probekörper diente eine Form mit einem Innendurchmesser von $15 \pm 0,1$ mm und einer Höhe von $1,0 \pm 0,1$ mm. Zwei Metallplatten dienten als Boden- und Deckplatten. Als Trennmittel wurde PTFE-Trocken-Gleitspray verwendet. Ein Stück Folie wurde auf die Bodenplatte gelegt und die Form darauf gestellt. Die Form wurde mit einem geringen Überschuss mittels eines Kunststoffspatels mit dem jeweiligen Kompositmaterial gefüllt. Anschließend wurde ein zweites Stück Polyesterfolie auf die gefüllte Form gelegt und mit der Deckplatte belegt. Mittels einer Schraubzwinde wurde überschüssiges Kompositmaterial herausgepresst. Nach dem Pressen wurde die Deckplatte entfernt.

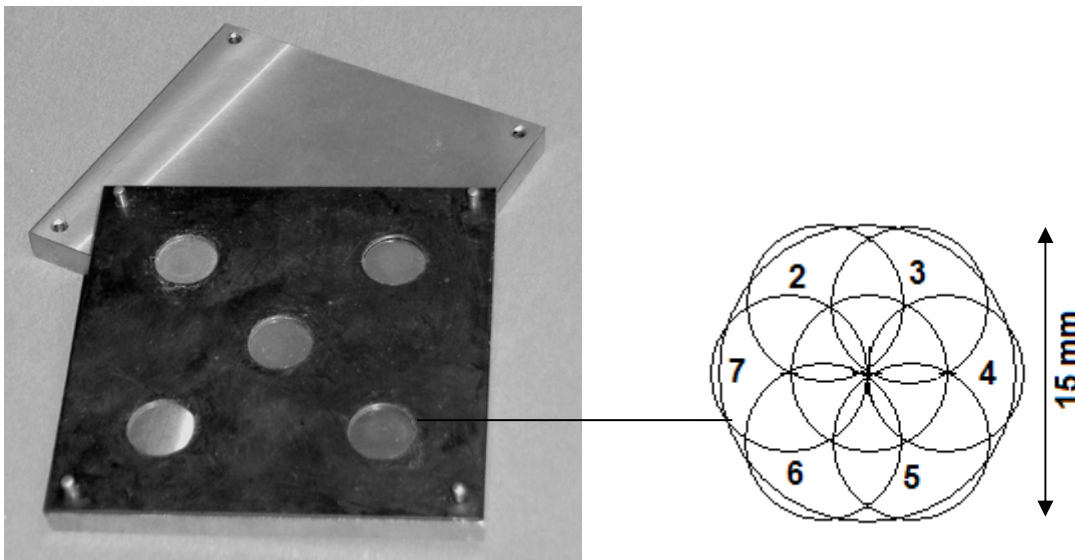


Abb.5. Form für die Prüfkörper $d=15\text{mm}$; $h=1$

Unter Belassung der Polyesterfolien wurden die Probekörper ausgehärtet. Hierfür wurde die Austrittsöffnung der Polymerisationslampe direkt auf die Folie gesetzt. Dieser Bereich wurde für 40 Sekunden bestrahlt. Ein neuer Bereich wurde nach Weiterschieben der Austrittsöffnung bestrahlt. Das hierbei entstehende Bestrahlungsschema ist der der Abbildung B zu entnehmen. Der Vorgang wurde so lange fortgesetzt, bis der gesamte Probekörper bestrahlt wurde. Um eine vollständige Aushärtung zu gewährleisten, wurde die Polymerisationslampe acht mal auf jeden Prüfkörper für 40 Sekunden aufgesetzt. Danach wurde die Form umgedreht, die Bodenplatte entfernt und die untere Seite auf die gleiche Weise ausgehärtet. Nach Entnahme des Probekörpers aus der Form, wurde die Pressfahnen mit einem Skalpell entfernt.

Es wurden pro Material zehn Proben hergestellt. Nach Kennzeichnung der einzelnen Probekörper wurden diese in einen Exsikkator gelegt. Dieser wiederum wurde in einen Wärmeschrank bei 37 °C für 22 Stunden gestellt. Danach wurden die Probekörper herausgenommen, zwei Stunden bei 23 °C gelagert und dann mit einer Genauigkeit von $\pm 0,1$ mg mittels einer Analysenwaage Sartorius 2004 MP6 (Sartorius, Göttingen, Deutschland) gewogen. Die Messung erfolgte in einem eigens dafür vorgesehenem Raum ohne Fenster und Außenwand, wodurch eine konstante Raumtemperatur gewährleistet werden konnte. Dieser Zyklus war so lange zu wiederholen, bis eine konstante Masse m_1 erreicht war, d.h. der Masseverlust bei jedem Probekörper durfte nicht größer als 0,1 mg sein. Nach dem vollständigen Trocknen wurde der Durchmesser zweimal rechtwinklig zueinander gemessen und der mittlere Durchmesser berechnet. Die Dicke des Probekörpers wurde in der Mitte und an vier, in gleichem Abstand liegenden Stellen des Randes gemessen. Das Volumen, in mm^3 , berechnete sich aus der Fläche in mm^2 und der mittleren Dicke. Die Probekörper wurden für sieben Tage in Wasser von 37 °C gelagert und zwar in vertikaler Lage mit einem Mindestabstand von 3 mm, was durch ein Gestell realisiert wurde. Nach sieben Tagen wurden die Probekörper herausgenommen und mit Wasser abgespült. Das Wasser wurde von der Oberfläche abgetupft, bis keine Feuchtigkeit mehr sichtbar ist. Nach einer Minute wurden die Prüfkörper mittels Analysenwaage Sartorius 2004 MP6 unter konstanter Raumtemperatur gewogen. Diese Masse wurden als m_2 angegeben. Nach dieser Wägung wurden die Probekörper wieder in den Exsikkator bei 37 °C gestellt. Alle 24 Stunden erfolgte eine Wiegung, bis sich ein gleichbleibendes Gewicht einstellte. Diese als m_3 angegebene Masse durfte nicht mehr als 0,1 mg abweichen. Die Wasseraufnahme berechnete sich aus der Differenz der Masse des Probekörpers nach Wasserlagerung und der Masse des wieder getrockneten Probekörpers in Abhängigkeit vom Volumen.

$$W_{\text{sp}} = \frac{m_2 - m_3}{V}$$

m_2 : die Masse des Probekörpers nach Wasserlagerung für sieben Tage, in Mikrogramm

m_3 : die Masse des wieder getrockneten Probekörpers, in Mikrogramm

V : das Volumen des Probekörpers, in Kubikmillimeter

Die Löslichkeit ergibt sich aus der Differenz der Masse der getrockneten Probekörper vor der Wasserlagerung und der Masse des wieder getrockneten Probekörpers.

$$W_{sl} = \frac{m_1 - m_3}{V}$$

m_1 : die Masse des getrockneten Probekörpers vor der Wasserlagerung, in μg

4.2.4 Röntgenopazität

4.2.4.1 Überblick über die Methodik

Die Röntgenopazität eines bestimmten Kompositmaterials ergab sich aus dem Vergleich des Schwärzungsgrades der Abbildung einer einen Millimeter starken Probe auf einen belichteten Röntgenfilm mit dem Schwärzungsgrad der Abbildung des Aluminiumstufenkeils.

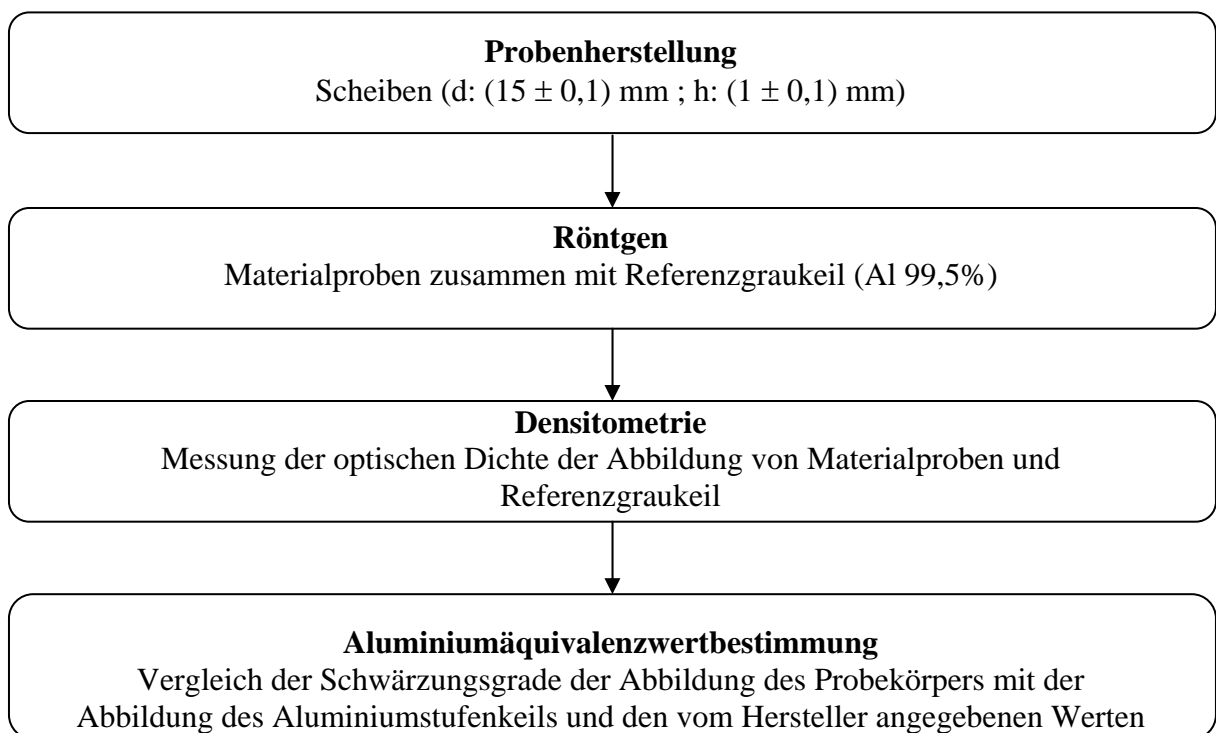


Abb.7. Ablaufdiagramm zur Bestimmung der Röntgenopazität

4.2.4.2 Vorversuche

Um eine Hintergrundschwärzung des Films zwischen 1,5 und 2 zu erreichen, mussten unterschiedliche Belichtungszeiten ausprobiert werden. Die Probekörperscheibe und ein Aluminiumstufenkeil, welcher als Referenzmaterial für die Röntgenopazität diente, wurden auf einen Röntgenfilm gelegt. Der Fokus-Film-Abstand betrug beim Röntgen 400 mm und die Beschleunigungsspannung lag bei 65 kV. Nach Ermittlung der richtigen Belichtungszeit wurden alle Proben mit daneben liegendem Aluminiumstufenkeil für 0,4 s bestrahlt.

4.2.4.3 Herstellung der Probekörper und Versuchsanordnung

Um die Anforderung der Radioopazität zu erfüllen, musste die Röntgensichtbarkeit größer oder gleich der vergleichbaren Dicke eines Aluminiumstufenkeils sein. Der Stufenkeil ist treppenartig aufgebaut. Jede Stufe ist 3 mm lang und 5 mm breit. Es gab insgesamt neun Stufen. Die Höhe stieg von 0,5 bis 5 mm an. Aluminium eignet sich als Referenzmaterial besonders gut, da seine Absorptionskurve mit der des Dentins gut übereinstimmt. Dentin und reines Aluminium hinterlassen bei gleicher Schichtdicke die gleiche Schwärzung im Röntgenbild. Da sich reines Aluminium nur sehr schwer verarbeiten lässt, ist es für die Herstellung von Stufenkeilen ungeeignet. Die EN ISO 4049, 7.14.1.3 schreibt einen Aluminiumstufenkeil mit einem Reinheitsgrad von mindestens 98 % (Masseanteil) mit weniger als 0,1 % (Masseanteil) Kupfer und mit weniger als 1,0 % (Massenanteil) Eisen auf. Bei der Bestimmung der Radioopazität wurde ein Aluminiumstufenkeil mit Al 99,5 % verwendet. Ein Probekörper pro Material wurde wie bei der Wasseraufnahme und Löslichkeit hergestellt. Verwendet wurde das einphasige Dentalröntgengerät Heliodont N (Sirona AG, Bensheim, Deutschland) mit einer Gesamtfiltration von 1,5 mm Aluminium und einer Beschleunigungsspannung von 65 ± 5 kV. Der Probekörper und der Aluminiumstufenkeil wurden in die Mitte des zahnärztlichen Röntgenfilms (Kodak; Emulsion: Rochester, USA; Zuschnitt: Chalon Sure Saone, Frankreich) der Empfindlichkeitsgruppe D gelegt. Der Probekörper, der Aluminiumstufenkeil und der Film wurden mit Röntgenstrahlen bei einer Beschleunigungsspannung von 65 ± 5 kV in einem Objekt- Filmabstand von 400 mm 0,4 Sekunden bei 10 mA bestrahlt. Die Belichtungszeit ergab sich aus dem Schwärzungsgrad der zwischen 1,5 und 2 liegen sollte. Der Schwärzungsgrad wurde nach dem Entwickeln in einem Bereich neben dem Probekörper und dem Aluminiumstufenkeil mit dem Photodensitometer X-Rite (X-Rite Inc., Grandville, Michigan, USA) bestimmt. Nach der Entwicklung und Fixierung des Films wurde mit Hilfe des Photodensitometers der Schwärzungsgrad der Abbildung des Probekörpers mit der Schwärzung der Abbildung des Aluminiumstufenkeils verglichen.

4.2.5 Polymerisationstiefe und Härteprofil

4.2.5.1 Überblick über die Methodik

Je nach Art des Kunststoffes und Belichtungszeit härtet ein Kunststoffzylinder bis zu einer bestimmten Tiefe aus. Der nach 40 Sekunden polymerisierte Kunststoffzylinder ergab nach Ausmessung die Polymerisationstiefe. Der Härteabfall ergab sich aus Messung der Oberflächenhärte und der Härte in 2 mm Tiefe.

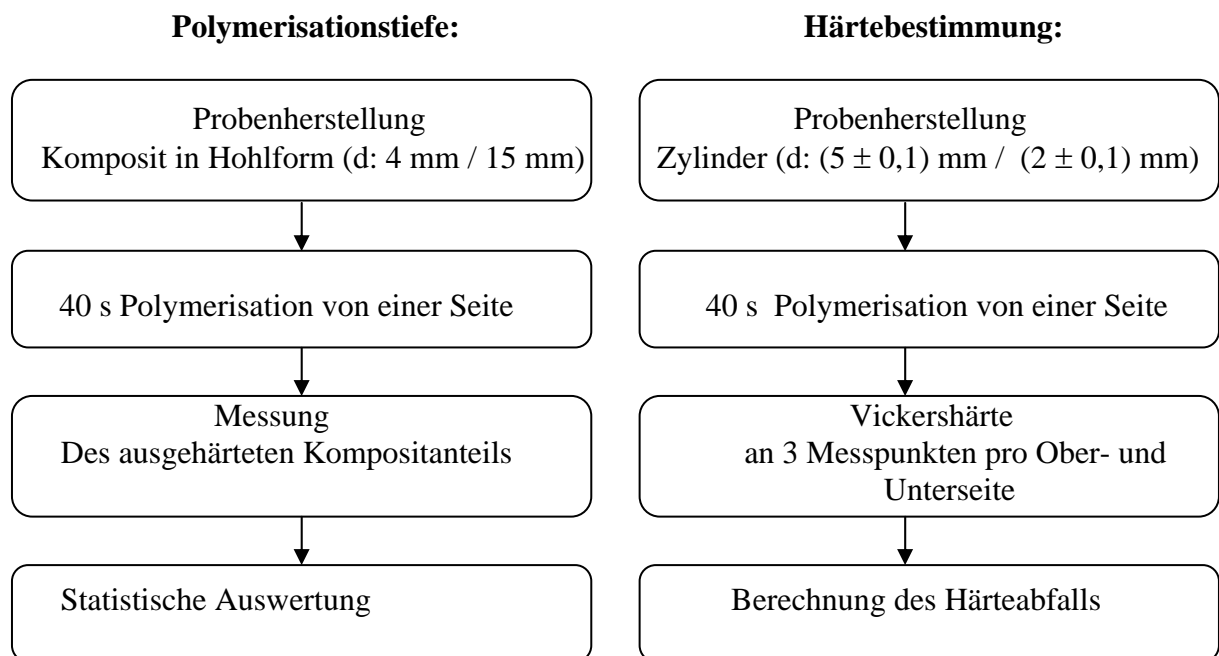


Abb.6. Ablaufdiagramm Polymerisationstiefe und Härtebestimmung

3.2.5.2 Herstellung der Probekörper und Versuchsanordnung der Polymerisationstiefe

Um die Polymerisationstiefe eines zylindrischen Probekörpers bestimmen zu können, wurde eine Kunststoffform verwendet. Diese Form hatte in der Mitte einen Hohlzylinder. Der Durchmesser betrug 4 mm, die Länge 15 mm. Die Form schirmte die Seiten des Probekörpers ab und erlaubt einen Lichtzutritt nur an dessen Enden.

Zur Erleichterung der Entnahme des Probekörpers wurde ein PTFE-Trennmittel verwendet. Die Form wurde auf eine Polyesterfolie auf eine Bodenplatte gestellt. Mit einem geringem Überschuss wurde diese dann mittels eines Kunststoffspatels mit dem Kunststoff gefüllt und

mit einer zweiten Polyesterfolie abgedeckt. Eine Deckplatte wurde aufgelegt. Anschließend wurde die Form zwischen den Platten gedrückt, um überschüssigen Kunststoff herauszupressen. Die Deckplatte wurde entfernt. Die Austrittsöffnung des Bestrahlungsgerätes wurde direkt auf die Folie gesetzt und der Kunststoff für 40 Sekunden bestrahlt. Der Kunststoff härtete bis in eine spezielle Tiefe aus. Nach Bestrahlungsende wurde der Probekörper aus der Form entnommen und der nichtpolymerisierte Kunststoff mit dem Kunststoffspatel entfernt. Die Höhe des Zylinders aus polymerisiertem Kunststoff wurde mittels Bügelmessschraube mit einer Genauigkeit von ± 1 mm gemessen. Dieser Wert wird nach EN ISO 4049 halbiert und muss eine Mindestdicke von 1,5 mm aufweisen. Pro Kunststoff wurden fünf Zylinder hergestellt.

4.2.5.3 Herstellung der Probekörper und Bestimmung der Vickershärte

Die Bestimmung der Vickershärte HV 0,2 ($0,098 \text{ N} < F < 1,96 \text{ N}$ ist der Bereich Mikrohärt) ist mit der DIN EN 6507-1 beschrieben [39]. Hierfür wird ein Eindringkörper aus Diamant in Form einer Pyramide mit quadratischer Grundfläche mit einer gewissen Kraft in die Oberfläche der Probe eingedrückt. Während des Prüfvorganges wird die Prüfkraft F und Eindringtiefe gemessen.

Für die Aushärtungstiefe wurde eine Form aus nicht rostendem Stahl verwendet. Diese Form hatte sechs Bohrungen mit einem Durchmesser von 5 mm und einer Höhe von 2 mm. Als Bodenplatte wurde eine Glasplatte verwendet. Auf diese wurde eine Polyesterfolie gelegt. Anschließend wurde die Form auf die Folie gestellt und mit Kunststoff gefüllt. Nun wurde wieder eine Polyesterfolie aufgelegt und anschließend mit einer Deckplatte aus Glas bedeckt. Nach Pressung wurde die Deckplatte entfernt. Der Kunststoff wurde durch die Polyesterfolie für 40 Sekunden von einer Seite polymerisiert. Die sechs Prüfkörper wurden in der Form belassen. Die Vickershärte wurde mit dem Vickershärteprüfgerät 3212 (Zwick GmbH, Ulm, Deutschland) an jeweils drei Punkten an der Ober- und an der Unterseite bestimmt.

4.2.6 Polierbarkeit

4.2.6.1 Überblick über die Methodik

Folgende Parameter wurden untersucht: Rauigkeitsmessung mittels Oberflächenprofilmesssystem und Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen. Weiterhin erfolgte der Vergleich der Politureigenschaften vor und nach künstlicher Alterung durch Temperaturwechselbadbelastung.

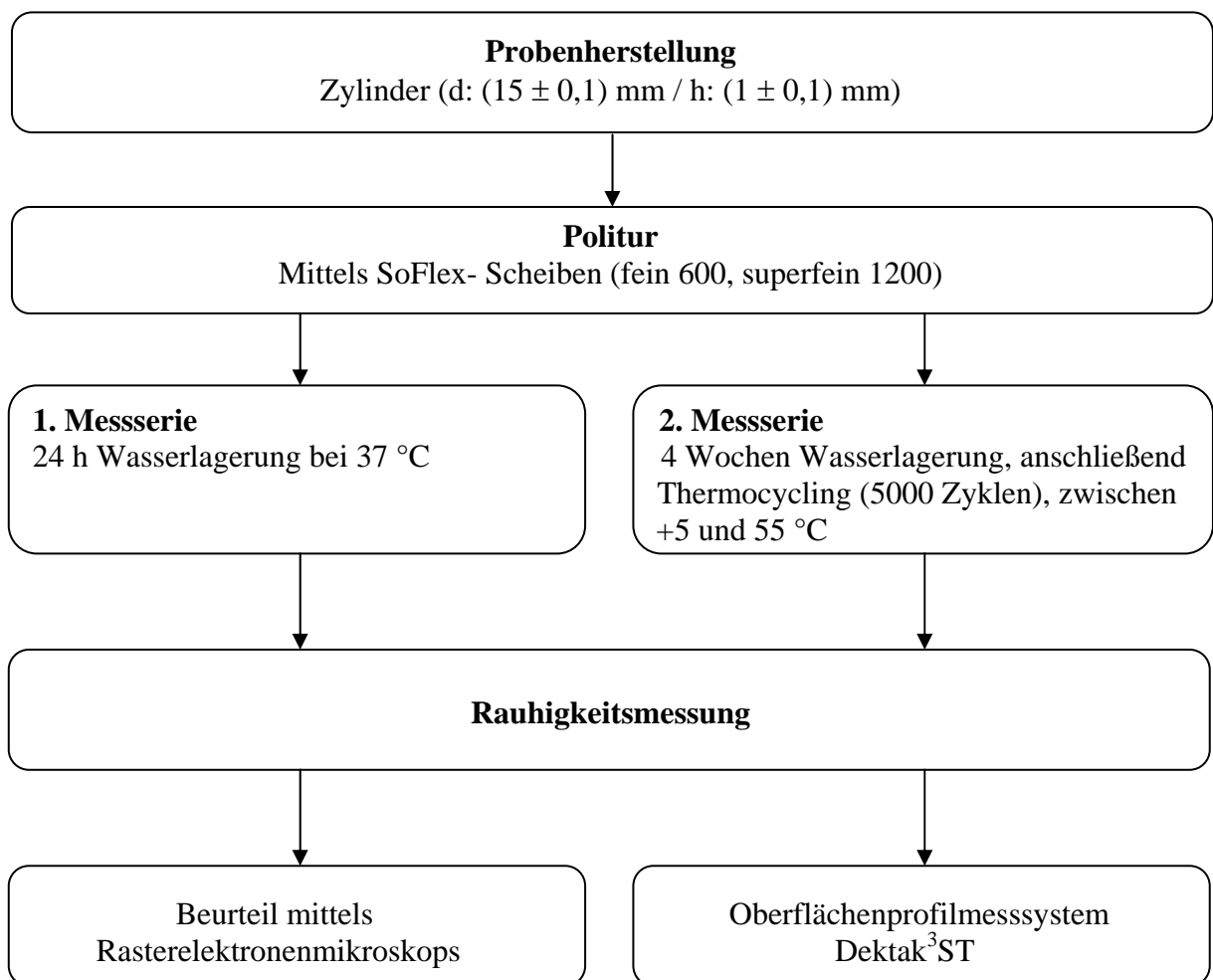


Abb.8: Ablaufdiagramm zur Beurteilung der Polierbarkeit

4.2.6.2 Herstellung der Probekörper und Versuchsanordnung

Je vier Probekörper wurden pro Material wie bei der Wasseraufnahme und Löslichkeit hergestellt. Für die Politur wurden Soflexscheiben benutzt. Bei den Soflexscheiben wurde das

Soflex Pop-On System (3M Espe AG, Seefeld, Deutschland) mit einer Körnung fein (600) und superfein (1200) verwendet. Nur eine Seite des Probekörpers wurde poliert. Zuerst wurde der Probekörper mit Soflexscheiben der Körnung fein mittels kleiner, kreisender Bewegungen bearbeitet. Damit die Oberfläche gleichmäßig poliert werden konnte, erfolgten diese Kreise immer nach dem gleichen Schema. Die Soflexscheibe wurde auf der Probekörpermitte aufgesetzt und mit kleinen Kreisen von hier zum Probenrand geführt. Der Vorgang dauerte 10 Sekunden. Die Soflexscheibe wurde gewechselt. Mittels der superfeinen Körnung wurde der Poliervorgang für 10 Sekunden wiederholt. Zwei der Probekörper eines Materials wurde nach der Politur für 24 Stunden bei 37 °C in Wasser gelagert.

Ein Maß für die Polierbarkeit ist die Rauigkeit. Die Rauigkeit wird hauptsächlich mit einem elektromechanischem Abtastverfahren ermittelt, beschrieben in der DIN EN ISO 4768 [34]. Die Rauigkeit wurde in dieser Versuchsanordnung mit dem Oberflächenprofil-Meßsystem Dektak³ST (Veeco Instruments GmbH, Mannheim, Deutschland) auf einer Länge von 2 mm vermessen. Hier werden die Höhen und Tiefen der untersuchten Proben aufgezeichnet. Vom ertasteten Profil wird die mittlere Linie konstruiert, so dass die Fläche der Höhe gleich der Fläche der Vertiefungen ist. Mit dem arithmetischen Mittenrauhwert R_a erfolgt die quantitative Beschreibung der Rauigkeit [141]. Der arithmetische Mittenrauhwert R_a ist gleich der Höhe eines Rechteckes, welches durch die abgetastete Strecke l_m und die Summe aller Flächen zwischen Rauigkeitsprofil und mittlerer Linie definiert [34]. Mit dem Rasterelektronenmikroskop, REM (Modell 1810, Amray Inc., Santa Clara, Californien, USA) erfolgte der Vergleich der Polituren. Bevor die Oberflächen der Kompositmaterialproben im REM beurteilt werden konnten, mussten diese in einer Sputteranlage, dem Sputter-Coater SCD 030 (Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) in einer Argonatmosphäre mit Gold beschichtet werden. Es wurden Aufnahme in 500-, 1000- und 2000-facher Vergrößerung angefertigt. Der Trend war bei allen Vergrößerungen zu sehen. Die Darstellung erfolgte in 1000-facher Vergrößerung, da die 2000-fache vermehrt Unschärfen zeigt und in der 500-fachen Details schneller übersehen werden können. Die andere Hälfte der Probekörper wurde für 4 Wochen in Wasser bei 37 °C gelagert. Anschließendem erfolgte ein Temperaturwechselbad mit 5000 Zyklen im Intervall von +5 bis +50 °C. Hier betrug die Verweildauer bei jeder Temperatur 30 s. Der Transfer von einem Bad in das andere dauerte 15 s. Auch bei zweiten Messserie folgten zur Bestimmung der Oberflächenqualität die Rauigkeitsmessung und die REM-Aufnahmen mit

dem Rasterelektronenmikroskop Amray Modell 1810 (Amray Inc., Santa Clara, Californien).

4.3 Statistische Auswertung

Die statistische Auswertung erfolgte mittels des Statistikprogramm SPSS 11.0 für Windows (SPSS GmbH, München, Deutschland) und EXCEL 2000 (Microsoft Direkt, Verl, Deutschland). Für die Auswertung der Daten wurden für die werkstoffkundlichen Untersuchungen von Biegefestigkeit und E-Modul, Wasseraufnahme und Löslichkeit, Aushärtungstiefe und Vickershärte zunächst die Mittelwerte und Standardabweichungen errechnet. Da bei der Röntgenopazität für das entsprechende Komposit jeweils nur ein Wert ermittelt wurde, erfolgte nur ein Vergleich dieser. Als nächstes wurden die Daten der Untersuchungen zur Biegefestigkeit und E-Modul, sowie die Daten zur Bestimmung der Wasseraufnahme und Löslichkeit mit dem Kolmogoroff- Smirnow- Test auf ihre Normalverteilung hin untersucht [165]. Da die untersuchten Stichproben normalverteilt und unabhängig sind, erfolgte die die Signifikanzanalyse mittels der ANOVA (analysis of variance). Mit dem Scheffe post hoc Test konnten die Mittelwerte in den Gruppen Biegefestigkeit, E- Modul, Wasseraufnahme und Löslichkeit miteinander verglichen werden. Das Signifikanzniveau wurde auf 5 % ($p < 0,05$) festgelegt. In der graphischen Darstellung ist neben der Anzeichnung des Mittelwertes die doppelte Standardabweichung verzeichnet, da hier 95 % aller gleichartigen Fälle zu erwarten sind [165]. Zur besseren Übersicht erfolgt die Abbildung in Balkendiagrammen.