Aus der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie
Universität München
Direktor: Prof. Dr. R. Hickel

„Pin-on-Disc"-Verschleiß experimenteller Komposite und Kompomere unter verschiedenen Verschleißbedingungen

Dissertation
zum Erwerb des Doktorgrades der Zahnheilkunde
an der Medizinischen Fakultät der
Ludwig-Maximilians-Universität zu München

vorgelegt von
Nicole Michejew
Augsburg
(2002)

Mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät

der Universität München

Berichterstatter: Prof. Dr. K.-H. Kunzelmann

Mitberichterstatter: Prof. Dr. J. Rudzki-Janson

Prof. Dr. K.-U. Benner

Dekan: Prof. Dr. Dr. K. Peter

Tag der mündlichen Prüfung: 26.02.2002

Inhaltsverzeichnis

1 Einleitung 1

1.1 Definitionen der Begriffe und Literaturübersicht 2

1.1.1 Einteilung der Komposite 2

1.1.2 Tribologische Grundlagen 5

1.1.3 „Pin-on-disc“ 12

1.2 Aufgabenstellung 17

2 Material und Methode 19

2.1 Aufbau der Pin-on-Disc-Apparatur 19

2.2 verwendete Antagonistenmaterialien 22

2.3 Prüfkörperherstellung 22

2.4 Standardparameter 23

2.5 Durchgeführte Versuchsreihen und deren Auswertung 24

2.5.1 Variation des Umgebungsmediums 24

2.5.2 Variation der Normalkraft 27

2.5.3 Variation der Drehzahlfrequenz 28

2.5.4 Testdauervariation 29

2.4.5 Langzeitversuche 30

3. Ergebnisse 33

3.1 Variation des Umgebungsmediums 33

3.2 Variation der Normalkraft 38

3.3 Variation der Drehzahlfrequenz 40

3.4 Variationen der Testdauer 43

3.5 Langzeitversuche 46

4. Diskussion 65

4.1 Variation des Umgebungsmediums 65

4.2 Variation der Normalkraft 66

4.3 Variation der Drehzahlfrequenz 69

4.4 Variation der Testdauer 71

4.5 Langzeitversuche 72

5 Zusammenfassung 81

6 Summary 82

Literaturverzeichnis 83

Danksagung 91

Lebenslauf 91

1 Einleitung

Dentale Füllungswerkstoffe finden im klinischen Bereich über einen längeren Zeitraum hinweg nur dann eine zufriedenstellende Verwendung, wenn sie einigen Kriterien hinsichtlich bestimmter Eigenschaften gerecht werden können. Diese Eigenschaften beziehen sich neben Randschluß und Biokompatibilität v.a. auf das Verschleißverhalten. Deshalb besteht die Notwendigkeit, Füllungswerkstoffe auf diesen Punkt hin zu untersuchen und nach Möglichkeit zu optimieren, um eine bestmögliche Versorgung der Patienten zu gewährleisten.

In-vivo-Studien sind sehr kosten- und zeitintensiv und bergen außerdem große Evaluationsprobleme aufgrund der vielen Patienten- und Behandlervariablen, die nur schwer oder gar nicht eliminiert werden können. Daher wurden in-vitro-Testverfahren entwickelt, die Voraussagen über die klinische Tauglichkeit von Füllungswerkstoffen möglich machen sollen. Eine exakte Simulation der In-vivo-Situation ist aufgrund der zu großen Parametervielfalt der Kaubewegung nicht möglich. Hieraus resultiert die Notwendigkeit einer letztendlichen Überprüfung der In-vitro-Testergebnisse anhand klinischer Studien. Dennoch können einzelne Komponenten des Kauzyklus nachempfunden werden und so die Verschleißvorgänge dentaler Werkstoffe untersucht (z.B. Identifikation der Verschleißmechanismen) und Vorhersagen über deren spätere klinische Tauglichkeit getroffen werden. Dies ermöglicht eine Optimierung der Werkstoffe in ihrer Zusammensetzung und ihren Materialeigenschaften noch vor dem Einsatz in der Klinik.

Anhand verschiedener In-vitro-Verschleißsimulationen wurde festgestellt, daß sich während ihres zeitlichen Verlaufs die auftretenden Verschleißmechanismen in ihrer Zusammensetzung systematisch verändern. So scheinen die Reibungs- und Verschleiß-kurven drei unterschiedliche Stadien zu durchlaufen: „running-in", „steady-state" und „fatigue". Die „pin-on-disc"-Maschine liefert uns bisher unter den tribologischen Systemen die einzige Möglichkeit zur kontinuierlichen Verschleiß- und Reibungsmessung. An der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der Ludwig-Maximilians-Universität in München wurde eine „pin-on-disc"-Maschine entwickelt, mit der Verschleiß und Reibungskräfte kontinuierlich gemessen und aufgezeichnet werden können (Holzner-Hartmannsgruber, 1997).

In vorliegender Arbeit soll der zeitliche Zusammenhang von Verschleiß und Reibung sowohl anhand von kommerziellen Materialien als auch anhand experimenteller Materialien systematisch untersucht werden.

1.1 Definitionen der Begriffe und Literaturübersicht

1.1.1 Einteilung der Komposite

Dentale Komposite bestehen aus Kunststoffen, die über einen chemischen Verbund mit stabilisierenden anorganischen Füllkörpern kombiniert werden. Die Werkstoffeigenschaften der einzelnen Komponenten werden im chemisch-physikalischen Verbund modifiziert. So entstehen im zusammengesetzten Komposit eigenständige, von denen der Ausgangsstoffe abweichende Materialeigenschaften.
Komposite bestehen im Prinzip aus einer organischen Matrix, anorganischen Füllkörpern und einer Verbundphase.

1.1.1.1 Komposit-Matrix

Im Wesentlichen beinhaltet die Komposit-Matrix Monomere, Initiatoren, Stabilisatoren, Farbstoffe und Pigmente.
Die meisten verwendeten Monomere lassen sich auf die Grundformel MA-R-MA zurückführen. Dabei handelt es sich bei MA um multifunktionelle Methacrylsäureester-Reste, die eine relativ hohe Reaktivität, gute physikalische Eigenschaften und unbedenkliche toxikologische Wirkungen im Vergleich zu reinen Methacrylaten aufweisen. Die Abstrahierung „R" kann für aliphatisch Ketten, Urethanpräpolymere oder Polyäther stehen und zeigt sich neben anderen Eigenschaften für die Wasseraufnahme, die Viskosität, die Polymerisationsschrumpfung, den Polymerisationsgrad, und für mechanische Eigenschaften verantwortlich.
Initiatoren zerfallen nach Aktivierung in Radikale, welche mit den Monomer-Doppelbindungen reagieren, wodurch die Monomere in die Lage versetzt werden, Polymerketten zu bilden. Die Reaktionsbereitschaft der Radikale bestimmt den Grad der Polymerisation und somit den Aushärtungsgrad des Komposits. Je nach Aktivierung der

Initiatoren unterscheidet man lichthärtende (meist höherer Polymerisationsgrad) und chemisch härtende Komposite.
Stabilisatoren, meist sterische Phenole wie Hydrochinonmonomethylether, erhöhen die Lagerfähigkeit von Kompositen, indem sie vorzeitige Polymerisation durch Binden an freie Radikale verhindern.

1.1.1.2 Füllstoffe

Anorganische Füllstoffe, die aus Quarz, Keramik oder Siliziumoxid bestehen, haben die Aufgabe, die mechanischen und physikalischen Eigenschaften der Matrix zu verbessern. Dies beruht auf ihrer höheren Druck- und Zugfestigkeit, Verschleißfestigkeit und Elastizität im Gegensatz zur meist spröderen oder weicheren Matrix. Außerdem soll durch ihren Zusatz der lineare thermische Expansionskoeffizient, die Fähigkeit zur Wasseraufnahme und die Polymerisationsschrumpfung reduziert werden.
Üblicherweise differenziert man Kompositmaterialien aufgrund der Art und Größe ihrer Füllkörper. Demnach erfolgt eine Klassifizierung in Makrofüller, Mikrofüller und Hybridkomposite.

1.1.1.2.1 Makrofüllerkomposite

Konventionelle Makrofüller bestehen aus splitterförmigen Quarz-, Glas- oder Keramik-Partikeln, bei einer durchschnittlichen Größe von 1-100 µm (Hellwig, 1995). Neuere Makrofüller weisen nur noch Partikelgrößen zwischen 1,5 und 5 µm auf. Makrofüllerkomposite besitzen eine Reihe von Defiziten: Ihr extrem schlechtes Verschleißverhalten ist auf den enormen Härteunterschied zwischen Füllkörper und Matrix zurückzuführen, welches bei parallelverlaufender Hydrolyse der Verbundphase das Herausreißen der Makrofüller aus der weicheren Matrix induziert. Dies führt zu einer vor Abrasionsvorgängen ungeschützten und rauhen Oberfläche. Die Verwendung kleinerer Partikelgrößen ermöglicht einen höheren Füllungsgrad, wodurch zwar eine Verbesserung der Polymerisationsschrumpfung, des thermischen Expansioskoeffizienten wie auch eine geringere Wasseraufnahme erreicht werden kann, die Oberflächenrauhigkeit jedoch bestehen bleibt.

1.1.1.2.2 Mikrofüllerkomposite

Die Partikelgröße von Mikrofüllern liegt unter 1µm. Mikrofüller bestehen meist aus kugelförmigen hochdispersen Siliziumdioxid-Molekülen in der Größenordnung von 0,007-0,04 µm. Aufgrund ihrer großen spezifischen Oberfläche muß ein relativ großer Matrixanteil beigemengt werden, wodurch sich die Viskosität des Komposites erhöht, und der optimale Füllstoffanteil bei weitem nicht erreicht werden kann. Deshalb werden den Monomeren splitter- oder kugelförmige mikrogefüllte Vorpolymerisate oder aber Mikrofüller-Agglomerate zugesetzt, wodurch inhomogene Mikrofüllerkomposite entstehen, die eine Erhöhung des Füllstoffanteils auf 70-80 Gewichts-% ohne erhebliche Viskositätsänderungen ermöglichen.
Mikrogefüllte Komposite sind im Vergleich zu Makrofüllerkompositen polierbar, somit ästhetischer und verschleißfester, da die Partikelverteilung gleichmäßiger ausfällt und so abrasive Nahrung keinen Angriffspunkt auf der weichen Matrix findet. Sie weisen jedoch eine höhere Fähigkeit zur Wasseraufnahme als auch schlechtere physikalische Eigenschaften auf. Aufgrund ihres geringen Füllkörperanteils besitzen homogene Mikrofüllerkomposite eine geringere Biegefestigkeit, Vickers-Härte und ein geringeres Elastizitätsmodul als konventionelle Komposite, sowie eine erhöhte Polymerisationsschrumpfung.

1.1.1.2.3 Hybridkomposite

Eine Kombination aus Mikro- und Makrofüllerkompositen stellen die sog. Hybridkomposite dar.
Der Fülleranteil bei Hybridkompositen besteht zu 85 - 90 Gewichts-% aus Makrofüllern und zu 10 - 15 Gewichts-% aus Mikrofüllern. Der Gesamtfüllkörperanteil kann so auf 85 Gewichts-% erhöht werden. Hieraus resultieren bessere physikalische und ästhetische Eigenschaften. Um die Matrixzwischenräume optimal auszufüllen, ist ein möglichst breites Spektrum an Partikelgrößen nötig (Roulet, 1987).
Eine Unterklasse sind die Feinsthybridkomposite mit Partikelgrößen unter 2 µm.

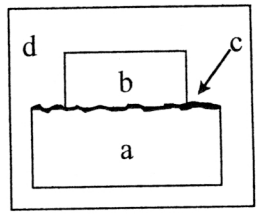
1.1.1.3 Verbundphase

Über bipolare Moleküle, meist Silane, wird ein Verbund zwischen organischer Matrix und anorganischen Füllstoffen ermöglicht, wodurch die mechanischen Eigenschaften wie Biegefestigkeit, Druckfestigkeit, sowie Vickers-Härte verbessert werden. Silan bewirkt eine Hydrophobierung der Füllstoffe mit nachfolgender Polymerisation der Monomere mit dessen Methacrylsäurerest.

1.1.2 Tribologische Grundlagen

Tribologie (griech.: tribos, = reiben) umfaßt das Gebiet von Reibung und Verschleiß, einschließlich Schmierung (DIN 50323).
Grundlegend besteht ein tribologisches System (Tribosystem) aus einem Grundkörper, einem Gegenkörper, einem Zwischenstoff und einem Umgebungsmedium (siehe Abb. 1.1).

Abb. 1.1 Komponenten eines tribologischen Systems (nach DIN 50320).



a Grundkörper
b Gegenkörper
c Zwischenstoff
d Umgebungsmedium

Man kann zwischen offenen und geschlossenen Systemen unterscheiden. In offenen Systemen treten verschiedene Stoffe in die Systemstruktur ein und aus ihr wieder heraus. Diese Art von System ist primär stoffdeterminiert. In geschlossenen Systemen hingegen sind deren Elemente fortwährend in diesem eingebunden und permanent an den ablaufenden Prozessen beteiligt. Sie dienen der Übertragung von Energie, Kraft, Bewegung oder Signalen. Stimmen die Kontaktoberflächen der tribologischen Systempartner in ihrer geometrischen Form überein, spricht man von konformen Oberflächen. Ist dies nicht der Fall , so bezeichnet man diese als kontraform.

1.1.2.1 Reibung

Im Allgemeinen wird Reibung in drei Hauptreibungsarten unterteilt. Im folgenden wird jedoch nur auf die Gleitreibung ohne Schmierung eingegangen.

Als Gleitreibung wird die Widerstandskraft bezeichnet, die tangential zur Kontaktoberfläche zweier Körper auftritt, wenn sich unter Einwirkung einer äußeren Kraft einer der beiden Körper relativ zur Oberfläche des anderen bewegt oder in Bewegung setzt (ASME Wear Control Handbook,1980).

Für Festkörperreibung gilt das Reibungsgesetz nach Amontons-Coulomb (1699, 1785):

$$F_R = \mu \times F_N$$

Hierbei ist F_N die Normalkraft, mit der die Körper in gegenseitigen Kontakt gebracht werden. μ definiert den Reibungskoeffizienten, ein von der jeweiligen Oberflächenmorphologie der Körper abhängiger materialspezifischer Wert. F_R bezeichnet die Kraft, die infolge der Reibung als mechanischer Widerstand gegen eine Relativbewegung auftritt und der Bewegungsrichtung entgegengesetzt ist (DIN 50281).

Das Reibungsgesetz impliziert folgende Aussagen:

- Die Reibungskraft F_R ist proportional zur Normalkraft F_N
- Die Reibungskraft F_R ist unabhängig von der Größe der nominellen Kontaktoberfläche
- Die Reibungskraft F_R ist nicht geschwindigkeitsabhängig

Reibung entsteht aufgrund von Wechselwirkungen zwischen Körpern bzw. Stoffen, die durch die spezifischen Materialeigenschaften, die Oberflächenbeschaffenheit, die vorangegangenen Reibungsvorgänge und ihre Umgebung maßgeblich beeinflußt werden (Suh,1986). Daher sollten sich Reibungsmeßgrößen nicht auf nur einen Körper, sondern auf die jeweilige Materialpaarung und das jeweilige Beanspruchungskollektiv des gesamten Tribosystems beziehen (Czichos, 1975).

Die Reibungsmechanismen lassen sich in verschiedene Komponenten aufgliedern, welche sich bei Reibungsvorgängen zu unterschiedlichen Anteilen überlagern. Dabei handelt es sich um:

- Adhäsion (Bildung und Trennung von interfazialen adhäsiven Bindungen)
- Plastische Deformation (plastische Verformung der Rauheitshügel der wahren Kontaktfläche)

- Furchung, durch Rauheitshügel des Gegenkörpers oder durch Verschleißpartikel
- Elastische Hysterese und Dämpfung

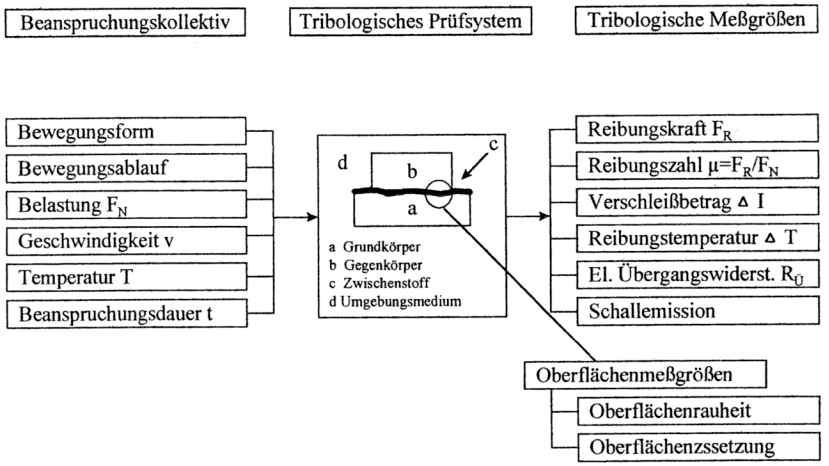
1.1.2.2 Verschleiß

Nach DIN 50320 ist der Begriff Verschleiß folgendermaßen definiert:

„Verschleiß ist der fortschreitende Materialverlust aus der Oberfläche eines festen Körpers (Grundkörper), hervorgerufen durch mechanische Ursachen, d.h. Kontakt- und Relativbewegung eines festen, flüssigen oder gasförmigen Gegenkörpers."

Bei Verschleißerscheinungen handelt es sich nicht um eine stoffbezogene Werkstoffkenngröße, sondern um das komplexe Zusammenwirken verschiedener Faktoren, welche in das Tribosystem, die Beanspruchungsparameter und die Verschleißmechanismen unterteilt werden (Kunzelmann,1996) (siehe Abb. 1.2).

Abb. 1.2 Darstellung eines tribologischen Systems (nach DIN 50320).



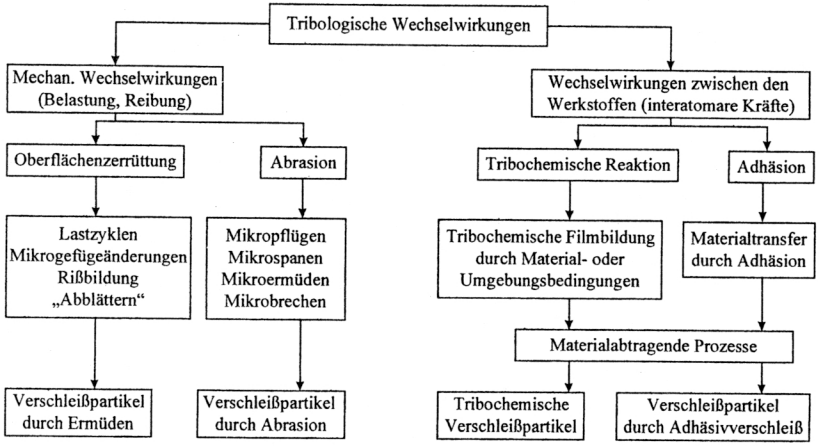
Die Beanspruchung eines festen Körpers durch Kontakt- und Relativbewegung bezeichnet man als tribologische Beanspruchung (Czichos). Diese Beanspruchung eines Tribosystems wird anhand bestimmter Parameter (Beanspruchungskollektiv) definiert:

- Bewegunsform: Gleiten, Rollen, Stoßen, Strömen
- Bewegungsablauf: kontinuierlich, oszillierend, intermittierend

- Belastung: Normalkraft, Tangentialkraft
- Geschwindigkeit
- Temperatur
- Beanspruchungsdauer

Infolge der tribologischen Beanspruchung kommt es zu kräftemäßigen (bzw. energetischen) und stofflichen Wechselwirkungen zwischen den Kontaktpartnern, die in physikalischen und chemischen Prozessen resultieren, welche als Verschleißmechanismen bezeichnet werden (siehe Abb. 1.3).

Abb. 1.3 Tribologische Wechselwirkungen und Verschleißmechanismen (Friedrich, 1989).



1.1.2.3 Verschleißmechanismen

Verschleiß tritt in unterschiedlichen Formen auf, welche grundsätzlich durch Oberflächenveränderungen sowie durch Art und Form der anfallenden Verschleißpartikel charakterisiert werden können.

Kräftemäßige (bzw. spannungsmäßige und /oder energetische) Wechselwirkungen führen primär zu den Verschleißmechanismen Oberflächenzerrüttung und Abrasion, wohingegen stoffliche, also intermolekulare, Wechselwirkungen vor allem in den Verschleiß-mechanismen Adhäsion und tribochemische Reaktion resultieren.

Im Allgemeinen überlagern sich in Tribosystemen die vier elementaren Verschleißmechanismen mit nicht erfaßbaren, wechselnden Anteilen, so daß der genaue Festkörperverschleiß nicht theoretisch, sondern nur experimentell bestimmt werden kann.

1.1.2.3.1 Oberflächenzerrüttung

Aufgrund von periodischem oder konstantem Einwirken von Normal- und Tangentialkräften in einem tribologischen Kontakt kommt es zu Spannungsmaxima in und unterhalb der Kontaktgrenzflächenbereiche.

Es entstehen Submikrorisse und Mikrorisse parallel und senkrecht zur Oberfläche. Durch Schadensakkumulation kommt es zu graduellem Rißwachstum und nachfolgender Rißvereinigung, welche schließlich zur Abtragung von relativ großen, lamellenartigen oder splitterförmigen Verschleißpartikeln führen.

Oberflächenzerrüttung ist abhängig von der Belastungsamplitude und der Zyklenzahl der wirkenden Kräfte. Bei Spannungsamplituden nahe der Zugfestigkeit des Materials können schon wenige Zyklen zum Bruch des Materials führen. Bei niedriger Belastungsamplitude kommt es erst bei sehr hohen Zyklenzahlen zur Materialermüdung.

1.1.2.3.2 Abrasion

Ist in einem tribologischen System der Gegenkörper wesentlich härter und rauher als der Grundkörper, so wird infolge der Normalkraft der Gegenkörper in den Grundkörper eingedrückt, worauf dieser plastische Deformationen erleidet. Bei einer zusätzlichen Tangentialbewegung kommt es zum Materialabtrag am weicheren Grundkörper.

Der Gegenkörper kann entweder als Rauheitshügel auf dem Antagonisten selbst oder als fest in den Gegenkörper eingebettete Partikel auftreten. Hier spricht man von 2-Körper-Abrasion. Wird die Oberflächenabrasion des Grundkörpers jedoch durch lose, zwischen den Kontaktflächen frei bewegliche Partikel hervorgerufen, so liegt eine 3-Körper-Abrasion vor (siehe Abb. 1.4).

Abrasionsprozesse zwischen einem abrasiven Antagonisten und der verschleißenden Grundkörperoberfläche können in vier Kategorien eingeteilt werden (siehe Abb. 1.5).

- Mikropflügen:
  Der Gegenkörper wird stark plastisch verformt und zu den Furchungsrändern hin aufgeworfen. Hier erfolgt kein Materialabtrag.

- Mikroermüden:
  Wiederholtes Mikropflügen durch mehrere abrasive Partikel führt zu Materialabtrag, dem sogenannten Mikroermüden.
- Mikrospanen:
  Vor dem abrasiven Teilchen bildet sich ein Mikrospan. Die zurückbleibende Schnittspur entspricht idealerweise der Form des abrasiven Teilchens.
- Mikrobrechen:
  Mikrobrechen tritt vor allem bei spröden Werkstoffen oberhalb einer kritischen Belastung auf. Es kommt zu Rißbildungen und nachfolgenden Materialausbrüchen, die das Furchungsvolumen bei weitem übersteigen.

1.1.2.3.3 Adhäsion

Bei dem Verschleißmechanismus Adhäsion kommt es unter den wirkenden lokalen Normal- und Tangentialspannungen zu plastischen und elastischen Deformationen der kontaktierenden Oberflächenrauheitshügel. An den gebildeten Kontaktgrenzflächen entstehen adhäsive Haftverbindungen aufgrund molekularer Wechselwirkungen. Werden Grund- und Gegenkörper nun weiter gegeneinander verschoben, so kommt es entweder zur Zerstörung dieser Haftverbindungen an der ursprünglichen Kontaktfläche oder es erfolgt ein Materialtransfer vom kohäsiv schwächeren zum kohäsiv stärkeren Körper. Das übertragene Material wird nachfolgend in Form von Verschleißpartikeln abgetrennt.

1.1.2.3.4 Tribochemische Reaktion

Chemische Reaktionen zwischen den Oberflächenschichten des Grund- und Gegenkörpers und den Bestandteilen des Zwischenmediums oder des Umgebungsmediums führen zu Veränderungen in den Eigenschaften der äußeren Grenzschichten, meistens der Festigkeitseigenschaften, welche erhöhten oder verringerten Verschleißbetrag zur Folge haben. Wie bei dem Verschleißmechanismus Adhäsion sind auch hier nachfolgende materialabtragende Prozesse nötig, um sichtbaren Verschleiß in Form von Verschleißpartikeln zu erzeugen.

Abb. 1.4 Schematische Darstellung von 2-Körper- und 3-Körper-Verschleiß.

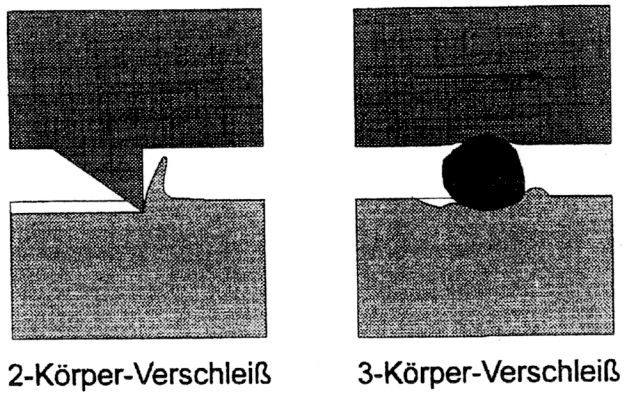
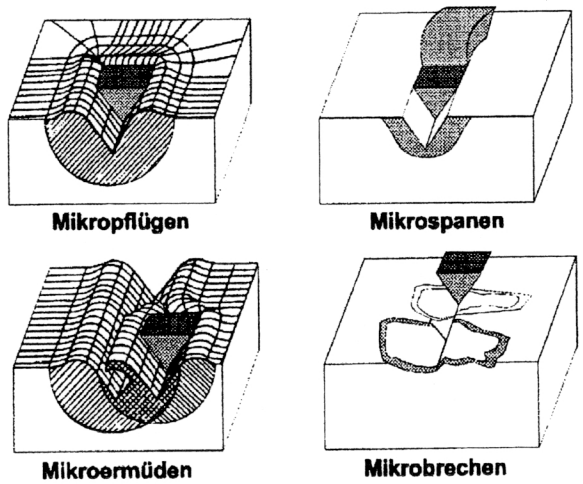


Abb. 1.5 Grundmechanismen des abrasiven Verschleißes (Zum Gahr, 1992).



1.1.3 „Pin-on-disc“

In der Zahnmedizin zur Verschleißsimulation angewandte „pin-on-disc“-Apparaturen weisen ein gemeinsames Grundprinzip auf.
Ein Gegenkörper (Pin, Kugel,etc) belastet eine, zu diesem senkrecht stehende, mit dem zu untersuchenden Werkstoff bestückte, rotierende Scheibe. Als abradierende Komponente fungiert meist der Gegenkörper. Die Probenscheibe enthält die zu abradierende Komponente.
In der Versuchsanordnung können verschiedene Beanspruchungsparameter, wie z.B. Flächenpressung, Zyklenzahl und Relativgeschwindigkeit, variiert werden.

Powell (1975) konzipierte analog zu tribologischen Prüfsystemen eine „pin-on-block“-Apparatur. Diese soll gemäß Cornell (1957) den menschlichen Kauzyklus möglichst exakt immitieren, welchen Powell (1975) in eine reine Gleitbewegung (z.B. Eckzahnführung) und eine von einer minimalen Gleitbewegung überlagerten Impulsbelastung bei zentrischen Stops unterteilt.
Powell (1975) zitiert Burwell und Strang (1952), daß Gleitverschleißtests im Allgemeinen extrem empfindlich auf eine Vielzahl von Faktoren reagieren und betont explizit die Wichtigkeit der Parallelität kontaktierender Oberflächen in solchen Versuchsanordnungen.
Die verwendete „pin-on-block“-Apparatur besteht aus zwei Prüfständen, um gleichzeitig beide Okklusionskonzepte simulieren zu können.
Da während der Vorversuche in dem Prüfstand mit Impulsbelastung (Last 21 MPa, 250000 Zyklen) kein nennenswerter Materialabtrag der Grundkörper zu beobachten war, wurde dieser Versuchsansatz nicht weiter verfolgt.
Im zweiten Prüfstand glitten zylindrische Schmelzpins (Durchmesser 1,8 mm) bei einem konstanten Wasserstrom in Testläufen von 24 h Dauer (250000 Zyklen) osszillierend über Probenscheiben aus Amalgam und aus experimentellen und konventionellen Kompositen. Um Montageungenauigkeiten zu vermeiden, wurde die Anzahl der „running-in“-Zyklen und -Lasten für jeden Probenkörper individuell bestimmt. Zur Berechnung der Verschleißrate führte man regelmäßig im Abstand von 20 min eine Spurentiefenvermessung mittels linearem Wegaufnehmer durch. Zusätzlich wurden die Proben- und Antagonisten-Oberflächen lichtmikroskopisch untersucht.
Im Hauptversuch (Last einheitlich 10 MPa) konnte durch Variation der Relativgeschwindigkeit (1,5 mm/s bis 4,5 mm/s) keine bedeutende Änderung im

Verschleißverhalten beobachtet werden. Die Versuche ergaben eine absteigende Verschleißrate in folgender Reihe: kommerzielles Komposit, experimentelles Komposit (höheres E-Modul), Amalgam. Mit diesem Ranking (ausgenommen die experimentellen Komposite) untermauerte Powell (1975) die klinische Relevanz seiner Untersuchungen.
In späteren Vesuchen modifizierte Powell (1975) die Anordnung zu einer „pin-on-disc“-Apparatur, in der ein Pin kontinuierlich gegen eine rotierende Scheibe gedrückt wird. Hiermit konnte er äquivalente Ergebnisse erzielen (Dickson 1979).

Soltez (1979) verwendete ebenfalls eine „pin-on-disc“-Apparatur. Hier jedoch bestand der Pin aus dem zu abradierenden Komposit, der gegen eine rotierende Scheibe aus Keramik gedrückt wurde. Die abrasive Scheibe wurde auf eine Endrauhigkeit von 800 grit gebracht. Um planparallele Pins zu erhalten, wurden diese vor Versuchsbeginn in der Apparatur selbst über einen Zeitraum von 100 Zyklen eingeschliffen. Das Umgebungsmedium war dest. Wasser. Im Abstand von 500 Zyklen wurden die Prüfkörper gewogen, vermessen und die erhaltenen Werte in einen Volumenverlust umgerechnet.
Soltez (1979) kam zu dem Ergebnis, daß mit Quarz gefüllte Komposite am abrasionsstabilsten sind. Komposite mit Lithium-Silikat-Füllern hingegen wiesen die größte Abrasion auf. Versuche mit Füllkörpermischungen aus Quarz und Bariumglas ergaben mittlere Abrasionswerte. Bei Kompositen mit reinem Kunststoffüllmaterial war ebenfalls eine sehr große Abrasionsstabilität zu beobachten.

Die Arbeitsgruppe um Bailey und Rice (1984) fand es unzureichend, die klinische Relevanz von in-vitro-Testverfahren allein auf mit klinischen Untersuchungen übereinstimmendem Ranking zu begründen. Außerdem sei eine Simulation des Kauprozesses erst dann sinnvoll, wenn Klarheit herrscht über alle experimentellen Faktoren, die das Testergebnis beeinflussen. Diese zahlreichen Parameter sollten anhand einfacher Modellsysteme beschrieben und erklärt werden. Bailey und Rice (1981) wählten aus grundsätzlich anderen Überlegungen als Powell (1975) eine „pin-on-disc“-Apparatur zur Verschleißsimulation.
In den folgenden Versuchsreihen behielten sie die hier aufgeführten Testparameter bei, insofern keine hiervon abweichenden Parameter erwähnt werden. In den 5 Prüfständen diente jeweils ein Schmelzpin (Durchmesser 1,5 mm, Oberflächenrauhtiefe 1,0 µm, Länge 1,5–3,5 mm) als Gegenkörper. Die auf der Probenscheibe befindlichen Materialproben (Amalgame und Komposite) wurden mit SiC-Schleifpapieren auf eine Oberflächenrauhig-

keit von 600 grit poliert. Die Proben wurden 7 d bei einer Temperatur von 37° C in dest. Wasser bis zu Versuchsbeginn gelagert. Der nominale Spurradius wurde mit 6,25 mm angegeben. Die Testläufe wurden durchgeführt bei einer Last von 10 Mpa, einer Gleitgeschwindigkeit von 2 cm/s (Ausnahme: Geschwindigkeitsvariation) und einem konstanten Wasserstrom (T 37°C) über einen Zeitraum von 24 h (46000 Zyklen). Die Spurentiefe wurde regelmäßig im Abstand von 20 min mit einem Wegaufnehmer gemessen und in Verschleißraten umgerechnet. Zusätzlich wurden die Proben in einem Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht.

Die Variation der Flächenpressung von 10,4 Mpa auf 14 Mpa, also Werte innerhalb des Bereiches physiologischer Kaubelastung, führte bei den Kompositen bereits nach 0,5 h zu einem drastischen Anstieg der Verschleißrate. Bei Amalgam hingegen konnte dies nicht beobachtet werden. Grundsätzlich erhöhte sich die Verschleißrate mit steigender Flächenpressung. Variationen der initialen Oberflächenrauhigkeit (240 vs 400 grit), sowie der Gleitgeschwindigkeit (1,6 cm/s vs 2,6 cm/s) beeinflußten die Verschleißraten nicht signifikant.

Außerdem stellte Rice (1982) fest, daß bei unterschiedlicher Einspannlänge der Schmelzpins (1, 2, 3, 4 cm Länge) die durchschnittlichen Verschleißraten des geprüften Komposits konstant blieben. Die einzelnen Abrasionsraten jedoch variierten mit zunehmender Pinlänge stärker. Diese Beobachtung korrelierte mit dem Ausmaß der größeren morphologischen Oberflächenschäden an den Pins. Dies könnte jedoch auf maschinenbedingte Ungenauigkeiten zurückzuführen sein.

Optimal wäre es, als Gegenkörper in der „pin-on-disc"-Maschine dasselbe Material zu verwenden, das auch in vivo als Antagonist von Kompositfüllungen agieren würde. Nach Bailey und Rice (1984) genügt die Variation irgendeines von mehreren In-vitro-Faktoren, um das Verschleißverhalten dentaler Restaurationsmaterialien grundlegend zu verändern. Um klinisch relevante Ergebnisse zu erzielen, erscheint es also sinnvoll, möglichst viele der in-vivo ermittelten Parameter auf die In-vitro-Situation zu übertragen. Daraus würde eine Verwendung von menschlichem Schmelz als Antagonist in der „pin-on-disc"-Apparatur resultieren, da dies der tatsächlichen In-vivo-Situation entspräche. Andererseits ist es nötig, einem In-vitro-Testverfahren genau definierte Parameter zugrundezulegen, um reproduzierbare Meßergebnisse zu erhalten. Schmelz ist daher nicht als Antagonist geeignet, da es sowohl in seiner Morphologie als auch in seinen werkstoffkundlichen Eigenschaften eine große Varianzbreite aufweist.

Auf der Suche nach einem äquivalenten Ersatzmaterial verglichen Bailey und Rice (1984) mittels einer "pin-on-disc"-Apparatur das Abriebverhalten eines Komposits gegen Antagonisten aus Magnesiumfluorid und gesintertem Aluminiumoxid mit solchen aus menschlichem Schmelz. Trotz der extrem größeren Härte von gesintertem Aluminiumoxid (Härte Schmelz: 343 kg/mm², Härte Aluminiumoxid: 2100 kg/mm²), wies jedoch das abradierte Komposit in beiden Fällen vergleichbare Morphologien der Abrasionsflächen, sowie nahezu identische Verschleißraten auf. Gravierende morphologische Oberflächenveränderungen, wie Risse und scharfe Kanten, die beim Schmelzantagonisten nach 24 h Testdauer auftraten, waren bei gesintertem Aluminiumoxid jedoch nicht zu beobachten.

So kann man gesintertes Aluminiumoxid als geeignetes Ersatzmaterial für Schmelz ansehen, das vergleichbare Ergebnisse liefert. Darüberhinaus erreicht man eine Verbesserung der Reproduzierbarkeit der Messungen und eine Verlängerung der Testdauer aufgrund der größeren morphologischen Homogenität und Abrasionsstabilität des Antagonisten. Magnesiumfluorid-Pins erwiesen sich aufgrund ihrer hohen Wasserlöslichkeit als unzureichend.

Vergleichende Untersuchungen des Abrasionsverhaltens unterschiedlicher Komposite gegen Aluminiumoxid-Pins (Rice 1984) ergaben eine zunehmende Verchleißrate in dieser Reihenfolge für lichthärtende Mikrofüllerkomposite, selbsthärtende Mikrofüllerkomposite, konventionelle Komposite.

Die Arbeitsgruppe McKinney und Wu (McKinney 1982) verwendete im Wesentlichen den „pin-on-disc"-Versuchsaufbau von Bailey (1982). Als Antagonisten wurden Schmelz-, Durapatit-; Saphir- und Stahl-Pins (Durchmesser 2mm) verwendet. Vor Versuchsbeginn wurden die Proben 24 h in dest. Wasser bei einer Temperatur von 37° C gelagert. Die Testlaufdauer betrug 127000 Zyklen bei einer Geschwindigkeit von 3,24 cm/s, der Spurrillenradius wird mit 12 mm angegeben. Die Auswertung der Tests erfolgte über eine Vermessung der Spurentiefe an 10 Positionen der Probe im Abstand von ca. 1500 Zyklen und deren Umrechnung in Verschleißraten. Die restlichen Parameter wurden von Bailey (1982) übernommen.

Analog zu Bailey (1981) erhielt McKinney (1982) in Lastvariationen (2,5 - 20 Mpa) direkt zur Flächenpressung proportionale Verschleißraten. Bei höheren Zyklenzahlen war ein plötzlicher Anstieg der Verschleißrate zu beobachten. Dies führte McKinney (1982) auf

einen Wechsel im Verschleißmechanismus von primär adhäsivem bzw. abrasivem Verschleiß zu Ermüdungsverschleiß zurück, welcher durch Schadensakkumulation unter der Oberfläche entsteht und anhand einer Mikrodefektanalyse mit Silbernitrat-Lösung sichtbar gemacht werden konnte. Mit zunehmender Last setzte der Materialverschleiß früher ein. Nach McKinney (1982) trat dieses Verschleißbild v.a. bei extrem langen Versuchszeiten, sowie unter Verwendung von Stahlpins auf, da diese im Gegensatz zu den anderen getesteten, härteren Pins, die Füllkörper nicht polieren, sondern abradieren, was der klinischen Situation sogar eher entspricht. Dem Stahlpin kommt eine Art Zeitrafferfunktion zu (Kunzelmann, 1997). In seinen folgenden Versuchen favorisierte McKinney (1982) die Verwendung von Stahlpins.
Hierauf beschäftigten sich Wu (1982) und McKinney (1985) mit dem Einfluß von „food-simulating-liquids" auf den Verschleiß von Kompositen. Die zu testenden Komposite wurden vor Versuchsbeginn 7 bzw. 14 d bei 37° C in Heptan und in Verdünnungsreihen von Äthanol gelagert. Die Verschleißfestigkeit verschlechterte sich durch diese organischen Lösungsmittel, parallel zu den erstellten Knoop-Härte-Profilen.

Die Arbeitsgruppe um Li (1985) testete unter Verwendung einer „pin-on-disc"-Apparatur an systematisch variierten Mikrofüller-Kompositen den Einfluß von Füllkörpergröße und Füllkörpergehalt auf das Verschleißverhalten. Nach Lagerung von 7 Tagen in dest. Wasser und einem Oberflächenendschliff auf eine Rauhigkeit von 400 grit, wurden die Probenkörper gegen einen Antagonistenpin aus synthetischem Hydroxylapatit (Durchmesser 2 mm) rotiert (Last 10 Mpa, Testdauer 20000 Zyklen, Geschwindigkeit 150 U/min, „running-in" 5000 Zyklen bei 85 U/min). Ein Spurenradius wurde nicht angegeben. Der Volumenverlust wurde durch Vermessen der Spurentiefe und -breite ermittelt.
Ungefüllte Komposite zeigten mehr Abrieb als gefüllte Komposite. Diese Ergebnisse stehen im Gegensatz zu Untersuchungen von St.Germain (1985), der anhand derselben Testbedingungen eine höhere Abrasionsstabilität für ungefüllte Komposite gegenüber gefüllten Kompositen feststellte. Li (1985) schließt einen direkten Vergleich jedoch aus, da in den beiden Versuchsreihen unterschiedliche Polymermatrizes verwendet wurden. Weiterhin konnte Li (1985) eine steigende Verschleißrate bei steigendem Füllkörpergehalt feststellen. Komposite mit Füllkörpergrößen von 15 µm zeigten eine bessere Abrasionsstabilität als solche mit Füllkörpergrößen von 2 µm.

Mueller (1985) benützte eine „pin-on-disc"-Apparatur mit vergleichbaren Parametern (Pindurchmesser 3mm, Pinlänge 10-15 mm, Last 10 Mpa, 400000 Zyklen, Geschwindigkeit 300 U/min, Lagerung der Proben 7 d bei 37° C). Die Spurrille wurde profilometrisch vermessen. Bei verschiedenen Amalgamen wurde Ermüdungsverschleiß beobachtet. In rasterelektronenmikroskopischen Analysen konnte er Ermüdungsrisse in der Amalgam-Matrix nachweisen.

1.2 Aufgabenstellung

In vorliegender Arbeit wurden Erkenntnisse über den Verschleißvorgang bei Komposit-Füllungsmaterialien gewonnen, wobei besonders der genaue Verlauf des Verschleißvorgangs und der dabei auftretenden Reibungskraft, sowie deren Bezug zueinander interessierte. Für diese Untersuchungen standen konventionelle sowie auch experimentelle Komposite zur Verfügung.

Die bisherigen Versuche an der „pin-on-disc"-Apparatur wurden mit stehendem dest. Wasser bei Zimmertemperatur durchgeführt. Anfallende Verschleißpartikel wurden nicht weggespült und konnten deshalb im Winkel zwischen Antagonist und Abrasionsspur des Grundkörpers eingekeilt werden und so zu einer Beeinträchtigung der Verschleißrate aufgrund einer Änderung des Verschleißmechanismus von 2-Körper-Abrasion zu 3-Körper-Abrasion führen. Diese Beeinflussung könnte durch Reinigen der Abrasionsspur mit fließendem Wasser verringert werden. Es wurde ein Pumpsystem mit konstantem Wasserstrom entwickelt. In einer Versuchsreihe sollte festgestellt werden, inwieweit ein installiertes Pumpsystem die Reibungs- und Verschleißvorgänge beeinflußt.

Aufbauend auf Erkenntnissen über den Verschleißmechanismus „delamination wear" bei Dyract (Kunzelmann 1997) wurden Lastvariationen durchgeführt, um Aufschluß darüber zu erhalten, inwieweit bei Verschleißsimulationen die Verschleißrate und die Reibungskraft mit der applizierten Last korrelieren.

Zur weitergehenden Überprüfung der Abhängigkeit des Verschleißes und der Reibungskräfte von verschiedenen Beanspruchungsparametern wurden an der „pin-on-disc"-Maschine zusätzlich Variationen der Drehzahlfrequenz durchgeführt.

Weiterhin wurden Versuche, die gezielt bezüglich ihrer Testdauer variiert wurden, mit anschließender Materialprobenbetrachtung im Raster-Elektronen-Mikroskop (=REM) durchgeführt. Hierdurch sollten die charakteristischen Merkmale von Reibungskraft- und Verschleißverläufen erfaßt und v.a. bezüglich der dabei auftretenden und sich zeitlich verändernden Verschleißmechanismen untersucht werden.

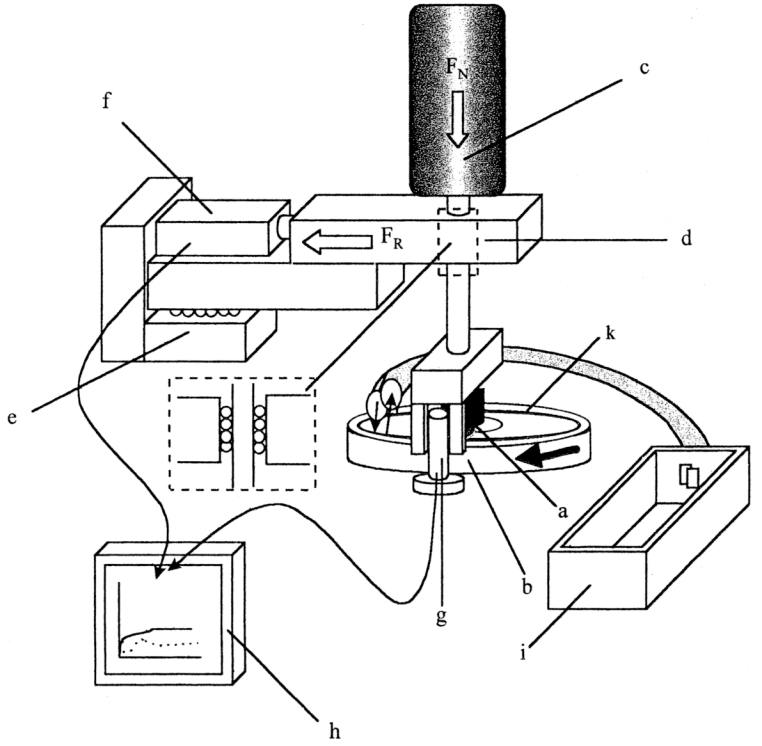
In Langzeitversuchen wurde der Einfluß von Füllkörpergröße, Füllkörpergehalt und Matrixzusammensetzung auf das Verschleißverhalten gezielt untersucht. In Anlehnung an McKinney (1982) sollte der Bereich des Ermüdungsverschleiß identifiziert werden. Hierzu standen 21 experimentelle Modellkomposite zur Verfügung, die in ihrer Zusammensetzung systematisch variiert worden waren. Nach Beendigung der Testläufe wurden die Spurrillen der einzelnen Proben im REM untersucht. Hier sollten Aufschlüsse über die Art und das Ausmaß der beteiligten Verschleißmechanismen gewonnen werden.

2 Material und Methode

2.1 Aufbau der Pin-on-Disc-Apparatur

Sämtliche Experimente der hier vorliegenden Arbeit wurden mit Tribomet 2 (Willytec) durchgeführt, einer „pin-on-disc"-Apparatur, die an der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der Ludwig-Maximilian-Universität München entwickelt wurde (Holzner-Hartmannsgruber, 1997).

Abb.2.1 Schematische Darstellung der Meßanordnung der „pin-on-disc"-Apparatur



a Antagonistenhalter mit Degussit-Kugel
b rotierende Probenscheibe
c Last
d Übertragungsarm mit Kugellager, parallel zur Gewichtskraft
e Halterung mit Kugellager, parallel zur Oberfläche der Probenscheibe
f Kraftmeßdose
g Wegsensor
h Rechner, empfängt Daten von f und g
i Thermo-Pumpsystem

k Abrasionsspur

Der Testbereich besteht aus einer rotierenden, mit Probematerial bestückten Scheibe, die durch einen Antagonisten senkrecht zur Oberfläche belastet wird. Die Kraft wird durch variable Gewichte erzeugt.

Die entstehende Reibungskraft wird mittels eines horizontal gelagerten Übertragungsarmes, der schwerkraft-induzierte Meßfehler vermeiden soll, zu einer Kraftmeßdose geleitet. Die Auflösungsrate der Kraftmeßdose beträgt 0,05 N.

Der Status des Gesamtabriebs wird durch einen an der Pinhalterung angebrachten Höhensensor ermittelt, der deren Weg in Richtung Probenscheibe mißt. Dieser Wegaufnehmer verhindert gleichzeitig die Drehung des Pins in seiner Zentrumsachse.

Innerhalb einer Umdrehung treten sowohl unterschiedliche Reibungswerte als auch verschiedene Höhenwerte aufgrund unvermeidbarer ungenauer Planparallelität und Inhomogenität des Probematerials auf. Um diese Streuung der Meßwerte zu eliminieren, werden alle Werte einer Umdrehung gemittelt. Um Aussagen über die Homogenität eines Testmaterials bezüglich der Höhenwerte und über die Reibkraftschwankungen innerhalb einer Umdrehung machen zu können, wird bei Umdrehungen unter 5 U/min diese Mittelung abgeschaltet.

Sämtliche Höhenwerte, sowie auch die Reibkraftwerte, werden unmittelbar an einen angeschlossenen Rechner weitergegeben und auf dessen Bildschirm in ein Weg-Zeit- und ein Kraft-Zeit-Diagramm übertragen. Aufgrund dieser „on-line"-Messung können Erkenntnisse über den Verlauf von Verschleiß- und Reibungsvorgängen gewonnen und Korrelationen zwischen Reibkraftänderungen und Abriebsänderungen aufgezeigt werden.

Die „pin-on-disc"-Apparatur wurde im Rahmen der vorliegenden Arbeit um eine externe Pumpanlage erweitert. Hierdurch kann während des Testlaufs die Probe mittels einer positionierbaren Düse ständig mit sauberem dest. Wasser umflutet werden, so daß anfallende Verschleißpartikel sofort von der Probenoberfläche entfernt werden. Eine zweite Düse saugt das „verschmutzte" Umgebungsmedium ab und führt es einem Filter zu, welcher es gereinigt in ein Sammelbecken ableitet. Aus diesem bezieht die erste Düse das gereinigte Wasser zum erneuten Spülen der Probenoberfläche.

Abb. 2.2 Gesamtansicht der „pin-on-disc"-Apparatur

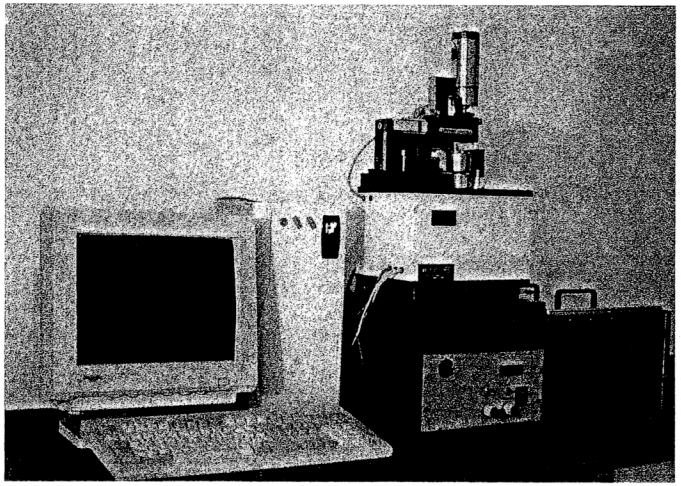


Abb. 2.3 Testbereich der „pin-on-disc"-Apparatur

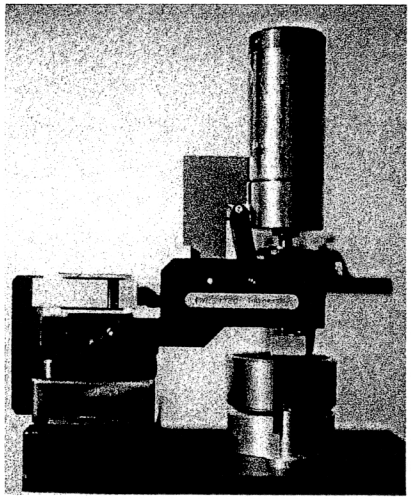
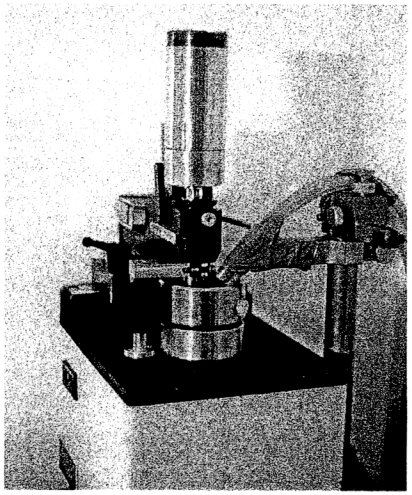


Abb. 2.4 Detailansicht der „pin-on-disc"-Apparatur



2.2 verwendete Antagonistenmaterialien

Als Antagonist wurden Degussit-Kugeln (Firma Frialit) mit zum Zylinder abgeflachten Seiten verwendet. Diese Form verbesserte die Haftung des Antagonisten im Antagonistenhalter.

Der Durchmesser der Aluminiumoxid-Keramik-Kugeln betrug ca. 5 mm. Die Oberflächenrauhigkeit wurde mit 20 µm angegeben (Holzner-Hartmannsgruber, 1997).

Degussit-Kugeln hatten sich in vorangegangenen, an der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der Ludwig-Maximilians-Universität in München durchgeführten Versuchen sowohl an der „pin-on-disc"-Apparatur als auch im Kausimulator bewährt (Hartmannsgruber, 1997).

Der Innendurchmesser des Antagonistenhalters entsprach exakt dem Außendurchmesser der Degussit-Kugel. Da außerdem keine Impulsbelastung, sondern eine reine kontinuierliche Gleitbewegung ausgeführt wurde, schien es unnötig, die Kugel im Antagonistenhalter mit Klebstoffen zu fixieren (Hartmannsgruber, 1997).

2.3 Prüfkörperherstellung

Auf die silikatisierten (Rocatec-Verfahren) und mit Espe-Sil (Espe) behandelten Probenhalterringe aus Aluminium (Außendurchmesser: 30 mm, Innendurchmesser: 10 mm) wurden die zu testenden experimentellen Komposite bzw. das Kompomer in zwei aufeinanderfolgenden Schichten von jeweils ungefähr 1mm Dicke aufgebracht. Um Sauerstoffinhibitionsschichten zu vermeiden und größere Überschüsse an Material zu entfernen, wurden die Proben mit einer Kunststoffolie abgedeckt. Die Aushärtung der beiden Schichten erfolgte jeweils 40 sec. im Lichtofen (Spectramat,Ivoclar).

Anschließend wurden die Proben in die „pin-on-disc"-Apparatur montiert. Der den Probenhalter umgebende Behälter wurde mit destilliertem Wasser aufgefüllt. Anstelle des Antagonistenträgers wurde eine mit Schleifpapier überzogene Scheibe (Durchmesser 2,5 cm) angebracht und so positioniert, daß ihr Mittelpunkt ungefähr auf dem Radius der späteren Spurrille zu liegen kam. Die Schleifscheibe stand parallel zum Beckenboden.

Setzte nun die Rotation des Probenhalters ein, wurde die Schleifscheibe aufgrund der Reibung in die dem Probenhalter entgegengesetzte Richtung angetrieben. Es entstand eine, dem Läppvorgang ähnliche, homogene Oberfläche, frei von konzentrischen Riefen. Durch das Planschleifen der Probe innerhalb der „pin-on-disc"-Maschine selbst, wurden Planparallelitätsverluste vermindert. Die Probe durchlief den Testversuch in unveränderter Position.

Bei einer Geschwindigkeit von 130 U/min wurden die Proben 20 min mit SiO-Naßschleifpapier (Leco) der Körnung 180 grit und anschließend weitere 20 min mit einer feineren Körnung (600 grit) poliert. Die fertig vorbehandelten Proben wiesen eine durchschnittliche Dicke von ca. 2 mm auf.

Vor Versuchsbeginn wurde die Probe in Ringer-Lösung für 24 h bei einheitlich 37° C gelagert.

2.4 Standardparameter

Vor Versuchsbeginn wurde die Schleifscheibe durch einen Antagonistenhalter mit Degussit-Kugel ersetzt. Das Gewicht und der mit diesem verbundene Antagonist wurde auf die Probenscheibe abgesenkt. Im folgenden wurde der Höhensensor angebracht. Der Kraftsensor mußte vor Beginn des Versuches entlastet werden, um diesen auf den Nullwert zu kalibrieren.

Das durch den Einschleifvorgang mit Verschleißpartikeln angereicherte Umgebungsmedium wurde vor jedem Versuch entfernt und durch frisches dest. Wasser ersetzt. Das sich im Becken des Pumpsystems befindliche dest. Wasser mußte auf eine Temperatur von 37° C aufgeheizt werden, um mit in-vivo vergleichbare Temperaturverhältnisse zu schaffen. Die erste Düse der Thermo-Pumpanlage wurde so positioniert, daß sie genau auf den Bereich zeigte, an welchem während des Versuchs diejenige Stelle der Probe erschien, die kurz zuvor unter dem Antagonisten hinweggeglitten war, um alle Verschleißpartikel möglichst rasch zu entfernen. Der Wasserfluß betrug ca. 1300 ml/min. Der Durchmesser der Düsenöffnung entsprach 5 mm.

Die Umdrehungsgeschwindigkeit des Probentellers wurde auf 60 U/min eingestellt (soweit nicht gesondert vermerkt). Bei einer Drehzahl von 60 U/min und dem vorgegebenen Spurrillenradius von 10 mm glitt jede Stelle der Probe genau 1 Mal pro Sekunde unter dem

Antagonisten hinweg. Diese Parametereinstellung wurde gewählt, um die Relativgeschwindigkeit zwischen Probe und Kugel möglichst exakt an in vivo herrschende Kausituationen anzupassen (menschliche Kaufrequenz: 1Hz (= 58-120 Zyklen/min (Holzner-Hartmannsgruber,1997)).

Vor Versuchsbeginn wurde der Rechner eingeschaltet und folgende Einstellungen definiert:

- Versuchsparameter: - Versuchsdauer
  - Skalierung der x- und y-Achsen
  - Abtastintervall der Sensoren (hier einheitlich 6 s)
- Benutzerdaten (Dateiname, Versuchstitel, Name des Prüfers, Datum)
- Daten zu den verwendeten Materialien (Art des Antagonisten und der Probe)

Die Grundlast betrug in allen Versuchen 25 N (Ausnahme: Lastvariation). Die Dauer des "running-in" der Versuche mit Parametervariationen belief sich auf durchschnittlich 3-4 h. Für jeden Versuch wurde eine neue Probe hergestellt.

Diese Bedingungen wurden im weiteren als gegeben vorausgesetzt und als Standardbedingungen bezeichnet.

2.5 Durchgeführte Versuchsreihen und deren Auswertung

2.5.1 Variation des Umgebungsmediums

Für diese Versuchsreihe wurde ein externes Pumpsystem konstruiert, welches anfallende Verschleißpartikel von der Probenoberfläche spült und anschließend absaugt.

Es stellte sich die Frage, inwiefern dieses neu installierte Pumpsystem die Reibungs- und Verschleißvorgäge in der „pin-on-disc"-Maschine beeinflußt. Hierzu wurde, wie in 2.4 beschrieben, ein Testlauf mit arbeitendem Pumpsystem gestartet. Sobald sich ein „steady-state" über mindestens 30 min zeigte, wurde das Pumpsystem abgeschaltet. Ab diesem Zeitpunkt lagen veränderte Versuchsbedingungen vor, da das stehende Wasser weder gereinigt noch ausgewechselt wurde. Die nun erneut folgende „running-in"-Phase ging wiederum in ein „steady-state" über, welches ebenfalls über mindestens 30 min aufrecht erhalten wurde. Anschließend wurde das dest. Wasser aus dem Becken der Meßanordnung

entfernt. Das nun trockene Umgebungsmedium bedingte wiederum ein erneutes Durchlaufen von „running-in" und „steady-state".

Der Versuchsablauf wurde dreimal durchgeführt. Das Testmaterial war Dyract HF (DeTrey, Dreieich). Die Matrix des Kompomers Dyract setzte sich zusammen aus Vorpolimerisaten und säurehaltigen Monomeren. Die Füllkörper bestanden aus einem röntgenopaken Fluoro-Silikat-Glas. Das Material war lichthärtend.

Aufbauend auf dieser Versuchsreihe wurden Langzeitversuche mit experimentellen Materialien durchgeführt.

Tabelle 2.1 gibt eine Übersicht über die Zusammensetzung der einzelnen Kompositpasten nach Angaben der Firma Vivadent wieder.

Tabelle 2.1 Zusammenfassung der experimentellen Komposite

in Gew.-%	**Komposit 1 RZ 6007**	**Komposit 2 RZ 6008**	**Komposit 3 RZ 6009**	**Komposit 4 RZ 6010**	**Komposit 5 RZ 6011**
Monomer	22,7	42,0	62,0	22,0	22,0
Füllstoffe:					
- HDK 2000	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
- GM 27884 1 µm	74,3	55,0	35,0	-	-
- GM 27884 6 µm	-	-	-	75,0	-
- GM 27884 15 µm	-	-	-	-	75,0

Im folgenden wurden die Komposite 1-5 mit C1, C2, C3, C4 und C5 bezeichnet.

Die einzelnen Komposite variierten nicht hinsichtlich ihrer Matrix. Diese beinhaltete einheitlich eine Monomer-Mischung aus Bis-GMA, Urethandimethacrylat und TEGDMA. Außerdem wurde HDK 2000 als Verdickungsmittel sowie die Photoindikatorkombination Campherchinon/-N,N`-(2-Cyanoethylmethyl)anilin) beigemengt. Der Glasfüller GM 27884 wurde silanisiert.

Die Komposite C1 - C5 unterschieden sich entweder hinsichtlich des Gewichtanteils der Füllstoffe bezüglich zur Matrix oder deren Partikelgröße. C1, C4 und C5 waren Komposite mit Füllstoffanteilen zwischen 74,3 und 75 Gewichts-%, wobei C1 ausschließlich Füllkörper in der Größenordnung von 1 µm Durchmesser enthielt, C4 von 6 µm und C5 von 15 µm. In den Kompositen C1 - C3 variierte der Füllkörperanteil bei gleichbleibender Füllkörpergröße von 1µm Durchmesser. C1 enthielt 75 Gewichts-%, C2 nur 55,0 Gewichts-% und C3 lediglich 35 Gewichts-% an Füllkörpern.

Die Komposite C1-C5 waren lichthärtend.

Jedes dieser fünf zur Verfügung stehenden Materialien wurde zwei Versuchen von 24 h Dauer in der „pin-on-disc"-Maschine unterzogen: zunächst einem Testlauf mit laufendem Pumpsystem, darauffolgend einem Versuch mit stehendem Wasser.
Der Einfluß des unterschiedlichen Umgebungsmediums konnte so über einen längeren Zeitraum beobachtet werden. Außerdem wurde in dieser Versuchsreihe aufgrund der Aufspaltung in zwei absolut voneinander getrennte Versuche die Beeinflussung der vorhergegangenen Umgebungsmedienart auf die folgenden vermieden.

Anschließend wurde in den Verschleiß- und Reibungskraft-Graphiken der ersten Versuchsreihe von jedem Umgebungsmedium ein Datenbereich ausgewählt, der eine konstante Reibungskraft über einen Zeitraum von ca. 15-20 min aufwies, und zur weiteren Bearbeitung in ein Tabellenkalkulationsprogramm (Ecel 7.0) importiert. Dieser Datenbereich wurde für die folgenden Last- und Drehzahlvariationen beibehalten. In den Langzeitversuchen wurden die jeweiligen Datenbereiche von Stunde 22 bis Stunde 24 zur Übertragung und Weiterbearbeitung ausgewählt.
Zu Beginn und am Ende des Testlaufes wurde der Antagonist der Langzeitversuche abgeformt (Permadyne Penta, Espe) und die entstandene Negativform mit Superhartgips ausgegossen. Später wurde deren Oberflächenbeschaffenheit mit einem an einen Rechner angeschlossenen Laser-Scanner ermittelt und aufgezeichnet. Man erhielt Daten über die Oberfläche des Antagonisten vor dem Testlauf und nach 24 h Testdauer. Durch Überlagerung der Daten („matching") konnte der Substanzverlust des Antagonisten lokalisiert und hinsichtlich seines Ausmaßes (Abrasionsverlust [µm]) und seiner Beschaffenheit bzw. Form genauer betrachtet werden.
Für alle Versuche wurde die Gesamtverschleißrate [µm/U], deren Bestimmtheitsmaß, die Reibungskraft [N], sowie der Reibungskoeffizient berechnet (Ecel, 7.0). Speziell für die Langzeitversuche wurde zusätzlich die Verschleißrate des Antagonisten und der Probe berechnet:

- Gesamtverschleißrate: Steigung der kontinuierlich aufgezeichneten Verschleißkurve über einen festgelegten Zeitraum
- Verschleißrate des Antagonisten: Ermittlung anhand des vorhergehenden „matching" unter Annahme eines linear verlaufenden Prozesses
- Verschleißrate der Probe: Differenz aus Gesamtverschleißrate und Verschleißrate der Antagonisten

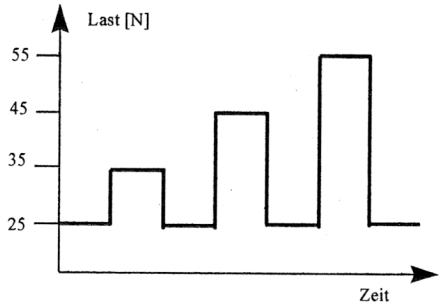
- Reibungskraft: Mittelwert der kontinuierlich aufgezeichneten Reibungskraft über einen festgelegten Zeitraum
- Reibkoeffizient: Quozient aus der Reibungskraft und der dazugehörigen Normalkraft

Außerdem wurden von den Verschleißraten und den Reibungskoeffizienten der einzelnen Umgebungsmedien der ersten Versuchsreihe Durchschnittswerte und deren Standardabweichung unter Zuhilfenahme eines Statistikprogrammes berechnet.

2.5.2 Variation der Normalkraft

In diesem Versuchsabschnitt sollte geklärt werden, inwieweit das Verschleißverhalten und die Reibungskraft der in der „pin-on-disc"-Maschine getesteten dentalen Werkstoffe von der Belastung der Probe mit unterschiedlichen Gewichten beeinflußt werden.
In der ersten Versuchsreihe wurde nach Ablauf des „running-in" unter Standardbedingungen die Probe mit zusätzlich 10 N belastet. Hieraus resultierte eine Gesamtbelastung von 35 N. Nach Ausbildung eines „steady-states" wurde für 30 min die Zusatzlast entfernt, um eine Rückstellung der Probe zu ermöglichen und somit für die folgende Last identische Ausgangsbedingungen zu schaffen. Anschließend wurde innerhalb desselben Versuches mit Zusatzlasten von 20 N und 30 N in gleicher Weise verfahren (siehe Abb. 2.5).
Bei Betrachtung der Verschleißkurve der „on-line"-Messung schien der Höhenwert während der 30-minütigen Rückstellphase von elastoplastischen Vorgängen überlagert zu sein. Aufgrund dieser Hypothese wurde der Versuchsaufbau geändert, um die Beeinflussung der nachfolgenden Zusatzlast zu eliminieren. Hierzu wurde in einer zweiten Versuchsreihe nach Entfernen der Zusatzlast die Umdrehungsgeschwindigkeit auf 5 U/min reduziert, um der Probe die Möglichkeit zur vollständigen Rückstellung zu geben. Optimal wäre ein totaler Stop der Umdrehungsgeschwindigkeit. Da jedoch in diesem Fall der Rechner keine gemittelten Daten aufzeichnet, mußte hierauf verzichtet werden. Nach 60 min wurde die Umdrehungszahl wieder auf 60 U/min angehoben und ein „steady-state" abgewartet. Für die folgenden Lasten wurde ebenso verfahren. Leider konnte hierdurch die Beeinträchtigung der Meßergebnisse der vorhergehenden Last auf die folgende ebenfalls nicht gänzlich ausgeschlossen werden, jedoch minimiert werden.

Abb 2.5 Schema der Lastapplikation



In einer dritten Versuchsreihe wurde für jede einzelne Last ein neuer Versuch mit neuer Probe gestartet, wodurch jegliche Beeinflussung der Teilversuche untereinander eliminiert wurde. Die Versuchsreihe wurde um Zusatzlasten von 15 N und 25 N erweitert. Es wurden also Lasten von 25 N, 35 N, 40 N, 45 N, 50 N und 55 N getestet.

Das Probenmaterial war Dyract. Jeder Versuch wurde dreimal durchgeführt.
Die Auswertung folgte dem unter 2.5.1 bereits beschriebenen Schema. Ausgewertet wurden nur die Versuchsreihen 2 und 3.

2.5.3 Variation der Drehzahlfrequenz

Um Erkenntnisse über den Einfluß des Parameters Umdrehungsgeschwindigkeit auf das Reibungs- und Verschleißverhalten zu gewinnen, wurden Drehzahlvariationen durchgeführt.

Nach abgeschlossenem „running-in" unter Standardbedingungen wurde jeweils nach Erreichen des „steady-states" die Umdrehungsgeschwindigkeit geändert. Folgende Umdrehungszahlen wurden getestet: 5, 10, 15, 30, 60, 120, 180, 240 U/min. In Anlehnung an die Versuche aus 2.5.2 wurde zur Überprüfung, inwieweit die vorhergehenden Geschwindigkeiten die nachfolgenden beeinflussen, nach 240 U/min die Geschwindigkeit wieder auf die anfängliche Frequenz von 60 U/min abgesenkt.
Da die zu Beginn des Versuches gemessenen Daten für die Frequenz von 1 Hz teilweise nicht exakt mit denen am Ende des Vesuches übereinstimmten, mußte der Versuchsansatz geändert werden. Ein Versuchsablauf, der der letzten Versuchsreihe der Normalkraftvariation entspräche, war in diesem Fall aufgrund der enormen

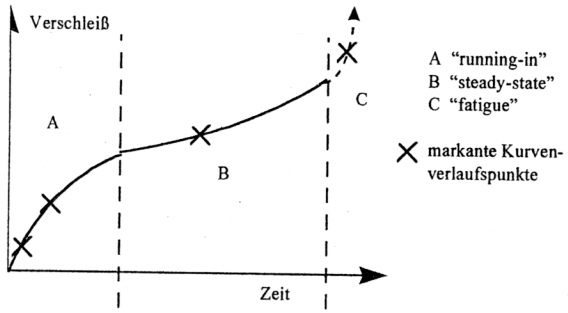
Variationsbreite mit einem zu großem Zeitaufwand verbunden. Deshalb wurden Umdrehungsgeschwindigkeiten unter 15 U/min ausgeklammert, da hier die Meßergebnisse zu starken Schwankungen unterworfen waren. Außerdem wurde in der 2. Versuchsreihe jeweils zwischen die einzelnen Geschwindigkeits-variationen eine 30-minütige Sequenz mit einer Umdrehungsgeschwindigkeit von 60 U/min dazwischengeschaltet. Aufgrund der konstant niedrigen Last sollte der Einfluß der vorhergegangenen Variation auf die nachfolgende nicht die extrem großen Ausmaße annehmen, die bei den Lastvariationen zu beobachten waren. Außerdem sollte diese 30-minütige Ruhesequenz mit einer Drehzahl von 60 U/min ausreichen, um den Ausgangszustand der Oberfläche, der direkt nach dem „running-in" vorliegt, wiederherzustellen.

Das Testmaterial war Dyract. Jeder Versuch wurde dreimal durchgeführt. Die Auswertung erfolgte wie unter 2.5.1 bereits beschrieben.

2.5.4 Testdauervariation

Langzeitversuche an der „pin-on-disc"-Maschine schienen annähernd identische Verschleißkurvenverläufe aufzuweisen, welche die drei Phasen „running-in", „steady-state" und „fatique" umfassen (siehe Abb. 2.6, Czichos, 1992)). Anhand dieser Versuchsreihe sollte herausgefunden werden, inwieweit diese Verlaufakurven bei dem Kompomer Dyract zu beobachten sind und inwiefern sich diese Beobachtungen mit den REM-Aufnahmen näher erklären lassen. Es sollten Rückschlüsse auf die vorhandenen Verschleißmechanismen gezogen werden können.
Mit dem Kompomer Dyract wurde ein Langzeitversuch unter Standardbedingungen durchgeführt. Anhand der Meßkurven wurden drei markante Kurvenverlaufspunkte ausgewählt und deren x-Werte (= Zeitachse) ermittelt (siehe Abb. 2.6). Anschließend wurden drei weitere Versuche unter Standardbedingungen durchgeführt. Jeder Versuch wurde an einem der ermittelten Zeitwerte abgebrochen. Hieraus resultierten Proben mit Endlaufzeiten von 2 min, 2 h, 8 h und 24 h.

Abb 2.6 Charakteristisches Schema eines Verschleiß-Zeit-Diagrammes nach Czichos (1992)



Diese Proben wurden von ihren Probenhaltern abgelöst und ein Kreissegment von ca. 20° herausgeschnitten. Das Probensegment wurde 5 min besputtert, nachdem es im Ultraschallbad (3 min) und unter dem Dampfstrahler gesäubert und auf speziell für das Raster-Elektronen-Mikroskop angefertigte Probenhalter aufgebracht worden war. Danach wurden die so vorbehandelten Proben im Raster-Elektronen-Mikroskop untersucht. Anhand der Beschaffenheit der Probenoberfläche sollten Erkenntnisse über das zeitliche Auftreten und die Art der vorliegenden Verschleißmechanismen gewonnen werden.

Im Anschluß hieran wurde ein zusätzlicher Langzeitversuch mit dem neu auf dem Markt erschienenen Kompomer Dyract AP durchgeführt, um die Weiterentwicklung von Dyract HF zu Dyract AP untersuchen zu können. Die Auswertung der beiden Langzeitversuche erfolgte wie unter 2.5.1 beschrieben.

2.4.5 Langzeitversuche

In dieser Versuchsreihe wurden 21 experimentelle Komposite getestet, welche systematische Variationen bezüglich ihrer Materialzusammensetzung aufwiesen.

Anhand dieser experimentellen Materialien wurde der Einfluß der Füllkörpergröße, der Füllkörpermenge und der Matrixzusammensetzung auf die Reibungskraft und das Verschleißverhalten der jeweiligen Stoffe untersucht.

Die Komposite 13-29 werden im folgenden mit C13, C14,...,C29 bezeichnet. In den Tabellen 2.2., 2.3 und 2.4 wurden die Zusammensetzung dieser experimentellen Materialien laut Herstellerangaben wiedergegeben. Alle Komposite waren lichthärtend.

Die Komposite C13 - C17 differierten bezüglich ihres Füllstoffgehaltes (63 Gew.% - 22 Gew.%) bei gleichbleibender Füllkörpergröße von 1 µm. Die Komposite C18 - C22 wiesen

die gleiche Variation der Füllkörper wie die Komposite C13 - C17 auf, jedoch bei einer Füllkörpergröße von 13,7 µm. Innerhalb der Komposit-Gruppe C23 - C29 wurde die Matrixzusammensetzung systematisch variiert, v.a. in Hinsicht auf den Gehalt von Bz-Methacrylat (0 Gew.% - 3,61 Gew.%).

Weiterhin wurden die experimentellen Komposite C1 - C5 (siehe 2.5.1), welche ebenfalls in ihrer Füllkörpermenge und Füllkörpergröße variierten, in diesen Untersuchungsabschnitt miteinbezogen.

Jedes der 21 Materialien wurde einem Langzeitversuch unter Standardbedingungen von 24 h Dauer unterzogen. Nach Beendigung der Versuchsreihe wurde der Abrasionsverlust der einzelnen Antagonisten wie in 2.5.4 beschrieben ermittelt und die getesteten Materialproben nach den unter 2.5.4 angegebenen Kriterien unter dem Rasterelektronen-mikroskop untersucht.

Tab. 2.2 Übersicht über die Zusammensetzung der experimentellen KompositeC13-C17

in Gew.%	Komp 13	Komp 14	Komp 15	Komp 16	Komp 17
Nupol	14,21	18,81	22,99	27,17	31,35
RM3	12,64	16,73	20,44	24,16	27,88
SR205	6,80	9,00	11,00	13,00	15,00
Photoinitiator	0,33	0,42	0,51	0,61	0,70
Additive	0,03	0,05	0,06	0,07	0,07
GM27884 (1µm, sil)	63,00	52,00	42,00	32,00	22,00
HDK2000	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00

Tab. 2.3 Übersicht über die Zusammensetzung der experimentellen KompositeC18-C22

in Gew.%	Komp 18	Komp 19	Komp 20	Komp 21	Komp 22
Nupol	14,21	18,81	22,99	27,17	31,35
RM3	12,64	16,73	20,44	24,16	27,88
SR205	6,80	9,00	11,00	13,00	15,00
Photoinitiator	0,33	0,42	0,51	0,61	0,70
Additive	0,03	0,05	0,06	0,07	0,07
GM27884 (13,7µm, sil)	63,00	52,00	42,00	32,00	22,00
HDK2000	3,00	3,00	3,00	3,00	3,00

Tab. 2.4 Übersicht über die Zsammensetzung der experimentellen Komposite C23-C29

in Gew.%	Kom.23	Kom. 24	Kom. 25	Kom.26	Kom.27	Kom. 28	Kom. 29
Nupol	7,57	7,38	7,19	7,00	6,82	6,44	6,06
RM3	6,70	6,53	6,37	6,20	6,03	5,70	5,37
SR205	3,63	3,53	3,44	3,35	3,26	3,08	2,90
Bz-Methacry-lat	0,00	,046	0,90	1,36	1,80	2,71	3,61
Photoini-tiator	0,14	0,14	0,14	0,13	0,13	0,12	0,11
Additive	0,07	0,07	0,02	0,07	0,07	0,06	0,06
GM27884 (1µm,sil)	61,61	61,61	61,61	61,61	61,61	61,61	61,61
Sphärosil 1.2 sil	14,39	14,39	14,39	14,39	14,39	14,39	14,39
OX50	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
YbF_3	14,89	14,89	14,89	14,89	14,89	14,89	14,89

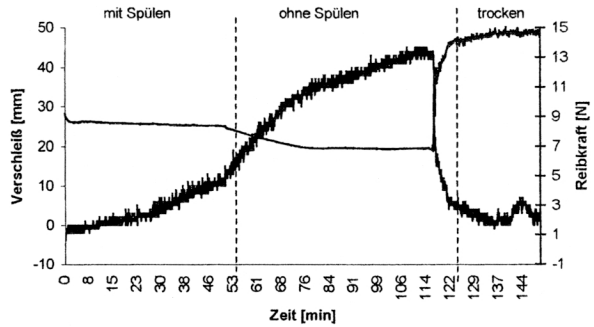
Die rechnerische Auswertung der erhaltenen Verschleiß- und Reibungsdaten im Datenbereich von Stunde 22 bis Stunde 24 folgte dem Schema aus 2.5.1.

3 Ergebnisse

3.1 Variation des Umgebungsmediums

Bei der Versuchsreihe mit dem Kompomer Dyract HF, in der unterschiedliche Umgebungsmedien getestet wurden, konnten verschiedene Reibungs- und Verschleißwerte beobachtet werden. Abbildung 3.1 zeigte eine für diese Versuchsreihe charakteristische Graphik nach abgeschlossenem „running-in".

Abb. 3.1 Variation des Umgebungsmediums mit Dyract HF



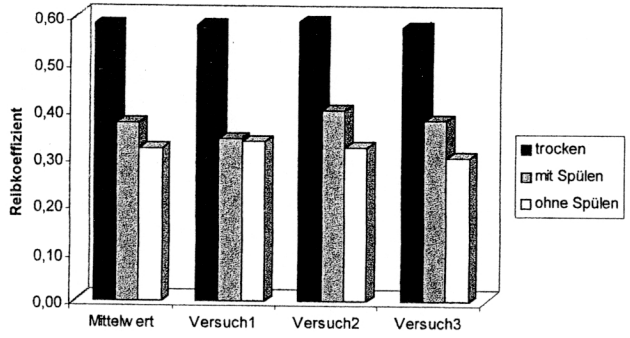
Die Reibungskraftkurve sank nach Abschalten der Pumpanlage ab. Nach völligem Entfernen des Wassers stieg die Reibungskraft rapide an. Außerdem nahm die Streuung der Meßwerte aufgrund des hier auftretenden „stick-slip"-Phänomens deutlich zu (siehe Abb. 3.1). Aussagen über die Größe der Verschleißrate ließen sich an dieser Stelle nur schwerlich ersehen, da hierzu nicht die absolute Höhe des Verschleißes entscheidend war, sondern die Steigung der dargestellten Verschleißkurve. Die berechneten Verschleißraten und Reibungskoeffizienten wurden in Tabelle 3.1 zusammengefaßt.

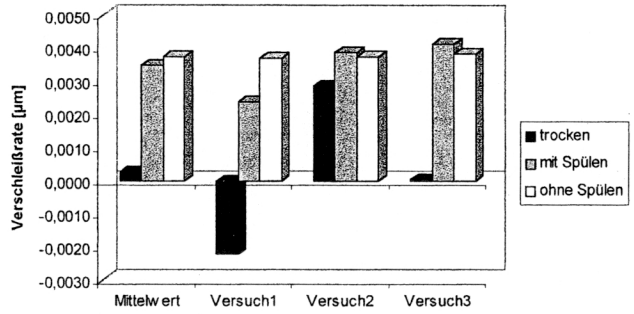
Tabelle.3.1 Daten zur Umgebungsmediumvariation mit Dyract HF

Reibkoeffizient	Mittelwert	Versuch1	Versuch2	Versuch3
-trocken	0,58	0,58	0,59	0,58
-mit Spülen	0,38	0,34	0,40	0,38
-ohne Spülen	0,32	0,34	0,32	0,30
Verschleißrate	Mittelwert	Versuch1	Versuch2	Versuch3
-trocken	0,0002	-0,0022	0,0029	0,0000
-mit Spülen	0,0035	0,0024	0,0039	0,0041
-ohne Spülen	0,0038	0,0037	0,0038	0,0038

Die Mittelwerte der Verschleißraten waren für den Versuchsabschnitt „trocken" am niedrigsten. Der Versuchsabschnitt „ohne Spülen" wies einen mehr als zehnmal so großen Mittelwert der Verschleißrate auf. Die Verschleißrate, die für den Versuchsabschnitt „mit Spülen" ermittelt wurde, lag zwischen beiden Werten, war jedoch nur geringgradig niedriger als die Verschleißrate „ohne Spülen". Die berechneten Reibungskoeffizienten waren zum Ranking der Verschleißrate indirekt proportional (siehe Abb. 3.2). Der hohe Reibungskoeffizient sowie die äußerst niedrige Verschleißrate bei trockenem Umgebungsmedium schien auf die auftretenden „stick-slip"-Phänomene zurückzuführen zu sein, welche an der starken Streuung der Verschleiß-Meßwerte zu erkennen waren (siehe Abb. 3.1).

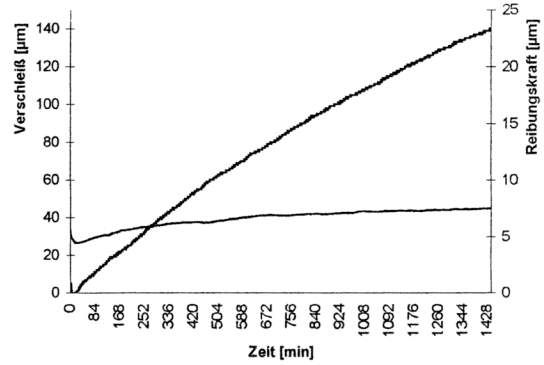
Abb. 3.2 Diagramme zur Umgebungsmediumvariation mit Dyract HF





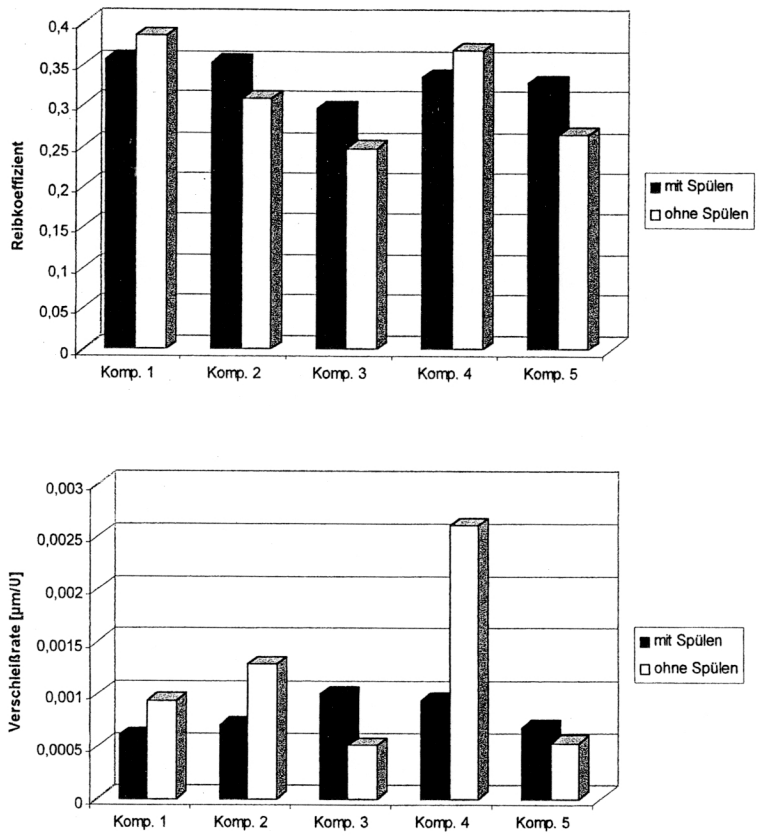
Darauffolgend wurden je zwei Langzeitversuche mit den experimentellen Kompositen C1-C5 durchgeführt. Die erste Versuchsreihe lief ohne Pumpsystem, die zweite Versuchsreihe befaßte sich mit den Auswirkungen des Pumpsystems auf die getesteten Komposite.
Abb. 3.3 zeigt einen für die Versuche repräsentativen Kurvenverlauf eines Langzeitversuchs mit einem der experimentellen Komposite.

Abb. 3.3 Langzeitversuch mit dem Komposit 3



Aus den Verschleißraten und den Reibungskoeffizienten der fünf Versuche „mit Spülen" und der fünf Versuche „ohne Spülen" war keine eindeutige Korrelation zu erkennen (siehe Abb. 3.4 und Tab. 3.2).

Abb. 3.4 Diagramme zu den Langzeitversuchen der Milieuvariation



Tab. 3.2 Daten zu den Langzeitversuchen der Milieuvariation

Verschleißrate	**Komp. 1**	**Komp. 2**	**Komp. 3**	**Komp. 4**	**Komp. 5**
-mit Spülen	0,00061	0,00071	0,001	0,00094	0,00068
-ohne Spülen	0,00094	0,00129	0,00051	0,00261	0,00053
Reibungskoeffizient					
-mit Spülen	0,357	0,353	0,296	0,335	0,328
-ohne Spülen	0,386	0,308	0,248	0,368	0,264

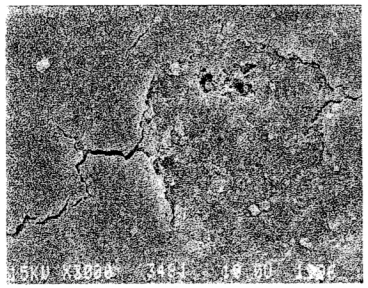


Abb. 3.5 Komposit C1, ohne Spülen (3000x)

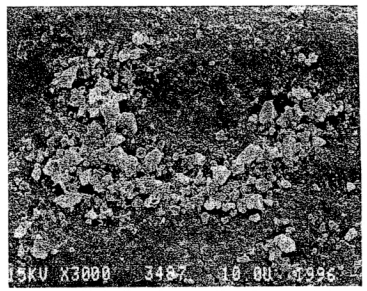


Abb. 3.6. Komposit C2, ohne Spülen (3000x)

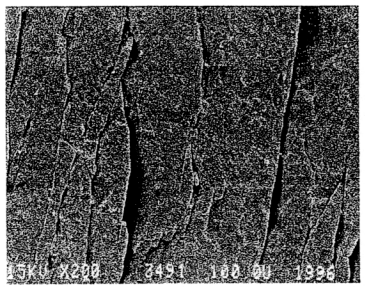


Abb. 3.7 Komposit C3, ohne Spülen (200x)

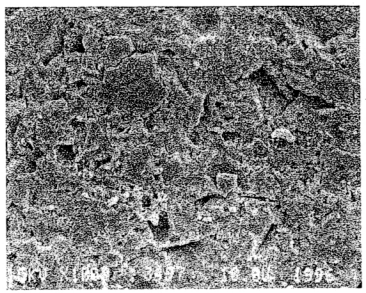


Abb. 3.8 Komposit C4, ohne Spülen (1000x)

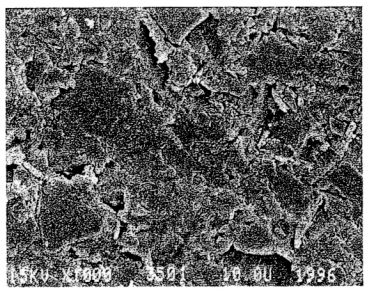


Abb. 3.9 Komposit C5, ohne Spülen (1000x)

Die Aussagen der vorangegangenen Versuchsreihe konnten in dieser Versuchsreihe nicht bestätigt werden. Bei drei der fünf verglichenen Paare in bezug auf die Höhe der Reibungskoeffizienten und der Verschleißraten konnte dieselbe Korrelation wie bei der Versuchsreihe mit Dyract HF festgestellt werden (C1, C2 und C4). Zwei der Vergleichspaare wiesen jedoch eine genau entgegengesetzte Korrelation auf (C3 und C5). Diese Gruppen ließen sich leider nicht anhand identischer Eigenschaften, wie z.B. ihrer Füllkörpergröße oder ihres Füllkörpergehaltes erklären.

Die Oberflächenstrukturen der einzelnen Komposite der Versuchsanordung „mit Spülen" (Abb. 3.34-3.42) glichen denen der Versuchsanordnung „ohne Spülen" (Abb. 3.5-3.9). Das Komposit C3 wies bei dem Versuch „ohne Spülen" ein immens größeres Oberflächenversagen als bei dem Versuchsaufbau „mit Spülen" (siehe Abb. 3.7 und Abb. 3.38) auf. Die Abbildung 3.6 zeigte deutlich die immense Ansammlung von Verschleißpartikeln auf der Spuroberfläche, die aufgrund der fehlenden Spülung nicht abtransportiert werden.

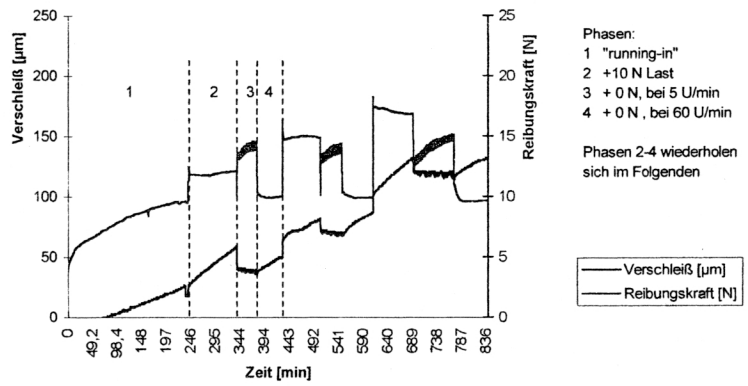
Bei beiden Versuchsreihen konnte, sobald das Pumpsysten nicht in Betrieb genommen war, eine immens erhöhte Ansammlung von Verschleißpartikeln beobachtet werden. Dies war deutlich an der Eintrübung des Wassers im Becken der „pin-on-disc"-Maschine zu erkennen.

3.2 Variation der Normalkraft

Die Ergebnisse der 1. Versuchsreihe wurden nicht weiterverfolgt.

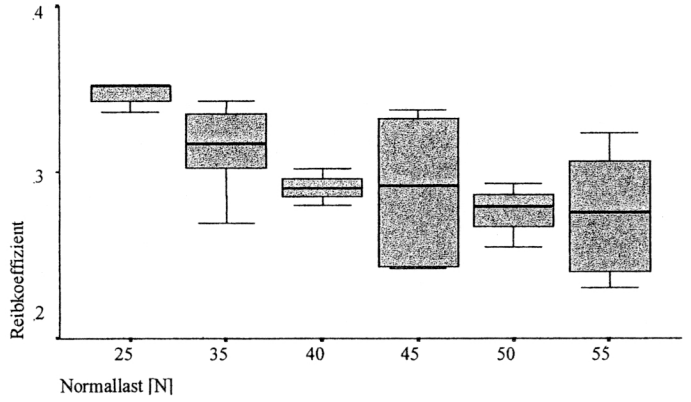
Der prinzipielle Versuchsablauf einer Lastvariation der 2. Versuchsreihe (N=6) ist in Abb. 3.10 dargestellt. Nach abgeschlossenem „running-in" wurde eine Last appliziert, danach folgte eine Rückstellphase mit Drehzahlgeschwindigkeiten von 5 und 60 U/min. Im folgenden wurden die Phasen 2-4 mit Lasten von 45-55 N ausgeführt. Die Lastvariationen der 3. Versuchsreihe wurden nach dem Applizieren der Last beendet und ein neuer Versuch mit erhöhter Last gestartet. Die Graphik der Meßwerte (Abb. 3.10) zeigte, daß bei steigender Last die Reibungskraft tendentiell anstieg. Dies ließ jedoch noch keine Rückschlüsse auf den Reibungskoeffizienten zu, da dieser in Relation zur jeweiligen applizierten Last steht. Aussagen über die Änderung der Verschleißrate waren zu diesem Zeitpunkt ebenfalls noch nicht möglich. Phase 4 zeigte die Rückstellphase des Kompomers (siehe Abb. 3.10).

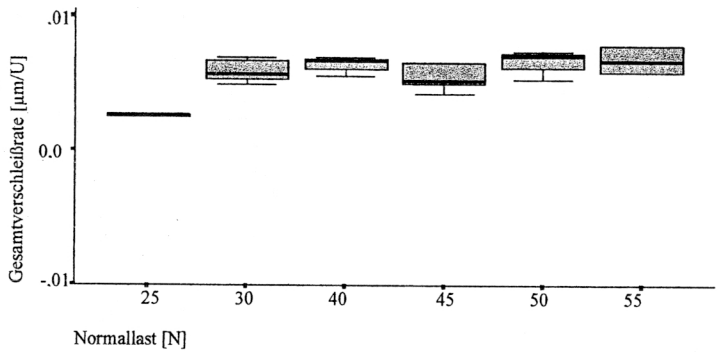
Abb. 3. 10 Variation der Normalkraft



Die erhaltenen Daten der 1. Versuchsreihe stimmten mit denen der 2. Versuchsreihe mit Ausnahme der Verschleißrate bei einer Last von 45 N in etwa überein (siehe Tab. 3.3). Im weiteren Verlauf konnten deshalb die Werte beider Versuchsreihen zusammengefaßt interpretiert werden.

Abb 3.11 Diagramme zur Normallastvariation





Bei steigender Normalkraft (=Last) stieg die Verschleißrate tendentiell an. Der Reibungskoeffizient korrelierte indirekt mit der applizierten Last und der Verschleißrate (siehe Abb. 3.11) . Das Ansteigen der Verschleißrate bei höherer applizierter Last deckte sich mit den Ergebnissen von Rice (1984) und McKinney (1982).

Tab. 3.3 Daten zur Normalkraftvariation

Gesamtlast [N]	**25**	**35**	**40**	**45**	**50**	**55**
Verschleißrate [µm/U]						
Versuchsreihe 1	0,0027	0,0055	-	0,0049	-	0,0067
Versuchsreihe 2	0,0027	0,0064	0,0064	0,0071	0,0067	0,0075
Versuchsreihe 1+2	0,0027	0,0059	0,0064	0,0060	0,0067	0,0071
Reibkoeffizient						
Versuchsreihe 1	0,35	0,33	-	0,33	-	0,31
Versuchsreihe 2	0,35	0,30	0,29	0,25	0,28	0,24
Versuchsreihe 1+2	0,35	0,31	0,29	0,29	0,28	0,28

3.3 Variation der Drehzahlfrequenz

Die Umdrehungsgeschwindigkeit wurde systematisch von 5 U/min bis 240 U/min variiert. In der 2. Versuchsreihe wurden Ruhepausen von 60 U/min zwischen jede Geschwindigkeitsvariation eingeschoben.

Abbildung 3.12 zeigt einen Versuch der 1. Versuchsreihe (N=6), Abbildung 3.13 einen Versuch der 2. Versuchsreihe (N=6). Die wiederholt auftretenden Frequenzen von 60

U/min wiesen alle einen identischen Reibungskraftwert auf, und dienten somit als wichtigstes Mittel zur Kontrolle der Beeinflussung der einzelnen Testabschnitte untereinander.

Abb. 3.12 1. Versuchsreihe der Drehzahlvariation

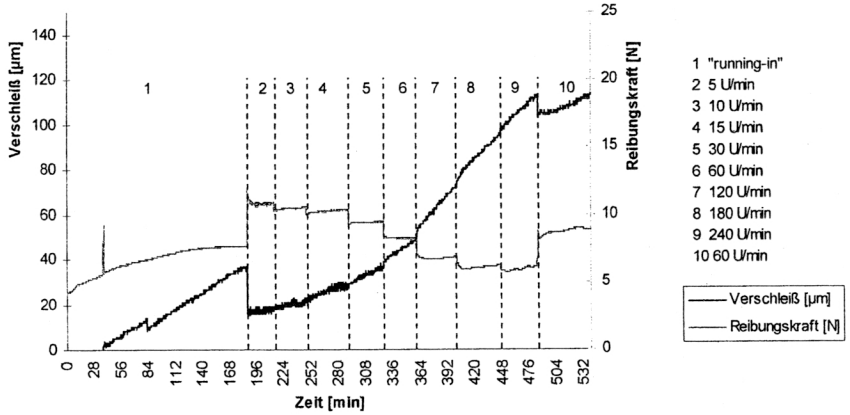
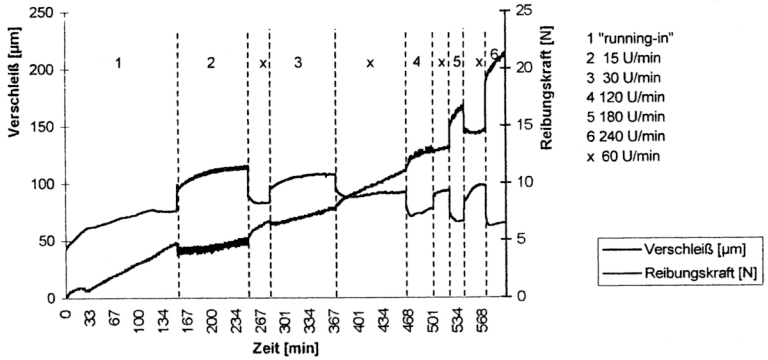


Abb. 3.13 2. Versuchsreihe der Drehzahlvariation



Die Ergebnisse beider Versuchsreihen stimmten überein, d.h. eine Beeinflussung der vorausgehenden Versuchsabschnitte auf die folgenden konnte ausgeschlossen werden

(siehe Tab. 3.4). Im Weiteren wurden die Meßwerte beider Versuchsreihen zusammengefaßt interpretiert.

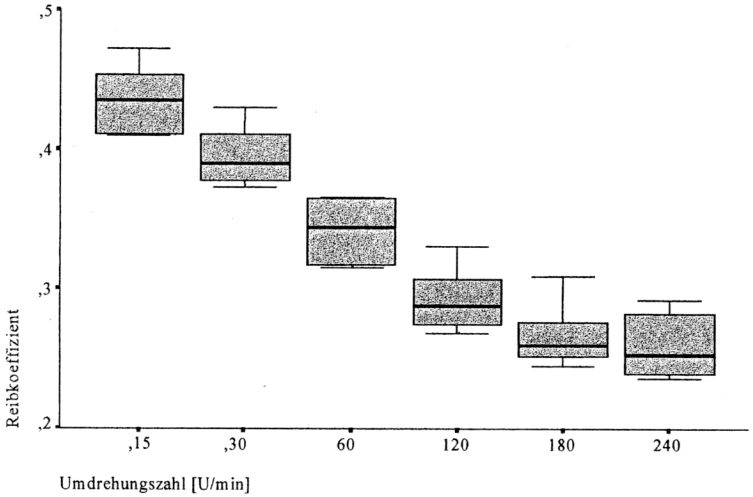
Tab. 3.4 Daten zur Drehzahlvariation

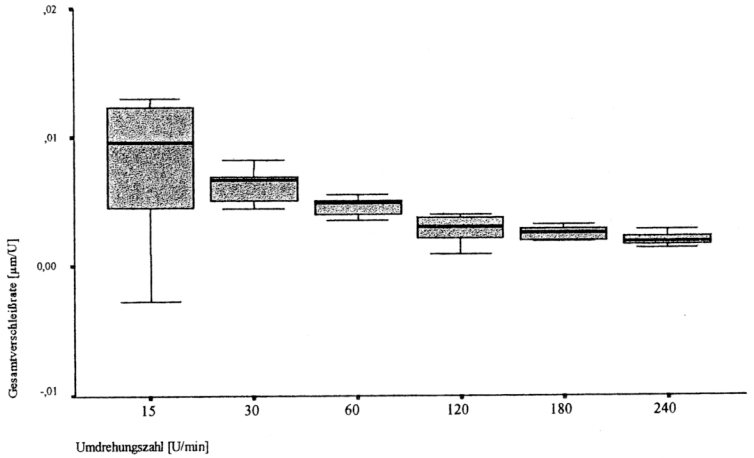
Drehzahl [U/min]	**15**	**30**	**60**	**120**	**180**	**240**
Verschleißrate [µm/U]						
Versuchsreihe 1	0.0111	0.0073	0.0046	0.0036	0.0023	0.0018
Versuchsreihe 2	0.0043	0.0053	0.0047	0.0021	0.0027	0.0022
Versuchsreihe 1+2	0.0077	0.0063	0.0046	0.0028	0.0025	0.0020
Reibkoeffizient						
Versuchsreihe 1	0.44	0.38	0.33	0.28	0.25	0.24
Versuchsreihe 2	0.45	0.41	0.35	0.31	0.28	0.28
Versuchsreihe 1+2	0.44	0.40	0.34	0.29	0.27	0.26

Bei steigender Umdrehungsgeschwindigkeit sank die Verschleißrate, sowie der Reibungskoeffizient, ab. In Abbildung 3.14 wurde dieser Verlauf dargestellt.

Das Ansteigen der Verschleißrate in direkter Korrelation zur Umdrehungsgeschwindigkeit stand im Gegensatz zu den Ergebnissen von Rice (1984). Rice konnte keine Veränderung der Verschleißrate bei erhöhter Umdrehungsgeschwindigkeit feststellen.

Abb. 3.14 Diagramme zur Drehzahlvariation

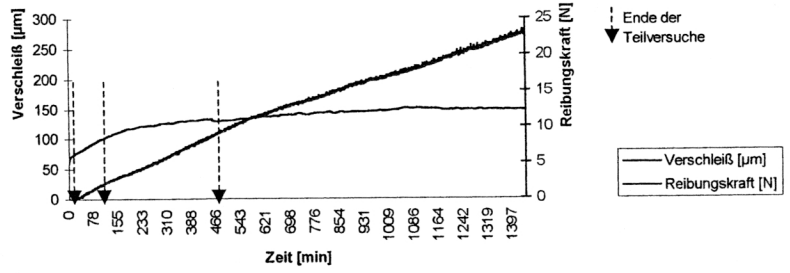




3.4 Variationen der Testdauer

Das Probenmaterial Dyract HF wurde in Testläufen mit Laufzeiten von 2 min, 2 h, 8 h und 24 h Dauer genauer untersucht.

Abb. 3.15 Langzeitversuch mit Dyract HF



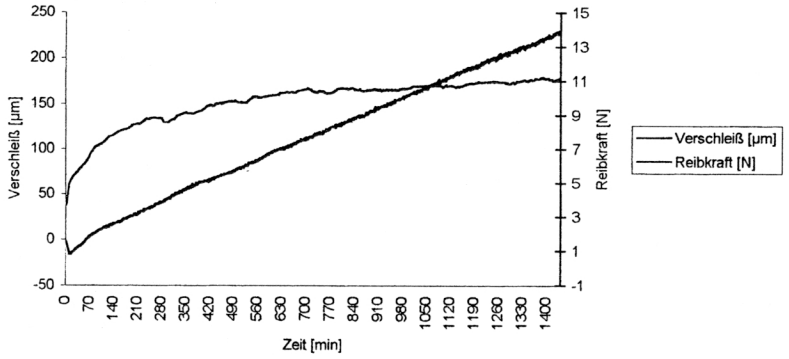
In Abbildung 3.15 wurde der Verlauf des 24-h-Testlaufes dargestellt. Die Zeitpunkte, zu denen die restlichen Testläufe abgebrochen wurden, sind in dieser Graphik mit Pfeilen markiert.

Die REM-Aufnahmen der einzelnen Stadien zeigten den Zustand der Spurrillenoberfläche am Ende des jeweiligen Testlaufs (siehe Abb. 3.16–Abb. 3.19).

Aus den Abbildungen der REM-Aufnahmen war ersichtlich, daß sich die Oberflächenstrukturen der Proben mit einer Laufzeit von bis zu 8 h im Wesentlichen nicht unterschieden (siehe Abb. 3.17-Abb. 3.19). Die Proben zeigten Oberflächen mit unregelmäßig geformten, gleichmäßig großen, kantigen Partikeln. Über die ganze Fläche hinweg fanden sich Löcher mit kantigen Umrissen, die wohl von herausgerissenen Füllkörpern stammten. Partiell waren auch plangeschliffene Partikeloberflächen zu finden. Es fiel auf, daß auf der Oberfläche des 2-min-Laufes vereinzelt ebensolche Schollen wie beim 24-h-Lauf zu finden waren (siehe Abb. 3.16 und Abb. 3.19). Auf den Oberflächen des 2-h- und des 8-h-Laufes konnte keinerlei Schollenbildung erkannt werden.

Die Oberfläche des 24-h-Laufes war nahezu bedeckt mit an ihren Oberflächen plan geschliffenen Schollen (siehe Abb. 3.19). Die meisten der Partikel waren genau in ihren Grenzen zu erkennen, teilweise mit deutlichen Spalten zwischen den einzelnen Partikeln, d.h. der Verbund zwischen den Füllern und der sie umgebenden Matrix schien extrem locker zu sein. Dies konnte besonders bei den Versuchen mit einer Laufzeit von bis zu 8 h beobachtet werden. Bei dem 24-h-Lauf erschien die Oberfläche eher aus Partikelkonglomeraten zu bestehen, deren innere Abgrenzungen schwer erkennbar waren, wohingegen zwischen und unter den Schollen extrem große Risse zu sehen waren.

Abb. 3.16 Langzeitversuch mit Dyract AP



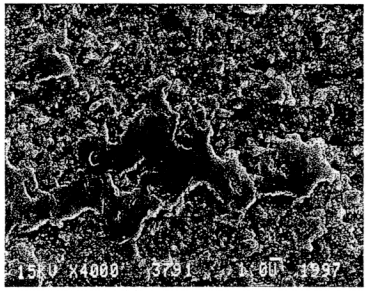


Abb. 3.17 Dyract HF, Testdauer: 2 min (4000x)

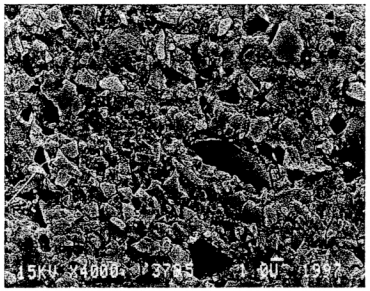


Abb. 3.18. Dyract HF, Testdauer: 2 min (4000x)

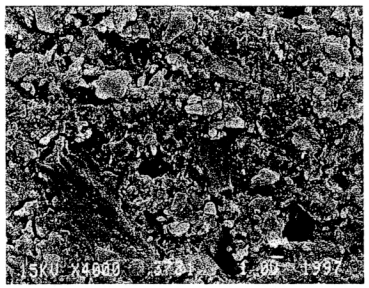


Abb. 3.19 Dyract HF, Testdauer 2 h (4000x)

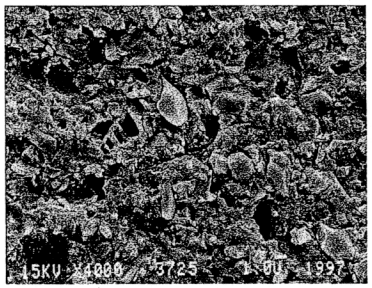


Abb. 3.20 Dyract HF, Testdauer 8 h (4000x)

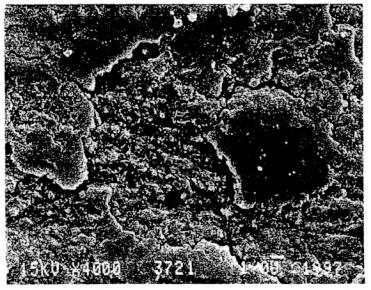


Abb. 3.21 Dyract HF, Testdauer 24 h (4000x)

Im Anschluß hieran wurde der Verschleißverlauf anhand zweier 24 h-Testläufe von Dyract HF und Dyract AP verglichen (siehe Abb.3.12 und Abb. 3.20).
In Tabelle 3.6 wurden die ermittelten Daten zu beiden Dyract-Varianten wiedergegeben.

Tab. 3.6 Daten zu den Langzeitversuchen mit Dyract HF und Dyract AP

	VR gesamt	VR Antagonist	VR Probe	Reibkoeffizient
DyractAP	0,0026	0	0,0026	0,44
DyractHF	0,0031	0,0014	0,0017	0,50

Erläuterung: VR: Verschleißrate in µm/U

Dyract AP wies eine niedrigere Verschleißrate und einen niedrigeren Verschleiß-koeffizienten auf. Die Ermittlung der Antagonistenverschleißrate bei Dyract HF war nicht möglich, da nach erfolgtem „matching" keine eindeutig definierbare Abrasionsfläche vorlag. Demzufolge war die Verschleißrate der Probe ebenfalls nicht relevant.

3.5 Langzeitversuche

21 experimentelle Komposite, welche Variationen bezüglich der Größe ihrer Füllkörper, der Menge ihrer Füllkörper und ihrer Matrixzusammensetzung aufwiesen, wurden systematisch untersucht. Die Graphen der Versuche glichen im Prinzip Abbildung 3.3 und wurden daher nicht extra dargestellt.
Die experimentellen Materialien konnten in 5 Gruppen unterteilt werden.

1. **C1,C2,C3:** Variationen der Füllkörpermenge von 75, 55 und 35 Gew.% bei einer Füllkörpergröße von 1 µm
2. **C1, C4, C5:** Variationen der Füllkörpergröße von 1 µm, 6 µm und 15 µm, bei einer Füllkörpermenge von 75 Gew.%.
3. **C13-C17:** Variationen der Füllkörpermenge von 75-22 Gew.% bei einer Füllkörpergröße von 1 µm
4. **C18-C22:** Variationen der Füllkörpermenge von 75-22 Gew.% bei einer Füllkörpergröße von 13,7 µm

5. **C23-C29:** Variationen der Matrixzusammensetzung, v.a des Bz-Methacrylat-Anteils von 0-3,61 Gew.%

Im Wesentlichen wurden drei Komponenten der inhaltlichen Zusammensetzung der einzelnen Komposite variiert:

a) Füllkörpermenge
b) Füllkörpergröße
c) Gehalt an Bz-Methacrylat

Es konnten folgende Ergebnisse beobachtet werden:

a) Füllkörpermenge:

Gruppe 1:

Hierbei handelte es sich um Komposite mit steigendem Füllkörpergehalt von C3 nach C1 bei einer einheitlichen Füllkörpergröße von 1 µm. Mit zunehmendem Füllkörpergehalt sank sowohl die Gesamtverschleißrate als auch die Verschleißrate der Probe, wobei der Reibungskoeffizient und die Verschleißrate des Antagonisten anstiegen (siehe Abb. 3.22-Abb.3.25). Die abnehmende Gesamtverschleißrate der Proben von C1 nach C3 korrelierte mit der gemessenen von C1 nach C3 sinkenden Vickershärte (siehe Tab. 3.7).

Abb. 3.22 Gesamtverschleißraten von C1-C5

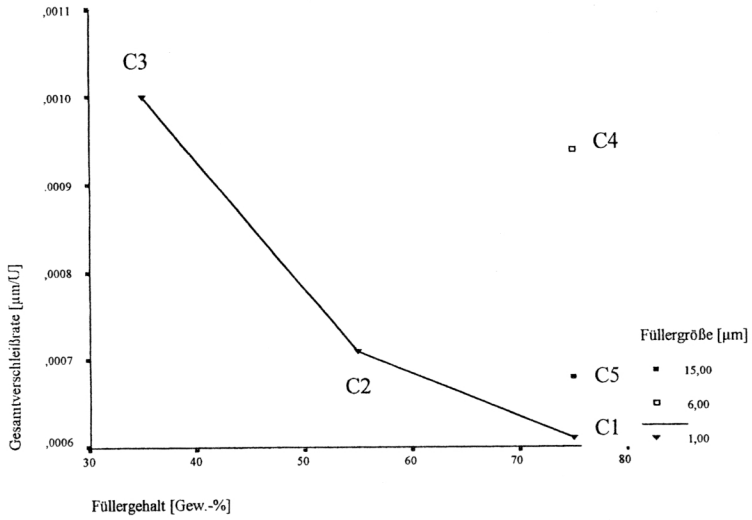


Abb. 3.23 Reibungskoeffizient der Probe von C1-C5

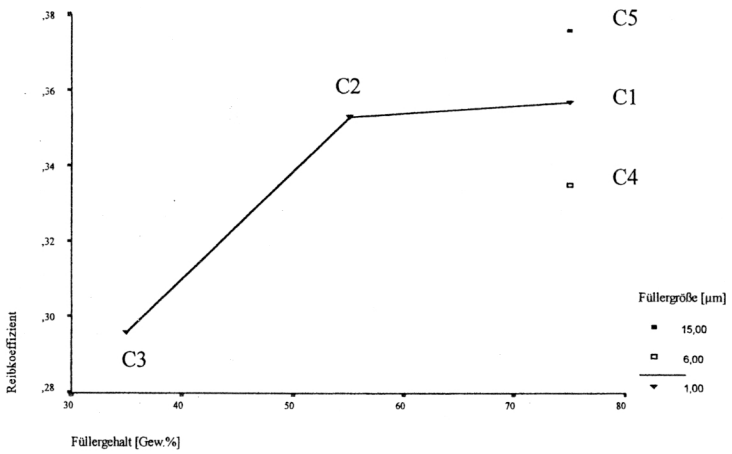


Abb. 3.24 Verschleißrate der Probe von C1-C5

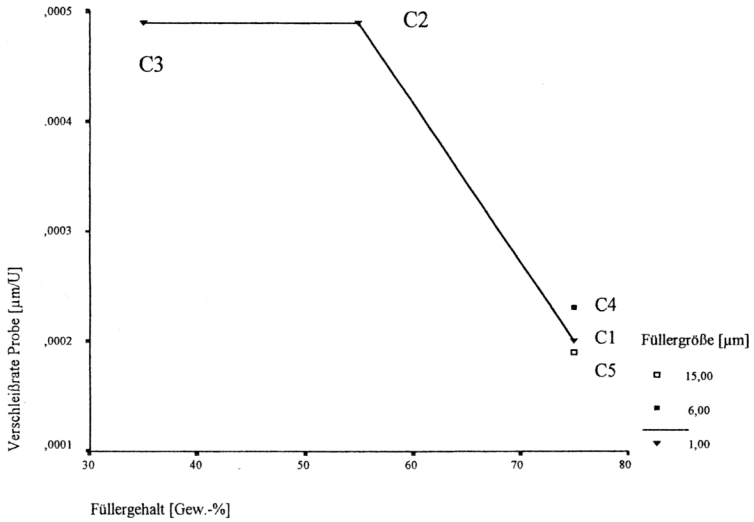
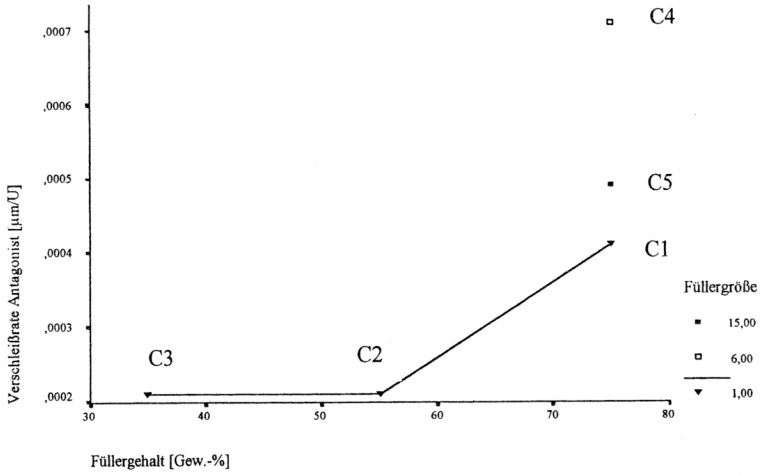


Abb. 3.25 Verschleißrate des Antagonisten von C1-C5



Gruppe 3:

Die Komposite variierten in ihrem Füllkörpergehalt von 63 Gew.-% bis 22 Gew.-% bei einer einheitlichen Füllkörpergröße von 1 µm. Diese Kompositvariation erlaubte einen Vergleich mit den Kompositen C1 bis C3 und mit den Kompositen C18 bis C22. Die Gesamtverschleißraten der verschiedenen Komposite ergaben im Diagramm eine nach oben hin geöffnete Parabel mit einem tiefsten Punkt bei einem Füllkörpergehalt von 42 %. Die Verschleißrate der Probe spiegelte diese Erkenntnisse wieder. Die Verschleißrate des Antagonisten nahm mit Zunahme des Füllkörpergehaltes zu. Der Reibungskoeffizient nahm ebenfalls tendentiell zu (siehe Abb. 3.26-3.29).

Gruppe 4:

Die Komposite wurden bei einer Füllkörpergröße von 13,7 µm hinsichtlich ihres fallenden Füllkörperanteils von C18 nach C22 variiert und erlaubten einen Vergleich mit Gruppe 1 und 3. Die Gesamtverschleißrate stieg bei steigendem Füllkörpergehalt an. Die Verschleißrate des Antagonisten und der Probe ebenfalls. Der zu niedrige Wert bei 55 Gew-% Füllkörpergehalt bei der Verschleißrate der Probe beruhte wohl eher auf einer falschen Berechnung des Antagonistenverschleißes aufgrund eines schlechten „matching" der Antagonistenabformungen. Der Reibungskoeffizient stieg ebenfalls an (siehe Abb. 3.26-Abb3.29).

Abb.3.26 Gesamtverschleißrate von C13-C22

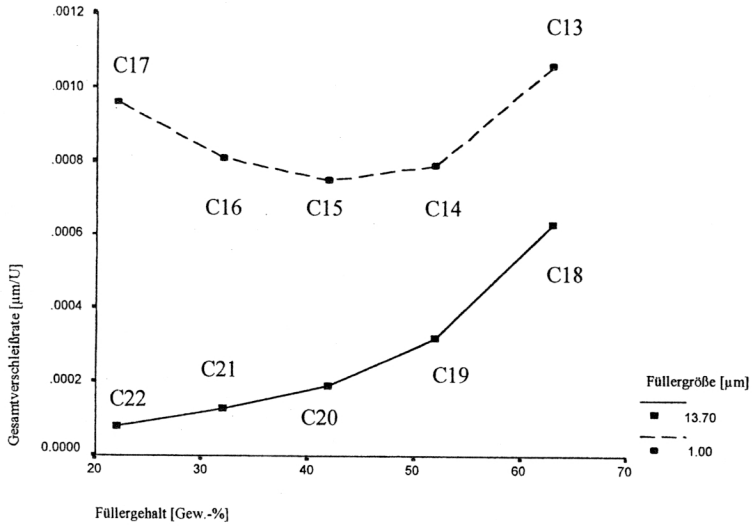


Abb.3.27 Reibungskoeffizient von C13-C22

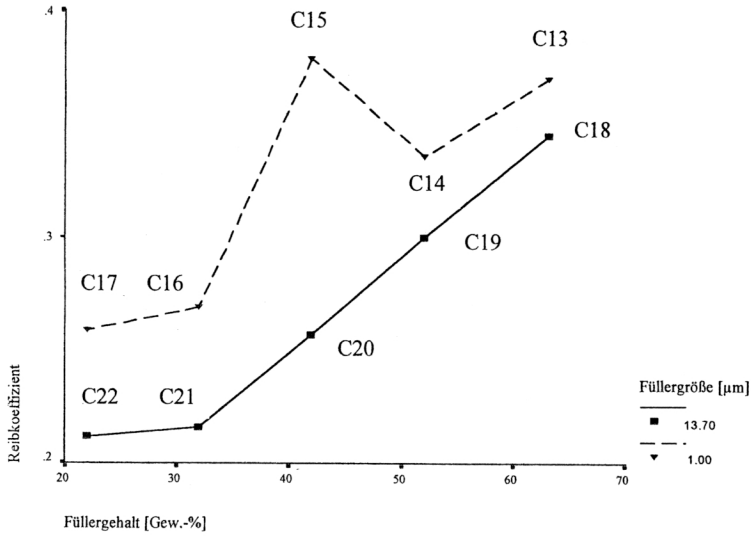


Abb. 3.28 Verschleißrate der Probe von C13-C22

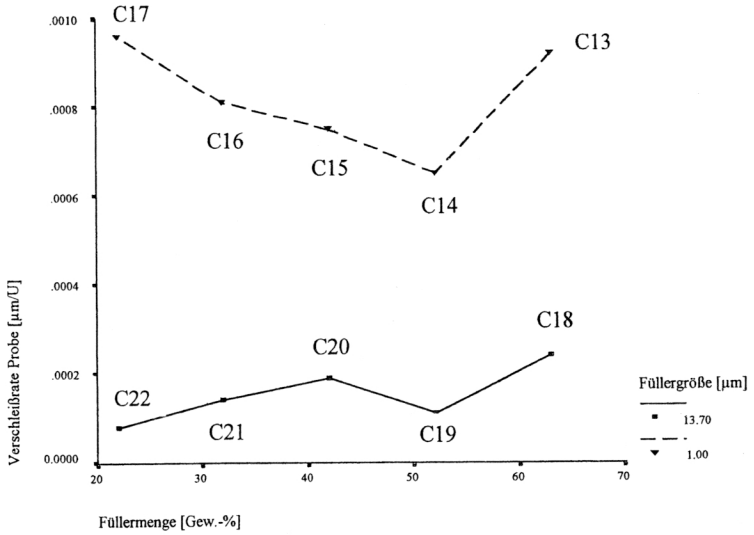


Abb. 3.29 Verschleißrate des Antagonisten von C13-C22

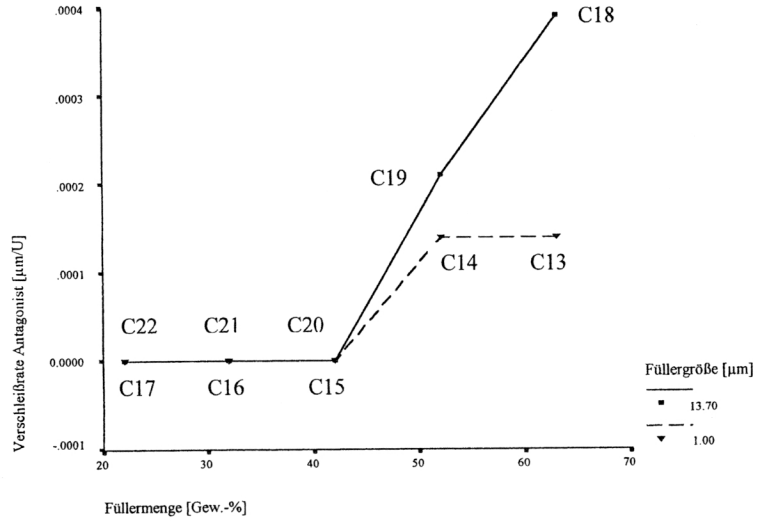


Abb. 3.30 Gesamtverschleißrate von C23-C29

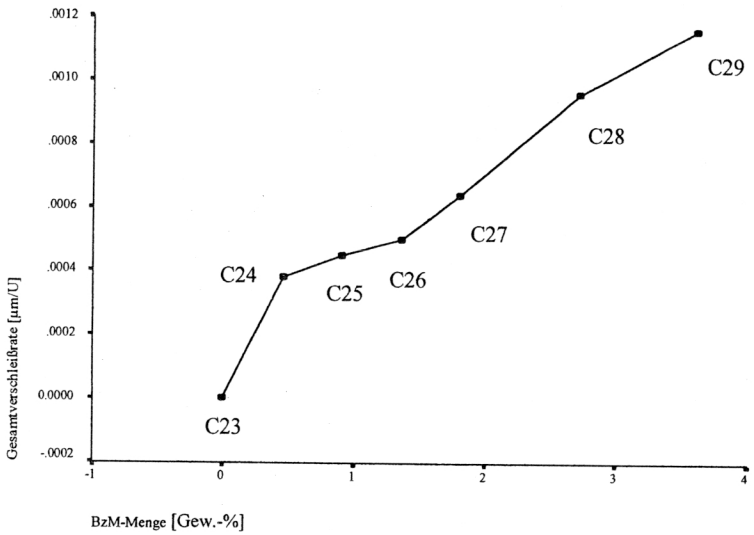


Abb. 3.31 Reibungskoeffizient von C23-29

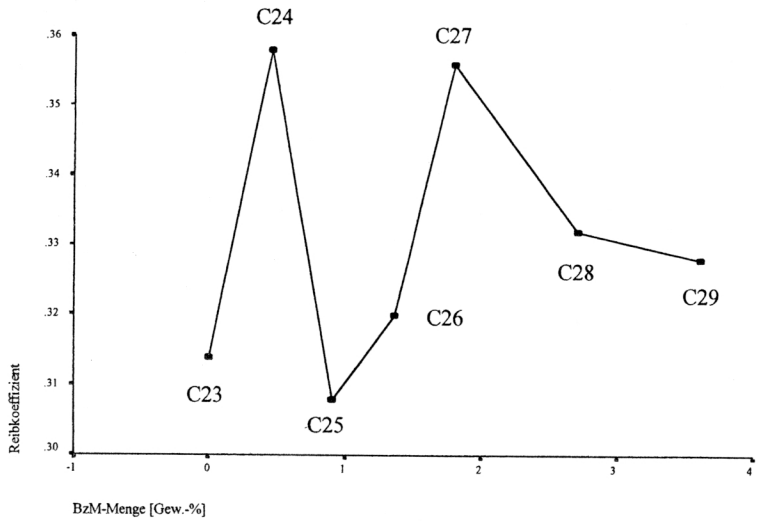


Abb. 3.32 Verschleißrate der Probe von C23-C29

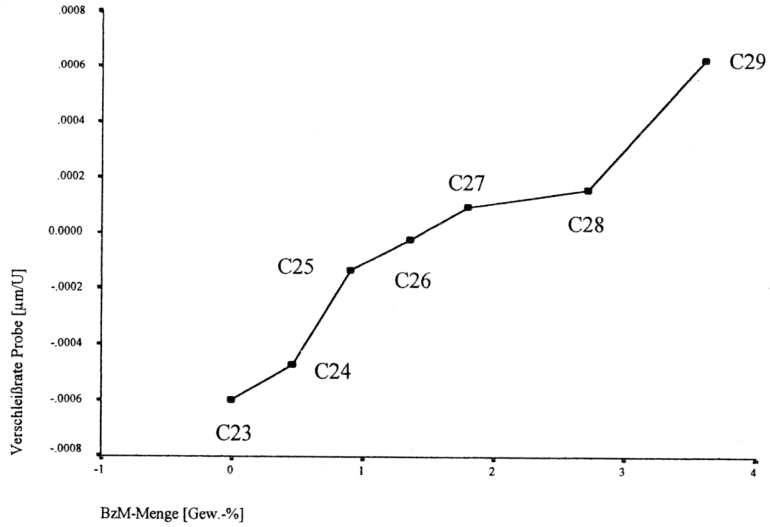
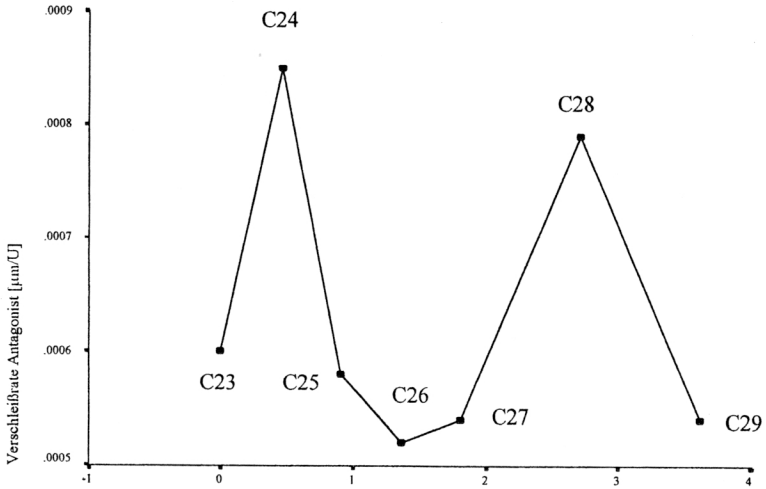


Abb. 3.33 Verschleißrate des Antagonisten von C23-C29



b) Füllkörpergröße:

Gruppe 2:

Die berechneten Werte dieser Gruppe wurden in den Abbildungen 3.22.-3.25 dargestellt. C1,C4 und C5 enthielten jeweils 75 Gew.% Füllkörper, wobei C1 eine Füllkörpergröße von 1 µm, C4 von 6 µm und C5 von 15 µm aufwies. Diese Gruppe zeigte folgendes Ranking bezüglich:

- Gesamtverschleißrate: C1<C5< C4
- Verschleißrate der Probe: C5< C1< C4
- Verschleißrate des Antagonisten C1< C5< C4
- Reibkoeffizient: C4< C1< C5

Die Gesamtverschleißrate und die Verschleißrate des Antagonisten waren direkt korreliert, wohingegen die Verschleißrate der Probe und der Reibungskoeffizient indirekt korrelierten. Das steigende Ranking der Vickers-Härte von C5 über C1 nach C4 stimmte mit der Abrasionsresistenz dieser Komposite überein: je weicher, desto abrasionsstabiler.

Vergleiche:

Vergleiche der Gruppe C13-C17 (Füllkörpergröße 1µm) mit der Gruppe C18-C22 (Füllkörpergröße 13,7 µm) ergaben, daß Komposite mit kleineren Füllkörpern eine 2-3 mal so hohe Verschleißrate aufwiesen wie Komposite mit größeren Füllkörpern. Der Reibungskoeffizient wies parallel zur Verschleißrate ebenfalls höhere Werte auf. Der Gegenverschleiß am Antagonisten fiel kleiner aus. Die Ergebnisse der 2. Gruppe untermauerten diese Erkenntnisse. Weiterhin schien jedoch eine mittlere Füllkörpergröße von 6 µm die schlechtesten Ergebnisse in Bezug auf die Verschleißfestigkeit zu liefern, wobei der ermittelte Reibungskoeffizient sich in das Ranking eingliederte. Die Abrasion des Gegenkörpers war ebenfalls extrem hoch.

c) Gehalt an Bz-Methacrylat:

Gruppe 5:

Innerhalb der Gruppe C23-C29 ließen sich nahezu keine Gesetzmäßigkeiten entdecken. C25 wies den geringsten Reibungskoeffizienten auf, C23 den höchsten. Die Gesamtverschleißrate stieg von C23 zu C29 kontinuierlich an. Die Berechnungen der Verschleißrate von Antagonist und Probe ergaben für C23-C26 keine sinnvollen Werte, somit konnten keine sinnvollen Verschleißraten dieser Proben berechnet werden. Zwischen

den mechanischen Eigenschaften und der Verschleißrate der Komposite C23-C29 konnte kein Zusammenhang gefunden werden (siehe Abb. 3.30 - Abb. 3.33).

Vergleiche:

Verglich man Gruppe C23-C29 mit dem Komposit C14, welches bezüglich der Matrixzusammensetzung hohe Parallelen zu dieser Gruppe aufwies, resultierte hieraus eine bis zu 4 mal höhere Verschleißrate der Gruppe C23-C29. Vermutlich war dies bedingt durch den Zusatz des Silizium-Silikat-Füllers.

Abschließend ist zu bemerken, daß die Reibungskoeffizienten innerhalb einer Gruppe in ihrem Verlauf direkt korrelierten mit dem Verlauf der zugehörigen Verschleißraten (siehe Abb. 3.23 und 3.25, Abb. 3.27 und 3.29 und Abb. 3.31 und 3.33).

Die Tabelle 3.7 beinhaltet eine Zusammenstellung der ermittelten Daten, sowie eine Kurzbeschreibung der in Abb. 3.34 bis Abb. 3.74 dargestellten REM-Aufnahmen für jedes getestete Komposit.

Erläuterungen zur Tabelle 3.7:

V-Prob:	Verschleißrate der Pobe in [µm]
V-Ant:	Verschleißrate des Antagonisten in [µm]
V-ges:	Gesamtverschleißrate in [µm]
Reibko:	Reibungskoeffizient
F-Anteil:	Füllkörper-Anteil in [Gewichts-%]
F-Größe:	Füllkörpergröße in [µm]
V-H	Vickers-Härte
BzM-Anteil:	Benzoyl- Methacrylat-Anteil der Matrix in [Gewichts-%]
Füller-Matr-Verbund:	Füllkörper-Matrix-Verbund

Tab. 3.7 Daten zu den experimentellen Kompositen und Beschreibung der REM-Aufnahmen

	Meßdaten			REM-Beobachtungen	
C1	F-Anteil 75	V-Prob 0,00020	Oberflächenstruktur	plane Schollen, darunter: einzelne Partikel
	F-größe 1	V-Ant 0,00041	Form der Partikel	unregelmäßig, genau definierte Kanten
	Reibko 0,37	V-ges 0,00061	Schollenbildung	ja, mit tiefen Rissen
	V-H 45,4		Füller-Matr-Verbund	noch vorhanden, außer: Risse in den Schollen, keine Spalten zwischen den Partikeln
C2	F-Anteil 55	V-Prob 0,00049	Oberflächenstruktur	plan geschliffene Schollen, ansonsten wie C1
	F-größe 1	V-Ant 0,00021	Form der Partikel	unregelmäßig
	Reibko 0,35	V-ges 0,00071	Schollenbildung	ja, Ausrichtung der Risse zwischen den Schollen: parallel und senkrecht zur Abrasionsspur
	V-H 31,3		Füller-Matr-Verbund	scheint etwas lockerer zu sein als bei C1
C3	F-Anteil 35	V-Prob 0,00049	Oberflächenstruktur	plan, tiefe Risse senkrecht zur Spurrille(fatigue)
	F-größe 1	V-Ant 0,00021	Form der Partikel	unregelmäßig, Oberfläche plan geschliffen
	Reibko 0,30	V-ges 0,00100	Schollenbildung	keine
	V-H 25,3		Füller-Matr-Verbund	weniger als bei C2
C4	F-Anteil 75	V-Prob 0,00023	Oberflächenstruktur	plan geschliffene Partikel, die größeren Füllkörper sind deutlich zu erkennen
	F-größe 6	V-Ant 0,00071	Form der Partikel	unregelmäßig, kantig
	Reibko 0,34	V-ges 0,00094	Schollenbildung	keine
	V-H 51,8		Füller-Matr-Verbund	Spalten zwischen den einzelnen Partikeln
C5	F-Anteil 75	V-Prob 0,00019	Oberflächenstruktur	plan geschliffene Partikel, wie C4
	F-größe 15	V-Ant 0,00049	Form der Partikel	unregelmäßig, kantig, größer als bei C4
	Reibko 0,33	V-ges 0,00068	Schollenbildung	keine
	V-H 55,8		Füller-Matr-Verbund	Spalten zwischen den einzelnen Partikeln
C13	F-Anteil 63	V-Prob 0,00092	Oberflächenstruktur	plan geschliffene Partikel
	F-größe 1	V-Ant 0,00014	Form der Partikel	unregelmäßig
	Reibko 0,37	V-ges 0,00106	Schollenbildung	einzelne Schollen noch vorhanden
	V-H 48,1		Füller-Matr-Verbund	Spalten zwischen den einzelnen Partikeln zu erkennen
C14	F-Anteil 52	V-Prob 0,00065	Oberflächenstruktur	teilweise plan
	F-größe 1	V-Ant 0,00014	Form der Partikel	unregelmäßig
	Reibko 0,34	V-ges 0,00079	Schollenbildung	keine
	V-H 44,2		Füller-Matr-Verbund	leichte Auflösung zu erkennen
C15	F-Anteil 42	V-Prob 0,00075	Oberflächenstruktur	plangeschliffene Partikel, viele Löcher
	F-größe 1	V-Ant 0	Form der Partikel	unregelmäßig
	Reibko 0,28	V-ges 0,00075	Schollenbildung	keine
	V-H 30,9		Füller-Matr-Verbund	Auflösung nicht zu erkennen
C16	F-Anteil 32	V-Prob 0,00081	Oberflächenstruktur	löchrig, fatigue
	F-größe 1	V-Ant 0	Form der Partikel	unregelmäßig
	Reibko 0,27	V-ges 0,00081	Scholienbildung	keine
	V-H 29,6		Füller-Matr-Verbund	wie C15
C17	F-Anteil 22	V-Prob 0,00096	Oberflächenstruktur	plan geschliffene Partikel, löchrig
	F-größe 1	V-Ant 0	Form der Partikel	unregelmäßig
	Reibko 0,26	V-ges 0,00096	Schollenbildung	keine
	V-H 28,3		Füller-Matr-Verbund	wie C16
C18	F-Anteil 63	V-Prob 0,00024	Oberflächenstruktur	rauh, Partikeloberflächen poliert, Löcher
	F-größe 13,7	V-Ant 0,00039	Form der Partikel	kantig
	Reibko 0,35	V-ges 0,00063	Schollenbildung	keine
	V-H 52,3		Füller-Matr-Verbund	unvollständig, teilweise gelöst

C19	F-Anteil 52	V-Prob 0,00011	Oberflächenstruktur	Partikeloberfl. poliert, viele P. herausgerissen Matrixrisse durch Füllerkante aufgrund schrittweisem Herausreißen d. Füller
	F-größe 13,7	V-Ant 0,00021	Form der Partikel	kantig
	Reibko 0,30	V-ges 0,00032	Schollenbildung	keine
	V-H 33,3		Füller-Matr-Verbund	teilweise gelöste Partikel
C20	F-Anteil 42	V-Prob 0,00019	Oberflächenstruktur	hoher Matrixgehalt deutlich zu sehen, homogen
	F-größe 13,7	V-Ant 0	Form der Partikel	eckig, plan poliert
	Reibko 0,26	V-ges 0,00019	Schollenbildung	keine
	V-H 30,9		Füller-Matr-Verbund	Ermüdungsrisse,
C21	F-Anteil 32	V-Prob 0,00014	Oberflächenstruktur	vereinzelt Füllkörper sichtbar, ansonsten vollkommen plan
	F-größe 13,7	V-Ant 0	Form der Partikel	Querrisse v. unter d. Oberfläche liegende Füller
	Reibko 0,22	V-ges 0,00014	Schollenbildung	keine, sondern eckige Partikel
	V-H 28,9		Füller-Matr-Verbund	Ermüdungsrisse
C22	F-Anteil 22	V-Prob 0,00008	Oberflächenstruktur	plan, fast nur Matrix, Löcher
	F-größe 13,7	V-Ant 0	Form der Partikel	eckig
	Reibko 0,22	V-ges 0,00008	Schollenbildung	keine
	V-H 24,2		Füller-Matr-Verbund	tiefe Spalten (keine Hydrolyse d. Silanschicht)
C23	BzM-Anteil:	V-Prob -0,0006	Oberflächenstruktur	plan geschliffene Partikel
	0,00	V-Ant 0,0006	Form der Partikel	unregelmäßig
	Reibko 0,31	V-ges 0	Schollenbildung	ja, parallel zur Spurrille, wie bei C2
	V-H 70,8		Füller-Matr-Verbund	vorhanden
C24	BzM-Anteil:	V-Prob -0,00047	Oberflächenstruktur	keine Löcher, plan
	0,46	V-Ant 0,00085	Form der Partikel	unregelmäßig
	Reibko 0,36	V-ges 0,00038	Schollenbildung	vereinzelt
	V-H 77,9		Füller-Matr-Verbund	vorhanden
C25	BzM-Anteil:	V-Prob -0,00013	Oberflächenstruktur	keine Löcher, „flockig“, kleinere Schollen, plan poliert
	0,90	V-Ant 0,00058	Form der Partikel	unregelmäßig
	Reibko 0,31	V-ges 0,00045	Schollenbildung	ja, partiell zerfurchte Oberfläche der Schollen
	V-H 69,4		Füller-Matr-Verbund	vorhanden
C26	BzM-Anteil:	V-Prob -0,00002	Oberflächenstruktur	planpolierte Schollen
	1,36	V-Ant 0,00052	Form der Partikel	unregelmäßig
	Reibko 0,32	V-ges 0,00050	Schollenbildung	ja
	V-H 71,7		Füller-Matr-Verbund	vorhanden
C27	BzM-Anteil:	V-Prob 0,00010	Oberflächenstruktur	plan, gänzl.unterschiedlich zu C23-C29, gleicht C4 und C5
	1,80	V-Ant 0,00054	Form der Partikel	kantig, Löcher
	Reibko 0,37	V-ges 0,00064	Schollenbildung	keine
	V-H 64,9		Füller-Matr-Verbund	tiefe Spalten
C28	BzM-Anteil:	V-Prob 0,00016	Oberflächenstruktur	planpolierte Schollen, großflächig von Schollen bedeckt
	2,71	V-Ant 0,00079	Form der Partikel	unregelmäßig
	Reibko 0,33	V-ges 0,00096	Schollenbildung	ja, mit tiefen Rissen, nahezu nur Schollen
	V-H 71,4		Füller-Matr-Verbund	intakt
C29	BzM-Anteil:	V-Prob 0,00063	Oberflächenstruktur	plan, viele Löcher, viele lose Partikel, siehe C27
	3,61	V-Ant 0,00054	Form der Partikel	unregelmäßig
	Reibko 0,33	V-ges 0,00116	Schollenbildung	keine
	V-H 59,3		Füller-Matr-Verbund	vorhanden

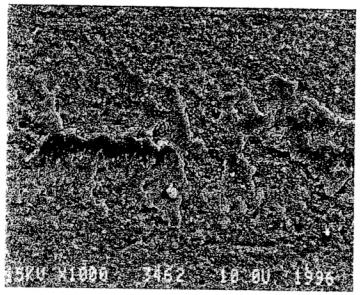


Abb. 3.34 Komposit C1 (1000x)

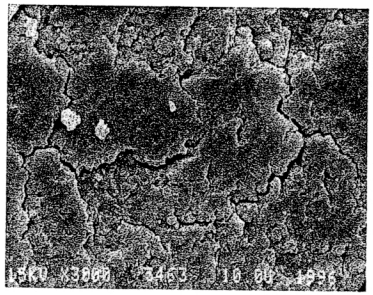


Abb. 3.35 Komposit C1 (3000x)

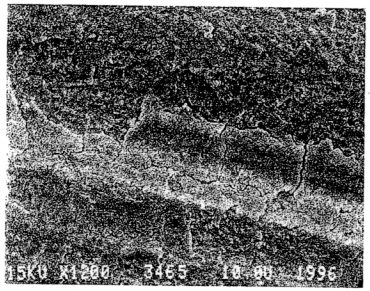


Abb. 3.36 Komposit C2 (1200x)

Abb. 3.37 Komposit C2 (3000x)

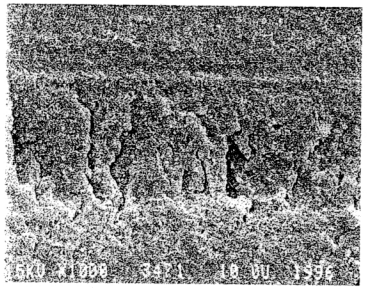


Abb. 3.38 Komposit C3 (1000x)

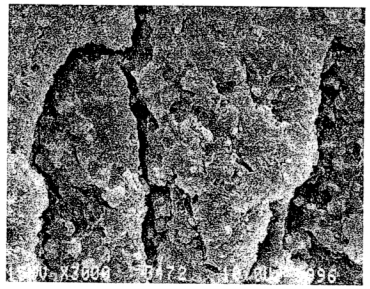


Abb. 3.39 Komposit C3 (3000x)

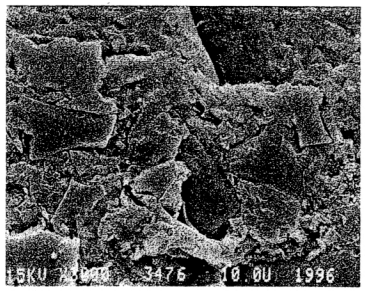


Abb. 3.40 Komposit C4 (3000x)

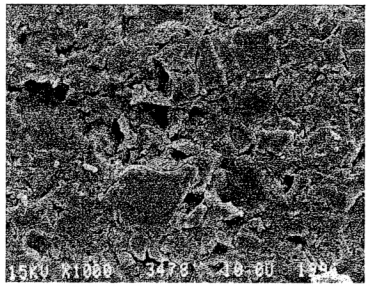


Abb. 3.41 Komposit C5 (1000x)

Abb. 3.42 Komposit C5 (3000x)

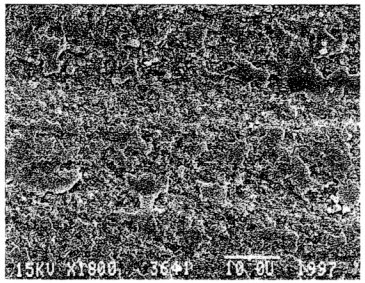


Abb. 3.43 Komposit C13 (1800x)

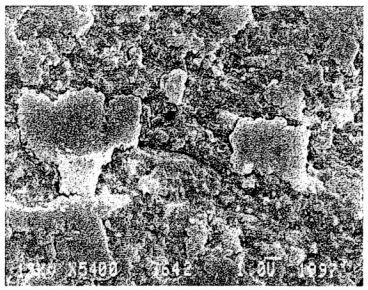


Abb. 3.44 Komposit C13 (5400x)

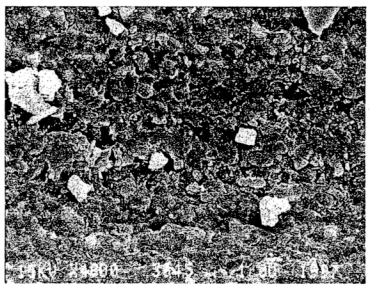


Abb. 3.45 Komposit C14 (4800x)

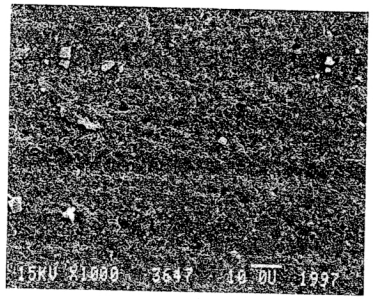


Abb. 3.46 Komposit C15 (1000x)

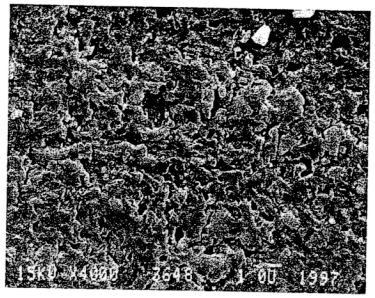


Abb. 3.47 Komposit C15 (4000x)

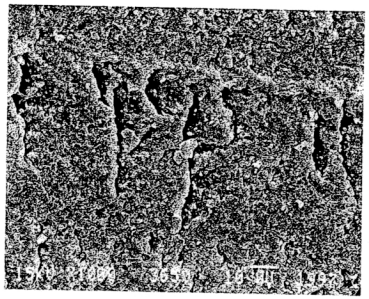


Abb. 3.48 Komposit C16 (1000x)

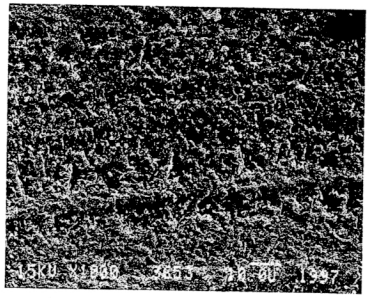


Abb. 3.49 Komposit C17 (1000x)

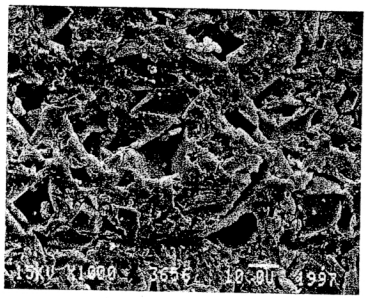


Abb. 3.50 Komposit C18 (1000x)

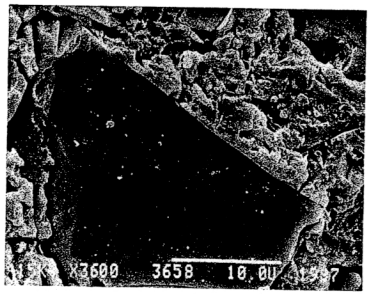


Abb. 3.51 Komposit C18 (3600x)

Abb. 3.52 Komposit C19 (1000x)

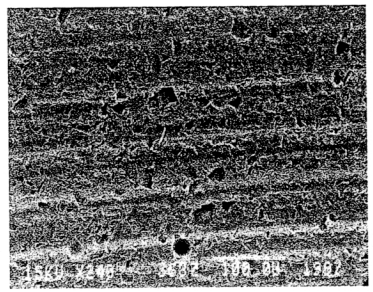


Abb. 3.53 Komposit C19 (240x)

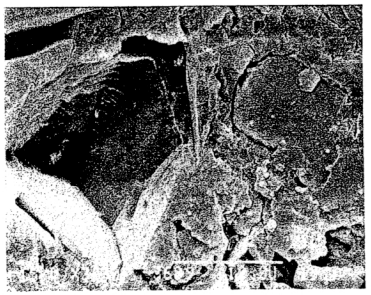


Abb. 3.54 Komposit C19 (3600x)

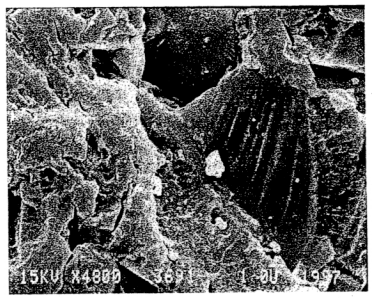


Abb. 3.55 Komposit C19 (4800x)

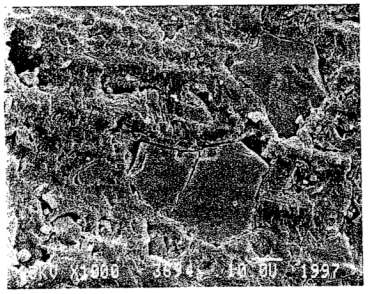


Abb. 3.56 Komposit C20 (1000x)

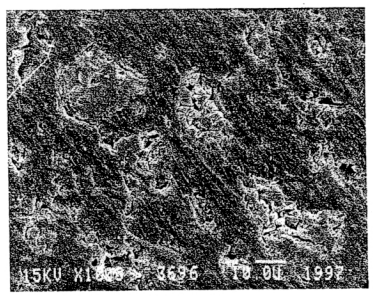


Abb. 3.57 Komposit C20 (1000x)

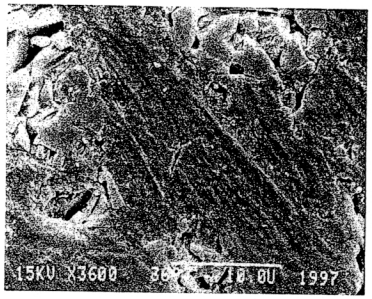


Abb. 3.58 Komposit C20 (3600x)

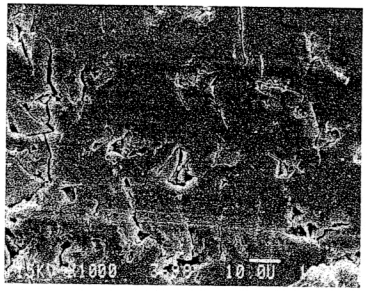


Abb. 3.59 Komposit C21 (1000x)

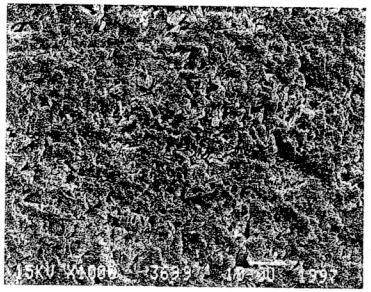


Abb. 3.60 Komposit C21 (1000x)

Abb. 3.61 Komposit C22 (1000x)

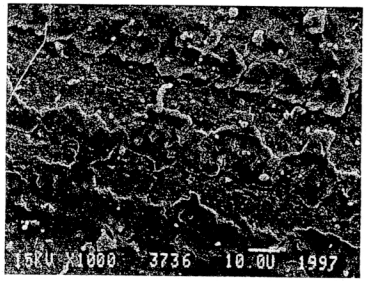


Abb. 3.63 Komposit C23 (1000x)

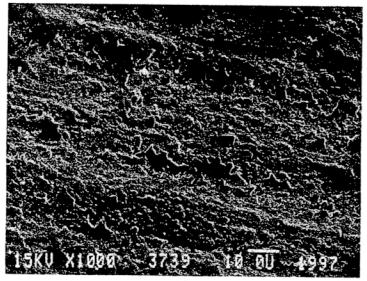


Abb. 3.63 Komposit C24 (1000x)

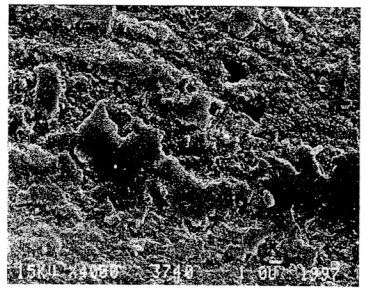


Abb. 3.64 Komposit C24 (4000x)

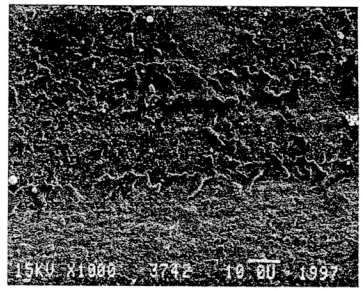


Abb. 3.65 Komposit C25 (1000x)

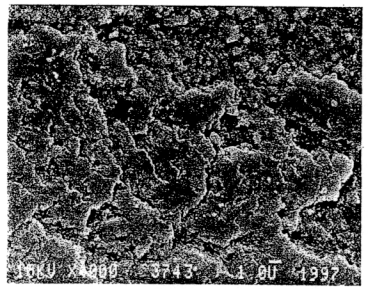


Abb. 3.66 Komposit C25 (4000x)

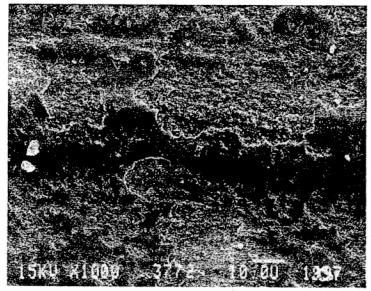


Abb. 3.67 Komposit C26 (1000x)

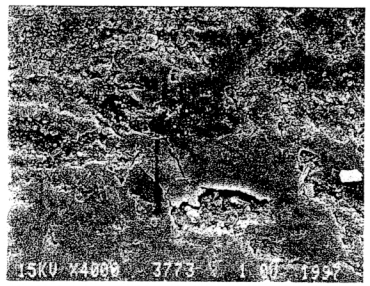


Abb. 3.68 Komposit C26 (4000x)

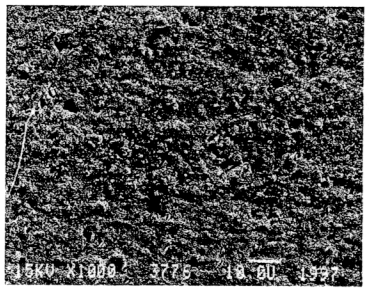


Abb. 3.69 Komposit C27 (1000x)

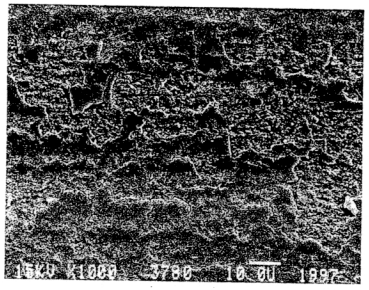


Abb. 3.70 Komposit C28 (1000x)

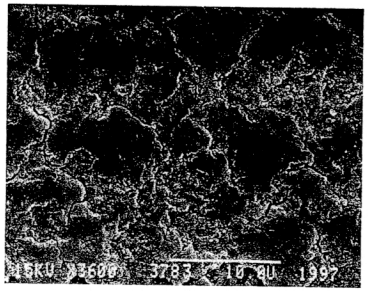


Abb. 3.71 Komposit C28 (3600x)

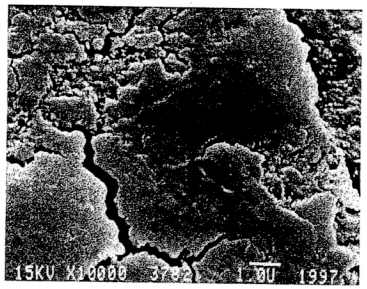


Abb. 3.72 Komposit C28 (10000x)

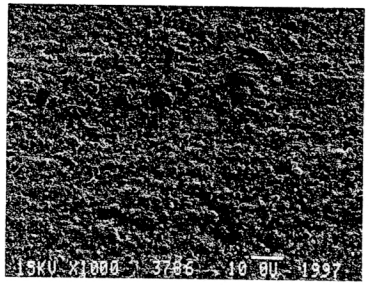


Abb. 3.73 Komposit C29 (1000x)

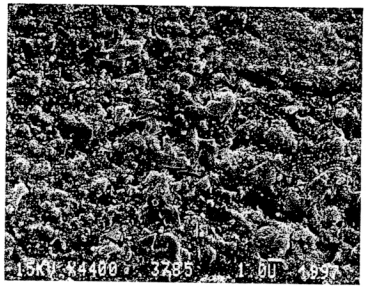


Abb. 3.74 Komposit C29 (4400x)

4 Diskussion

4.1 Variation des Umgebungsmediums

Ein Vergleich der Reibungskoeffizienten und der dazugehörigen Verschleißraten zeigt folgendes Ranking:

Zunahme der Verschleißrate ↑	Zunahme des Reibkoeffizienten ↑
ohneSpülen	trocken
mit Spülen	mit Spülen
trocken	ohne Spülen

Bei einer Zunahme der Verschleißrate nahm der Reibungskoeffizient ab. Interessant ist, daß die Versuchsanordnung "trocken" die niedrigste Verschleißrate aufweist, obwohl die Interaktionen zwischen Grund- und Gegenkörper visuell sehr heftig zu sein schienen.

Bei trockenem Umgebungsmedium kam es zu einer erhöhten Ansammlung von losen Verschleißpartikeln zwischen den kontaktierenden Oberflächen von Grund- und Gegenkörper. Außerdem fand wahrscheinlich ein Materialtransfer durch auftretende Adhäsionskräfte statt. Die zwischen Probenspur und Antagonist eingekeilten Verschleißpartikel verursachten eine sehr unregelmäßige und erhöhte Oberflächenstruktur, welche möglicherweise den rapiden Abfall der Verschleißrate am Übergang vom Medium "ohne Spülen" zum trockenen Zwischenmedium erklären könnte. Die im Vergleich niedrige Verschleißkurve belegte dies. Die direkte Kraftübertragung des Grundkörpers auf den Gegenkörper war aufgrund der dazwischenliegenden Verschleißpartikel nicht mehr gewährleistet. Die Verschleißrate sank infolgedessen. Die unregelmäßige Oberflächenstruktur bedingte wohl auch die auftretenden "stick-slip"-Phänomene und eine Erhöhung der Reibungskraft zwischen Antagonist und Probe.

Bei der Versuchsanordnung "mit Spülen" wurden die anfallenden Verschleißpartikel von der Probenspur weggespült. Die Reibungskoeffizienten der Versuchsanordnungen "mit Spülen" und "ohne Spülen" lagen niedriger als der der Versuchsanordnung "trocken",

wahrscheinlich aufgrund der hier vorhandenen Schmierung durch das Wasser. Die Adhäsionskomponente des Verschleißes wurde möglicherweise durch diese Schmierung (Zum Gahr, 1987) zugunsten anderer Verschleißmechanismen vermindert, die somit einen größeren Beitrag zum Verschleiß der Probe leisteten und zu einer erhöhten Abrasion der Probe führten.

Der Reibungskoeffizient der Versuchsanordnung "mit Spülen" lag höher als der Reibungskoeffizient der Versuchsanordnung "ohne Spülen". Die Verschleißraten dieser beiden Versuchsanordnungen waren jedoch umgekehrt korreliert. Ein möglicher Grund hierfür könnte eine vermehrte Ansammlung der Partikel und, hieraus resultierend, ein vermehrtes Rollen der Partikel im Zwischenmedium bei der Versuchsanordnung "ohne Spülen" sein. Die zwischen Probenspur und Antagonist eingekeilten Verschleißpartikel führten bei der Versuchsanordnung "ohne Spülen" vermutlich zu einer 3-Medien-Abrasion und daher zu einer erhöhten Verschleißrate.

Testreihen, die ohne ständiges Spülen der Probenoberfläche mit einem starken Wasserstrahl (in vorliegender Arbeit: 1,3 l/min) durchgeführt werden, bedingen eine relativ zur Testzeit schlechtere Verschleißresistenz von Kompositen und sollten daher vermieden werden. Deshalb sollten Versuche an der "pin-on-disc"-Apparatur nach Möglichkeit mit einer starken Pumpanlage, die anfallende Verschleißpartikel ständig entfernt, durchgeführt werden. Auf diese Weise kann eine exakte Durchführung der 2-Medien-Abrasionstests gewährleistet werden, für welche die "pin-on-disc"-Apparatur konstruiert wurde.

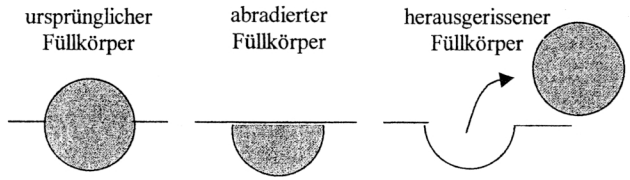
4.2 Variation der Normalkraft

Die Versuche mit dem Kompomer Dyract ergaben, daß bei steigender applizierter Last zwischen 25 N und 55 N die Verschleißrate anstieg, wohingegen der Reibungskoeffizient abnahm. Der massive Anstieg der Verschleißraten beim Wechsel der Last von 25 N auf 35 N war um ein Vielfaches größer als der der übrigen Lastwechsel. Archard (1953) stellte eine Gleichung auf, nach der die Verschleißrate grob abgeschätzt werden kann:

$$V = K\frac{LS}{3H}$$

,d.h., wenn zwei Körper aneinandergleiten, ist das Verschleißvolumen V zu einer sehr groben Näherung direkt proportional zum zurückgelegten Weg S und der Normallast L, aber indirekt proportional zur Härte H des Materials, wobei K eine dimensionslose Proportionalitätskonstante ist, welche den Verschleißkoeffizienten repräsentiert. Demzufolge sollte die Verschleißrate mit steigender applizierter Last ebenfalls ansteigen.
Analog zu Archard (1953) stellten Bailey (1981) und Lutz (1992) fest, daß bei steigender Last die Verschleißrate anstieg.
In der hier vorliegenden Versuchsreihe war im Vergleich der Verschleißraten bei Lasten von 25 N und 35 N diese Beziehung eindeutig gegeben. Bei Gewichten ab 35 N jedoch war die Verschleißrate nahezu unabhängig von der applizierten Last und nur einer gemäßigten Zunahme unterworfen.
Bailey (1981) beobachtete außerdem, daß hohe Normallasten im Bereich der physiologischen Kaubelastung die auftretenden Verschleißmechanismen grundlegend ändern können und zu ausgeprägtem Oberflächenversagen führen. In niedrigeren Kraftbereichen war die Verschleißrate moderat und nahezu unbeeinflußt von kleineren Variationen der applizierten Last.

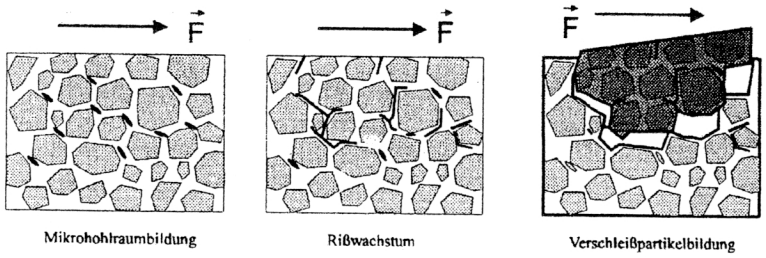
Abb. 4.1 Möglichkeiten von Füllkörperverschleiß



Die Abweichung von der linearen Korrelation zwischen Verschleiß und Last ab einer applizierten Normallast von 35 N läßt Mikro-Ermüden und „microploughing" als zusätzliche Verschleißmechanismen vermuten. Zum Gahr (1987) unterschied zwischen „high wear"- und „low wear"- Regimen. „High wear", also eine hohe Verschleißrate, wird durch den Verschleißmechanismus Ermüdungsverschleiß hervorgerufen, wohingegen „low wear" aus dem Verschleißmechanismus Abrasion resultiert (siehe Abb. 4.1). Die

Unabhängigkeit der Verschleißrate von der applizierten Last innerhalb der Bereiche „high wear“ und „low wear“ könnte aber auch durch plastische Verformungen oder durch Abrasion der Oberflächenrauheiten erklärt werden. Dies würde eine gleichbleibende Lastverteilung auf der realen Kontaktfläche, trotz ansteigender Last ermöglichen, da sich die reale Kontaktfläche direkt proportional zur steigenden Last vergrößert. Der Reibungskoeffizient würde verringert werden. Die ansteigende Lastapplikation wird durch die steigende reale Kontaktfläche ausgeglichen, d.h. die punktuell gemessene Belastung wird keiner Änderung unterzogen (Suh, 1986). Es resultierte eine gleichbleibende Verschleißrate. Visuell ist eine Kontaktflächenvergrößerung bei steigender Last jedoch nicht zu erkennen. Aufgrund der stattfindenden Abrasion und Oberflächenverformung scheint es sehr wahrscheinlich, daß kleine Partikel in die Matrix gepreßt werden, die sich dann mit dieser und den plangeschliffenen Nachbarpartikeln zu einer homogenen Fläche verbinden, d.h. je weniger rauh eine Oberfläche ist, desto weniger Abrasion findet statt. Es entsteht eine Art Tribofilm. Dieser Film geht dann durch Delamination (Suh, 1986) verloren (siehe Abschnitt 4.4). Kunzelmann (1997) folgert nach Suh (1996), daß durch Scherkräfte in der Umgebung von Füllkörpern Druck- bzw. Zugspannungen aufgebaut werden, die zur Mikrohohlraumbildung führen können. Ausgehend von diesen Mikrohohlräumen findet Rißwachstum statt. Durch Vereinigung dieser Risse miteinander bilden sich Verschleißpartikel (siehe Abb. 4.2). In Abhängigkeit vom E-Modul des Materials ist die Zone der Mikrohohlraumbildung unterschiedlich tief unter der Oberfläche lokalisiert (Kunzelmann, 1997).

Abb. 4.2 Schematische Darstellung der Verschleißpartikelbildung nach der Delaminations-Theorie (Suh, 1986, siehe Kunzelmann, 1997)



Die Abnahme des Reibungskoeffizienten bei steigender Last stimmt mit Aussagen von Suh (1986) über das Reibungsverhalten bei Polymeren überein. Der sinkende Reibungskoeffizient bei höheren applizierten Lasten scheint bedingt durch plastische Deformation der Oberflächenrauheiten. Aufgrund dieser Deformation werden die Oberflächen-Rauheitshügel flacher, die reale Kontaktfläche im Vergleich zur nominalen Kontaktfläche nimmt zu. Hierdurch wird der Anpreßdruck pro Flächeneinheit vermindert und der Reibungskoeffizient sinkt.

Die Versuchszeiten können durch eine erhöhte Lastapplikation nicht verkürzt werden, da eine Änderung in der Art des Verschleißmechanismus zu erwarten wäre, d.h. die klinisch relevanten Verschleißmechanismen würden nicht mehr auftreten und könnten deshalb nicht getestet werden. Es ist anzunehmen, daß jedes Material, das andere mechanische Eigenschaften, wie z.B. ein anderes E-Modul, aufweist, bezüglich einer Lastvariation ein anderes Verhalten zeigt. Um ein Material optimal zu untersuchen, müßte mit diesem – oder zumindest mit einem Material der gleichen Materialgruppe-, Lastvariationen durchgeführt werden. Hierbei sollte immer die Reibungskraft bestimmt werden und REM-Bilder angefertigt werden. Nur so können Hinweise auf die beteiligten Verschleißmechanismen gewonnen werden.

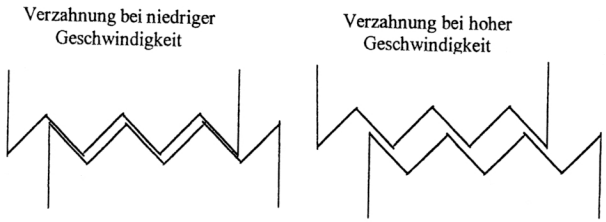
Vergleiche der Verschleißraten und Reibungskoeffizienten der ersten Versuchsreihe mit denen der zweiten schlossen eine Beeinflussung der applizierten Last auf die nachfolgenden Versuchsabschnitte aus. Die vorhergehende Last induzierte keinerlei Schäden, d.h. eine Änderung der Folgelast innerhalb eines Versuches ist zulässig.

4.3 Variation der Drehzahlfrequenz

Nach Suh (1986) steigt bei ansteigender Gleitgeschwindigkeit der Reibungskoeffizient anfänglich an. Bei sehr hohen Gleitgeschwindigkeiten fällt er jedoch wieder ab. Die hier getesteten Geschwindigkeiten liegen im Bereich der niedrigeren bei Suh (1986) getesteten. Bailey (1981) stellte in einer seiner Versuchsreihen fest, daß die Umdrehungsgeschwindigkeit keinen Einfluß auf die Verschleißrate ausübt. Er begründete diese Beobachtung damit, daß die entstehende höhere Reibungswärme der Grund für eine erhöhte Verschleißrate sei. Die Reibungswärme wurde jedoch durch das Fluten der Kammern mit Wasser von 37 °C abgepuffert.

In der hier vorliegenden Versuchsreihe konnten weder die Ergebnisse von Suh (1986) noch von Bailey (1981) beobachtet werden. Bei steigender Umdrehungsgeschwindigkeit fiel sowohl die Verschleißrate als auch der Reibungskoeffizient permanent ab. Die Umdrehungsgeschwindigkeit schien einen wesentlicheren Einfluß auf die Verschleißrate zu haben als die Variation der Normallast. Das Absinken des Reibungskoeffizienten bei steigender Drehzahlgeschwindigkeit scheint in einer Änderung der Oberflächeninteraktionen begründet zu liegen. Die höhere Umdrehungsgeschwindigkeit bedingte vermutlich eine geringere Verzahnung der realen Kontaktflächen der Grund- und Gegenkörper, denn die höhere Geschwindigkeit verhindert, daß der Antagonist gänzlich in die Täler der Grundkörperrauhheiten absinken kann. Die Reibung und die Verschleißraten nehmen ab (Kunzelmann, 1997) (siehe Abb. 4.3).

Abb. 4.3 Verzahnung von Grund- und Gegenkörper bei unterschiedlichen Gleitgeschwindigkeiten nach Kunzelmann (1997)



Die extremen Änderungen der Reibungskoeffizienten und der Verschleißraten als auch die sich augenscheinlich ändernden Verschleißmechanismen, welche bedingt sind durch die unterschiedliche Interaktion der Oberflächen bei höheren Geschwindigkeiten im Vergleich zur klinischen Situation, lassen die Erhöhung der Drehzahlfrequenz ungeeignet erscheinen, klinisch relevante Ergebnisse in möglichst kurzer Zeit zu erzielen. Es sollte daher nicht über einen klinisch relevanten Bereich von 1-2 Hz hinaus getestet werden. Um klinisch relevant Testergebnisse zu erzielen, muß die Höhe der Geschwindigkeit und der applizierten Last so gewählt werden, daß sie in Bereichen liegen, die ähnlich zur klinischen Situation sind. Ein Versuch kann durch eine erhöhte Umdrehungsgeschwindigkeit nicht beschleunigt werden, da sich die Verschleißmechanismen ändern.

4.4 Variation der Testdauer

Mit dem Kompomer Dyract HF wurden Versuche von 2 min, 2 h, 8 h und 24 h Dauer durchgeführt. Bei eingehender Betrachtung der Graphik 3.10 schien sowohl die Verschleißkurve als auch die Reibungskurve nach 8 h Versuchsdauer ein „steady-state" ausgebildet zu haben. Aus den REM-Aufnahmen war ersichtlich, daß sich der Verschleißmechanismus in der Zeit von 0 h bis zu 8 h keiner Änderung unterzogen hatte. Die herausgerissenen Füllkörper (löchrige Oberfläche) und die Spalten im Matrix-Füller-Verbund wiesen auf Abrasion als dominierenden Verschleißmechanismus hin. Die REM-Aufnahmen des 24 h-Versuches zeigten jedoch eine eher von Ermüdungsverschleiß dominierte Verschleißoberfläche. Vermutlich hatte innerhalb des Zeitraumes von 8 h und 24 h der dominierende Verschleißmechanismus von Abrasion zu Ermüdungsverschleiß gewechselt, ohne eine markante Veränderung in der Reibungskraftkurve zu hinterlassen. Der Zeitpunkt, an dem diese Änderung des Verschleißmechanismus stattgefunden hatte, ist daher nicht eindeutig zu bestimmen.

Die granulierte Oberfläche der Probe des 24-h-Laufes zeigte die Füllkörperstruktur, war aber größtenteils mit plangeschliffenen Schollen überdeckt. Diese Schollen wiesen einen unregelmäßigen Umriß und eine mit Rissen übersähte Oberfläche auf und repräsentierten den Zustand einer degradierten Oberfläche, bevor sie als Verschleißpartikel abplatzen. Suh (1986) bezeichnete diese Art des Verschleißes als „delamination wear" (vgl. Wassel, 1994). Die REM-Aufnahmen indizierten die Bildung eines Tribofilms, welcher durch mechanische Verdichtung aufgrund der vorhandenen Schmierung durch das Wasser entstanden sein könnte. Dieser Tribofilm schien die Verschleißrate zu beeinflussen. Im klinischen Bereich gibt es bisher noch keinen Hinweis auf die Tribofilmbildung. Denkbar wäre, daß es sich um ein In-vitro-Artefakt handelt oder daß detailreichere klinische Untersuchungen notwendig sind, um eine Tribofilmbildung zu erkennen (Kunzelmann, 1997).

Der Vergleich der Verschleißrate und des Reibungskoeffizienten des Kompomers Dyract HF mit dem Nachfolger-Kompomer Dyract AP ergab, daß Dyract AP sowohl eine niedrigere Verschleißrate als auch einen niedrigeren Reibungskoeffizienten aufwies. Dies deckte sich mit den Untersuchungen am Kausimulator (Kunzelmann, 1997). Das widerstandsfähigere Dyract AP konnte als verbesserte Weiterentwicklung von Dyract HF

angesehen werden, wobei jedoch der Grad der Weiterentwicklung im Vergleich mit anderen Füllungsmaterialien als nicht wesentlich erachtet werden konnte.

4.5 Langzeitversuche

Zunächst muß darauf hingewiesen werden, daß die Komposite C1-C5 eine andere Charge aufwiesen als die Komposite C13-C29. In den Langzeitversuchen wurde der Einfluß dreier in den Kompositen enthaltenen Komponenten auf die Verschleiß- und Reibungsvorgänge untersucht:

a) Füllkörpermenge
b) Füllkörpergröße
c) Gehalt an Bz-Methacrylat

a) Füllkörpermenge:

In der Literatur wurden im Grunde genommen zwei verschiedene Beobachtungen bei Verschleißuntersuchungen beschrieben:

i) bei steigendem Füllkörpergehalt sinkt die Verschleißrate
ii) bei steigendem Füllkörpergehalt steigt die Verschleißrate

Für beide dieser Beobachtungen gab es unterschiedliche Erklärungs-Modelle.

Beobachtung i):

Die „protection hypothesis" von Jörgensen (1978) und Bayne (1992) besagte, daß, wenn die Distanz zwischen den einzelnen Füllern geringer war als 1 µm, die Verschleißrate gemindert wurde. Die Begründung lag in dem ausreichenden Schutz der Matrix durch die diese umgebenden Füllkörper. Dies galt jedoch nur dann, wenn das E-Modul der Füllkörper hoch genug war und die Füllkörper selbst eine bestimmte Größe nicht überschritten. War der Füllkörpergehalt eines Komposits zu niedrig, so lag die sie umgebende Matrix für die Antagonisten zu exponiert und konnte leicht abradiert werden. Nahm der Füllkörpergehalt zu, so wurde diese Abrasion immer schwieriger. Die Matrix wurde geschützt, d.h. die Füllkörper des Komposites bildeten den eigentlichen Widerstand

gegen Verschleißerscheinungen. Je mehr Füller in einem Komposit enthalten waren, desto geringer sollte die Verschleißrate ausfallen. Aufgrund des erhöhten Widerstandes, den die erhöhte Füllkörpermenge aufbringen konnte, hätte der Reibungskoeffizient ansteigen müssen.

Dies deckt sich mit Beobachtungen an Gruppe 1 (C1-C3, Füllkörpergröße 1 µm, Füllkörper-Anteil 35-75 Gew.-%) und Gruppe 3 (C13 – C17, Füllkörpergröße 1 µm, Füllkörper-Anteil 22-75 Gew.-%). Hier sank bei einer Erhöhung des Füllkörpergehaltes sowohl die Gesamtverschleißrate als auch die Verschleißrate der Probe, während der Reibungskoeffizient anstieg. Aufgrund des höheren Füllkörpergehaltes steigt die Festigkeit und Härte des Materials und bedingt hierdurch eine Minderung des Probenverschleißes zu Lasten des Antagonistenverschleißes. Das Komposit C13 (Gruppe 3, Füllkörpergröße 1 µm, Füllkörperanteil 63 Gew.-%) wies bei einem normalen Reibungskoeffizienten eine unerwartet hohe Verschleißrate auf. Hier müßte durch erneute Versuchsreihen festgestellt werden, ob eventuell ein Meßfehler vorlag.

Das Ansteigen der Verschleißrate des Antagonisten schien mit der Hypothese von Jörgensen (1978) und Bayne (1992) in Einklang zu stehen, da, vermutlich aufgrund der erhöhten Protektion der Matrix durch die Füllkörper, ein Wechsel in der relativen Härte der kontaktierenden Körper untereinander stattgefunden hatte, so daß die im Vergleich zum Antagonisten weichere Probe mit zunehmendem Zusatz von Füllkörpern härter wurde und eventuell sogar die Härte des Antagonisten überstieg, und so die Verschleißrate am Antagonisten erhöhte. Die Korrelation des Anstiegs der Antagonistenverschleißrate mit dem Anstieg der Vickers-Härte unterstützte die Hypothese.

Beobachtung ii):

Suh (1986) ging bei seinen Metallkompositen von einem Mikrofrakturmechanismus bei Verschleißerscheinungen aus. Er nahm an, daß Füllkörper im Allgemeinen ein höheres E-Modul haben als die in den Zwischenräumen eingebettete Matrix. Bei Belastung schienen nun die Füllkörper den Druck an die Matrix abzugeben, die so zusammengepreßt wurden. Bei zu hoher Belastung resultierten hieraus örtliche Risse, die elongierten, sich verbanden und schließlich zu erheblichem Materialverlust führten, d.h. je mehr Füller, desto größer war der Verschleiß (siehe Abb. 4.2).

In einem Verschleißsimulationsverfahren gegen Hydoxyapatitantagonisten konnte Li (1984) diese Tendenz ebenfalls beobachten. In Versuchsreihen mit Füllkörpern der Größe

2 µm und 15 µm stieg die Verschleißrate bei steigendem Füllkörpergehalt rapide an. Er führte dies auf die Insuffizienz der Matrix, die silanisierten Füllkörper an sich zu binden, zurück. Das Komposit wies einen Mangel an innerer Kohäsion auf. Bayne (1992) folgerte aus seinen Untersuchungen, daß Füller bei hohem Füllkörpergehalt weniger Möglichkeiten zur Lastkompensation durch Verformung der sie umgebenden Matrix haben (siehe Leinfelder, 1986). Die unterstützende und bindende Kapazität der Matrix wurde bei ansteigender Füllermenge zunehmend bedeutender im Vergleich zu ihrer Verschleißresistenz.

Gruppe 4 (C18-C22, Füllkörpergröße 13,7 µm, Füllkörpergehalt 22-63 Gew.-%) zeigte einen Anstieg aller drei Verschleißraten und des Reibungskoeffizienten bei ansteigendem Füllkörpergehalt. Dies könnte zwar durch die vorhergehenden Theorien von Leinfelder (1986), Li (1984) und Bayne (1992) erklärt werden, aber wahrscheinlicher ist jedoch, daß sich bei steigendem Füllkörpergehalt mehr lose Partikel im Interface befinden (siehe Abb. 4.5), die abrasiv tätig werden und so die Verschleißraten als auch die Reibungskoeffizienten ansteigen. Die REM-Aufnahmen der Komposite aus Gruppe 4 (C18-C22, Füllkörpergröße 13,7 µm, Füllkörpergehalt 22-63 Gew.-%) zeigten alle eine ähnliche Oberflächenstruktur. Daher konnte ein Wechsel im Verschleißmechanismus ausgeschlossen werden. Bei Kompositen mit kleineren Füllkörpern (wie z.B. Gruppe 3) befinden sich natürlich ebenso lose, abrasive Partikel im Interface, jedoch scheint die Matrix hiergegen besser geschützt zu sein („protection-hypothesis").

Allgemein war zu beobachten, daß innerhalb einer Gruppe der Reibungskoeffizient bei steigendem Füllkörpergehalt ebenfalls anstieg (sowohl bei Kompositen mit Füllkörpern von 13,7 µm Größe als auch bei 1 µm großen Füllkörpern). Vermutlich ist die Verminderung des mittleren Matrixraumes und die damit einhergehende Steigerung der Widerstandskraft der Probe die Ursache für den steigenden Reibungskoeffizienten.

b) Füllkörpergröße:

Zum Gahr (1987) stellte fest, daß kleinere Füllkörper durch den Antagonisten leichter herausgerissen werden als größere Partikel, da diese mit einer geringeren Oberfläche in der sie umgebenden Matrix verankert sind. Größere Partikel scheinen in der Martix eher verankert zu bleiben und von den Antagonisten plangeschliffen zu werden. Dies ist in vorliegender Arbeit auf den angefertigten REM-Aufnahmen deutlich zu sehen (siehe Abb.

3.43-3.61). Diese Aussagen stehen im Einklang mit denen von Li (1984) und Lutz (1992). Li (1984) führte dies auf die schlechtere Aushärtung der Komposite mit kleineren Füllkörpern zurück ("light-scattering"). Es erscheint jedoch wahrscheinlicher, daß die bessere Verankerung großer Füllkörper im Vergleich zu kleineren vor allem mechanischer Art ist: eine größere Oberfläche besitzt mehr Oberflächenrauhigkeiten und somit eine höhere Wahrscheinlichkeit, sich in der Matrix zu verankern.

Leinfelder (1986) folgerte aus seiner zuvor beschriebenen Theorie, daß größere Füllkörper mehr Last auf die Matrix übertragen können, wobei der Matrix-Füllkörper-Verbund geschwächt wird und so vermehrt Füllkörper herausgerissen werden, die eine tiefe „grooving"- Furche hinterlassen. Dies führt zu hohen Verschleißraten. Bei vorliegenden Kompositen schien der Matrix-Füller-Verbund jedoch so stabil zu sein, dass auch größere Füllkörper eher in der Matrix verblieben und plangeschliffen wurden. Außerdem schien die Dimension der Lastübertragung auch vom E-Modul der Füllkörper und nicht nur von ihrer Größe abzuhängen (siehe 4.4a).

Axen (1994) unterschied 2 Arten von Verschleiß:

a)Modus 1 : gleicher Verschleiß (= equal wear, = EW-Modus) und

b)Modus 2: gleiche Last (= equal pressure, = EP-Modus).

In Modus 1 zeigen sowohl Matrix als auch Füllkörper eine identische Verschleißrate. Die Füllkörper tragen den Hauptanteil der Last. In Modus 2 ist die Last gleichmäßig verteilt auf Matrix und Füllkörper, d.h. die Füller leisten dem Verschleiß nur minimalen Widerstand. Weiterhin stellt Axen fest, dass bei Verschleißvorgängen beide Modi auftreten, jedoch je nach Beschaffenheit der Probe zu unterschiedlichen Anteilen. Die Obergrenze des Verschleißwiderstands stellt Modus 1 dar, Modus 2 die Untergrenze. Im EP-Modus ist laut Axen das Herausreißen ganzer oder abgebrochener Füllkörper aufgrund hoher Belastung der Matrix der dominierende Verschleißmechanismus.

Vergleiche der Komposite der Gruppe 4 (C18-C22, Füllkörpergröße 13,7 µm, Füllkörpergehalt 22-63 Gew.-%), der Gruppe 3 (C13-C17, Füllkörpergröße 1 µm, Füllkörpergehalt 22-63 Gew.-%) und der Gruppe 2 (C1, C4 und C5, Füllkörpergröße 1-15 µm, Füllkörpergehalt 75 Gew.-%) mit den in der Arbeit von Flessa (1998) ermittelten E-Modulen ergaben, daß Komposite mit größeren Füllkörpern in der Regel ein höheres E-Modul zeigten. In vorliegender Arbeit konnte bei Vergleichen der Gruppe 3 mit der Gruppe 4 festgestellt werden, daß die Komposite mit einer Füllkörpergröße von 1 µm eine 2-3 mal so hohe Gesamtverschleißrate aufwiesen als die Komposite mit einer

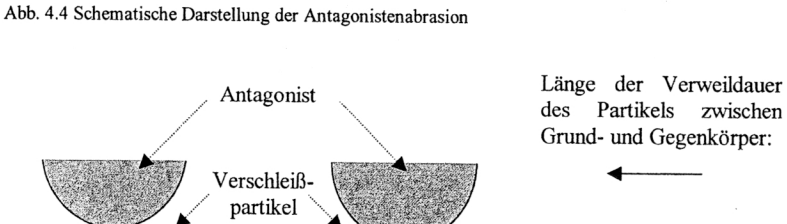
Füllkörpergröße von 13,7 µm. Demzufolge konnte das E-Modul Aufschlüsse über das zu erwartende In-vitro-Verschleißverhalten der einzelnen Komposites geben. In vorliegender Arbeit schien sich der Verschleißwiderstand bei kleinen Füllkörpern eher in Richtung EP-Modus zu bewegen (herausgerissene Füllkörper), wohingegen Komposite mit großen Füllkörpern eher Verschleiß im EW-Modus aufwiesen (plangeschliffene Füller) (siehe Abb. 3.43 – 3.61).

Das höhere E-Modul der Komposite mit größeren Füllkörpern kann sich mitunter darin widerspiegeln, dass große Füllkörper mehr Last abfangen, unnachgiebiger sind und so die sie umgebende Matrix vor Übermüdung und Deformation schützen. Der Füller-Matrix-Verbund leidet so nicht an seiner Verbundfestigkeit, wodurch die Füllkörper plangeschliffen werden, aber nicht herausgerissen. Der EW-Modus dominiert, der Verschleißwiderstand verbessert sich, es kommt zum Mechanismus des Ermüdungsverschleißes. Komposite mit kleineren Füllkörpern weisen ein niedrigeres E-Modul auf. Dadurch könnte sich die Oberfläche des Komposites der Antagonistenfläche eher anpassen, wodurch die Last gleichmäßig auf Matrix und Füllkörper verteilt werden würde. Die Matrix wird zu hoch belastet, der Matrix-Füller-Verbund leidet. Die kleineren Füllkörper werden, auch aufgrund ihrer geringeren Oberflächenhaftung, herausgerissen und lassen eine ungeschütze Matrix zurück. Der EP-Modus mit Verschleißmechanismus „filler-plugging“ dominiert.

Die zugehörigen REM-Aufnahmen (Abb 3.43 – Abb. 3.61) zeigten bei den Kompositen mit Füllkörpern von 1 µm Größe entweder die Bildung eines Tribofilmes (Kunzelmann, 1997) mit schollenartiger Oberfläche, welcher vermutlich durch kleine, aus der Matrix herausgerissene Partikel, die in diese wieder hineingepreßt werden und mit ihr verschmelzen, gebildet wird (wie C13 (Gruppe 3, Füllkörpergröße 1 µm, Füllkörpergehalt 63 Gew.-%)), oder eine löchrige Oberfläche, welche auf „filler-plugging“ zurückzuführen sein könnte (wie C14-C17 (Gruppe 3, Füllkörpergröße 1 µm, Füllkörpergehalt 22-52 Gew.-%)). Dies deckt sich mit den Untersuchungen von Axen (1994). Die Bildung eines Tribofilmes könnte die Ursache für die leichte Abnahme der Reibungskraft im „steady-state“-Bereich der Zeit-Reibungskraft-Kurven der einzelnen Versuche sein. Ein weiterer möglicher Grund könnte nach Kunzelmann (1997) folgender sein: Nach anfänglichem Anstieg der Anzahl der Verschleißpartikel auf der Kontaktfläche durch Abrasion und unzureichendem Abtransport der Partikel durch Spülen kommt es im „steady-state“ zu einem Gleichgewicht zwischen der Bildung von Verschleißpartikeln und deren

Abtransport, wodurch die Minderung der Reibungskraft erklärt werden kann. Das Maximum der Reibkraft ist erreicht, wenn die Anzahl der Verschleißpartikel zwischen den Oberflächen konstant bleibt (Kunzelmann, 1997).

Abb. 4.4 Schematische Darstellung der Antagonistenabrasion

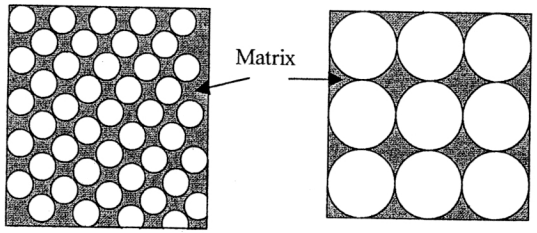


Die Kompositgruppe mit Füllkörpern von 13,7 µm Größe wies bei niedrigem Füllkörpergehalt eine nur minimal erhöhte, bei höherem Füllkörpergehalt eine signifikant höhere Verschleißrate am Antagonisten auf als die Vergleichsgruppe mit einer Füllkörpergröße von 1 µm (siehe Abb. 4.6). Abbildung 4.4 zeigt den vermutlichen Ablauf einer Antagonistenabrasion nach Kunzelmann (1997). Von Phase 1 bis zu Phase 2 verweilt ein herausgerissener Füllkörper immer länger zwischen Antagonist und Grundkörper und bedingt so eine ständig zunehmende Abrasion des Antagonisten. Die Kontaktfläche des Antagonisten wird zunehmend größer. Pro Zeiteinheit können nun mehrere lose Partikel gleichzeitig aktiv werden. Es kommt zu einem n-fachen abrasiven Eingriff beim Antagonistenverschleiß. Größere lose Füllkörper im Interface verursachen mehr Schaden als kleinere lose Füllkörper. Daher läuft der Abrasionsvorgang am Antagonisten bei Kompositen mit größeren Füllkörpern schneller ab als bei Kompositen mit kleineren Füllkörpern, d.h. der Antagonistenverschleiß bei großen Füllkörpern ist höher als bei kleinen Füllkörpern. Der beschleunigte Abrasionsvorgang induzierte außerdem eine frühzeitiger sinkende Flächenpressung, woraus ein niedriger mittlerer Reibungskoeffizient der Komposite mit größeren Füllkörpern resultierte.

Bei gleichem Gewichtsanteil an Füllkörpern waren die Reibungskoeffizienten der Komposite mit einer Füllkörpergröße von 13,7 µm jeweils niedriger als die der Komposite

mit einer Füllkörpergröße von 1 µm. Der mittlere freie Matrixraum ist bei den Kompositen mit großen Füllkörpern erheblich größer (siehe Abb. 4.5); d.h. die Matrix liegt exponierter und ist anfälliger gegen Verschleißvorgänge. Sie kann also leichter abradiert werden. Außerdem könnte die zu beobachtende Tribofilmbildung durch die abradierten Verschleißpartikel ebenso zu Senkung des Reibungskoeffizienten beitragen.

Abb. 4.5 mittlerer Matrixraum bei kleinen und großen Füllkörpern



Kleine Füllkörper Große Füllkörper

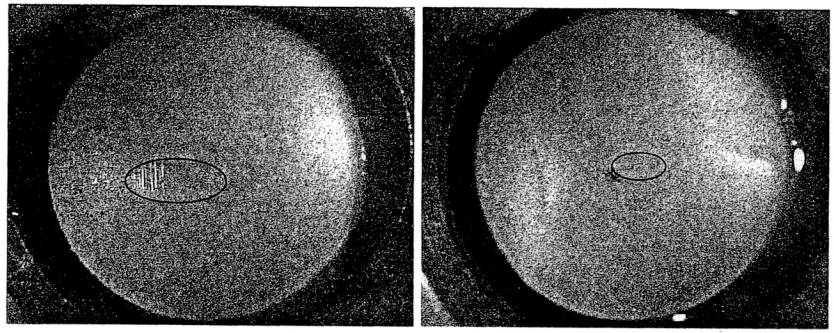
Bei einer höheren Antagonistenabrasion würde die Anzahl der Partikel zwischen Grund- und Gegenkörper ansteigen. Diese Partikel könnten der Grund für eine zunehmende Rollreibungskomponente bei größeren Füllkörpern sein, und somit den niedrigeren Reibungskoeffizienten erklären. Die größere Abrasion des Antagonisten verursachte außerdem eine frühzeitiger sinkende Flächenpressung bei den Kompositen mit größeren Füllkörpern.

Im Vergleich der Antagonistenabrasionsrate mit der Abrasionsrate der Probe in der „pin-on-disc"-Apparatur stellten die Komposite mit einer Füllkörpermenge von 52 Gew.-% das Optimum dar, da hier beide Abrasionsraten gleichzeitig sehr niedrig gehalten werden. Dies deutete auf ein wenig abrasives und zugleich abrasionsbeständiges Material hin.
Die vermehrte Antagonistenabrasion bei Kompositen mit einer Füllkörpergröße von 13,7 µm könnte für ihre bessere Verschleißresistenz verantwortlich sein: Der punktuelle Kontakt der Füllkörper mit dem Antagonisten führt bei gleicher Last zu einer größeren relativen Belastung als bei einem flächigen Kontakt der Gegenkörper. Diese erhöhte Belastung bedingt örtliche Ermüdungsrisse, welche den Verschleißmechanismus Abrasion, überlagert von Ermüdungsverschleiß („fatique"), hervorrufen, und so in einer erhöhten

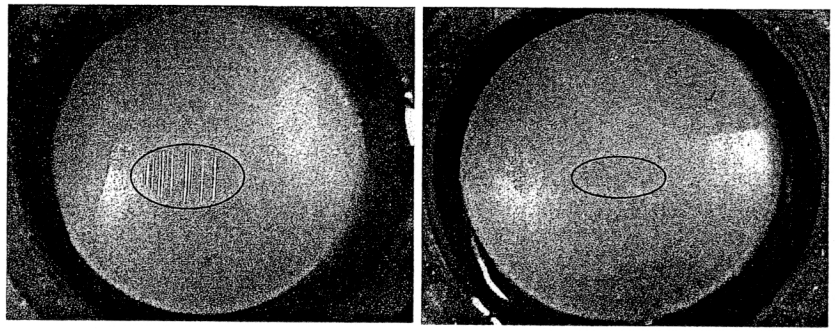
Verschleißrate resultieren. Bei flächigen Kontakten ist die relative Belastung der einzelnen Füllkörper geringer, welche daher nur geringfügig abradiert werden. Das Resultat ist womöglich eine niedrigere Verschleißrate.

Abb. 4.6 Lichtmikroskopische Darstellungen der Antagonisten der Proben C13, C17, C18 und C22

Markierung der Abrasionsfacette:



C13 C17



C18 C22

Die REM-Aufnahmen (siehe Abb. 3.34-3.61)der Gruppe 2 (C1,C4 und C5, Füllkörpergröße 1- 15 µm, Füllkörperanteil 75 Gew.-%) zeigten bei C1 (Füllkörpergröße 1

µm) die Bildung eines Tribofilmes, analog zu den REM-Aufnahmen der Gruppen 1 und 3 (Füllkörpergröße 1µm, variierende Füllkörpermenge). Die Komposite C4 und C5 (Füllkörpergröße 6 µm und 15 µm) wiesen Oberflächenmorphologien auf, die mit den Kompositen C18-C22 (Gruppe 4, Füllkörpergröße 13,7 µm, Füllkörperanteil 22-63 Gew.-%) vergleichbar waren. Sie zeigten klar voneinander abgegrenzte, plangeschliffene Partikel, umgeben von löchrigen Arealen.

Die meisten Füllkörper wurden also plan geschliffen. Einige wenige wurden herausgerissen. Das Planschleifen der Partikel verzögert den Verschleiß, da die empfindlichere Matrix so länger geschützt bleibt; d.h. die applizierte Last wird von den härteren Füllern getragen.

Aus den REM-Beobachtungen ließ sich schließen, daß sowohl die kleinen als auch die größeren Füllkörper aus der sie umgebenden Matrix herausgerissen wurden. Die Verschleißraten wiesen jedoch darauf hin, daß die größeren Füllkörper länger in der Matrix verankert blieben und so die Verschleißrate senkten.

c) Gehalt an Bz-Methacrylat

In Gruppe 5 (C23-C29, Füllkörpergröße 1 µm, Bz-Methacrylat-Anteil 0-3,6 Gew.-%) beeinflusste der Zusatz von Bz-Methacrylat die Verschleißresistenz von Kompositen negativ, da diese bei steigendem Bz-Methacrylat-Anteil beständig abnahm und auch im Vergleich mit den anderen Gruppen deutlich schlechtere Verschleißresistenzen aufwies.

Außerdem war diese Gruppe bei den Versuchen äußerst häufig dem Auftreten von „stick-slip"-Phänomenen unterworfen. Die REM-Aufnahmen zeigten nahezu bei allen Kompositen dieser Gruppe extrem plane Oberflächen ohne Abgrenzungen der einzelnen Partikel. Teilweise konnte man Areale erkennen, in denen sich Anhäufungen von Löchern herausgerissenen Füllkörper befanden. Diese könnten im Zusammenhang mit den aufgetretenen „stick-slip"-Phänomenen stehen und durch den Zusatz der Siliziumoxid-Partikel bedingt sein.

5 Zusammenfassung

In vorliegender Arbeit sollten Erkenntnisse über den Verschleißvorgang bei Komposit-Füllungsmaterialien gewonnen werden, wobei besonders der genaue Verlauf des Verschleißvorganges und die dabei auftretenden Reibungskräfte interessierte.

Als Prüfgerät diente eine „pin-on-disc"-Apparatur zur 2-Medien-Abriebssimulation, die an der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der Ludwig-Maximilians-Universität in München entwickelt wurde. Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Spülsystem entwickelt, um anfallende Verschleißpartikel aus der Abrasionsspur entfernen zu können.

Für die anschließenden Untersuchungen standen kommerzielle sowie experimentelle Materialien zur Verfügung.

Es wurden Parametervariationen zum Zwecke der Grundlagenforschung durchgeführt: Variationen des Umgebungsmediums, der Normallast und der Umdrehungsgeschwindigkeit. Aufbauend auf diesen Erkenntnissen wurden der Einfluß von Testdauervariationen auf das Kompomer Dyract verfolgt und experimentelle Komposite in Langzeitversuchen getestet. Zur sinnvollen Ergänzung der erhaltenen Daten wurden REM-Aufnahmen erstellt, um einen tieferen Einblick in die Art der Verschleißmechanismen zu erzielen.

Um an der „pin-on-disc"-Apparatur klinisch relevante Ergebnisse zu erhalten, ist es notwendig,

1. die Probenspur zu spülen,
2. den zu testenden Lastbereich genau zu definieren,
3. die Umdrehungsgeschwindigkeit nicht über 1 Hz (=60 mm/s) zu wählen,
4. die Testdauer genau zu begrenzen.

Werden diese Parameter nicht eingehalten, kommt es zu einer Änderung der beteiligten Verschleißmechanismen und so zu falschen Meßdaten zur Verschleißresistenz und der dabei auftretenden Reibungskräfte.

In den Langzeitversuchen der experimentellen Komposite schienen die Komposite mit einer Füllkörpergröße von 13,7 µm und einem Füllungsgrad von 52-Gew.-% die optimale Zusammensetzung in Bezug auf die Verschleißresistenz zu besitzen.

6 Summary

The purpose of the present work was to acquire knowledge about the wear process in filling materials with particular interest being placed on the exact progress of the wear process and the incurring friction forces.

A pin-on-disc apparatus for two body-abrasion silmulation, which was developed in the Department of Operative Dentistry and Periodontology of the University of Munich in Germany, served as a test bed. Within the scope of this work a rinsing system was developed to remove any wear debris from the abrasion track.

For the subsequent investigations commercial and experimental dental materials were available.

For the purpose of basic research the following parameters were varied: The surrounding medium, the contact stress and the sliding velocity. Based on this knowledge the influence of varying test durations on the compomer Dyract was observed, and experimental composites were tested in longterm experiments. For efficient completion of the data SEM-photographs were taken to get a deeper insight into the kind of the wear mechanisms involved.

In order to achieve clinically relevant results, it is necessary,

1. to rinse the abrasion track of the sample
2. to define exactly the testing range of contact stress
3. not to choose sliding velocity above 1 Hz
4. to mark off exactly the test duration.

If these parameters are not adhered to, the wear mechanisms invoved will change, thus resulting in incorrect measuring data about the wear resistance and the incurring friction forces.

In the longterm experiments with the experimental composites those composites with an average filler particle size of 13.7µm and a relatively high content of fillers seemed to be the optimum composition with regard to wear resistance.

Literaturverzeichnis

Abel, A.K.; Leinfelder,K.F., Turner, D.T.: Microscopic observations of the wear of a tooth restorative composite in vivo. J. Biomed. Mat. Res 17, 501 (1983).

Axen, N., Jacobson, S.: A model for the abrasive wear resistance of multiphase materials. Wear 174, 187 (1994).

Bailey, W.F., Rice, S.L., Albert, R.L., Temin, S.C.: Influence of contact stress, sliding velocity, and surface roughness on the sliding wear of a composite restorative. J Dent Res 60, 731 (1981).

Bailey, W.F., Rice, S.L.: Comparative sliding-wear behavior of a dental amalgam and a composite restorative as a funtion of contact stress. J Dent Res 60, 731 (1981).

Ban, S., Anusavice, K.J.: Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. J Dent Res 69, 1791 (1990).

Bates, J.F., Stafford, G.D., Harrison, A.: Masticatory function - a review of the literature. 1. The form of the masticatory cycle. J Oral Rehabil 2, 281 (1975).

Bates, J.F., Stafford, G.D., Harrison, A.: Masticatory function - a review of the literature. 2. Speed of movement of the mandibule, rate of chewing and forces developed in chewing. J Oral Rehabil 2. 349 (1975).

Bayne, S.C., Taylor, D.F., Wilder, A.D., Heymann, H.O., Tangen, C.M.: Clinical longevity of ten posterior composite materials based on wear. J Dent Res 70, 344 (1991).

Bayne, S.C., Taylor, D.F., Rekow, E.D., Wilder, A.D., Heymann, H.O.: Confirmation of Leinfelder clinical wear standards. Dent Mater 10, 11 (1994).

Bayne, S.C., Taylor, D.F., Heymann, H.O.: Protection hypothesis for composite wear. Dent Mater 8, 305 (1992).

Beaumont, P.W.R., Young, R.J.: Failure of brittle polymers by slow crack growth, 1- Crack propagation in polymethylmethacrylate and tme-to-failure predictions. J Mat Science 10, 1334 (1975).

Bishop, C., Goodacre, C.J., Moore, B.K., Winkler, M.M.: The wear characteristics of an opalescent and a very low fosing porcelain. J Dent Res Abstr 2138 (1994)

Bloem, T.J., McDowell, G.C., Lang, B.R., Powers, J.M.: In vivo wear. Part 2: wear and abrasion of composite restorative materials. Dent Res 60, 242 (1988).

Blomberg, A., Hogmark, S., Lu, J.: An elektron microscopy study of worn ceramic surfaces. Trib Int 26, 369 (1993).

Boksman, L., Jordan, R.E., Suszuki, M., Charles, D.H.,: A visible light-cured posterior composite resin results of a 3-year clinical evaluation. J Am Dent Assoc 112, 627 (1986).

Boretti, G., Bickel, M., Geering, A.H.: A review of masticatory ability and efficiency. J Prost Dent 74, 400 (1995).

Braem, M., Finger, W., Van Doren, V.E., Lambrechts, P., Vanherle, G.: Mechanical properties and filler fraction of dental composites. Dent Mater 5, 364 (1989).

Bryant, R.W.: Comparison of three standards for quantfying occlusal loss of composite restorations. Dent Mater 6, 60 (1990).

Buijs, M., Maartens, L.A.A.G.: Effect of Interaction on Cracking, J. Am. Ceram. Soc. 75, 2809-2814 (1992)

Buijs, M., Korpel-van Houten, K.: Three-budy abrasion of brittle materials as studied by lapping. Wear 166, 237-245 (1993)

Burwell, J.T., jr.: Survey of possible wear mechanisms. Wear 1, 119 (1957/58).

Castagnola, L.: Experimentell Untersuchungen über im Munde selbstpolymerisierende Kunstharzfüllungen. Schweiz Monatsschr Zahnmed, 880 (1950).

Chadwick, R.G., McCabe, J.F., Walls, A.W.G., Storer, R.: The effect of storage media upon the surface microhardness and abrasion resistance of three composites. Dent Mater 6, 123 (1990).

Chung, K.H., Greener, E.H.: Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. J Oral Rehabil 17, 487 (1990).

Calais, J.G., Söderholm, K.-J.M.: Influence of filler type and water exposure on flexural strength of experimental composite resins. J Dent Res 67, 836 (1988).

Craig, R.G.: Restorative Dental Materials. Mosby, St. Louis 1993.

Craig, R.G., Powers, J.M.: Wear of dental tissues and materials. J Dent 2, 121 (1976).

Craig, R.G.: Selected properties of dental composites. 58, 1544 (1979).

Czichos, H., Habig, K.-H.: Tribologie Handbuch, Reibung und Verschleiß. Vieweg, Braunschweig/Wiesbaden 1992.

Dahl, B.L., Carlson, G.E., Ekfeldt, A.: Occlusal wear of teeth and restorative materials. Acta Odontol Scand 51, 299 (1993).

De Gee, A.J., Pallav, P., Davidson, C.L.: Effect of abrasion medium on wear of stress-bearing composites and amalgam in vitro. J Dent Res 65, 654 (1986).

DeLong, R., Sakaguchi, R.L., Douglas, W.H., Pintado, M.R.: The wear of dental amalgam in an artificial mouth: a clinical correlation. Dent Mater 1, 238 (1985).

Dickson, G.: Physical and chemical properties and wear. J Dent Res 58, 1535 (1979).

Draughn, R.A., Harrison, A.: Relationship between abrasive wear and microstructure of composite resins. J Prosth Dent 40, 220 (1978).

Dwyer-Joyce, R.S., Sayles, R.S., Ioannides,E.: An investigation into the mechanisms of closed three-body abrasive wear. Wear 175, 133 (1994).

Ekfeldt, A., Gudbrand, Ö.: Occlusal contact wear of prosthodontic materials. Acta Odontol Scand 46, 159 (1987).

Flessa, H.-P., Kunzelmann, K.-H., Mehl, A., Hickel, R.: Fracture toughness ans physical properties of model composites. J Dent Res 77 (SI B, 687 (1998) Nr. 448.

Freilich, M.A., Goldberg, A.J., Gilpatrick, R.O., Simonsen, R.J.: Three-year occlusal wear of posterior composite restorations. Dent Mater 8, 224 (1992).

Friedrich, K.: Friction and wear of polymer composites. Elsevier, Amsterdam 1986.

Harrison, A., Aziz, R.A.: Effect of impact stress on the wear of some restorative materials and enamel. Dent Mater 4, 261 (1988).

Harrison, A., Lewis, T.T.: The development of an abrasion testing machine for dental materials. J Biomed Mater Res 9, 341 (1975).

Harrison, A., Moores, G.E.: Influence of abrasive particle size and contact stress on the wear rate of dental restorative materials. Dent Mater 1, 14 (1985).

Hellwig, E., Klinek, j.: Einführung in die Zahnerhaltung, Verlag Urban & Schwarzenberg (1995).

Hengchang, X., Tong, W., Shiqing, S.: Wear patterns of composite restorative resins in vivo; observations by scanning electron microscopy. J Oral Rehabil 12, 389 (1985).

Hirt, T., Lutz, F., Roulet, J.F.: In vivo evaluation of occlusal wear of two experimental composites versus amalgam. J Oral Rehabil 11, 511 (1984).

Holzner-Hartmannsgruber, F.: Entwicklung einer computergesteuerten Pin-On-Disk-Maschine zur Zwei-Medien-Abriebsimulation dentaler Werkstoffe. Inaugural-Dissertation Ludwig-Maximilians-Universität München (1996).

Hutchings, I.M.: Tribology: Friction and wear of engeneering materials. Edward Arnold, London 1992.

Janda, R.: Kunststoffverbundsysteme, Grundlagen, Anwendung, Verarbeitung, Prüfung. VCH, Weinheim, 1990.

Jörgensen, K.D.: Restorative resins; abrasion vs. Mechanical properties. Scand J Dent Res 88, 557 (1980).

Jörgensen, K.D.: In vitro wear tests on macro-filled composite restorative materials. Aust Dent J 27, 153 (1982).

Kai, M., Satou, J., Satou, N., Shintani, H., Fulioka, M.: Sliding wear of various composite resins and bovine enamel. Dent Mater J 5, 165 (1986).

Kawai, K., Leinfelder, K.F.: Effect of surface penetrating sealants on the wear rate of composite resins. J Dent Res 71 SI, 635, Abstr. 957 (1992).

Kawai, K., Leinfelder, K.F.: Effect of surface penetrating sealant on composite wear. Dent Mater 9, 1108 (1993).

Kawai, K., Suzuki, S., Torii, M., Tsuchitani, Y., Leinfelder, K.F.: Effect of filler compositions on wear resistance of composites. J Dent Res 73 SI, 326, Abstr. 1794 (1994).

Kawai, K., Isenberg, B.P., Leinfelder, K.F.: Effect of gap dimension on composite resin cement wear. Quintessence Int 1, (1994).

Kawai, K., Leinfelder, K.F.: In vitro evaluation of OCA wear resistance of posterior composites. Dent Mater 11, 246 (1995).

Krejci, I., Reich, T., Lutz, F., Albertoni, M: In-vitro-Testverfahren zur Evalution dentaler Restaurationssysteme. 1. Computergesteuerter Kausimulator. Schweiz Monatsschr Zahnmed 100, 953 (1990).:

Krejci, I., Albertoni, M., Lutz, F.: In-vitro-Testverfahren zur Evalution dentaler Restaurationssysteme. 2. Zahnbürsten-/Zahnpastaabrasion und chemische Degradation. Schweiz Monatsschr Zahnmed 100, 1164 (1990).:

Krejci, I., Lutz, F.: In-vitro-Testverfahren zur Evalution dentaler Restaurationssysteme. 3. Korrelation mit In-vivo-Resultaten. Schweiz Monatsschr Zahnmed 100, 1445 (1990).:

Krejci, I., Heinzmann, J.L., Lutz, F.: Verschleiß von Schmelz, Amalgam und ihrer Schmelzantagonisten im computergesteuerten Kausimulator. Schweiz Monatsschr Zahnmed 100, 1258 (1990).:

Kunzelmann, K.-H.: Verschleißanalyse und -quantifizierung von Füllungsmaterialien in vivo und in vitro. Ludwig-Maximilians-Universität München 1996.

Lambrechts, P., Ameye, C., Vanherle, G.: Conventional and microfilled composite resins, 2. Chip fractures. J Prosth Dent , 527 (1982).

Lambrechts, P., Braem, M., Vanherle, G.: Evaluation of clinical performance for posterior composite resins and dentin adhesives. Oper Dent 12, 53 (1987).

Lang, B.R., Bloem, T.J., Powers, J.M., Wang, R.-F.: The in vivo wear resistance of 12 composite resins. J Prosthod 1,2 (1992).

Lang, B.R., Jaarda, M., Wang, R.-F.: Filler particle size and composite resin classification systems. J Oral Rehabil 19, 569 (1992).

Leinfelder, K.F.: Wear patterns and rates of posterior composite resins. Int Dent J 37, 152 (1987).

Leinfelder, K.F., Beaudreau, R.W., Mazer, R.B.: An in vitro device for predicting clinical wear. Quintessence Int 20. 755 (1989).

Li, Y., Swartz, M.L., Phillips, R.W., Moore, B.K., Roberts, T.A.: Effect of filler content and size on properties of composites. J Dent Res 64, 1396 (1985).

Lutz, F., Krejci, I., Barbakow, F.: Chewing pressure vs. wear of composites and opposing enamel cusps. J Dent Res 71, 1525 (1992).

Mair, L.H.: Wear patterns in two amalgams and three posterior composites after 5 years clinical service. J Dent 23, 107 (1994).

Mair, L.H., Stolarski, T.A., Vowles, R.W., Lloyds, C.H.: Wear: mechanisms, manifestations and measurement. Report of a workshop. J Dent 24, 141 (1996).

Matsumura, H., Leinfelder, K.F.: Three-body wear of four types of light-activated composite resin veneering materials. Quintessence Int 25, 425 (1994).

Mazer, R.B., Leinfelder, K.F., Russel, C.M.: Degradation of microfilled posterior composite. Dent Mater 8, 185 (1992).

McKinney, J.E., Wu, W.: Relationship between subsurface damage and wear of dental restorative composites. J Dent Res 61, 1083 (1982).

McKinney, J.E., Wu, W.: Chemical softening and wear of dental composites. J Dent Res 64, 1326 (1985).

Mouritz, A.P., Hutchings, I.M.: The abrasive wear of steel during rolling-sliding contact with rock counterfaces. Wear (1989).

Mouritz, A.P., Hutchings, I.M.: Compressive failure of silica-filled epoxy resins: influence of matrix strength, interfacial bond strength and porosity. J Mat Science 11, 1100 (1992)

Mueller, H.J., Bapna, M.S., Knoeppel, R.: Human enamel-dental amalgam pin on disc wear.Dent Mater1, 31-35 (1985).

Nagarajan, V.S., Jahanmir, S,: The Relationship between microstructure and wear of mica-containing glass ceramics. Wear 200, 176-185 (1996).

Odi- Owei, S., Schipper, D.J.: Tribological behavior of unfilled and composite polyoxymethylene. Wear 148, 369 (1991).

Pallav, P., De Gee, A.J., Davidson, C.L., Erickson, R.L., Glasspoole, E.A.: The influence of admixing microfiller to small-particle composite resin on wear, tensile strenght, hardness, and surface roughness. J Dent Res 68, 489 (1989).

Pallav, P., De Gee, A.J., Werner, A., Davidson, C.L.: Influence of shearing action of food on contact stress and subsequent wear of stress-bearing composites. J Dent Res 72, 56 (1993).

Palmer, D.S., Barco, M.D., Pelleu, G.B., McKinney, J.E.: Wear of human enamel against a comercial castable ceramic restorative material. J Prosth Dent 65, 192 (1991).

Plint, A.G., Plint, M.A.: A new technique for the investigation of stick-slip. Trib Int, 247 (1985).

Powell, J.M., Phillips, R.W., Norman, R.D.,: In vitro wear response of composite resin, amalgam, and enamel. J Dent Res 54, 1183 (1975)

Rice, S.L., Wayne, S.F., Bailey, W.F., Roto, M.: Influence of variation in contact stress on the sliding-wear behavior of a dental amalgam. Biomaterials 2, 46 (1981).

Rice, S.L., Bailey, W.F., Pacelli, P.F., Blanck, W.R.: Influence of enamel stylus stiffness on the sliding-wear behavior of a composite restorative. J Dent Res 61, 493 (1982).

Rice, S.L , Bailey, W.F., Roto, M., Wayne, S.F.: Wear behavior of a composite restorative and various styli in sliding contact. J Dent Res 63, 932 (1984).

Rice, S.L., Bailey, W.F., Wayne, S.F., Burns, J.A.: Comparative in vitro sliding-wear study of conventional, microfilled, ans light-cured composite restoratives. J Dent Res 63, 1173 (1984).

Roulet, J.F.: Die Abrasion von Komposits. SSO Schweiz Monatsschr Zahnheilkd 86, 413 (1976).

Roulet, J.F.: Degradation of dental polymers. Karger, München 1987.

Roulet, J.F.: Wekstoffkundliche Parameter und ihre Auswirkungen auf die Klinik. Dtsch Zahnarztl Z 43, 887 (1988).

Sakaguchi, R.L. Douglas, W.H., DeLong, R., Pintado, M.R.: The wear of a posterior composite in an artificial mouth: a clinical correlation. Dent Mater 2, 235 (1986).

Sarret, D.C., Ray, S.: The effect of water on polymer matrix and composite wear. Dent Mater 10, 6 (1994).

Sarrett, D.C., Söderholm, K.J., Battich, C.D:: Water and abrasive effects on three-body wear of composites. J Dent Res 70, 1074 (1991).

Scheufele, P. P.: Einfluß experimenteller Parametervariationen am Kausimulator auf das In-vitro-Verschleißverhalten dentaler Komposite. Inaugural-Dissertation. Ludwig-Maximilians-Universität München (2000).

Schnabel, C., Deas, P., Kunzelmann, K.H., Hickel, R.: Two-body wear simulation in a computer controlled artificial mouth. J Dent Res 73, Absr.1540 (1994).

Sharp, S.J., Ashby, M.F., Fleck, N.A.: Material response under static and sliding indentation loads. Acta metall wear 41, 685 (1993).

Smalley, W.M., Nicholls, J.I.: In vitro two-body wear of polymeric veneering materials. J Prosth Dent, 175 (1986).

Söderholm, K.J.: Degradation of glass filler in experimental composites. J Dent Res 11, 1867 (1981).

Söderholm, K.J., Calvert, P.D.: Effects of water on glass-filled methacrylate resins. J Mater Sci 15, 2957 (1983).

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

Soltez, U., Benkeser, G.: Fatigue behavior of filling materials. Elsevier Sci Publish, 281 (1989).

Spandolakis, J., Young, R.J.: Crack propagation in a glass particle-filled epoxy resin, 1-Effect of particle volume fraction and size. J Mat Science 19, 473 (1984).

Spandolakis, J., Young, R.J.: Crack propagation in a glass particle-filled epoxy resin, 2-Effect of particle-matrix adhesion. J Mat Science 19, 487 (1984).

Stolarski, T.A.: Friction in a pin-on-disc configuration. Mech Mach Theory 24, 373 (1989).

Sulong, M., Aziz, R.: Wear of materials used in dentistry: A review of the literature. J Prosth Dent 63, 324 (1990).

Suh, N.P.: Tribophysics. Prentice-Hall, New Jersey 1986.

Suzuki, S., Leinfelder, K.F., Kawai, K., Tsuchitani, Y.: Effect of particle variation on wear rates of posterior composites. Am J Dent 8, 173 (1995).

Thiemann, J., Finger, W.: Correlation between in vitro and in vivo wear of posterior restorative materials. Dent Mater 3, 280 (1987).

Wassel, R.W., McCabe, J.F., Walls, A.W.: Subsurface deformation associated with hardness measurements of composites. Dent Mater 8, 218 (1992).

Wassel, R.W., McCabe, J.F., Walls, A.W.: Wear characteristics in a two-body wear test. Dent Mater 10, 269 (1994).

Willems, G., Lambrechts, P., Braem, M., Celis, J.P., Vanherle, G.: A classification of dental composites according to their morphological and mechanical characteristics. Dent Mater 8, 310 (1992).

Willems, G., Lambrechts, P., Lesaffre, E., Braem, M., Vanherle, G.: Three-year follow-up of five posterior composites: SEM study of differential wear. J Dent 21, 79 (1993).

Wiskott, H.W.A., Belser, U.C.,: A rationale for a simplified occlusal design in restorative dentistry: Historical review and clinical guidelines. J Prosth Dent, 169 (1995).

Wright, K.H.: The abrasive wear resistance of human dental tissues. Wear 14, 263 (1969).

Wu, W., Cobb, E.N.: A silver staining technique for inverstigating wear of restorative dental composites. J Biomed Mater Res 15, 343 (1981).

Wu, W., McKinney, J.E.: Influence of chemicals on wear of dental composites. J Dent Res 61, 1180 (1982).

Wu, W., Toth, E.E., Moffa, J.F., Ellison, J.A.: Subsurface damage layer of in vivo worn dental composite restorations. J Dent Res 63, 675 (1984).

Yamada, T., Hosoda, H.: Susurface damage of posterior resin composite in an alkaline solution. J Jap Conserv Dent 30, 1251 (1987).

Yamini, S., Young, R.J.: Crack propagation in and fractography of epoxy resins. J Mat Science 14, 1609 (1979).

You, H., Hsia, J.H.: The influence of friction-speed on the occurence of stick-slip motion. ASME 117, 450 (1995).

Young, R.J, Beaumont, P.W.R.: Failure of brittle polymers by slow crack growth, 2- Failure processes in a slilica particle-filled epoxy resin composite. J Mat Science 10, 1343 (1975).

Young, R.J, Beaumont, P.W.R.: Failure of brittle polymers by slow crack growth, 3- Effect of composition upon the fracture of silica particle-filled epoxy resin composites. J Mat Science 12, 684 (1977).

Zum Gahr, K.-H.: Microstructure and wear of materials. Elsevier, Amsterdam 1987.

Danksagung

Herrn Prof. Dr. R. Hickel, Direktor der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der Ludwig-Maximilians-Universität in München danke ich für die Möglichkeit, die perfekte Infrastruktur der Universität München und das Labor der Poliklinik für meine Arbeit nutzen zu können.

Besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr. K.-H. Kunzelmann für die Überlassung des Dissertationsthemas und seine tatkräftige Betreuung und Unterstützung, seine wertvollen Anregungen und sein unermüdliches Interesse bei der Erstellung dieser Arbeit.

Herrn Prof. Dr. Dr. U. Welsch der Anatomischen Anstalt der Ludwig-Maximilians-Universität in München und seinen MitarbeiterInnen gebührt mein Dank, da sie die Erstellung der REM-Aufnahmen möglich machten.

Dank gilt auch den wissenschaftlichen MitarbeiterInnen der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der Ludwig-Maximilians-Universität in München, die mir bei technischen Problemen halfen.

Bei den Firmen DeTrey und Vivadent bedanke ich mich für die großzügige Überlassung der Testmaterialien.

Nicht zuletzt möchte ich mich bei meinen Eltern bedanken, die mir eine fundierte Ausbildung ermöglichten und mir stets bei Fragen und Problemen liebevoll zur Seite standen.

Lebenslauf

Name: Nicole Sabine Michejew

Geboren am: 04.01.1994 in Augsburg

Eltern: Dr. Peter Michejew, Augenarzt

Dr. Barbara Michejew, Kinderärztin

Ausbildung:

1980-1984	Grundschule in Schwabmünchen (Landkreis Augsburg)
1984-1993	Besuch des Gymnasiums der Leonhard-Wagner-Schule in Schwabmünchen
1993	Abitur
1993-1995	Studium der Humanmedizin an der Ludwig-Maximilians-Universität in München
1995-2001	Studium der Zahnheilkunde an der Ludwig-Maximilians-Universität in München mit Erwerb der zahnärztlichen Approbation