

Mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät  
der Universität München

Berichterstatter: Prof. Dr. Karl-Heinz Kunzelmann

Mitberichterstatter: Prof. Dr. Dr. W. Plitz  
Prof. Dr. D. Edelhoff

Dekan: Prof. Dr. med. D. Reinhardt

Tag der mündlichen Prüfung: 13. 12. 2007

In Dankbarkeit  
meiner Mutter und Dr. Dr. Michael Fasbender  
gewidmet

## Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung</b>	1
<b>2. Literaturübersicht</b>	4
<b>2.1. Aufbau der Komposite</b>	4
2.1.1. Die organische Matrix	4
2.1.2. Die Füller	10
2.1.3. Die Initiatoren	12
<b>2.2. Die Polymerisationsreaktion</b>	13
2.2.1. Die freie radikalische Polymerisation	14
2.2.2. Die radikalische Zyklopolymerisation	14
2.2.3. Die Kationenpolymerisation	14
<b>2.3. Die Polymerisationsschrumpfung</b>	17
<b>2.4. Die Folgen der Polymerisationsschrumpfung</b>	19
2.4.1. Die Bildung von Randspalten	19
A. Ablösung des Schmelz-Bonding-Füllungsverbundes	19
B. Ablösung des Dentin-Bonding-Füllungsverbundes	19
2.4.2. Zahnhartsubstanzverformungen	20
2.4.3. Materialversagen	21
<b>2.5. Die Beeinflussung der entstehenden Polymerisationsspannung</b>	22
2.5.1. Einfluss der Kavitätengeometrie auf die Polymerisationsspannung	22
2.5.2. Die Beeinflussung der Polymerisationskinetik	24
A. Beeinflussung der Reaktionskinetik durch die Materialzusammensetzung	24
B. Beeinflussung der Reaktionskinetik durch die Modulation der Lichtintensität	25
C. Applikation stressauffangender Zwischenschichten	26
<b>2.6. Die Messverfahren der Polymerisationsschrumpfung</b>	30
2.6.1. Einteilung der Messverfahren	31

2.6.1.1. Stilisierte Proben	31
2.6.1.1.1. Direkte Messverfahren	31
A. Das Dilatometer	31
B. Der Wegaufnehmer	33
2.6.1.1.2. Indirekte Methoden	36
2.6.1.2. Zahnproben	37
2.6.2.2.1. Die direkte Messung von Polymerisationsschrumpfung- Messung von Höckerverwindungen	37
A. Das Michelson-Interferometer	38
B. Das Mikroskop	39
2.6.2.2.2. Die indirekte Messung der Polymerisationsschrump- fung-Untersuchung von Randspalten	40
2.6.2.2.2.1. Morphologische Verfahren	40
A. Das Rasterelektronenmikroskop (REM)	40
B. Das Fluoreszenzmikroskop	42
2.6.2.2.2.2. Funktionelle Verfahren	43
<b>2.7. Grundlagen der Dynamisch Mechanischen Analyse</b>	44
2.7.1. Das rein elastische Verhalten	44
2.7.2. Das rein visköse Verhalten	45
2.7.3. Das viskoelastische Verhalten	45
A. Das Voigt-Kevin-Modell	45
B. Das Maxwell-Modell	46
C. Standard-Linear-Solid-Modell	47
2.7.4. Thermisch Mechanische Zustandsbereiche für Polymere	47
2.7.5. Überlegungen zur Bestimmung des dynamischen E-Moduls	48
A. Bestimmung von Speicher- und Verlustmodul	49
B. Bestimmung des Verlustfaktors	49
C. Bestimmung des komplexen E-Moduls	50
<b>3. Fragestellung</b>	53

<b>4. Material und Methode</b>	54
4.1. Material	55
4.1.1. Charakterisierung der verwendeten Materialien	56
4.2. Methode	58
4.2.1. Der Messaufbau	58
4.2.1.1. Der Messrahmen	59
4.2.1.2. Die Probenhalter	60
4.2.1.3. Der Formaufsatz	61
4.2.1.4. Lichtsensor und Temperatursensor	62
4.2.2. Die Messmethoden	63
4.2.3. Die Kalibrierung des Stress-Strain-Analysers	65
4.3. Die Versuchsdurchführung	68
4.3.1. Die Ermittlung der Kontraktionskräfte [N]	70
4.3.2. Die Ermittlung der Kontraktionsspannungen [MPa]	71
4.3.3. Die Ermittlung des Gelpunktes [s]	71
4.3.4. Die Ermittlung der absoluten Schrumpfrate [N/s]	71
4.3.5. Die Ermittlung der relativen Schrumpfrate [%/s]	71
4.3.6. Die Bestimmung des Intervalls der größten Schrumpfkraftentwicklung	72
4.3.7. Messung der Mechanischen Eigenschaften	72
4.3.8. Die Bestimmung des dynamischen Elastizitätsmoduls	73
4.3.8.1. Die Bestimmung des dynamischen Elastizitätsmoduls-des Speichermoduls [MPa]	73
4.3.8.2. Die Bestimmung des Verlustmoduls $E''$ [MPa]	73
4.3.8.3. Die Bestimmung des Verlustfaktors $\tan \Delta$	74
4.4. Statistische Auswertung	74
<b>5. Ergebnisse</b>	75
5.1. Vorversuche-Variation der Materialien	75

5.1.1. Messung der Kraft [N] ohne Gegenregulation	75
5.1.2. Berechnung der Kontraktionsspannung [MPa]	76
5.1.3. Bestimmung des Gelpunktes	77
5.1.4. Bestimmung der absoluten [N/s] und der relativen Schrumpfrate [%/s]	79
5.1.5. Bestimmung der größten Steigung	80
<b>5.1.2. Hauptversuche- Variation der C-Faktoren</b>	82
5.2.1. Messung ohne Gegenregulation	82
5.2.1.1. Tetric Ceram	82
5.2.1.1.1. Messung der Kontraktionsspannung [MPa]	82
5.2.1.1.2. Messung der Schrumpfkraft [N]	84
5.2.1.2. Tetric Flow	86
5.2.1.2.1. Messung der Kontraktionsspannung [MPa]	88
5.2.1.2.2. Messung der Schrumpfkraft [N]	86
5.2.2. Messung mit Gegenregulation	90
5.2.2.1. Tetric Ceram	90
5.2.2.1.1. Messung der Kontraktionsspannung [MPa]	90
5.2.2.1.2. Messung der Kraft [N]	92
5.2.2.2. Tetric Flow	93
5.2.2.2.1. Messung der Kontraktionsspannung [MPa]	93
5.2.2.2.2. Messung der Schrumpfkraft [N]	95
5.2.3. Vergleich der maximalen Kontraktionsspannungswerte [MPa] von Tetric Ceram und Tetric Flow bei der unkompenzierten Messmethode	97
5.2.4. Vergleich der Messungen maximalen Kontraktionsspannungswerte [MPa] von Tetric Ceram und Tetric Flow bei der kompenzierten Messmethode	99
5.3. Gelpunktbestimmung	100
5.3.1. Tetric Ceram	100

Inhaltsverzeichnis

5. 3. 1. 1. Messung mit Gegenregulation	100
5. 3. 1. 2. Messung ohne Gegenregulation	102
5. 3. 2. Tetric Flow	103
5. 3. 2. 1. Messung mit Gegenregulation	103
5. 3. 2. 2. Messung ohne Gegenregulation	104
5. 3. 3. Vergleich der Materialien Tetric Flow und Tetric Ceram hinsichtlich ihres Gelpunktes der kompensierten Messmethode	105
5. 3. 4. Vergleich der Materialien Tetric Flow und Tetric Ceram hinsichtlich ihres Gelpunktes der unkompensierten Messmethode	106
5. 3. 5. Vergleich der Gelpunkte von kompensierter mit unkompensierter Messmethode für das Material Tetric Flow	107
5. 3. 6. Vergleich der Gelpunkte von kompensierter mit unkompensierter Messmethode für das Material Tetric Ceram	108
5. 4. Bestimmung der größten Steigung	109
5. 4. 1. Tetric Ceram	109
5. 4. 2. Tetric Flow	112
5. 5. Bestimmung der absoluten und der relativen Schrumpfungsraten	115
5. 5. 1. Messung mit Gegenregulation	115
5. 5. 1. 1. Tetric Ceram	115
5. 5. 1. 2. Tetric Flow	116
5. 5. 2. Messung ohne Gegenregulation	117
5. 5. 2. 1. Tetric Ceram	117
5. 5. 2. 2. Tetric Flow	118
5. 6. Variation der Probengeometrie des C-Faktors 1,0	119
5. 6. 1. Messung mit Gegenregulation	119

Inhaltsverzeichnis

5. 6. 1. 1. Tetric Ceram	119
5. 6. 1. 2. Tetric Flow	120
5. 6. 2. Messung ohne Gegenregulation	121
5. 6. 2. 1. Tetric Ceram	121
5. 6. 2. 2. Tetric Flow	122
5. 7. Mechanische Eigenschaften	123
5. 7. 1. Auswertung des statischen E-Moduls	123
5. 7. 1. 1. Messung mit Kompensation	123
5. 7. 1. 1. 1. Tetric Ceram	123
5. 7. 1. 1. 2. Tetric Flow	124
5. 7. 1. 2. Messung ohne Kompensation	125
5. 7. 1. 2. 1. Tetric Ceram	125
5. 7. 1. 2. 2. Tetric Flow	126
5. 8. Ergebnisse der Langzeitmessungen	127
5. 8. 1. Messung der Schrumpfungskraft [N]	127
5. 8. 2. Messung der prozentualen Schrumpfung	128
5. 8. 3. Berechnung der Zunahme der Schrumpfungskraft [N] pro Zeiteinheit	129
5. 9. Dynamische Messungen	130
5. 9. 1. Untersuchung der Frequenzabhängigkeit	130
5. 9. 2. Bestimmung des Speichermoduls $E'$ von Tetric Ceram und Tetric Flow	131
5. 9. 3. Bestimmung des Verlustmoduls $E''$ von Tetric Ceram und Tetric Flow	132
5. 9. 4. Der Verlustfaktor $\tan \Delta$	134
5. 9. 4. 1. Tetric Ceram	134
5. 9. 4. 2. Tetric Flow	135
5. 9. 5. Vergleich des Speichermoduls $E'$ in Abhängigkeit von der Frequenz und dem Füllergehalt der Testkomposite	136

<b>6. Diskussion</b>	138
6. 1. Material und Methode	139
6. 1. 1. Die Probenhalter	139
6. 1. 2. Herstellung der Proben	140
6. 1. 3. Umgebungsbedingungen	141
6. 1. 4. Die Compliance der Maschine	141
6. 1. 5. Material	142
6. 2. Diskussion der Ergebnisse	143
6. 2. 1. Variation der Materialien	143
6. 2. 2. Vergleich der C-Faktoren	148
6. 2. 2. 1 Tetric Ceram	150
6. 2. 2. 2. Tetric Flow	151
6. 2. 3. Vergleich der Messungen mit und ohne Gegenregulation	152
6. 2. 4. Bestimmung des Wendepunktes der größten Steigung	154
6. 2. 5. Bestimmung der relativen und absoluten Schrumpfungsrates	157
6. 2. 6. Die Bestimmung des Gelpunktes	157
6. 2. 7. C-Faktor 1,0	158
6. 2. 8. Ergebnisse der Langzeitmessung	161
6. 2. 9. Mechanische Eigenschaften	162
6. 2. 9. 1. Die Vickershärte	162
6. 2. 9. 2. Das statische E-Modul	163
6. 2. 10. Der dynamische E-Modul	164
6. 2. 11. Vergleich des Dehnungsverhaltens von Tetric Ceram und Tetric Flow während der dynamischen Messung	168
6. 2. 12. Vergleich von Tetric Ceram mit Tetric Flow in Bezug auf den Speicher- und Verlustmodul	169
6. 2. 13. Vergleich von Tetric Ceram mit Tetric Flow in Bezug auf den Verlustfaktor Tan Delta	170

<b>7. Schlussfolgerungen</b>	172
<b>8. Zusammenfassung</b>	175
<b>9. Literaturverzeichnis</b>	180
<b>10. Abkürzungen</b>	188
<b>11. Danksagung</b>	189
<b>12. Lebenslauf</b>	190

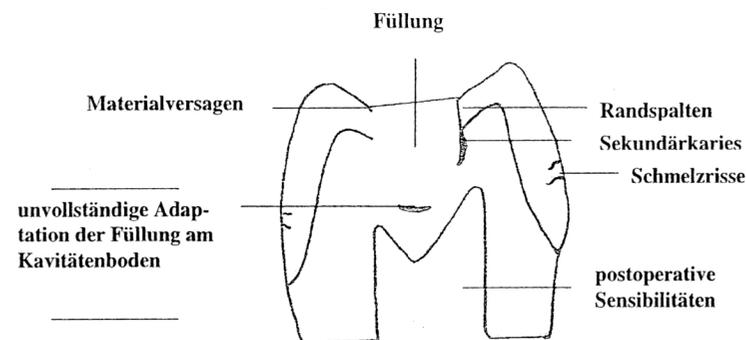
## 1. Einleitung

Die wachsende Nachfrage der Patienten nach natürlicher Ästhetik und minimal-invasiven, amalgamfreien Restaurationsmöglichkeiten hat in den letzten Jahren zum routinemäßigen Einsatz von lichthärtenden Materialien in den Zahnarztpraxen geführt. So können mit Kompositen, Kompomeren und Ormoceren heute alle Kavitätenklassen versorgt werden. Ebenfalls werden licht- oder dualhärtende Klebesysteme bei keramischen Inlay- und Kronenversorgungen mit Erfolg angewendet.

Lichthärtende Kunststoffe haben in der letzten Dekade große Verbesserungen in Bezug auf ihre physikalischen Eigenschaften erfahren. Bei der Suche nach immer besseren Restaurationswerkstoffen, steht nun die Forderung nach einer dichten und dauerhaften Versiegelung der Kavitätenränder gegenüber den vielfältigen Einflüssen des Mundmilieus im Vordergrund. Das Problem der Polymerisationsschrumpfung konnte dabei bisher nicht zufriedenstellend gelöst werden. Interne Materialspannungen führen häufig zum Versagen des Haftverbundes Kavitätenwand/Füllungsmaterial und zur Bildung von Randspalten.

Die resultierende Moleküldiffusion und die damit verbundenen Flüssigkeitsströme (Perkolationseffekt), wie auch das Eindringen von Mikroorganismen, führen zwangsläufig zu einer Schädigung des Pulpengewebes und infolge der mikrobiellen Besiedlung ebenfalls zu einer Zerstörung von Zahnhartsubstanz (Sekundärkaries) sowie der angrenzenden parodontalen Strukturen.

Gleichzeitig kann es zur Bildung von Mikrorissen kommen, die innerhalb des Materials eine Reduktion der Abrasionsfestigkeit bewirken und in der Zahnhartsubstanz die Schmelz-Dentin-Grenze erreichen.



**Abb. 1:** Schematische Darstellung der möglichen Folgen der Polymerisationsschrumpfung für einen Zahn (nach Dauvillier, 2001)

Des weiteren hängt der klinische Erfolg einer Kompositfüllung in hohem Maße von der fachgerechten Verarbeitung ab. Dabei muss sich der behandelnde Zahnarzt nach dem Polymerisationsverhalten des Materials richten und versuchen, nach einer sorgfältigen Kavitätenkonditionierung durch entsprechende Schichttechniken die Volumenschrumpfung des Füllungsmaterials zu verringern. Die indikationsgerechte Auswahl des Füllungsmaterials und die Benutzung einer der Reaktionskinetik gerechtwerdenden Polymerisationslampe spielen ebenfalls eine wesentliche Rolle.

Um mehr Einsicht in die Problematik der Polymerisationsschrumpfung zu gewinnen, konzentriert sich die Forschung auf die Untersuchung des viskoelastischen Verhaltens der Kompositmaterialien. Der Zeitpunkt des Wechsels von der Prägelphase in die Postgelphase ist ein wichtiger Faktor in der

Beziehung zwischen der Materialschrumpfung und der Entwicklung der Polymerisationsspannung innerhalb der Restauration.

Diese Thematik ist auch Gegenstand der vorliegenden Arbeit. Zur Untersuchung der Polymerisationsspannung und des viskoelastischen Verhaltens von Kompositen wurde an der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der LMU-München im Rahmen einer Diplomarbeit der Stress-Strain-Analyser entwickelt (Dullin, 1998). Mit Hilfe der in diesem Gerät implementierten Messprogramme ist es zum einem möglich, den Einfluss der Lastmessdosen-Compliance (kompensierte Messmethode) auf die Messergebnisse zu eliminieren und zum anderen durch dynamisch-mechanische Messungen genauere Aussagen über molekulare Umbauprozesse in den ersten Sekunden der Polymerisationsreaktion treffen zu können.

So wurden im Rahmen der Vorversuche verschiedene Materialien auf die entstehenden Kontraktionskräfte und -spannungen, die Längen der Prägelphasen, die absoluten und relativen Schrumpfungsraten sowie die Intervalle der größten Schrumpfungsentwicklung unter Verwendung der unkompensierten Messmethode untersucht.

Der darauf folgende Hauptteil gliedert sich in zwei Abschnitte. Dabei werden im ersten Abschnitt die Untersuchungen für die C-Faktoren 0,5; 0,8; 1,0; 1,2 und 2,4 auf Grundlage der gleichen Parameter wie in den Vorversuchen für beide Messmethoden dargestellt.

Im zweiten Abschnitt dieser Arbeit stehen die mit Hilfe der dynamischen Messmethode ermittelten Speicher-, Elastizitäts- und Verlustmodule sowie die Verlustfaktoren für die Komposite Tetric Flow und Tetric Ceram im Mittelpunkt.

## 2. Literaturübersicht

### 2. 1. Aufbau der Komposite

Der Begriff Komposit leitet sich aus dem lateinischen Wort „compositum“ (Zusammengesetztes) ab und bezeichnet eine Kombination aus mindestens zwei Komponenten.

Als Hauptbestandteile der zahnärztlichen Komposite sind die organische Matrix, die Füllkörper und Silan als Verbundphase zu nennen. Daneben sind auch Initiatoren, Stabilisatoren, Pigmente, Farbstoffe und antikariogene Zusätze enthalten (Hellwig et al., 1995; Ferrancane, 2001; Dauvillier, 2001).

Im Rahmen dieser Arbeit soll nur auf die organische Matrix, die Füller und die Initiatoren eingegangen werden.

#### 2. 1. 1. Die organische Matrix

Die organische Matrix der Komposite besteht aus Monomeren. Dabei handelt es sich um polyfunktionelle Methacrylate mit der vereinfachten Grundformel:

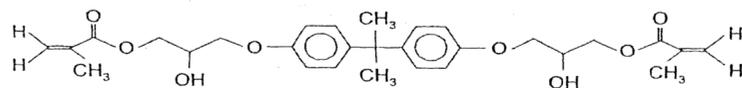
MA-R-MA.

MA steht für die Ester der Methacrylsäure mit ein- oder höherwertigen Alkoholen. Diese besitzen auch bei niedrigen Temperaturen eine hohe Reaktivität.

R symbolisiert das organische Bindeglied, welches die Methacrylsäureesterreste verbindet. Hierbei kann es sich um aromatische Ringe, Polyäther, Urethanpräpolymere oder aliphatische Ketten handeln. In diesem Teil des Moleküls können sowohl die mechanischen Eigenschaften und die Viskosität, als auch die Polymerisationsschrumpfung sowie der Polymerisationsgrad des Komposites beeinflusst werden (Hellwig et al., 1995).

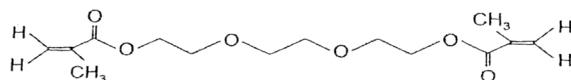
Bei den häufig in Kompositen verwendeten Basismonomeren handelt es sich um:

- Bis-GMA (2,2-Bis[4(3'-methacryloyl-oxy-2'-hydroxypropoxy)phenyl]propan)2'-hydroxypropoxy)phenyl]propan)
- UEDMA (1,6-Bis[methacrylyl2-etoxy-carbonylamino-2,4,4-Trimethylhexan)
- Bis-EDMA (2,2-Bis[4(3''-methacryloyl-oxyethoxy)phenyl]propan)
- TEDMA (Triethylenglycoldimethacrylat)



**bisGMA**

(2,2-bis[4-(2-hydroxy-3-methacryloyloxypropoxy)phenyl]-propane)



**TEGDMA**

(triethyleneglycol dimethacrylate)

**Abb. 2:** Chemische Formeln von Bis-GMA und TEGDMA (Dauvillier, 2001)

Seit 30 Jahren bildet Bis-GMA die Matrixgrundlage für 80 – 90 % der verwendeten Komposite in der Zahnmedizin. Dieses hochvisköse, bifunktionelle Monomer zeichnet sich durch ein hohes Molekulargewicht und eine geringe Polymerisationsschrumpfung aus (Dauvillier, 2001). Die hohe Viskosität entsteht durch die Wasserstoffbrückenbindungen zwischen den Hydroxylgruppen der Monomermoleküle. Sie wirkt jedoch limitierend auf den Vernetzungsgrad und die Verarbeitbarkeit der Komposite aus (Ferracane, 1995).

Deshalb wird als Co- bzw. Verdünnermonomer TEGDMA zugesetzt, das eine geringere Molekülgröße als Bis-GMA besitzt. Infolge dessen stehen mehr C=C Doppelbindungen pro Volumeneinheit zur Verfügung, wodurch eine höhere Polymerisationsschrumpfung hervorgerufen wird. Ein Volumenanteil von 30 Gewichtsprozent TEGDMA als Comonomer erzeugt eine verarbeitungsfähige Viskosität bei niedriger Polymerisationsschrumpfung. Höhere Anteile führen zu einem signifikanten Anstieg der Schrumpfung, vor allem in der Prägelphase. Daraus lässt sich schließen, dass die sinkende Viskosität des Komposites bei steigendem TEGDMA-Gehalt keinen Einfluss auf die Fliesseigenschaften in der Prägelphase ausübt (Dauvillier, 2001).

Nach Ferracane wird ein Optimum an mechanischen Eigenschaften bei einem Mischungsverhältnis Bis-GMA:TEGDMA von 1:1 erreicht.

UEDMA kann ohne Comonomer (z. B. Isomolar, Vivadent) oder in Kombination mit Bis-GMA und TEGDMA (z. B. Heliomolar, Vivadent) verwendet werden. Es zeichnet sich durch eine niedrige Viskosität und eine große Materialhärte aus (Ferracane, 1995).

In den letzten Jahren lag der Schwerpunkt in der Entwicklung neuer Monomersysteme vor allem im Bereich der Reduktion der Polymerisationsschrumpfung. So wurden eine Reihe von Monomeren entwickelt, die durch ringöffnende Systeme einer Materialschrumpfung entgegenwirken sollen. Es handelte sich hierbei um Monomere auf Spiroorthocarbonat-Basis (SOC), Oxbismethacrylate und Oxirane (Ferracane, 2001; Dauvillier, 2001).

Dabei wurde erstmalig von Thomsen 1979 die Benutzung von SOC's als Monomerbestandteil in Dentalkompositen untersucht. Jedoch waren die damaligen SOC's nicht mit Bis-GMA kompatibel (Eick et al., 1993). Anfang der

neunziger Jahre gelang es Bailey und Stansbury dieses Problem zu lösen und kompatible Strukturformen zu entwickeln. Diese neue SOC/Bis-GMA-Monomermischung wies im Vergleich zu anderen Monomerzusammensetzungen eine um 1,5 % niedrigere Polymerisationsschrumpfungsrates auf (Eick et al., 1993).

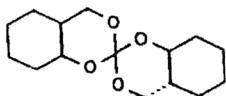


Abb. 3: Schematischer Aufbau eines SOC-Moleküls

Das SOC-Molekül enthält ein Orthocarbonat, ein Ester der Orthocarboxylsäure, welches mit vier Sauerstoffatomen an einem spiro-Kohlenstoffatom eine Bindung eingeht. Dabei bedeutet die spiro-Kennzeichnung, dass dieses Kohlenstoffatom einen gemeinsamen Bestandteil von zwei Ringsystemen darstellt.

Diese als alizyklisch bezeichneten Spiroorthocarbonate besitzen zusätzlich auf jeder Seite einen Ring, der wiederum mit dem zyklischen Orthocarbonatring verbunden ist. Die Polymerisationsreaktion dieses Monomers wird durch eine lichtinitiierte Kationenkatalyse ausgelöst.

Die durch diese Reaktion hervorgerufene Materialexpansion beruht auf der Doppelringöffnung der Spiroorthocarbonate, wobei Expansionsraten in Abhängigkeit der cis/trans-Konfiguration des Moleküls von 3,5 % - 3,9 % entstehen (Byerley et al., 1992).

Trotz viel versprechender Aussichten in Bezug auf die Verminderung der Polymerisationsschrumpfung, konnten sich die Spiroorthocarbonate als Monomere nicht durchsetzen, da ihre ästhetischen Eigenschaften nicht den heutigen Anforderungen an zahnfarbenen Restaurationen gerecht werden.

Im Gegensatz zu den SOC-Molekülen besitzen die Oxirane in ihrer Grundstruktur einen dreizyklischen Ether und zeichnen sich durch das Phänomen der in-neren „soft-Start“ Schrumpfung aus (Zeeck, 1992). Infolgedessen kommt es während der initialen Polymerisation zu einer Verzögerung der Spannungsentwicklung um ca. 20 Sekunden, die im Vergleich zu den konventionellen Monomeren auf Dimethacrylatbasis eine um 45 % niedrigere Polymerisationsschrumpfungsrates verursacht (Dauvillier, 2001).

**Tabelle 1:** Einteilung der Komposite nach ihren wichtigen funktionellen Gruppen für die Polymerisationsreaktion (nach Kunzelmann, 2001).

Matrizeinteilung nach der funktionellen Gruppe	chemisches System	Schrumpfungseigenschaften	Beispiele
reine Methacrylate	Bis-GMA TEGDMA UDMA	niedrig hoch niedrig	Tetric Ceram/ Vivadent Charisma/Kulzer Filtek P60, Z100 Filtek Z250/ 3M Espe
	Klassische Ormocere	hoch	Definite/Degussa
säuremodifizierte Methacrylate	besitzen im Vergleich zur klassischen Dentalmatrix hydrophile Monomerbestandteile z.B. Kompomere	niedrig	Compoglass F/ Vivadent Dyract AP/Dentsply Hytac/3M Espe
	Ormocere mit Carboxylfunktion im organischen Anteil	hoch	Admira/Voco
ringöffnende Epoxide	Oxirane	sehr niedrig	Pluto/3M Espe noch nicht erhältlich
	Silorane (Siloxane mit Oxiranfunktion)	sehr niedrig	noch nicht verfügbar

### 2.1.2. Die Füller

Durch den Zusatz von anorganischen Füllstoffen werden die physikalischen und mechanischen Eigenschaften wie Druck- und Zugfestigkeit, Elastizitätsmodul und Verschleißfestigkeit verbessert sowie die Polymerisationsschrumpfung, der lineare thermische Ausdehnungskoeffizient und die Wasseraufnahme verringert (Hellwig et al., 1995; Ferrancane, 2001; Dauvillier, 2001).

Die herkömmlichen anorganischen Füller bestehen aus Quarz, Keramik oder dispersem Siliziumdioxid. Um sich mit der organischen Matrix verbinden zu können, müssen die Füllerpartikel einem Silanisierungsprozeß unterzogen werden (Hellwig et al., 1995; Ferrancane, 2001; Dauvillier, 2001).

Lutz teilte die Kompositmaterialien nach Art und Größe der verwendeten Füllkörper ein. Dieser Klassifikation zufolge werden zwischen konventionellen Kompositen, die Makrofüller enthalten (Partikelgröße 0,1 - 100 µm), mikrogefüllten Kompositen (Partikelgröße 0,007 - 0,04 µm) und Hybridkompositen, einer Kombination aus Makro- und Mikrofüllern, unterschieden (Dauvillier, 2001).

**Tabelle 2:** Physikalische Eigenschaften verschiedener Komposite im Vergleich zur Zahnhartsubstanz (nach Hellwig et al., 1995)

	Kunststoff ungefüllt	Komposit konventionell	Komposit mikrogefüllt	Hybrid- Komposit	Dentin	Schmelz
E-Modul [MPa]	2340	8000 - 16000	3200 - 5400	13790 - 24000	18500	11000- 84000
Druck- festigkeit [MPa]	55 - 72	250 - 300	255 - 330	300 - 380	297	134 - 386
Zugfestig- keit [MPa]	26 - 35	40 - 60	25 - 40	45 - 70	280	-
Biege- festigkeit [MPa]	58 - 62	110 - 135	60 - 80	120 - 150	280	-
Wasser- aufnahme [%]	0,5 - 2,0	0,2 - 0,8	1,2 - 2,0	0,2 - 0,6	-	-
therm. Ausdehnung s-koeffizient [ppm/°C]	80 - 92	25 - 35	45 - 70	22 - 35	8	11,4
Fülleranteil [Gew. %]	-	70 - 80	35 - 50	60 - 86	-	-

### 2. 1. 3. Die Initiatoren

Die Initiatoren dienen der Umsetzung der Monomermoleküle in ein polymeres Netzwerk, indem sie durch ihren Zerfall in Radikale die Polymerisationsreaktion einleiten.

In den lighthärtenden Kompositen werden häufig folgende Verbindungen als Initiatoren verwendet:

- 1,7,7-Trimethylbicyclo(2,2,1)Heptan-2,3-dion (Champhorchinon)
- N,N-Dimethylaminoethylmethacrylat

Durch Lichtexposition im Spektralbereich von 400 – 500 nm reagiert der Initiator (Diketon) mit dem Co-Initiator (Amin) und bildet freie Radikale (Dauvillier, 2001). Für die Polymerisationskinetik und für die Polymerisationsschrumpfung spielen die Konzentration des Initiatorsystems sowie dessen homogene Verteilung im Kompositmaterial eine wesentliche Rolle (Ferrancane, 2001; Dauvillier, 2001).

## 2. 2. Die Polymerisationsreaktion

Seit Beginn der Zahnheilkunde ist man um eine möglichst zahnfarbene Rekonstruktion der zerstörten Zähne bemüht. Die Entwicklung erfolgte über die Zemente hin zu den Kompositmaterialien, deren Aushärtung über eine Polymerisationsreaktion erfolgt.

Bei der Polymerisation schließen sich die Moleküle des Ausgangsstoffes (Monomere) zu kettenförmigen Makromolekülen ohne Abspaltung eines Nebenproduktes zusammen (Zeeck, 1992). Hierbei unterscheidet man in Abhängigkeit von der chemischen Struktur des Monomers drei Arten von Polymerisationsreaktionen:

- freie radikalische Polymerisation
- radikalische Zyklopolymerisation
- kationische Polymerisation

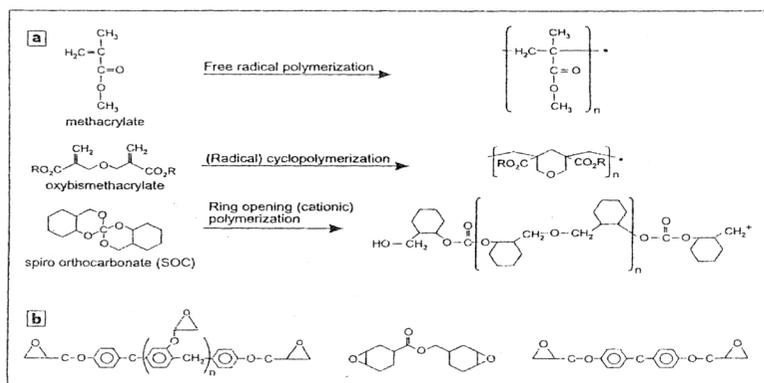


Abb. 4: a. Schematische Darstellung der Polymerisationsreaktion unterschiedlicher Monomere; b. Strukturen der verschiedenen Oxirane (nach Dauvillier, 2001)

### 2. 2. 1. Freie radikalische Polymerisation

Diese Reaktion läuft in drei Phasen ab:

#### 1. Startreaktion

Zur Einleitung der Reaktion muß die C=C Doppelbindung aufgebrochen werden. Dies kann durch Zufuhr von Wärme, Katalysatoren oder Lichtenergie geschehen. Die dabei entstehenden Radikale greifen direkt die Doppelbindung an, wobei wiederum ein reaktionsfähiges Radikal entsteht.

#### 2. Kettenwachstum

Während der Wachstumsreaktion werden Makroradikale gebildet und es kommt zu einer Vernetzung von tausenden Molekülen.

#### 3. Abbruchreaktion

Der Abbruch des Kettenwachstums kann durch den Verbrauch des Monomers, durch Absättigung freier Valenzen der Kettenenden durch Fremdstoffe oder durch Zusammenschluß von Radikalen herbeigeführt werden (Zeeck, 1999).

### 2. 2. 2. Radikalische Zyklopolymerisation

Oxybismethacrylate durchlaufen die radikalische Zyklopolymerisation. Bei dieser Reaktion werden zyklische Strukturen in das Kohlenstoffrückrad eines Polymers eingebaut.

### 2. 2. 3. Die Kationenpolymerisation

Die Polymerisation der Spiroorthocarbonate und der Oxirane beruht auf einer lichtinitiierte Kationenkatalyse. Die Kationenpolymerisation besitzt gegenüber den anderen Arten der Polymerisationsreaktion folgende Vorteile:

- Die Polymerisationsschrumpfung ist geringer.
- Die Reaktion wird nicht durch Sauerstoff inhibiert.
- Die Monomerumsetzung ist, aufgrund der großen Beweglichkeit der  $H^+$ -Ionen, sehr hoch.

Als Nachteil ist die hohe Anfälligkeit gegenüber Feuchtigkeit zu nennen.

Um die Polymerisationsreaktion starten zu können, werden als Lichtquelle Polymerisationslampen (meistens Halogen-Reflektorlampen), die polychromatisches Licht emittieren, verwendet.

Auch in diesem Bereich gab es in den letzten Jahren umfangreiche Weiterentwicklungen. So stehen z.B. hochenergetische Aushärtungsverfahren mit Hilfe von Plasma-Technologien im Mittelpunkt des Interesses, deren Hersteller eine adäquate Polymerisation in deutlich kürzeren Intervallen als bisher möglich versprechen. Zahlreiche Studien konnten jedoch keine signifikante Verbesserung der Plasma-Lampe im Vergleich mit herkömmlichen Geräten nachweisen (Nover, 2000; Stoll et al., 1999).

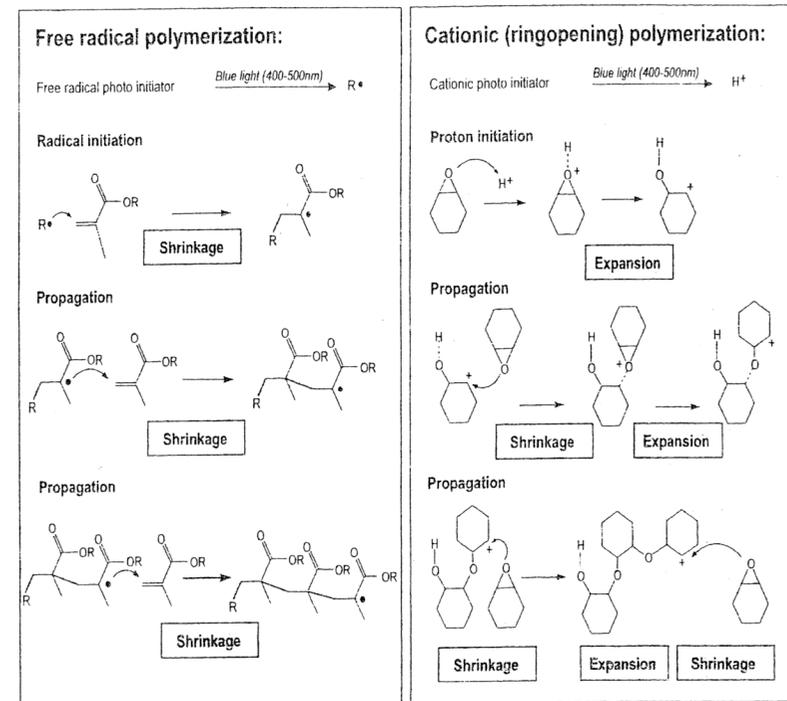


Abb. 5: Schematische Darstellung der freien radikalischen sowie der kationischen Polymerisationsreaktion (Dauvillier, 2001)

### 2. 3. Die Polymerisationsschrumpfung

Durch die Polymerisationsreaktion bzw. die Vernetzung der Monomermoleküle in ein polymeres Netzwerk unterliegt das Kompositmaterial einer gewissen Schrumpfung, da während des Polymerisationsvorganges aus einer C=C Doppelbindung eine C-C Einfachbindung wird. Dabei kommt es zu einer Änderung des Bindungsabstandes von ca. 4 Å auf 1,9 Å und zu einer Dichterpackung der Monomermoleküle (Roulet, 1987). Bei ungefüllten Monomeren schwankt je nach verwendetem Monomertyp die Volumenschrumpfung zwischen 4 – 9 Vol % (Davidson et al., 1997). Je niedriger die initiale Viskosität des Komposites ist, desto mehr Monomerteilchen müssen in der Polymerkette bzw. dem polymeren Netzwerk vereint werden. Deshalb weisen kleine Monomermoleküle oder hohe Anteile an Verdünnermonomeren wie z.B. TEGDMA eine größere Volumenschrumpfung auf, als die großen Monomermoleküle wie z.B. Bis-GMA (Davidson, Feilzer, 1997).

Dabei ist es von entscheidender Bedeutung, zu welchem Zeitpunkt und in welcher Art und Weise der Schrumpfung zustande kommt. Im Prä-Gel-Zustand sind bei einem langkettigen Polymerwachstum die Ketten sehr flexibel, so dass Material von der freien Oberfläche der Kavität nachfließen kann. Die Viskosität des entstehenden Polymers ist trotz hoher Umsatzrate in dieser visköplastischen Phase noch sehr gering. Dadurch kann der Volumenschrumpfung ausgeglichen werden. Ist der Gelpunkt (der Zeitpunkt, ab dem das Material nicht mehr in der Lage ist, durch innere Fließvorgänge die auftretende Polymerisationskontraktion auszugleichen) überschritten, verursachen die Schrumpfungsvorgänge innerhalb des Materials große Spannungen. Diese Phase wird als Post-Gel-Phase oder als festelastische Phase bezeichnet (Watts, Cash, 1991).

In diesem Reaktionsstadium werden weitere Radikale erzeugt, die eine abschließende Quervernetzung zwischen den einzelnen Ketten herbeiführen und eine hohe mechanische Festigkeit der Kompositfüllung sicherstellen. Dabei soll der Reaktionsumsatz nur noch ein Bruchteil dessen betragen, welcher während des Kettenwachstums erfolgte.

Das Ausmaß der entstehenden Spannung ist abhängig von dem Volumenschrumpfung, dem viskoelastischen Verhalten (Flow) sowie der Compliance des Komposites (Dauvillier, 2001).

Ein weiterer wichtiger Punkt ist, dass die Schrumpfung- und Spannungsentwicklungen innerhalb der Restauration nicht homogen sind, da infolge der Belichtung dieser, die Lichtintensität an der Kompositoberfläche am höchsten ist und mit zunehmender Schichttiefe abnimmt. Folglich unterliegen die oberflächlichen Schichten einer größeren Schrumpfung. Versluis zog daraus den Schluss, dass die Schrumpfung zur Lichtquelle hin erfolgen muss (Versluis et al., 1998).

## 2. 4. Folgen der Polymerisationsschrumpfung

### 2. 4. 1. Die Bildung von Randspalten

Interne Materialspannungen können zur Bildung von Randspalten zwischen Kompositfüllung und Kavitätenwand führen, woraus die Entstehung von Sekundärkaries resultiert.

Dabei müssen der Schmelz-Bonding-Füllungsverbund und der Dentin-Bonding-Füllungsverbund getrennt voneinander betrachtet werden.

#### **A. Ablösung des Schmelz-Bonding-Füllungsverbundes**

Wird ein lichthärtender Kunststoff mit hohem Elastizitätsmodul in eine Kavität eingebracht, die ein ungünstiges Verhältnis von gebundener zu ungebundener Fläche aufweist, so werden häufig nach einiger Zeit weiße Schmelzränder entlang des Füllungsrandes beobachtet. Da Schmelz ebenfalls ein hohes Elastizitätsmodul besitzt, kann es aufgrund der Spannungsreduktion zu sogenannten kohesiven Frakturen kommen. Diese Risse entwickeln sich entlang der Schmelzprismengrenze und weiten sich bis hin zur Schmelz-Dentin-Grenze aus (Tay, 1998).

#### **B. Ablösung des Dentin-Bonding-Füllungsverbundes**

Dentin verfügt über ein niedrigeres Elastizitätsmodul als Zahnschmelz.

Dies bedingt bei Spannungsentwicklung eine schnellere Aufgabe des Adhäsiv-Dentin-Verbundes, vor allem bei vorheriger mangelhafter und fehlerhafter Applikation des Bondingmaterials. Bei diesem Ablösevorgang werden die Tags aus den Tubuli gezogen, wodurch es zu einer Fluidbewegung entlang der Komposit-Dentin-Fläche kommt (Tay, 1998). Um den entstehenden Polymerisations-

kräften zu widerstehen und eine spaltfreie Abdichtung zwischen Dentin und Komposit zu erhalten, sind Haftkräfte des Bondingmaterials von mindesten 18 MPa notwendig (Feilzer et al., 1987). Feilzer und Kollegen untersuchten 1984 in einer Studie den Einfluss des C-Faktors auf die Haftkraft des Dentinbondings.

Dabei kamen sie zu folgenden Ergebnissen:

- $C \leq 1$  Die Haftkraft des Bondings hält stand.
- $C 1 - 2$  unterschiedliche Resultate
- $C \geq 2$  Es kommt zur Ablösung der Bondingschicht.
- $C > 5$  kommt in der Klinik nur bei Teilkronenrestorationen vor.

Bei der Polymerisation von dünnen Kompositsschichten treten Kontraktionsspannungen auf, die etwa 1/10 der Haftkräfte der Kompositkleber entsprechen.

### 2. 4. 2. Zahnhartsubstanzverformungen

Die Bondingschicht zwischen Komposit und Zahnhartsubstanz überträgt die entstehenden internen Materialspannungen auf den Zahn, wodurch es zu einer Deformation kommt. Dabei können in bondfreien Bereichen Randspalten entstehen.

Je größer die Kavität, desto umfangreicher sind die Deformationen vor allem im Bereich der Zahnhöcker.

Dieses Phänomen lässt sich wie folgt erklären: Durch die Reduktion der Zahnhartsubstanz, wie z.B. bei der Kavitätenpräparation, wird dem Zahn eine größere Elastizität und damit mehr Flexibilität verliehen.

Des Weiteren sind die Schrumpfkraft durch das größere Kompositvolumen umfangreicher.

Die Feuchtigkeit des Zahnes beeinflusst hierbei die Zahndeformationen auf unterschiedliche Weise. Zum einen besitzt ein feuchter Zahn eine höhere Flexibilität und zum anderen hat die Anwesenheit von großer Feuchtigkeit eine Auswirkung auf die Dentin-Bonding-Qualität. Es resultieren Randspaltbildungen und eine vermehrte Wasseraufnahme im Komposit, welche sich reduzierend auf die Deformationen der Zahnhartsubstanz auswirken.

Die Interferometrie erlaubt die zeitliche Messung von Höckerbewegungen. Diese verlaufen gleichmäßig und verursachen Mikrofrakturen bzw. bleibende Deformationen in einer Größenordnung zwischen 11 und 46 µm innerhalb der ersten 15 Minuten. Die Bewegungsrichtung der Höcker findet mehr in bucco-lingualer als in mesio-distaler Richtung statt (Suliman, Boyer and Lakes, 1993; 1994).

### 2. 4. 3. Materialversagen

Durch die entstehenden Materialspannungen können Mikrorisse entstehen, die mit jedem Belastungszyklus wachsen, sich vereinigen und schließlich zum Ermüdungsbruch führen. Gleichzeitig wird die Abrasionsfestigkeit der Füllung reduziert (Matschinske et al., 1989).

## 2. 5. Die Beeinflussung der entstehenden Polymerisationsspannung

### 2. 5. 1. Einfluss der Kavitätengeometrie auf die Polymerisationsspannung

1987 publizierten Feilzer, de Gee und Davidson in einer In-vitro Studie über den Einfluss der Kavitätengeometrie auf die Entwicklung der Polymerisationsspannung. Die unterschiedlichen Kavitätenformen wurden dabei durch Scheiben simuliert, die in verschiedenen Abständen zueinander in einem Tensilometer befestigt waren. Zur Beschreibung der Geometrie einer Kavität definierten sie den Configuration-Faktor (C-Faktor), welcher das Verhältnis zwischen der gebundenen und der freien Fläche beschreibt und eine Aussage über die Möglichkeit der Stressreduktion eines Kompositwerkstoffes innerhalb der entsprechenden Kavität trifft.

Dabei können den Kavitätenklassen folgende C-Faktoren zugeordnet werden:

Der C-Faktor: 0,5 der Kavitätenklasse 4

1,0 der Kavitätenklasse 3

2,0 der Kavitätenklasse 2

5,0 der Kavitätenklasse 1 und 5

Des weiteren stellten Feilzer et al. in ihren Untersuchungen eine lineare Beziehung zwischen dem C-Faktor und der innerhalb der Kavität zu erwartenden Spannungen fest. Im Hinblick darauf ist eine gute Kompensation des Schrumpfungsstresses nur in Restaurationen möglich, in denen viel Material von den freien hin zu den gebundenen Flächen während der Prägelphase fließen kann.

Wird die freie Kontraktion des Komposits eingeschränkt, kommt es zu einem sich gegen die Kavitätenwände richtenden Schrumpfstress. Demzufolge sind Restaurationen der Kavitätenklasse 4 am erfolgreichsten, weil sie die wenigsten ungebundenen Flächen aufweisen. Im Gegensatz dazu besitzen Restaurationen der Kavitätenklasse 1 die ungünstigste Kavitätenkonfiguration. Wie Untersuchungen gezeigt haben, kontrahieren Komposite an der freien Oberfläche mehr als im Massenzentrum. Daraus lässt sich ableiten, dass es bei dieser Kavitätenklasse durch die größere Kontraktion der okklusalen Fläche zu einer Stressreduktion innerhalb der Füllung kommt.

Bei Restaurationen der Kavitätenklasse 5 ist nicht nur die ungünstige Kavitätenkonfiguration zu nennen, sondern auch die Problematik der Kavitätenregion, die eine zusätzliche Spannungsentwicklung durch ständige elastische Deformationen des Zahnes verursacht. Daher sollte die Versorgung dieser Kavitätenklasse mit niedrig gefüllten Kompositen erfolgen, die aufgrund des geringeren Füllergehaltes eine hohe Elastizität aufweisen (Feilzer et al, 1997; Tay, 1998).

1997 und 2000 veröffentlichten Feilzer und Davidson bzw. Miguel und de la Macorra Publikationen, in denen sie die Aussagefähigkeit des C-Faktor-Konzeptes einschränkten.

Dabei wurden folgende Aspekte diskutiert:

1. Der gesamte Messaufbau als solcher unterliegt einer gewisse Compliance, die während der Messung aufgrund der durch die Kontraktion hervorgerufenen Bewegung der Probehalter zunimmt. Dadurch wird ein unbekannter Teil der Spannung ausgeglichen.
2. Die Compliance des Messaufbaus ist nicht konstant. Sie kann durch die Probengröße beeinflusst werden.
3. Wesentliche Faktoren wie z. B. Probenvolumen, spezifische Materialeigenschaften und die Deformation der Probehalter wurden nicht berücksichtigt.

4. Die während der Polymerisationsreaktion entstehenden Spannungen verlaufen nicht unidirektional, sondern parallel zur gebundenen Oberfläche. Dabei kommt es aufgrund der Massewanderung während der Prägelphase zu einer Änderung des Verhältnisses von der freien zur gebundenen Fläche sowie einer gleichzeitigen Verringerung des Probevolumens. Dies führt zur Bildung von Scherkräften.
5. Die Adhäsion des Komposits mit dem Probehalter ist rein chemischer Natur, wo hingegen der Verbund Komposit/ Zahnhartsubstanz durch Mikroretentionen erfolgt.

Miguel und de la Macorra kamen in ihrer Publikation zu dem Ergebnis, dass es sich bei der Beziehung zwischen C-Faktor und Spannungsentwicklung um eine nichtlineare Abhängigkeit handelt. Ein hoher C-Faktor bedingt danach niedrige Spannungswerte.

### 2. 5. 2. Die Beeinflussung der Polymerisationskinetik

Die Beeinflussung der Polymerisationskinetik kann über die Materialzusammensetzung und über die Modulation der Lichtintensität erfolgen.

#### **A. Beeinflussung der Reaktionskinetik durch die Materialzusammensetzung**

Die Reaktionskinetik der Lichtpolymerisation ist ein sehr komplexer Vorgang, der noch nicht vollständig erforscht ist. Es gibt aber einige anerkannte grundlegende Mechanismen, die ein Reaktionsmodell entwickeln lassen, welches Wege zur Optimierung der Lichtpolymerisation aufzeigen kann. Dieser Vorstellung folgend ist es vorteilhaft, wenn sich zunächst fadenförmige, langkettige Polymerstränge bilden. Diese Reaktion darf im Anfangsstadium nicht zu schnell

verlaufen, damit genug Zeit für die Anordnung und Ausrichtung der Monomermoleküle bleibt. Durch die Höhe der Initiatorkonzentration läßt sich diese Geschwindigkeit einstellen (Hartung, 1999).

Wie oben beschrieben, kommt es im Verlauf der Polymerisationsreaktion zu einem Volumenschrumpf. Der Zeitpunkt sowie die Art und Weise der Schrumpfungsentwicklung, sind von wesentlicher Bedeutung und lassen sich in einem gewissen Rahmen modulieren. Im Falle eines langkettigen Polymerwachstums sind die einzelnen Ketten noch sehr flexibel. In dieser Phase kann der Volumenschrumpf noch durch Nachfließen des Materials von der freien Oberfläche der Kavität ausgeglichen werden (Ferracane, 1995; Hartung, 1999). Das heißt, dass die Viskosität des Materials noch gering ist, trotz des bereits hohen Reaktionsumsatzes.

Im Anschluss an diese Phase müssen aber noch genügend weitere Radikale erzeugt werden können, um Quervernetzungen zwischen den einzelnen Ketten zu erreichen. Das ist wichtig, weil erst diese die hohen mechanischen Festigkeitswerte einer Füllung sicherstellen. Ist die Radikalkonzentration am Anfang zu hoch, kann eine Spannungsrelaxation durch ein Nachfließen des Materials nicht erfolgen. Vielmehr führt der Volumenschrumpf hier dazu, dass die Bindungen zwischen räumlich getrennten Polymerzentren stark spannungsbehaftet sind. Es kann zu einem Wiederaufreißen der Bindungen kommen. Die Folge sind Mikrorisse, die sich durch die gesamte Füllung ziehen können (Hartung, 1999).

### **B. Beeinflussung der Polymerisationskinetik durch die Modulation der Lichtintensität**

Aufgrund obiger Überlegung wurde zunächst die Stufenpolymerisation entwickelt, die erstmalig beim Elipar-High-Light-Gerät der Firma Espe in Form

eines 2-Stufen-Belichtungsmodus implementiert wurde. Dabei wird während der ersten Stufe des Belichtungszyklus mit einer Dauer von 10 Sekunden eine reduzierte Lichtintensität von ca. 150 mW/cm<sup>2</sup> abgegeben. In der sich anschließenden zweiten Stufe, die 30 Sekunden andauert, wird nun die volle Lichtintensität von 800 mW/cm<sup>2</sup> emittiert. Der abrupte Anstieg der Lichtintensität von 150mW/cm<sup>2</sup> auf 800 mW/cm<sup>2</sup> führt zu einer sprunghaften Erhöhung der Reaktionsgeschwindigkeit. Um dies zu vermeiden, wurde der 2-Stufen-Belichtungsmodus in einen mit exponentiellem Lichtanstieg, auch Softstartpolymerisation genannt, weiterentwickelt.

Bei diesem Belichtungsmodus bleibt die Anfangslichtintensität nicht konstant, sondern steigt während der ersten 15 Sekunden von einem Anfangswert von 100 mW/cm<sup>2</sup> auf einen Maximalwert von 800 mW/cm<sup>2</sup> stetig an. Dieser bleibt für die folgenden 25 Sekunden konstant. Vorteil des exponentiellen Lichtanstieges ist es, dass eine gleichmäßige Reaktionsrate erzielt werden kann. Es resultiert ein gleichmäßiger Polymerisationsverlauf, welcher interne Materialspannungen minimieren soll (Hartung, 1999).

### **C. Applikation von stressauffangenden Zwischenschichten**

Beim Eindringen des Lichtes in das Füllungsmaterial erfolgt wie oben beschrieben die Umsetzung der monomeren Bestandteile in eine Polymermatrix. Die Eindringtiefe des Lichtes wird dabei durch folgende Phänomene limitiert:

- Absorption

Auf Grund des größeren Lichtabsorptionsvermögens dunklerer, opakerer Farben, ist die Aushärtungstiefe geringer als bei helleren, transparenteren Farben.

- Reflexion

Die einfallenden Lichtwellen werden an der Grenzfläche Matrix/Füllerpartikel reflektiert. Je nach Ausrichtung und Menge der Füller wird die Polymerisationstiefe beeinflusst.

- Streuung

Die in die Matrix implementierten Füllerpartikel erzeugen einen Streueffekt. Dieser ist um so stärker, je mehr sich die Größe der Partikel der Wellenlänge des einfallenden Lichtes annähert.

Demzufolge nimmt die Zahl der umgesetzten Monomermoleküle mit zunehmender Eindringtiefe des Lichtes ab. Neben dem Lichtspektrum wird die Polymerisationstiefe wesentlich durch die Lichtintensität sowie durch die Polymerisationszeit bestimmt, wobei beide Parameter im Hinblick auf die Aushärtungstiefe Grenzwerten entgegen laufen. Sind diese Grenzwerte erreicht, kann durch einen weiteren Anstieg der Lichtleistung und/oder eine Verlängerung der Belichtungszeit keine größere Durchhärtungstiefe mehr erreicht werden (Balkenhol, 1999).

Je effektiver eine Füllung polymerisiert wurde, desto besser sind die mechanischen Eigenschaften und desto geringer ist die Restmonomerfreisetzung sowie das Wasseraufnahmevermögen und das Abrasionsverhalten.

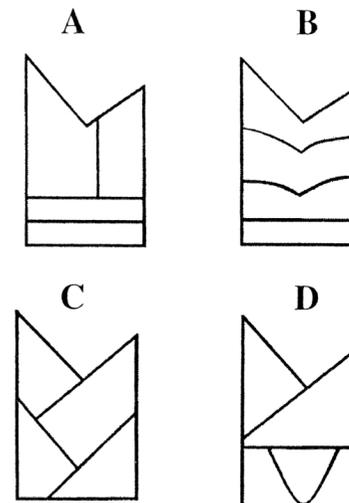
Die meisten Hersteller von Kompositmaterialien geben Aushärtungstiefen von höchstens 2 mm an. Da die meisten Kavitäten jedoch tiefer sind, bedient man sich der Incrementtechnik, um eine maximale Monomerumsetzung zu erzielen.

Der Vorteil einer Schichttechnik wird in der Literatur konträr diskutiert, wobei das Hauptargument der Befürworter der Mehrschichttechnik zum einen im minimalen Kontakt des Füllmaterials mit der Kavitätenwand während der Poly-

merisation und zum anderen in dem geringeren Volumen und der daraus resultierenden niedrigeren Volumenschrumpfung gesehen wird.

Die Gegner der Incrementtechnik kritisieren dabei, dass die Summe der Spannungen, die sich aus den einzelnen Schichten zusammensetzt und auf die Kavitätenwände wirkt, bei den Befürwortern außer acht gelassen wird (Versluis et al., 1996).

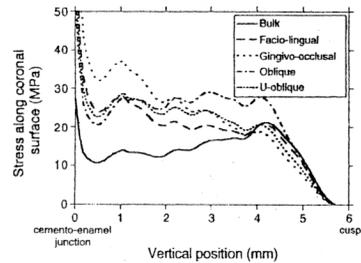
Versluis, Douglas, Cross und Sakaguchi veröffentlichten 1996 eine interessante Studie über die Wirkung von verschiedenen Incrementtechniken in mod-Kavitäten von Prämolaren. Bei dieser Untersuchung wurden verschiedene Techniken (die facio-linguale Schichttechnik, die gingivo-occlusale Schichttechnik, die Obliquetechnik, die U-Obliquetechnik und die Einschichttechnik) mit jeweils vier Schichten miteinander verglichen.



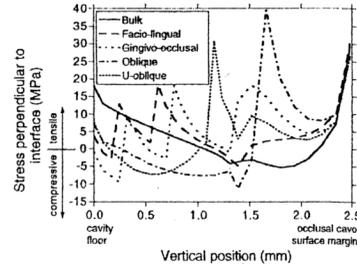
**Abb. 6:** Schematische Darstellung von vier Schichttechniken (aus Versluis et al, 1996)

- A:** facio-linguale Schichttechnik
- B:** gingivo-occlusale Schichttechnik
- C:** Obliquetechnik
- D:** U-Obliquetechnik

Im Rahmen dieser Studie konnte festgestellt werden, dass die gingivo-occlusale Schichttechnik die höchsten Spannungen verbunden mit den größten Deformationen der Zahnhartsubstanz verursacht. Die Einschichttechnik und die Obliquetechnik erzeugt die höchsten Stresswerte am Kavitätenboden. Die gingivo-occlusale Technik zeigt die höchste Spannungsentwicklung im Bereich der Schmelz-Dentin-Grenze.



**Abb. 7:** Stressverteilung parallel zur Oberfläche, (aus Versluis et al, 1996)



**Abb. 8:** Stressverteilung innerhalb der Restauration senkrecht zur Füllung/Zahn-Grenzfläche, (aus Versluis et al, 1996)

## 2. 6. Die Messverfahren der Polymerisationsschrumpfung

Für die Messung der Polymerisationsschrumpfung von Kompositmaterialien wurden bisher unterschiedliche Messmethoden entwickelt.

- 1953 Smith und Schoonover:  
Entwicklung des quecksilbergefüllten Dilatometers;  
Bowen (1963), Dennison und Craig (1972) benutzen diese Methode ebenfalls für die Bestimmung der volumetrischen Polymerisationsschrumpfung
- 1969 Lee et al  
1977 Hegdahl und Gjerdet  
Entwicklung von Messverfahren zur Erfassung der linearen Polymerisationsschrumpfung
- 1975 Jacobsen: Weiterentwicklung des quecksilbergefüllten Dilatometers, Ermöglichung einer korrekten Nullpunkteinstellung
- 1977 Jacobsen: Entwicklung eines Plethysmographen, welcher Druckänderungen in der Kompositprobenumgebung registrieren konnte
- 1981 De Gee et al: Weiterentwicklung des quecksilbergefüllten Dilatometers, um Messungen der volumetrischen Polymerisationsschrumpfung für lichthärtende Komposite zu bewerkstelligen
- 1982 Bandyopadhyay: Entwicklung eines wassergefüllten Dilatometers, welches ebenfalls von Goldmann (1983) benutzt wurde
- 1987 Feilzer et al: Entwicklung eines Tensometers
- 1989 Feilzer et al: Entwicklung des Linometers zur Messung der linearen Polymerisationsschrumpfung

- 1991 Sakaguchi et al: Entwicklung eines Spannungsmessgerätes zur Messung der Polymerisationskontraktion und zum Studium der Polymerisationskinetik

### 2. 6. 1. Einteilung der Messverfahren

Bei der Einteilung der Messverfahren werden direkte von indirekten Methoden unterschieden.

Als Probenkörper können zum einen stilisierte Proben und zum anderen Zahnproben dienen.

#### 2. 6. 1. 1. Stilisierte Proben

##### 2. 6. 1. 1. 1. Direkte Messverfahren

Um eine freie Schrumpfung der Proben zu ermöglichen, werden diese bei den direkten Messverfahren nicht fest in den Versuchsaufbau eingespannt.

#### **A. Das Dilatometer**

Das Dilatometer ist ein Messgerät, welches Volumenänderungen von Körpern hydrostatisch messen kann und sich deshalb zur Messung der volumetrischen Polymerisationsschrumpfung eignet.

Man unterscheidet zwischen quecksilbergefüllten und wassergefüllten Dilatometern. Je nach Bedarf wurden unterschiedliche Modifikationen entwickelt (De Gee, Davidson, 1981). Das Grundprinzip dieser Methode besteht darin, dass ein wasser- oder quecksilbergefüllter dichter Glasballon mit bekanntem Volumen, verbunden ist mit einem skalierten Kapillarröhrchen. Das chemisch härtende Kompositmaterial wird entsprechend der Herstellerangaben gemischt und sofort

in Form von dünnen Scheiben bekannter Dimension in den Gasballon eingebracht. Während der Messungen sollte die Temperatur der enthaltenen Flüssigkeit konstant einen bestimmten Wert beibehalten. Durch die volumetrische Massenschrumpfung fällt im Kapillarröhrchen der Flüssigkeitsmeniskus.

Die Volumendifferenz  $\Delta V$  der Kompositprobe lässt sich wie folgt berechnen:

$$\Delta V = 2 \cdot d^2 \cdot \Delta H$$

wobei  $d$  den Kapillardurchmesser und  $\Delta H$  die Höhendifferenz des Meniskus darstellt.

Die prozentuale Volumenschrumpfung ergibt sich aus:

$$\text{Volumetrische Schrumpfung \%} = 100 \cdot \frac{\Delta V}{V + \Delta V}$$

Bei diesem Messverfahren können Volumenänderungen in der Prä- und Post-Gelphase gemessen werden. Die Proben können hierbei vollkommen frei schrumpfen.

Das Problem dieses Messverfahrens liegt darin, eine thermisch stabile Versuchsumgebung über die gesamte Messzeit hinweg zu ermöglichen. Temperaturschwankungen bewirken eine Expansion bzw. Kontraktion der entsprechenden Flüssigkeit im Glasballon, woraus Messungenauigkeiten resultieren (De Gee et al, 1993). De Gee und Lai versuchten bei ihren Modifikationen dieses Problem mit Hilfe entsprechender Isolierungskonzepte zu lösen. De Gee entwickelte eine beheizbare Wasserkammer, die durch eine thermostatische Pumpe eine Temperatur von 29°C sicherstellt. Lai stellte sein Dilatometer in eine Isolierkammer.

Ein weiteres Problem stellt bei lichterhärtenden Kompositen der Zugang der Lichtquelle und die ausreichende Probendurchhärtung dar, vor allem in einem

umgebenden lichtundurchlässigen Medium wie Quecksilber. Bei wassergefüllten Dilatometern ist die mögliche Wasserexpansion der Kompositprobe, die zum einen von der Probenstärke und zum anderen von der Messzeit abhängt, im Hinblick auf die Messgenauigkeit kritisch.

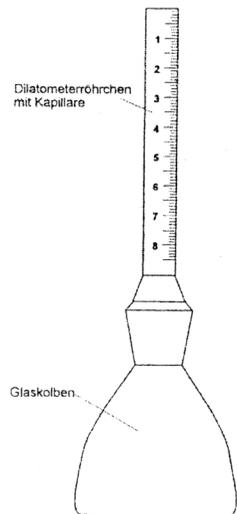


Abb. 9: Dilatometer

## B. Der Wegaufnehmer

Mit Hilfe des Wegaufnehmers ist es möglich die lineare Schrumpfung zu messen.

### Das Linometer

Das Linometer wurde 1989 von Feilzer et al. entwickelt und 1993 von de Gee erstmals beschrieben. Dieses Messgerät ermöglicht die direkte Messung der linearen Polymerisationsschrumpfung über die Zeit.

Dabei wird im Versuchsaufbau eine kreisrunde Probe zwischen einer Glas- und einer Aluminiumplatte eingebracht. Beide wurden vorher mit einer dünnen Fettschicht isoliert, um eine allseitig freie Schrumpfung sowie eine ausreichende Haftung des Komposites an der Aluminiumplatte zu ermöglichen. Nach dem Start der Polymerisationsreaktion registriert ein berührungslos messender Wegsensor die vertikale Verschiebung der Aluminiumplatte, die durch die Kontraktion des Materials hervorgerufen wird.

Die lineare Schrumpfung lässt sich wie folgt berechnen:

$$\text{Lineare Schrumpfung \%} = \frac{\Delta L}{L + \Delta L} \cdot 100\%$$

Wobei  $\Delta L$  die Längenänderung und  $L$  die Originalprobenlänge darstellen.

Mit Hilfe der linearen Schrumpfung lässt sich durch folgende Gleichung auf die volumetrische Schrumpfung schließen:

$$\text{Volumetrische Schrumpfung \%} = 3 \text{ lin \%} - 0,03 (\text{lin \%})^2 + 0,0001 (\text{lin \%})^3$$

Die richtige Konsistenz der isolierenden Fettschicht spielt eine wesentliche Rolle bei dieser Messmethode. Bei einer zu niedrigen Viskosität wird eine Hemmung der Polymerisationsreaktion an den benetzenden Oberflächen des Komposites erreicht, aufgrund dessen ein freies Schrumpfen der Probe nicht mehr gewährleistet ist. Es kommt zu einer Umwandlung von freier Schrumpfung in

axiale Schrumpfung. Proben mit großen Durchmessern zeigen dann größere Schrumpfungswerte als Proben mit kleineren. Eine zu hohe Viskosität verringert die Kohäsion zwischen Kompositprobe, Glas- und Aluminiumplatte. Die ermittelten Messwerte wären zu niedrig (de Gee, Feilzer, Davidson, 1993).

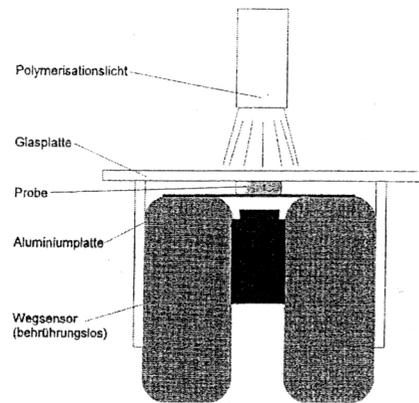


Abb. 10: Linometer

### Die Wilson-Methode

Die Wilson-Methode wurde 1978 von Wilson entwickelt und 1991 von Watts und Cash aufgegriffen und weiterentwickelt. Mit Hilfe dieses Messgerätes kann die lineare Schrumpfung während der Postgelphase gemessen werden, da das Kompositmaterial erst ab Überschreitung des Gelpunktes in der Lage ist, nach außen Kräfte aufzubauen.

Hierbei wird die Probe zentrisch in einem auf einer Glasplatte (1mm) befindlichen Metallring eingebracht, der von oben mit einem Mikroskopdeckglas (0,13 mm) abgedeckt wird. Die Belichtung erfolgt hindurch die untere Glasplatte. Ein sich auf dem oberen Glasplättchen befindlicher Wegsensor misst dessen Durchbiegung, die durch die Kontraktion der Kompositmasse hervorgerufen wird (Watts, Cash, 1991).

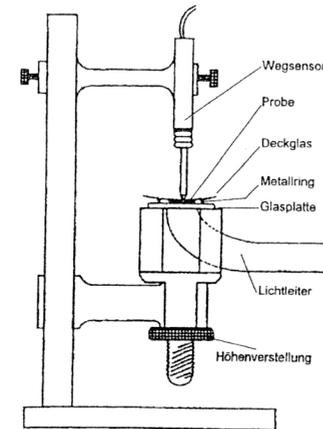


Abb. 11: Messaufbau nach Watts (1991)

### 2. 6. 1. 1. 2. Indirekte Methoden

Bei den indirekten Messverfahren werden die Proben mittels Probenhalter fest in den Versuchsaufbau eingespannt. Dadurch kann die Probenlänge über die Messdauer konstant gehalten werden. Zusätzlich kommen Kraftsensoren zum Einsatz, welche mit Hilfe der Wegkompensation die sich aufbauende Kraft registrieren.

### Die Universalprüfmaschine

Die Universalprüfmaschine ist ein Messgerät, das mit einer Lastzelle und zwei Wegsensoren ausgestattet ist. Zwischen den beiden adhäsiv vorbehandelten parallelen Stahlflächen wird das Kompositmaterial eingebracht. Die beiden Wegsensoren sorgen über einen Regelkreis für eine konstante Probenlänge während der Polymerisationsreaktion. Nachteil dieses Systems ist es, dass durch die große Nachgiebigkeit des Messaufbaus (Compliance) relativ große Wege in

kurzer Zeit nachgestellt werden müssen und eine schnelle Polymerisationskinetik die Messung limitiert.

Die Compliance der Maschine setzt sich aus dem Messweg der Lastzelle und der elastischen Deformation von Prüfmaschine und Einspannung zusammen (Davidson, 1986; Feilzer, de Gee, Davidson, 1997; Watts, Cash, 1991).

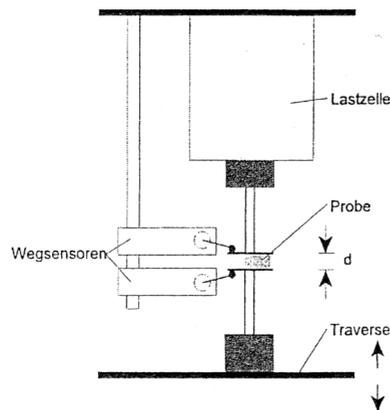


Abb. 12: Messaufbau nach Feilzer (1987)

## 2. 6. 1. 2. Zahnproben

### 2. 6. 1. 2. 1. Die direkte Messung der Polymerisationsschrumpfung-Messung von Höckerverwindungen

Die Messung von Höckerverwindungen läßt quantitative Aussagen über die Polymerisationsschrumpfung zu.

## A. Das Michelson-Interferometer

Als Interferometer bezeichnet man optische Geräte, bei denen mit Hilfe von Lichtinterferenzen physikalische Größen, wie z. B. Länge, Brechzahl, Winkel und Wellenlänge, gemessen werden. Der wichtigste Interferometergrundtyp ist das Michelson Interferometer, benannt nach A. A. Michelson (1852 – 1931).

Bei diesem Messverfahren wird die linguale Fläche einer Zahnprobe mit definierter Kavität angeätzt und gebondet und an eine Aluminiumplatte, die an einer optischen Bank montiert ist, anpolymerisiert (Suliman, Boyer, Lakes, 1994).

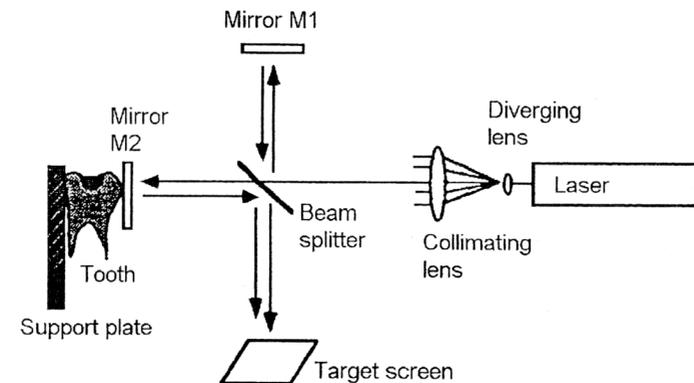


Abb. 13: Schematische Darstellung des Funktionsprinzips eines Interferometers

Ein 6 x 6 mm Spiegel (M2) wird an die Spitze des facialis Höckers angeklebt. Licht trifft aus einer diffusen Lichtquelle auf eine Glasplatte. Diese ist einseitig dünn versilbert und wirkt deshalb als halbdurchlässiger Spiegel, d.h. als Strahlteiler. Ein Teil des Lichtes wird an der Glasplatte reflektiert und läuft vertikal auf den Spiegel M1 zu, an dem es reflektiert wird und zu einer skalierten Platte gelangt, wo die Interferenzmuster beobachtet werden. Der andere Teil des

Lichtes, der nicht am Strahlteiler reflektiert wird, durchdringt diesen, wird am Spiegel M2 reflektiert, läuft zur Glasplatte und von dort zur Messplatte.

Nach den Reflexionen an den Spiegeln überlagern sich die beiden Strahlen an der skalierten Platte an einem bestimmten Punkt. Bei diesen Überlagerungen entsteht ein Interferenzmuster, das vom Abstand der beiden Spiegel abhängt.

Bei exakter Justierung des Interferometers, d.h. bei gleichen Wellenlängen der Teilstrahlen 1 und 2, ist an diesem Punkt eine Auslöschung zu erwarten.

Nach dem Einbringen des Kompositmaterials in die vorbereitete Kavität wird die Polymerisationsreaktion gestartet. Die konzentrischen Interferenzringe erweitern sich oder ziehen sich zusammen, wenn die optische Wegdifferenz der beiden Teilstrahlen durch Verschiebung des Spiegels M2 geändert wird.

## **B. Das Mikroskop**

Bei diesem Verfahren wird eine Zahnprobe mit entsprechend vorbereiteter Kavität auf einem Objektträger mit Millimeteerteilung adaptiert. Die Höckerspitzen werden entsprechend eines im Okular befindlichen Fadenkreuzes ausgerichtet. Nach Durchführung der Säure-Ätztechnik erfolgt die Insertion des Kompositmaterials. Anschließend wird der Polymerisationsvorgang gestartet.

Dabei wird der Intercuspalabstand zum einen vor der Füllungslegung und zum anderen 60 Sekunden nach der Aushärtung gemessen (Suliman, Boyer, Lakes, 1994).

## **2. 6. 2. 2. Die indirekte Messung der Polymerisations-schrumpfung-Untersuchung von Randspalten**

Für die Untersuchung von Randspalten stehen funktionelle und morphologische Verfahren zur Verfügung.

Zu den morphologischen Verfahren gehören:

- das Rasterelektronenmikroskop
- das Fluoreszenzmikroskop

Diese Verfahren sind für Langzeitstudien geeignet.

Zu den funktionellen Verfahren zählt man:

- Penetrationstests mit Farbstoffen oder Isotopen
- Beizen mit Silbernitrat
- Perkolationsstests

Diese Verfahren sind nicht für Langzeitstudien geeignet.

### **2. 6. 2. 2. 1. Morphologische Verfahren**

#### **A. Das Rasterelektronenmikroskop (REM)**

Die Elektronenmikroskopie hat sich nach einer schnellen Entwicklung als unentbehrliches Hilfsmittel für mikromorphologische Untersuchungen von Oberflächen erwiesen.

Die quantitative Randanalyse im Rasterelektronenmikroskop, kombiniert mit der Replikatechnik hat sich zur Analyse von Randspaltbildungen zwischen Restauration und Zahnhartsubstanz bewährt.

Die wichtigsten Bestandteile des REM sind eine Elektronenquelle zur Erzeugung der Elektronen, sowie magnetische „Linsen“, die den Elektronenstrahl auf das Objekt fokussieren sowie der Detektor. Die Probe muss sich im Hochvakuum befinden, da die Elektronen von den Luftmolekülen gestreut werden.

Schließlich wird noch eine Vorrichtung zur Auswertung der mit den Elektronen abgetasteten Bilder benötigt. Ein Computer der über eine Framegrabber-Karte verfügt, ist mit dem Videoausgang des REM verbunden. Jedes auf dem Monitor erzeugte Einzelbild kann durch einen von Quanti Gap (Computerprogramm zur quantitativen und qualitativen Analyse von Füllungsrandern) initiierten Digitalisierungsvorgang auf den Computerbildschirm transferiert und dort messtechnisch weiterverarbeitet werden. Mit Hilfe dieses Verfahrens ist es möglich, den gesamten Rand einer Füllung als Serie von Einzelbildern auf den Computerbildschirm zu übertragen und dort zu analysieren.

Das Rasterelektronenmikroskop tastet die Probenoberfläche in einem Raster ab. Dabei wird ein gebündelter Elektronenstrahl wie bei einer Braunschen Röhre, über die Probe geführt, bis diese vollkommen erfaßt ist. Die auftreffenden Elektronen können direkt von der Probenoberfläche gestreut werden, oder die Emission von Sekundärelektronen aus der Probenoberfläche bewirken. Ein auf den Detektor treffendes Elektron wird durch ein elektrisches Feld beschleunigt und trifft auf einen Leuchtstoff, den es zum Leuchten bringt. Ein Photomultiplier zählt die so aufflackernden Lichtblitze. Jeder abgetastete Punkt der Probe entspricht einem Pixel auf dem Monitor. Je mehr Elektronen der Zähler feststellt, desto heller wird der Pixel am Bildschirm. Dabei erzeugt das Rasterelektronenmikroskop ein vergrößertes Abbild der Oberfläche des Gegenstandes.

Rasterelektronenmikroskope erreichen eine um den Faktor 100 besser Auflösung als Lichtmikroskope und haben vor allem den Vorteil, die Oberfläche

eines Gegenstandes realistisch und dreidimensional darzustellen. Farbbilder sind dabei nicht möglich.

Um eine mehrmalige Untersuchung ohne Beschädigung der Originalproben zu ermöglichen, werden Replikas aus Epoxidharz dafür verwendet. Die Oberfläche der Replikas müssen elektrisch leitfähig gemacht werden, damit die Elektronen abfließen können, und diese nicht elektrostatisch aufgeladen werden. Eine solche Aufladung würde den Elektronenstrahl ablenken. Die elektrische Leitfähigkeit der Replikas wird durch ein Bedampfungsverfahren (Spattern) mit Goldatomen erreicht. Die erzielte Schichtdicke beträgt 20 nm.

Diese Untersuchungstechnik erlaubt eine kontinuierliche Beurteilung der Restaurationsgrenzen über die gesamte Oberfläche hinweg. Allerdings beschränkt sich dieses Verfahren auf die Außenflächen der Probe. Eine Abschätzung der Randverhältnisse in peripher-zentraler Richtung ist nicht möglich (Parsa, 2000).

## **B. Das Fluoreszenzmikroskop**

Das Fluoreszenzmikroskop arbeitet nach dem Prinzip, das nur fluoreszierende Substanzen bzw. Areale mit Hilfe eines entsprechenden Erregerlichtes durch ein charakteristisches Leuchten sichtbar gemacht werden können. Alle anderen Areale erscheinen im Gesichtsfeld mehr oder weniger dunkel.

Für die Randspaltuntersuchung werden in der Zahnmedizin Kunststoffen (Epoxidharze) sowie Methacrylaten (Komposit- und Bondingmaterialien) Fluorochromen wie Auramin, Rhodamin oder Fluorescein beige gemengt (Becker, 1994).

## 2. 6. 2. 2. 2. Funktionelle Verfahren

### **Penetrationstests**

Alle Penetrationstests beruhen auf der Beurteilung der Eindringtiefe von verschiedenartigen Farbstoffen von peripher nach zentral einer Probe.

Für dieses Verfahren müssen Schnitte durch die Proben in den benötigten Ebenen angefertigt werden, welche die Fläche zwischen Zahnoberfläche und Pulpa in toto darstellen sollen. Es können also nur an einigen wenigen Punkten Aussagen über die Verbundverhältnisse getroffen werden.

Die Simulation des als „microleakage“ bekannten Phänomens gelingt durch die Exposition der Probe mit speziellen Substanzen, die später bei der Begutachtung der Schnitte leicht identifiziert werden können über einen bestimmten Zeitraum hinweg.

Als Substanzen eignen sich:

- Farbstoffe wie Eosin, Methylblau, Kristallviolett und basisches Fuchsin
- Ultravioletter Fluoreszenzfarbstoff
- Saure Gelatine (Sichtbarmachung erfolgt durch Polarisationsmikroskopie)
- Silbernitrat (Sichtbarmachung durch Exposition des Schnittes mit Entwicklerflüssigkeit)
- Radioaktive Substanzen oder deren Zerfallsprodukte

Die Problematik dieser Verfahren liegt darin, dass einige Farbstoffe auch in unversiegelte aber inaktive Dentin- und Zementbereiche eindringen, was zu einer Verfälschung der Untersuchungsergebnisse führt.

Andererseits können Lufteinschlüsse ein ungehindertes Eindringen des Farbstoffes verhindern (Arnold, 1996).

## 2. 7. Grundlagen der Dynamisch Mechanischen Analyse

Durch die Entwicklung des Elastizitätsmodules (E-Modul) und der Polymerisationsschrumpfung während der Härtephase kommt es zu einer Stressbelastung innerhalb des Kompositmaterials, welche auf die adhäsiv vorbehandelte Grenzfläche Zahn /Komposit übertragen wird.

Bei dem Verformungsverhalten von Stoffen unterscheidet man ein rein elastisches und ein rein visköses Verhalten. Das Verhalten der Komposite stellt eine Mischform beider Extremfälle dar und wird als viskoelastisch bezeichnet. Viskoelastisches Materialverhalten zeichnet sich durch zusätzlich auftretende Fließ- und Kriechvorgänge aus (Rueggeberg, 1994).

### 2. 7. 1. Das rein elastische Verhalten

Um ein rein elastisches Materialverhalten zu beschreiben, bedient man sich dem rheologischen Grundmodell der idealen Feder.

Sie ist gekennzeichnet durch eine lineare Federkonstante  $k$ , die dem Proportionalitätsfaktor entspricht, so dass sich zu jeder Kraft eine zugehörige Längenänderung  $l$  einstellt, wobei die Kraft sich proportional zur Längenänderung erweist. Nach Entlastung geht die Dehnung vollständig zurück. Dieser Zusammenhang wird durch das Hookesche Gesetz beschrieben, der Proportionalitätsfaktor entspricht dabei dem E-Modul, der als Steigung aus dem Spannungs-Dehnungsdiagramm berechnet werden kann (Dauvillier, 2001).

Es gilt:

$$k = \frac{\sigma}{\epsilon} = E$$

Bei periodischer Dehnung  $\epsilon(t) = \epsilon(0) \cos(2\pi f(0) t)$  besitzt die in der Feder zu beobachtende Spannung über alle Frequenzen die gleiche Phase wie das Eingangssignal  $\sigma(t) = \sigma(0) \cos(2\pi t)$  (Dullin, 1998).

## 2.7.2. Das rein visköse Verhalten

Das rein visköse Materialverhalten wird durch das rheologische Grundmodell eines newtonschen Flüssigkeitsdämpfers beschrieben. Dabei stellt die Viskosität den Proportionalitätsfaktor zwischen Spannung und Verformungsgeschwindigkeit dar. Die Verformung wächst in Abhängigkeit der

Zeit linear nach der Beziehung:  $\varepsilon = \frac{1}{\eta} \times t \times \sigma(0)$

Sie bleibt nach der Entlastung erhalten (Dauvillier, 2001; Frank, 2002).

## 2.7.3. Das viskoelastische Verhalten

Das viskoelastische Materialverhalten stellt eine Kombination beider rheologischer Grundmodelle (Feder und Dämpfer) dar. Es kann durch das Voigt-Kevin-Modell, das Maxwell-Modell oder das Standard-Linear-Solid-Modell beschrieben werden (Dauvillier, 2001).

### A. Das Voigt-Kevin-Modell

Beim Voigt-Kevin-Modell sind Feder und Dämpfer parallel geschaltet. Durch den Widerstand des Dämpfer-Elementes erfolgt die Reaktion auf Spannungsentwicklung verzögert. Nach Weglassen der applizierten Kraft geht der Dämpfer langsam wieder in seine Ausgangsposition zurück (Dauvillier, 2001).

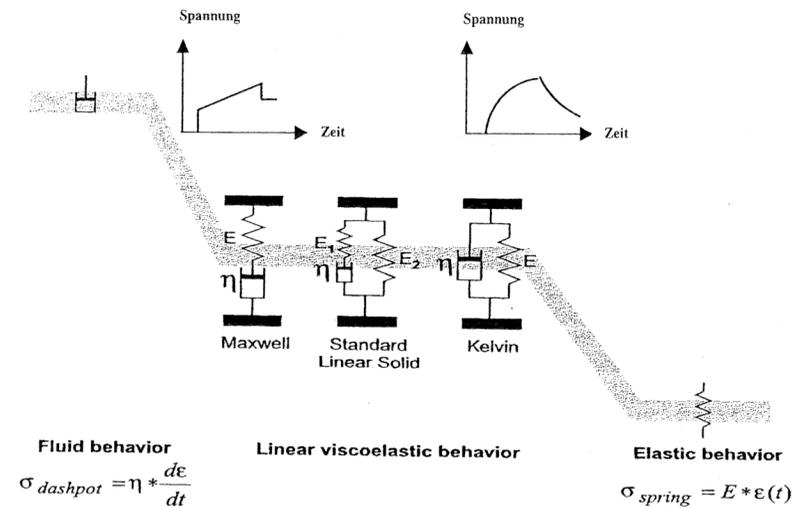


Abb. 15: Lineare viskoelastische Modelle zwischen den zwei Extremen: Flüssigkeit und Festkörper, (nach Dauvillier, 2001)

### B. Das Maxwell-Modell

Im Maxwell-Modell sind Feder und Dämpfer in Reihe geschaltet. Es ist repräsentativ für das viskoelastische Verhalten von Flüssigkeiten. Bei Spannungsapplikation reagiert die Feder ohne Zeitverzögerung proportional zum Stress. Im Anschluß daran, wird die in der Feder gespeicherte Energie langsam auf den Dämpfer übertragen. Nach Beendigung der Kraftapplikation geht die elastische Komponente sofort in ihre Ausgangsposition zurück, während die Spannung im Dämpfer erhalten bleibt.

Dieses Modell gibt am besten das viskoelastische Verhalten von chemischhärtenden Kompositen wieder. Bei lighthärtenden Materialien zeigt es zu niedrige Spannungswerte, da hier bedingt durch die höhere Polymerisationsrate, die Fließeigenschaften schnell verloren gehen. Daraus resultiert eine niedrigere Kompensationsfähigkeit der entstehenden Spannungen (Dauvillier, 2001).

### C. Standard-Linear-Solid-Modell

Bei diesem Modell werden eine Feder und ein Maxwell-Modell parallel geschaltet. Bei Belastung werden beide Federn gleichmäßig ausgelenkt. Mit der Zeit wird die Energie der Feder des Maxwell-Modells auf den Dämpfer übertragen und verliert sich. Die andere Feder gibt dann die resultierende Kraft an.

Dieses Modell findet Anwendung für flüssige sowie für feste viskoelastische Materialien.

Das Voigt-Kevin-Modell und das Standard Linear Solid Modell repräsentieren am besten das viskoelastische Verhalten der lighthärtenden Komposite, da sie mehr den festeren Materialien mit reversiblen Fließeigenschaften entsprechen, als einer Flüssigkeit mit permanenten Fließeigenschaften (Dauvillier, 2001).

#### 2. 7. 4. Thermisch Mechanische Zustandsbereiche für Polymere

Polymere zeigen in Abhängigkeit der Temperatur stark divergierende Eigenschaften. Neben Bereichen mit geringer Temperaturabhängigkeit, gibt es Bereiche, die sehr empfindlich auf kleinste Temperaturänderungen reagieren.

Daraus können große Veränderungen bezüglich der Materialeigenschaften resultieren.

Man unterscheidet dabei drei Zustandsbereiche, den energieelastischen, den entropieelastischen und den Fließbereich, wobei sogenannte Übergangsbereiche existieren. Für die Komposite spielt nur der Erweichungsbereich eine Rolle.

### Der Erweichungsbereich

Der Erweichungs- oder auch Glasübergangsbereich kennzeichnet den Übergang vom energieelastischen in den entropieelastischen Zustand.

Innerhalb dieses Zustandsbereiches kann es zu verstärkten Umlagerungen von Kettensegmenten kommen, Rotationsbewegungen sind ebenfalls möglich.

Voraussetzung für solche Veränderung ist das Vorhandensein von Hohlräumen, in denen sich die Molekülabschnitte umlagern können. Durch große Seitengruppen, intermolekulare Kräfte bzw. chemische Vernetzungen können solche Umlagerungsprozesse auch behindert werden. Das bedeutet, dass stark vernetzte Polymere gegenüber schwach vernetzten einen höheren Glasübergang aufweisen.

Bei einer schwingenden Belastung wird durch die Molekülbewegung ein Maximum an innerer Reibung und damit ein hoher Verlustmodul erreicht (Frank, 2002; Rueggeberg, 1994).

#### 2. 7. 5. Überlegungen zur Bestimmung des dynamischen E-Moduls

Wird ein linear viskoelastisches Material einer sinusförmigen Deformation ausgesetzt, so kommt es zu einer Phasenverschiebung zwischen der Spannung  $\sigma$  und der Dehnung  $\epsilon$  um den Winkel  $\delta$ .

Dieses dynamisch mechanische Verhalten wird charakterisiert durch:

### 1. Den Speichermodul

Er stellt das Maß für die wiedergewinnbare, bei der Verformung gespeicherte Arbeit dar und entspricht dem elastischen Materialanteil.

### 2. Den Verlustmodul

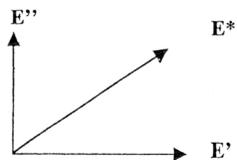
Er ist ein Maß für die nicht wiedergewinnbare, in Wärme umgesetzte Arbeit und entspricht dem nicht elastischen Materialanteil.

Das Verhältnis zwischen dem Speichermodul und dem Verlustmodul drückt der Verlustfaktor  $\tan\delta$  aus. Dabei entspricht die Temperatur, welche das Maximum in der  $\tan\delta$ -Verlaufskurve verursacht, dem Glasübergangsbereich.

Ein hoher Verlustfaktor kennzeichnet ein Material mit überwiegend nichtelastischem Verhalten, ein niedriger Verlustfaktor ist charakteristisch für ein elastisches Material.

Beide Module lassen sich als komplexes Modul darstellen.

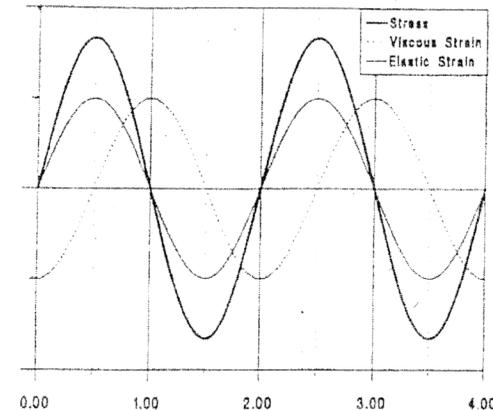
Der Speichermodul entspricht dabei dem Real-, der Verlustmodul dem Imaginärteil und  $\delta$  dem Phasenverschiebungswinkel (Frank, 2002).



### A. Bestimmung von Speicher- und Verlustmodul

Für die Bestimmung des Speicher- und Verlustmoduls wird eine Probe einer dynamischen sinusförmigen Deformation ausgesetzt und die daraus resultierende Spannung gemessen. Durch die entstehende Phasenverschiebung

lässt sich das Spannungssignal in eine In-Phasen-Komponente (elastische Materialkomponente) und eine Außer-Phasen-Komponente (visköse Materialkomponente) zerlegen.



**Abb. 16**  
Schemazeichnung einer Anregungs- und Antwortamplitude unter Beachtung der In-Phasen- und Außerphasen-Komponente

Der Speichermodul  $E'$  und der Verlustmodul  $E''$  ergeben sich aus folgenden Beziehungen (Frank, 2002; Rueggeberg, 1994):

$$E' = \frac{\text{Amplitude der Spannung In - Phase}}{\text{Amplitude der Dehnung}}$$

$$E'' = \frac{\text{Amplitude der Spannung Außer - Phase}}{\text{Amplitude der Dehnung}}$$

### B. Bestimmung des Verlustfaktors

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'}$$

### C. Bestimmung des komplexen E-Moduls

Aus der Berechnung von  $E'$  und  $E''$  lässt sich der Elastizitätsmodul in komplexer Form ableiten. Im Allgemeinen gilt:

$$E^* = E' + iE''$$

$$E' = E^* \times \cos \delta$$

$$E'' = E^* \times \sin \delta$$

Für die Ermittlung der Kurven  $y_1$  (Anregung) und  $y_2$  (Kraft) werden nach Gloger folgende Parameter benötigt:

Anregungsamplitude  $\text{ampl1}$

Anregungsfrequenz  $\text{freq1}$

Phasenverschiebung  $\text{phi1}$

Offsetanregung  $\text{offset1}$

Zeit  $t$

Die allgemeine Gleichung für eine sinusförmige Kurve in  $x$ - $y$ -Koordinatensystem lautet:  $y_1 = \text{ampl1} \cdot \sin(2\pi \cdot \text{freq1} \cdot t - \text{phi1}) + \text{offset1}$

Antwortamplitude  $\text{ampl2}$

Antwortfrequenz  $\text{freq2}$

Phasenverschiebung  $\text{phi2}$

Offsetresponse  $\text{offset2}$

Zeit  $t$

zusammenfassend gilt:  $y_2 = \text{ampl2} \cdot \sin(2\pi \cdot \text{freq2} \cdot t - \text{phi2}) + \text{offset2}$

Die Phasendifferenz  $\Delta\text{phi}$  ergibt sich aus:

$$\Delta\text{phi} = (2\pi \cdot \text{freq2} \cdot t - \text{phi2}) - (2\pi \cdot \text{freq1} \cdot t - \text{phi1})$$

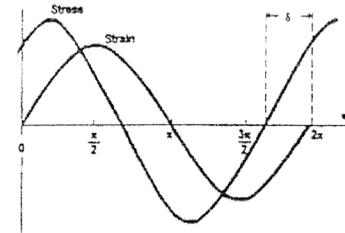


Abb. 17  
Schemazeichnung einer  
Anregungs- und  
Antwortamplitude

Berechnung des komplexen E-Modules:

$$E^* = \frac{\text{Stress}}{\text{Dehnung}} = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad \text{wobei} \quad \sigma = \frac{F}{A}$$

$$E^* = \frac{\frac{F}{A}}{\text{Dehnung}}$$

$$E^* = \frac{A_2 \times \sin \text{phi}_2}{A_1 \times \sin \text{phi}_1}$$

### 3. Fragestellung

Um mehr Einsicht in die Problematik der Polymerisationsschrumpfung zu gewinnen, konzentriert sich die Forschung auf die Untersuchung des viskoelastischen Verhaltens der Kompositmaterialien. Der Zeitpunkt des Wechsels von der Prägelphase in die Postgelphase ist ein wichtiger Faktor in der Beziehung zwischen der Materialschrumpfung und der Entwicklung der Polymerisationsspannung innerhalb der Restauration.

Zur Untersuchung der Polymerisationsspannung und des viskoelastischen Verhaltens von Kompositen wurde an der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der LMU-München im Rahmen einer Diplomarbeit der Stress-Strain-Analyzer entwickelt (Dullin, 1998). Mit Hilfe der in diesem Gerät implementierten Messprogramme ist es zum einem möglich, den Einfluss der Lastmessdosen-Compliance (kompensierte Messmethode) auf die Messergebnisse zu eliminieren und zum anderen durch dynamisch-mechanische Messungen genauere Aussagen über molekulare Umbauprozesse in den ersten Sekunden der Polymerisationsreaktion treffen zu können.

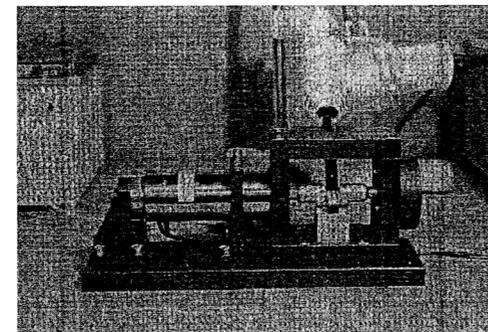
**Im Rahmen dieser Arbeit sollte folgendes untersucht werden:**

- a.) Der Einfluss der Compliance der Messvorrichtung auf die Messergebnisse
- b.) Der Einfluss des C-Faktors auf die Spannungs- bzw. Stressentwicklung sowie auf den Gelpunkt in Kompositmaterialien
- c.) Der Einfluss der unterschiedlichen Materialkonsistenzen auf den Gelpunkt sowie auf die Spannungs- bzw. Stressentwicklung
- d.) Der Einfluss der Anregungsfrequenz auf den dynamischen Elastizitätsmodul
- e.) Der Einfluss der unterschiedlichen Materialkonsistenzen auf den Speichermodul, den Verlustmodul sowie den Verlustfaktor

### 4. Material und Methode

Zur Messung der Polymerisationsspannung wurde an der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der LMU-München im Rahmen einer Diplomarbeit (Dullin, 1998) der Stress-Strain-Analyzer entwickelt. Das Funktionsprinzip entspricht dem einer Universalprüfmaschine. Für die Beurteilung der Polymerisationsschrumpfung wurden drei Messprogramme in die Maschine implementiert.

- Messung der Spannung ohne Kompensation der Lastmessdosen-Compliance
- Messung der Spannung mit Kompensation der Lastmessdosen-Compliance
- Dynamisch-mechanische Messung



**Abb. 18:** Stress-Strain-Analyzer

## 4. 1. Material

Zum Vergleich verschiedener Werkstoffe wurden die Materialien Charisma (Heraeus Kulzer, Dormagen, Deutschland), Tetric Ceram (Vivadent, Schaan, Liechtenstein), Tetric Flow (Vivadent, Schaan, Liechtenstein) und Definite (Degussa, Hanau, Deutschland) untersucht. Für die Analyse von Messparametern wurden die Komposite Tetric Ceram und Tetric Flow verwendet. Diese beiden Materialien gleichen sich identisch in Bezug auf ihre Matrixzusammensetzung, Füllkörperverteilung und -vorbehandlung. Sie unterscheiden sich nur im Füllkörpergehalt und dem daraus unterschiedlich resultierenden elastischen Verhalten.

**Tabelle 3:** Chargennummern und Farbe der verwendeten Materialien

Material	Lotnummer	Farbe
Tetric Ceram	905431	A3
Tetric Flow	16697	A3
Charisma	52	A3
Definite	210	A3

## 4. 1. 1. Charakterisierung der verwendeten Materialien

### Charisma

Charisma wird zu den Feinstpartikelhybriden gezählt. Als wichtigste Füllerpartikel enthält es Ba-Al-B-Si-Glas (67 %) und pyrogenes Siliziumdioxid (5%). Die Füller nehmen insgesamt 72 Gewichts- und 60 Volumenprozent der Matrix ein (Zantner, 2000).

### Tetric Flow

Tetric Flow ist ein zahnfarbenes, lichthärtendes und fließfähiges Komposit. Es eignet sich für die Versorgung von Minikavitäten, Zahnhalsdefekten und zur erweiterten Fissurenversiegelung. Durch die sehr guten Flieseigenschaften verbessert Tetric Flow als erste Schicht in ausgedehnten Klasse-I- und Klasse-II-Kavitäten die Adaptation der Füllung an die Kavitätenwände.

### Tetric Ceram

Tetric Ceram ist ein zahnfarbenes, lichthärtendes Füllungsmaterial für adhäsive ästhetische Restaurationen. Es kann universell sowohl im Front- als auch im Seitenzahnbereich eingesetzt werden.

### Definite

Bei dem Material Definite handelt es sich um ein Ormocer.

Der Begriff Ormocer steht als Abkürzung für den englischen Terminus „organically modified ceramic“. Dieses Material wurde vom Fraunhofer-Institut für Silikatforschung in Würzburg in Zusammenarbeit mit der Dentalindustrie

entwickelt und wird nicht nur in der Zahnmedizin eingesetzt, sondern auch in anderen technischen Bereichen, beispielsweise als kratzfeste Oberflächenbeschichtung für Kunststoffbrillengläser sowie für Lacke, Fasern und Folien (Rosin, 2000). Der Unterschied zwischen einem Füllwerkstoff auf Ormocerbasis und einem Komposit liegt im Bereich der Matrix. Diese besteht aus anorganischen Silanmolekülen (in Form von Netzwerkstrukturen), die durch den Einbau von organischen Methacrylatgruppen modifiziert wurden. Durch Polymerisation der Methacrylatgruppen findet eine Vernetzung statt und es bildet sich ein anorganisch-organisches Verbundpolymer. Die Zugabe von anorganischen Füllkörpern verstärkt den anorganischen Charakter. Im Gegensatz dazu besitzen Komposite eine rein organische Matrix (Manhardt et al., 1999).

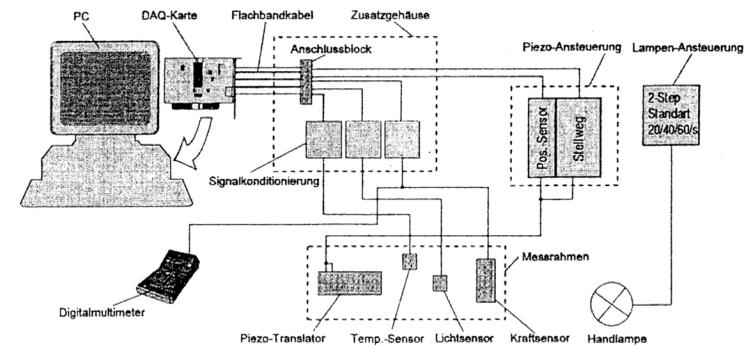
**Tabelle 4:** Füllerbestandteile von Tetric Ceram und Tetric Flow

(nach Lendenmann, 2001)

Füllstoffe	Tetric Ceram (Gew. - %)	Tetric Flow (Gew. - %)	Ø Partikelgröße (µm)	Funktion
Bariumglas	50,6	43,5	1,0	Abrasionsverhalten Röntgenopazität optische Eigenschaften
Ba-Al-Fluorosilikatglas	5,0	4,4	1,0	Abrasionsverhalten Röntgenopazität Fluoridfreisetzung
Ytterbium-Trifluorid	17,0	14,6	0,24	Röntgenopazität Fluoridfreisetzung
Mischoxid	5,0	4,4	0,2	Transparenz

## 4. 2. Methode

### 4. 2. 1. Der Messaufbau



**Abb. 19:** Messaufbau des Stress-Strain-Analysers nach Dullin, 1998

Zum Messaufbau gehören der Messrahmen mit Messkammer, ein Piezo-Translator, ein Kraftsensor, das Steuergerät für den Piezo-Translator, die Stativhalterung für die Polymerisationslampe, das Zusatzgehäuse, das die Energieversorgung und Signalkodierung für die Kraft-, Temperatur- und Lichtsensoren enthält und der PC mit einer Datenerfassungskarte. Diese setzt die analogen Ausgangssignale der einzelnen Sensoren in digitale Signalformen um, die vom Rechner entsprechend weiterverarbeitet werden können (Dullin, 1998).

#### 4. 2. 1. 1. Der Messrahmen

Um eine hohe Steifigkeit zu erzielen, wurden bzgl. der Materialstärke bei der Konstruktion des Messrahmens und der Messkammer alle Bauteile überdimensioniert.

Die Schraubverbindungen der Einzelteile wurden zusätzlich durch Zylinderstifte vor auftretenden Scherkräften gesichert.

Innerhalb der Messkammer befindet sich eine Tischgruppe, bestehend aus einem Tischsockel und einem Tischaufsatz. Ersteren gibt es in 4 unterschiedlichen Höhen (18 mm; 19 mm; 19,5 mm und 20 mm) und wird entsprechend der Probengeometrie gewählt. Letzterer ist mit einem Licht- und Temperatursensor ausgestattet.

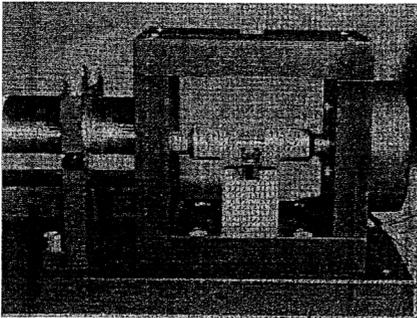


Abb.20: Messrahmen

#### 4. 2. 1. 2. Die Probenhalter

Für die Messungen wurden Probenhalter aus Aluminium folgender Geometrien verwendet: (Breite x Höhe x Länge)

- (6 x 3 x 5) mm
- (6 x 4 x 4) mm
- (6 x 4 x 5) mm
- (4 x 4 x 4) mm
- (4 x 4 x 5) mm
- (4 x 2 x 4) mm

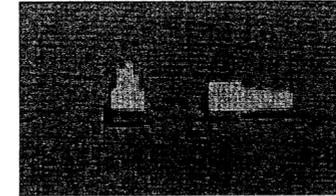


Abb. 21: Standardprobenhalter (4 x 2 x 4) mm

Mit Hilfe dieser Probengeometrien wurden folgende C-Faktoren konfiguriert:

Tabelle 5: Probenhalterkonfigurationen

C-Faktor	Probenhalter A	Probenhalter B	Abstand
0,3	(4 x 2 x 4) mm	(4 x 2 x 4) mm	4 mm
0,5	(4 x 4 x 4) mm	(4 x 4 x 4) mm	4 mm
0,8	(6 x 4 x 4) mm	(6 x 4 x 4) mm	4 mm
1,0	(6 x 3 x 5) mm	(6 x 3 x 5) mm	2 mm
1,0	(4 x 4 x 5) mm	(4 x 4 x 5) mm	2 mm
1,2	(6 x 4 x 4) mm	(6 x 4 x 5) mm	3 mm
2,4	(6 x 4 x 5) mm	(6 x 4 x 5) mm	1 mm

Die Probenhalter mußten adhäsiv vorbehandelt werden, damit eine entsprechende Verbindung mit dem Komposit erfolgen konnte. Diese Vorbehandlung erfolgte mit dem Rocatec-System (ESPE, Seefeld, Deutschland). Dabei wurden mit Hilfe eines speziellen Strahlsandes Silikatpartikel auf der Metalloberfläche verankert, die sich

dann untereinander verbinden und eine keramikartige Schicht bilden. Die so vorbereiteten Oberflächen wurden anschließend mit einer Silanschicht (ESPE-Sil, ESPE, Seefeld, Deutschland) versehen, um den chemischen Verbund zwischen Komposit und Silikatschicht zu ermöglichen. Der Auftrag der Silanlösung auf die Kontaktfläche erfolgte ca. fünf Minuten vor Versuchsbeginn.

#### **4. 2. 1. 3. Der Formaufsatz**

Der aus Kunststoff bestehende Formaufsatz enthielt einen entsprechend der Größe des Temperatursensors gestalteten Schlitz.

Um eine von den Kontaktflächen abgesehene allseitige freie Schrumpfung zu gewährleisten, mußte der Formaufsatz entsprechend isoliert werden. Dies geschah zum einen durch eine Silikonpaste (Baysilone®) und zum anderen durch eine Teflonfolie (Polytetrafluorethylen).

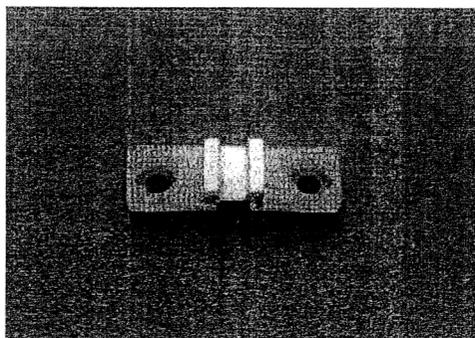


Abb. 22: Formaufsatz mit Teflonfolie

Dabei wurde zuerst eine Schicht Baysilone® mit einem Pinsel aufgetragen, um eine bessere und leichtere Anhaftung der als nächstes benötigten Polytetrafluorethylenfolie zu ermöglichen.

#### **4. 2. 1. 4. Lichtsensor und Temperatursensor**

Als Lichtsensor wurde eine Silizium-Photodiode benutzt, welche eine hohe Sensibilität, eine kurze Schaltzeit und eine geringe Größe vereint. Diese befand sich unterhalb des Formaufsatzes.

Mit Hilfe des Lichtsensors konnte synchron mit dem Start der Polymerisationslampe die Aufzeichnung der Messdaten initiiert werden.

Die Empfindlichkeit wurde durch ein Potentiometer optimal an die jeweiligen Umgebungslichtverhältnisse angepasst. Der Temperatursensor, ein Platin-Chip Sensor, dokumentierte die Umgebungstemperatur in der Messkammer.

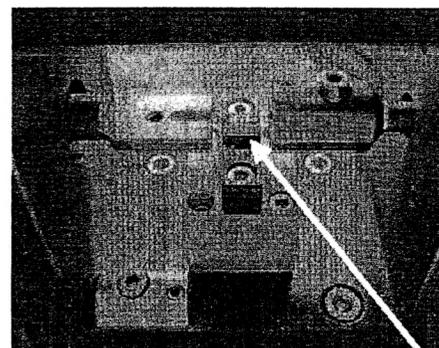


Abb. 23: Tischhalterung mit Licht- und Temperatursensor

## 4. 2. 2. Die Messmethoden

Bei der **unkompensierten Messmethode** erfolgte keine Berücksichtigung der Compliance der Messapparatur. Dabei wurde die lineare Veränderung der Ausgangsprobenlänge während des Polymerisationsvorganges mittels Lastmessdose gemessen. Durch die Mess-Software erfolgte die Umrechnung des Messweges des Kraftsensors in Newton.

Bei der **kompensierten Messung** wurde die Nachgiebigkeit des Messaufbaus berücksichtigt. Diese setzte sich grundlegend aus dem Messweg der Lastzelle und der elastischen Deformation von Prüfmaschine und Einspannung zusammen. Mittels der Wegkompensation registrierte die Lastzelle die sich aufbauende Kraft bei konstanter Probenlänge. In beiden Fällen konnte trotz fester Einspannung der Probenhalter ein freies Schrumpfen erfolgen. Bei der **dynamischen Messung** wurde die Probe, während der Härtereaktion, einer sinusförmigen Deformation ausgesetzt.

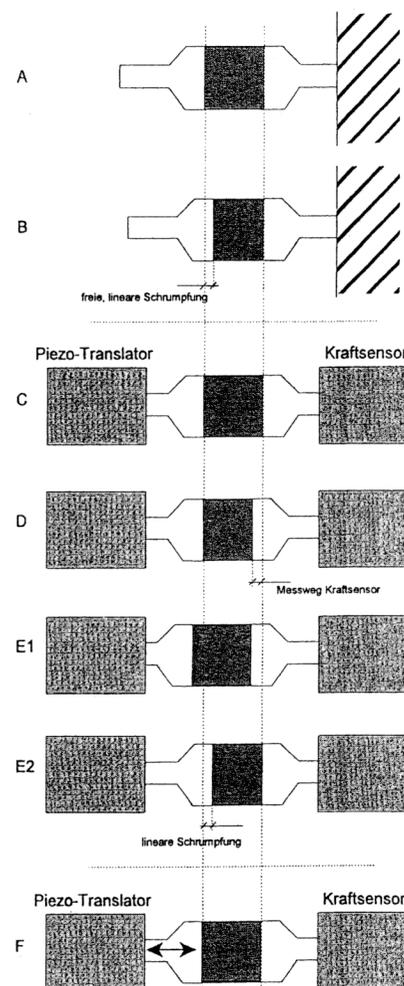


Abb. 24A zeigt die Ausgangssituation. Die Probe ist nur an einer Seite fixiert, so dass ein freies Schrumpfen erfolgen kann.

Abb. 24B zeigt das Ergebnis nach der Polymerisation.

Bei Abb. 24C – 24F sind beide Seiten des Probenkörpers mit Hilfe von Klemmschalen fest eingespannt, jeweils verbunden mit einem Piezotranslator und einem Kraftsensor.

Abb. 24D zeigt die Situation nach der Polymerisation. Ein freies Schrumpfen wie in Abb. 24 B kann nicht erfolgen. Die Kraftmessung erfolgt über den Messweg des Sensors.

In Abb. 24E1 wird mit Hilfe des Piezotranslators unter Kenntnis der Sensorkennlinie der Messweg kompensiert und die Probenlänge konstant gehalten.

In Abb. 24E2 wird durch entsprechendes Nachstellen in die Gegenrichtung, die Kraft während der Polymerisation auf Null gehalten.

Abb. 24F zeigt die Messsituation der Probenhalterung während der dynamischen Messung

Abb. 24 Messmethodik der Polymerisationsschrumpfung (nach Dullin, 1998)

### 4. 2. 3. Die Kalibrierung des Stress-Strain-Analysers

Eine Kalibrierungsmessung dient der Bestimmung der Compliance und der Kraft-Weg-Kennlinie des Messsystems. Hierfür wird ein sogenanntes Kalibrierstück bekannter Geometrie, welches aus Stahl oder Aluminium besteht und deren Elastizitätsmodule ebenfalls bekannt sind in die Krafteinleitungen eingesetzt

#### Bestimmung der Kraft-Weg-Kennlinie

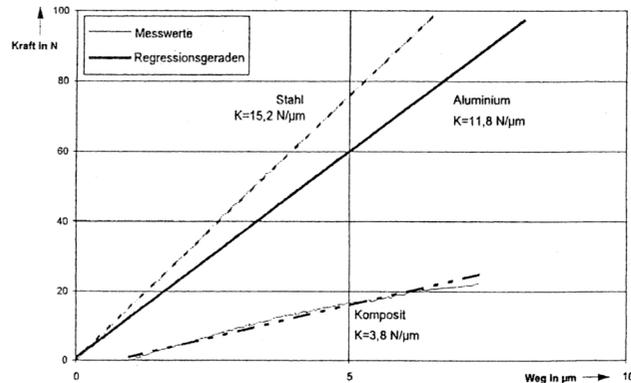


Abb. 25 Kraft-Weg-Kennlinie (aus Dullin, 1998)

Zunächst muss der Stellweg des Piezotranslators von 40 µ (Mittenstellung) auf die maximale Auslenkung von 80 µ vergrößert werden. Dies wird erreicht, indem man den Drehknopf des Potentiometer, welches sich an der Steuereinheit befindet, nach rechts dreht. Anschließend wird das Kalibrierstück anstelle der Probenhalter in der Maschine verschraubt.

Zur Aufnahme der Kraft-Weg-Kennlinie muss nun der Drehknopf des Potentiometers nach links gedreht werden, bis der Stellweg 0 µ beträgt bzw. die aufgezeichnete Kraft 100 N überschreitet.

Der Computer erstellt gleichzeitig ein Kraft-Weg Diagramm.

Aus den errechneten Geraden läßt sich die Steigung

$$K = \frac{\Delta \text{Kraft}}{\Delta \text{Weg}} \text{ ablesen.}$$

#### Kennlinienbestimmung des Messrahmens

Den Berechnungen liegt folgender Modellansatz zugrunde:

$$\Delta L_M = \Delta L - \Delta L_{kal}$$

$\Delta L_M$  bezeichnet die Nachgiebigkeit des Messrahmens,  $\Delta L$  die Längenänderung des Gesamtsystems und  $\Delta L_{kal}$  die Längenänderung des Kalibrierstückes.

$\Delta L$  lässt sich unter Annahme einer Kraft aus der Kennlinie bestimmen.

$\Delta L_{kal}$  lässt sich über den bekannten Elastizitätsmodul von z. B. Stahl berechnen.

$$\Delta L_{St} = \frac{F \times L_0}{E \times S_0}$$

wobei  $\Delta L_{St}$  die Längenänderung des Stahlstückes,  $F$  die Zugkraft,  $L_0$  die Anfangsmesslänge,  $E$  den Elastizitätsmodul und  $S_0$  den Querschnitt angibt.

Da das Kalibrierstück nicht über einen konstanten Durchmesser verfügt, muss die Gesamtlängenänderung über die Längenänderung der einzelnen Querschnittanteile ermittelt werden.

$$\Delta L_{St} \approx \Delta L_1 + \Delta L_2 = \frac{F}{E} \times \left( \frac{L_1}{S_1} + 2 \frac{L_2}{S_2} \right) = \frac{50N}{210GPa} \times \left( \frac{12mm}{2^2 mm^2 \pi} + \frac{2 \times 2,5mm}{1,5^2 mm^2} \right) = 0,395 \mu m$$

$\Delta L_1$  bzw.  $\Delta L_2$  drückt die Längenänderung der jeweiligen Ersatzmesslängen aus und  $S_1$  bzw.  $S_2$  bezeichnen die unterschiedlichen Querschnitte des Kalibrierstückes.

Daraus ergibt sich für die Kennlinie aus Stahl:

$$\Delta L = \frac{F}{K} = \frac{50N}{15,2 \frac{N}{\mu m}} = 3,597 \mu m$$

Demzufolge berechnet sich der Messweg des Kraftsensors:

$$\Delta L_M = \Delta L - \Delta L_{St} = 3,597 \mu m - 0,395 \mu m = 3,20 \mu m$$

Daraus lässt sich schließen, dass bei einer Kraft von 50 N alle Komponenten des Messrahmens einschließlich des Kraftsensors einen Messweg von 3,20  $\mu m$  erzeugen. Zurückgerechnet auf 1 N ergibt sich ein Korrekturfaktor von 640 nm/N (Dullin, 1998).

### 4. 3. Die Versuchsdurchführung

Die Versuchsvorbereitung begann mit der Adaptation des mit Teflonfolie isolierten Formaufsatzes auf den Tischaufsatz. Zwei vorbehandelte Probenhalter (A und B) wurden gegenüberliegend in Klemmschalen verschraubt, wodurch der eine mit einer Lastmessdose und der andere mit einem Piezotranslator verbunden wurden. In den Zwischenraum wurde das Füllungsmaterial eingebracht.

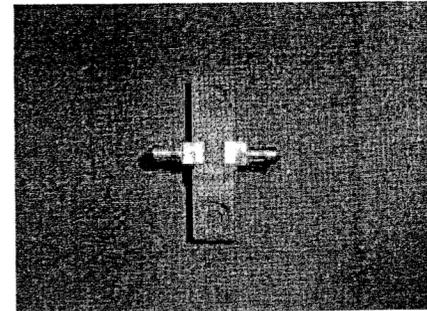


Abb. 26 Formaufsatz mit Probenhalter

Der unter dem Formaufsatz befindliche Licht- und Temperatursensor, die Lastmessdose und der Piezotranslator waren mit einer entsprechenden Mess-Software verbunden. Eine Datenerfassungskarte setzte die analogen Ausgangssignale der einzelnen Sensoren in digitale Signalformen um, die vom Rechner weiterverarbeitet wurden. Das Einschalten der Polymerisationslampe (Epilar Trilight, exponentieller Lichtanstieg, 40s, ESPE, Seefeld, Deutschland) gab das Signal für den Messbeginn. Die erforderliche Lichtintensität von 800mW/cm<sup>2</sup> wurde vorher durch ein Radiometer (Radiometer 100, Demetron Research Corp., Danbury, USA) überprüft. Die Messdauer betrug 330 Sekunden. Das Frontpanel

des Computerbildschirmes zeichnete ein Kraft-Zeit und ein Temperatur-Zeit-Diagramm auf.

Mit diesem Versuchsaufbau konnte zum einen die Polymerisationsschrumpfung durch zwei unterschiedliche Messmethoden gemessen und zum anderen der Elastizitätsmodul von Füllungsmaterialien bestimmt werden.

Im Rahmen der Vorversuche wurden die Materialien Definite, Tetric Ceram, Tetric Flow und Charisma auf die entstehenden Kontraktionskräfte und -spannungen, die Längen der Prägelphasen, die absoluten und relativen Schrumpfungsraten sowie die Intervalle der größten Schrumpfungsentwicklung mit Hilfe der unkompensierten Messmethode untersucht. Bei allen Versuchen betrug die Anzahl der Proben  $N = 10$ . Es wurden die Standardprobenhalter (4 mm x 2 mm x 4 mm), welche einem C-Faktor von 0,3 entsprechen benutzt.

Der darauf folgende Hauptteil dieser Arbeit gliedert sich in zwei Abschnitte.

Der erste Abschnitt untersucht für die C-Faktoren 0,5; 0,8; 1,0; 1,2 und 2,4 die gleichen Parameter wie in den Vorversuchen für beide Messmethoden und die Materialien Tetric Ceram und Tetric Flow. Um eine Aussage über eine längerfristige Entwicklung der Polymerisationsschrumpfung treffen zu können, wurden Langzeitmessungen über einen Zeitraum von acht Stunden durchgeführt.

Bei allen Proben wurden anschließend mit einem Nanoindenter (Fischerscope H100C, Fischer, Sindelfingen) die mechanischen Eigenschaften Vickershärte und Elastizitätsmodul bestimmt. Auf diese Untersuchung wird in Kapitel 3. 3. 7. Messung der Mechanischen Eigenschaften näher eingegangen.

Im zweiten Abschnitt standen mit Hilfe der dynamischen Messmethode die Ermittlung der Speicher-, Elastizitäts- und Verlustmodule sowie der Verlustfaktoren

ebenfalls für die Materialien Tetric Ceram und Tetric Flow im Mittelpunkt. Des weiteren interessierte der Einfluss der Anregungsfrequenz auf die Untersuchungsergebnisse. Für die Bestimmung des dynamischen E-Moduls wird die Probe einer dynamischen sinusförmigen Deformation ausgesetzt und die daraus resultierende Spannung gemessen. Dabei betrug die Wegamplitude 32  $\mu\text{m}$ . Die vom Computer aufgezeichneten Messwerte wurden anschließend durch eine nichtlineare Kurvenanpassung nach der Levenberg-Marquardt-Methode entsprechend weiterbearbeitet, um Speichermodule (entspricht dem dynamischen E-Modul), die Verlustmodule sowie die Verlustfaktoren berechnen zu können.

Die Messzeit aller dynamischen Messungen betrug 60s, für die Anzahl der Proben pro Versuch wurde  $N = 10$  gewählt.

Für die Langzeitmessungen und die dynamischen Messungen wurden die Standardprobenhalter verwendet.

Bei allen Versuchen wurde die „bulk curing“-Technik verwendet.

#### **4. 3. 1. Die Ermittlung der Kontraktionskräfte [N]**

Bei der **unkompensierten Messmethode** wurde die lineare Veränderung der Ausgangsprobenlänge während des Polymerisationsvorganges mittels Lastmessdose gemessen. Durch die Mess-Software erfolgte die Umrechnung des Messweges des Kraftsensors in Newton.

Bei der **kompensierten Messmethode** konnte durch den Piezotranslator die Probenlänge konstant gehalten werden, wobei die Lastzelle die sich aufbauende Kraft registriert.

Die Werte der sich entwickelnden Kontraktionskräfte wurden aller Zehntelsekunden erfasst und vom Computer aufgezeichnet.

#### **4. 3. 2. Die Ermittlung der Kontraktionsspannungen [MPa]**

Die Ermittlung der Werte für die Kontraktionsspannungen wurde durch folgende Berechnung ermittelt:

$$\text{Kontraktionsspannung} = \frac{\text{Kontraktionskraft}}{\text{Gesamtadhäsivfläche der Probenhalter}}$$

#### **4. 3. 3. Die Ermittlung des Gelpunktes [s]**

Als Gelpunkt wurde per definitionem der Zeitpunkt gewertet, an dem die Kontraktionskräfte 0,5 N überschritten.

#### **4. 3. 4. Die Ermittlung der absoluten Schrumpfungsrates [N/s]**

Die absolute Schrumpfungsrates zum Zeitpunkt  $t = 40\text{s}$  wurde wie folgt errechnet:

$$\text{absolute Schrumpfungsrates} = \frac{\text{Schrumpfungskraft}(t = 40\text{s})}{\text{Belichtungszeit}(t = 40\text{s})}$$

#### **4. 3. 5. Die Ermittlung der relativen Schrumpfungsrates [%/s]**

Die relative Schrumpfungsrates zum Zeitpunkt  $t = 40\text{s}$  wurde wie folgt bestimmt:

$$\text{relative Schrumpfungsrates} = \frac{\text{absolute Schrumpfungsrates}}{\text{Schrumpfungskraft}(t = 300\text{s})}$$

#### **4. 3. 6. Die Bestimmung des Intervalls der größten Schrumpfungskraftentwicklung**

Bei allen Messungen wurde der Wendepunkt bzw. der Wendebereich der größten Steigung durch die erste Ableitung der Stress-Strain-Funktionen ermittelt. Die Kurvenmaxima stellen dabei die Wendepunkte dieser Funktionen dar. Da es sich hierbei nicht um einen definierten Punkt handelte, wurde ein Wendebereich in Form eines Intervalls angegeben. Innerhalb dessen die Steigung und damit die Schrumpfungskraft ihren Höhepunkt erfährt.

#### **4. 3. 7. Messung der Mechanischen Eigenschaften**

Für die Beurteilung der Polymerisationsgüte und der Messung des Elastizitätsmoduls wurden die Proben nach der Polymerisation und der Messung der Polymerisationskontraktion mit einem Nanoindenter (Fischerscope H100C, Fischer, Sindelfingen) an deren Unterseite vermessen.

Das in dieser Studie angewandte Messsystem ist für die Messung der Universalhärte gemäß DIN 50 359, Entwurf DIN 55 676 und Technical Report ISO TR 14 577 konzipiert. Hierfür wurden Kraft-Eindringtiefe-Wertepaare registriert und neben dem Härtewert auch der Elastizitätsmodul gewonnen.

Dabei wird ein diamantener Eindringkörper (Vickerspyramide), in Form einer Pyramide mit quadratischer Grundfläche und einem Winkel von  $\alpha = 136^\circ$  zwischen den gegenüberliegenden Flächen in die Probenoberfläche gedrückt. Während des Prüfungsvorganges werden die Prüfkraft  $F$  und die Eindringtiefe  $h$  sowohl bei Prüfkraftzunahme als auch -abnahme aufgezeichnet.

Die Messung erfolgt durch eine kontinuierliche Steigerung der Prüfkraft zwischen 0 mN und 500 mN. Dabei wird gleichzeitig die Eindringtiefe des

Vickersdiamanten ermittelt. Da die Geometrie des Vickersdiamanten bekannt ist, kann aus der Eindringtiefe der Universalhärtewert  $HU = F/A$  ( $A$  = Oberfläche des Eindrucks) berechnet werden.

Aus der Steigung der Tangente an die Entlastungskurve bei  $F = F_{\max}$  kann der elastische Eindringmodulus  $Y_{HU}$  bestimmt werden, der mit dem Elastizitätsmodul des Probenwerkstoffes verglichen werden kann.

Die Messungen wurden an der Probenunterseite vorgenommen.

#### 4. 3. 8. Die Bestimmung des dynamischen Elastizitätsmoduls

##### 4. 3. 8. 1. Die Bestimmung des dynamischen Elastizitätsmoduls-des Speichermoduls $E'$ [MPa]

Für die Bestimmung des Speicher- bzw. dynamischen Elastizitätsmoduls mussten zunächst die folgenden Parameter berechnet werden:

*Dehnung des Materials = Gesamtdehnung – Dehnung der Lastmessdose*

$$\text{Gesamtdehnung} = \frac{\text{Amplitude1}}{\text{Adhäsivfläche der Probenhalter}}$$

$$\text{Dehnung der Lastmessdose} = \frac{\text{Amplitude2} \cdot \text{Compliance der SSA – Maschine}}{\text{Dehnfläche der Probe}}$$

$$\text{komplexes } E\text{-Modul } E^* = \frac{\text{Amplitude2}}{((2 \cdot 4) \cdot \text{Dehnung des Materials})}$$

$$\text{Speichermodul } E' = E^* \cdot \cos \Delta\phi$$

##### 4. 3. 8. 2. Die Bestimmung des Verlustmoduls $E''$ [MPa]

$$\text{Verlustmodul } E'' = E^* \cdot \sin \Delta\phi$$

##### 4. 3. 8. 3. Die Bestimmung des Verlustfaktors Tan Delta

$$\text{Tan Delta} = \frac{\sin \Delta\phi}{\cos \Delta\phi} = \frac{E''}{E'}$$

#### 4. 4. Statistische Auswertung

Für die statistische Auswertung der gewonnenen Daten wurde die Statistiksoftware SPSS für Windows verwendet. Die Messergebnisse wurden in den entsprechenden Gruppen einem gepaarten T-Test und anschließend einer Varianzanalyse (ANOVA = Analysis of Variance) mit nachgeschalteter Tukey-HSD-Korrektur unterzogen.

## 5. Ergebnisse

### 5. 1. Vorversuche-Vergleich der Materialien

#### 5. 1. 1. Messung der Schrumpfungskraft [N]

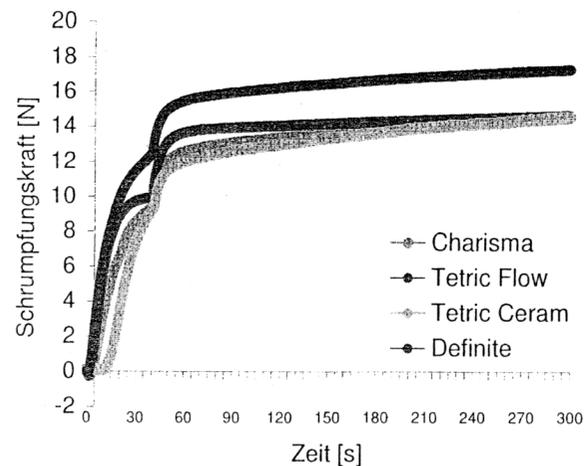


Abb. 27: Zeitlicher Verlauf der Polymerisationsschrumpfung für die Materialien Charisma, Tetric Flow, Tetric Ceram und Definite

Im Diagramm sind die Verläufe der durch die Polymerisationsreaktion entstandenen Schrumpfungskräfte für die Materialien Charisma, Tetric Flow, Tetric Ceram und Definite dargestellt. Die Messzeit betrug 300 Sekunden. Die Endwerte von Charisma (14,53 N), Tetric Flow (14,65 N) sowie Tetric Ceram (12,88 N) unterschieden sich statistisch nicht voneinander. Das Ormocer Definite (19,96 N) zeigte signifikant ( $p < 0,05$ ) die höchsten Schrumpfungskräfte.

#### 5. 1. 2. Messung der Kontraktionsspannung [MPa]

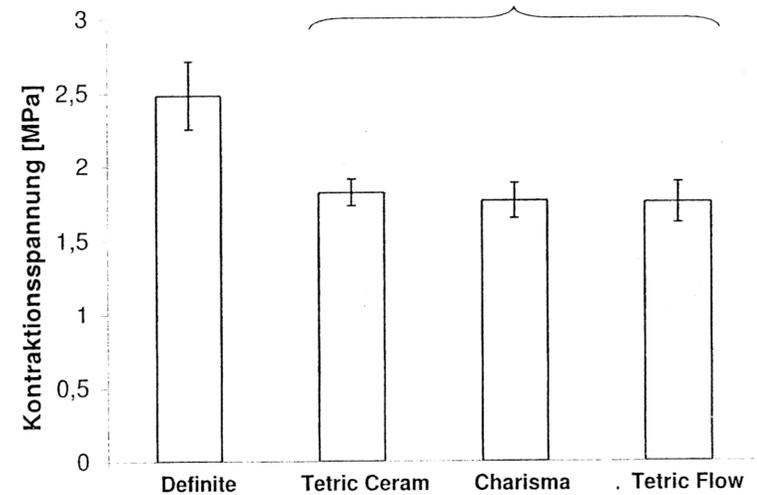


Abb. 28: Kontraktionsspannung [MPa] der Materialien Definite, Tetric Ceram, Charisma und Tetric Flow; (Die Klammer kennzeichnet sich nicht signifikant unterscheidende Gruppen.)

Das Diagramm stellt die maximalen Kontraktionsspannungswerte [MPa] für die Materialien Definite, Tetric Ceram, Charisma und Tetric Flow nach einer Messzeit von 300s dar.

Das Ormocer Definite (2,48 MPa) entwickelte signifikant die höchste Schrumpfungsspannung.

Zwischen den Feinstpartikelhybridkompositen Charisma (1,79 MPa), Tetric Flow (1,75 MPa) und Tetric Ceram (1,82 MPa) wurden hinsichtlich der Kontraktionsspannung keine statistischen Unterschiede festgestellt.

### 5. 1. 3. Bestimmung des Gelpunktes

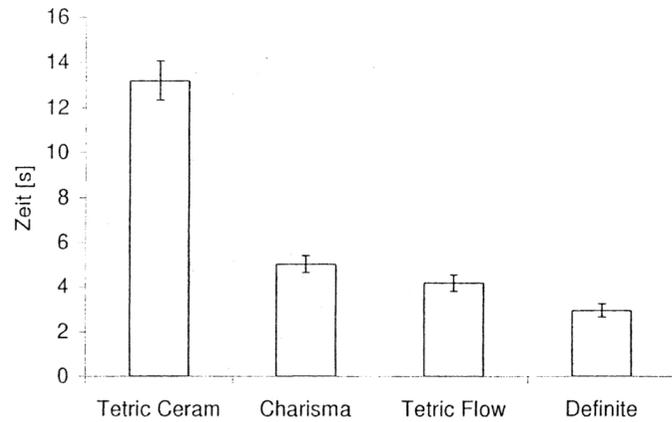


Abb. 29: Prägelphasen der Materialien Tetric Ceram, Charisma, Tetric Flow und Definite

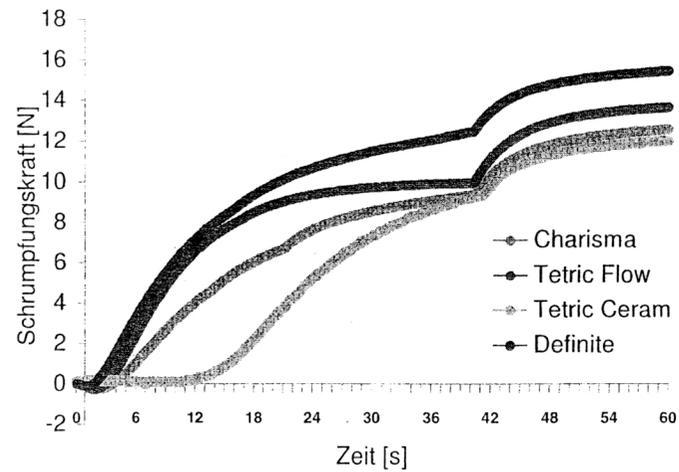


Abb.30: Schrumpfungsverlauf der Materialien Definite, Tetric Flow, Tetric Ceram und Charisma in den ersten 60 s

Beide Diagramme zeigen die Länge der Prägelphasen der getesteten Materialien, die sich signifikant voneinander unterscheiden.

In dieser Untersuchung wies Tetric Ceram (13,20 s) den längsten Prägelzustand auf. Es folgten mit deutlich kürzeren Prägelphasen die Materialien Charisma (5,02 s) und Tetric Flow (4,17 s). Das Ormocer Definite (2,95 s) erreichte am schnellsten seinen Gelpunkt.

#### 5. 1. 4. Bestimmung der absoluten [N/s] und der relativen Schrumpfungsrates [%/s]

Tabelle 6: absolute Schrumpfungsrates und relative Schrumpfungsrates von Charisma, Tetric Flow, Tetric Ceram und Definite

	Charisma	Tetric Flow	Tetric Ceram	Definite
absolute Schrumpfungsrates [N/s]	0,233	0,248	0,212	0,311
relative Schrumpfungsrates [%/s]	1,555	1,465	1,454	1,388

Definite wies signifikant die höchste absolute Schrumpfungsrates auf. Die Komposite Charisma, Tetric Flow und Tetric Ceram zeigten keine statistischen Unterschiede.

Bei der Auswertung der relativen Schrumpfungsrates konnten keine signifikanten Unterschiede zwischen den einzelnen Materialien festgestellt werden.

#### 5. 1. 5. Bestimmung der größten Steigung

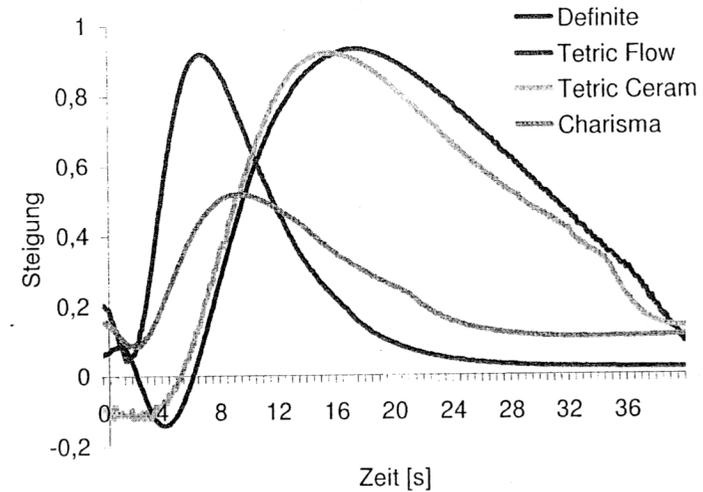


Abb. 31: Graphische Darstellung der 1. Ableitungen der Stress-Strain-Funktionen für die Materialien Definite, Tetric Flow, Tetric Ceram und Charisma

Die Kurvenhöhepunkte stellen die Wendepunkte der anfänglich sigmoidal verlaufenden Stress-Strain-Funktionen dar. Da es sich hierbei nicht um einen definierten Punkt handelte, wurde ein Wendebereich in Form eines Intervalls angegeben.

Innerhalb diesen erfährt die Steigung und damit die Schrumpfungsrates ihren Höhepunkt.

Bei dieser Untersuchung wurden für den Wendepunkt folgende Intervalle ermittelt:

Definite	17,2 s – 17,4 s
Tetric Flow	6,6 s – 6,8 s
Tetric Ceram	15,5 s – 15,6 s
Charisma	9,1 s – 9,5 s

Definite (4,2 s) und Charisma (4,2 s) wiesen die längsten und Tetric Ceram

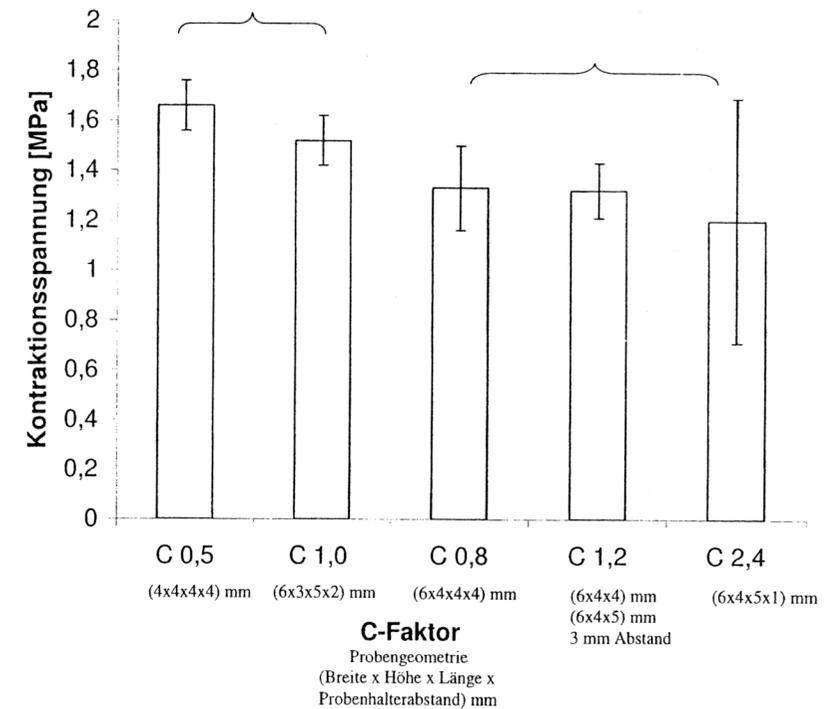
(1,4 s) und Tetric Flow (2,1 s) die kürzesten maximalen Steigungsintervalle auf.

## 5. 2. Hauptversuche-Variation der C-Faktoren

### 5. 2. 1. Messung ohne Gegenregulation

#### 5. 2. 1. 1. Tetric Ceram

##### 5. 2. 1. 1. 1. Messung der Kontraktionsspannung [MPa]



**Abb. 32:** Maximale Polymerisationsspannungswerte [MPa] der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Ceram nach 300 Sekunden, ermittelt mit der Messmethode ohne Gegenregulation; (Die Klammern kennzeichnen sich nicht signifikant unterscheidende Gruppen.)

Der C-Faktor 0,5 (1,66 MPa) zeigte das höchste Maximum an Kontraktionsspannung, gefolgt vom C-Faktor 1,0 (1,52 MPa).

Die Probengeometrien C 0,8 (1,33 MPa) und C 1,2 (1,32 MPa) standen an dritter Stelle und wiesen signifikante Unterschiede zu den Faktoren C 0,5 und C 1,0 auf.

Die geringsten Spannungen wurden bei dem C-Faktor 2,4 (1,02 MPa) gemessen. Es konnten keine signifikanten Unterschiede zu den Geometrien C 0,8; C 1,0 und C 1,2 festgestellt werden.

### 5. 2. 1. 1. 2. Messung der Schrumpfungskraft [N]

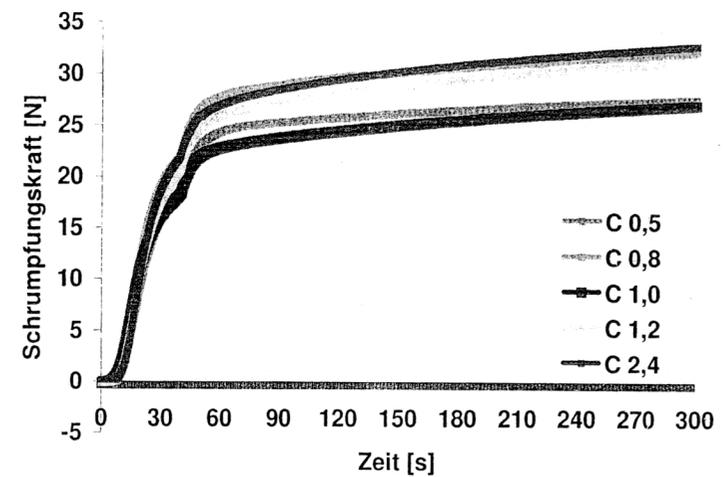


Abb. 33: Verlaufskurve der Polymerisationsschrumpfungskräfte der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Ceram, ermittelt mit der Messmethode ohne Gegenregulation

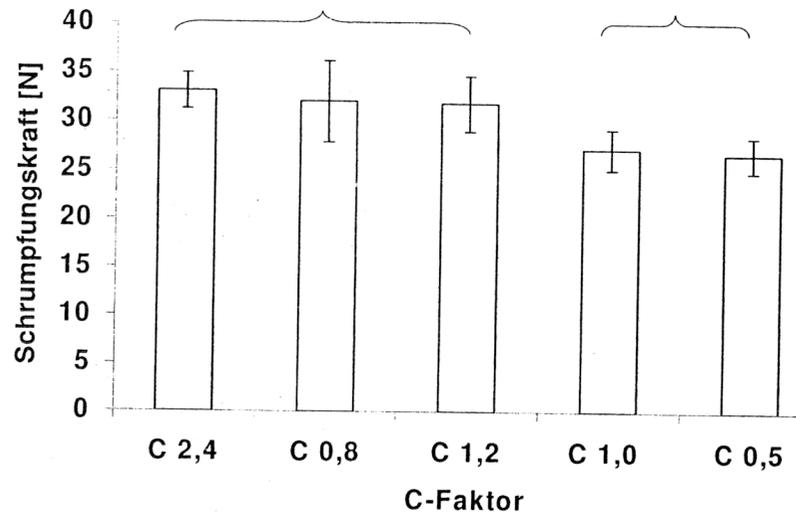


Abb. 34: Maximale Schumpfungskräfte der unterschiedlichen C-Faktoren des Materials Tetric Ceram nach 300 Sekunden, ermittelt mit der Messmethode ohne Gegenregulation

In der **Abbildung 33** werden die zeitlichen Verläufe für die entstehenden Schumpfungskräfte der einzelnen C-Faktoren veranschaulicht.

**Abbildung 34** zeigt die Maximalwerte der Polymerisationsschumpfungskräfte, die bei 300 Sekunden gemessen wurden

Die höchsten Kraftwerte wurden beim C-Faktor 2,4 (33,04 N) gemessen. An zweiter Stelle kamen die C-Faktoren 0,8 (31,99 N) und 1,2 (31,75 N). Bei allen drei Geometrien konnten signifikante Unterschiede zu den Faktoren C 0,5 und C 1,0 festgestellt werden.

C 1,0 (27,13 N) unterschied sich mit Ausnahme von C 0,5 signifikant von den anderen Faktoren.

Der C-Faktor 0,5 (26,65 N) wies die niedrigsten Schumpfungswerte auf und unterschied sich signifikant von den Probengeometrien C 0,8; C 1,2 sowie C 2,4.

## 5. 2. 1. 2. Tetric Flow

### 5. 2. 1. 2. 1. Messung der Kontraktionsspannung (MPa)

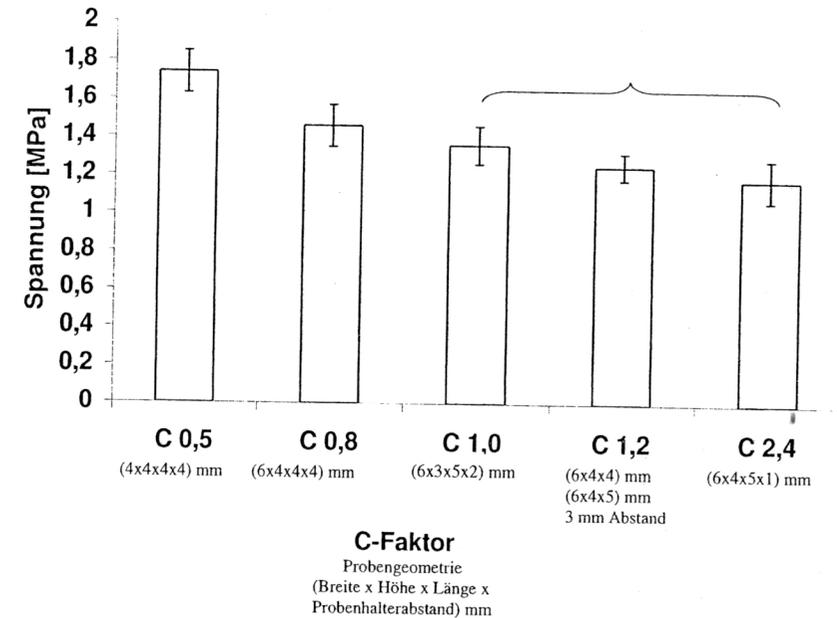


Abb. 35: Maximale Polymerisationsspannungswerte der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Flow nach 300 Sekunden, ermittelt mit der Messmethode ohne Gegenregulation

Der Vergleich der C-Faktoren hinsichtlich ihrer Kontraktionsspannungswerte bei dem Kompositmaterial Tetric Flow zeigte mit steigendem C-Faktor sinkende Spannungswerte.

So erreichten die C-Faktoren 0,5 (1,74 MPa) und 0,8 (1,46 MPa) die höchsten Spannungswerte. Dabei erwiesen sich die Unterschiede untereinander sowie zu den restlichen C-Faktoren als signifikant.

Für die übrigen C-Faktoren wurden folgende Werte gemessen:

- C 1,0 1,36 MPa
- C 1,2 1,25 MPa
- C 2,4 1,18 MPa

### 5. 2. 1. 2. 2. Messung der Schrumpfungskraft [N]

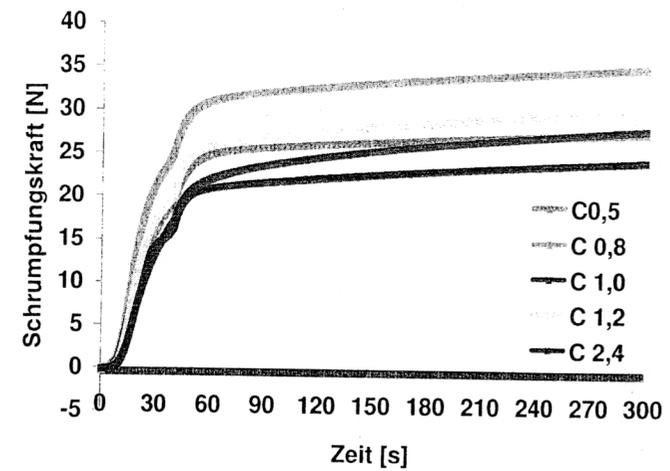


Abb. 36: Verlaufskurve der Polymerisationsschrumpfungskräfte der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Flow, ermittelt mit der Messmethode ohne Gegen-regulation

In **Abbildung 36** werden die zeitlichen Verläufe für die entstehenden Schrumpfungskräfte der einzelnen C-Faktoren veranschaulicht.

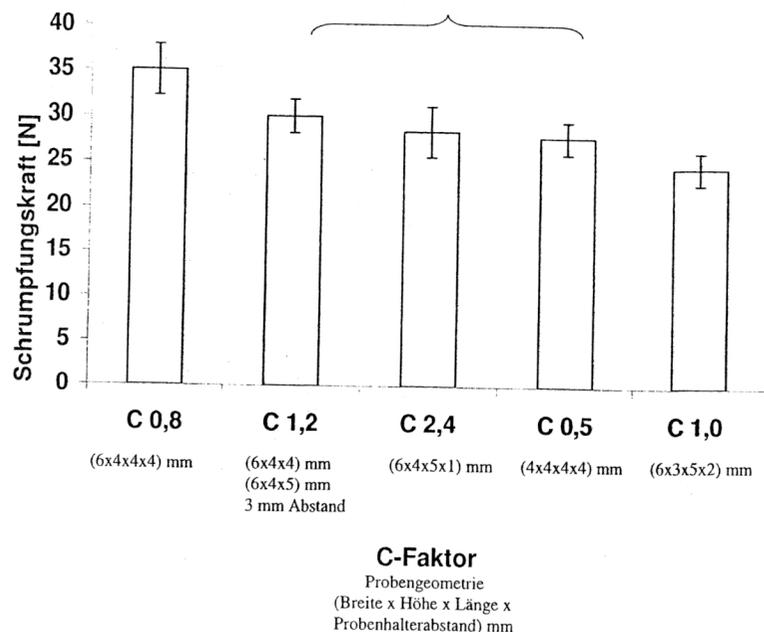


Abb. 37: Maximale Schrumpfungskräfte unterschiedlicher C-Faktoren des Materials Tetric Flow nach 300 Sekunden, ermittelt mit der Messmethode ohne Gegenregulation; (Die Klammer kennzeichnet sich nicht signifikant unterscheidende Gruppen.)

Abbildung 37 zeigt die Maximalwerte der Polymerisationsschrumpfungskräfte, die nach 300 Sekunden gemessen wurden.

Die höchsten Schrumpfungskräfte wurden bei dem C-Faktor 0,8 (35,13 N) gemessen, mit signifikanten Unterschieden zu allen anderen Probengeometrien. Es folgten die Faktoren C 1,2 (30,13 N) und C 2,4 (28,46 N), die sich statistisch nicht voneinander unterschieden. Die geringsten Kontraktionskräfte zeigten die C-Faktoren 0,5 (27,84 N) und 1,0 (24,54 N), wobei letzterer signifikante Unterschiede zu allen anderen Probengeometrien aufwies.

## 5. 2. 2. Messung mit Gegenregulation

### 5. 2. 2. 1. Tetric Ceram

#### 5. 2. 2. 1. 1. Messung der Kontraktionsspannung (MPa)

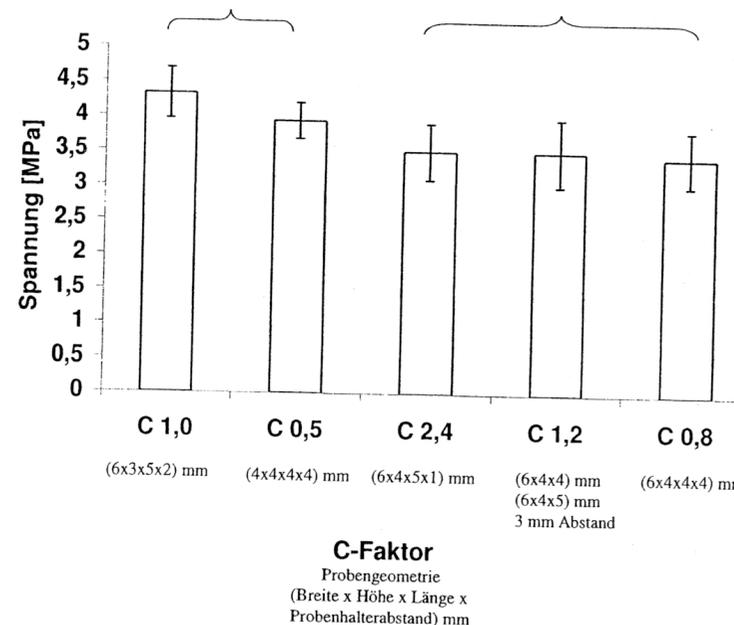


Abb. 38: Maximale Polymerisationsspannungswerte der verschiedenen C-Faktoren von Tetric Ceram nach 300 Sekunden, ermittelt mit der Messmethode mit Gegenregulation; (Die Klammern kennzeichnen sich nicht signifikant unterscheidende Gruppen.)

Bei der Messung der maximalen Polymerisationsspannung von Tetric Ceram unter Berücksichtigung der Compliance der Messvorrichtung erreichte der C-Faktor 1,0 (4,32 MPa) die höchsten Werte.

Der Faktor C 0,5 (3,93 MPa) wies die zweithöchsten Kontraktionsspannungen auf. Beide unterschieden sich signifikant von den Faktoren C 0,8; C 1,2 sowie C

2,4. Die niedrigsten Werte wurden bei dem C-Faktor 0,8 (3,42 MPa) gemessen. Zwischen den Probengeometrien C 2,4; C 1,2 und C 2,4 konnten keine signifikanten Unterschiede festgestellt werden.

### 5. 2. 2. 1. 2. Messung der Schrumpfungskraft (N)

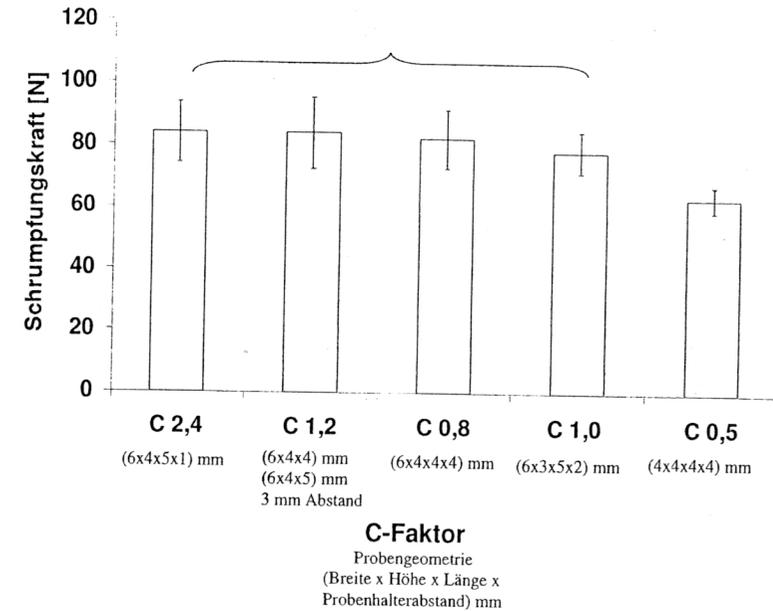


Abb. 39: Maximale Schrumpfungskräfte der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Ceram nach 300 Sekunden, ermittelt mit der Messmethode mit Gegenregulation; (Die Klammer kennzeichnet sich nicht signifikant unterscheidende Gruppen.)

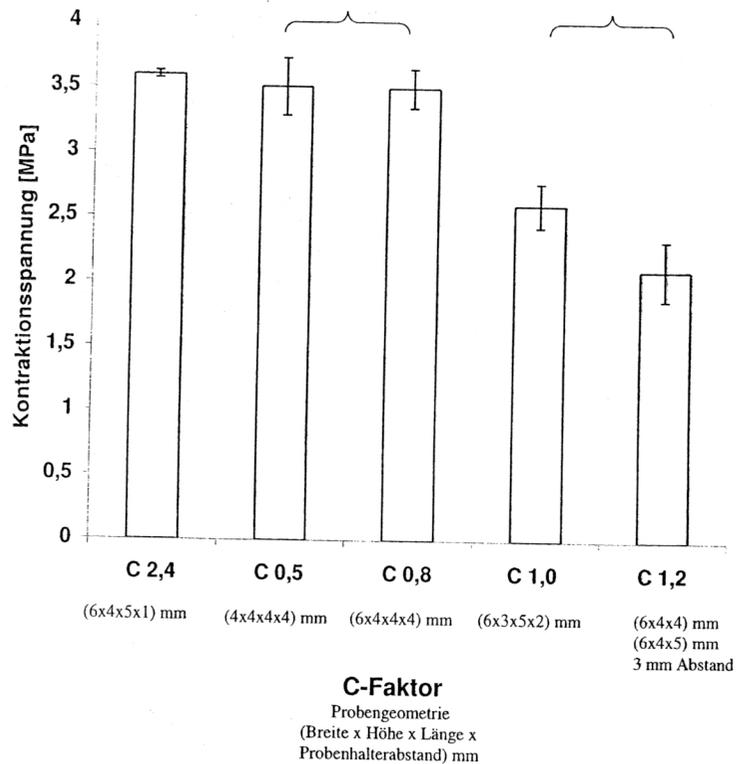
Bei der Messung der maximalen Schrumpfungskraft von Tetric Ceram zeigten sich folgende Ergebnisse:

- C 2,4 mit 83,99 N
- C 1,2 mit 83,93 N
- C 0,8 mit 82,12 N
- C 1,0 mit 77,83 N
- C 0,5 mit 62,96 N

Nur der C-Faktor 0,5 konnte signifikante Unterschiede zu den anderen Probengeometrien zeigen.

### 5. 2. 2. 2. Tetric Flow

#### 5. 2. 2. 2. 1. Messung der Kontraktionsspannung [MPa]

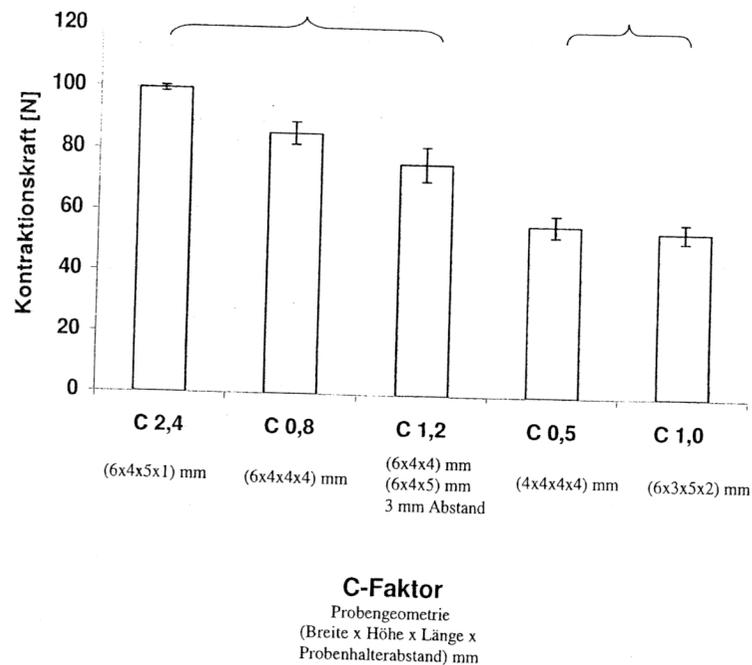


**Abb. 40:** Maximale Polymerisationsspannung der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Flow nach 300 Sekunden, ermittelt mit der Messmethode mit Gegenregulation; (Die Klammern kennzeichnen sich nicht signifikant unterscheidende Gruppen.)

Bei der Messung der maximalen Polymerisationsspannung wurde für den C-Faktor 2,4 (3,6 MPa) der höchste Wert gemessen.

Die Faktoren C 0,5 (3,51 MPa) sowie C 0,8 (3,50 MPa) folgten an zweiter Stelle mit signifikanten Unterschieden zu den Probengeometrien C 1,0; C 1,2 sowie C 2,4. Die geringsten Kontraktionsspannungen wurden für die C-Faktoren C 1,0 (2,60 MPa) und C 1,2 (2,10 MPa) gemessen, die sich statistisch nicht unterschieden.

### 5. 2. 2. 2. Messung der Schrumpfkraft (N)



**Abb. 41:** Maximale Schrumpfkraften der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Flow nach 300 Sekunden, ermittelt mit der Messmethode mit Gegenregulation;  
 (Die Klammern kennzeichnen sich nicht signifikant unterscheidende Gruppen.)

Das Diagramm zeigt die maximalen Polymerisationsschrumpfkraften von Tetric Flow für die Messmethode mit Gegenregulation.

Die Faktoren C 2,4 (99,61 N) und C 0,8 (85,44 N) wiesen die höchsten Werte bezüglich der sich während der Polymerisationsreaktion entwickelnden Kontraktionskräfte auf. Der C-Faktor 1,2 (75,93 N) nahm in der Rangfolge eine mittlere Stellung ein, wobei sich keine statistischen Unterschiede zwischen den Geometrien C 2,4; C 0,8 und C 1,2 feststellen ließen.

Die geringsten Schrumpfkraften wurden für die Faktoren C 0,5 (56,31 N) und C 1,0 (54,40 N) gemessen, beide unterschieden sich nicht signifikant voneinander.

### 5. 2. 3. Vergleich der maximalen Kontraktionsspannungswerte [MPa] von Tetric Ceram und Tetric Flow bei der unkompensierten Messmethode

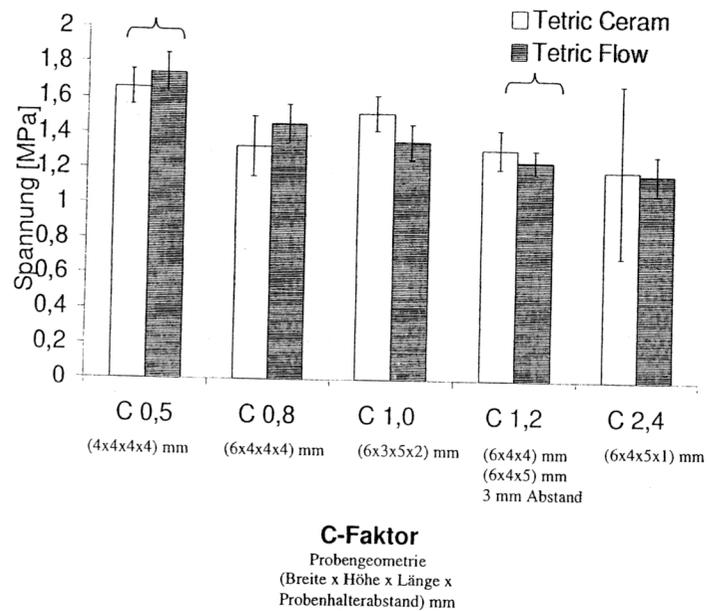


Abb. 42: Vergleich der maximalen Spannungswerte von Tetric Ceram und Tetric Flow, ermittelt mit der unkompensierten Messmethode; (Die Klammern kennzeichnen sich nicht signifikant unterscheidende Gruppen.)

Das Diagramm zeigt den Vergleich der Maximalspannungswerte bei 300 s Messzeit für die Komposite Tetric Ceram und Tetric Flow, ermittelt mit der unkompensierten Messmethode.

Dabei konnten bei den C-Faktoren 0,8; 1,0 und 2,4 signifikante Unterschiede zwischen den Testmaterialien festgestellt werden.

### 5. 2. 4. Vergleich der maximalen Kontraktionsspannungswerte [MPa] von Tetric Ceram und Tetric Flow bei der kompensierten Messmethode

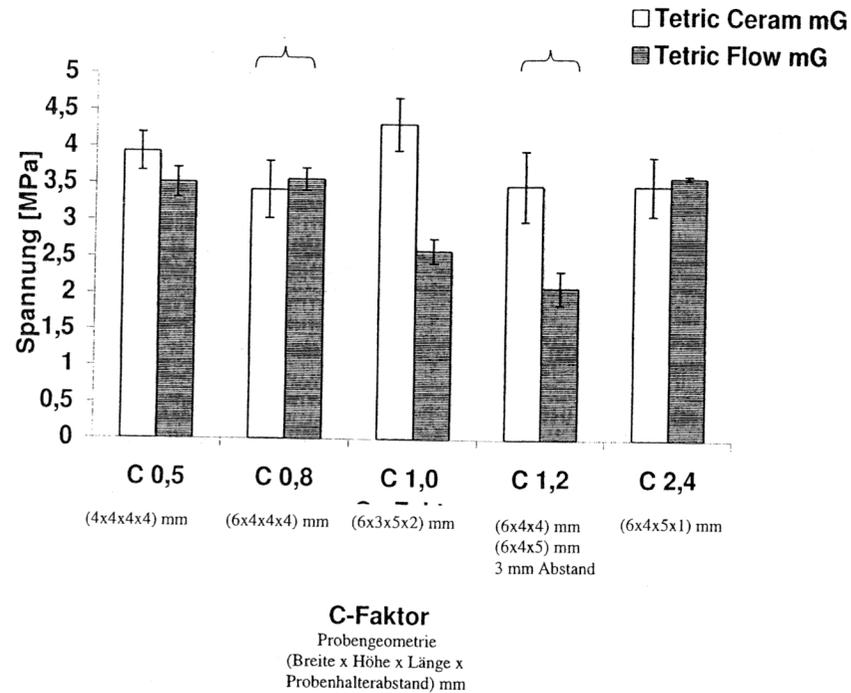


Abb. 43: Vergleich der maximalen Spannungswerte von Tetric Ceram und Tetric Flow, ermittelt mit der kompensierten Messmethode; (Die Klammern kennzeichnen sich nicht signifikant unterscheidende Gruppen.)

Das Diagramm zeigt den Vergleich der Maximalspannungswerte bei 300 s Messzeit für die Komposite Tetric Ceram und Tetric Flow, ermittelt mit der kompensierten Messmethode.

Die C-Faktoren 0,5; 1,0 sowie 2,4 zeigten signifikante Unterschiede zwischen den Testmaterialien.

### 5. 3. Gelpunktbestimmung

#### 5. 3. 1. Tetric Ceram

##### 5. 3. 1. 1. Messung mit Gegenregulation

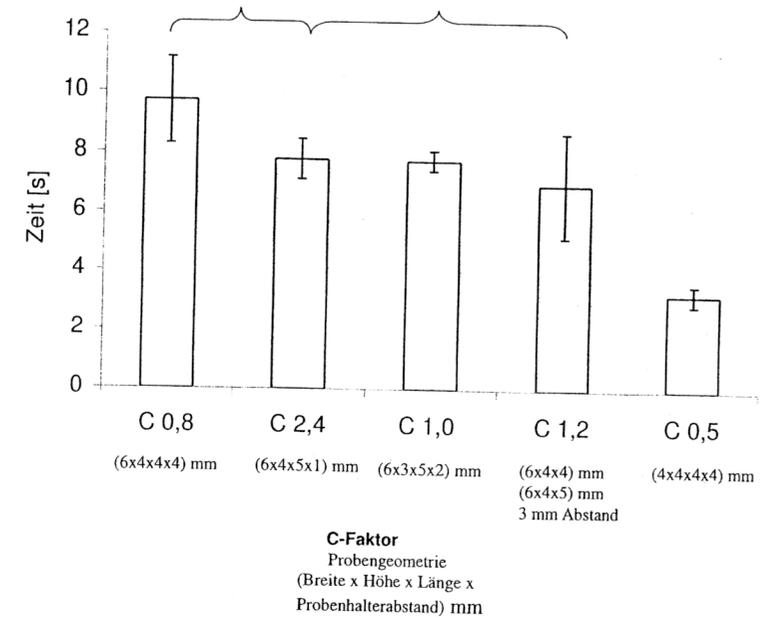


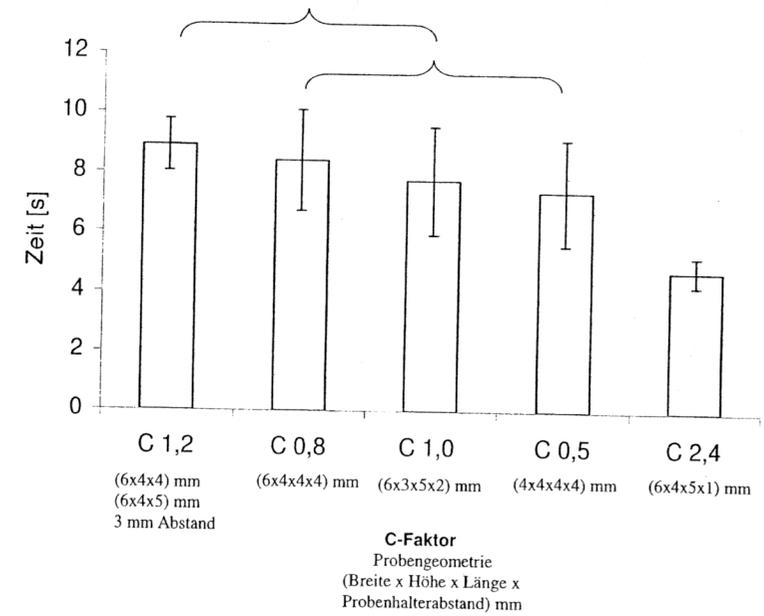
Abb. 44: Gelpunkt der verschiedenen C-Faktoren für Tetric Ceram/Messmethode mit Gegenregulation; (Die Klammern geben die Gruppen an, die sich nicht signifikant voneinander unterscheiden.)

Für die Dauer der Prägelphasen wurden absteigend folgende Werte gemessen:

- C 0,8 9,72 s
- C 2,4 7,77 s
- C 1,0 7,73s

- C 1,2 6,92 s
- C 0,5 3,22 s

### 5. 3. 1. 2. Messung ohne Gegenregulation



**Abb. 45:** Gelpunkt der verschiedenen C-Faktoren bei Tetric Ceram/Messung ohne Gegenregulation; (Die Klammern geben die Gruppen an, die sich nicht signifikant voneinander unterscheiden.)

Für die Dauer der Prägelphasen wurden absteigend folgende Werte gemessen:

- C 1,2 8,92 s
- C 0,8 8,41 s
- C 1,0 7,74 s
- C 0,5 7,36s
- C 2,4 4,74s

### 5.3.2. Tetric Flow

#### 5.3.2.1. Messung mit Gegenregulation

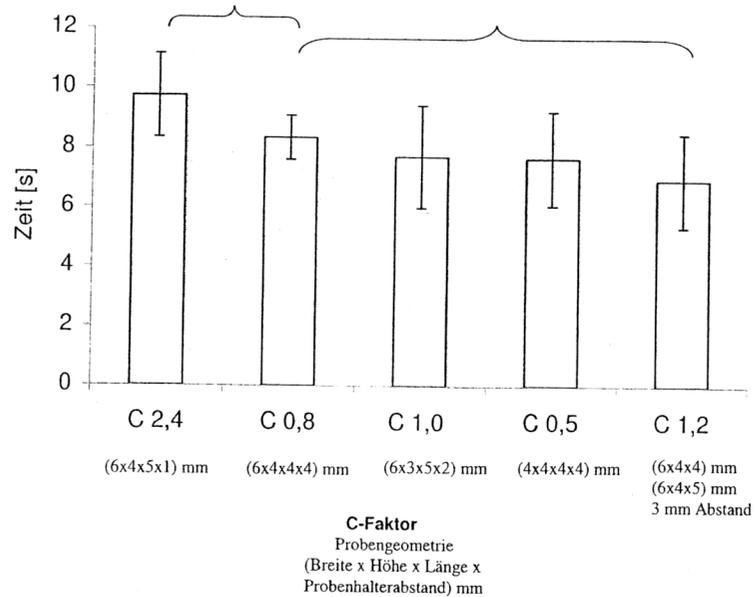


Abb. 46: Gelpunkt der verschiedenen C-Faktoren für das Material Tetric Flow/Messmethode mit Gegenregulation; (Die Klammern geben die Gruppen an, die sich nicht signifikant voneinander unterscheiden.)

Für die Dauer der Prägelphasen wurden absteigend folgende Werte gemessen:

- C 2,4 9,74s
- C 0,8 8,35 s
- C 1,0 7,72s
- C 0,5 7,65 s
- C 1,2 6,39 s

#### 5.3.2.2. Messung ohne Gegenregulation

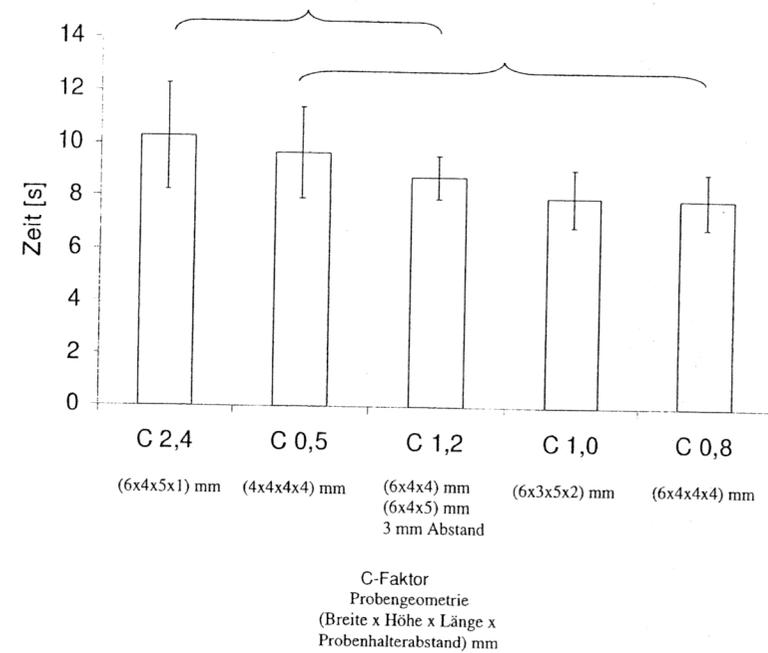
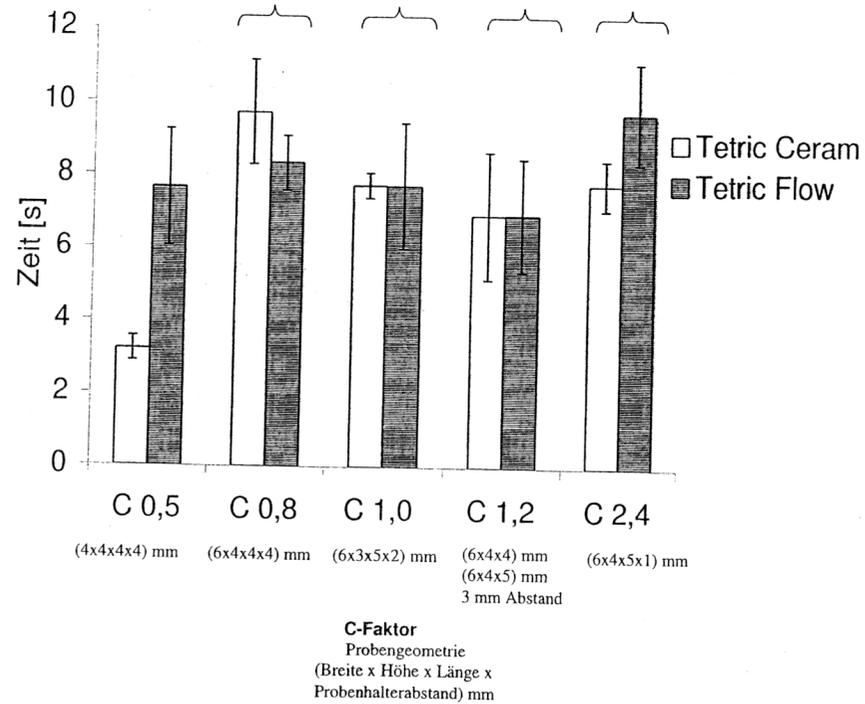


Abb. 47: Gelpunkt der verschiedenen C-Faktoren für Tetric Flow/Messung ohne Gegenregulation; (Die Klammern geben die Gruppen an, die sich nicht signifikant voneinander unterscheiden.)

Für die Dauer der Prägelphasen wurden absteigend folgende Werte gemessen:

- C 2,4 10,26 s
- C 0,5 9,66s
- C 1,2 8,75s
- C 1,0 7,98 s
- C 0,8 7,91s

### 5.3.3. Vergleich der Materialien Tetric Flow und Tetric Ceram hinsichtlich ihres Gelpunktes der kompensierten Messmethode

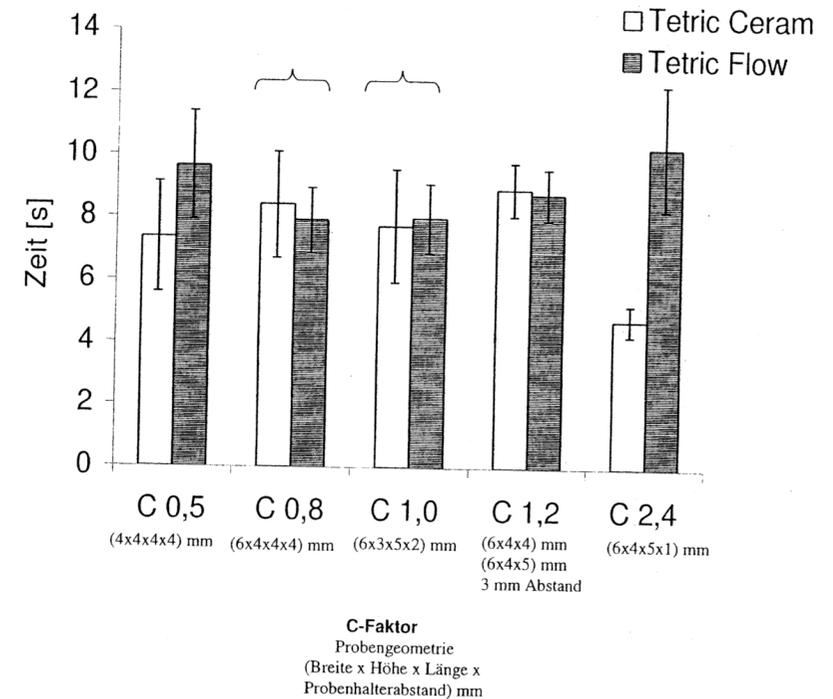


**Abb. 48:** Vergleich der Materialien Tetric Flow und Tetric Ceram bezüglich der Gelpunkte der verschiedenen C-Faktoren bei der kompensierten Messmethode; (Die Klammer kennzeichnen sich nicht signifikant voneinander unterscheidende Gruppen.)

Der Vergleich der Materialien Tetric Flow und Tetric Ceram hinsichtlich der Länge der Prägelphase der verschiedenen C-Faktoren bei der kompensierten Messmethode ergab allein für den Faktor C 0,5 einen signifikanten Unterschied.

Bei diesem Faktor setzt mit dem Testmaterial Tetric Flow der Gelpunkt deutlich später ein.

### 5.3.4. Vergleich der Materialien Tetric Flow und Tetric Ceram hinsichtlich ihrer Gelpunkte der unkompensierten Messmethode



**Abb. 49:** Vergleich der Materialien Tetric Flow und Tetric Ceram bezüglich der Gelpunkte der verschiedenen C-Faktoren bei der unkompensierten Messmethode; (Die Klammer kennzeichnen sich nicht signifikant voneinander unterscheidende Gruppen.)

Der Vergleich der Materialien Tetric Flow und Tetric Ceram hinsichtlich der Länge der Prägelphase der verschiedenen C-Faktoren bei der unkompensierten Messmethode ergab für die Faktoren C 0,5; C 1,2 sowie C 2,4 signifikante Unterschiede.

Bei den Probengeometrien C 0,5 und C 2,4 setzte mit dem Material Tetric Flow der Gelpunkt deutlich später ein. Der C-Faktor 1,2 zeigte mit dem Komposit Tetric Ceram einen längeren Prägelzustand.

### 5. 3. 5. Vergleich der Gelpunkte von kompensierter mit unkompensierten Messmethode für das Material Tetric Flow

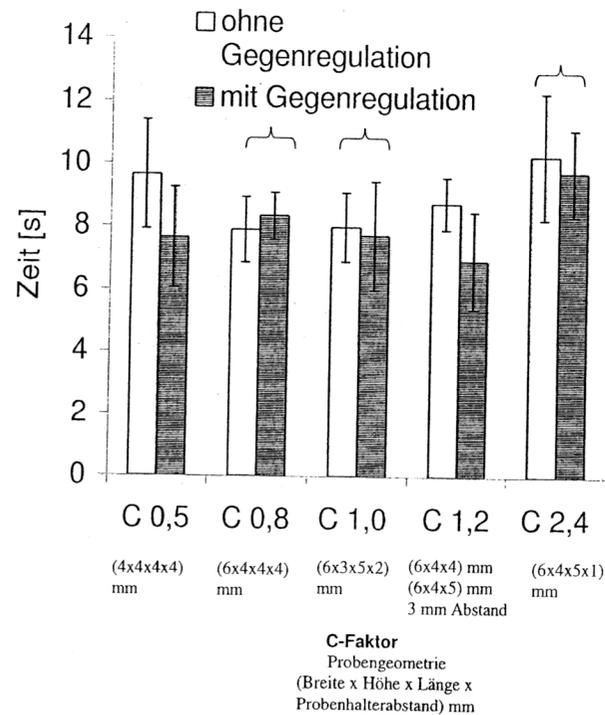


Abb. 50: Vergleich der Messmethoden bezüglich ihres Einflusses auf den Gelpunkt der verschiedenen C-Faktoren für das Material Tetric Flow; (Die Klammer kennzeichnen sich nicht signifikant voneinander unterscheidende Gruppen.)

Der Vergleich der Messmethoden bezüglich ihres Einflusses auf den Gelpunkt der verschiedenen C-Faktoren von Tetric Flow ergab signifikante Unterschiede für die Faktoren C 0,5 und C 1,2. Bei diesen Faktoren wurden mit der unkompensierten Messmethode jeweils längere Prägelphasen gemessen.

### 5. 3. 6. Vergleich der Gelpunkte von kompensierter und unkompensierter Messmethode für das Material Tetric Ceram

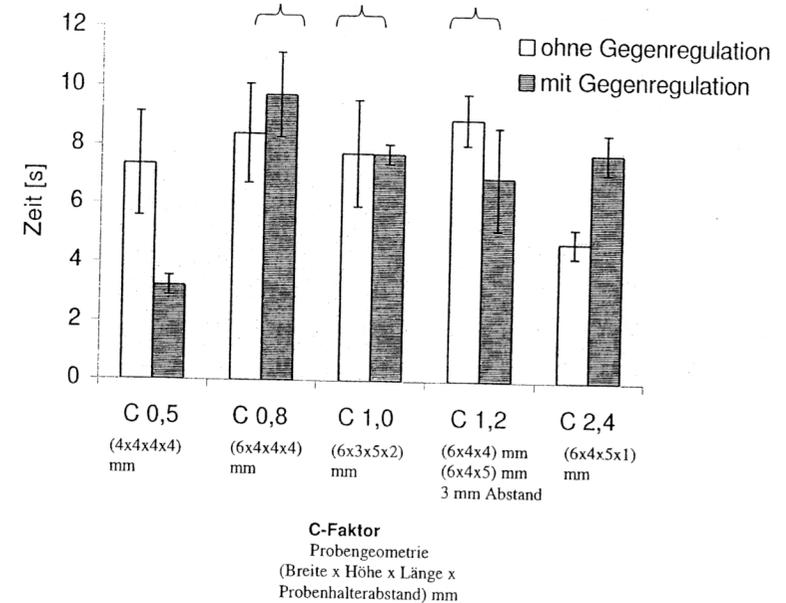


Abb. 51: Vergleich der Messmethoden bezüglich ihres Einflusses auf den Gelpunkt der verschiedenen C-Faktoren bei Tetric Ceram

Der Vergleich der Messmethoden bezüglich ihres Einflusses auf den Gelpunkt der verschiedenen C-Faktoren von Tetric Ceram ergab signifikante Unterschiede für die Faktoren C 0,5 und C 2,4. Bei dem C-Faktor 0,5 wurde mit der unkompensierten Messmethode eine deutlich längere Prägelphase gemessen. Der C-Faktor 2,4 zeigte mit der kompensierten Messmethode einen später einsetzenden Gelpunkt.

## 5. 4. Bestimmung der größten Steigung

### 5. 4. 1. Tetric Ceram

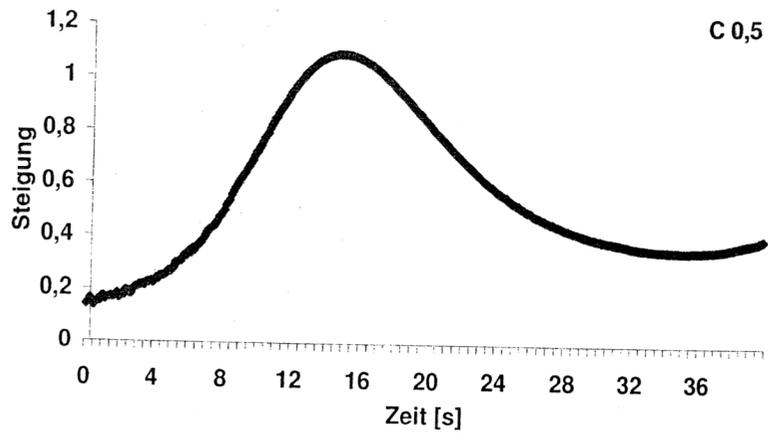


Abb. 52: Graphische Darstellung der 1. Ableitung der Stress-Strain-Funktion für den C-Faktor 0,5

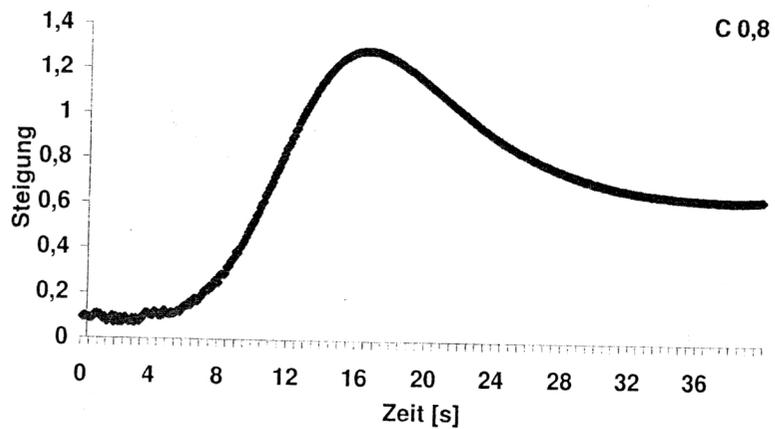


Abb. 53: Graphische Darstellung der 1. Ableitung der Stress-Strain-Funktion für den C-Faktor 0,8

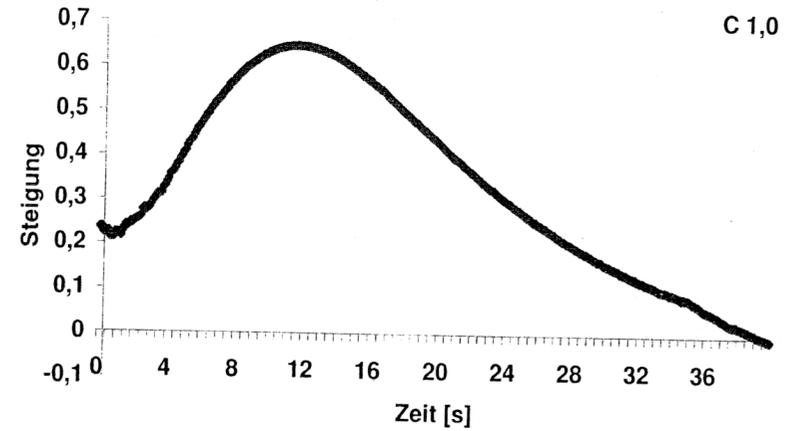


Abb. 54: Graphische Darstellung der 1. Ableitung der Stress-Strain-Funktion für den C-Faktor 1,0

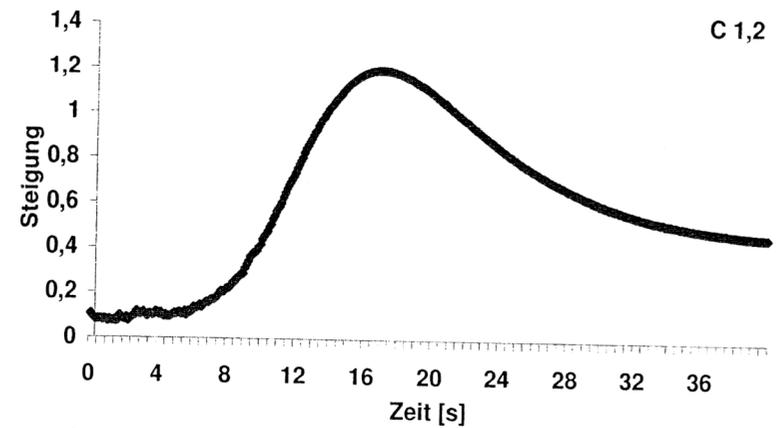


Abb. 55: Graphische Darstellung der 1. Ableitung der Stress-Strain-Funktion für den C-Faktor 1,2

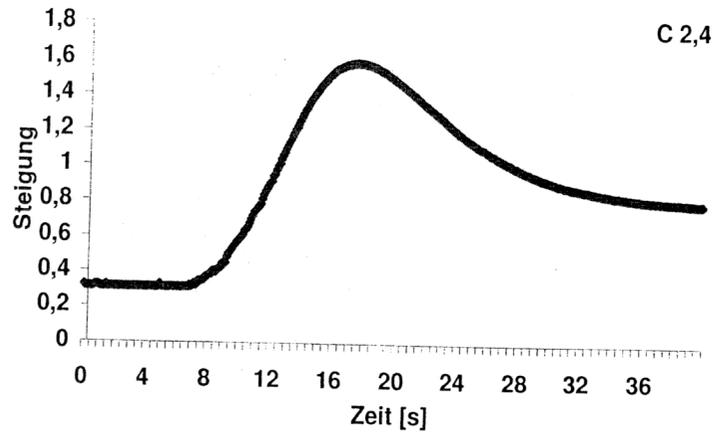


Abb. 56: Graphische Darstellung der 1. Ableitungen der Stress-Strain-Funktionen für den C-Faktor 2,4

Die Kurvenhöhepunkte stellen die Wendepunkte der sigmoidalverlaufenden Stress-Strain-Funktionen dar. Da es sich hierbei nicht um einen definierten Punkt handelte, wurde ein Wendebereich in Form eines Intervalls angegeben. Innerhalb diesen erfährt die Steigung und demzufolge die Schrumpfungskraft ihren Höhepunkt.

Bei dieser Untersuchung wurden für den Wendepunkt folgende Intervalle ermittelt:

C 0,5	14,9 s – 15,1 s
C 0,8	16,6 s – 16,7 s
C 1,0	11,5 s – 11,8 s
C 1,2	17,0 s – 17,1 s
C 2,4	17,6 s – 17,7 s

#### 5. 4. 2. Tetric Flow

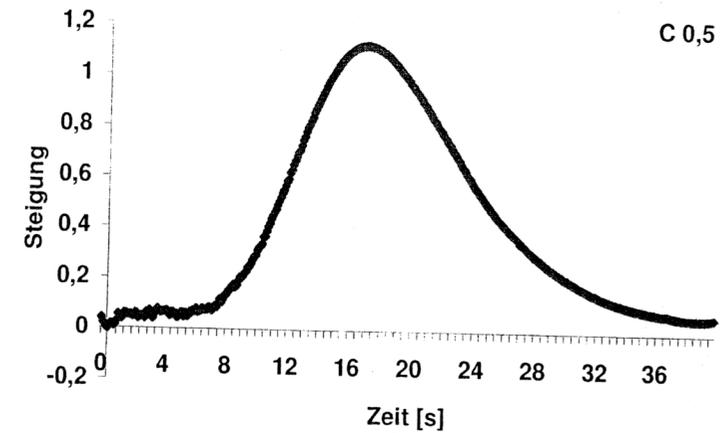


Abb. 57: Graphische Darstellung der 1. Ableitung der Stress-Strain-Funktion für den C-Faktor 0,5

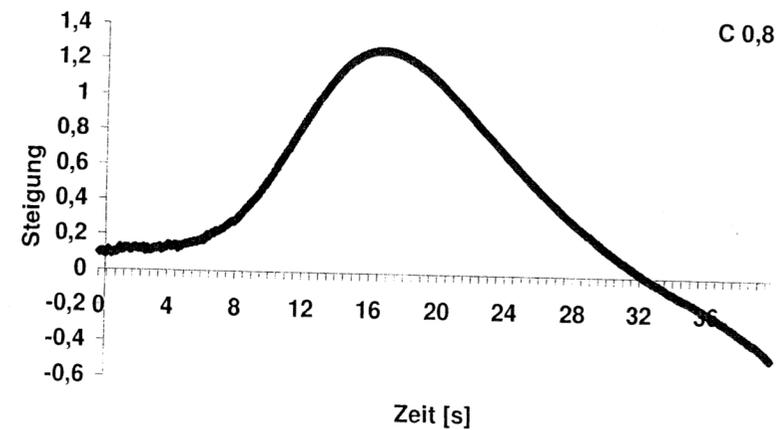


Abb. 58: Graphische Darstellung der 1. Ableitung der Stress-Strain-Funktion für den C-Faktor 0,8

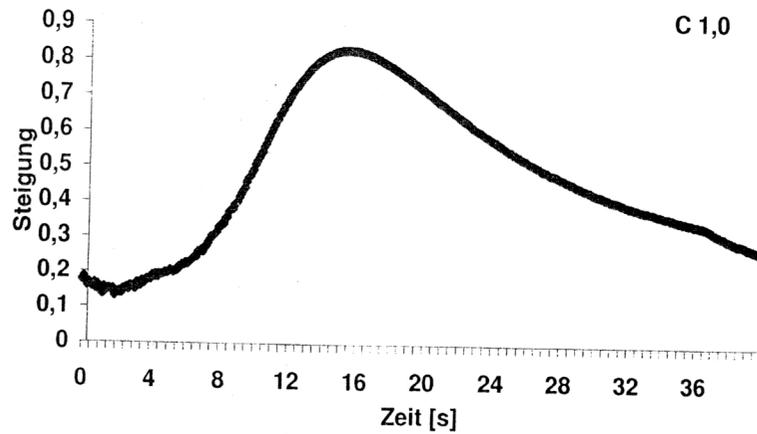


Abb. 59: Graphische Darstellung der 1. Ableitung der Stress-Strain-Funktion für den C-Faktor 1,0

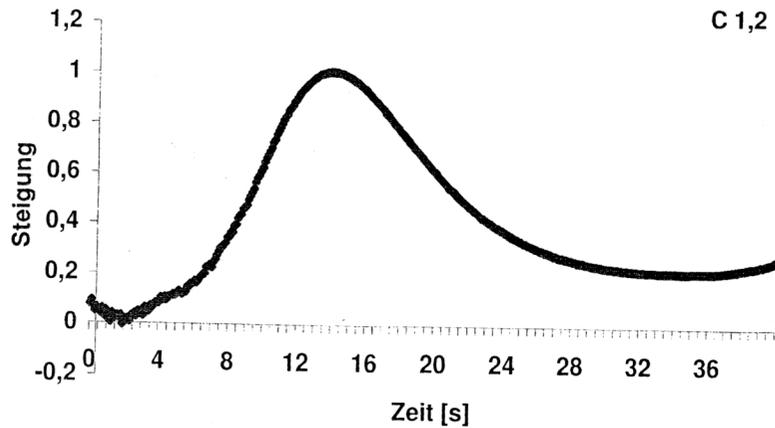


Abb. 60: Graphische Darstellung der 1. Ableitung der Stress-Strain-Funktion für den C-Faktor 1,2

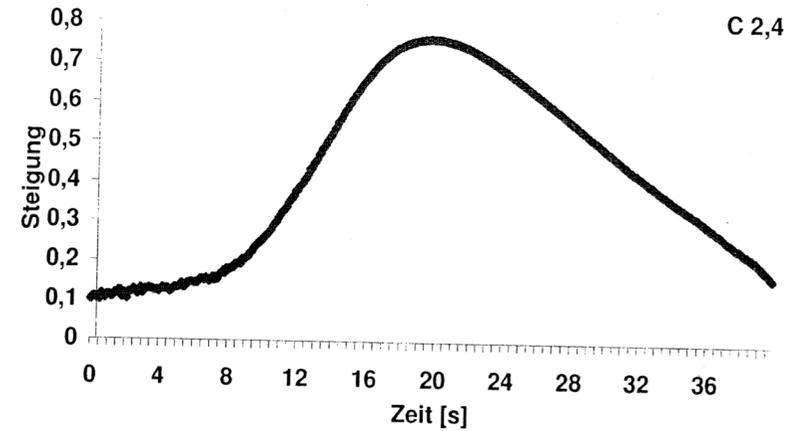


Abb. 61: Graphische Darstellung der 1. Ableitung der Stress-Strain-Funktion für den C-Faktor 2,4

Die Kurvenhöhepunkte stellen die Wendepunkte der sigmoidalverlaufenden Stress-Strain-Funktionen dar. Da es sich hierbei nicht um einen definierten Punkt handelte, wurde ein Wendebereich in Form eines Intervalls angegeben. Innerhalb diesen erfährt die Steigung und damit die Schrumpfkraft ihren Höhepunkt.

Bei dieser Untersuchung wurden für den Wendepunkt folgende Intervalle ermittelt:

C 0,5	17,0 s – 17,2 s
C 0,8	16,5 s – 16,8 s
C 1,0	15,5 s – 15,7 s
C 1,2	13,4 s – 14,6 s
C 2,4	19,7 s – 19,8 s

## 5. 5. Bestimmung der absoluten und der relativen Schrumpfraten

### 5. 5. 1. Messung mit Gegenregulation

#### 5. 5. 1. 1. Tetric Ceram

Tabelle 7: relative -und absolute Schrumpfraten der verschiedenen C-Faktoren von Tetric Ceram

	C 0,5	C 0,8	C 1,0 (3x6x2) mm	C 1,0 (4x4x2) mm	C 1,2	C 2,4
relative Schrumpfrate in [%/s]	1,659	1,570	1,698	1,756	1,704	1,453
absolute Schrumpfrate in [N/s]	0,929	1,202	0,992	0,834	1,157	1,336

In **Tabelle 7** sind die absolute -und die relative Schrumpfraten für das Kompositmaterial Tetric Ceram dargestellt, welche mit der Messmethode mit Kompensation der Maschinencompliance ermittelt wurden.

Die Ergebnissen der **relativen Schrumpfraten** wiesen keine signifikanten Unterschiede zwischen den verschiedenen C-Faktoren auf.

Bei der Ermittlung der **absoluten Schrumpfraten** unterschieden sich die Faktoren C 0,8; C1,2 und C 1,0 ( 3 mm x 6 mm x 2 mm) statistisch nicht von den anderen Probengeometrien. Der C-Faktor 2,4 präsentierte signifikante Abweichungen zu den Faktoren C 0,5 und C1,0 (4 mm x 4 mm x 2 mm).

### 5. 5. 1. 2. Tetric Flow

Tabelle 8: relative -und absolute Schrumpfraten der verschiedenen C-Faktoren von Tetric Flow

	C 0,5	C 0,8	C 1,0 (3x6x2) mm	C 1,0 (4x4x2) mm	C 1,2	C 2,4
relative Schrumpfrate in [%/s]	1,499	1,522	1,582	1,625	1,722	1,400
absolute Schrumpfrate in [N/s]	0,930	1,316	0,789	0,586	1,120	1,805

In **Tabelle 8** sind die absoluten und die relativen Schrumpfraten für das Kompositmaterial Tetric Flow dargestellt, welche mit der Messmethode mit Kompensation der Maschinencompliance ermittelt wurden.

Die Ergebnisse der **relativen Schrumpfraten** wiesen keine signifikanten Unterschiede zwischen den verschiedenen C-Faktoren auf.

Bei der Ermittlung der **absoluten Schrumpfraten** zeigte der C-Faktor 0,5 statistische Unterschiede zu den Faktoren C 0,8; 1,0 (4 mm x 4 mm x 2 mm) und C 2,4. Des weiteren konnte festgestellt werden, dass zum einen die Konfigurationsfaktoren C 0,8 und C 1,2 sowie zum anderen die Faktoren 1,0 beider Geometrien sich im statistischen Sinne nicht von einander unterschieden. Der C-Faktor 2,4 präsentierte signifikante Abweichungen zu allen Probengeometrien.

#### 4. 5. 2. Messung ohne Gegenregulation

##### 4. 5. 2. 1. Tetric Ceram

Tabelle 9: relative -und absolute Schrumpfungsraten der verschiedenen C-Faktoren von Tetric Ceram

	C 0,5	C 0,8	C 1,0 (3x6x2) mm	C 1,0 (4x4x2) mm	C 1,2	C 2,4
relative Schrumpfungsraten in [%/s]	1,402	1,462	1,461	1,481	1,514	1,446
absolute Schrumpfungsraten In [N/s]	0,469	0,550	0,469	0,367	0,518	0,535

In **Tabelle 9** sind die absoluten und die relativen Schrumpfungsraten für das Kompositmaterial Tetric Ceram dargestellt, welche mit der Messmethode ohne Kompensation der Maschinencompliance ermittelt wurden.

Die Ergebnisse der **relativen Schrumpfungsraten** wiesen keine signifikanten Unterschiede zwischen den verschiedenen C-Faktoren auf.

Bei der Ermittlung der **absoluten Schrumpfungsraten** unterschieden sich zum einen die Faktoren C 0,8; C 2,4 und C 1,2 sowie zum anderen die Faktoren C 1,2; C 1,0 (3 mm x 6 mm x 2 mm) und C 0,5 statistisch nicht von den anderen Probengeometrien. Der C-Faktor C 1,0 (4 mm x 4 mm x 2 mm) präsentierte signifikante Abweichungen zu allen Faktoren.

##### 4. 5. 2. 2. Tetric Flow

Tabelle 10: relative -und absolute Schrumpfungsraten der verschiedenen C-Faktoren von Tetric Flow

	C 0,5	C 0,8	C 1,0 (3x6x2) mm	C 1,0 (4x4x2) mm	C 1,2	C 2,4
relative Schrumpfungsraten in [%/s]	1,396	1,400	1,476	1,478	1,503	1,646
absolute Schrumpfungsraten in [N/s]	0,496	0,613	0,417	0,393	0,497	0,433

In **Tabelle 10** sind die absoluten und die relativen Schrumpfungsraten für das Kompositmaterial Tetric Flow dargestellt, welche mit der Messmethode ohne Kompensation der Maschinencompliance ermittelt wurden.

Die Ergebnisse der **relativen Schrumpfungsraten** für die C-Faktoren C 1,0 (4 mm x 4 mm x 2 mm) und C 1,2 wiesen keine signifikanten Unterschiede zu den anderen C-Faktoren auf. Die Faktoren C 0,5; C 0,8 sowie C 1,0 (3 mm x 6 mm x 2 mm) zeigten lediglich zum Faktor C 2,4 statistische Abweichungen. Bei der Ermittlung der **absoluten Schrumpfungsraten** unterschied sich der Faktor C 0,8 statistisch von allen Probengeometrien. Die C-Faktoren C 1,0; C 1,2; C 0,5 und C 2,4 präsentierten untereinander keine signifikanten Abweichungen, mit Ausnahme des Faktors C 1,2, der sich statistisch vom Faktor C 1,0 (4 mm x 4 mm x 2mm) unterschied.

## 5. 6. Variation der Probengeometrie des C-Faktors 1,0

### 5. 6. 1. Messung mit Gegenregulation

#### 5. 6. 1. 1. Tetric Ceram

Tabelle 11: Übersicht über die Untersuchungsergebnisse der C-Faktoren 1,0  
(\* kennzeichnet signifikante Unterschiede)

Geometrie	Höhe 3 mm Breite 6 mm Abstand 2 mm	Höhe 4 mm Breite 4 mm Abstand 2 mm
Volumen [mm <sup>3</sup> ]	36	32
Querschnitt der Adhäsivfläche [mm <sup>2</sup> ]	18	16
* Schrumpfkraft [N]	77,83	58,62
* Kontraktionsspannung [MPa]	4,32	3,66
absolute Schrumpfrate [N/s]	0,992	0,834
relative Schrumpfrate [%/s]	1,698	1,756
Gelpunkt [s] *	7,73	9,41
Statisches E-Modul [Mpa]	10659,90	11754,65
Vickershärte [HV] *	41,65	49,48

### 5. 6. 1. 2. Tetric Flow

Tabelle 12: Übersicht über die Untersuchungsergebnisse der C-Faktoren 1,0  
(\* kennzeichnet signifikante Unterschiede)

Geometrie	Höhe 3 mm Breite 6 mm Abstand 2 mm	Höhe 4 mm Breite 4 mm Abstand 2 mm
Volumen [mm <sup>3</sup> ]	36	32
Querschnitt der Adhäsivfläche [mm <sup>2</sup> ]	18	16
* Schrumpfkraft [N]	54,40	38,08
* Kontraktionsspannung [MPa]	2,60	2,11
absolute Schrumpfrate [N/s]	0,789	0,586
relative Schrumpfrate [%/s]	1,582	1,625
Gelpunkt [s]	8,96	9,38
Statisches E-Modul [Mpa]	7638,11	10229,0
Vickershärte [HV]	29,50	41,54

## 5. 6. 2. Messung ohne Gegenregulation

### 5. 6. 2. 1. Tetric Ceram

Tabelle 13: Übersicht über die Untersuchungsergebnisse der C-Faktoren 1,0  
(\* kennzeichnet signifikante Unterschiede)

Geometrie	Höhe 3 mm Breite 6 mm Abstand 2 mm	Höhe 4 mm Breite 4 mm Abstand 2 mm
Volumen [mm <sup>3</sup> ]	36	32
Querschnitt der Adhäsivfläche [mm <sup>2</sup> ]	18	16
Schrumpfungskraft [N] *	27,13	21,70
Kontraktionsspannung [MPa]	1,52	1,36
absolute Schrumpfungsrage [N/s]	0,463	0,367
relative Schrumpfungsrage [%/s]	1,461	1,487
Gelpunkt [s] *	8,21	3,57
Statisches E-Modul [Mpa]	12292,25	9123,0
Vickershärte [HV]	53,57	36,3

### 5. 6. 2. 2. Tetric Flow

Tabelle 14: Übersicht über die Untersuchungsergebnisse der C-Faktoren 1,0  
(\* kennzeichnet signifikante Unterschiede)

Geometrie	Höhe 3 mm Breite 6 mm Abstand 2 mm	Höhe 4 mm Breite 4 mm Abstand 2 mm
Volumen [mm <sup>3</sup> ]	36	32
Querschnitt der Adhäsivfläche [mm <sup>2</sup> ]	18	16
Schrumpfungskraft [N] *	24,54	20,4
Kontraktionsspannung [MPa]	1,36	1,27
absolute Schrumpfungsrage [N/s]	0,417	0,393
relative Schrumpfungsrage [%/s]	1,476	1,478
Gelpunkt [s]	8,47	9,57
Statisches E-Modul [Mpa]	8674,91	7165,78
Vickershärte [HV] *	46,5	30,74

## 5. 7. Mechanische Eigenschaften

### 5. 7. 1. Auswertung des statischen E-Moduls

#### 5. 7. 1. 1. Messung mit Kompensation

##### 5. 7. 1. 1. 1. Tetric Ceram

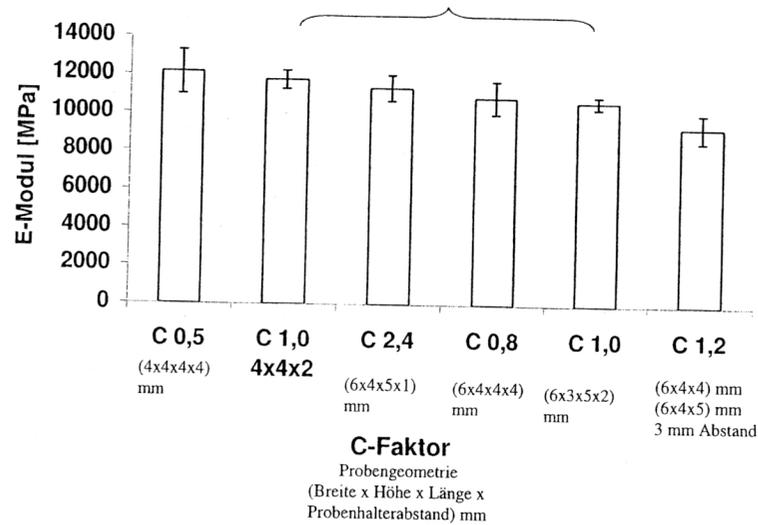


Abb. 62: Darstellung der E-Module der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Ceram für die kompensierten Messmethode; (Die Klammer kennzeichnet sich nicht signifikant voneinander unterscheidende Gruppen.)

Das Diagramm zeigt die statischen Elastizitätsmodule der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Ceram für die kompensierte Messmethode. Die E-Module für die C-Faktoren 0,5 (12157,06 MPa), 1,0 mit der Probengeometrie 4 mm x 4 mm x 2 mm (11754,06 MPa) sowie 2,4 (11358,45 MPa) erreichten die höchsten Werte.

Es folgten mit ähnlichen Werten C 0,8 (10883,03 MPa) und C 1,0 mit der Probengeometrie 3 mm x 6 mm x 2 mm (10659,90 MPa). Der niedrigste Wert wurde bei dem C-Faktor 1,2 (9345,44 MPa) ermittelt.

##### 5. 7. 1. 1. 2. Tetric Flow

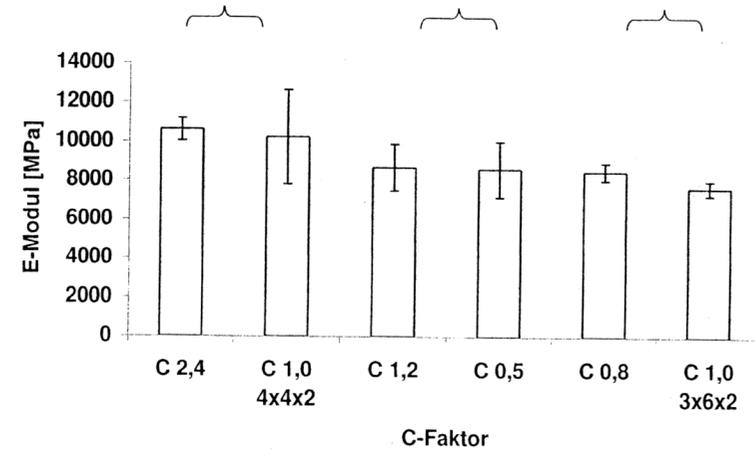


Abb. 63: Darstellung der E-Module der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Flow für die kompensierte Messmethode; (Die Klammern kennzeichnen sich nicht signifikant voneinander unterscheidende Gruppen.)

Das Diagramm zeigt die statischen Elastizitätsmodule der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Flow für die kompensierte Messmethode. Die E-Module für die C-Faktoren 2,4 (10610,37 MPa) und 1,0 mit der Probengeometrie 4 mm x 4 mm x 2 mm (10229,83 MPa) zeigten die höchsten Werte. Im mittleren Bereich lagen die Faktoren C 1,2 (8674,91 MPa), C 0,5 (8597,26 MPa) und C 0,8 (8471,72 MPa).

Den geringsten Wert erzielte der C-Faktor 1,0 mit der Probengeometrie 3 mm x 6 mm x 2 mm (7638,11 MPa).

### 5.7.1.2. Messung ohne Kompensation

#### 5.7.1.2.1. Tetric Ceram

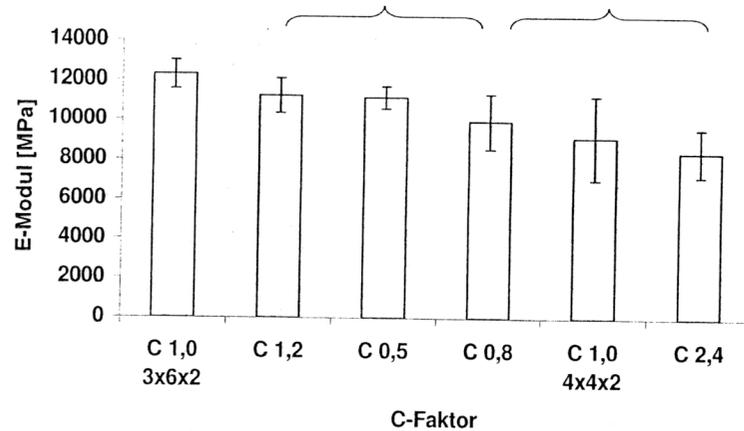


Abb.64: Darstellung der E-Module der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Ceram für die unkompensierte Messmethode; (Die Klammern kennzeichnen sich nicht signifikant voneinander unterscheidende Gruppen.)

Das Diagramm zeigt die statischen Elastizitätsmodule der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Ceram für die unkompensierte Messmethode. Der C-Faktor 1,0 mit der Probengeometrie 3 mm x 6 mm x 2mm (12292,25 MPa) erreichte den höchsten E-Modul und unterschied sich signifikant von den anderen Probengeometrien.

Es folgten mit jeweils ähnlichen Werten die Faktoren C 1,2 (11247,06 MPa) und C 0,5 (11153,31 MPa) sowie C 0,8 (9952,34 MPa) und C 1,0 mit der Probengeometrie 4 mm x 4mm x 2 mm (9123,71 MPa). Den geringsten Wert erzielte der C-Faktor 2,4 (8394,37 MPa).

#### 5.7.1.2.2. Tetric Flow

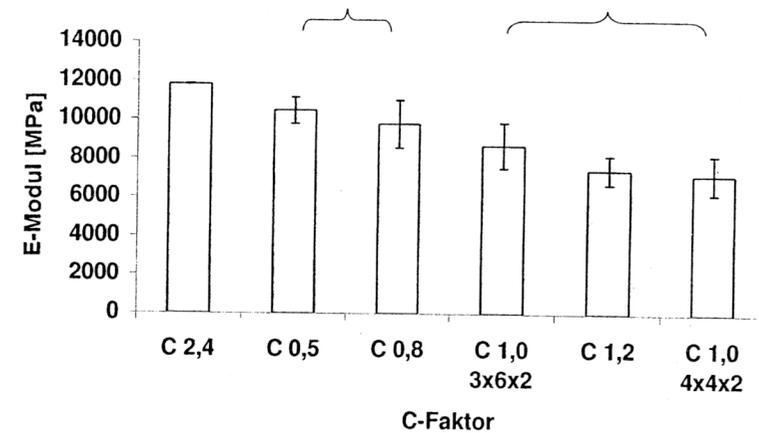


Abb. 65: Darstellung der E-Module der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Flow für die unkompensierte Messmethode; (Die Klammern kennzeichnen sich nicht signifikant voneinander unterscheidende Gruppen.)

Das Diagramm zeigt die statischen Elastizitätsmodule der verschiedenen C-Faktoren des Materials Tetric Flow für die unkompensierte Messmethode. Die E-Module für die C-Faktoren 2,4 (11810,56 MPa) sowie 0,5 (10443,55 MPa) zeigten die höchsten Werte.

Die Faktoren C 0,8 (9766,16 MPa), C 1,0 mit der Probengeometrie 3 mm x 6 mm x 2mm (8674,91 MPa) und C 1,2 (7400,68 MPa) befanden sich im mittleren Bereich. Den geringsten Wert erzielte der C-Faktor 1,0 mit der Probengeometrie 4 mm x 4 mm x 2 mm (7165,78 MPa).

## 5. 8. Ergebnisse der Langzeitmessungen

### 5. 8. 1. Messung der Schrumpfungskraft [N]

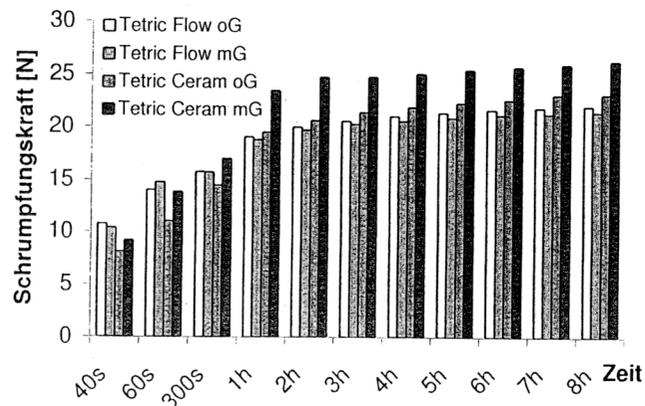


Abb. 66: Graphische Darstellung der Entwicklung der Schrumpfungskraft der Materialien Tetric Flow und Tetric Ceram mit und ohne Kompensation der Maschinencompliance (mG, oG) über einen Beobachtungszeitraum von 8 Stunden

### 5. 8. 2. Messung der prozentualen Schrumpfung

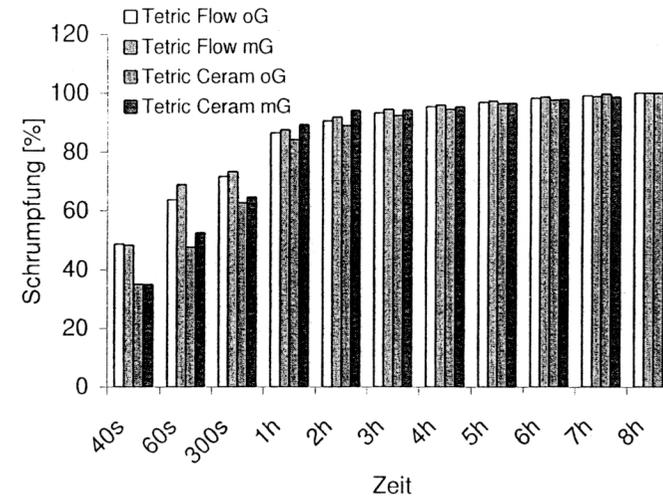


Abb. 67: Graphische Darstellung der prozentualen Schrumpfung der Materialien Tetric Flow und Tetric Ceram mit und ohne Kompensation der Maschinencompliance (mG, oG) über einen Beobachtungszeitraum von 8 Stunden

Das Diagramm in **Abbildung 66** zeigt die Entwicklung der Schrumpfungskraft für Tetric Flow und Tetric Ceram mit und ohne Kompensation der Maschinencompliance (mG/oG) über einen Beobachtungszeitraum von 8 Stunden. In **Abbildung 67** wird der prozentuale Polymerisationsschrumpungsverlauf dargestellt.

Im Rahmen dieser Langzeitmessungen konnte festgestellt werden, dass während der 40 s Belichtungszeit bei Tetric Flow 48,79 % (oG) bzw. 48,34 % (mG) und bei Tetric Ceram 35,03 % (oG) bzw. 34,85 % (mG) der Gesamtschrumpfung vollzogen wurde. Nach einer Stunde Polymerisationszeit betrug der durchschnittliche Schrumpungsanteil schon 85 % und nach weiteren 60 Minuten 90%.

Tetric Flow zeigte in den ersten 300 s durchschnittlich höhere Schrumpfungswerte 14,02 N (oG) bzw. 14,76 N (mG) als Tetric Ceram 11,04 N (oG) bzw. 13,86 N (mG).

**5. 8. 3. Berechnung der Zunahme der Schrumpfungskraft [N] pro Zeiteinheit**

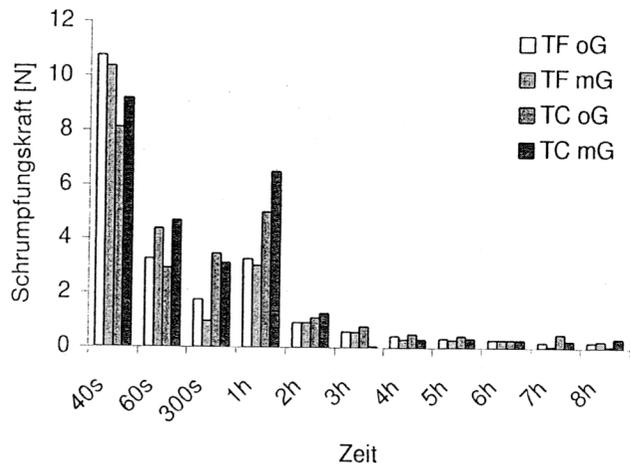


Abb. 68: Graphische Darstellung der Zunahme der Schrumpfungskraft [N] pro Zeit

Tabelle 15: Übersicht über die Zunahme der Schrumpfungskraft pro Zeit [N/s]

	40s	60s	300s	1h	2h	3h	4h	5h	6h	7h	8h
TF oG	10,75	3,27	1,76	3,27	0,93	0,59	0,44	0,34	0,29	0,20	0,19
TF mG	10,37	4,39	0,98	3,03	0,93	0,58	0,30	0,29	0,29	0,05	0,24
TC oG	8,11	2,93	3,46	5,0	1,11	0,78	0,49	0,44	0,29	0,49	0,05
TC mG	9,17	4,69	3,12	6,5	1,26	0,05	0,30	0,34	0,29	0,25	0,34

**5. 9. Dynamische Messungen**

**5. 9. 1. Untersuchung der Frequenzabhängigkeit**

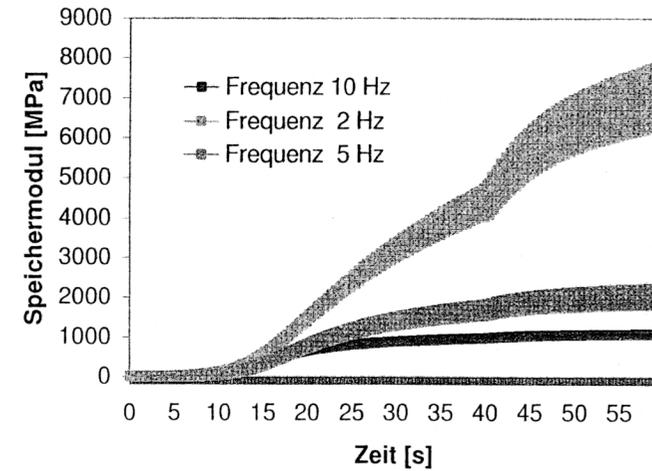
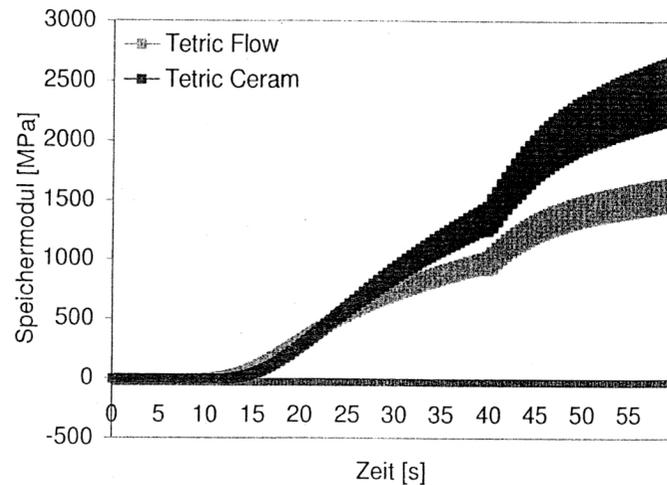


Abb. 69: Zeitlicher Verläufe der Speicher- bzw. Elastizitätsmodule von Tetric Ceram für die Anregungsfrequenzen 2 Hz, 5 Hz und 10 Hz

Um die Frequenzabhängigkeit des dynamischen E-Moduls bzw. des Speichermoduls zu untersuchen, wurde die Anregungsfrequenz mit 2 Hz, 5 Hz und 10 Hz variiert. Die dabei ermittelten E-Module lagen bei 6907,46 MPa für 2 Hz, 2161,56 MPa für 5 Hz sowie 1088,30 MPa für 10 Hz.

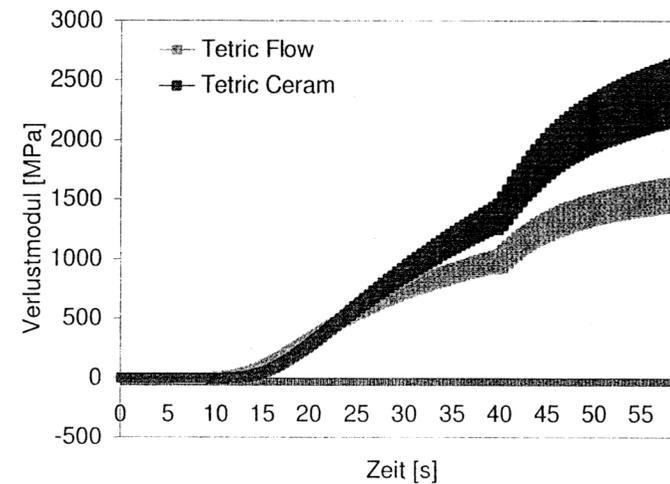
### 5. 9. 2. Bestimmung des Speichermoduls $E'$ von Tetric Ceram und Tetric Flow



**Abb. 70:** Graphische Darstellung der Entwicklung des Speichermoduls  $E'$  von Tetric Ceram und Tetric Flow während der Polymerisation bei einer Anregungsfrequenz von 2 Hz

Die Bestimmung des Speichermoduls für Tetric Ceram (6907,46 MPa) und Tetric Flow (4523,05 MPa) erfolgte mit einer Anregungsfrequenz von 2 Hz.

### 5. 9. 3. Bestimmung des Verlustmoduls $E''$ von Tetric Ceram und Tetric Flow



**Abb. 71:** Graphische Darstellung der Entwicklung des Verlustmoduls  $E''$  für Tetric Ceram und Tetric Flow

Tetric Ceram zeigte ein Verlustmodul von 2376,03 MPa. Der  $E''$ -Wert von Tetric Flow lag bei 1571,19 MPa.

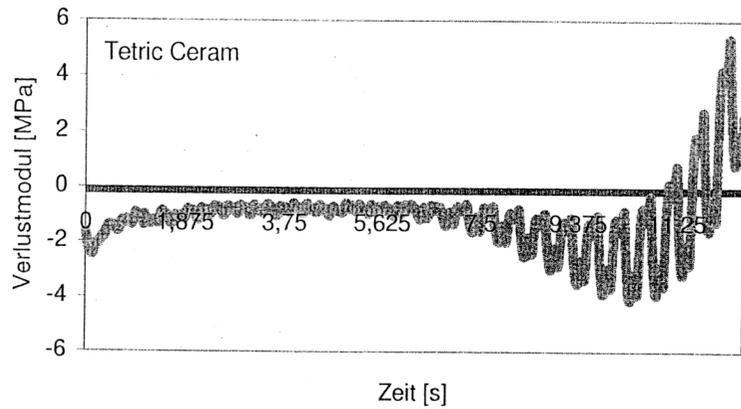


Abb. 72: Graphische Darstellung der Entwicklung des Verlustmoduls  $E''$  während der ersten Sekunden der Polymerisationsreaktion für Tetric Ceram

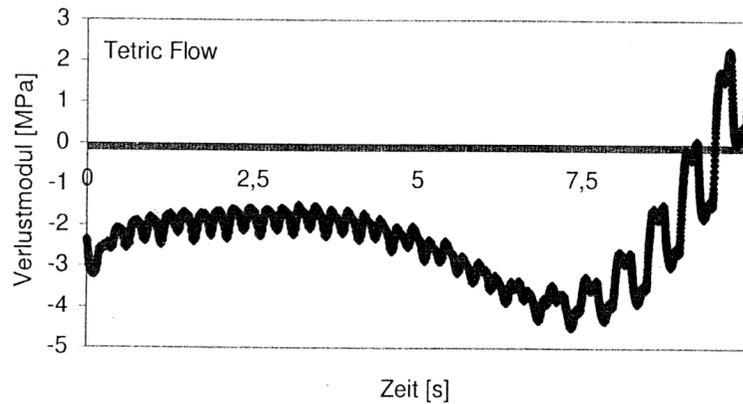


Abb. 73: Graphische Darstellung der Entwicklung des Verlustmoduls  $E''$  während der ersten Sekunden der Polymerisationsreaktion für Tetric Flow

## 5. 9. 4. Der Verlustfaktor Tan Delta

### 5. 9. 4. 1. Tetric Ceram

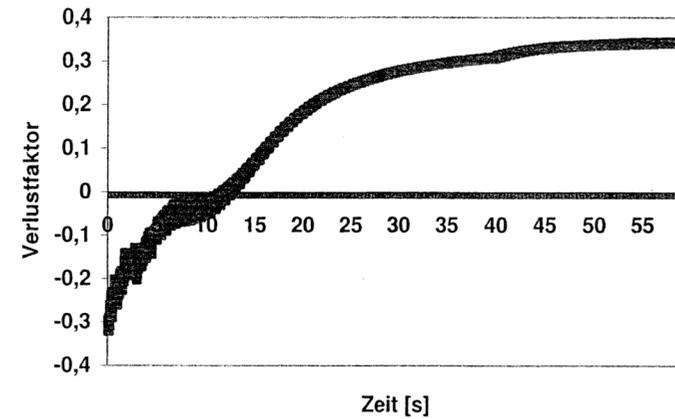


Abb. 74: Graphische Darstellung der Entwicklung des Verlustfaktors Tan Delta für Tetric Ceram

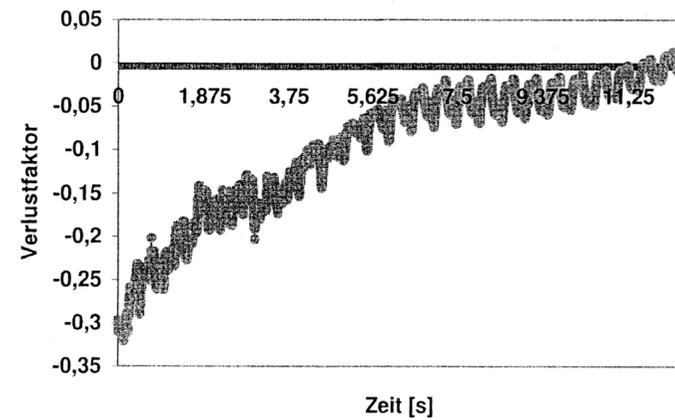


Abb. 75: Graphische Darstellung der Entwicklung des Verlustfaktors Tan Delta während der ersten Sekunden der Polymerisationsreaktion von Tetric Ceram

### 5. 9. 4. 2. Tetric Flow

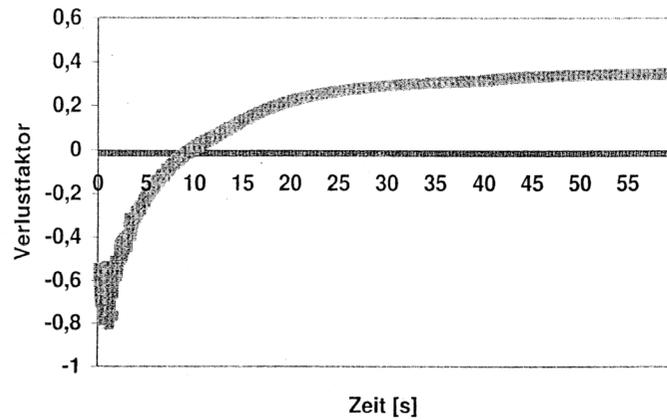


Abb. 76: Graphische Darstellung der Entwicklung des Verlustfaktors Tan Delta von Tetric Flow

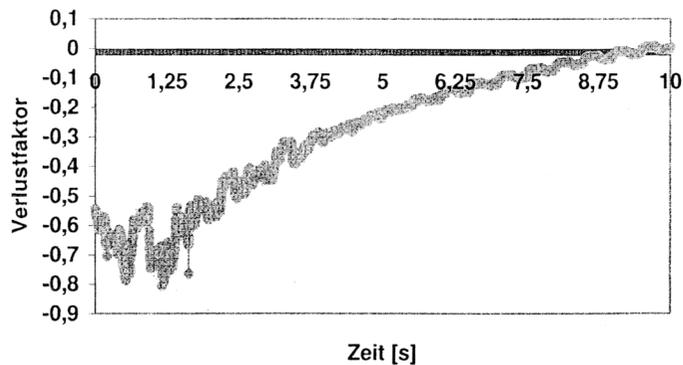


Abb. 77: Graphische Darstellung der Entwicklung des Verlustfaktors Tan Delta während der ersten Sekunden der Polymerisationsreaktion von Tetric Flow

### 5. 9. 5. Vergleich des Speichermoduls E' in Abhängigkeit von der Frequenz und dem Füllergehalt der Testkomposite

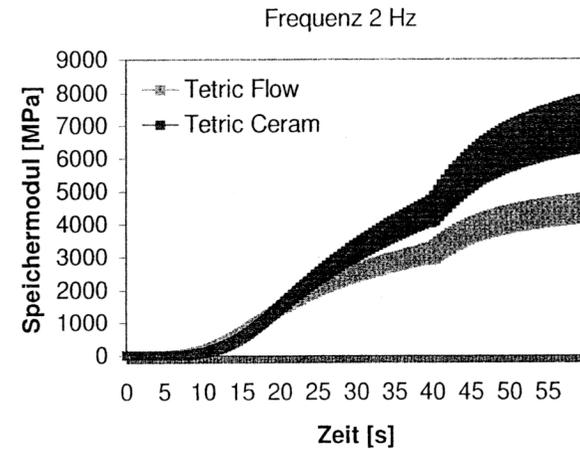


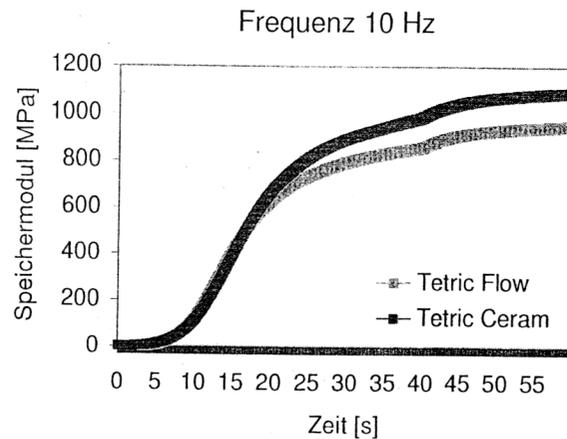
Abb. 78: Graphische Darstellung der Entwicklung des Speichermoduls in Abhängigkeit von der Frequenz und dem Füllergehalt des Testkomposites

Bei einer Anregungsfrequenz von 2 Hz wurden für die Speichermodule folgende Werte ermittelt:

Tetric Ceram: 6907,46 MPa

Tetric Flow: 4523,05 MPa

Die Differenz zwischen diesen Werten beträgt 2384,41 MPa.



**Abb.79:** Graphische Darstellung der Entwicklung des Speichermoduls in Abhängigkeit von der Frequenz und dem Füllergehalt des Testkomposites

Bei einer Anregungsfrequenz von 10 Hz wurden für die Speichermodule folgende Werte ermittelt:

Tetric Ceram: 1088,30 MPa

Tetric Flow: 953,10 MPa

Die Differenz zwischen diesen Werten beträgt 135,20 MPa.

## 6. Diskussion

Während der Polymerisationsreaktion von Kompositwerkstoffen kommt es zu einer Volumenreduktion, die sich als Kontraktionsspannung an der Kontaktfläche zwischen Zahnhartsubstanz und Restauration bemerkbar macht. Dadurch kann es zur teilweisen oder vollständigen Aufhebung des Haftverbundes kommen. Sekundärkaries, pulpitische Beschwerden oder postoperative Sensibilitäten sind die Folge. Deshalb ist die Beurteilung der Polymerisationsspannung für die Beurteilung eines Füllungsmaterials von großer Bedeutung.

Diese ist abhängig vom Monomersystem, der Initiatormenge, dem Verhältnis Füllkörpermenge : Monomermenge, der Temperatur, dem Polymerisationsgrad, dem Elastizitätsmodul des Komposites, der Rheologie des Füllkörpersystems, der Polymerisationskinetik, dem C-Faktor sowie von der zeitlichen Modulation der Lichtintensität und der Stärke der Lichtintensität.

Aufgrund ihrer zahlreichen von der chemischen Zusammensetzung unabhängigen Variablen, wird die Kontraktionsspannung als Systemeigenschaft betrachtet (Dauvillier, 2001).

Bei der vorliegenden Arbeit handelt es sich um eine In-vitro-Untersuchung, wobei die Resultate auf die klinischen In-vivo-Verhältnisse, durch die Methodik bedingt, nicht direkt übertragbar sind. Es können aber dennoch wichtige Schlussfolgerungen in Bezug auf die Handhabung von Kompositmaterialien gezogen und so eine klinische Relevanz hergestellt werden.

## **6. 1. Material und Methode**

### **6. 1. 1. Die Probenhalter**

Die verwendeten Probenhalter wurden aus Aluminium hergestellt. Der durch den Stress-Strain-Analyser bestimmte Elastizitätsmodul für Aluminium liegt bei 74 GPa, in der Literatur findet man Werte zwischen 60 – 80 GPa (Dullin, 1998). Der Verbund Komposit/Probenhalter beruht auf einer durch Silanisierung hergestellten chemischen Bindung zwischen der auf die Aluminiumfläche aufgestrahlten Silikatschicht und dem Kompositmaterial. Um eine vergleichbare Silikatschicht auf den verschieden großen Flächen der Probenhalter zu erhalten, wurde versucht die Bestrahlungszeit entsprechend anzupassen.

Die Elastizitätsmodule für Schmelz und Dentin liegen bei 50 - 85 kN/mm<sup>2</sup> und 15 - 20 kN/mm<sup>2</sup> (Zimmermann, 1985).

Der Verbund Komposit/Schmelz bzw. Komposit/Dentin ist rein mikroretentiver und mikromechanischer Natur. Chemische Bindungen zwischen den organischen und anorganischen Bestandteilen des Dentins und dem Kompositmaterial sind weitgehend vernachlässigbar.

Unter Belastung verhält sich eine chemische Bindung anders als eine retentiv-mikromechanische Verankerung. Überschreiten die einwirkenden Kräfte die der chemischen Bindung, kommt es zum vollständigen Abriss der Probe vom Probenhalter. Dies war nur bei fehlerhafter Vorbehandlung der Fall.

Bei Belastung von mikroretentiven-mikromechanischen Verbunden, findet eine Entlastung durch Schwächung und teilweiser Aufgabe des Verbundsystems statt. Diese richtet sich nach der Größe der auftretenden Schrumpfkraft. Zusätzlich wird durch die Deformation der Zahnhartsubstanz ein Teil der auftretenden Spannungen kompensiert.

Im Versuchsaufbau kommt es zu einer Deformation der Probenhalter und des Messrahmens von 768 nm/N (Dullin, 1998).

### **6. 1. 2. Herstellung der Proben**

Die von Peter Dullin entwickelten Formaufsätze waren nur für die Standardprobenhalter geeignet. Bei allen anderen Formteilen wäre eine entsprechende Aushärtung der Proben nicht möglich gewesen.

Aus diesem Grund musste eine Umarbeitung der Formaufsätze erfolgen. Mit Hilfe von zwei entfernbaren Begrenzungssteilen konnten die Proben gestopft werden. Die Aushärtung erfolgte dann von zwei Seiten gleichzeitig. Besonders schwierig gestaltete sich die Herstellung der Proben für den C-Faktor 2,4.

Bei einem Millimeter Probenhalterabstand bestand zum einen das Problem, dass die Stopfinstrumente einen zu großen Durchmesser besaßen und entsprechend angepasst werden mussten, zum anderen durften während des Stopfvorganges die vorbehandelten Aluminiumflächen der Probenhalter nicht durch Kratzer beschädigt werden.

Für die Fließfähigkeit des Kompositmaterials spielt die Intensität und die Art und Weise der Probenstopfung eine wichtige Rolle. Die Proben für den C-Faktor 2,4 konnten nicht so intensiv gestopft werden, wie für die restlichen Faktoren.

Eine weitere Fehlerquelle lag in der Adaptation der Probenkörper: Wenn die Feststellschraube nicht entsprechend festgezogen wurde, kam es zu Schwankungen im Bereich der Messwerte.

### 6. 1. 3. Umgebungsbedingungen

Es wurde versucht die Umgebungsbedingungen so konstant wie möglich zu gestalten. Der Lichtsensor wurde an die unterschiedlichen tageszeitlich und wetterbedingten Helligkeitsschwankungen des Lichtes angepasst.

Die Umgebungstemperatur schwankte während der Messperiode zwischen 20,56°C und 27,0°C. Innerhalb dieser Temperaturspanne konnten jedoch keine deutlichen Auswirkungen auf die Messdaten beobachtet werden.

### 6. 1. 4. Die Compliance der Maschine

1997 machte Feilzer erstmals in einem Artikel auf die Bedeutung der Compliance des Messsystems aufmerksam. Darin merkte er an, dass Untersuchungen über Kontraktionskräfte nur in starren Messsystemen erfolgen sollten, um alle während der Polymerisation erzeugten Spannungen aufzeichnen zu können.

Bei einem nicht starren Messsystem wird durch die Compliance der Maschine ein unbekannter Teil der erzeugten Spannung ausgeglichen.

Wichtig ist, dass dieser „Messfehler“ nicht für alle Probengeometrien gleich ist, da sich die Compliance der Maschine nicht ändert. Das bedeutet, dass im Vergleich zu großen die kleinen Proben besser die entstehenden Spannungen relaxieren können und deshalb zu einem großen Prozentsatz niedrigere Maximalspannungswerte erzeugen. Dies führt zu einer Verfälschung der Werte. Dem zufolge lassen sich bei gleichen Bedingungen nur Messdaten innerhalb eines Labors vergleichen.

Durch die Benutzung von Lastmessdosen im Versuchsaufbau, die Kräfte durch ihre Deformation erkennen, ist die Verwirklichung eines starren Messaufbaus jedoch nur bedingt möglich.

Deshalb schlugen Feilzer und Kollegen ein Feedback-System vor, welches Veränderungen in der Distanz zwischen den Probenhaltern feststellt und korrigiert. Problematisch bei diesem System sind die ständigen Vor- und Rückbewegungen der Probenhalter, die sich negativ auf die Messungen auswirken.

Die Bestimmung der Compliance und ihrer Kompensation spielt eine wichtige Rolle, um Messergebnisse unterschiedlicher Labors miteinander vergleichen zu können. Ohne Kompensation hat jedes Labor einen individuellen Fehler, der durch die Deformation der Maschine, Lastzelle etc. zustande kommt. Der Einfluss des Elastizitätsmoduls der zu untersuchenden Materialien wird damit reduziert.

Diese Deformation ist bei dem Stress-Strain-Analyser streng linear (Dullin, 1998).

### 6. 1. 5. Material

Die Höhe der Kontraktionsspannung ist abhängig von der Konsistenz des verwendeten Materials, der Menge und dem Typ des reagierenden Monomers, dem Grad der Durchhärtung, der Menge der inkorporierten Luftporen und der Fließfähigkeit des Materiales (Chen, Manhardt, Hickel, Kunzelmann, 2001; Goldmann, 1983).

Dieser Tatsache folgend, sind Materialien mit geringerer Viskosität besser geeignet die entstehenden Kontraktionsspannungen auszugleichen, als hochvisköse Composite (Chen, Manhardt, Hickel, Kunzelmann, 2001).

Dabei sind die Struktur des reagierenden Monomers sowie dessen Konzentration wichtige Faktoren, die den Spannungsaufbau beeinflussen. Mit zunehmenden Monomergehalt und -größe nimmt die Polymerisationsschrumpfung zu. Monomere mit einem großen Molekulargewicht bewirken einen hohen Vernet-

zungsgrad und eine daraus resultierende starke Schrumpfungreaktion (Goldmann, 1983).

Bei der Verarbeitung der nicht fließfähigen Komposite wurde darauf geachtet Lufteinschlüsse, welche höhere Schrumpfwerte verursachen, zu vermeiden. Des weiteren fiel während der Untersuchungen auf, dass die Materialzusammensetzung innerhalb der Carpule nicht homogen war und deshalb zum Teil hohe Standardabweichungen auftraten.

## **6. 2. Diskussion der Ergebnisse**

### **6. 2. 1. Variation der Materialien**

Im Rahmen der Vorversuche wurden die Materialien Definite, Tetric Ceram, Tetric Flow und Charisma auf die entstehenden Kontraktionskräfte und -spannungen, die Längen der Prägelphasen, die absoluten und relativen Schrumpfungsraten sowie die Intervalle der größten Schrumpfungsentwicklung mit Hilfe der unkompensierten Messmethode untersucht.

Bei allen Versuchen wurden die Standardprobenhalter (4 mm x 2 mm x 4 mm), welche einem C-Faktor von 0,3 entsprechen, benutzt.

Dabei wies das Ormocer Definite signifikant die höchsten Schrumpfungskräfte und Kontraktionsspannungen auf.

Im Vergleich mit Definite zeigten die Materialien Tetric Flow, Tetric Ceram, und Charisma niedrigere Werte, die sich untereinander statistisch nicht unterschieden.

Die Kunststoffmatrix, insbesondere die Monomerstruktur, besitzt neben dem Füllersystem einen wichtigen Einfluss auf die Entwicklung der Polymerisationsspannung des Komposites.

Definite besitzt eine Matrix mit einem hohen Molekulargewicht. Durch die großen Monomermoleküle sind für die Bildung eines Polymers nur wenige Querverbindungen notwendig. Dem zu Folge wird der Gelpunkt sehr schnell erreicht und der darauf folgende Spannungsaufbau kann durch Fließvorgänge nicht mehr reduziert werden.

Im Gegensatz zu dem Ormocer Definite handelt es sich bei den getesteten Materialien Charisma, Tetric Ceram und Tetric Flow um Feinstpartikelhybridkomposite, wobei sich die Füllungswerkstoffe bezüglich ihrer Konsistenz und Matrix unterscheiden.

Tetric Flow gehört zu den „flowable“ Kompositen und besitzt einen Fülleranteil von 67,8 Gewichtsprozent. Aufgrund des höheren Monomergehaltes müsste ein höherer Volumenschumpf auftreten.

Bei Charisma liegt der prozentuale Gewichtsanteil an Füllkörpern bei 72 %. Davon sind zu 5 % pyrogenes Siliziumdioxid enthalten, welches agglomerierte Mikrofüllerkomplexe bildet. Tetric Ceram besitzt einen Füllkörperanteil von 78,6 Gewichtsprozent. Das darin enthaltene hochdisperse Siliziumdioxid kommt in der Matrix als kugelförmige Einzelpartikel vor (Zantner, 2000). Des weiteren erleichtern spheroidalförmige Siliziumdioxidpartikel die Fließfähigkeit (Ferracane, 1995).

Eine mögliche Erklärung für die sich nicht statistisch unterscheidenden Ergebnisse von Polymerisationsschrumpfkraft und -spannung dieser Materialien wäre die Behinderung der Polymerkettenbewegungen durch die in der Matrix enthaltenen Füllkörper bzw. Füllkörperkomplexe und die damit verbundene schlechtere Kompensierbarkeit der Polymerisationsspannung. Hierbei spielt die Größe der Füllpartikel eine wesentliche Rolle, da ein großer Füllkörper mit mehr Monomermolekülen Esterverbindungen eingehen kann. Nach dem Start der Polymerisationsreaktion bilden all diese Moleküle

Polymerketten aus, die aufgrund der Trägheit des Füllkörpers in ihrer Flexibilität behindert werden bzw. sich gegenseitig in ihren Bewegungen behindern. Die entstehenden Spannungen können dadurch schlechter durch ein Nachfließen des Materials kompensiert werden.

Tetric Ceram besitzt zwar einen höheren Füllkörpergehalt als Charisma, enthält jedoch nichtsilanisierte Yterbiumtrifluorid-Partikel (Menge unbekannt), die mit der Matrix keine chemische Verbindung eingehen. Hier können die Polymere nicht haften, so dass in diesen Bereichen Spalten entstehen können. Desweiteren können während der Polymerisation die im Material enthaltenen Mikrofülleragglomerate aufreissen. Beide Sachverhalte führen zu einer Spannungsreduktion.

Tetric Flow besitzt einen höheren Matrixanteil als Tetric Ceram und Charisma. Deshalb stehen für die Polymerisationsreaktion mehr Doppelbindungen zur Verfügung: Die Schrumpfkraft und -spannungen sind größer, können jedoch durch den geringeren Elastizitätsmodul teilweise kompensiert werden.

Ferracane bestätigt dieses Ergebnis insofern, dass er die Materialien Tetric Ceram und Charisma in ihren Eigenschaften als vergleichbar bezeichnet (Ferracane, 1995).

Bei der Polymerisation der Kompositmatrix wird ein Gelpunkt erzeugt, an welchem das Restaurationsmaterial von einer viskös-plastischen in eine fest-elastische Phase übergeht. Schrumpfung, die vor diesem Punkt erzeugt wird, kann teilweise durch Molekülbewegungen an der freien Oberfläche der Füllung kompensiert werden. Diese Kompensationsmöglichkeit gibt es nach Erreichen des Gelpunktes nicht mehr. Es kommt zu einem Kontraktionsspannungsaufbau,

dessen Höhe von der Durchhärtung, der Viskosität und der Fließfähigkeit des Materiales abhängt.

Der Gelpunkt wird bestimmt durch das Monomersystem. Große Moleküle benötigen zur Vernetzung weniger Zeit als kleine, die mehr Quervernetzungen aufbauen müssen um ein starres Gefüge zu erreichen. Die Initiatormenge, und die Lichtintensität beeinflussen die Reaktivität des Materials. Je mehr Radikale freigesetzt werden, desto mehr Doppelbindungen können aufgebrochen werden und der Vernetzungsreaktion zur Verfügung gestellt werden. Die daraus resultierende Höhe des Restmonomergehaltes beeinflusst die Fließfähigkeit des Materials. Füllkörpermenge und -größe beeinflussen ebenfalls die Lichtdurchlässigkeit und damit den Monomerumsatz.

Des weiteren spielen Füllkörperform und -typ eine wichtige Rolle. So besitzen spheroidale Füllkörper bessere rheologische Eigenschaften als runde. Agglomerierte Füllkörperkomplexe streuen weniger das Licht als dispers angeordnete Füllpartikel. Durch ihre Größe wirken sie sich hindernd auf die Kettenbeweglichkeit aus.

Bei dieser Untersuchung wies Definite signifikant die kürzeste Prägelphase auf. Dies lässt sich durch die großen Monomermoleküle oder die Initiatormenge erklären, die nur wenige Querverbindungen benötigen, um ein starres Polymer zu bilden.

Überraschend war das Ergebnis für Tetric Ceram. Dieses Material zeigte mit Abstand die längste Prägelphase. Eine Erklärung dafür kann in der Menge und Zusammenstellung der Füllkörper gefunden werden, die eine Verzögerung bei der Polymerkettenbildungs- und Quervernetzungsreaktion bewirken. Weiterhin könnte der Zusatz von Inhibitoren bzw. die Reduzierung der Initiatormenge die Polymerisation verzögern.

Der hohe Anteil an hochdispersen Silixiumdioxid führt zu Streueffekten des einfallenden Polymerisationslichtes, so dass mit ansteigender Tiefe der Umsatz an Doppelbindungen geringer wird und ein Nachfließen des Materials länger möglich ist. Des weiteren bewirken der spheroidale Füllkörperanteil durch ihre rheologisch vorteilhafte Form bessere Fließeigenschaften. Eine weitere Erklärungsmöglichkeit bietet der Anteil an dem nichtsilanisierten Ytterbiumtrifluorid-Partikeln. Sie gehen mit der Matrix keine chemische Verbindung ein, so dass die Polymerketten sich leichter an ihnen vorbeibewegen können.

Die Prägelpasen für Tetric Flow und Charisma waren wesentlich kürzer (4,18s und 5,02s). Tetric Flow besitzt einen geringeren Füllkörperanteil. Dem zufolge ist der Streueffekt des einfallenden Polymerisationslichtes geringer. Dies bewirkt ein rasches Reaktionsvermögen aller Radikale verbunden mit einem hohen und schnellen Umsatz an Doppelbindungen.

Die später diskutierte Langzeitmessung, welche ebenfalls mit der Standardprobengeometrie vorgenommen wurde, konnte diese Ergebnisse bestätigen.

Die absolute Schrumpfrate und die relative Schrumpfrate repräsentieren die Kraftentwicklung während der Polymerisation im Kompositmaterial.

Erstere zeigt, dass Definite am schnellsten Schrumpfstress aufbaut. Die übrigen Materialien wiesen keine Unterschiede bezüglich ihrer absoluten Schrumpfraten auf. Diese Beobachtung steht in Übereinstimmung mit den vorher beschriebenen Befunden.

Die Kraft/Zeit-Kurven besitzen generell innerhalb der Belichtungsdauer einen S-förmigen Verlauf. Der Temperaturanstieg (Polymerisationslampe + exotherme Reaktionswärme) beim Start der Polymerisationslampe ruft zunächst eine

Expansion der Materials und eine Absenkung im Kurvenverlauf am Beginn der Messung hervor. Am Ende der Belichtungsdauer ist ein starker Kraftanstieg zu beobachten, der durch die Kontraktion des Materials, bedingt durch den Temperaturabfall beim Ausschalten der Polymerisationslampe, hervorgerufen wird.

Die beiden Diagramme spiegeln die vorher beschriebenen Befunde wieder. Das Diagramm mit der Beobachtungszeitspanne von sechzig Sekunden präsentiert zum einen die unterschiedlich langen Prägelpasen und zum anderen die Schrumpfraten der Materialien.

Im Diagramm mit der Beobachtungszeitspanne von dreihundert Sekunden wird die Entwicklung der Schrumpfkraft für die einzelnen Komposite verdeutlicht.

Definite präsentiert nach dem Start der Polymerisationsreaktion den steilsten Anstieg der Schrumpfkraft.

Tetric Flow und Charisma weisen hingegen einen ähnlichen Verlauf bezüglich ihrer Polymerisationskinetik auf.

Bei Tetric Ceram beginnt der Anstieg der Schrumpfkraft aufgrund der langen Prägelpase erst verzögert. Mit fortschreitender Belichtungszeit kommt es schließlich zu einer Annäherung im Kurvenverlauf zu denen der Materialien Tetric Flow und Tetric Ceram.

### 6. 2. 2. Vergleich der C-Faktoren

1987 versuchten Feilzer und Kollegen mit dem Konzept des C-Faktors den Einfluss der Kavitätengeometrie auf die Polymerisationsschrumpfung zu verdeutlichen.

Dabei drückt der C-Faktor den Quotienten zwischen gebundener und ungebundener Fläche aus. Den Untersuchungen von Feilzer et al zufolge, verhalten sich C-Faktoren und Maximalspannung linear zueinander.

Miguel und Kollegen veröffentlichten 2001 eine Studie, in der sie zu konträren Ergebnissen kamen. Bei ihren Untersuchungen erwies sich die Beziehung C-Faktor und Maximalspannung als umgekehrt linear.

Beide Autoren benutzten jeweils Probenhalter, bei denen die gebundenen Flächen runde Geometrien besaßen. Nach ihren Ergebnissen erzeugen große Probevolumina hohe Kontraktionsspannungswerte.

Diese widersprüchlichen Resultate zeigen, dass das C-Faktor-Modell nur eine grobe Vereinfachung darstellt und nicht allein die durch die Polymerisations-schrumpfung hervorgerufenen Spannungen erklärt. Denn er berücksichtigt weder die entstehenden Deformationen der Kavitätenwände, noch die spezifischen Eigenschaften eines Materials.

Miguel und de la Macorra (2001) zufolge unterliegt durch den Volumenschrumpfungsprozess das Verhältnis der gebundenen zur ungebundenen Fläche ständig einer gewissen Veränderung, die mit dem Voranschreiten des Härteprozesses abnimmt. Infolge dessen wirken die Spannungsvektoren nicht ausschließlich unidirektional. Komponenten dieser Vektoren verursachen außerdem auch parallel zu den Adhäsivflächen Spannungen, die sich als Scherkräfte auswirken.

Die Auswirkung dieser Kräfte nimmt aufgrund der daraus resultierenden größeren Massenbewegung mit der Größe der gebundenen Fläche zu. Neben dem Volumen spielen auch Form, Anordnung und Neigung der gebundenen Zahnflächen eine wichtige Rolle.

In-vivo gestaltet sich die Geometrie einer Füllungskavität durch die irregulären und meist nicht parallelen Wände ausgesprochen komplex, so dass die

Kavitätenwände neben der Kontraktionsspannung zusätzlich auch Scherkräften ausgesetzt werden.

Dieser Tatsache wird in dieser Untersuchung nicht Rechnung getragen.

### **6. 2. 2. 1. Tetric Ceram**

Durch das Aushärten der Proben mit zwei gegenüberliegend angeordneten Polymerisationslampen konnte sichergestellt werden, dass die Komposit-schichtdicke stets kleiner bzw. gleich zwei Millimeter betrug.

Weder für die Kraft noch die Spannungswerte konnten bei der „Bulk curing“ Methode lineare oder umgekehrt lineare Abhängigkeiten festgestellt werden.

Bei der Betrachtung der Ergebnisse fällt auf, dass sich die C-Faktoren in Bezug auf ihre Werte in zwei Gruppen einteilen lassen. Zur ersten Gruppe gehören die C-Faktoren 0,5 und 1,0.

Sie besitzen Adhäsivflächen mit einer Größe von 16 mm<sup>2</sup> und 18 mm<sup>2</sup>.

Die zweite Gruppe setzt sich aus den Faktoren 0,8; 1,2 und 2,4 zusammen. Sie weisen Adhäsivflächen mit einer Größe von jeweils 24 mm<sup>2</sup> auf. Die C-Faktoren innerhalb dieser Gruppe unterscheiden sich nur hinsichtlich ihres Volumens, bzw. durch ihre unterschiedlich große ungebundene Oberfläche.

Die C-Faktoren 0,8; 1,2 und 2,4 erzeugten signifikant die höchsten Schrumpfkraften. Im Vergleich hierzu zeigte die erste Gruppe niedrigere Werte.

In einer Publikation von Watts et al. wird auf ein rheologisches Phänomen verwiesen, bei welchem umso mehr nonaxiale Kraftvektoren entstehen, desto kleiner der Quotient des Verhältnisses der gebundenen Fläche zu der ungebundenen Fläche ausfällt. Diese nonaxial wirkenden Vektoren sollen eine Verringerung der axial ausgerichteten Schrumpfkraft verursachen. Des

weiterem wird eine Zunahme der Größe von axial wirkenden Schrumpfkraftvektoren bei steigendem Abstand der Probenhalter bzw. bei steigendem Probenvolumen beschrieben.

Dies erklärt die hohen Schrumpfkraftwerte bei C-Faktor 0,8, der einerseits den zweitkleinsten Quotienten des Verhältnisses der gebundenen Fläche zu der ungebundenen Fläche aufweist, andererseits jedoch im Vergleich zu den anderen C-Faktoren das größte Probenvolumen besitzt. Daraus lässt sich schlussfolgern, dass stets beide der oben beschriebenen Phänomene für die Interpretation der Ergebnisse in Betracht gezogen werden müssen.

Die von Watts et al. gewonnenen Erkenntnisse stehen nicht im Widerspruch mit den Ergebnissen dieser Untersuchung.

Für die Berechnung der Kontraktionsspannung wurden die Werte der Polymerisationsschrumpfkraft durch die Größe der Adhäsivflächen geteilt und somit ein flächenunabhängiger Vergleichswert hergestellt.

Hierbei zeigte die erste Gruppe signifikant die höchsten Spannungswerte.

Für die Erklärung dieses Ergebnis kann ebenfalls das oben dargestellte Rheologiephänomen herangezogen werden. Je mehr nonaxial wirkende Kraftvektoren entstehen können, desto mehr Spannungen entwickeln sich innerhalb des Materials.

### **6. 2. 2. 2. Tetric Flow**

Bei den Spannungswerten der Messung ohne Gegenregulation ist eine umgekehrt lineare Abhängigkeit zwischen C-Faktor und Maximalwert erkennbar, die sich bei der Messung mit Gegenregulation nur zum Teil wieder findet.

So zeigte der C-Faktor 2,4 bei der unkompensierten Messmethode die niedrigsten Spannungs- und Schrumpfkraftwerte.

Dieses Ergebnis steht im Einklang mit der Studie von A. Miguel und de la Macorra. Ihrer Theorie folgend, können kleine Probengeometrien die auftretenden Spannungen besser relaxieren und zeigen deshalb niedrigere Maximalspannungswerte als große Proben. Auch die oben beschriebenen Ausführungen von Watts et al. liefern die entsprechenden Erklärungen für diese Ergebnisse.

Beim Vergleich der durch den Polymerisationsprozess entstehenden Kontraktionsspannungen und -kräfte unterschiedlicher Probengeometrien eines Materials lässt sich folgendes zusammenfassen:

Die Kontraktionsspannung ist umso größer, je kleiner der C-Faktor ausfällt und desto mehr nonaxiale Kraftvektoren entstehen können.

Kleine Probengeometrien können die auftretenden Spannungen besser relaxieren und zeigen deshalb niedrigere Maximalspannungswerte als große Proben.

Die Kontraktionskraft und damit die Größe der Schrumpfkraftvektoren nehmen mit steigendem Abstand der Probenhalter bzw. mit steigendem Probenvolumen zu. Dabei verursacht ein hoher C-Faktor weniger nonaxial wirkende und mehr axial ausgerichtete Kraftvektoren.

### **6. 2. 3. Vergleich der Messungen mit und ohne Gegenregulation**

Im Rahmen dieser Untersuchungen sollte geklärt werden, wie sich bei Schrumpfmessungen eine Gegenregulation durch einen Piezotranslator auf die Messwerte auswirkt.

Aufgrund des Messprinzips einer Lastmessdose hat jede Kraftmessung eine gewisse Compliance.

Bei der kompensierten Messmethode liegen die Werte für Tetric Ceram um den Faktor 2,3 - 2,9 und für Tetric Flow um den Faktor 1,6 - 3,0 höher, als bei der Messung ohne Gegenregulation.

Bei Tetric ceram entspricht die Rangfolge der Messwerte der kompensierten Messmethode für die einzelnen C-Faktoren der der unkompensierten Methode.

Bei Tetric flow weicht ausschließlich der C-Faktor 2,4 von der Rangfolge ab.

Bei der Messung ohne Gegenregulation produziert er die niedrigsten Spannungswerte und bei der Messung mit Gegenregulation jeweils die höchsten Spannungs- und Schrumpfungskraftwerte. Da die Standardabweichungen der Messwerte keine Auffälligkeiten aufweisen, kann ein Messfehler ausgeschlossen werden.

Diese Ergebnisse sind auch in der Literatur wieder zu finden. Der C-Faktor 2,4 besitzt das mit Abstand geringste Probenvolumen.

Feilzer et al. zufolge produzieren kleine Proben geringere Spannungswerte, da sie besser größere Teile der Spannung durch die Compliance des Messsystems ausgleichen können. Bei der Messung mit Gegenregulation besitzt das Messsystem eine starre Umgebung. Die Compliance der Maschine kann nicht Teile der auftretenden Spannung kompensieren. Demzufolge müssten die Spannungswerte um diesen unbekanntem Teil höher liegen.

Dieser Versuchsansatz ist vor allem im Rahmen der Werkstoffoptimierung und zum Vergleich von Werkstoffen sinnvoll.

Hypothetisch ist zu Überlegen ob es sinnvoll ist bei der Messung mit Gegenregulation eine Normierung der Messwerte bezüglich des Elastizitätsmodules nach dem Hookschen Gesetz vorzunehmen. Demzufolge kann die vom Material erzeugte Gegenkraft (Schrumpfungskraft) als Funktion der Längenänderung der Probe angesehen werden, welche in Abhängigkeit der Abmessungen des Probenkörpers steht. Mit Hilfe des Quotienten Schrumpfungskraft /Gesamtadhäsivfläche erhält man den flächenunabhängigen

Wert der Polymerisationsspannung ( $\delta$ ). Stellt man nun die Formel des Hookschen Gesetzes ( $k = \frac{\sigma}{\epsilon} = E$ ) um und bildet den Quotienten Polymerisationsspannung/Elastizitätsmodul erhält man den Wert für die relative Längenänderung ( $\epsilon$ ). Die zur Überprüfung der Hypothese errechneten Werte standen in keiner Abhängigkeit zu den ermittelten Messwerten. Ursache dafür können in der teilweisen Schwächung des Adhäsivverbundes Probe/Probenhalter, Lufteinschlüsse oder während der Polymerisation entstehende Defekte von Mikro-(Polymere) und Makrostrukturen (Verbindungen zwischen den Polymerketten) sein.

Im Hinblick auf die zu untersuchenden Kontraktionskräfte, gibt die unkompensierte Methode am ehesten die Verhältnisse im Zahn-Füllungskomplex wieder, wobei sich beide Systeme wesentlich hinsichtlich ihrer verschiedenen Compliance unterscheiden. Die Zahnhartsubstanz (11,0 – 84,0 GPa) weist deutlich niedrigere Elastizitätsmodule als der Messrahmen des Stress-Strain-Analysers auf. Aufgrund dessen sind die während dieser Methode entstehenden Endspannungswerte, die den Adhäsivverbund zwischen Füllung und Zahn belasten, in-vivo niedriger einzuschätzen.

#### **6. 2. 4. Bestimmung des Wendepunktes der größten Steigung**

Bei allen Messungen wurde der Wendepunkt bzw. der Wendebereich der größten Steigung durch die erste Ableitung der Stress-Strain-Funktion ermittelt. Die Kurvenmaxima stellen die Wendepunkte dieser Funktionen dar. Da es sich hierbei nicht um einen definierten Punkt handelte, wurde ein Wendebereich in Form eines Intervalls angegeben. Innerhalb dieses Intervalls erfährt die Steigung und damit die Schrumpfungskraft ihr Maximum.

Bei dem Material Tetric Ceram zeigten die C-Faktoren 1,0 (11,5 s – 11,8 s) und 0,5 (14,9 s – 15,1 s) am schnellsten ihren Wendebereich. Der Kurvenverlauf der ersten Ableitung der Stress-Strain-Funktion für den C-Faktor 1,0 unterscheidet sich dabei deutlich von dem der anderen Faktoren.

Nach dem Polymerisationsstart kann ein unmittelbares und steiles Ansteigen der Kurve beobachtet werden, die nach Erreichen ihres Maximums nach Null geht. Hierbei kann eine zeitliche Übereinstimmung zwischen dem Erreichen des Nullpunktes und der Beendigung der Belichtung festgestellt werden.

Beim C-Faktor 0,5 kann nach dem Start der Polymerisationsreaktion ebenfalls ein unmittelbarer Kurvenanstieg beobachtet werden, der jedoch im Vergleich zu C 1,0 in den ersten Sekunden deutlich flacher verläuft um nach ca. 6 Sekunden steil anzusteigen.

Daraus lässt sich schließen, dass bei diesen Probenkonstellationen aufgrund des schnellen Verbrauchs der Radikale ein Fließen des Materials kaum möglich ist. Dieses Ergebnis geht konform mit den zuvor bestimmten Spannungswerten, die bei diesen C-Faktoren am höchsten ausfielen.

In der Praxis entspricht der C-Faktor 1,0 in etwa der Kavitätenklasse III und der C-Faktor 0,5 der Kavitätenklasse IV (Feilzer, de Gee, Davidson 1987).

Aus dem Resultat der vorliegenden Untersuchung lässt sich daher folgendes ableiten:

- Trotz der niedrigen Schrumpfkraft unterliegen Füllungen dieser Kavitätenbereiche starker Spannungen, die durch nonaxiale Kraftvektoren hervorgerufen werden.
- Aufgrund der Kavitätenform ist eine Relaxation durch die Deformation der Zahnhartsubstanz nicht möglich.
- Ein klinisch exaktes Vorgehen, Schmelzanschrägungen sowie eine sorgfältige chemische Vorbehandlung der Zahnhartsubstanz, sind für die Haltbarkeit und lange optische Akzeptanz (Verhinderung von verfärbten Randspalten) dieser Füllungen unerlässlich.

Nach Feilzer et al. 1987 weisen darauf hin, dass es bei C-Faktoren  $\leq 1$  nicht zum Verlust des Haftverbundes kommen kann, vorausgesetzt es hat eine adäquate Verarbeitung des Bondingmaterials stattgefunden.

Die Faktoren C 0,8 (16,6 s – 16,7 s), C 1,2 (17,0 s – 17,1 s) und C 2,4 (17,6 s – 17,7 s) erreichten deutlich später ihre Wendepunkte. Diese drei Faktoren wiesen bei der Messung niedrige Spannungswerte auf.

Die Kurvenverläufe dieser C-Faktoren verzeichnen in den ersten acht Sekunden nach Polymerisationsstart plateauartige Intervalle. Daraus kann geschlossen werden, dass innerhalb dieses Zeitabschnittes entsprechende Fließvorgänge stattfinden können, die zu einer Verminderung der Kontraktionsspannung führen. Nach dem Erreichen der Steigungsmaxima fallen die Kurven auf etwa die Hälfte ab um anschließend in dieser Höhe fast parallel zur X-Achse zu verlaufen. Folglich findet auch nach Beendigung der Belichtungszeit noch ein entsprechender Umsatz an Radikalen statt, der für die höheren Schrumpfkraft dieser Faktoren verantwortlich ist.

Bei Tetric Flow erlangten die C-Faktoren 1,2 (13,4 s – 14,6 s) und 1,0 (15,5 s – 15,7 s) am schnellsten ihren Wendebereich. Beide Kurvenverläufe unterscheiden sich deutlich bezüglich ihrer Amplitudenbreite. Während bei dem C-Faktor 1,0 ein langsamer gegen Null gehender Kurvenverlauf zu verzeichnen ist, fällt die Kurve bei C 1,2 schnell ab und zeigt einen zur X-Achse parallelen Verlauf.

Es folgten die Faktoren C 0,8 (16,5 s – 16,8 s), C 0,5 (17,0 s – 17,2 s) und C 2,4 (19,7 s – 19,8 s).

### 6. 2. 5. Bestimmung der relativen und absoluten Schrumpfrate

Hinsichtlich der Entwicklung der Kontraktionskräfte zeigte Tetric Ceram für beide Messmethoden die gleichen Trends.

Bei der Messung mit Gegenregulation wiesen bei beiden Materialien die C-Faktoren 2,4; 0,8 und 1,2 absolute Schrumpfraten größer 1,0 auf.

Diesen Werten zu folge, kann eine teilweise Ablösung des Probenmaterials vom Probenhalter nicht ausgeschlossen werden.

Bei der Messung ohne Gegenregulation erzielten die Faktoren C 0,8; 1,2 und 2,4 die höchsten Kontraktionskräfte während der Belichtungszeit.

Der C-Faktor hatte bei gleichem Material keinen Einfluss auf die relative Schrumpfrate. Die niedrigeren Werte bei dem C-Faktor 2,4 erklären sich durch den schmalen Abstand der Probenhalter und der damit verbundenen geringeren Lichtdurchlässigkeit bzw. dem geringeren Reaktionsumsatz.

### 6. 2. 6. Die Bestimmung des Gelpunktes

Eine lange Prägelphase gibt dem Material die Möglichkeit den Volumenschrumpfung durch innere Fließvorgänge derart auszugleichen, dass die in der Postgelphase entstehenden Spannungen geringer sind.

Bei dieser Untersuchung interessierte der Einfluss des C-Faktors, der Messmethode und der Materialkonsistenz auf die Längen der Prägelphasen.

Der Vergleich der Composite bezüglich ihres Gelpunktes ergab für Tetric Flow signifikant längere Prägelphasen bei den Faktoren C 0,5 sowie C 2,4.

Tetric Ceram verzeichnete mit dem C-Faktor 1,2 einen signifikant späteren Gelpunkt. Bei der Untersuchung des Einflusses der Messmethode auf den Gelpunkt zeigte die Messung mit Gegenregulation bei beiden Materialien signifikant längere Prägelphasen bei den Faktoren C 0,8 und C 2,4.

Eine Erklärung für den späteren Gelpunkt des C-Faktors 2,4 könnte die geringere Lichtmenge sein, die in die Probe aufgrund des schmalen Abstandes zwischen den Probenhaltern eingestrahlt wurde.

Anhand dieser Ergebnisse können keine hinreichenden Aussagen über den Einfluss des Materials und des C-Faktors bezüglich des Gelpunktes getätigt werden. Des weiterem stehen diese Resultate im Gegensatz zu denen, die aus den Vorversuchen, Langzeit- und den dynamischen Messungen gewonnen wurden, welche mit dem C-Faktor 0,3 erfolgten. Dieser C-Faktor weist im Formaufsatz nur eine freie Fläche zur Belichtung auf. Die anderen C-Faktoren besitzen drei Flächen, auf die das Polymerisationslicht, das hier von zwei Seiten abgegeben wurde, einwirken konnte. Anscheinend beeinflussen die unterschiedlichen Probengeometrien sowie die doppelseitige Belichtung die Lichtstreuung innerhalb des Materials, so dass der zeitliche Verlauf der molekularen Umbauprozesse verändert wird.

### 6. 2. 7. C-Faktor 1,0

Bei dieser Untersuchung wurden die Größe und die Geometrie der Adhäsivflächen variiert. Es wurden die Probengeometrien 3 mm (Breite) x 6 mm (Höhe) und 4 mm (Breite) x 4 mm (Höhe) miteinander verglichen. Erstere verfügte über ein Probenvolumen von 36 mm<sup>3</sup> mit einer Querschnittsfläche der Probenhalter von 18 mm<sup>2</sup>, letztere verfügte über ein Probenvolumen von 32 mm<sup>3</sup> mit einer Querschnittsfläche der Probenhalter von 16 mm<sup>2</sup>. Bei beiden Probengeometrien betrug der Abstand der Probenhalter 2 mm.

Es sollte geklärt werden, welchen Einfluss die zwei unterschiedlichen Variationen des C-Faktors 1,0 auf die Messwerte ausüben.

Auch bei dieser Untersuchung wurde die „Bulk curing“ Methode angewendet, wobei die Belichtung gleichzeitig von zwei entgegengesetzten Seiten erfolgte.

Die Ergebnisse der Messung ohne Gegenregulation zeigen bei beiden Materialien jeweils statistisch signifikant höhere Werte im Bereich der Schrumpfungskraft, des statischen Elastizitätsmoduls und der Vickershärte bei der Probengeometrie 3 mm x 6 mm. Da bei beiden Probengeometrien der Abstand der Probenhalter und dem zu folge die Länge der Schrumpfungskraftvektoren gleich groß waren, spielte hier wohl die Anzahl der Schrumpfungsvektoren für die erzielten Resultate eine entscheidende Rolle.

Die höheren Werte für den Elastizitätsmodul und die Vickershärte können mit der ebenfalls längeren Prägelphase erklärt werden. Diese Probengeometrie weist eine geringere Schichtdicke (3 mm) auf, so dass durch die gleichzeitige Belichtung mit zwei Polymerisationslampen von der jeweils gegenüberliegenden Seite, mehr Licht in das Material eindringen kann. Dem zu folge können mehr Radikale umgesetzt werden. Durch die längere Prägelphase steht mehr Zeit für die Ausbildung eines stabilen polymeren Netzwerkes zur Verfügung.

Die Ergebnisse der Messung mit Gegenregulation zeigen die Probengeometrien 3 mm x 6 mm bei beiden Materialien jeweils statistisch signifikant höhere Werte nur im Bereich der Schrumpfungskraft. Der statische Elastizitätsmodul und die Vickershärte weisen im Vergleich zur Probengeometrie 4mm x 4mm bei dieser Messmethode niedrigere Werte auf. Daraus lässt sich ein Einfluss der Messmethode auf das Materialgefüge der Proben schließen.

Die schmälere Probengeometrie (3 mm x 6 mm) wird durch den ständigen Ausgleich des Probenhalterabstandes innerhalb des polymeren Netzwerkes stärker geschädigt.

Die Resultate für die Polymerisationsspannung zeigten nur bei der kompensierten Messung statistische Unterschiede. Die Probengeometrie 4 mm x 4 mm wies im Vergleich niedrigere Werte auf.

In einer Untersuchung von Feilzer et al (1987) wurde die Entwicklung der Polymerisationsspannung der C-Faktoren  $C = 1$  und  $5$  mit jeweils  $3$  verschiedenen Probenvolumina untersucht. Dieser Versuch wurde mit der kompensierten Messmethode durchgeführt. Ihren Ergebnissen zu folge ist allein das Verhältnis gebundene Fläche : ungebundener Fläche für die Entwicklung der Schrumpfungsspannung verantwortlich. Das Probenvolumen hat dabei keinerlei Einfluss auf die Resultate (Feilzer et al., 1987).

Der Unterschied zur vorliegenden Untersuchung besteht darin, um gleichgroße C-Faktoren zu erhalten, wurden bei den kreisförmigen Probengeometrien nicht nur der Durchmesser der Adhäsivflächen verändert, sondern auch der Abstand der Probenhalter zueinander. Dem zufolge wurden die Länge und die Anzahl der Schrumpfungsvektoren variiert.

Die Gemeinsamkeiten zur vorliegenden Untersuchung liegen zu einem darin, dass die ermittelten Spannungswerte für den C-Faktor  $1,0$  vergleichbar sind. Zum anderen lässt sich aus dem Verlauf der Spannungskurven ablesen, dass je höher das Probenvolumen desto kleiner die Prägelphase ist.

Eine Erklärung dafür, kann in der Mehrentstehung von exothermen Energie bei größeren Probenvolumina gesehen werden, die ihrerseits wieder die Polymerisationsreaktion beschleunigt.

Aus dem Vergleich beider Untersuchungen lässt sich folgendes schlussfolgern:

1. Mit steigendem Probenvolumen läuft durch die entstehende exotherme Reaktionswärme die Polymerisationsreaktion schneller ab. Die daraus resultierenden Spannungen sind größer, da weniger Zeit zum Nachfließen des Materials zur Verfügung steht.
2. Bei einem starren Messsystem sind Untersuchungsergebnisse der Polymerisationsspannung unterschiedlicher Messgeräte und Labors vergleichbar.

### 6. 2. 8. Einfluß der 8-Stundenmessung

Für diese Untersuchung wurde über einen Zeitraum von 8 Stunden die Polymerisationsschrumpfkraft gemessen und anschließend die absolute Schrumpfrate für die Materialien Tetric Ceram und Tetric Flow ermittelt. Dabei wurde die Compliance der Maschine einmal berücksichtigt und einmal nicht. Dieser Unterschied in den Messwerten drückte sich bei dem Material Tetric Flow während des späteren Messverlaufes deutlich geringer aus.

In den ersten 60 Sekunden der Messung zeigte Tetric Flow eine höhere Schrumpfkraft. Nach 300 Sekunden konnte festgestellt werden, dass sich die Werte für beide Materialien nur geringfügig voneinander unterscheiden, wobei die von Tetric Ceram mit der kompensierten Messmethode etwas höher lagen. Zum anderen waren bei beiden Materialien 75 % des Maximalwertes erreicht. Nach einer Stunde Messzeit überstiegen die Kraftwerte von Tetric Ceram deutlich die von Tetric Flow, unabhängig von der verwendeten Messmethode. Dieses Ergebnis kann zum einen mit der Annahme begründet werden, dass die Füllkörper für die Quervernetzung im Material eine Behinderung darstellen und somit niedrig gefüllte Komposite diese Vernetzung schneller vornehmen können. Zum anderen steht bei einem hohen Füllkörperanteil weniger Matrix für Fließvorgänge zur Verfügung, die eine Relaxation der entstehenden Spannung ermöglichen kann.

Die Ergebnisse dieser Untersuchung zeigen deutlich, dass eine Messzeit unter einer Stunde nicht ausreicht, um umfassende Aussagen über das Verhalten der Polymerisationsschrumpfung zu treffen.

### 6. 2. 9. Mechanische Eigenschaften

Um die Polymerisationsqualität zu kontrollieren, wurden die Vickershärte und das statische Elastizitätsmodul bestimmt.

#### 6. 2. 9. 1. Die Vickershärte

Die Vickershärte ist ein Maß für die Polymerisationstiefe eines lighthärtenden Kunststoffes und ein klinisch bedeutsamer Parameter, da er neben der Kratzfestigkeit während der Gebrauchsperiode der Restauration auch die Polierbarkeit des Füllungsmateriales determiniert. Kunzelmann et al. 1999 zufolge gibt es eine positive Korrelation zwischen dem Härtegrad und dem Anteil an anorganischen Füllkörpern, wobei die Vickershärte mit ansteigendem Füllergehalt zunimmt.

Es gilt:

$$E_{ges} = E_{Matrix} + E_{Füller} \quad \text{wobei} \quad E_{Füller} \gg E_{Matrix}$$

Diese Befunde bestätigten sich nur bei den C-Faktoren 0,8 und 1,0 (beide Probengeometrien). Hier zeigte Tetric Ceram signifikant höhere Härtewerte als Tetric Flow. Die restlichen Faktoren zeigten widersprüchliche Ergebnisse. Die Erklärung dafür könnte in einer unterschiedlich starken Stopfung der Proben zu suchen sein.

Es handelt sich hierbei um ein komplexes Zusammenspiel multipler Faktoren, wie den optischen Eigenschaften der Kompositmatrix und der Füllpartikel, der Partikelgröße sowie deren Verteilung. Letztere induzieren einen Streueffekt des einfallenden Polymerisationslichtes, der sich umso stärker auswirkt, je mehr sich die Größe des Füllpartikels der Wellenlänge des aktivierten Lichtes annähert. Deshalb weisen Komposite mit größeren Füllpartikeln eine höhere

Durchhärte auf, da sie das Polymerisationslicht am wenigsten zerstreuen (Manhart et al. 1999).

### **6. 2. 9. 2. Der statische E-Modul**

Der Elastizitätsmodul stellt einen wichtigen Kennwert für die Beurteilung des Festigkeitsverhaltens von Werkstoffen dar. Er wird vor allem vom Füllergehalt sowie Füllertyp und -größe bestimmt. Ebenso spielen Matrixtyp, sowie Härteprozedur und Effizienz des Silanverbundes zwischen den Füllpartikeln und der Matrix eine wichtige Rolle (Braem, 1987).

Für die Anwendung bei Zahnhalsfüllungen (Kavitätenklasse 5) muss das Komposit einen niedrigen Elastizitätsmodul besitzen, um der Biegebelastung des Zahnes folgen zu können. Bei occlusal-proximalen Füllungen (Kavitätenklasse 1 und 2) sollte der Elastizitätsmodul hoch sein, um den Kaubelastungen standhalten zu können (Sabbagh et al., 2002).

Die Zahnhartsubstanzen Schmelz und Dentin unterscheiden sich unter anderem sehr stark hinsichtlich ihres Elastizitätsmoduls. Da derzeit kein Kompositmaterial die hohen Werte von erstgenannten erreichen kann, wird das niedrigere Modul von Dentin (18Gpa) als akzeptabel betrachtet. Komposite im Seitenzahnbereich sollten ein E-Modul von mindestens 18 Gpa oder höher besitzen. Je kleiner der Unterschied zwischen dem Elastizitätsmodul des Komposites und dem von Dentin ist, desto geringer ist die Wahrscheinlichkeit des Verlustes des Adhäsivverbundes Dentin/Füllung (Abe et al., 2001). Aufgrund der Messergebnisse entsprechen die getesteten Materialien diesen Anforderungen nicht. Untersuchungen von Abe et al. 2001 zufolge sinkt das E-Modul nach einer 24-stündigen Feuchtlagerung signifikant ab. Die Ursache dafür sieht er darin, dass Wasser einen plastifizierenden Effekt auf die Matrix und dem Matrix/Füllerverbund ausübt und vor allem letzteren schwächt. Füller, die ihren

Silanverbund verloren haben, können den durch die Kaubelastung applizierten Stress konzentrieren und somit potentielle Ausgangstellen für Rissbildung und -wachstum werden.

Im Vergleich der C-Faktoren hatten erwartungsgemäß diejenigen einen hohen E-Modulwert, welche ebenfalls eine große Vickershärte aufwiesen.

Die in der vorliegenden Untersuchung ermittelten Werte für den Elastizitätsmodul und die Vickershärte sind höher als in der Literatur angegeben. So bestimmten Manhardt et al. 1999 für Tetric Ceram ebenfalls beide Parameter. Für den Elastizitätsmodul wurde ein Wert von 6,8 Gpa beschrieben. Die Vickershärte betrug in dieser Untersuchung HV 54,8. Diese Differenz lässt sich durch die unterschiedlichen Messmethoden erklären. Manhardt bestimmte den Elastizitätsmodul mit Hilfe eines Drei-Punkt-Biegeversuches in einer Universalprüfmaschine. Für die Bestimmung der Vickershärte wurden die Proben bis 1200 Grit poliert und anschließend im Vickers-Prüfgerät mit einer Last von 200 g für 40 s vorgenommen.

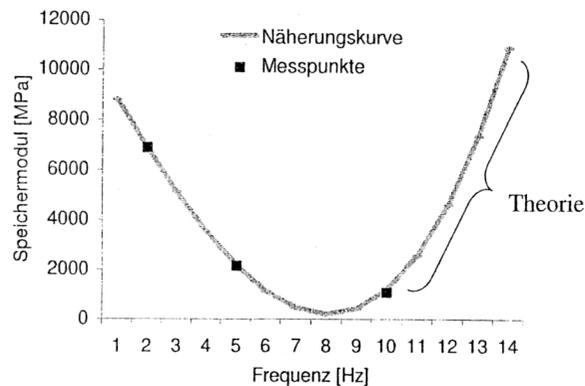
### **6. 2. 10. Der dynamische E-Modul**

Der dynamische Elastizitätsmodul wurde mit dem Stress-Strain-Analyser unter einer Zug- und Druckbelastung gemessen, wobei ab einem bestimmten Polymerisationsgrad die Zugbelastung dominiert. Um die Frequenzabhängigkeit des dynamischen E-Moduls zu untersuchen, wurde die Anregungsfrequenz mit 2 Hz, 5 Hz und 10 Hz variiert. Die Messung erfolgte während der Polymerisation. Die nach 60 Sekunden Messzeit ermittelten E-Module lagen bei 6907,46 MPa für 2 Hz, 2161,56 MPa für 5 Hz sowie 1088,30 MPa für 10 Hz.

Diese Untersuchungsergebnisse sind mit denen vorangegangener Studien von

z. B. Dauvillier oder Sabbagh nicht vergleichbar, da bei diesen Versuchen bereits auspolymerisierte Proben verwendet wurden.

Mattke zufolge kommt der elastische Materialanteil umso mehr zum tragen, je kleiner die Deformationen sind und je schneller sie sich ändern. Ausgehend von den Ergebnissen der vorliegenden Untersuchung stellen sich Speichermodul bzw. dynamisches E-Modul in einer umgekehrten Abhängigkeit zur gewählten Anregungsfrequenz dar, für die mit Hilfe des SPSS-Programmes näherungsweise folgende Beziehung ermittelt werden konnte.



Eine mögliche Erklärung für die vorliegenden Untersuchungsergebnisse könnte sein, dass die Höhe der Anregungsfrequenz einen Einfluss auf die Polymerkettenlänge ausübt. So verfügen die Monomermoleküle bei einer langsameren Anregungsfrequenz über mehr Zeit für das Kettenwachstum und deren Quervernetzung. Nach Kunzelmann korreliert die Länge der Polymerketten mit der Höhe des Elastizitätsmodules (Kunzelmann, 2003). Untersuchungen der Universität-Essen zufolge, steigt das elastische Verhalten von Polymeren in erster Linie mit der Anzahl der kovalenten Bindungen, die bei Komprimierung und Streckung die höchsten Rückstellkräfte entwickeln (Setzer, 2003). Um diese molekulare Komponente zu überprüfen, wurden die Ergebnisse

der Frequenzabhängigkeit mit auspolymerisierten Proben überprüft. Dabei konnte die Richtigkeit der Untersuchungsergebnisse bestätigt werden.

Des Weiteren zeigte sich, dass mit steigender Anregungsfrequenz der Verlustmodul zunimmt. Daraus lässt sich eine weitere mögliche Erklärung ableiten: Durch die höhere Anregungsfrequenz wird mehr Reibung erzeugt und demzufolge ein größerer Anteil der zugeführten Energie in Wärme umgewandelt. Dieses Phänomen konnte jedoch nur bei den bereits auspolymerisierten Proben beobachtet werden.

Die Bestimmung des dynamischen E-Moduls für Tetric Ceram (6907,46 MPa) und Tetric Flow (4523,05 MPa) erfolgte mit einer Anregungsfrequenz von 2 Hz. Diese Werte entsprechen ca. 64,59 % und 49,58 % des statischen E-Moduls.

Eine Erklärung hierfür könnte darin zu finden sein, dass ersterer unter einer Zug- und zweiterer unter einer Biegebelastung gemessen wird. Die durch die Polymerisation entstehende Kontraktionsspannung verursacht Mikrorisse im Kompositmaterial. Eine Zugbelastung kann ein Öffnen und Vergrößern dieser Risse bewirken, während die Biegebelastung eher eine Komprimierung dieser hervorruft.

Des Weiteren spielt im Wesentlichen die viskoelastische Matrix bei dem mit dem Stress-Strain-Analyser gemessenen dynamischen E-Modul eine Rolle, da die Füller sich weder dehnen noch komprimieren lassen. Dies zeigt sich auch in den deutlich niedrigeren Messwerten. Bei der Bestimmung des statischen E-Moduls werden Matrix und Fülleranteil mitberücksichtigt ( $E_{Ges} = E_{Matrix} + E_{Füller}$ ).

Dazu kommt der Umstand, dass der dynamische E-Modul während der ersten 60 Sekunden der Polymerisation gemessen wurde. Somit kann durch die sinusförmige Deformation der Probe während des Härteprozesses, eine Beeinträchtigung der Vernetzungsvorgänge nicht ausgeschlossen werden. Bei der Ermittlung des statischen E-Moduls waren die Proben bereits auspolymerisiert.

In der vorliegenden Untersuchung erreichte Tetric Ceram bei der Bestimmung des dynamischen E-Moduls durch den geringeren Matrixanteil im Material um 34,51 % höhere Werte als Tetric Flow.

Viele Hersteller halten fließfähige Komposite aufgrund ihres niedrigen E-Moduls und ihrer hohen Fließkapazität für sehr vorteilhaft, da diese Eigenschaften den Schrumpfstress besser kompensieren können. Einige Autoren empfehlen den Gebrauch von fließfähigen Kompositen in den Kästen der Klasse-2 Kavitäten unter Hybridkompositen als Stoßdämpfer und Benetzer. Andererseits weisen diese Materialien eine höhere Schrumpfung auf.

Ein ausreichend erklärendes Gedankenmodell konnte dazu jedoch nicht gefunden werden. So bedarf es einer weiteren Untersuchung, die eine Klärung hinsichtlich der Existenz eines solchen Scheitelpunktes in der Beziehung zwischen der Anregungsfrequenz und dem Speichermodul bringen soll.

Dentin besitzt ein E-Modul von 18 GPa. Der E-Modul für Schmelz variiert in Abhängigkeit von der Zahnfläche. Für occlusale Anteile konnten 94 GPa während für seitliche Bereiche 80 GPa gemessen wurden (Sabbagh et al., 2001).

Braem et al. 1987 untersuchten den Zusammenhang zwischen Anregungsfrequenz, E-Modul und Füllergehalt eines Komposites.

In dieser Studie zeigten Materialien mit höherem Füllergehalt eine größere Frequenzunabhängigkeit. Er erklärte dieses Phänomen damit, dass die Füllerteile auf Belastung mit einer rein elastischen Deformation reagieren, infolge dessen die Frequenzabhängigkeit hier vernachlässigt werden kann. Im Gegensatz dazu besitzt die Kompositmatrix durch ihre viskoelastischen Eigenschaften eine Frequenzabhängigkeit, die mit sinkendem Füllerteil wächst.

Mit Hilfe einer Regressionsgeraden demonstrierte er, wie sich mit steigender Frequenz der E-Modul der getesteten Materialien an den von Silizium (70 MPa) annähert. Bei den ungefüllten Kompositen nahm die Steigung der Geraden mit steigender Frequenz ab.

Im Vergleich der Materialien Tetric Ceram und Tetric Flow in Bezug auf die Abhängigkeit von E-Modul und Anregungsfrequenz konnte dieses Ergebnis nicht nachvollzogen werden. In der vorliegenden Studie zeigte Tetric Ceram eine stärkere Frequenzabhängigkeit hinsichtlich der Höhe des E-Moduls als Tetric Flow. Die Ursache für diese gegensätzlichen Resultate kann zum einen in der Verschiedenheit der Testmethode begründet sein. Braem et al. kam zu seinem Ergebnis mittels der Resonanz-Frequenz-Analyse, ein Verfahren indem die Probe frei schwingen kann. Zum anderen besitzt Tetric Ceram einen deutlich späteren Gelpunkt als Tetric Flow aufgrund dessen (wie bereits oben schon beschrieben) die Anregungsfrequenz einen stärkeren Einfluss auf die sich vernetzende Matrix nehmen kann.

#### **6. 2. 11. Vergleich des Dehnungsverhaltens von Tetric Ceram und Tetric Flow während der dynamischen Messung**

Die Ergebnisse zeigten, dass Tetric Ceram in der initialen und Tetric Flow in der mittleren und finalen Polymerisationsphase eine höhere Dehnbarkeit aufwiesen. Dieses Resultat lässt sich mit dem unterschiedlichen Anteil an Füllkörpern in beiden Materialien erklären, die nicht dehnbar sind. Die Füllerteile von Tetric Ceram und Tetric Flow liegen bei 77,6 und 68,7 Gewichtsprozent (Lendenmann, 2001). Deshalb dürfen die 4mm<sup>3</sup> Probenfläche nicht als Dehnungsgrundlage angesehen werden. Um diesen konstanten Fehler zu vermeiden, müssten bei der korrekten Berechnung der Dehnung der Volumenanteil der Füllkörper vom Gesamtvolumen der Probe abgezogen werden.

### **6. 2. 12. Vergleich von Tetric Ceram mit Tetric Flow in Bezug auf den Speicher- und Verlustmodul**

Der Speichermodul stellt ein Maß für die wiedergewinnbare, bei der Verformung gespeicherte Arbeit dar und entspricht dem elastischen Materialanteil.

Die Kenntnis des Speichermoduls von einem Komposit während der Polymerisation ist wichtig, um den Belastungstransfer der Schrumpfungsspannung auf die adhäsiv vorbehandelte Zahnstruktur verstehen zu können.

Der Verlustmodul ist ein Maß für die nicht wiedergewinnbare, in Wärme umgesetzte Arbeit und entspricht dem nicht elastischen Materialanteil. Diese Wärme kann zum einen die Reaktionsgeschwindigkeit beeinflussen und zum anderen molekulare Umbauprozesse beeinflussen (Rueggeberg, 1994).

Die Ermittlung des Speicher- ( $E'$ ) und Verlustmoduls ( $E''$ ) erfolgte während der Polymerisation der Kompositproben. Dabei entspricht der Speichermodul dem dynamischen E-Modul. Die Verlaufskurven von  $E'$  der Komposite Tetric Ceram und Tetric Flow verzeichneten in den ersten 12,7 und 7,4 Sekunden einen zunächst moderaten Anstieg. Anschließend kann in den folgenden 29,4 und 28,0 Sekunden ein steiler Anstieg beobachtet werden. Es ist anzunehmen, dass während dieser Phase der Polymerisation die meisten Quervernetzungen stattfinden und der visköse Materialanteil deutlich abnimmt. Im späteren Verlauf stiegen die Kurven nur leicht und verliefen nach 52,37 bzw. 50,57 Sekunden fast parallel zur X-Achse und endeten mit einem Wert von 6907,46 bzw. 4523,05 MPa.

In den ersten 19,6 s wurden für das Speichermodul von Tetric Flow höhere Werte als das von Tetric Ceram beobachtet. Eine Erklärung hierfür könnte darin

zu finden sein, dass der höhere Füllkörpergehalt von Tetric Ceram die Vernetzungsvorgänge in den ersten Sekunden behindert.

Die Verlaufskurve von  $E''$  des Materials Tetric Flow stieg in den ersten 1,3 Sekunden leicht an und bildete anschließend ein Plateau. Nach 3,6 Sekunden war ein starker Abfall der Kurve auf -4,31 MPa zu beobachten. In dieser Zeit scheinen große Umbauprozesse von statten zu gehen. Anschließend zeigte die Kurve einen starken Anstieg. Nach 52,4 Sekunden flacht sie deutlich ab und endete mit einem Wert von 1571,19 MPa.

Die Verlaufskurve des Verlustmoduls von Tetric Ceram bildete in den ersten 7,25 Sekunden ein Plateau und sank anschließend auf einen Wert von -4,11 MPa. Danach war ein steiler Anstieg der Kurve zu verzeichnen. Sie endete mit einem Messwert von 2450,45 MPa. Die Ergebnisse des Verlustmoduls zeigen zum einen, dass bei Tetric Ceram mit fortschreitender Polymerisation die unelastischen Materialeigenschaften stärker zunehmen als bei Tetric Flow. Zum anderen werden die zeitlich unterschiedlichen Verläufe der molekularen Umbauprozesse anschaulich dargestellt.

Diese anfänglich im negativen Bereich ermittelten Werte zeigen eine Zugbelastung, die mit zunehmender Polymerisation in eine Druckbelastung übergeht. Eine mögliche Erklärung kann in einer anfänglichen Expansion des Probenmaterials durch die Wärme der Polymerisationslampe gesucht werden.

### **6. 2. 13. Vergleich von Tetric Ceram mit Tetric Flow in Bezug auf den Verlustfaktor Tan Delta**

Der Verlustfaktor Tan Delta macht eine Aussage über die Elastizität eines Materials. Wobei ein hoher Tan Delta-Wert ein Material mit überwiegend nichtelastischen Verhalten charakterisiert.

In diesem Teil der *in vitro*-Studie wurde untersucht, wie sich der Verlustfaktor bei den Kompositen Tetric Ceram und Tetric Flow während des Polymerisationsvorganges verändert.

Tetric Flow verzeichnete in den ersten 1,3 Sekunden einen Abstieg und anschließend einen starken Anstieg im Kurvenverlauf. Nach 10,42 Sekunden flachte die Kurve deutlich ab und nach 22,67 Sekunden war nur noch ein ganz geringer Kurvenanstieg zu beobachten. Die Messung endete mit einem Wert von 10,3457l.

Tetric Ceram hingegen zeigte in den ersten 7,09 Sekunden einen raschen Kurvenanstieg. In den darauf folgenden 2,65 Sekunden bildete der Kurvenverlauf ein Plateau. Danach konnte ein starker Anstieg verzeichnet werden, der nach 22,89 Sekunden Messzeit abflachte und die Kurve mit einem Wert von 10,3436l enden ließ. Aus diesen Ergebnissen schließend, unterscheiden sich beide Materialien nicht bezüglich ihres Verlustfaktors. Doch anhand der unterschiedlichen Kurvenverläufe lässt sich eine Aussage über die molekularen Umbauprozesse während der Polymerisationsreaktion treffen. Bei Tetric Flow beginnt die Bildung und Vernetzung der Polymerketten zu einem sehr frühen Zeitpunkt. Damit wird deutlich, dass vor allem in den ersten Sekunden der Postgelphase ein großer Teil der zugeführten Energie für molekulare Umbauprozesse genutzt wird.

Hinzu kommt, dass diese Reaktionen bei Tetric Flow schneller von statten gehen. Diese Erkenntnisse erklären die kürzere Prägelfase dieses Materials. Tetric Ceram hingegen verzeichnet in seinem Kurvenverlauf ein Plateau, was als kurze Stagnation der Umbauprozesse interpretiert werden kann, da aufgrund des höheren Füllergehaltes die Bewegung der Polymerketten behindert wird.

## 7. Schlussfolgerungen

Durch die Auswertung der Ergebnisse konnten folgende Schlussfolgerungen gezogen werden:

Die Schrumpfkraft von Kompositmaterialien werden nicht nur durch das Molekulargewicht und die Konsistenz des Monomers, die Menge und den Typ des reagierenden Initiators sowie den Grad der Durchhärtung des Materials beeinflusst.

Die in der Matrix enthaltenen **Füllkörper** bzw. **Füllkörperkomplexe** bewirken eine **Behinderung der Polymerkettenbewegungen** und eine damit verbundene schlechtere Kompensierbarkeit der Polymerisationsspannung. Die Größe der Füllpartikel spielt dabei eine wesentliche Rolle, da ein großer Füllkörper mit mehr Monomermolekülen Esterverbindungen eingehen kann. Nach dem Start der Polymerisationsreaktion bilden all diese Moleküle Polymerketten aus, die aufgrund der Trägheit des Füllkörpers in ihrer Flexibilität behindert werden bzw. sich gegenseitig in ihren Bewegungen behindern. Die entstehenden Spannungen können dadurch schlechter durch ein Nachfließen des Materials kompensiert werden.

Die Ergebnisse der Untersuchung des **Einflusses der C-Faktoren** auf die Schrumpfkraft- bzw. Stressentwicklung im Kompositmaterial bestätigte das von Watts et al. formulierte rheologische Phänomen. Bei welchen umso mehr nonaxiale Kraftvektoren entstehen, desto kleiner der Quotient des Verhältnisses der gebundenen Fläche zu der ungebundenen Fläche ausfällt. Diese **nonaxial wirkenden Vektoren verringern die axial ausgerichtete Schrumpfkraft**. Des weiteren wird eine Zunahme der Größe von axial wirkenden Schrumpfkraftvektoren bei steigendem Abstand der Probenhalter bzw. bei steigendem Probenvolumen beschrieben.

In einer weiteren **Untersuchung** wurde bei dem **C-Faktor 1,0** die Größe der Adhäsivflächen variiert. Es sollte geklärt werden, welchen Einfluss die zwei unterschiedlichen Variationen des C-Faktors 1,0 auf die Polymerisations-schrumpfung ausübten. Aus den Ergebnissen lässt sich folgendes schlussfolgern:

1. Mit **steigendem Probenvolumen** läuft durch die entstehende exotherme Reaktionswärme die **Polymerisationsreaktion schneller** ab. Die daraus resultierenden **Spannungen** sind **größer**, da weniger Zeit zum Nachfließen des Materials zur Verfügung steht.
2. Bei der kompensierten Messmethode wird das Materialgefüge beeinträchtigt.

Die während einer **Langzeitmessung** untersuchte Entwicklung der Polymerisationsschrumpfung von Tetric Ceram und Tetric Flow zeigte in den ersten 60 Sekunden der Messung bei Tetric Flow eine höhere Schrumpfkraft. Nach 300 Sekunden unterschieden sich die Werte für beide Materialien nur geringfügig, wobei die von Tetric Ceram mit der kompensierten Messmethode etwas höher lagen. **Nach einer Stunde Messzeit überstiegen die Kraftwerte von Tetric Ceram deutlich die von Tetric Flow unabhängig** von der verwendeten Messmethode. Dieses Ergebnis kann mit der Annahme begründet werden, dass die Füllkörper für die Quervernetzung im Material eine Behinderung darstellen und somit niedrig gefüllte Komposite diese Vernetzung schneller vornehmen können.

Um die **Frequenzabhängigkeit des dynamischen E-Moduls** zu untersuchen, wurde die Anregungsfrequenz mit 2 Hz, 5 Hz und 10 Hz variiert. Bei den dabei ermittelten Resultaten stehen Speichermodul bzw. dynamisches E-Modul in einer umgekehrten Abhängigkeit zur gewählten Anregungsfrequenz.

Eine mögliche Erklärung dafür könnte sein, dass die **Höhe der Anregungsfrequenz** einen **Einfluss** auf die **Polymerkettenlänge** ausübt. So

verfügen die Monomermoleküle bei einer langsameren Anregungsfrequenz über mehr Zeit für das Kettenwachstum und deren Quervernetzung. Nach Kunzelmann korreliert die Länge der Polymerketten mit der Höhe des Elastizitätsmodules.

Die **Bestimmung des dynamischen E-Moduls** (Zugbelastung auf die Matrix) für Tetric Ceram und Tetric Flow erfolgte mit einer Anregungsfrequenz von 2 Hz. Die dabei ermittelten Werte entsprachen ca. 64,59 % und 49,58 % des statischen E-Moduls (Druckbelastung auf Matrix und Füller). Aufgrund des größeren Füllergehaltes wurden für Tetric Ceram mit der statischen und dynamischen Methode höhere E-Modul-Werte ermittelt.

Die **Ergebnisse des Verlustmoduls** zeigten, dass bei Tetric Ceram mit fortschreitender Polymerisation die unelastischen Materialeigenschaften stärker zunehmen als bei Tetric Flow. Beide Materialien unterschieden sich nicht bezüglich ihres Verlustfaktors. Doch anhand der unterschiedlichen Kurvenverläufe lässt sich eine Aussage über die molekularen Umbauprozesse während der Polymerisationsreaktion treffen. Bei Tetric Flow beginnt die Bildung und Vernetzung der Polymerketten zu einem sehr frühen Zeitpunkt. Damit wird deutlich, dass vor allem in den ersten Sekunden der Postgelphase ein großer Teil der zugeführten Energie für molekulare Umbauprozesse genutzt wird.

Dazu kommt, dass diese Reaktionen bei Tetric Flow schneller vonstatten gehen. Diese Erkenntnisse erklären die kürzere Prägelphase dieses Materials. Tetric Ceram hingegen verzeichnet in seinem Kurvenverlauf ein Plateau, was als kurze Stagnation der Umbauprozesse interpretiert werden kann, da aufgrund des höheren Füllergehaltes die Bewegung der Polymerketten behindert wird.

## 8. Zusammenfassung

Die wachsende Nachfrage der Patienten nach natürlicher Ästhetik und minimal-invasiven, amalgamfreien Restaurationsmöglichkeiten hat in den letzten Jahren zum routinemäßigen Einsatz von lichthärtenden Materialien in den Zahnarztpraxen geführt. Mit Kompositen, Kompomeren und Ormoceren können heute alle Kavitätenklassen versorgt werden. Die physikalischen Eigenschaften dieser Materialien wurden in der letzten Dekade wesentlich verbessert. Dabei konnte jedoch das Problem der Polymerisationsschrumpfung bisher nicht zufrieden stellend gelöst werden. Durch interne Materialspannungen kann es insbesondere zum Versagen des Haftverbundes Kavitätenwand/Füllungsmaterial und zur Bildung von Randspalten kommen.

Um mehr Einsicht in die Problematik der Polymerisationsschrumpfung zu gewinnen, konzentriert sich die Forschung gegenwärtig auf die Untersuchung des viskoelastischen Verhaltens der Kompositmaterialien.

Für diesen Zweck wurde an der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie der LMU-München im Rahmen einer Diplomarbeit der Stress-Strain-Analyser entwickelt. Mit Hilfe der in diesem Gerät implementierten Messprogramme kann zum einen die Polymerisationsschrumpfung durch zwei unterschiedliche Messmethoden (mit/ohne Kompensation der Compliance des Messaufbaus) gemessen und zum anderen das viskoelastische Verhalten von Füllungsmaterialien näher untersucht werden.

Im Rahmen der Vorversuche wurden für die Materialien Definite, Tetric Ceram, Tetric Flow und Charisma die entstehenden Kontraktionskräfte und -spannungen, die Längen der Prägelphasen, die absoluten und relativen Schrumpfraten sowie die Intervalle der größten Schrumpfungsentwicklung unter Verwendung der unkompensierten Messmethode bestimmt.

Der Hauptteil dieser Arbeit lässt sich danach in zwei Untersuchungsabschnitte gliedern.

Dabei werden im ersten Abschnitt die Untersuchungen für die C-Faktoren 0,5; 0,8; 1,0; 1,2 und 2,4 auf Grundlage der gleichen Parameter wie in den Vorversuchen für beide Messmethoden und die Materialien Tetric Ceram und Tetric Flow dargestellt.

Im zweiten Abschnitt dieser Arbeit stehen mit Hilfe der dynamischen Messmethode die Ermittlung des Speicher-, Elastizitäts- und Verlustmoduls sowie des Verlustfaktors für beide Materialien im Mittelpunkt. Des weitern interessierte der Einfluss der Anregungsfrequenz auf die Untersuchungsergebnisse.

Für die statistische Auswertung der gewonnenen Daten wurde die Statistik-Software SPSS für Windows verwendet. Die Messergebnisse wurden in den jeweiligen Gruppen einem gepaarten T-Test und anschließend einer Varianzanalyse (ANOVA = Analysis of Variance) mit nachgeschalteter Tukey-HSD-Korrektur unterzogen.

Durch die Auswertung der Untersuchungsergebnisse konnten folgende Feststellungen getroffen werden:

Die Schrumpfkraft von Kompositmaterialien werden u. a. maßgeblich von den Füllkörper und deren Verteilung beeinflusst, da sie eine Behinderung der Polymerkettenbewegungen bewirken. Die Größe der Füllpartikel spielt dabei eine wesentliche Rolle, da ein großer Füllkörper mit mehr Monomermolekülen Esterverbindungen eingehen kann. Nach dem Start der Polymerisationsreaktion bilden all diese Moleküle Polymerketten aus, die aufgrund der Trägheit des Füllkörpers in ihrer Flexibilität behindert werden bzw. sich gegenseitig in ihren Bewegungen behindern. Die entstehenden Spannungen können deshalb schlechter durch ein Nachfließen des Materials kompensiert werden.

Die Ergebnisse der Untersuchung des Einflusses der C-Faktoren auf die Schrumpfkraft- bzw. Stressentwicklung im Kompositmaterial bestätigte das von Watts et al. formuliertes rheologisches Phänomen. Bei welchen umso mehr nonaxiale Kraftvektoren entstehen, desto kleiner der Quotient des Verhältnisses der gebundenen Fläche zu der ungebundenen Fläche ausfällt. Diese nonaxial wirkenden Vektoren verringern die axial ausgerichtete Schrumpfkraft. Des weiteren wird eine Zunahme der Größe von axial wirkenden Schrumpfkraftvektoren bei steigendem Abstand der Probenhalter bzw. bei steigendem Probenvolumen beschrieben.

Die Annahme, dass die durch die kompensierte und unkompensierte Messmethode ermittelten Daten deutliche Unterschiede aufweisen, konnte bestätigt werden. Des weiteren zeigten die Resultate der vorliegenden Untersuchung, dass die mit der kompensierten Messmethode ermittelten Daten vergleichbar sind mit denen anderer Laboratorien.

Um eine Aussage über die Entwicklung der längerfristigen Polymerisations-schrumpfung treffen zu können, wurden Langzeitmessungen über einen Zeitraum von acht Stunden durchgeführt.

Dabei zeigte Tetric Flow in den ersten 60 Sekunden der Messungen eine höhere Schrumpfkraft. Nach 300 Sekunden hatten sich die Werte für beide Materialien weitgehend angeglichen. Eine Stunde nach Beginn der Untersuchungen überstiegen die Kraftwerte von Tetric Ceram deutlich die von Tetric Flow.

Dieses Ergebnis lässt sich dadurch erklären, dass die Füllkörper für die Bewegung der Polymerketten und die Quervernetzung im Material eine Behinderung darstellen und deshalb niedrig gefüllte Komposite diese Vernetzung schneller vornehmen können.

Bei den dynamischen Messungen wurde zunächst durch Variation der Anregungsfrequenz die Frequenzabhängigkeit des Speichermoduls untersucht. Ausgehend von den ermittelten Resultaten stehen Speichermodul bzw.

dynamisches E-Modul in einer umgekehrten Abhängigkeit zur gewählten Anregungsfrequenz. Eine mögliche Erklärung könnte sein, dass die Anregungsfrequenz einen Einfluss auf die Polymerkettenlänge ausübt. So verfügen die Monomermoleküle bei einer langsamen Anregungsfrequenz über mehr Zeit für das Kettenwachstum und deren Quervernetzung. Nach Kunzelmann korreliert die Länge der Polymerketten mit der Höhe des Elastizitätsmoduls.

Die Bestimmung des dynamischen E-Moduls für Tetric Ceram und Tetric Flow erfolgte mit einer Anregungsfrequenz von 2 Hz.

Die dabei ermittelten Werte entsprachen ca. 64,59 % und 49,58 % des statischen E-Moduls. Aufgrund des größeren Füllergehaltes wurden für Tetric Ceram mit der statischen und dynamischen Methode höhere E-Modul-Werte gemessen.

Die Ergebnisse des Verlustmoduls zeigen, dass bei Tetric Ceram mit fortschreitender Polymerisation die unelastischen Materialeigenschaften stärker zunehmen als bei Tetric Flow. Beide Materialien unterschieden sich jedoch nicht bezüglich ihres Verlustfaktors. Doch anhand der unterschiedlichen Kurvenverläufe lässt sich eine Aussage über die molekularen Umbauprozesse während der Polymerisationsreaktion treffen. Bei Tetric Flow beginnt die Bildung und Vernetzung der Polymerketten zu einem vergleichsweise sehr frühen Zeitpunkt. Vor allem in den ersten Sekunden der Prägelpase wird ein großer Teil der zugeführten Energie für molekulare Umbauprozesse genutzt.

Tetric Ceram hingegen verzeichnet in seinem Kurvenverlauf ein Plateau, das als kurze Stagnation der Umbauprozesse interpretiert werden kann, da aufgrund des höheren Füllergehaltes die Bewegung der Polymerketten behindert wird.

Durch die Bestimmung des Speicher- und Verlustmoduls sowie des Verlustfaktors und deren Verlaufskurven vor allem in den ersten Sekunden des Härteprozesses war es möglich, präzisere Informationen über das visko-

elastische Verhalten der Komposite zu gewinnen. Über diese Phase konnte aufgrund ihrer geringen Polymerisationsrate mit herkömmlichen Untersuchungsmethoden (Linometer oder Universalprüfmaschine) bisher keine expliziten Aussagen getroffen werden. Deshalb stellt die dynamische Messmethode eine wertvolle Ergänzung in der Analyse der Polymerisationsschrumpfung dar. Der Einfluss der Anregungsfrequenz auf die Untersuchungsparameter muss dabei noch in weiteren Untersuchungen geklärt werden.

## 9. Literaturverzeichnis

Abe Y., Lambrechts P., Inoue S., Braem M. J. A., Takeuchi M., Vanherle G., van Meerbeek B.  
Dynamic elastic modulus of packable composites.  
*Dent Mater* 17: 520-525, 2001

Alster D., Feilzer A.J., De Gee A.J., Davidson C.L.  
Polymerization contraction stress in thin resin composite layers as a funktion of layer thickness.  
*Dent Mater* 13:146-150, 1997

Arnold Ch.  
Zum aktuellen Stand der Dentinhaftvermittlung und die fluoreszenzmikroskopische Beurteilung adhäsiver Füllungsrande.  
*Dissertationsarbeit*, LMU-München, 1996

Asmussen E., Peutzfeldt A.  
Influence of UEDMA, BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites.  
*Dent. Mater* 14:51-56, 1998

Asmussen E.  
Factors affecting the quantity of remaining double bonds in restorative resin polymers.  
*Skand J Dent Res* 90:490 – 489, 1982a

Asmussen E., Peutzfeldt A.  
Mechanical properties of heat treated restorative resins for use in the inlay/onlay technique.  
*Skand J Dent Res* 98:564 – 567, 1990

Balkenhol M.  
Lichtpolymerisation und Lichtmessung.  
*DS* 3:36

Bandyopadhyay S.  
A Study of the volumetric setting shrinkage of some dental materials.  
*J Biomedical Mater Res* 16:135-144, 1982

Bausch J.R., Kees de Lange, Davidson C.L., Peters A.  
Clinical significance of polymerization shrinkage of composites resins.  
*J Prosthet Dent* 48:59-67, 1982

Becker E.  
Fluoreszenzmikroskopie-Grundlagen, Instrumente, Anwendungen.  
*Wild Leitz GmbH, Wetzlar*, 1994

Braem M., Davidson C. L., Vanherle G., van Doren V., Lambrechts P.  
The relationship between test methodology and elastic behavior of composites.  
*J Dent Res* 66: 1036-1039, 1987

Byerley T. J., Eick J. D. , Chen G. P., Chappelow C. C., Millich F.  
Synthesis and polymerization of new expanding dental monomers.  
*Dent Mater* 8:345-350, 1992

Chen H.Y., Manhardt J., Hickel R., Kunzelmann K-H.  
Polymerization contraction stress in light-cured packable composite resins.  
*Dent. Mater* 17:253-259, 2001

Davidson C.L., De Gee A.J.  
Relaxation of Polymerization Contraction Stresses by Flow in Dental Composites.  
*J Dent Res* 63:146-148, 1984

De Gee A.J., Davidson C.L.  
A modified dilatometer for continuous recording of volumetric polymerization shrinkage of composite restorative materials.  
*Journal of Dentistry* 9:36-42, 1981

Dauvillier B.S., Feilzer A.J., De Gee A.J., Davidson C.L.  
Visco-elastic Parameters of Dental Restorative Materials during Setting.  
*J Dent Res* 79:818-823, 2000

Dauvillier B.S.  
Visco-elastic Behavior of Dental Restorative Composites During Setting  
Dissertation, 2001

Davidson C.L., De Gee A.J., Feizer A.J.  
The Competition between the Composite – Dentin Bond Strength and the Polymerization Contraction Stress.  
*J Dent Res* 63:1396-1399, 1984

Davidson C.L., De Gee A.J.  
Relaxation of Polymerization Contraction Stresses by Flow in Dental Composites.  
*J Dent Res* 63:146-148, 1984

Davidson C.L.  
Resisting the curing contraction with adhesive composites.  
*J Prosthet Dent* 55:446-447, 1986

Davidson C.L., Feizer A.J.  
Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer – based restoratives.  
*J Dent* 25:435-440, 1997

De Gee A.J., Feilzer A.J., Davidson C.L.  
Curing contraction of composites and glass-ionomer cements.  
*J Prosthet Dent* 59:297-300, 1988

De Gee A.J., Feilzer A.J., Davidson C.L.  
Increased Wall – to – Wall Curing Contraction in Thin Bonded Resin Layers.  
*J Dent Res* 68:48-50, 1989

De Gee A.J., Feilzer A.J., Davidson C.L.  
True linear polymerisation shrinkage of unfilled resins and composites determined with a linometer.  
*Dent Mater* 9:11-14, 1993

Dullin P.  
Entwicklung eines Mess – Systems zur Untersuchung des Polymerisations-  
verhaltens von zahnmedizinischen Kompositfüllungswerkstoffen.  
*Diplomarbeit*, 1998

Eick J. D., Byerley T. J., Chappell R. P., Chen G. R., Bowles C. Q.,  
Chappelow C. C.  
Properties of expanding SOC/epoxy copolymers for dental use in dental composites.  
*Dent Mater* 9:123-127, 1993

Feilzer A.J., Dooren L.H., De Gee A.J., Davidson C.L.  
Influence of light intensity on polymerization shrinkage and integrity of restoration-cavity interface.  
*Eur J Oral Sci* 103:322-326, 1995

- Feilzer A.J., De Gee A.J., Davidson C.L.  
Setting stress in Composite Resin in Relation to Configuration of the Restoration.  
*J Dent Res* 66:1636-1639, 1987
- Ferracane J.L.  
Materials in Dentistry: Principles and Applications.  
*Lippincott Williams & Wilkins*, 2001
- Ferracane J.L.  
Current Trends in Dental Composites.  
*Crit Rev Oral Biol Med* 6:302-318, 1995
- Geiger S.B., Gulayev S., Weiss E.I.  
Improving fissure sealant quality: mechanical preparation and filling level.  
*J Dent* 28:407-412, 2000
- Goldmann M.  
Polymerization shrinkage of resin – based restorative materials.  
*Australian Dental Journal* 28:156-161, 1983
- Hickel, Kunzelmann, Lambrechts, Perdigão, Vanherle, Van Meerbeek, Frankenberger, De Munck  
Die Adhäsivtechnologie: Ein Leitfaden für Theorie und Praxis.  
*3M Espe*, 2001
- Hellwig, Klimek, Attin  
Einführung in die Zahnerhaltung.  
*Urban & Schwarzenberger*, 1995
- Hussey D.L., Biagioni P.A., Lamey P.-J.  
Thermographic measurement of temperature change during resin composite polymerization in vivo.  
*J Dent* 23:267-271, 1995
- Imazato S., Torii M., Tsuchitani Y., Mcgabe J. F., and Russel R. R. B.  
Incorporation of Bacterial Inhibitor into Resin Composite.  
*J Dent Res* 73:1437-1443, 1994
- Imazato S., McCabe J. F.  
Influence of Incorporation of Antibacterial Monomer on Curing Behavior of a Dental Composite.  
*J Dent Res* 73:1641-1645, 1994

- Kunzelmann K.-H.  
Persönliche Mitteilung, 2003
- Kunzelmann K.-H., Hickel R.  
Spannungsentwicklung durch Polymerisationsschrumpfung bei Komposit – Klebern.  
*Dtsch Zahnärztl Z* 45:699-700, 1990
- Labella R., Lambrechts P., van Meerbeek B., Vanherle G.  
Polymerization shrinkage and elasticity of flowable composites and filled adhesives.  
*Dent Mater* 15: 128-137
- Lai J.H., Johnson A.E.  
Measuring polymerization shrinkage of photo – activated restorative materials by a water – filled dilatometer.  
*Dent Mater* 9:139-143, 1993
- Lendenmann U.  
Wissenschaftliche Dokumentation Tetric Ceram/ Tetric Flow/ Tetric Chroma.  
*Wissenschaftlicher Dienst, F&E Vivadent*, 2001
- Manhart J., Chen H. Y., Kunzelmann K.-H., Hickel R.  
Werkstoffkundliche Charakterisierung eines Füllungsmateriales auf Ormocer-Basis.  
*ZMK* 12: 807-812, 1999
- Matschinske U., Tappe A., Sandner B.  
Zur Polymerisationschrumpfung von Kompositen.  
*Zahn- Mund- Kieferheilkd* 77: 783-789, 1989
- Mehl A., Hickel R., Kunzelmann K.-H.  
Physical properties and gap formation of light – cured composites with and without softstart – polymerization.  
*J Dent* 25:321-330, 1997
- Meredith N.  
Determination of the elastic modulus of resin based materials as a function of resonance frequency during polymerization  
*Dent Mater* 15: 98-104
- Miguel A., de la Macorra J.C.  
A predictive formula of the contraction stress in restorative and luting materials attending to free and adhered surfaces, volume and deformation.

*Dent Mater* 17:241-246, 2001

Nover U.  
Komposit-Füllungen: Lassen sich Schrumpfungen verhindern?  
*Z Bay* 4:36, 2000

Oehri P.  
Compoglass F/Compoglass Flow.  
*Wissenschaftlicher Dienst*, Vivadent, 1998

Parsa M. A.  
Marginale Adaptation von Kompositen und Ormoceren in direkten Klasse-II-Kavitäten in Abhängigkeit von verschiedenen Verarbeitungskonzepten.  
*Dissertation*, LMU-München, 2000

Puckett A. D., Smith R.  
Method to measure the polymerization shrinkage of light – cured composites.  
1992

Rosin M.  
Ormocere  
*Spitta Verlag*, 2000

Rueggeberg F.  
Measurement and Meaning of Glass Transitions in Dental Resin Systems.  
*IADR*, 1994

Sabbagh J., Vreven J., Leloup G.  
Dynamic and static moduli of elasticity of rein-based materials.  
*Dent Mater*: 18 64-71, 2002

Setzer M. J.  
Materialwissenschaftliche Grundlagen  
*Scriptum*, 2003

Silikas N., Eliades G., Watts D. C.  
Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain.  
*Dent. Mater*: 16 292-296, 2000

Stoll R., Kook K., Kunzelmann K. H., Zöfel P., Stachniss V.  
Influence of a High Speed Polymerization Method on the Marginal integrity of Two-surface Composite Fillings in Black Class II cavities.

*Original Artikel*, 1999

Suliman A. A., Boyer D. B., Lakes R. S.  
Interferometric Measurements of cusp Deformation of Teeth Restored with Composites.  
*J Dent Res* 72:1532-1536, 1993

Suliman A. A., Boyer D. B., Lakes R. S.  
Polymerization shrinkage of composite resin: Comparison with tooth deformation.  
*J Prosthet Dent* 71:7-12, 1994

Sakaguchi R.L., Sasik C.T., Bunczak M.A., Douglas W.H.  
Stain gauge method for measuring polymerization contraction of composite restoratives.  
*J Dent* 19:312-316, 1991

Sakaguchi R. L., Shah N. C., Ferracane Jach L., Borgersen Svann E.  
Dynamic mechanical analysis of storage modulus development in light-activated polymer matrix composites.  
*Dent Mater* 18:197-202, 2002

Tay F.R.  
Resin adhesion to hard tooth structures.  
*Course*, 1998

Unterbrink G.L., Muessner R.  
Influence of light intensity on two restorative systems.  
*J Dent* 23:183-189, 1995

Versluis A., Tantbirojn D., Douglas W.H.  
Do dental composites always shrink toward the light?  
*J Dent Res* 77:1435-1445, 1998

Versluis A., Douglas W. H., Cross M., Sakaguchi R. L.  
Does an Incremental Filling Technique Reduce Polymerization Shrinkage Stresses?  
*J Dent Res* 75:871-878, 1996

Watts D.C., Cash A.J.  
Determination of polymerization shrinkage kinetics in visible light – cured materials: methods development  
*Dent Mater* 7:281-287, 1991

Watts D.C., Cash A.J.

Kinetic measurements of photo – polymerization contraction in resins and composites.

*Meas Sci Technol* 2: 788-794, 1991

Watts D.C., Marouf A. S., Al-Hindi A. M.

Photo-polymerization shrinkage-stress kinetics in resin-composites: methods development.

*Dent. Mater* 19: 1-11, 2003

Xu H.H.K., Martin T.A., Antonucci J.M., Eichmiller F.C.

Ceramic whiskers reinforcement of dental resin composites.

*J Dent. Res* 78:706-712, 1999

Xu H.H.K.

Dental composite resin containing silica-fused ceramic single-crystalline whiskers with various filler levels.

*J Dent. Res* 78:1304-1311, 1999

Zeeck,

Chemie für Mediziner.

*Urban & Schwarzenberg*, 1992

Zimmermann M.

Aufbiegung von mod-Füllungen in mesio-distaler Richtung bei Einwirkung von Kräften parallel zur Zahnachse.

*Dissertation an der freien Universität Berlin*, 1985

## 10. Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen

C-Faktor	Configuration-Faktor
E	Elastizitätsmodul
E*	komplexes Elastizitätsmodul
E'	Speichermodul
E''	Verlustmodul
$\delta$	Phasenverschiebung
$\sigma$	Zugspannung
$\varepsilon$	Dehnung
$\Delta L_{kal}$	Längenänderung des Kalibrierstücks
$\Delta L_M$	Nachgiebigkeit des Messrahmens
$\Delta L$	Längenänderung des Gesamtsystems
$\Delta L_{St}$	Längenänderung des Stahlstücks
$S_0$	Querschnitt
$L_0$	Anfangsmesslänge
L1	Ersatzmesslänge
L2	Ersatzmesslänge
$S_1$	Ersatzquerschnitt
$S_2$	Ersatzquerschnitt
K	Steigung der Regressionsgeraden
L	Messlänge
F	Zugkraft
oG	ohne Gegenregulation
mG	mit Gegenregulation

## 11. Danksagung

An dieser Stelle möchte ich all denen danken, die das Zustandekommen dieser Arbeit ermöglicht haben.

Mein besonderer Dank gilt vor allem Herrn Prof. Dr. Kunzelmann. Zum einen für die Überlassung des Dissertationsthemas und zum anderen für die hervorragende Betreuung und Unterstützung meiner Arbeit.

Herrn Prof. Dr. Hickel möchte ich für die Nutzung der Ressourcen der Poliklinik für Zahnerhaltung und Parodontologie danken, die für die Erstellung dieser Arbeit notwendig waren.

Frau Nicoletta Ilie danke ich herzlichst für ihre fachkompetente und motivierende Unterstützung meiner Arbeit.

Herrn Wolfram Gloger und Herrn Thomas Obermeier danke ich für die nachsichtige Betreuung und Unterstützung in allen Computerfragen.

Meiner Mutter und meinen Lebensgefährten Peter Päselt danke ich für ihr Verständnis und ihrer Unterstützung während des Anfertigens meiner Arbeit.

Mein ganz besonders herzlichen Dank gilt Herrn Dr. Dr. Michael Fassbender, der meinen bisherigen Werdegang entscheidend geprägt hat.

## 12. Lebenslauf

### Angaben zur Person

Name: Sabine Uhlig  
 Anschrift: Elsenheimerstr. 20 RG  
 80687 München  
 Tel.: 089/579 689 55  
 Handy 0179/795 3498  
 Geburtsdatum: 28. 08. 1968  
 Geburtsort: Dresden  
 Familienstand: Ledig  
 Staatsangehörigkeit: Deutsch

### Schulische Ausbildung

1975 – 1985 Polytechnische Oberschule in Dresden  
 1991 – 1993 Berufsoberschule München  
 1993 – 1994 Institut Francaise München  
 1994 – 1995 Cours de Civilisation Francaise de la Sorbonne, Paris  
 1995 Abschluss: Allgemeine Hochschulreife

### Berufsausbildung/Studium

1985 – 1988 Medizinische Fachschule Dresden für ZMA  
 1995 – 2001 Studium der Zahnmedizin an der Ludwig-Maximilians-Universität, München

### Berufspraxis

1988 – 1991 Tätigkeit als ZMA  
 1.10.2001 - 31. 3.2003 Tätigkeiten als Assistenz Zahnärztin  
 seit 10. 08. 2004 selbständig tätig in Heimstetten