

AUS DEM LEHRSTUHL FÜR ZAHNÄRZTLICHE PROTHETIK
PROF. DR. GERHARD HANDEL
DER MEDIZINISCHEN FAKULTÄT
DER UNIVERSITÄT REGENSBURG

**Dynamisch Mechanische Analyse an dentalen kunststoffbasierten
Werkstoffen**

INAUGURAL-DISSERTATION
ZUR ERLANGUNG DES DOKTORGRADES
DER ZAHNMEDIZIN

DER
MEDIZINISCHEN FAKULTÄT
DER UNIVERSITÄT REGENSBURG

VORGELEGT VON
VERONIKA FLEISCHMANN

2010

AUS DEM LEHRSTUHL FÜR ZAHNÄRZTLICHE PROTHETIK
PROF. DR. GERHARD HANDEL
DER MEDIZINISCHEN FAKULTÄT
DER UNIVERSITÄT REGENSBURG

**Dynamisch Mechanische Analyse an dentalen kunststoffbasierten
Werkstoffen**

INAUGURAL-DISSERTATION
ZUR ERLANGUNG DES DOKTORGRADES
DER ZAHNMEDIZIN

DER
MEDIZINISCHEN FAKULTÄT
DER UNIVERSITÄT REGENSBURG

VORGELEGT VON
VERONIKA FLEISCHMANN

2010

DEKAN:

1. BERICHTERSTATTER:

2. BERICHTERSTATTER:

TAG DER MÜNDLICHEN PRÜFUNG:

PROF. DR. BERNHARD WEBER

PROF. DR. GERHARD HANDEL

PD DR. ANDREAS FALTERMEIER

04. MAI 2010

Hinweis:

Die im Text genannten Gebrauchsnamen, Handelsnamen und Warenbezeichnungen sind zum Teil patent- und urheberrechtlich geschützt. Aus dem Fehlen eines besonderen Hinweises beziehungsweise des Zeichens ® darf nicht geschlossen werden, dass kein Schutz besteht.

INHALTSVERZEICHNIS

1 EINLEITUNG	Seite 8
2 GRUNDLAGEN ZUM MATERIAL	Seite 9
2.1 Komposite	Seite 10
<u>2.1.1 Anwendung</u>	Seite 11
<u>2.1.2 Aufbau</u>	Seite 11
2.1.2.1 Organische Matrix	Seite 12
2.1.2.2 Füllstoffe	Seite 21
2.1.2.3 Verbundphase	Seite 25
2.2 Kompomere	Seite 26
<u>2.2.1 Anwendung</u>	Seite 26
<u>2.2.2 Aufbau</u>	Seite 26
3 GRUNDLAGEN ZUR DYNAMISCH MECHANISCHEN ANALYSE	Seite 28
3.1 Viskoelastizität	Seite 28
3.2 Glasübergangstemperatur	Seite 30
3.3 DMA-Messprinzip	Seite 33
4 MATERIAL UND METHODEN	Seite 37
4.1 Aufgabenstellung	Seite 37
4.2 Verwendete Materialien	Seite 37
4.3 Verwendete Geräte	Seite 46
4.4 Messmethode	Seite 48
4.5 Auswertung	Seite 48

5 ERGEBNISSE	Seite 50
5.1 Monomere	Seite 50
5.2 Experimentelle Materialien	Seite 52
5.3 Vergleich nach Verwendungszweck	Seite 55
5.4 Stumpfaufbaumaterialien	Seite 56
5.5 Verblendmaterialien	Seite 58
5.6 Restaurative Materialien	Seite 66
6 DISKUSSION	Seite 78
6.1 Diskussion der Methodik	Seite 78
6.2 Diskussion der Ergebnisse	Seite 80
<u>6.2.1 Einfluss der Temperatur</u>	Seite 80
<u>6.2.2 Einfluss von Füllstoffen</u>	Seite 83
6.2.2.1 Korngröße	Seite 84
6.2.2.2 Füllstoffgehalt	Seite 85
<u>6.2.3 Einfluss des Monomersystems</u>	Seite 88
<u>6.2.4 Einfluss des Polymerisationsverfahrens</u>	Seite 92
<u>6.2.5 Vergleich der Materialien innerhalb einer Werkstoffklasse</u>	Seite 97
6.2.5.1 Stumpfaufbaumaterialien	Seite 97
6.2.5.2 Verblendmaterialien	Seite 97
6.2.5.3 Restaurative Materialien	Seite 98
7 ZUSAMMENFASSUNG	Seite 103
8 LITERATURVERZEICHNIS	Seite 105
9 ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS	Seite 114
10 FORMELZEICHENVERZEICHNIS	Seite 115
11 LEBENSLAUF	Seite 116
12 DANKSAGUNG	Seite 117

1 EINLEITUNG

Dentale Werkstoffe unterscheiden sich in ihrer chemischen Zusammensetzung. Daraus resultieren Differenzen in den mechanisch-physikalischen und chemischen Eigenschaften wie Druck-, Zug- und Biegefestigkeit, Vickers-Härte, linearer thermischer Ausdehnungskoeffizient, Elastizitätsmodul, Wasseraufnahme, Löslichkeit und Polymerisationsschrumpfung. Die vorliegende Arbeit widmete sich insbesondere dem viskoelastischen Verhalten dentaler Komposite und Kompomere bei unterschiedlicher Belastung und Temperatur. Kenngröße dafür ist der sogenannte komplexe Modul. Er spiegelt das bivalente Verhalten der Kunststoffe, einerseits das von Flüssigkeiten, andererseits das von Festkörpern wider. Wird einem Kunststoff durch Belastung Energie zugeführt, wird ein Teil davon in Wärme umgewandelt und geht somit verloren. Den anderen Teil der Energie speichert das Material, um nach Beenden der Belastung seine ursprüngliche Form wiedereinzunehmen. Der komplexe Modul setzt sich aus dem Speichermodul, entsprechend dem elastischen Anteil (Festkörper), und dem Verlustmodul, entsprechend dem viskösen Anteil (Flüssigkeit), zusammen. Das Verhältnis beider Module zueinander wird durch den Verlustfaktor $\tan \delta$ beschrieben. Ein Verfahren, um dieses viskoelastische Verhalten zu messen, nennt man „Dynamisch mechanische Analyse“ (DMA). Die mechanischen Eigenschaften eines Materials werden nicht unter statischen Bedingungen bestimmt, sondern Temperatur und/oder Frequenz der aufgebrachten, oszillierenden Schwingung verändern sich stetig. Die DMA liefert Informationen, innerhalb welcher Temperaturen Kunststoffe angewendet und verarbeitet werden können und beschreibt ihr Fließ- und Relaxationsverhalten. Das DMA-Messergebnis lässt Rückschlüsse zu, welche Polymere ein Kunststoff enthält und wie diese Polymere miteinander verknüpft sind. In der vorliegenden Arbeit wurden Materialien untersucht, die bereits in der Zahnmedizin angewendet werden. Darunter fallen zahlreiche restaurative Komposite und Kompomere, Stumpfaufbaumaterialien und Verblendwerkstoffe. Außerdem wurden die Einzelbausteine der Kunststoffe, die Monomere, untersucht. Hauptaufgabe war es, verschiedene Gesichtspunkte zu untersuchen, die die viskoelastischen Eigenschaften der Materialien beeinflussen.

2 GRUNDLAGEN ZUM MATERIAL

Zur Versorgung kariöser Defekte stehen heute eine Vielzahl verschiedener Materialien zur Verfügung. Silberamalgam ist der wichtigste Restaurationswerkstoff in der Geschichte der Zahnheilkunde und in vielen Ländern immer noch von sehr großer Bedeutung. Zum Beispiel werden in England und Wales jährlich 17 Millionen Amalgamfüllungen bei Erwachsenen gelegt (Schmalz 2005). Jedoch bewirken die toxikologischen, allergologischen und ökologischen Nebenwirkungen des Amalgams oft eine Ablehnung des Füllungswerkstoffes (Lussi 1989, Mackert 1991). Der Trend geht immer mehr hin zu zahnfarbenen, ästhetischen Füllungswerkstoffen. Zur Verfügung stehen zum einen konfektionierte Einlagefüllungen aus Keramik, sogenannte Inserts. Sie sind in verschiedener Größe und Form erhältlich und werden in Verbindung mit Kompositen und der Adhäsivtechnik eingesetzt. Zum anderen kommen zahnfarbene indirekte Inlays aus Keramik oder Komposit in Frage (Hellwig 2006). Die aufwendige Herstellung macht sie relativ teuer. Eine kostengünstigere Alternative stellen direkte plastische Füllungsmaterialien auf Kunststoffbasis dar. Bei der Präparation für direkte Kunststofffüllungen kann am meisten Zahnhartsubstanz geschont werden. Je nach Indikation muss die geeignete Restaurationstechnik gewählt werden:

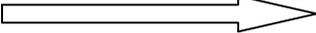
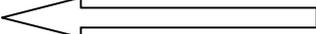
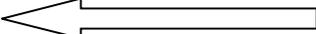
	Komposit	Amalgam	„Inserts“	Adhäsives Inlay
Zahnhartsubstanzverlust	gering			hoch
Defektorientierung	hoch			gering
Primärversorgung	geeignet			weniger geeignet
Sekundärversorgung	weniger geeignet			geeignet

Tabelle 1: Indikationsbereich von Restaurationstechniken (Hellwig 2006, Petschelt 2000)

Neben den Kompositen werden weitere Arten von Materialien für direkte, ästhetische zahnärztliche Restaurationen verwendet: z.B. Kompomere, Hybrid-Ionomere und Glasionomerezemente. Nachfolgende Tabelle zeigt die Verwendungsmöglichkeiten von Kompositen, Kompomeren, Hybrid-Ionomeren und Glasionomerezementen.

Typ	Verwendungsmöglichkeiten
Universal-Komposit	Klasse I, II, III, IV, V, Patienten mit geringem Kariesrisiko
Mikrogefülltes Komposit	Klasse III, IV
Nanogefülltes Komposit	Klasse I, II, III, IV, V
Stopfbares Komposit	Klasse I, II (auch mod)
Fließfähiges Komposit	Zervikale Läsionen, pädiatrische Restaurationen, kleine, gering belastete Restaurationen
Labor-Komposit	Klasse II, dreigliedrige Brücke (mit Faserverstärkung)
Kompomer	Zervikale Läsionen, Klasse III, V, Milchzähne, Klasse -I-, -II-Restaurationen bei Kindern, Sandwich-Technik (Klasse II), Patienten mit mittlerem Kariesrisiko
Hybrid-Ionomer	Zervikale Läsionen, Klasse III, V, Milchzähne, Klasse-I-Restaurationen bei Kindern, Sandwich-Technik (Klasse II), Patienten mit hohem Kariesrisiko
Glasionomerzement	Zervikale Läsionen, Klasse-V-Restaurationen bei Erwachsenen, denen Ästhetik weniger wichtig ist, Patienten mit hohem Kariesrisiko

Tabelle 2: Verwendungsmöglichkeiten von Kompositen, Kompomeren, Hybrid-Ionomeren und Glasionomerzementen (Craig 2006)

2.1 Komposite

Der Begriff Komposit leitet sich vom lateinischen Wort „componere“ (deutsch: zusammensetzen) ab. Unter Komposit versteht man also allgemein einen zusammengesetzten Werkstoff. In der Zahnmedizin werden Komposite als zahnfarbene, plastische Füllungswerkstoffe definiert, die nach Einbringen in eine Kavität oder Auftragen auf ein Verblendgerüst chemisch oder durch Energiezufuhr aushärten (Hellwig 2006).

2.1.1 Anwendung

Dentale Komposite haben verschiedene Anwendungsgebiete. Diese reichen von restaurativen Füllungen, Stumpfaufbauten und Verblenden von Kronen- und Brückengerüsten über die Fertigung von Kunststoffprothesenzähnen bis hin zur Herstellung von Aufbissschienen.

Zum Legen von Füllungen werden in erster Linie lichthärtende Einkomponenten-Materialien verwendet. Zur Verarbeitung wird eine Lichtpolymerisationslampe benötigt, die Licht einer Wellenlänge von 380 bis 500nm emittiert. Diese Werkstoffe werden mit der Zahnhartsubstanz verklebt. Man unterscheidet Schmelz-Adhäsiv-Systeme von Dentin-Adhäsiv-Systemen.

Zweites Anwendungsgebiet sind Stumpfaufbauten. Stark zerstörte Zähne werden zunächst wiederaufgebaut und anschließend mit einer Krone oder Brücke versorgt. Neben den rein lichthärtenden Stumpfaufbaumaterialien gibt es eine Vielzahl chemisch- und dualhärtender Materialien. Bei chemisch härtenden Kompositen müssen zwei Pasten zusammengemischt werden, wobei der Initiator (meist Benzoylperoxid) durch einen Akzelerator (tertiäres Amin) aktiviert wird. Chemisch härtende Materialien zeichnen sich im Vergleich zu lichthärtenden durch eine verringerte Abrasionsfestigkeit und Pulpaverträglichkeit aus (Hellwig 2006). Stumpfaufbaumaterialien werden ebenfalls adhäsiv am Zahn befestigt.

Die dritte behandelte Materialklasse sind die Verblendkunststoffe. Es gibt sie als heiß- und kalthärtende Pulver/Flüssigkeits-Systeme, als heißhärtende Einkomponenten-Systeme und als lichthärtende Einkomponenten-Systeme. Moderne Systeme aus einer Komponente sind ohne Anmischen sofort verarbeitbar. Die heißhärtenden Einkomponenten-Materialien werden im wassergefüllten Drucktopf etwa 20 bis 30 Minuten bei ca. 115 bis 125°C und 6 bar polymerisiert. Die Aushärtung der lichthärtenden Materialien erfolgt in speziellen Lichtgeräten bei Wellenlängen zwischen 350 und 500nm in etwa 5 bis 25 Minuten. Es gibt Materialien, die bei Atmosphärendruck und solche, die unter Vakuum ausgehärtet werden (Eichner 2005).

2.1.2 Aufbau

Komposite bestehen aus drei Phasen: einer organischen Kunststoffmatrix, anorganischen Füllerpartikeln und einer Verbundphase zwischen Matrix und Füllern. (Meiners 1998)

2.1.2.1 Organische Matrix

Die organische Komponente eines Komposits setzt sich aus mehreren Bestandteilen zusammen. Das können Monomere, Komonomere, Initiatoren, Akzeleratoren, Inhibitoren, Pigmente und andere Additiva sein.

Eine der wichtigsten Monomerklassen für dentale Kunststoffe sind die Methacrylate. Je nach Anzahl an Methacrylatgruppen unterscheidet man mono-, bi- und mehrfunktionelle Methacrylate. Bi- oder höherfunktionelle Methacrylate werden auch „Vernetzer“ genannt (Eichner 2005). Allen Kompositen ist folgende, vereinfachte Grundformel gemeinsam:

MA-R-MA, wobei MA für Methacrylsäureester-Reste steht.

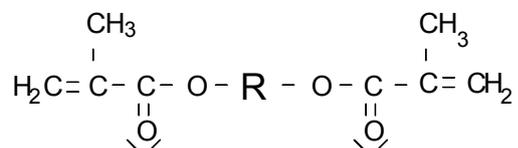


Abbildung 1: Strukturformel eines bifunktionellen Methacrylates

Das mit **R** bezeichnete organische Zwischenglied bestimmt die mechanischen Eigenschaften des Moleküls. Es können z. B. aliphatische Ketten, Urethanpräpolymere, aromatische Ringe und Polyäther sein (Hellwig 2006).

Durch Verknüpfung einzelner Monomere entstehen Oligomere, durch weitere Verknüpfung Polymere. Dieser chemische Vorgang heißt Polyreaktion. Man unterscheidet drei dieser Polyreaktionen: Polykondensation, Polyaddition und Polymerisation.

Methacrylate reagieren unter Polymerisation zu Polymethacrylaten. Bei der Polymerisation vereinigen sich ungesättigte Verbindungen zu kettenförmigen Makromolekülen ohne Entstehung von Nebenprodukten (Ludwig 2005).

Am häufigsten kommt die radikalische Polymerisation zur Anwendung. Sogenannte Startermoleküle (Initiatoren) bilden unter Einwirkung von Energie reaktive Moleküle, sogenannte Radikale. Radikale sind energiereiche Verbindungen mit einem ungepaarten Elektron, welche leicht und rasch mit einem ungesättigten Monomermolekül reagieren können (Eichner 2005).

Dieses Initiatorradikal bindet unter Öffnung der Doppelbindung ein Monomer. Dabei entsteht ein Monomerradikal, das seinerseits die Doppelbindung eines anderen Monomers angreift. Das neue freie Radikal greift in gleicher Weise eine weitere Doppelbindung an, das entstehende Radikal eine weitere Bindung, und so weiter. Diese Aneinanderreihung des

gleichen Reaktionstyps nennt man Kettenreaktion (Darwell 2002). Sie bricht ab, wenn z. B. zwei Radikale aufeinander treffen. Dies kann sowohl eine andere Kette als auch ein Initiatorradikal sein. Der Kettenabbruch kann auch durch Inhibitoren, die ebenfalls als Stabilisatoren oder Antioxidantien bezeichnet werden, erfolgen (Eichner 2005). Monomere, die nicht umgesetzt werden, bleiben als Restmonomere im Kunststoff zurück. Sie gelten als zytotoxisch und können allergische Reaktionen auslösen (Goldberg 2008).

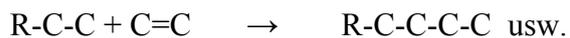
1. Radikalbildung



2. Kettenstart



3. Kettenwachstum



4. Kettenabbruch

a) Rekombination



b) Inhibierung

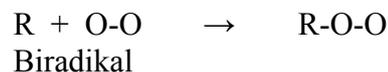


Abbildung 2: Prinzipieller Ablauf einer radikalischen Polymerisation (Eichner 2005)

Viele Komposite basieren auf einer Kunststoffmatrix aus Bisphenol-A-Glycidyl-Dimethacrylat (Bis-GMA). Bei dem Bis-GMA handelt es sich um das Additionsprodukt des Epoxidharzes Bisphenol A und der Glycidylmethacrylatsäure. Das Molekül wird z. B. aus dem Diglycidylether des Bisphenol A und der Methacrylatsäure synthetisiert (Braden 1997, Bowen 1965).

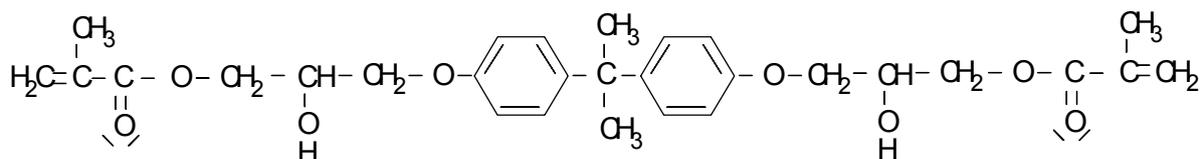
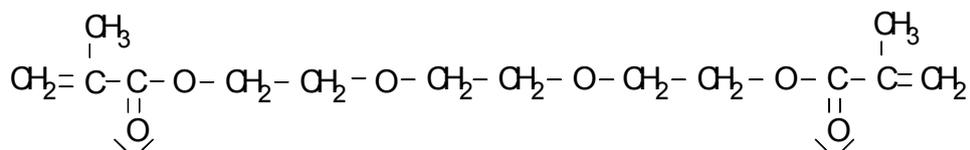
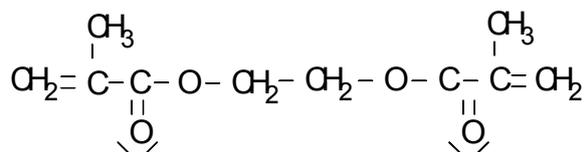


Abbildung 3: Strukturformel des Bisphenol-A-Glycidyl-Dimethacrylat (Bis-GMA)

Bis-GMA ist ein Molekül großer Molmasse und Kettenlänge. Diese Tatsache bedingt mehrere Materialeigenschaften. Bis-GMA ist nahezu geruchlos und sehr lange lagerstabil. Von besonderer Bedeutung ist, dass mit steigender Molmasse die Polymerisationsschrumpfung deutlich reduziert wird. Bis-GMA bietet mit einer Volumenkontraktion von 5% z. B. einen deutlichen Vorteil gegenüber Methylmethacrylat (MMA) mit einer Volumenkontraktion von 21% (Eichner 2005). Die hohe Viskosität des Bis-GMA erklärt sich daher, dass die OH-Gruppen mit den Hydroxylgruppen der angrenzenden Bis-GMA-Moleküle stabilisierende Wasserstoffbrückenbindungen eingehen. Verdünnende Komonomere wie Triethylenglycoldimethacrylat (TEGDMA) und Ethylenglycoldimethacrylat (EGDMA) machen den Kunststoff fließfähiger. Das kurzkettige TEGDMA etwa setzt die Viskosität des Werkstoffs deutlich herab, wodurch wiederum der Füllstoffgehalt erhöht werden kann (Schmalz 2005).



Triethylenglycoldimethacrylat (TEGDMA)



Ethylenglycoldimethacrylat (EGDMA)

Abbildung 4: Strukturformeln von Verdünnermonomeren

Das niedrigere Molekulargewicht der Verdünnermonomere bedingt einen Anstieg der Polymerisationsschrumpfung. Mit ansteigendem TEGDMA-Gehalt nimmt also die Viskosität ab und die Polymerisationsschrumpfung zu (Ellakwa 2007).

1974 entwickelten Foster und Walker ein neues aliphatisches Dimethacrylat, das Urethandimethacrylat (UDMA). UDMA ist das Produkt der Reaktion aus aliphatischem Diisocyanat und Hydroxylalkyl-Methacrylat (Braden 1997, Foster 1974).

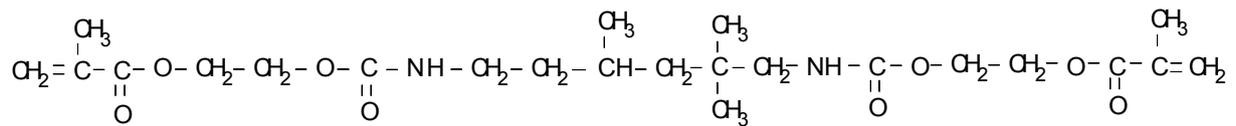
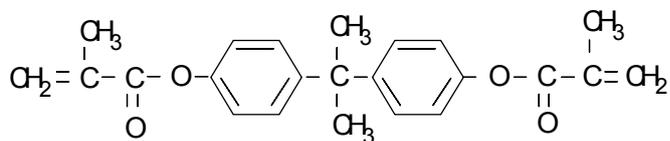


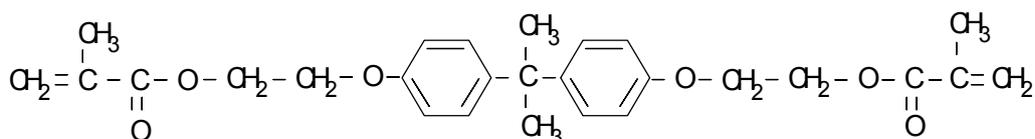
Abbildung 5: Strukturformel des Urethandimethacrylat (UDMA)

UDMA zeichnet sich im Vergleich zu Bis-GMA durch eine niedrigere Viskosität aus, weshalb UDMA-Derivate unverdünnt als dentale Monomere eingesetzt werden (Hopfauf 2004). Der Füllstoffanteil bei modernen Feinpartikel-Hybridkompositen kann auf bis zu 85-Gewichtsprozent erhöht werden. UDMA ist im Vergleich zu Bis-GMA deutlich flexibler und fester, da in der Polymerkette keine Phenylgruppen vorkommen (Braden 1997).

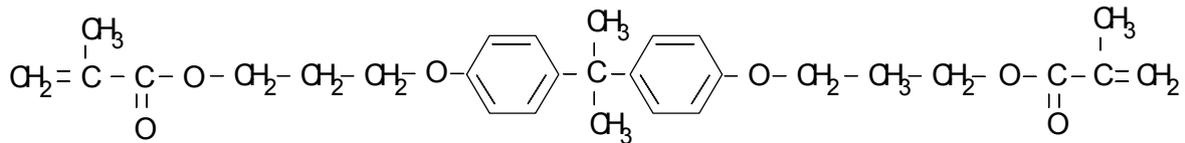
Alle Monomersysteme absorbieren Wasser im feuchten Milieu der Mundhöhle und unterliegen so einer hygroskopischen Expansion. Das Volumen nach Wasseraufnahme nimmt in folgender Reihenfolge zu: Bis-GMA > UDMA > TEGDMA (Sideridou 2008). Es ist umstritten, ob diese Volumenzunahme der Polymerisationsschrumpfung entgegenwirken kann. Die Wasseraufnahme ist für eine Schwächung der Kunststoffmatrix und einen hydrolytischen Abbau der Silanisierungsschicht verantwortlich. Dies hat nachteilige Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften des Materials. Um die Wasserabsorption zu verringern, wurden aus dem Bis-GMA die freien OH-Gruppen eliminiert. Es entstanden die hydroxylfreien Moleküle 2,2-Bis-4-(3-Methacryloyl)phenylpropan (Bis-MA), 2,2-Bis-4-(3-Methacryl-oxyethoxy)phenylpropan (Bis-EMA) und 2,2-Bis-4-(3-Methacryl-oxypropoxy)phenylpropan (Bis-PMA). UDMA besitzt ebenfalls keine Hydroxyl-Seitengruppen.



2,2-Bis-4-(3-Methacryloyl)phenylpropan (Bis-MA)



2,2-Bis-4-(3-Methacryl-oxyethoxy)phenylpropan (Bis-EMA)



2,2-Bis-4-(3-Methacryl-oxypropoxy)phenylpropan (Bis-PMA)

Abbildung 6: Strukturformeln der hydroxylfreien Moleküle Bis-MA, Bis-EMA und Bis-PMA

Bei den **Siloranen** (Siloxan mit Oxiran-Funktion) mit den ringöffnenden Epoxiden handelt es sich um einen neuen chemischen Ansatz. Silorane werden aus den Gruppen der Oxirane und Siloxane synthetisiert (Büttinghaus 2004). Der Grundaufbau (Matrix plus silanierte Füllkörper) entspricht dem der Methacrylat-Komposite. Das Unternehmen 3M ESPE hat 2007 mit Filtek Silorane das erste Füllungsmaterial auf Siloran-Basis auf den Markt gebracht.

<u>Siloran</u>	
<u>Oxiran</u>	<u>Siloxan</u>
<ul style="list-style-type: none"> • Reaktivität • Polymerisationsschrumpfung 	<ul style="list-style-type: none"> • Biokompatibilität • Hydrophobizität

Tabelle 3: Aufbau der Silorane

Der Anteil cycloaliphatischer Oxirane sorgt für eine hohe Reaktivität und eine geringe Polymerisationsschrumpfung. Der Siloxan-Anteil gewährleistet die Biokompatibilität und die Hydrophobizität.

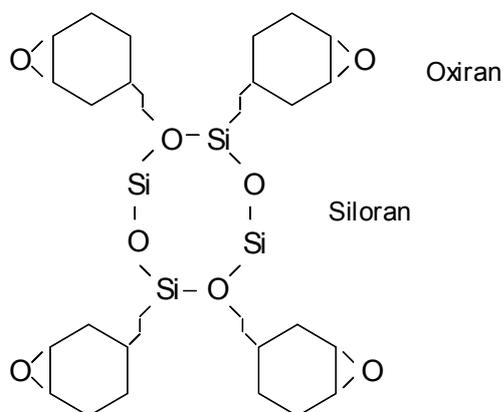


Abbildung 7: Beispielhaftes Siloran (3M ESPE)

Der größte Vorteil der Silorane liegt in ihrer geringen Polymerisationsschrumpfung. Bei Filtek Silorane liegt sie unter einem Prozent (Weinmann 2005, 3M ESPE 2007). Dazu kommt eine thermische Kontraktion nach Beenden der Lichtexposition (Ilie 2007). Die Härte und die Biegefestigkeit von Materialien auf Siloran-Basis ist derjenigen von Hybridkompositen ebenbürtig, der Elastizitätsmodul etwas geringer (Ilie 2006, Weinmann 2005). Silorane zeigen ein ähnlich geringes mutagenes Potential wie Bisphenol A (Schweickl 2004) bzw. kein mutagenes Potential (Guggenberger 2000). Silorane härten nicht durch radikalische Polymerisation. Es finden kationische Ringöffnungspolymerisationen statt. Ein derartiges ringöffnendes Molekül kann nicht die Kohlenwasserstoffverbindungen der konventionellen Bondings binden. Folglich müssen in einem weiteren Schritt neue Bondingmaterialien und Initiatorsysteme entwickelt werden (Ernst 2003). Abbildung 8 veranschaulicht die unterschiedlichen Polymerisationsreaktionen von Siloranen und Methacrylaten. Während bei Siloranen Ringöffnungen stattfinden, bewegen sich bei Methacrylaten kettenförmige Monomere aufeinander zu.

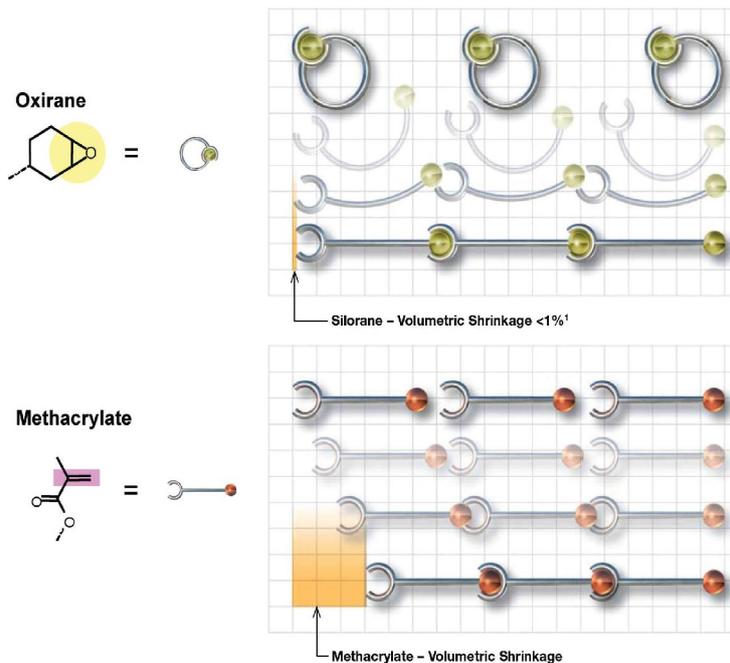


Abbildung 8: Unterschiedliche Polymerisationsreaktionen von Siloranen und Methacrylaten (3M ESPE 2007)

Die **Ormocere** stellen eine neue Materialgruppe in der restaurativen Zahnheilkunde dar. Sie sind vom *Fraunhofer Institut für Silikatforschung* ursprünglich für die Industrie entwickelt worden. Im Jahr 1998 haben die Ormocere mit der Vorstellung des Präparates Definite (Degussa, Hanau, D) in der zahnärztlichen Füllungstherapie Einzug gehalten. 1999 ist das

zweite Füllungsmaterial auf Ormocer-Basis mit dem Namen Admira (Voco, Cuxhafen, D) zur Marktreife gelangt.

Ormocere (organically modified ceramics) werden auch als „anorganisch-organische Copolymere“ bezeichnet. Dies korrespondiert mit ihrer chemischen Zusammensetzung. Im Gegensatz zu Methacrylat-Kompositen und Siloranen ist die Matrix nicht mehr rein organischer Natur. Das Monomer besteht aus drei Struktursegmenten, einem organischen und einem anorganischen Segment und einer Verbindungseinheit. Die Verbindungseinheit enthält in geringer Menge Glas- und Keramikpartikel. Der anorganische Anteil besteht aus Alkoxysilanen, die in einer Sol-Gel-Reaktion zu einem Si-O-Si-Netzwerk hydrolysiert und polykondensiert werden. Den organischen Teil machen wie bei allen Kompositen polymerisierbare Methacrylatgruppen aus, die ebenfalls eine dreidimensionale Vernetzung bilden.

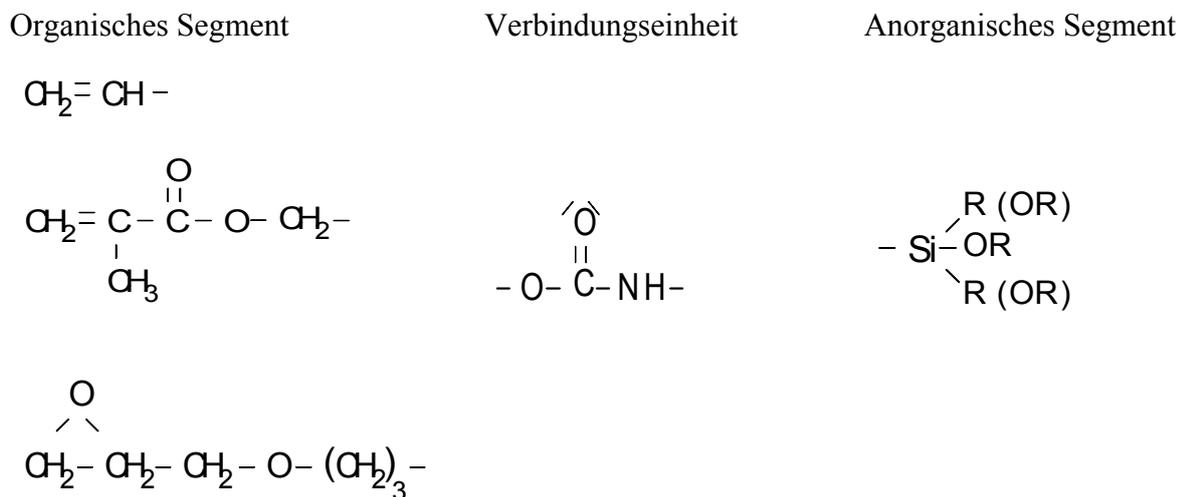


Abbildung 9: Schematische Darstellung des chemischen Aufbaus von Ormoceren (Schultz 2003, Wolter 1999, Manhart 1997)

Ormocerpolymere entstehen durch radikalische Polymerisation der Methacrylatgruppen. Diese Reaktion erfolgt lichtinduziert. Durch gezielte Modifikation der drei Bestandteile (organische Polymere, Verbindungseinheit mit Glas- und Keramikpartikeln, anorganische Polysiloxane) sind die Materialeigenschaften exakt steuerbar.

Matrixbestandteil	Bestimmende Eigenschaften
Organische Polymere	Vernetzungsvermögen Polarität Härte Optisches Verhalten
Gläser und Keramik	Thermische Ausdehnung Chemisch-thermische Stabilität
Polysiloxane	Elastizität Grenzflächeneigenschaften Verarbeitbarkeit

Tabelle 4: Eigenschaften der Ormocere (Kozlowski 2002)

Ormocere zeichnen sich durch eine geringe Polymerisationsschrumpfung aus (Gerdolle 2008). Der Grund dafür sind die größeren Matrixmoleküle im Vergleich zu herkömmlichen Hybridkompositen. Keines der am Markt befindlichen Materialien konnte dieses Potential zur Reduktion der Polymerisationsschrumpfung jedoch in klinisch relevantem Umfang umsetzen (Ernst 2003). Ormocere zeigen höhere Mikrohärtigkeit und Verschleißfestigkeit als Hybridkomposite (Tagtekin 2004). Sie besitzen gute Oberflächeneigenschaften (Yap 2004). Die starke Vorvernetzung der Moleküle und die Tatsache, dass fast keine freien Methacrylate enthalten sind, sprechen für die gute Biokompatibilität der Ormocere (Manhart 1999). Fließfähige Ormocere eignen sich auch als Bonding für Brackets in der Kieferorthopädie (Vicente 2007).

Bei allen Kompositen wird der Polymerisationsvorgang durch Initiatoren, Akzeleratoren und Inhibitoren beeinflusst. Im Fall der radikalischen Polymerisation versteht man unter Initiatoren Matrixbestandteile, die durch Aktivierung in energiereiche Moleküle (Radikale) zerfallen, welche mit den Doppelbindungen der Monomere reagieren. Die Reaktionsfreudigkeit der Initiatoren ist für die vollständige Aushärtung (Polymerisationsgrad, Konversionsgrad der Doppelbindungen) entscheidend (Hellwig 2006).

Initiatoren können in solche für

- Heißhärtung,
- Selbsthärtung, auch Kalthärtung oder Autopolymerisation,
- Lichthärtung, auch Photohärtung oder Photopolymerisation,

unterteilt werden. Heißhärtende Kunststoffe polymerisieren unter Hitzeeinwirkung (in kochendem Wasser oder im Wärmeschrank), kalthärtende Kunststoffe polymerisieren nach dem Vermischen der Produktkomponenten bei Raumtemperatur und lichthärtende beim Bestrahlen mit Licht einer bestimmten Wellenlänge (Eichner 2005).

Dibenzoylperoxid (DBPO) ist ein typischer Vertreter der Heißhärtung und wird für alle heißhärtenden Prothesenkunststoffe eingesetzt. Auch bei chemisch härtenden Systemen findet es Anwendung. Unter Hitzeeinwirkung (Heißhärtung) oder Anwesenheit eines tertiären Amins als Akzelerator (chemische Härtung) zerfällt das Dibenzoylperoxid in zwei gleiche Radikale, die die Doppelbindungen der Monomermoleküle angreifen. Bei einigen heißhärtenden Systemen wird unter Druck polymerisiert, um Porositäten zu vermeiden (Hopfauf 2004).

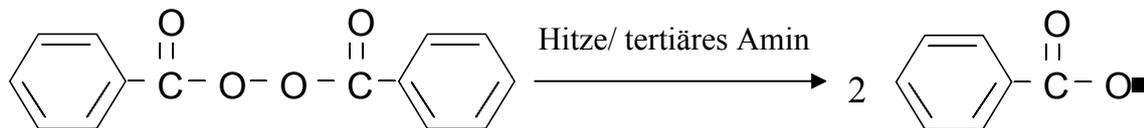


Abbildung 10: Zerfall des Dibenzoylperoxids in zwei Radikale

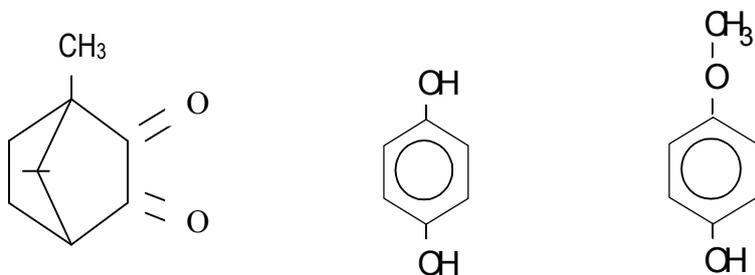
Chemisch härtende Komposite müssen aus zwei Pasten angemischt werden. Die Katalysatorpaste enthält den Initiator (meist DBPO), die Basispaste enthält den Akzelerator (tertiäres Amin). Ebenfalls möglich ist ein Pulver-Flüssigkeitssystem. Initiator und Akzelerator müssen bei selbsthärtenden Systemen getrennt aufbewahrt werden. Sie dürfen erst unmittelbar vor Gebrauch gemischt werden (Craig 2006).

Der am häufigsten gebrauchte Photoinitiator für Dentalkunststoffe ist Campherchinon. Es wird bei einer Lichtwellenlänge von 465nm bis 485nm aktiviert (Wirz 1993). Dabei entstehen freie Radikale, die die Polymerisationsreaktion in Gang bringen. Lichthärtende Produkte sind meist einkomponentig, haben sehr lange Verarbeitungszeiten bei normalem Umgebungslicht und sind sehr farb- und lagerstabil (Eichner 2005). Weil Campherchinon bei einer Wellenlänge von 470nm am meisten Licht absorbiert, ist es gelb. Deshalb weisen die meisten lichthärtenden Komposite vor der Polymerisation einen Gelbstich auf, der während der Polymerisation nahezu verloren geht (Hopfauf 2004).

Um die Komposite in der Mundhöhle mit Licht entsprechender Wellenlänge zu bestrahlen, braucht man spezielle Polymerisationslampen. Am verlässlichsten sind hochintensive Halogenlampen. Einen neuen vielversprechenden Ansatz stellt die Entwicklung

lichtemittierender Dioden (LED-Lampen) dar (Jiménez-Plana 2008). Außerdem befinden sich Laser- und Plasmalampen auf dem Dentalmarkt. Vorteile der Lichthärtung gegenüber der chemischen Härtung sind der höhere Polymerisationsgrad und die präzise Bestimmung des Polymerisationszeitpunkts. Von Nachteil sind die beschränkte Polymerisationstiefe und die Gefahr der vorzeitigen Polymerisation unter der Tageslichtlampe.

Inhibitoren fungieren als Radikalfänger. Sie bilden mit den in der Reaktionsmischung entstandenen Radikalen neue, stabile Radikale, die nicht mehr weiter reagieren (Eichner 2005). Stabilisatoren verhindern so eine vorzeitige Polymerisation und erhöhen die Lagerfähigkeit der Füllungsmaterialien (Hellwig 2006). Typische Vertreter sind Hydrochinon und Hydrochinonmonoethylether.



Campherchinon

Hydrochinon

Hydrochinonmonoethylether

Abbildung 11: Strukturformeln von Campherchinon, Hydrochinon und Hydrochinonmonoethylether

Anorganische Pigmente werden in kleinen Mengen hinzugefügt, um die Farbe des Komposits mit der Farbe der Zahnhartsubstanz abzustimmen.

2.1.2.2 Füllstoffe

Durch Zugabe von Füllern werden die Eigenschaften von Kunststoffen begünstigt:

- Erhöhung der Druckfestigkeit, der Verschleißresistenz und des Elastizitätsmoduls
- Verringerung der thermischen Expansion und der Polymerisationsschrumpfung
- Verbesserung der ästhetischen Eigenschaften

(Mitchell 1995)

Als organische Füllstoffe werden meist Splitterpolymere verwendet. Als anorganische Füllstoffe kommen hochdisperses Siliziumdioxid und feinstgemahlene Barium- oder

Strontiumaluminiumborsilikatgläser zum Einsatz. Es kann auch Yttrium- oder Ytterbiumfluorid enthalten sein (Eichner 2005).

Die gängige Klassifikation der Kompositmaterialien basiert z. B. auf der Art und Größe der verwendeten Füllkörper.

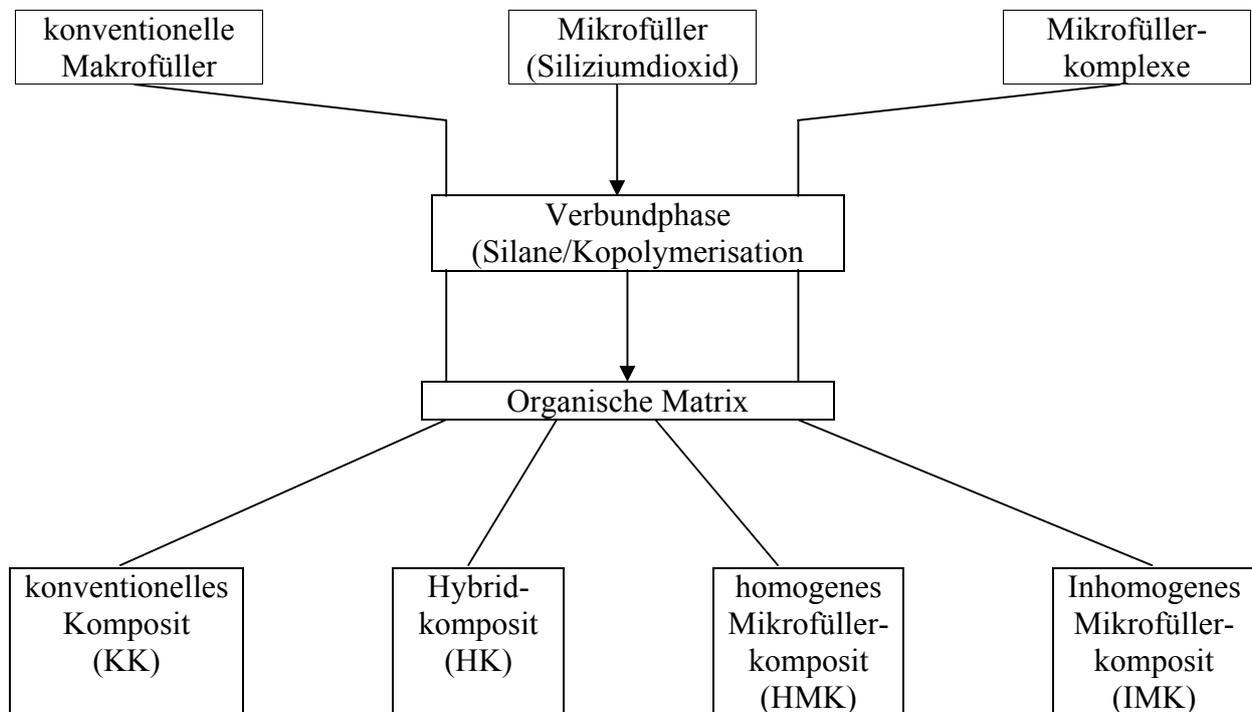


Abbildung 12: Klassifikation der Kompositmaterialien (Hellwig 2006)

Konventionelle Komposite enthalten Makrofüller. Das sind splitterförmige Partikel aus Quarz, Glas oder Keramik in einem Größenbereich zwischen 0,1 und 100µm. Die Gläser können zudem Schwermetalle wie Barium und Strontium enthalten, um eine Röntgenopazität zu erzielen (Hellwig 2006).

Eigenschaften der makrogefüllten Komposite:

- Durchschnittliche Füllkörpergröße 5-10µm
- Füllstoffgehalt ca. 75%
- Polymerisationsschrumpfung relativ gering
- Polierbarkeit unzureichend
- Rauigkeit hoch
- Wasseraufnahme 0,5%

Der hohe Füllstoffgehalt bedingt die guten mechanischen Eigenschaften der makrogefüllten Kunststoffe, d.h. die relativ geringe Polymerisationsschrumpfung, einen geringen thermischen Ausdehnungskoeffizienten und eine verminderte Wasseraufnahme. Die hohe Rauigkeit und die schlechte Polierbarkeit erklären sich durch den Härteunterschied zwischen Füller und Matrix. Das Ergebnis von Hydrolyse ist ein Herausbrechen von Füllkörpern aus der Matrix (Hellwig 2006). Beides hat z. B. erhöhte Plaueanlagerung zur Folge. Auf Grund dieser Nachteile sind makrogefüllte Kunststoffe seit längerer Zeit nicht mehr in Gebrauch (Sutalo 1991).

Mikrofüller-Komposite enthalten kolloidales SiO₂. Die Partikelgröße liegt unter einem µm. Die geringe Füllkörpergröße bedingt eine hohe Viskosität mikrogefüllter Komposite. Je höher der Anteil an Mikrofüllern, desto größer wird die Viskosität (Beun 2008). Um eine ausreichende Verarbeitbarkeit zu gewähren, beschränkt sich der Fülleranteil auf 50%. Daraus wiederum resultieren eine erhöhte Polymerisationsschrumpfung, eine geringere Vickershärte und ein geringerer Elastizitätsmodul. Mikrofüller-Komposite lassen sich sehr gut polieren und behalten ihren Oberflächenglanz.

Um den Füllstoffanteil zu erhöhen, ohne eine höhere Viskosität zu erreichen, sind die inhomogenen Mikrofüller-Komposite entwickelt worden. Hierbei setzt man der Kunststoffmatrix splitter- oder kugelförmige Vorpolymerisate, zusammen mit weiteren Mikrofüllern, zu. Ein alternativer Weg ist die Sinterung der Siliziumdioxidteilchen und die anschließende Zerkleinerung in gröbere Partikel. Werden derartige Mikrofülleragglomerate der Matrix beigemischt, lässt sich ein Füllstoffgehalt von 70-80% realisieren. An den Grenzflächen der splitterförmigen Vorpolymerisate zur Matrix kommt es während der Kaubelastung oder während der Polymerisation zu Rissen, welche zu einer verringerten Verschleißfestigkeit dieser Materialien führen.

Eigenschaften der homogenen, mikrogefüllten Komposite:

- Durchschnittliche Füllkörpergröße 0,007-0,04µm
- Füllstoffgehalt ca. 50%
- Polymerisationsschrumpfung relativ hoch
- Polierbarkeit gut
- Rauigkeit gering
- Wasseraufnahme erhöht im Vergleich zu KK

Um die positiven Eigenschaften der makro- und mikrogefüllten Komposite in einem Material zu vereinigen, wurden die sogenannten Hybrid-Komposite entwickelt. Die Füllkörper sind zu 85-90 Gewichts-% Makrofüller (Quarze) und zu 10-15% Mikrofüller (feinstteiliges SiO₂). Hybrid-Komposite liefern die ästhetisch anspruchsvollen Ergebnisse der Mikrofüller-Komposite und besitzen gleichzeitig die guten mechanischen Eigenschaften der Makrofüller-Komposite. Heute können Feinpartikelhybridkomposite mit Füllkörpern bis zu 5µm Korngröße von Feinstpartikelhybridkompositen (Korngröße bis zu 3µm) und Submikrometerhybridkompositen (mittlere Korngröße unter 1µm) unterschieden werden (Hellwig 2006).

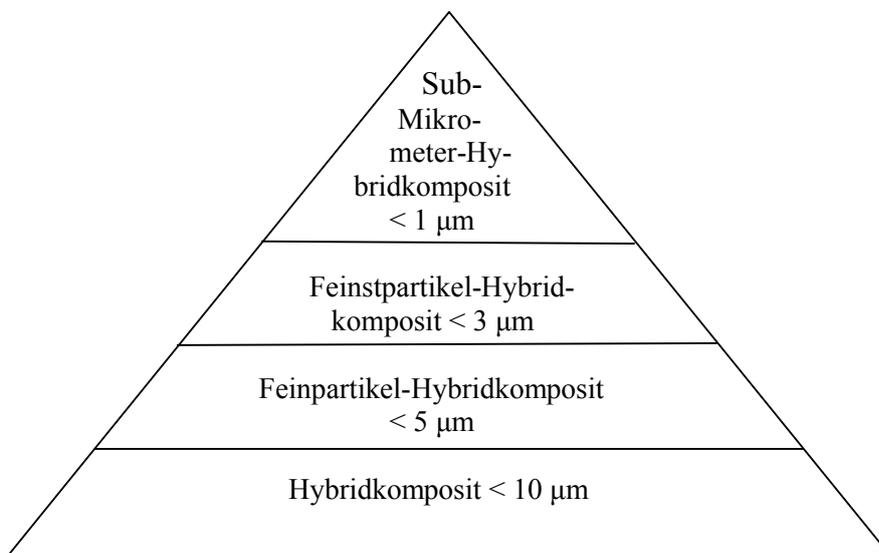


Abbildung 13: Einteilung der Hybridkomposite (Ernst 2003)

Unterschiedliche Weiterentwicklungen dieser Komposite fasst man unter dem Begriff „Nanofüller-Komposite“ zusammen. Sie besitzen Füllkörperpartikel in einer Größe zwischen 20 und 75nm bei einem Füllstoffgehalt von 70-80%. Möglich wurde dies durch physikalische und chemische Veränderungen, so dass freie, nicht agglomerierte Mikrofüller (sog. Nanomere) in die Matrix eingebaut werden können (Hellwig 2006). Ein Teil dieser Nanomere ist zu sog. Nanoclustern verbunden, die durch ihre Oberflächenstruktur einen Hochglanzeffekt der Füllung bewirken. Durch den hohen Füllkörpergehalt und die nur nanometerweise Abtragung des Materials durch Abrasion oder Politur vereinen die Nanofüller-Komposite die mechanische Stabilität der Hybridkomposite mit der Ästhetik der Mikrofüllerkomposite (Gärtner 2006).

2.2 Kompomere

Kompomere sollen die Vorteile von Glasionomerezementen und Kompositen verbinden. Sie sind seit etwa 1994 als lighthärtende Einkomponenten-Materialien auf dem Markt.

2.2.1 Anwendung

Kompomere werden vorwiegend für direkte Restaurationen in gering belasteten Bereichen und in der Kinderzahnheilkunde verwendet. Ein neueres Produkt (Dyract AP, Dentsply/Caulk, Milford, DE) wird vom Hersteller für Klasse-I-und-II-Restaurationen bei Erwachsenen empfohlen (Craig 2006).

2.2.2 Aufbau

Kompomere enthalten die für Komposite üblichen Monomere, Stabilisatoren und Pigmente. Zusätzlich enthalten sie ein spezielles, Carbonsäuregruppen tragendes, hochmolekulares Dimethacrylat sowie ca. 72% (m/m) eines Strontiumfluorsilikatglases (mittlere Korngröße ca. 2,5 μ m). Das Glas ist einerseits für die Röntgenopazität verantwortlich. Andererseits geht es mit den Carbonsäuregruppen des neuartigen Dimethacrylates eine Säure/Base-Reaktion ein (Schultz 2003, Janda 1992).

Zusammensetzung eines Kompomers:

- Organische Matrix: Monomere (z.B. UDMA), carbonsäuretragendes Dimethacrylat
- Anorganische Füllstoffe: z. B. Fluorosilikatgläser, Füller aus der Kompositentechnologie
- Additiva: z. B. Photoinitiatoren, Inhibitoren, Pigmente

Diese Zusammensetzung soll zwei Abbindereaktionen, die radikalische Polymerisation wie bei Kompositen und die Säure-Base-Reaktion wie bei Glasionomerezementen ermöglichen. Kompomere besitzen in nicht abgebundener Form kein Wasser. Die Säure-Base-Reaktion kann also erst dann in Gang gesetzt werden, wenn das Material Wasser aufnimmt. Während der radikalischen Polymerisation muss das Material allerdings vor Wasserzutritt geschützt werden (Hellwig 2006). Kompomere besitzen einen ähnlich hohen Füllstoffanteil wie Hybridkomposite (bis zu 80 Gewichts-%) mit unterschiedlichen Partikelgrößen zwischen 0,1 μ m und 10 μ m (Hellwig 2007). Es handelt sich dabei um teilweise silanisierte Fluorsilikatgläser, disperse Siliziumdioxidpartikel oder andere Füllkörper wie zum Beispiel

Ytterbiumfluorid und Strontiumfluorid (Schultz 2003). Kompomere können Fluorid freisetzen und sind gegen Streptococcus sanguis und salivarius aktiv (Marczuk-Kolada 2006). Diese Fluoridfreisetzung beruht in erster Linie auf dem Fluoridgehalt der beigefügten Füllkörper. Es ist fraglich, ob die propagierte Fluoridfreisetzung tatsächlich zu einer verminderten Sekundärkariesrate führt. Bis 2006 konnte dies in klinischen Studien nicht nachgewiesen werden (Hellwig 2006). Kompomere besitzen ähnliche mechanische Eigenschaften wie mikrogefüllte Komposite. 1997 führte Hickel dazu genauere werkstoffkundliche Analysen durch:

<u>Materialgruppe</u>	<u>Zugfestigkeit</u> (MPa)	<u>Biegefestigkeit</u> (MPa)	<u>Druckfestigkeit</u> (MPa)	<u>Vickershärte</u> (kg/cm ²)
Amalgam	45-65	110-150	350-520	(120)
Hybridkomposit	35-60	100-145	280-480	70-130
Mikrofüllerkomposit	35-45	40-90	350-500	50-60
Kompomer	35-40	90-125	200-260	50-60
Hybridionomer	20-400	30-60	100-200	35-45
Hoch visköse GIZ	12-15	30-35	140-220	60-90

Tabelle 5a: Mechanische Eigenschaften von Füllungswerkstoffen (Hellwig 2006, Hickel 1997)

<u>Materialgruppe</u>	<u>E-Modul</u> (GPa)	<u>Schmelzhaftung</u> (MPa)	<u>Dentinhaftung</u> (MPa)	<u>Fluoridabgabe</u> (µg/cm ²)
Amalgam	25-60	0	0	0
Hybridkomposit	10-25	20-28	20-28	0-10
Mikrofüllerkomposit	3-7	18-25	18-25	0-10
Kompomer	5-8	14-22	14-22	30-60
Hybridionomer	5-20	6-20	6-20	50-600
Hoch visköse GIZ	12-12	3-12	3-12	150-600

Tabelle 5b: Mechanische Eigenschaften von Füllungswerkstoffen (Hellwig 2006, Hickel 1997)

Auch unter den klinischen Aspekten Farbpassung, marginale Verfärbung, Veränderung der anatomischen Form, marginale Adaptation und Oberflächentextur konnte in einer zweijährigen Studie kein signifikanter Unterschied zwischen einem mikrogefüllten Komposit und einem Kompomer in Klasse-III-Kavitäten festgestellt werden (Demirci 2008).

3 GRUNDLAGEN ZUR DYNAMISCH MECHANISCHEN ANALYSE

Die dynamisch mechanische Analyse (DMA) wird eingesetzt, um die viskoelastischen Eigenschaften von hochvernetzten Polymersystemen zu untersuchen (Tamareselvy 1994). Diese Eigenschaften werden quantitativ in Abhängigkeit von Temperatur, Zeit und Frequenz einer aufgebracht, oszillierenden Probenbelastung bestimmt (Netzsch-Gerätebau). Die DMA liefert Daten zu Speichermodul, Verlustmodul, Dämpfungsfaktor ($\tan \delta$), Glasübergangstemperatur (T_g) und Relaxationsphänomenen (Nielsen 1974). Sie erlaubt es, eine Korrelation zwischen der Struktur von Polymeren und ihren dynamischen Eigenschaften herzustellen (Tamareselvy 1994).

3.1 Viskoelastizität

Idealerweise verhalten sich Materialien entweder vollkommen elastisch oder vollkommen viskös (Colo 1997). Vollkommen elastische Materialien gehorchen dem Hookschen Gesetz. Es besagt: Wird ein elastischer Körper durch eine Kraft gedehnt oder zusammengedrückt, so ist seine Längenänderung proportional zur Größe der angreifenden Kraft (Harms 2004). Die Dehnung ist direkt abhängig von der Spannung (Ferry 1980). Nach Beenden der Krafteinwirkung nimmt ein elastischer Körper wieder seine Ausgangslänge ein.

$$F = D \cdot s \quad (F = \text{Kraft}, s = \text{Längenänderung}, D = \text{Federkonstante})$$

Formel 1: Hooksches Gesetz

Vollkommen visköse Materialien (ideale Flüssigkeiten) sind Stoffe, bei denen die Viskosität η von der Schubspannung τ unabhängig, d. h. eine wirkliche Materialkonstante, ist (Stuart 2006). Visköse Materialien reagieren auf Belastung mit viskösem Fließen. Spannung und Deformation sind um 90° phasenverschoben (Schawe 2002). Aufgrund der freien Verschiebbarkeit der Moleküle wird im Material keine mechanische Energie gespeichert, sondern komplett in Wärme umgewandelt (Schawe 2002). Nach Beenden der Krafteinwirkung kehren vollkommen visköse Materialien nicht in ihre Ausgangsform zurück, sondern behalten ihre neue Form. Sie gehorchen dem Newtonschen Gesetz der Viskosität:

$$\tau = \eta \cdot D \quad (\tau = \text{Schubspannung}, \eta = \text{dynamische Viskosität}, D = \text{Schergeschwindigkeit})$$

Formel 2: Newtonsches Gesetz der Viskosität

Materialien, die sich weder wie ideal elastische Festkörper noch wie ideal visköse Flüssigkeiten verhalten, werden als viskoelastische Materialien bezeichnet (Saber-Sheikh 1999). Viele dentale Werkstoffe sind viskoelastisch, darunter die große Anzahl an Materialien, die auf Polymeren basieren (Clarke 1982). Auch dentale Komposite zeigen viskoelastisches Verhalten (Mesquita 2006). Viskoelastizität ist durch ein teilweise elastisches (Festkörper), teilweise visköses (Flüssigkeiten) Verhalten geprägt (Wikimedia Foundation Inc. 2008). Werden dentale Kunststoffe belastet, reagieren sie zum einen Teil mit bleibender Verformung nach viskösem Fließen. Zum anderen Teil verformen sie sich nur während der Belastung und kehren anschließend wieder in ihre ursprüngliche Form zurück. Das mechanische Verhalten hängt dabei immer von Temperatur, Zeit, Höhe und Art der Belastung ab (Mesquita 2006). Kenngröße dieser Viskoelastizität ist der komplexe Modul. Er setzt sich aus einem viskösen Anteil, dem Verlustmodul E'' , und einem elastischen Anteil, dem Speichermodul E' , zusammen (Zosel 1996). Der Verlustmodul beschreibt den Teil der durch Belastung zugeführten Energie, der durch innere Reibung in Wärme umgewandelt wird und somit verlorenggeht. Der Speichermodul macht eine Aussage über die Federwirkung eines Werkstoffes. Das ist die Fähigkeit des Materials, Energie zu speichern, um nach Beenden der Belastung seine ursprüngliche Form wiedereinzunehmen. Mit anderen Worten ist E' ein Maß für die reversibel gespeicherte Deformationsenergie (Zosel 1996). Der Speichermodul ist vergleichbar mit dem Elastizitätsmodul, der für andere Materialgruppen angewandt wird (Saber-Sheikh 1999). Komposite mit niedrigem E' verformen sich schon bei geringer Belastung, was zu einem Bruch der umgebenden Zahnstruktur führen kann (Jones 1996, Mesquita 2006). Die elastische Verformung eines Komposits kann außerdem die adhäsive Verbindung zwischen Restauration und Zahn schädigen. Dies kann Randspaltbildung und Sekundärkaries nach sich ziehen (Mesquita 2006, Jones 1996, Nakayama 1974). Der Speichermodul von Kompositen sollte aus diesem Grund mindestens so hoch sein wie der von Dentin, also ungefähr 18GPa (Willems 1992), oder höher (Nakayama 1974, Mesquita 2006). Komposite mit extrem hohem E' -Modul verformen sich nur wenig. Sie können okklusale vertikale Belastung nicht aufnehmen. Demzufolge werden Kaukräfte fast komplett auf die Kavitätenwände übertragen. Dies kann die präparierte spröde Zahnstruktur zerstören (Mesquita 2006). Das Verhältnis aus Verlustmodul und Speichermodul heißt Verlustfaktor $\tan \delta$. Er ist ein Maß für die Dämpfung (Gergs 2007, Jones 1999, Bargel 1994). Der Verlustfaktor sagt aus, welcher Teil der aufgebrachten Energie in Wärme umgewandelt wird (Mesquita 2008).

Traditionell sind die mechanischen Eigenschaften dentaler Komposite mit statischen Tests untersucht worden. Diese Annäherung hat jedoch zu Schwierigkeiten bei Materialien geführt, die sich unter Belastung viskoelastisch verhalten (Whiting 1980), da sich statische Tests nur auf die elastische Komponente eines Materials konzentrieren (Mesquita 2006). Dynamische Tests wie die DMA berücksichtigen sowohl die elastische als auch die visköse Antwort des Probekörpers. Sie sind besonders für viskoelastische Materialien geeignet (Mesquita 2006). Statische Tests liefern Daten, die sich auf einen längeren Zeitraum als den Kauvorgang beziehen (Bates 1976). Dies kann eine Ursache von irreführenden Ergebnissen sein (Saber-Sheikh 1999). Dynamische Tests ahmen die zyklische Kaubelastung nach, der dentale Komposite klinisch ausgesetzt sind (Saber-Sheikh 1999, Mesquita 2006).

3.2 Glasübergangstemperatur

Der Glasübergang ist eine wichtige Erscheinung zur Charakterisierung von Kunststoffen (Riesen 2003, Höhne 1996). Bei tiefen Temperaturen sind die Polymerketten und Netzwerke zunächst in ihrer gegenseitigen Anordnung soweit fixiert, dass nur Wärmeschwingungen möglich sind, bevor mit zunehmender Temperatur einzelne Seitengruppen, Seitenketten oder chemisch nicht abreagierte Kettenenden Umlagerungen ausführen (Nebenerweichungsbereich) (Bischoff 1992, Ehrenstein 1978, Batzer 1985). Im Haupterweichungsbereich (Glasübergangsbereich) setzen kooperative Bewegungen ganzer Kettensegmente (30-50 Kettenglieder) ein. Die sogenannte mikrobrownsche Molekularbewegung (Werner 2000, Hemminger 1979, Möhler 1979, Riesen 1987, Bischoff 1992). Die Größe des Umlagerungsbereichs beträgt einige nm³ (Riesen 2003). Dadurch wird der Elastizitätsmodul etwa um den Faktor 1000 bei Thermoplasten und 10 bis 100 bei Duroplasten reduziert (Bischoff 1992). Unterhalb der Glasübergangstemperatur befindet sich das Material im festen, spröden Glaszustand (Werner 2000), oberhalb im flüssigen bis gummiartigen Zustand (Riesen 2003). Eine Besonderheit besteht darin, dass das Glas (amorpher Feststoff) sich nicht im thermodynamischen Gleichgewicht befindet und der Übergang in den flüssigen (resp. gummiartigen) Zustand ein Relaxationsprozess ist (Schawe 1999, Schawe 2000) und deshalb kinetisch kontrolliert wird. Somit erfolgt der Glasübergang nicht bei einer fixen Temperatur wie z. B. beim Schmelzen, sondern in einem breiten Temperaturbereich (Riesen 2003). Im zahnärztlichen Bereich werden Kunststoffe im harten, spröden Zustand unterhalb der Glasübergangstemperatur eingesetzt.

Beeinflussende Faktoren und deren Auswirkung auf die Glasübergangstemperatur T_g zeigt folgende Tabelle:

Faktoren	Auswirkung auf die Glasübergangstemperatur
Beweglichkeit der Hauptkette des Moleküls	T_g sinkt mit zunehmender Beweglichkeit
Seitenketten des Moleküls	T_g steigt mit zunehmender Anzahl und Polarität der Seitenketten
Molmasse	T_g steigt mit zunehmender Molmasse
Vernetzung	T_g steigt mit zunehmender Vernetzung
Abkühlrate	T_g steigt mit zunehmender Abkühlrate

Tabelle 6 : Beeinflussende Faktoren und deren Auswirkung auf die Glasübergangstemperatur (Gergs 2007)

Weiterhin ändert Feuchteaufnahme die Temperaturlage der Erweichungsbereiche. Die Wechselwirkungen des eindiffundierenden Wassers mit dem Polymer erhöhen die Beweglichkeit der Makromoleküle und erleichtern dadurch Platzwechsellvorgänge (Bischoff 1992). Infolge dessen sinkt die Glasübergangstemperatur.

Im Kurvenverlauf des Speichermoduls erscheint die Glasübergangstemperatur als starker Abfall. Im Gegensatz dazu stellt sie sich im Grafen des Verlustmoduls als Hochpunkt dar (Menard 1999). Im Kurvenverlauf des $\tan \delta$ stellt sich die Glasübergangstemperatur ebenfalls als Peak dar (Bischoff 1992, Franck 1991).

Neben der DMA gibt es noch weitere Techniken der Thermischen Analyse (TA), mit denen sich die Glasübergangstemperatur bestimmen lässt. Die wichtigsten sind Differential Scanning Calorimetry (DSC) und Thermomechanische Analyse (TMA). Bei der DSC wird die spezifische Wärmekapazität gemessen (Bischoff 1992), bei der TMA wird der thermische Ausdehnungskoeffizient gemessen (Stevens 1996). Bei gefüllten Probekörpern wie dentalen Kunststoffen löst der Glasübergang nur eine geringe Änderung der Wärmekapazität und der Ausdehnung aus, jedoch eine deutliche Änderung des Moduls. Neben den drei Normverfahren (DSC, TMA und DMA) kommen Temperaturmodulierte DSC (TM DSC), Dynamic Load TMA (DLTMA) und Simultaneous Differential Thermal Analysis (SDTA) zur Anwendung.

Physikalische Eigenschaft	Änderung beim Glasübergang	Messtechnik
Spezifische Wärmekapazität	5-30%	DSC (TM DSC)
Ausdehnungskoeffizient	50-300%	TMA (Dilatometrie)
E-Modul	1 bis 3 Dekaden	DMA (DLTMA)

Tabelle 7: Übersicht über die Empfindlichkeiten der einzelnen TA-Techniken zur Bestimmung des Glasübergangs (Riesen 2003)

Vor- und Nachteile der verschiedenen Methoden zeigt folgende Tabelle:

Technik	Vorteile	Nachteile
DSC	Einfache Handhabung; Normverfahren; auch bei niederviskösen Materialien (z. B. Lösemitteln); keine besondere Probenvorbereitung	Kleine Stufe im Wärmestrom bei gefüllten Proben und bei kleiner Rate
TM DSC	Abtrennung von nicht-reversierenden Effekten; Frequenzeinflüsse können untersucht werden; keine besondere Probenvorbereitung	Messungen dauern wegen der kleinen Heizrate meist länger
TMA	Einfache Probenhandhabung; auch kleine Raten liefern gute Ergebnisse; dünnste Schichten (Erweichungs-/Penetrationsmessung); Normverfahren	Oberhalb von T_g muss die Viskosität hinreichend groß sein; nur kleine Ausdehnungsänderung bei gefüllten Materialien; Überlagerung durch Spannungsrelaxationen
DLTMA	E-Modul-Bestimmung; Hochgefüllte Materialien (Biegemessung)	E-Modulwerte sind bei steifen Materialien oft zu tief
SDTA	Hohe Temperaturen; Zusatzinformation bei Thermogravimetrischer Analyse (TGA) und TMA	Weniger empfindlich als DSC; große Probenmenge notwendig
DMA	Höchste Empfindlichkeit für Glasübergänge; genaue Modulwerte; Normverfahren; großer Frequenzbereich; Messung von mechanischen Größen	Durch kleine Heizrate relativ lange Messdauer

Tabelle 8: Eigenschaften der TA-Techniken für die Bestimmung des Glasübergangs (Riesen 2003)

3.3 DMA-Messprinzip

Art und Konsistenz der Probe sowie die Aufgabenstellung erfordern verschiedene Belastungsarten. Je nach Probenhalterung sind fünf verschiedene Belastungen realisierbar:

- Dreipunktbiegung
Dieser Verformungsmodus eignet sich für Materialien mit hohem Speichermodul wie z. B. gefüllte oder verstärkte Thermo- und Duroplaste (Verbundwerkstoffe) oder Metalle und Metalllegierungen.
- Zweiarmlige bzw. einarmige Biegung
Diese Anordnung ist günstig für Proben des hohen und mittleren Modulbereichs (Gummi und Thermoplaste).
- Kompression
Dieser Modus ist für Gummi, Schaumstoffe, Biopolymere, pastöse Stoffe, etc. geeignet.
- Lineare Scherung
Diese Probenhalterung eignet sich insbesondere für weiche Materialien wie Kautschuk oder Klebstoffe.
- Zug
Die Zusanordnung wird für Messungen von Folien und Fasern oder dünnen Gummiprüfproben eingesetzt. (Netzsch-Gerätebau)

Die in der Doktorarbeit verwendeten Werkstoffe sind Kunststoffe mit hohem Speichermodul. Für sie eignet sich besonders der Dreipunktbiegeversuch.

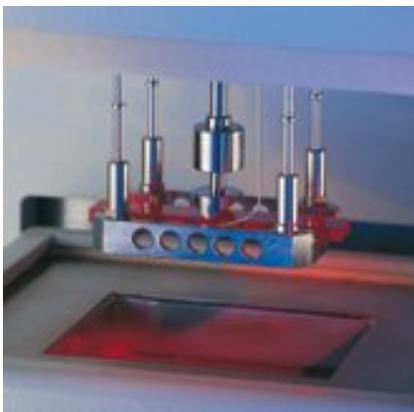


Abbildung 15: Probenhalterung beim Dreipunktbiegeversuch (Netzsch-Gerätebau)

Die Probe liegt dabei auf dem Probehalter zwischen zwei abgerundeten Schneiden in einem definierten Abstand auf. Der Abstand hängt von der Probengeometrie ab und sollte dem Faktor 10 zur Probenhöhe entsprechen (Netzsch-Gerätebau 1994). Der Fühlstempel belastet die Probe von oben. Es gilt folgende Gleichung:

$$E = \frac{l_v^3 (X_H - X_L)}{4D_L b a^3}$$

Formel 3: Dreipunkt-Biegegleichung

Dabei gilt: E = Biegemodul, l_v = Stützweite, X_H = Ende der Biegemodulermittlung,
 X_L = Beginn der Biegemodulermittlung, D_L = Durchbiegung, b = Probenbreite,
 a = Probendicke

Abbildung 16 soll das DMA-Messprinzip schematisch darstellen.

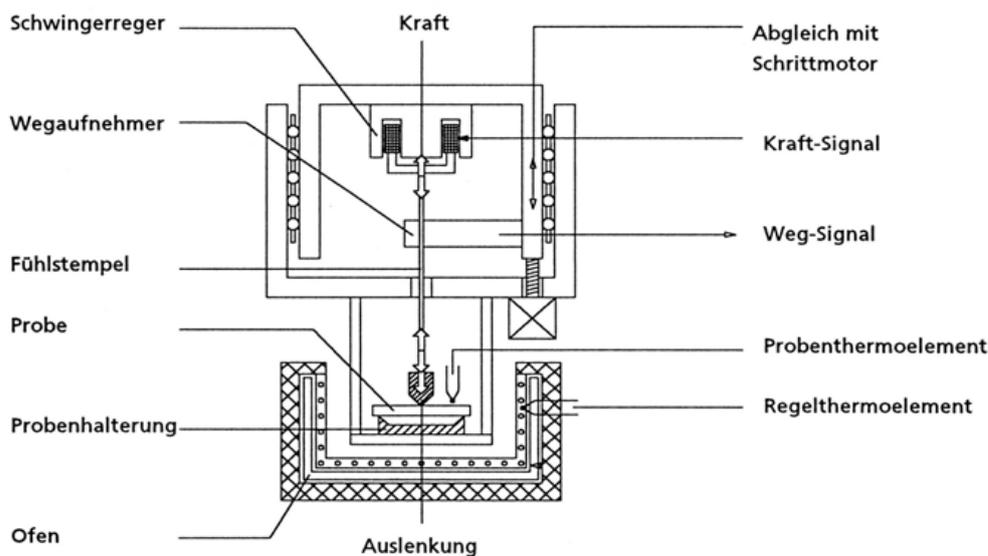


Abbildung 16: Schematische Darstellung des DMA-Messprinzips (Netzsch-Gerätebau 1994)

Die Probe wird einer zeitlich sinusförmigen Deformation mit bestimmter Frequenz und Amplitude (Eingangsfunktion) unterworfen (Zosel 1996). Infolge dessen verformt sich der viskoelastische Probekörper und schwingt ebenfalls sinusförmig mit derselben Frequenz (Ausgangsfunktion), jedoch mit Phasenverschiebung (Wetton 1986). Die messtechnische Erfassung erfolgt über einen bestimmten Temperaturbereich mittels Wegsensor. Man wählt den Temperaturbereich so, dass sich das Probenmaterial noch nicht zersetzt. Aus der zeitlichen Phasenverschiebung Δt von Eingangs- und Ausgangsfunktion wird der

Phasenwinkel δ berechnet. Er kennzeichnet die Phasenverschiebung zwischen der dynamischen Spannung und der dynamischen Verformung eines viskoelastischen Materials, das einer sinusförmigen Schwingung ausgesetzt ist. Der Phasenwinkel wird ausgedrückt in [rad] (Ehrenstein 2003). E' und E'' sind proportional zu Spannung und Dehnung.

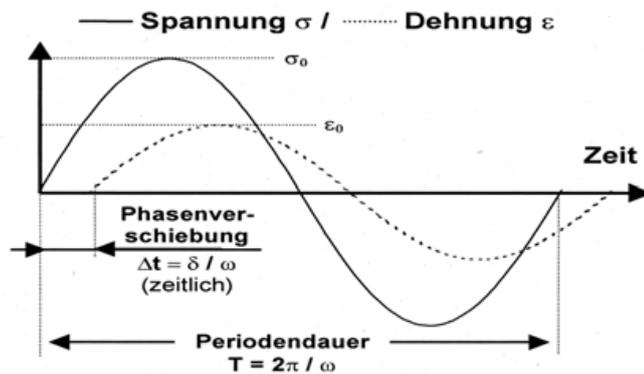


Abbildung 17: Schematische Darstellung der Messsignale bei der DMA (Netzsch-Gerätebau 1994, Steinhaus 2003)

σ_0 : max. Spannungsbelastung, ϵ_0 : max. resultierende Dehnung, δ : Phasenverschiebungswinkel

$$\delta = \Delta t \cdot \omega$$

Formel 4: Berechnung des Phasenwinkels δ

Dabei gilt: Δt = zeitliche Phasenverschiebung

$$\omega = \text{Kreisfrequenz} = 2\pi \cdot f = \frac{2\pi}{T}$$

wobei: f = Frequenz, T = Periodendauer

Speichermodul E' und Verlustmodul E'' werden aus dem Verhältnis der Höchstwerte von Spannung und Dehnung (Δ Amplitude) und der Phasenverschiebung unter Verwendung der trigonometrischen Funktionen berechnet.

$$E' = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} \cdot \cos \delta$$

Formel 5: Berechnung des Speichermoduls E' (Ehrenstein 2003)

$$E'' = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} \cdot \sin \delta$$

Formel 6: Berechnung des Verlustmoduls E'' (Ehrenstein 2003)

$$\tan \delta = \frac{\text{Verlustmodul}}{\text{Speichermodul}} = \frac{E''}{E'}$$

Formel 7: Berechnung des Verlustfaktors δ (Ehrenstein 2003)

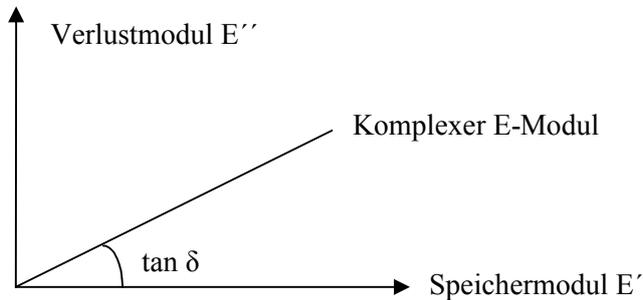


Abbildung 18: Darstellung des Zusammenhangs der Moduln bei DMA-Messungen (Wetton 1986)

Je nach Phasenwinkelverschiebung lassen sich drei verschiedene Verhaltensbereiche des Probenmaterials unterscheiden:

- Rein elastisches Verhalten: Die Probe reagiert ohne zeitliche Verzögerung auf die einwirkende Kraft $\rightarrow \Delta\delta = 0^\circ$
- Rein visköses Verhalten: Die größte Dehnung tritt nach Beenden der Krafteinwirkung auf $\rightarrow \Delta\delta = 90^\circ$
- Viskoelastisches Verhalten: Phasenverschiebung liegt zwischen 0° und 90°
 $\rightarrow 0^\circ < \Delta\delta < 90^\circ$

Dieses Verhalten liegt bei Polymeren vor.

(Widmann 2002, Gergs 2007)

Die DMA liefert umfangreiche praxisrelevante Informationen:

- Temperatureinsatzgrenzen für die Anwendung und die Verarbeitung (u.a. Glasumwandlungstemperatur, Erweichungs- und Versprödungsbeginn)
- Konstruktionsdaten über Steifigkeit und Dämpfung (Modulwerte, Dämpfungsfaktor)
- Fließ- und Relaxationsverhalten
- Aussagen zu Aufbau und Struktur von Polymeren und Polymermischungen (Verträglichkeit)
- Aushärtung, Vulkanisation
- Alterung (Netzsch-Gerätebau)

4 MATERIAL UND METHODE

4.1 Aufgabenstellung

Die vorliegende Arbeit beschäftigte sich mit dem Vergleich von Materialien verschiedener Werkstoffklassen bezüglich ihrer viskoelastischen Eigenschaften. Zum anderen sollte der Einfluss unterschiedlicher Faktoren (Temperatur, Einlagerung von Füllstoffen, Monomersystem und Polymerisationsart) auf das viskoelastische Verhalten von Kunststoffen überprüft werden.

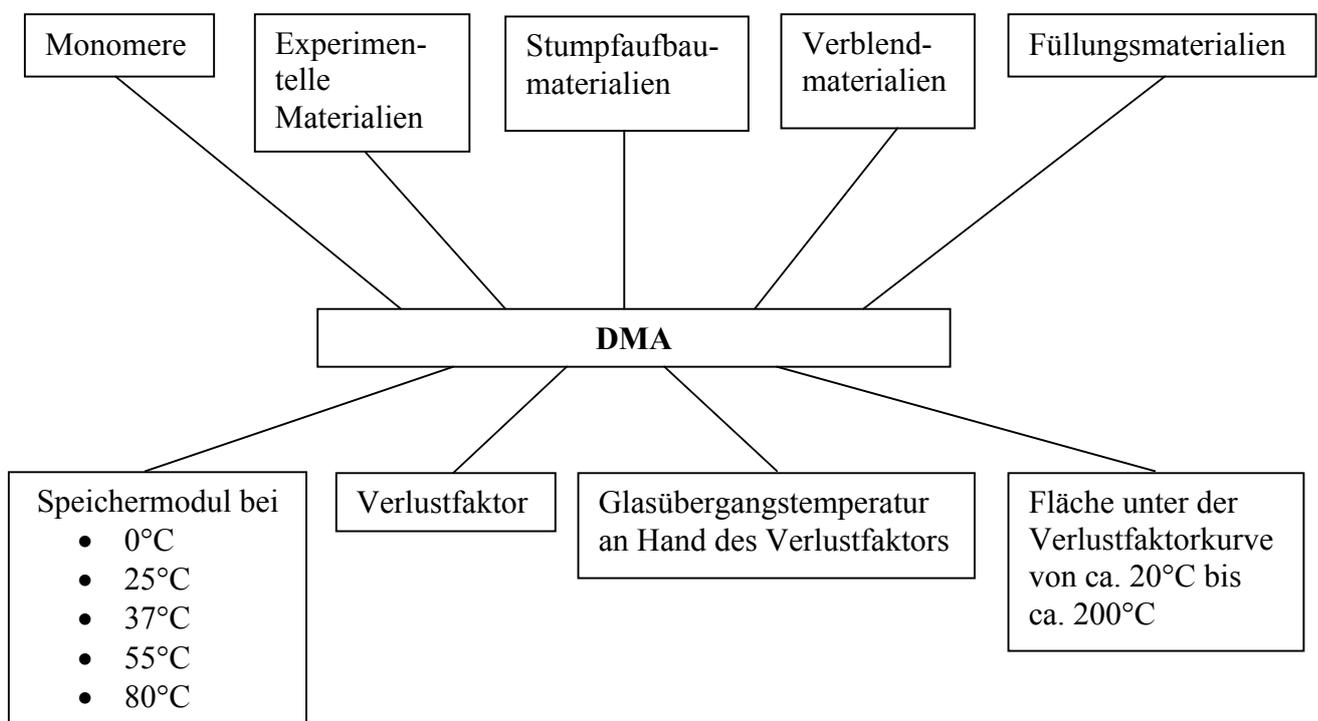


Abbildung 19: Übersicht zur Aufgabenstellung

4.2 Verwendete Materialien

Zunächst wurden von jedem Material Probekörper hergestellt. Das Material wurde dazu in eine vorgefertigte Silikonform mit den Maßen 2x2x25 [mm] eingefüllt. Um das Entstehen einer Sauerstoff-Inhibitionsschicht zu verhindern, wurde jede Probe mit einer dünnen PET-Folie abgedeckt. Anschließend wurde das Material ausgehärtet. Es wurden jeweils mehrere Materialien aus fünf verschiedenen Materialklassen (Monomere, experimentelle Werkstoffe, Stumpfaufbauwerkstoffe, Verbundwerkstoffe, Füllungswerkstoffe) verwendet.

Monomere:

Es wurden die in Tabelle 13 aufgeführten Monomere getestet. Bei allen untersuchten Monomeren handelte es sich um lichthärtende Materialien. Um die Photopolymerisation zu initiieren, wurde den Monomeren Campherchinon (0,3 Gew.-%) und das Amin EPD Quantacure (0,25 Gew.-%) zugefügt.

Material	Lieferant	Härtung
Bis-GMA (Crystal)	Ivoclar-Vivadent 9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein	lichthärtend
UDMA	Ivoclar-Vivadent 9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein	lichthärtend
Mischung aus UDMA und TMPTM	Ivoclar-Vivadent 9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein	lichthärtend
TMPTM	Ivoclar-Vivadent 9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein	lichthärtend
HEMA	Evonik Röhm GmbH 64293 Darmstadt, Deutschland	lichthärtend
HPMA	Evonik Röhm GmbH 64293 Darmstadt, Deutschland	lichthärtend
HPPMA	Ivoclar-Vivadent 9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein	lichthärtend
PEG400	Evonik Röhm GmbH 64293 Darmstadt, Deutschland	lichthärtend
TEGDMA	Evonik Röhm GmbH 64293 Darmstadt, Deutschland	lichthärtend

Tabelle 9: Verwendete Monomere (lichthärtend)

Experimentelle Werkstoffe:

Es wurden acht experimentelle Werkstoffe getestet. Sie bestanden zu 70 Gewichts-% aus Monomer und zu 30 Gewichts-% aus Füllstoffen. Der Monomeranteil von Monomer A setzte aus 70 Gewichts-% UDMA und 30 Gewichts-% TMPTM zusammen. Monomer B bestand zu 70 Gewichts-% aus UDMA und zu 30 Gewichts-% aus PEG400. Dem Füllstoffanteil gehörten Campherchinon (0,3 Gew.-%) und das Amin EPD Quantacure (0,25 Gew.-%) an. Zusätzlich

wurden Glasfüllkörper von 10µm (GM 27784, K4 batch: D46452), 1µm (GM 27884, batch: D32127) und 0,4µm (GM 27884, batch: D37007) Größe zugefügt. Bei allen untersuchten experimentellen Werkstoffen handelte es sich um lichthärtende Materialien.

Nummer	Monomer	Monomierzusammensetzung	Glasfüller
1	A	70 Gew.-% UDMA, 30 Gew.-% TMPTM	/
2	A	70 Gew.-% UDMA, 30 Gew.-% TMPTM	10 µm
3	A	70 Gew.-% UDMA, 30 Gew.-% TMPTM	1µm
4	A	70 Gew.-% UDMA, 30 Gew.-% TMPTM	0,4µm
5	B	70 Gew.-% UDMA, 30 Gew.-% PEG400	/
6	B	70 Gew.-% UDMA, 30 Gew.-% PEG400	10µm
7	B	70 Gew.-% UDMA, 30 Gew.-% PEG400	1µm
8	B	70 Gew.-% UDMA, 30 Gew.-% PEG400	0,4µm

Tabelle 10: Verwendete experimentelle Kunststoffe (lichthärtend)

Stumpfaufbauwerkstoffe:

Es wurden die vier in der Tabelle 11 aufgeführten Stumpfaufbauwerkstoffe getestet. Bei allen untersuchten Stumpfaufbauwerkstoffen handelte es sich um dual härtende Materialien.

Material	Hersteller	Organische Matrix	Füllstoffgehalt (Gew.-%)
LuxaCore	DMG GmbH, 22547 Hamburg, Deutschland	Bariumglas und pyrogene Kieselsäure in einer Bis-GMA basierten Matrix aus Dentalharzen	72
MultiCore Flow	Ivoclar Vivadent AG, 9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, Ytterbiumfluorid	71
Rebilda DC blue	VOCO GmbH, 27457 Cuxhafen, Deutschland	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA	70,2
Rebilda DC white	VOCO GmbH, 27457 Cuxhafen, Deutschland	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA	70,2

Tabelle 11: Verwendete Stumpfaufbauwerkstoffe (DMG 2005, Wrbas 2006, Cekic-Nagas 2008)

Verblendwerkstoffe:

Es wurden elf Verblendwerkstoffe getestet (siehe Tabelle 12). Die untersuchten Verblendmaterialien unterschieden sich neben ihrer Zusammensetzung in der Startreaktion der Polymerisation.

Material	Hersteller	Polymerisation	Organische Matrix	Füllstoffgehalt (Gew.-%)
Adoro	Ivoclar Vivadent AG 9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein	licht-/ hitzehärtend	UDMA, aliphatische Dimethacrylate	60
ArtGlass	Hereaus Kulzer GmbH 63450 Hanau, Deutschland	lichthärtend	Multifunktionelle Methacrylate	68-74
belleGlass	Kerr Corporation 1717 West Collins Orange, CA 92867, USA	hitze-/druck-/ lichthärtend	UDMA, TEGDMA, Bis- GMA, Polymethacrylat	78,8
Conquest Sculpture	Jeneric Pentron Deutschland GmbH 72127 Kusterdingen, Deutschland	licht-/ druckhärtend	PCDMA, Dimethacrylate	78
Dialog	Schütz Dental Group 61191 Rosbach, Deutschland	lichthärtend	Diurethandimetha crylat, Butandioldimetha crylat, Bis-GMA	53
Epicord	Kuraray Europe GmbH 65926 Frankfurt am Main, Deutschland	lichthärtend	UDMA, TEGDMA	85
Signum	Hereaus Kulzer GmbH 63450 Hanau,	lichthärtend	UDMATEGDMA 12- Dioldimethacrylat	73

	Deutschland			
Sinfony	3M ESPE Dental AG 82229 Seefeld, Deutschland	lichthärtend	Aliphatische und cycloaliphatische Monomere	49-50
Solidex	SHOFU Dental GmbH 40878 Ratingen, Deutschland	lichthärtend	Kopolymere multifunktioneller Kunststoffe (25 Gew.-%), konventionelle Kunststoffe und Lichtinitiatoren (22 Gew.-%)	53
Targis	Ivoclar-Vivadent 9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein	licht-/ hitzehärtend	UDMA, Bis- GMA	55
Thermo- resin	GC Corporation 174-8585 Tokio, Japan	licht-/ hitzehärtend	UDMA	57,7

Tabelle 12: Verwendete Verblendwerkstoffe (Rzanny 2007, Mesquita 2008, Rosentritt 1999, Kuraray Dental 2006, Ogino 2007, Kournetas 2005, Miranda 2003, Casselli 2006, Yamaga 1994)

Füllungswerkstoffe:

Es wurden 24 restaurative Werkstoffe getestet, die sich nach ihrem werkstoffkundlichen Aufbau zu neun Materialklassen zusammenfassen lassen. Bei allen untersuchten Füllungswerkstoffen handelte es sich um lichthärtende Materialien.

Materialklasse	Material	Hersteller	Organische Matrix	Füllstoff- gehalt (Gew.-%)
Makrofüllerkomposit	QuiXfil	DENTSPLY DeTrey GmbH 78467 Konstanz, Deutschland	UDMA, TEGDMA, Di-, Trimethacrylat- harze, carbonsäure- modifizierte DMA	85,5
Mikrofüllerkomposit	Esthet-X	DENTSPLY DeTrey GmbH 78467 Konstanz, Deutschland	Bis-GMA-Addukt, Bis-EMA, TEGDMA	77
	Filtek Z250	3M ESPE Dental AG 82229 Seefeld, Deutschland	Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA	84
	Heliomolar	Ivoclar-Vivadent 9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein	Bis-GMA, UDMA, Decandiol-DMA	76,5
	Point4	Kerr Corporation 1717 West Collins Orange, CA 92867, USA	Bis-GMA, TEGDMA, ethyloxiertes Bis- DMA	76
Hybridkomposit	Artemis	Ivoclar-Vivadent 9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein	Bis-GMA, UDMA, Tiethylenglycol, Dimethacrylate	75-77
	Tetric Ceram	Ivoclar-Vivadent 9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA	79
	Tex	Chemiewerkstoff Temme GmbH 91166	keine Angabe	keine Angabe

		Georgensgmünd, Deutschland		
Mikrohybridkomposit	Adamant	Ivoclar-Vivadent 9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA	81
	Arabesk Top	VOCO GmbH 27457 Cuxhafen, Deutschland	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA	77
	Enamel plus	Micerium S.p.a. 16030 Avegno (Ge), Italien	UDMA, Bis-GMA, Butandiol-DMA	75
	Miris	COLTENE Holding AG 8309 Nürsendorf, Schweiz	Bis-GMA, Bis- EMA, TEGDMA	75
	Spectrum	DENTSPLY DeTrey GmbH 78467 Konstanz, Deutschland	Bis-GMA-Addukt, Bis-EMA, TEGDMA, modifizierte DMA	77
	Venus	Hereaus Kulzer GmbH 63450 Hanau, Deutschland	Methacrylate	78
Nanofüllerkomposit	Filtek Supreme	3M ESPE Dental AG 82229 Seefeld, Deutschland	Bis-GMA-Addukt	78,5
Nanofüllerhybrid- komposit	Grandio	VOCO GmbH 27457 Cuxhafen, Deutschland	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA	87
	Grandio flow	VOCO GmbH 27457 Cuxhafen, Deutschland	keine Angabe	80

Siloran	Filtek Silorane	3M ESPE Dental AG 82229 Seefeld, Deutschland	keine Angabe	keine Angabe
Ormocer	Admira	VOCO GmbH 27457 Cuxhafen, Deutschland	keine Angabe	78
	Admira flow	VOCO GmbH 27457 Cuxhafen, Deutschland		63
Kompomer	Ceram-X	DENTSPLY DeTrey GmbH 78467 Konstanz, Deutschland	Methacrylatmodifi- zierte Polysiloxane, Dimethacrylatkunst- stoffe	76
	Compo- glass F	Ivoclar-Vivadent 9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein	UDMA, cycloaliphatisches Dicarbonsäurecar- bonat, Poly-EDMA	76
	Dyract AP	DENTSPLY DeTrey GmbH 78467 Konstanz, Deutschland	UDMA, Tetracarboxylsäure- dihydroxyethyl- methacrylatester, Alkanoyl-PMA	73
	Dyract eXtra	DENTSPLY DeTrey GmbH 78467 Konstanz, Deutschland	UDMA, TEGDMA, TBC-Harz, Trimethacrylatharz	76

Tabelle 13: Verwendete Füllungswerkstoffe (Schultz 2003, Korkmaz 2007, Ivoclar Vivadent 2005, Polydorou 2008, Heraeus Kulzer 2007, Dentsply2005, Dentsply 2008)

Die folgende Tabelle zeigt eine Übersicht, wie die untersuchten Materialien polymerisiert wurden.

Monomere, Stumpfaufbaumaterialien und restaurative Materialien	Polymerisation
Standard	Elipar Trilight, 3 Belichtungsphasen je 40 Sekunden, Lampendurchmesser 7mm
Experimentelle Materialien	Polymerisation
Standard	Spectamat für zweimal 90 Sekunden und anschließend Targis Power bei 104° für 25 min
Verblendmaterialien	Polymerisation
Adoro	Visio Beta unter Vakuum bei einer Licht-Wellenlänge von 400-550 nm für 15 min; Targis Power bei 104°C für 25 min
Sinfony	Visio Beta unter Vakuum bei einer Licht-Wellenlänge von 400-550 nm für 15 min; Belle de St. Claire bei 140°C und 5,5 bar in N ₂ -Atmosphäre für 10 min; Ivomat IP3 bei 6 bar und 120°C für 20 min; Targis Power bei 104°C für 25 min
belleGlass	Belle de St. Claire bei 140°C und 5,5 bar in N ₂ -Atmosphäre für 10 min; Ivomat IP3 bei 6 bar und 120°C für 20 min; Targis Power bei 104°C für 25 min
Targis, Thermoresin	Targis Power bei 104°C für 25 min
ArtGlass, Signum, Solidex	Dentacolor XS für 180 Sekunden
Dialog	Elipar Trilight für 180 Sekunden
Epicord	UniXS für 240 Sekunden
Conquest Sculpture	Sculpture: 5 min Druck (5 bar) mit vorherigem 3-maligem Fluten von Stickstoff, danach 3 min Druck (5 bar) und Lichtpolymerisation

Tabelle 14: Verwendete Polymerisationsarten

Zur Polymerisation der Verblendmaterialien wurden folgende Polymerisationsgeräte verwendet.

	Targis Power	Visio Beta	Ivomat	Belle de St. Claire	Denta-color XS	Elipar Trilight	UniXS	Sculpture
Adoro	X	X						
Sinfony	X	X	X	X				
belleGlass	X		X	X				
Targis	X							
Thermo-resin	X							
ArtGlass					X			
Signum					X			
Solidex					X			
Dialog						X		
Epicord							X	
Conquest Sculpture								X

Tabelle 15: Verwendete Polymerisationsgeräte bei den Verblendwerkstoffen

4.3 Verwendete Geräte

Wie bereits beschrieben, wurden die Probekörper mit unterschiedlichen Geräten polymerisiert. Folgende Polymerisationsgeräte kamen zum Einsatz:

- Elipar Trilight
Hersteller: 3M ESPE Dental AG
82229 Seefeld, Deutschland
- Visio Beta
Hersteller: 3M ESPE Dental AG
82229 Seefeld, Deutschland

- Belle de St. Claire
Hersteller: Kerr Corporation
1717 West Collins Orange, CA 92867, USA
- Ivomat
Hersteller: Ivoclar Vivadent AG
9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein
- Targis Power
Hersteller: Ivoclar-Vivadent
9494 Schaan, Fürstentum Liechtenstein
- Dentacolor XS
Hereaus Kulzer GmbH
63450 Hanau, Deutschland
- UniXS
Hersteller: Kuraray Europe GmbH
65926 Frankfurt am Main, Deutschland
- Sculpture
Hersteller: Jeneric Pentron Deutschland GmbH
72127 Kusterdingen, Deutschland

Das viskoelastische Verhalten der Proben wurde mit der DMA-Messeinrichtung „DMA 242“ von Netzsch-Gerätebau bestimmt.



DMA 242 C

Hersteller: NETZSCH-Gerätebau GmbH,
95100 Selb, Deutschland

Abbildung 20: DMA-Messeinrichtung (Netzsch-Gerätebau)

4.4 Messmethode

Die Dynamisch-Mechanische-Analyse (DMA) ist ein Verfahren, um die dynamisch-mechanischen Eigenschaften von Polymeren und Monomeren zu ermitteln. Die Messung erfolgte unter Einwirkung eines sinusförmigen Belastungswechsels und unter Einhaltung eines bestimmten Temperaturprogramms. Es wurden folgende Kenngrößen erfasst: Der Speichermodul E'' und der Verlustfaktor $\tan \delta$. Insgesamt sind 212 DMA-Messungen durchgeführt worden, wobei bis zu fünf Messungen pro Material erfolgten. Die Stützweite der Auflager betrug 20mm. Als Programmeinstellung wurde gewählt:

- Heizmodus:
Starttemperatur: ab -100°C
Aufheizen: bis 200°C , wobei Aufheizrate: $5\text{K}/\text{min}$
- Frequenz: 5Hz
- Mechanische Parameter:
Proportionalitätsfaktor: 1,3 (abhängig vom Deformationsmodus)
Zielamplitude: $20\mu\text{m}$ (= maximale Auslenkung der Probe, die zum Erreichen der Amplitude benötigt wird)
Maximale dynamische Kraft, die aufgebracht werden soll zum Erreichen der Zielamplitude: 6N
Zusätzlicher Konstantanteil der statischen Kraft zum Fixieren der Probe: $0,2\text{N}$

4.5 Auswertung

Die erhaltenen Messdaten wurden mit Hilfe der Software „Proteus Analysis“ der Firma NETZSCH-Gerätebau ausgewertet. Es folgt eine typische DMA-Messkurve. Die gestrichelte Kurve zeigt den Verlauf des Speichermoduls, die durchgezogene Kurve den Verlauf des Verlustfaktors. Folgende Daten wurden ausgewertet:

- Der Speichermodul bei 0°C , 25°C , 37°C , 55°C und 80°C
- Der Maximalwert des Verlustfaktors $\tan \delta$ und dessen Temperaturlage (Glasübergang)
- Die Temperatur, bei der der Verlustfaktor $\tan \delta$ zu steigen beginnt (Onset)
- Fläche unter der Verlustfaktorkurve zwischen Onset (ca. 20°C) und Glasübergang mit dem Faktor 2 multipliziert zur Bestimmung der Umsetzung der Materialien

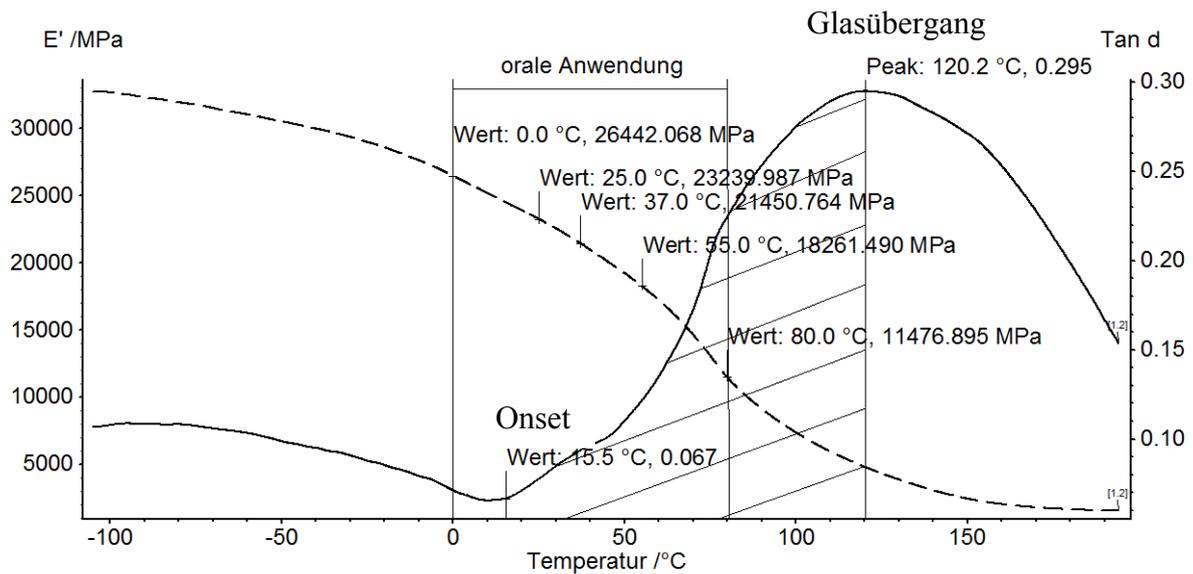


Abbildung 21: DMA-Messkurve von Adamant

Zur Flächenberechnung wurden die Werte der Verlustfaktor-Kurve vom Anstiegspunkt bis zum Peak in das Programm „TA Orchestrator“ von TA Instruments-Waters LLC exportiert. Aus den Werten wurde ein entsprechender Graf gezeichnet. Dieser wurde an einer Parallelen zur y-Achse durch den Peak gespiegelt und die Fläche unter der entstandenen Kurve wurde berechnet. Es wurden Mittelwerte und die Standardabweichung der einzelnen Mittelwerte bestimmt. Die grafische und statistische Datenanalyse wurde mit dem Programm SPSS 16.0 (SPSS Inc.) durchgeführt. Zum Vergleich der Einzelwerte wurden paarweise Vergleiche (One-way ANOVA) durchgeführt. Das Signifikanzniveau wurde mit 0,05 festgelegt.

5 ERGEBNISSE

5.1 Monomere

Es wurden acht Monomere und ein Monomergemisch getestet. Das folgende Säulendiagramm veranschaulicht die Temperaturabhängigkeit des Speichermoduls:

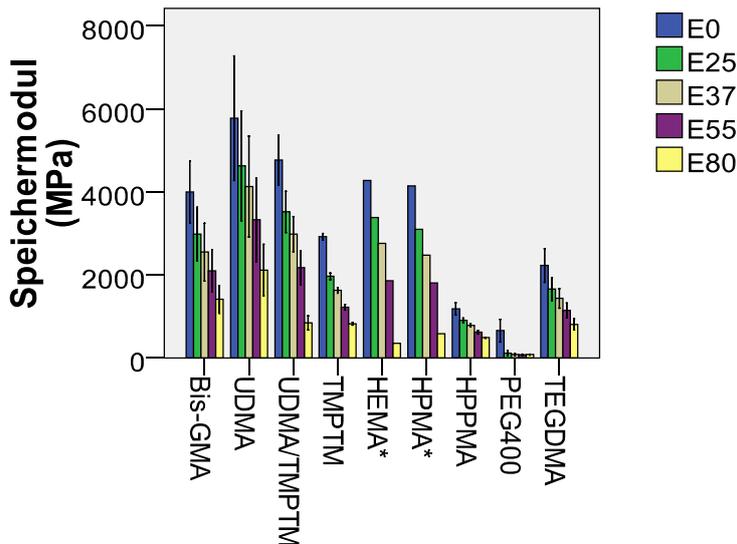


Abbildung 22: Speichermodul der Monomere (Mittelwert und Standardabweichung)
* nur eine Messung auswertbar

Bei 0°C wurde für Bis-GMA ein Speichermodul von 4001 ± 749 MPa, für UDMA von 5776 ± 1502 MPa, für die Mischung aus UDMA und TMPTM von 4770 ± 610 MPa, für TMPTM von 2923 ± 75 MPa, für HEMA von 4275 MPa, für HPMA von 4147 MPa, für HPPMA von 1187 ± 148 MPa, für PEG400 von 661 ± 272 MPa und für TEGDMA von 2229 ± 402 MPa gemessen. HPPMA und PEG 400 unterschieden sich signifikant ($p \leq 0,050$) von Bis-GMA, UDMA, der Mischung aus UDMA und TMPTM, TMPTM, HEMA und HPMA. Die Werte für TEGDMA zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,039$) zu der Mischung aus UDMA und TMPTM und PEG 400. TMPTM war signifikant ($p \leq 0,048$) unterschiedlich zu HEMA und HPMA.

Bei 25°C lag der Speichermodul zwischen 120 ± 58 MPa (PEG 400) und 4630 ± 1320 MPa (UDMA). HPPMA und PEG 400 unterschieden sich signifikant ($p \leq 0,045$) von Bis-GMA, der Mischung aus UDMA und TMPTM, TMPTM, HEMA und HPMA. PEG 400 war zudem signifikant ($p \leq 0,007$) unterschiedlich zu HPPMA, TEGDMA und UDMA. Die Werte für TMPTM zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,048$) zu der Mischung aus UDMA und

TMPTM und HEMA. TEGDMA unterschied sich signifikant ($p \leq 0,044$) von der Mischung aus UDMA und TMPTM.

Bei 37°C betrug der Speichermodul zwischen $86 \pm 25 \text{MPa}$ (PEG 400) und $4131 \pm 1217 \text{MPa}$ (UDMA). PEG 400 unterschied sich von allen anderen Monomeren signifikant ($p \leq 0,008$). Die Mischung aus UDMA und TMPTM war signifikant ($p \leq 0,047$) unterschiedlich zu TMPTM, HPPMA und TEGDMA. Die Werte für HPPMA zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,018$) zu TMPTM, HEMA und HPMA. Ebenfalls signifikant ($p = 0,048$) unterschieden sich TMPTM und HEMA.

Bei 55°C lagen die Werte in einem ähnlichen Verhältnis: $80 \pm 15 \text{MPa}$ (PEG400), $624 \pm 42 \text{MPa}$ (HPPMA), $1144 \pm 177 \text{MPa}$ (TEGDMA), $1222 \pm 70 \text{MPa}$ (TMPTM), 1807MPa (HPMA), 1859MPa (HEMA), $2101 \pm 505 \text{MPa}$ (Bis-GMA), $2174 \pm 402 \text{MPa}$ (Mischung aus UDMA und TMPTM) und $3332 \pm 1009 \text{MPa}$ (UDMA). Der Vergleich der Werte von PEG 400 mit den anderen Monomeren ergab in jedem Fall einen signifikanten Unterschied ($p \leq 0,009$). HPPMA unterschied sich signifikant ($p \leq 0,032$) von der Mischung aus UDMA und TMPTM, TMPTM, HEMA und HPMA.

Bei 80°C war der Speichermodul von Bis-GMA $1413 \pm 332 \text{MPa}$, von UDMA $2119 \pm 617 \text{MPa}$, von der Mischung aus UDMA und TMPTM $847 \pm 169 \text{MPa}$, von TMPTM $825 \pm 31 \text{MPa}$, von HEMA 359MPa , von HPMA 586MPa , von HPPMA $492 \pm 10 \text{MPa}$, von PEG400 $84 \pm 13 \text{MPa}$ und von TEGDMA $811 \pm 134 \text{MPa}$. Wiederum war PEG 400 zu allen anderen Monomeren signifikant ($p \leq 0,008$) unterschiedlich. Zusätzlich zeigten die Werte für HPPMA signifikante Unterschiede ($p = 0,005$) zu TMPTM.

Im Weiteren folgt eine Übersicht der Werte von Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve:

	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. (°C)	Fläche (1/°C)
Bis-GMA	$0,1730 \pm 0,0127$	$148,6 \pm 8,1$	$18,3 \pm 1,6$
UDMA	$0,3215 \pm 0,0262$	$148,8 \pm 1,2$	$27,0 \pm 1,1$
UDMA/TMPTM	$0,3335 \pm 0,0149$	$104,7 \pm 0,2$	$23,0 \pm 1,0$
TMPTM	$0,1630 \pm 0,0226$	$15,7 \pm 3,0$	$6,6 \pm 0,0$
HEMA*	0,4170	101,0	30,1
HPMA*	0,4430	108,6	26,2
HPPMA	$0,1870 \pm 0,0127$	$39,4 \pm 18,3$	$15,9 \pm 0,9$
PEG400	$0,3577 \pm 0,0211$	$14,3 \pm 4,8$	$15,3 \pm 2,2$
TEGDMA	$0,1675 \pm 0,0233$	$-31,3 \pm 2,8$	$3,6 \pm 0,5$

Tabelle 16: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche der Monomere (Mittelwert und Standardabweichung)

* nur eine Messung auswertbar

Der *Verlustfaktor* lag zwischen $0,1630 \pm 0,0226$ (TMPTM), $0,1675 \pm 0,0233$ (TEGDMA), $0,1730 \pm 0,0127$ (Bis-GMA), $0,1870 \pm 0,01273$ (HPPMA), $0,3215 \pm 0,0252$ (UDMA), $0,3335 \pm 0,0149$ (Mischung aus UDMA und TMPTM), $0,3577 \pm 0,0211$ (PEG400), $0,4170$ (HEMA) und $0,4430$ (HPMA). Der Unterschied von Bis-GMA zu UDMA, der Mischung aus UDMA und TMPTM, HEMA, HPMA und PEG 400 war signifikant ($p \leq 0,041$). UDMA war signifikant ($p \leq 0,025$) unterschiedlich zu TMPTM, HPPMA und TEGDMA. Die Werte für die Mischung aus UDMA und TMPTM zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,014$) zu TMPTM, HPPMA und TEGDMA. HPPMA unterschied sich signifikant ($p \leq 0,043$) von HEMA und HPMA. PEG 400 war signifikant ($p = 0,002$) unterschiedlich zu TMPTM, HPPMA und TEGDMA.

Die *Glasübergangstemperatur* der Monomere betrug zwischen $-31,3 \pm 2,5^\circ\text{C}$ (TEGDMA), $14,3 \pm 4,8^\circ\text{C}$ (PEG400), $15,7 \pm 3,0^\circ\text{C}$ (TMPTM), $39,4 \pm 18,3^\circ\text{C}$ (HPPMA), 101°C (HEMA), $104,7 \pm 0,2^\circ\text{C}$ (Mischung aus UDMA und TMPTM), $108,6^\circ\text{C}$ (HPMA), $148,6 \pm 8,1^\circ\text{C}$ (Bis-GMA) und $148,8 \pm 1,2^\circ\text{C}$ (UDMA). Alle Materialien unterschieden sich signifikant ($p \leq 0,045$), außer Bis-GMA von UDMA, HEMA und HPMA ($p \geq 0,131$), TMPTM von HPPMA und PEG400 ($p \geq 0,213$) und HPPMA von HEMA, HPMA und PEG 400 ($p \geq 0,093$).

Als *Fläche* unter der Verlustfaktorkurve wurde bei Bis-GMA $18,3 \pm 1,6/^\circ\text{C}$, bei UDMA $30,0 \pm 1,1/^\circ\text{C}$, bei der Mischung aus UDMA und TMPTM $23,0 \pm 1,0/^\circ\text{C}$, bei TMPTM $6,6 \pm 0,0/^\circ\text{C}$, bei HEMA $30,1/^\circ\text{C}$, bei HPMA $26,2/^\circ\text{C}$, bei HPPMA $15,9 \pm 2,6/^\circ\text{C}$, bei PEG400 $15,3 \pm 2,2/^\circ\text{C}$ und bei TEGDMA $3,6 \pm 0,5/^\circ\text{C}$ bestimmt. TMPTM unterschied sich von allen anderen Monomeren signifikant ($p \leq 0,044$). Ebenso war TEGDMA zu den übrigen Monomeren signifikant ($p \leq 0,027$) unterschiedlich. Die Werte für UDMA zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,036$) zu Bis-GMA, HPPMA und PEG 400. PEG 400 unterschied sich signifikant ($p \leq 0,029$) von der Mischung aus UDMA und TMPTM und von HEMA.

5.2 Experimentelle Materialien

Die Monomere A (70 Gew.-% UDMA, 30 Gew.-% TMPTM) und B (70 Gew.-% UDMA, 30 Gew.-% PEG 400) wurden mit Füllern von $10\mu\text{m}$, $1\mu\text{m}$ und $0,4\mu\text{m}$ Korngröße versetzt und kaltgehärtet.

Abbildung 23 veranschaulicht den Zusammenhang von Temperatur und Speichermodul:

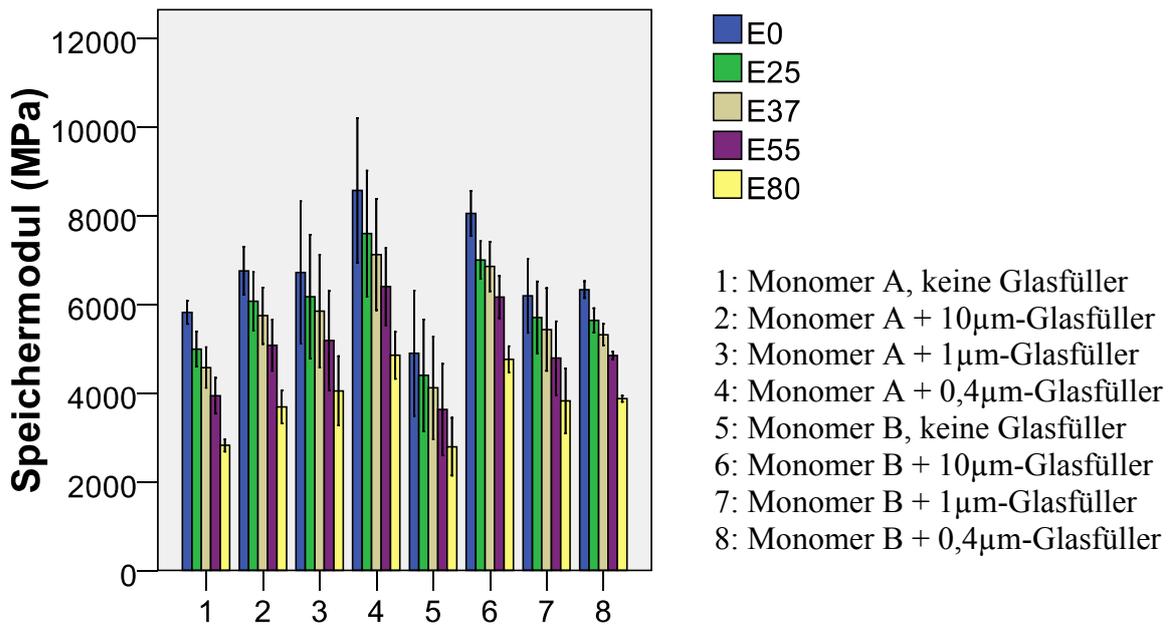


Abbildung 23: Speichermodul der Monomermischungen A und B nach Zugabe von Füllern mit 10µm, 1µm und 0,4 µm Korngröße (Mittelwert und Standardabweichung)

Bei 0°C hatte Material 1 einen Speichermodul von 5813±257MPa, Material 2 von 6751±544MPa, Material 3 von 6712±1602MPa, Material 4 von 8561±1623MPa, Material 5 von 4894±1407MPa, Material 6 von 8045±507MPa, Material 7 von 6185±830MPa und Material 8 von 6326±193MPa.

Bei 25°C lag der Speichermodul der aus Monomer A bestehenden Materialien zwischen 4986±398MPa (Material 1) und 7588±1415MPa (Material 4), der Speichermodul der aus Monomer B bestehenden Materialien zwischen 4398±1257MPa (Material 5) und 6993±427MPa (Material 6).

Bei 37°C betrug der Speichermodul der auf Monomer A basierenden Materialien zwischen 4572±455MPa (Material 1) und 7117±1253MPa (Material 4), der Speichermodul der auf Monomer B basierenden Materialien zwischen 4115±1155MPa (Material 1) und 6845±558MPa (Material 6).

Bei 55°C verhielt sich der Speichermodul ähnlich: 3937±400MPa (Material 1), 5072±578MPa (Material 2), 5177±1116MPa (Material 3), 6395±872MPa (Material 4), 3625±1033MPa (Material 5), 6158±475MPa (Material 6), 4783±829MPa (Material 7), 4841±86MPa (Material 8).

Bei 80°C betrug der Speichermodul von Material 1 2820±138MPa, von Material 2 3688±374MPa, von Material 3 4048±783MPa, von Material 4 4848±530MPa, von Material 5 2789±648MPa, von Material 6 4758±294MPa, von Material 7 3819±733MPa und von

Material 8 3869 ± 70 MPa. Der einzige signifikante ($p=0,035$) Unterschied zwischen den Materialien 1,2,3, und 4 war der zwischen Material 1 und 4 bei 80°C . Die Materialien 5,6,7 und 8 unterschieden sich nicht signifikant, außer Material 6 und 8 bei 0°C ($p=0,046$).

Die folgende Tabelle gibt eine Übersicht der Werte von Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve:

	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. ($^\circ\text{C}$)	Fläche ($1/^\circ\text{C}$)
1	$0,1880 \pm 0,0000$	$142,4 \pm 1,1$	$20,1 \pm 1,9$
2	$0,3210 \pm 0,0311$	$151,7 \pm 15,7$	$24,3 \pm 2,4$
3	$0,3375 \pm 0,0233$	$153,3 \pm 16,3$	$18,0 \pm 0,3$
4	$0,2665 \pm 0,0007$	$155,6 \pm 3,3$	$19,6 \pm 0,2$
5	$0,2415 \pm 0,0064$	$135,7 \pm 0,1$	$19,8 \pm 3,6$
6	$0,4290 \pm 0,0552$	$135,8 \pm 3,7$	$23,4 \pm 0,5$
7	$0,4375 \pm 0,0898$	$140,5 \pm 3,4$	$23,1 \pm 3,7$
8	$0,4485 \pm 0,1068$	$139,8 \pm 1,7$	$20,6 \pm 7,0$

Tabelle 17: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche der Monomermischungen A und B nach Zugabe von Füllern mit $10\mu\text{m}$, $1\mu\text{m}$ und $0,4\mu\text{m}$ Korngröße (Mittelwert und Standardabweichung)

Der *Verlustfaktor* von Material 1 betrug $0,1880 \pm 0,0000$, von Material 2 $0,3210 \pm 0,0311$, von Material 3 $0,3375 \pm 0,0233$, von Material 4 $0,2665 \pm 0,0007$, von Material 5 $0,2415 \pm 0,0064$, von Material 6 $0,4290 \pm 0,0552$, von Material 7 $0,4375 \pm 0,0898$ und von Material 8 $0,4485 \pm 0,1068$. Material 1 unterschied sich signifikant von Material 2, 3 und 4 ($p \leq 0,026$). Die Werte von Material 3 und 4 zeigten einen signifikanten Unterschied ($p=0,050$). Außerdem unterschieden sich Material 5 und 6 signifikant ($p=0,041$).

Die *Glasübergangstemperatur* von Material 1 lag bei $142,4 \pm 1,1^\circ\text{C}$, von Material 2 bei $151,7 \pm 15,7^\circ\text{C}$, von Material 3 bei $153,3 \pm 16,3^\circ\text{C}$ von Material 4 bei $155,6 \pm 9,3^\circ\text{C}$, von Material 5 bei $135,7 \pm 0,1^\circ\text{C}$, von Material 6 bei $135,8 \pm 3,7^\circ\text{C}$, von Material 7 bei $140,5 \pm 3,4^\circ\text{C}$ und von Material 8 bei $139,8 \pm 1,7^\circ\text{C}$. Es gab keine signifikanten Unterschiede zwischen Material 1, 2, 3 und 4 ($p \geq 0,185$) und zwischen Material 5,6,7 und 8 ($p \geq 0,075$).

Als *Fläche* unter der Verlustfaktorkurve wurde für Material 1 $20,1 \pm 1,9/^\circ\text{C}$, für Material 2 $24,3 \pm 2,4/^\circ\text{C}$, für Material 3 $18,0 \pm 0,3/^\circ\text{C}$, für Material 4 $19,6 \pm 0,2/^\circ\text{C}$, für Material 5 $19,8 \pm 3,6/^\circ\text{C}$, für Material 6 $23,4 \pm 0,5/^\circ\text{C}$, für Material 7 $23,1 \pm 3,7/^\circ\text{C}$ und für Material 8 $20,6 \pm 7,0/^\circ\text{C}$ bestimmt. Der einzige signifikante Unterschied zwischen den Materialien 1,2,3 und 4 war der Unterschied zwischen Material 3 und Material 4 ($p=0,027$). Zwischen den Materialien 5,6,7 und 8 gab es keinen signifikanten Unterschied ($p \geq 0,301$).

5.3 Vergleich nach Verwendungszweck

Es wurden die Materialklassen Füllungs-, Verblend- und Stumpfaufbauwerkstoffe verglichen. Das folgende Säulendiagramm stellt die Temperaturabhängigkeit des Speichermoduls grafisch dar:

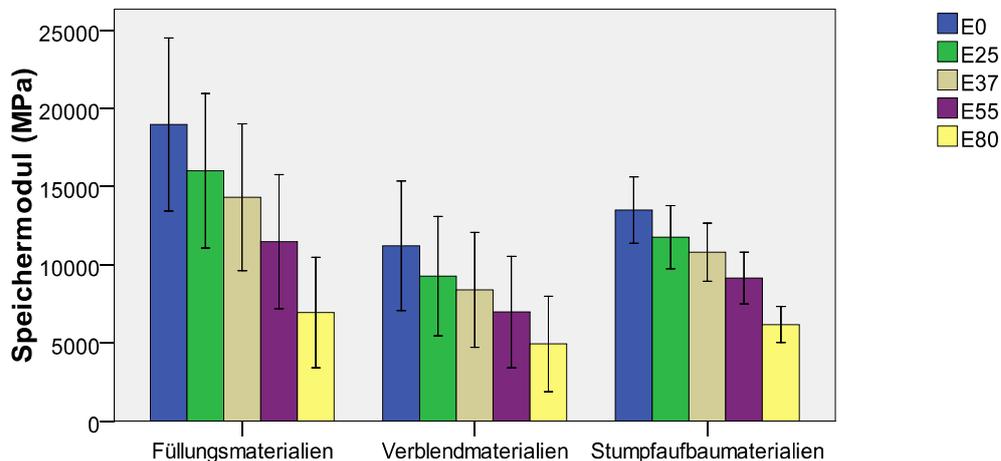


Abbildung 24: Speichermodul der einzelnen Materialklassen (Mittelwert und Standardabweichung)

Der Speichermodul bei 0°C der Füllungsmaterialien lag bei 18954±5529MPa, der Stumpfaufbaumaterialien bei 13484±2128MPa und der Verblendmaterialien bei 11202±4142MPa.

Bei 25°C betragen die Werte zwischen 9264±3819MPa (Verblendmaterialien) und 15915±4882MPa (Füllungsmaterialien).

Bei 37°C konnte ein Modul von 14238±4630MPa für die Füllungsmaterialien, von 10787±1856MPa für die Stumpfaufbaumaterialien und von 8382±3682MPa für die Verblendmaterialien bestimmt werden.

Bei 55°C betrug der Speichermodul zwischen 6966±3559MPa (Verblendmaterialien) und 11412±4234MPa (Füllungsmaterialien). Die Unterschiede zwischen den Materialklassen waren bei 0°C, 25°C, 37°C und 55°C signifikant ($p \leq 0,009$).

Bei 80°C lagen die Ergebnisse der Füllungsmaterialien bei 6901±3486MPa, die der Verblendmaterialien bei 4928±3052MPa und die der Stumpfaufbaumaterialien bei 6166±1155MPa. Die Werte waren signifikant unterschiedlich ($p < 0,045$), nur die Werte der Stumpfaufbaumaterialien und die der Füllungsmaterialien unterschieden sich bei 80°C nicht signifikant ($p = 0,284$).

Im Weiteren folgt eine tabellarische Zusammenschau der Werte von Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve:

Material für	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. (°C)	Fläche (1/°C)
Füllung	0,2623±0,0566	111,6±18,1	17,0±5,0
Verblendung	0,2332±0,0966	119,4±28,7	15,4±5,9
Stumpfaufbau	0,2297±0,0322	133,3±6,5	17,2±3,9

Tabelle 18: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche der einzelnen Materialklassen (Mittelwert und Standardabweichung)

Der *Verlustfaktor* war bei den Füllungsmaterialien (0,2623±0,0566) signifikant ($p \leq 0,020$) größer als bei den Verblendmaterialien (0,2332±0,0966) und den Stumpfaufbaumaterialien (0,2297±0,0322). Die Werte der Verblendmaterialien unterschieden sich nicht signifikant ($p=0,855$) von denen der Stumpfaufbaumaterialien.

Der *Glasübergang* lag bei den Füllungsmaterialien bei 111,6±18,1°C, bei den Verblendmaterialien bei 119,4±28,7°C und bei den Stumpfaufbaumaterialien bei 133,3±6,5°C. Alle Werte unterschieden sich signifikant ($p \leq 0,042$).

Die *Fläche* unter der Verlustfaktorkurve betrug bei den Füllungsmaterialien 17,0±5,0/°C, bei den Verblendmaterialien 15,4±5,9/°C und bei den Stumpfaufbaumaterialien 17,2/±3,9/°C. Die Werte waren nicht signifikant unterschiedlich ($p \geq 0,089$).

5.4 Stumpfaufbaumaterialien

Abbildung 25 macht den Speichermodul bei 0°C, 25°C, 37°C, 55°C und 80°C ersichtlich:

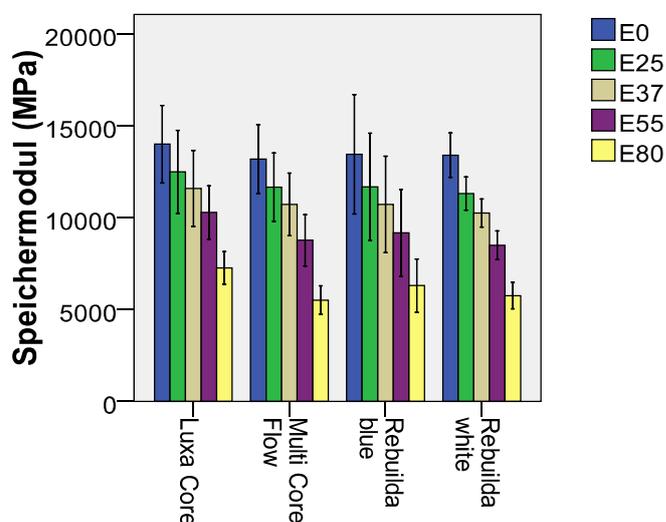


Abbildung 25: Speichermodul der Aufbaumaterialien (Mittelwert und Standardabweichung)

Bei 0°C betrug der Speichermodul für LuxaCore 13991±2117MPa, für Multi Core Flow 13174±1877MPa, für Rebuilda DC blue 13447±3248MPa und für Rebuilda DC white 13396±1202MPa. Die Unterschiede waren nicht signifikant ($p \geq 0,476$).

Bei 25°C wurden für LuxaCore 12490±2259MPa, MultiCore Flow 11658±1859MPa, Rebuilda DC blue 11662±2919MPa und Rebuilda DC white 11307±766MPa gemessen. Die Werte unterschieden sich nicht signifikant ($p \geq 0,228$).

Bei 37°C lagen die Module für die einzelnen Werkstoffe zwischen 11588±2068MPa (LuxaCore) und 10246±766MPa (Rebuilda DC white), bei 55°C zwischen 10272±1458MPa (LuxaCore) und 8492±783MPa (Rebuilda DC white). Die Unterschiede waren nicht signifikant ($p \geq 0,083$), nur LuxaCore unterschied sich bei 55°C signifikant von Rebuilda DC white ($p=0,017$).

Bei 80°C wurde ein Modul von 7261±890MPa für Luxa Core, von 5510±769MPa für Multi Core Flow, von 6296±1446MPa für Rebuilda DC blue und von 5754±721MPa für Rebuilda DC white gemessen. Die Werte waren nicht signifikant unterschiedlich ($p \geq 0,185$), nur LuxaCore unterschied sich signifikant von MultiCore Flow ($p=0,003$) und von Rebuilda DC white ($p=0,006$).

Tabelle 19 gibt die Werte von Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve wieder:

	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. (°C)	Fläche (1/°C)
LuxaCore	0,2167±0,0103	137,5±4,3	15,9±3,5
MultiCore Flow	0,2776±0,0153	132,3±6,8	20,4±4,3
Rebuilda DC blue	0,2040±0,0117	133,0±7,9	14,7±1,7
Rebuilda DC white	0,2189±0,0167	130,8±6,0	17,7±3,8

Tabelle 19: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche der Aufbaumaterialien (Mittelwert und Standardabweichung)

Der *Verlustfaktor* war bei MultiCore Flow (0,2776±0,0153) signifikant ($p=0,000$) größer als bei Rebuilda DC white (0,2189±0,0167), LuxaCore (0,2167±0,0103) und Rebuilda DC blue (0,2040±0,0117). Die Verlustfaktor-Werte von LuxaCore, Rebuilda DC blue und Rebuilda DC white unterschieden sich nicht signifikant ($p > 0,064$).

Die *Glasübergangstemperatur* lag für LuxaCore bei 137,5±4,3°C, für MultiCore Flow bei 132,3±6,8°C, für Rebuilda DC blue bei 133,0±7,9°C und für Rebuilda DC white bei 130,8±6,0°C. Nur die Glasübergangstemperaturen von LuxaCore und Rebuilda DC white unterschieden sich signifikant ($p=0,045$).

Die Fläche unter der Verlustfaktorkurve betrug für LuxaCore $15,9 \pm 3,5/^\circ\text{C}$, für MultiCore Flow $20,4 \pm 4,3/^\circ\text{C}$, für Rebuilda DC blue $14,7 \pm 1,7/^\circ\text{C}$ und für Rebuilda DC white $17,7 \pm 3,8/^\circ\text{C}$. Nur der Unterschied zwischen MultiCore Flow und Rebuilda DC blue war signifikant ($p=0,008$). Die anderen Materialien unterschieden sich nicht signifikant ($p>0,066$).

5.5 Verblendmaterialien

Abbildung 26 veranschaulicht die Temperaturabhängigkeit des Speichermoduls:

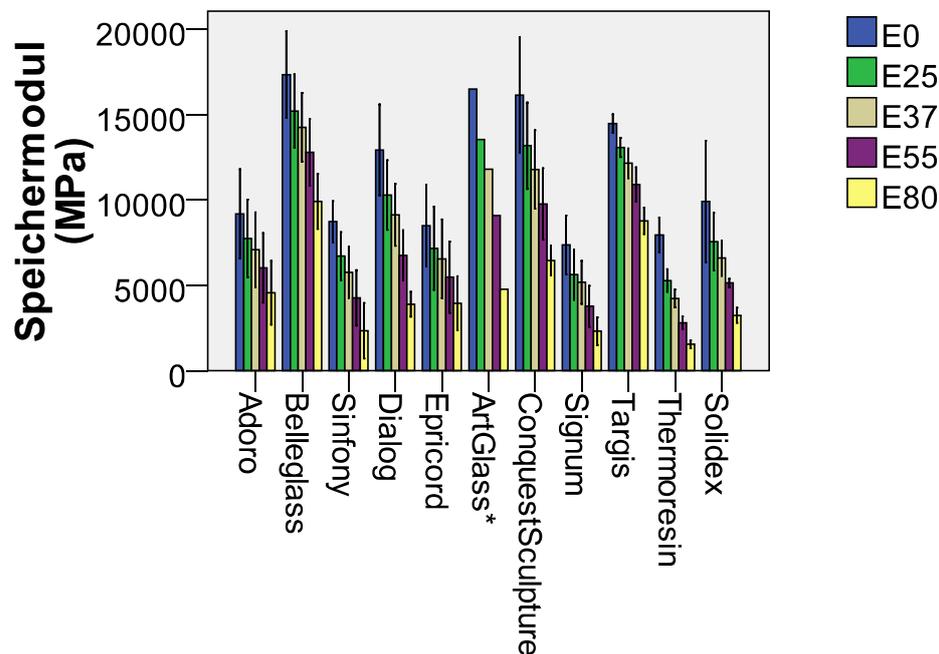


Abbildung 26: Speichermodul der Verblendmaterialien (Mittelwert und Standardabweichung)

* nur eine Messung auswertbar

Der Speichermodul bei 0°C betrug zwischen $7368 \pm 1712\text{MPa}$ (Signum), $7951 \pm 1023\text{MPa}$ (Thermoresin), $8498 \pm 2409\text{MPa}$ (Epricord), $8724 \pm 1211\text{MPa}$ (Sinfony), $9182 \pm 2613\text{MPa}$ (Adoro), $9917 \pm 3556\text{MPa}$ (Solidex), $12924 \pm 2664\text{MPa}$ (Dialog), $14473 \pm 542\text{MPa}$ (Targis), $16143\text{MPa} \pm 3390\text{MPa}$ (Conquest Sculpture), 16497MPa (ArtGlass) und $17340 \pm 2538\text{MPa}$ (belleGlass). Adoro unterschied sich signifikant ($p \leq 0,036$) von ArtGlass, belleGlass, Conquest Sculpture, Dialog und Targis. ArtGlass war signifikant ($p \leq 0,044$) unterschiedlich zu Signum, Sinfony und Thermoresin. Die Werte für belleGlass zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,027$) zu Dialog, Epricord, Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin. Conquest Sculpture unterschied sich signifikant ($p \leq 0,033$) von Epricord, Signum, Sinfony

und Thermoresin. Dialog war signifikant ($p \leq 0,039$) unterschiedlich zu Signum, Sinfony und Thermoresin. Die Werte für Targis zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,014$) zu Epricord, Signum, Sinfony und Thermoresin.

Bei 25°C wurden Werte zwischen 15208±2138MPa (belleGlass) und 5280±662MPa (Thermoresin), bei 37°C zwischen 14256±2010MPa (belleGlass) und 4222±521MPa (Thermoresin) gemessen. Bei 25°C unterschied sich Adoro signifikant ($p \leq 0,027$) von ArtGlass, belleGlass, Conquest Sculpture und Targis. ArtGlass war signifikant ($p \leq 0,043$) unterschiedlich zu Signum, Sinfony und Thermoresin. belleGlass und Dialog ($p = 0,006$), belleGlass und Epricord ($p = 0,000$), Die Werte für belleGlass zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,0069$) zu Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin. Conquest Sculpture unterschied sich signifikant ($p \leq 0,042$) von Epricord, Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin. Dialog war signifikant ($p \leq 0,033$) unterschiedlich zu Signum, Sinfony und Thermoresin. Die Werte für Targis zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,017$) zu Epricord, Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin.

Bei 37°C unterschied sich Adoro signifikant ($p \leq 0,042$) von belleGlass, Conquest Sculpture, Targis und Thermoresin. ArtGlass war signifikant ($p \leq 0,049$) unterschiedlich zu Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin. Die Werte für belleGlass zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,003$) zu Dialog, Epricord, Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin. Conquest Sculpture unterschied sich signifikant ($p \leq 0,050$) von Epricord, Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin. Dialog war signifikant ($p \leq 0,036$) unterschiedlich zu Signum, Sinfony und Thermoresin. Die Werte für Targis zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,017$) zu Epricord, Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin. Außerdem unterschieden sich Solidex und Thermoresin signifikant ($p = 0,024$).

Auch bei 55°C lagen die Werte in einem ähnlichen Verhältnis: 12790±1953MPa (belleGlass), 10901±1010MPa (Targis), 9762±2097MPa (Conquest Sculpture), 9080MPa (ArtGlass), 6760MPa ±1464MPa (Dialog), 6022±2034MPa (Adoro), 5472±2079MPa (Epricord), 5137±250MPa (Solidex), 4271±1626MPa (Sinfony), 3772±1201MPa (Signum) und 2807±382MPa (Thermoresin). Adoro unterschied sich signifikant ($p \leq 0,031$) von belleGlass, Conquest Sculpture, Sinfony, Targis und Thermoresin. ArtGlass war signifikant ($p \leq 0,020$) unterschiedlich zu Sinfony, Solidex und Thermoresin. Die Werte für belleGlass zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,045$) zu Conquest Sculpture, Dialog, Epricord, Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin. Conquest Sculpture unterschied sich signifikant ($p \leq 0,019$) von Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin. Dialog war signifikant ($p \leq 0,037$) unterschiedlich zu Sinfony, Targis und Thermoresin. Die Werte für Targis zeigten

signifikante Unterschiede ($p \leq 0,015$) zu Epricord, Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin. Außerdem unterschieden sich Solidex und Thermoresin signifikant ($p = 0,001$).

Bei 80°C lag der Speichermodul von Adoro bei 4560 ± 1867 MPa, von belleGlass bei 9917 ± 1610 MPa, von Sinfony bei 2338 ± 1619 MPa, von Dialog bei 3889 ± 729 MPa, von Epricord bei 3943 ± 1594 MPa, von ArtGlass bei 4764 MPa, von Conquest Sculpture bei 6456 ± 875 MPa, von Signum bei 2316 ± 813 MPa, von Targis bei 8779 ± 782 MPa, von Thermoresin bei 1546 ± 229 MPa und von Solidex bei 3243 ± 441 MPa. Adoro unterschied sich signifikant ($p \leq 0,014$) von belleGlass, Sinfony, Targis und Thermoresin. ArtGlass war signifikant ($p \leq 0,047$) unterschiedlich zu belleGlass, Targis und Thermoresin. Die Werte für belleGlass zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,006$) zu Conquest Sculpture, Dialog, Epricord, Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin. Conquest Sculpture unterschied sich signifikant ($p \leq 0,027$) von Dialog, Signum, Sinfony, Solidex, Targis und Thermoresin. Dialog war signifikant ($p \leq 0,006$) unterschiedlich zu Targis und Thermoresin. Die Werte für Targis zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,009$) zu Epricord, Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin. Außerdem unterschieden sich Solidex und Thermoresin signifikant ($p = 0,004$).

Im Weiteren folgt eine Übersicht der Werte von Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve:

	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. (°C)	Fläche (1/°C)
Adoro	0,2239±0,0289	134,2±25,6	17,1±6,3
ArtGlass*	0,2710	101,6	16,0
belleGlass	0,1621±0,0300	144,5±19,8	9,8±2,2
Conquest Sculpture	0,2023±0,0378	107,7±5,3	13,1±5,4
Dialog	0,2307±0,0058	96,0±3,1	15,74,3±
Epricord	0,1773±0,0357	94,8±11,6	9,8±3,5
Signum	0,2203±0,0378	97,2±12,4	13,6±3,6
Sinfony	0,2797±0,0803	104,2±23,7	19,7±5,0
Solidex	0,2160±0,0572	101,5±16,3	14,2±6,8
Targis	0,2060±0,0255	159,0±3,4	13,4±2,4
Thermoresin	0,2673±0,0373	82,6±4,3	22,5±2,9

Tabelle 20: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche der Verblendmaterialien (Mittelwert und Standardabweichung)

* nur eine Messung auswertbar

Der *Verlustfaktor* war bei Adoro $0,2239 \pm 0,0289$, bei ArtGlass $0,2710$, bei belleGlass $0,1621 \pm 0,0300$, bei Conquest Sculpture $0,2023 \pm 0,0378$, bei Dialog $0,2307 \pm 0,0058$, bei Epricord $0,1773 \pm 0,0357$, bei Signum $0,2203 \pm 0,0378$, bei Sinfony $0,2797 \pm 0,0803$, bei Solidex $0,2160 \pm 0,0572$, bei Targis $0,2060 \pm 0,02551$ und bei Thermoresin $0,2673 \pm 0,03727$. Adoro

unterschied sich signifikant ($p \leq 0,032$) von belleGlass, Sinfony und Thermoresin. ArtGlass war signifikant ($p \leq 0,026$) unterschiedlich zu belleGlass und Dialog. Die Werte für belleGlass zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,047$) zu Dialog, Signum, Sinfony, Targis und Thermoresin.

Die *Glasübergangstemperatur* von Adoro lag bei $134,2 \pm 25,6^\circ\text{C}$, von ArtGlass bei $101,6^\circ\text{C}$, von belleGlass bei $144,5 \pm 19,8^\circ\text{C}$, von Conquest Sculpture bei $107,7 \pm 5,3^\circ\text{C}$, von Dialog bei $96,0 \pm 3,1^\circ\text{C}$, von Epricord bei $94,8 \pm 11,6^\circ\text{C}$, von Signum bei $97,2 \pm 12,4^\circ\text{C}$, von Sinfony bei $104,2 \pm 23,7^\circ\text{C}$, von Solidex bei $101,5 \pm 16,3^\circ\text{C}$, von Targis bei $159,0 \pm 3,4^\circ\text{C}$ und von Thermoresin bei $82,6 \pm 4,3^\circ\text{C}$. Adoro unterschied sich signifikant ($p \leq 0,050$) von Dialog, Epricord, Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin. ArtGlass war signifikant ($p = 0,005$) unterschiedlich zu Targis. Die Werte für belleGlass zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,011$) zu Conquest Sculpture, Dialog, Epricord, Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin. Conquest Sculpture unterschied sich signifikant ($p \leq 0,030$) von Dialog, Targis und Thermoresin. Dialog war signifikant ($p \leq 0,012$) unterschiedlich zu Targis und Thermoresin. Die Werte für Targis zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,004$) zu Epricord, Signum, Sinfony, Solidex und Thermoresin.

Die *Fläche* unter der Verlustfaktorkurve betrug bei Adoro $17,1 \pm 6,3^\circ\text{C}$, bei ArtGlass $16,0^\circ\text{C}$, bei belleGlass $9,8 \pm 2,2^\circ\text{C}$, bei Conquest Sculpture $13,1 \pm 5,4^\circ\text{C}$, bei Dialog $15,7 \pm 4,3^\circ\text{C}$, bei Epricord $9,8 \pm 3,5^\circ\text{C}$, bei Signum $13,6 \pm 3,6^\circ\text{C}$, bei Sinfony $19,7 \pm 5,0^\circ\text{C}$, bei Solidex $14,2 \pm 6,8^\circ\text{C}$, bei Targis $13,4 \pm 2,4^\circ\text{C}$ und bei Thermoresin $22,5 \pm 2,9^\circ\text{C}$. Belleglass unterschied sich signifikant ($p \leq 0,048$) von Adoro, ArtGlass, Dialog, Signum, Sinfony, Targis und Thermoresin. Epricord war signifikant ($p \leq 0,009$) unterschiedlich zu Sinfony und Thermoresin. Die Werte für Thermoresin zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,029$) zu Signum und Targis.

Adoro wurde mit dem Targis Power- und dem Visio Beta-Gerät polymerisiert. Abbildung 27 veranschaulicht den Zusammenhang von Temperatur und Speichermodul:

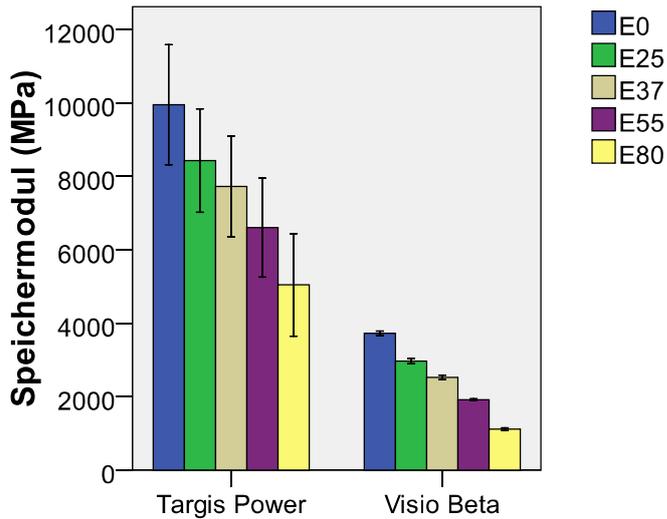


Abbildung 27: Speichermodul von Adoro (Mittelwert und Standardabweichung)

Bei 0°C lagen die Speichermodul-Werte zwischen 3734±61MPa (Visio Beta) und 9969±1631MPa (Targis Power).

Bei 25°C betrug der Speichermodul bei Targis Power-Polymerisation 8434±1410MPa, bei Visio Beta-Polymerisation 2973±71MPa.

Bei 37°C war der Speichermodul 7735±1373MPa (Targis Power) bzw. 2531±59MPa (Visio Beta).

Bei 55°C betragen die Werte zwischen 1924±24MPa (Visio Beta) und 6608±1348MPa (Targis Power).

Bei 80°C lag der Speichermodul bei 5051±1395MPa (Targis Power) und bei 1122±35MPa (Visio Beta). Die Unterschiede waren bei allen Temperaturen signifikant ($p \leq 0,002$).

Nachfolgend werden die Werte von Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve tabellarisch dargestellt:

	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. (°C)	Fläche (1/°C)
Targis Power	0,2197±0,0263	139,7±22,2	17,5±6,4
Visio Beta	0,2535±0,0389	95,7±5,4	14,5±5,7

Tabelle 21: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche von Adoro (Mittelwert und Standardabweichung)

Der *Verlustfaktor* betrug mit Targis Power 0,2197±0,0263, mit Visio Beta 0,2535±0,0389. Der Unterschied war nicht signifikant ($p=0,125$).

Die *Glasübergangstemperatur* war bei Polymerisation mit Targis Power signifikant ($p=0,017$) höher ($139,7\pm 22,2^{\circ}\text{C}$) als bei Polymerisation mit Visio Beta ($95,7\pm 5,4^{\circ}\text{C}$).

Die *Fläche* unter der Verlustfaktorkurve war mit Targis Power ($17,5\pm 6,4^{\circ}\text{C}$) nicht signifikant ($p=0,548$) größer als mit Visio Beta ($14,5\pm 5,7^{\circ}\text{C}$).

BelleGlass wurde mit Belle de St. Claire, Ivomat und Targis Power polymerisiert. Das folgende Säulendiagramm veranschaulicht die Abhängigkeit des Speichermoduls von der Temperatur:

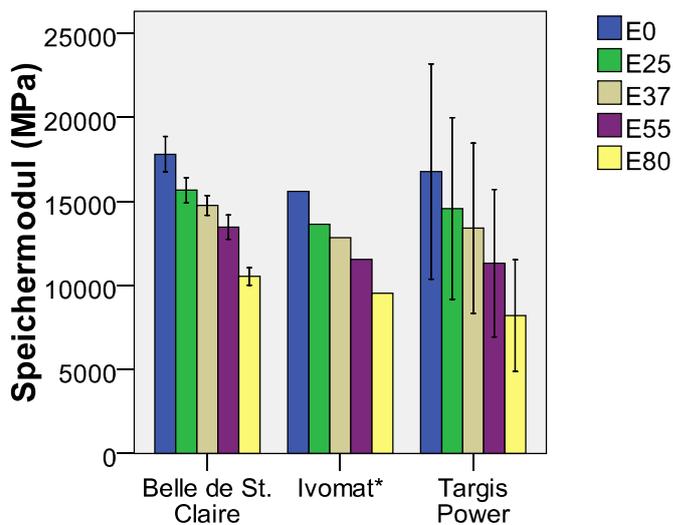


Abbildung 28: Speichermodul von belleGlass (Mittelwert und Standardabweichung)
* nur eine Messung auswertbar

Bei 0°C lagen die Speichermodul-Werte zwischen 15603MPa (Ivomat), $16787\pm 6399\text{MPa}$ (Targis Power) und $17814\pm 1058\text{MPa}$ (Belle de St. Claire).

Bei 25°C betrug der Speichermodul bei Polymerisation mit Belle de St. Claire $15675\pm 748\text{MPa}$, mit Ivomat 13651MPa und mit Targis Power $14584\pm 5410\text{MPa}$. Bei 0°C und 25°C waren die Unterschiede nicht signifikant ($p\geq 0,054$).

Bei 37°C war der Speichermodul mit Belle de St. Claire $14771\pm 592\text{MPa}$, mit Ivomat 12852MPa und mit Targis Power $13413\pm 5059\text{MPa}$. Nur Belle de St. Claire unterschied sich signifikant ($p=0,030$) von Ivomat.

Bei 55°C wurden Werte zwischen $11333\pm 4391\text{MPa}$ (Targis Power) und $13479\pm 726\text{MPa}$ (Belle de St. Claire) gemessen.

Bei 80°C lag der Speichermodul mit Belle de St. Claire bei $10547\pm 521\text{MPa}$, mit Ivomat bei 9547MPa und mit Targis Power bei $8211\pm 3324\text{MPa}$. Bei 55°C und 80°C wurde kein signifikanter Unterschied ($p\geq 0,059$) festgestellt.

Im Weiteren folgt eine Übersicht der Werte von Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve:

	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. (°C)	Fläche (1/°C)
Belle de St. Claire	0,1577±0,0314	153,1±11,7	10,7±1,9
Ivomat*	0,1360	151,2	10,1
Targis Power	0,1885±0,0078	115,2±15,3	7,1±0,9

Tabelle 22: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche von belleGlass (Mittelwert und Standardabweichung)
* nur eine Messung auswertbar

Die *Verlustfaktoren* bei Polymerisation mit Belle de St. Claire (0,1577±0,0314), Ivomat (0,1360) und Targis Power (0,1885±0,0078) unterschieden sich nicht signifikant ($p \geq 0,551$).

Die *Glasübergangstemperaturen* lagen zwischen 115,2±15,3°C (Targis Power), 151,2°C (Ivomat) und 153,1±11,7°C (Belle de St. Claire). Nur die Glasübergangstemperatur von Belle de St. Claire unterschied sich signifikant ($p=0,010$) zu der von Targis Power.

Die *Flächen* unter der Verlustfaktorkurve betragen 10,7±1,9/°C (Belle de St. Claire), 10,1/°C (Ivomat) und 7,1±0,9/°C (Targis Power). Nur Belle de St. Claire und Targis Power unterschieden sich signifikant ($p=0,049$).

Sinfony wurde mit Visio Beta, Belle de St. Claire, Ivomat und Targis Power polymerisiert. Abbildung 29 stellt den Speichermodul bei 0°C, 25°C, 37°C, 55°C und 80°C grafisch dar:

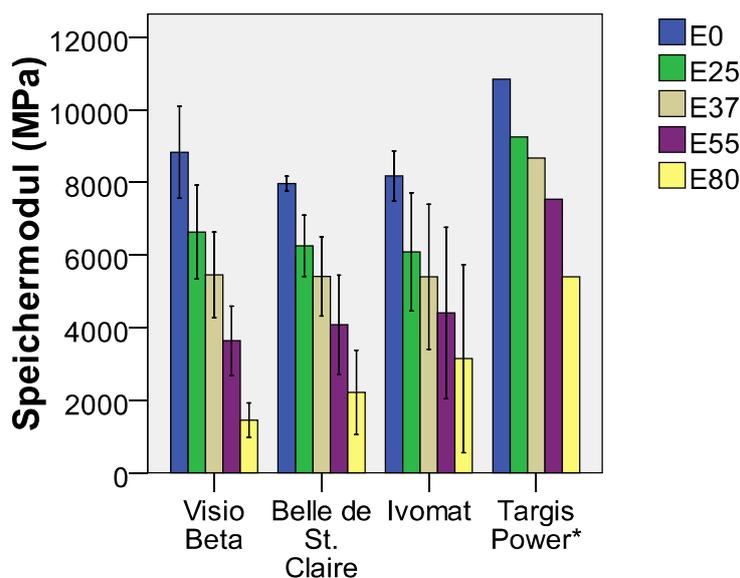


Abbildung 29: Speichermodul von Sinfony (Mittelwert und Standardabweichung)
* nur eine Messung auswertbar

Bei 0°C lag der Speichermodul zwischen 7965±201MPa (Belle de St. Claire), 8174±687MPa (Ivomat), 8825±1267MPa (Visio Beta) und 10838MPa (Targis Power).

Bei 25°C wurden Werte zwischen 6085±1625MPa (Ivomat) und 9252MPa (Targis Power), bei 37°C zwischen 5399±1996MPa (Ivomat) 8667MPa (Targis Power) gemessen. Bei 0°C, 25°C und 37°C gab es keine signifikant ($p \geq 0,054$) unterschiedlichen Werte.

Bei 55°C betrug der Speichermodul zwischen 3641±953MPa (Visio Beta) und 7532MPa (Targis Power). Nur Visio Beta und Targis Power unterschieden sich signifikant ($p=0,020$).

Bei 80°C lag der Speichermodul bei Polymerisation mit Visio Beta bei 1451±473MPa, mit Belle de St. Claire bei 2216±1160MPa, mit Ivomat bei 3146±2589MPa und mit Targis Power bei 5400MPa. Die Werte bei Polymerisation mit Visio Beta und Targis Power waren signifikant ($p=0,002$) unterschiedlich. Die übrigen Werte unterschieden sich nicht signifikant ($p \geq 0,161$).

Im Weiteren folgen Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve in tabellarischer Form:

	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. (°C)	Fläche (1/°C)
Visio Beta	0,3442±0,0518	91,3±4,0	22,1±3,2
Belle de St. Claire	0,2375±0,0092	118,0±17,9	21,7±5,4
Ivomat	0,1810±0,0410	106,5±48,8	13,4±5,6
Targis Power*	0,2390	136,8	16,6

Tabelle 23: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche von Sinfony (Mittelwert und Standardabweichung)

* nur eine Messung auswertbar

Der *Verlustfaktor* mit Visio Beta betrug 0,3442±0,0518, mit Belle de St. Claire 0,2375±0,0092, mit Ivomat 0,1810±0,0410 und mit Targis Power 0,2390. Visio Beta unterschied sich signifikant ($p \leq 0,041$) von Belle de St. Claire und Ivomat.

Die *Glasübergangstemperaturen* lagen zwischen 91,3±4,0°C (Visio Beta), 106,5±48,8°C (Ivomat), 118,0±17,9°C (Belle de St. Claire) und 136,8 (Targis Power). Nur Visio Beta unterschied sich signifikant ($p \leq 0,015$) von Belle de St. Claire und Targis Power.

Die *Fläche* unter der Verlustfaktorkurve war bei Polymerisation mit Visio Beta 22,1±3,2/°C, mit Belle de St. Claire 21,7±5,4/°C, mit Ivomat 13,4±5,6/°C und mit Targis Power 16,6/°C. Der Unterschied zwischen Visio Beta und Ivomat war signifikant ($p=0,041$).

5.6 Restaurative Materialien

Es wurden 24 restaurative Werkstoffe getestet. Abbildung 30 veranschaulicht die Temperaturabhängigkeit des Speichermoduls der neun Materialgruppen:

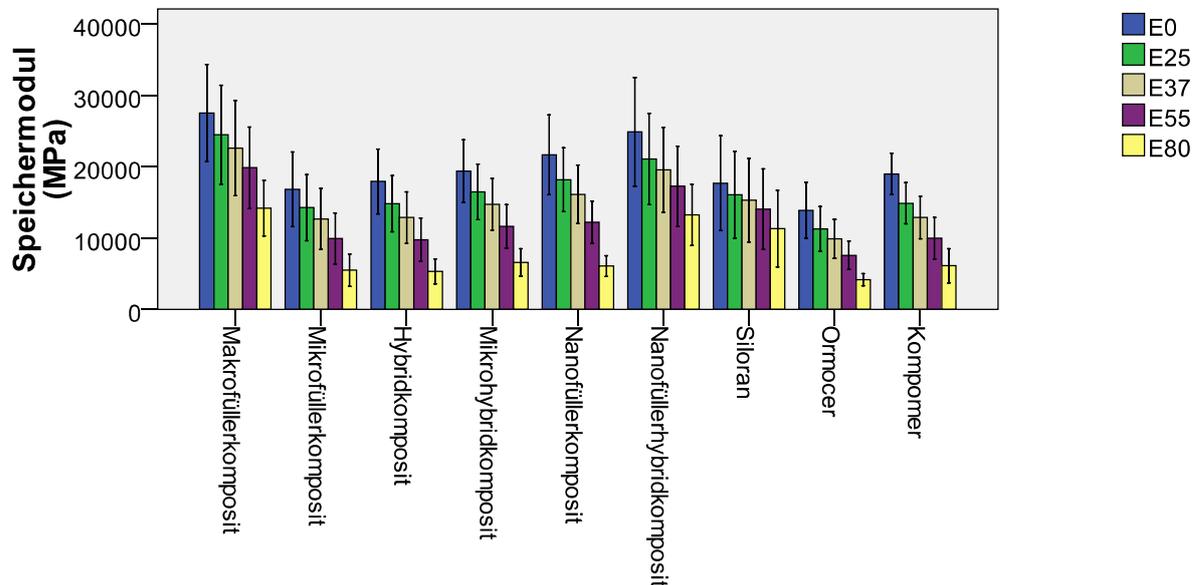


Abbildung 30: Speichermodul der restaurativen Materialien (Mittelwert und Standardabweichung)

Bei 0°C betrug der Speichermodul der Makrofüllerkomposite 27527 ± 6798 MPa, der Mikrofüllerkomposite 16836 ± 5218 MPa, der Hybridkomposite 17937 ± 4525 MPa, der Mikrohybridkomposite 19395 ± 4385 MPa, der Nanofüllerkomposite 21684 ± 5595 MPa, der Nanofüllerhybridkomposite 24879 ± 7604 MPa, der Silorane 17705 ± 6629 MPa, der Ormocere 13908 ± 3895 MPa und der Kompomere 18989 ± 2887 MPa. Die Makrofüllerkomposite unterschieden sich signifikant ($p \leq 0,013$) von den Mikrofüllerkompositen, Hybridkompositen, Mikrohybridkompositen, Ormoceren und Kompomeren. Die Nanofüllerhybridkomposite zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,031$) zu den Mikrofüllerkompositen, Hybridkompositen, Mikrohybridkompositen und Ormoceren. Die Ormocere waren signifikant ($p \leq 0,024$) unterschiedlich zu den Mikrohybridkompositen, Nanofüllerkompositen und Kompomeren.

Bei 25°C lag der Speichermodul zwischen 24484 ± 6933 MPa (Makrofüllerkomposite) und 11283 ± 3121 MPa (Ormocere). Die Makrofüllerkomposite unterschieden sich signifikant ($p \leq 0,005$) von den Mikrofüllerkompositen, Hybridkompositen, Mikrohybridkompositen, Ormoceren und Kompomeren. Die Werte für die Nanofüllerhybridkomposite zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,021$) zu den Mikrofüllerkompositen, Hybridkompositen, Mikrohybridkompositen, Ormoceren und Kompomeren. Die Ormocere waren signifikant

($p \leq 0,034$) unterschiedlich zu den Mikrohybridkompositen, Nanofüllerkompositen und Kompomeren.

Bei 37°C wurden Werte zwischen 22612±6669MPa (Makrofüllerkomposite) und 9889MPa ±2731MPa (Ormocere) gemessen. Die Makrofüllerkomposite unterschieden sich signifikant ($p \leq 0,004$) von den Mikrofüllerkompositen, Hybridkompositen, Mikrohybridkompositen, Ormoceren und Kompomeren. Die Werte für die Nanofüllerhybridkomposite zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,012$) zu den Mikrofüllerkompositen, Hybridkompositen, Mikrohybridkompositen, Ormoceren und Kompomeren. Die Ormocere waren signifikant ($p \leq 0,027$) unterschiedlich zu den Mikrohybridkompositen und Nanofüllerkompositen.

Bei 55°C lagen die Werte in einem ähnlichen Verhältnis: 19868±5692MPa (Makrofüllerkomposite), 9953±3569MPa (Mikrofüllerkomposite), 9688±2896MPa (Hybridkomposite), 11601±3006MPa (Mikrohybridkomposite), 12218±2947MPa (Nanofüllerkomposite), 17270MPa±5596MPa (Nanofüllerhybridkomposite), 14053±5635MPa (Silorane), 7586±1987MPa (Ormocere), 10071±2714MPa (Kompomere). Die Makrofüllerkomposite unterschieden sich signifikant ($p \leq 0,042$) von den Mikrofüllerkompositen, Hybridkompositen, Mikrohybridkompositen, Nanofüllerkompositen, Ormoceren und Kompomeren. Die Werte für die Nanofüllerhybridkomposite zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,005$) zu den Mikrofüllerkompositen, Hybridkompositen, Mikrohybridkompositen, Ormoceren und Kompomeren. Die Ormocere waren signifikant ($p \leq 0,027$) unterschiedlich zu den Mikrohybridkompositen, Nanofüllerkompositen und Siloranen. Außerdem unterschieden sich die Silorane signifikant ($p = 0,049$) von den Hybridkompositen.

Bei 80°C betrug der Speichermodul der Makrofüllerkomposite 14209±3895MPa, der Mikrofüllerkomposite 5505±2273MPa, der Hybridkomposite 5289±1662MPa, der Mikrohybridkomposite 6592±1891MPa, der Nanofüllerkomposite 6086±1438MPa, der Nanofüllerhybridkomposite 13270±4296MPa, der Silorane 11338±5375MPa, der Ormocere 4184±836MPa und der Kompomere 6150±2222MPa. Die Makrofüllerkomposite unterschieden sich signifikant ($p \leq 0,005$) von den Mikrofüllerkompositen, Hybridkompositen, Mikrohybridkompositen, Nanofüllerkompositen, Ormoceren und Kompomeren. Die Werte für die Nanofüllerhybridkomposite zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,006$) zu den Mikrofüllerkompositen, Hybridkompositen, Mikrohybridkompositen, Nanofüllerkompositen, Ormoceren und Kompomeren. Die Silorane waren signifikant ($p \leq 0,024$) unterschiedlich zu den Mikrofüllerkompositen, Hybridkompositen, Mikrohybridkompositen, Ormoceren und Kompomeren. Die Mikrohybridkomposite unterschieden sich signifikant ($p \leq 0,044$) von den

Hybridkompositen und Ormoceren. Außerdem waren die Ormocere signifikant ($p=0,023$) unterschiedlich zu den Nanofüllerkompositen.

Tabelle 24 fasst die Werte von Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve zusammen:

	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. (°C)	Fläche (1/°C)
Makrofüllerkomposite	0,1947±0,0371	118,9±14,6	15,3±4,6
Mikrofüllerkomposite	0,2958±0,0377	106,0±10,4	17,5±3,2
Hybridkomp.	0,2782±0,0315	106,3±6,4	18,2±3,6
Mikrohybridkomposite	0,2806±0,0309	112,7±13,2	19,5±4,2
Nanofüllerkomp.	0,3156±0,0162	98,9±5,2	16,8±3,1
Nanofüllerhybridkomposite	0,1588±0,0233	110,5±7,5	8,6±2,6
Silorane	0,1374±0,0180	154,1±40,4	7,1±3,6
Ormocere	0,2635±0,0410	102,9±12,5	16,3±4,2
Kompomere	0,2406±0,0385	114,7±21,3	18,8±3,7

Tabelle 24: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche der restaurativen Materialien (Mittelwert und Standardabweichung)

Der *Verlustfaktor* der Makrofüllerkomposite lag bei $0,1947\pm 0,0371$, der Mikrofüllerkomposite bei $0,2958\pm 0,0377$, der Hybridkomposite bei $0,2782\pm 0,0315$, der Mikrohybridkomposite bei $0,2806\pm 0,0309$, der Nanofüllerkomposite bei $0,3156\pm 0,0162$, der Nanofüllerhybridkomposite bei $0,1588\pm 0,0233$, der Silorane bei $0,1374\pm 0,0180$, der Ormocere bei $0,2635\pm 0,0410$ und der Kompomere bei $0,2406\pm 0,0385$. Die Makrofüllerkomposite unterschieden sich von allen anderen Materialien signifikant ($p\leq 0,045$), außer von den Nanofüllerhybridkompositen und den Kompomeren. Die Mikrofüllerkomposite waren signifikant ($p\leq 0,001$) unterschiedlich zu den Nanofüllerhybridkompositen, Siloranen und Kompomeren. Die Werte für die Hybridkomposite zeigten signifikante Unterschiede ($p\leq 0,025$) zu den Nanofüllerkompositen, Nanofüllerhybridkompositen, Siloranen und Kompomeren. Von den Mikrohybridkompositen wurden signifikant ($p\leq 0,019$) unterschiedliche Werte zu den Nanofüllerkompositen, Nanofüllerhybridkompositen, Siloranen und Kompomeren gemessen. Die Nanofüllerkomposite unterschieden sich signifikant ($p\leq 0,026$) von den Nanofüllerhybridkompositen, Siloranen, Ormoceren und Kompomeren. Die Nanofüllerhybridkomposite und die Silorane waren signifikant ($p=0,000$) unterschiedlich zu den Ormoceren und Kompomeren.

Die *Glasübergangstemperatur* der Makrofüllerkomposite betrug $118,9\pm 14,6^\circ\text{C}$, der Mikrofüllerkomposite $106,0\pm 10,4^\circ\text{C}$, der Hybridkomposite $106,3\pm 6,4^\circ\text{C}$, der

Mikrohybridkomposite $112,7 \pm 13,2^\circ\text{C}$, der Nanofüllerkomposite $98,9 \pm 5,2^\circ\text{C}$, der Nanofüllerhybridkomposite $110,5 \pm 7,5^\circ\text{C}$, der Silorane $154,1 \pm 40,4^\circ\text{C}$, der Ormocere $102,9 \pm 12,5^\circ\text{C}$ und der Kompomere $114,7 \pm 21,3^\circ\text{C}$. Die Hybridkomposite unterschieden sich signifikant ($p \leq 0,039$) von den Makrofüllerkompositen, Nanofüllerkompositen und Siloranen. Die Nanofüllerkomposite waren signifikant ($p \leq 0,029$) unterschiedlich zu den Makrofüllerkompositen, Mikrohybridkompositen, Nanofüllerhybridkompositen und Siloranen. Die Werte für die Silorane zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,032$) zu den Mikrofüllerkompositen, Mikrohybridkompositen, Nanofüllerhybridkompositen, Ormoceren und Kompomeren.

Die Fläche unter der Verlustfaktorkurve war bei den Makrofüllerkompositen $15,3 \pm 4,6^\circ\text{C}$, den Mikrofüllerkompositen $17,5 \pm 3,2^\circ\text{C}$, den Hybridkompositen $18,2 \pm 3,6^\circ\text{C}$, den Mikrohybridkompositen $19,5 \pm 4,2^\circ\text{C}$, den Nanofüllerkompositen $16,8 \pm 3,1^\circ\text{C}$, den Nanofüllerhybridkompositen $8,6 \pm 2,6^\circ\text{C}$, den Siloranen $7,1 \pm 3,6^\circ\text{C}$, den Ormoceren $16,3 \pm 4,2^\circ\text{C}$ und den Kompomeren $18,8 \pm 3,7^\circ\text{C}$. Die Werte für die Nanofüllerhybridkomposite und die Silorane zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,031$) zu allen anderen restaurativen Materialien.

Nun sollen die Unterschiede zwischen den einzelnen Materialien innerhalb einer Werkstoffgruppe veranschaulicht werden.

Abbildung 31 veranschaulicht die Temperaturabhängigkeit des Speichermoduls bei den vier Mikrofüllerkompositen:

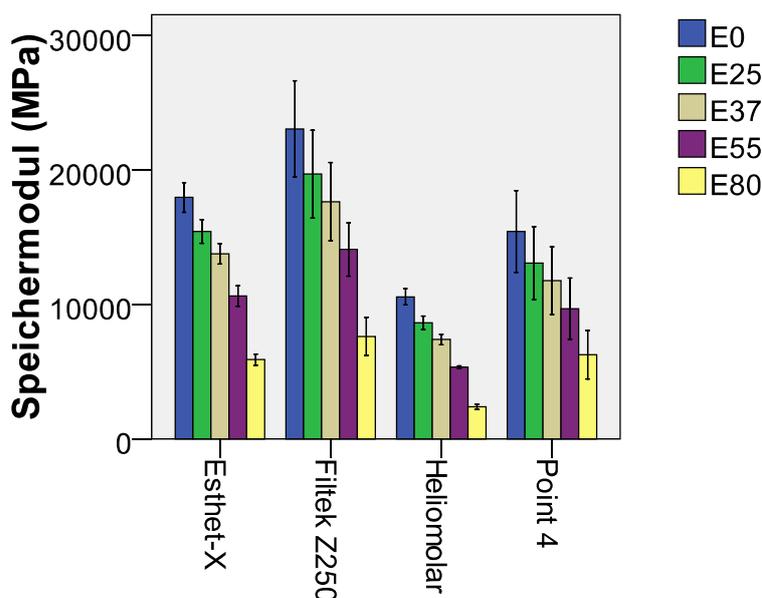


Abbildung 31: Speichermodul der Mikrofüllerkomposite (Mittelwert und Standardabweichung)

Bei 0°C betrug der Speichermodul von Esthet-X 17975±1111MPa, von Filtek Z250 23076±3276MPa, von Heliomolar 10578±599MPa und von Point4 15437±3044MPa. Bei 25°C lag der Speichermodul zwischen 8645±489MPa (Heliomolar) und 19706±3276MPa (Filtek Z250), bei 37°C zwischen 7398±383MPa (Heliomolar) und 17658±2904MPa (Filtek Z250).

Bei 55°C lagen die Werte in einem ähnlichen Verhältnis: 5328±102MPa (Heliomolar), 9691±2288MPa (Point4), 10641±753MPa (Esthet-X), 14100±1981MPa (Filtek Z250). Bei 0°C, 25°C, 37°C und 55°C unterschieden sich alle Werte signifikant ($p \leq 0,023$) außer die Werte von Esthet-X und Point4 ($p \geq 0,108$).

Bei 80°C betrug der Speichermodul von Esthet-X 5899±423MPa, von Filtek Z250 7625±1417MPa, von Heliomolar 2385±192MPa und von Point4 6263±1814MPa. Alle Werte unterschieden sich signifikant ($p \leq 0,031$) außer die Werte von Esthet-X und Point4 ($p = 0,672$) und die Werte von Filtek Z250 und Point4 ($p = 0,245$).

Es folgt eine Zusammenfassung der Werte von Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve:

	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. (°C)	Fläche (1/°C)
Esthet-X	0,2808±0,0357	107,3±9,6	18,0±3,8
Filtek Z250	0,3376±0,0315	108,2±3,6	20,2±0,9
Heliomolar	0,2880±0,0221	93,9±7,2	14,5±2,4
Point4	0,2720±0,0264	116,8±5,7	17,3±1,7

Tabelle 25: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche der Mikrofüllerkomposite (Mittelwert und Standardabweichung)

Der *Verlustfaktor* von Esthet-X betrug 0,2808±0,0357, von Filtek Z250 0,3376±0,0315, von Heliomolar 0,2880±0,0221 und von Point4 0,2720±0,0264. Filtek Z250 unterschied sich signifikant ($p \leq 0,028$) von Esthet-X, Heliomolar und Point4.

Die *Glasübergangstemperatur* lag zwischen 93,9±7,0°C (Heliomolar), 107,3±9,6°C (Esthet-X), 108,2±3,6°C (Filtek Z250) und 116,8±5,7°C (Point4). Die Werte für Heliomolar zeigten signifikante Unterschiede ($p \leq 0,036$) zu Esthet-X, Filtek Z250 und Point4. Zudem unterschied sich Filtek Z250 signifikant ($p = 0,028$) von Point4.

Für die *Fläche* unter der Verlustfaktorkurve wurden Werte von 18,0±3,8/°C (Esthet-X), 20,2±0,9/°C (Filtek Z250), 14,5±2,4/°C (Heliomolar) und 17,3±1,7/°C (Point4) gemessen. Filtek Z250 unterschied sich signifikant ($p \leq 0,013$) von Heliomolar und Point4.

Drei Hybridkomposite wurden werkstoffkundlich geprüft. Abbildung 30 gibt stellt den Speichermodul in Abhängigkeit von der Temperatur grafisch dar:

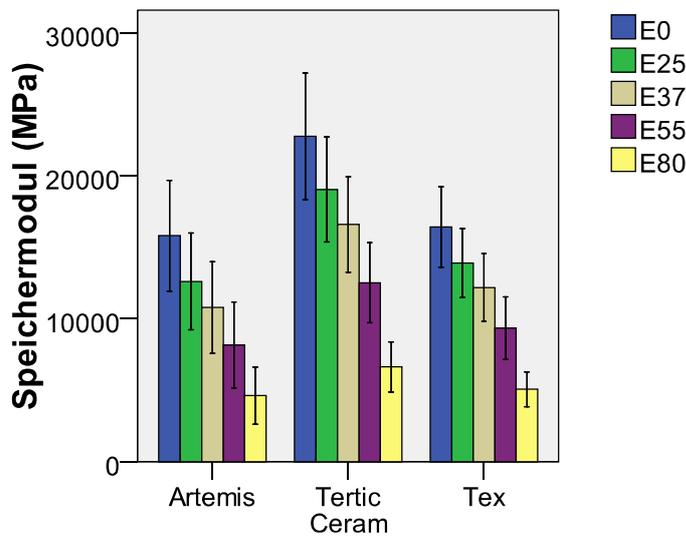


Abbildung 32: Speichermodul der Hybridkomposite (Mittelwert und Standardabweichung)

Bei 0°C wurden Speichermodul-Werte von 15817±3391MPa (Artemis), 22766±416MPa (Tetric Ceram) und 16434±2809MPa (Tex) gemessen.

Bei 25°C lag der Speichermodul zwischen 12622±3391MPa (Artemis) und 17500±3196MPa (Tetric Ceram), bei 37°C zwischen 10796±3196MPa (Artemis) und 15275±3805MPa (Tetric Ceram).

Bei 55°C lagen die Werte in einem ähnlichen Verhältnis: 8181±3009MPa (Artemis), 9353±2179MPa (Tex), 11529±3043MPa (Tetric Ceram).

Bei 80°C betrug der Speichermodul von Artemis 4638MPa ±1992MPa, von Tetric Ceram 6148±1746MPa und von Tex 5080±1224MPa. Die Werte unterschieden sich bei keiner Temperatur signifikant ($p \geq 0,121$).

Nachfolgend werden die Werte von Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve tabellarisch aufgeführt:

	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. (°C)	Fläche (1/°C)
Artemis	0,2590±0,0184	102,7±7,7	18,0±2,3
Tetric Ceram	0,3078±0,0207	112,8±2,9	21,0±4,1
Tex	0,2678±0,0328	103,5±1,0	15,7±2,4

Tabelle 26: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche der Hybridkomposite (Mittelwert und Standardabweichung)

Der *Verlustfaktor* lag zwischen $0,2590 \pm 0,0184$ (Artemis), $0,2678 \pm 0,0328$ (Tex) und $0,3078 \pm 0,0207$ (Tetric Ceram). Nur die Werte von Artemis und Tetric Ceram ($p=0,012$) waren signifikant unterschiedlich.

Die *Glasübergangstemperatur* betrug für Artemis $102,7 \pm 7,7^\circ\text{C}$, für Tex $103,5 \pm 1,0^\circ\text{C}$ und für Tetric Ceram $112,8 \pm 2,9^\circ\text{C}$. Nur Tetric Ceram zeigte signifikant ($p \leq 0,048$) unterschiedliche Werte zu Tex und Artemis.

Die *Fläche* unter der Verlustfaktorkurve war bei Artemis $18,0 \pm 2,3/^\circ\text{C}$, bei Tetric Ceram $21,0 \pm 4,1/^\circ\text{C}$ und bei Tex $15,7 \pm 2,4/^\circ\text{C}$. Die Unterschiede waren nicht signifikant ($p \geq 0,066$).

Es wurden sechs Mikrohybridkomposite getestet. Abbildung 31 veranschaulicht die Temperaturabhängigkeit des Speichermoduls:

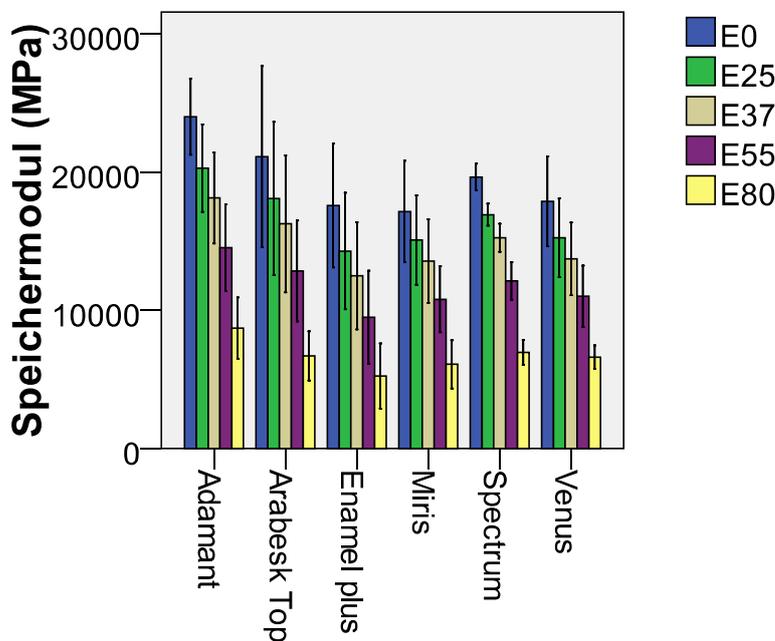


Abbildung 33: Speichermodul der Mikrohybridkomposite (Mittelwert und Standardabweichung)

Bei 0°C wurden Speichermoduln von $23997 \pm 2749\text{MPa}$ (Adamant), $21116 \pm 6547\text{MPa}$ (Arabesk Top), $17578 \pm 4482\text{MPa}$ (Enamel plus), $17137 \pm 3671\text{MPa}$ (Miris), $19637 \pm 976\text{MPa}$ (Spectrum) und $17886 \pm 3258\text{MPa}$ (Venus) gemessen. Adamant unterschied sich signifikant ($p \leq 0,035$) von Enamel Plus, Miris, Spectrum und Venus.

Bei 25° betragen die Werte zwischen $14151 \pm 3862\text{MPa}$ (Enamel Plus) und $20283 \pm 3155\text{MPa}$ (Adamant). Admant zeigte signifikante Unterschiede ($p \leq 0,046$) zu Enamel Plus und Miris. Bei 37°C lag der Speichermodul zwischen $12456 \pm 3546\text{MPa}$ (Enamel Plus) und $18126 \pm 3295\text{MPa}$ (Adamant), bei 55°C zwischen $9565 \pm 3071\text{MPa}$ (Enamel plus) und

14525±3141MPa (Adamant). Bei beiden Temperaturen unterschieden sich ausschließlich Adamant und Enamel Plus signifikant ($p \leq 0,028$).

Bei 80°C lag der Speichermodul von Adamant bei 8720±2220MPa, von Arabesk Top bei 6701±1779MPa, von Enamel plus bei 5378±2176MPa, von Miris bei 6093±1738MPa, von Spectrum bei 6954±908MPa und von Venus bei 6621±839MPa. Wiederum waren die Werte von Adamant und Enamel Plus die einzigen signifikant ($p=0,038$) unterschiedlichen.

Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve werden in Tabelle 27 aufgelistet:

	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. (°C)	Fläche (1/°C)
Adamant	0,2955±0,0074	118,8±1,4	20,9±1,7
Arabesk Top	0,2824±0,0320	107,4±7,5	16,9±2,2
Enamel plus	0,2743±0,0305	102,0±13,4	18,5±2,9
Miris	0,3132±0,0265	125,4±17,5	24,7±5,4
Spectrum	0,2646±0,0266	115,5±9,9	18,5±4,3
Venus	0,2535±0,0216	112,7±8,6	17,3±3,3

Tabelle 27: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche der Mikrohybridkomposite (Mittelwert und Standardabweichung)

Der *Verlustfaktor* von Adamant betrug 0,2955±0,0074, von Arabesk Top 0,2824±0,0320, von Enamel plus 0,2743±0,0305, von Miris 0,3132±0,0265, von Spectrum 0,2646±0,0266 und von Venus 0,2535±0,0216. Der Verlustfaktor von Miris war signifikant ($p \leq 0,045$) unterschiedlich zu denen von Enamel Plus, Spectrum und Venus. Außerdem unterschieden sich Adamant und Venus signifikant ($p=0,010$).

Die *Glasübergangstemperaturen* lagen zwischen 102,0±13,4°C (Enamel plus), 107,4±7,5°C (Arabesk Top), 112,7±8,6°C (Venus), 115,5±9,9°C (Spectrum), 118,8±1,4°C (Adamant) und 125,4±17,5°C (Miris). Die Glasübergangstemperatur von Adamant war signifikant ($p \leq 0,038$) unterschiedlich zu Arabesk Top und Enamel Plus. Zudem unterschieden sich die Werte von Enamel Plus und Miris signifikant ($p=0,025$).

Die *Fläche* unter der Verlustfaktorkurve war bei Adamant 20,9±1,7/°C, bei Arabesk Top 16,9±2,2/°C, bei Enamel plus 18,5±2,9/°C, bei Miris 24,7±5,4/°C, bei Spectrum 18,5±4,3/°C und bei Venus 17,3±3,3/°C. Arabesk Top zeigte signifikante Unterschiede ($p \leq 0,019$) zu Adamant und Miris. Miris unterschied sich signifikant ($p \leq 0,049$) von Enamel Plus und Venus.

Von den Nanofüllerhybridkompositen wurden Grandio und Grandio flow untersucht. Abbildung 34 veranschaulicht die Temperaturabhängigkeit des Speichermoduls:

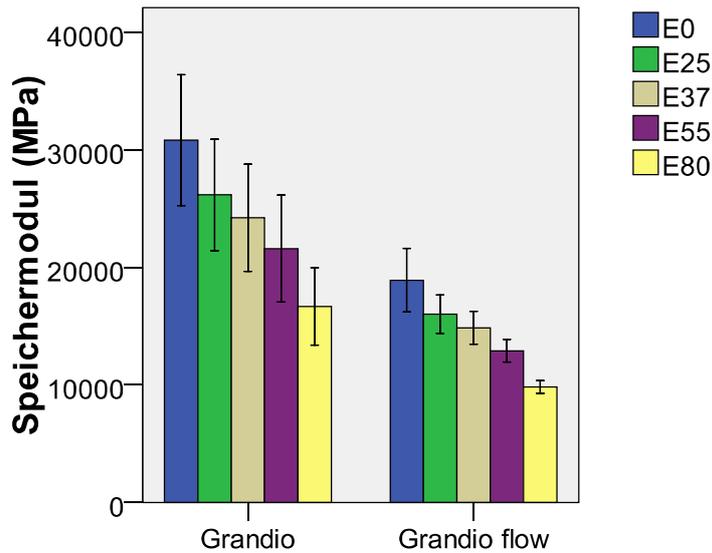


Abbildung 34: Speichermodul der Nanofüllerhybridkomposite (Mittelwert und Standardabweichung)

Bei 0°C lag der Speichermodul zwischen 18927±2701MPa (Grandio flow) und 30832±5565MPa (Grandio).

Bei 25°C betrug der Speichermodul von Grandio 26180±4742MPa, von Grandio flow 16032±1636MPa.

Bei 37°C war der Speichermodul von Grandio 24247±4558MPa, von Grandio flow 14877±1392MPa.

Bei 55°C betrug der Speichermodul zwischen 12925±974MPa (Grandio flow) und 21615±4558MPa (Grandio).

Bei 80°C lag der Speichermodul von Grandio bei 16690±3278MPa und von Grandio flow bei 9850±548MPa. Alle Werte unterschieden sich signifikant ($p \leq 0,032$).

Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve fasst Tabelle 28 zusammen:

	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. (°C)	Fläche (1/°C)
Grandio	0,1543±0,0304	113,5±5,7	7,8±3,3
Grandio flow	0,1633±0,0191	107,4±9,1	9,5±2,1

Tabelle 28: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche der Nanofüllerhybridkomposite (Mittelwert und Standardabweichung)

Die *Verlustfaktoren* von Grandio (0,1543±0.0304) und Grandio flow (0,1633±0,0191) unterschieden sich nicht signifikant ($p=0,687$).

Die *Glasübergangstemperatur* von Grandio ($113,5\pm 5,7^\circ$) lag nicht signifikant ($p=0,379$) höher als die von Grandio flow ($107,4\pm 9,1^\circ\text{C}$).

Bei Grandio betrug die *Fläche* unter der Verlustfaktorkurve $7,8\pm 3,3/^\circ\text{C}$, bei Grandio flow $9,5\pm 2,1/^\circ\text{C}$. Dieser Unterschied war nicht signifikant ($p=0,491$).

Die Ormocere Admira und Admira flow standen zum Vergleich. Abbildung 35 veranschaulicht die Speichermodul-Werte bei 0°C , 25°C , 37°C , 55°C und 80°C .

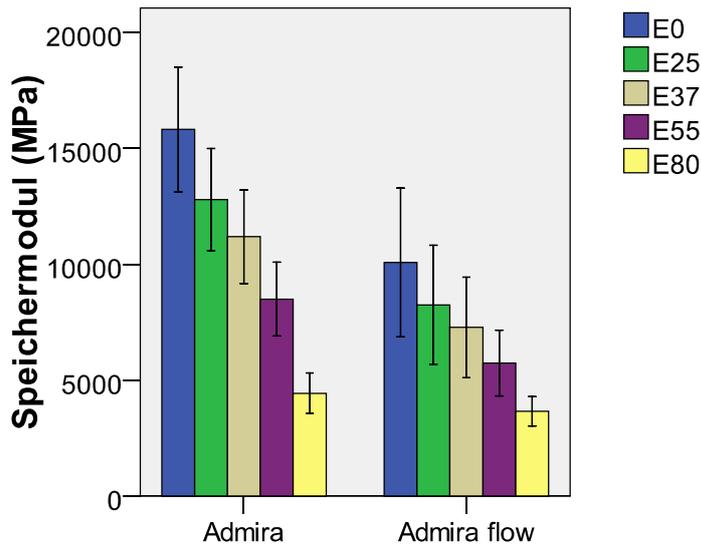


Abbildung 35: Speichermodul der Ormocere (Mittelwert und Standardabweichung)

Bei 0°C wurden Speichermoduln zwischen $10085\pm 3208\text{MPa}$ (Admira flow) und $15819\pm 2692\text{MPa}$ (Admira) gemessen. Bei 25°C betrug der Speichermodul von Admira $12797\pm 2207\text{MPa}$, von Admira flow $8256\pm 2569\text{MPa}$. Bei 37°C war der Speichermodul von Admira $11192\pm 2018\text{MPa}$, von Admira flow $7284\pm 2168\text{MPa}$. Bei 55°C betrug der Speichermodul zwischen $5747\pm 1415\text{MPa}$ (Admira flow) und $8505\pm 1590\text{MPa}$ (Admira). Bei 80°C lag der Speichermodul von Admira bei $4441\pm 875\text{MPa}$, von Admira flow bei $3668\pm 632\text{MPa}$. Die Unterschiede waren bei allen Temperaturen nicht signifikant ($p\geq 0,093$).

Im Weiteren folgen die Werte von Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve:

	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. (°C)	Fläche (1/°C)
Admira	0,2740±0,0431	103,3±14,5	16,3±5,4
Admira flow	0,2425±0,0389	102,1±12,1	16,4±1,2

Tabelle 29: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche der Ormocere (Mittelwert und Standardabweichung)

Admira hatte einen *Verlustfaktor* von 0,2740±0,0431, Admira flow von 0,2425±0,0389. Dieser Unterschied war nicht signifikant (p=0,436).

Die *Glasübergangstemperaturen* von Admira (103,3±14,5°C) und Admira flow (102,1±12,1°C) unterschieden sich nicht signifikant (p=0,925).

Die *Fläche* unter der Verlustfaktorkurve von Admira (16,3 ±5,4/°C) war nicht signifikant (p=0,975) unterschiedlich zu Admira flow (16,4±1,2/°C).

Es wurden vier Kompomere getestet. Die folgenden Säulendiagramme geben die Temperaturabhängigkeit des Speichermoduls grafisch wieder:

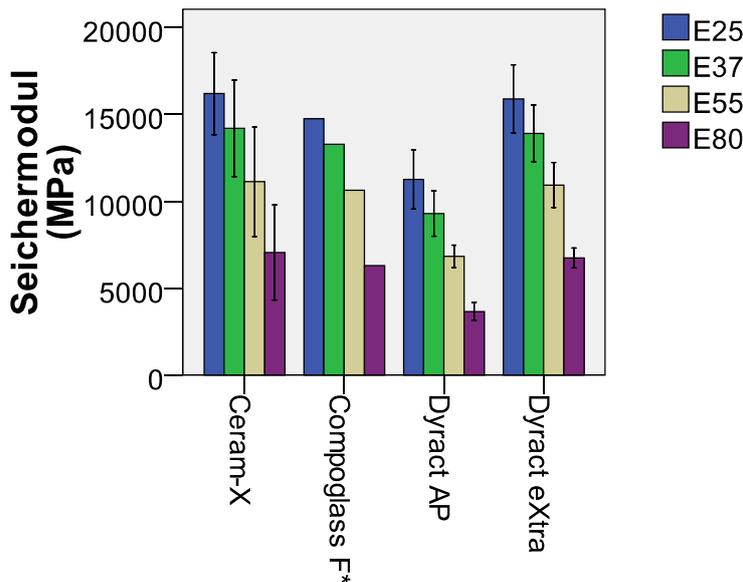


Abbildung 36: Speichermodul der Kompomere (Mittelwert und Standardabweichung)

* nur eine Messung auswertbar

Messungen von Compoglass F bei 0°C nicht auswertbar

Bei 0°C lag der Speichermodul zwischen 15559±2359MPa (Dyract AP), 19501±2890MPa (Dyract eXtra) und 20448±1989MPa (Ceram-X).

Bei 25°C betrug der Speichermodul von Ceram-X 16190±2355MPa, von Compoglass F 14743MPa, von Dyract AP 11264±1710MPa und von Dyract eXtra 15891±1961MPa.

Bei 37°C wurden Werte zwischen 9294±1307MPa (Dyract AP) und 14743MPa (Compoglass F) gemessen.

Bei 55°C betrug der Speichermodul zwischen 6828±646MPa (Dyract AP) und 11121±3141MPa (Ceram-X). Bei 0°C, 25°C, 37°C und 55°C waren die Unterschiede nicht signifikant ($p \geq 0,054$).

Bei 80°C lag der Speichermodul von Ceram-X bei 7058±27389MPa, von Compoglass F bei 6304MPa, von Dyract AP bei 3664±521MPa und von Dyract eXtra bei 6150±2222MPa. Nur der Unterschied zwischen Dyract AP und Dyract eXtra war signifikant ($p=0,030$).

Tabelle 30 fasst die Werte von Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve zusammen:

	Verlustfaktor	Glasübergangstemp. (°C)	Fläche (1/°C)
Ceram-X	0,2160±0,0308	126,0±29,8	17,9±2,9
Compoglass F*	0,2400	104,6	13,7
Dyract AP	0,2950±0,0113	104,0±2,1	23,4±0,9
Dyract eXtra	0,2355±0,0385	107,7±21,3	18,8±3,7

Tabelle 30: Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche der Komomere (Mittelwert und Standardabweichung)

* nur eine Messung auswertbar

Der *Verlustfaktor* betrug bei Ceram-X 0,2160±0,0308, bei Compoglass F 0,2400, bei Dyract AP 0,2950±0,0113 und bei Dyract eXtra 0,2355±0,0385. Nur der Unterschied zwischen Ceram-X und Dyract AP war signifikant ($p=0,029$).

Die *Glasübergangstemperatur* war bei Ceram-X 126,0±29,8°C, bei Compoglass F 104,6°C, bei Dyract AP 104,0±2,1°C und bei Dyract eXtra 107,7±21,3°C. Die Unterschiede waren nicht signifikant ($p \geq 0,257$).

Die *Flächen* unter der Verlustfaktorkurve (13,7/°C für Compoglass F, 17,9±2,9/°C für Ceram-X, 18,8±3,7/°C für Dyract eXtra und 23,4±0,9/°C für Dyract AP) unterschieden sich nicht signifikant ($p \geq 0,069$).

6 DISKUSSION

Die Untersuchung von dentalen Kunststoffen, d. h. von synthetischen Polymeren mit teilweise hohem Füllstoffgehalt, ist ein wichtiges Anwendungsgebiet der dynamisch-mechanischen Analyse (Schießl 2008). Zunächst soll die Methodik diskutiert werden, mit der die DMA-Versuche durchgeführt wurden.

6.1 Diskussion der Methodik

Zur Beurteilung des viskoelastischen Verhaltens dentaler Komposite kam in der vorliegenden Arbeit die Dynamisch Mechanische Analyse (DMA) zur Anwendung. Vorteile der DMA im Vergleich zu anderen Thermo-Analyse-Techniken (z. B. DSC) sind die hohe Empfindlichkeit für Glasübergänge und die Messung genauer Modulwerte (Schießl 2008, Sichnia 1987). Nachteile stellen die relativ lange Messdauer, bedingt durch die kleine Heizrate, und die aufwändige Probenvorbereitung dar (Riesen 2003). Die aufwändige Versuchsvorbereitung barg zahlreiche Fehlerquellen. Dazu zählten Verunreinigungen des Probenmaterials und nicht herstellergemäße Anwendung der Kunststoffe. Wichtig war außerdem, die Kunststoffe in trockener Umgebung zu lagern. Absorbierte Feuchtigkeit hätte die Messergebnisse verfälscht (Karlsson 1998). Bei der Versuchsdurchführung kamen unweigerlich Ungenauigkeiten zustande. Beispielsweise konnte ein exakt einheitliches Befüllen der Silikonformen nicht gewährleistet werden. Dünne Fahnen und Grade auf der Silikonoberfläche sowie eine werkstoffbedingte Schrumpfung konnten nicht vermieden werden. Kleine Dimensionsänderungen wirken sich aber laut Dreipunkt-Biegeformel (siehe Kapitel 3.3) bereits deutlich auf den Modul aus. Ebenfalls ist zu berücksichtigen, dass während der Probenvorbereitung (Portionierung, Einwaage, Positionierung im Gerät) eventuell eine Vorpolymerisation der lichthärtenden Kunststoffe durch das vorhandene Raumlicht stattfinden konnte, die sich natürlich auf die Ergebnisse auswirkt (Werner 2000). Auf eine ordnungsgemäße Abdeckung der Proben mit PET-Folie wurde geachtet, um die Entwicklung einer Sauerstoffinhibitionsschicht zu verhindern, die die Messergebnisse ebenfalls verfälschen hätte können. Das Fehlerpotential der eigentlichen Versuchsdurchführung reduzierte sich auf die Eingabe der für die Computerberechnung notwendigen Grundeingaben. Weiterhin könnten vielleicht äußere Bedingungen die Funktionalität der DMA-Messeinrichtung beeinträchtigt haben. Dadurch könnten Artefakte entstanden sein. Artefakte sind Effekte, die

nicht durch die Probe verursacht worden sind, sondern z. B. durch mechanische Erschütterung, durch Netzstörungen, starke Zugluft oder Druckschwankungen oder Änderung der Umgebungstemperatur (Werner 2000, Riesen 1987). Schließlich können bei der Auswertung der Messdaten Fehler aufgetreten sein. In engem Zusammenhang damit steht die Darstellung der DMA-Kurven. Die Lage der ermittelten charakteristischen Temperaturen ist stark von der Darstellung der Modulkurve abhängig. Traditionell wird der Modul logarithmisch über der Temperatur aufgetragen, was bei den Stufenauswertungsverfahren zu deutlich höheren T_g -Werten führt als bei einer linearen Auftragung (Ehrenstein 2003). Wenn sich Module um mehrere Größenordnungen verändern, kann eine lineare Darstellung den Informationsgehalt der Messung nicht befriedigend widerspiegeln. So können Stufen von 1GPa auf 10MPa nicht von Stufen von 1GPa auf 1MPa unterschieden werden. In der logarithmischen Darstellung werden solche Unterschiede problemlos erkannt (Widmann 2002). Im Fall der vorliegenden Arbeit wurde eine lineare Darstellungsweise gewählt, da sich die Modul-Werte lediglich über einen Bereich von circa 1000MPa bis 20000MPa erstreckten. Die Bestimmung des Onsets und damit der Fläche unter der Verlustfaktorkurve gestaltete sich umso schwieriger, je flacher die Kurve verlief. Besondere Beachtung ist der Tatsache geschuldet, dass alle Messungen bei einer Frequenz von 5Hz durchgeführt wurden. Das viskoelastische Verhalten von Kunststoffen ist frequenzabhängig. Die Glasübergangstemperatur bewegt sich mit steigender Frequenz zu höheren Temperaturen hin. Höhe und Fläche unter der Verlustfaktorkurve werden im Allgemeinen auch mit steigender Frequenz größer (Clarke 1989). Insgesamt kann man sagen, dass der hohe Bedienungskomfort und die Möglichkeit der sofortigen Darstellung und Auswertung der Messdaten nicht vergessen machen dürfen, dass die Unsicherheit des Messergebnisses von der Qualität des eigentlichen Messsystems und von der mangelhaften Kenntnis der Auswirkung verschiedener Parameter auf die Probenreaktion bestimmt wird (Werner 2000, Hemminger 1989). Abbildung 37 fasst die Einflussfaktoren bei DMA-Versuchen zusammen.

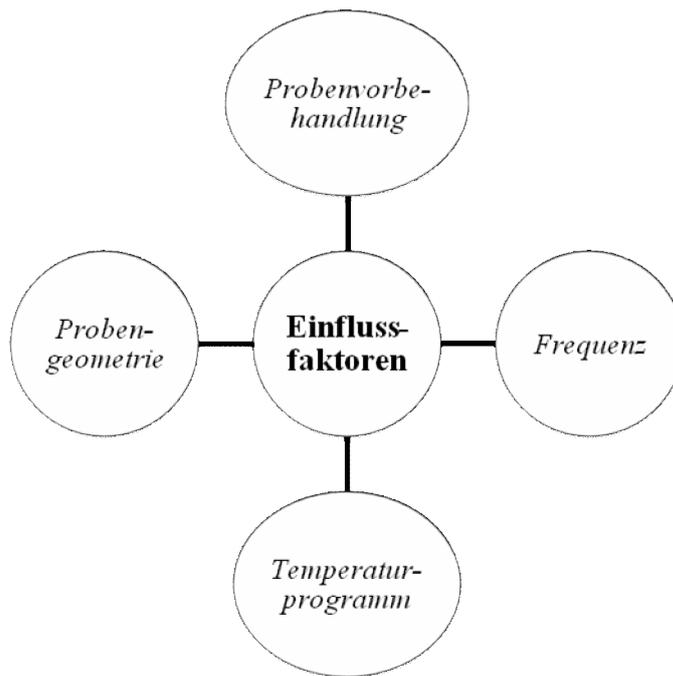


Abbildung 37: Mögliche Einflussfaktoren und Fehlermöglichkeiten bei der DMA (modifiziert nach Ehrenstein 2003)

6. 2 Diskussion der Ergebnisse

Bei der Anwendung dentaler Kunststoffe sind die viskoelastischen Eigenschaften von Bedeutung. Hier sind vor allem der Speichermodul, der Verlustfaktor und die Glasübergangstemperatur interessant. Die durchgeführten Versuche liefern Ergebnisse, ob und wie die oben genannten Parameter von verschiedenen Einflussfaktoren abhängen. Diese Einflussfaktoren können Temperatur, Gehalt und Größe von Füllstoffen, unterschiedliche Polymerisationsverfahren und der chemische Aufbau der Materialien sein. Zudem liegen über die Zusammensetzung der einzelnen Werkstoffe nur wenig detaillierte Informationen vor, so dass eine Interpretation der Ergebnisse sehr schwierig ist.

6.2.1 Einfluss der Prüftemperatur

Der Temperaturverlauf zeigt deutliche Auswirkungen auf Speicher- und Verlustmodul sowie auf den Verlustfaktor. Vom Beginn (ab -100°C) bis zum Ende (200°C) der Messung durchläuft E' drei oder vier verschiedene Bereiche: Glaszustand, Glasübergangsbereich, evtl. Bereich der thermischen Reaktion und gummielastischer Bereich. Bei der tiefen Starttemperatur ist der Speichermodul hoch (Mesquita 2008), da die Polymerketten und

Netzwerke zunächst soweit in ihrer gegenseitigen Anordnung fixiert sind, dass nur Wärmeschwingungen möglich sind (Bischoff 1992). Die Methacrylatgruppen sind in einem rigiden Glaszustand gefangen (Mesquita 2008). Mit zunehmender Temperatur führen einzelne Seitengruppen, Seitenketten oder chemisch nicht abreagierte Kettenenden Umlagerungen aus (Bischoff 1992, Ehrenstein 1978, Batzer 1985). Bei weiterer Temperaturerhöhung setzen kooperative Bewegungen ganzer Kettensegmente ein, die sog. Mikrobrownschen Bewegungen. Dieser Glasübergangsbereich geht mit einer drastischen Verringerung des Speichermoduls einher (Bischoff 1992). Der nachfolgend beschriebene Bereich der thermischen Reaktion wurde nicht bei allen Materialien beobachtet. Für diese Materialien liegt der Bereich der thermischen Reaktion höher als die maximale Messtemperatur von 200°C. Die umfangreichen Bewegungen ganzer Molekülsegmente bewirken eine nachträgliche Reaktion von gefangenen Radikalen und nicht abgedundenen Doppelbindungen. Diese zusätzliche Nachhärtung und Quervernetzung reduziert die Beweglichkeit der Moleküle. Dadurch steigt der Speichermodul der Materialien (Mesquita 2008, de Krom 2001). Der positive Effekt der Nachvernetzung neutralisiert den negativen Effekt der steigenden Testtemperatur, sodass sich ein dynamisches Gleichgewicht einstellt. Der Speichermodul der Materialien bleibt konstant oder fällt langsamer, bis die Nachvernetzung abgeschlossen ist. Dann ist der dynamische Gleichgewichtszustand beendet. Wenn nun die Temperatur weiter steigt, fängt der Speichermodul wieder schnell zu fallen an (gummielastischer Bereich). Findet in einem Material keine Nachvernetzung statt, durchläuft E' nur drei der genannten Phasen: Glaszustand, Glasübergangsbereich und gummielastischer Zustand. Im Verlauf des Verlustfaktors (Dämpfungsverlauf) stellen sich die Erweichungsbereiche als Peaks dar, für die die Theorie des freien Volumens eine anschauliche Erklärung liefert. Die Dämpfung ist gering, falls das freie Volumen entweder klein ist, sodass keine Umlagerungsmöglichkeiten im Polymernetz vorhanden sind, oder einen Wert erreicht hat, bei dem Umlagerungen ohne Behinderung möglich sind. In den Übergangsbereichen liegt eine eingeschränkte Beweglichkeit vor, die unter Arbeitsaufnahme die Behinderung im Polymernetzwerk überwindet, indem benachbarte Ketten Ausweichbewegungen durchführen. Dadurch steigt der Verlustfaktor an und erreicht bei der Übergangstemperatur ein Maximum, bevor er bei weiter zunehmendem freien Volumen wieder abnimmt (Bischoff 1992). Bei Temperaturen oberhalb der Glasübergangstemperatur nimmt der Verlustfaktor deutlich ab, da die Polymersegmente bei hohen Temperaturen weniger Widerstand leisten und sich frei bewegen können (Mesquita 2008, Ahamed 2005). Materialien, die einen Bereich der thermischen Reaktion aufweisen, zeigen im Kurvenverlauf

des Verlustfaktors zwei Maxima. Jedes Maximum entspricht einem Abfall im E' -Verlauf und steht für einen Glasübergang (Mesquita 2008) (siehe Abbildung 42 und 43). Diese Spaltung des Glasübergangs hängt mit der Nachvernetzung lighthärtender Komposite zusammen, die auch für den zwischenzeitlichen Anstieg des Speichermoduls verantwortlich ist (Mesquita 2008, Lee 2005). Der Rückgang zwischen den zwei Verlustfaktormaxima repräsentiert den Bereich der thermischen Reaktion, der auch in der Speichermodulkurve beobachtet werden kann. Nachvernetzung führt im Allgemeinen zu einer Verbesserung der Materialeigenschaften. Besteht ein Material aus mehreren Monomeren, können die Glasübergangstemperaturen der einzelnen Bestandteile zu einem Glasübergangsbereich verschmelzen. Daraus resultiert ein einzelner breiter Peak. Beispielsweise liegen die Glasübergangstemperatur von UDMA bei $148,8^{\circ}\text{C}$ und die Glasübergangstemperatur von TMPTM bei $15,7^{\circ}\text{C}$. Mischt man beide Monomere, findet der Glasübergang bei einer Temperatur von $104,7^{\circ}\text{C}$ statt. In einer Polymermatrix existieren schwach vernetzte Regionen neben hochvernetzten Bereichen und verbliebenem Restmonomer. Diese unterschiedliche Zusammensetzung bedingt eine unterschiedliche Verteilung der Molekülbeweglichkeit und damit auch der Relaxationszeiten (z. B. breiter $\tan\delta$ -Peak) (Lovell 2001, Mesquita 2008, Kannurpatti 1997). Um die Höhe und Breite des Verlustfaktormaximums bzw. der Verlustfaktormaxima darzustellen, wurde in dieser Arbeit die Fläche unter der Verlustfaktorkurve vom Onset bis zum Peak bestimmt. Die Höhe des $\tan\delta$ -Peaks korreliert genau wie die damit verbundene Temperatur mit dem Gehalt an Quervernetzern (Tamareselvy 1994). Man geht davon aus, dass dentale Kunststoffe auch in der Mundhöhle ihren viskoelastischen Zustand ändern. Hier betragen die Temperaturen ungefähr 0°C bis 55°C (Wilson 1987). Nach Aufnahme heißer Speisen oder Getränke entstehen Temperaturen von bis zu 80°C . Theoretisch können die anfänglich niedrigen Umsetzungsraten dentaler Komposite bei normaler Mundtemperatur, speziell durch heiße Speisen und Getränke, verbessert werden (Mesquita 2008, Jacobsen 1997, Harris 1999). Allerdings sind Komposite mit hohem Fülleranteil weniger temperatursensitiv als Komposite mit geringem Füllstoffgehalt, da sie weniger Monomer enthalten (Mesquita 2006, Mesquita 2008).

Abbildung 38 zeigt exemplarisch den Kurvenverlauf von E' und $\tan\delta$ eines Komposits mit zwei einzelnen Glasübergangstemperaturen.

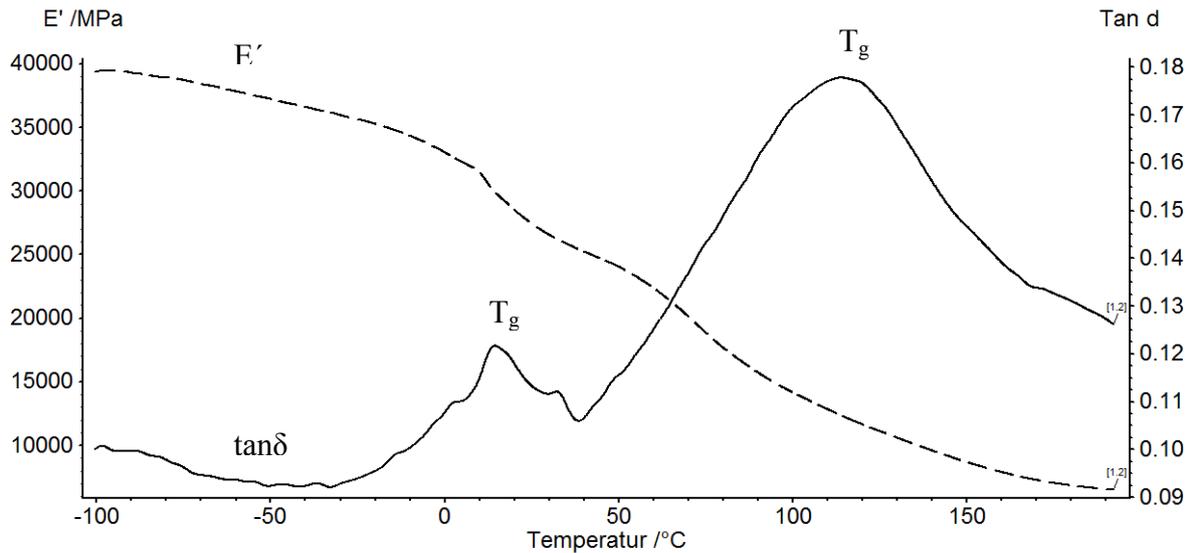


Abbildung 38: DMA-Messkurve von Grandio

Abbildung 39 zeigt exemplarisch den Kurvenverlauf von E' und $\tan\delta$ eines Komposits mit nur einer Glasübergangstemperatur.

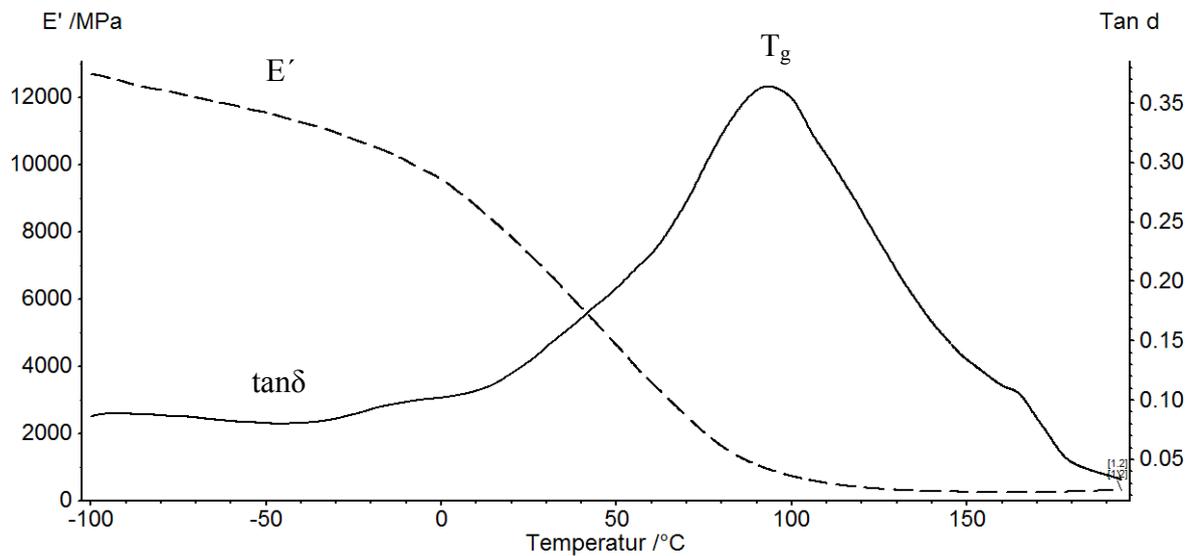


Abbildung 39: DMA-Messkurve von Sinfony

6.2.2 Einfluss von Füllstoffen

Füllstoffe werden zum einen als Streckungsmittel eingesetzt, um Polymer zu sparen und den Werkstoff zu verbilligen. Zum anderen verändern Füllstoffe die Eigenschaften der Polymere (z. B. Festigkeit, Härte) und erweitern dadurch ihre Anwendungsmöglichkeiten. Besonders zu beachten ist dabei, dass sich auch die Stärke des Verbundes zwischen organischer Phase

(Polymermatrix) und anorganischer Phase (Füllstoffe) auf die physikalischen Eigenschaften von Kunststoffen auswirkt (Sender 2007). Im Folgenden soll der Einfluss von Füllstoffen auf die viskoelastischen Eigenschaften der untersuchten Kunststoffe diskutiert werden.

6.2.2.1 Korngröße

Füllstoffe unterscheiden sich hinsichtlich ihrer Korngröße. Es stellt sich die Frage, ob die Größe der verwendeten Füllpartikel Einfluss auf die Viskoelastizität eines Materials besitzt. Zur Beantwortung dieser Frage eignet sich das in 5.5 beschriebene Versuchsdesign. Zwei Monomere (A und B) wurden jeweils ohne Füllstoffe, mit Füllstoffen von 10 μm Korngröße, von 1 μm Korngröße und von 0,4 μm Korngröße untersucht. Monomer A und Monomer B ohne Füllkörperzusatz unterschieden sich vor allem hinsichtlich des Verlustfaktors deutlich von den jeweiligen Monomeren mit Füllkörperzusatz. Zwischen Material 2 (Monomer A mit 10 μm -Füllstoffen), 3 (Monomer A mit 1 μm -Füllstoffen) und 4 (Monomer A mit 0,4 μm -Füllstoffen) konnte hinsichtlich Speichermodul, Verlustfaktor und Glasübergangstemperatur kein signifikanter Unterschied festgestellt werden. Die einzige Ausnahme bildeten die Verlustfaktoren von Material 3 und 4, die sich signifikant unterschieden. Ähnlich fiel das Ergebnis bei Monomer B aus. Die Materialien 6 (Monomer B mit 10 μm -Füllstoffen), 7 (Monomer B mit 1 μm -Füllstoffen) und 8 (Monomer B mit 0,4 μm -Füllstoffen) unterschieden sich hinsichtlich Speichermodul, Verlustfaktor und Glasübergangstemperatur nicht signifikant. Einzig die Materialien 6 und 8 zeigten bezüglich des Speichermoduls bei 0°C einen signifikanten Unterschied. Die beiden Ausnahmen können von Mess- bzw. Übertragungsfehlern herrühren. Außerdem könnten sich während einer längeren Standzeit die beiden Phasen entmischt haben, was zu einer inhomogenen Verteilung der Füllstoffe innerhalb der Monomermatrix geführt hätte. In weiteren Untersuchungen sollte die Verteilung der Füllstoffe in der Matrix kontrolliert werden. Aus den Ergebnissen kann man schließen, dass die Korngröße der Füllpartikel in diesem Versuch keinen signifikanten Einfluss auf die viskoelastischen Eigenschaften von Kunststoffen hatte. Eine Verallgemeinerung auf andere Kunststoffe ist problematisch, da nur Campherchinon-Komposite mit geringem Füllstoffgehalt untersucht wurden. Eine japanische Forschungsgruppe fand 2006 heraus, dass es keinen signifikanten Unterschied ($p > 0,05$) bezüglich des E-Moduls zwischen Kompositen mit unterschiedlichen Füllstoffgrößen gibt (Tanimoto 2006). Eine von Masouras durchgeführte Studie bestätigt, dass es keinen statistisch signifikanten Zusammenhang

zwischen Füllkörpergröße und E-Modul gibt. Größe und Form der Füllpartikel scheinen vielmehr „Fine-Tuning“-Faktoren für den Elastizitätsmodul zu sein (Masouras 2008).

6.2.2.2 Füllstoffgehalt

Kunststoffe unterscheiden sich zudem hinsichtlich ihres Füllstoffgehalts. Im Folgenden soll diskutiert werden, ob und wie der Füllstoffgehalt eines Materials sich auf seine viskoelastischen Eigenschaften auswirkt. Zunächst wird der Einfluss des Füllstoffgehalts auf den Speichermodul betrachtet. Mesquita fand eine direkte Abhängigkeit des Speichermoduls vom Füllstoffgehalt in Gewichtsprozent (Mesquita 2006). Dieses Ergebnis wird durch vorliegende Arbeit gestützt. So wurde ein signifikanter Unterschied bezüglich des Speichermoduls zwischen direkt verwendeten Materialien (Füllungsmaterialien und Stumpfaufbaumaterialien) und indirekt verwendeten Verblendmaterialien festgestellt. Direkt verwendete Kunststoffe sind in der Regel höher gefüllt als indirekt verwendete Kunststoffe (Mesquita 2006), können allerdings auch aus unterschiedlichen Monomerkomponenten bestehen. Verblendkomposite zählen meist zu den Hybridkompositen, die neben den pyrolytisch gewonnenen Siliziumdioxidpartikeln im nm-Bereich auch größere Glas- oder Keramikpartikel von etwa 0,4-2 μ m enthalten. Es gibt jedoch auch Vertreter der Mikrofüllerkomposite, die ausschließlich Siliziumdioxidpartikel im nm-Bereich enthalten (Rzanny 2007) sowie Nanohybrid-Verblendkomposite wie z. B. Signum (Heraeus Kulzer 2009).

Der Unterschied hinsichtlich des Speichermoduls innerhalb der direkt verwendeten Kunststoffe kann ebenfalls mit einem unterschiedlich hohen Füllstoffgehalt in Füllungs- und Aufbaumaterialien erklärt werden. Füllungsmaterialien brauchen vor allem im Seitenzahnggebiet einen hohen Speichermodul, um den auftreffenden Kaukräften Stand zu halten. Während im Seitenzahnggebiet die Verschleißfestigkeit bei der Auswahl eines Komposits die entscheidende Rolle spielt, ist im Frontzahnggebiet die Ästhetik ausschlaggebend. Der Gebrauch von Materialien mit niedrigem E' , sowohl für Füllungen als auch für indirekte Kompositinlays und -onlays, kann auf die Dauer die Verbindung zwischen Zahn und Restauration belasten. Dies kann zu einem Verlust des Randschlusses führen (Mesquita 2006, McCabe 1984, Miara 1998, Reinhardt 1994). Im Gegensatz dazu sind niedrige Speichermodul-Werte für Verblendmaterialien vorteilhaft. Die geringe Verformbarkeit metallischer Gerüste macht ein flexibleres Verblendmaterial nötig. So werden auftreffende Kaukräfte nicht auf die Verbindung Metall/Kunststoff übertragen, sondern das

flexible Verblendmaterial verformt sich und leitet dadurch die Kräfte ab (Mesquita 2006). Die unterschiedlichen vikoelastischen Eigenschaften der drei Materialklassen können zum Teil auch an den verschiedenen Startreaktionen der Polymerisation liegen. Die verwendeten Füllungsmaterialien waren allesamt lichthärtend, die untersuchten Stumpfaufbaumaterialien waren dualhärtend. Die Verblendmaterialien waren teils lichthärtend, teils hitzhärtend. Einige wurden mittels spezieller Polymerisationsgeräte ausgehärtet (siehe 6.2.4). Einen weiteren Beweis der These, dass der Speichermodul eines Werkstoffes vom Füllstoffgehalt abhängt, liefert der Vergleich von Makro- und Mikrofüllerkompositen. Während Makrofüllerkomposite einen hohen Füllstoffanteil von 75% aufweisen, haben Mikrofüllerkomposite einen relativ geringen Füllstoffanteil von 50% (Hellwig 2006). Wie erwartet schlug sich der unterschiedliche Füllstoffgehalt auf den Speichermodul der Materialien nieder. Bei allen untersuchten Temperaturen fanden sich für Makrofüllerkomposite signifikant höhere Speichermodul-Werte als für Mikrofüllerkomposite. Als dritter Beleg der Abhängigkeit von E' vom Füllstoffgehalt dient der Vergleich des stopfbaren Nanofüllerhybridkomposits Grandio (Füllstoffgehalt 87 Gew. %) mit seinem fließfähigen Pendant Grandio flow (Füllstoffgehalt 80 Gew. %) (Voco 2006). Es wurden wiederum signifikante Unterschiede zwischen beiden Materialien hinsichtlich des Speichermoduls bei allen untersuchten Temperaturen festgestellt. Ähnlich verhielt es sich bei den Ormocern Admira und Admira flow. Admira besitzt einen Füllstoffanteil von 78 Gew.-%, Admira flow besitzt einen Füllstoffanteil von 63 Gew.-% (Hennig 2004). Das höher gefüllte Ormocer Admira zeigte über den gesamten Temperaturbereich höhere Speichermodul-Werte als die fließfähige Variante Admira flow. Die Unterschiede waren in diesem Fall allerdings nicht signifikant. Zusammenfassend lässt sich erkennen, dass hoch gefüllte Werkstoffe höhere Speichermodul-Werte erreichten als niedrig gefüllte Werkstoffe. Das heißt: Die hoch gefüllten Materialien waren elastischer als die niedrig gefüllten Materialien.

Zweitens wird der Einfluss des Füllstoffgehalts auf den Verlustfaktor und den Glasübergangsbereich diskutiert. In dieser Arbeit wurde der Höhe und Breite (Fläche unter der Verlustfaktorkurve von Onset bis Peak) des Peaks im Kurvenverlauf des Verlustfaktors besondere Beachtung geschenkt. Wie in 7.2.1 erläutert, hängen Höhe und Breite des $\tan\delta$ -Peaks davon ab, inwieweit bei steigender Temperatur eine Nachhärtung des jeweiligen Kunststoffes stattfindet. Dies ist wiederum hauptsächlich von der Quervernetzung und vom Restmonomergehalt des Materials abhängig. Die Höhe des Verlustfaktormaximums hängt nicht nur von der Dichte der Quervernetzung, sondern auch vom Füllstoffgehalt eines Materials ab (Mesquita 2008). Ist der Wert des Verlustfaktors selbst beim Maximum niedrig

und findet der Glasübergang über eine weite Temperaturspanne statt, geht man von einem hochvernetzten Polymer mit großem Füllstoffanteil aus. Weist hingegen ein Material einen engen, hohen Peak auf, bedeutet das, dass viel Energie absorbiert wurde. Man führt dies auf einen niedrigeren Grad an Quervernetzung und einen geringeren Fülleranteil zurück (Mesquita 2008). Außerdem ist die Monomierzusammensetzung entscheidend. Besteht ein Komposit aus nur einem Monomer, findet der Glasübergang in einem schmalen Temperaturbereich statt. Werden hingegen weitere Monomere zugemischt, wird der Peak im Kurvenverlauf des Verlustfaktors breiter. Makrofüllerkomposite sind höher gefüllt als Mikrofüllerkomposite (Hellwig 2006). Folglich war der Wert des Verlustfaktors beim Peak bei Makrofüllerkompositen (0,1947) signifikant geringer als bei Mikrofüllerkompositen (0,2958). Die Flächen unter der Verlustfaktorkurve unterschieden sich dagegen nicht signifikant. Genauso verhielt es sich bei dem hoch gefüllten Grandio im Vergleich zu dem niedriger gefüllten Grandio flow. Der Wert des Verlustfaktors beim Maximum lag bei Grandio flow (0,1633) höher als bei Grandio (0,1543). Der Unterschied war jedoch nicht signifikant. Zwei Gegenbeispiele sollen belegen, dass ein höherer Füllstoffgehalt nicht automatisch einen niedrigeren Verlustfaktor-Wert und eine größere Fläche unter der Verlustfaktorkurve mit sich bringt. Obwohl Füllungsmaterialien im Durchschnitt höher gefüllt sind als Verblendmaterialien (Mesquita 2006), wiesen Verblendkunststoffe (0,2332) einen signifikant niedrigeren Verlustfaktor-Wert beim Maximum auf als Füllungswerkstoffe (0,2623). Die Fläche unter der Verlustfaktorkurve war bei Füllungsmaterialien (17,0/°C) größer als bei Verblendmaterialien (15,5/°C), wenn auch nicht signifikant. Dieser Unterschied könnte dadurch bedingt sein, dass Füllungsmaterialien im Vergleich zu Verblendmaterialien aus einem höheren Anteil verschiedener Monomere bestehen. Daraus ergäbe sich, dass sich bei den höher gefüllten Füllungsmaterialien der Glasübergang (Peak) über einen breiteren Bereich erstreckt. Ein weiterer Erklärungsversuch könnte sein, dass die verschiedenen Polymerisationsverfahren unterschiedliche Umsetzungsraten bedingen. Das stopfbare, hoch gefüllte Admira (0,2740) wies wider Erwarten einen, zwar nicht signifikanten, höheren Verlustfaktor beim Peak auf als das fließfähige, niedriger gefüllte Admira flow (0,2425). Bezüglich der Fläche unter der Verlustfaktorkurve unterschieden sich die beiden Materialien kaum (Admira: 16,3/°C; Admira flow: 16,4/°C). Ursächlich könnte eine veränderte Monomierzusammensetzung des fließfähigen Materials mit höherem Anteil an Verdünnermonomeren sein. Insgesamt gilt es zu bedenken, dass der Füllstoffgehalt nicht die einzige Größe darstellt, die den Verlustfaktor bestimmt. Quervernetzung, Restmonomergehalt und die Heterogenität des Polymernetzwerkes (hochvernetzte Regionen neben weniger

vernetzten Bereichen) beeinflussen den Verlauf des Verlustfaktors maßgeblich (Mesquita 2008, Lovell 2001, Kannurpatti 1997). Weitere Faktoren, die den Verlustfaktor beeinflussen sind die Umsetzungsrate und der Feuchtigkeitsgehalt einer Probe (Mesquita 2008, Phoenix 2004) sowie die Monomierzusammensetzung.

6.2.3 Einfluss des Monomersystems

Neben den anorganischen Füllstoffen besitzen dentale Kunststoffe eine organische Matrix. Hauptbestandteil der organischen Komponente eines Komposits sind Monomere, Komonomere, Initiatoren, Akzeleratoren, Inhibitoren, Pigmente und andere Additiva. Um die Abhängigkeit der viskoelastischen Eigenschaften von Kunststoffen von der Monomierzusammensetzung zu verstehen, wurden acht Monomere und ein Monomergemisch analysiert. Darunter waren die Dimethacrylate Bisphenol-A-Glycidyl-Dimethacrylat (Bis-GMA) und Urethandimethacrylat (UDMA). Des Weiteren wurden Trimethylpropanyltetraacrylat (TMPTM) sowie ein Gemisch aus TMPTM und UDMA untersucht. Ebenfalls wurden die Methacrylate Hydroxyethylmethacrylat (HEMA), Hydroxylpropylmethacrylat (HPMA), und Hydroxyphenoxypropylmethacrylat (HPPMA) geprüft.

Bei Betrachtung der Speichermodul-Ergebnisse der Monomere fällt der eklatante Unterschied zu den Kompositen auf, die dental angewendet werden. Die Homopolymere hatten bei 0°C nur einen durchschnittlichen Speichermodul von unter 6000MPa. Bei 80°C lag der mittlere Speichermodul der Homopolymere unter 2000MPa. Im Vergleich dazu betrug der durchschnittliche Speichermodul von in der Zahnheilkunde eingesetzten Kunststoffen bei 0°C über 100000MPa und bei 80°C über 5000MPa. Ursache für die Differenz ist der große Anteil an Füllstoffen bei Kompositen und Kompomeren. Die untersuchten Monomere waren im Gegensatz dazu ungefüllt. Außerdem wurden den Monomeren keine zusätzlichen Komonomere zugefügt, wie es bei Dentalkunststoffen der Fall ist. Die bifunktionellen Standardmonomere Bis-GMA und UDMA sowie das Gemisch aus UDMA und tetrafunktionellem TMPTM lieferten die höchsten Speichermodul-Werte. Mehrfunktionelle Methacrylate, sog. Vernetzer, bilden ein dreidimensionales Polymernetzwerk aus (Eichner 2005). Diese verflochtene, netzartige Matrix kann dem Einsetzen kooperativer Bewegungen mehr Widerstand leisten als Kettenmoleküle. Ausgeprägte Quervernetzung reduziert die Beweglichkeit der Moleküle und sorgt für einen hohen Speichermodul (Mesquita 2008, de Krom 2001). Die Quervernetzung ist von der Anzahl abreagierter Doppelbindungen abhängig.

Eine geringe Konzentration an Doppelbindungen in einem Monomer bzw. in einem zugesetzten Komonomer reduziert die Dichte der Quervernetzungen und nachfolgend den Speichermodul (Anseth 1996). PEG 400 enthält keine Doppelbindungen. Dementsprechend war der Speichermodul dieses Monomers sehr niedrig. Dieses Ergebnis korreliert mit Anseths Untersuchungen. Anseth verwendete allerdings PEG 600. Wurde einem Monomer PEG 600 zugesetzt, sank auf Grund der weniger ausgeprägten Quervernetzung sein Speichermodul. PEG 600 selbst war bei Raumtemperatur gummielastisch (Anseth 1996). Der Speichermodul hochvernetzter Polymere verändert sich nur wenig, selbst wenn Temperatur und Frequenz variieren (Wilson 1987). HEMA und HPMA besaßen ähnlich hohe Speichermodul-Werte, HPPMA besaß deutlich niedrigere Speichermodul-Werte. Das könnte daran liegen, dass die Phenylgruppe des HPPMA die Quervernetzung des Moleküls behindert. Der Vernetzungsgrad ist weiterhin bestimmend für den Verlauf der Verlustfaktorkurve. Charakteristisch für hochvernetzte Polymere ist ein breiter Peak, der sich über eine große Temperaturspanne erstreckt (Mesquita 2008). Darüber hinaus bestimmen die Beweglichkeit der Hauptkette, die Anzahl und Polarität der Seitenketten, die Molmasse und die Abkühlrate die Glasübergangstemperatur von Kunststoffen (Gergs 2007). Die langkettigen Vernetzermoleküle Bis-GMA und UDMA hatten beide eine Glasübergangstemperatur von ca. 148°C. Das lässt sich zum einen mit dem hohen Vernetzungsgrad der Polymere auf Grund der freien Doppelbindungen erklären. Die Benzolringe innerhalb der Hauptkette von Bis-GMA hindern das Molekül zudem sterisch und machen es unbeweglich. Aus der beträchtlichen Länge beider Monomere entsteht eine große Molmasse, die die hohe Glasübergangstemperatur verstärkt. Eine weitere Erhöhung der Glasübergangstemperatur bewirken die zahlreichen Seitenketten, z. B. Methylgruppen und Hydroxylgruppen. In anderen Studien wurde eine ähnlich hohe Glasübergangstemperatur für Bis-GMA gefunden. Wilson und Turner ermittelten Werte von 138°C bezüglich der E'-Kurve und sogar 195°C bezüglich der tan δ -Kurve. Bis-GMA wurde bei diesem Versuch nicht lichtgehärtet, sondern 137-Cs γ -Strahlen ausgesetzt (Wilson 1987). Der Maximalwert des Verlustfaktors war bei UDMA (0,3215) höher als bei Bis-GMA (0,1730). Die Höhe des Verlustfaktorpeaks ist von der Quervernetzung und dem Füllstoffanteil abhängig (Mesquita 2008). Demzufolge müsste die Dichte an Quervernetzung bei UDMA höher sein als bei Bis-GMA. UDMA verhielt sich visköser als Bis-GMA. Die niedrige Glasübergangstemperatur von PEG 400 lässt sich durch die hohe Beweglichkeit der Hauptkette und den niedrigen Grad an Quervernetzung erklären. Es gibt keine Seitenketten, die die Bewegungen des Polyethylenglykols einschränken würden. Der hohe Wert des Verlustfaktors sagt aus, dass das PEG 400 stärker als andere Materialien

auf Belastung mit viskösem Fließen reagiert, anstatt die Energie zu speichern, um nach Beenden der Krafteinwirkung in den Ausgangszustand zurückzukehren. Vergleicht man HEMA, HPMA und HPPMA, fällt auf, dass HPMA (108,6°C) eine etwas höhere Glasübergangstemperatur hatte als HEMA (101,0°C). Dies liegt an der zusätzlich eingebauten CH₂-Einheit im Monomer. Die Glasübergangstemperatur von HPPMA (39,4°C) unterschied sich signifikant von HEMA und HPMA. Diese Differenz könnte sich genau wie der Unterschied im Speichermodul durch eine weniger ausgeprägte Quervernetzung auf Grund des eingefügten Benzolrings erklären. HEMA (0,4170) und HPMA (0,4430) verwenden mehr Energie in visköses Fließen als HPPMA (0,1870). TEGDMA hatte mit Abstand die niedrigste Glasübergangstemperatur (-31,3°C). Der deutliche Unterschied zu den anderen Monomeren ist nicht mit der Struktur des Verdünnermoleküls TEGDMA allein zu erklären. Wilson und Turner liefern einen anderen Ansatz zur Begründung dieses Ergebnisses. Ihre Versuche, TEGDMA mit Licht zu polymerisieren, waren erfolglos. Also wurden die TEGDMA-Proben mit γ -Strahlen gehärtet. Die Umsetzung der Doppelbindungen war groß genug, um eine hochvernetzte Matrix auszubilden. Als Ergebnis waren die Veränderungen im E'-Verlauf gering. Die Glasübergangstemperatur betrug zwischen 115°C und 125°C (Wilson 1987). Die TEGDMA-Proben, die in dieser Arbeit verwendet wurden, wurden photopolymerisiert. Die Polymerisationsrate eines Moleküls hängt von der aufgewendeten Lichtintensität ab (Lecamp 1997). Es könnte sein, dass die Lichthärtung mit Elipar Trilight, wie bei Wilson und Turner, keine ausreichende Umsetzung des Monomers bewirkte. Dann hätte sich kein Polymernetzwerk ausbilden können. Wie sich die viskoelastischen Eigenschaften eines Monomergemisches im Vergleich zu den Ausgangsmonomeren verändern, verdeutlicht der Vergleich der Ergebnisse von UDMA, TMPTM und einem Gemisch aus beiden Monomeren. Der Speichermodul des Gemisches (bei 80°C 4770MPa) lag zwischen denen der Einzelkomponenten (bei 80°C UDMA: 5776MPa, TMPTM: 2923MPa). Der Verlustfaktor des Gemisches aus UDMA und TMPTM (0,3335) lag höher als der von UDMA (0,3215) und TMPTM (0,1630). Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve des Gemisches (104,7°C; 23,0/°C) hingegen lagen etwas unterhalb der Werte von UDMA (148,8°C; 27,0/°C) und deutlich oberhalb der Werte von TMPTM (15,7°C; 6,6/°C). Der Großteil der handelsüblichen dentalen Komposite besteht aus oben genannten Monomeren und/oder weiteren aliphatischen und cycloaliphatischen Methacrylaten. Besonderheiten stellen Kompomere, Ormocere und Silorane dar. Kompomere enthalten die für Komposite üblichen Monomere, Stabilisatoren und Pigmente. Zusätzlich wird ihnen ein spezielles, Carbonsäuregruppen tragendes, hochmolekulares Dimethacrylat sowie ca. 72% (m/m) eines

Strontiumfluorsilikatglas (mittlere Korngröße ca. $2,5\mu\text{m}$) zugefügt. Das Glas geht mit den Carbonsäuregruppen des neuartigen Dimethacrylates eine Säure-/Base-Reaktion ein (Schultz 2003, Janda 1992). Kompomere besitzen einen ähnlich hohen Füllstoffanteil wie Hybridkomposite (bis zu 80 Gewichts-%) mit unterschiedlichen Partikelgrößen zwischen $0,1\mu\text{m}$ und $10\mu\text{m}$ (Hellwig 2007). Trotzdem besitzen sie ähnliche mechanische Eigenschaften wie mikrogefüllte Komposite. 1997 führte Hickel dazu genauere werkstoffkundliche Analysen durch. Er fand heraus, dass der E-Modul von Mikrofüllerkompositen 3 bis 7 GPa und der von Kompomeren 5 bis 8 GPa beträgt (Hellwig 2006, Hickel 1997). In vorliegender Arbeit wurde bestätigt, dass Kompomere und Mikrofüllerkomposite ähnliche Eigenschaften besitzen. Bei 0°C war der Speichermodul von Mikrofüllerkompositen $16836,2\text{MPa}$, bei 80°C betrug er $5505,1\text{MPa}$. Die Speichermodul-Werte der Kompomere lagen nicht signifikant höher. Bei 0°C hatten sie einen Speichermodul von $18989,2\text{MPa}$. Bei 80°C lag ihr Speichermodul bei $6149,8\text{MPa}$. Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve unterschieden sich ebenfalls nicht signifikant. Die Glasübergangstemperatur der Mikrofüllerkomposite betrug 106°C , diejenige der Kompomere 114°C . Die Fläche unter der $\tan\delta$ -Kurve hatte bei Mikrofüllerkompositen einen Wert von $17,5/^\circ\text{C}$, bei Kompomeren einen Wert von $18,8/^\circ\text{C}$. Den einzigen signifikanten Unterschied zwischen beiden Füllungswerkstoffen stellte der Maximalwert des Verlustfaktors dar. Bei Mikrofüllerkompositen betrug er $0,2958$, bei Kompomeren $0,2406$. Kompomere nutzen also aufgebrachte Energie mehr dazu, sich nach Beenden der Krafteinwirkung elastisch in ihre Ausgangsform zurückzuverformen, und reagieren nicht so sehr mit viskösem Fließen. Ein niedrigerer $\tan\delta$ -Wert kann auf eine höhere Umsetzungsrate oder einen geringeren Restmonomergehalt hindeuten (Schießl 2008). Der Grundaufbau der Silorane (Matrix plus silanisierte Füllkörper) entspricht dem von konventionellen Kompositen. Die herkömmlichen Dimethacrylate werden bei Siloranen durch ringöffnende Epoxide ersetzt. Ilie und Weinmann haben die mechanischen Eigenschaften von Siloranen genauer untersucht. Sie fanden heraus, dass die Härte und die Biegefestigkeit von Materialien auf Siloran-Basis derjenigen von Hybridkompositen ebenbürtig ist, der Elastizitätsmodul etwas geringer (Ilie 2006, Weinmann 2005). In vorliegender Arbeit schnitten die Silorane bezüglich ihres Speichermoduls mittelmäßig ab. Ihr Speichermodul bei 0°C betrug $17704,6\text{MPa}$, bei 80°C betrug er $11337,6\text{MPa}$. Mit Ausnahme von 0°C lag er bei allen Temperaturen etwas höher als derjenige von Hybridkompositen. Die Glasübergangstemperatur der Silorane (ca. 154°C) war mit Abstand die höchste aller restaurativen Materialklassen. Da die Temperaturen innerhalb der Mundhöhle zwischen ungefähr 0°C und 55°C schwanken (Wilson 1987), kann man mit

Sicherheit davon ausgehen, dass Silorane, wie erwünscht, unterhalb ihrer Glasübergangstemperatur bleiben. Der Verlustfaktor der Silorane betrug maximal 0,1374. Dieser niedrige Wert könnte auf eine hohe Umsetzungsrate oder einen geringen Restmonomeranteil zurückzuführen sein (Schießl 2008). Es gilt allerdings zu beachten, dass in vorliegender Arbeit nur ein Siloran untersucht wurde. Ob man von einem getesteten Material auf das Verhalten einer ganzen Werkstoffgruppe schließen kann, ist fraglich. Die dritte Materialgruppe mit besonderem Monomersystem sind die Ormocere. Ormocere besitzen eine Matrix, die einen anorganischen, bereits vopolymerisierten Anteil enthält. Letzterer ist mit organischen Methacrylatgruppen versetzt. Beide Anteile vernetzen sich nach dem Polymerisationsstart (Schießl 2008). Der Aufbau der Matrix leitet sich von der Netzstruktur des Kieselglases mit Si-O-Si-Bindungen ab (Wolter 1994), in das partiell Si-C-Bindungen eingebaut sind. Ein kurzes vernetzbares Verbindungssegment bindet einen organischen polykondensierten Anteil an die Polysiloxane der Matrix (Wolter 1992, Schultz 2003, Schießl 2008). Wolter fand bei Ormoceren deutlich höhere E-Modul-Werte, 10-17GPa als bei Kompomeren, ca. 10GPa (Wolter 1994). In vorliegender Arbeit hatten die Ormocere bei allen Temperaturen die niedrigsten Speichermodul-Werte der restaurativen Materialien, bei 0°C ca. 13907,8MPa und bei 80°C ca. 4183,6MPa. Dieses Ergebnis könnte daran liegen, dass nur zwei Ormocere (Admira und Admira flow) untersucht worden sind. Admira flow ist zudem ein sogenanntes „flowable composite“ mit relativ geringem Füllstoffanteil von 63 Gew.-%. Admira besitzt einen Füllstoffanteil von 78 Gew.-% (Hennig 2004). Ein geringer Füllstoffanteil vermindert den Speichermodul (Mesquita 2006). Der Maximalwert des Verlustfaktors lag mit einem Wert von 0,2635 im Durchschnitt der restaurativen Materialien. Gleiches galt für die Fläche unter der Verlustfaktorkurve (16,3/°C). Die relativ niedrige Glasübergangstemperatur von ca. 102°C deutet auf wenig ausgeprägte Quervernetzungen hin.

6.2.4 Einfluss des Polymerisationsverfahrens

Schließlich war es Ziel dieser Arbeit, den Einfluss verschiedener Polymerisationsverfahren auf die Viskoelastizität dentaler Kunststoffe zu untersuchen. Dafür wurden drei Verblendmaterialien mit unterschiedlichen Polymerisationsgeräten polymerisiert. Die Materialien waren Adoro, belleGlass und Sinfony. Die Polymaten Targis Power, Visio Beta, Ivomat und Belle de St. Claire kamen zum Einsatz.

	Targis Power	Visio Beta	Ivomat	Belle de St. Claire
Adoro	X	X		
Sinfony	X	X	X	X
belleGlass	X		X	X

Tabelle 33: Verwendete Polymerisationsgeräte bei Adoro, Belleglass und Sinfony

Das Komposit Adoro wurde sowohl mit dem vom Hersteller Ivoclar-Vivadent empfohlenen Targis Power- als auch mit dem Visio Beta-Gerät polymerisiert. Es wurde festgestellt, dass sich die mit Targis Power gehärteten Proben durch bessere viskoelastische Eigenschaften auszeichnen als die mit Visio Beta gehärteten Proben. Die mit Targis Power gehärteten Proben lieferten bei allen Temperaturen signifikant höhere Speichermodul-Werte als die mit Visio Beta gehärteten Proben. Ebenso lag die Glasübergangstemperatur der mit Targis Power polymerisierten Adoro-Proben signifikant höher (ca. 139°C) als diejenige der mit Visio Beta polymerisierten Adoro-Proben (ca. 95°C). Bezüglich des maximalen Verlustfaktors gab es keinen signifikanten Unterschied (Targis Power: 0,2197; Visio Beta: 0,2535). Aus den Ergebnissen kann man schließen, dass die mit Targis Power gehärteten Proben mehr Monomer umgesetzt haben, ihr Restmonomergehalt geringer ist und dass sie vor allem eine höhere Quervernetzungsrate aufweisen. Eine Erklärung für die unterschiedlichen Ergebnisse könnte sein, dass nach 15 Minuten Visio Beta-Polymerisation die Polymerisationsreaktion des Komposits Adoro noch nicht abgeschlossen war. Die zusätzliche Hitzeeinwirkung bei Targis Power könnte für eine höhere Umsetzungs- und Quervernetzungsrate gesorgt haben.

BelleGlass wurde mit dem Targis Power-, dem Ivomat- und dem Belle de St. Claire-Polymerisationsgerät gehärtet. Was den Speichermodul betrifft, lieferten die drei Polymerisationsverfahren ähnliche Ergebnisse. Der einzige signifikante Unterschied war der des Speichermoduls bei 37°C von Belle de St. Claire im Vergleich zu Ivomat. Die Proben, die mit Belle de St. Claire und Ivomat gehärtet wurden, unterschieden sich bezüglich Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter der Verlustfaktorkurve kaum (kein signifikanter Unterschied). Auffällig waren die niedrigen Werte der mit Targis Power polymerisierten belleGlass-Proben für die Glasübergangstemperatur (ca. 115°C) und die Fläche unter $\tan\delta$ (7,1180). Bei den mit Belle de St. Claire und Ivomat gehärteten Proben lag die Glasübergangstemperatur jeweils über 150°C und die Fläche unter $\tan\delta$ war größer als 10/°C. Das Ergebnis weist auf eine geringere Quervernetzung der mit Targis Power polymerisierten Proben hin. Es gilt jedoch zu beachten, dass nur eine einzige Probe mit dem Ivomat-Gerät polymerisiert werden konnte. Außerdem waren die Standardabweichungen sehr groß. Sinfony wurde sowohl mit Visio Beta als auch mit Belle de St. Claire, Ivomat und

Targis Power polymerisiert. Bezüglich des Speichermoduls hatte die mit Targis Power gehärtete Probe bei allen Temperaturen die höchsten Werte. Den zweithöchsten Wert bei 0°C lieferten die mit Visio Beta gehärteten Proben. Zu höheren Temperaturen hin fielen die Speichermodul-Werte bei diesem Polymerisationsgerät am stärksten ab. Die mit Visio Beta gehärteten Proben waren also am temperatursensitivsten. Der Unterschied bezüglich des Speichermoduls war zwischen den mit Targis Power und den mit Visio Beta gehärteten Proben bei 55°C und bei 80°C signifikant. Alle anderen Differenzen hinsichtlich des Speichermoduls zwischen den vier verschiedenen Polymerisationsverfahren waren nicht signifikant. Was maximalen Verlustfaktor, Glasübergangstemperatur und Fläche unter $\tan\delta$ betrifft, gab es keine signifikanten Unterschiede, wenn man nur die Polymerisationsverfahren Belle de St. Claire, Ivomat und Targis Power betrachtet. Bei der Polymerisation von Sinfony mit Visio Beta ergaben sich einige Auffälligkeiten. Der Verlustfaktor beim Peak der mit Visio Beta gehärteten Proben (0,3442) war gegenüber den mit Belle de St. Claire (0,2375) und Ivomat (0,1810) gehärteten Proben signifikant erhöht. Die Glasübergangstemperatur der mit Visio Beta polymerisierten Proben (ca. 91°C) war im Vergleich zu der Glasübergangstemperatur der mit Belle de St. Claire gehärteten Proben (ca. 118°C) und der mit Targis Power gehärteten Probe (ca. 136°C) signifikant niedriger. Die Fläche unter der Verlustfaktorkurve der mit Visio Beta gehärteten Proben (22,1168) unterschied sich signifikant von derjenigen der mit Ivomat gehärteten Proben (13,4250). Diese Ergebnisse deuten auf eine verminderte Umsetzungsrate und einen erhöhten Restmonomergehalt hin. Außerdem scheint Visio Beta eine weniger ausgeprägte Quervernetzung der Polymermatrix verursacht zu haben als die anderen drei Polymerisationsverfahren. Vielleicht lag dies an der fehlenden Hitzeeinwirkung bei Polymerisation mit Visio Beta. Auch bei diesen Messungen fielen hohe Standardabweichungen auf. Zudem konnte nur eine Probe mit dem Targis Power-Gerät polymerisiert und untersucht werden.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass Targis Power, Ivomat und Belle de St. Claire ähnliche viskoelastische Eigenschaften hervorriefen. Die Ergebnisse der mit Visio Beta gehärteten Proben waren teils signifikant schlechter. Ein Grund dafür könnte sein, dass das Visio Beta-Polymerisationsgerät im Unterschied zu Targis Power, Belle de St. Claire und Ivomat ohne zusätzliche Hitzeeinwirkung auskommt. In der Literatur gibt es Hinweise für diese Annahmen. Lovell untersuchte den Einfluss mehrerer Faktoren, darunter Lichtintensität, Polymerisationsrate und -temperatur auf die viskoelastischen Eigenschaften von Polymeren. Er fand heraus, dass die gemessenen Eigenschaften eines Photopolymers nicht von der Polymerisationsmethode abhängen, sondern vielmehr von der finalen Anzahl an umgesetzten

Doppelbindungen (Lovell 2001). Diese Erkenntnis erklärt, warum Belle de St. Claire, Ivomat und Targis Power ähnliche Ergebnisse lieferten, wenn man davon ausgeht, dass alle drei Polymerisationsverfahren die gleiche Konversionsrate erreichten. Weiterhin fand Lovell heraus, dass das initiale Reaktionssystem bei höheren Temperaturen beweglicher ist. Diese erhöhte Mobilität führt dazu, dass die Polymerisationsreaktion länger anhält, bevor die Kettenverlängerung diffusionslimitiert wird. Eine verlängerte kinetisch kontrollierte Reaktionszeit bedingt eine erhöhte Konversionsrate (Lovell 1999). Dadurch lässt sich erklären, dass die mit Visio Beta gehärteten Proben weniger Doppelbindungen umsetzten und schlechtere viskoelastische Eigenschaften besaßen. Rosentritt fand ebenfalls einen Zusammenhang zwischen Polymerisationsmodus und Konversion bzw. Geschwindigkeit (Rosentritt 2006).

Eine zusammenfassende Übersicht über die Prüfparameter und ihren Einfluss auf Eigenschaften (Speichermodul E' , Verlustfaktor $\tan \delta$, Glasübergang T_g , Fläche unter der Verlustfaktorkurve Δ) der untersuchten Materialien liefert Tabelle 34. So führte beispielsweise eine stetig steigende Temperatur nach einiger Zeit zu einem raschen Abfall des zunächst hohen Speichermoduls E' . Steigt die Temperatur weiter, bleibt E' konstant beziehungsweise fällt langsamer ab. Bei weiterer Temperaturerhöhung wird schließlich der gummielastische Zustand erreicht, der sich an Hand eines raschen E' -Abfalls bemerkbar macht. Bei Temperaturerhöhung steigt der Verlustfaktor bis zum Maximum an, um danach steil abzufallen. Eventuell schließt sich ein weiteres Maximum mit erneutem Abfall an.

Die Ergebnisse zeigten, dass im Rahmen der vorliegenden Studie (und damit im Bereich der hier vorliegenden Füllstoffanteile) Veränderungen der Füllstoffgröße keine weitreichenden Änderungen von E' , $\tan \delta$, T_g und der Fläche unter der Verlustfaktorkurve zur Folge hatten. Erhöhte man den Gehalt an Füllstoffen eines Materials, stiegen E' und T_g an. $\tan \delta$ sank während die Fläche unter der Verlustfaktorkurve konstant blieb. Eine Erhöhung des Monomergehalts hatte genau entgegengesetzte Auswirkungen: E' und T_g sanken, $\tan \delta$ stieg an und die Fläche unter der Verlustfaktorkurve blieb konstant. Die Monomereigenschaften, wie z. B. Anzahl der Doppelbindungen, Länge der Hauptkette usw. hatten, soweit die Beurteilung möglich ist, unterschiedliche Auswirkungen auf E' , $\tan \delta$, T_g und Δ . Unterschiedliche Polymerisationsverfahren hatten keinen Einfluss auf die untersuchten Eigenschaften. Eine Ausnahme bildet die Polymerisation mit dem Visio Beta-Gerät. Dieses Polymerisationsverfahren hatte niedrigere Speichermoduln und Glasübergangstemperaturen

und höhere Verlustfaktoren zur Folge. Bezüglich der Fläche unter der Verlustfaktorkurve konnten sowohl höhere als auch niedrigere Werte gefunden werden.

Prüfparameter	E'	$\tan \delta$	T_g	Δ
Temperatur \uparrow	1. hoch (Glaszustand) 2. rascher Abfall (Glasübergang) 3. konstant bzw. langsamerer Abfall (thermische Reaktion) 4. rascher Abfall (gummielastisch)	1. niedrig 2. Anstieg bis zum Maximum 3. Abfall 4. evtl. zweites Maximum und erneuter Abfall	-	-
Füllstoffgröße \uparrow / \downarrow	konstant	konstant	konstant	konstant
Füllstoffgehalt \uparrow	\uparrow	\downarrow	\uparrow	konstant
Monomergehalt \uparrow	\downarrow	\uparrow	\downarrow	konstant
Monomereigenschaften				
• Doppelbindungen, lange Hauptkette, große Molmasse, viele Seitenketten	\uparrow	\downarrow	\uparrow	\downarrow
• Sterische Hindernisse	\downarrow	\downarrow	\downarrow	\downarrow
Polymerisationsverfahren (Ausnahme: Visio Beta)	konstant \downarrow	konstant \uparrow	konstant \downarrow	konstant \uparrow / \downarrow)

Tabelle 34: Einfluss der Prüfparameter auf die viskoelastischen Eigenschaften der Materialien

6.2.5 Vergleich der Materialien innerhalb einer Werkstoffklasse

Abschließend wurde ein Vergleich der Materialien innerhalb der drei Werkstoffklassen (Stumpfaufbaumaterialien, Verblendmaterialien, restaurative Materialien) und ihrer Untergruppen angestellt. Es wurde versucht, eine Korrelation zwischen den viskoelastischen Eigenschaften und der Zusammensetzung (Füllstoffgehalt, Monomersystem) des jeweiligen Materials zu finden.

6.2.5.1 Stumpfaufbaumaterialien

Die vier untersuchten Stumpfaufbaumaterialien waren LuxaCore, MultiCore Flow, Rebuilda DC blue und Rebuilda DC white. Alle vier Materialien lieferten ähnliche Ergebnisse. Es wurden bis auf wenige Ausnahmen keine signifikanten Unterschiede festgestellt. Die ähnlichen Eigenschaften korrelieren mit einem ähnlichen chemischen Aufbau der Materialien. Die organische Matrix aller Stumpfaufbaumaterialien basiert auf Bis-GMA. Der Füllstoffgehalt schwankt zwischen 70,2 und 72 Gewichtsprozent (siehe Tabelle 11).

6.2.5.2 Verblendmaterialien

Die elf untersuchten Verblendmaterialien waren Adoro, Artglass, belleGlass, Conquest Sculpture, Dialog, Epricord, Signum, Sinfony, Solidex, Targis und Thermoresin. Hersteller, organische Matrix und Füllstoffgehalt in Gewichtsprozent sind in Tabelle 12 aufgelistet. Bezüglich des Speichermoduls fielen die hohen Werte von Artglass, belleGlass und Conquest Sculpture auf. Dieses Ergebnis korrespondiert mit ihrem hohen Füllstoffgehalt: Artglass 68-74 Gew.-%, belleGlass 78,7 Gew.-% und Conquest Sculpture 78 Gew.-%. Targis verfügte ebenfalls über hohe E' -Werte, trotz des relativ niedrigen Füllstoffgehalts von 55 Gew.-%. In Verbindung mit der hohen Glasübergangstemperatur (ca. 159°C) und dem niedrigen Verlustfaktor (0,2060) deutet dieses Ergebnis auf eine hohe Umsetzungsrate und einen niedrigen Restmonomergehalt sowie eine ausgeprägte Quervernetzung hin. Grund dafür könnte ein optimales Mischungsverhältnis der Monomere UDMA und Bis-GMA sein. Die hohen Glasübergangstemperaturen von Adoro (ca. 134°C) und belleGlass (ca. 144°C) und die niedrigen Verlustfaktoren dieser beiden Materialien (Adoro: 0,2239 und belleGlass: 0,1621) könnten ebenfalls an der genauen Mixtur ihrer Inhaltsstoffe, besonders der Monomere liegen. Epricord und Signum fielen trotz eines hohen Füllstoffgehalts (Epricord: 85 Gew.-% und Signum: 73 Gew.-%) mit niedrigen Speichermodul-Werten auf. Zudem lagen ihre

Glasübergangstemperaturen tief (Epicord: ca. 94°C und Signum: ca. 97°C). Grund dafür könnten eine geringe Umsetzungs- und Quervernetzungsrate sowie ein hoher Restmonomergehalt sein. Dafür wiederum könnten ein ungünstiges Mischungsverhältnis der beteiligten Monomere sowie zusätzliche Inhaltsstoffe wie z. B. Initiatoren und Inhibitoren verantwortlich sein.

6.2.5.3 Restaurative Materialien

Es wurden 24 restaurative Werkstoffe (QuiXfil, Esthet-X, Filtek Z250, Heliomolar, Point4, Artemis, Tetric Ceram, Tex, Adamant, Arabesk Top, Enamel plus, Miris, Spectrum, Venus, Filtek Supreme, Grandio, Grandio Flow, Filtek Silorane, Admira, Admira Flow, Ceram-X, Compoglass F, Dyract AP und Dyract eXtra) getestet, die sich nach ihrem werkstoffkundlichen Aufbau zu neun Materialklassen (Makrofüllerkomposite, Mikrofüllerkomposite, Hybridkomposite, Mikrohybridkomposite, Nanofüllerkomposite, Nanofüllerhybridkomposite, Silorane, Ormocere und Kompomere) zusammenfassen lassen. Von den Materialklassen Makrofüllerkomposite, Nanofüllerkomposite und Silorane wurde jeweils nur ein Material untersucht. Ein Vergleich innerhalb dieser Werkstoffgruppen ist also nicht möglich. Auf die Materialien innerhalb der übrigen Gruppen wird nachfolgend genauer eingegangen.

Mikrofüllerkomposite:

Vier der untersuchten restaurativen Materialien zählten zu den Mikrofüllerkompositen. Das waren Esthet-X, Filtek Z250, Heliomolar und Point4. Hersteller, organische Matrix und Füllstoffgehalt in Gewichtsprozent sind Tabelle 13 zu entnehmen.

Esthet-X und Point4 hatten ähnliche Speichermodul-Werte. Das könnte mit ihrem ähnlichen Füllstoffgehalt (Esthet-X: 77 Gew.-% und Point4: 76 Gew.-%) erklärt werden. Obwohl der Füllstoffgehalt von Heliomolar (76,5 Gew.-%) im gleichen Bereich liegt, waren die Werte von E' deutlich niedriger. Zudem fiel die niedrige Glasübergangstemperatur von Heliomolar auf (ca. 93°C). Beides könnte an einer niedrigen Umsetzungsrate, geringer Quervernetzung und hohem Restmonomergehalt liegen. Ursache dafür könnten ein ungünstiges Mischungsverhältnis der Monomere oder weitere Inhaltsstoffe sein. Filtek Z250 stach durch seine hohen Speichermodul-Werte hervor. Ursache dafür könnte der hohe Füllstoffgehalt von Filtek Z250 (84 Gew.-%) im Vergleich zu den anderen Mikrofüllerkompositen sein. Point4 zeichnete sich durch den geringsten Verlustfaktor (0,2720) und die höchste

Glasübergangstemperatur (ca. 116°C) der Mikrofüllerkomposite aus. Demzufolge könnten die Monomere Bis-GMA, TEGDMA und ethyloxyliertes Bis-DMA ein dichtes Netzwerk an Querverbindungen ausgebildet haben.

Hybridkomposite:

Artemis, Tetric Ceram und Tex waren die untersuchten Hybridkomposite. Eine Übersicht über Hersteller, organische Matrix und Füllstoffgehalt in Gewichtsprozent der Hybridkomposite gibt Tabelle 13.

Bezüglich des Speichermoduls gab es keine signifikanten Unterschiede zwischen den drei Hybridkompositen. Die leicht höheren Speichermodul-Werte von Tetric Ceram lassen sich vielleicht mit dem etwas höheren Füllstoffgehalt (79 Gew.-%) im Vergleich zu Artemis (75-77 Gew.-%) erklären. Zu Tex wurden keine Angaben gefunden. Weiterhin fiel die signifikant höhere Glasübergangstemperatur von Tetric Ceram (ca. 112°C) im Vergleich zu Artemis (ca. 102°C) und Tex (ca. 103°C) auf. Neben dem höheren Füllstoffgehalt könnte dies auf eine dichtere quervernetzte Polymermatrix hinweisen.

Mikrohybridkomposite:

Die sechs untersuchten Mikrohybridkompositen waren Adamant, Arabesk Top, Enamel Plus, Miris, Spectrum und Venus. Hersteller, organische Matrix und Füllstoffgehalt in Gewichtsprozent zeigt Tabelle 13.

Hinsichtlich des Speichermoduls waren die Werte von Adamant signifikant erhöht. Die übrigen Mikrohybridkomposite unterschieden sich nicht signifikant. Eine mögliche Erklärung dafür könnte der höhere Füllstoffgehalt (81 Gew.-%) von Adamant sein. Bezüglich des maximalen Verlustfaktors, der Glasübergangstemperatur und der Fläche unter der $\tan\delta$ -Kurve waren nur sehr vereinzelt signifikante Unterschiede zwischen den sechs Mikrohybridkompositen festzustellen. Dies korreliert mit der Tatsache, dass alle Mikrohybridkomposite ähnliche Monomerzusammensetzungen haben. Bis-GMA und TEGDMA sind in allen Mikrohybridkompositen als Monomere enthalten. Ausnahmen bilden Enamel plus, in dem TEGDMA fehlt, und eventuell Venus, von dem keine genaue Zusammensetzung bekannt ist.

Nanofüllerhybridkomposite:

Grandio und Grandio flow waren die Vertreter der Nanofüllerhybridkomposite. Vergleicht man das stopfbare Nanofüllerhybridkomposit Grandio (Füllstoffgehalt 87 Gew. %) mit

seinem fließfähigen Pendant Grandio flow (Füllstoffgehalt 80 Gew. %) (Voco 2006), konnten signifikante Unterschiede zwischen beiden Materialien hinsichtlich des Speichermoduls bei allen untersuchten Temperaturen festgestellt werden. Man kann diese Unterschiede auf den unterschiedlichen Füllstoffgehalt zurückführen. Bezüglich Verlustfaktor und Glasübergangstemperatur waren die Unterschiede nicht signifikant.

Ormocere:

Die untersuchten Ormocere waren Admira und Admira flow. Admira besitzt einen Füllstoffanteil von 78 Gew.-%, Admira flow besitzt einen Füllstoffanteil von 63 Gew.-% (Hennig 2004). Das höher gefüllte Ormocer Admira zeigte über den gesamten Temperaturbereich höhere Speichermodul-Werte als die fließfähige Variante Admira flow. Die nicht signifikanten Unterschiede könnten auf den unterschiedlichen Füllstoffgehalt zurückzuführen sein. Bezüglich Glasübergangstemperatur und Verlustfaktor unterschieden sich die beiden Materialien nicht signifikant.

Kompomere:

Vier untersuchte Materialien zählten zu den Kompomeren, nämlich Ceram-X, Compoglass F, Dyract AP und Dyract eXtra. Tabelle 13 stellt Hersteller, organische Matrix und Füllstoffgehalt der Kompomere zusammen.

Beim Vergleich der Speichermoduln der Kompomere fielen die niedrigen Werte von Dyract AP auf. Der Unterschied zu den anderen Kompomeren war jedoch nicht signifikant. Man könnte dieses Ergebnis dem verminderten Füllstoffgehalt von Dyract AP (73 Gew.-%) zuschreiben. Ceram-X, Compoglass F und Dyract eXtra hatten den gleichen Füllstoffgehalt (alle 76 Gew.-%). Die E'-Werte dieser Kompomere unterschieden sich kaum. Ceram-X zeichnete sich durch die höchste Glasübergangstemperatur (ca. 126°C) und den niedrigsten Verlustfaktor (0,2160) aus. Beides deutet darauf hin, dass viele Doppelbindungen umgesetzt wurden, wenig Restmonomergehalt im Polymer verblieb und eine hohe Quervernetzung bestand. Compoglass F, Dyract AP und Dyract eXtra unterschieden sich hinsichtlich Verlustfaktor und Glasübergangstemperatur nicht signifikant.

Folgende Tabelle zeigt eine vergleichende Zusammenfassung, in welchen Bereichen die Werkstoffkenngrößen bei verschiedenen Werkstoffgruppen lagen.

	E' bei 37°C (MPa)	tan δ	T _g (°C)	△ (1/°C)
Monomere	86-413	0,1630-0,4430	-31,3-148,8	3,6-30,1
Experimentelle Materialien	4115-7117	0,1880-0,4485	135,7-155,6	18,0-24,3
Stumpfaufbaumaterialien	10246-11588	0,2040-0,2776	130,8-137,5	14,7-20,4
Verblendmaterialien	14256-4222	0,1621-0,2797	82,6-159,0	9,8-22,5
Targis Power-Polymerisation	7735-13413	0,1885-0,2390	115,2-139,7	7,1-17,5
Visio Beta-Polymerisation	2531-5452	0,2535-0,3442	91,3-95,7	14,5-22,1
Belle de St. Claire-Polymerisation	5408-14771	0,1577-0,2375	118,0-153,1	10,7-21,7
Ivomat-Polymerisation	12852-5399	0,1360-0,1810	106,5-151,2	10,1-13,4
Füllungsmaterialien	9889-22612	0,1374-0,3156	98,9-154,1	7,1-19,5
Fließfähige Füllungsmaterialien	7284-14877	0,1633-0,2425	102,1-107,4	9,5-16,4

Tabelle 35: Übersicht der untersuchten Werstoffkenngrößen

Abschließend soll die beobachtete Korrelation zwischen der Höhe des Verlustfaktors und der Fläche unter der Verlustfaktorkurve vom Onset bis zum Peak mit dem Faktor zwei multipliziert erläutert werden. In vielen Fällen konnte eine Abhängigkeit beider Größen festgestellt werden, nämlich dass hohe bzw. niedrige Verlustfaktor-Werte auch hohe bzw. niedrige Flächen-Werte unter tan δ zur Folge hatten. Als Beispiel sollen die Stumpfaufbaumaterialien dienen. MultiCoreFlow hatte den höchsten Verlustfaktor innerhalb der Gruppe der Stumpfaufbaumaterialien und auch die größte Fläche unter der Verlustfaktorkurve. Der Verlustfaktor von Rebuilda DC blue hingegen war am niedrigsten, ebenso die Fläche unter der Verlustfaktorkurve. Genauso verhielt es sich mit den Nanofüllerhybridkompositen Grandio und Grandio flow: Grandio hatte sowohl den niedrigeren Verlustfaktor als auch die kleinere Fläche unter der Verlustfaktorkurve im Vergleich zu Grandio flow. Die Korrelation der Parameter Verlustfaktor und Fläche unter der Verlustfaktorkurve lässt sich dadurch erklären, dass beide Größen zum Teil von denselben Einflüssen abhängen. Darunter fallen unter anderem die Dichte der Quervernetzung und der Restmonomergehalt im Polymer sowie das Vorkommen einer ausgeprägten Nachhärtung. Allerdings widersprechen einige Gegenbeispiele dieser Theorie. So wurde für Admira ein höherer Verlustfaktor im Vergleich zu Admira Flow gefunden, die Fläche unter der Verlustfaktorkurve war jedoch für Admira Flow größer als für Admira. Man kann also nicht von einer strengen direkten Abhängigkeit der beiden Parameter ausgehen. Das könnte daran

liegen, dass es auch Einflussgrößen gibt, die auf die Höhe des Verlustfaktors und die Fläche unter der Verlustfaktorkurve unterschiedliche Auswirkung haben. Darunter fällt z. B. der Füllstoffgehalt eines Materials. Ein hoher Füllstoffgehalt hat einen niedrigen Verlustfaktor zur Folge. Dafür erstreckt sich bei hochgefüllten Polymeren der Peak der Verlustfaktorkurve über eine weite Temperaturspanne, was die Fläche unter $\tan \delta$ vergrößert. Dementsprechend zieht ein niedriger Füllstoffgehalt einen engen, hohen Peak nach sich. Die Existenz weiterer Größen, die die Höhe des Verlustfaktors und die Fläche unter der Verlustfaktorkurve entweder gleich- oder gegensinnig beeinflussen, wurde in dieser Arbeit nicht untersucht. Dahingehend bedarf es weiterer Forschungsarbeit.

7 ZUSAMMENFASSUNG

Die vorliegende Arbeit beschäftigte sich mit dem viskoelastischen Verhalten dentaler Komposite und Kompomere. Um dieses viskoelastische Verhalten zu messen, wurde die „Dynamisch mechanische Analyse“ (DMA) angewendet. Die DMA liefert Daten zu Speichermodul, Verlustmodul, Dämpfungsfaktor ($\tan \delta$), Glasübergangstemperatur (T_g) und Relaxationsphänomenen (Nielsen 1974). Sie erlaubt es, eine Korrelation zwischen der Struktur von Polymeren und ihren dynamischen Eigenschaften herzustellen (Tamareselvy 1994). Zum einen sollte der Einfluss unterschiedlicher Faktoren (Temperatur, Einlagerung von Füllstoffen, Monomersystem, Polymerisationsverfahren) auf das viskoelastische Verhalten von Kunststoffen überprüft werden. Zum anderen sollten Materialien der gleichen Werkstoffklasse bezüglich ihrer viskoelastischen Eigenschaften miteinander verglichen werden. Die Temperatur wurde als wesentliche Einflussgröße erkannt. Mit steigender Temperatur änderten sich Speichermodul und Verlustfaktor erheblich. Füllstoffe bestimmen die viskoelastischen Eigenschaften dentaler Materialien maßgeblich. Dabei ist vermutlich nicht die Partikelgröße, sondern vielmehr der Gehalt an Füllstoffen entscheidend. Das verwendete Monomersystem und die daraus entstehende, mehr oder weniger quervernetzte Polymermatrix wurde als weitere Einflussgröße auf die Viskoelastizität erkannt. Das verwendete Polymerisationsverfahren änderte nichts an den viskoelastischen Eigenschaften, solange es eine möglichst hohe Umsetzungsrate und einen möglichst geringen Restmonomergehalt gewährleistet. Beim Vergleich der Materialien innerhalb einer Werkstoffklasse wurde eine Korrelation zwischen den viskoelastischen Eigenschaften und der Zusammensetzung (Füllstoffgehalt, Monomersystem) des jeweiligen Materials gefunden.

Wie eingangs beschrieben geht der Trend in der Zahnmedizin hin zu zahnfarbenen Restaurationen (direkte Komposit- und Kompomerfüllungen und indirekte Keramik- und Kompositfüllungen, die adhäsiv befestigt werden). Es sollten nicht nur die ästhetischen Vorteile dieser Materialien in den Vordergrund gestellt werden. Wichtig sind außerdem die Variationsmöglichkeiten, die Komposite bieten. Veränderungen in der Monomerzusammensetzung oder im Füllstoffsystem ermöglichen auf den jeweiligen Verwendungszweck abgestimmte Eigenschaften des Materials. Auch beim adhäsiven Zementieren sollte auf eine hohe Umsetzungsrate des Befestigungskomposits geachtet werden. Hier könnten DMA-Messungen zeigen, ob eine ausreichende Polymerisationsreaktion stattgefunden hat oder ob z.B. ein hoher Restmonomergehalt die

Vitalität des Zahnes gefährden könnte. Geringe Umsetzung und hoher Restmonomergehalt beeinflussen zudem die Eigenschaften des adhäsiven Zements und können somit den erfolgreichen Verbleib von Inlays, Onlays und Teilkronen in der Mundhöhle gefährden.

8 LITERATURVERZEICHNIS

1. Ahamed S, Garg A, Sundararaman S, Chandrashekhara K, Flanigan V, Kapila S:
Dynamic mechanical characterization of a soy based epoxy resin system.
J Appl Polym Sci, 98, 2005, 1772-1780
2. Anseth KS, Goodner MD, Reil MA, Kannarputti AR, Newman SM, Bowman:
The Influence of Comonomer Composition on Dimethacrylate Resin Properties for
Dental Composites.
J Dent Res, 75(8), 1996, 1607-1612
3. Bargel HJ, Schulze G:
Werkstoffkunde.
6. überarbeitete Auflage, VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf, 1994
4. Bates JF, Stafford GD, Harrison A:
Masticatory function- a review of the literature. III. Masticatory performance and
efficiency.
J Oral Rehabil, 3(1), 1976, 57-67
5. Batzer H:
Polymere Werkstoffe, Band 1 Chemie und Physik.
1. Auflage, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1985
6. Beun S, Bailly C, Dabin A, Vreven J, Devaux J, Leloup G:
Rheological properties of experimental Bis-GMA/TEGDMA flowable resin
composites with various macrofiller/microfiller ratio.
Dent Mater, 2008 (Epub ahead of print)
7. Bischoff J:
Contributions to the dynamic-mechanical thermoanalysis of adhesives.
EURADH, Karlsruhe, 1992, 1-6
8. Bischoff J, Hennemann OD:
Thermoanalyse zur Bewertung von Klebstoffen. Kleben & Dichten, Adhäsion.
Forschung und Wissenschaft, 36, 1992, 33-36
9. Bowen RL:
US Patent 3179783, 1965
10. Braden M, Clarke RL, Nicholson J, Parker S:
Polymeric Dental Materials.
Springer-Verlag, Berlin Heidelberg New York, 1997
11. Büttinghaus F:
Dreikörperverschleiß und Oberflächenermüdung von Kompositfüllungsmaterialien.
Dissertation an der Ludwig-Maximilian-Universität München, 2004
12. Casselli DSM, Worschech CC, Paulillo LAMS, Tadeu dos Santos Dias C:
Diametral tensile strength of composite resins submitted to different activation
techniques.
Braz Oral Res [online], 20(3), 2006, 214-218
13. Cekic-Nagas I, Ergun G, Vallittu PK, Lassila LVJ:
Influence of Polymerization Mode on Degree of Conversion and Micropush-out Bond
Strength of Resin Core Systems Using Different Adhesive Systems.
Dent Mater, 27(3), 2008, 376-385
14. Clarke RL:
Dynamic mechanical thermal analysis of dental polymers. II. Bis-phenol A-related
resins.
Biomaterials, 10(8), 1989, 549-552

15. Clarke RL, Braden M:
Visco-elastic properties of some room-temperature polymerizing resins.
J Dent Res, 61, 1982, 997-1001
16. Colo SM, Hedman K, Rudolph BKS:
Rheological instrumentation for the characterization of polymers.
Am Lab, 1997, 16-18
17. Craig RG, Powers JM, Wataha JC:
Zahnärztliche Werkstoffe, Eigenschaften und Verarbeitung.
1. Auflage, Urban & Fischer Verlag, München, 2006
18. Darwell BW:
Materials Science for Dentistry.
7. Auflage, BW Darwell, Hong Kong, 2002
19. deKrom H, Mulder H, Mestuch D:
NASS auf NAS – Wässrige Acrylatemulsionen für nicht-absorbierende Substrate
übertreffen Lösemittelsysteme.
Farbe und Lack, 107, 2001
20. Demirci M, Yildiz E, Uysal O:
Comparative clinical evaluation of different treatment approaches using a microfilled
resin composite and a compomer in Class III cavities: two-year results.
J Oper Dent, 33, 2008, 79
21. Dentsply:
Ceram-X: Produktinformation, Dentsply DeTrey, 2005
22. Dentsply
Ceram-X: Produktinformation, Dentsply DeTrey, 2008
23. Dietschi D, Spreafico R:
Adhäsive metallfreie Restaurationen, Aktuelle Konzepte für die ästhetische
Versorgung im Seitenzahnggebiet.
Quintessence bibliothek, Berlin, 1997
24. DMG Chemisch-Pharmazeutische Fabrik GmbH Hamburg:
Produktinformation zu Luxa Core, 2005
25. Ehrenstein GW:
Polymer-Werkstoffe: Struktur und mechanisches Verhalten.
1. Auflage, Carl Hanser Verlag, München, 1978
26. Ehrenstein GW, Riedel G, Trawiel P:
Praxis der Thermischen Analyse von Kunststoffen.
2. Auflage, Carl Hanser Verlag, München, 2003
27. Eichner K, Kappert HF:
Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung; Band1 Grundlagen und
Verarbeitung.
8. Auflage, Thieme Verlag, Stuttgart, 2005
28. Ellakwa A, Cho N, Lee IB:
The effect of resin matrix composition on the polymerization shrinkage and
rheological properties of experimental dental composites.
Dent Mater, 23, 2007, 1229-35
29. Ernst CP, Willershausen B:
Quo vadis Komposit? Eine aktuelle Standortbestimmung zahnärztlicher
Füllungskomposite.
ZM online, 2003
Internetpublikation unter: www.zm-online.de/m5a.htm?/zm/7_03/pages2/titel1.htm
[Stand: 11. August. 2008]

30. Ferry JD:
Viscoelastic properties of polymers.
3. Auflage, John Wiley and Sons, 1980
31. Foster J, Walker RJ:
US Patent 3825518, 1974
32. Franck AJ:
Dynamisch-mechanische Tests bei polymeren Werkstoffen.
Rheologie 91, 1991, 84-91
33. Gärtner A:
Untersuchung des Randschlussverhaltens von Füllungen aus Kompositmaterialien in approximal dentinbegrenzten Klasse-II-Kavitäten.
Dissertation an der Medizinischen Fakultät der Universität des Saarlandes, Homburg/Saar, 2006
34. Gerdolle DA, Mortier E, Droz D:
Microleakage and polymerization shrinkage of various polymer restorative materials.
J Dent Child (Chic), 75, 2008, 125-33)
35. Gergs M:
Einfluss des Inhibitorgehaltes auf die Eigenschaften von Reaktivharzen zur Herstellung von Zahnfüllungskompositen.
Diplomarbeit an der Fachhochschule Osnabrück (Fakultät Ingenieurwissenschaften und Informatik), 2007, 23
36. Goldberg M:
In vitro an in vivo studies on the toxicity of dental resin composites: a review.
Clin Oral Investig, 12, 2008, 1
37. Guggenberger R, Weinmann W:
Exploring beyond methacrylates.
Am J Dent, 13, 2000, 82D-84D
38. Harms V:
Physik für Mediziner und Pharmazeuten.
16. Auflage, Harms Verlag, Lindhöft, 2004
39. Harris JS, Jacobsen PH, O'Doherty DM:
The effect of curing light intensity and test temperature on the dynamic mechanical properties of two polymer composites.
J Oral Rehabil, 26, 1999, 635-639
40. Hellwig E, Klimek J, Attin T:
Einführung in die Zahnerhaltung.
4. Auflage, Urban & Fischer Verlag, München, 2006
41. Hemminger W, Höhne G:
Grundlagen der Kalorimetrie.
Verlag Chemie, Weinheim, 1979
42. Hemminger WF, Cammenga HK:
Methoden der thermischen Analyse.
Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, 1989
43. Hennig C, Helbig EB, Haufe E, Richter G, Klimm HW:
Die Versorgung von Klasse-V-Kavitäten mit dem Ormocer®-basierenden Füllungssystem Admira®.
Schweiz Monatsschr Zahnmed, 114, 2004, 104-114
44. Heraeus Kulzer:
Signum: Produktinformation, Heraeus Kulzer GmbH, Hanau, 2009

45. Heraeus Kulzer:
Venus: Produktinformation, Heraeus Kulzer GmbH, Hanau, 2007
46. Hickel R:
Moderne Füllungswerkstoffe.
Dtsch Zahnärztl Z, 52, 1997, 9
47. Höhne G, Hemminger W, Flammersheim HJ:
Differential Scanning Calorimetry. Chapter 6.2.3 The Glass Transition Process.
1. Auflage, Springer Verlag, Berlin, 1996
48. Hopfauf S:
SR Adoro-Ein modernes indirektes Komposit.
In Report Nr. 15: SR Adoro[®] im Fokus, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein, 2004
49. Ilie N, Jelen E, Clementino-Luedemann T, Hickel R:
Low-shrinkage composite for dental application.
Dent Mater, 26, 2007, 249-55
50. Ilie N, Hickel R:
Silorane-based dental composite: behaviour and abilities.
Dent Mater, 25, 2006, 445-54
51. Ivoclar Vivadent:
Adamant: EU-Sicherheitsdatenblatt, Ivoclar Vivadent, 2005
52. Jacobsen PH, Darr AH:
Static and dynamic moduli of composite restorative materials.
J Oral Rehabil, 24, 1997, 265-273
53. Jiménez-Plana A, Martin J, Abalos C, Llamas R:
Developments in polymerization lamps.
Quintessence International: Journal of Practical Dentistry, 39, 2008, 74-84
54. Jones DS:
Dynamic mechanical analysis of polymeric systems of pharmaceutical and biomedical significance.
International Journal of Pharmaceutics 179, 1999, 167-78
55. Jones DW, Rizkalla AS:
Characterization of experimental composite biomaterials.
J Biomed Mater Res 33, 1996, 89-100
56. Kannurpatti AR, Anderson KJ, Anseth JW, Bowman CN:
Use of "living" radical polymerizations to study the structural evolution and properties of highly crosslinked polymer networks.
J Polym Sci: Part B: Polym Phy, 35, 1997, 2297-2307
57. Karanela MM, Siderou ID:
Effect of the structure of silane coupling agent on sorption characteristics of solvents by dental rein-nanocomposites.
Dent Mater, 2008 [Epub ahead of print]
58. Karlsson A, Singh SK:
Thermal and Mechanical Characterization of Cellulose Acetate Phthalate Films for Pharmaceutical Tablet Coating: Effect of Humidity During Measurements.
Drug Development and Industrial Pharmacy, 24(9), 1998, 827-834
59. Korkmaz Y, Attar N:
Dentin Bond Strength of Composites with Self-etching Adhesives Using LED Curing Lights.
Journal of Contemporary Dental Practice, 8(5), 2007, 1-9
60. Kournetas N:
Impact of artificial ageing process in the wear resistance of dental materials.
Doktorarbeit an der Eberhard-Karls-Universität Tübingen, 2005, 32

61. Kozłowski A:
Qualitative und quantitative Untersuchung zum Einfluss fließfähiger Füllungswerkstoffe auf die Dentinhaftung neuer Komposite und Ormocere- eine in vitro Untersuchung.
Doktorarbeit an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, 2002, 13
62. Kuraray Dental:
Epicord: Sicherheitsdatenblatt, Kuraray Dental Europe GmbH, 2006
63. Lecamp L, Youssef B, Bunel C, Lebaudy P:
Photoinitiated polymerization of a dimethacrylate oligomer: 1. Influence of photoinitiator concentration, temperature and light intensity.
Polymer Vol 38, 25, 1997
64. Lee JK, Kim JY, Lim BS:
Dynamic mechanical properties of a visible light curable urethane dimethacrylate based dental resin.
Polym J, 35, 2005, 890-895
65. Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW, Bowman CN:
The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins.
Dent Mater, 17, 2001, 504-511
66. Lovell LG, Newman SM, Bowman CN:
The Effects of Light Intensity, Temperature, and Comonomer Composition on the Polymerization Behaviour of Dimethacrylate Dental Resins.
J Dent Res, 78(8), 1999, 1469-1476
67. Ludwig K:
Lexikon der zahnmedizinischen Werkstoffkunde.
1. Ausgabe, Quintessenz-Verlags-GmbH, Berlin, 2005
68. Lussi A, Schaffner M, Suter P, Hotz P:
Toxicology of amalgams. The information status of the Swiss population.
Schweiz Monatsschr Zahnmed, 99, 1989, 54-9
69. 3M ESPE
Filtek Silorane: Broschüre zu Filtek Silorane, 3M ESPE, 2007
70. Mackert JR jr:
Dental amalgam and mercury.
J Am Dent Assoc., 122, 1991, 54-61
71. Manhart J:
Werkstoffkundliche Charakterisierung eines Füllungsmaterials auf Ormocer-Basis.
ZMK, 12, 1999, 807-12
72. Marczuk-Kolada G, Jakoniuk P, Mystkowska J, Luczay-Cepowicz E, Waszkiel D, Dabrowski JR, Leszczynska K:
Fluoride release and antibacterial activity of selected dental materials.
Postepy Higieny i Medycyny Doswiadczalnej, 60, 2006, 416
73. Masouras K, Akhtar R, Watts DC, Silikas N:
Effect of filler size and shape on local nanoindentation modulus of resin composites.
J Mater Sci Mater Med, 19(12), 2008, 3561-3566
74. McCabe JF:
Developments in composite resins.
Br Dent J, 157(12), 1984, 440-444
75. Meiners H, Lehmann KM:
Klinische Materialkunde für Zahnärzte.
1. Ausgabe, Carl Hanser Verlag, München, 1998

76. Menard KP:
Dynamic Mechanical Analysis: A practical introduction.
1. Ausgabe, CRC Press LLC, Boca Raton (Florida), 1999
77. Mesquita RV, Axmann D, Geis-Gerstorfer J:
Dynamic visco-elastic properties of dental composite resins.
Dent Mater, 22, 2006, 258-267
78. Mesquita RV, Geis-Gerstorfer J:
Influence of temperature on the visco-elastic properties of direct and indirect dental composite resins.
Dent Mater, 24, 2008, 623-632
79. Miara P:
Aesthetic guidelines for second-generation indirect inlay and onlay composite restorations.
Pract Periodont Aesthet Dent, 10(4), 1998, 423-431
80. Miranda CB, Pagani C, Bottino MC, Benetti AR:
A comparison of microhardness of indirect composite restorative materials.
J Appl Oral Sci, 11(2), 2003, 157-161
81. Mitchell L, Mitchell DA:
Oxford Kompendium der Zahnheilkunde.
Carl Hanser Verlag, München Wien, 1995
82. Möhler H, Mathias E:
Angewandte chemische Thermodynamik und Thermoanalytik.
Experientia Supplementum 37, Birkhauser Verlag, Basel, 1979
83. Nakayama WT, Hall DR, Grenoble DE, Katz JL:
Elastic properties of dental resin restorative materials.
J Dent Res 53, 1974, 1121-1126
84. Netzsch-Gerätebau GmbH:
Bedienungsanleitung: Dynamisch-Mechanische-Analyse DMA242C, 1994
85. Netzsch-Gerätebau GmbH:
Produktprospekt: DMA242 C – Dynamisch-mechanischer Analysator
Internetpublikation unter: www.netzsch-thermal-analysis.com/de/produkte/dma_dtma/
[Stand: 13. Februar. 2010]
86. Nihei T, Dabanoglu A, Teranaka T, Kurata S, Ohashi K, Kondo Y, Yoshino N, Hickel R, Kunzelmann KH:
Three-body-wear resistance of the experimental composites containing filler treated with hydrophobic silane coupling agents.
Dent Mater, 24, 2008, 760
87. Nielsen L:
Mechanical Properties of Polymers and Composites.
1. Auflage, Marcel Dekker, New York
88. Ogino T, Koizumi H, Furuchi M, Murakami M, Matsumura H, Tanoue N:
Effect of a Metal Priming Agent on Wear Resistance of Gold Alloy-indirect Composite Joint.
Dent Mater, 26(2); 26(2), 2007, 201-208
89. Phoenix RD, Mansueto MA, Ackerman NA, Jones RE:
Evaluation of mechanical and thermal properties of commonly used denture base resins.
J Prosthodont, 13, 2004, 17-27

90. Polydorou O, Manolacis A, Hellwig E, Hahn P:
Evaluation of the curing depth of two translucent composite materials using a halogen and two LED curing units.
Clin Oral Invest, 12(1), 2008, 45-51
91. Reinhardt JW, Boyer DB, Stephens NH:
Effects of secondary curing on indirect posterior composite resins.
Oper Dent, 19(6), 1994, 217-220
92. Riesen R, Schawe J:
Die Glasübergangstemperatur gemessen mit verschiedenen TA-Techniken, Teil 1: Übersicht.
UserCom, 1, 2003, 1-4
93. Riesen R, Widmann G:
Thermosanalyse – Anwendungen, Begriffe, Methoden.
Hüthig Verlag, Heidelberg, 1987
94. Rosentritt M, Behr M, Knappe S, Handel G:
Dielectric analysis of light-curing dental restorative materials-a pilot study.
J Mater Sci, 41, 2006, 2805-2810
95. Rosentritt M, Behr M, Leibrock A, Handel G:
Veneering composites – a thermoanalytical examination.
J Mater Sci Mater Med 10(2), 1999, 91-98
96. Rzanny A, Göbel R, Küpper H:
Moderne Verblendkomposite - ein werkstoffkundlicher Vergleich.
Dtsch Zahnärztl Z, 62, 2007, 11
97. Saber-Sheik K, Clarke RL, Braden M:
Viscoelastic properties of some soft lining materials. I-Effect of temperature.
Biomaterials, 20, 1999, 817-822
98. Schawe J, Riese R, Widmann J, Schubnell M, Jörmann U:
Der Glasübergang aus der Sicht der DSC-Messungen.
Teil 1: Grundlagen.
UserCom, 2, 1999, 13-16
Teil 2: Informationen bei der Materialcharakterisierung.
UserCom, 1, 2000, 8-13
99. Schawe J:
Interpretation von DMA-Kurven, Teil 2.
UserCom, 2, 2002, 1-5
100. Schießl C:
Thermische Analyse Möglichkeiten zur Untersuchung von dentalen Kunststoffen.
Dissertation an der Medizinischen Fakultät der Universität Regensburg, Regensburg, 2008
101. Schmalz G, Arenholt-Bindslev D:
Biokompatibilität zahnärztlicher Werkstoffe.
1. Auflage, Urban & Fischer Verlag, München, 2005
102. Schultz S:
In-vitro-Verschleißfestigkeit und mechanisch-physikalische Werkstoffgrößen zahnärztlicher Füllungsmaterialien.
Dissertation an der Medizinischen Fakultät der Universität Regensburg, Regensburg, 2003
103. Schweikl H, Schmalz G, Weinmann W:
The induction of gene mutations and micronuclei by oxiranes and siloranes in mammalian cells in vitro.
J Dent Res-JDR Online, 83, 2004, 17

104. Sender C, Dantras E, Dantras-Laffont L, Lacoste MH, Dandurand J, Mauzac M, Lacout JL, Lavergne C, Demont P, Bernès A, Lacabanne C:
Dynamic mechanical properties of a biomimetic hydroxyapatite/polyamide 6,9 nanocomposite.
J Biomed Mater Res B Appl Biomater, 83(2), 2007, 628-635
105. Sichniá WJ, National Technical Manager:
DMA as Problem Solving Tool: Characterization of T_g of Highly filled composites, 1987
106. Sideridou ID, Karabela MM, Vouvoudi Ech:
Volumetric dimensional changes of dental light-cured dimethacrylate resins after sorption of water or ethanol.
Dent Mater, 24, 2008, 1131-6
107. Steinhaus J:
Untersuchung der Reaktionskinetik von Photopolymeren im Dentalbereich.
Diplomarbeit an der Fachhochschule Bonn-Rhein-Sieg, 2003
108. Stevens CA, Burhin HG:
Dynamic Mechanical testing of polymers and compounds.
Polymer Testing at RAPRA Technology, Shropshire, UK, 5, 1996, 1
109. Stuart HA, Klages G:
Kurzes Lehrbuch der Physik.
18. Auflage, Springer Verlag, Berlin, 2006
110. Sutalo J:
Composite materials in aesthetic dentistry.
Lijec Vjesn, 113, 1991, 187-90)
111. Tagtekin DA, Yanikoglu FC, Bozkurt FO, Kologlu B, Sur H:
Selected characteristics of an Ormocer and a conventional hybrid resin composite.
Dent Mater, 20, 2004, 487
112. Tamareselvy K, Rueggeberg FA:
Dynamic mechanical analysis of two crosslinked copolymer systems.
Dent Mater, 10, 1994, 290-297
113. Tanimoto Y, Kitagawa T, Aida M, Nishiyama N:
Experimental and computational approach for evaluating the mechanical characteristics of dental composite resins with various filler sizes.
Acta Biomater, 2(6), 2006, 633-639
114. Vicente A, Bravo LA:
The use of flowable ormocer for bonding brackets.
Am J Dent., 20, 2007, 292-4
115. Voco:
Grandio: Produktinformation, Voco, Cuxhafen, 2006
116. Voco:
Grandio flow: Produktinformation, Voco, Cuxhafen, 2006
117. Weinmann W, Thalacker C, Guggenberger R:
Siloranes in Dental Composites.
Dent Mater, 21, 2005, 68-74
118. Werner M:
Dynamische Wärmestrom-Differenz-Kalorimetrie dentaler Komposite.
Doktorarbeit an der Medizinischen Fakultät der Universität Regensburg, Regensburg, 2000

119. Wetton RE:
Dynamic mechanical thermal analysis of polymers and related systems.
In Dawkins J.V.: Developments in Polymer Characterisation.
5. Auflage, Springer Verlag, Berlin, 1986
120. Whiting R, Jacobsen PH:
Dynamic mechanical properties of resin-based filling materials.
J Dent Res, 59(1), 1980, 55-60
121. Widmann G, Schawe J, Riesen R:
Interpretation von DMA-Kurven, Teil 1.
UserCom, 1, 2002, 1-8
122. Wikimedia Foundation Inc.: San Francisco, 2008
Internetpublikation unter: <http://de.wikipedia.org/wiki/Viskoelastizit%C3%A4t>
[Stand: 2. November 2008]
123. Willems G, Lambrechts P, Braem M, Celis JP, Vanherle G:
A classification of dental dental composites according to their morphological and mechanical characteristics.
Dent Mater, 8, 1992, 310-9
124. Wilson TW, Turner DT:
Characterization of Polydimethacrylates and Their Composites by Dynamic Mechanical Analysis.
J Dent Res, 66(5), 1987, 1032-1035
125. Wirz J:
Klinische Material- und Werkstoffkunde.
Erste Auflage, Quintessenz Verlags-GmbH, Berlin, 1993
126. Wolter H, Glaubitt G, Rose K:
Multifunctional (meth-)acrylate alcoxysilanes – A new type of reactive compounds.
Mat Res Soc Proc, 1992, 271:719
127. Wolter H, Storch W, Ott H:
New inorganic/organic copolymers (Ormocers) for dental application.
Mat Res Soc Symp Proc, 1994, 346: 146
128. Wrbas KT, Lenz A, Schirmeister JF, Altenburger MJ, Schemionek W, Hellwig E:
Verbundfestigkeiten verschiedener Aufbaukomposite zu faserverstärkten Wurzelkanalstiften.
Schweiz Monatsschr Zahnmed, 116, 2006, 136-141
129. Yamaga T, Sato Y, Akagawa Y, Taira M, Wakasa K, Yamaka M:
Effects of post-curing by light and heat on hardness and fracture toughness of four commercial visible-light-cured dental composite resins for crown and bridge veneers.
Journal of Materials Science Letters, 13(20), 1994, 1494-1496
130. Yap SH, Yap AU, Teo CK, Ng JJ:
Polish retention of new aesthetic restorative materials over time.
Singapore Dent J, 26, 2004, 39-43
131. Zosel A, Barwich J:
UV-vernetzbar Acrylat-Schmelzhaftklebstoffe. Mechanische Eigenschaften und Adhäsionsverhalten.
Farbe & Lack, 6, 1996, 136-144

9 ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS

E-Modul	Elastizitäts-Modul
DMA	Dynamisch mechanische Analyse
z. B.	zum Beispiel
MA	Methacrylsäureester-Rest
R	Rest
MMA	Methylmethacrylat
R	Radikal
C	Kohlenstoff
O	Sauerstoff
Bis-GMA	Bisphenol-A-Glycidyl-Dimethacrylat
TEGDMA	Triethylenglycoldimethacrylat
EGDMA	Ethylenglycoldimethacrylat
UDMA	Urethandimethacrylat
Bis-MA	2,2-Bis-4-(3-Methacryloyl)phenylpropan
Bis-EMA	2,2-Bis-4-(3-Methacryloxyethoxy)phenylpropan
Bis-PMA	2,2-Bis-4-(3-Methacryloxypropoxy)phenylpropan
DBPO	Dibenzoylperoxid
LED	Lichtemittierende Diode
KK	Konventionelles Komposit
HK	Hybridkomposit
HMK	Homogenes Mikrofüller-Komposit
IMK	Inhomogenes Mikrofüller-Komposit
d. h.	das heißt
Si	Silizium
MPS	Methacryloxypropyltrimethoxysilan
u. a.	unter anderem
bzw.	beziehungsweise
fkt.	funktionell
sog.	sogenannt
HEMA	Hydroxyethylmethacrylat
HPMA	Hydroxypropylmethacrylat
HPPMA	Hydroxyphenoxypropylmethacrylat
PEG400	Polyethylenglycol 400
TMPTM	Trimethylpropanyltetraacrylat
PET-Folie	Polyethylenterephthalat-Folie
T _g	Glasübergangstemperatur
T _{Anstieg}	Anstiegstemperatur
TA	Thermische Analyse
DSC	Differential Scanning Calorimetry
TM DSC	Temperaturmodulierte DSC
TMA	Thermomechanische Analyse
DLTMA	Dynamic Load TMA
SDTA	Simultaneous Differential Thermal Analysis
TGA	Thermogravimetrische Analyse

resp.	respektive
EPD Quantacure	
ANOVA	analysis of variance
max.	maximaler, maximale, maximales
PCDMA	polykarbonierte Dimethacrylate
DMA	Dimethacrylat(e)
PMA	Polymethacrylat(e)
Bis-DMA	Bisphenol A-Dimethacrylate
EDMA	Ethylendimethacrylat(e)
usw.	und so weiter

10 FORMELZEICHENVERZEICHNIS

E'	Speichermodul
E''	Verlustmodul
$\tan \delta$	Verlustfaktor
E	Biegemodul
l_v	Stützweite
X_H	Ende der Biegemodulermittlung
X_L	Beginn der Biegemodulermittlung
D_L	Durchbiegung
b	Probenbreite
a	Probendicke
Δt	Zeitliche Phasenverschiebung
Δ	Phasenwinkel
σ	Spannung
ε	Dehnung
ω	Kreisfrequenz
Π	Kreiszahl = 3,14...
f	Frequenz
T	Periodendauer
F	Kraft
D	Federkonstante
s	Längenänderung
τ	Schubspannung
η	dynamische Viskosität
D	Schergeschwindigkeit
p	Signifikanzniveau
Δ	Fläche unter der Verlustfaktorkurve

11 LEBENSLAUF

Persönliche Angaben:

Name: Veronika Fleischmann
Anschrift: Schützenstraße 36
93158 Teublitz
Telefon: 09471/98787
e-mail: veronikafleischmann@web.de
Geburtsdatum/-ort: 10. Januar 1985 in Burglengenfeld
Staatsangehörigkeit: deutsch
Familienstand: ledig

Schulbildung:

1991-1995 Volksschule Teublitz
1995-2004 Johann-Michael-Fischer-Gymnasium Burglengenfeld
2004 Allgemeines Abitur am Johann-Michael-Fischer-Gymnasium Burglengenfeld

Berufsausbildung:

August 2001 und August 2002: Famulatur in der unfallchirurgischen Praxis Dr. Hofmann in Burglengenfeld
August 2003: Famulatur in der Abteilung für Innere Medizin am Kreiskrankenhaus Burglengenfeld
Oktober 2004-Dezember 2009: Studium der Zahnmedizin an der Universität Regensburg
2004-2008: Studienbegleitende Famulaturen in der zahnärztlichen Praxis Stieglmeier in Teublitz
2007-2009: Zahnärztlicher Notdienst an der Klinik- und Poliklinik für Zahn-, Mund- und Kieferkrankheiten der Universität Regensburg
Dezember 2009: Staatsexamen an der Universität Regensburg
seit Februar 2010: Vorbereitungsassistenz in der zahnärztlichen Praxis Stieglmeier in Teublitz

12 DANKSAGUNG

Herrn **Professor Dr. Gerhard Handel** gilt mein herzlicher Dank für die freundliche Überlassung des Themas sowie die Betreuung und Unterstützung bei der Erstellung der Arbeit. Insbesondere möchte ich ihm für die gute prothetische Ausbildung während meiner Studienzeit danken.

Ganz besonders bedanken möchte ich mich bei **Dipl.-Ing. (FH) Dr. Martin Rosentritt** für sein tatkräftiges und unermüdliches Engagement bei der Betreuung und Erstellung der Arbeit. Seine hilfreichen Ratschläge trugen wesentlich zum Gelingen bei.

Mein spezieller Dank gilt meiner Familie und meinen Freunden für ihre konstruktive Kritik und ihre stete Motivation während der ganzen Doktorandenzeit.