Aus dem Institut für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde (CC3)
Abteilung Zahnärztliche Prothetik, Alterszahnmedizin und Funktionslehre
der Medizinischen Fakultät Charité – Universitätsmedizin Berlin

DISSERTATION

Werkstoffkundliche Betrachtungen zum Reparaturmaterial „Denseo Fee“ Eine In-vitro-Studie

zur Erlangung des akademischen Grades
Doctor medicinae dentariae (Dr. med. dent.)

vorgelegt der Medizinischen Fakultät
Charité – Universitätsmedizin Berlin

von

Diandra Zscherlich

aus Frankfurt am Main

Datum der Promotion: 27.02.2015

Inhaltsverzeichnis

1.	**Abstrakt**	**3**
2.	**Abstract**	**5**
3.	**Einleitung**	**6**
4.	**Literaturübersicht**	**7**
4.1	Verblendung	7
4.2	Verblendmaterialien	9
4.2.1	Keramik	9
4.2.2	Kunststoffe	12
4.3	Gerüstmaterialien	12
4.3.1	Metall	12
4.3.2	Keramik	14
4.4	Verbund Gerüst und Verblendung	16
4.4.1	Verbund Metallkeramik	16
4.4.2	Verbund Vollkeramik	17
4.5	Ursachen der Rissentstehung	18
4.6	Reparaturansätze	22
5.	**Problem und Aufgabenstellung**	**24**
6.	**Material und Methode**	**26**
6.1	Verwendete Materialien	26
6.2	Probenherstellung	27
6.3	Bestimmung der Härte	30
6.4	Bestimmung der Biegefestigkeit	32
6.5	Berechnung des E-Moduls	34
6.6	Berechnung der kritischen Risszähigkeit	34
6.7	Weibullanalyse	35
6.8	Statistische Auswertung	35
6.9	Reparatur der Verblendung	36
6.10	Optische Bewertung der Reparaturergebnisse	37
6.11	Verwendete Materialien im thermischer Stresstest	38

7.	**Ergebnisse**	**41**
7.1.	Metallkeramische Proben	41
7.1.1	Härte	41
7.1.2	Biegefestigkeit	43
7.1.3	E-Modul	46
7.1.4	Weibull-Analyse	47
7.1.5	Kritische Risszähigkeit	49
7.1.6	Statistische Auswertung	51
7.2	Vollkeramische Proben	54
7.2.1	Härte	54
7.2.2	Biegefestigkeit	56
7.2.3	E-Modul	60
7.2.4	Weibull-Analyse	60
7.2.5	Kritische Risszähigkeit	63
7.2.6	Statistische Auswertung	65
7.3	Optische Auswertung	68
7.3.1	Betrachtung der Oberfläche	68
7.3.2	Betrachtung der Grenzfläche Gerüst-Verblendung	70
7.4	Thermische Wechselbelastung	72
8.	**Diskussion**	**73**
8.1	Optische Auswertung	73
8.2	Vergleichende Betrachtung der mechanischen Kennwerte	76
8.2.1	Härte	76
8.2.2	Biegefestigkeit	82
8.2.3	Bestimmung der kritischen Risszähigkeit	88
8.3	Unterschiede im Biege-Bruch-Verhalten zwischen VMK und VK	93
8.3.1	Benetzung des Gerüstes	93
8.3.2	Unterschiedliche Wärmeleitfähigkeit	94
8.4	Kritische Bewertung der Versuchsanordnung	94
9.	**Schlussfolgerung**	**96**
10.	**Literaturverzeichnis**	**98**
11.	**Anhang**	**104**
11.1	Eidesstattliche Versicherung	104
11.2.	Publikationsliste	105
11.3	Lebenslauf	106
11.4	Danksagung	107

1. Abstrakt

Die strukturbedingte Rissanfälligkeit von Keramik sowie die Kombination zweier Materialien mit unterschiedlichen Eigenschaften führen bereits während des Fertigungsprozesses von verblendetem Zahnersatz zu Spannungen und Rissbildungen. Das Reparaturmaterial Denseo Fee (Firma Denseo GmbH, Aschaffenburg, Deutschland) soll neben dem vollständigen Verschluss von Defekten auch eine Steigerung der Festigkeit bewirken. Anliegen dieser Arbeit war, neben der optischen Bewertung anhand von werkstoffkundlichen Parametern wie der Härte, Biegefestigkeit und kritischen Risszähigkeit die Reparaturfähigkeit keramischer Verblendungen mit Denseo Fee zu überprüfen. Als Referenzmaterial diente die Glasurmasse VITA Glaze (Firma VITA Zahnfabrik GmbH, Bad Säckingen, Deutschland). Ferner sollte der Einfluss des Trägermaterials und der Schichtdicke der Verblendung auf die Reparaturfähigkeit bewertet werden.

Es wurden insgesamt 85 Prüfkörper hergestellt, als Gerüstmaterial diente Zirkoniumdioxid sowie eine Kobalt-Chrom-Legierung. Die Verblendung erfolgte mit VITA Verblendkeramik in den Schichtstärken 0,5, 1 und 2 mm.

Die werkstoffkundlichen Parameter wurden vor und nach der Reparatur bestimmt. Mit Hilfe einer Dreipunkt-Biegeanordnung wurden die Risse in der Verblendung erzeugt. Die Reparatur beinhaltete die Beschichtung mit Denseo Fee bzw. VITA Glaze sowie den anschließenden Brand. Um die Eindringtiefe der Reparaturmasse bewerten zu können, wurden einige der Proben eingebettet und gesägt.

Makroskopisch zeigte sich nach der Reparatur eine intakte, homogene Oberfläche. Mikroskopisch betrachtet kam es im oberen Drittel zu einer vollständigen Verschmelzung zwischen Verblendkeramik und Reparaturmaterial, der Frakturspalt in den tieferen Schichten und an der Grenzfläche zum Gerüst blieb unverschlossen. Der Vergleich der Härte, Biegefestigkeit und kritischen Risszähigkeit der metallkeramischen Proben vor und nach der Reparatur mit Denseo Fee ergab keinen signifikanten Unterschied. Nach der Reparatur der vollkeramischen Prüfkörper mit Denseo Fee kam es zu einer signifikanten Verminderung der kritischen Risszähigkeit, bezüglich der Härte und Biegefestigkeit war keine signifikante Abweichung festzustellen. Der Vergleich der Reparaturergebnisse von Denseo Fee und VITA Glaze zeigte keinen signifikanten Unterschied.

Die Werte für die Härte, Biegefestigkeit und kritische Risszähigkeit nahmen mit steigender Schichtstärke der Verblendkeramik ab. Die höchsten Werte zeigten sich bei 0,5 und 1 mm, ab 2 mm kam es zu einem starken Abfall der werkstoffkundlichen Kennwerte.

Bei den Prüfkörpern mit Zirkoniumdioxidgerüst traten Schwankungen der Ergebnisse sowie vermehrt Abplatzungen und komplette Verblendfrakturen auf.

Der Zusammenhang zwischen der Risstiefe und Penetrationsfähigkeit des Reparaturmaterials zeigt, dass nur eine Reparatur von oberflächlichen Defekten bzw. dünn geschichteten Keramikverblendungen möglich ist.

Eine zuverlässige Aussage über eine Steigerung oder Minderung der Festigkeit des Werkstücks nach der Reparatur ist zu diesem Zeitpunkt nicht möglich, da die

Schichtstärke der Verblendkeramik und der Verbund mit dem Gerüstmaterial ebenfalls einen Einfluss auf das Ergebnis haben.

2. Abstract

The fracture of veneering ceramics is influenced by many factors. Some of them cause cracks and residual stress already during the manufacture of veneered fixed partial dentures. It is claimed that the repair material Denseo Fee (Denseo GmbH, Aschaffenburg, Germany) closes defects and increases the mechanical properties of the glass ceramic.
In order to study the repairing properties of the Denseo Fee material, the flexural strength, hardness and fracture toughness were studied. The Glazing material VITA Glaze (VITA GmbH, Bad Säckingen, Germany) was used as a reference material.
It was also tested, if there were any differences in the mechanical properties caused by the thickness of the veneering layer and framework material.
In this study, 85 zirconium dioxide and cobalt-chromium-molybdenum plates were veneered with 0,5, 1 and 2 mm VITA ceramic.
The mechanical parameters were determined before and after repairing. By using the three-point bending test the veneering layer was cracked.
The repair includes the coating with Denseo Fee and VITA Glaze and the firing according to the manufactures instructions. To evaluate the penetration depth of the repair material, some of the samples were mounted in resin and sawn into thin wafers.
The macroscopic examination of the repaired specimens showed an intact, homogeneous surface. The micrographic inspection revealed that there was a complete confusion of the veneering ceramic and the repair material in the upper third. In the deep layer and at the interface the fracture gap was still open.
The comparison of the flexural strength, hardness and fracture toughness of the metal-ceramic specimens showed no significant difference before and after repairing with Denseo Fee. After repairing the all-ceramic samples there has been a significant reduction of the fracture toughness, concerning the hardness and the flexural strength no significant differences were found. The comparison of the repair results from Denseo Fee and VITA Glaze showed no significant difference.
With the increase in the thickness of the veneering layer, hardness, flexural strength and fracture toughness of all specimens tended to decrease. The highest values were found in 0,5 and 1 mm layer thickness, up to 2 mm veneer ceramic there was a sharp decrease.
Compared to the metal-ceramic, the zirconium dioxide framework specimens showed more chippings of the veneering ceramic, complete veneer fractures and variations in the mechanical properties.
The connection between the crack depth and the penetrating capacity of Denseo Fee shows that there is only the possibility to repair superficial cracks or thin ceramic layers.
Consequently it is not possible at the moment to give a reliable statement about an increase or decrease concerning the toughness of the specimens after repair, as other factors like the veneering thickness and bond between the framework and the veneer ceramic have a decisive influence on the result.

3. Einleitung

Keramische Massen werden sowohl aus ästhetischen als auch aus funktionellen Gründen zur Verblendung von metallischen und keramischen Gerüststrukturen eingesetzt. Aufgrund der großen Unterschiede in den physikalischen Eigenschaften ist die Herstellung eines solchen Verbundes mit Problemen behaftet und birgt einige Risiken in sich. Trotz des Bemühens, die Entstehung von Defekten zu vermeiden, indem die einzelnen Arbeitsschritte im zahntechnischen Labor aufeinander abgestimmt und sorgfältig ausgeführt werden, kommt es zu Sprüngen und Rissen bis hin zu Abplatzungen [1]. Ursache für Defekte sind auftretende Spannungen im Verblendmaterial sowie in der Grenzfläche zwischen Keramik und Legierung [2].

Defekte können zu sehr unterschiedlichen Zeitpunkten auftreten. So kann es durchaus sein, dass sowohl nach den einzelnen Bränden als auch nach dem definitiven Befestigen des Zahnersatzes im Mund des Patienten Risse sichtbar werden, bzw. Teile der Keramik von der Oberfläche abplatzen. Werden kleinere Risse oder Sprünge im Labor beobachtet, besteht die Möglichkeit einer extraoralen Reparatur. Eine gängige Methode ist das Abschleifen der Keramik bis auf das Grundgerüst und die anschließend erneute Beschichtung [3], ein sehr zeit- und materialaufwendiges Verfahren. Als ökonomischere Methode kann das erneute Tempern und das wiederholte Brennen mit Glazemassen in Betracht gezogen werden.

Es stellt sich jedoch die Frage, ob es mit diesen Reparaturansätzen zu einer ausreichenden Beseitigung der Defekte kommt und eine Schwächung des Werkstücks ausgeschlossen werden kann. Die Entwicklung des Reparaturmaterials Denseo Fee der Firma Denseo GmbH (Aschaffenburg, Deutschland) soll nicht nur einen oberflächlichen Verschluss der Sprünge, sondern eine durchgehende Heilung und Verbesserung der mechanischen Kennwerte der Keramik bewirken.

Anliegen dieser Arbeit war es, anhand von werkstoffkundlichen Parametern, wie der Oberflächenhärte, der Biegefestigkeit und der kritischen Risszähigkeit die Funktion, Wirkung und Leistungsfähigkeit des Reparaturmaterials Denseo Fee zu untersuchen. Es wurden metallkeramische sowie vollkeramische Proben hergestellt, charakterisiert und Risse in der Verblendung erzeugt. Die Reparatur erfolgte mittels Denseo Fee und der als Referenz ausgewählten Glazemasse VITA Glaze (VITA Zahnfabrik GmbH, Bad Säckingen, Deutschland). Abschließend wurde ein Vergleich der Ergebnisse durchgeführt.

4. Literaturübersicht

4.1 Verblendung

4.1.1 Definition

Die Verblendung deckt die Oberfläche eines Zahnersatzes ab, verleiht dem Werkstück in Bezug auf Form und Farbe ein zahnähnliches Aussehen und bewirkt eine Verminderung der Abrasion an den Kauflächen. Ein Gerüst kann vollständig oder nur im sichtbaren Bereich und je nach Indikation mit Keramik oder Kunststoff verblendet werden. Die Beschichtung mit Kunststoff erfolgt insbesondere bei der Gestaltung von Außenteleskopen, Keramiken werden aufgrund ihrer für das orale Milieu gut geeigneten Materialeigenschaften in der festsitzenden Prothetik eingesetzt. Die Verbindung dieser unterschiedlichen Werkstoffe stellt an Verblendkeramiken besondere Anforderungen [4, 5]:

- Kopie des Erscheinungsbildes des natürlichen Zahnes
- Niedrige Schmelztemperatur
- Wärmeausdehnungskoeffizient muss mit dem der Aufbrennlegierung kompatibel sein
- Mundbeständigkeit
- Gute Schleif- und Polierbarkeit
- Hohe Temperaturwechselbeständigkeit
- Zuverlässige Farbwiedergabe
- Hohe Festigkeit gegen Schlag-, Scher- und Biegebeanspruchung
- Niedrige Brennschwindung
- Gewebeindifferenz

Die keramische Verblendung sollte zur Vermeidung von Frakturen eine Schichtstärke von 1,5 mm nicht überschreiten. Eine optimale Stabilität wird bei 1 mm dicker Verblendschichtstärke erreicht [6].

4.1.2 Historischer Überblick

Der Wunsch, Zähne nicht nur zu ersetzen, sondern auch ein ästhetisch zufriedenstellendes Ergebnis zu erhalten, machte die Entwicklung eines zahnfarbenden Materials notwendig. Erste Versuche, glasartige Massen auf Gerüste aus Gold und Kupfer aufzubrennen, erfolgten bereits Mitte des 18. Jahrhunderts. FAUCHARD empfahl in seiner Schrift „Tractat von den Zähnen“ 1733 die Verzierung von Kunstzähnen mit einer sogenannten „Schmelze“ [7], eine dauerhaft stabile Verbindung konnte zu diesem Zeitpunkt jedoch nicht erreicht werden. Als Schöpfer der ersten prothetisch einsetzbaren Porzellanpaste gilt der französische Apotheker DUCHATEAU, der in Zusammenarbeit mit dem Dentisten DE CHEMANT 1788 ganze Gebisse aus Porzellan erstellte [1]. Nachdem die von FONZI 1808 gefertigten einzelnen Zahnkronen aufgrund ihrer Sprödigkeit und mangelnden Ästhetik zu keiner verbreiteten Anwendung führten, musste weiter nach einer Möglichkeit zur Produktion von keramischem

Zahnersatz gesucht werden. Eine industrielle Herstellung künstlicher Zähne wurde Mitte des 19. Jahrhunderts in den USA durch STOCKTON, WHITE und ASH mit der Eröffnung einer Zahnfabrik realisiert. In Deutschland gründeten sich die ersten Zahnfabriken zwischen 1893 (Wienand, Sprendlingen) und 1922 (VITA, Bad Säckingen).

Um eine möglichst beständige Kombination aus Metall und Keramik erzeugen zu können, waren viele experimentelle Untersuchungen notwendig, wie beispielsweise die Versuche Dr. SWANNS, FELCHERS und JOHNSONS mit Iridium-Platin-Legierungen [8]. Problematisch blieb die thermische Inkompatibilität zwischen Gerüst und Verblendung sowie die Größe und Anzahl der Lufteinschlüsse, die zu häufigen Abplatzungen führten. GATZKA gelang 1949 mit der Einführung des Vakuumbrandes eine bedeutende Reduzierung des Porenvolumens in der Verblendung, wodurch auch eine Verbesserung der Transparenz erreicht wurde. Zu einem weiteren Fortschritt in der Entwicklung des Verbundes führte die Erkenntnis, dass der Wärmeausdehnungskoeffizient von Metall und Keramik aufeinander abgestimmt werden sollte. Eine Annäherung beider Systeme erzielte WEINSTEIN 1952 durch die Erhöhung des Kaliumoxidgehaltes in der Keramik; 1962 meldete er zusammen mit KATZ ein Patent für die Verwendung von Goldlegierungen für Porzellananbindungen an.
In Europa wurde das erste metallkeramische System 1962 durch eine Kooperation der Firmen VITA GmbH (Bad Säckingen, Deutschland) und Degussa GmbH (München, Deutschland) eingeführt. Dentalkeramische Massen der Zahnfabrik VITA wurden auf eine Edelmetalllegierung aufgebrannt und prägten so die Dentalindustrie mit der Bezeichnung der VMK-Technik. Seit dem Jahre 1966, als Firmen wie Heraeus Kulzer GmbH (Hanau, Deutschland) und De Trey GmbH (Konstanz, Deutschland) ihre Produkte ebenfalls auf den Markt brachten, wuchs die Anzahl dieser Materialgruppe stetig. Parallel zu dieser Entwicklung wurde es 1940 erstmals möglich, mit dem von der Firma Heraeus Kulzer GmbH (Hanau, Deutschland) hergestellten „Palapont“ Metallgerüste direkt mit einem PMMA-Kunststoff zu verblenden.
1965 entstand die Idee, ein Verbundsystem zu schaffen, das die ästhetisch ansprechende Verblendkeramik mit der Biokompatibilität einer festen Gerüstkeramik verbindet. MCLEAN und HUGHES konnten zu dieser Zeit durch Zugabe von Aluminiumoxidkristallen zu der Keramik erstmals eine Erhöhung der Stabilität erzielen. Press- und Fräsverfahren erweiterten in den 1980er und 1990er Jahren die Möglichkeiten in der Fertigung von vollkeramischem Zahnersatz [7].

4.2 Verblendmaterialien

4.2.1. Keramik

4.2.1.1 Chemische Eigenschaften

Verblendkeramiken gehören der Gruppe der Glaskeramiken an. Dabei handelt es sich um zweiphasige, feinkristalline Werkstoffe mit einer amorphen Struktur [9-11]. Diese spröden Werkstoffe, die durch eine hohe Druckfestigkeit und eine geringe Toleranz bezüglich Zugfestigkeit gekennzeichnet sind [12], enthalten neben der Glasphase auch einen unterschiedlich hohen Anteil an Leuzitkristallen [13, 14].
Verblendkeramik kann als eine Kombination aus den Hauptbestandteilen Feldspat, Kaolin, Quarz und mehreren Additiven definiert werden.

Feldspat ist ein weit verbreitetes, gesteinsbildendes Mineral. In seiner reinsten Form wird er vorwiegend in Norwegen und Kanada abgebaut, aber auch synthetisch hergestellte Feldspäte kommen in der Dentalindustrie zum Einsatz. Chemisch betrachtet handelt es sich um ein Silikat. Mit 60 bis 80 Gewichtsprozent (Gew%) bildet Feldspat den größten Anteil der Verblendkeramik. Er ist ein Mischkristallsystem, bestehend aus folgenden Elementen:

- Kalifeldspat (Orthoklas) mit der Formel ($K_2O\ Al_2O_3\ 6SiO_2$)
- Natronfeldspat (Albit) mit der Formel ($Na_2O\ Al_2O_3\ 6SiO_2$)
- Kalkfeldspat (Anorthit) mit der Formel ($CaO\ Al_2O_3\ 6SiO_2$)

Kalifeldspat bildet in der schmelzflüssigen Phase ab einem Mindestanteil von 11 % Leuzitkristalle aus, welche der Schmelze ihre hohe Viskosität und Formstabilität verleihen. Er schafft so die Voraussetzung dafür, dass es während des Brandes nicht zu einer Formveränderung des Werkstücks kommt [7]. Über die Dauer der Wärmebehandlung, die Temperatur und den Gehalt an Kalifeldspat lässt sich der Leuzitanteil der Keramik steuern. Dieser definierbare Gehalt an Leuzit macht eine Anpassung des Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) der Keramik an den des Metalls möglich [8]. Durch einen erhöhten Leuzitanteil vergrößert sich ebenfalls der WAK [15]. Feldspat kann in erhitzter Form große Mengen an Quarz und Kaolin auflösen und fungiert so als eine Grundlage der Verblendkeramik. Das Schmelzintervall liegt zwischen 1150 und 1500 °C. Vorgefrittet schmilzt Feldspat bereits bei niedrigeren Temperaturen, da aus mehrmaligem Erhitzen eine schnellere Erweichung resultiert [16].

Quarz ist das auf der Erde am weitesten verbreitete Mineral und als Siliziumoxid (SiO_2) ein wichtiger Bestandteil dentaler Keramik. Er erfüllt einen Anteil von 15 bis 25 Gew% in der Verblendmasse. Die in der Natur vorkommende kristalline Struktur macht eine Vielzahl an Modifikationsumwandlungen möglich. Die dreidimensionalen Veränderungen in einem Temperaturbereich zwischen 120 und 1470 °C führen zu Volumenabweichungen, die bei 2 bis 17 % liegen können. Dieses thermovolumetrische

Verhalten verringert die Schwindung des Werkstücks. Das Schmelzintervall liegt zwischen 1400 und 1600 °C.

Bei **Kaolin** handelt es sich chemisch gesehen um Aluminiumsilikat (Al_2O_3 $2SiO_2$ $2H_2O$), welches 0 bis 5 Gew% der Verblendkeramik ausmacht [17]. Es entsteht durch eine Verwitterung von Erstarrungsgesteinen wie Granit, Quarzporphyr und Gneis. Kaolin ist aufgrund seines hohen Schmelzpunktes von 1750 °C nur schwer schmelzbar. Die Bildung einer gesinterten dichten Substanz bei bereits 1600 °C sichert bei dem Brennvorgang den Formerhalt der Masse. In Gegenwart von Feldspat bildet Kaolin Multikristalle aus, diese verleihen durch Streuung des Lichts der Keramik Opazität.

Um die Keramik als Verblendmaterial noch besser verarbeiten zu können, werden der Masse verschiedene **Additive** beigemischt.

Flussmittelzusätze sind durchschnittlich zu 2 bis 4 % in der Keramik enthalten, eine Einschränkung der Mengenzugabe ergibt sich aus ihrer möglichen Toxizität. Durch Stoffe wie Kaliumkarbonat, Natriumkarbonat und Kaliumphosphat kann die Schmelztemperatur herabgesetzt werden.

Farbzusätze ermöglichen eine facettenreiche Farbgestaltung der Verblendung. Es werden brennfeste Metalloxide eingesetzt.

- rosa = Chrom/Zinn
- gelb = Indium
- grün = Kobalt
- grau = Eisenoxid
- blau = Chrom

Um die unterschiedliche Transparenz der natürlichen Zahnschichten imitieren zu können, ist der Einsatz von **Trübungsmitteln** notwendig. Der Keramik werden tetravalente Metalloxide mit einem hohen Brechungsindex zugesetzt. So ist eine Anpassung der Lichtdurchlässigkeit in Form von transparenten Glasurmassen bis zu opaken Abdeckmassen für Metallgerüste möglich.

4.2.1.2 Mechanische Eigenschaften

Die mechanischen Eigenschaften der Keramik werden durch die Art der zwischenmolekularen Bindungen geprägt. Im Gegensatz zu Metallen verhalten sie sich bei Belastung nicht duktil, vielmehr reagieren sie spröde. Das bedeutet, überschreitet eine Last die Elastizitätsgrenze, führt dies zum spontanen Bruch des Werkstückes, dem sogenannten „Sprödbruch“ [18].
Gegen Druckspannungen besitzen Keramiken hingegen eine hohe Widerstandskraft.

In Tabelle 4.1 sind einige wichtige mechanische Kennwerte für Keramiken aufgeführt [7]:

Druckfestigkeit	800	-	1000 MPa
Zugfestigkeit	40	-	100 MPa
Biegefestigkeit	100	-	180 MPa
Härte	4000	-	5000 MPa
E-Modul	60000	-	130000 MPa

In der 1998 veröffentlichten DIN-Norm für Vollkeramische Systeme, DIN EN ISO 6872, werden unter anderem die Anforderungen an die entsprechende Verblendkeramik zusammengefasst. Die Biegefestigkeit muss mindestens 50 MPa betragen. Die chemische Beständigkeit ist über einen maximalen Materialverlust von 100 µg/cm^2 bei einer 16 stündigen Einlagerung in 4 % Essigsäure bei 80 °C definiert.
Die Normung für metallkeramische Massen erfolgt durch die DIN EN ISO 9693 aus dem Jahre 1999. Beträgt der Materialverlust im Essigsäuretest nicht mehr als 100 µg/cm^2, so ist eine ausreichende chemische Beständigkeit vorhanden. Zusätzlich darf die Biegefestigkeit einen Wert von 50 MPa nicht unterschreiten [19].

4.2.1.3 Brennverhalten

Die in der Verblendtechnik eingesetzten keramischen Massen werden mit einer Brenntemperatur zwischen 900 und 980 °C zu den hochbrennenden Massen gezählt [5]. Der geforderte Abstand von mindestens 150 °C zum Soliduspunkt einer Aufbrennlegierung, bzw. der Sintertemperatur einer Oxidkeramik, wird somit eingehalten.
Der Brennvorgang dentaler Keramiken wird als „Sintern“, oder auch als „Flüssigphasen-Sintern“ bezeichnet. Bei dem Schmelzprozess bilden sich Brücken zwischen benachbarten Partikeln aus, die Glasphase verflüssigt sich und schließt kristalline Bestandteile ein [20]. Ziel ist die homogene Verdichtung der keramischen Masse, welche eine wichtige Voraussetzung für die spätere Stabilität der Verblendung darstellt.

Der Sinterprozess beinhaltet eine vom Hersteller für jede Keramik festgelegte Abfolge von Phasen [21]. Am Anfang des Sinterzyklus steht die Vortrockenphase. Während der Grünling langsam erwärmt wird, verdampfen die Modellierflüssigkeit und aromatischen Farbstoffe vollständig [22]. Nach dem Schluss der Brennkammer, in der Aufheizphase, erfolgt eine Erwärmung bis zum Erreichen der maximalen Temperatur. Oberhalb der Glasphase der Keramik wird in der Haltephase die Sinterung eingeleitet; dies führt zu einer Formveränderung in der Keramikmasse, scharfkantige, eckige Körner runden sich ab. Durch die Annäherung der Teilchen kommt es zu einer Schrumpfung, diese verhält sich proportional zur Sintertemperatur und Sinterdauer [23, 24]. Zur Reduktion von Porositäten und der Steigerung der Transparenz findet diese Phase des Zyklus unter

Vakuum statt [63]. Den Abschluss bildet die Abkühlphase [25]. Die Abkühlung des Werkstückes auf Raumtemperatur sollte auf das verwendete System abgestimmt sein, um der Entstehung von spannungsbedingten Rissen und Sprüngen durch einen zu schnellen Abkühlvorgang vorzubeugen [26-30].

4.2.2 Kunststoff

Verblendkunststoffe können in verschiedenen Darreichungsformen verarbeitet werden. Es sind heiß- und kalthärtende Pulver-Flüssigkeitssysteme, heißhärtende Einkomponentensysteme und lichthärtende Einkomponentensysteme erhältlich [31].

4.3 Gerüstmaterialien

4.3.1 Metall

Um ein Metall in der Verblendtechnik einsetzen zu können, muss es bestimmte Voraussetzungen erfüllen. Ein ausreichend hohes Schmelzintervall zur Sicherstellung eines Abstandes von mehr als 150 °C zwischen dem Soliduspunkt und der Brenntemperatur muss vorhanden sein. Zusätzlich muss der Werkstoff ausreichend oxidierbar sein, nur so kann eine chemische Bindung zwischen der Verblendung und dem Metall entstehen [2].

Die nach DIN ISO 9693 als Aufbrennlegierungen bezeichneten Metalle können nach unterschiedlichen Gesichtspunkten eingeteilt werden. Es kann eine Einordnung nach dem Verwendungszweck [32] oder der mechanischen Belastbarkeit [33] stattfinden. Ebenfalls gängig ist die Unterteilung in Bezug auf die chemischen Hauptbestandteile [34], welche im Folgenden zur Anwendung kommt (Abb.4.1).

Metalle

Edelmetalle	**Nichtedelmetalle**
- Goldlegierungen	- Nickelbasislegierungen
- *hochgoldhaltig*	- Kobaltbasislegierungen
- *goldreduziert*	- Titanlegierungen
- Palladiumlegierungen	- Stähle
- *kupferhaltig*	
- *silberhaltig*	
- Silberlegierungen	
- *Silber-Palladiumlegierungen*	
- *Silber-Goldlegierungen*	

Abb. 4.1: Einteilung der dentalen Legierungen [17]

4.3.1.1 Edelmetall

Das Edelmetall Gold bietet mit seinen werkstoffkundlichen Eigenschaften ideale Voraussetzungen zur Verarbeitung im Labor. Es weist eine hohe Toleranz gegenüber Verarbeitungsfehlern auf, und es existieren lange klinische Erfahrungswerte [35]. Um die hohen Herstellungskosten zu reduzieren, können dem Gold unterschiedliche Metalle zugesetzt werden.

Hochgoldhaltige Legierungen enthalten einen Goldanteil von mehr als 95 %. Die Zugabe geringer Mengen an unedlen Metallen wie Zinn, Zink und Indium gewährleistet die Oxidierbarkeit der Legierung.

In **Goldreduzierten Legierungen** ist der Goldanteil auf 50 bis 60 % reduziert. Der restliche Edelmetallanteil wird von Palladium und Silber gebildet. Um eine Verfärbung der Verblendkeramik durch den erhöhten Zusatz an Silber zu vermeiden, werden entweder spezielle silberunempfindliche Keramiken oder eine silberfreie goldreduzierte Legierung angeboten. Auch hier dienen Zink, Zinn und Indium als oxidierbare Komponenten.

Palladiumlegierungen enthalten einen 50 bis 60 % Palladiumanteil, bei der silberfreien Variante sogar einen Anteil von 70 bis 80 %. Der hohe Gehalt an Palladium erfordert besondere Sorgfalt bei der Herstellung des Werkstückes. Es kann leicht zu einer Inhomogenität nach dem Gießen kommen, zusätzlich können durch Kohlenstoffaufnahme beim Brand in der Keramikverblendung Blasen entstehen. Die Zugabe von Gallium ermöglicht eine Absenkung der Liquidustemperatur, Indium und Zinn dienen als Haftoxidbildner. Aufgrund seiner Korrosionsanfälligkeit sollte Kupfer nicht mehr als Legierungsbestandteil verwendet werden.

4.3.1.2 Nichtedelmetall

Das sehr reaktionsfreudige **Titan** bildet an seiner Oberfläche mit Sauerstoff spontan eine Oxidschicht aus. Diese Passivschicht schützt das Titanoxid vor weiteren chemischen Interaktionen und ist als Grundvoraussetzung für die hohe Biokompatibilität und Korrosionsbeständigkeit zu sehen [36]. Die Verarbeitung von Titan in der Dentalindustrie ist mit einem erhöhten Maß an Aufwand verbunden. Das Risiko eines Fehlgusses und der Lunkerbildung ist hoch, zusätzlich macht der Brennvorgang spezielle Einbettmassen erforderlich. Wird Titan in der Verblendtechnik eingesetzt, muss die Keramik auf den niedrigen WAK und die Brenntemperatur abgestimmt werden. Die an der Oberfläche nach dem Brand entstandene Reaktionszone, die sogenannte „α-case“, wird zur Erzeugung einer stabilen Keramikverbindung durch Sandstrahlen entfernt [37]. Die Einführung computergestützter Frästechniken ermöglicht heutzutage eine qualitativ hochwertigere und unkompliziertere Herstellung von Zahnersatz aus Titan [2].

Nickel sollte aufgrund seines hohen allergischen Potentials heute nicht mehr als Legierungsbestandteil verwendet werden [38].

Die **Kobaltbasislegierung** enthält 55 bis 65 % Kobalt. Eine ausreichende Korrosionsstabilität wird durch das Zulegieren von mindestens 25 % Chrom erreicht. Ein Molybdänzusatz von 5 % erhöht ebenfalls die Korrosionsbeständigkeit des Werkstückes und gewährleistet die Ausbildung eines stabilen Gefüges [37].

4.3.2 Keramik

Keramische Werkstoffe, die zu über 90 % aus einphasigen und einkomponentigen Metalloxiden bestehen, bilden die Gruppe der **Oxidkeramiken** [39]. Diese können als glasinfiltrierte Keramik oder in ihrer polykristallienen Form zur Anwendung kommen. Die Basis der **Infiltrationskeramik** bilden oxidkeramische Mikropartikel wie Aluminiumoxid, Magnesium-Aluminiumoxid und Zirkoniumdioxid. Die Infiltration der angesinterten Keramik mit einem lanthanhaltigem Glas erfolgt in einem zweiten Arbeitsschritt. **Polykristalline Oxidkeramiken** hingegen weisen keine Glasphase auf. Durch die hohe Sintertemperatur entstehen gleichmäßige Mikrogefüge. Die daraus resultierende Steigerung der Festigkeit ermöglicht den Einsatz als Gerüstwerkstoff für Brückenversorgungen im Seitenzahngebiet. Die durch eine dichte Sinterung entstehende Opazität macht aus ästhetischer Sicht die Verblendung mit einer Silikatkeramik notwendig. Analog zur Metallkeramik muss eine genaue Abstimmung der werkstoffkundlichen Eigenschaften der Gerüstkeramik auf die der Verblendkeramik stattfinden.

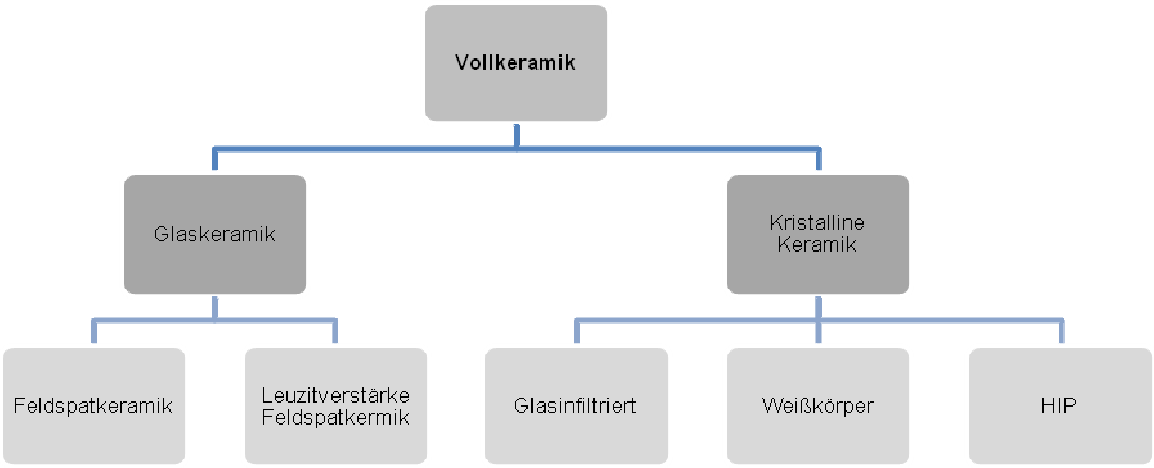


Abb. 4.2: Einteilung der vollkeramischen Systeme [40]

4.3.2.1 Zirkoniumdioxid

Für die Herstellung hochbelastbarer zahnärztlicher Restaurationen ist die hohe Bruchzähigkeit, Biegefestigkeit und Korrosionsbeständigkeit des **Zirkoniumdioxids** von besonderer Bedeutung [41]. In Abhängigkeit von der Temperatur kann es in drei verschiedenen Kristallmodifikationen vorkommen. Eine stabile monokline Struktur ist bei Raumtemperatur bis zu einer Temperatur von 1170 °C zu finden. Wird der Werkstoff weiter erhitzt, wandelt sich die Gitterstruktur in die tetragonale Form um. Ab Temperaturen von 2370 °C bis zu einem Schmelzpunkt von 2680 °C liegen die Kristalle kubisch strukturiert vor. Die Phasenumwandlung von tetragonaler zu monokliner Struktur bei einer Abkühlung der Keramik auf Zimmertemperatur wird auch als „t/m-Umwandlung“ bezeichnet. Sie geht mit einer Volumenzunahme von 3 bis 5 % einher, welche zu erheblichen Spannungen und Rissbildungen im Werkstück führt.

Abb. 4.3: Phasentransformation von Zirkoniumdioxid [39]

Die Zugabe von Stabilisatoren in Form von Magnesiumoxid, Calciumoxid oder Yttriumoxid bewirkt eine Einlagerung der Oxide in das Kristallgitter des Zirkoniumoxids. Die tetragonale Phase wird erhalten und eine unerwünschte Phasenumwandlung bei Raumtemperatur unterdrückt [42].
Entsprechend dem Grad der Stabilisierung und dem enthaltenen Oxid lassen sich folgende Zirkoniumdioxidkeramiken unterscheiden:

- FSZ (Fully Stabilized Zirconia)
- PSZ (Partially Stabilized Zirconia)
- TZP (Tetragonal Zirconia Polycristals)

Durch die Erzeugung von Druck kann die Umwandlung der tetragonalen Kristallphase im PSZ und TZP in eine monokline Phase gehemmt werden. Bei Druckentlastungen hingegen, wie sie im Bereich von Rissspitzen zu finden sind, tritt eine Umwandlung auf. Die entstandene Volumenzunahme bei der Kristallphasenumwandlung kann Risse verlangsamen oder sogar verschließen, was als „Umwandlungsverstärkung“ bezeichnet wird [41].

Da Yttrium stabilisiertes Zirkoniumdioxid nicht hydrolysestabil ist, kann es trotz monokliner Phase bei einer unglasierten Oberfläche zu einem Feuchtigkeitseintritt und anschließendem Risswachstum kommen [43].

4.4 Verbund Gerüst und Verblendung

4.4.1 Verbund Metallkeramik

Eine der wichtigsten Voraussetzungen für das Entstehen eines dauerhaften Verbundsystems ist die gleichmäßige Benetzung der Metalloberfläche mit der Keramikmasse [44]. Es existieren verschiedene Untersuchungen zu diesem Thema, so beschreibt PASK [45] die Grundlagen der Benetzung und ihrer Messung, O'BRIEN und RYGE [46] übertragen diese Messmethode auf edelmetallfreie Legierungen und dentalkeramische Massen. Große Abweichungen und eine fehlende Reproduzierbarkeit der Ergebnisse verlangten nach einer Weiterentwicklung des als „Liegenden-Tropfen" bekannten Testverfahrens. Ein spezielles Ätzverfahren ermöglichte WEBER [44] die Entfernung der Keramik von dem Metall nach dem Brand. Die Bestimmung der Anzahl der Löcher in der dem Metall anliegenden keramischen Grenzfläche lässt auf die Menge der entstandenen Bläschen schließen. Ausgehend von der Annahme, dass an den blasigen Stellen keine Benetzung der Metalloberfläche stattgefunden hat, beschreibt Weber den prozentualen Anteil der Lochflächen an der Gesamtfläche als „Grad der Benetzung". Ein Ergebnis von 98 % deutet auf eine sehr gute Benetzbarkeit der Legierung hin.
Weiterhin hat die Ausbildung eines homogenen Verbundes zwischen Metall und Verblendkeramik einen entscheidenden Einfluss auf die Festigkeit und Bruchwiderstandsfähigkeit des Werkstückes. Er wird durch das Zusammenwirken von physikalischen, chemischen und intermolekularen Kräften bestimmt. Eichner hat die Gewichtung der einzelnen Bindungsmechanismen folgendermaßen bestimmt [17]:

1. 50 % chemische Bindung
2. 22 % mechanische Retention
3. 26 % Kontraktionskräfte
4. 2 % Van-der-Waals Kräfte

Um eine optimale Verbindung schaffen zu können, müssen zunächst durch das Ausarbeiten des gegossenen Gerüstes entstandene Verunreinigungen von der Oberfläche entfernt werden. Diese Säuberung und Entfettung kann mit Hilfe eines Dampfstrahlers erfolgen.

Die **Mechanische Bindung** kann durch eine Makro- sowie Mikroretention erzeugt werden. Frühere Verfahren, die sich hauptsächlich auf das Aufbringen von makroretentiven Elementen wie Retentionsperlen, -drähten, -netzen oder -gittern konzentrierten, sind in der heutigen Zeit obsolet. Diese Art der Oberflächenmodifikation führt zu einer ungenügenden Benetzung, daraus resultieren Rissbildungen und Abplatzungen [25]. Das Aufrauen der Metalloberfläche durch feine rotierende

Instrumente und spezielle Abstrahlgeräte bewirkt ebenfalls eine Vergrößerung der Oberfläche, ermöglicht aber gleichzeitig eine gute Benetzbarkeit [1].

Kontraktionskräfte, die beim Brennen entstehen, führen nur dann zu einer sicheren Haftung der Verblendung auf dem Gerüst, wenn die WAKs der beiden Materialien aufeinander abgestimmt sind. Grundsätzlich sollte der WAK der Keramik etwas kleiner als der des Metalls gewählt werden. TAUBER [47] empfiehlt eine Differenz von 1 µm/K, LEI [48] beschreibt eine gute Anpassung bei 0,7 µm/K. Diese geringe Differenz setzt das Metall beim Abkühlen unter eine Zugspannung, bei der Verblendung hingegen kommt es zur Ausbildung einer Druckspannung. Es kann so die keramische Eigenschaft der hohen Druckfestigkeit genutzt und eine für die Keramik ungünstige Zugspannung vermieden werden, welche Sprung- und Rissbildungen zur Folge hätte [49].

Die **chemische Bindung** bildet einen wichtigen Bestandteil bei der Entstehung eines metallkeramischen Verbundsystems. Es handelt sich hierbei um eine ionische Bindung. Ohne eine vorhergehende Oberflächenkonditionierung des Metalls wäre eine chemische Reaktion nicht möglich, da dieses nicht über die nötigen reaktiven Gruppen verfügt. Bei der Bearbeitung muss zwischen Edel- und Nichtedelmetalllegierungen unterschieden werden. Edelmetalllegierungen werden durch das Zufügen von unedlen, leicht oxidierbaren Elementen, wie beispielsweise Indium und Zink, modifiziert. Diese diffundieren zur Oberfläche und fungieren so als Oxidbildner [20]. Bei den Nichtedelmetallen stammen die Haftoxide von den in der Legierung bereits enthaltenen Bestandteilen. Nach dem Abstrahlen bzw. Erhitzen kommt es in der oberflächlichen Schicht zu einer spontanen Oxidation. Die Stärke der Haftoxidschicht ist maßgebend für die spätere Verbundfestigkeit, sie sollte nicht zu dünn oder zu dick sein. Ihre Ausprägung hängt von der Dauer und Höhe der Temperatur des Vorglühens ab [50].

Eine untergeordnete Rolle bei der Entstehung des Verbundes kommt den **zwischenmolekularen Anziehungskräften** zu. Diese Van-der-Waals-Kräfte entstehen hauptsächlich durch Dipol-Wechselwirkungen polarisierter Moleküle. Auch die Ausbildung von Wasserstoffbrückenbindungen durch das Vorhandensein verschiedener Elektronegativitäten kann in diesem Zusammenhang erwähnt werden [51].

4.4.2 Verbund Vollkeramik

Die Haltbarkeit eines keramisch verblendeten Werkstückes wird im Wesentlichen von dem Einhalten der Verarbeitungsempfehlungen bei der Herstellung im Labor bestimmt. Untersuchungen zu Folge muss jedoch zwischen einer Keramik- und einer Metallbasis unterschieden werden. Es konnte nachgewiesen werden, dass ein besserer Verbund entsteht, wenn das Zirkoniumdioxidgerüst vor dem Aufbrennen der Verblendung nicht mechanisch durch Abstrahlen oder Anrauen bearbeitet wird [52]. Da trotz polierter bzw. unbearbeiteter Oberfläche sehr gute Haftwerte erzielt werden konnten [51, 53-55], scheint die Verbindung, ähnlich wie bei der Metallkeramik, auf der Ausbildung eines chemischen Verbundes durch Sauerstoffbrückenbindungen zu beruhen. Ein kleiner Teil

des Verbundes entsteht durch das Aufschrumpfen und die mikromechanische Verankerung der Verblendkeramik an Rauigkeiten und Unterschnitten auf der Gerüstoberfläche. Einige Keramikhersteller empfehlen als vorbereitende Maßnahme das Aufbrennen eines Opakers bzw. Effect Bonders, was bei der Verarbeitung von nichteingefärbten Gerüsten gleichzeitig einer ästhetischen Optimierung dient [56].

4.4.3 Frakturhäufigkeit von Verblendungen

In der Literatur finden sich keine Angaben über die Häufigkeit von Abplatzungen bzw. Rissbildungen während der Herstellung von keramisch verblendeten Restaurationen. Bezüglich des intraoralen Frakturrisikos existieren jedoch zahlreiche Untersuchungen, deren Ergebnisse eine große Variabilität zeigen.

Auffällig ist, dass bei nahezu allen Studien die Rate der Verblendungsabplatzungen bei vollkeramischen Restaurationen gegenüber metallkeramischem Zahnersatz erhöht ist [57].

VOSS beschrieb 1969 eine Frakturrate für Metallkeramikkronen von 0,5 %, KERSCHBAUM 1977 von 5,5 % und bei einer 1979 von FRANKHAUSER durchgeführten Untersuchung ergab sich ein Abplatzungsrisiko für Verblendungen von 9 %. Für Zirkoniumdioxidgerüste, die in konventioneller Schichttechnik verblendet wurden, wird in einer 2001 von TINSCHERT veröffentlichten Arbeit von einem Frakturrisiko von 6,2 % nach fünf Jahren berichtet. ZEMBIC et al. stellten nach zwei Jahren eine Abplatzungsrate von 10 % fest, SAILER et al. beschreiben 2009 nach drei Jahren eine Frakturrate von 13 %. Andere Autoren berichten bei getesteten Einzelkronen in einem Untersuchungszeitraum von fünf Jahren von einer Überlebensrate von 93,3 % für Vollkeramik und 95,6 % für Metallkeramik [58].

4.5 Ursachen der Rissentstehung

4.5.1 Wärmeausdehnungkoeffizient (WAK)

Der Wärmeausdehnungskoeffizient ist als Grad der Ausdehnung eines Materials bei einer Temperaturänderung von 1° K definiert.

Bei der Anfertigung von verblendetem Zahnersatz werden Stoffe mit unterschiedlich hohen WAK-Werten kombiniert. Um der Entstehung von Rissen und Abplatzungen vorzubeugen, ist die Anpassung des thermischen Ausdehnungsverhaltens beider Verbundpartner von entscheidender Bedeutung. Ist der WAK der Verblendkeramik sehr viel höher als der WAK des Gerüstes, so entstehen aufgrund der großen tangentialen Zugspannungen Risse, welche auch zum Auftreten von Spätsprüngen führen können. Eine Erhöhung der tangentialen Druckspannung mit Rissbildung resultiert aus der Kombination eines sehr großen WAK des Gerüstwerkstoffes mit einem kleinen WAK der Verblendung. Idealerweise sollte der WAK des Gerüstes 10 bis 15 % über dem der Verblendkeramik liegen. In der Abkühlphase wird die Verblendkeramik unter Druckspannung gesetzt und somit eine Verbesserung der Verbundfestigkeit gefördert [56].

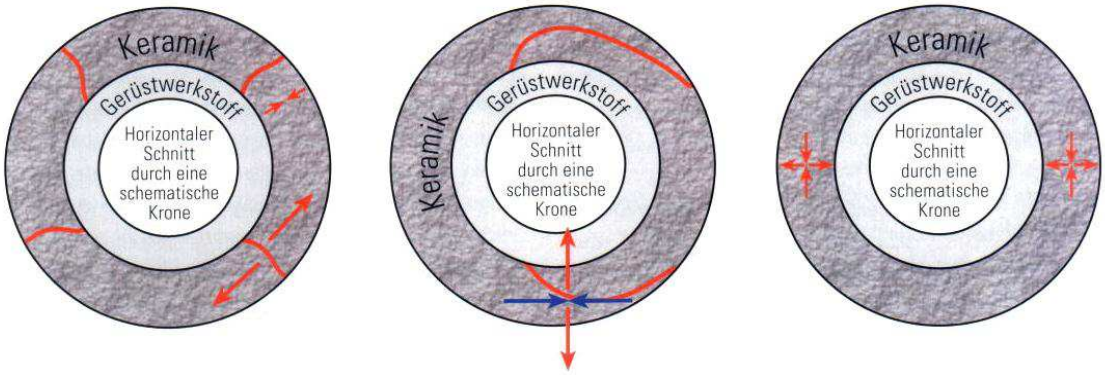


Abb.4.4: Der WAK des Gerüsts ist sehr viel niedriger als der WAK der Verblendkeramik (links); der WAK des Gerüstes ist sehr viel höher als der WAK der Verblendkeramik (Mitte); optimale Abstimmung des WAKs von Gerüst und Verblendung (rechts) [59]

Um diesen Anforderungen gerecht zu werden, existieren für die unterschiedlichen Gerüstmaterialien speziell abgestimmte Verblendkeramiken. Tabelle 4.2 zeigt eine Übersicht der WAK zahnmedizinisch relevanter Materialien [60].

Material	**WAK x*10^{-6}/K**
Schmelz	11,4
Dentin	8,3
ZrO_2-Keramik	10,5
Al_2O_3-Keramik	7 - 8
Verblendkeramik für Metall	13,1 - 13,6
Verblendkeramik für Keramik	8,8 - 9,2
EM-und NEM-Legierungen	13,5 - 15,5

Es ist zu beachten, dass es sich bei dem WAK einer Verblendkeramik nicht um eine feststehende Größe handelt. Der Anteil an Leuzit bestimmt die Höhe des Wertes und steht in direktem Zusammenhang mit der Häufigkeit, der Temperatur und der Dauer der Wärmebehandlung. Durchläuft ein Werkstück eine vermehrte Anzahl an Brennzyklen, so erhöht sich der WAK, die Entstehung von Rissen und Sprüngen wird begünstigt.

4.5.2 Keramikverarbeitung

Bei der Herstellung eines keramisch verblendeten Werkstückes werden besondere Anforderungen an die Gestaltung des Gerüsts gestellt.
Um eine Rissentstehung zu vermeiden, sollte die Gerüststruktur als eine verkleinerte Zahnform konstruiert werden. Speziell im Bereich der Höcker gewährleistet eine anatomische Formgebung annähernd gleiche Gerüstwandstärken. Dies ermöglicht die Erzeugung einer gleichmäßigen Verblendschichtstärke und die Einhaltung der Forderung nach einer maximalen Stärke der Verblendkeramik von 2 mm [59].
Während des Verblendvorganges kann eine Vielzahl von Fehlerquellen die Entstehung von Rissen und Abplatzungen begünstigen.
Bereits beim Anmischen der Keramikmasse können starkes Rühren, Verunreinigungen des Pinsels oder die Kontaminierung mit Staub zu Blasenbildungen führen.
Der Opaker sollte nicht zu dick aufgetragen werden, zusätzlich ist eine erhöhte Ausbrenngeschwindigkeit der organischen Stoffe zu vermeiden.
Sind an der Oberfläche der Verblendung Risse erkennbar, wurde die keramische Masse möglicherweise zu trocken geschichtet bzw. abschließend zu stark verdichtet.
Analog zu der Verarbeitung des Opakers ist bei dem Auftragen eine Verunreinigung der benutzten Hilfsmittel und der Keramikmasse unbedingt zu vermeiden [61].
Bei der Herstellung einer vollkeramischen Restauration macht das Aufpassen des ZrO_2-Gerüstes auf das Modell häufig eine nachträgliche Korrektur der Randstrukturen notwendig. Auf diesem Wege wird der Oberfläche Energie zugeführt. Es kommt zu Verzerrungen im Kristallgitter und einer Phasenumwandlung der Gitterstruktur von tetragonal zu monoklin. Die daraus resultierende inhomogene Volumenverteilung und entstandene Abweichung bezüglich des WAKs kann zu Spannungen in der Verblendung führen.
Um eine Defektbildung zu verhindern, sollten grundsätzlich keine stark belasteten Bereiche bearbeitet werden und sich das nachträgliche Beschleifen nur auf kleine Flächen beschränken.
Zur Bearbeitung sollte ein Feinkorndiamant mit geringem Anpressdruck bei ausreichender Wasserkühlung verwendet werden.
Das Abstrahlen als Reinigungsmaßnahme ist ebenfalls unbedingt zu vermeiden, da es sich auch in diesem Falle um eine mechanische Bearbeitung der Oberfläche mit entsprechender Kristallgitterverzerrung handelt. Eine ausreichende Säuberung kann mittels Abdampfen erreicht werden.
Einige Hersteller empfehlen einen sogenannten „Regenerationsbrand“ zur thermischen Entspannung. Das Gerüst wird ohne Vakuum bei einer Temperatur von 1000 °C für 15 Minuten erneut gebrannt. Es ist allerdings fraglich, ob ein erneutes Tempern zum Verschluss der Mikrorisse führt [62].

4.5.3 Brennvorgang

Dem Brennvorgang kommt eine wichtige Bedeutung bei der Vermeidung von Defekten in der keramisch verblendeten Restauration zu.

Zunächst entscheidet die Auswahl des Ofenmodells über die Lage der jeweiligen Thermoelemente. Je nach Positionierung kann es zu Unterschieden in der Temperaturentwicklung kommen. Stehen in einem zahntechnischen Labor mehrere Öfen des gleichen Fabrikats zur Verfügung, können abweichende Brennergebnisse durch eine unterschiedliche Alterung der Brennelemente verursacht werden [22, 63].
Der Brenngrad und damit die Güte der Verblendung ist von folgenden Faktoren abhängig [64]:

- Vortrockenzeit
- Liftposition und die daraus resultierende Temperatur des Objektes beim Vortrocknen
- Aufheizzeit bis zur Brenntemperatur und max. Brenndauer
- Haltezeit der max. Brenndauer
- Abkühlgeschwindigkeit
- Vakuum

Die Brennbedingungen müssen für den jeweiligen Ofen individuell getestet, optimiert und regelmäßig kontrolliert werden, um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten und dem Entstehen von Rissen vorzubeugen.
Die Position des Werkstückes im Ofen und die Anzahl der sich während des Brennvorgangs in der Brennkammer befindlichen Restaurationen hat ebenfalls einen Einfluss auf die Temperaturentwicklung und somit auch auf die Homogenität der Verblendung.

4.5.4 Wärmeleitfähigkeit

Ein weiterer Punkt bei der Betrachtung von Defektursachen in der Verblendkeramik und an den Grenzflächen ist das Auftreten von fertigungsbedingten Wärmespannungen. In diesem Zusammenhang ist die Wärmeleitfähigkeit λ eine wichtige Kenngröße. Diese beträgt für metallische Gerüstwerkstoffe zwischen 70 $Wm^{-1}K^{-1}$ (Kobalt-Chrom-Legierungen) und 310 $Wm^{-1}K^{-1}$ (Goldlegierungen). Aufgrund des hohen Unterschiedes zur Verblendkeramik, deren Wärmeleitfähigkeit bei ca. 1,5 $Wm^{-1}K^{-1}$ liegt, kommt es in der Abkühlphase zu einem schnellen Temperaturausgleich [65]. Bei vollkeramischen Systemen existiert hingegen bei einem Wert von 2 $Wm^{-1}K^{-1}$ für Zirkoniumdioxid eine fast zu vernachlässigende Differenz der Wärmeleitfähigkeiten. Während des Abkühlvorgangs werden die Temperaturunterschiede vergleichsweise langsam ausgeglichen. Die daraus resultierende inhomogene Temperaturverteilung an der Gerüstoberfläche führt zu Wärmespannungen und möglicherweise auch zu Mikrorissen. Untersuchungen zufolge besteht die Möglichkeit, diese Spannungen mit Hilfe einer Langzeitabkühlung wesentlich zu reduzieren [66, 67].
Im Gegensatz zu der normalen Abkühlung, bei der sich die Brennkammer direkt nach der Haltezeit der Endtemperatur öffnet, geschieht dies bei der verlangsamten

Abkühlung erst nach Erreichen der Glastransformationstemperatur der Verblendkeramik.

4.5.5 Temperaturschock

Eine erhitzte Restauration, die einem plötzlichen Temperaturabfall ausgesetzt wird, kann einen sogenannten „Temperaturschock“ erleiden.
Durch die schlagartige Abkühlung der Keramik an der Oberfläche entsteht ein hoher Temperaturgradient zu den inneren Schichten, was zu großen Spannungen und der Ausbildung von Rissen führt. Ein solches Problem kann beispielsweise nach einem verfrühten Öffnen des Ofens oder der sofortigen Entnahme des Werkstückes aus der Brennkammer auftreten. Es sollte ebenfalls unbedingt vermieden werden, den Zahnersatz direkt nach dem Brand einem kühlen Luftzug auszusetzen. Öfen, die so konstruiert sind, dass sich nach Abschluss des Brennvorganges der Brennsockel nach unten absenkt, bieten vermehrt Schutz vor einer zu plötzlichen Abkühlung. Kommt ein Ofen mit einem Klappenöffnungsmechanismus zum Einsatz, erhöht sich die Gefahr eines Temperaturschockes durch mögliche Luftverwirbelungen [66].

4.6 Reparaturansätze

Als Reparatur wird ein Vorgang bezeichnet, bei dem Anteile einer Konstruktion wieder zusammengefügt werden. Die Passgenauigkeit darf durch den Reparaturvorgang nicht verändert werden [68], gleichzeitig wird das Verhindern einer erneuten Fraktur angestrebt [69]. Das verwendete Material sollte einfach zu verarbeiten sein und einen dauerhaften Erfolg garantieren.
Zur Reparatur eines nach dem Brand in der Verblendkeramik entstandenen Risses existieren unterschiedliche Methoden.

4.6.1 Entfernen und Ersetzen

Ein Reparaturansatz empfiehlt das Abschleifen der defekten Stelle bis auf die Gerüststruktur. Es ist darauf zu achten, dass keine scharfen Kanten entstehen und der Opaker unter dem Keramikkern am Rand ca. 1 mm breit sichtbar ist. Der zu bearbeitende Bereich wird mit Aluminiumoxidpulver abgestrahlt und anschließend im Ultraschallbad gereinigt. Der deckend aufgetragene und kondensierte Opaker bildet die Grundlage für die Keramikmasse. Zur Vermeidung einer erneuten Rissbildung wird das schnelle Brennen des Werkstückes bei maximal 950 °C empfohlen [3].
Entscheidet sich der Zahntechniker für dieses Reparaturverfahren, wählt er eine sehr zeit- und materialaufwändige Methode. Eine Farbveränderung der ersetzten Stelle, sowie eine veränderte Oberflächenstruktur können nicht ausgeschlossen werden.

4.6.2 Erneuter Glanzbrand

Alternativ wird das wiederholte Brennen mit einer Glazemasse diskutiert. Es konnte experimentell anhand eines Härteeindruckes gezeigt werden, dass durch eine gezielte thermische Behandlung ein Abstumpfen der Rissspitzen und eine Verkürzung der Mikrorisse erfolgte [70]. Das erneute Tempern führte zu einer Spaltüberbrückung, der Riss darunter blieb jedoch bestehen. Ergänzend wird die Verwendung einer niedrig schmelzenden Keramikmasse empfohlen. In diesem Fall fließt die Glasphase unter der zur Bildung der Leuzitphase nötigen Temperatur und ermöglicht so den Verschluss von Mikrorissen. Zusätzlich werden Spannungen in der Keramik reduziert, was zu einer Erhöhung der Biegefestigkeit der Restauration führt [71].

4.6.3 Neuanfertigung der Verblendung

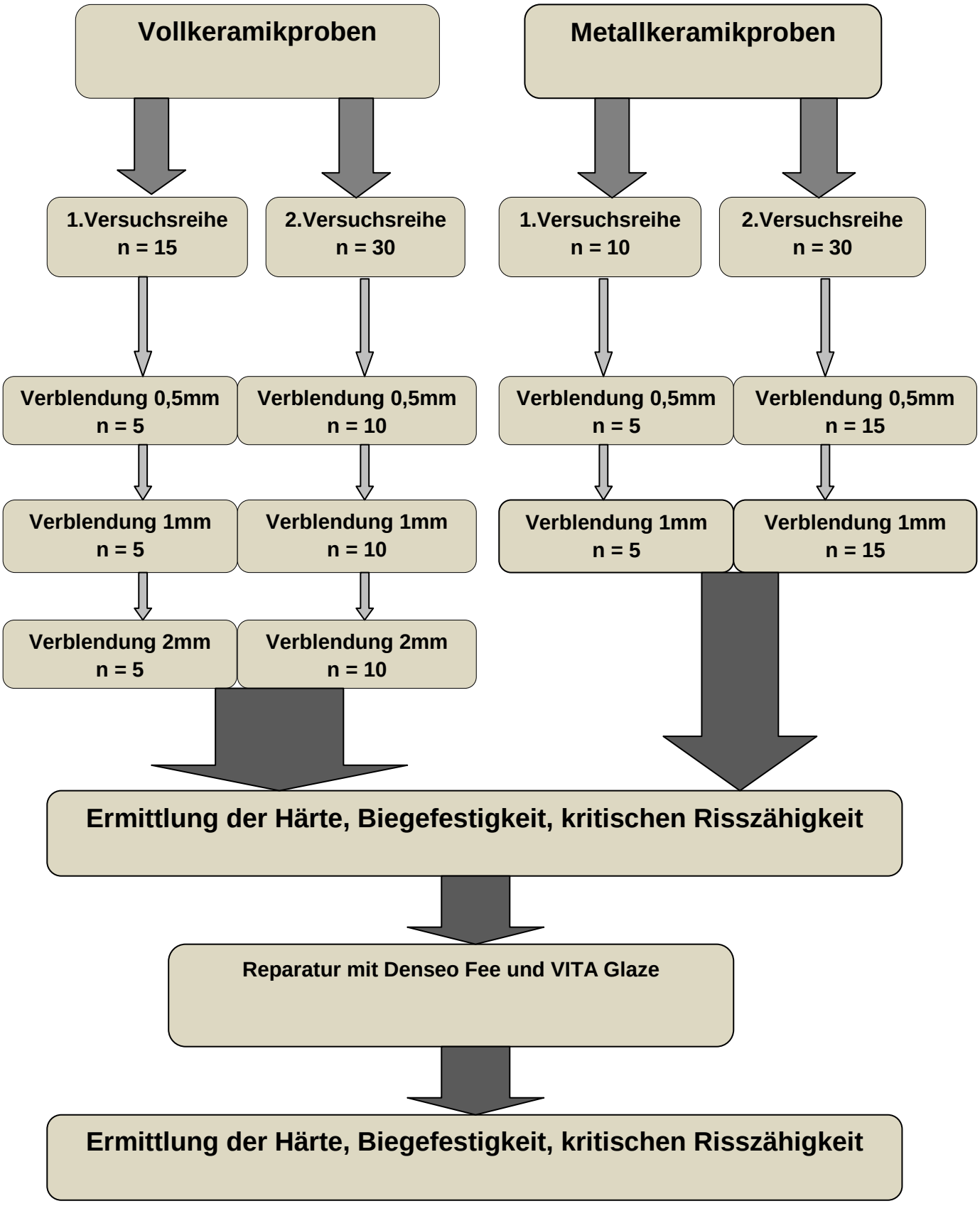
Nach MEINERS [72] sollten Schäden, die vor dem definitiven Einsetzten der Restauration auftreten, nicht durch erneutes Brennen korrigiert werden. Durch den Reparaturvorgang können farbliche Veränderungen oder weitere Defekte auftreten. Um eine Qualitätsminderung zu umgehen, wird die Entfernung und Neuschichtung der gesamten Verblendung empfohlen [17].

5. Problem und Aufgabenstellung

Die Kombination verschiedener Materialien in der Dentaltechnik führt immer wieder zu Spannungen innerhalb der Restauration. So treten trotz der Einhaltung aller Herstellerempfehlungen Sprünge und Abplatzungen in der Verblendung und an den Grenzflächen auf. Diese können durch eine schlagartige Temperaturveränderung in Form eines beschleunigten Abkühlvorgangs oder eines kalten Luftzuges entstehen. Auch zu trockenes Schichten oder Verunreinigungen führen zu Mängeln innerhalb der keramischen Struktur. Solche Defekte können bereits im zahntechnischen Labor direkt nach dem Brand sichtbar werden. Eine Neuanfertigung des Werkstückes ist aufgrund des steigenden wirtschaftlichen Druckes auf Zahnarzt und Zahntechniker sowie der oft engen Terminplanung nicht immer zu realisieren.

Die Firma Denseo (Aschaffenburg, Deutschland) bietet mit dem Reparaturmaterial Denseo Fee eine einfache Methode zur Beseitigung von Rissen und Sprüngen an. Es stellt sich die Frage, ob ein vollständiges Auffüllen des Defektes mit einem keramischen Ersatzmaterial möglich ist und sich auf diese Weise eine funktionsfähige Struktur wieder herstellen lässt.
Ziel dieser Arbeit ist die kritische Prüfung der Reparaturfähigkeit von Defekten in der Verblendkeramik. Anhand von werkstoffkundlichen Parametern wie der Oberflächenhärte, der Biegefestigkeit und der kritischen Risszähigkeit soll die Funktion, Wirkung und Leistungsfähigkeit des Reparaturmaterials Denseo Fee untersucht werden.
Nach der Erzeugung von Rissen in der Verblendung und anschließender Reparatur erfolgt eine erneute Ermittlung dieser Parameter. Als Referenz werden die mechanischen Kennwerte nach der Reparatur mit einer handelsüblichen Glazemasse, in diesem Falle der Firma VITA (Bad Säckingen, Deutschland), bestimmt. Zur Beurteilung der Struktur wird eine optische Betrachtung des Reparaturergebnisses mithilfe eines Licht- und Rasterelektronenmikroskops vorgenommen.
Um die Widerstandsfähigkeit eines reparierten Werkstücks gegen die Temperaturschwankungen in der Mundhöhle bewerten zu können, werden die Proben einer thermischen Wechselbelastung unterzogen.

Ferner soll der Einfluss des Trägermaterials und der Verblendschichtstärke auf die Widerstands- und Reparaturfähigkeit der Proben untersucht werden. Für die Herstellung werden Metall- sowie Keramikgerüste verwendet und mit unterschiedlich dicken Schichten Keramik verblendet.



5.1: Arbeitsflussdiagramm

6. Material und Methode

6.1 Verwendete Materialien

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zur Herstellung der keramisch verblendeten Probekörper zwei seit vielen Jahren in der Dentaltechnik bewährte Gerüstmaterialien eingesetzt. Die im Folgenden aufgeführten Materialeigenschaften wurden aus den Herstellerangaben übernommen.

6.1.1 Zirkoniumdioxidkeramik

Bei der verwendeten Zirkoniumdioxidkeramik handelt es sich um das Produkt DC-Shrink der Firma Bien-Air (Biel, Schweitz). Chemisch gesehen besteht diese zu 95 % aus ZrO_2 sowie zu 5 % aus Y_2O_3 und wird in vorgesintertem Zustand angeboten. Nach der gewünschten Formgebung des sogenannten „Weißlings“ erfolgt die endgültige Sinterung bei bis zu 1600 °C. Als Brennofen wird das Modell Zycromat der Firma VITA (Bad Säckingen, Deutschland) empfohlen. Der WAK beträgt 10 x 10^{-6} K^{-1}. Mit einer Biegefestigkeit von 1000 MPa und einer Vickershärte von 1200 N/mm^2 kann diese Zirkonoxidkeramik zur Restauration von Einzelkronen und kleineren Brücken eingesetzt werden.

6.1.2 Kobalt-Chrom-Legierung

Die Kobalt-Chrom-Aufbrennlegierung Wirobond C der Firma BEGO (Bremen, Deutschland) ist nickel- und berylliumfrei und zeichnet sich durch eine hohe Verbundfestigkeit mit der Keramik aus. Sie besteht zu 63,9 % aus Kobalt, zu 24,7 % aus Chrom und enthält außerdem einen Molybdänanteil von 5 %. Charakteristisch für diese Legierung ist ein WAK von 14,1 bis 14,3 x 10^{-6} K^{-1}, sowie eine Vickershärte von 310 N/mm^2. Bei der zweiten eingesetzten Legierung handelt es sich um Organic Okta C des Dentallabors Rübeling und Klar (Berlin, Deutschland). Die Basisbestandteile sind in einer Verteilung von 61 % Kobalt zu 32 % Chrom und 5,5 % Molybdän enthalten. Der WAK liegt bei 14,6 x 10^{-6} K^{-1}. Nach dem Brand werden die zu verblendenden Oberflächen abgestrahlt und gereinigt, ein zusätzlicher Oxidbrand wird nicht empfohlen.

6.1.3 Feldspatkeramik

Die Verblendkeramiken der Firma VITA (Bad Säckingen, Deutschland) zeichnen sich durch eine hohe Variabilität bezüglich ihres WAKs aus. Mit einem Wert von 13,1 bis 13,6 x 10^{-6} K^{-1} liegt der WAK der Keramik VM 13 geringfügig unter dem häufig verwendeter Aufbrennlegierungen und eignet sich somit für die Verblendung von metallischen Gerüststrukturen. Auch bei vollkeramischen Restaurationen sollte der WAK der Verblendung etwas kleiner als der des Gerüstes sein. Für diesen Anwendungsbereich bietet die Firma VITA die Keramik VM 9 an, welche einen WAK von 8,8 bis 9,2 x 10^{-6} K^{-1} besitzt.

6.2 Probenherstellung

6.2.1 Gerüstherstellung

Für die Gerüstherstellung der vollkeramischen Proben wurden mit einer Diamantkreissäge des Typs Secomin 100 (Bendor) aus einem Block DC-Shrink Keramik 47 balkenförmige Scheiben gesägt. Die Bearbeitung erfolgte mit einem Sägeblatt der Schnittbreite 300 µm und einer Diamantierung von 80 µm unter ständiger Wasserkühlung. Um die Sinterschrumpfung von 20 % auszugleichen, wurden die Prüfkörper entsprechend überdimensioniert. Für die Vermessung von Höhe, Breite und Dicke wurde eine elektronische Schiebelehre verwendet.
Eine gleichmäßige Schichtstärke und plane Oberfläche der Proben konnte mit dem Mikroschleifsystem „400CS“ (Exakt) erreicht werden. Nach dem Aufbringen der Prüfkörper auf einen Objektträger und der Programmierung der Maschine erfolgte die Bearbeitung mit Sandpapier in einer aufsteigenden Körnung von 300 bis 4000 µm. Bei einer Temperatur von 1530 °C wurden die Probekörper nach Empfehlung des Herstellers in dem Ofen Zycromat der Firma VITA gesintert.

Tab. 6.1.: Brenntabelle für Zirkondioxidgerüste

Anstiegszeit/Std.	Endtemp./°C	Haltezeit der Endtemp./Std.	Abkühlen bei geschlossener Brennkammer/°C
1,5	1530	2	400

Nach dem Brennvorgang wurden die Prüfkörper erneut vermessen, es wurden die geplanten Maße von ca. 5 x 1,5 x 38 mm erzielt.
Ein Teil der zur Untersuchung benötigten metallischen Gerüste wurde im zahntechnischen Labor der Firma Denseo hergestellt. Die 10 gelieferten Plättchen hatten eine Breite von 5 mm, eine Dicke von 1,5 mm und eine Länge von 15 mm. Das Berliner Dentallabor Rübeling und Klar übernahm das Gießen der restlichen 30 Probekörper. Diese hatten eine Schichtstärke von 0,5 mm.
Den Herstellerangaben zur Sicherung des Keramik-Metall-Verbundes folgend, wurden die Gerüste mit Aluminiumoxid der Korngröße 250 µm bei einem Druck von 2 bar abgestrahlt.

6.2.2 Verblendung

Als Vorbereitung zur Aufnahme der Keramikmasse wurde bei den Zirkongerüsten ein Brand nach dem Auftragen mit Effekt Bonder (Firma VITA) durchgeführt. Dieser soll in erster Linie den Verbund zur Verblendung sicherstellen, dient gleichzeitig aber auch zur Farbreproduktion.
Analog hierzu erfolgte ein Opakerbrand bei den metallischen Gerüsten. Der Brennvorgang wurde in dem Ofen Vacumat 250 der Firma VITA durchgeführt.

Tab. 6.2: Brenntabelle Opakerbrand für metallkeramische (VMK) und vollkeramische (VK) Proben

	Vt °C	→ min.	↗ min.	↗ °C/min.	Temp./°C	→ min.	VAC min.
Opakerbrand VM 13	500	2.00	5.12	75	890	1.00	5.12
Opakerbrand VM 9	500	6.00	6.00	80	980	1.00	6.00

Die Schichtung des Pulver-Flüssigkeitsgemisches der Dentinmasse erfolgte mittels eines feinen Pinsels. Nach dem Auftragen der einzelnen Schichten wurde die Keramik durch Absaugen der überschüssigen Flüssigkeit verdichtet. Zum Brennen diente ebenfalls der Ofen Vacumat 250 (Firma VITA).

Tab. 6.3: Empfohlene Brandführung 1.und 2.Dentinbrand (VMK, VK)

	Vt °C	→ min.	↗ min.	↗ °C/min.	Temp./°C	→ min.	VAC min.
1.Dentinbrand VM 9	500	6.00	7.27	55	910	1.00	7.27
2.Dentinbrand VM 9	500	6.00	7.16	55	900	1.00	7.16
1.Dentinbrand VM 13	500	6.00	6.55	55	880	1.00	6.55
2.Dentinbrand VM 13	500	6.00	6.44	55	870	1.00	6.44

Die vollkeramischen Prüfkörper wurden zu je 15 Stück in den Schichtstärken 0,5, 1 und 2 mm verblendet, die Dicke der Keramik auf den Metallgerüsten betrug bei 20 Proben 0,5 mm und den restlichen 20 Stück 1 mm.
Mit Hilfe eines Rakels war es möglich, die einzelnen Schichten in einer gleichmäßigen Stärke zu erzeugen. Um klar definierbare Werte zu erhalten, wurden je 4 Objektträger bekannter Höhe auf eine Metallplatte geklebt, gleichzeitig diente die Vorrichtung als Fixierung der Probekörper während des Rakelvorgangs. Nach jedem Brand wurde die Dicke der Verblendung kontrolliert und dokumentiert, bis die gewünschten Werte erreicht wurden.

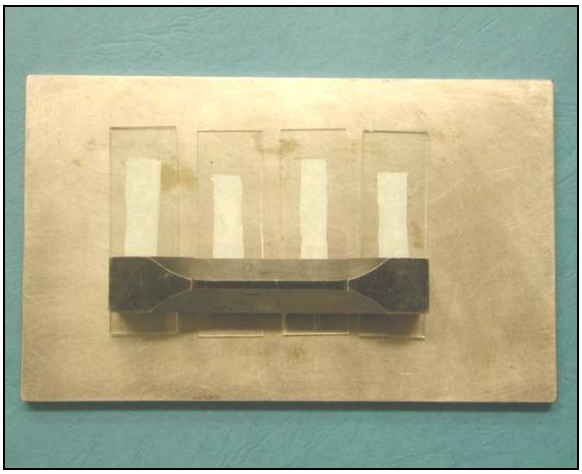


Abb. 6.1: Versuchsaufbau mit Objektträgern und Rakel

Bei dem abschließenden Glanzbrand nach Herstellerangaben entstand eine inhomogene, blasige Oberfläche. Um dieses Problem zu umgehen, wurden Testproben angefertigt und die verschiedenen Brennparameter variiert. Das beste Ergebnis zeigten die Proben nach Erhöhung der maximalen Temperatur um 20 °C und einer Verlängerung der Haltezeit der maximalen Temperatur auf das Doppelte.

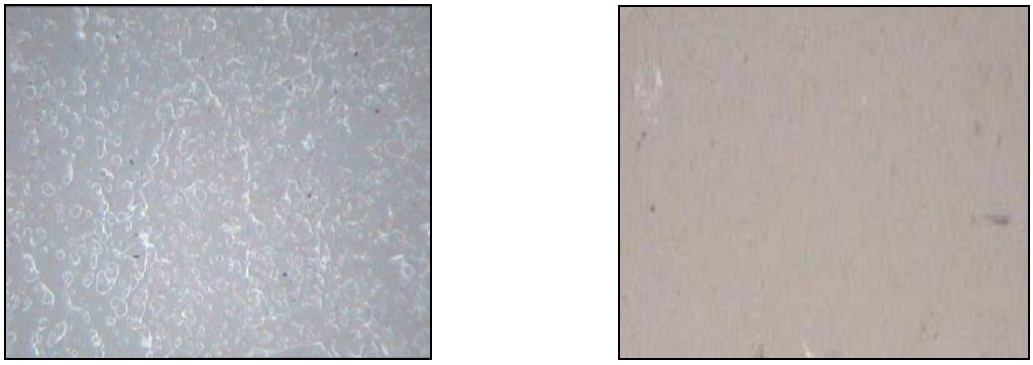


Abb. 6.2: Glanzbrand gemäß Herstellerangaben mit verstärkter Blasenbildung (links) und mit homogenerer Oberfläche nach modifizierter Brandführung (rechts), Lichtmikroskop, 40-fache Vergrößerung

Tab. 6.4: optimierte Brenntabelle für den Glanzbrand

	Vt °C	→ min.	↗ min.	↗ °C/min	Temp./°C	→ min.	VAC min.
Glanzbrand VM 9	500	4.00	5.00	80	900	1.00	-
optimierter Glanzbrand	500	4.00	5.00	80	920	2.00	-
Glanzbrand VM 13	500	4.00	4.45	80	880	1.00	-
optimierter Glanzbrand	500	4.00	4.45	80	900	4.00	-

6.3 Bestimmung der Härte

Zu Beginn erfolgte eine Entfettung der Oberflächen mit Aceton. Es wurden je drei Eindrücke pro Probe mit Hilfe des Durimet-Härteeindruckgerätes der Firma Leitz (Wetzlar, Deutschland) gesetzt. Die Eindrücke wurden mittig in gleichen Abständen über den Prüfkörper verteilt und die Stellen seitlich mit einem farbigen Stift markiert.

Abb. 6.3: Durimet-Härteeindruckgerät der Firma Leitz

Für die untersuchten metallkeramischen Proben ergab sich nach vorheriger Ermittlung eine optimale Auflagekraft von 9,81 N. Erst bei dieser Krafteinwirkung ließen sich an jedem Eindruck zuverlässig Risse erzeugen, ohne größere Abplatzungen zu produzieren. Die Haltezeit betrug 20 Sekunden.
Bei den Vollkeramik-Prüfkörpern erfolgte bereits bei einer Auflagekraft von 4,9 N eine ausreichende Ausbildung von Rissmustern. Zum Setzten der Eindrücke wurde eine Haltezeit von 10 Sekunden gewählt.
Die Härte nach Vickers wurde mit folgender Formel errechnet:

(1) $$\mathbf{HV} = \frac{\mathbf{1{,}854} \times \mathbf{F}}{\mathbf{d^2}}$$

F = Prüfkraft [N]

d = mittlere Diagonalenlänge [mm]

Die fotografische Dokumentation und Auswertung der Rissmuster erfolgte unmittelbar nach dem Setzen der Härteeindrücke mit Hilfe des Infinite Focus Microskops (IFM), Alicona Imaging (Graz, Österreich). Hierbei handelt es sich um ein optisches Oberflächenmessgerät, welches auf dem Verfahren der Fokus-Variation basiert. Die geringe Tiefenschärfe eines optischen Systems wird mit einem vertikalen Scanning kombiniert, um durch die Veränderung des Fokus topographische und farbliche Informationen zu erhalten. Eine exakte Messung des Prüfkörpers wird durch eine Messpunktdichte von mehr als 100 Millionen Messpunkten ermöglicht. Es ist eine zwei- oder dreidimensionale Darstellung und Messung möglich.

Abb. 6.4: Alicona Infinite Focus Mikroskop

Das Messen der Diagonalen und Risslängen wurde in µm vorgenommen. Aus den beiden gemessenen Eindruckdiagonalen wurde das arithmetische Mittel gebildet, um nur einen Wert für alle weiteren Berechnungen zu erhalten. Die Messung der Risslänge ergab sich ausgehend vom tiefsten Punkt des Eindruckes, der Pyramidenspitze, bis zum sichtbaren Ende des Risses. Der Mittelwert der auf diese Weise bestimmten Risslängen diente zur Berechnung der Risszähigkeit.

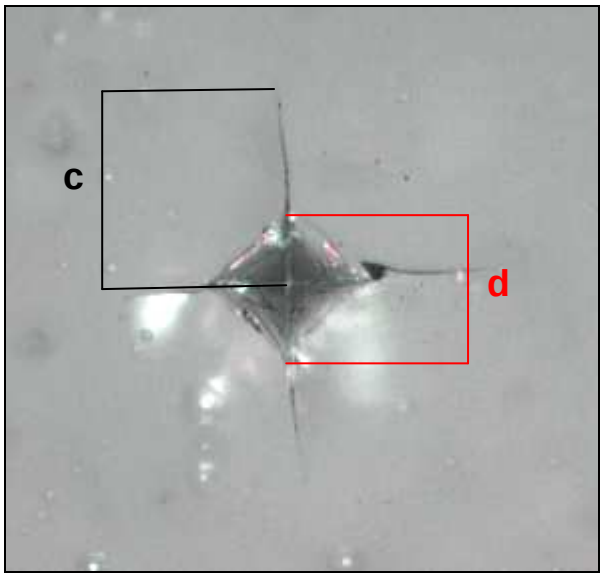


Abb. 6.5: Pyramideneindruck zur Berechnung der Härte, d = Länge der Diagonale, c = Länge des Risses

6.4 Bestimmung der Biegefestigkeit

Zur Bestimmung der Biegefestigkeit diente die Universalprüfmaschine Z010 der Firma Zwick (Ulm, Deutschland). Es wurde die Methode des Dreipunkt-Biegeversuches gewählt. Um vorzeitige Frakturen oder Rissbildungen zu verhindern, wurde der Prüfstempel vor Versuchsbeginn mit einem Pflaster ummantelt. Zusätzlich kam eine Druckfinne mit einer Stützweite von 10 mm zum Einsatz.

Die Proben wurden so angeordnet, dass die Kraft auf das Gerüst genau in der Prüfkörpermitte einwirkte. Die Belastung erfolgte mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 0,25 mm/min und einer Vorkraft von 5 N. Der Versuch wurde nur bis zu dem Frakturieren der Verblendung durchgeführt. Das Prüfungsende wurde somit auditiv bestimmt und durch manuelles Stoppen der Maschine herbeigeführt.

Parallel zum Versuch zeichnete die Prüfmaschine mit der Software Zwick testXpert V 9.0 ein Kraft-/Weg-Diagramm auf, anhand dessen sich die Frakturwerte ablesen ließen.

Abb.6.6: Versuchsanordnung zur Dreipunkt-Biegeprüfung mit der Universalprüfmachine Z010 der Firma Zwick

Mit Hilfe folgender Formel wurde die Biegefestigkeit berechnet:

(2) $$\sigma = \frac{M_b}{W}$$

σ = Biegefestigkeit [N/mm^2 = MPa]

M_b = Biegemoment [N/mm]

W = Widerstandsmoment

(3) $$M_b = \frac{F \times l}{4}$$

M_b = Biegemoment [N/mm]

F = Kraft [N]

l = Stützabstand [mm]

(4) $$W = \frac{a \times h^2}{6}$$

W = Widerstandsmoment

a = Seitenlänge [mm]

h = Höhe [mm]

6.5 Berechnung des Elastizitätsmoduls

Zur Berechnung des Elastizitätsmoduls wurde das bei der Biegeprüfung entstandene Kraft-/Weg-Diagramm herangezogen und die Koordinaten in das Programm Microcal Origin V 7.5 (Northampton, USA) übertragen. Am linearen Teil des Anstiegs der Kurve nahe dem Bruchabfall, konnte mit Hilfe einer Ausgleichsgeraden der Anstieg ermittelt werden. Folgende Gleichung diente zur Berechnung des E- Moduls:

(5) $$E = \frac{F \times l^3}{f \times 4 \times b \times h^3}$$

F = Kraft [N]

l = Stützabstand [mm]

b = Probenbreite [mm]

h = Probenhöhe [mm]

f = Durchbiegung

6.6 Berechnung der kritischen Risszähigkeit

Für die Berechnung der kritischen Risszähigkeit K_{1c} existiert eine Vielzahl von Formeln. In diesem Falle kam der Rechenansatz nach ANSTIS, modifiziert nach MUNZ/FETT zum Einsatz. Die Formel lautet:

(6) $$K_{1c} = 0{,}032 \sqrt{a \times H \times \left(\frac{E}{H}\right)^{\frac{1}{2}} \times \left(\frac{c}{a}\right)^{-\frac{3}{2}}}$$

K_{1c} = Risszähigkeit [$MPam^{1/2}$]

H = Härte [N/mm^2]

a = Eindruckdiagonale [µm]

E = E-Modul [N/mm^2]

c = Risslänge [µm]

6.7 Die Weibullanalyse

Für die Weibullanalyse wurden die Biegefestigkeitswerte der metallkeramischen, der vollkeramischen sowie der reparierten Proben herangezogen. Für die Bestimmung der Weibullverteilung wurden die Biegefestigkeitswerte aufsteigend angeordnet und von 1-n nummeriert. Wenn man der Gleichung (5) folgt, kann jeder Biegefestigkeit eine Versagenswahrscheinlichkeit P zugeordnet werden.

(7) $$\mathbf{P_i = \frac{i - 0{,}5}{n}}$$

P_i = Versagenswahrscheinlichkeit

i = Prüfkörpernummer

n = Prüfkörperanzahl

Zur Ermittlung des Weibullmoduls m wurde im Weibulldiagramm InIn 1/(1-P) gegen σ aufgetragen und der Anstieg der sich daraus ergebenden Geraden bestimmt. Dabei gilt der Zusammenhang, je größer die Streuung der Festigkeitswerte ist, desto kleiner fällt der Weibullmodul aus.
Die Weibullfestigkeit σ_0 ergibt sich aus der Gleichung InIn 1/(1-P) = 0.

6.8 Statistische Auswertung

6.8.1 Wilcoxon-Test

Ein Teil der statistischen Auswertung erfolgte mit Hilfe des Wilcoxon-Tests, welcher bei geringer Anzahl der Stichproben und einer nicht gegebenen Annahme der Normalverteilung zum Einsatz kommt. Hierbei handelt es sich um einen nichtparametrischen Test zur Überprüfung, ob zwei verbundene Stichproben signifikant unterschiedlich sind. Zunächst werden die Differenzen der Messwerte nach ihren absoluten Beträgen in eine Rangreihe gebracht und die Ränge nach dem Vorzeichen der ursprünglichen Differenzen in negative und positive Ränge sowie Rangbindungen sortiert. Anschließend werden für die negativen und positiven Ränge Rangsummen und mittlere Ränge gebildet.
Die formulierte „Nullhypothese“ geht davon aus, dass sich beide Stichproben gleich verhalten, die Alternativhypothese wiederspricht dieser Annahme. Bei einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 5 % resultierte nach dem Paarvergleich ein p-Wert, der mit $p > 0{,}05$ eine Bestätigung oder $p < 0{,}05$ eine Ablehnung der Nullhypothese ergibt. Bei einem festgelegten Sinifikanzniveau von $p = 0{,}05$ ist im Falle einer Ablehnung das Ergebnis als signifikant zu bezeichnen [73].
Die Auswertung wurde mit Hilfe des Programms Microcal Origin V 8.5 (Northampton, USA) vorgenommen.

6.8.2 Kruskal-Wallis-Test

Bei dem Kruskal-Wallis-Test handelt es sich um einen nichtparametrischen Test, der zum Einsatz kommt, wenn keine Normalverteilung der Proben vorliegt.
Er dient zur Überprüfung, ob sich die zentralen Tendenzen zweier unabhängiger Stichpropen signifikant voneinander unterscheiden [73].

6.9 Reparatur der Verblendung

Zur Reparatur wurden nur die Prüfkörper verwendet, deren Verblendung bei der Dreipunkt-Biegeprüfung frakturierte. Bei einigen vollkeramischen Proben führte die Belastung ebenfalls zu einem Bruch des Gerüstes, diese wurden nicht in die Reparatur mit einbezogen.
Die Metallkeramikproben wurden in Bezug auf die Schichtstärken der Verblendung in zwei Gruppen eingeteilt (0,5 mm; 1 mm). Bei den Vollkeramikproben entstanden drei Prüfgruppen (0,5 mm; 1 mm; 2 mm). Innerhalb dieser Gruppen erfolgte eine erneute Aufteilung: die eine Hälfte wurde mit Denseo Fee, die andere Hälfte mit VITA Glaze repariert. Bei beiden Gruppen erfolgte zunächst ein leichtes Aufrauen der gesamten Verblendungsoberfläche mit einem feinen Steinchen, Modell G 8005 der Firma NTI-Kahla (Kahla, Deutschland). Nach der Dampfreinigung folgte die Trocknung durch Druckluft. Das niedrigvisköse VITA Glaze wurde als dünne Schicht mit einem feinen Pinsel gleichmäßig auf die Oberfläche aufgetragen, anschließend wurden die Proben nach der dem Ofen angepassten Brenntabelle gebrannt. Die Reparaturmasse Denseo Fee wurde mit Hilfe eines Stiftes aufgebracht, aus dessen Öffnung bereits angemischter Keramikschlicker austrat.

Abb. 6.7: Reparaturstift der Firma Denseo Applikationspinsel (oben), Übersicht (unten)

Auch in dieser Gruppe wurde die Oberfläche mit einer dünnen Schicht versehen. Analog zur optischen Bewertung des VITA Glanzbrandes wurde auch das Ergebnis der nach Herstellerangaben der Firma Denseo gebrannten Proben ausgewertet und der Brennvorgang modifiziert.

Tab. 6.5: Brenntabelle Denseo Fee

	Vt °C	→ min.	↗ min.	↗ °C/min.	Temp./°C	→ min.	VAC min.
Heilbrand	500	4.00	5.00	80	830	1.00	-
optimierter Heilbrand	500	4.00	5.00	80	880	5.00	-

Die maximale Temperatur wurde von 830 auf 880 °C erhöht sowie die Haltezeit von 1 Minute auf 5 Minuten verlängert.

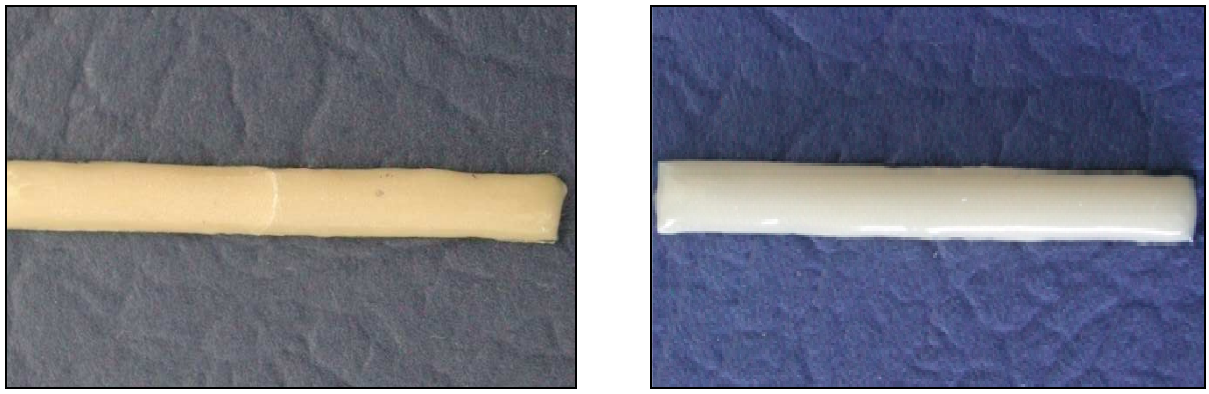


Abb. 6.8: VMK-Probe mit Frakturspalt vor (links) und nach der Reparatur (rechts)

Nach der Reparatur wurden alle für diese Untersuchung relevanten werkstoffkundlichen Parameter erneut bestimmt. Es folgte der Vergleich von Härte, Biegefestigkeit und kritischer Risszähigkeit mit den Ausgangswerten.

6.10 Optische Bewertung des Reparaturergebnisses

Zur optischen Bewertung der Reparaturergebnisse wurden unterschiedliche Darstellungsmedien gewählt. Die Aufnahmen erfolgten jeweils vor und nach der Reparatur mit Denseo Fee und VITA Glaze. Für die Prüfkörper wurden Silikonformen angefertigt und die Bruchstelle am Rand mit einem Stift markiert. Mit Hilfe dieser Anordnung war es möglich festzustellen, ob die Proben an der reparierten Stelle erneut frakturierten.

Die Proben wurden mit einer Digitalkamera des Typs CoolPix 880 (Nikon GmbH, Düsseldorf, Deutschland) fotografiert. Es wurde eine Übersichtsaufnahme des gesamten Probekörpers sowie Detailaufnahmen der frakturierten Bereiche mit aufsteigender Vergrößerung angefertigt.
Um weiterführende Informationen zum Verschluss der Defekte zu erhalten, wurden Aufnahmen mit Hilfe des Rasterelektronenmikroskops MaXim 2040S der Firma CamScan Electron Optics Ltd. (Cambridge, England) im reduzierten Vakuum und einer Anregungsenergie von 20 kV angefertigt. Das IFM Alicona ermöglichte eine dreidimensionale Darstellung der mit Reparaturmasse aufgefüllten Frakturspalten.
Die eingesetzten optischen Vergrößerungsmedien ermöglichten eine Beschreibung der Oberflächenbeschaffenheit der reparierten Prüfkörper.
Zur Bewertung des Verschlusses am Grund des Defektes wurden eine reparierte Vollkeramikprobe sowie eine metallkeramische Probe eingebettet und gesägt. Zum Einbetten diente der kaltpolymerisierende Kunststoff Technovit 4004 (Heraeus Kulzer GmbH, Hanau, Deutschland), er wurde in einem Verhältnis von 4 Gramm Pulver zu 3 ml Flüssigkeit blasenfrei vermengt. Die Politur des Kunststoffblocks erfolgte nach Aushärtung unter ständiger Wasserzufuhr an der Poliermaschine Metasinex PT 232 (Prätech, Berlin, Deutschland) mittels Sandpapierscheiben der Körnung 1000, 1500, 2000 und 4000 µm. Mit der Säge ISOMET (Buehler, Düsseldorf, Deutschland) wurde der Block in drei schmale Scheiben gesägt und die Oberflächen erneut poliert. Die Untersuchung der Schnittflächen sowie die fotografische Dokumentation erfolgten mit Hilfe des IFM und des Rasterelektronenmikroskops.

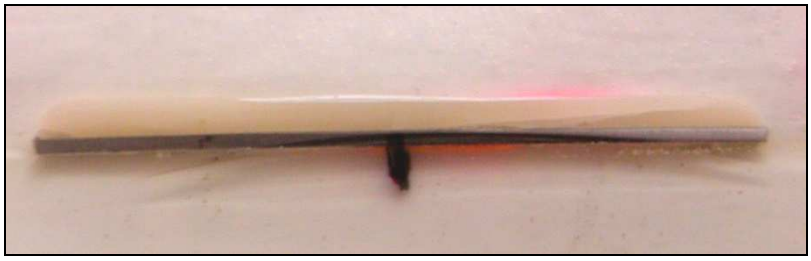


Abb. 6.8: eingebettete und gesägte VMK-Probe, Frakturstelle markiert

6.11 Verwendete Materialien im thermischer Stresstest (TWL)

Die Testung der keramisch verblendeten Kronen erfolgte in zwei Versuchsreihen. In der ersten Reihe wurden 10 Kobalt-Chrom-Kronen, welche eine Verblendung mit VITA-Keramik erhalten hatten, eingesetzt. Die Kronen wurden von der Firma Denseo zur Verfügung gestellt, die zu reparierenden Risse waren bereits enthalten.
Die Oberfläche der Keramik wurde gemäß der Arbeitsanleitung des Reparaturmaterials Denseo Fee mit einem feinen Steinchen, Modell G 8005 der Firma NTI-Kahla (Kahla, Deutschland), angeraut. Nach der Reinigung erfolgte der gleichmäßige Auftrag der Keramikmasse mittels des Reparaturstiftes. Anschließend wurden die Kronen im Ofen

Vacumat 250 der Firma VITA entsprechend der Brenntabelle nach Herstellerangaben gebrannt.

Abb. 6.9: Metallkeramikkrone mit Sprung vor der Reparatur

Um die Ergebnisse der thermischen Wechselbelastung besser bewerten zu können, wurde eine zweite Versuchsreihe durchgeführt. Das Testmaterial bestand analog zur ersten Reihe aus Metallkeramikkronen, die Verblendung erfolgte mittels Keramikmassen der Firmen VITA (Bad Säckingen, Deutschland), Heraeus (Hanau, Deutschland) und Degudent (Hanau, Deutschland). Aus jeder der drei Gruppen wurde ein Teil mit der entsprechenden Glasurmasse (VITA Glaze, Heraeus Heraceram, Degudent Duceram) und Denseo Fee repariert, der andere Teil wurde mit einem Glanzbrand versehen. Die Proben- und Reparaturverteilung kann dem folgenden Arbeitsflussdiagramm entnommen werden.

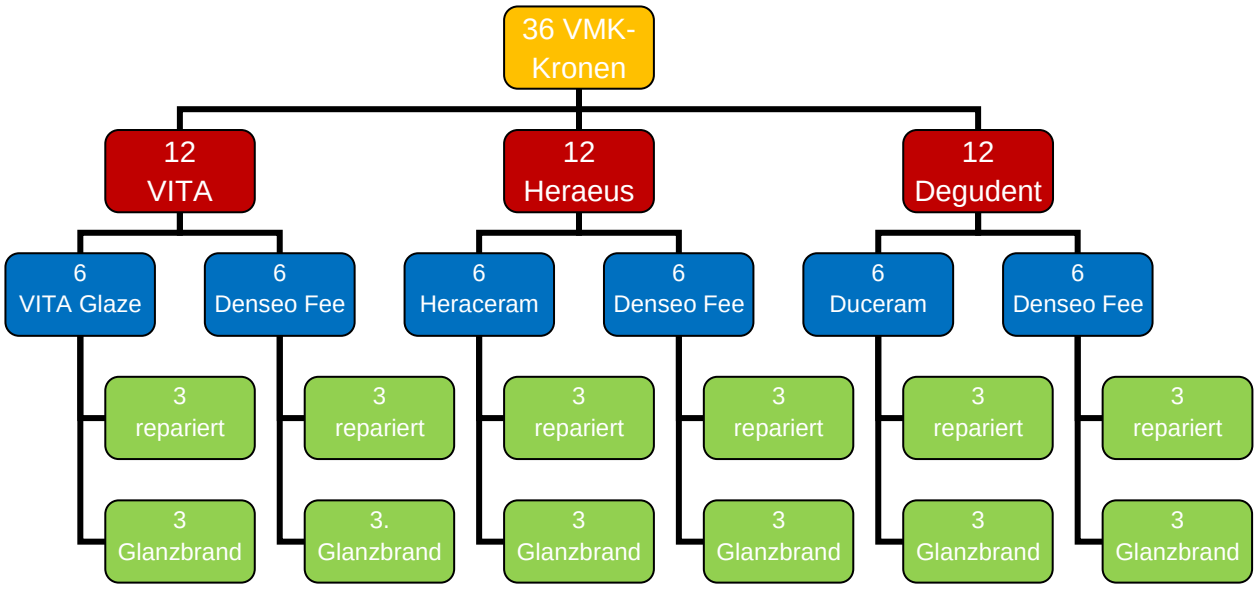


Abb. 6.10: Arbeitsflussdiagramm VMK-Kronen TWL

6.12 Thermische Wechselbelastung (TWL)

Zunächst wurden die Defekte aller Kronen vor und nach der Reparatur mit Hilfe des Lichtmikroskops Leica Wild M3Z (Wetzlar, Deutschland) untersucht und dokumentiert. Zur Testung der TWL stand ein Eigenbaugerät der Charité mit zwei Wasserbädern und einem angeschlossenen Thermostat RC 6 CP der Firma Lauda (Königshofen, Deutschland) zur Verfügung. Die thermische Wechselbelastung entstand durch das Tauchen der Proben mittels Schwenkarm in ein 5 °C kaltes und ein 55 °C warmes Becken mit destilliertem Wasser. Die Verweildauer pro Becken betrug 30 Sekunden, die Transferphase zwischen den Bädern dauerte 20 Sekunden. Insgesamt durchliefen die Prüfkörper 10.000 Zyklen. Eine erneute Betrachtung und fotografische Dokumentation der reparierten Risse und Sprünge wurde nach 2.000, 4.000, 6.000, 8.000 und 10.000 Zyklen durchgeführt.

Abb. 6.11: Gerät zur thermischen Wechselbelastung (Eigenbau der Charité) [74]

7. Ergebnisse

Im Folgenden werden die Ergebnisse der untersuchten Materialien in graphischer und tabellarischer Form dargestellt. Es ergibt sich eine Aufteilung der Werte nach dem Zustand der Proben, zum Einen in unversehrter Form (original), zum Anderen nach der Reparatur mit Denseo Fee und der Glasurmasse VITA Glaze. Die Angabe der Mittelwerte erfolgt unter Berücksichtigung der verschiedenen Gerüstmaterialien und Verblendungsschichtstärken. Die mechanischen Kennwerte Härte und Biegefestigkeit wurden experimentell bestimmt. Aus diesen Werten konnte der E-Modul, der Weibull-Modul und die Weibull-Festigkeit errechnet werden. Die Ermittlung der kritischen Risszähigkeit erfolgte mit Hilfe der gemessenen Härteeindrücke und des aus der Biegeprüfung errechneten E-Moduls.

7.1 Metallkeramische Proben (VMK)

7.1.1 Härte

Die Werte für die Härte ergeben sich aus zwei Probenreihen, welche für das Gesamtergebnis zusammengefasst wurden.

Tab. 7.1: Härte VMK, 1.Versuchsreihe

	original (MPa)		**Denseo Fee [MPa]**		**VITA Glaze [MPa]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	3826	458	7035	59	8733	1370
1	2491	360	7293	227	6873	208

Tab. 7.2: Härte VMK, 2.Versuchsreihe

	original [MPa]		**Denseo Fee [MPa]**		**VITA Glaze [MPa]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	5678	361	5748	421	5295	1265
1	6240	1344	5902	240	5858	892

Der Mittelwert für die mit einer Schichtstärke von 0,5 mm verblendeten Prüfkörper im originalen Zustand beträgt 5288 MPa, die Härte der mit 1 mm verblendeten Proben liegt im Mittel bei 5303 MPa. Damit ergeben sich ähnliche Werte wie die in der Literatur

angegebene Härte von 5000 MPa. Eine Annäherung an den Idealwert konnte bei den reparierten Proben erreicht werden. Bei einer Verblendschichtstärke von 0,5 mm ergab sich für die mit Denseo Fee reparierten Proben eine Härte von 6034 MPa, für die VITA Glaze Prüfgruppe 6059 MPa.

Tab. 7.3: Härte VMK, Gesamtergbnis

	original [MPa]		**Denseo Fee [MPa]**		**VITA Glaze [MPa]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	**5288**	859	6034	674	6059	1932
1	5303	2032	**6211**	652	6083	896

Die größte Härte von 6211 MPa wurde bei mit Denseo Fee reparierten Proben mit einer Verblendung von 1 mm gemessen. Den niedrigsten Wert, 5288 MPa, zeigten die Prüfkörper im originalen Zustand, welche mit einer Stärke von 0,5 mm verblendet wurden.

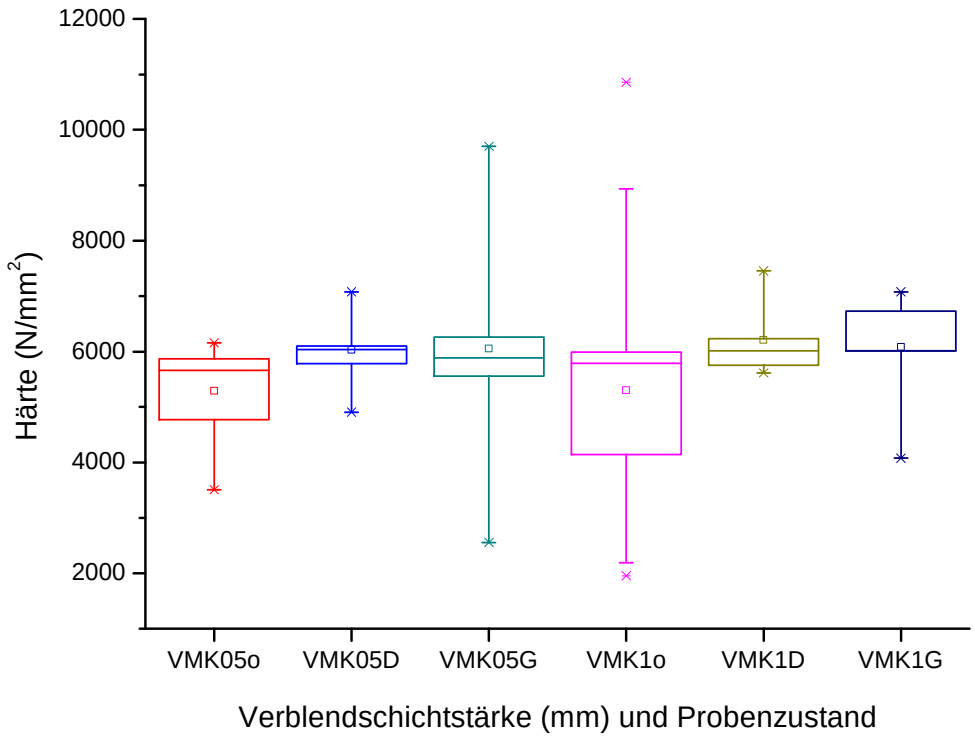


Abb. 7.1 Härte der metallkeramischen Prüfkörper (VMK) in Abhängigkeit vom Probenzustand (o = original; D = repariert mit Denseo Fee; G = repariert mit VITA Glaze) und der Verblendschichtstärke (05 = 0,5 mm; 1 = 1 mm)

7.1.2 Biegefestigkeit

Die Werte für die Biegefestigkeit ergeben sich aus zwei Probenreihen, welche für das Gesamtergebnis zusammengefasst wurden.

Tab. 7.4: Biegefestigkeitswerte VMK, 1.Versuchsreihe

	original [MPa]		**Denseo Fee [MPa]**		**VITA Glaze [MPa]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	231,4	55,4	186,4	75,7	218	43,5
1	166,6	54,2	175,6	16	151,2	36,3

Tab. 7.5: Biegefestigkeitswerte VMK 2.Versuchsreihe

	original [MPa]		**Denseo Fee [MPa]**		**VITA Glaze [MPa]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	180,6	45,3	172,2	52	182,1	10,2
1	133,8	20,7	125,8	20	115	10,5

Die mit Hilfe des Dreipunkt-Biegeversuchs ermittelte Biegefestigkeit liegt im originalen Probenzustand mit 0,5 mm Verblenddicke bei 192 MPa und bildet somit den maximalen Mittelwert. Nach der Reparatur ergab sich für Denseo Fee ein Wert von 175 MPa und für VITA Glaze von 190 MPa. Auch der niedrigste Wert in Höhe von 123 MPa bei der mit VITA Glaze reparierten Probe befindet sich noch im Normbereich der für Verblendkeramiken geforderten Biegefestigkeit von 123 MPa.

Tab. 7.6: Biegefestigkeitswerte VMK, Gesamtergebnis

	original [MPa]		**Denseo Fee [MPa]**		**VITA Glaze [MPa]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	**192**	50,9	175	52,7	190	23,9
1	142	33,9	137	28,6	**123**	22,4

Die Biegefestigkeit nahm mit Verdoppelung der Verblendstärke ab. Die Werte reduzierten sich bei den originalen Prüfkörpern auf 142 MPa und in der Denseo Fee bzw. VITA Glaze Prüfgruppe auf 137 MPa bzw. 123 MPa.

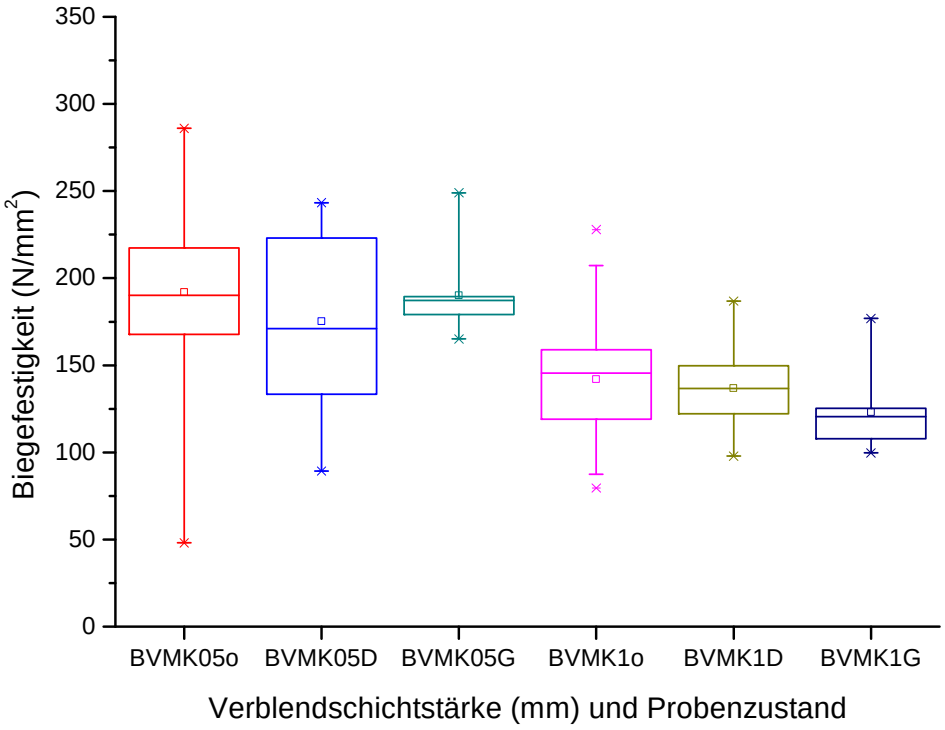


Abb. 7.2: Biegefestigkeit der metallkeramischen Proben (BVMK) in Abhängigkeit von der Stärke der Verblendung (05 = 0,5 mm; 1 = 1 mm) und dem Zustand des Prüfkörpers (o = original; D = repariert mit Denseo Fee; G = repariert mit VITA Glaze)

Die folgenden Grafiken zeigen den Zusammenhang der Biegefestigkeit in Abhängigkeit von der Verblendschichtstärke für die einzelnen Probenzustände. Es wird ein deutlicher Zusammenhang zwischen der Biegefestigkeit und der Dicke der Verblendung sichtbar, mit steigender Schichtstärke sinkt der Wert für die Biegefestigkeit.

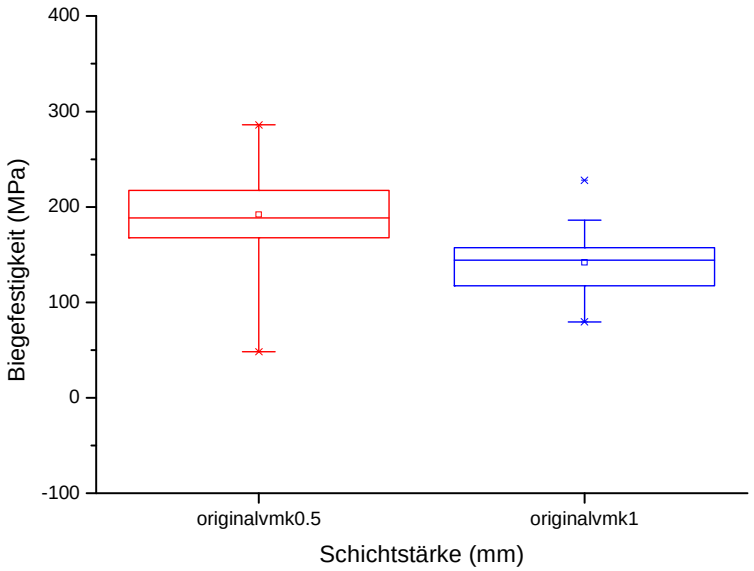


Abb. 7.3: Biegefestigkeit von originalen VMK-Proben in Abhängigkeit von der Schichtstärke der Verblendung (0.5 = 0,5 mm; 1 = 1 mm)

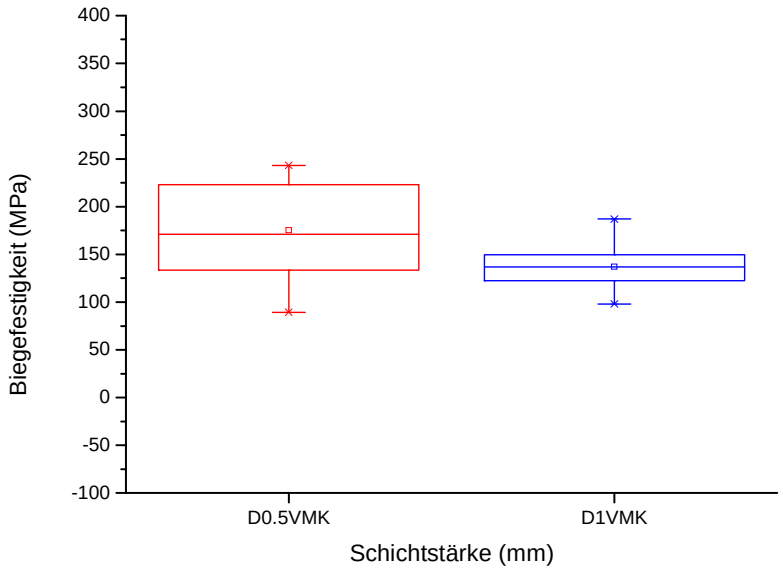


Abb. 7.4: Biegefestigkeit von Proben, die mit Denseo Fee repariert wurden (D) in Abhängigkeit von der Verblendungsdicke (0,5 = 0,5 mm; 1 = 1 mm)

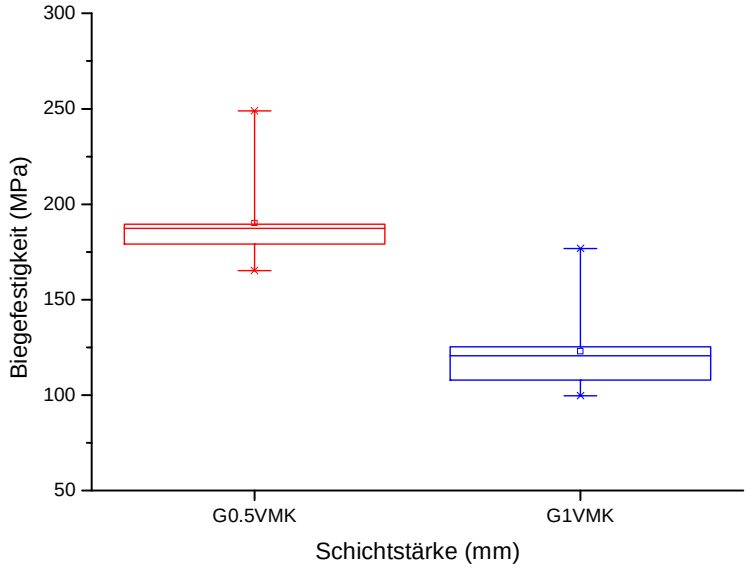


Abb. 7.5: Biegefestigkeit der mit VITA Glaze reparierten Proben (G) in Abhängigkeit von der Schichtstärke der Verblendung (0,5 = 0,5 mm; 1 = 1 mm)

7.1.3 E-Modul

Als Grundlage zur Berechnung des E-Moduls diente die in Kapitel 6.5 beschriebene Formel. Es ergab sich ein mittlerer Wert für die intakten Proben von 1567 MPa. Die auf diesem Wege erhaltenen Einzelwerte für jeden Prüfkörper konnten zur Bestimmung der kritischen Risszähigkeit herangezogen werden.

Tab. 7.6: E-Modul VMK

	original [MPa]		**Denseo Fee [MPa]**		**VITA Glaze [MPa]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	1969	1467	**2214,5**	643	1939,4	1094,2
1	**1156**	809,7	1458,3	800,7	1296,1	657,4

7.1.4 Weibull-Analyse

In der folgenden Tabelle sind die ermittelten Werte für den Weibullmodul m, und die Weibullfestigkeit σ_0, aufgeführt. Der größte Weibullmodul kann den mit VITA Glaze reparierten Proben mit einer Verblendschichtstärke von 0,5 mm zugeordnet werden. Den kleinsten Wert erreichten die originalen Prüfkörper der gleichen Schichtstärke. Die geringste Weibullfestigkeit wurde bei 1 mm Verblendung und Reparatur mit VITA Glaze gemessen. Die größte Weibullfestigkeit erreichten die originalen Proben mit einer Keramikschicht von 0,5 mm.

Tab. 7.6: Weibullfestigkeit, Biegefestigkeit und Weibullmodul für die VMK-Proben bei einer Verblendungsschichtstärke von 0,5 mm

Probenzustand	Weibull-Modul m	σ [MPa]	σ_0 [MPa]
original	2,97	192	220,5
Rep. mit Denseo Fee	3,64	175	194,7
Rep. mit VITA Glaze	8,62	190	201,4

Tab. 7.7: Weibullfestigkeit, Biegefestigkeit und Weibullmodul für die VMK-Proben bei einer Verblendungsschichtstärke von 1 mm

Probenzustand	Weibull-Modul m	σ [MPa]	σ_0 [MPa]
original	5,04	142	154,7
Rep. mit Denseo Fee	5,6	137	148,1
Rep. mit VITA Glaze	6,34	123	132,6

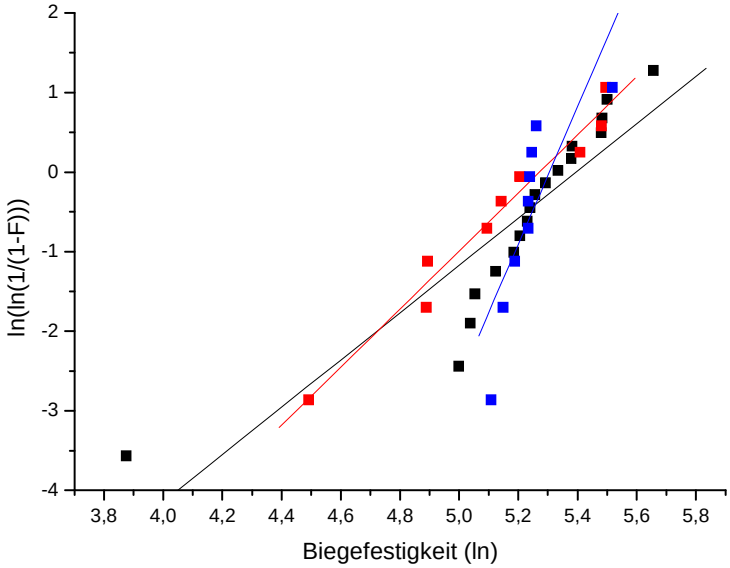


Abb. 7.6: Weibullplot für die gemessenen Metallkeramikproben im originalen Zustand (schwarz) und nach der Reparatur mit Denseo Fee (rot) bzw. VITA Glaze (blau), Verblendschichtstärke: 0,5 mm.

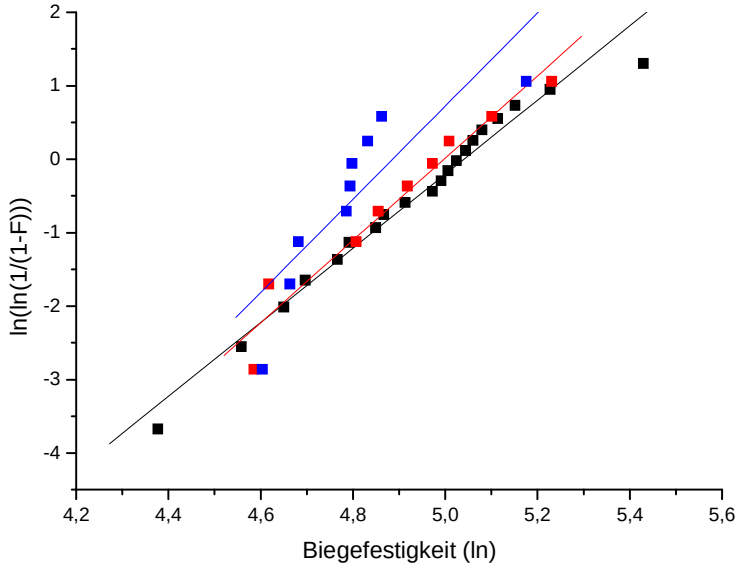


Abb. 7.7: Weibullplot für die Prüfkörper mit einer 1 mm dicken Verblendung, auch hier Aufteilung in originale Proben (schwarz) und mit Denseo Fee (rot) und VITA Glaze (blau) reparierte Proben.

7.1.5 Kritische Risszähigkeit

Die kritische Risszähigkeit K_{1c} wurde mit Hilfe der Formel (6) berechnet. Die Werte ergeben sich aus zwei Probenreihen, welche für das Gesamtergebnis zusammengefasst wurden.

Tab. 7.8: Kritische Risszähigkeit VMK, 1.Versuchsreihe

	original [MPam^{½}]		**Denseo Fee [MPam^{½}]**		**VITA Glaze [MPam^{½}]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	0,49	0,02	0,36	0,07	0,47	0,13
1	0,45	0,09	0,35	0,07	0,43	0,04

Tab. 7.9: Kritische Risszähigkeit VMK, 2.Versuchsreihe

	original [MPam^{½}]		**Denseo Fee [MPam^{½}]**		**VITA Glaze [MPam^{½}]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	0,24	0,1	0,19	0,03	0,23	0,08
1	0,17	0,03	0,15	0,04	0,21	0,04

Der niedrigste Wert für die kritische Risszähigkeit mit 0,233 MPam^{½} wurde für die mit 1 mm Verblendung hergestellten Prüfkörper im originalen Zustand ermittelt. Der Maximalwert beträgt 0,322 MPam^{½} und wurde nach der Reparatur mit VITA Glaze erzielt.

Tab. 7.10: Kritische Risszähigkeit VMK, Gesamtergebnis

	original [MPam^{½}]		**Denseo Fee [MPam^{½}]**		**VITA Glaze [MPam^{½}]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	0,294	0,13	0,292	0,21	**0,322**	0,19
1	**0,233**	0,12	0,252	0,2	0,291	0,17

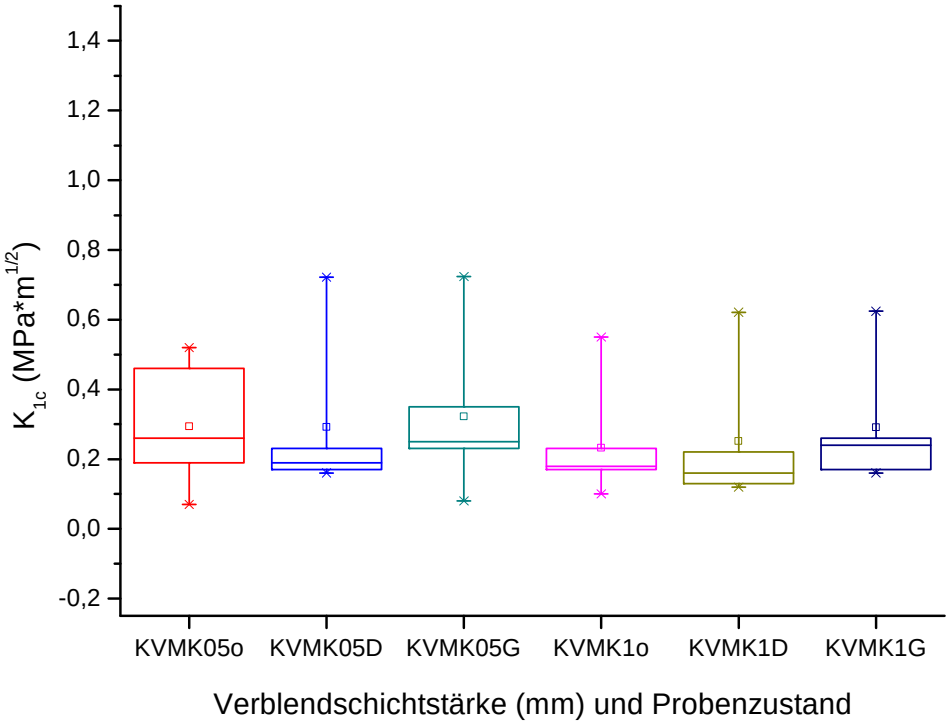


Abb. 7.8: Kritische Risszähigkeit der metallkeramischen Prüfkörper (KVMK) in Abhängigkeit von der Verblendschichtstärke (05 = 0,5 mm; 1 = 1 mm) und dem Zustand der Proben (o = original; D = repariert mit Denseo Fee; G = repariert mit VITA Glaze)

7.1.6 statistische Auswertung

7.1.6.1 Wilcoxon-Test

Nachfolgende Tabellen zeigen die statistische Auswertung der Werte der werkstoffkundlichen Prüfung vor und nach der Reparatur mit Hilfe des Wilcoxon-Tests. Ausgehend von der Annahme, dass sich bei einem Niveau von 0,05 die beiden Verteilungen nicht signifikant unterscheiden, zeigt die Auswertung, dass es nur bei der Bestimmung der Biegefestigkeit nach der Reparatur mit VITA Glaze zu einer signifikanten Abweichung vom Originalwert gekommen ist.

Tab. 7.11: Härte VMK, 1. und 2.Versuchsreihe, Gesamtergebnis

1.Versuchsreihe	**Denseo Fee**		**VITA Glaze**	
original	0,125	nicht signifikant	0,125	nicht signifikant
2.Versuchsreihe				
original	0,541	nicht signifikant	0,357	nicht signifikant
Gesamtergebnis				
original	0,056	nicht signifikant	0,551	nicht signifikant

Tab. 7.12: Biegefestigkeit VMK, 1. und 2.Versuchsreihe, Gesamtergebnis

1.Versuchsreihe	**Denseo Fee**		**VITA Glaze**	
original	0,625	nicht signifikant	0,875	nicht signifikant
2.Versuchsreihe				
original	0,807	nicht signifikant	**0,011**	**signifikant**
Gesamtergebnis				
original	0,522	nicht signifikant	**0,026**	**signifikant**

Tab. 7.13: Kritische Risszähigkeit VMK, 1. und 2.Versuchsreihe, Gesamtergebnis

1.Versuchsreihe	**Denseo Fee**		**VITA Glaze**	
original	0,25	nicht signifikant	0,625	nicht signifikant
2.Versuchsreihe				
original	0,138	nicht signifikant	0,169	nicht signifikant
Gesamtergebnis				
original	0,33	nicht signifikant	0,553	nicht signifikant

7.1.6.2 Kruskal-Wallis-Test

Vergleicht man die Ergebnisse der mechanischen Kennwerte nach Reparatur mit Denseo Fee und VITA Glaze, so zeigt sich bei einem Signifikanzniveau von 0,05 kein signifikanter Unterschied.

Tab. 7.14: Vergleich der Härte der VMK-Proben

1.Versuchsreihe	**Denseo Fee**	
VITA Glaze	0,391	nicht signifikant
2.Versuchsreihe		
VITA Glaze	0,403	nicht signifikant
Gesamtergebnis		
VITA Glaze	0,406	nicht signifikant

Tab. 7.15: Vergleich der Biegefestigkeit der VMK-Proben

1.Versuchsreihe	**Denseo Fee**	
VITA Glaze	0,391	nicht signifikant
2.Versuchsreihe		
VITA Glaze	0,371	nicht signifikant
Gesamtergebnis		
VITA Glaze	0,391	nicht signifikant

Tab. 7.16: Vergleich der kritischen Risszähigkeiten der VMK-Proben

1.Versuchsreihe	**Denseo Fee**	
VITA Glaze	0,391	nicht signifikant
2.Versuchsreihe		
VITA Glaze	0,465	nicht signifikant
Gesamtergebnis		
VITA Glaze	0,260	nicht signifikant

7.2 Vollkeramische Proben (VK)

7.2.1 Härte

Für das Gesamtergebnis der Härte wurden die Werte der 1. und 2.Versuchsreihe zusammengefasst.

Tab. 7.17: Härte VK, 1.Versuchsreihe

	original [MPa]		**Denseo Fee [MPa]**		**VITA Glaze [MPa]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	8795	3877	5381	1112	5783	119,5
1	8209	2514	5961	467	6433	137,8
2	7683	1079	6471	-	5678	-

Tab. 7.18: Härte VK, 2.Versuchsreihe

	original [MPa]		**Denseo Fee [MPa]**		**VITA Glaze [MPa]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	6088	561	6334	189	5631	671
1	5929	910	6485	916	6348	569
2	5782	1319	5775	599	6385	665

Die größte Härte weisen die originalen Proben mit einer Verblendung von 0,5 mm auf, die niedrigsten Werte wurden nach der Reparatur mit VITA Glaze bei gleicher Verblendschichtstärke erzielt.

Tab. 7.19: Härte VK, Gesamtergebnis

	original [MPa]		**Denseo Fee [MPa]**		**VITA Glaze [MPa]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	**6990**	2498,56	5952	853,6	**5691**	484,9
1	6689	1890,9	6261	755,4	6382	411
2	6565	1531,4	6054	747,4	6243	656,6

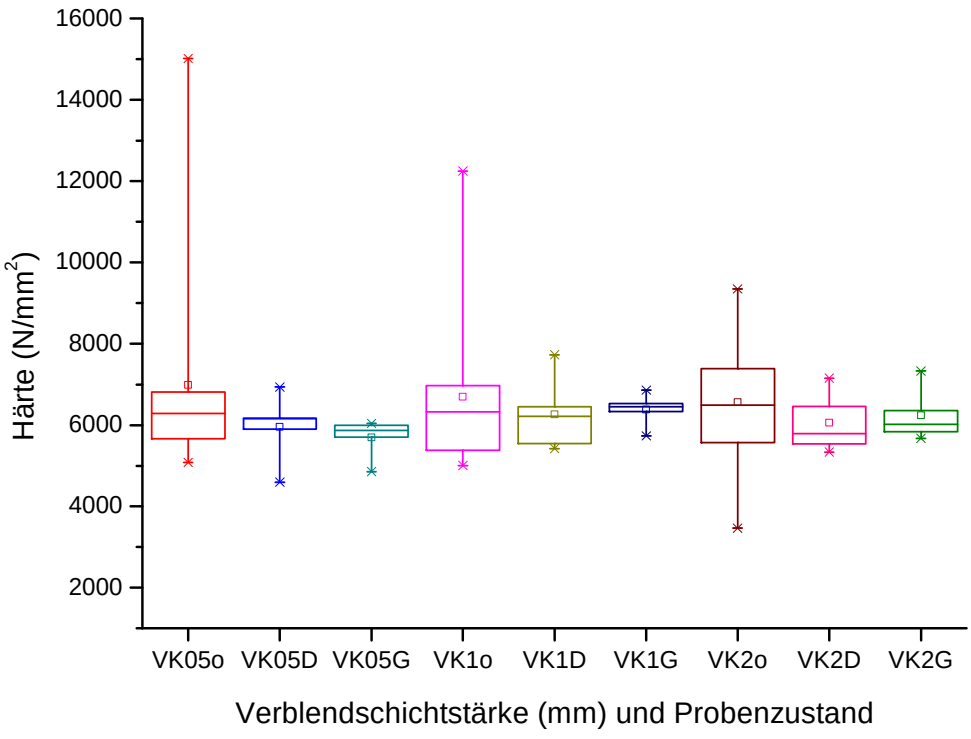


Abb. 7.9: Härte vollkeramischer Prüfkörper (VK) in Abhängigkeit von der Verblendschichtstärke (05 = 0,5 mm; 1 = 1 mm; 2 = 2 mm) und dem Zustand (o = original; D = repariert mit Denseo Fee; G = repariert mit VITA Glaze)

7.2.2 Biegefestigkeit

Für das Gesamtergebnis der Biegefestigkeit wurden die Werte der 1. und 2.Versuchsreihe zusammengefasst.

Tab. 7.20: Biegefestigkeitswerte VK, 1.Versuchsreihe

	original [MPa]		**Denseo Fee [MPa]**		**VITA Glaze [MPa]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	239,9	37,5	246	20	242,9	62,5
1	178,7	15,5	139	1,77	123,4	1,9
2	128,4	12,2	78,7	61,2	104,9	-

Tab. 7.21: Biegefestigkeitswerte VK, 2.Versuchsreihe

	original [MPa]		**Denseo Fee [MPa]**		**VITA Glaze [MPa]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	248	74	188,9	59	290	83,3
1	156,9	36,5	134,5	53	140	38,9
2	111,9	17,5	27,7	8,2	112,2	6,9

Die Prüfkörper der unbehandelten Gruppe erreichten einen mittleren Biegefestigkeitswert von 176 MPa und liegen somit über dem in der Literatur angegebenen Normwert von 123 MPa. Nach der Reparatur mit VITA Glaze bleibt die Biegefestigkeit mit einem Wert von 172 MPa nahezu konstant, ein leichter Abfall des Mittelwertes, 132 MPa, ist bei der Anwendung von Denseo Fee zu verzeichnen.

Tab. 7.22: Biegefestigkeitswerte VK, Gesamtergebnis

	original [MPa]		**Denseo Fee [MPa]**		**VITA Glaze [MPa]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	245	62,7	212	53,2	**271**	68,7
1	164	32,2	136	38,1	133	15
2	119	17,3	**48**	30	111	6,8

Die größte Biegefestigkeit von 271 MPa zeigten die mit VITA Glaze reparierten Prüfkörper, den niedrigsten Mittelwert in Höhe von 48 MPa ergab die Reparatur mit Denseo Fee bei der maximalen Verblendschichtstärke von 2 mm.

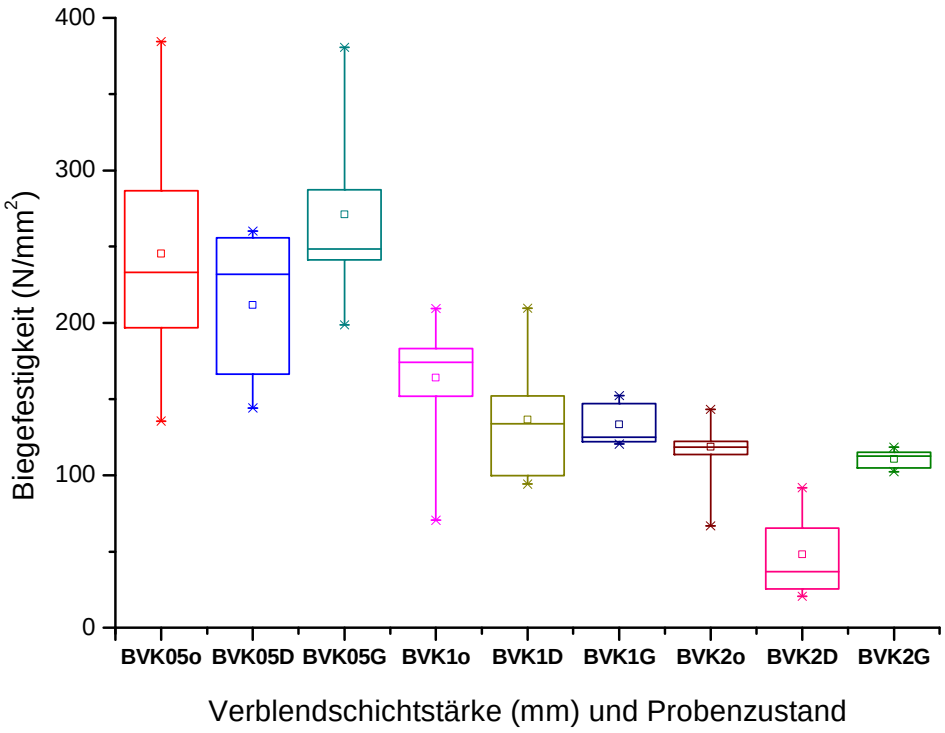


Abb. 7.10: Biegefestigkeit der vollkeramischen Prüfkörper (BVK) in Abhängigkeit von der Verblendschichtstärke (05 = 0,5 mm; 1 = 1 mm; 2 = 2 mm) und dem Zustand (o = original; D = repariert mit Denseo Fee; G = repariert mit VITA Glaze)

Es ergibt sich eine starke Streuung der Biegefestigkeiten.
Stellt man die Abhängigkeit der Biegefestigkeit von der Verblendschichtstärke für die unterschiedlich behandelten Prüfkörper separat da, so wird deutlich, dass die Biegefestigkeit aller Proben mit steigender Stärke der Verblendung abnimmt.

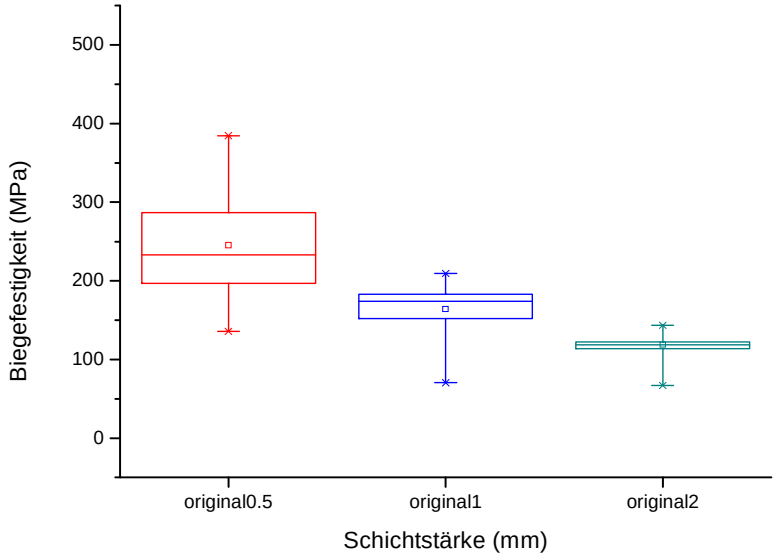


Abb. 7.11: Biegefestigkeit der originalen Prüfkörper bei einer Verblendschichtstärke von 0,5 mm, 1 mm und 2 mm

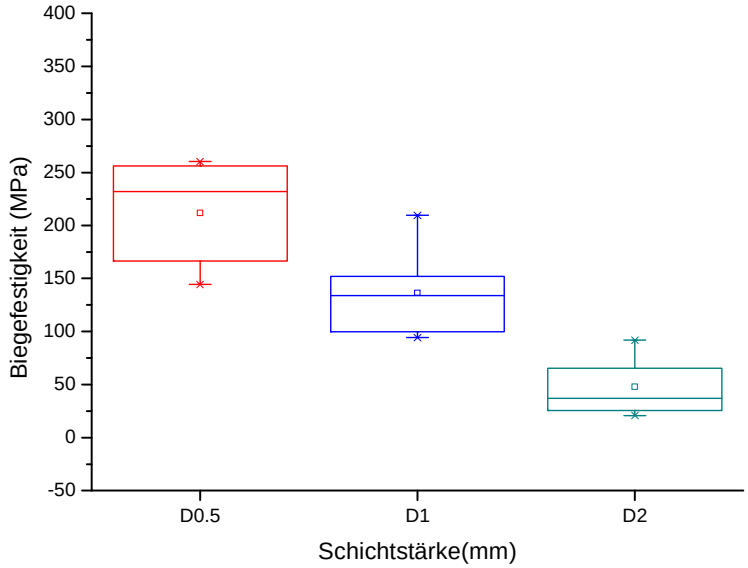


Abb. 7.12: Biegefestigkeit der mit Denseo Fee reparierten Prüfkörper (D) bei einer Verblendschichtstärke von 0,5 mm, 1 mm und 2 mm

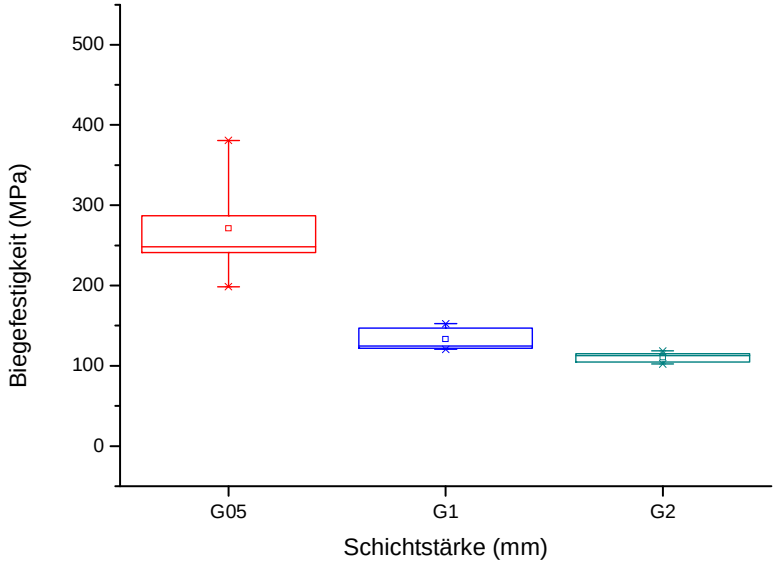


Abb. 7.13: Biegefestigkeitswerte nach Reparatur mit VITA Glaze (G) in Abhängigkeit der Verblendschichtstärke (0,5 mm, 1 mm und 2 mm)

7.2.3 E-Modul

Analog zu den metallkeramischen Proben wurde der E-Modul mit Hilfe der in Kapitel 6.5 aufgeführten Formel berechnet. Der kleinste E-Modul wurde für die Proben im originalen Zustand mit einer Verblendung von 2 mm ermittelt. Den größten Wert erzielten die mit 1 mm verblendeten Prüfkörper nach der Reparatur mit VITA Glaze. Es wird die Tendenz sichtbar, dass der E-Modul mit Erhöhung der Verblendschichtstärke abnimmt.

Tab. 7.23: E-Modul VK

	original [MPa]		**Denseo Fee [MPa]**		**VITA Glaze [MPa]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	22481,4	5430,7	26841,5	17599,2	20637,4	14258,6
1	15262,2	3619,2	23494,8	15182,5	31259,6	24668,6
2	6768,2	2206,5	19762	21801,5	16456,7	16930,3

7.2.4 Weibull-Analyse

In den folgenden Tabellen wurde die Weibullfestigkeit σ_0 der mittleren Biegefestigkeit σ gegenübergestellt. Aus dem Schnittpunkt der Ausgleichsgeraden mit der x-Achse konnten die Weibull-Festigkeiten ermittelt werden. Diese ergaben für alle Prüfkörper höhere Werte als die durchschnittlich erhaltenen Biegefestigkeiten. Der größte Weibullmodul wurde für die mit VITA Glaze reparierten Proben bei einer Verblendungsschichtstärke von 2 mm errechnet.

Tab. 7.24: Weibullmodul, Weibullfestigkeit und Biegefestigkeit der VK-Proben bei einer Verblendungsschichtstärke von 0,5 mm

Probenzustand	**Weibull-Modul m**	**σ [MPa]**	**σ_0 [MPa]**
original	4,65	245	268,6
Rep. mit Denseo Fee	4,21	212	233
Rep. mit VITA Glaze	4,63	271	299,4

Tab. 7.25: Weibullmodul, Weibullfestigkeit und Biegfestigkeit der VK-Proben bei einer Verblendungsschichtstärke von 1 mm

Probenzustand	**Weibull-Modul m**	**σ [MPa]**	**σ_0 [MPa]**
original	4,41	164	182
Rep. mit Denseo Fee	4,21	136	151
Rep mit VITA Glaze	9,26	124	140

Tab. 7.26: Weibullmodul, Weibullfestigkeit und Biegfestigkeit der VK-Proben bei einer Verblendungsschichtstärke von 2 mm

Probenzustand	**Weibull-Modul m**	**σ [MPa]**	**σ_0 [MPa]**
original	6,63	119	128,2
Rep. mit Denseo Fee	1,79	48	56
Rep mit VITA Glaze	18,44	111	113,9

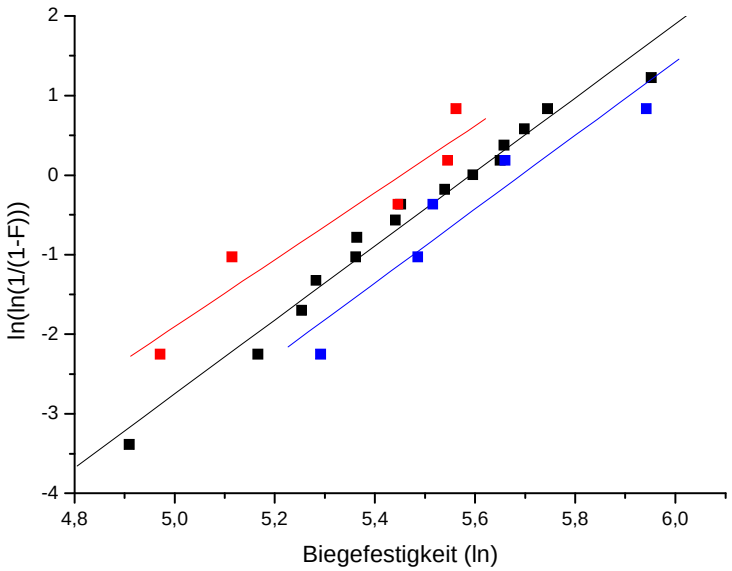


Abb. 7.14: Weibull-Diagramm, unterschiedliche Probenzustände (schwarz = original; rot = repariert mit Denseo Fee; blau = repariert mit VITA Glaze) bei 0,5 mm Verblendung

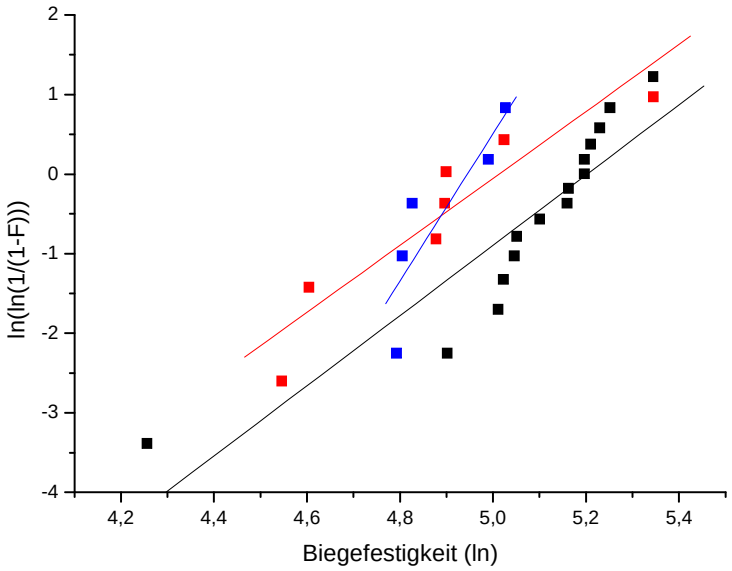


Abb. 7.15: Weibullplot für die Verblendschichtstärke 1 mm und unterschiedliche Zustände der Prüfkörper (schwarz = original; rot = repariert mit Denseo Fee; blau = repariert mit VITA Glaze)

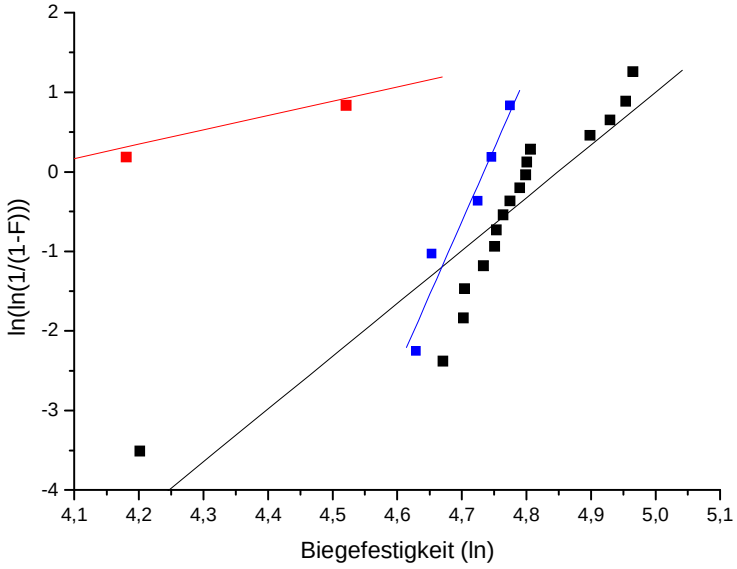


Abb. 7.16: Weibullplot der Prüfkörper in originalem und repariertem Zustand (schwarz = original; rot = repariert mit Denseo Fee; blau = repariert mit VITA Glaze) bei einer Verblendschichtstärke von 2 mm

7.2.5 Kritische Risszähigkeit

Für das Gesamtergebnis der kritischen Risszähigkeit wurden die Werte der 1. und 2.Versuchsreihe zusammengefasst.

Tab. 7.27: Kritische Risszähigkeit VK, 1.Versuchsreihe

	original [MPam^{½}]		**Denseo Fee [MPam^{½}]**		**VITA Glaze [MPam^{½}]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	0,94	0,17	0,4	0,01	0,83	0,33
1	0,45	0,21	0,36	0,11	0,47	0,11
2	0,34	0,07	0,15	0,06	0,26	-

Tab. 7.28: Kritische Risszähigkeit VK, 2.Versuchsreihe

	original [MPam^{½}]		**Denseo Fee [MPam^{½}]**		**VITA Glaze [MPam^{½}]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	0,6	0,07	0,27	0,15	0,62	0,45
1	0,49	0,09	0,27	0,06	0,87	0,3
2	0,32	0,11	0,18	0,03	0,5	0,25

Tab. 7.29: Kritische Risszähigkeit VK, Gesamtergebnis

	original [MPam^{½}]		**Denseo Fee [MPam^{½}]**		**VITA Glaze [MPam^{½}]**	
Verbl. [mm]	MW	Stabw.	MW	Stabw.	MW	Stabw.
0,5	**0,714**	0,19	**0,328**	0,12	0,706	0,33
1	0,525	0,14	0,359	0,12	0,706	0,23
2	0,326	0,05	0,362	0,41	0,448	0,23

Die originalen Proben mit 0,5 mm Verblendung erreichten mit einem Wert von 0,714 MPam^{½} die höchste kritische Risszähigkeit. Bei gleicher Verblendschichtstärke erzielten die Prüfkörper nach Reparatur mit Denseo Fee nur eine Risszähigkeit von 0,328 MPam^{½}.

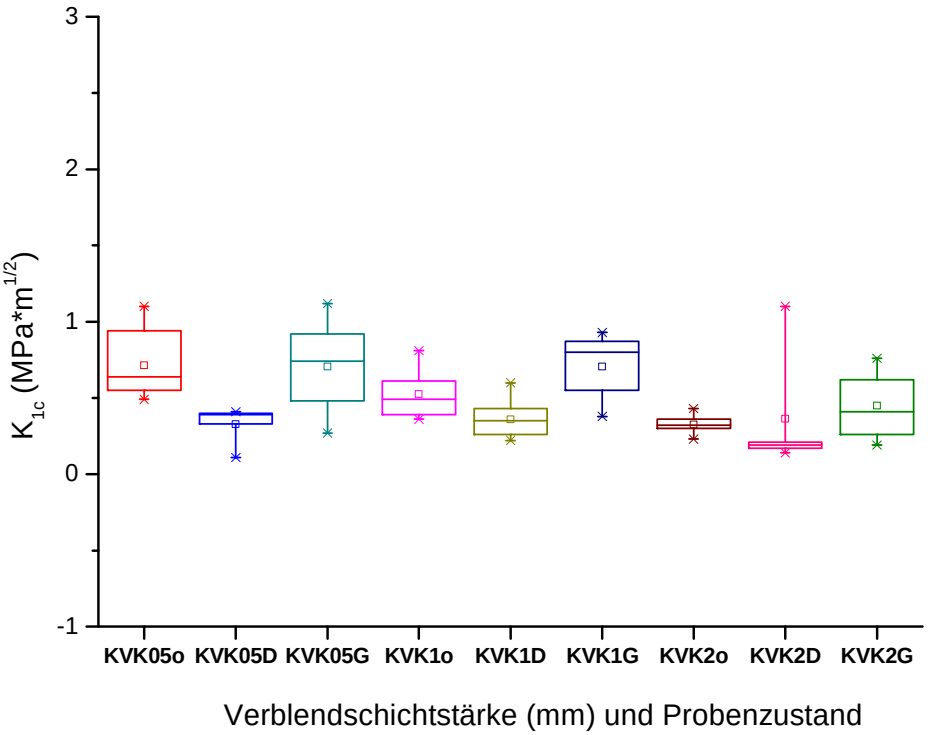


Abb. 7.17: Kritische Risszähigkeit der vollkeramischen Proben (KVK) in Abhängigkeit von der Verblendschichtstärke (05 = 0,5 mm; 1 = 1 mm; 2 = 2 mm) und dem Zustand (o = original; D = repariert mit Denseo Fee; G = repariert mit VITA Glaze).

Es ist eine große Streuung der Werte in Bezug auf den Zustand der Proben zu erkennen. Erhöht man die Schichtstärke der Verblendung, so ergibt sich ein deutlich niedrigerer Wert für die Risszähigkeit.

7.2.6 statistische Auswertung

7.2.6.1 Wilcoxon-Test

Nachstehenden Tabellen sind die statistischen Auswertungen der werkstoffkundlichen Prüfungen der vollkeramischen Proben vor und nach der Reparatur mit Denseo Fee und VITA Glaze zu entnehmen. Bei einem Niveau von 0,05 sind die beiden Verteilungen als nicht signifikant zu bewerten. Die Tabelle der kritischen Risszähigkeit zeigt, dass es im Gesamtergebnis nach der Reparatur mit Denseo Fee zu einer signifikanten Abweichung der Werte gekommen ist.

Tab. 7.30: Härte VK, 1. und 2.Versuchsreihe,Gesamtergebnis

1.Versuchsreihe	**Denseo Fee**		**VITA Glaze**	
original	**0,015**	**signifikant**	0,125	nicht signifikant
2.Versuchsreihe				
original	0,193	nicht signifikant	1	nicht signifikant
Gesamtergebnis				
original	0,746	nicht signifikant	0,276	nicht signifikant

Tab. 7.31: Biegefestigkeit VK, 1. und 2.Versuchsreihe,Gesamtergebnis

1.Versuchsreihe	**Denseo Fee**		**VITA Glaze**	
original	0,109	nicht signifikant	0,312	nicht signifikant
2.Versuchsreihe				
original	0,193	nicht signifikant	0,921	nicht signifikant
Gesamtergebnis				
original	0,139	nicht signifikant	0,488	nicht signifikant

Tab. 7.32: Kritische Risszähigkeit VK, 1. und 2.Versuchsreihe,Gesamtergebnis

1.Versuchsreihe	**Denseo Fee**		**VITA Glaze**	
original	**0,015**	**signifikant**	0,312	nicht signifikant
2.Versuchsreihe				
original	**0,037**	**signifikant**	0,101	nicht signifikant
Gesamtergebnis				
original	**0,040**	**signifikant**	0,269	nicht signifikant

7.6.2.2 Kruskal-Wallis-Test

Tab. 7.33: Härte VK, 1. und 2.Versuchsreihe

1.Versuchsreihe	**Denseo Fee**	
VITA Glaze	0,046	nicht signifikant
2.Versuchsreihe		
VITA Glaze	0,437	nicht signifikant
Gesamtergebnis		
VITA Glaze	0,406	nicht signifikant

Tab. 7.34: Biegefestigkeit VK ,1. und 2.Versuchsreihe

1.Versuchsreihe	**Denseo Fee**	
VITA Glaze	0,316	nicht signifikant
2.Versuchsreihe		
VITA Glaze	0,437	nicht signifikant
Gesamtergebnis		
VITA Glaze	0,406	nicht signifikant

Tab. 7.35: Kritische Risszähigkeit VK, 1. und 2.Versuchsreihe

1.Versuchsreihe	**Denseo Fee**	
VITA Glaze	0,406	nicht signifikant
2.Versuchsreihe		
VITA Glaze	0,437	nicht signifikant
Gesamtergebnis		
VITA Glaze	0,626	nicht signifikant

7.3 Optische Auswertung

7.3.1 Bewertung der Oberfläche

Die optische Auswertung des Reparaturergebnisses erfolgte zunächst ohne vergrößernde Medien. Es zeigte sich nach dem Reparaturbrand bei allen Proben eine glatte und gleichmäßige Oberfläche. Teilweise war ein farblicher Unterschied zwischen der originalen Verblendung und dem reparierten Bereich erkennbar. Auch die Aufnahme und Vergrößerung mit Hilfe einer Digitalkamera bestätigte die Vermutung, dass der Riss an der Oberfläche nicht mehr sichtbar war.

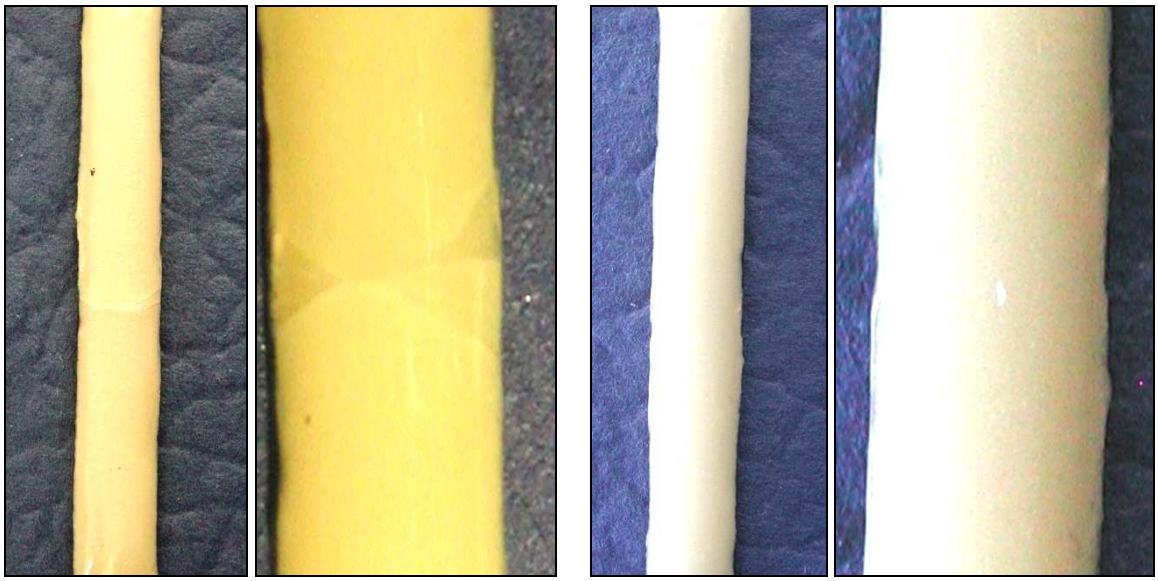


Abb. 7.18: VMK-Probe mit 1 mm Verblendung, vor (links) und nach der Reparatur mit Denseo Fee (rechts); Digitalkamera, Übersichtsaufnahme und mit 4-facher Vergrößerung

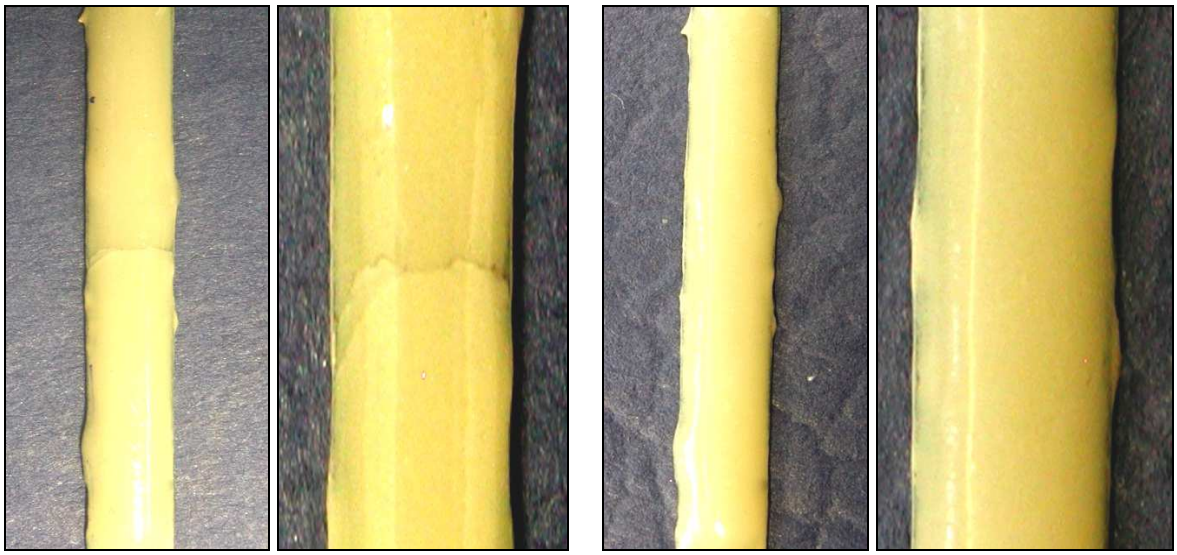


Abb. 7.19: VMK-Probe mit 1 mm Verblendung, vor (links) und nach Reparatur mit VITA Glaze (rechts) in der Übersicht und mit 4-facher Vergrößerung

Ein Vergleich der mit Hilfe des Dreipunkt-Biegeversuches erzeugten Bruchstelle zeigte, dass die Prüfkörper nach der Reparatur immer an der gleichen, reparierten Stelle brachen.

Um die Oberfläche der reparierten Risse genauer bewerten zu können, wurden die Proben zusätzlich mit dem IFM Alicona und dem Rasterelektronenmikroskop untersucht. Die dreidimensionale Darstellung zeigte Erhebungen im Bereich des reparierten Bruchspaltes.

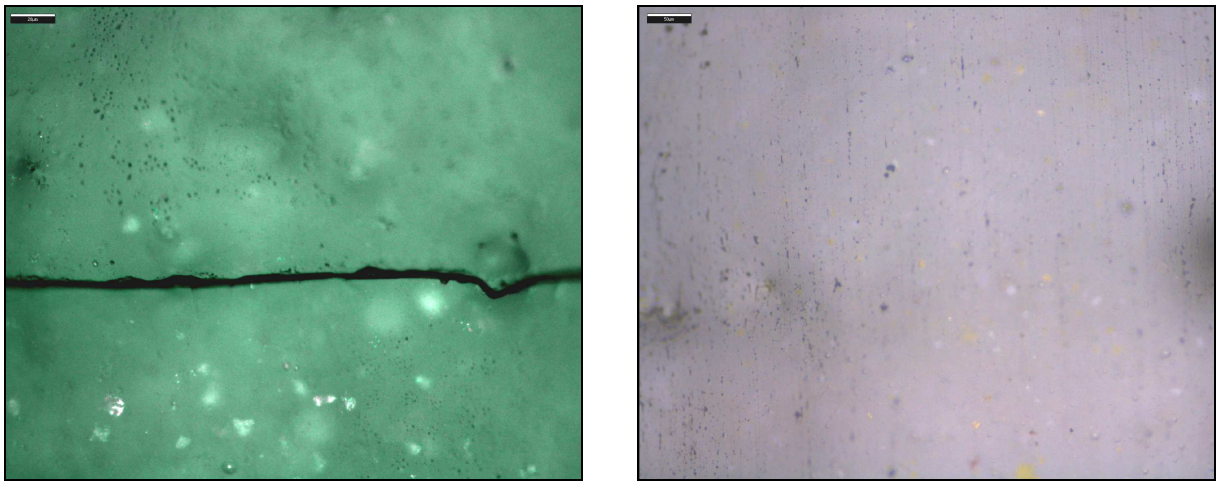


Abb. 7.20: IFM Alicona: Frakturbereich einer Vollkeramikprobe mit 0,5 mm Verblendung (links), und nach Reparatur mit VITA Glaze (rechts), 50-fache Vergrößerung

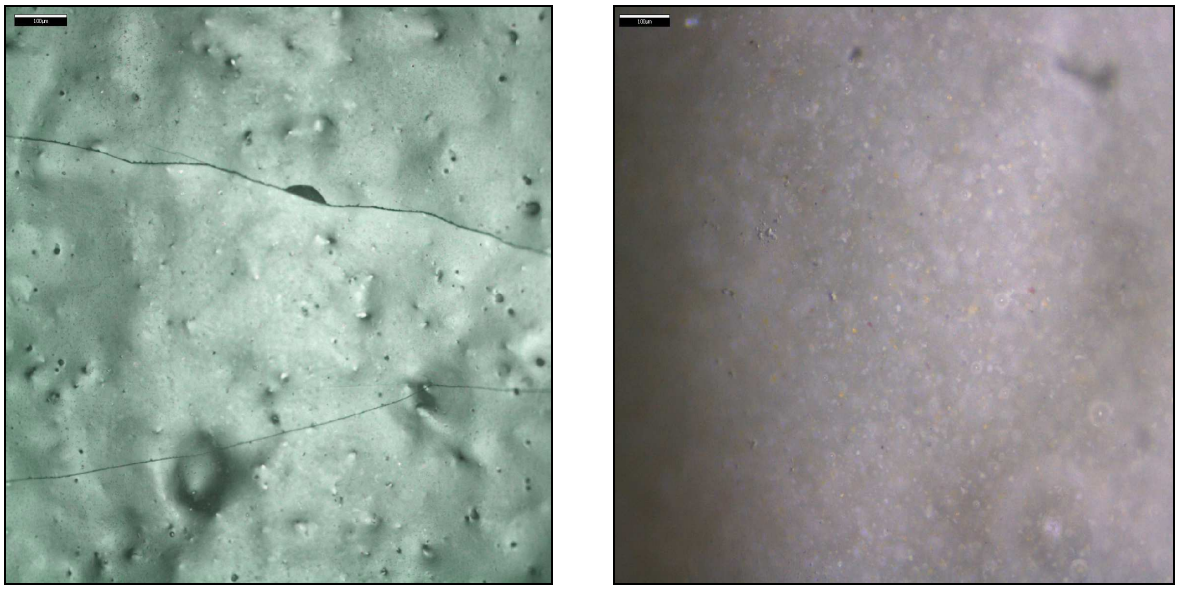


Abb. 7.21: IFM Alicona: VK-Probe mit 1 mm Verblendung; Riss vor (links) und nach der Reparatur mit Denseo Fee (rechts), 10-fache Vergrößerung

7.3.2 Betrachtung der Grenzfläche Gerüst-Verblendung

Um beurteilen zu können, ob die Anwendung der Reparaturmasse zu einem vollständigen Verschluss des Defektes führen konnte, wurde die eingebettete und gesägte Probe untersucht. Für die Aufnahme wurde das IFM sowie das Rasterelektronenmikroskop (REM) verwendet.

Die folgenden Bilder verdeutlichen, dass es im oberen Bereich des Rissspaltes zu einer vollständigen Erneuerung der Struktur gekommen ist. An der Grenzfläche zwischen Gerüst und Verblendkeramik ist kein Verschluss des Defektes erfolgt.

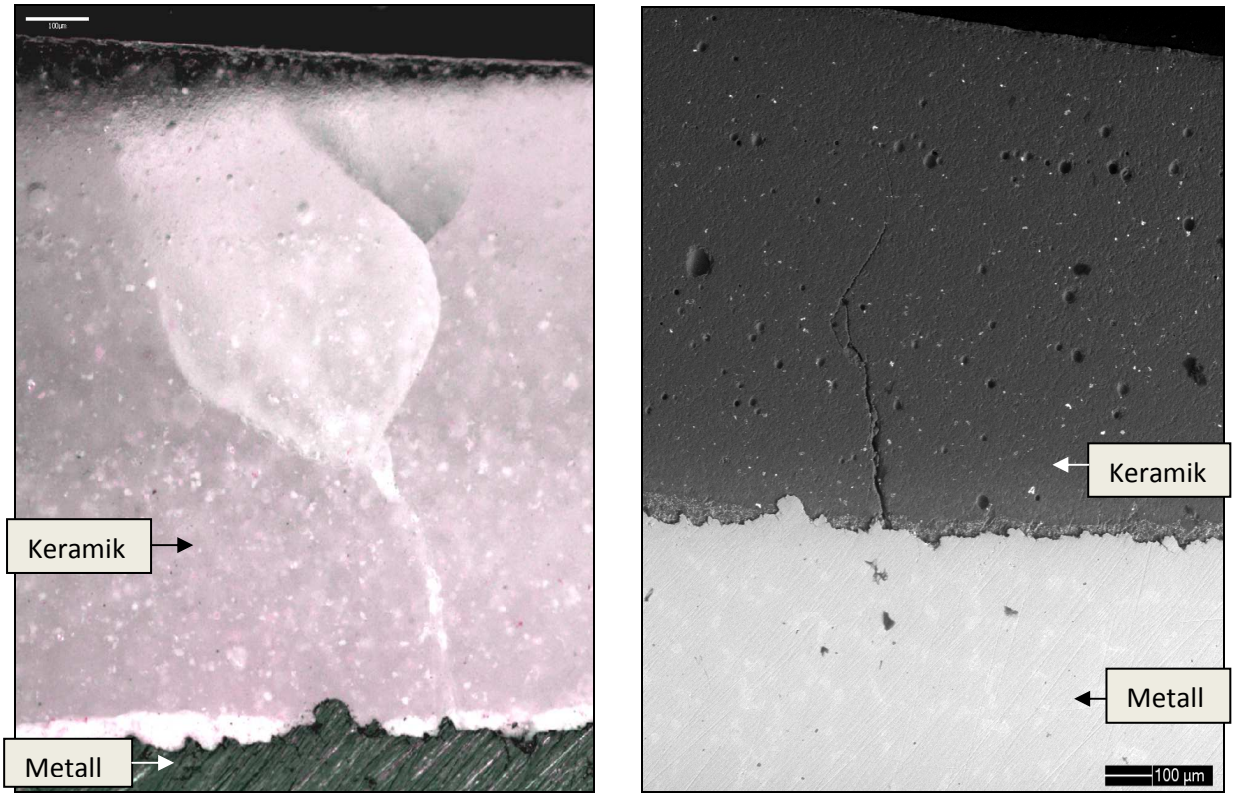


Abb. 7.22: Mit Denseo Fee reparierter Riss in der 1 mm dicken Verblendung eines metallkeramischen Prüfkörpers; links: IFM, 10-fache Vergrößerung; rechts: REM, 64-fache Vergrößerung

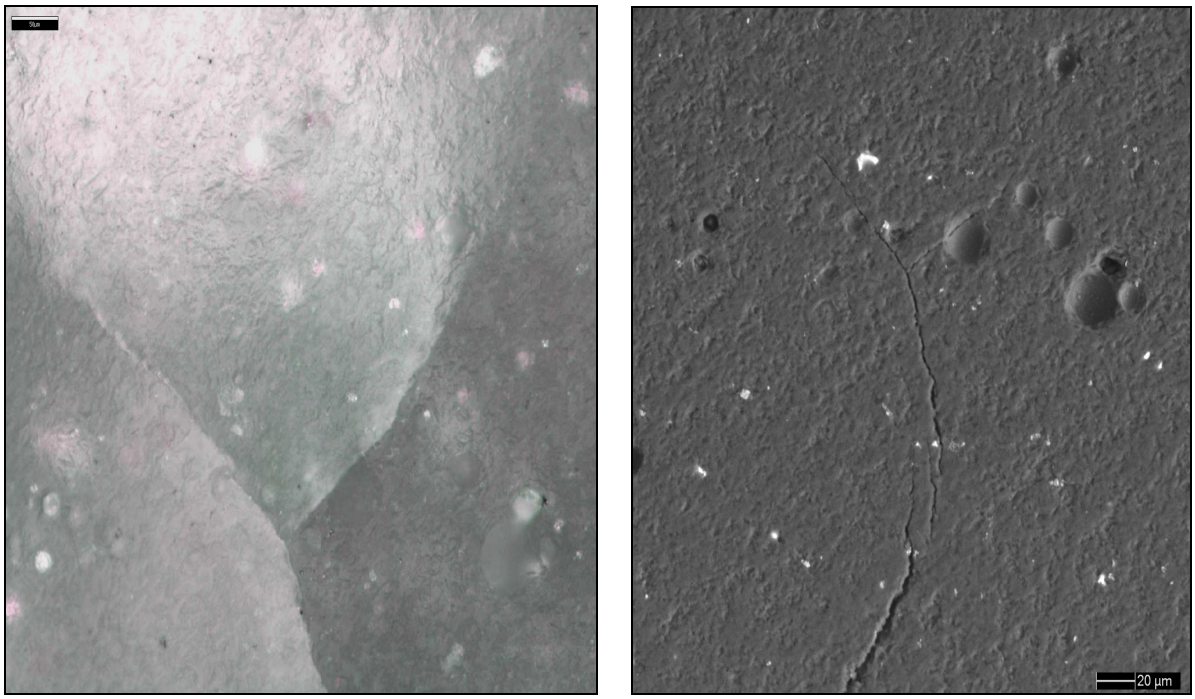


Abb. 7.23: VMK-Probe nach der Reparatur: intakte Keramikstruktur an der Oberfläche und offener Frakturspalt in den tieferen Schichten der Verblendung, Detailaufnahme; links: IFM mit 50-facher Vergrößerung; rechts: REM mit 312-facher Vergrößerung

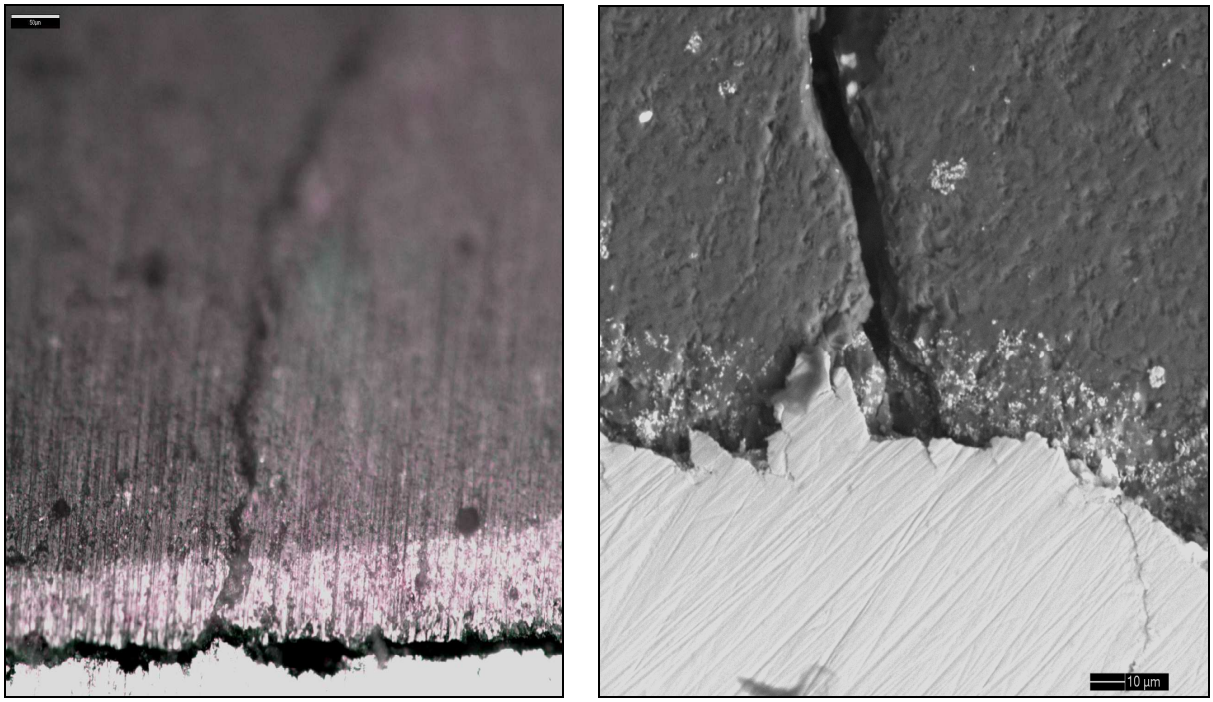


Abb. 7.24: Detailaufnahme des Frakturspaltes an der Metall-Keramik-Grenzfläche; IFM 20-fache Vergrößerung (links), REM 390-fache Vergrößerung (rechts)

7.4 Thermische Wechselbelastung

Die Auswertung der 1.Versuchsreihe ergab eine Gesamtüberlebensrate der Kronen von 28,6 %. Bereits nach 2.000 Zyklen waren an 28,5 % der Oberflächen Defekte zu erkennen, nach 10.000 Zyklen zeigten 42,9 % der Kronen Risse bzw. Sprünge. Mit der 2.Versuchsreihe konnte eine Überlebensrate von 86,2 % erzielt werden. Nach 2.000 Zyklen kam es zum Bruch einer Fügestelle, was einem Prozentsatz von 2,5 % entspricht. Weitere 8,3 % der Kronen zeigten Sprünge nach 4.000 Zyklen, insgesamt 11,1 % der Proben wiesen Defekte bei Erreichen der 10.000 Zyklen auf. Bei der gebrochenen Probe handelte es sich um eine mit Degudent verblendete Krone, deren Defekt mit der entsprechenden Glasurmasse Duceram verschlossen wurde.

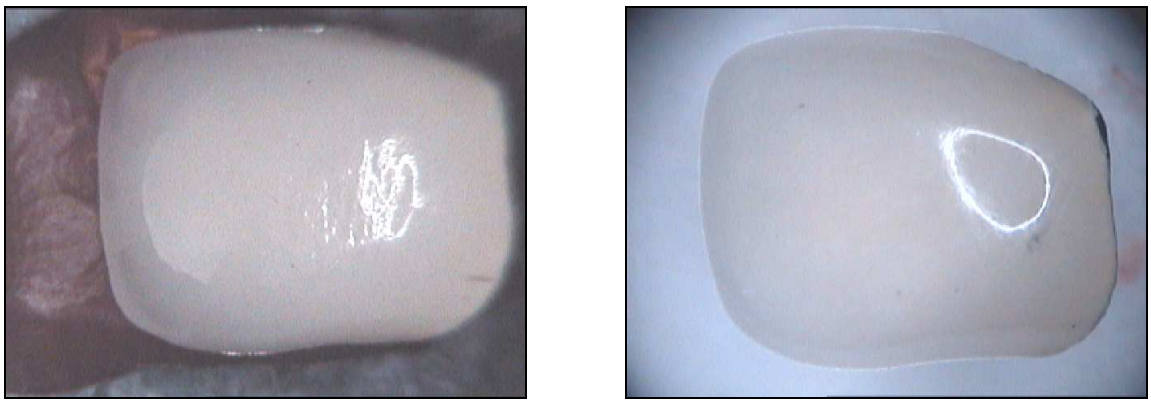


Abb. 7.25: VMK-Krone vor (links) und nach der Reparatur mit Denseo Fee (rechts), Lichtmikroskop, 10-fache Vergrößerung

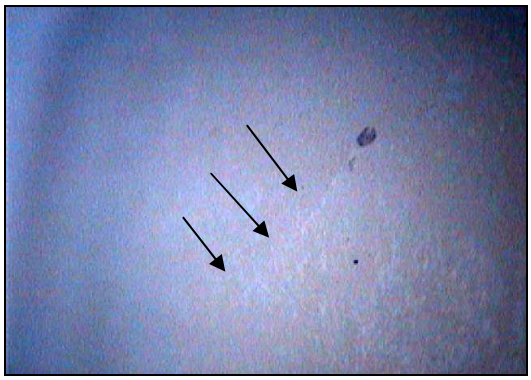


Abb. 7.26: Rissbildung nach 2000 Zyklen TWL; Lichtmikroskop, 40-fache Vergrößerung

8. Diskussion

Anliegen dieser Untersuchung war es, die Aussage zu prüfen, der Einsatz des Reparaturmaterials Denseo Fee führe zu einem vollständigen Verschluss von Rissen und Sprüngen in keramischen Verblendungen. Zu diesem Zweck wurde ein Modell entwickelt und verschiedene Untersuchungen durchgeführt.
Die Keramikverblendschicht der hergestellten Verbundproben wurde einer gezielten Brucheinleitung unterzogen. Nach der Reparatur mit Denseo Fee und dem Referenzmaterial VITA Glaze erfolgte eine erneute Belastung. Die Defektposition und Defekttiefe wurde gemessen und verglichen.

8.1 Optische Auswertung

Die während der Untersuchung gewonnenen Bilder der Probenoberflächen zeigen, dass der Verschluss eines Defektes mit Denseo Fee möglich ist. Die Nahtstelle ist sowohl mit dem bloßen Auge, als auch mit dem Licht - und Rasterelektronenmikroskop nicht mehr wahrnehmbar. In den oberen Schichten kommt es zu einer vollständigen Verschmelzung zwischen den Strukturen der Verblendkeramik und der Reparaturkeramik. Die Anfertigung von Schnitten der eingebetteten Prüfkörper ermöglicht die Beurteilung der Ausdehnung des Risses, sowie eine Auswertung der Reparaturtiefe. Die Defekte breiteten sich bis an die Grenzfläche zwischen Gerüst und Verblendung aus und setzten sich dort parallel zur Oberfläche weiter fort. Die mit Hilfe des Rasterelektronenmikroskops und des Interferenzmikroskops gewonnenen Bilder konnten zeigen, dass nach der Reparatur der Frakturspalt in den tiefer gelegenen Keramikschichten bestehen bleibt. Die an der Grenzfläche zwischen Gerüst und Verblendung entstandenen Spannungsrisse sind ebenfalls unverschlossen; diese könnten jedoch auch durch eine spontane Spannungsentladung während des Sägevorgangs entstanden sein.
Um zu überprüfen, ob die mit Hilfe des Dreipunkt-Biegeversuchs erzeugten Risse in ihrer Dimension und Anzahl einem realistischen Rissmuster entsprechen, wurde ein Thermoschock simuliert. Das sofortige und schnelle Öffnen des Ofens nach dem Brand führte bei den Prüfkörpern zu Spannungsrissen. Das anschließende Einbetten und Sägen der Proben ermöglichte einen Vergleich der Ergebnisse.
Die durch schnelles Abkühlen erzeugten Risse entsprachen in ihrer Ausdehnung den durch die Maschine verursachten Defekten. Es kann somit angenommen werden, dass die Dreipunkt-Biegeprüfung ein geeignetes Mittel zur Erzeugung von Rissen darstellt.

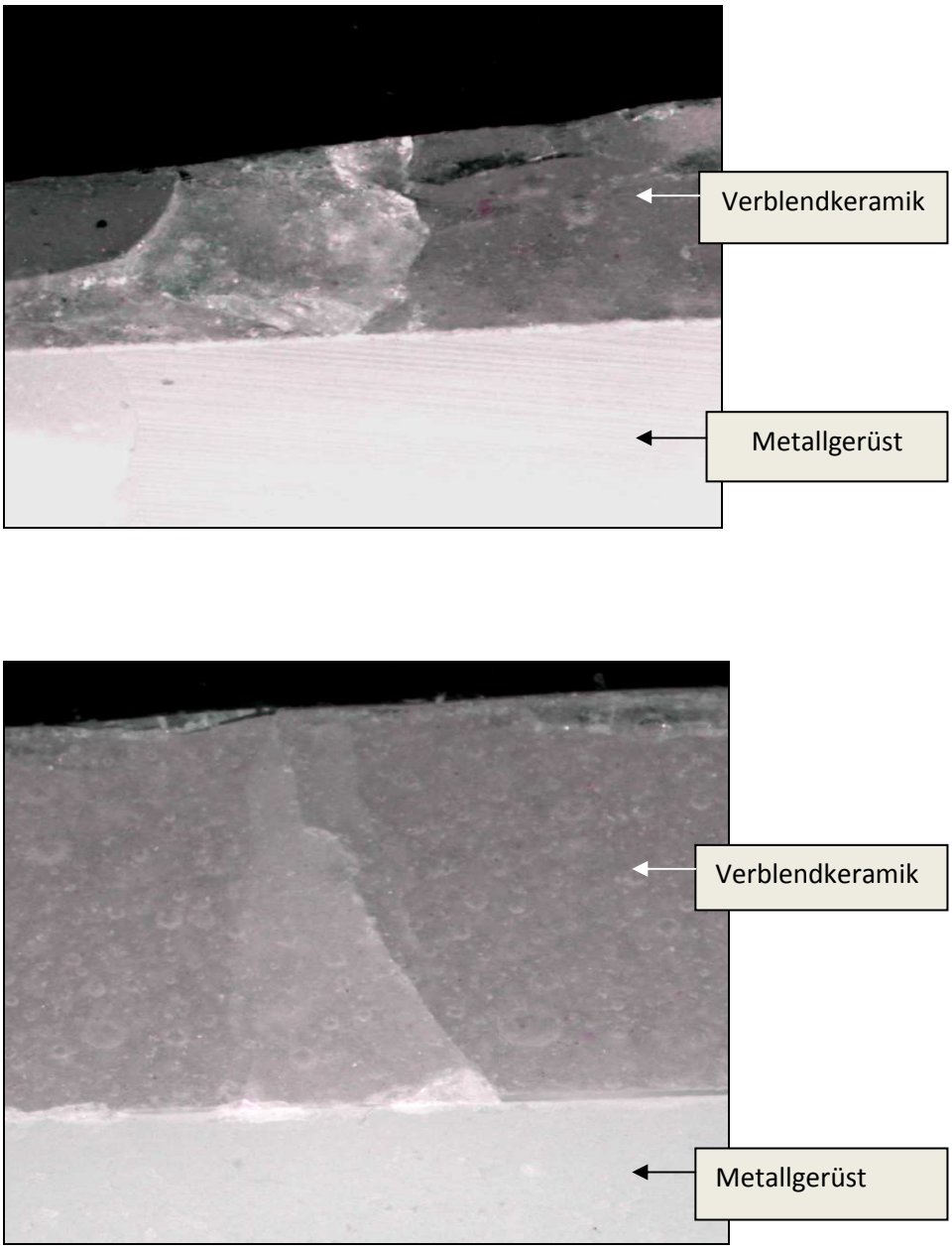


Abb. 8.1: Metallkeramikprobe: 5-fache Vergrößerung, abgeschreckt (oben) und gebrochen (unten)

Bei erneuter Belastung können diese Spannungen und Defekte einen Ausgangspunkt für die Entstehung weiterer Risse und Abplatzungen in der Verblendung bilden. Dieser Umstand kann eine mögliche Erklärung für das Bruchverhalten der reparierten Prüfkörper sein.
Im Vergleich der Bruchstellen fällt auf, dass die während der Biegeprüfung erzeugten Frakturen vor und nach der Reparatur immer in den gleichen Bereichen auftreten. Mit der Reparatur eines Risses in der Verblendung entsteht somit eine Sollbruchstelle, die auch nach der Eingliederung des Werkstückes in den Patientenmund zum Versagen des Zahnersatzes führen kann.

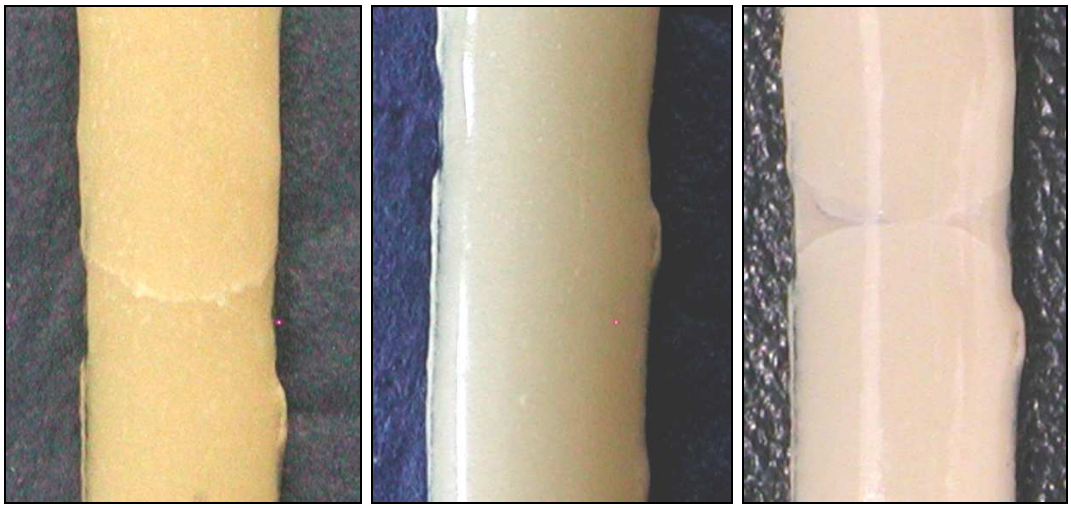


Abb. 8.2: VMK-Probe: Frakturspalt nach Biegebruch: Prüfkörper für die Reparatur angeraut (links); intakte Oberfläche nach der Reparatur mit Denseo Fee (Mitte), wiederholte Fraktur an der gleichen Position nach erneuter Biegeprüfung (rechts); Digitalkamera 4-fache Vergrößerung

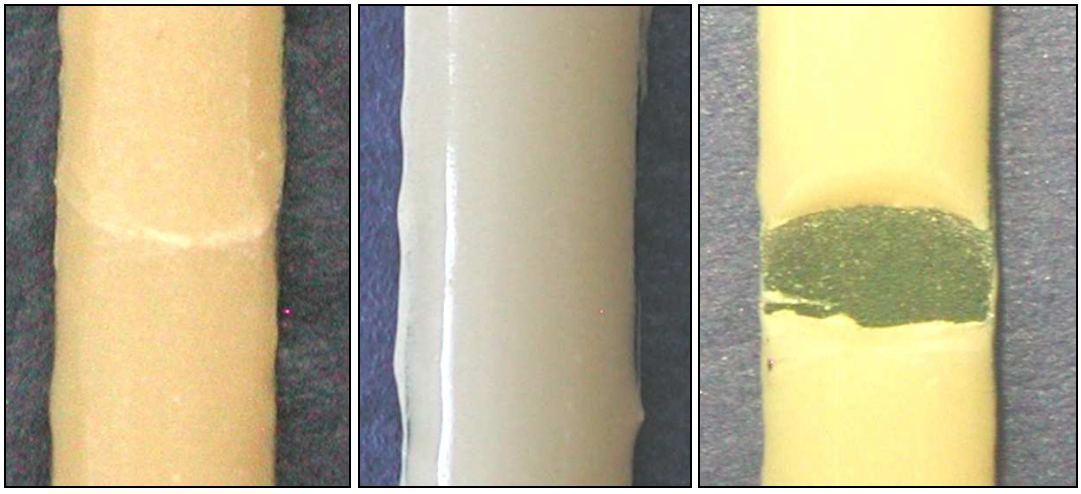


Abb. 8.3.: VMK-Probe mit angerauter Oberfläche nach Biegebruch (links); Frakturspalt nach der Reparatur (Mitte), Abplatzung des frakturierten Bereichs vom Gerüst nach erneuter Biegeprüfung (rechts); Digitalkamera 4-fache Vergrößerung

8.2 Vergleichende Betrachtung der mechanischen Kennwerte

8.2.1 Härte

Im Rahmen dieser Arbeit sollte geprüft werden, ob die Reparatur mit Denseo Fee zu einer Verbesserung der Qualität des Werkstückes führt. Die Messung der Härte stellt einen Teil der zu bestimmenden mechanischen Parameter da. Sie ist definiert als Widerstand, den ein Werkstoff dem mechanischen Eindringen eines härteren Prüfkörpers entgegensetzt.
Es finden sich durchschnittliche Angaben von 3000 bis 4000 MPa für Zahnschmelz [75], 2600 bis 3800 MPa für aufbrennfähige Kobalt-Chrom-Legierungen und 4000 bis 5000 MPa für Keramik [76].
Mit Werten von 5288 MPa bei 0,5 mm Verblendungsdicke und 5303 MPa bei 1 mm Verblendungsschichtstärke liegen die getesteten Metallkeramikproben über dem geforderten Bereich.

Tab. 8.1: Härte VMK

Verbl. [mm]	**original [MPa]**	Stabw.	**Denseo Fee [MPa]**	Stabw.	**VITA Glaze [MPa]**	Stabw.
0,5	5288	859	6034	674	6059	1932
1	5303	2032	6211	652	6083	896

Wie Tabelle 8.1 zu entnehmen ist, nimmt die Härte geringfügig mit der Dicke der Verblendung zu.
Nach der Reparatur stieg der Wert für die Härte ebenfalls an. Es zeigten sich keine signifikanten Unterschiede zwischen den getesteten Reparaturmaterialien Denseo Fee und VITA Glaze.
Durch wiederholtes Brennen kommt es in glaskeramischen Massen zu einer Verdichtung der Struktur. Oberflächliche Defekte wie Schleifrillen oder kleine Blasen werden minimiert bzw. verschlossen. Um die höhere Verblendschichtdicke erzeugen zu können, müssen die Proben eine größere Anzahl an Brennzyklen durchlaufen. Dies kann möglicherweise als eine Art von „thermischer Verdichtung“ betrachtet werden. Untersuchungen bestätigen eine Reduzierung der Tiefe von Defekten nach dem Glanzbrand [26].
Betrachtet man die Werte der Proben aus Vollkeramik, ist eine Verringerung der Härte nach der Reparatur festzustellen.

Tab. 8.2: Härte VK

Verbl. [mm]	**orginal [MPa]**	Stabw.	**Denseo Fee [MPa]**	Stabw.	**VITA Glaze [MPa]**	Stabw.
0,5 mm	6990	2498	5952	853	5691	484
1 mm	6689	1890	6261	755	6382	411
2 mm	6565	1531	6054	747	6243	656

Bei der Berechnung der Härte der Metallkeramik- und Vollkeramikproben waren große Schwankungen zu erkennen und eine daraus resultierende hohe Standartabweichung.
Betrachtet man die Formel zur Bestimmung der Härte, so fällt auf, dass in die Berechnung neben der Prüfkraft auch die mittlere Diagonalenlänge mit einfließt. Die Prüfkraft kann als feste Größe angesehen werden, da ein genormtes Gewicht zum Einsatz kam und die Eindrücke stets mit der gleichen Härteprüfmaschine vorgenommen wurden. Die Länge der Diagonalen hängt zum Einen von der Güte des Eindruckes ab, zum Anderen von der Qualität des aufgenommenen Bildes. Analog zur Fehlerbeschreibung von Quinn [77] und Scherrer [78] bei der Risslängenmessung, können auch bei der Erstellung der Diagonalen verschiedene Faktoren zu der Entstehung von Unregelmäßigkeiten führen. Ist die Oberfläche des Prüfkörpers nicht absolut planparallel, so kommt es zu einer ungleichen Kraftverteilung. Die stärkste Belastung tritt an der Stelle des ersten Kontaktes mit der Probe auf. Daraus resultiert ein inhomogener Eindruck mit einer verfälschten Diagonalenlänge. Um eine plane Oberfläche erzeugen zu können, wurden die Prüfkörper nach der jeweiligen Keramikschichtung mit Hilfe eines Rakels geglättet. Während des Brennprozesses entsteht jedoch eine typische Formveränderung. Zunächst beginnt die Keramik zu schrumpfen, vorzugsweise in Richtung der dickeren Schichtbereiche [56]. Steigt die Temperatur weiter an, führt der eigentliche Sintervorgang zum Abrunden von eckigen und kantigen Außenkonturen. Als Vorstufen zum endgültigen Aufschmelzen kommt es zu Brückenbildungen zwischen den einzelnen Körnern, eine deutliche Schrumpfung (10-12 %) ist zu beobachten. Daraus resultiert nach Abschluss des Schmelzprozesses ein verkleinerter Prüfkörper mit einer leicht konkaven Oberfläche [64].

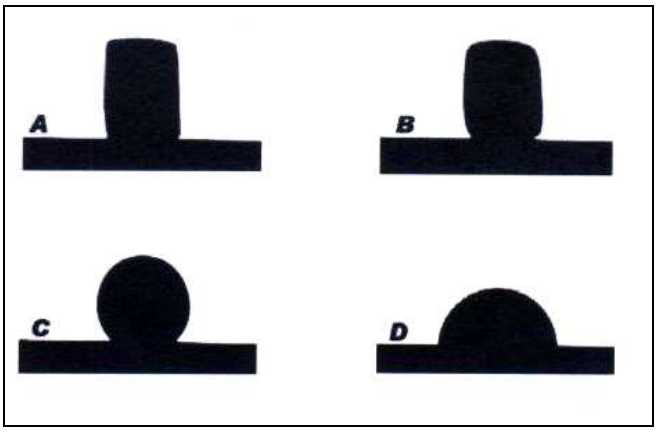


Abb. 8.4.: Erhitzungsmikroskopbilder über die einzelnen Sinterschritte von Verblendkeramiken [64]

Die Qualität des Härteeindruckes wird außerdem von der Mikrostruktur der Keramik bestimmt. Betrachtet man die Prüfkörper nach der Reparatur, zeigt sich in einigen Bereichen des aufgefüllten Rissspaltes eine stark inhomogene Oberfläche. Es entstanden Unebenheiten in Form von Erhebungen, wie die Darstellung des IFM deutlich macht.

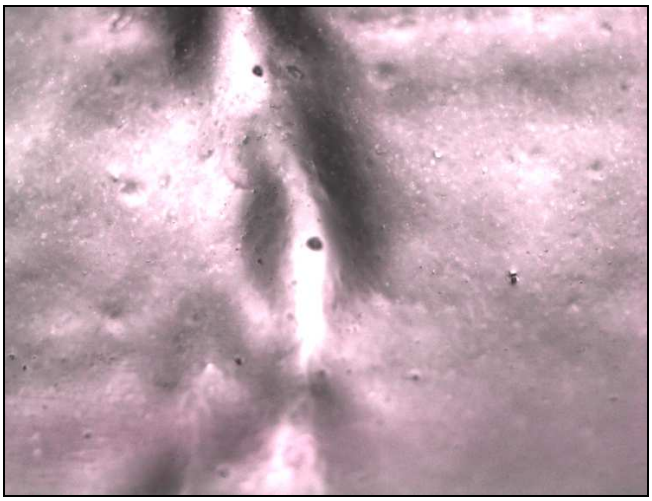


Abb. 8.5: Erhebung durch überschüssige Keramik im Bereich des Frakturspaltes nach der Reparatur, 10-fache Vergrößerung

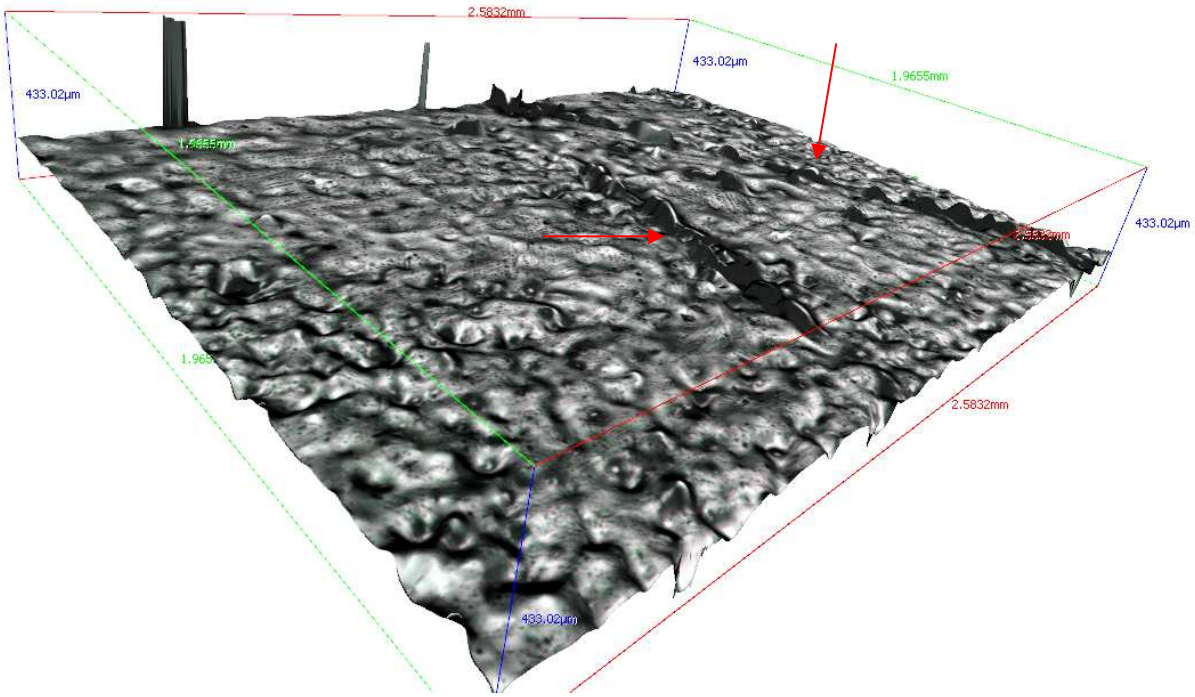


Abb. 8.6: Oberfläche einer mit VITA Glaze reparierten Vollkeramikprobe, rote Pfeile: überschüssige Keramik, 10-fache Vergrößerung und dreidimensionale Darstellung mittels IFM

Denkbar ist ein Zusammenhang zwischen dem ungleichmäßigen Ausfließen des Defektes und der steigenden Viskosität des Reparaturmaterials. Um eine einfache Verarbeitung und möglichst tiefe Penetration des Risses zu erreichen, wird die Masse in flüssiger Konsistenz angeboten. So werden größere Spalten möglicherweise nicht vollständig aufgefüllt. Bei zu schmalen Defekten dringt die Masse nur oberflächlich ein und bleibt als Erhebung auf der Oberfläche zurück. In weiteren Untersuchungen sollte verifiziert werden, welche Viskosität das beste Ergebnis ermöglicht.
Weiterhin kommt es durch unvollständiges Auffüllen der Risse zu Vertiefungen, welche auch in Kombination mit Blasen auftreten können.

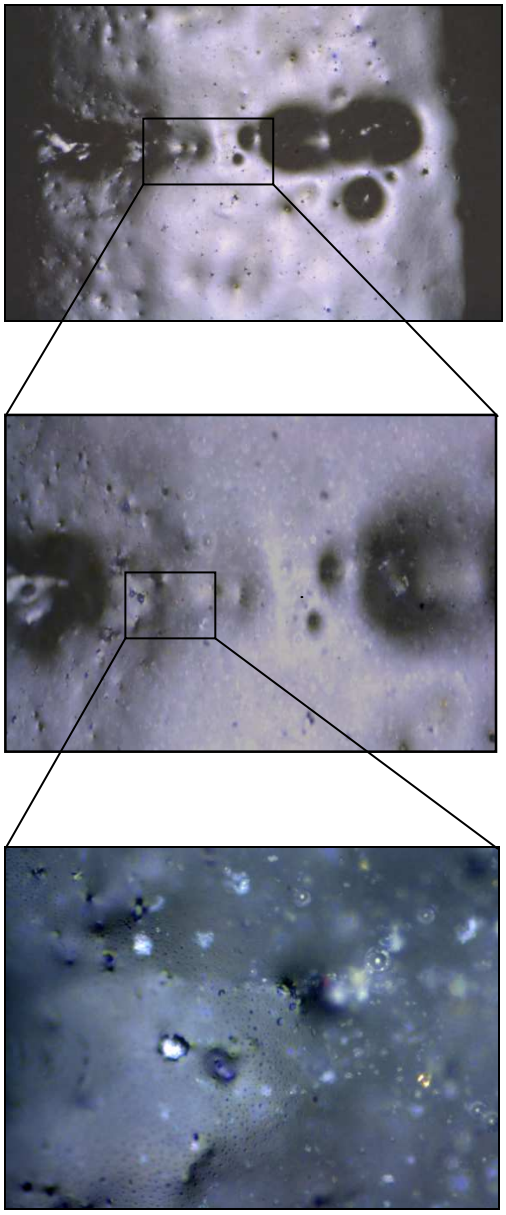


Abb. 8.7: Rissspalt Vollkeramik nach Reparatur mit VITA Glaze in 5-facher (oben), 10-facher (Mitte) und 50-facher Vergrößerung (unten)

Die bei der Reparatur entstandenen Blasen und Defekte im Frakturspalt können als Sollbruchstellen wirken, diese führen bei wiederholter Biegebelastung zum Versagen des reparierten Bereiches.

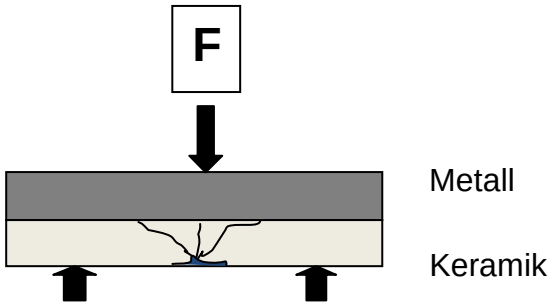


Abb. 8.8: Schematische Darstellung des Bruches der Keramikverblendung während der Biegeprüfung im Bereich einer Blase

Erfolgt die Belastung im Bereich einer Blase, kommt es zu einem verfälschten Eindruckmuster, zusätzlich können Abplatzungen entstehen. Unter diesen Umständen ist eine genaue Beurteilung der Größe bzw. Länge der Diagonalen nicht möglich.

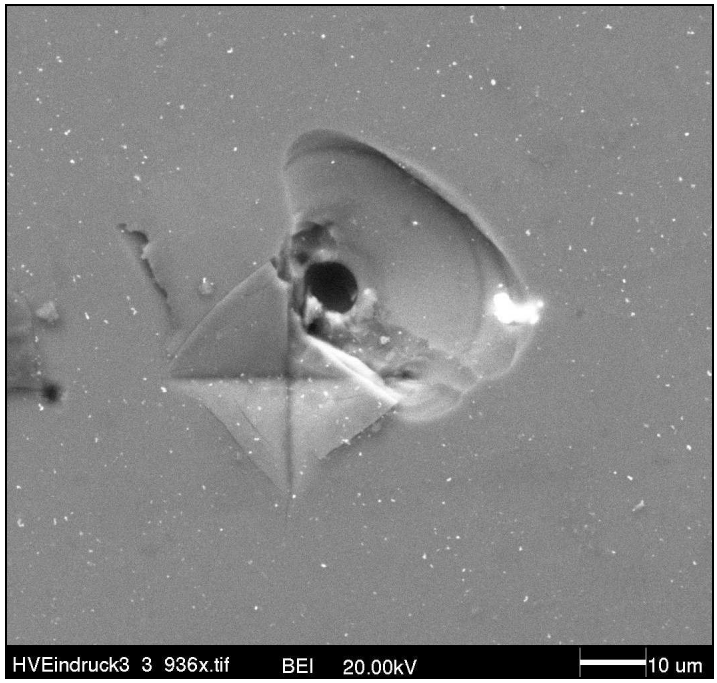


Abb. 8.9: Metallkeramik, Rissausbreitung mit Abplatzung, Aufnahme Rasterelektronenmikroskop, 936-fache Vergrößerung

8.2.2 Biegefestigkeit

Die Bestimmung der Biegefestigkeit wurde als wichtige mechanische Kenngröße ausgewählt, um einen Eindruck von der Widerstandsfähigkeit bei Belastung der unterschiedlich verarbeiteten Keramik zu bekommen.
Betrachtet man die Ergebnisse der Probengruppen, so fällt auf, dass die Schichtstärke der Verblendung einen deutlichen Einfluss auf die Höhe der Biegefestigkeit hat.

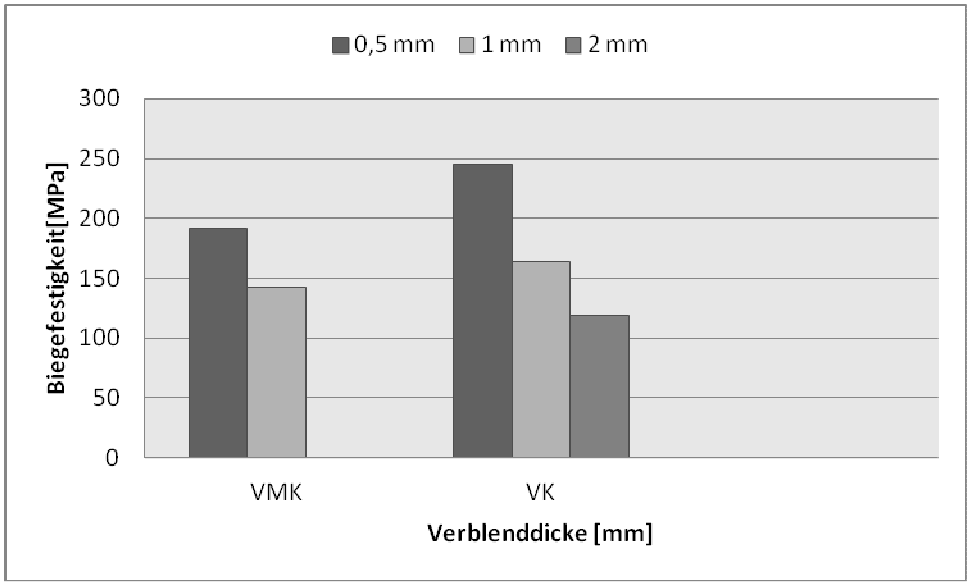


Abb. 8.10: Biegefestigkeit in Abhängigkeit der Verblendungsdicke

Tab. 8.3: Biegefestigkeiten Vollkeramik- und Metallkeramikproben

Biegefestigkeit σ [MPa]	**0,5 mm**	Stabw.	**1 mm**	Stabw.	**2 mm**	Stabw.
original VMK	192	50	142	33	-	-
original VK	245	62	164	32	119	17

Mit steigender Dicke der Verblendung tritt eine Verringerung der Biegefestigkeit auf. Betrachtet man die Formel zur Berechnung der Biegefestigkeit, so wird deutlich, dass die Größe des Widerstandsmomentes einen wesentlichen Einfluss auf die Höhe der Festigkeit hat. In die Gleichung zur Ermittlung des Widerstandsmomentes fließt die Probenhöhe quadratisch mit ein, hieraus ergibt sich ein direkter mathematischer Zusammenhang zwischen der Verblenddicke und der Biegefestigkeit.

Zur Berechnung des Biegemomentes wird exemplarisch eine Kraft von 100 N und eine Auflagedistanz von 10 mm eingesetzt, daraus folgt:

$$\mathbf{M_b = \frac{10 \times 100}{4} = 250\ Nmm}$$

Setzt man nun für alle Proben eine Breite von 3 mm, ein Biegemoment von 250 Nmm und eine Gerüststärke von 1,5 mm voraus, so ergibt sich

- für 0,5 mm Verblendung $W = \frac{3 \times 2^2}{6} = 2\ mm^2$

$$\boldsymbol{\sigma = \frac{250}{2} = 125\ N/mm^2}$$

- für 1 mm Verblendung $W = \frac{3 \times 2{,}5^2}{6} = 3{,}1\ mm^2$

$$\boldsymbol{\sigma = \frac{250}{3{,}1} = 80{,}6\ N/mm^2}$$

- für 2 mm Verblendung $W = \frac{3 \times 3{,}5^2}{6} = 6{,}1\ mm^2$

$$\boldsymbol{\sigma = \frac{250}{6{,}1} = 40{,}9\ N/mm^2}$$

Dieses Rechenbeispiel bestätigt die mit Hilfe des Dreipunkt-Biegeversuchs erhaltenen Daten für die Biegefestigkeit.

Eine andere Ursache für die niedrigeren Festigkeitswerte bei zunehmender Dicke der Verblendkeramik könnte im Herstellungsverfahren liegen.
Die Ergebnisse der Messung stehen in einem engen Zusammenhang mit der Korngröße und Zusammensetzung der Ausgangsmaterialien, eventuellen Zusatzstoffen sowie der Herstellungsverfahren bzw. Bedingungen. Um die größere Verblendschichtstärke herstellen zu können, war eine unterschiedliche Anzahl an Schichtungen notwendig. Nimmt das Prüfkörpervolumen zu, resultiert daraus eine erhöhte Wahrscheinlichkeit von Luft- und Schmutzeinschlüssen. Diese Poren stellen einen Ausgangspunkt für Risse da, die bei steigender Belastung wachsen und zum endgültigen Versagen des Werkstücks führen [79]. Der Anstieg der Porenzahl führt somit zu einer Schwächung der Keramik. Ein wichtiges Kriterium zur Vermeidung von Spannungen und Rissen in einer Restauration stellt die genaue Abstimmung der WAK von Gerüst und Verblendung da. Es ist zu beachten, dass jeder Brand mit einer Erhöhung des WAK der Keramik einhergeht [28]. Die Realisierung der großen Verblendschichtstärke erforderte eine erhöhte Anzahl an Bränden. Die Prüfkörper mit

0,5 mm Verblenddicke konnten im Durschnitt nach zwei Bränden fertiggestellt werden; um eine Dicke von 1 mm zu erreichen, waren bereits drei Brennzyklen notwendig. Für die 2 mm dicke Keramikverblendung musste die Probe durchschnittlich sechs Brennzyklen durchlaufen.

Tab. 8.4: Anzahl der Brennzyklen in Abhängigkeit der Schichtdicke

Verblendung [mm]	0,5	1	2
Brennzyklen	2 - 3	3 - 4	4 - 6

Demnach könnte die geringe Biegefestigkeit der dicken Probekörper zusätzlich auf Spannungen beruhen, die durch die hohe Anzahl an Bränden und der daraus resultierenden Verschiebung des WAKs entstanden sind [28]. Es besteht ein direkter Zusammenhang zwischen der Biegefestigkeit und der Defektverteilung. Steigt die Anzahl und Ausdehnung der Defekte, sinkt der Wert für die Biegefestigkeit. Die Biegefestigkeit ist somit eine von der Materialdefektverteilung abhängige Kenngröße und zeigt im Gegensatz zur Gauss`schen Normalverteilung eine asymmetrische Defektverteilung. In diesem Zusammenhang liefert die Weibullanalyse genauere Informationen über die Verteilung [39].

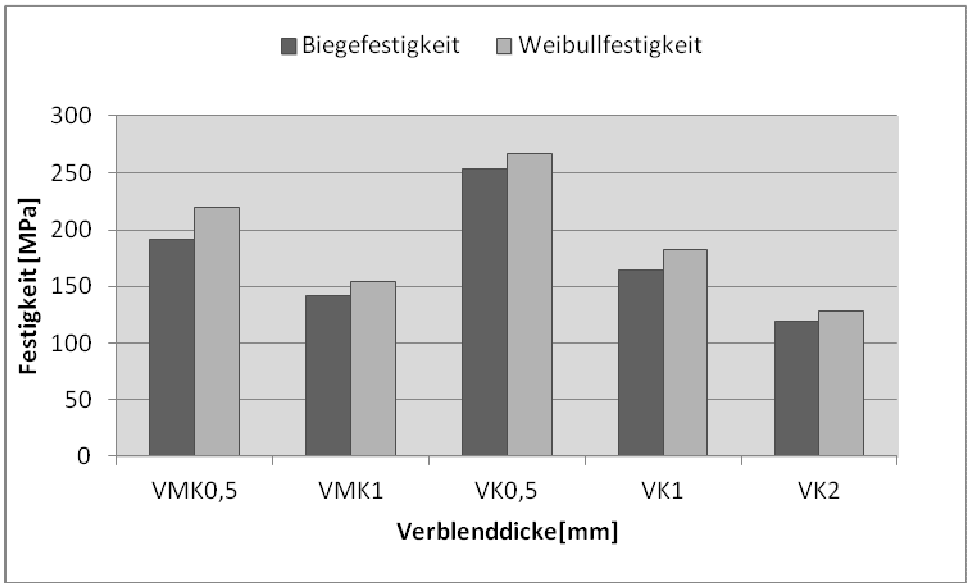


Abb. 8.11: Vergleich der Biegefestigkeit mit der Weibullfestigkeit für Vollkeramikproben (VK) und Metallkeramikproben (VMK) in Abhängigkeit von der Verblendungsschichtstärke

Die errechnete Weibullfestigkeit ergab für alle Prüfkörper größere Werte als die Biegefestigkeit. Die besten Ergebnisse wurden bei den vollkeramischen Proben mit einer Verblendung von 0,5 mm erzielt. Dieses Ergebnis entspricht den in der Literatur angegebenen Empfehlungen, dentale Werkstücke mit einer möglichst geringen Schichtstärke zu verblenden.
Der Weibullmodul erfasst die Streuung in der Verteilung der Festigkeitswerte, so ermöglicht er eine Aussage über die Zuverlässigkeit der Keramik. Werkstoffe, die einen kleinen Modul besitzen, zeigen eine enge Rissverteilung und sind als unzuverlässiger einzustufen als solche, die einen großen Weibullmodul ergeben. Der Weibullmodul ermöglicht auch eine Aussage zur Qualität des keramischen Gefüges bzw. zu dessen Homogenität.

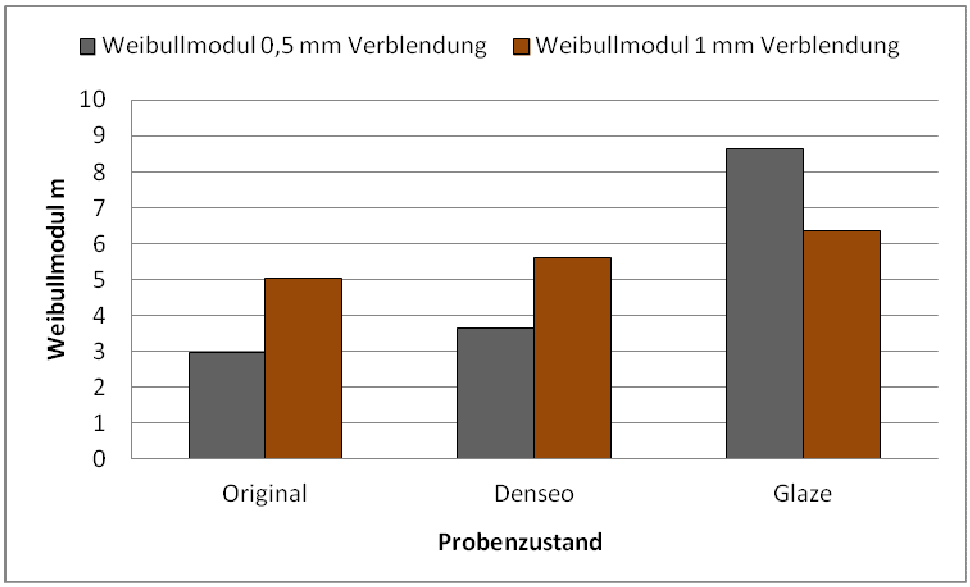


Abb. 8.12: Gegenüberstellung der Weibullmodule der originalen, mit Denseo Fee und VITA Glaze reparierten VMK-Proben

Betrachtet man die graphische Darstellung in Abbildung 8.12, so fällt auf, dass sich mit steigender Dicke der Verblendung auch der Wert für den Weibullmodul erhöht. Es ist anzunehmen, dass die dünneren Proben eine höhere Festigkeitsstreuung aufweisen. Eine zusätzliche Steigerung zeigte sich nach der Reparatur der Prüfkörper. Die ermittelten Werte liegen im Normbereich des in der Literatur angegebenen Weibullmoduls für im Labor gesinterte Silikatkeramiken von 5 bis 10 [80]. Die Unterschiede der Werte lassen auf eine schwankende Qualität der Gefüge der untersuchten Proben schließen.

Im Rahmen der Dreipunkt-Biegeprüfung waren an einigen Prüfkörpern Abplatzungen einzelner Keramikscherben, komplette Ablösungen der Verblendung sowie der Bruch des Gerüstes zu beobachten.

Abb. 8.13: Ablösung der Verblendung vom Gerüst (rechts), Bruch des Keramikgerüstes und Abplatzung der Verblendung (links)

Wird Keramik im Zuge eines Dreipunkt-Biegeversuches belastet, verhält sie sich linear-elastisch, woraus im Spannungs-Dehnungs-Diagramm eine Gerade resultiert. Im Bereich der Krafteinwirkung treten an der Randfaser Druckspannungen, im gegenüberliegenden Bereich Zugspannungen auf. Der in der Mitte gelegene Abschnitt wird als „neutrale Faser“ bezeichnet. Er beschreibt die Linie des Biegequerschnitts, deren Länge sich während des Biegevorgangs nicht ändert. Die Spannungen nehmen mit der Entfernung zur neutralen Faser zu, so dass für die am weitesten entfernte Zone die größte Gefahr von Biegerissen besteht [81].

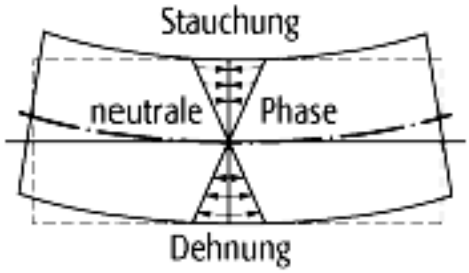


Abb. 8.14: Spannungsverteilung in einem Prüfkörper bei Biegebelastung [82]

Nimmt die Schichtdicke der Keramikverblendung zu, vergrößert sich der Abstand der äußersten Schicht zur neutralen Faser, was mit einer erhöhten Spannung einhergeht [83].

Bei Keramiken tritt bei Belastung nur 50 bis 70 % der elastischen Dehnung im Vergleich zu Metallen auf. Wird eine Keramik-Metall-Verbundkonstruktion belastet, so nimmt die Keramik aufgrund ihrer höheren Steifigkeit einen Großteil der Kräfte auf [41].

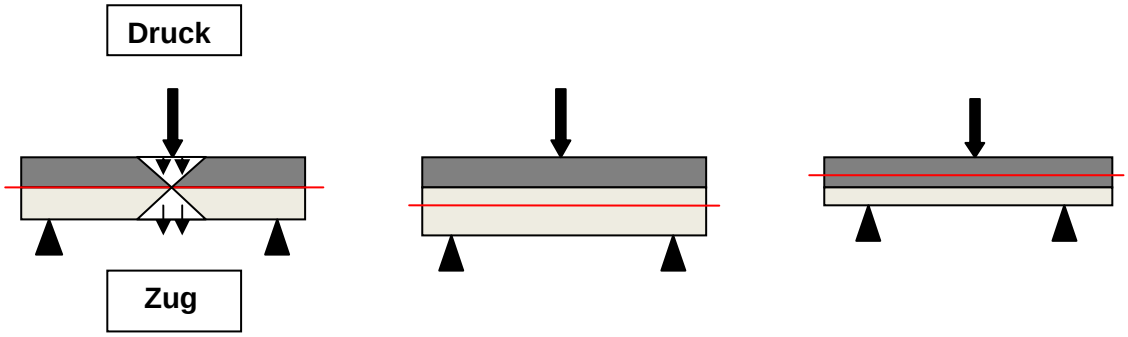


Abb. 8.15: Verschiebung der Lage der neutralen Faser bei veränderter Verblendschichtdicke

Kommt es durch eine Variation der Dicke der Verblendung zu einer Verlagerung der neutralen Faser, vergrößert sich die Zugspannung auf die Keramik.
Beim Überschreiten eines bestimmten Grenzwertes entsteht durch Rissflankenöffnung auf der unter Zugspannung stehenden Seite der Bruch der Keramik. Aus diesem Grund sollte bei der Verblendung eine gleichmäßig dünne Keramikschicht angestrebt werden, so dass ein möglichst großer Bereich der Zugspannungszone im Gerüst verläuft [2]. Der spröde Charakter der Keramik führte bei übermäßiger Biegebelastung zum kompletten Bruch des Prüfkörpers; dies trat auch in Verbindung mit Abplatzungen der Verblendkeramik auf. Da die Spannungsverteilung und Lage der Defekte über die Festigkeit der Keramik entscheiden, kann bei zwei Defekten unterschiedlicher Größe der kleinere, unter größerer Zugspannung stehende Defekt, zum Versagen des Werkstückes führen.

Betrachtet man die Kraft-Weg-Diagramme der komplett gebrochenen Prüfkörper, so fällt auf, dass es in der Kurve schon vor dem endgültigen Abfall zu einer Absenkung der Kraft kommt. Dieser Entlastungspeak kennzeichnet den Riss der Verblendung bis zur Grenzfläche, wo er normalerweise eine Ab- bzw. Umlenkung erfährt. Während der Riss in das Zirkoniumdioxid eintritt und sich dort ausbreitet, kommt es zu einem erneuten Anstieg der Kraft. Der zweite Kraftabfall beschreibt dann den Bruch des Gerüsts. Dieser Vorgang ereignete sich mit so hoher Geschwindigkeit, dass es nach dem initialen Knacken der Verblendung zum sofortigen Totalversagen kam, was ein rechtzeitiges Stoppen der Maschine unmöglich machte.

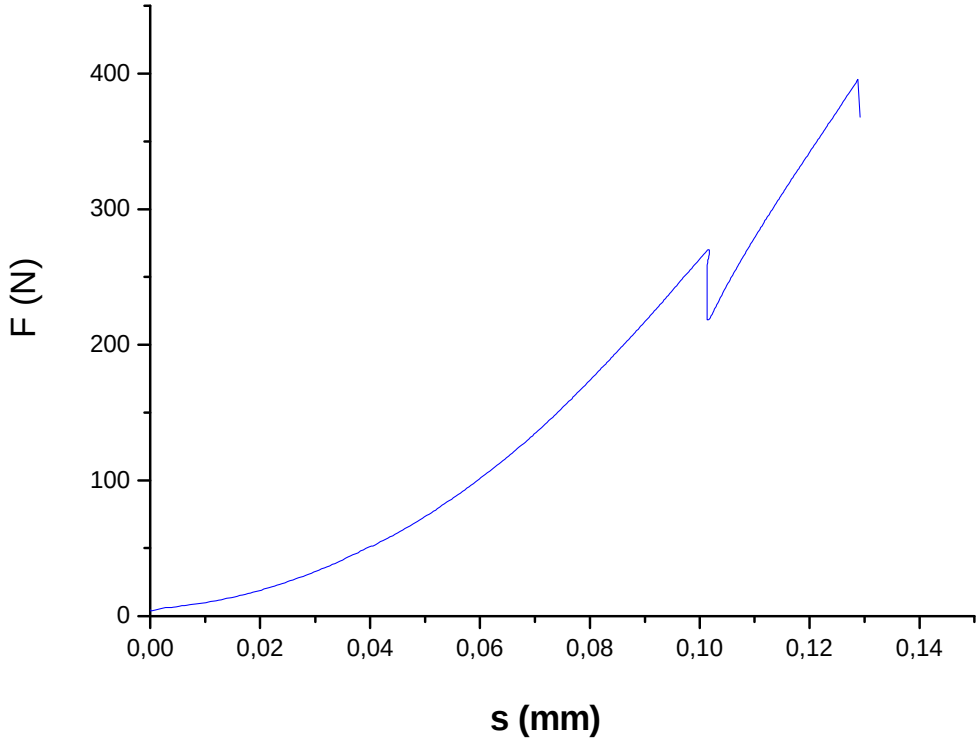


Abb. 8.16: Kraft-Weg-Diagramm einer VK-Probe mit 0,5 mm Verblendung nach der Reparatur

Wird ein metallkeramischer Prüfkörper hingegen zu stark belastet, kommt es zu einer plastischen Verformung des Gerüstes. Diese Formänderung führt zu starken Zugspannungen an der Grenzfläche, was das Abplatzen der Verblendkeramik zur Folge hat.

8.2.3 Bestimmung der kritischen Risszähigkeit

Der Widerstand, den keramische Werkstoffe einem Riss und dessen Ausbreitung entgegensetzen, wird als „kritische Risszähikeit“, K_{IC}, bezeichnet. In der Literatur werden Werte für einfache Dentalkeramiken von 1 $MPam^{1/2}$, für Lithiumdisilikat-Keramiken von 3 bis 6 $MPam^{1/2}$ und für Zirkoniumdioxid von 10 $MPam^{1/2}$ angegeben [84]. Die ermittelte kritische Risszähigkeit lag sowohl bei den Vollkeramikproben-, als auch bei den Metallkeramikproben unter den erwarteten Werten.

Tab. 8.5: Mittelwerte der kritischen Risszähigkeit der Metallkeramikproben

Verblendung [mm]	**0,5**	Stabw.	**1**	Stabw**.**
original [$MPam^{1/2}$]	0,29	0,13	0,23	0,12
Denseo Fee [$MPam^{1/2}$]	0,29	0,21	0,25	0,2
VITA Glaze [$MPam^{1/2}$]	0,32	0,19	0,29	0,17

Tab. 8.6: Mittelwerte der kritischen Risszähigkeit der Vollkeramikproben

Verblendung [mm]	**0,5**	Stabw.	**1**	Stabw.	**2**	Stabw.
original [MPam$^{1/2}$]	0,71	0,19	0,52	0,14	0,32	0,05
Denseo Fee [MPam$^{1/2}$]	0,32	0,12	0,35	0,12	0,36	0,41
VITA Glaze [MPam$^{1/2}$]	0,7	0,33	0,7	0,22	0,4	0,22

Um diese wichtige Materialgröße berechnen zu können, ist die Erzeugung von Härteeindrücken mit einer nachvollziehbaren Rissgeometrie essentiell. Im Rahmen dieser Arbeit kam die Indentermethode zum Einsatz, diese ermöglicht bei einer einfachen Durchführung gut reproduzierbare Ergebnisse. Nachteilig an dieser Methode ist, dass die Interpretation des entstandenen Rissmusters nur auf einem oberflächlichen Bild basiert, tiefer liegende Risse bleiben unberücksichtigt. Außerdem hat die Wahl des bildgebenden Verfahrens einen entscheidenden Einfluss auf die Genauigkeit der Messergebnisse.
Eine häufig verwendete Methode stellt die Darstellung des Risses mit einem Lichtmikroskop und die zeitgleiche Übertragung des Bildes mit einer Kamera auf den Computer da. Eine scharfe und gut auszuwertende Darstellung des Härteeindruckes erwies sich oft als schwierig, besonders im Bereich von unterkritischen Rissen. Auch kommt es durch die zahlreichen Zwischenschritte bei der Übertragung zu einem Qualitätsverlust des Bildes. Ein zusätzliches Fehlerrisiko stellt die notwendige Eichung des Messprogrammes da. Das Ausmessen der Risslängen mit Hilfe des Lichtmikroskops ist somit als eine eher schätzende und subjektive Methode zu sehen, die vergleichbare Ergebnisse schwierig macht. Eine Alternative stellt die Messung der Eindrücke unter dem Rasterelektronenmikroskop da. Es gelingt eine scharfe Darstellung der Grenzen des Eindrucks, sowie der Risslängen, jedoch haben Untersuchungen hierzu gezeigt, dass der Einfluss des Vakuums auf die Rissgrösse nicht auszuschließen ist, was wiederum zu abweichenden Ergebnissen führt [85].
Im Rahmen dieser Arbeit stand eine weitere Möglichkeit zur Beurteilung der Härteeindrücke zur Verfügung, das IFM. Die aufgenommenen Bilder sind gut zu erkennen und können am Gerät direkt ausgemessen werden, eine Eichung ist nicht notwendig.

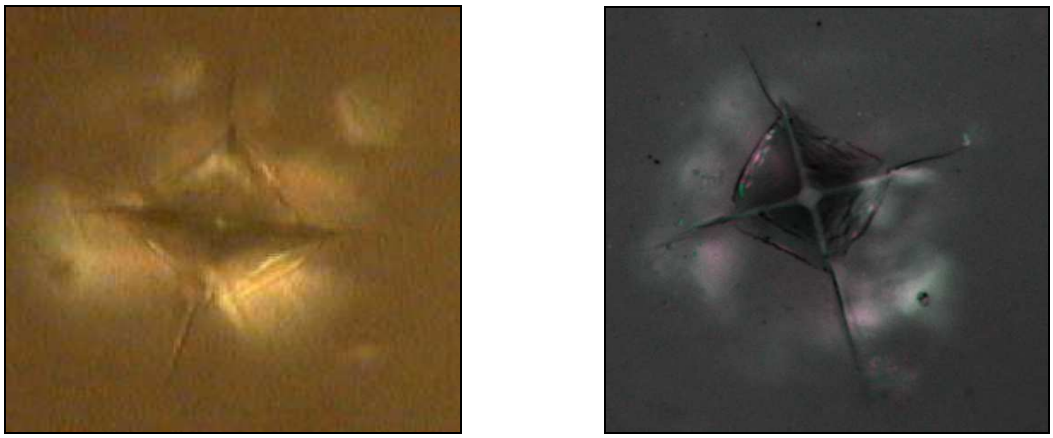


Abb. 8.16: Härteeindruck: Darstellung mit dem Lichtmikroskop (links) und dem IFM (rechts)

Eine genaue Einteilung der Eindrücke nach der Art des Rissmusters konnte nicht vorgenommen werden. Grundsätzlich erfolgt das Risswachstum in Richtung des geringsten Widerstandes, in diesem Fall zur Prüfkörperoberfläche hin. Betrachtet man die Bilder der Eindrücke, so fällt auf, dass die Risse nicht immer durch die Eckpunkte des Pyramideneindruckes verlaufen. Eine eindeutige Zuordnung zum radialen Typ ist nicht möglich. Das Vorliegen der Spannungsfelder könnte sogar auf das Vorhandensein eines lateralen Rissmusters hindeuten. Der Vergleich zwischen Rechenansätzen, welchen ein bestimmtes Rissmuster zu Grunde liegt und solchen, die typunabhängig sind, hat gezeigt, dass es zu keinem signifikanten Unterschied bei der Bestimmung des K_{IC}-Wertes kommt [86].

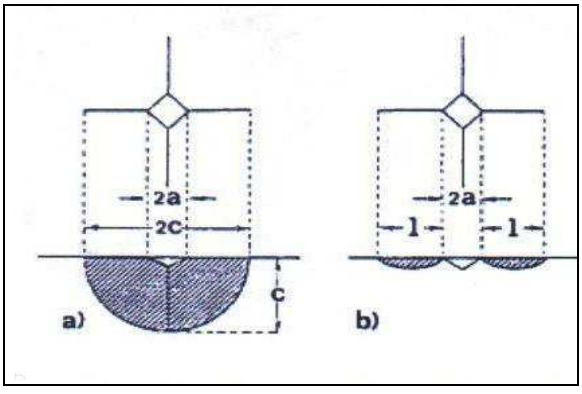


Abb. 8.17: Schematische Darstellung des Rissverlaufs: a) medianer Riss, b) radialer Riss [87]

Bei der Auswertung der Pyramideneindrücke fiel auf, dass sich pro Eindruck eine unterschiedliche Anzahl an Rissen ausbildet. Auffällig ist, dass mit zunehmender Dicke

der keramischen Verblendung mehr Risse ausgebildet wurden und es durchschnittlich zu mehr Abplatzungen kam. Auch konnte eine Zunahme der maximalen Länge der Risse mit steigender Verblendungsstärke beobachtet werden. Nach der Reparatur der Prüfkörper traten ebenfalls mehr und längere Risse auf.

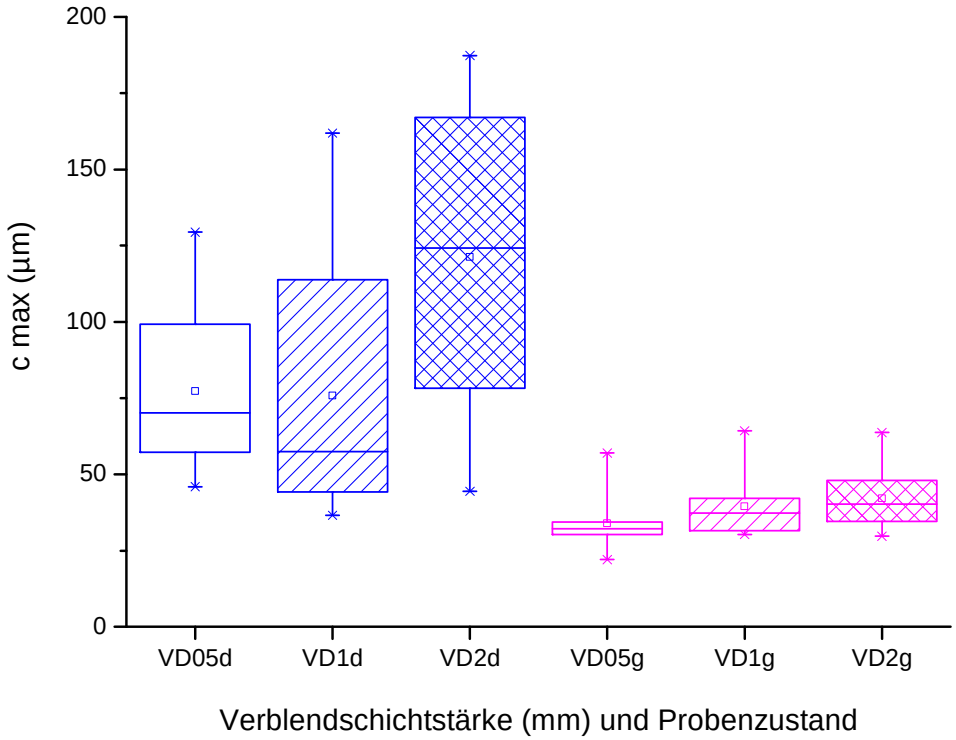


Abb. 8.19: Maximale Risslänge in Abhängigkeit von der Schichtstärke der Verblendung (05 = 0,5 mm, 1 = 1mm, 2 = 2 mm) und dem Zustand der Probe (blau/d = rep.mit Denseo Fee, rosa/g = rep.mit VITA Glaze)

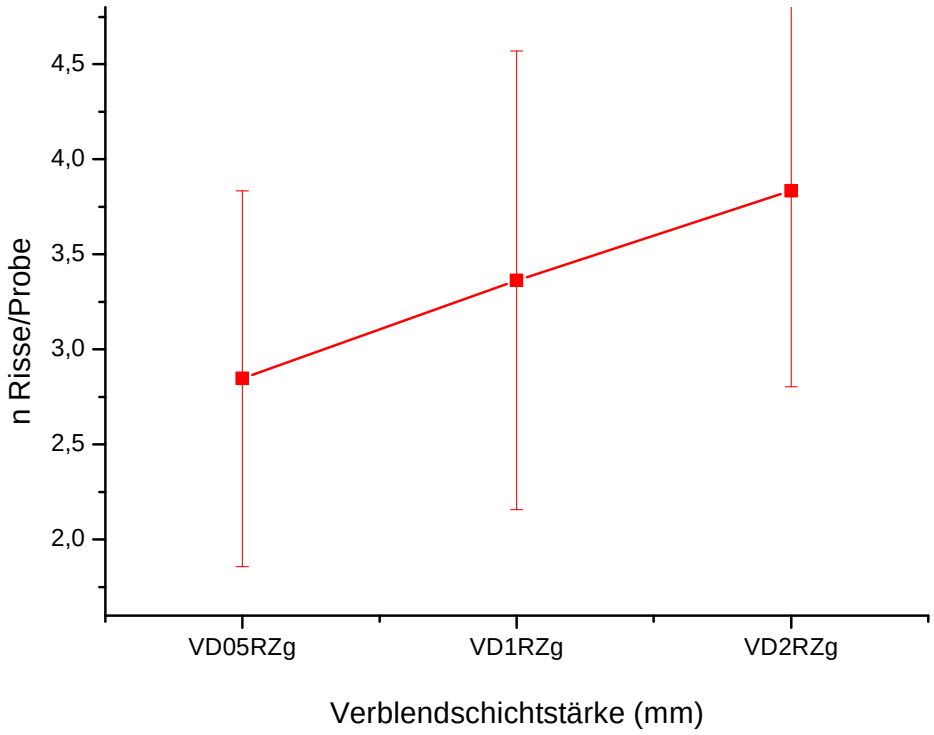


Abb. 8.20: Anzahl der Risse (RZ) in Abhängigkeit von der Schichtstärke der Verblendung (05 = 0,5 mm; 1 = 1 mm; 2 = 2 mm) einer mit VITA Glaze reparierten Probe (g)

Es stellt sich die Frage, ob die Anzahl der Risse bzw. deren maximale Ausdehnung ebenfalls einen Einfluss auf die Bewertung der Widerstandsfähigkeit von Keramiken haben. In diesem Zusammenhang soll die zur Berechnung der kritischen Risszähigkeit benötigte Größe c genauer betrachtet werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Wert c als das arithmetische Mittel aus den Risslängen aller gemessenen Eindrücke einer Probe definiert. Denkbar wäre, alternativ den Wert des längsten Risses zu verwenden. Dies entspräche der Annahme, dass dieser Riss mit hoher Wahrscheinlichkeit einen Ausgangspunkt für das überkritische Wachstum bildet und somit der schwächsten Stelle der Keramik entspricht. Setzt man den Wert des längsten Risses in die Gleichung ein, kommt es zu einer Verringerung der kritischen Risszähigkeit. Es entsteht möglicherweise eine Unterbewertung des keramischen Materials, da von dem ungünstigsten Fall ausgegangen wird [86].
Auch könnte die Festlegung eines definierten Rissmusters sinnvoll sein. SCHERRER [78] schlägt die Verwendung eines Eindruckes mit ausschließlich vier Rissen und ohne Abplatzungen vor. Dies würde jedoch zu einer sehr hohen Verwerfungsrate führen.
Die mit Hilfe der Indentermethode berechnete Risszähigkeit der Vollkeramikproben zeigte eine große Streuung der Ergebnisse. Es sollte verifiziert werden, wie entscheidend die Auswahl des Rechenansatzes ist und ob eine Optimierung der Prüftechnik zu besser reproduzierbaren Ergebnissen führt.

8.3 Unterschiede im Biege-Bruch-Verhalten zwischen VMK und VK

8.3.1 Benetzung des Gerüstes

Die kritische Risszähigkeit der vollkeramischen Proben weist im Gegensatz zu den metallkeramischen Prüfkörpern eine starke Streuung auf. Eine mögliche Ursache kann in der unterschiedlichen Benetzbarkeit der Gerüststrukturen liegen. Eine ausreichende Benetzbarkeit stellt die Grundvoraussetzung für das Zustandekommen eines Verbundes zwischen zwei unterschiedlichen Komponenten dar.
Die Benetzbarkeit eines Feststoffes mit einer Flüssigkeit kann durch den Kontaktwinkel charakterisiert werden. Eine Benetzung liegt dann vor, wenn der Kontaktwinkel kleiner als 45° ist, geht er gegen 0°, kommt es zu dem sogenannten „Spreiten“ der Flüssigkeit auf der Oberfläche. Bei einem Kontaktwinkel über 90° findet keine Benetzung statt, und die Flüssigkeit perlt ab [88].

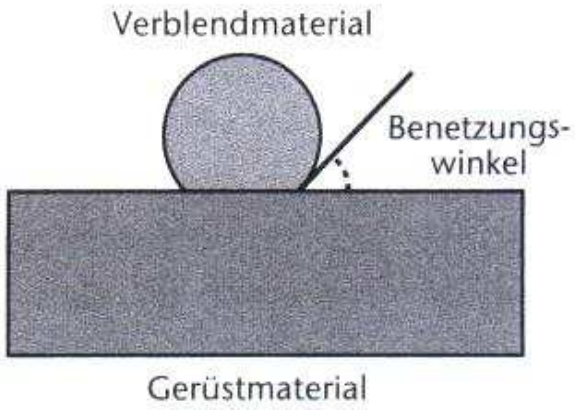


Abb. 8.21: Benetzungswinkelmessung [51]

Durch das Abstrahlen des Metallgerüstes entsteht eine ungleichmäßige, vergrößerte Oberfläche. Auch das Vorhandensein von Haftoxiden trägt zu einer Erhöhung der Benetzbarkeit bei. Untersuchungen mit metallkeramischen Proben haben gezeigt, wird die Gerüstoberfläche nur unzureichend durch den Opaker benetzt, kommt es zu einer Verminderung der Verbundfestigkeit [89]. Da bei einem vollkeramischen Werkstück nicht durch Diffusion oder Vernetzung eine direkte chemische Bindung zwischen dem Gerüst und der Verblendung entsteht [90, 91], ist die vollständige Benetzung von besonderer Bedeutung. Die Zirkoniumoxidgerüste wurden entsprechend der Herstellerangaben der Firma VITA verblendet. Bei diesem Verfahren erfolgt als erster Schritt zur Verblendung der direkte Brand mit einer Effect-Bonder-Masse. In der Literatur existieren Empfehlungen zur Konditionierung der Gerüstoberfläche durch Sandstrahlen mit 110 µm Aluminiumoxid bei 1 bar [92]. Dies steht im Wiederspruch zu der Theorie, dass das mechanische Bearbeiten eines Zirkoniumdioxid unbedingt zu

vermeiden ist, da sich partiell das tetragonale Kristallgitter in ein monoklines umwandelt und dies zu Spannungen führt.

8.3.2 Unterschiedliche Wärmeleitfähigkeit

Denkbar wäre auch, dass die unterschiedliche Wärmeleitfähigkeit von Metall und Keramik zu den schwankenden Ergebnissen der vollkeramischen Proben beigetragen hat.
Die Wärmeleitfähigkeit wird im Wesentlichen durch zwei Mechanismen realisiert. Bei Metallen findet der Austausch durch Elektronenleitung statt, dieser Vorgang ist von der Ordnung des Gitters abhängig und nimmt mit Verunreinigungen und steigender Temperatur ab. Bei Keramiken hingegen basiert er vorwiegend auf Atomschwingungen, den Phononen. Diese hängen vom Ordnungsgrad des Werkstoffes ab; amorphe Strukturen haben somit eine geringe Wärmeleitfähigkeit [93]. Wie bereits in Kapitel 4 erwähnt, führt die große Differenz zwischen der Wärmeleitfähigkeit von Metall und der Verblendkeramik zu einem schnellen Temperaturausgleich während der Abkühlphase. Auf diese Weise verringert sich das Risiko der Rissentstehung. Anders verhält es sich bei vollkeramischen Systemen. Da sich die Wärmeleitfähigkeit des Zirkoniumdioxidgerüstes nur unwesentlich von der Verblendkeramik unterscheidet, werden die Temperaturunterschiede sehr langsam ausgeglichen. Die daraus resultierende inhomogene Temperaturverteilung an der Gerüstoberfläche begünstigt die Entstehung von Spannungen und Mikrorissen. Den Empfehlungen der Literatur folgend, wurde im Rahmen dieser Arbeit mit Hilfe von Langzeitabkühlung versucht, die Spannungen zu verringern.

8.4. Kritische Bewertung der Versuchsanordnung

8.4.1 Der Brennvorgang

Das Brennen der keramischen Verblendung ist mit einigen Problemen behaftet. Ein entscheidender Faktor ist dabei ist die Wahl des Ofens. Es können gleiche Öfen mit identischen Brennparametern zu einem unterschiedlichen Ergebnis mit abweichenden Brenngraden führen. Zum Brennen der Prüfkörper für diese Arbeit wurde nur ein Modell verwendet, um Fehler durch eine unterschiedliche Lage der Thermoelemente oder verschiedene Chargen der Brennelemente auszuschließen.

Eine abweichende Güte des Werkstückes kann jedoch auch durch die Alterung der Brennelemente hervorgerufen werden [64]. Bei der Herstellung der ersten Proben zeigte sich nach dem Glanzbrand eine blasenreiche inhomogene Oberfläche. Entsprechend der Empfehlung für Zahntechniker, mit Hilfe von Brenngradtests den Ofen zu kontrollieren bzw. zu korrigieren, wurden Testproben angefertigt, um die ideale Brenntemperatur für die Anwendung von VITA Glaze zu bestimmen. Bei der Anpassung der Brennparameter des Reparaturmaterials Denseo Fee konnte auf Erfahrungswerte von Dr. Elke Mitzner, Charité Berlin, zurückgegriffen werden. Eine Verlängerung der

maximalen Haltezeit und der Temperatur führten zu einem zufriedenstellenden Ergebnis, die Qualität der Probe im Inneren konnte jedoch nicht beurteilt werden. Äußerlich wiesen die Prüfkörper eine glänzende Oberfläche auf, möglicherweise kam es durch zu schnelles Aufheizen oder eine unzureichende Vortrocknung zu einer Unterbrennung in den tiefer gelegenen Keramikschichten. In diesem Fall wird die Probenoberfläche stärker aufgeschmolzen als das Innere, Restspuren der Modellierflüssigkeit werden nicht ausreichend evaporiert [64]. Daraus resultierende Spannungen und Defekte könnten zu Abweichungen der Messergebnisse bei der Werkstoffprüfung geführt haben.

9. Schlussfolgerung

Bei der Verblendung von Zahnersatz kann die Ausbildung von Spannungen und Rissen in der Keramik nicht ausgeschlossen werden. Um eine teure und zeitintensive Neuanfertigung des Werkstückes zu vermeiden, wurde das Reparaturmaterial Denseo Fee entwickelt. Dieses verspricht eine vollständige Ausheilung von Rissen in der Verblendkeramik.
Makroskopisch zeigte sich nach der Reparatur eine intakte, homogene Oberfläche. Die mikroskopische Darstellung ermöglichte eine genaue Beurteilung der Tiefe und Ausbreitung der Risse. Es zeigte sich, dass es in der oberflächlichen Schicht zu einer vollständigen Verschmelzung der Verblendkeramik mit dem Reparaturmaterial gekommen war. In den tieferen Schichten und an der Grenzfläche zum Gerüst blieb der Frakturspalt unverschlossen. Diese Tatsache führte möglicherweise dazu, dass die erzeugten Bruchstellen vor und nach der Reparatur stets im gleichen Bereich auftraten. In einigen Fällen kam es zusätzlich im reparierten Bereich zum Verlust der gesamten Verblendung. Folglich kann davon ausgegangen werden, dass durch die Reparatur eine Sollbruchstelle entstehen kann, welche noch nach der Eingliederung der Restauration im Patientenmund zum Versagen führt.
Der Zusammenhang zwischen der Risstiefe und der Penetrationsfähigkeit des Reparaturmaterials zeigt, dass nur eine Reparatur von oberflächlichen Defekten möglich ist.
Der Zahntechniker kann das Werkstück jedoch nur äußerlich betrachten, eine korrekte Beurteilung der Risstiefe und -ausbreitung ist nicht möglich.

Um den Einfluss der Schichtdicke auf die Reparaturfähigkeit einschätzen zu können, erfolgte die Verblendung der Prüfkörper mit 0,5, 1 und 2 mm Keramik. Die Auswertung der Ergebnisse nach der Ermittlung der werkstoffkundlichen Parameter ergab, dass die besten Ergebnisse bei einer Schichtstärke von 0,5 und 1 mm erzielt wurden und es zu einem starken Abfall bei 2 mm kam. Die Entscheidung über die Reparaturfähigkeit eines Risses hängt somit nicht nur von der Defekttiefe, sondern auch von der Verblendschichtstärke ab.
Die Wahl des Gerüstes stellt eine weitere Einflussgröße auf das Reparaturergebnis dar. Insgesamt zeigten die metallkeramischen Proben nur eine geringe Standardabweichung, auch nach der Reparatur konnten keine großen Schwankungen innerhalb der Werte festgestellt werden. Dies kann auf die, durch die jahrzehntelange Erfahrung in der Metallkeramik entstandene, gute Abstimmung der Verblendkeramik auf die Legierung zurückzuführen sein.
Die hohe Standardabweichung und die großen Unterschiede der Ergebnisse bei den vollkeramischen Proben erschweren eine genaue Beurteilung der Reparaturqualität. Die geringe Stabilität des Verbundes von Zirkoniumdioxid mit der Verblendkeramik führte in der Vergangenheit immer wieder zu Problemen, so dass ein negativer Einfluss auf das Reparaturergebnis nicht ausgeschlossen werden kann.
Nach der Reparatur mit Denseo Fee kam es zu einer Erhöhung der Härte, es ist jedoch möglich, dass in dem erneuten Tempern die Ursache für die Steigerung zu sehen ist.

Eine zuverlässige Aussage über eine Steigerung oder Minderung der mechanischen Kennwerte nach der Reparatur ist zu diesem Zeitpunkt nicht möglich, da die Schichtstärke und der Verbund mit dem Gerüstmaterial ebenfalls einen Einfluss auf das Ergebnis haben.
Im Hinblick auf die Steigerung der Verbundfestigkeit von vollkeramischem Zahnersatz und deren Reparaturfähigkeit besteht noch viel Forschungsbedarf.

10. Literaturverzeichnis

1. McLean, J., *Wissenschaft und Kunst der Dentalkeramik*. Bd 1 und 2 ed. 1978, Berlin: Quintessenz.

2. Marxkors, R., H. Meiners, and J. Geis-Gerstorfer, *Taschenbuch der zahnärztlichen Werkstoffe*. Vol. 6.Auflage. 2008, Köln, München: Deutscher Zahnärzte Verlag.

3. Masi, V., *Keramische Reparaturen in einem Arbeitsgang.* Quintessenz Zahntechnik, 1984. **10**: p. 1273-1276.

4. Craig, R., J. Powers, and J. Wataha, *Zahnärztliche Werkstoffe, Eigenschaften und Verarbeitung*. Vol. 1.Auflage. 2006, München: Urban und Fischer.

5. Breustedt, A. and E. Lenz, *Stomatologische Werkstoffkunde. 2. Auflage*. 1985, Leipzig: Johann Ambrosius Barth.

6. Beuer, F., B. Stawarczyk, and M. Tholey, *Zirkonoxid-Konsens.* Dental Dialogue, 2011(12): p. 90-98.

7. G.Gehre, *Keramische Werkstoffe*, in *zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung*, K. Eichner, Editor. 2000, Hüthig Verlag: Heidelberg. p. 326-372.

8. Krumbholz, K., *Entwicklung und Eigenschaften der Aufbrennkeramik.* Dental Labor, 1989. **2**: p. 189-194.

9. Fischer, J., *Mikrostruktur und Verstärkungsmechanismen dentalkeramischer Werkstoffe. Vollkeramik Werkstoffkunde-Zahntechnik-klinische Erfahrung*. 1996: Quintessenz Bibliothek

10. Janda, R., *Gläser, Glaskeramiken und Keramiken Teil 2.* Quintessenz Zahntechnik, 2007(33): p. 186-194.

11. Claus, H., *Eine terminologische und werkstoffkundliche Betrachtung.* Zahnärztliche Welt, 1981(44): p. 44-46.

12. Reise, M., *Das kleine ABC der Verblendkeramik.* ZWP Spezial, 2004(4).

13. Claus, H., *Entwicklung der Metallkeramik.* ZWR, 1980(89): p. 36-39.

14. Krumbholz, K., *Leuzit-Kristallisation in keramischen Aufbrennmassen.* Quintessenz Zahntechnik, 1983(11): p. 1175-1179.

15. Schwickerath, H. and M. Mokbel, *über den Einfluss unterschiedlicher Wärmeausdehnungskoeffizienten in der Metallkeramik.* Dtsche Zahnärztl Z, 1983. **38**: p. 1033-1036.

16. Freisberg, K., *Der Einfluß von Feuchtigkeit auf den Elastizitätsmodul und die Biegefestigkeit verschiedener metallkeramischer Massen*, in *Dissertation*. 1985: Köln.

17. Eichner, K., *Metallkeramik in der zahnärztlichen Prothetik*. Vol. 1.Auflage. 1979, München Hanser Verlag.

18. Marx, R., *Moderne keramische Werkstoffe für ästhetische Restaurationen-Verstärkung und Bruchzähigkeit.* Dtsche Zahnärztl Z, 1993(48): p. 229-236.

19. Kappert, F. and M. Krah, *Keramiken-eine Übersicht.* Quintessenz Zahntechnik, 2001(27): p. 668-704.

20. Ludwig, K., *Lexikon der zahnmedizinischen Werkstoffe*. Vol. 1. 2005, Berlin: Quintessenz Verlag.

21. Hennike, H. and S. Klein, *in Kappert: Vollkeramik Werkstoffkunde-Zahntechnik-klinische Erfahrung* 1996: Quintessenz Bibliothek.

22. Claus, H., *Das Gefüge und Mikrogefüge der Dentalkeramik in Abhängigkeit von den Brennbedingungen.* Quintessenz Zahntechnik, 1990(16): p. 1479-1495.

23. Pliefke, M., et al., *Wärmespannungen und Lastspannungen einer metallkeramischen Brücke.* Quintessenz Zahntechnik, 2000(26): p. 817-833.

24. Krumbholz, K., *Wärmedehnung keramischer Massen.* Dent Lab, 1986(34): p. 1935-1937.

25. Hohmann, A. and W. Hielscher, *Lehrbuch der Zahntechnik*. Vol. 3. 2003, Berlin: Quintessenz Verlag.

26. Baharav, H., B. Laufer, and A. Mizrachi, *Effect of different cooling rates on fracture toughness and microhardness of a glazed alumina reinforced porcelain.* J Prosth Dent, 1996(76): p. 19-22.

27. Campell, S., *The effect of sintering temperature on the dimensional stability of a new ceramic coping.* J Prosth Dent, 1986(55): p. 309-312.

28. Dorsch, P., *Spannungen in metallkeramischen Systemen.* Ber Dtsch Keram Ges, 1981(58): p. 1-6.

29. Fischer, J., *Der Sinterprozess dentaler Aufbrennkeramik.* Schweiz Monatsschr Zahnmed, 1994(104): p. 848-853.

30. Lui, J., *The effect of firing shrinkage on the marginal fit of porcelain jacket crowns. .* Brit dent J, 1980(149): p. 43-45.

31. Strup, J., et al., *Kronen-und Brückenprothetik*, in *Curriculum Prothetik*. 2011, Quintessenz Verlag: Berlin.

32. Strietzel, R., *Quintessenz der Dentallegierungen.* Quintessenz Zahntechnik, 1998(24): p. 509-517.

33. Schwickerath, H., *Werkstoffkundliche Aspekte, Praxis der Zahnheilkunde, 4. Auflage*. 1999, München: Urban und Fischer.

34. Siebert, G.K., *Dentallegierungen in der zahnärztlichen Prothetik*. 1989, München/ Wien: Carl-Hauser-Verlag.

35. Groll, W., *Dental-Edelmetalllegierungen-ein werkstoffkundlicher Überblick.* Quintessenz Zahntechnik, 1992(18): p. 519-543.

36. Küpper, H., *Reintitan-Materialeigenschaften und Verarbeitungstechnologien eines Dentalmaterials.* Quintessenz 1989(40): p. 1625-1636.

37. Geis-Gersdorfer, J., *in: Hopp M., Fischer C., Keramische Verblendung von Titan und Titanlegierungen, .* Quintessenz Zahntechnik, 2006(32): p. 1070-1084.

38. Schwickerath, H., *Verträglichkeit von Dentallegierungen unter besonderer Berücksichtigung alternativer Verfahren zur Diagnostik*. 1998: Institut der deutschen Zahnärzte, Sonderband, Deutscher Ärzteverlag.

39. Pospiech, P., *Keramik-Vollkeramik, Ein Kompendium für die keramikgerechte Anwendung vollkeramischer Systeme in der Zahnmedizin*. 2004: 3M Espe.

40. Kern, M., et al., *Vollkeramik auf einen Blick, 5.Auflage*. 2012: Arbeitsgemeinschaft für Keramik in der Zahnheilkunde e.V.

41. KERAMIK, B.T., *Brevier Technische Keramik, 4. Auflage*. 2003: Verband der keramischen Industrie e.V.

42. J.Tinschert, N. Götzen, and G. Natt, *Oxidkeramiken*, in *Tinschert J., Natt G., Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologien. Atlas für Klinik, Labortechnik und Werkstoffkunde, Atlas für Klinik, Labortechnik und Werkstoffkunde*. 2007, Deutscher Zahnärzte Verlag: Köln.

43. Bär, G., *Der Werkstoff, der alles möglich macht? Kritische Betrachtung zu Zirkoniumdioxid und dem Verblenden metallfreier Gerüste.* Zahntechnik Magazin, 2007(11): p. 90-97.

44. Weber, H., *Edelmetallfreie Kronen-, Brücken- und Geschiebeprothetik*. 1985: Quintessenz Verlag.

45. Valega, T., *Alternatives to gold alloys.* DHEW Publica, 1977.

46. O´Brien, W. and G. Ryge, *Contact angles of drops of enamel on metal.* J Prosth Dent, 1965. **15**: p. 1094.

47. Tauber, M., *Physikalische Hinweise zur Gerüstgestaltung.* Quintessenz Zahntechnik, 2006(32): p. 384-392.

48. Lei, Y., *The influence of different thermal expansion coefficient between ceramic and metal on thermal stability of porcelain-fused-to metal crown.* Zhonghua Kou Qiang Yi Xue Za Zhi, 1991(26): p. 329-332.

49. Böhm, U., *Der Metall-Keramik-Verbund, eine sehr komplexe Einheit.* DZW, 2001(41): p. 15.

50. Siebert, G. and A. Queisser, *Elementarverteilung des Verbundes Metall-Keramik im Bereich der Grenzschicht bei NEM-und EM-Legierungen.* Dtsche Zahnärztl Z, 1985(40): p. 1163-1168.

51. Tholey, J. and M. Stephan, *Haftverbundmechanismen in dentalen Schichtsystemen.* Quintessenz Zahntechnik, 2007. **33**: p. 160-168.

52. Wehnert, L., S. Slotosch, and W. Freesmeyer, *Einfluss von mechanischen Oberflächenbearbeitungsverfahren auf den Verbund von Y-TZP zu vier Verblendkeramiken.* Quintessenz Zahntechnik, 2011. **3**: p. 37.

53. Suttor, D., *Möglichkeiten und Grenzen der Vollkeramik*, in *Vortrag 11. Wilmersdorfer Symposium der Freunde und Förderer der Zahnmedizin an der Freien Universität Berlin*. 2007: Berlin.

54. Aboushelib, M., C. Kleverlaan, and A. Feilzer, *Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations, Part II: Zirkonia ceramics.* Dent Mater, 2006. **22**: p. 857-863.

55. Aboushelib, M., et al., *Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations.* Dent Mater, 2005. **21**: p. 984-991.

56. VITA, *Herstellerangaben zur Verarbeitung von VITA VM 9 Verblendkeramik*. 2008.

57. J.Tinschert, et al., *Festigkeitsverhalten von Infix-Brücken mit CAD/CAM-gefertigten Keramikverblendungen.* Digital Dental News, 2012(6): p. 12-22.

58. Lohbauer, U., *Belastbarkeit von Keramiken-Ursachen für Frakturverluste.* ZWR online, 2012.

59. VITA, *Herstellerangaben zu VITA VM 9, Fragen und Antworten.* 2012.

60. R. Marxcors and H. Meiners, *Taschenbuch der zahnärztlichen Werkstoffe*. Vol. 5.Auflage. 2000, Köln, München: Deutscher Zahnärzteverlag.

61. VITA, *Herstellerangaben zu VITA VM15, Trouble Shooting.* 2012.

62. Kern, M., H. Bauer, and H. Kimmich, *Das 1 x 1 der Zirkonoxidbehandlung.* Zahntechnik Magazin, 2010(14): p. 28-32.

63. Claus, H., *Dentalkeramische Massen vor , während und nach dem Brennprozess.* ZWR, 1985(94): p. 612-616.

64. Tholey, M. and N. Thiel, *Das Brennen von dentaler Verblendkeramik.* Quintessenz Zahntechnik, 2009(8): p. 1018-1029.

65. Lenz, J., M. Thies, and Schweitzerhof, *Wärmespannungen in metallkeramischen Kronen: Brennen in Schichten.* Teamwork Interdiszipl J Proth, 2001(4): p. 416-433.

66. Tholey, M., et al., *Temperaturgradienten in Kronen mit Gerüsten aus Zirkoniumdioxid.* Quintessenz Zahntechnik, 2010(9): p. 1182-1196.

67. Degudent, *Richtig gerechnet statt mutig geraten bringt Verblendung von Zirkondioxidgerüsten auf Metallkeramikniveau.* DZW, Sonderdruck der Ausgabe 10/9, 2009.

68. Stipho, H. and A. Stipho, *Effectiveness and durability of repaired acrylic resin joints.* J Prosth Dent, 1987(58): p. 249-253.

69. Shen, C., F. Colaizzi, and B. Birns, *Strengh of denture repairs as influenced by surface treatment.* J Prosth Dent, 1984(52): p. 844-848.

70. Denry, I., J. Holloway, and L. Tarr, *Effect of Heat Treatment on Microcrack Healing Behavior of a machineable dental ceramic,.* J Biomed Mat Res (Appl Biomaterials), 1999(48): p. 791-796.

71. Giordano, R., M. Cima, and R. Pober, *Effect of* surface *finish on the flexual strength of feldspatic and aluminious dental ceramic.* Inter J Prosth, 1995(8): p. 311-319.

72. Meiners, H., *Aufbrennkeramik*, in *Fortschritte der Zahnärztlichen Prothetik und Werkstoffkunde, Bd 1*. 1980, Carl-Hanser Verlag: München/ Wien.

73. Lamprecht, J., *Biologische Forschung: Von der Planung bis zur Publikation*. Pareys Studientexte. 1992, Berlin: Verlag Paul Parey. 38-43.

74. Köppen, M., *Der Effekt der Silanisierung auf die Haftung zwischen Aufbaumaterialien und verschiedenen faserverstärkten Kompositwurzelkanalstiften*. 2011: Dissertation.

75. Gühring, W. and J. Barth, *Anatomie: Spezielle Biologie des Kausystems*, in *Grundwissen für Zahntechniker, 4. Auflage*. 1992, Neuer Verlag Merkur. p. 160.

76. Eichner, K. and H. Kappert, *Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung, Bd 1, 8. Auflage*. 2005: Thieme Verlag.

77. Quinn, G., *Design Data for Engineering Ceramics: a Review on the flexure Test.* J Am Ceram Soc, 1991(74): p. 2037-2066.

78. Scherrer, S., I. Denry, and H. Wiskott, *Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and dental ceramic.* Dent Mater, 1998(14): p. 246-255.

79. Strietzel, R., *Die Werkstoffkunde der Metall-Keramik-Systeme*. 2005: Verlag Neuer Merkur.

80. Tinschert, J. and G. Natt, *Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologie, Atlas für Klinik, Labortechnik und Werkstoffkunde*. 2007: Deutscher Zahnärzte Verlag.

81. Schmidt, D., *Biegefestigkeitsuntersuchungen an verschiedenen Werkstoffen*, in *Praktikumsskript Werkstoffwissenschaft*. 2010, Institut für Wekstofftechnik Technische Universität Ilmenau.

82. Misholi, A., *Techniklexikon.* 2010.

83. Marxcors, R., *Lehrbuch der zahnärztlichen Prothetik, 4. Auflage*. 2007: Deutscher Zahnärzte Verlag.

84. München, A.V., *Digital-Dentistry, Physikalische Eigenschaften Zirkonoxid*.

85. Abert, C., *Die kritische Wertung der Bestimmung der kritischen Risszähigkeit von Zirkoniumdioxidsinterkeramik mit der Indenter-Technik*. 2009: Dissertation.

86. Wirthwein, C., *Vergleichende Bewertung der Festigkeitseigenschaften dentaler Feldspatkeramiken der Firma DCS*. 2006: Dissertation.

87. Kvam, K., H. Herö, and G. Oilo, *Fracture toughness measurements of some dental ceramics: a methologic study.* Scand J Dent Res, 1991(99): p. 527-532.

88. Müller, W.-D., *Kontaktwinkel*, in *Praktikumsskript Werkstoffkunde*. 2012, Abteilung für zahnärztliche Werkstoffkunde Charité Berlin.

89. P.Kohorst, *Verbesserung des Keramik-Legierungs-Verbundes durch Applikation eines Primers.* Zahntechnik Magazin, 2011(15): p. 606-611.

90. Stephan, M., *Beschichtungsverhalten von Verblendkeramiken auf Dentalkeramiken,*. 1996, Uni Tübingen: Diplomarbeit der Geowissenschaftlichen Fakultät.

91. Schmid, M., et al., *Chemische und thermische Kompatibilität vollkeramischer Verbundsysteme.* Dtsche Zahnärztl Z, 1990(45): p. 505.

92. *Verarbeitungsprospekt ZIROX*. 2006, Firma Wieland Dental+Technik GmbH&Co KG.

93. Gauckler, L., *Einführung in die Materialwissenschaft*. 2011: Eidgenössische Technische Hochschule Zürich.

11. Anhang

11.1 Eidesstattliche Versicherung

Ich, Diandra Zscherlich, versichere an Eides statt durch meine eigenhändige Unterschrift, dass ich die vorgelegte Dissertation mit dem Thema „Werkstoffkundliche Betrachtungen zum Reparaturmaterial Denseo Fee. Eine In-vitro-Studie„ selbstständig und ohne nicht offengelegte Hilfe Dritter verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel genutzt habe.
Alle Stellen, die wörtlich oder dem Sinne nach auf Publikationen oder Vorträgen anderer Autoren beruhen, sind als solche in korrekter Zitierung (siehe „Uniform Requirements for Manuskripts (URM)“ des ICMJE – www.icmje.org) kenntlich gemacht. Die Abschnitte zu Methodik (insbesondere praktische Arbeiten, Laborbestimmungen, statistische Aufarbeitung) und Resultaten (insbesondere Abbildungen, Graphiken und Tabellen) entsprechen den URM (s. o.) und werden von mir verantwortet.
Meine Anteile an etwaigen Publikationen zu dieser Dissertation entsprechen denen, die in der untenstehenden gemeinsamen Erklärung mit dem Betreuer angegeben sind.
Sämtliche Publikationen, die aus dieser Dissertation hervorgegangen sind und bei denen ich Autor bin, entsprechen den URM (s. o.) und werden von mir verantwortet.

Die Bedeutung dieser eidesstattlichen Versicherung und die strafrechtlichen Folgen einer unwahren eidesstattlichen Versicherung (§ 156, 161 des Strafgesetzbuches) sind mir bekannt und bewusst.

Datum Unterschrift

11.2 Publikationsliste

Diandra Zscherlich, Elke Mitzner, Wolf-Dieter Müller, *Werkstoffkundliche Betrachtung eines neuen Reparaturmaterials.* Quintessenz Zahntechnik, 2009. **3**: p. 302-310

11.3 Lebenslauf

Mein Lebenslauf wird aus datenschutzrechtlichen Gründen in der elektronischen Version meiner Arbeit nicht veröffentlicht.

11.4 Danksagung

Ich danke Herrn Prof. Dr. Wolf-Dieter Müller für die freundliche Überlassung des Dissertationsthemas und die Möglichkeit der Durchführung der Promotion am Funktionsbereich zahnärztliche Werkstoffkunde und Biomaterialforschung der Charité.
Außerdem danke ich ihm für die kontinuierliche Unterstützung bei der Durchführung der Arbeit und die zahlreichen Anregungen für die theoretische und praktische Umsetzung.

Mein besonderer Dank gilt Frau Christiane Schöpf, die mir stets Anleitung und Hilfestellung bei allen technischen Arbeiten gab.
Außerdem Frau Beate Lion, die mir in Fragen zum Layout hilfreich zur Seite gestanden hat.

Abschließend bedanke ich mich bei den Firmen Denseo und VITA für die Bereitstellung des Studienmaterials.