

Aus der Klinik für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde
der Medizinischen Fakultät Charité – Universitätsmedizin Berlin

DISSERTATION

**Einfluss veränderter Parameter bei der Verblendung von
edelmetallfreien Legierungen mit Keramik auf den Haftverbund**

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

vorgelegt der Medizinischen Fakultät
Charité – Universitätsmedizin Berlin

von

Doreen Pritzel
aus Hennigsdorf

Gutachter: 1. Priv.-Doz. Dr. R. Strietzel
2. Prof. Dr. M. Gente
3. Priv.-Doz. Dr. rer. nat. W.-D. Müller

Datum der Promotion: 07.09.2012

Meiner lieben Mama gewidmet

INHALTSVERZEICHNIS

1	Einleitung	7
2.	Schrifttum	9
2.1	Gerüstmaterialien	9
2.2.	Kobalt-Chrom Legierungen	9
2.3	Dentalkeramik	12
2.3.1	Zusammensetzung und Eigenschaften von Dentalkeramiken	12
2.3.2	Metall-Keramik-Haftverbund	16
2.3.3	Chemischer Verbund	16
2.3.4	Mechanische Bindung	17
2.3.5	Zwischenmolekulare Anziehungskräfte / VAN-DER-WAALSche Kräfte	18
2.4	Einfluss verschiedener Parameter auf den Haftverbund	20
2.4.1	Elastizitätsmodul	20
2.4.2	Metallverarbeitung	21
2.4.3	Oberflächenvorbehandlung	22
2.4.4	Dentalkeramikverarbeitung	25
2.4.5	Einfluss von Thermocycling und Nasslagerung auf den Co-Cr- Keramik Haftverbund	27
2.5	Klinische Bewährung von keramisch verblendetem Zahnersatz	28
2.6	Prüfverfahren keramisch verblendeter Konstruktionen	29
2.6.1	Versuch nach PÜCHNER	29
2.6.2	Der VOSS-Test	30
2.6.3	Druck-Schertest nach SCHMITZ/SCHULMEYER	30
2.6.4	Der Drei-Punkt-Biegetest nach SCHWICKERATH	30
2.7	Mikromorphologische Untersuchungen mit dem Rasterelektronen- mikroskop und energiedispersive Röntgenanalysen	31
2.8	Elementverteilungsbilder	32
2.9	Zielstellung	33
3	Material und Methode	35

3.1	Verwendete Geräte	35
3.2.1	Verwendete Legierung	37
3.3	Verwendete Keramik	38
3.4	Herstellung der Prüfkörper	41
3.4.1	Herstellung der Metallrohlinge	41
3.4.2	Aufbrennen der Keramik	41
3.5	Versuchsdurchführung, Verfahren und Apparatur	44
3.5.1	Durchführung der Verbundfestigkeitsprüfung	44
3.5.2	Oberflächenuntersuchungen	45
3.5.3	Elektronenrastermikroskop und energiedispersive Röntgenspektroskopie	45
3.6	Statistische Verfahren	47
3.6.1	MANN-WHITHNEY U -Test	47
3.6.2	STUDENTscher T-Test	48
3.6.3	Auswahl der Berechnungsmethode	48
4	Ergebnisse	49
4.1	Scher-Verbundfestigkeit, Vergleich aller Serien	49
4.2	Scher-Verbundfestigkeit, Vergleich zusammengehöriger	52
	Untersuchungsreihen	52
4.2.1	Einfluss der Oxidbrände	52
4.2.2	Einfluss der Trocknungsphase	54
4.2.3	Einfluss des Verzichts auf den Opaker, der Schichtung und der Brenntemperatur des Opakers und von Glycerin als Anmischflüssigkeit	56
4.2.4	Einfluss der Dentin-Brenntemperatur oberhalb der Herstellerangaben	58
4.2.5	Einfluss der Dentin-Brenntemperatur unterhalb der Herstellerangaben	60
4.2.6	Einfluss von Korrekturbränden	62
4.3	Vergleich der untersuchten Parameter Brenntemperatur und Korrekturbrände, Metall- und Keramikoberflächen	64
4.3.1	Mikroskopische Auswertung und REM -Analysen	65
4.4.1	Morphologie der Metall-Keramik-Kontaktzone, Bruchlinienverlauf	65

4.4.2	Elementverteilungen in der Metall-Keramik -Kontaktzone	68
5	Diskussion	84
5.1	Fehlerdiskussion	84
5.1.1	Probenherstellung	84
5.1.2	Durchführung der Verbundfestigkeitstestung	86
5.1.3	Eignung des Verfahrens	87
5.2	Diskussion der Messwerte	88
5.2.1	Einfluss des Oxidbrandes	89
5.2.2	Einfluss des Trocknungsphase	90
5.2.3	Einfluss des Verzichts auf den Opaker	91
5.2.4	Einfluss der Schichtung des Opakers	92
5.2.5	Einfluss von Glyzerin beim Mischen	93
5.2.6	Einfluss der Opaker-Brenntemperatur	94
5.2.7	Einfluss der Dentin-Brenntemperatur	94
5.2.8	Einfluss von Korrekturbränden	97
5.2.9	Tracerzone	99
5.2.10	EDX-Analyse	100
6	Zusammenfassung	101
7	Summary	104
8	Literaturverzeichnis	106
9	Anhang	119
10	Danksagung	134
11	Lebenslauf	135

1 Einleitung

Die moderne Geschichte der Dentalkeramik beginnt mit den Untersuchungen von FAUCHARD, die auf das Jahr 1733 datieren. FAUCHARD brannte Keramik auf Brückenprothesen aus Gold [18, 29]. Die ersten Versuche wurden von vielen Misserfolgen begleitet. Es mussten deshalb die werkstofftechnischen Rahmenbedingungen untersucht und wichtige Parameter angepasst werden. Hierzu gehört die Angleichung der Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK), Schaffung eines ausreichenden Haftverbunds der Materialien und eine Erhöhung der Korrosionsbeständigkeit und damit der Biokompatibilität [18]. Dabei war es unerheblich, ob es sich bei dem Metallgerüst um eine aufbrennfähige Edelmetall- (EM-) oder eine aufbrennfähige Nicht-Edelmetall- (EMF) Legierung handelte. Die Aufbrennfähigkeit von EM-Legierungen wurde erst durch den Zusatz von unedlen Bestandteilen, wie z. B. Zinn, Kupfer und Eisen erreicht. Diese Zusätze bilden Oxide an der Metalloberfläche, denen am Zustandekommen des Metall-Keramik Haftverbunds ein erheblicher Anteil zugeschrieben wird [21]. EMF-Legierungen benötigen zusätzliche Haftoxidbildner nicht, da eine chemische Bindung zwischen dem Metall und der Keramik über die passivierenden Chromoxidschichten stattfindet [85]. Das Metall-Keramik-Verbundsystem ist eine klinisch bewährte und erfolgreiche Methode. Es stellt aufgrund der guten Langzeiterfahrungen heute die Standardversorgung für Brücken dar [54, 88]. Ungeachtet dieser Langzeiterfahrungen bedarf es einer regelmäßigen Prüfung hinsichtlich der Einhaltung aller einschlägigen werkstoffkundlichen Anforderungen und Richtlinien [67, 69].

Eine seit 1986 durch das kassenzahnärztliche Versorgungsprinzip an das Metall-Keramik-Verbundsystem gestellte Forderung ist die Verwendung von kostengünstigeren EMF-Legierungen für die Erstellung der Metallgerüste [60, 72]. Trotz des zunehmenden Anteils der Vollkeramik-Restaurationen sind die Metall-Keramik-Aufbrennsysteme nach wie vor von großer wirtschaftlicher und praktischer Bedeutung. In neuerer Zeit drängt vermehrt vollkeramischer Zahnersatz mit Verblendkeramiken auf Zirkonoxid-Gerüsten auf den Markt, bei

denen allerdings aufgrund niedriger Verbundfestigkeiten der Verblendkeramiken eine erhöhte Gefahr defekter Keramikverblendungen besteht [77, 135, 136]. Sowohl für den Patienten als auch für den Zahnarzt stellt ein Defekt an zahnmedizinischen Restaurationen, beispielsweise durch das Abplatzen der Keramik vom Metallgerüst, eine sehr missliche Situation dar und es zwingt meistens zu Neuanfertigungen [66, 149]. Studien haben gezeigt, dass Misserfolge von keramisch verblendetem Zahnersatz in der klinischen Anwendung häufig durch das Versagen des Metall-Keramik-Haftverbunds unter Kaubelastung bedingt werden [13, 101, 112, 156].

Beim Brennvorgang, der für einen guten Metall-Keramik-Verbund entscheidende Bedeutung hat, ist eine große Zahl von Einflussgrößen zu beachten. Es können unter anderem Brenngradunterschiede entstehen durch verschiedene Ofenfabrikate, Alterung der Brennelemente und die jeweiligen Temperatur-Kontrolleinrichtungen, die Wahl des Brenngutträgers, die Packungsdichte der Werkstücke im Brennraum und die Konsistenz der vor dem Brennvorgang als Schlicker vorliegenden Keramik. Kleine Änderungen während der Herstellung der Werkstücke haben Folgen in Bezug auf die Ästhetik und vor allem auf die Haftfestigkeit der Keramik auf dem Metall [23, 80, 88, 146].

Ziel dieser Arbeit ist es, den Einfluss einiger in der Durchführung in zahntechnischen Laboratorien veränderbarer Parameter des Keramik-Brennprozesses auf die Metall-Keramik Haftfestigkeit zu untersuchen. Dabei werden der Einfluss von Oxidbränden unterschiedlicher Temperatur, von reduzierten Temperaturen der Trocknungszeit des Opakers, des vollständigen Verzichts auf Durchführung eines Opakerbrands und die Durchführung nur eines Opakerbrands untersucht. Ferner werden Erhöhungen der Temperatur des Opakerbrands vorgenommen und die Verwendung von Glycerin als Anmischflüssigkeit für den Opaker untersucht. Zusätzlich wird der Einfluss einer dicken Schichtung des Opakers untersucht. Desweiteren wird der Einfluss des schrittweise Reduzierens und Erhöhens der Temperatur beim Dentinbrand und der Anzahl der Dentinbrände beziehungsweise von Korrekturbränden hinsichtlich einer Beeinflussung der Metall-Keramik-Verbundfestigkeit untersucht und verglichen.

2. Schrifttum

2.1 Gerüstmaterialien

Für die Herstellung der Metallgerüste der Metall-Keramik-Verbundsysteme lassen sich verschiedene Metalle und Legierungen verwenden. Dazu gehören Edelmetall-Legierungen, Edelmetallfreie Legierungen (EMF-Legierungen), Titan und Titan-Legierungen [60, 61, 78, 160]. Als weiteres Gerüstmaterial hat yttriumverstärktes Zirkoniumdioxid in den letzten Jahren an Bedeutung gewonnen. Es ist mit diesem Material jedoch bisher nicht möglich, umfassendere Versorgungen mit größeren Spannen herzustellen [64, 149].

Aufgrund der in den letzten Jahren gestiegenen Kosten für Edelmetalle und der vorteilhaften mechanischen Eigenschaften ist die Popularität von EMF-Legierungen deutlich gestiegen [103].

2.2 Kobalt-Chrom Legierungen

Bekannt wurden Kobalt-Chrom Legierungen (Co-Cr Legierungen) im Bereich der industriellen Anwendung zum Ende des 19. Jahrhunderts durch die Einführung der Legierung „Stellite“. Sie wurden in Bereichen eingesetzt, in denen hohe Verschleißbelastungen auftraten und eine hohe Korrosionsresistenz der eingesetzten Legierungen gefordert wurden. Die Co-Cr Legierungen wiesen eine im Vergleich zu reinem Kobalt verbesserte Umformbarkeit, sowie wegen des Chromanteils eine verbesserte Korrosionsbeständigkeit auf [48, 49].

Nachdem TAMMANN 1919 Kobalt-Basis-Legierungen untersuchte, führten ERDLE und PRANGE diese Legierung in die Zahntechnik ein, indem sie weitere Bestandteile hinzufügten. So entstand in den Jahren nach 1932 die Kobalt-Chrom Legierung „Vitallium A“ (Co 60,6% / Cr 31,5% / Mo 6,9% / Rest<1%) [4].

1968 wurde bei der Firma BEGO erstmals die Verblendkeramik Vita VMK 68 auf die edelmetallfreie Legierung Wiron (Ni 65° / Cr 22,5° / Mo 9,8° / Si 1 / Nb 1 / Rest < 1 %) aufgebrannt [71].

Co-Cr Legierungen werden vorzugsweise in der Modellgusstechnik aufgrund des hohen Elastizitätsmoduls (E-Modul) von etwa 200 GPa eingesetzt. Das E-Modul ist das Maß für die Kraft, die zur elastischen Verformung eines Gerüsts notwendig ist. Die höheren Werte der Co-Cr Legierungen deuten auf eine längere Haltbarkeit als bei den meisten anderen in der Zahntechnik verwendeten Legierungen hin. Erst durch das Anpassen des Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK-Wert, WAK) der Co-Cr Legierungen an den WAK der Keramik und das Heruntersetzen der Härte durch geeignete Zusätze konnten aufbrennfähige Co-Cr Legierungen entwickelt werden [37]. Härte und Festigkeit eines Metallgerüsts werden auch durch die Struktur des Metalls beeinflusst. Co-Cr Legierungen bilden ein mehrphasiges Gefüge und erstarren dendritisch. Sie zeichnen sich durch eine große Härte, hohe Verschleißfestigkeit sowie hohe Hitze- und Korrosionsbeständigkeit aus. Das ist auf die Zusammensetzung dieser Legierung und der daraus resultierenden Mikrostruktur (siehe oben) zurückzuführen [25, 73, 85].

Kobalt beeinflusst mechanische Eigenschaften, wie die Härte und die Fließfähigkeit der Schmelze [97].

Chrom bestimmt die chemische Beständigkeit der Legierung. Die Passivierung erfolgt außerordentlich schnell. Sie stellt einen Oxidationsprozess dar und bewirkt die Korrosionsresistenz im Mundmilieu durch die Ausbildung einer schützenden Oxidschicht [126].

Molybdän erhöht die Dehnbarkeit sowie die chemische Beständigkeit. Es schützt vor unerwünschter Aufkohlung während des Gussprozesses, indem es mit Kohlenstoff zu Molybdänkarbid reagiert [97].

Die Materialeigenschaften erlauben einen breitflächigen Einsatz der Co-Cr-Legierungen in der Zahntechnik und -medizin [86].

Sonstige Zusätze wirken stabilisierend auf das Gefüge und verbessern unter anderem die Verarbeitbarkeit und Fließfähigkeit beim Gießen (Beryllium), erhöhen den WAK-Wert oder reduzieren die Härte. BEZZON empfiehlt die Zugabe von Beryllium zu unterlassen, da Beryllium sich leicht aus der Legierung löst und nicht biokompatibel ist [9, 86].

2.3 Dentalkeramik

WEINSTEIN hat als erster eine Metall-Keramik-Kombination mit aufeinander abgestimmten Komponenten auf der Basis einer Edelmetall Legierung entwickelt [158]. Das Prinzip der Keramikzusammensetzung, welches sich heute noch bewährt, besteht darin, dass 2 Fritten gemahlen, miteinander gemischt und verschmolzen werden. Dabei handelt es sich um eine Glasfritte und eine Leuzitfritte [74, 75].

Aufgrund im Patent- und Lizenzrecht begründeter finanzieller Erschwernisse durch teure amerikanische Lizenzen und Patente, konnte die von Weinstein vorgestellte Methode der Keramikverblendung auf Metall erst 1962 durch die Firma Vita-Zahnfabrik eingeführt werden. Ab 1968 gab es dann die ersten Versuche, Keramik auf EMF-Legierungen aufzubrennen [18].

2.3.1 Zusammensetzung und Eigenschaften von Dentalkeramiken

Dentalkeramiken bestehen aus silikatischen Rohstoffen, wie Feldspat, Quarz und Zusätzen wie Flussmitteln und Trübungsmitteln.

Feldspat ist ein Mischkristallsystem aus Kalifeldspat ($K [Al-Si_3-O_8]$), Natronfeldspat ($Na [Al-Si_3-O_8]$) und Kalkfeldspat. Es ist Hauptbestandteil der Dentalkeramik. Es hat eine Dichte zwischen $2,52-2,77 \text{ g/cm}^3$ und eine Härte von 6-6,5 nach der MOHSSchen Skala. Der Kalifeldspat wird bei der Herstellung von Dentalkeramiken bevorzugt. Kalifeldspat und Natronfeldspat beginnen bei $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ zu schmelzen. Natronfeldspat schmilzt vollständig und kann dadurch als Flussmittel fungieren. Kalifeldspat wird beim Brand glasig und behält seine Form, sofern die Keramik beim Brennen nicht überhitzt wird. Es bilden sich in der flüssigen Schmelze tetragonale-pseudokubische Leuzitkristalle ($K [Al-Si_2-O_6]$). Da der Leuzit einen sehr hohen WAK-Wert von $20-25 \times 10^{-6} \times \text{k}^{-1}$ hat, kann der WAK-Wert der Keramik über den Leuzitgehalt eingestellt werden [21, 36, 69, 107].

Quarz (SiO_2) ist ein weiterer wesentlicher Rohstoff. Aufgrund seiner hohen Schmelztemperatur von $1450\text{ }^\circ\text{C}$ erhöht Quarz beim Brand die Standfestigkeit der Dentalkeramiken. Seine Dichte liegt bei $2,65\text{ g/cm}^3$ und die Härte nach MOHS bei 7. Durch den Quarzgehalt werden die Festigkeit, Temperaturwechselbeständigkeit, Wärmedehnung und Trübung beeinflusst. Quarz erhöht die Viskosität beim Brand und damit auch die Kantenstabilität [22, 113].

Flussmittel können Borsäure, Calzit, Aluminiumoxid oder Soda sein. Sie verbessern die Formbarkeit der Keramik beim Modellieren und setzen die Brenntemperatur herab [59].

Kaolin, auch als Porzellanerde bekannt, ist ein wasserhaltiges Gemisch aus Kaolinit, Dickit, und Nackrit. Bei $1600\text{ }^\circ\text{C}$ sintert diese Masse und ist schwer schmelzbar. Kaolin bildet in Anwesenheit von Feldspat bei $1150\text{-}1290\text{ }^\circ\text{C}$ opake Mullitkristalle, was eine Weißtrübung der Keramik verursachen kann. Wegen der möglichen Einschränkung der Ästhetik infolge der Trübung ist Kaolin in neueren Dentalkeramiken nicht mehr enthalten [36].

Die Herstellung der Dentalkeramik beginnt mit dem Zerkleinern der Rohstoffe, dem Mahlen und anschließendem Reinigen. Quarz und Kalifeldspat sind oft mit stark färbenden Eisenoxiden verunreinigt, die sich in Pulverform leicht mit einem Magneten entfernen lassen. Andererseits wird der Keramik mit bis zu 7 % Metalloxiden ihre gewünschte Farbe gegeben. Anschließend werden die Rohstoffe vermischt, geschmolzen und zu Fritten gemahlen [16, 22].

Nach diesem ersten Durchgang besteht meist noch keine vollständig homogene Fritte, deshalb wird der Vorgang des Mahlens wiederholt und die Masse nochmals zusammenschmolzen und zu Pulver zermahlen. Die Korngröße bestimmt die Qualität der Keramik und die Größe der Sinterschrumpfung während ihrer Verarbeitung [16].

In der mineralischen Zusammensetzung bestehen die Dentalkeramiken meist aus gesinterten, nicht vollständig geschmolzenen Gläsern und dem kristallinen Anteil Leuzit (siehe oben) [84]. Durch den Leuzit erhält die Dentalkeramik eine hohe Härte, und seine chemische Stabilität. Während Glasmassen beim keramischen Brennprozess zerfließen, geben Leuzitkristalle Standfestigkeit beim Schmelzprozess [63, 96].

Keramik hat gewisse Ähnlichkeiten mit Glas. GRIFFITH fand 1920 latent verstreute Mikrorisse im Glas, so genannte Flaws. Flaws erhöhen die interne Empfindlichkeit des Glases gegen von außen einwirkende Spannungen und Belastungen. Die gemessene Widerstandsfähigkeit von Glas bei mechanischer Belastung ist um den Faktor 100 geringer als die theoretische. Die Belastbarkeit von benetztem Glas wiederum ist geringer als die des trockenen Glases. Wasser besitzt eine Keilwirkung in den Flaws, sodass diese expandieren können. Für dentale Verblendkeramik vermutet KURKJAN, dass ein Glasurbrand, der die Mikrorisse abdeckt, die Anfälligkeit gegen mechanische Belastungen sinken lässt [79]. SCHWICKERATH fand wesentlich höhere Festigkeitswerte bei Proben dentaler Verblendkeramik, bei denen ein Glanzbrand durchgeführt wurde [122]. ZSCHERLICH fand deutlich erhöhte Werte der Biegefestigkeit von gebrannten Dentinmassen, wenn als Glasurmasse für den Glasurbrand eine Keramik verwendet wurde, die eine deutlich niedrigere Schmelztemperatur als die Dentinmasse hat. Spannungen in der Keramik konnten so herabgesetzt werden, was den Ergebnissen von GRIGGS entspricht [43, 165]. Nach URBANSKY kann hinsichtlich der Oberflächenrauigkeit der Keramikoberfläche auf einen Glanzbrand verzichtet werden, wenn die Oberfläche hochglänzend poliert wird [149].

LEHMANN beschreibt den Einfluss unterschiedlicher Brenngutträger auf die Sinterschrumpfung, Temperaturführung, Oberflächenrauigkeit und Porosität dentaler Verblendkeramiken. Um eine gleichbleibende Qualität des Keramikbrennprozesses zu erreichen, empfiehlt er, die Temperatursteuerung der Keramikbrennöfen für jeden Brenngutträger zu kalibrieren [80].

Die Anstiegsrate der Temperatur während des Brennvorganges hat einen Einfluss auf das Schrumpfungsverhalten und die Transparenz der Verblendkeramik. Die Opazität einer keramischen Verblendung wird umso größer und die Schrumpfung fällt umso geringer aus, je schneller der Brennvorgang verläuft. Im Umkehrschluss geht eine hohe Schrumpfung mit einer starken Transluzenz einher [54].

LUCAS fand unterschiedliche Temperaturverläufe in der Aufheiz- und Abkühlphase der von ihr untersuchten dentalen Keramikbrennöfen. Die Beladung des Brennraumes beziehungsweise Anzahl, Form, Größe des Brenngutes sowie die Positionierung des Brenngutes innerhalb der Brennkammer beeinflussen die tatsächliche Ofentemperatur und somit die Qualität des Brennvorgangs. Durch optimale Positionierung der Sinterobjekte innerhalb der Brennkammer kann die Qualität des Brennvorgangs positiv beeinflusst werden [88].

Untersuchungen von ZIMNY haben gezeigt, dass sowohl die Positionierung der Sinterobjekte auf dem Brenngutträger, als auch das Material des Brenngutträgers signifikanten Einfluss auf die Verbundfestigkeit zwischen dem Metall und der Keramik haben [164].

KLINKE beschreibt glattere Oberflächenstrukturen gebrannter dentaler Keramik bei geringer Erhöhung der Brenntemperatur, was mit einer größeren Sinterschrumpfung einhergeht [69].

Untersuchungen von CLAUS haben gezeigt, dass sich der Brenngrad einer dentalen Verblendkeramik über die Höhe der Brenntemperatur, die Trockenzeit, die Aufheizzeit und die Haltezeit beeinflussen lässt [21].

2.3.2 Metall-Keramik-Haftverbund

Der Metall-Keramik-Verbund wird durch das Zusammenwirken von adhäsiven, mechanisch-retentiven, chemischen und physikalisch-chemischen Vorgängen bestimmt. Eine weitere Theorie betrifft den Einfluss des WAK-Werts der Legierung und der Keramik. In diesem Zusammenhang sollten auch die Unterschiede der Bindung von nichtedelmetallhaltigen und den edelmetallhaltigen Legierungen zur Verblendkeramik betrachtet werden.

EICHNER teilt den Anteil der einzelnen Bindungskräfte wie folgt ein: Chemische Bindungskräfte 50 %, Mechanische Bindungskräfte 22 %, Kontraktionskräfte 26 % und VAN-DER-WAALS-Kräfte 2 % [29].

2.3.3 Chemischer Verbund

Der chemische Verbund beruht auf der Fähigkeit der Aufbrennlegierungen, Oxide zu bilden. Dementsprechend reagieren aufbrennfähige hochgoldhaltige Legierungen anders als edelmetallfreie Legierungen.

Hochgoldhaltigen Legierungen müssen in geringen Mengen unedle Bestandteile, wie Gallium (Ga), Eisen (Fe), Indium (In), Zinn (Sn), Iridium (Ir) oder Titan (Ti) hinzulegiert werden, damit sie Oxide bilden können. Haftoxide werden bei den edelmetallhaltigen Legierungen durch den Oxidbrand erzeugt. Dabei kommt es zu einer Umstellung im Gefüge, unedle Bestandteile wandern an die Oberfläche des Metalls und werden dort oxidiert [21, 152]. In den EMF-Legierungen sollen vor allem Chrom, Nickel, Mangan oder Titan die chemische Bindung über Haftoxide ausbilden. Die oxidbildenden Elemente werden als Tracer bezeichnet. Sie bilden in der Kontaktzone zur Keramik an der Metalloberfläche die sogenannte Tracerschicht aus. Sie sollte im Idealfall monomolekular sein. Wegen des großen Anteils der oxidierbaren Nichtedelmetalle in den EMF-Legierungen sollte hier zur Vermeidung zu

starker, die Keramikhaftung beeinträchtigender Oxidschichten kein Oxidbrand erfolgen [136].

Durch die Ausbildung von „Sauerstoffbrücken“ zwischen den Aluminium- oder Siliziumatomen der Keramik und den oxidierten Atomen in der Metalloberfläche kommt die chemische Verbindung von Metall und Keramik zustande. Unterhalb dieser Haftoxidschicht kommt es durch die Umstellung der Atome während des Brandes zur Verarmung an den oxidbildenden Atomen. Dieser Bereich direkt unter der Passivierungsschicht wird als Tracerzone bezeichnet [137, 138].

2.3.4 Mechanische Bindung

Die Oberflächenbeschaffenheit hat entscheidenden Einfluss auf die Haftfestigkeit. Eine raue Oberfläche erhöht die Retention zur Keramik. Als Standard zur Verbesserung der Verbundfestigkeit kann das Abstrahlen mit Aluminiumoxid angeführt werden [10, 76, 147, 148].

Mikrostruktur: Für Edelmetall-Legierungen bewirkt eine Körnung des Aluminiumoxids von 110 µm bei einem Druck von maximal 2 bar die höchsten Verbundfestigkeiten der Aufbrennkeramik. Beim Strahlen von EMF - Legierungen wird Aluminiumoxid mit einer Körnung von 250 µm und einem Druck von 3-4 bar angewendet. Das Abstrahlen der Metalloberfläche mit Aluminiumoxid führt zu einer größeren Kontaktfläche zwischen Metall und Keramik. Zusätzlich wird durch das Strahlen mit Korund die Struktur der Legierung an der Oberfläche verändert, sodass verstärkt Dipolbindungen mit der Keramik eingegangen werden können [31, 139, 147, 148].

Makrostruktur: Zu gering dimensionierte Gerüste können unter Kaubelastung verformt werden. Diese Spannungen übertragen sich auf die Keramik und führen zu Rissen und Abplatzungen der Keramik. KUGA misst Verformungen und Spannungen des Metallgerüsts als Gründe für Risse und Abplatzungen der Keramik besondere Bedeutung zu [76].

Spannungen innerhalb der Keramik können ebenfalls durch scharfe Kanten am Gerüst entstehen und können dort zu Rissen führen [138].

2.3.5 Zwischenmolekulare Anziehungskräfte / VAN-DER-WAALSche Kräfte

VAN-DER-WAALSche Kräfte sind zwischenmolekulare Anziehungskräfte polarisierter Moleküle (Dipolbindungen). Sie entstehen durch temporäre Ladungsverschiebungen innerhalb der jeweiligen Moleküle und sind nur über kurze Distanzen wirksam. Innerhalb von Wasser können sich Dipolbindungen ausbilden. Positiv geladene Wasserstoffatome eines Moleküls nähern sich dem freien Elektronenpaar des Sauerstoffatoms eines anderen Moleküls an. Dipol-Wechselwirkungen und Wasserstoffbrücken spielen hier eine entscheidende Rolle [145]. Die Bedeutung der VAN-DER-WAALSchen Kräfte als Bindungskraft im festen Haftverbund ist als untergeordnet zu beschreiben, da der Wirkradius dieser zwischenmolekularen Kräfte zu gering ist [11]. Für die Verarbeitung der Keramik ist diese Art der Bindung sehr wichtig. Eine mit Modellierflüssigkeit angemischte Keramik (Keramikslicker) verteilt sich normalerweise nicht auf einer Oberfläche, dazu ist die Oberflächenspannung zu groß. Der Keramik werden Oxide beigemischt, welche die Oberflächenspannung des Keramikslickers herabsetzen. Dies ermöglicht zusammen mit den durch das Abstrahlen mit Aluminiumoxid bewirkten Veränderungen der Oberfläche des Metalls eine bessere Benetzbarkeit mit dem Keramikslicker [100, 145].

2.3.5.1 Theorien zum Wärmeausdehnungskoeffizient

Legierungen und Keramik besitzen unterschiedliche WAK-Werte, die aufeinander abgestimmt werden müssen, um einen guten Metall-Keramik Haftverbund zu erzeugen. Der WAK der Keramik sollte geringfügig niedriger eingestellt sein als der WAK der Legierung. In diesem Fall kontrahiert beim Abkühlvorgang die Legierung stärker als die Keramik. Das Metall übt infolgedessen eine Druckspannung auf die Keramik aus [18, 58, 123].

Keramik ist in der Lage einer im Vergleich zur Zugspannung 50-fach höheren Druckspannung standzuhalten. So ist gewährleistet, dass nach dem Abkühlen keine Zugkräfte vom Metallgerüst ausgehen, die zu Rissen in der Keramik führen würden. Bei einem höheren WAK der Keramik ist die Gefahr groß, dass es durch erhöhte Zugkräfte zu schuppenförmigen Absprengungen oder Spätsprüngen kommt [11, 35]. Deshalb empfiehlt TAUBER eine WAK-Differenz zwischen Metall und Keramik von $1 \times 10^{-6} \times \text{k}^{-1}$, LEI eine WAK-Differenz von $0,7 \times 10^{-6} \times \text{k}^{-1}$ [81, 142].

In diesem Zusammenhang ist die Abhängigkeit des WAK-Wertes der Keramik vom keramischen Brennprozess zu beachten. Verschiedene Untersuchungen haben gezeigt, dass mehrfaches Brennen der Keramik zu einer unerwünschten Erhöhung der WAK-Werte der Keramik führt. Die Autoren vermuten, dass infolge der thermischen Einflüsse der Mehrfachbrände die Verblendkeramik mehr Leuzit bildet, was die WAK-Wert Erhöhung erklären würde. Resultat ist nach diesen Untersuchungen ein Rückgang der Verbundfestigkeit zwischen dem Metall und der Keramik [8, 15, 28, 138]. Neuere Untersuchungen zeigen hingegen, dass unter dem Einfluss von Mehrfachbränden keine Erhöhung, sondern ein signifikanter Rückgang des Leuzitgehalts sowie des WAK-Wertes der Verblendkeramik stattfindet [91, 92].

Ein weiterer Parameter des keramischen Brennprozesses, welcher den WAK-Wert der Keramik beeinflusst, ist die Abkühlgeschwindigkeit nach dem Brennen der Keramik. Es hat sich in einigen Untersuchungen gezeigt, dass ähnlich der

Mehrfachbrände bei verlängerter Abkühlzeit in der Keramik mehr Leuzit mit der Konsequenz eines Anstiegs des WAK-Wertes bildet [19, 90].

Neben dem WAK der Keramik ist auch die Warmfestigkeit der Aufbrennlegierung bedeutsam. Die Brenntemperaturen der Keramik sollen möglichst weit – mindestens 150 °C – über dem Soliduspunkt der Legierung liegen, damit es nicht zu Verzügen am Metallgerüst kommt [138].

2.4 Einfluss verschiedener Parameter auf den Haftverbund

Für den Metall-Keramik-Verbund sind neben den vorgenannten Bindungskräften auch die Festigkeits- und elastischen Eigenschaften der Materialien, die am Verbund beteiligt sind, von Bedeutung. Das gilt sowohl für die Eigenschaften, welche die Materialien mit sich bringen, als auch für die Eigenschaften, die diese Materialien während der Verarbeitung erwerben [127].

2.4.1 Elastizitätsmodul

Der E-Modul einer Legierung hat nach SCHWICKERATH erst einen Einfluss auf die Festigkeit beziehungsweise Belastbarkeit des gesamten Metall-Keramik-Verbundes, wenn der Metallanteil über 30% liegt. In diesem Fall steigert ein höherer Elastizitätsmodul die Festigkeit des Systems [123].

Eine Beeinflussung des Haftverbundes zwischen Metall und Keramik durch den E-Modul der Legierung wird auch von STRIETZEL beschrieben. Bei geringeren Werten des E-Moduls steigen die Spannungen an der Verbundfläche unter Belastung an, was sich negativ auf den Verbund auswirkt. Prinzipiell sollten deshalb eher Legierungen mit einem hohen E-Modul verwendet werden, um stabile Gerüste und einen belastbaren Metall-Keramik Verbund zu gewährleisten [137].

Durch die thermischen Einflüsse auf das Metall bei der Verarbeitung im zahntechnischen Labor ergibt sich ein von den Herstellerangaben abweichender E-Modul. Nach KAPPERT kann dieser zwischen 30 % und 50 % unterhalb der Herstellerangaben liegen. Als weitere Ursachen für den Rückgang des E-Moduls gelten Verarbeitungsfehler im zahntechnischen Labor [62, 115].

2.4.2 Metallverarbeitung

Unterschiedliche Gussverfahren beim Schmelzen von Co-Cr Legierungen haben einen Einfluss auf die chemische Zusammensetzung, das Korrosionsverhalten und die Mikrostruktur des Gussobjekts. Beim Schmelzen mit offener Flamme ist bei fehlerhafter Einstellung der Flamme oder fehlerhaftem Brennerabstand eine Aufkohlung des Metalls durch Aufnahme von Kohlenstoff durch die Schmelze möglich. Bei einer Aufkohlung kommt es zu einer Versprödung der Legierung mit erhöhter Bruchgefahr. Das Aufschmelzen des Metalls kann unter Umgehung des Aufschmelzens mit der offenen Flamme wegen der hohen Liquidustemperatur der Co-Cr Legierungen in automatischen Hochfrequenz Gießanlagen mit Lichtbogenaufschmelzung unter Schutzgas erfolgen. Dies gilt in der gusstechnischen Verarbeitung der Co-Cr Legierungen als ein bewährtes Verfahren [30].

Eine Abnahme der Härte der Co-Cr Legierungen wird durch die Bildung von Mikroporen verursacht, die Folge einer Kontraktion während der Phasenumwandlung beim Abkühlen der Schmelze sind. Dementsprechend sollten für den Ausgleich der Abkühlkontraktion eine ausreichende Zahl an Gusskanälen als Reservoir vorhanden sein [47, 114].

2.4.3 Oberflächenvorbehandlung

2.4.3.1 Korundstrahlen

Beim in der Verblend-Metall-Keramik Technik obligaten Abstrahlen der Metalloberfläche mit Aluminiumoxid (Korund) treffen die Strahlpartikel mit einer hohen kinetischen Energie auf die Metalloberfläche auf. Durch die Aufschlagenergie des Korns kommt es zu einer mikroskopisch kleinen Schmelzzone, die wiederum von einem größeren Bereich der Gefügestörung umgeben ist. Wie groß dieser Bereich ausfällt, hängt von der Energie des Strahlkornes und der Materialeigenschaft der Legierung ab. Die bestrahlte Fläche wird gesäubert und durch die zusätzlich entstandene Rauigkeit wird eine größere Oberfläche erzeugt. Es erfolgt in einem Schritt und gleichzeitig eine Aufrauhung, Aktivierung und Beschichtung der Metalloberfläche [35, 141, 147, 148].

TILLER ermittelt für das Abstrahlen einer Metalloberfläche mit Korund der Korngröße 250 μm bei einem Strahldruck von 4,3 bar eine 2,5-fache Vergrößerung der Oberfläche [147].

Der Korund-Strahlprozess ändert das energetische Potential der abgestrahlten Oberfläche. Daraus resultiert eine Aktivierung der Metalloberfläche mit höherer Benetzbarkeit mit dem Keramikslicker (siehe Kapitel 2.3.5). Diese Energetisierung wirkt nur kurze Zeit, deshalb soll das Werkstück nach dem Abstrahlen mit Korund zügig weiterverarbeitet werden [138].

Nach LUDWIG fungieren feinste, in die Metalloberfläche impaktierte Reste des Edelkorundes nach Beendigung des Strahlprozesses bei EMF-Legierungen als Haftvermittler [89].

2.4.3.2 Haftvermittler

Es sind im Bereich des Verbunds von Keramik und EMF-Legierungen einige Untersuchungen mit dem Ziel, mittels Haftvermittlern den Metall-Keramik-Verbund zu verbessern, durchgeführt worden. Bei nahezu allen Untersuchungen zeigte sich jedoch, dass dies auf diese Weise nicht möglich ist und eher mit einer Schwächung des Haftverbundes gerechnet werden muss.

Crea Alloy Bond ist zum Beispiel ein Keramikbinder für alle edelmetallfreien Legierungen und soll verbundschwächende WAK-Differenzen zwischen der Keramik und dem Metall ausgleichen, Metalloxide binden und mit goldgelber Farbe die Ästhetik verbessern [39].

ARLOM untersuchte den Einfluss zweier Oberflächenkonditionierungen aus dem Bereich der Metall-Kunststoff-Verbundtechnik auf den Metall-Keramik-Verbund einer Co-Cr Legierung. Sowohl das Silicoater MD, als auch das Rocatec-Verfahren haben den Verbund zur Keramik nicht erhöht. Eine Oberflächenkonditionierung mit einem Laser führte zu einem signifikant niedrigeren Verbund der Keramik auf der Co-Cr Legierung [6].

ROSE versuchte, durch eine Sol-Gel Beschichtung der Oberfläche einer Co-Cr Legierung mit Zirkoniumoxid, Aluminiumoxid, Siliziumoxid sowie Titandioxid den Haftverbund zu einer Aufbrennkeramik zu erhöhen. Eine Erhöhung des Haftverbundes war nicht nachweisbar [115].

Es ist anzunehmen dass eine möglichst integrale Verbindung des Opakers mit der Metallbasis der entscheidende Faktor für einen guten Haftverbund ist und eine optimale Verarbeitung der beteiligten Werkstoffe die Voraussetzung sind. Dementsprechend ist die Empfehlung von WEBER, den Opaker in zwei dünnen Schichten statt einer dicken Schicht aufzubrennen, als Versuch zu verstehen, einen möglichst dichten Kontakt zwischen Metall und Keramik entstehen zu lassen [155].

2.4.3.3 Oxidbrand

Im Gegensatz zu Edelmetall-Legierungen, bei denen ein Oxidbrand erst die Möglichkeit zum Aufbrennen von Keramik schafft, wirkt bei den EMF-Legierungen eine zu dünne oder zu dicke Oxidschicht vermindern auf die Keramikhaftung [11, 34, 125, 137].

Bei den EMF-Legierungen gilt das Chrom als das Element, das über einen chemischen Verbund den wesentlichen Teil der Haftung zur Keramik herstellt (siehe Kapitel 2.3.3). Das Chrom bildet ähnlich dem Titan aufgrund seiner hohen Sauerstoff-Affinität innerhalb von kürzester Zeit eine Oxidschicht an der Oberfläche aus, die als Passivierungsschicht bezeichnet wird. Es besteht keine kongruente Meinung, ob bei EMF-Legierungen trotz des großen Angebots an oxidiertem Chrom an der Oberfläche trotzdem noch ein Oxidbrand erfolgen sollte, oder ob die Passivierungsschicht allein für die Bildung eines guten Haftverbunds ausreicht [85, 131, 136].

HEGEDUS et al. beschreiben für eine Nickel-Chrom Legierung die Ausbildung einer nanokristallinen Cr_2O_3 Schicht und Einschlüsse von amorphen Siliziumoxiden in der Metall-Keramik Kontaktzone. Mit verlängerten Brennzeiten bildeten sich komplexe Nickel-Chrom-Oxide und Nickel-Chrom-Titanoxide in der Kontaktzone [50].

SMITH et al. beschreiben ein früheres Versagen der Metall-Keramik-Verbindung von Metall-Keramik-Kronen, bei denen die Oxidationszeit verlängert wurde. Die Autoren führen den Verlust an Keramikhaftung auf eine infolge der verlängerten Oxidationszeit dickere Oxidschicht zurück [133].

GRAHAM et al. schlussfolgern aus ihren Untersuchungen einer Nickel-Chrom Legierung, dass sich beim Entgasen, was einem Oxidbrand entspricht, die haftvermittelnden Bestandteile der EMF-Legierung an der Oberfläche in einer sehr dünnen Oxidschicht anreichern. Wird diese Schicht durch Schleifen entfernt und kein neuer Oxidbrand durchgeführt, so kann das Metall diese

Schicht während des Keramikbrennvorgangs nicht mehr in der ursprünglichen Form ausbilden. Die Verbundfestigkeit der Keramik auf dem Metall liegt dann niedriger. Er schließt daraus, dass die Haftung durch den chemischen Verbund über die beim Oxidbrand entstandene Oxidschicht erfolgt [42]. HSU et al. finden für eine Co-Cr-Legierung keinen signifikanten Unterschied der Haftung der Verblendkeramik, wenn nach einem Entgasen (entspricht einem Oxidbrand, siehe oben) die Oxidschicht vor dem Aufbrennen der Keramik belassen oder entfernt wurde [55].

2.4.4 Dentalkeramikverarbeitung

Um die Keramikmassen mit dem Metallgerüst zu verbinden, werden die Keramikpulver angeteigt, was bedeutet, dass die Pulver mit Flüssigkeit angemischt werden bis eine standfeste Paste entsteht (Schlicker, siehe oben). Ursprünglich wurde dazu destilliertes Wasser oder Glycerin verwendet. Gegenwärtig kommen meist spezielle, zu den Keramiken gehörende Anmischflüssigkeiten zum Einsatz. Deren Zusammensetzungen werden von den Herstellern nicht exakt deklariert. Keramikpulver werden mit organischen Farbstoffen gefärbt, um für den Anwender die Unterscheidung zwischen Opaker-, Hals-, Dentin- und Schmelzmassen beim Schichten zu erleichtern. Sowohl die Anmischflüssigkeiten, als auch die organischen Farbstoffe beziehungsweise deren Zerfallsprodukte müssen beim Brennen möglichst rückstandslos entweichen. Um glatte und porenfreie Werkstücke zu erzielen, müssen auch Lufteinschlüsse vermieden werden, was nicht nur für den Haftverbund und die Festigkeit, sondern auch für die Ästhetik der Keramik wichtig ist [12, 46, 56, 146, 157]. Ebenso kann die Haftung durch organische Reste wie Fette, Öl oder auch Hautschuppen sowie gegebenenfalls Bestandteile von Handschuhen verringert werden [53].

Wichtig ist auch eine möglichst inniges Benetzen des Metalls durch die Keramikpasten. Um Lufteinschlüsse zu vermeiden, muss die Keramikmasse so hoch wie möglich verdichtet werden [21, 155].

FISCHER empfiehlt zur Anpassung des WAK der Keramik eine Langzeitabkühlung während des Keramikbrandes, welche für ein zusätzliches Wachstum der Leuzitkristalle sorgt. Dadurch kann die thermische Dehnung der Keramik um bis zu $0,5 \times 10^{-6} \times \text{k}^{-1}$ angehoben und im Bedarfsfall an den WAK des Metalls angepasst werden [33].

Die Schichtstärke der Keramik sollte möglichst gleichmäßig sein, da Keramik beim Brand kontrahiert und so insbesondere bei unterschiedlichen Schichtdicken Spannungsunterschiede innerhalb der Keramik auftreten können [142, 162]. Die Schichtdicke der Keramik sollte dabei 2 mm nicht überschreiten [11].

Der Brennschwund von keramischen Massen liegt bei 30 %, kann aber durch spezielle Verarbeitungstechniken auf 15 % gesenkt werden [96]. Der Brennschwund des ungebrannten Keramikschlickers ist abhängig von der Packungsdichte innerhalb des keramischen Pulvers und des flüssigen Bindemittels respektive der Modellierflüssigkeit. Mit Hilfe von Riffeln des Schlickers tritt diese Flüssigkeit an die Oberfläche und kann mit Fließpapier getrocknet werden. Wird dieser Vorgang zu intensiv betrieben, kann es an den modellierten Formen schon vor dem Brennen zu Abplatzungen kommen [31, 138].

TAUBER empfiehlt bei der Erstellung von keramisch verblendeten Kronen und Brücken eine Gerüstgestaltung mit einem ausgewogenen Verhältnis zwischen Metall- und Keramikstärke. So sollte, je nach Metall-Legierung eine minimale Stärke des Metallgerüsts von 0,3- 0,5 mm unbedingt eingehalten werden und auf eine die Verblendkeramik unterstützende Formgestaltung im Sinne einer verkleinerten Zahnform geachtet werden [142-144].

2.4.5 Einfluss von Thermocycling und Nasslagerung auf den Co-Cr-Keramik Haftverbund

Bei in-vitro Untersuchungen von Metall-Keramik Verbunden wird häufig eine künstliche Alterung der Prüfkörper vorgenommen. Es werden beim als Thermocycling bezeichneten Verfahren Temperaturlastwechsel durch Wechseln der Prüfkörper in destilliertem Wasser mit 5°C oder 10°C und mit 55°C oder 60°C vorgenommen. Eine weitere, häufig durchgeführte Form der künstlichen Alterung ist die Lagerung der Prüfkörper in temperierten Flüssigkeiten (Nasslagerung). Es kommen dabei mit 37°C temperiertes destilliertes Wasser oder ebenfalls mit 37°C temperierte Kunstspeichel zum Einsatz. Es sind in der Literatur viele Kunstspeichel mit pH-Werten von 2,3 bis 11,9 beschrieben worden. Typische pH-Werte bei Metall-Keramik Verbundtestungen liegen zwischen 2,3 und 6,5. Das Prinzip der künstlichen Alterung im korrosiven Medium ist die Simulation von Belastungen in der Mundhöhle, die über eine Hydrolyse zum spontanen Versagen von keramisch verblendetem Zahnersatz bei normaler Kaubelastung führen kann [38, 52, 97, 120, 124].

Die Nasslagerung in destilliertem Wasser sowie ein Thermocycling hat im Sinne einer signifikanten Herabsetzung der Verbundfestigkeit nach ROSE keinen Einfluss auf den Haftverbund der Co-Cr Legierung Wirobond C und der Verblendkeramik Vita Omega 900 im Dreipunkt-Biegetest nach SCHWICKERATH [115].

Die Ergebnisse von ROSE bezüglich der Lagerung in destilliertem Wasser werden durch die Untersuchungen von MIETKO bestätigt. Darüber hinaus hat die Lagerung der Prüfkörper im Kunstspeichel mit einem pH-Wert von 2,3 keinen signifikanten Einfluss auf den Verbund der Co-Cr Legierung Wirobond C zur Keramik Vita Omega 900 im Dreipunkt-Biegetest nach SCHWICKERATH [97].

DERFERT dagegen fand sowohl für VMK-Kombinationen mit hochgoldhaltigen- und goldreduzierten Legierungen, als auch für EMF-Legierungen verminderte Verbundfestigkeiten nach Thermocycling und Nasslagerung. Als EMF-Legierungen kam Wirobond C und Wiron NT und als Verblendkeramik Vita Omega 900 zum Einsatz. Es werden keine Angaben über eventuelle Signifikanzen der Verluste der Verbundfestigkeit gemacht [26].

2.5 Klinische Bewährung von keramisch verblendetem Zahnersatz

Bei der Diskussion der Zuverlässigkeit von keramisch verblendetem Zahnersatz in der klinischen Anwendung stellt sich häufig die Frage nach der Haltbarkeit der Keramikverblendungen. Ein Problem stellt eine, wenn auch geringe, Versagensquote bezüglich von Ablösungen der Keramik vom Gerüstmaterial dar. KERSCHBAUM et al. beschreiben ohne Differenzierung nach dem Gerüstmaterial Versagensquoten von 4 % in den ersten 5 Jahren, YAMAMOTO geht sogar von 7 % Versagensquote aus [65, 163]. LOGES et al. geben nach einem Beobachtungszeitraum von 4,8 Jahren bei keramisch verblendetem Zahnersatz mit Gerüsten aus einer hochgoldhaltigen Legierung Defektraten der Keramikverblendungen von 2,6 % an [87]. COORNAERT et al., REITEMEIER et al. und STRUB et al. beschreiben 2,9, 4,5 und 2,7 % defekte Keramikverblendungen auf Gerüsten aus Edelmetall-Legierungen nach 7 Jahren Tragezeit [24, 111, 140].

Für keramisch verblendeten Zahnersatz mit Gerüsten aus EMF-Legierungen, geben PAPE et al. nach 4,7 Jahren einen Anteil an defekten Keramikverblendungen von 6%, LOGES et al. von 4,4% nach 4,9 Jahren und MOFFA et al. von 6,8% nach 5 Jahren an [44, 87, 98, 106]. Nach einem etwas breiter gefächerten Beobachtungszeitraum von 1-4 Jahren veröffentlicht WEBER 5,2% defekte Keramikverblendungen auf EMF-Legierungen [154].

Dabei ist zu beachten, dass nach COORNAERT und STRUB ein Verbundversagen zwischen dem metallischen Gerüst und der keramischen Verblendung in der klinischen Anwendung in den ersten Monaten nach dem Einsetzen der Restauration gehäuft auftritt [24, 140].

2.6 Prüfverfahren keramisch verblendeter Konstruktionen

Keramisch verblendete Konstruktionen unterliegen im Mund neben chemischen und thermischen Belastungen, Zug- und Druckkräften sowie Biege- und Torsionskräften, auch Schlagbelastungen treten auf. Viele Autoren haben sich der Entwicklung und Untersuchung verschiedener Prüfverfahren der Metall-Keramik Verbundfestigkeit gewidmet [51, 108, 118, 119, 128, 153].

2.6.1 Versuch nach PÜCHNER

Der Versuch nach PÜCHNER wurde entwickelt, um zu untersuchen, ob die Bindung zwischen Metall und Keramik einen chemischen, physikalischen oder mechanischen Verbund darstellt. Dazu muss die Oberfläche des Metall-Keramik-Verbundes geometrisch genau definiert sein. Kronen sind dafür nicht geeignet, da weder deren Oberfläche berechnet werden kann, noch Prüfungen genau erfolgen können, da sich der Kraftangriff auf die Keramik nicht genau festlegen lässt [108, 145].

Es handelt sich bei dem Test um eine Zugprüfung. Dazu werden Gussstäbe gefertigt, die an ihren Enden jeweils eine Schlaufe aus Metall besitzen, um die Proben in eine Zugvorrichtung einhängen zu können. Diese werden an ihren Stirnflächen mit Keramik beschichtet, so wie es auch bei der Verblendung von Kronen geschieht [108].

2.6.2 Der VOSS-Test

Der VOSS-Test stellt im Bereich der Metall-Keramik Verbundtests eine Besonderheit dar. Es handelt sich um einen Druck-Schertest, bei dem anatomisch realen Verblendkronen gleichende, standardisierte Verblend-Metall-Keramik Kronen (VMK-Kronen) hergestellt werden. Er simuliert die Belastungen einer zementierten Krone im Mund. Auf einem entsprechend präparierten Stumpf werden Gerüste für VMK-Kronen hergestellt und anschließend verblendet. Auf einem dem präparierten Stumpf gleichenden Metallstumpf werden die Kronen zementiert. In einer Prüfmaschine wird mit einem Druckstempel, der auf der labialen Fläche der Keramikverblendung aufsetzt, die Keramik im Winkel von 45° belastet, bis sie sich vom Metall löst [153].

2.6.3 Druck-Schertest nach SCHMITZ/SCHULMEYER

Beim Druck-Schertest nach SCHMITZ-SCHULMEYER wird auf einer Oberfläche eines würfelförmigen Metallkörpers (6 x 6 x 6 mm) Keramik aufgebrannt (3 mm x 6 mm x 3 mm). Durch eine Scherbelastung mit einem Druckstempel wird die aufgebrannte Keramik vom Metall gelöst. Der Quotient aus der zur Ablösung der Keramik benötigten Kraft und der mit Keramik verblendeten Fläche ergibt die Druck-Scherfestigkeit [118].

2.6.4 Der Drei-Punkt-Biegetest nach SCHWICKERATH

Im Entwurf der DIN EN ISO 9693 zur Untersuchung von dentalen restaurativen Metallkeramiksystemen ist der Dreipunkt-Biegetest nach SCHWICKERATH als Test zur Bestimmung der Metall-Keramik Verbundfestigkeit beschrieben.

Beim SCHWICKERATH-Test werden standardisierte metallische Prüfkörper mit den Abmessungen 0,5 mm x 3 mm x 25 mm hergestellt und mittig mit einer Keramikschicht von 8 mm x 3 mm verblendet. Diese Prüfkörper werden zur Durchführung des Tests in einer Prüfmaschine auf eine Aufnahme mit einer

Auflagenweite von 20 mm mit der Keramikseite nach unten aufgelegt. Mit einem Druckstempel erfolgt eine steigende Belastung des Prüfkörpers gegenüber der mit Keramik verblendeten Seite. Die Maschine registriert den Kraftabfall, der entsteht, wenn die Keramik sich vom Metall löst. Diese Kraft ist Basis für die Berechnung der Biege-Scherfestigkeit der getesteten Metall-Keramik Kombination (siehe Kapitel 3.5.1) [1].

Für die Bestimmung der Metall–Keramik–Haftung gilt der Test nach SCHWICKERATH als der Test der Wahl. Er lässt sich leicht reproduzieren und ist in den letzten Jahren vielfach durchgeführt worden. Demnach sind viele direkt vergleichbare Ergebnisse von Untersuchungen der Metall-Keramik Verbundfestigkeit anderer Autoren verfügbar [32, 71, 82, 132].

2.7 Mikromorphologische Untersuchungen mit dem Rasterelektronenmikroskop und energiedispersive Röntgenanalysen

Zur Untersuchung der Mikromorphologie von Metall-Keramik Kontaktzonen und insbesondere von Änderungen der Mikromorphologie und zur Untersuchung der Diffusionen von Elementen eignet sich das Rasterelektronenmikroskop (REM) und die energiedispersive Röntgenanalyse (EDX-Analyse)

Bei der Rasterelektronenmikroskopie werden Wechselwirkungen von Elektronen mit dem Probenmaterial zur Erzeugung eines Bildes genutzt. Aus einer Elektronenquelle (Kathode) wird ein Elektronenstrahl beschleunigt und auf die Oberfläche des zu untersuchenden Materials gelenkt. Dabei wird der Elektronenstrahl zeilenweise über das vergrößert abzubildende Objekt gelenkt (Rastern). Zur Erzeugung der Abbildungen des REM dienen meist die von dem Elektronenstrahl des REM in Wechselwirkung mit den Atomen des zu untersuchenden Objekts erzeugten Sekundärelektronen (Elektronen, die aus dem zu untersuchenden Material herausgelöst werden). Sie haben eine Energie von einigen Elektronenvolt (eV). Detektoren (Magnetlinsen) können diese Sekundärelektronenstrahlung aufnehmen und zu einem Bild mit einer großen

Schärfentiefe und mit einem maximalen theoretischen Vergrößerungsfaktor von 1000000 zusammenfügen [41, 110].

Mit einem entsprechend ausgestatteten REM ist es möglich, neben der Darstellung der Morphologie die Art und Konzentration der Elemente des untersuchten Materials zu ermitteln. Wenn ein energiereiches Elektron des Elektronenstrahls des REM (siehe oben) ein kernnahes Elektron der Probe aus seiner Position löst, wird die Lücke sofort von einem energiereicheren Elektron aus einem höheren Orbital unter Abgabe von Röntgenstrahlung besetzt. Von geeigneten Detektoren wird die spezifische Energie der Röntgenstrahlung aufgenommen. Sie ist für jedes Element beziehungsweise Atom charakteristisch. Beim Auftreffen des Elektronenstrahls auf das zu untersuchende Material erfährt der Strahl in der Probe eine Streuung. Die emittierten Strahlen entstehen deshalb in einem birnenförmigen Raumvolumen mit einem Durchmesser von etwa 2 μm . Die Tiefenauflösung in der Röntgenspektroskopie ist energiespezifisch. Sie liegt zwischen 0,5 und 2 μm und hängt sowohl von der Beschleunigungsspannung des Elektronenstrahls des REM als auch von dem gemessenen Element ab [41, 110].

2.8 Elementverteilungsbilder

Trifft der Elektronenstrahl während der rasterelektronenmikroskopischen Analyse auf das zu untersuchende Material, entsteht eine Röntgenstrahlung, die charakteristisch für die vom Elektronenstrahl getroffenen chemischen Elemente ist. Wird die Oberfläche des zu untersuchenden Materials Punkt für Punkt abgetastet, so kann für jeden Punkt die chemische Zusammensetzung ermittelt werden. Durch die Zuweisung von Farben zu den unterschiedlichen relevanten Elementen können farbige, landkartenähnliche Verteilungsbilder der Elemente (element mappings) erzeugt werden [57].

2.9 Zielstellung

Zur Gewährleistung einer möglichst hohen Sicherheit der klinischen Anwendung von keramisch verblendetem Zahnersatz (siehe Kapitel 2.5) muss es das Ziel der zahntechnischen Verarbeitung sein, eine möglichst hohe Haftung der Keramik auf dem Gerüst zu erzielen (siehe Kapitel 1).

Für das für einen guten Verbund wichtige Brennen der Dentalkeramiken werden von den Herstellern zwar genaue Angaben über die Trocknungszeit und -dauern, Vorwärmtemperaturen, Aufheizgeschwindigkeiten, Brenntemperaturen und Brenndauern und die Vakuumzeiten gemacht. In den weitergehenden Verarbeitungsanweisungen wird hingegen darauf hingewiesen, dass bei Dentalkeramiken das Brennergebnis sehr stark von der individuellen Brandführung des Anwenders abhängt, das heißt unter anderem von der Art des Ofens, der Lage des Temperaturfühlers, der Beladung des Brennraumes, dem Brenngutträger sowie der Größe des Werkstückes bei der Brandführung. Die anwendungstechnischen Empfehlungen für die Brenntemperaturen beruhen auf zahlreichen Erfahrungen und Versuchen des Herstellers. Dennoch werden diese Angaben nur als Richtwerte für den Anwender gegeben. Sollten Keramikoberfläche, -Transparenz oder -Glanz nicht dem unter optimalen Bedingungen zu erzielenden Brennergebnis entsprechen, ist die Brandführung dahingehend anzupassen. Dies gilt insbesondere für die in der vorliegenden Untersuchung verwendete Verblendkeramik [3]. Hier gibt der Hersteller selbst zu erkennen, dass der Brennvorgang von vielen Faktoren beeinflusst wird und dass es nicht möglich ist, die Parameter für einen im Ergebnis optimalen Brennvorgang mit absoluter Sicherheit anzugeben.

Es ist dementsprechend Ziel dieser Arbeit, Modifikationen der Arbeitsabläufe beim Aufbrennen von Verblendkeramiken auf EMF-Legierungen, die in der täglichen Praxis in den dentalen Laboratorien umsetzbar wären, auf ihren Einfluss auf die Haftung der Verblendkeramik auf dem Metall zu untersuchen und die Metall-Keramik Verbundfestigkeit dabei möglichst zu erhöhen.

Dabei werden folgende Fragestellungen untersucht:

- Welchen Einfluss haben Oxidbrände unterschiedlicher Temperatur?
- Welchen Einfluss hat die Temperatur der Trocknungsphase des 1. Opakerbrandes (Washbrandes)?
- Gibt es einen Einfluss bei Verzicht auf einen Opaker?
- Gibt es einen Einfluss, wenn der Opaker nur in einer Schicht aufgebrannt wird?
- Welchen Einfluss hat die Temperaturhöhe bei Opakerbränden?
- Welchen Einfluss hat die Verarbeitung bzw. Schichtdicke des Opakers?
- Welchen Einfluss hat das Anmischen des Opakers mit Glycerin im Vergleich zur vorgesehenen Modellierflüssigkeit?
- Welchen Einfluss hat die Höhe der Brenntemperatur der Dentinmasse?
- Welchen Einfluss hat die Anzahl der Korrekturbrände?
- Wie dick ist die Tracerschicht?

3 Material und Methode

3.1 Verwendete Geräte

Es wurden folgende Geräte verwendet:

- Vakuumrührgerät Multivac 4; Fa. Degussa AG, Hanau
- Vorwärmofen Kavo EWL 5636; Fa. KaVo Dental GmbH, Biberach/Riß
- Drucktopf
- Rüttler: Wassermann KV 36; Wassermann Dentalmaschinen GmbH, Hamburg
- Gusschleuder: Degussa Motorcast; Degudent GmbH, Hanau
- Gasgemisch Azetylen /Sauerstoff
- Strahlgerät: Heraeus Combilator CL-SSG; Heraeus Kulzer GmbH, Hanau
- SF-Schnellschleifer Typ EWL740; KaVo Dental GmbH, Biberach/Riß
- Keramikofen Dekema Austromat 3001; Dekema GmbH, Freilassing
- Bügelfeinmessschraube, 25 mm Spannweite, Fa. Helius
- Rasterelektronenmikroskop: ZEISS Supra 55 LV; Carl Zeiss Jena GmbH, Jena (Anregungsspannung: 10 kV, Strom: 1,6 nA)
- EDS Detektor: Doppeldetektorsystem BRUKER XFlash 5010; Bruker AXS Inc., Madison, WI, USA (FWHM <123 eV bei Mn-K α , Auflösung: 600x450 Pixel, Messzeit: 3945 s)
- Universalprüfmaschine Instron, Modell 6025 mit 100 kN Kraftmessdose; Instron Deutschland GmbH, Pfungstadt
- Hohlform zum Aufsichten der Keramik
- Stereolichtmikroskop Zeiss Stemi DV4; Zeiss AG, Oberkochen

- Digitale Kamera; Carl Zeiss Jena GmbH, Jena
- Kohlenstoffbedampfungsanlage Emitec K 950 X; Emitec Mesomatic AG
Rotkreuz, Schweiz

Es wurden neben der Co-Cr Legierung und der Keramik (siehe Kapitel 3.2 und 3.3) folgende Materialien verwendet:

- Korox 250 μm , Edelmetall der Firma BEGO; Bremer Goldschlägerei
Wilh. Herbst GmbH & Co. KG, Bremen
- BEGO Bellavest SH (Charge 09611); Bremer Goldschlägerei Wilh. Herbst
GmbH & Co. KG
- Begosol HE (Charge 160904); Bremer Goldschlägerei Wilh. Herbst GmbH &
Co. KG)
- Kunststoffplättchen 25 x 3 x 0,5 mm; Röhm GmbH, Darmstadt
- Netzmittel Degussa Waxit; Degudent GmbH, Hanau
- Kunststoff Technovit 9100; Heraeus Kulzer GmbH, Hanau

3.2.1 Verwendete Legierung

Für die Herstellung des Metallanteils der Prüfkörper kam die Legierung Wirobond SG (Charge 11953, Firma Bego (Bremer Goldschlägerei Wilh. Herbst GmbH & Co. KG) zum Einsatz. Wirobond SG ist eine Kobalt-Chrom Legierung mit folgenden Eigenschaften:

Dichte (g/cm ³)	8,5
Elastizitätsmodul (MPa)	210.000
Vickershärte (HV 10)	310
Schmelzinterwall (°C)	1380-1270
Bruchdehnung (A ₅) (%)	6
Gießtemperatur (°C)	1470
WAK (x10 ⁻⁶ x K ⁻¹)	Temp.: 20-600 °C 14,2
Typ	extrahart (4)

Tabelle 1: Mechanische Eigenschaften der Legierung Wirobond SG [5]

Element	Massenprozent in der Legierung
Co	61,0 %
Cr	26,0 %
Mo	6,0 %
W	5,0 %
Si	1,0 %
Fe	0,5 %
C (max)	0,02 %

Tabelle 2: Chemische Zusammensetzung der Legierung Wirobond SG [5]

3.3 Verwendete Keramik

Als Verblendkeramik wurde die Keramik Vita Omega 900 (Vita Zahnfabrik Rauter GmbH, Bad Säckingen) verwendet.

Opaker	Vita Omega 900 Opaque A 3,5 (Charge 4228)
	WAK(25-500 °C) [$10^{-6} \times K^{-1}$]: 14,3 – 14,5
	Transformationspunkt [°C]: ca. 571
Dentin	Vita Omega 900 Dentin A 3,5 (Charge 4303)
	WAK (25-500 °C) [$10^{-6} \times K^{-1}$]: 13,4 – 13,9
	Erweichungspunkt [°C]: ca.655
	Transformationspunkt [°C]: ca. 584
	Löslichkeit [$\mu\text{g}/\text{cm}^3$]: 9.8
	Dichte [g/cm^3]: 2,4
	Biegefestigkeit [MPa]: 101
	Mittlere Korngröße (d_{50}) [μm]: 17,6
Haftverbund [MPa]: 47	

Tabelle 3: Materialeigenschaften der Keramik Vita Omega 900 [2]

Oxid	Gew.-%
Al_2O_3	15 - 20
B_2O_3	0,5 - 1
BaO	2-3
CaO	1,2 - 2
K_2O	8,5 – 10,5
Li_2O	0,1 – 0,3
MgO	0,2 – 0,7
Na_2O	6 - 8
SiO_2	53 - 65
SnO_2	0 – 1,5
TiO_2	0 – 0,5
ZrO_2	0,4 – 0,7
Farbpigmente	0 - 4

Tabelle 4: Zusammensetzung der Keramik Vita Omega 900 [2]

	Vt.	→	↗	Temp.	→	Vac.
Oxidbrand	600 <u>variiert</u>	2,00	4,00	900 <u>variiert</u>	2,00	4,00
1. Opakerbrand (Washbrand)	600 <u>variiert</u> (Trocknung)	6,00	4,00	900 <u>variiert</u>	1,00	4,00
2. Opakerbrand	600	6,00	6,00	900 <u>variiert</u>	1,00	6,00
Dentinbrand	600	6,00	6,00	890 <u>variiert</u>	1,00	6,00
Korrekturbrand Anzahl <u>variiert</u>	600	-	4,00	890	2,00	-

Vt. Ausgangstemperatur in °C

→ Haltezeit in min

↗ Aufheizzeit in min

Temp. Brenntemperatur in °C

Vac. Vakuumzeit in min

Tabelle 5: Einstellung der Brenntemperaturen, Haltezeiten und Vakuum für den Keramikbrennofen Austromat 3001 [2]

3.4 Herstellung der Prüfkörper

3.4.1 Herstellung der Metallrohlinge

Für die Untersuchung der Verbundfestigkeit im 3-Punkt Biegetest nach SCHWICKERATH wurden Prüfkörperrohlinge in den erforderlichen Maßen 25 mm (+/-0,1 mm) x 3 mm (+/-0,1 mm) x 0,5 mm (+/-0,05 mm) aus der Kobalt-Chrom-Legierung Wirobond SG hergestellt.

Es wurden dafür Streifen in den entsprechenden Abmaßen aus einer vollständig ausbrennbaren Polyamidfolie geschnitten. Jeweils 7 der Polyamidstreifen wurden an einem Wachsdraht mit dem Durchmesser von 4 mm angestiftet und in einer mit Flies ausgekleideten Muffel der Größe 9 mit der Einbettmasse Bellavest eingebettet, vorgewärmt und nach Herstellerangaben gegossen.

Nach Abkühlung und Ausbettung wurde jeder Rohling abgetrennt und mit Metallfräsen auf die erforderlichen Maße gefräst. Dabei wurde jedes Plättchen mit der Gravur einer laufenden Nummer markiert, in Länge, Breite und Dicke an jeweils 3 Punkten vermessen, die jeweiligen Mittelwerte berechnet und alle Daten gespeichert. Plättchen, welche die vorgeschriebene Länge, Breite oder Dicke unterschritten, wurden verworfen.

3.4.2 Aufbrennen der Keramik

Zur Vorbereitung auf das Aufbrennen der Keramik im mit einer Silberprobe geeichten Keramikbrennofen Austromat 3001 wurden die Prüfkörper mit Aluminiumoxid der Körnung 250 µm abgestrahlt und anschließend mit dem Dampfstrahlgerät gereinigt. Bei den Prüfkörpern der Serien, bei denen ein Oxidbrand durchzuführen war, wurden vor dem Abstrahlen mit Aluminiumoxid die jeweiligen Oxidbrände vorgenommen. Um Verunreinigungen der Oberflächen zu vermeiden, wurden die Plättchen zum Abdampfen nur noch mit einer Klemmpinzette angefasst.

Anschließend wurden die Metallplättchen in einer Keramikschichtlehre fixiert und die Markierungen, bis zu denen die Keramik aufgetragen werden sollte, vorsichtig mit einem scharfen Skalpell auf diese übertragen. Um den Opaker aufzutragen, wurden die Plättchen mit der Klemmpinzette entnommen.

Der Opaker wurde im ersten Durchgang dünn (Washbrand), im zweiten Durchgang deckend mit einem Pinsel auf den durch die Markierungen mit dem Skalpell begrenzten Bereich aufgetragen und der Brand durchgeführt. Bei der Serie ohne Opakerbrand wurden der erste Opakerbrand (Washbrand) sowie der zweite Opakerbrand nicht durchgeführt. Bei der Serie „Opaker nur einmal gebrannt“ wurde auf den zweiten, deckenden Opakerbrand verzichtet. Nach dem Abkühlen schloss sich das Aufbrennen der Dentinmasse mit einer Länge von 8 mm, Breite von 3 mm und Höhe von 1 mm an. Um den ersten Dentinbrand durchzuführen, wurden die Prüfkörper wieder in der Keramikschichtlehre fixiert und Keramik mit dem Pinsel eingebracht. Mittels riffeln wird die Keramik verdichtet, mit Zellstoff überschüssige Flüssigkeit abgenommen und so die Keramik verdichtet. Danach wurden die Maße überprüft. Die Ausdehnung des Keramikanteiles soll 8 mm x 1 mm x 3 mm betragen. Es wurden stets alle 7 Plättchen einer Serie gleichzeitig gebrannt.

Die einzelnen Serien wurden bis auf einen einzelnen veränderbaren Parameter (siehe Tabelle 6) nach Herstellerangaben gebrannt. Auf die Serien mit Oxidbrand und variierenden Opakerbränden ist im vorangegangenen Abschnitt eingegangen worden. Als Referenzserie dienen die Untersuchungsreihen, bei denen die Keramik vollständig nach Herstellerangaben aufgebrannt wurde.

Variationen	Serie	Plättchen-Nr.:	Bemerkung
Oxidbrand	1	001-007	Ohne Oxidbrand (1. Referenzserie)
	2	1-7	Oxidbrand bei 600 °C
	3	8-14	Oxidbrand bei 800 °C
	4	15-21	Oxidbrand bei 1000 °C
	5	22-28	Oxidbrand bei 1100 °C
Trocknungsphase des ersten Opakerbrands (Washbrand)	6	29-35	Ohne Trocknungsphase
	7	36-42	Trocknungsphase bei 100 °C
	8	43-49	Trocknungsphase bei 150 °C
	9	50-56	Trocknungsphase bei 200 °C
	10	57-63	Trocknungsphase bei 300 °C
Opakerbrand	11	64-70	ohne 1. und 2. Opakerbrand*
	12	71-77	nur einmal Opaker aufgetragen*
	13	78-84	100 °C über Referenztemperatur
	14	85-91	200 °C über Referenztemperatur
	15	92-98	Opaker dick deckend aufgetragen
	16	99-105	Opaker mit Glyzerin angemischt
Dentinbrand	17	106-112	20 °C über Referenztemperatur
	18	113-119	40 °C über Referenztemperatur
	19	120-126	60 °C über Referenztemperatur
	20	127-133	80 °C über Referenztemperatur
	21	134-140	100 °C über Referenztemperatur
	22	141-147	20 °C unter Referenztemperatur
	23	148-154	40 °C unter Referenztemperatur
	24	155-161	60 °C unter Referenztemperatur
	25	162-168	80 °C unter Referenztemperatur
	26	169-175	100 °C unter Referenztemperatur
Korrekturbrand	27	176-182	2 Korrekturbrände
	28	183-189	3 Korrekturbrände
	29	190-196	5 Korrekturbrände
2. Referenzserie	30	197-203	Letzte Serie

Tabelle 6: Tabellarische Übersicht zur Variation der Brandführung

*alle anderen Brände gemäß Herstelleranweisung

3.5 Versuchsdurchführung, Verfahren und Apparatur

3.5.1 Durchführung der Verbundfestigkeitsprüfung

Die Untersuchungen der Verbundfestigkeit wurden mit der Universalprüfmaschine Instron 6025 (Instron Deutschland GmbH, Pfungstadt) durchgeführt. Die Prüfkörper wurden mit der aufgebraunten Keramik nach unten in der Biegevorrichtung so positioniert, dass die Keramik mittig auf der zur aufgebrauchten Last (Druckfinne, 45° angeschrägt) gegenüberliegenden Seite positioniert war. Der Abstand zwischen den Auflagern betrug 20 mm, der Radius der Druckfinne und der Auflagen 1 mm. Der Kraftangriff erfolgte mit einer konstanten Vorschubgeschwindigkeit von 1,5 mm/min. Der Prüfkörper wird bei der Testdurchführung durchgebogen und die Kraft des Druckstempels steigt konstant an. Die Bruchkraft ist gekennzeichnet durch den plötzlichen Abfall der bis dahin kontinuierlich steigenden Kraft. Sie ist die Kraft, bei der die Keramik vom Metall gelöst wird. Die Bruchkraft wird in Newton gemessen und von einem PC aufgezeichnet, der mit der Prüfmaschine verbunden ist. Die Bruchkraft wurde als die maximale Kraft vor einem 15% Kraftabfall gemessen.

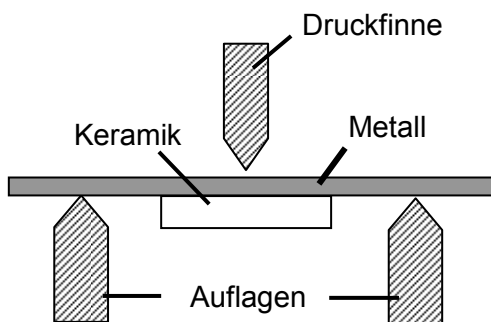


Abbildung 1: Durchführung des 3-Punkt Biegetests nach SCHWICKERATH

Die Berechnung der Verbundfestigkeit erfolgt nach folgender Formel:

Scher-Verbundfestigkeit (MPa) = Bruchkraft (N) x k

Der Faktor k berechnet sich aus der Dicke der Prüfkörper und dem Elastizitätsmodul der Co-Cr Legierung von 210 MPa. Er wird durch Ablesen aus der im entsprechenden Normentwurf angegebenen Graphik ermittelt [1].

Anschließend wurden ausgewählte Proben einer licht- und rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung und einer EDX-Analyse unterzogen.

3.5.2 Oberflächenuntersuchungen

An allen Prüfkörpern wurden am Lichtmikroskop Stemi DV4 (Zeiss AG, Oberkochen) die Unterseite der abgelösten Keramik sowie die Metalloberfläche im Bereich der nunmehr entfernten Keramikverblendung untersucht. Durch die Beurteilung der Verteilungsmuster und Größe der Keramikreste auf dem Metall und der Größe und Verteilungsmuster der Oxide auf der Keramik soll ermittelt werden, ob ein Zusammenhang zu den verschiedenen Modifikationen des Brennpzesses erkennbar ist.

3.5.3 Elektronenrastermikroskop und energiedispersive Röntgenspektroskopie

Vom jeweiligen Prüfkörper mit den niedrigsten Verbundwerten einer Serie wurde für die Untersuchungen mit dem Rasterelektronenmikroskop ein Längsschnitt hergestellt. Jeweils 4 Probekörper wurden in einer Halterung aus Kunststoff fixiert und dann in einer Form im Kunststoff Technovit 9100 (Heraeus Kulzer GmbH, Hanau) eingebettet. Auf der Unterseite der Einbettform wurden

die jeweiligen Nummern der Probekörper notiert. Anschließend wurde die Einbettform auf der Seite der Prüfkörper mit SiC-Schleifpapier (Korngröße 250 μm) bearbeitet, bis die blanken Metalloberflächen der Probekörper vollständig freigelegt waren.

Die Träger wurden mit Druckluft vom Staub befreit und anschließend mit Kohlenstoff in einer Schichtstärke von ca. 1 nm besputtert. Es wurden rasterelektronenmikroskopische Bilder (ZEISS Supra 55 LV; Carl Zeiss Jena GmbH, Jena, Anregungsspannung: 10 kV, Strom: 1,6 nA) von typischen Metall-Keramik-Kontaktzonen sowie EDX-Analysen (BRUKER XFlash 5010; Bruker AXS Inc., Madison, WI, USA: FWHM <123 eV bei Mn-K α , Auflösung: 600x450 Pixel, Messzeit: 3945 s) an relevanten Stellen des Verbunds und der Keramik angefertigt.

Es wurden zusätzlich hyperspektrale Elementverteilungsbilder (Mappings, Elementenmap, „HyperMap“) relevanter Bereiche der Metall-Keramik-Kontaktzonen erstellt. Beim Mappingverfahren als speziellen Abbildungsmodus für Elementverteilungen erfolgt eine flächenhafte Darstellung von Haupt- bzw. Leitelementen auf der untersuchten Oberfläche. Es beruht auf der Analyse von Linien gleicher Schwärzung/Intensität (Äquidensiten) für jeweils ein Element und deren Zuordnung zu Falschfarben. Auf diese Weise werden für die Verteilung jedes Haupt- beziehungsweise Leitelements über die untersuchte Fläche Einzelbilder erstellt. Durch Übereinanderlegen der Einzelbilder entsteht das fertige Mapping. Mit dem Verfahren des Maximum Pixel Spektrums wurden auch Elemente, die nur in wenigen Pixeln des Elementenmaps vorkommen, identifiziert [14]. Aus ausgewählten Bereichen des Elementenmaps wurden EDX-Spektren exportiert und relevante Elemente identifiziert. Ferner wurde die Verteilung der Elemente mit ebenfalls aus dem Elementenmap exportierten Linienscans näher betrachtet. Für das quantitative Elementenmap wurde eine standardfreie Quantifizierung mittels eines Peak-zu-Untergrund-Modells mit ZAF-Korrektur durchgeführt. Zur Verbesserung der Impulsstatistik werden die Spektren von 4x4 Pixeln zusammengefasst. Durch eine bei der Quantifizierung durchgeführte Peakentfaltung konnte in den EDX-Analysen die Darstellung von Elementen mit Peaküberlagerungen erfolgen [70].

3.6 Statistische Verfahren

Es wurden insgesamt 30 Untersuchungsreihen mit je 7 Prüfkörpern erstellt und getestet. Die Anzahl der Prüfkörper der vorliegenden Untersuchung beträgt demnach 210. Es wurden der Mittelwert, der Variationskoeffizient und die Standardabweichung der einzelnen Serien berechnet. Ferner wird der höchste und niedrigste Messwert angegeben (Maximum und Minimum). Alle Angaben zur beschreibenden Statistik (deskriptive Statistik) sind dem Anhang zu entnehmen. Bei den statistischen Vergleichen im Mann-Whitney U-Test und im t-Test wurde ein Signifikanzniveau von 95% gewählt. Wenn der p-Wert als Ergebnis eines statistischen Vergleichs zweier Untersuchungsreihen kleiner oder gleich 0,05 berechnet wird, ist der Unterschied zwischen den Untersuchungsreihen mit einer Sicherheit von 95% nicht zufällig sondern statistisch Signifikant [117]. Die Ergebnisse der statistischen Berechnungen werden graphisch als Balkendiagramme und Box-Plots dargestellt.

3.6.1 MANN-WHITNEY U -Test

Im Rahmen von statistischen Berechnungen stellt sich die Frage, ob die Messwerte der einzelnen Untersuchungsreihen normal verteilt sind. Dementsprechend muss der Test zum Vergleich der Untersuchungsreihen ausgewählt werden. Es hat sich im Shapiro-Wilk Test auf Normalverteilung herausgestellt, dass 3 Serien keine Normalverteilung aufweisen [129]. Als statistisches Prüfverfahren wurde deshalb zunächst der U-Test nach MANN-WHITNEY verwendet. Es handelt sich um einen parameterfreien (keine Normalverteilung voraussetzenden) statistischen Homogenitäts-Test. Das Verfahren eignet sich auch für den Vergleich von Untersuchungsreihen mit wenigen Messwerten [94, 117].

3.6.2 STUDENTscher T-Test

Voraussetzung für die Verwendung des STUDENTschen T-Tests ist es, dass die Messwerte der zu vergleichenden Untersuchungsreihen in einer Normalverteilung vorliegen. Es handelt es sich um einen sehr robusten Test zum Vergleich von Untersuchungsreihen und ebenfalls als robust gegenüber einer Verletzung der Normalverteilungsannahme [117, 159].

3.6.3 Auswahl der Berechnungsmethode

Bei den Vergleichen der Serien mit dem zunächst verwendeten MANN-WHITNEY U es ergaben sich keine signifikanten Unterschiede, weswegen die Aussagekraft der Ergebnisse als sehr gering zu beurteilen war.

Der MANN-WHITNEY U-Test kann keine Signifikanzen hervorbringen, die sich nach dem STUDENTschen T-Test nicht auch berechnen lassen, aber er kann Signifikanzen „verlieren“, da er infolge der Unabhängigkeit von der Normalverteilungsannahme weniger sensitiv ist [117].

Deshalb wurden die statistischen Vergleiche der Serien erneut mit dem STUDENTschen T-Test berechnet und diese Ergebnisse in dieser Dissertation verwendet. Der Fehler, der insbesondere wegen der Unempfindlichkeit des T-Tests gegen Verletzungen der Normalverteilungsannahme als sehr gering eingeschätzt werden darf, wird bewusst für eine bessere Erklärbarkeit der Ergebnisse hingenommen.

Da sich die geringfügigen Unterschiede der Messwerte der beiden Referenzserien beim Vergleich im STUDENTschen T-Test als nicht signifikant erwiesen, wurden diese Serien zu einer Referenzserie mit 14 Prüfkörpern zusammengefasst.

4 Ergebnisse

4.1 Scher-Verbundfestigkeit, Vergleich aller Serien

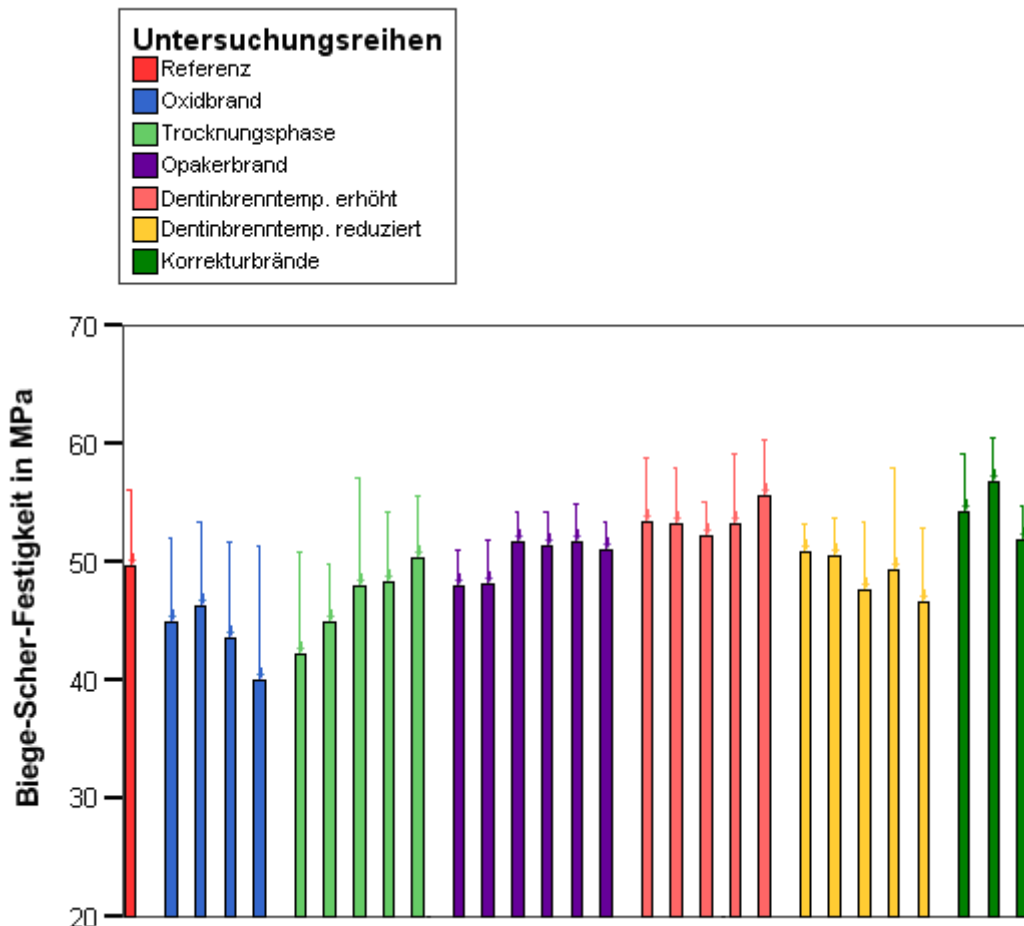


Abbildung 2: Gruppenübersicht der 29 Serien, Vergleich der Scher-Verbundfestigkeiten mit Mittelwerten und Standardabweichung

Die Abbildung 2 gibt einen Überblick der statistischen Auswertungen der Scher-Verbundfestigkeiten aller Untersuchungsreihen. In den folgenden Abschnitten werden die Ergebnisse des 3-Punkt Biegetests der verschiedenen Modifikationen des keramischen Brennvorgangs detailliert dargestellt.

Beeinflussung der Scher-Verbundfestigkeit in Vergleich zur Referenzserie					
	signifikant erniedrigt 1	2*	Kein Einfluss 3	4**	signifikant erhöht 5
Oxidbrand bei 600 °C		--			
Oxidbrand bei 800 °C		-			
Oxidbrand bei 1000 °C		--			
Oxidbrand bei 1100 °C		---			
Ohne Trocknungsphase	●				
Trocknungsphase bei 100 °C		---			
Trocknungsphase bei 150 °C		--			
Trocknungsphase bei 200 °C		-			
Trocknungsphase bei 300 °C			x		
ohne 1. und 2. Opakerbrand		-			
nur einmal Opaker auftragen				+	
Opakerbrand + 100 °C				+	
Opakerbrand + 200 °C				+	
Opaker dick/deckend				+	
Opaker mit Glycerin angemischt			x		
Dentinbrand + 20 °C				++	
Dentinbrand + 40 °C				++	
Dentinbrand + 60 °C				++	
Dentinbrand + 80 °C				++	
Dentinbrand + 100 °C					●
Dentinbrand - 20 °C			x		
Dentinbrand - 40 °C			x		
Dentinbrand - 60 °C		-		++	
Dentinbrand - 80 °C			x		
Dentinbrand - 100 °C		--			
2 Korrekturbrände				++	
3 Korrekturbrände					●
5 Korrekturbrände				+	

Tabelle.7: Einfluss der Modifikationen auf den Haftverbund

* Tendenz zur Erniedrigung

**Tendenz zur Erhöhung

-: negative Tendenz

+: positive Tendenz

●: signifikante Veränderung

Einen Überblick über die Tendenzen und Signifikanzen der Ergebnisse der Verbundfestigkeitsprüfung bei den veränderten Parametern des Keramikbrennprozesses zeigt Tabelle 7. Aus der Tabelle wird erkennbar, dass das Vornehmen von Oxidbränden die Scher-Verbundfestigkeiten insbesondere mit steigender Temperatur verringert. Herabgesetzte Trocknungstemperaturen führen tendenziell zu geringeren Scher-Verbundfestigkeiten. Ohne Opaker liegt die Verbundfestigkeit im Vergleich zur Referenzserie niedriger, mit einem Opakerbrand hingegen höher. Die Erhöhungen der Temperaturen der Opakerbrände führen tendenziell zu erhöhten Scher-Verbundfestigkeiten. Dies gilt auch, wenn der Opaker mit einer höheren Schichtdicke als üblich gebrannt wird. Glycerin als Anmischflüssigkeit hat keinen Einfluss auf die Verbundfestigkeit. Durch das Brennen des Dentins mit stufenweise verringerten oder erhöhten Brenntemperaturen verringert oder erhöht sich die Haftfestigkeit der Verblendkeramik. Korrekturbrände ergeben eine Erhöhung der Haftung der Keramik auf dem Metallgerüst.

4.2 Scher-Verbundfestigkeit, Vergleich zusammengehöriger Untersuchungsreihen

4.2.1 Einfluss der Oxidbrände

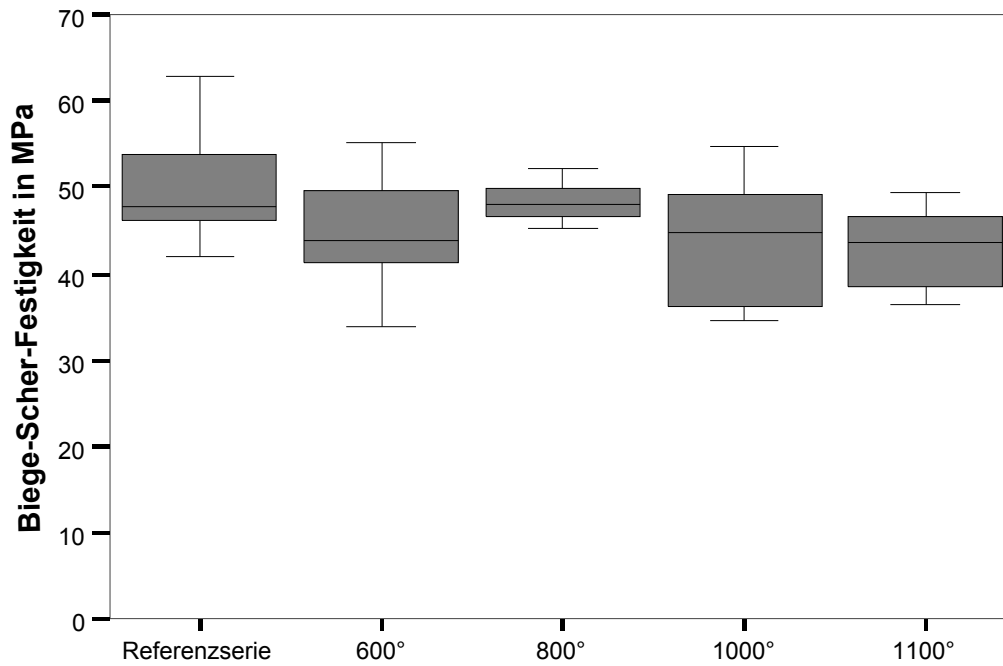


Abbildung 3: Boxplot–Diagramm der Scher-Verbundfestigkeiten bei verschiedenen Oxidbrandtemperaturen

	Referenz	600°C	800°C	1000°C	1100°C
Referenz	-	n.sign.	n.sign.	n.sign.	n.sign.
600°C		-	n.sign.	n.sign.	n.sign.
800°C			-	n.sign.	n.sign.
1000°C				-	
1100°C					-

Tabelle 8: Signifikanzen zwischen den Serien bei verschiedenen Oxidbrand-Temperaturen (T-Test)

Es bestehen keine statistisch signifikanten Unterschiede zwischen den Messwerten der einzelnen Serien, unabhängig davon, ob die Proben mit oder ohne Oxidbrand gebrannt wurden und unabhängig von den unterschiedlichen Oxidbrand-Temperaturen.

	Referenz	600 °C	800 °C	900 °C	1000 °C	1100 °C
Mittelwert [MPa]	49,8	44,9	46,3	48,0	43,5	39,9
Variationskoeffizient [%]	13,2	15,8	15,3	7,8	18,7	28,5

Tabelle 9: Mittelwert und Variationskoeffizienten der Scher-Verbundfestigkeit der Referenzserie und für die Oxidbrände mit verschiedenen Temperaturen

Für die Variation der Temperatur der Oxidbrände ergaben sich Mittelwerte zwischen 39,9 und 48,0 MPa. Die Referenzserie erreicht in diesem Vergleich den höchsten Verbund-Festigkeitswert von 49,8 MPa mit einem Variationskoeffizienten von 13,2 %. Die Untersuchungsreihe mit der Oxidbrandtemperatur von 600 °C ergab bei einem Variationskoeffizienten von 15,8 % mit 44,9 MPa den zweithöchsten Mittelwert der Verbundfestigkeit. Die Serie mit einem Oxidbrand von 800 °C hatte einen Mittelwert von 46,3 MPa mit einem Variationskoeffizienten von 15,3 %. Bei 900 °C Oxidbrandtemperatur ergab sich ein Mittelwert von genau 48,0 MPa mit dem geringsten Variationskoeffizienten von 7,8 %. 43,3 MPa ließen sich bei einem Oxidbrand von 1000°C ermitteln, wobei der Variationskoeffizient bei 15,1 % lag. Die größte Messwertstreuung fand sich mit einem Variationskoeffizienten von 28,5 % bei einem Oxidbrand von 1100 °C. Für diese Serie wurden der niedrigste Verbundfestigkeits-Mittelwert von 39,9 MPa gemessen.

4.2.2 Einfluss der Trocknungsphase

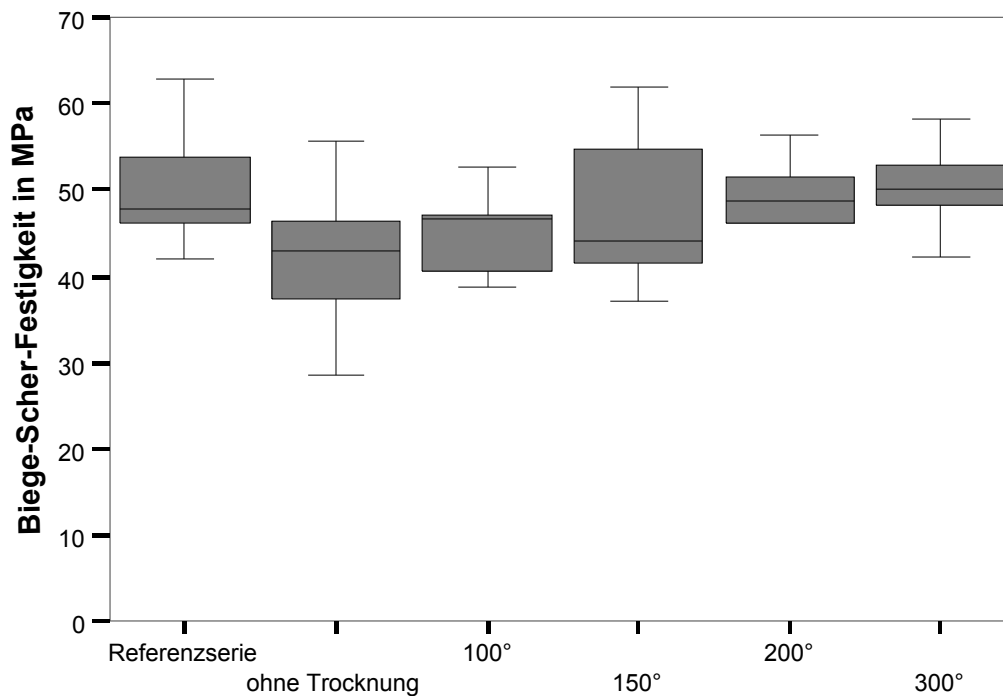


Abbildung 4: Boxplot-Diagramm der Scher-Verbundfestigkeiten bei verschiedenen Trocknungsphasen des Opakers

	Referenz	Ohne	100 °C	150 °C	200 °C	300 °C
Referenz	-	sign.	n.sign.	n.sign.	n.sign.	n.sign.
ohne		-	n.sign.	n.sign.	n.sign.	n.sign.
100 °C			-	n.sign.	n.sign.	n.sign.
150 °C				-	n.sign.	n.sign.
200 °C					-	n.sign.

Tabelle 10: Signifikanzen zwischen den Serien bei verschiedenen Trocknungsphasen des Opakers (T-Test)

Die Trocknung der Keramik bei 100 °C, 150 °C, 200 °C oder bei 300 °C führten zu keiner signifikanten Veränderung der Scher-Verbundfestigkeit. Die Verbundfestigkeitsmesswerte der Untersuchungsserie, bei der auf die

Trocknung verzichtet wurde, unterscheidet sich signifikant von der Referenzserie.

	Referenz	ohne	100 °C	150 °C	200 °C	300 °C
Mittelwert [MPa]	49,8	42,1	44,8	47,9	48,3	50,4
Variationskoeffizient [%]	13,2	20,8	11,1	19,1	12,4	10,3

Tabelle 11: Mittelwerte und Variationskoeffizienten der Scher-Verbundfestigkeit der Referenzserie und für die Serien mit verschiedenen Trocknungsphasen des Opakers

Im Vergleich zur Verbundfestigkeit der Referenzserie mit einem Mittelwert von 49,8 MPa und einem Variationskoeffizienten von 13,2 % liegt die Verbundfestigkeit der Serie ohne Vortrocknung mit einem Mittelwert von 42,1 MPa bei einem hohen Variationskoeffizienten von 20,8 % relativ niedrig. Der zweitniedrigste Mittelwert lag für die Serie mit 100°C Vortrocknung bei 44,8 MPa mit einem Variationskoeffizienten von 11,1 %. Die mit 19,1 % zweitgrößte Streuung innerhalb dieses Vergleichs wurde bei einem Mittelwert von 47,9 MPa für die Serie mit einer Trocknung bei 150 °C gemessen. Für die Serie mit 200 °C Vortrocknung liegt der Verbund-Festigkeits-Mittelwert bei 48,3 MPa mit einem Variationskoeffizienten von 12,4 %. Die niedrigste Streuung konnte in der Gruppe mit 300 °C Trocknung mit einem Variationskoeffizienten von 10,3 % und einem Mittelwert der Verbundfestigkeit von 50,4 MPa gefunden werden. Den höchsten Verbundfestigkeitsmittelwert ergab die bei 600 °C getrocknete Serie mit 50,4 MPa und einem Variationskoeffizienten von 10,3 %.

4.2.3 Einfluss des Verzichts auf den Opaker, der Schichtung und der Brenntemperatur des Opakers und von Glycerin als Anmischflüssigkeit

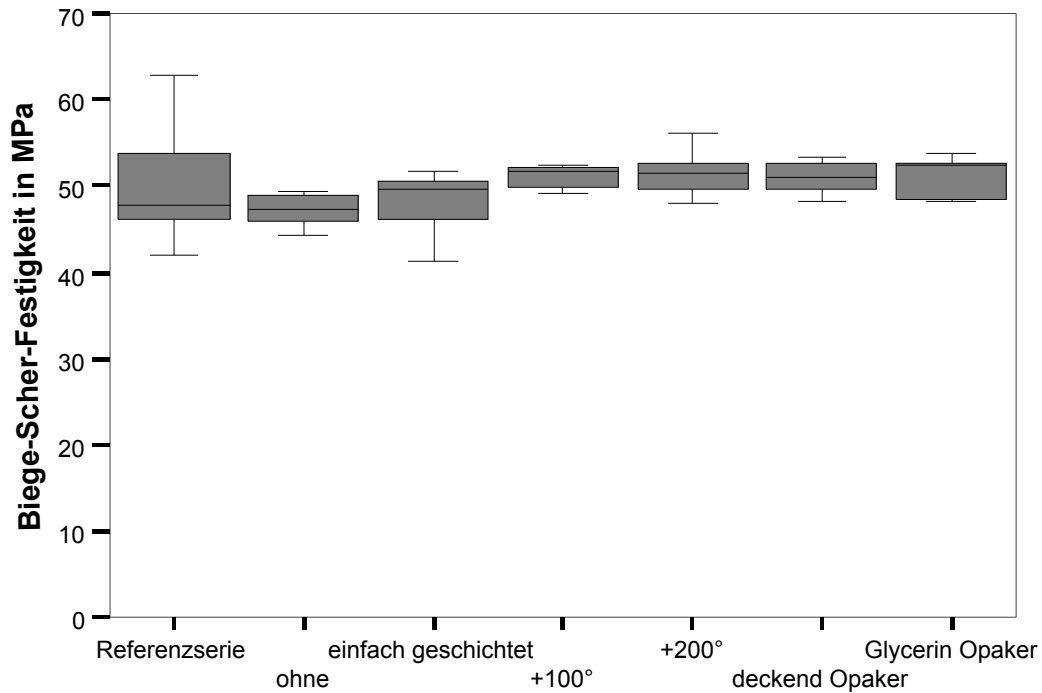


Abbildung 5: Boxplot-Diagramm der Scher-Verbundfestigkeiten bei verschiedenen Schichtungen des Opakers und bei erhöhten Temperaturen beim Opakerbrand

	Referenz	ohne Op	1x Op	+100 °C	+200 °C	Deckend Op	Glycerin Op
Referenz	-	n.sign.	n.sign.	n.sign.	n.sign.	n.sign.	n.sign.
Ohne Op		-	n.sign.	sign.	sign.	sign.	sign.
1x Op			-	n.sign.	n.sign.	n.sign.	n.sign.
+100 °C				-	n.sign.	n.sign.	n.sign.
+200 °C					-	n.sign.	n.sign.
Deckend Op						-	n.sign.

Tabelle 12: Signifikanzen zwischen den Serien bei verschiedenen Schichtungen des Opakers und bei erhöhten Temperaturen beim Opakerbrand (T-Test)

Bei diesen Versuchsreihen zeigte sich ein signifikanter Unterschied zwischen den Serien, bei denen die Keramik ohne Opaker aufgebrannt wurde und den Serien, bei denen der Opaker bei erhöhter Temperatur beziehungsweise in deckender Schichtdicke oder mit Glycerin als Anmischflüssigkeit aufgebrannt wurde.

	Referenz	ohne	1x Opaker	+ 100 °C	+ 200 °C	deckend Opaker	Glycerin Opaker
Mittelwert [MPa]	49,8	47,9	48,0	51,6	51,4	51,7	51,0
Variationskoeffizient [%]	13,2	6,7	7,8	5,0	5,5	6,2	4,7

Tabelle 13: Mittelwert und Variationskoeffizient der Scher-Verbundfestigkeit der Referenzserie und den Serien bei verschiedenen Schichtungen des Opakers und bei erhöhten Temperaturen beim Opakerbrand

In dieser Untersuchungsreihe wurden Verbundfestigkeitsmittelwerte zwischen 47,9 und 51,7 MPa gemessen. Die Gruppe ohne Opakerbrand hat mit 47,9 MPa den niedrigsten Mittelwert der Verbundfestigkeit und einen Variationskoeffizienten von 6,7 %. Eine Erhöhung der Brenntemperatur des Opakerbrandes um 100 °C führte zu einem Verbundfestigkeitsmittelwert von 51,6 MPa mit einer Streuung (Variationskoeffizient) von 7,5 %. Für eine weitere Serie mit einer Erhöhung der Brenntemperatur um 200 °C wurde ein Mittelwert der Verbundfestigkeit von 51,5 MPa bei einem Variationskoeffizienten von 9,7 % gemessen. Bei einem Variationskoeffizienten von 10,5 % wurde der innerhalb dieser Untersuchungsreihe höchste Haftverbundfestigkeitsmittelwert von 51,8 MPa für die Untersuchungsreihe gemessen, bei welcher der Opaker so dickflüssig wie möglich angemischt wurde. Wird das Keramikpulver anstelle von Modellierflüssigkeit mit Glycerin angemischt, ergibt sich für die Haftfestigkeit der Keramik einem Mittelwert von 51,2 MPa mit einer Streuung (Variationskoeffizient) von 11,9 %.

4.2.4 Einfluss der Dentin-Brenntemperatur oberhalb der Herstellerangaben

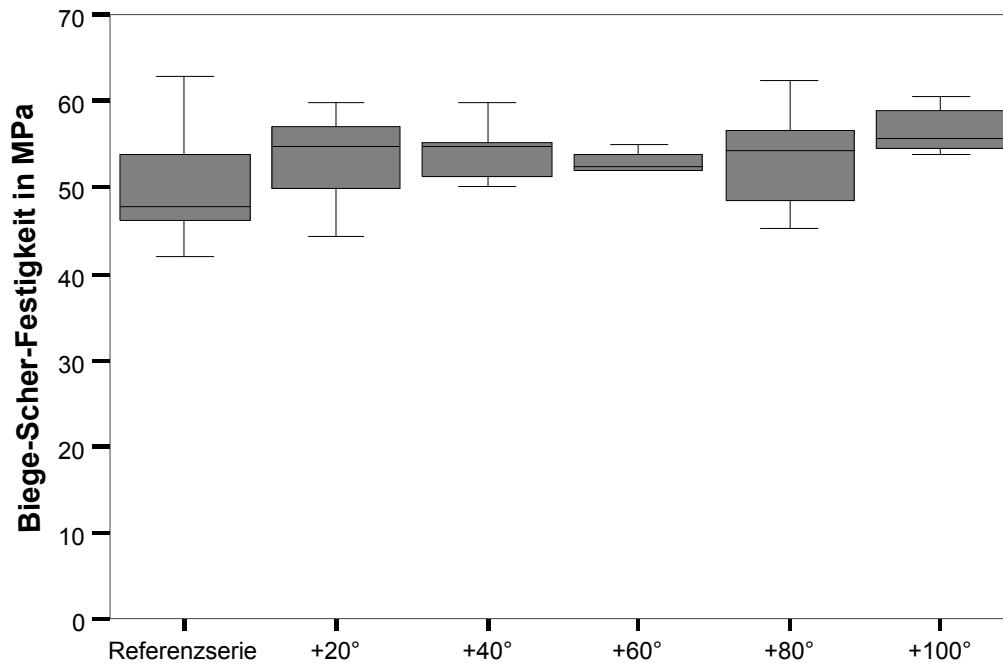


Abbildung 6: Boxplot-Diagramm der Scher-Verbundfestigkeiten bei erhöhten Temperaturen beim Dentinbrand

	Referenz	+20°	+40°	+60°	+80°	+100°
Referenz		n.sign.	n.sign.	n.sign.	n.sign.	sign.
+20°			n.sign.	n.sign.	n.sign.	n.sign.
+40°				n.sign.	n.sign.	n.sign.
+60°					n.sign.	n.sign.
+80°						n.sign.
+100°						

Tabelle 14: Signifikanzen zwischen den Serien bei erhöhten Temperaturen beim Dentinbrand (T-Test)

Mit Ausnahme der Serie mit einer um 100 °C erhöhten Dentinbrenntemperatur bestehen keine signifikanten Unterschiede zwischen den Serien der Untersuchungsreihen. Wird das Dentin mit 100 °C über der von Hersteller angegebenen Brenntemperatur gebrannt, liegen die Werte der Metall-Keramik Verbundfestigkeit signifikant über denen der Referenzserie.

	Referenz	+20 °C	+40 °C	+60 °C	+80 °C	+100 °C
Mittelwert [MPa]	49,8	53,3	53,2	52,1	53,1	55,7
Variationskoeffizient [%]	13,2	10,4	8,9	5,7	11,3	8,1

Tabelle 15: Mittelwert und Variationskoeffizienten der Scher-Verbundfestigkeit der Referenzserie und der Serien bei erhöhten Temperaturen beim Dentinbrand

Wurden die Prüfkörper beim Dentinbrand mit einer gegenüber den Herstellerangaben erhöhten Temperatur gebrannt, ergaben sich Verbundfestigkeitsmittelwerte von 49,8 bis 55,7 MPa. Bei um 20, 40, 60 und 80 °C erhöhten Brenntemperaturen wurde eine leichte Erhöhung der Verbundfestigkeitsmittelwerte von 52,1 bis 53,2 MPa mit Variationskoeffizienten zwischen 5,7 und 11,3 % gemessen. Bei einem Variationskoeffizienten von 8,1 % konnte der innerhalb dieser Untersuchungsreihe höchste Mittelwert für den Keramikverbund auf dem Metall von 55,7 MPa gemessen werden, wenn das Dentin 100 °C über der Herstellerangabe gebrannt wurde.

4.2.5 Einfluss der Dentin-Brenntemperatur unterhalb der Herstellerangaben

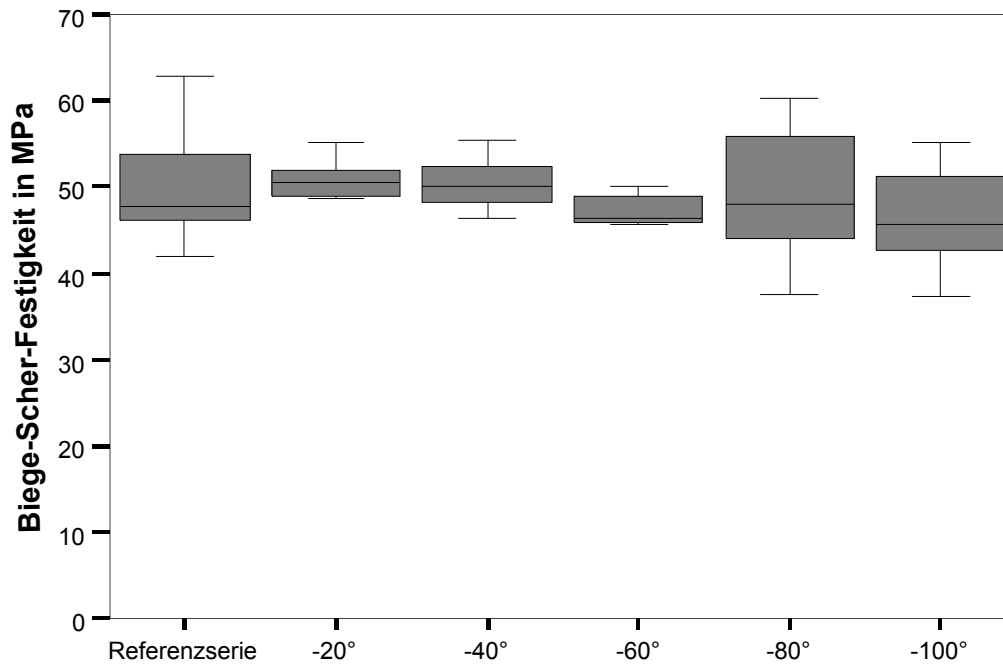


Abbildung 7: Boxplot-Diagramm der Scher-Verbundfestigkeiten bei reduzierten Temperaturen beim Dentinbrand

	Referenz	-20 °C	-40 °C	-60 °C	-80 °C	-100 °C
Referenz	-	n.sign.	n.sign.	n.sign.	n.sign.	n.sign.
-20 °C		-	n.sign.	n.sign.	n.sign.	n.sign.
-40 °C			-	n.sign.	n.sign.	n.sign.
-60 °C				-	n.sign.	n.sign.
-80 °C					-	n.sign.
-100 °C						-

Tabelle 16: Signifikanzen zwischen den Serien bei reduzierten Temperaturen beim Dentinbrand (T-Test)

Innerhalb dieser Untersuchungsreihe ergab der Vergleich der Serien im T-Test, dass die Veränderungen der Verbundfestigkeit durch Reduzieren der Brenntemperatur des Dentins keine statistische Signifikanz aufweisen.

	Referenz	-20 °C	-40 °C	-60 °C	-80 °C	-100 °C
Mittelwert [MPa]	49,8	50,8	50,5	47,6	49,4	46,6
Variationskoeffizient [%]	13,2	4,7	6,5	12,2	17,5	13,5

Tabelle 17: Mittelwert und Variationskoeffizienten der Scher-Verbundfestigkeit der Referenzserie und der Serien bei reduzierten Temperaturen beim Dentinbrand

Wird das Dentin unterhalb der vom Hersteller geforderten Temperatur gebrannt, so verringert sich die Scher-Verbundfestigkeit geringfügig. Allerdings nimmt die Festigkeit nicht linear über alle Serien ab. Für die Serien, bei denen das Dentin bis zu 100 °C unterhalb der vom Hersteller angegebenen Brenntemperatur gebrannt wurde, wurden Scher-Verbundfestigkeitsmittelwerte zwischen 46,6 MPa und 50,8 MPa gemessen. Wird das Dentin 20 °C unterhalb der vom Hersteller angegebenen Temperatur gebrannt, ergeben sich Verbundfestigkeitsmittelwerte von 50,8 MPa mit dem geringsten Variationskoeffizienten innerhalb dieser Untersuchungsreihe von 4,7 %. Bei 40 °C geringerer Brenntemperatur des Dentins wurde, mit einem geringen Variationskoeffizienten von 6,5 %, ein Mittelwert der Haftfestigkeit der Keramik von 50,5 MPa gemessen. Bei geringeren Brenntemperaturen erhöht sich die Streuung der Messwerte. Der Variationskoeffizient erhöht sich auf 12,2 %, mit einem Verbundfestigkeitsmittelwert von 47,6 MPa beim Unterschreiten der Brenntemperatur um 60 °C. Die größte Streuung ergibt sich in der Serie mit 80 °C niedrigerer Brenntemperatur des Dentins mit einem Variationskoeffizienten von 17,4 %. Der Mittelwert der Keramikhaftung liegt hier

bei 49,4 MPa. Der geringste Verbundfestigkeitsmittelwert findet sich mit 46,6 MPa bei einem Variationskoeffizienten von 13,2 % in der Serie, bei welcher das Dentin 100 °C unter der Temperaturangabe des Herstellers gebrannt wurde.

4.2.6 Einfluss von Korrekturbränden

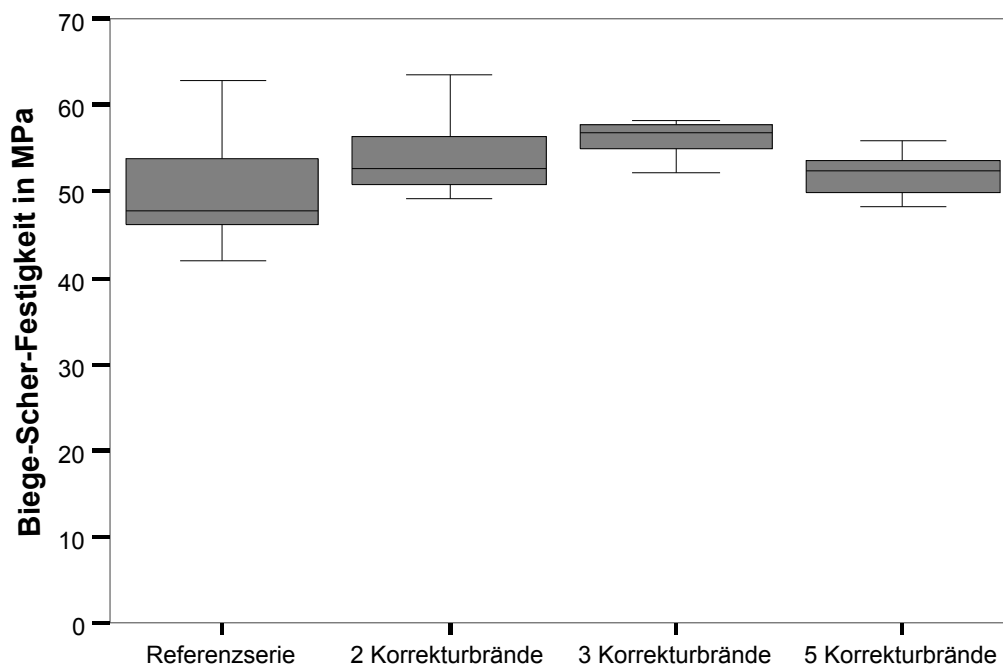


Abbildung 8: Boxplot-Diagramm der Scher-Verbundfestigkeiten bei unterschiedlichen Anzahlen von Korrekturbränden

	Referenz	2 Brände	3 Brände	5 Brände
Referenz	-	n.sign.	sign.	n.sign.
2 Brände		-	n.sign.	n.sign.
3 Brände			-	sign.
5 Brände				-

Tabelle 18: Signifikanzen zwischen den Serien bei unterschiedlichen Anzahlen von Korrekturbränden (T-Test)

Mit zwei Ausnahmen bestehen keine signifikanten Unterschiede zwischen den Serien der Untersuchungsreihen. Statistisch signifikante Unterschiede bestehen zwischen der Referenzserie und der Serie, bei der 3 Korrekturbränden durchgeführt wurden. Diese Serie unterscheidet sich zusätzlich signifikant von der Serie, bei 5 Korrekturbränden durchgeführt wurden.

	Referenz	2 Brände	3 Brände	5 Brände
Mittelwert [MPa]	49,8	54,2	56,9	51,9
Variationskoeffizient [%]	13,2	9,2	6,4	5,1

Tabelle 19: Mittelwert und Variationskoeffizienten der Scher-Verbundfestigkeit der Referenzserie und den Serien mit unterschiedlichen Anzahlen von Korrekturbränden

Die Mittelwerte für die Metall-Keramik Verbundfestigkeit der einzelnen Serien lagen zwischen 51,9 und 56,9 MPa. Die Durchführung zweier Korrekturbrände führte zu einer Erhöhung des Mittelwertes der Verbundfestigkeit von 54,2 MPa mit einer in Vergleich zur Referenzserie abnehmenden Streuung (Variationskoeffizient) von 9,2 %. Werden drei Korrekturbrände vorgenommen, erhöht sich der Mittelwert der Haftfestigkeit der Keramik auf 56,9 MPa, verbunden mit einer weiteren Reduktion des Variationskoeffizienten auf 6,4 %.

5 Korrekturbrände lassen den Verbundfestigkeitsmittelwert auf 51,9 MPa mit dem geringsten Variationskoeffizienten von 5,1 % fallen. Der Mittelwert des Keramikhaftverbunds sank bei allen Serien, bei denen Korrekturbrände durchgeführt wurden, nicht unter den Wert der Referenzserie.

4.3 Vergleich der untersuchten Parameter Brenntemperatur und Korrekturbrände, Metall- und Keramikoberflächen

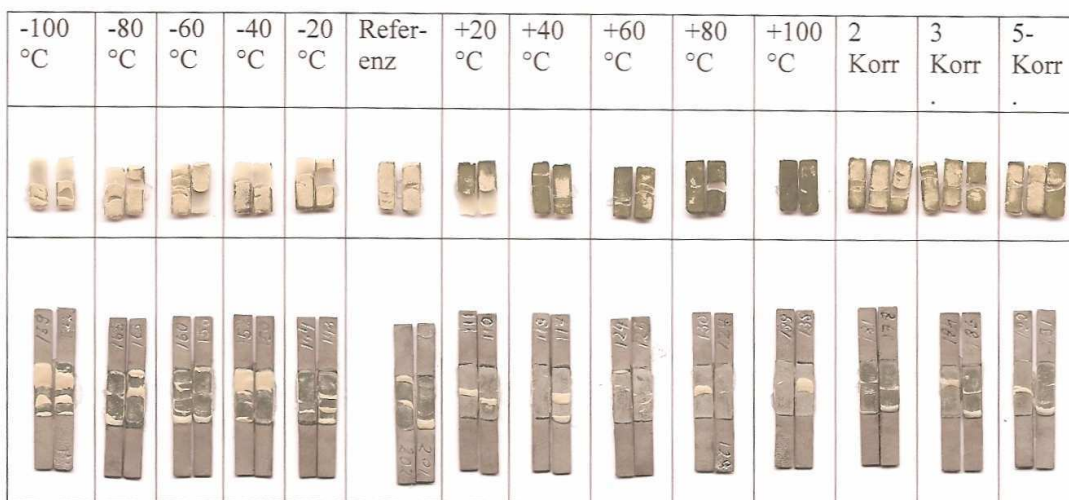


Abbildung 9: Darstellung der Oxidschicht auf Keramikunterseiten und den Metallplättchen: Referenzserie, Serie mit erhöhten/reduzierten Dentinbrenntemperaturen, Serie mit Korrekturbränden

Die aus Metalloxid bestehende graue Verfärbung auf den Unterseiten der Keramikplättchen nimmt mit ansteigender Brenntemperatur zu. Bei 100 °C unterhalb der Herstellerangaben sind auf der Verblend-Oberfläche des Metalls Reste der Keramik erkennbar. Diese Keramikanhaftungen werden mit zunehmender Brenntemperatur geringer. Bei den Prüfkörpern, die mit 100 °C oberhalb der Herstellerangaben gebrannt wurden, zeigen die Metallplättchen einen silbrig matten Metallglanz im Bereich der gelösten Keramikverblendung. Die dunkle Metalloxidschicht löst sich aus der Metalloberfläche und verbleibt auf den Keramikunterseiten. Bei den Prüfkörpern mit unterschiedlicher Anzahl von Korrekturbränden sind keine nennenswerten Änderungen auf der Metalloberfläche oder der Keramikunterseite zu sehen. Verglichen mit der

Referenzserie erscheint die Grauverfärbung der Keramikunterseiten etwas stärker.

4.3.1 Mikroskopische Auswertung und REM -Analysen

4.4.1 Morphologie der Metall-Keramik-Kontaktzone, Bruchlinienverlauf

Sämtliche Proben wurden einer lichtmikroskopischen Kontrolle unterzogen. Es zeigte sich, dass die Oberflächen aller Proben weitgehend frei von Keramikrückständen waren. Vereinzelt Keramikauflagerungen lagen vor allem im Randbereich und unregelmäßig über die gesamte mit Verblendfläche verteilt. Bei der Betrachtung der vom Metall gelösten Keramikbruchstücke stellte sich eine unterschiedlich stark dunkelgrau gefärbte Schicht dar. Die Oberflächen der Metallplättchen zeigten im Bereich der abgelösten Keramikverblendung eine unterschiedlich starke Einfärbung von metallisch glänzend bis dunkelgrau.

Um diese Unterschiede genauer betrachten zu können, wurden von 3 Prüfkörpern mit den innerhalb der jeweiligen Untersuchungsreihe niedrigsten Haftverbundwerten (007, 175, 181) die gesamte mit Keramik beschichtete Oberfläche im REM mit jeweils 55 Bildern dargestellt.

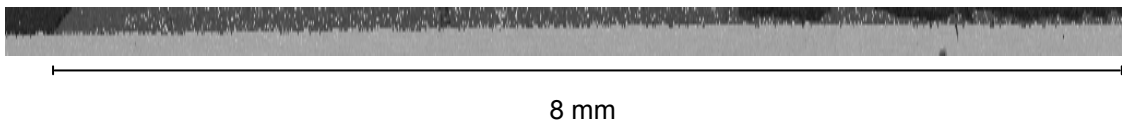


Abbildung 10: Metall-Keramik-Kontaktzone, Prüfkörpernummer 007, nach Herstellerangaben gebrannt

In der Abbildung 10 wurden die 55 REM-Bilder des Prüfkörpers 007 aneinander gereiht, um einen Überblick über die gesamte Metall-Keramik Bruchfläche des Prüfkörpers zu erhalten. Auf der gesamten Länge der Verbundzone sind keine

Blasen oder Lunker im Metall zu sehen. Ein für den Verlauf des Bruches zwischen dem Metall und der Keramik charakteristisches Bild wurde ausgewählt und in der Abbildung 11 dargestellt.

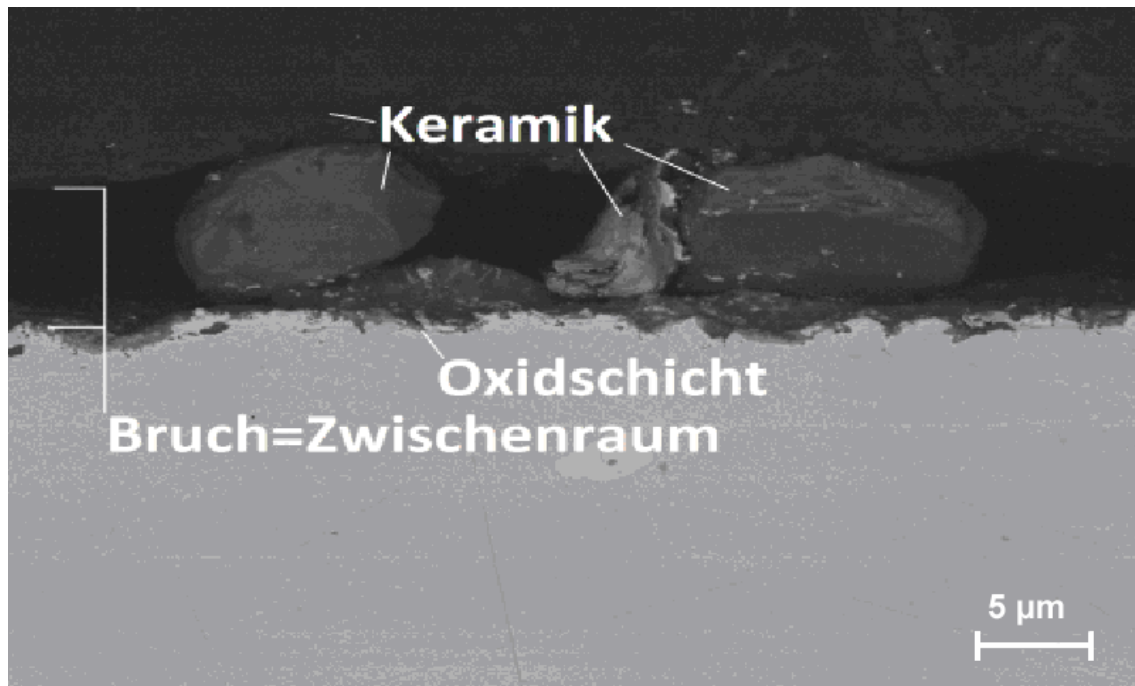


Abbildung 11: Metall-Keramik-Kontaktzone, Bruchverlauf, Prüfkörpernummer 007, nach Herstellerangaben gebrannt

Auf der Abbildung 11 ist zu erkennen, dass der Bruch zwischen dem Metall und der Keramik innerhalb der Oxidschicht stattfindet. Ein Teil der Oxidschicht verbleibt dabei auf der Metalloberfläche. Es handelt sich um einen adhäsiven Bruchverlauf innerhalb der Verbundzone.

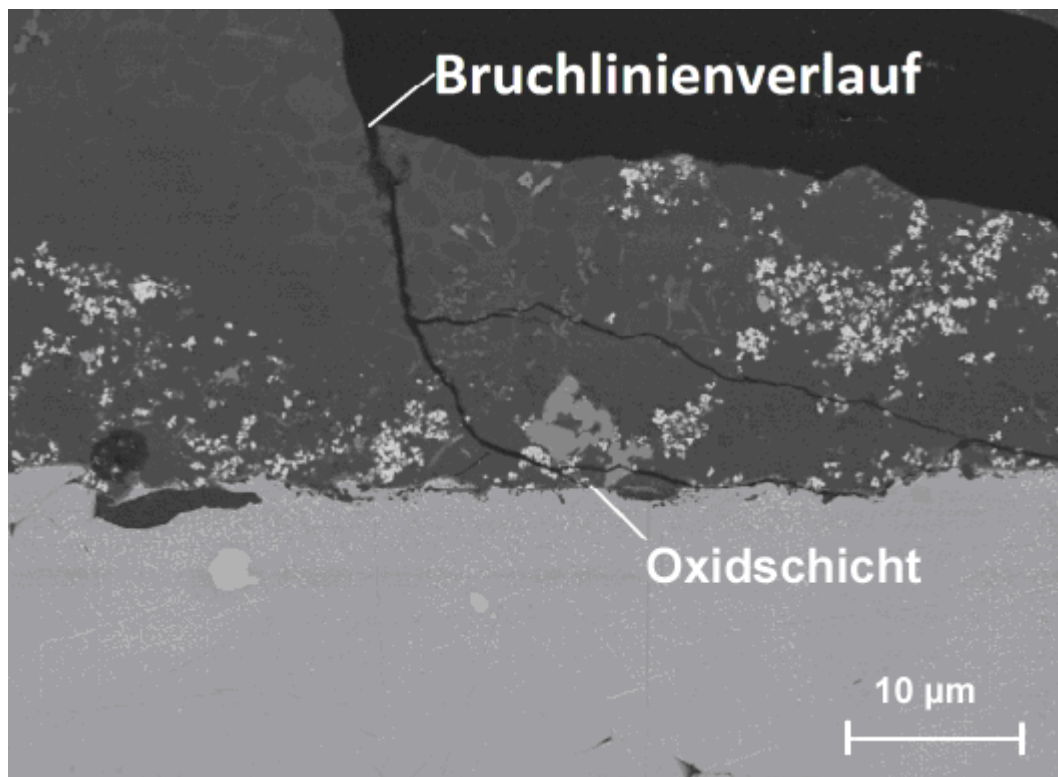


Abbildung 12: Metall-Keramik-Kontaktzone, Bruchverlauf, Prüfkörpernummer 175, Dentin 100 °C unter der Temperatur nach Herstellerangaben gebrannt

In der Abbildung 12 ist der Bruchlinienverlauf, der sich von der Keramik ausgehend bis in die Oxidschicht auf der Metalloberfläche fortsetzt, deutlich zu sehen. In diesem Fall wird das Metalloxid aus der Legierung herausgelöst und bleibt auf der Keramik haften. Auffällig ist, dass beim Durchsehen aller 55 REM -Bilder dieser Probe circa 16 Bruchlinien in der Keramik zu finden waren, die alle bis zur Metalloberfläche reichen.

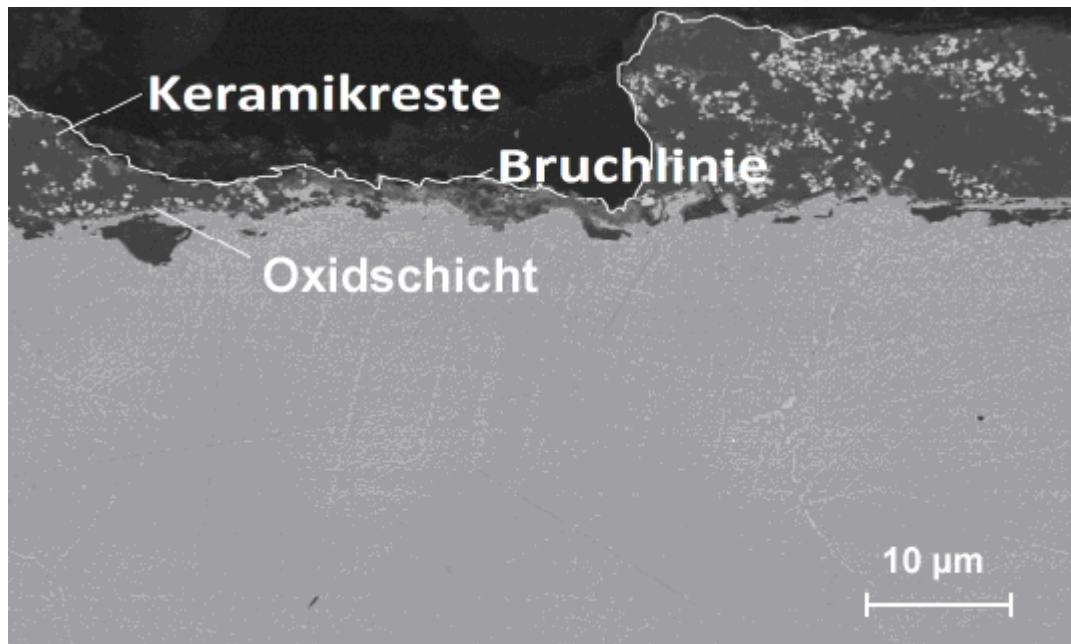


Abbildung 13: Metall-Keramik-Kontaktzone, Bruchverlauf, Prüfkörpernummer 181, gebrannt nach Herstellerangaben mit 2 Korrekturbränden

Wie in Abbildung 13 zu sehen ist, verläuft bei diesem Prüfkörper der Bruch innerhalb der Keramik. Keramikreste und die Oxidschicht bleiben auf dem Metall haften. Es handelt sich hier um einen adhäsiven Bruchverlauf innerhalb der Keramik nahe der Verbundzone.

4.4.2 Elementverteilungen in der Metall-Keramik-Kontaktzone

Die Elementverteilungsanalysen beziehungsweise die Erstellung der hyperspektralen Elementverteilungsbilder (siehe Abschnitt 3.5.3) wurden an einem ausgewählten Bereich der Metall-Keramik Kontaktzone des Prüfkörpers 007 aus der nach Herstellerangaben gebrannten Referenzserie durchgeführt. Die Abbildungen 14 und 15 zeigen eine Übersicht der Metall-Keramik-Kontaktzone sowie den ausgewählten Abschnitt.

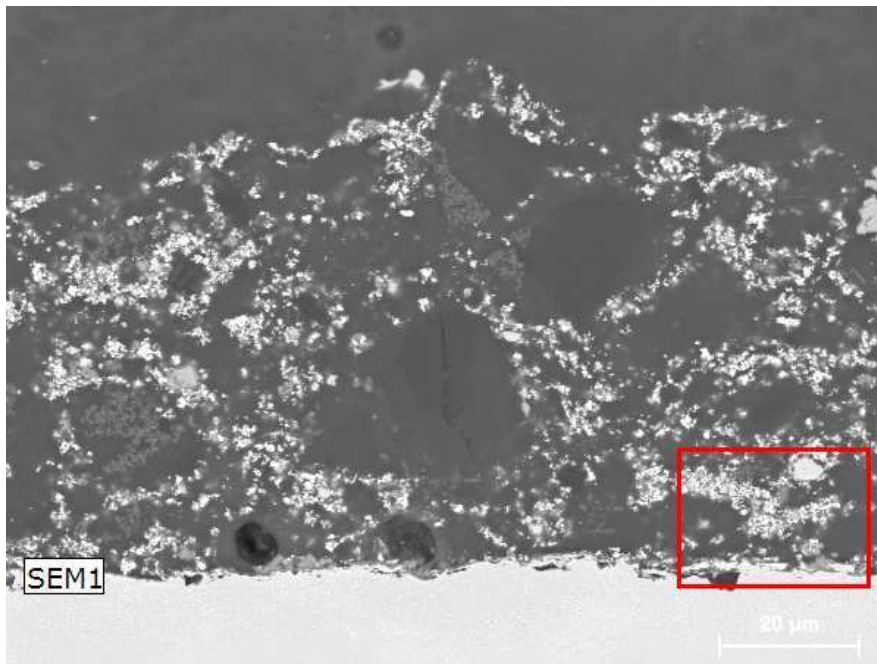


Abbildung 14: Metall-Keramik-Kontaktzone, Prüfkörpernummer 007, nach Herstellerangaben gebrannt, Übersichtsbild mit Festlegung des in den weiteren Analysen verwendeten Ausschnitts (rot markierter Bereich)

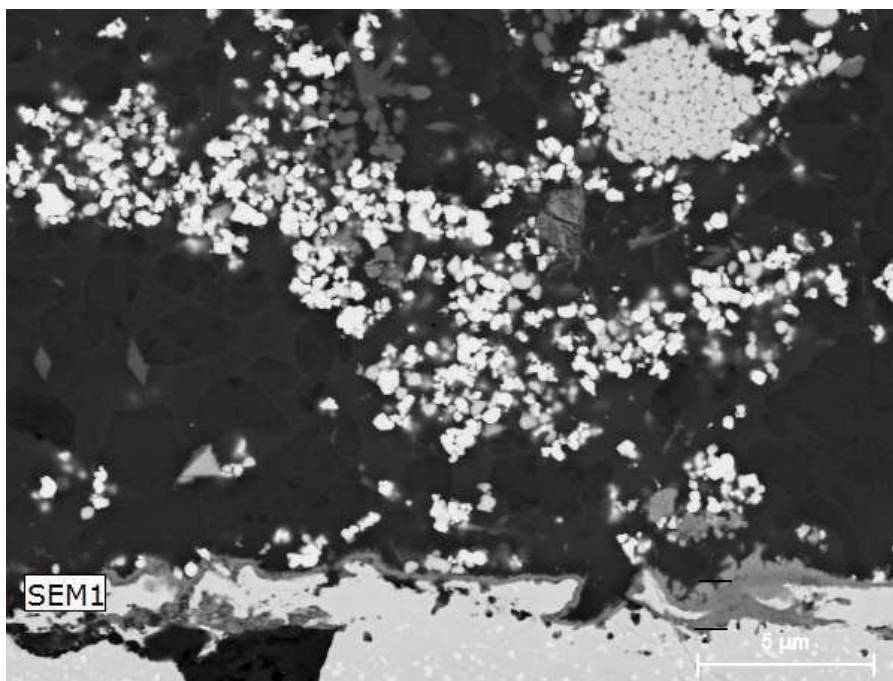


Abbildung 15: Ausschnittsvergrößerung aus Abbildung 14 als Grundlage für die Elementverteilungsanalysen

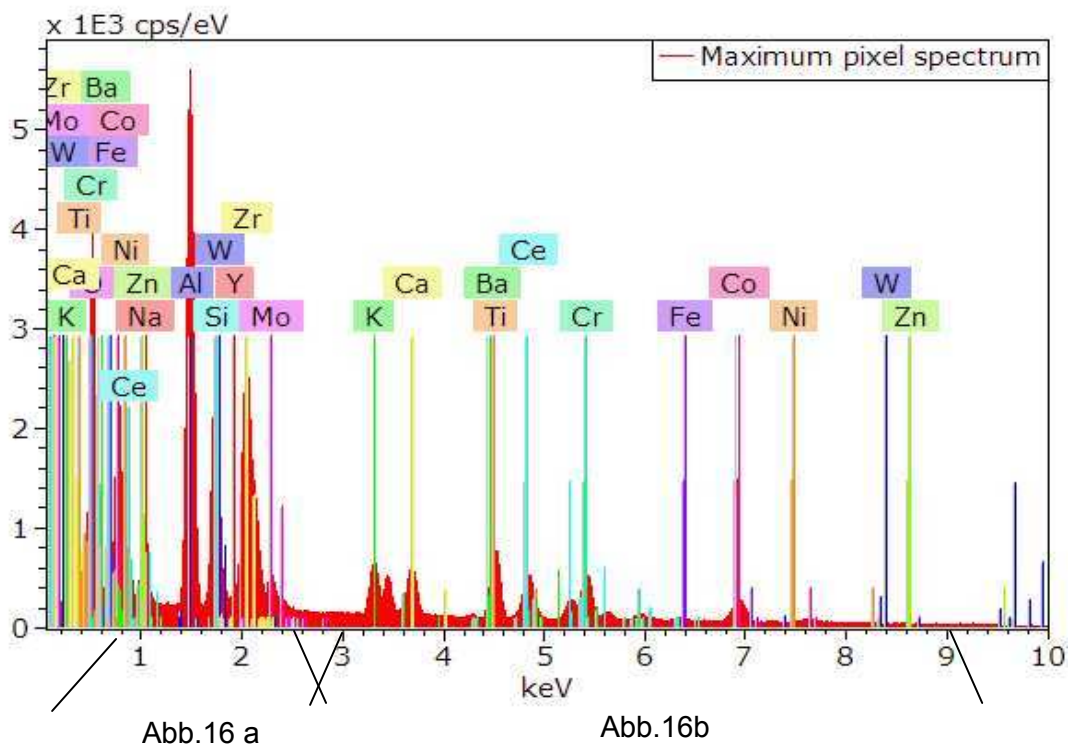


Abbildung 16: EDX-Spektrum, Peaküberlagerungen in der Darstellung der Elemente

Die Abbildung 16 zeigt das Spektrum der EDX-Analyse des in Abbildung 15 dargestellten Bereichs der ausgewählten Metall-Keramik Kontaktzone. Aufgrund der Vielzahl der analysierten Elemente kann über dieses Spektrum keine entsprechende Zuordnung der analysierten Elemente erfolgen, da sich die Peaks (für die jeweiligen Elemente charakteristische „Spitzen“ der rot unterlegten Kurve) überlagern. Die Ergebnisse einer Peakentfaltung durch Reduzierung der Energie des Elektronenstrahls des REM auf bestimmte Bereiche sind in den folgenden Abbildungen dargestellt (0-2.5 KeV, Abbildung 16a und 3-9 KeV, Abbildung 16b). Es konnten insgesamt 19 Elemente nachwiesen werden.

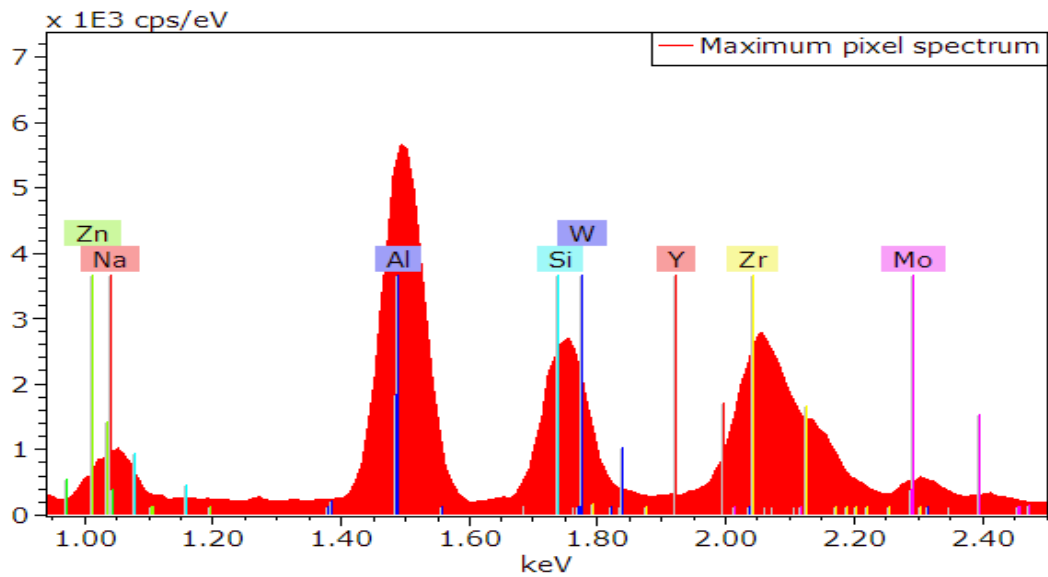


Abbildung 16a: EDX-Spektrum , Ausschnittsvergrößerung und Peakentfaltung des Bereiches 0 keV bis 2,5 keV

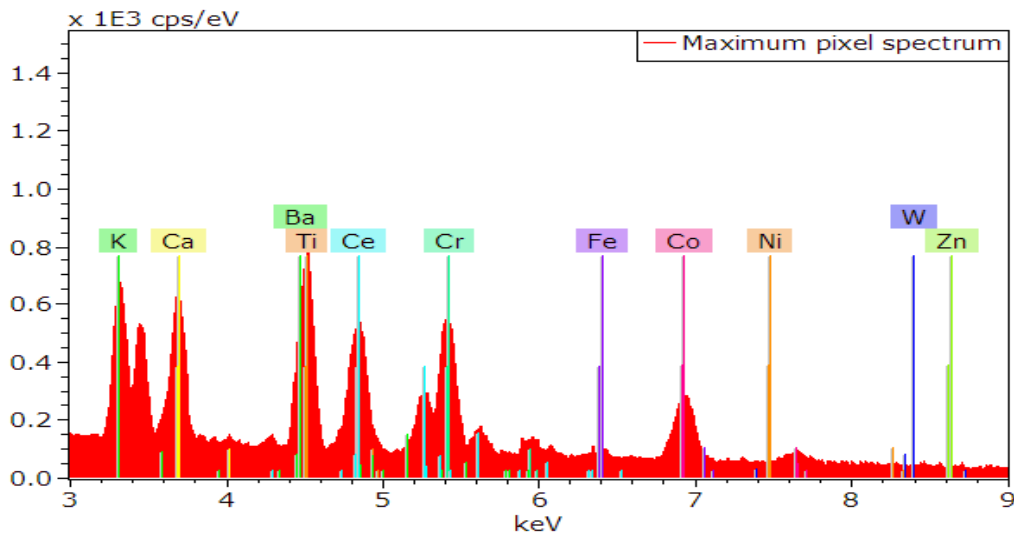


Abbildung 16b: EDX-Spektrum , Ausschnittsvergrößerung und Peakentfaltung des Bereiches 3 keV bis 9 keV

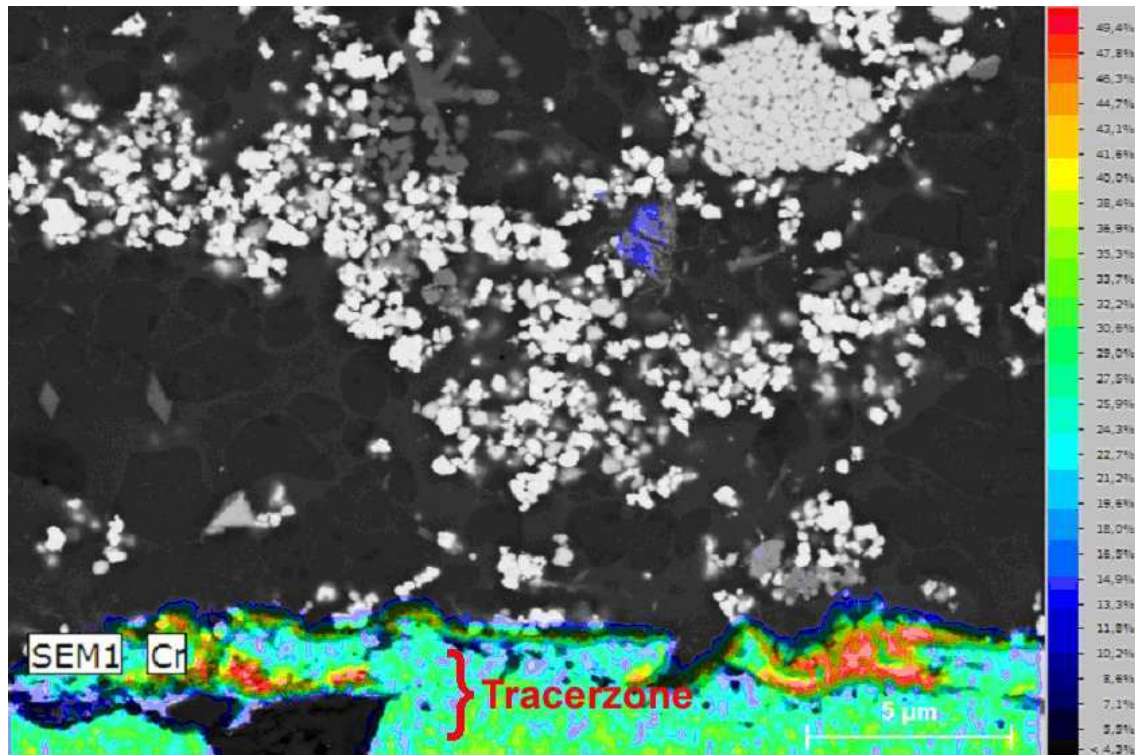


Abbildung 17: Mapping, Chrom(oxid)schicht auf der Metalloberfläche

Abbildung 17 zeigt das Elementenmapping der Metall-Keramik Kontaktzone des Prüfkörpers 007 für das Element Chrom. Die neben der Farbskala rechts angegebenen Werte in dem Mapping stellen Gewichtsprozent für das Element Chrom dar. An der dunkelblauen Linie unmittelbar oberhalb der Metalloberfläche ist zu erkennen, dass Chrom nicht nur an die Legierungsoberfläche, sondern auch in die Keramik diffundiert. In den unmittelbar unterhalb der Keramik-Kontaktzone liegenden Schichten des Metalls kommt es im Vergleich zu den tiefer liegenden Bereichen zu einer Verarmung an Chrom (Tracerzone, ca 2-2,5 µm Schichtstärke). Zur Quantifizierung der Herabsetzung des Chromanteils unterhalb der Metalloberfläche wurden von zwei ausgewählten Bereichen der Metall-Keramik-Kontaktzone EDX-Spektren erstellt.

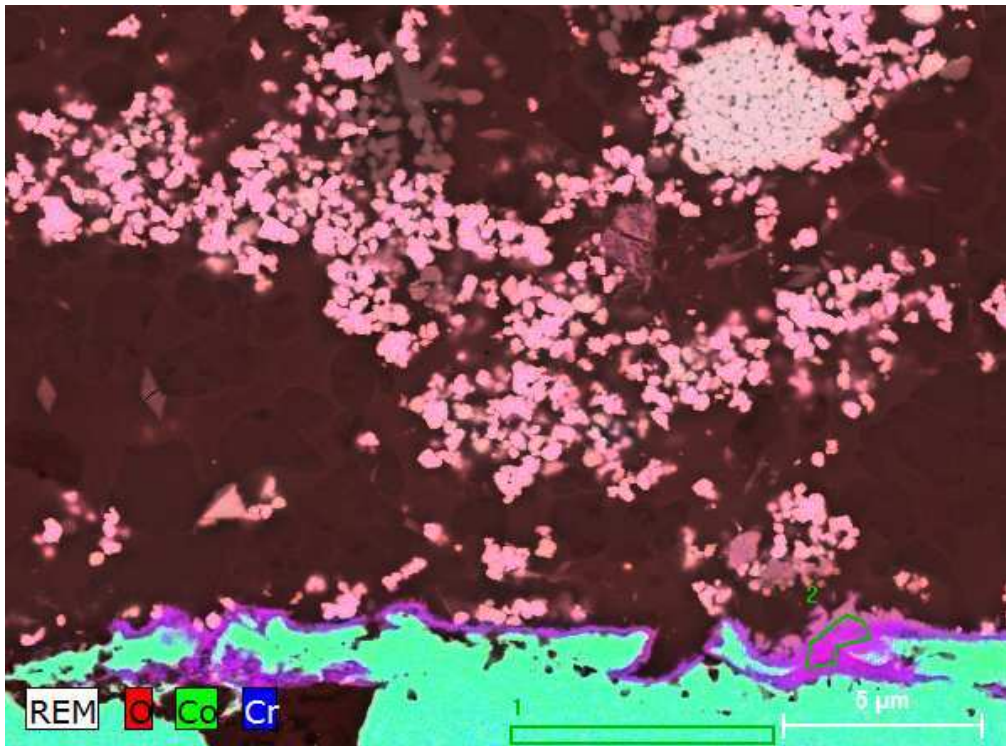


Abbildung18: Mapping, Elemente Chrom, Kobalt und Sauerstoff

Dem in der Abbildung 18 zu sehenden Mapping für die Elemente Chrom, Kobalt und Sauerstoff sind die in den folgenden EDX-Spektren erfassten Bereiche der Metall-Keramik-Kontaktzone zu entnehmen.

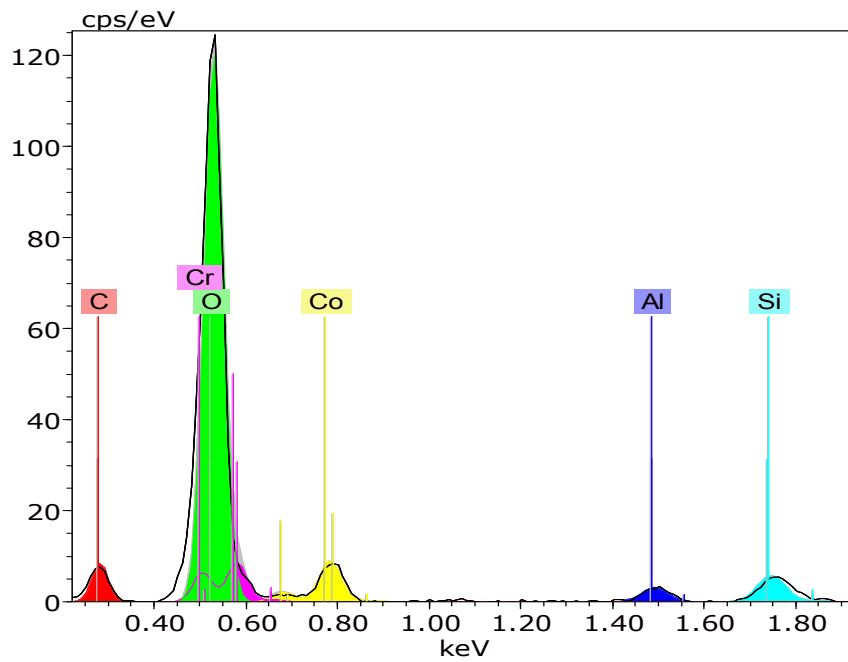


Abbildung 19: EDX-Spektrum, Darstellung der Elemente aus Abbildung 18
Bereich 2

Im Bereich 2 (Oxidschicht) befindet sich vor allem Chrom und Sauerstoff (Chromdioxid). Insbesondere der Sauerstoffpeak ist deutlich ausgeprägt. In der Oxidschicht wurde außerdem Kobalt, Aluminium, Kohlenstoff und Silizium in geringen Konzentrationen gemessen.

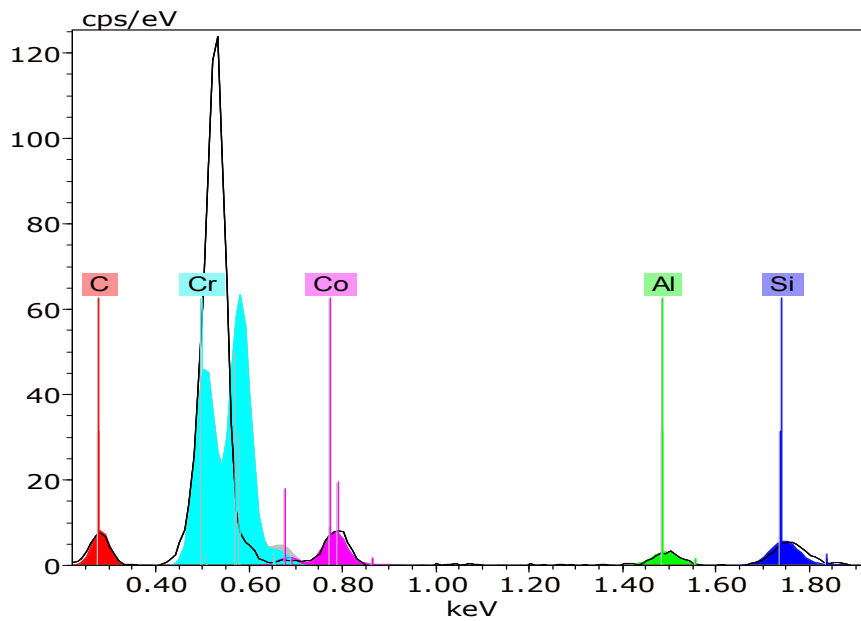


Abbildung 20: EDX-Spektrum , Darstellung der Elemente aus Abbildung 18, Bereich 1

Im Bereich 1 in der Legierung sind Chrom und Kobalt sowie ein geringer Anteil an Aluminium, Kohlenstoff und Silizium enthalten. Sauerstoff wird in diesem Bereich nicht nachgewiesen. Die schwarze Linie zeigt den Sauerstoffpeak aus der Abbildung 19 (Oxidschicht) zur Veranschaulichung.

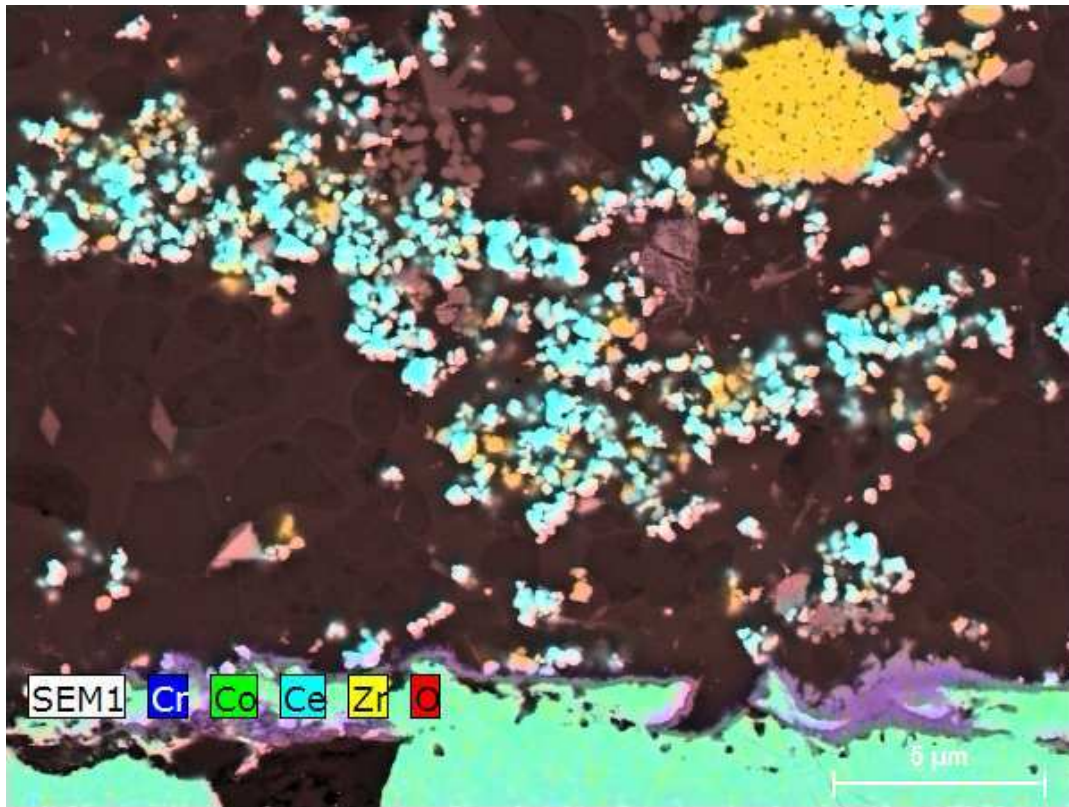


Abbildung 21: Mapping, Elemente Chrom, Kobalt, Cer, Zirkon und Sauerstoff, Darstellung der Oxidschicht

Der Abbildung 21 ist zu entnehmen, dass sich auf der Metalloberfläche eine durchgängig 100–200 nm dicke Chromoxidschicht ausbildet, die an einzelnen Stellen auch Schichtstärken bis circa 1,5 µm annehmen kann. Die Oxidschicht ist im Bild als violettblaue Linie zu erkennen und erscheint auf das Metall aufgelagert. Entsprechend der EDX-Analyse (Abbildung 19) ist in dieser Interfacephase noch etwas Kobalt enthalten.

Der Bereich des Opakers stellt sich als heterogene Phase dar und lässt sich durch die Quantifizierung von Titananteilen gut abgrenzen, denn nur Opaker enthält Titan. In der Opakerschicht bilden sich nach punktuellen EDX-Analysen neben Kalifeldspat weitere Strukturen aus. Es bildet sich Ceroxid (Ce_2O_3) und es finden sich größere solitäre Cluster von Zirkoniumdioxid (ZrO_2). Des Weiteren wurde in der Opakerschicht Titanit (Ca Ti Si O_5 , Sphen) gefunden. Es bilden sich ferner Zinnhaltige Kristalle.

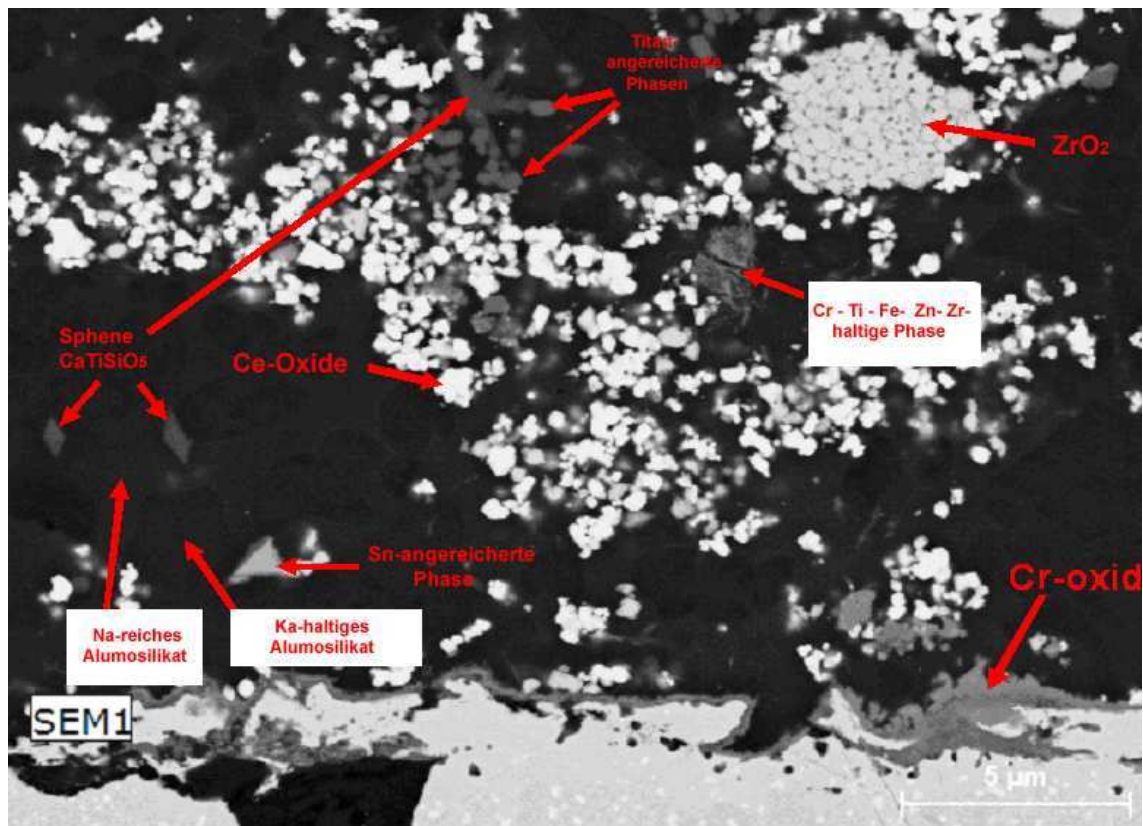


Abbildung 22: REM-Aufnahme, identifizierte Phasen in der Opaquerschicht

Die Abbildung 22 gibt eine Übersicht der Keramik-Bereiche der untersuchten Metall-Keramik-Kontaktzone, in denen sich unter anderem die oben genannten Strukturen ausgebildet haben. Die durch die EDX-Analyse ermittelten Verbindungen sind dargestellt.

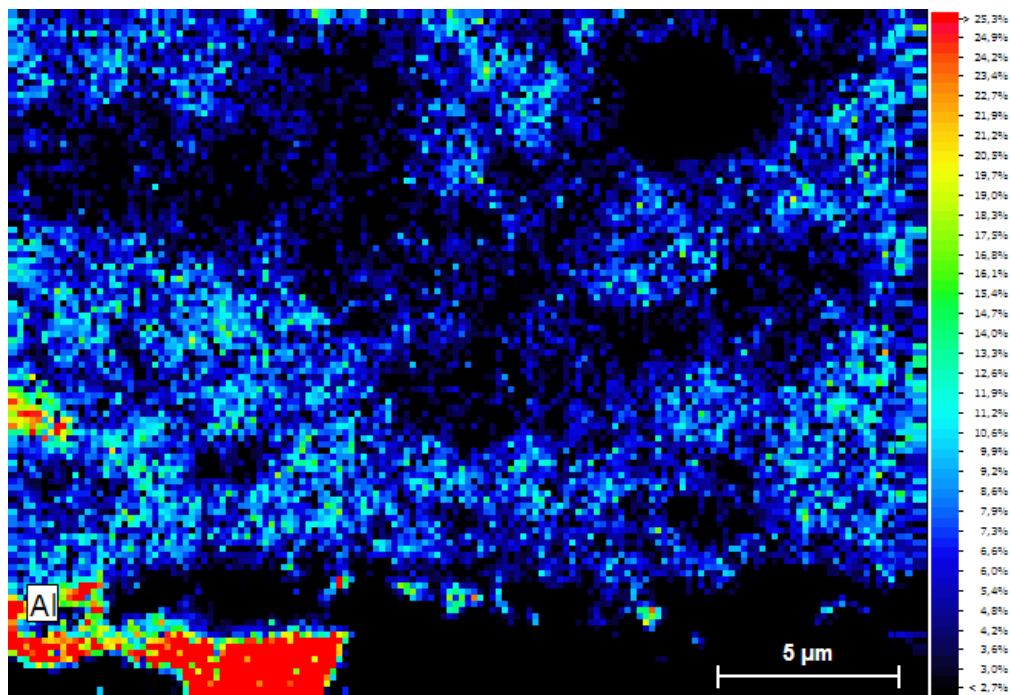


Abbildung 23: Mapping, Element Aluminium

Neben der Farbskala rechts sind in der Abbildung 23 die Gewichtsprozent für das Element Aluminium in dem Mapping angegeben. Es ist deutlich die Anreicherung von Aluminium als rote Fläche zu erkennen. Es handelt sich um ein in die Metalloberfläche impaktiertes Korn des Abstrahlgutes Korund. Dieses ist bis zu einer Tiefe von 6 μm eingedrungen.

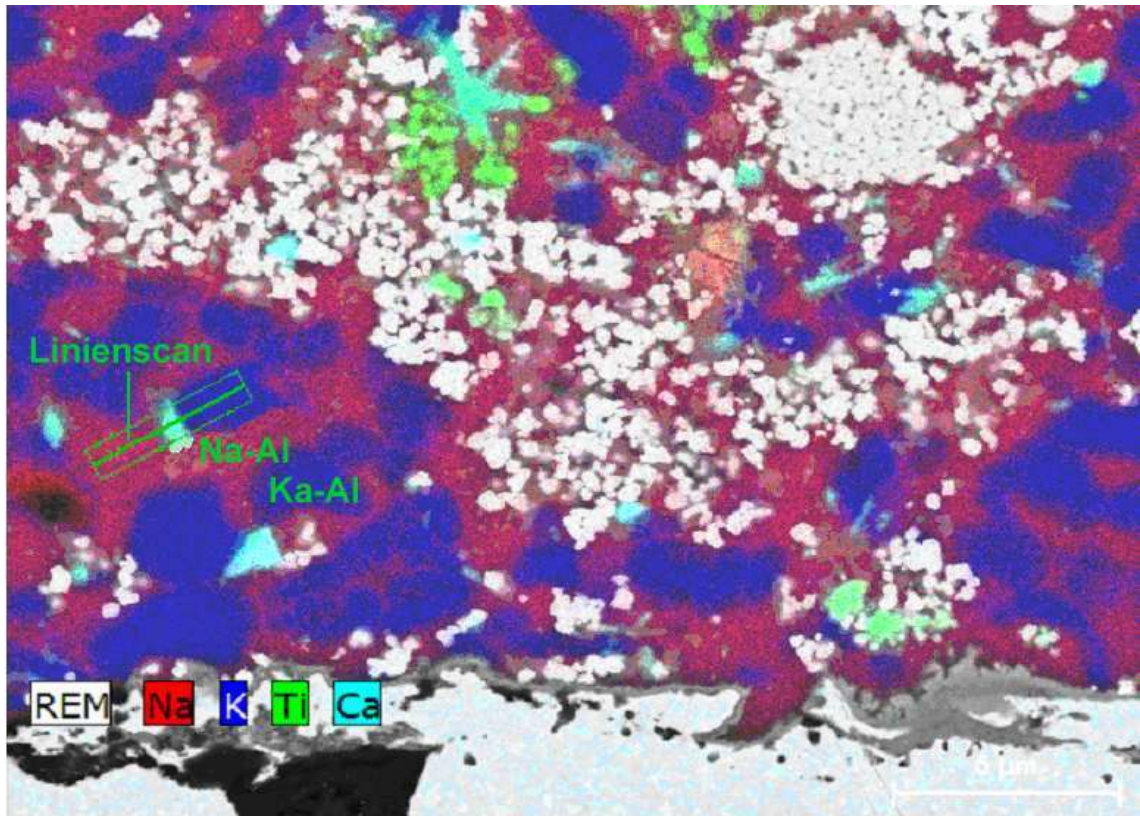


Abbildung 24: Mapping mit dem Bereich, aus dem ein Flächenscan (grün umrandete, rechteckige Fläche) und ein Linienscan exportiert wurde

In Abbildung 24 ist zu sehen, dass die Aluminiumsilikatphase innerhalb der Opakerschicht zwei unterschiedliche Zusammensetzungen aufweist: Es sind eine mit Kalium und eine mit Natrium angereicherte Phase zu unterscheiden. Die mit Kalium angereicherte Phase erscheint blau. Die mit Natrium angereicherte Aluminiumsilikatphase ist in der Abbildung 24 als rote Fläche dargestellt. Im Folgenden werden beide Phasen mittels eines Flächenscans und eines Linienscans genauer untersucht.

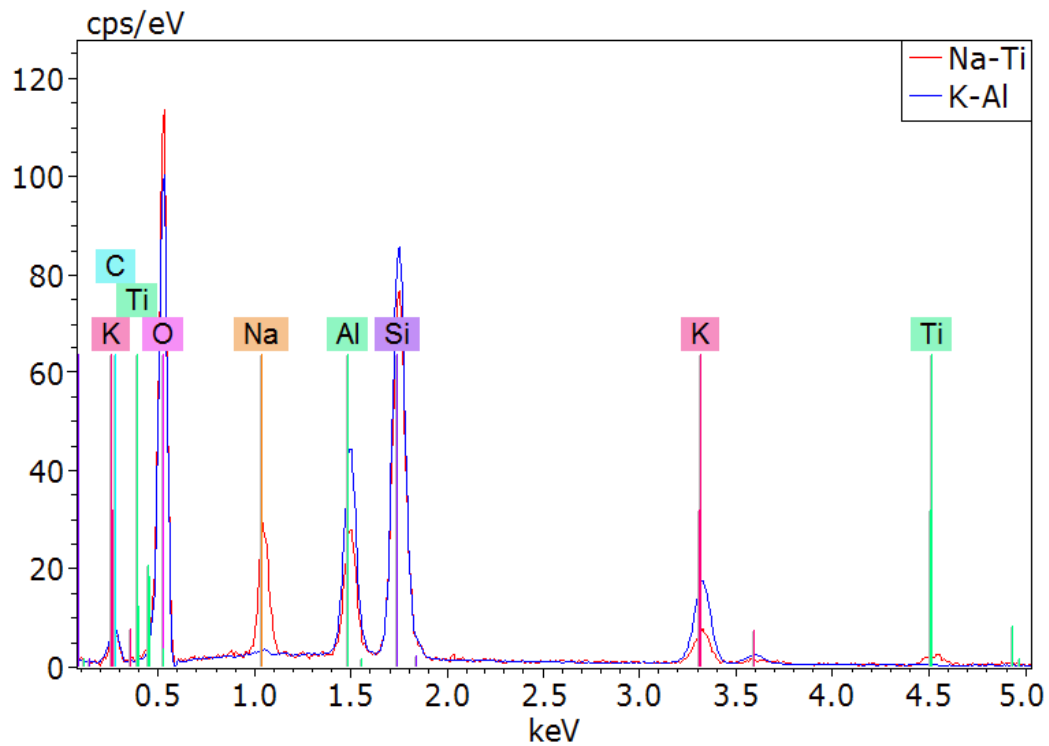


Abbildung 25: EDX-Spektrum, Darstellung der Elemente aus dem Keramikbereich, Flächenscan

In der Abbildung 25 sind verschiedene Peaks überlagert, was eine Differenzierung der Elemente in den Phasen erschwert beziehungsweise unmöglich macht. Deshalb wird die Anregungsenergie auf den Bereich 0,4 - 1,80 keV sowie 3 - 4 keV reduziert, um eine Spreizung der Peaks zu erzielen (Peakentfaltung, siehe oben).

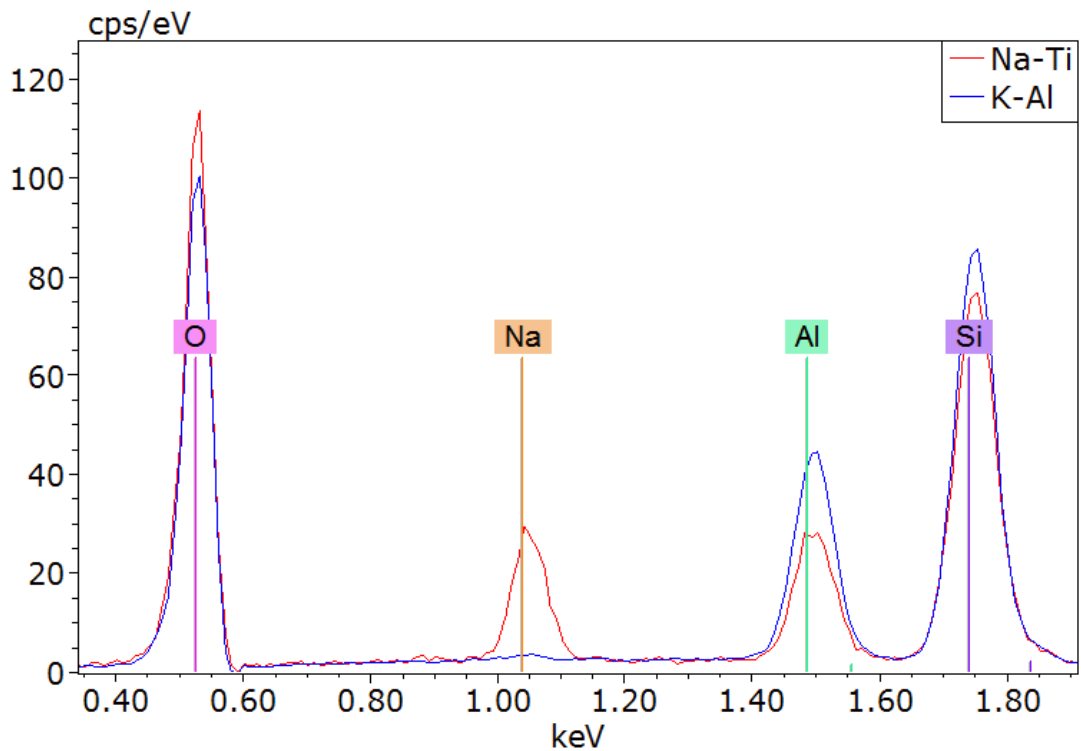


Abbildung 26: EDX-Spektrum, Darstellung der Elemente aus dem Keramikbereich, Flächenscan, Peakentfaltung des Bereiches 0,4 keV bis 1,8 keV

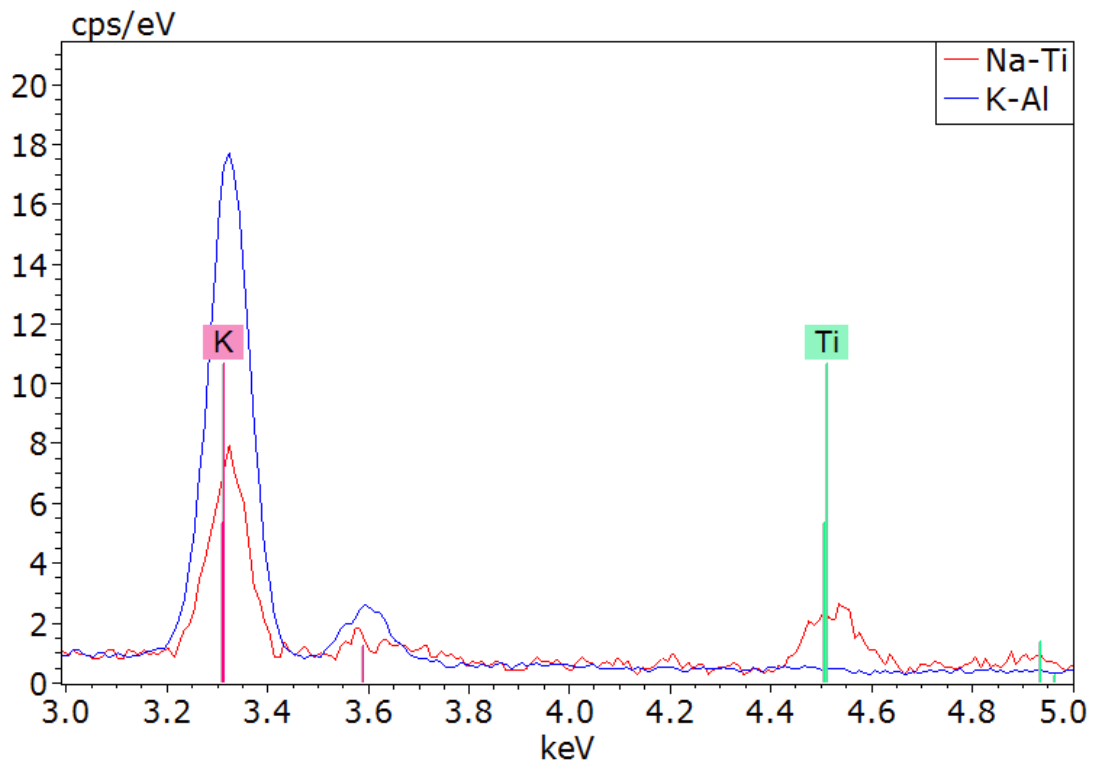


Abbildung 27: EDX-Spektrum, Darstellung der Elemente aus dem Keramikbereich, Flächenscan, Peakentfaltung des Bereiches 3 keV bis 5 keV

Die exportierten EDX-Spektren zeigen, dass die natriumreiche Aluminiumsilikatphase (rote Linie in den Abbildungen 26 und 27) auch Titan und Kalium enthält. Die kaliumreiche Aluminiumsilikatphase zeigt im Vergleich zur natriumreichen Phase kein Titan, mehr Silizium und Aluminium und etwas weniger Sauerstoff (blaue Linie in den Abbildungen 26 und 27).

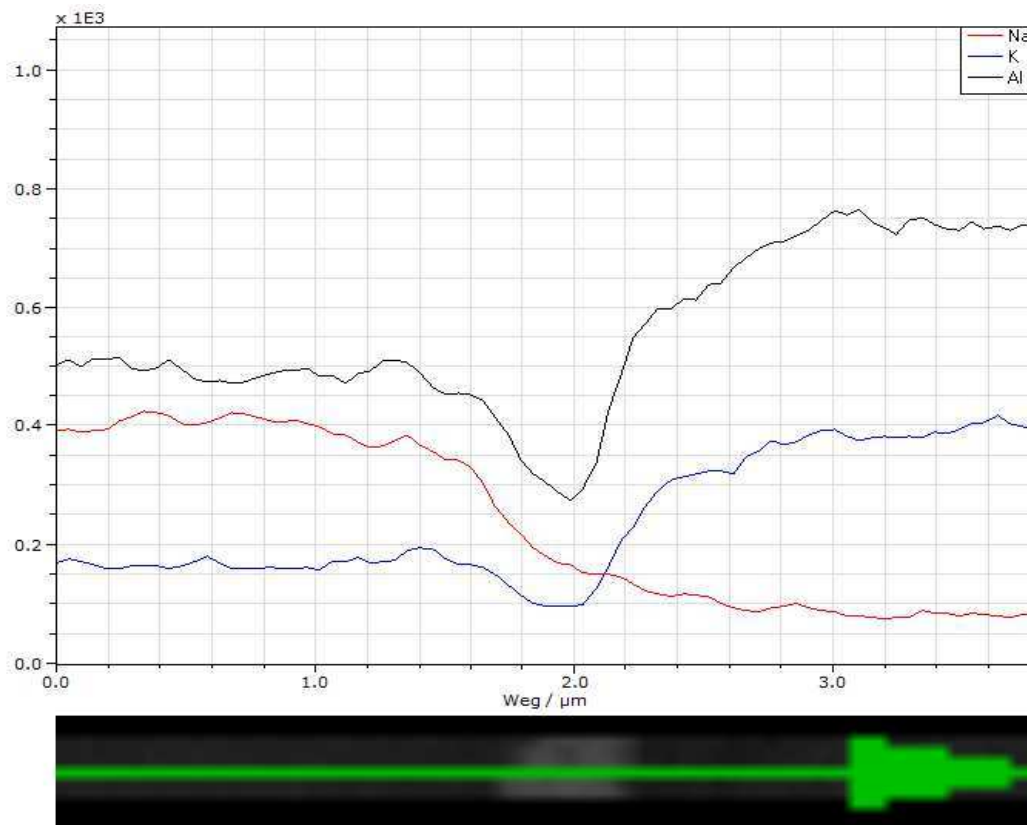


Abbildung 28: EDX-Spektrum, Darstellung der Elemente aus dem Keramikbereich, Linienscan

Die Abbildung 28 zeigt das EDX-Spektrum des Linienscans (79 exportierte Punkte auf einer Linie mit 3,8 µm Länge, siehe Abbildung 24) im Übergang von natriumangereicherter zu kaliumangereicherter Aluminiumsilikatphase für die Elemente Natrium, Kalium und Aluminium. Innerhalb der Keramikphasen bilden sich Inseln mit unterschiedlicher Zusammensetzung der Keramik. In Abbildung 28 ist zu sehen, dass die Konzentrationen an Aluminium und Kalium in Pfeilrichtung zunehmen (in der Abbildung 24 in Richtung blaue Insel). Die Konzentration an Natrium nimmt hingegen in Pfeilrichtung ab. Zwischen diesen Phasen befindet sich eine in dem Mapping (Abbildung 24) hellblau

erscheinende Calcium-Titan-Silikatphase (vermutlich das Mineral Sphen: CaTiSiO_5).

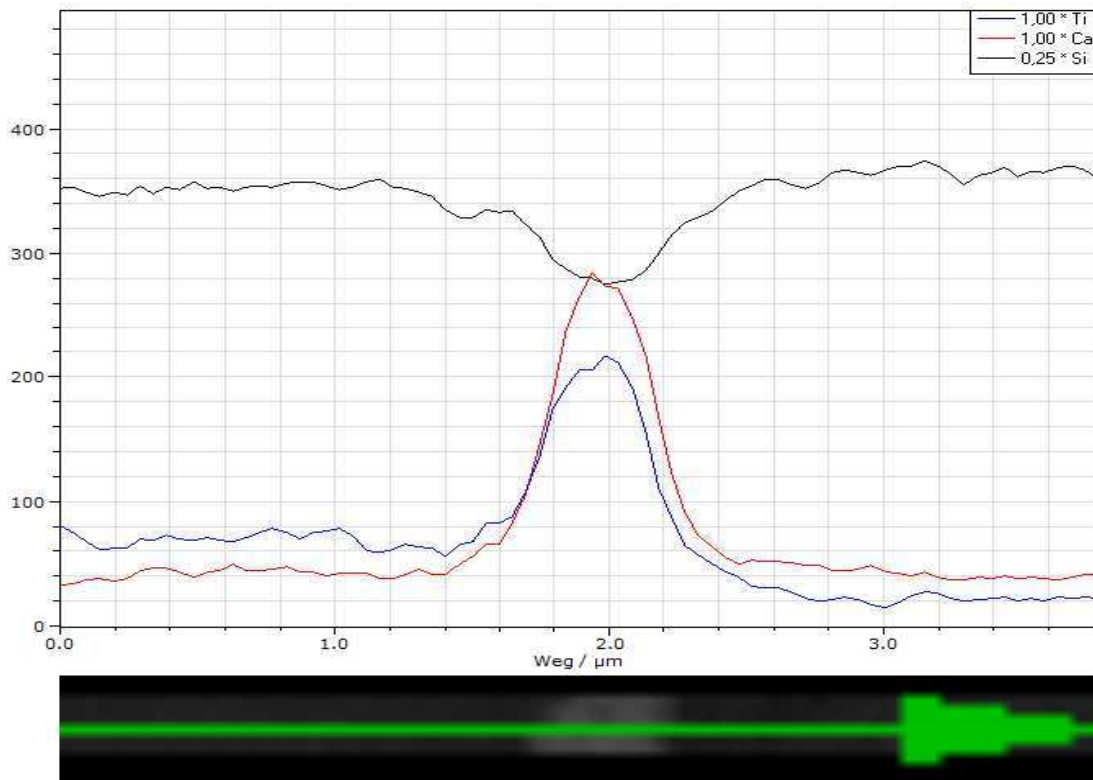


Abbildung 29: EDX-Spektrum, Darstellung der Elemente aus dem Keramikbereich, Linienscan

Die Abbildung 29 zeigt das EDX-Spektrum des Linienscans aus der Abbildung 28 für die Elemente Titan, Kalzium und Silizium. Es sind im Bereich der hellen Phase (siehe Abbildung 24) eine Anreicherung von Titan und Calcium und eine Abnahme der Siliziumkonzentration erkennbar.

Das EDX-Spektrum bestätigt die oben genannten Beobachtungen:

- Die Natrium-Phase ist mit Titan und Calcium angereichert
- Die Kalium-Phase ist mit Silizium und Aluminium angereichert
- Es kann sich dabei um Leuzit ($\text{K}_2\text{O Al}_2\text{O}_3 4\text{SiO}_2$) handeln
- Die Calcium-Titan-Phase enthält Silizium (und wie die anderen Phasen Sauerstoff).

5 Diskussion

5.1 Fehlerdiskussion

Die Ergebnisse von Metall-Keramik-Verbundtestungen können beeinflusst werden durch die Herstellung der Prüfkörper, aber auch durch Einflüsse der Versuchsanordnung. Es wird im folgenden Abschnitt diskutiert, welche Fehler bei der Fertigung der Prüfkörper auf der einen, und welche Fehler bei der Anordnung der Versuche auf der anderen Seite die Ergebnisse der vorliegenden Untersuchung beeinflusst haben könnten.

5.1.1 Probenherstellung

Die Herstellung der Prüfkörper richtete sich streng nach den Vorgaben der DIN EN ISO 9693 zum Metall-Keramik-Verbund [1]. Für die Vergleichbarkeit der Ergebnisse sowohl innerhalb der Versuchsreihen als auch mit Versuchsreihen anderer Untersuchungen ist eine kontrollierte und exakte Herstellung der Prüfkörper wesentliche Grundlage. DÖRFLER et al. begründen die deutlichen Abweichungen der Messergebnisse für im SCHWICKERATH-Test ermittelte Metall-Keramik-Verbundfestigkeiten verschiedener Autoren durch Ungenauigkeiten bei der Prüfkörperherstellung [27].

Um mögliche Fehlerquellen bei der gusstechnischen Prüfkörperherstellung zu minimieren, wurde im Vorfeld eine erste Serie mit 14 Prüfkörpern gegossen. Dabei zeigte sich als besondere Schwierigkeit, dass die Probekörper nicht vollständig ausflossen. Um dieses Problem zu beheben wurden an die Prüfkörper kleine Steiger mit dem Durchmesser 0,2 mm angebracht, was zum vollständigen Ausfließen der Prüfkörper führte. Die erlangten Erkenntnisse fanden bei der weiteren gusstechnischen Probenherstellung Berücksichtigung.

Eine weitere Schwierigkeit bei der Probenherstellung für den SCHWICKERATH-Test ist die Maßhaltigkeit der Metall-Probekörper, deshalb

wurden für die Herstellung der Metallplättchen konfektionierte Kunststoffplättchen mit genormter Stärke benutzt. Bei der Herstellung der Prüfkörper kommt es zu Abweichungen der Maße der Plättchen von +/- 0,5 mm. Die Auswirkungen dieser Abweichungen auf das Ergebnis der Berechnung der Verbundfestigkeit müssen berücksichtigt werden. Daher wurden die für die Berechnung der Metall-Keramik-Verbundfestigkeit im SCHWICKERATH-Test wichtige Dicke der Metallprüfkörper an jeweils drei Messpunkten gemessen und das Ergebnis gemittelt. Zusammen mit dem Elastizitätsmodul geht die Dicke in den Koeffizienten k , der als Multiplikator zur Berechnung der Verbundfestigkeit dient, ein (siehe Abschnitt 3.5.1) [1]. Ein Fehler der Verbundfestigkeitsberechnung durch einen Messfehler der Prüfkörperdicke wurde dadurch minimiert.

Das Aufbrennen der keramischen Verblendung ist bei der Fehleranalyse ebenfalls zu berücksichtigen, da auch hier davon ausgegangen werden muss, dass Differenzen zu den von SCHWICKERATH et al. veröffentlichten Anforderungen der Prüfkörpergeometrie auftreten [1]. Obwohl das Verblenden des Metallprüfkörpers mit Keramik exakten Herstellerangaben unterliegt, gibt es durch die individuelle manuelle Arbeitsweise Unterschiede in der Handhabung, welche es möglichst zu minimieren gilt, um die Ergebnisse reproduzierbar zu gestalten. Aus diesem Grund wurde eine spezielle Lehre zum Aufschichten der Keramik verwendet. Auf diese Weise war es möglich, die Höhe und Länge der Keramik exakt nach den Anforderungen zu brennen [1]. Ein Fehler in der Berechnung der Metall-Keramik-Verbundfestigkeit aufgrund nicht exakter Abmessungen der aufgebrannten Keramik ist demnach als sehr gering zu erwarten.

Um mögliche Fehler im Brennprozess der Keramik möglichst klein zu halten, wurde die Brenntemperatur des Keramik-Brennofens mit einer Silberprobe exakt kalibriert. Es handelt sich beim verwendeten Brennofen um einen programmierbaren vollautomatischen Ofen. Es darf folglich davon ausgegangen werden, dass die Brennvorgänge vom Ablauf reproduzierbar stattfanden. Eine prinzipielle Fehlerquelle ist die tatsächliche Brenntemperatur in der Brennkammer. Es ist bekannt, dass dentale Brennöfen Brenntemperatur-

gradienten innerhalb der Brennkammer aufweisen und auch bei einer Kalibrierung der Brenntemperatur mit einer Schwankung der tatsächlichen Brenntemperatur gerechnet werden muss. Dabei kann die Maximaltemperatur bis zu 97,5°C über-, aber je nach Fabrikat auch bis zu 14,8°C unterschritten werden [102]. Es ist, auch wenn sämtliche keramischen Brennprozesse in einem einzigen Brennofen durchgeführt wurden, demnach mit einem deutlichen Einfluss auf die Ergebnisse beziehungsweise mit einem entsprechenden Fehler zu rechnen. Ebenso ist eine ungleichmäßige Temperaturverteilung innerhalb der Brennkammer zu berücksichtigen, was die Ergebnisse von Metall-Keramik-Verbunduntersuchungen beeinflussen und damit zu einem Fehler führen kann [88]. Es hat jedoch jeder Prüfkörper insgesamt 5 Brennvorgänge durchlaufen. Es kann deshalb angenommen werden, dass der Fehler innerhalb der vorliegenden Untersuchung durch die möglicherweise ungenaue Brennführung sowie durch Temperaturgradienten des dentalen Brennofens gering bleibt. Es kann davon ausgegangen werden, dass sich die Temperaturschwankungen über die Anzahl der Brände ausgleichen. Außerdem haben Untersuchungen gezeigt, dass die Positionierung der Prüfkörper innerhalb der Brennkammer keinen signifikanten Einfluss auf die Ergebnisse von Messungen der Metall-Keramik Verbundfestigkeit im SCHWICKERATH-Test haben [164]. Auch aufgrund dieser Ergebnisse kann gefolgert werden, dass die nicht zu vermeidenden Temperaturgradienten innerhalb der Brennkammer von dentalen Keramikbrennöfen nicht zu einem großen Fehler bei den Untersuchungen der Metall-Keramik Verbundfestigkeit der vorliegenden Untersuchung geführt haben.

5.1.2 Durchführung der Verbundfestigkeitstestung

Wie KHALOUF zeigen konnte, führt die Wahl der Kraftabfallgrenze von 5 % bis 30 % zur Festlegung der Bruchkraft (siehe Kapitel 3.5.1) nicht zu signifikanten Veränderungen an den gemessenen Verbundfestigkeitswerten im SCHWICKERATH-Test [67]. Deshalb wurde für die vorliegende Arbeit ein mittlerer Wert von 15 % gewählt. Durch optische Prüfung konnte sichergestellt

werden, dass die Prüfkörper bei der Verbundtestung mittig aufgelegt wurden. Ein systematischer Fehler aus der Ausrichtung auf der Auflage ist also auszuschließen, wie es auch von KHALOUF beschrieben wird [67].

5.1.3 Eignung des Verfahrens

Um die Verbundfestigkeit keramischer Verblendungen auf Metall-Legierungen zu untersuchen, wurden viele Versuchsmethoden vorgeschlagen. Durch die Einbeziehung des E-Moduls der verwendeten Metalle beziehungsweise Legierungen in die Berechnung der Verbundfestigkeit ist der SCHWICKERATH-Test geeignet, vergleichende Untersuchungen der Keramikverbundfestigkeit auch auf unterschiedlichen Metallen beziehungsweise Legierungen durchzuführen. Die Prüfmethode ist durch eine hohe Sensitivität in Bezug auf verbundbeeinflussende Faktoren, geringe Messwertstreuungen und gute Reproduzierbarkeit bei geringem Materialbedarf bei der Prüfkörperherstellung gekennzeichnet [95]. Der SCHWICKERTH-Test ist zur Prüfung der Metall-Keramik-Verbundfestigkeit vielfach erprobt und wird häufig verwendet. Es sind dementsprechend viele Ergebnisse unterschiedlicher Metall-Keramik-Verbundkombinationen zu Vergleichszwecken verfügbar. Außerdem weist der SCHWICKERATH-Test eine hohe Sensitivität in Bezug auf die Metall-Keramik-Verbundfestigkeit beeinflussender Faktoren auf [27, 82].

In der Literatur werden für die Haftung von Verblendkeramiken auf Kobalt-Basis-Legierungen Verbundfestigkeiten von 32 -60 MPa beschrieben [26, 71, 97, 109, 121]. Damit liegen die in dieser Studie gemessenen Verbundfestigkeiten der Keramik im oberen Bereich der in der Literatur angegebenen Werte. Die Vergleichbarkeit mit den Ergebnissen anderer Autoren sowie aufgrund des Bedarfs an einem sensitiven Verbundfestigkeitstests lassen den SCHWICKERATH-Test als ein für die vorliegende Untersuchung geeignetes Prüfverfahren erscheinen.

5.2 Diskussion der Messwerte

Nach der DIN EN ISO 9693 wird ein Mittelwert der Metall-Keramik Verbundfestigkeit von 25 MPa als Mindestmaß für die klinische Anwendung gefordert [1]. Alle getesteten Prüfkörper konnten diese Mindestanforderung erreichen. Die untersuchte Metall-Keramik-Kombination kann in den untersuchten Variationen des Brennvorgangs somit als klinisch sicher eingestuft werden.

Die Anzahl der für eine Statistik notwendigen Prüfkörper wird bis heute kontrovers diskutiert. Es kann davon ausgegangen werden, dass es bei den oben beschriebenen systematisch-praktischen Fehlerursachen ausreicht pro Serie sieben Prüfkörper zu testen. Es scheint aber aufgrund der stets möglichen hohen Streuung der Ergebnisse empfehlenswert, pro Serie mehr Prüfkörper zu verwenden.

Gemessen wurde der Kraftabfall der zum Bruch des Metall-Keramik-Systems führt. Dieser Kraftabfall stellt die Stärke des Haftverbundes dar, auch wenn KAPPERT eine Schwäche vom SCHWICKERATH-Test darin sieht, dass Keramik-Strukturveränderungen der Verblendkeramik nicht mit in den Test einfließen [62]. Eine Steigerung der Messergebnisse muss nicht unbedingt auch eine Steigerung des Haftverbundes darstellen. Es ist beispielsweise möglich, dass sich die Härte der Keramik bei Erhöhung der Brennparameter infolge einer Verglasung der Keramik ändert [20]. Es muss auch in Betracht gezogen werden, dass sich sowohl die Verbundfestigkeit, als auch die Härte der Verblendkeramik steigert [21]. Es ist nicht möglich, zwischen beiden Faktoren zu differenzieren. Andererseits ist dies weder im vorliegenden Versuchsaufbau noch im klinischen Alltag von Bedeutung.

5.2.1 Einfluss des Oxidbrandes

Aufgrund der Ergebnisse verschiedener Untersuchungen zum Einfluss des Oxidbrands auf die Verbundfestigkeit von Verblendkeramiken zu Co-Cr Legierungen wurde erwartet, dass eine Oxidation der Legierungsoberfläche den Haftverbund insbesondere mit zunehmender Dicke der Oxidschicht schwächt [83, 150]. Das kann auf der Basis der Ergebnisse der vorliegenden Arbeit und in Übereinstimmung mit den Ergebnissen von WU et al. nicht bestätigt werden [161]. Die Durchführung und Steigerung der Temperatur des Oxidbrands von 600 auf 800, 1000 und 1100 °C zeigte keine signifikante Verringerung der Scher-Verbundfestigkeit. Aufgrund der zu erwartenden Zunahme der Oxidschichtdicke wäre jedoch eine Verringerung der Scher-Verbundfestigkeit zu erwarten gewesen. PUMPE hat in seinen Untersuchungen ebenfalls die Co-Cr Legierung Wirobond SG mit der Keramik Vita Omega 900 untersucht. Bei Oxidbränden mit 500, 900 und 1000 °C wurden zum Teil signifikante Rückgänge der Verbundfestigkeit infolge der Oxidbrände gemessen. Ursache dafür kann sein, dass die Dauer der Oxidbrände bei der Studie von PUMPE im Gegensatz zu den 2 Minuten der vorliegenden Untersuchung 5, 10 oder 15 Minuten betragen. Es ist demnach anzunehmen, dass weniger die Temperatur, sondern eher die Dauer des Oxidbrands der die Verbundfestigkeit beeinflussende Faktor ist. Eine sichtbare Oxidation der Legierungsoberfläche fand in der vorliegenden Untersuchung schon bei 600 °C statt und färbte sie grau. Wie mit der EDX-Analyse nachgewiesen werden konnte, wandern die Chromatome beim Oxidbrand beziehungsweise beim Keramikbrand an die Legierungsoberfläche und bilden dort die haftvermittelnde Chromoxidschicht, die auch ohne Oxidbrand Schichtdicken von bis zu 1,5 µm annehmen und etwas Kobalt enthalten kann. Darunter befindet sich eine an Chrom verarmte Zone von etwa 2-2,5 µm Stärke, die als Tracerschicht bezeichnet wird [137, 138]. Da sich die Verbundfestigkeit der Keramik auf dem Metall durch die Oxidbrände mit steigender Temperatur nicht signifikant verringert hat, ist unter der Annahme einer Verbundminderung durch zu starke Oxidschichten davon

auszugehen, dass sich die Dicke der Oxidschicht durch die ansteigende Temperatur der Oxidbrände nicht entscheidend verstärkt hat [34, 125].

Klinische Bedeutung

Für die Vorbereitung von Co-Cr Legierungen zur Aufnahme einer Verblendkeramik bedeutet dies, dass ein Oxidbrand zur Steigerung der Keramikhaftung ungeeignet ist. Der Verzicht auf einen Oxidbrand hat dabei sowohl einen positiven ökonomischen Aspekt (Zeitersparnis) als auch einen positiven werkstoffkundlichen Aspekt (geringere thermische Belastung des Metalls).

5.2.2 Einfluss des Trocknungsphase

Eine Herabsetzung der Trocknungstemperaturen des Opakers führt zu keinen signifikanten Veränderungen der Metall-Keramik Verbundfestigkeit. Hingegen führt der Verzicht auf das Vortrocknen des Opakers zu einer signifikanten Minderung der Keramikhaftung. Darüber hinaus ist zu erkennen, dass mit abnehmender Trockentemperatur auch die Höhe der Keramikhaftung geringer wird. Der Trocknung der Keramik ist beim Keramikbrennvorgang eine wichtige Rolle zuzuschreiben. In der Vortrockenphase beziehungsweise Vorwärmzeit wird die Keramik auf die Vorwärmtemperatur erwärmt und auf dieser Temperatur gehalten. Die verwendete Modellierflüssigkeit und zugesetzte Färbemittel verdampfen und zwischen den Pulverkörnern der Keramik eingeschlossene Luft sowie beim Sintern der Keramik freiwerdende Gase können entweichen [17, 146]. Es kann in Bezug auf die vorliegende Untersuchung davon ausgegangen werden, dass die Keramik beziehungsweise der Opaker bei höherer Temperatur der Vortrocknung weniger Lufteinschlüsse oder Reste von Modellierflüssigkeit enthält, da diese wegen der höheren Temperaturen besser entweichen können [146]. Defekte wie Luftblasen, insbesondere in der Kontaktzone vom Gerüstmaterial zur Verblendkeramik, verringern die Keramikhaftung [46]. Das kann eine Erklärung dafür sein, warum

die Verbundfestigkeit bei niedrigeren Vortrockentemperaturen abfällt und ohne Vortrocknung signifikant niedriger als bei der Referenzserie liegt.

KOCHS beschreibt ebenfalls einen Zusammenhang zwischen der Trocknungsphase des Opakers und der Verbundfestigkeit der Keramik auf dem Metall (Co-Cr Legierung). Er untersuchte allerdings nicht die Höhe der Trocknungstemperatur, sondern die Trocknungsdauer. Es ergaben sich für verlängerte Trocknungszeiten signifikant höhere Keramikhaftfestigkeiten auf dem Metall [71].

Klinische Bedeutung

Im Zusammenhang mit dem Aufbrennen einer Verblendkeramik ist der Trocknung des Keramikschlickers besondere Aufmerksamkeit zu schenken. Die von den Herstellern angegebenen Trocknungstemperaturen sind maßgebend und lassen günstige Ergebnisse für die Haftung der Keramik auf dem Metall erwarten.

5.2.3 Einfluss des Verzichts auf den Opaker

Beim Verzicht auf das Auftragen eines Opakers ergibt sich im Vergleich zur Referenzserie keine Veränderung der Haftfestigkeit der Keramik auf dem Metall. Nach Kenntnis der Autorin sind bisher keine Ergebnisse vergleichbarer Untersuchungen veröffentlicht worden. Die Ergebnisse dieser Untersuchungsreihe sind insofern relevant, dass es durch die Bearbeitung der keramisch verblendeten zahntechnischen Werkstücke in den dentalen Laboratorien gelegentlich zu Abplatzungen an der Keramik oder beim Einschleifen der Okklusion oder Artikulation zum Durchschleifen der Keramik bis auf das Metallgerüst kommen kann. Es kann, soweit aus ästhetischen Gründen vertretbar, ohne Einbußen an Verbundfestigkeit, ein Korrekturbrand ohne Opaker vorgenommen werden.

Klinische Bedeutung

Folglich können gegebenenfalls ohne Opaker mit normaler Korrekturmasse kleinflächige Reparaturbrände erfolgen, wenn die bis auf das Metall reichenden Defekte zum Beispiel im nicht sichtbaren Bereich liegen.

5.2.4 Einfluss der Schichtung des Opakers

Die Serien, bei denen der Opaker nur einmal geschichtet wurde beziehungsweise in deckender Schichtstärke aufgebrannt wurde, unterscheiden sich hinsichtlich der Keramikhaftung nicht von der Referenzserie. In den Untersuchungen von KOCHS hingegen wird für die Co-Cr Legierung Wirobond 280 und die Keramik Vita Omega 900 eine signifikante Steigerung der Verbundfestigkeit bei einem in deckender Schichtdicke aufgetragenen Opaker angegeben. Ursache für die abweichenden Ergebnisse kann sein, dass in der Untersuchung von KOCHS verschiedene Trocknungszeiten des Opakers (0, 2, 5, 8 und 10 Minuten) zu einer Serie zusammengefasst wurden, während in der vorliegenden Untersuchung der Opaker 2 Minuten getrocknet wurde [71].

Klinische Bedeutung

Sollte aus zum Beispiel Platzmangel auf Okklusalfächen nur ein Opakerbrand möglich sein, hat dies keinen negativen Einfluss auf die Verbundfestigkeit der Verblendkeramik auf dem Metall. Andererseits ist es ohne Einbußen an Keramikverbundfestigkeit möglich, den Opaker in einer deckenden Schichtstärke aufzutragen, wenn dies zum Beispiel aus ästhetischen Gründen notwendig sein sollte.

5.2.5 Einfluss von Glycerin beim Mischen

Ebenfalls unter Zusammenfassung von unterschiedlichen Trocknungszeiten (siehe oben) hat KOCHS signifikante Steigerungen der Keramikverbundfestigkeit beim Anmischen des Opakers mit einem 1:1 Gemisch von Modellierflüssigkeit und Glycerin gemessen [71]. In der vorliegenden Untersuchung hingegen ergab sich keine signifikante Veränderung der Keramikhaftung beim Anmischen des Opakers mit Glycerin. Ursache der unterschiedlichen Ergebnisse kann auch bei diesem Vergleich sein, dass KOCHS unterschiedliche Trocknungszeiten zu einer Serie zusammengefasst hat. Es kann angenommen werden, dass das vollständige Entweichen der Modellierflüssigkeit beim Trocknen und während der Aufheizperiode Voraussetzung für ein Blasen- und Defektfreies Sintern des Opakers und damit für einen guten Metall-Keramik-Verbund ist (siehe 5.2.2). Auf der Basis der Ergebnisse der vorliegenden Untersuchung kann demnach davon ausgegangen werden, dass das Glycerin bei den gewählten Parametern des Brennprozesses vollständig verbrennt, wodurch auch die Ergebnisse von KOCHS erklärbar wären [71].

Klinische Bedeutung

Für den Scher-Haftverbund bringt die Verwendung von Glycerin als Modellierflüssigkeit für den Opaker keine Nachteile. Ein für die Verarbeitung im zahntechnischen Laboratorium wichtiger Vorteil kann die höhere Viskosität des Schlickers bei Verwendung von Glycerin sein, der das Erzielen einer gleichmäßigen Schichtstärke des Opakers auf den in der Regel konvexen Oberflächen der zu verblendenden Metallgerüste erleichtert.

5.2.6 Einfluss der Opaker-Brenntemperatur

Eine Erhöhung der Opaker-Brenntemperatur um 100 und 200 °C verändert die Metall-Keramik-Verbundfestigkeit in der vorliegenden Untersuchung nicht. Dies steht im Kontrast zu den Ergebnissen von VASCONCELLOS et al. Sie untersuchten die Verbundfestigkeit der Vita Omega 900 Keramik auf einer nicht angegebenen Co-Cr Legierung und berichten von signifikanten Steigerungen der Keramikverbundfestigkeit bei um 50 und 100 °C erhöhten Brenntemperaturen des Opakers [151]. Auf der Basis der vorliegenden Untersuchung könnte erwartet werden, dass erhöhte Brenntemperaturen des Opakers zu einem den Keramikverbund mindernden Anwachsen der Chromoxidschicht auf der Metalloberfläche führen könnten. Dabei ist Infolge der erhöhten Temperaturen von verstärkten Reaktionen zwischen der sauerstoffhaltigen Keramik als Sauerstofflieferant und dem Chrom der Legierung auszugehen. Angesichts der unveränderten Keramikverbundfestigkeit bei erhöhten Opaker-Brenntemperaturen kann davon ausgegangen werden, dass keine ausgeprägten Reaktionen zwischen der Keramik und dem Metall im Sinne der Ausbildung verbundschwächender Oxidschichten stattgefunden haben.

Klinische Bedeutung

Zur Erzielung eines höheren Metall-Keramik-Verbunds ist eine Erhöhung der Brenntemperatur des Opakers nicht geeignet. Es sollten die vom Hersteller angegebenen Brenntemperaturen eingehalten werden.

5.2.7 Einfluss der Dentin-Brenntemperatur

Ein Unterschreiten der vom Hersteller angegebenen Dentin-Brenntemperatur um bis 100 °C und ein Überschreiten um bis zu 80 °C verändert die Keramikhaftung im Vergleich zur Referenzserie nicht signifikant. Dagegen

stehen die Ergebnisse der Untersuchungen von SHARANA et al. und von GUTPA et al., die Veränderungen der Keramikhaftung auf Nickel-Chrom Legierungen bei Änderungen der Brenntemperatur des Dentinbrands von 30°C und 10°C ohne Angaben einer Signifikanz beschreiben. Ursache kann in den abweichenden Methoden der Messung der Verbundfestigkeiten liegen. Die Autoren haben einen Druck-Schertest sowie einen Zug-Schertest verwendet [45, 130]. Es ist bekannt, dass die Ergebnisse von Testungen der Metall-Keramik-Verbundfestigkeit von der Testmethode abhängig sind und nicht direkt verglichen werden können [62, 95].

Wird die Brenntemperatur beim Dentinbrand um 100 °C erhöht, ergibt sich in der vorliegenden Untersuchung ein signifikant höherer Haftverbund. Es fällt zusätzlich auf, dass ungeachtet der fehlenden Signifikanz bei allen Serien mit schrittweise über die Herstellerangaben hinaus erhöhter Dentin-Brenntemperatur eine Steigerung der Keramikhaftung erkennbar ist. ROSI gibt für die Keramikhaftung auf Titan und auf einer Co-Cr Legierung ebenfalls signifikant erhöhte Keramikhaftungen im SCHWICKERATH-Test an, wenn die Brenntemperatur der Keramik um 100°C erhöht wird [116].

In diesem Zusammenhang wird häufig eine Veränderung des Leuzitgehalts der Keramik infolge thermischer Einflüsse diskutiert [19, 146]. Es kann angenommen werden, dass sich bei Erhöhung der Brenntemperatur der Leuzitgehalt der Keramik erhöht und folglich der WAK-Wert ansteigt. Das Resultat wäre dann eine Annäherung des WAK-Werts der Keramik und des Metalls. Der mechanische Anteil der Keramikhaftung durch das Aufschrumpfen der Keramik beim Abkühlen würde dann aber kleiner und in der Konsequenz die Keramikhaftung vermindert werden. Die Ursache dafür, dass das Gegenteil der Fall ist, kann in der Mikrostruktur der verwendeten Verblendkeramik gesucht werden. Es sind in den morphologischen Untersuchungen mit dem REM und den EDX-Elementverteilungsanalysen kaliumangereicherte Alumosilikatphasen erkennbar, bei denen es sich mit größter Wahrscheinlichkeit um Leuzit handelt. Dabei hat die untersuchte Keramik eine spezielle Zusammensetzung, die als Feinstrukturkeramik bezeichnet wird. In dieser Keramik sind die Leuzitkristalle mit ca. 3 µm kleiner als in herkömmlichen

Keramiken mit bis zu 30 μm und gleichmäßiger verteilt [3]. Da die Leuzitkristalle sehr homogen verteilt sind und nur eine geringe Größe aufweisen, wird nach THOLEY et al. der WAK-Wert derartiger Feinstrukturkeramiken zum Beispiel durch eine Langzeitabkühlung kaum beeinflusst, was durch Untersuchungen von MACKERT et al. bestätigt wird [91, 92, 146]. Es ist denkbar, dass dies auch für das Brennen mit erhöhter oder herabgesetzter Brenntemperatur gilt. Die anzunehmende Stabilität des WAK-Werts der verwendeten Keramik gegen Änderungen der Brenntemperatur kann eine Erklärung dafür sein, dass sich die Keramikhaftung in der vorliegenden Untersuchung beim Erhöhen oder Herabsetzen der Brenntemperaturen nur wenig verändert und die Anpassung an den WAK-Wert des Metalls erhalten bleibt.

Bei der Betrachtung der Unterfläche der abgelösten Keramik und der Oberfläche des Metalls zeigten sich unterschiedliche Ergebnisse. Bei Brenntemperaturen unterhalb der Herstellerangaben verläuft der Bruch zum Teil innerhalb der Keramik (siehe Abbildung 9). Es verbleiben viele Reste der Keramik auf dem Metallplättchen und mehrere Brüche gehen durch die Keramik bis zur Oxidschicht hindurch (siehe Abbildung 12).

Ein anderes Bild ergibt sich bei Brenntemperaturen oberhalb der Herstellerangaben. Es verbleibt mit steigender Temperatur immer weniger Keramik auf der Metalloberfläche und die Unterseite der Keramik verfärbt sich zunehmend grau. Bei 100°C erhöhter Brenntemperatur bricht die Keramik als gesamtes Plättchen von dem Metall innerhalb der Oxidschicht (siehe Abbildung 9). Das spricht dafür, dass infolge der erhöhten Brenntemperatur die Dicke der Haftvermittelnden Oxidschicht auf der Metalloberfläche zunimmt und der Bruch dann in der Oxidschicht verläuft. Vermutlich ist die Kraft, die zum Lösen des Verbunds benötigt wird, in der Oxidschicht höher als in der Keramik.

Klinische Bedeutung

Sowohl das Über- als auch das Unterschreiten der von Hersteller angegebenen Brenntemperaturen sind beim Aufbrennen einer Keramik aus ästhetischen Gründen problematisch. Beim Brennen der Keramik mit niedrigerer Temperatur nimmt die Transparenz der Keramik ab und sie erscheint milchig und trübe. Bei zu hoher Brenntemperatur nimmt die Transparenz der Keramik zu und sie glänzt und eine Abrundung der Kanten findet statt [12, 146]. Trotz der Stabilität der Verbundfestigkeit gegen das Brennen mit erhöhter oder herabgesetzter Brenntemperatur sollten deshalb die vom Hersteller angegebenen Brenntemperaturen eingehalten werden.

5.2.8 Einfluss von Korrekturbränden

Die Durchführung von Korrekturbränden erhöht die Keramikhaftung, wobei diese Steigerung lediglich bei 3 Korrekturbränden signifikant ist. Dieses Ergebnis eines signifikanten Unterschieds der Keramikhaftung steht im Gegensatz zu anderen vergleichbaren Untersuchungen. PARAH et al. haben bei 2 EMF-Legierungen die Verblendkeramik mit 2, 4 und 6 Brennvorgängen aufgebrannt. In einem dem Schwickerath-Test ähnlichen Biegetest ergaben sich keine signifikanten Einflüsse der Mehrfachbrände auf die Verbundfestigkeit [104]. NAGASAWA et al. haben bei einer Co-Cr Legierung Verblendkeramik mit 3, 5, 7 und 10 Bränden aufgebrannt. In einem sich vom Schwickerath-Test unterscheidenden 3-Punkt Biege-Schertest wurden wiederum keine signifikanten Veränderungen der Keramikhaftung gemessen. Nach den Ergebnissen von STANARD et al. gilt dieses Verbundverhalten auch für keramisch verblendete Edelmetall-Legierungen in einem Druck-Schertest. Es wurden in der Untersuchung 1, 3, 5, 7 oder 9 Brände durchgeführt [134]. Die Ursache für die im Bezug zu der Serie mit 3 Korrekturbränden differierenden

Ergebnissen kann wiederum in der unterschiedlichen Systematik der Messung der Verbundfestigkeit liegen (siehe oben).

Bei exakter Betrachtung des Verbundfestigkeitsverhaltens der vorliegenden Untersuchung fällt auf, dass der Mittelwert bis zur Serie mit 3 Korrekturbränden ansteigt und bei 5 Korrekturbränden dann wieder abfällt. Hier können die thermischen Einflüsse der Mehrfachbrände eine Rolle spielen. Es ist davon auszugehen, dass es infolge der zusätzlich einwirkenden Temperatur zu einem Wachstum der haftvermittelnden Chromoxidschicht auf der Metalloberfläche kommt. Diese Oxidschichtdicke hat vermutlich bei 3 Korrekturbränden ein Optimum erreicht und ist bei 5 Korrekturbränden schon so stark, dass eine Verbundminderung stattfindet. Dementsprechend ist in der Abbildung 9 auf den Unterseiten der Keramik eine mit der Anzahl der Korrekturbrände zunehmende Graufärbung erkennbar.

Klinische Bedeutung

Für die Praxis in den zahntechnischen Laboratorien bedeutet dies, dass gegebenenfalls bis zu drei durchzuführende Korrekturbrände mit einer Erhöhung der Keramikhaftung erfolgen könnten. Das gilt besonders für das Seitenzahngebiet, in dem die Funktionalität eine wichtigere Rolle spielt als die Ästhetik. Dabei ist jedoch zu beachten, dass sich Glanz, Transparenz und Farbe der Keramik bei Mehrfachbränden ändern können. Es ist mit einem Verlust an Oberflächenglanz zu rechnen [7]. Nach spektrophotometrischen Untersuchungen ist zusätzlich zu beachten, dass sich auch die Farbe bei Mehrfachbränden ändert [40, 99]. Wegen der dann zurückgehenden Keramikhaftung und aufgrund der zu erwartenden ästhetischen Einbußen sollte die Anzahl der Korrekturbrände auf unter fünf limitiert werden.

5.2.9 Tracerzone

In der Tracerzone ist eine Verarmung an Chrom bis zu einer Tiefe von 2-2,5 μm unter der Oxidschicht zu beobachten. Aus dem Vorhandensein der nicht in der Metalllegierung vorhandenen Elemente Aluminium und Silizium in der Oxidschicht und in der Legierung 2 μm unter der Oxidschicht könnte auf eine Beteiligung dieser Elemente am Haftverbund geschlossen werden. Dies sollte jedoch kritisch betrachtet werden, weil nur sehr geringe Konzentrationen von Aluminium und Silizium gemessen wurden. Es ist möglich, dass es auch zur Anregung der Keramikphase durch die EDX-Strahlen gekommen ist. Das würde den Silizium- und den Aluminium-Peak der Abbildungen 19 und 20 erklären. Es ist aber auch möglich, dass Aluminium und Silizium aus der Keramik in die Legierung diffundieren. Diese Fragestellung kann auf der Basis der vorliegenden Untersuchung nicht behandelt werden und sollte Gegenstand weiterer Untersuchungen sein. Das Aluminium kann auch von der Abstrahlung der Verblendfläche mit Aluminiumoxid stammen (siehe 5.2.10).

Klinische Bedeutung

Entscheidend für das Erzielen einer hohen Metall-Keramik-Verbundfestigkeit ist die Verbindung zwischen dem Metall und der ersten aufgebrannten keramischen Schicht. Hier ist auf ein korrektes, präzises Arbeiten größter Wert zu legen. Zu dicke Oxid- und Tracerschichten sind zu vermeiden. Insoweit ist bei Co-Cr Legierungen von einem Oxidbrand vor dem Aufbrennen der Verblendkeramik abzuraten.

5.2.10 EDX-Analyse

Da nur Bilder einzelner Proben mit einer REM-Aufnahme und EDX-Analyse untersucht werden konnten, geben diese lediglich eine Momentaufnahme der Zusammensetzung der Legierung, der Keramik und der Strukturen in der Kontaktzone der beiden Materialien. Auf diese Weise können jedoch neue Ansätze für fortführende Untersuchungen gefunden werden.

Hauptsächlich besteht der Opaker aus einer natriumangereicherten und einer kaliumangereicherten Aluminiumsilikatphase. Letztere ist im Abschnitt 5.2.7 bereits diskutiert worden. Zwischen diesen Phasen befindet sich eine Calcium-Titan-Silikatphase. Das im Opaker gefundene Ceroxid dient in dentalen Keramiken zur Erhöhung der Opaleszenz [138]. Pigmente auf TiO_2 - oder ZrO_2 -Basis haben eine weiße Farbe und werden zur entsprechenden Färbung des Opakers eingesetzt [93]. Zinnoxide fungieren als Trübungsmittel [138]. Das braun/gelbe Sphen färbt Keramik und verleiht ihr Transluzenz [68].

Es ist bekannt, dass das Abstrahlen von Oberflächen mit Aluminiumoxid zur Aufnahme keramischer Verblendungen zum Impaktieren von Aluminiumoxidpartikeln in die Metalloberfläche führt. Dies fungieren bei EMF-Legierungen als Haftvermittler [89, 105]. In der Abbildung 23 ist ein derartiger, in die Metalloberfläche impaktierter Aluminiumpartikel erkennbar.

6 Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde der Einfluss einiger in der Durchführung in zahntechnischen Laboratorien veränderbarer Parameter des Keramik-Brennprozesses auf den Haftverbund der aufbrennfähigen edelmetallfreien Legierung Wirobond SG und der Verblendkeramik VITA Omega 900 untersucht. Dazu zählen: der Einfluss der Temperatur eines Oxidbrandes, von reduzierten Temperaturen der Trocknungszeit und des Verzichts auf den Auftrag und Durchführung eines Opakerbrands sowie Durchführung nur eines Opakerbrands. Des Weiteren wurden Erhöhungen der Temperatur des Opakerbrands und die Verwendung von Glycerin als Anmischflüssigkeit für den Opaker untersucht. Zusätzlich wurde der Einfluss einer Schichtung des Opakers in einer das übliche Maß überschreitende Schichtdicke untersucht. Ferner wird der Einfluss des schrittweise Reduzierens oder Erhörens der Temperatur beim Dentinbrand und der Anzahl der Dentinbrände beziehungsweise von Korrekturbränden hinsichtlich einer Beeinflussung der Metall-Keramik-Verbundfestigkeit untersucht.

Es wurden 210 Prüfkörper nach einem standardisierten Verfahren hergestellt und die Verbundfestigkeitsprüfung mit dem 3-Punkt Biegeschertest nach Schwickerath nach ISO 9693 durchgeführt. Die Ergebnisse wurden statistisch analysiert. Zusätzlich wurden die Mikromorphologie der Metall-Keramik-Kontaktzonen ausgewählter Prüfkörper mit dem Rasterelektronenmikroskop untersucht sowie EDX-Elementverteilungsanalysen vorgenommen.

Generell wurden in dieser Studie Metall-Keramik-Verbundfestigkeiten erreicht, die im oberen Drittel der Werte vergleichbarer Publikationen liegen. Die Mindestanforderung einer Keramikhaftung im SCHWICKERATH-Test von 25 MPa wurde von allen Serien erfüllt.

Zusammenfassend sind folgende Ergebnisse zu nennen:

- Die Durchführung von Oxidbränden ist zur Steigerung der Keramikhaftung ungeeignet
- Bei der Trocknung des Opakers sind die vom Hersteller angegebenen Trocknungstemperaturen maßgebend für eine gute Haftung der Verblendkeramik
- Es kann, falls erforderlich, ohne Verluste an Verbundfestigkeit auf den Opaker ganz verzichtet, oder nur mit einer Opakerschicht aufgebrannt werden. Ebenso kann der Opaker in einer höheren Schichtdicke als üblich aufgebrannt werden
- Das Verwenden von Glycerin als Modellierflüssigkeit erhöht die Haftung der Keramik nicht. Wegen besserer Verarbeitungsfähigkeit des mit Glycerin angemischten Opakerschlickers wären weiterführende Untersuchungen zu empfehlen
- Eine Erhöhung der Brenntemperatur des Opakers ist zur Erzielung eines höheren Metall-Keramik-Verbunds nicht geeignet
- Die Haftfestigkeit der Keramik verändert sich beim Brennen des Dentins mit erhöhter oder herabgesetzter Brenntemperatur nicht wesentlich. Nur beim Brennen mit 100°C erhöhter Brenntemperatur erhöht sich der Keramikverbund signifikant. Aus ästhetischen Gründen ist ein Brennen nach Herstellerangaben zu empfehlen
- Dieses Verbundverhalten kann in der Struktur der verwendeten Keramik Vita Omega 900 mit Steuerung der Leuzitausscheidung ohne temperaturabhängige Veränderung des WAK-Werts begründet sein
- Die Durchführung von Korrekturbränden ist mit einer Steigerung der Keramikhaftung verbunden, wobei die Steigerung bei drei Korrekturbränden signifikant ist. Mehr als drei Korrekturbrände sollten auch aus ästhetischen Gründen nicht durchgeführt werden.

-
- Die Tracerzone mit einer Verarmung an Chrom in der Legierung erreicht eine Dicke von 2-2,5 μm unter der oberflächlichen Chromoxidschicht

7 Summary

Subject of the present investigation was to determine the influence of variable parameters of the porcelain firing process in the dental laboratories on metal-porcelain bond-strength. The base-metal alloy Wirbond SG was veneered with the porcelain Vita Omega 900 and the metal-porcelain bond strength was tested with the crack-initiation-test according to SCHWICKERATH (210 specimens) and statistically analysed. Several specimens were examined with SEM and EDX-analysis. The following parameters were tested:

- temperature of oxide-firing
- reduced temperature of the opaque-dryingtime
- layering without any opaque-layer
- layering with merely on opaque-layer
- sintering of opaquer with increased firing temperatures
- use of glycering instead of modelling liquid for the opaquer
- layering of the opaquer with increased thickness
- firing of the body-porcelain with stepwise increased or decreased firing temperatures
- multiple firings of the body-porcelain

In general, all measured bond-strength values surpass two third of the bond-strength values published in the relevant literature. The bond-strength values of all test-series exceeded the demanded minimum value of 25 MPa and can be regarded as clinically safe. The results can be summarized as follows:

- no increased bond-strength could be achieved with oxidation firings
- close attention has to be paid to the drying temperature of the opaque, the instructions of the manufacturer are decisive
- if necessary, it is possible to abstain from the opaque or to sinter the porcelain with a single opaque-layer without a decrease of bond-strength

-
- layering the opaque with increased thickness has no negative effect on porcelain bond-strength
 - use of glycerin as modelling fluid does not effect the porcelain bond-strength
 - increased temperatures of the opaque-firing does not increase the porcelain bond-strength
 - firing of the body-porcelain with increased or decreased temperatures does not effect the porcelain bond-strength substantially. Only if the body-porcelain is fired with temperatures of 100°C above the manufactorer instructions, an significant increase of porcelain-bond-strength was measured
 - this behavior of the porcelain Vita Omega 900 can be explained by its microstructure with controlled crystallisation of leucite without a temperature-dependent change of the tec-value
 - multiple or corrective firings increase the porcelain bond-strength with a significance in the case of 3 corrective firings
 - below the chromiumoxide layer on the metall-surface, an area with decreased chromium-concentration (tracer-zone) exceeds up to 2-2,5 µm into the bulk metall

8 Literaturverzeichnis

- [1] Anonymus. DIN EN ISO 9693 Dentale restaurative Metallkeramiksysteme. Berlin: Beuth Verlag, 2001
- [2] Anonymus. Produktionformation Vita Omega 900. Bad Säckingen: Vita Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co. KG, 2002
- [3] Anonymus. Vita Omega 900 Verarbeitungsanleitung. Bad Säckingen: Vita Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co. KG, 2003
- [4] Anonymus. Vitallium Original System - Das Original-System für festsitzenden und herausnehmbaren Zahnersatz. Hoorn: Elephant Dental B.V., 2007
- [5] Anonymus. Edelmetallfreie Legierungen für die Metallkeramik. Bremen: BEGO Bremer Goldschlägerei Wilh. Herbst GmbH & Co. KG, 2008
- [6] Arlom R. Untersuchung des Einflusses Modifizierter Oberflächen auf die Verbundfestigkeit einer Kobalt-Chrom-Legierung mit Keramik sowie von Reintitan mit Titankeramik. Med Diss, Berlin, 1998
- [7] Barghi N. Color and glaze: effects of repeated firing. J Prosthet Dent 1982;47:393-5.
- [8] Bengs B. Untersuchung zum Einfluss der Abkühlung nach dem Brand auf den Metall-Keramik-Verbund edelmetallfreier Legierungen. Med Diss, Freie Universität, Berlin, 1991
- [9] Bezzon O, de Mattos M, Ribeiro R, Rollo J. Effect of beryllium on the castability and resistance of ceramometall bond in nickel-chromium alloys. J Prosthet Dent 2001;80:570-8.
- [10] Bhamra G, Palin WM, Fleming GJ. The effect of surface roughness on the flexure strength of an alumina reinforced all-ceramic crown material. J Dent 2002;30:153-60.
- [11] Böhm U. Der Metall-Keramik-Verbund – eine sehr komplexe Einheit. Dtsch Zahnärztl Wochenschr 2001;41:15.
- [12] Bölter H. Der Einfluss der Schichtstärken und Sinterparameter auf die optischen Eigenschaften von dentalkeramischen Verblendmassen. Med Diss, Ernst–Moritz–Arndt–Universität, Greifswald, 2010

-
- [13] Böning K, Walter M. Non-cast titanium restorations in fixed prosthodontics. *J Oral Rehab* 1992;19:281-7.
- [14] Bright DS, Newbury DE. Maximum pixel spectrum: a new tool for detecting and recovering rare, unanticipated features from spectrum image data cubes. *J Microsc* 2004;216:186-93.
- [15] Brinkhaus R. Der Einfluss der Abkühlungsgeschwindigkeit nach dem Brand auf den Wärmeausdehnungskoeffizienten von Metallkeramik. Med Diss, Universität zu Köln 1984
- [16] Caesar HH, Ernst S. Die Nichtmetalle in der Zahntechnik. München: Neuer Merkur, 1998:
- [17] Cheung KC, Darvell BW. Sintering of dental porcelain: effect of time and temperature on appearance and porosity. *Dent Mater* 2002;18:163-73.
- [18] Claus H. Entwicklung der Metallkeramik. *Zahnärztl Welt* 1980;89:36-9.
- [19] Claus H. Die Bedeutung des Leuzits für die Dentalkeramik. *Zahnärztl Welt* 1981;90:44-6.
- [20] Claus H. Dentalkeramische Massen vor, während, und nach dem Brennprozess. *ZWR* 1985;8:612-6.
- [21] Claus H. Viele Faktoren haben einen positiven Einfluß auf die Haftung von Dentalkeramik. *Dent Lab* 1985;33:897-900.
- [22] Claus H. Das Gefüge und Mikrogefüge der Dentalkeramik in Abhängigkeit von den Brenntemperaturen. *Quintessenz Zahntech* 1990;14:1479-95.
- [23] Claus H. Test zur Prüfung des Brenngrades der Dentalkeramik. *Dent Lab* 1997;45:245-8.
- [24] Coornaert J, Adriaens P, De Boever J. Long-term clinical study of porcelain-fused-to-gold restorations. *J Prosth Dent* 1984;51:338-42.
- [25] Craig RG, Powers JM, Wataha JC. Zahnärztliche Werkstoffkunde, Eigenschaften und Verarbeitung. München: Urban & Fischer, 2006
- [26] Derfert B. Vergleichende Untersuchungen zur Verbundfestigkeit von verschiedenen Metall-Keramik-Kombinationen auf der Basis von EM- und NEM-Legierungen in Verbindung mit herkömmlicher und niedrigschmelzender Keramik. Med Diss, Freie Universität, Berlin, 2003

-
- [27] Dörfler B. Prüfung dentaler Edelmetall-Gußlegierungen. Quintessenz Zahntech 1995;21:813-24.
- [28] Dorsch P. Thermische Verträglichkeit von Werkstoffen für metallkeramischen Zahnersatz. Ber Dtsch Keram Ges 1982;59:159-64.
- [29] Eichner K. Metallkeramik in der zahnärztlichen Prothetik. München-Wien: Hanser, 1979
- [30] Eichner K. Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung, Band 1. Heidelberg: Hüthig, 1987
- [31] Eichner K. Methodische und systemische Ursachen von Fehlern in der Metallkeramik. Dent Lab 2000;48:535-43.
- [32] Fischer J. Ceramic bonding to a dental gold-titanium alloy. Biomaterials 2002;23:1303-11.
- [33] Fischer J. Mechanische Eigenschaften metallischer und keramischer Werkstoffe. Quintessenz Zahntech 2009;35:1540-9.
- [34] Freesmeyer WB, Lindemann W. Verbundfestigkeit zwischen keramischer Masse und NEM-Legierungen in Abhängigkeit von der Vorbehandlung des Metallgerüsts. Dtsch Zahnärztl Z 1982;37:288-91.
- [35] Gehre G. Keramische Werkstoffe. In: Eichner K, Kappert HF eds. Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung. Heidelberg: Hüthig, 1996:326-72
- [36] Geis-Gerstorfer J. Vom Rohstoff zur Dentalkeramik. Quintessenz J 1997;27:35-43.
- [37] Geis-Gerstorfer J. Nichtedelmetallegerierungen. In: Eichner, K. ed. Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung, Bd.1. Heidelberg: Hüthig, 2000:119-64.
- [38] Geis-Gerstorfer J, Rupp F, Scheideler L. Korrosionsprüfung - eine wichtige Basis für die Materialauswahl. Quintessenz Zahntech 2005;31:1343-8.
- [39] Geller W. Creation. (Accessed 6.9.2011, at http://cwq.srv09.ideefix.net/downloads/Leaflet_LF-CP-CPL&M_De_100dpi.pdf)
- [40] Ghanbarzadeh J, Sabooni MR, Amiri Tehrani N. The Influence of Repeated Firing on Color Stability of Two Porcelain Types. J Med Sciences 2008;8:77-80.

-
- [41] Goldstein J, Newbury D, Joy D, et al. Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis. New York, NY: John Wiley and Sons Inc., 1987
- [42] Graham JD, Johnson A, Wildgoose DG, Shareef MY, Cannavina G. The effect of surface treatments on the bond strength of a nonprecious alloy-ceramic interface. *Int J Prosthodont* 2000;12:330-4
- [43] Griggs JA, Thompson JY, Anusavice KJ. Effects of Flaw Size and Auto-glaze Treatment on Porcelain Strength. *J Dent Res* 1996;75:1414-7
- [44] Gundlach HW. Die prothetischen Möglichkeiten mit Nicht-Edelmetall-Legierungen entdecken. *Dtsch Zahnärztl W* 2000;Spezial 3:28-9.
- [45] Gupta KL, Nagpal N. Evaluation Of The Bond Strength Of Porcelain To Non Precious Metal Copings Under Different Firing Atmospheres. *Ind J Dent Sci* 2011;3:1-4.
- [46] Gürtler T. Der Titan-Keramik-Verbund aus experimenteller Sicht - eine vergleichende Untersuchung zweier aktueller Systeme. *Med Diss, Jena*, 2004
- [47] Häßelbath S. Entwicklung eines Prüfkörpers zur Quantifizierung des Ausfließverhaltens von Kobalt-Chrom-Legierungen und dessen Anwendung bei verschiedenen Gussverfahren. *Med Diss, Charité – Universitätsmedizin Berlin*, 2005
- [48] Haynes E. Alloys of Cobalt with Cr and other Metals. *Am Inst Metall Pet Eng* 1913;24:573-80.
- [49] Haynes E. Alloys of Cobalt with other Metals. *J Ind Eng Chem* 1913;5:189-91.
- [50] Hegedus C, Daroczi L, Kokenyesi V, Beke DL. Comparative microstructural study of the diffusion zone between NiCr-alloy and different dental ceramics. *J Dent Res* 2002;81:334-7.
- [51] Hennig G. Metall-Keramik-Bindung. *Dent Lab* 1976;24:1065-71.
- [52] Hildebrand G, Kraft D, Liefelth K, Mann E, Lenz E. Vergleichende Korrosionsprüfung von dentalen Legierungen im Laborbioreaktor. *Mater Corr* 1995;46:157-64.
- [53] Hohmann A, Hielscher W. *Lehrbuch der Zahntechnik*. Berlin: Quintessenz Verlag, 2003

- [54] Housmand M. Einfluss der Anstiegsrate der Sintertemperatur auf die Transparenz und das Schrumpfungsverhalten keramischer Verblendungen. Med Diss, Ernst - Moritz - Arndt - Universität, Greifswald, 2007
- [55] Hsu CS, Wang CC. The shear bond strength of porcelain and base metal alloys for metal-ceramic crown (VI). Kaohsiung J Med Sci 1997;13:721-9.
- [56] Inan Ö, Acar A, Halkaci S. Effects of sandblasting and electrical discharge machining on porcelain adherence to cast and machined commercially pure titanium. J Biomed Mater Res 2006;78B:393-400.
- [57] Jansen W, Slaughter M. Elemental mapping of minerals by electron microprobe. Am Min 1982;64:521-53.
- [58] Kappert HF. Dentalkeramik. In: Voß R, Meiners H eds. Fortschritte der zahnärztlichen Prothetik und Werkstoffkunde, Bd. 4. München: Hanser, 1989:341-89
- [59] Kappert HF, Hennische HW. Vollkeramik: Werkstoffkunde - Zahntechnik - klinische Erfahrung. Berlin, Chicago, London, Paris, Sao Paulo, Tokio: Quintessenz-Verlag GmbH, 1996
- [60] Kappert HF, Pfeiffer P, Schwickerath H. Dentallegierungen auf Nicht-Edelmetall-Basis. Zahnärztl Mitt 1999;89:2422-8.
- [61] Kappert HF, Pfeiffer P, Schwickerath H. Dentallegierungen auf Palladium-Basis. Zahnärztl Mitt 1999;89:
- [62] Kappert HF, Riedling W, Weyhmann J. Eine Vergleichende Studie von drei Methoden zur Untersuchung des Metall-Keramik-Verbundes bei NEM-Legierungen. Dtsch Zahnärztl Z 1985;40:1179-86.
- [63] Kern M, Pröbster L. Vollkeramik für ästhetische und dauerhafte Restaurationen. Dent Praxis 2002;14:269-76.
- [64] Kern M, Schubinski P. Frakturquote unter der "Scheidungsrate". ZWL 2004;31:49-53.
- [65] Kerschbaum T, Paszyna C, Klapp S, Meyer G. Verweilzeit- und Risikoanalyse von festsitzendem Zahnersatz. Dtsch Zahnärztl Z 1991;46:20-4.
- [66] Kerschbaum T, Seth M, Teeuwen U. Verweildauer von kunststoff- und metallkeramisch verblendeten Kronen und Brücken. Deutsch Zahnärztl Z 1997;52:404-6.

-
- [67] Khalouf E. Einfluss verschiedener Parameter auf die Ergebnisse des Schwickerath-Versuches. Med Diss, Freie Universität Berlin, Berlin, 2003
- [68] Kidd J. Outlines of mineralogy Vol II. Oxford, London: Lightning Source UK Ltd, 2010
- [69] Klinke T, Biffar R. Einfluss von Sinterbedingungen auf die Sintergüte von Verblendkeramiken. Quintessenz Zahntech 2000;26:1317-30.
- [70] Kluckner M, Brandl O, Weinbruch S, Stadermann FJ, Ortner HM. A method to correct defocused element distribution maps in electron probe microanalysis. Mikrochim Acta 1997;125:229-34.
- [71] Kochs JS. Einfluss von Mischungsverhältnis und Trocknungsphase der Grundmasse auf die Verbundfestigkeit zwischen edelmetallfreier Legierung und Verblendkeramik. Med Diss, Charité - Universitätsmedizin Berlin, 2008
- [72] Koinig H. Metallkeramik. München: Neuer Merkur Verlag, 2003:
- [73] Körber K, Ludwig K. Zahnärztliche Werkstoffkunde und Technologie. Stuttgart: Thieme, 1993
- [74] Krumbholz K. Wärmedehnung keramischer Massen. Dent Lab 1986;43:1935-44.
- [75] Krumbholz K. Entwicklung und Eigenschaften der Aufbrennkeramik. Dent Lab 1998, 55:17-23
- [76] Kuga M. Verarbeitungsfehler und deren Lösungen in der Metallkeramik. Quintessenz Zahntech 2006;32:972-81.
- [77] Kunth A. Einfluss verschiedener Stumpfbeweglichkeiten auf die Bruchlast viergliedriger CAD/CAM-gefertigter Seitenzahnbrücken aus Zirkonoxidvollkeramik (LAVA®-System) mit künstlicher Alterung durch Thermocycling. Med Diss, Charité - Universitätsmedizin Berlin, 2009
- [78] Küpper H, Bachmann K. Reintitan als Alternativmetall in der restaurativen Zahnheilkunde II. Titankeramik. Quintess Zahntech 1989;15:1091-8.
- [79] Kurkjian CR, Gupta PK, Brow RK, Lower N. The intrinsic strength and fatigue of oxide glasses. J Non-Crystalline Solids 2003;316:114-24.
- [80] Lehmann F. Die Abhängigkeit der Sintergüte bei Metallverblendkeramiken von der verwendeten Brennunterlage. Med Diss, Ernst-Moritz-Arndt-Universität Greifswald, 2008

-
- [81] Lei YC. The influence of different thermal expansion coefficient (TEC) between ceramic and metal on thermal stability of porcelain-fused to metal (PFM) crown. *Zuang Kou Qiang Yi Xue Za Zhi* 1991;26:329-32.
- [82] Lenz J, Schwartz S, Schwickerath H, Sperner F, Schäfer A. Bond Strength of Metal-Ceramic Systems in Three-Point Flexure Bond Test. *J Appl Biomat* 1995;6:55-46.
- [83] Liao JK, Ye JT, Zhu F, et al. Effect of different heat treatment on the bonding strength of porcelain and Co-Cr alloy. *Shanghai Kou Qiang Yi Xue* 2011;20:567-71.
- [84] Lindemann W. Dentalkeramiken mineralogisch betrachtet. *ZMK* 2000;5:280-5.
- [85] Lindigkeit J. Werkstoffkunde und Technologie. In: Siebert GK ed. *Dentallegierungen in der Zahnärztlichen Prothetik*. München, Wien: Carl Hanser Verlag, 1989:23-111.
- [86] Lindigkeit J. Mehr als Billiglösungen für die soziale Indikation. *Edelmetallfreie Legierungen und Titan*. *DZW-Spezial* 2002;20-3.
- [87] Loges H, Staegemann G. Resultate der Metallkeramik nach zehnjähriger Beobachtungszeit. *Stomatol DDR* 1980;30:389-97.
- [88] Lucas C. Vergleichende Untersuchung zum Temperaturverlauf in Abhängigkeit in unterschiedlichen Keramiköfen und unterschiedlicher Sinterprogramme. *Med Diss, Ernst-Moritz-Arndt-Universität Greifswald*, 2006
- [89] Ludwig K. *Lexikon der zahnmedizinischen Werkstoffkunde*. Berlin: Quintessenz Verlags-GmbH, 2005
- [90] Mackert JR, Evans AL. Effect of cooling rate on leucite volume fraction in dental porcelains. *J Dent Res* 1991;70:137-9.
- [91] Mackert Jr JR, Evans AL. Quantitative x-ray diffraction determination of leucite thermal instability in dental porcelain. *J Am Ceram Soc* 1991;74:450-3.
- [92] Mackert Jr JR, Sheen GW, Williams AL, Russell CM, Ergle JW. Effects of Local Cooling Rate and Processing Variables on Leucite in Dental Porcelain. *Int J Prosthodont* 2003;16:647-52.
- [93] Maletz R, Plaumann MT, Dentales Restaurationsmaterial mit ästhetisch wirkenden Beimengungen. *Europäisches Patentamt, Patentnummer EP 0 962 214 A1*.

-
- [94] Mann HB, Whitney DR. On a test of whether one of two random variables is stocistically larger than the other. *Ann Math Statis* 1947;23:50-60.
- [95] Marx H. Die metall-keramische Verbundfestigkeitsprüfung - Ein besonderes werkstoffkundliches Problem. *ZWR* 1986;12:524-7.
- [96] Marxkors R, Meiners H. Taschenbuch der zahnärztlichen Werkstoffkunde. München - Wien: Carl Hanser Verlag, 2001
- [97] Mietko M. Vergleich verschiedener Prüfmethode zur Bestimmung der Verbundfestigkeit zwischen einer Kobalt-Chrom-Legierung und einer Verblendkeramik. *Med Diss, Charité - Universitätsmedizin Berlin, Berlin*, 2008
- [98] Moffa JP, Jenkins WA, Ellison JA, Hamilton JC. A clinical evaluation of two base metal alloys and a gold alloy for use in fixed prosthodontics: A five-year study. *J Prosth Dent* 1984;52:491-500.
- [99] O'Brien WJ, Kay KS, Benke K, Groh CL. Sources of color variation on firing porcelain. *Dent. Mater* 1991;7:170-3.
- [100] O'Brien WJ, Ryge G. Relation between molecular force calculations on observe a strength of enamel-metal interfaces. *J Am Ceram Soc* 1964;47:5-8.
- [101] Özcan M, Niedermeier W. Clinical Study on the Reasons for and Location of Failures of Metal-Ceramic Restorations and Survival of Repairs. *Int J Prosthodont* 2002;15:299-302.
- [102] Paarsch MT. Zur Kenntnis des Temperaturgradienten in Dentalbrennöfen für die Titankeramik. *Med Diss, Universität Tübingen*, 2002
- [103] Pagnano VO, Esquivel C, Leal MB, Felipucci DN, Bezzon OL. Effect of casting atmosphere on the shear bond strength of a ceramic to Ni-Cr and Ni-Cr-Be alloys. *Braz Dent J* 2009;20:138-42.
- [104] Panah FG. Effect of Repeated Firings of Porcelain on Bond Strength of Two Base Metal Alloys. *J Dent Med* 2001;14:5-10.
- [105] Papadopoulos T, Tsetsekou A, Eliades G. Effect of Aluminium Oxide Sandblasting on Cast Commercial Pure Titanium Surface. *Eur J Prosthodont Res Dent* 1999;7:15-21.
- [106] Pape FW, Voß R. Klinisches Verhalten von NEM-Dentallegierungen nach mehrjähriger Inkorporationszeit. *Dtsch Zahnärztl Z.* 1991;46:119-23.
- [107] Piché PW, O'Brien WJ, Groh CL, Boenke KM. Leucite content of selected dental porcelains. *J Biomed Mater Res* 1994;28:603-9.

-
- [108] Püchner J. Der Einfluss der Brenntemperatur auf die Haftfestigkeit von zahnärztlichen metallkeramischen Verbindungen. Med Diss, Freie Universität Berlin, 1971
- [109] Pumpe M. Einfluss der Dauer und der Temperatur von Oxidbränden auf die Verbundfestigkeit zwischen Keramik und EMF-Legierungen. Med Diss, Charité - Universitätsmedizin Berlin, 2008
- [110] Reimer L. Scanning Electron Microscopy (Physics of Image Formation and Microanalysis). Berlin-Heidelberg-New York-Tokyo: Springer-Verlag, 1985
- [111] Reitemeier B, Hansel K, Kastner C, Walter MH. Metal-ceramic failure in noble metal crowns: 7-year results of a prospective clinical trial in private practices. *Int J Prosthodont* 2006;19:397-9.
- [112] Reppel PD, Walter M, Böning K. Metallkeramischer Zahnersatz aus Titan - eine Nachuntersuchung. *Dtsch Zahnärztl Z* 1992;47:524-6.
- [113] Reuling N, Siebert GK. Keramische Werkstoffe - Entwicklungsgrad und Bedeutung in der restaurativen Zahnheilkunde. *Zahnärztl Welt* 1987;96:1139-46.
- [114] Riesgo O, Morando R. Schmelzen von Kobalt - Chrom - Legierungen mit verschiedenen Flammen und durch Induktion. *Quintessenz Zahntech* 1987;13:201-7.
- [115] Rose D. Der Haftverbund zwischen einer Kobalt-Chrom-Legierung und Keramik nach Anwendung eines neuen Sol-Gel-Tauchverfahrens zur Oberflächenkonditionierung. Med Diss, Freie Universität Berlin, 2001
- [116] Rosi D. Vergleichende Schlag- und Biege-Scherprüfung an drei Titan-Keramik-Verbundsystemen und einem NEM-Keramik-System in Abhängigkeit von verschiedenen Aufbrenntemperaturen. Med Diss, Freie Universität Berlin, 1995
- [117] Sachs L. Angewandte Statistik. Berlin-Heidelberg-New York: Springer, 2004
- [118] Schmitz KH, Schulmeyer H. Bestimmung der Haftfestigkeit dentaler metallkeramischer Verbundsysteme. *Dent Lab* 1975;23:1416-20.
- [119] Schnettger A, Zylla IM, Kappert HF. Prüfung der Verbundfestigkeit metall-keramischer Systeme. *Quintessenz Zahntech* 2007;32:732-8.

- [120] Schüttler-Janikulla C. Vergleichende Untersuchung zur Verbundfestigkeit von zwei Kunststoff-Verbundsystemen mit neuen Metallen und nach künstlicher Alterung in vitro. Med Diss, Freie Universität Berlin, 1991
- [121] Schwalbe N. Vergleichende Untersuchungen zum Schwickerath-Versuch, Voss-Versuch und Abschrecktest. Med Diss, Freie Universität Berlin, Berlin, 2009
- [122] Schwickerath H. Festigkeitsverhalten von Dentalkeramik. Dtsch Zahnärztl Z 1985;40:273-5.
- [123] Schwickerath H. Dauerfestigkeit von Metallkeramik. Dtsch Zahnärztl Z 1986;41: 264-6.
- [124] Schwickerath H. Verbundfestigkeit nach Dauerbeanspruchung in Korrosionslösungen. ZWR 1986;95:1244-52.
- [125] Schwickerath H. Eigenschaften und Verhalten von aufbrennfähigen Palladium- und Nichtedelmetall (NEM)-Legierungen. Phillip J 1989;5:357-67.
- [126] Schwickerath H. Zur Passivierung von Dentallegierungen. Quintessenz Zahntech 1993;19:403-8.
- [127] Schwickerath H. Einfluss mechanischer Eigenschaften der Legierung auf die Belastbarkeit metallkeramischer Restaurationen, Teil 1. Zahnärztl Praxis 1995;5:6-8.
- [128] Schwickerath H, Mokbel MA. Grundlagen zur Prüfung des Verbundes Metall-Keramik. Dtsch Zahnärztl Z 1983;39:949-52.
- [129] Shapiro SS, Wilk MB. An analysis of variance test for normality (complete samples). Biometrika 1965;52:591-611.
- [130] Sharana prabhu L, Achyutha BT, Manjappa S. Effect of Oxidation and Porcelain firing Temperatures on Tensile Bond Strength of Porcelain to Ni-Cr-Mo Base Metal Surfaces in Dentistry. Proceedings of the International Conference on Mechanical Engineering 2003;1-5.
- [131] Siebert GK, Queisser A. Elementverteilung des Verbundes Metall - Keramik im Bereich der Grenzschicht bei NEM- und EM-Legierungen. Dtsch Zahnärztl Z 1985;40:1163-8.
- [132] Simon N. Einfluss des Lötens bzw. Laserschweißens auf die Verbundfestigkeit von Metall-Keramik-Systemen. Med Diss, Charité-Universitätsmedizin Berlin, 2010

-
- [133] Smith TB, Kelly JR, Tesk JA. In vitro fracture behavior of ceramic and metal-ceramic restorations. *J Prosthodont* 1994;3:138-44.
- [134] Stannard JG, Marks L, Kanchanatawewat K. Effect of multiple firing on the bond strength of selected matched porcelain-fused-to-metal combinations. *J Prosthet Dent* 1990;63:627-9.
- [135] Stawarczyk B, Ramel C, Sapina B, Hämmerle C. Ein Patient - mehrere Möglichkeiten. *dental dialogue* 2010;46-72.
- [136] Strietzel R. Haftoxide sind für den guten Verbund wichtig, aber nicht unproblematisch. *Dtsch Zahnärztl Wochenschr Spezial* 1999;71:25-7.
- [137] Strietzel R. Der Metall - Keramik - Verbund. *Quintessenz Zahntech* 2002;28:1412-21.
- [138] Strietzel R. Die Werkstoffkunde der Metall-Keramik-Systeme. München: Neuer Merkur, 2005
- [139] Strietzel R. Einfluss des Abstrahlens auf den Metall-Keramik-Verbund. Eine Übersicht. *Quintessenz Zahntech* 2009;35:970-83.
- [140] Strub JR, Stiffler S, Schärer P. Causes of failure following oral rehabilitation: biological versus technical factors. *Quintessenz Int* 1988;19:215-22.
- [141] Strub JR, Türp JC, Witkowski S, Hürzeler MB, Kern M. Curriculum Prothetik. 3. Auflage. Berlin: Quintessenz Verlags GmbH, 2005
- [142] Tauber M. Gerüstgestaltung für Metallkeramische Restaurationen Teil 4: Die Verbundfestigkeit von Metall und Keramik. *Quintessenz Zahntech* 2006;32:1052-61.
- [143] Tauber M, Eykman R. Gerüstgestaltung für Metallkeramische Restaurationen Teil 2: Physikalische Hinweise zur Gerüstgestaltung. *Quintessenz Zahntech* 2006;32:384-92.
- [144] Tauber M, Kappert H. Gerüstgestaltung für Metallkeramische Restaurationen Teil 1: Statik der Gerüstgestaltung. *Quintessenz Zahntech* 2006;32:172-80.
- [145] Tholey MJ, Stephan M. Haftverbundmechanismen in dentalen Schichtsystemen. *Quintessenz Zahntech* 2007;33:160-8.
- [146] Tholey MJ, Thiel N. Das Brennen von dentaler Verblendkeramik. *Quintessenz Zahntech* 2009;35:1018-29.

- [147] Tiller H-J, Magnus B, Göbel R, Musil R. Der Sandstrahlprozeß und seine Einwirkung auf den Oberflächenzustand von Dentallegierungen (II). Quintessenz 1985;36:2151-8.
- [148] Tiller H-J, Magnus B, Göbel R, Musil R. Der Sandstrahlprozeß und seine Einwirkung auf den Oberflächenzustand von Dentallegierungen (I). Quintessenz 1985;36:1927-33.
- [149] Urbainsky C. Untersuchung der Oberflächenrauigkeit unterschiedlich bearbeiteter Metallkeramikronen. Med Diss, Charité - Universitätsmedizin Berlin, Berlin, 2007
- [150] Vaidya NA, Parkhedkar RD. The Effect of Three Methods of Surface Treatments on Flexural Bond Strength of Nonprecious Alloy-ceramic Interface; Evaluated by Four Point Bend Test and Scanning Electron Microscopic Analysis. JIDA 2010;4:387-92.
- [151] Vasconcellos LG, Buso L, Souza RO, et al. Effect of Firing Temperature of Opaque in Metal/Porcelain Bond Strength. (Accessed 13. Januar 2011, at http://iadr.confex.com/iadr/2008Toronto/techprogram/abstract_104102.htm)
- [152] Vickery RC, Badinelli LA. Nature of attachment forces in porcelain gold systems. J Dent Res 1968;47:683-9.
- [153] Voß R. Zur Beurteilung der Belastbarkeit von metallkeramischen Restaurationen. Zahnärztl Welt 1989;98:434-42.
- [154] Weber H. Klinische Nachuntersuchungen an zwei dentalen Nickel-Chrom-Legierungen für die Metallkeramik. Dtsch Zahnärztl Z 1983;38:1026-8.
- [155] Weber K. Häufige Fehler in der Metallkeramik. Dent Lab 1976;24:332-8.
- [156] Wehnert L, Radlanski RJ, Freesmeyer WB. Untersuchungen zum Verbund von Zirkonia-TZP zu ausgewählten Verblendkeramiken. Quintessenz Zahntech 2010;36:36-47.
- [157] Wehnert LV, Fleck S, Fleck A, Radlanski RJ, Freesmeyer WB. Einfluss der Bonder auf die Titan-Keramik-Verbundfestigkeit. Dtsch Zahnärztl Z 2009;64:28-33.
- [158] Weinstein M, Kratz S, Weinstein AB, Fused Porcelain to metal teeth. U.S. Patent no. 3.052.982.
- [159] Welch BL. On the comparison of several mean values: An alternative approach. Biometrika 1951;38:330-6.

-
- [160] Wolf B, Päßler K, Schmidt A, Walter M. Gießtechnische Verarbeitung von Titanlegierungen. Dent Lab 2002;50:1-5.
- [161] Wu Y, Moser JB, Jameson LM, Malone WF. The effect of oxidation heat treatment on porcelain bond strength in selected base metal alloys. J Prosthet Dent 1991;66:439-44.
- [162] Wulfes H. Kobalt-Chrom-Basislegierungen bestimmen den edelmetallfreien Trend bei. Aufbrennlegierungen. Dtsch Zahnärztl W Zahn-Technik 2000;11:43-6.
- [163] Yamamoto M. Metallkeramik - Prinzipien und Methoden. Berlin: Quintessenz Verlag, 1986
- [164] Zimny F. Vergleichende Untersuchung zum Einfluss der Position des Brenngutes auf die Verbundfestigkeit. Med Diss, Charité-Universitätsmedizin Berlin, 2010
- [165] Zscherlich D, Mitzner E, Müller WD. Werkstoffkundliche Betrachtung eines neuen keramischen Reparaturmaterials. Quintessenz Zahntech 2009;35:302-10.

9 Anhang

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	001	52,9	3,38	15,66	0,490
2	002	42,4	3,20	13,26	0,520
3	003	47,8	3,25	14,72	0,500
4	004	46,3	3,46	13,39	0,530
5	005	62,8	3,83	16,39	0,520
6	006	53,0	3,28	16,17	0,510
7	007	41,9	3,25	12,90	0,510

Mittelwert: 49,6 MPa

Median: 47,8 MPa

Minimalwert: 41,9 MPa

Maximalwert: 62,8 MPa

Variationskoeffizient: 14,7 %

Standardabweichung: 7,3 MPa

Tabelle 20: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Referenzserie 1 nach Herstellerangaben

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	197	46,8	3,90	12,01	0,488
2	198	47,6	3,50	13,6	0,521
3	199	46,1	3,50	13,17	0,518
4	200	59,2	3,26	18,16	0,540
5	201	53,7	3,90	13,76	0,489
6	202	42,2	3,28	12,88	0,542
7	203	54,1	3,28	16,49	0,543

Mittelwert: 50,0 MPa

Median: 47,6 MPa

Minimalwert: 42,2 MPa

Maximalwert: 59,2 MPa

Variationskoeffizient: 11,7 %

Standardabweichung: 5,9 MPa

Tabelle 21: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Referenzserie 2 nach Herstellerangaben

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	1	49,3	3,65	13,5	0,512
2	2	55,2	3,70	14,93	0,503
3	3	43,9	3,50	12,54	0,519
4	4	40,4	3,75	10,78	0,498
5	5	49,8	4,05	12,3	0,480
6	6	33,8	4,02	8,4	0,482
7	7	42,1	3,89	10,83	0,492

Mittelwert:	44,9	MPa
Median:	43,9	MPa
Minimalwert:	33,8	MPa
Maximalwert:	55,2	MPa
Variationskoeffizient:	15,8	%
Standardabweichung:	7,1	MPa

Tabelle 22: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Oxidbrand bei 600 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	8	52,1	3,30	15,79	0,537
2	9	31,0	3,20	9,7	0,496
3	10	47,9	3,44	13,91	0,523
4	11	49,5	3,58	13,84	0,517
5	12	45,2	3,80	11,89	0,497
6	13	48,0	3,18	15,11	0,547
7	14	50,4	3,40	14,81	0,527

Mittelwert:	46,3	MPa
Median:	48,0	MPa
Minimalwert:	31,0	MPa
Maximalwert:	52,1	MPa
Variationskoeffizient:	15,3	%
Standardabweichung:	7,1	MPa

Tabelle 23: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Oxidbrand bei 800 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	15	44,7	3,75	11,93	0,502
2	16	54,7	3,75	14,59	0,475
3	17	52,3	3,80	13,77	0,527
4	18	34,5	3,55	9,73	0,517
5	19	46,0	3,35	13,74	0,533
6	20	36,0	3,63	9,92	0,510
7	21	36,5	3,63	10,05	0,520

Mittelwert:	43,5	MPa
Median:	44,7	MPa
Minimalwert:	34,5	MPa
Maximalwert:	54,7	MPa
Variationskoeffizient:	18,7	%
Standardabweichung:	8,1	MPa

Tabelle 24: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Oxidbrand bei 1000 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	22	44,5	3,50	12,72	0,520
2	23	43,7	3,63	12,05	0,509
3	24	40,7	3,15	12,92	0,490
4	25	48,6	3,44	14,12	0,525
5	26	16,2	3,15	5,13	0,521
6	27	36,5	3,32	11	0,534
7	28	49,4	3,35	14,75	0,533

Mittelwert:	39,9	MPa
Median:	43,7	MPa
Minimalwert:	16,2	MPa
Maximalwert:	49,4	MPa
Variationskoeffizient:	28,5	%
Standardabweichung:	11,4	MPa

Tabelle 25: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Oxidbrand bei 1100 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	29	43,9	3,50	12,54	0,519
2	30	48,8	3,55	13,74	0,518
3	31	43,0	3,73	11,54	0,503
4	32	55,7	3,83	14,54	0,495
5	33	38,4	3,75	10,25	0,498
6	34	36,4	3,57	10,2	0,516
7	35	28,6	3,40	8,41	0,527

Mittelwert:	42,1	MPa
Median:	43,0	MPa
Minimalwert:	28,6	MPa
Maximalwert:	55,7	MPa
Variationskoeffizient:	20,8	%
Standardabweichung:	8,8	MPa

Tabelle 26: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, ohne Trocknung des Opakers

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	36	47,6	3,44	13,83	0,525
2	37	39,7	3,35	11,85	0,533
3	38	38,8	3,50	11,09	0,519
4	39	46,6	3,38	13,79	0,530
5	40	52,7	3,65	14,43	0,508
6	41	46,7	3,38	13,82	0,531
7	42	41,7	3,46	12,06	0,523

Mittelwert:	44,8	MPa
Median:	46,6	MPa
Minimalwert:	38,8	MPa
Maximalwert:	52,7	MPa
Variationskoeffizient:	11,1	%
Standardabweichung:	5,0	MPa

Tabelle 27: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Trocknungstemperatur des Opakers 100 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	43	37,1	3,28	11,32	0,543
2	44	40,3	3,00	13,43	0,567
3	45	44,1	3,70	11,93	0,503
4	46	55,5	3,63	15,3	0,510
5	47	61,9	4,65	13,32	0,447
6	48	42,8	3,61	11,85	0,512
7	49	53,8	3,90	13,79	0,492
Mittelwert:		47,9	MPa		
Median:		44,1	MPa		
Minimalwert:		37,1	MPa		
Maximalwert:		61,9	MPa		
Variationskoeffizient:		19,1	%		
Standardabweichung:		9,2	MPa		

Tabelle 28: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Trocknungstemperatur des Opakers 150 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	50	48,6	3,90	12,47	0,518
2	51	46,1	3,70	12,47	0,547
3	52	56,4	3,75	15,05	0,506
4	53	52,3	3,60	14,54	0,527
5	54	37,5	3,90	9,62	0,491
6	55	50,7	3,45	14,71	0,526
7	56	46,1	3,63	12,69	0,509
Mittelwert:		48,3	MPa		
Median:		48,6	MPa		
Minimalwert:		37,5	MPa		
Maximalwert:		56,4	MPa		
Variationskoeffizient:		12,4	%		
Standardabweichung:		6,0	MPa		

Tabelle 29: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Trocknungstemperatur des Opakers 200 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	57	55,3	3,80	14,56	0,523
2	58	47,1	3,70	12,74	0,512
3	59	50,2	3,82	13,15	0,527
4	60	42,3	3,73	11,33	0,509
5	61	50,3	3,63	13,87	0,509
6	62	58,2	3,90	14,92	0,516
7	63	49,3	3,58	13,77	0,516

Mittelwert:	50,4	MPa
Median:	50,2	MPa
Minimalwert:	42,3	MPa
Maximalwert:	58,2	MPa
Variationskoeffizient:	10,3	%
Standardabweichung:	5,2	MPa

Tabelle 30 Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Trocknungstemperatur des Opakers 300 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	64	53,9	3,20	16,85	0,545
2	65	49,5	3,63	13,63	0,510
3	66	48,2	3,26	14,79	0,540
4	67	46,9	3,50	13,39	0,518
5	68	44,4	3,15	14,08	0,549
6	69	47,4	3,35	14,15	0,533
7	70	44,8	3,90	11,49	0,493

Mittelwert:	47,9	MPa
Median:	47,4	MPa
Minimalwert:	44,4	MPa
Maximalwert:	53,9	MPa
Variationskoeffizient:	6,7	%
Standardabweichung:	3,2	MPa

Tabelle 31: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, ohne Opaker

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	71	41,4	3,45	12	0,523
2	72	51,8	3,20	16,18	0,544
3	73	45,2	3,20	14,12	0,543
4	74	49,7	3,75	13,25	0,501
5	75	50,0	3,25	15,38	0,542
6	76	51,2	3,35	15,29	0,532
7	77	47,0	3,15	14,91	0,550

Mittelwert:	48,0	MPa
Median:	49,7	MPa
Minimalwert:	41,4	MPa
Maximalwert:	51,8	MPa
Variationskoeffizient:	7,8	%
Standardabweichung:	3,7	MPa

Tabelle 32: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, eine Opakerschicht

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	78	49,7	3,38	14,69	0,530
2	79	51,6	3,63	14,21	0,508
3	80	52,4	3,75	13,97	0,502
4	81	52,0	3,32	15,66	0,535
5	82	49,1	3,63	13,53	0,510
6	83	56,8	3,60	15,77	0,513
7	84	49,8	3,48	14,32	0,523

Mittelwert:	51,6	MPa
Median:	51,6	MPa
Minimalwert:	49,1	MPa
Maximalwert:	56,8	MPa
Variationskoeffizient:	5,0	%
Standardabweichung:	2,6	MPa

Tabelle 33: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Opakerbrand plus 100°C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	85	50,9	3,50	14,53	0,520
2	86	48,2	3,50	13,78	0,522
3	87	51,4	3,63	14,17	0,511
4	88	52,4	3,26	16,07	0,542
5	89	56,2	3,50	16,06	0,520
6	90	52,7	3,63	14,51	0,512
7	91	48,0	3,63	13,22	0,510

Mittelwert:	51,4	MPa
Median:	51,4	MPa
Minimalwert:	48,0	MPa
Maximalwert:	56,2	MPa
Variationskoeffizient:	5,5	%
Standardabweichung:	2,8	MPa

Tabelle 34: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Opakerbrand plus 200°C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	92	53,3	3,44	15,49	0,525
2	93	57,6	3,32	17,34	0,535
3	94	48,2	3,58	13,47	0,515
4	95	51,0	3,68	13,85	0,507
5	96	51,1	3,75	13,63	0,500
6	97	48,4	3,58	13,52	0,515
7	98	52,0	3,26	15,96	0,539

Mittelwert:	51,7	MPa
Median:	51,1	MPa
Minimalwert:	48,2	MPa
Maximalwert:	57,6	MPa
Variationskoeffizient:	6,2	%
Standardabweichung:	3,2	MPa

Tabelle 35: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Opaker deckend aufgetragen

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	99	52,5	3,45	15,22	0,523
2	100	53,8	3,40	15,81	0,530
3	101	52,6	3,85	13,67	0,494
4	102	52,6	3,45	15,25	0,526
5	103	48,3	3,80	12,71	0,501
6	104	48,5	3,80	12,77	0,500
7	105	48,5	3,45	14,06	0,523

Mittelwert:	51,0	MPa
Median:	52,5	MPa
Minimalwert:	48,3	MPa
Maximalwert:	53,8	MPa
Variationskoeffizient:	4,7	%
Standardabweichung:	2,4	MPa

Tabelle 36: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Opaker mit Glycerin angemischt

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	106	58,8	3,38	17,39	0,530
2	107	48,4	3,60	13,45	0,514
3	108	44,4	3,26	13,62	0,540
4	109	55,2	3,65	15,13	0,510
5	110	59,8	3,20	18,69	0,546
6	111	54,8	4,00	13,71	0,486
7	112	51,5	3,32	15,52	0,536

Mittelwert:	53,3	MPa
Median:	54,8	MPa
Minimalwert:	44,4	MPa
Maximalwert:	59,8	MPa
Variationskoeffizient:	10,4	%
Standardabweichung:	5,5	MPa

Tabelle 37: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Dentinbrand plus 20 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	113	44,9	3,40	13,2	0,532
2	114	59,9	3,44	17,4	0,537
3	115	55,3	3,31	16,71	0,541
4	116	52,3	3,75	13,94	0,496
5	117	54,7	3,45	15,86	0,527
6	118	55,1	3,40	16,2	0,524
7	119	50,2	3,30	15,22	0,539

Mittelwert:	53,2	MPa
Median:	54,7	MPa
Minimalwert:	44,9	MPa
Maximalwert:	59,9	MPa
Variationskoeffizient:	8,9	%
Standardabweichung:	4,7	MPa

Tabelle 38: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Dentinbrand plus 40 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	120	51,9	3,50	14,82	0,522
2	121	55,0	3,90	14,11	0,488
3	122	51,9	3,40	15,26	0,528
4	123	54,6	3,50	15,59	0,513
5	124	53,2	3,70	14,37	0,505
6	125	46,0	3,20	14,39	0,543
7	126	52,4	4,00	13,11	0,483

Mittelwert:	52,1	MPa
Median:	52,4	MPa
Minimalwert:	46,0	MPa
Maximalwert:	55,0	MPa
Variationskoeffizient:	5,7	%
Standardabweichung:	3,0	MPa

Tabelle 39: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Dentinbrand plus 60 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	127	56,8	3,30	17,2	0,537
2	128	45,3	3,30	13,72	0,531
3	129	48,5	3,30	14,7	0,538
4	130	62,3	4,40	14,17	0,464
5	131	48,4	3,25	14,88	0,543
6	132	54,2	3,43	15,81	0,526
7	133	56,5	3,35	16,87	0,537

Mittelwert:	53,1	MPa
Median:	54,2	MPa
Minimalwert:	45,3	MPa
Maximalwert:	62,3	MPa
Variationskoeffizient:	11,3	%
Standardabweichung:	6,0	MPa

Tabelle 40: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Dentinbrand plus 80 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	134	47,1	3,58	13,17	0,515
2	135	55,1	3,50	15,75	0,522
3	136	59,3	4,30	13,78	0,466
4	137	58,5	3,65	16,04	0,511
5	138	53,7	3,42	15,69	0,527
6	139	60,6	3,75	16,16	0,503
7	140	55,6	3,75	14,83	0,550

Mittelwert:	55,7	MPa
Median:	55,6	MPa
Minimalwert:	47,1	MPa
Maximalwert:	60,6	MPa
Variationskoeffizient:	8,1	%
Standardabweichung:	4,5	MPa

Tabelle 41: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Dentinbrand plus 100 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	141	52,8	3,15	16,76	0,553
2	142	55,1	3,18	17,34	0,545
3	143	48,7	3,15	15,46	0,550
4	144	49,2	3,20	15,37	0,555
5	145	48,6	3,28	14,82	0,555
6	146	51,0	3,25	15,68	0,551
7	147	50,5	3,15	16,02	0,555

Mittelwert:	50,8	MPa
Median:	50,5	MPa
Minimalwert:	48,6	MPa
Maximalwert:	55,1	MPa
Variationskoeffizient:	4,7	%
Standardabweichung:	2,4	MPa

Tabelle 42: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Dentinbrand minus 20 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	148	55,5	3,58	15,50	0,555
2	149	46,4	3,63	12,77	0,545
3	150	48,2	3,60	13,38	0,545
4	151	51,2	3,26	15,71	0,540
5	152	48,2	3,43	14,06	0,510
6	153	50,0	3,20	15,64	0,547
7	154	53,7	3,32	16,18	0,535

Mittelwert:	50,5	MPa
Median:	50,0	MPa
Minimalwert:	46,4	MPa
Maximalwert:	55,5	MPa
Variationskoeffizient:	6,5	%
Standardabweichung:	3,3	MPa

Tabelle 43: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Dentinbrand minus 40 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	155	48,0	3,15	15,25	0,550
2	156	46,1	3,70	12,46	0,505
3	157	38,8	3,20	12,13	0,545
4	158	45,6	3,75	12,15	0,500
5	159	46,3	3,38	13,70	0,530
6	160	50,1	3,30	15,18	0,537
7	161	58,1	3,68	15,79	0,507

Mittelwert:	47,6	MPa
Median:	46,3	MPa
Minimalwert:	38,8	MPa
Maximalwert:	58,1	MPa
Variationskoeffizient:	12,2	%
Standardabweichung:	5,8	MPa

Tabelle 44: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Dentinbrand minus 60 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	162	51,5	3,15	16,35	0,550
2	163	41,6	3,63	11,47	0,510
3	164	37,5	3,50	10,72	0,476
4	165	46,6	3,45	13,51	0,517
5	166	60,2	3,26	18,46	0,540
6	167	60,1	3,40	17,69	0,527
7	168	47,9	3,26	14,70	0,540

Mittelwert:	49,4	MPa
Median:	47,9	MPa
Minimalwert:	37,5	MPa
Maximalwert:	60,2	MPa
Variationskoeffizient:	17,5	%
Standardabweichung:	8,6	MPa

Tabelle 45: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Dentinbrand minus 80 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	169	42,3	3,38	12,51	0,530
2	170	52,5	3,18	16,52	0,548
3	171	43,1	3,40	12,69	0,531
4	172	55,1	3,26	16,91	0,540
5	173	45,8	3,18	14,41	0,547
6	174	49,8	3,26	15,28	0,540
7	175	37,3	3,30	11,30	0,537

Mittelwert:	46,6	MPa
Median:	45,8	MPa
Minimalwert:	37,3	MPa
Maximalwert:	55,1	MPa
Variationskoeffizient:	13,5	%
Standardabweichung:	6,3	MPa

Tabelle 46: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, Dentinbrand minus 100 °C

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	176	63,6	3,40	18,7	0,528
2	177	50,2	3,26	15,39	0,540
3	178	51,5	3,20	16,1	0,543
4	179	56,4	3,50	16,11	0,520
5	180	56,2	3,98	14,12	0,485
6	181	49,2	3,26	15,08	0,540
7	182	52,6	3,60	14,62	0,512

Mittelwert:	54,2	MPa
Median:	54,6	MPa
Minimalwert:	49,2	MPa
Maximalwert:	63,6	MPa
Variationskoeffizient:	9,2	%
Standardabweichung:	5,0	MPa

Tabelle 47: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, 2 Korrekturbrände

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	183	58,3	3,30	17,67	0,538
2	184	57,1	3,28	17,41	0,542
3	185	55,6	3,20	17,38	0,543
4	186	63,7	3,75	16,99	0,500
5	187	54,4	3,15	17,27	0,548
6	188	56,8	3,28	17,33	0,538
7	189	52,2	3,48	15	0,522
Mittelwert:		56,9	MPa		
Median:		56,8	MPa		
Minimalwert:		52,2	MPa		
Maximalwert:		63,7	MPa		
Variationskoeffizient:		6,4	%		
Standardabweichung:		3,6	MPa		

Tabelle 48: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, 3 Korrekturbrände

Probennummer	Plättchennummer	Verbundfestigkeit in MPa	Koeffizient k	Kraft F in N	Dicke in mm
1	190	55,9	3,26	17,14	0,540
2	191	50,0	3,50	14,29	0,520
3	192	54,2	3,75	14,44	0,499
4	193	49,9	3,32	15,02	0,535
5	194	52,7	3,98	13,24	0,484
6	195	48,3	3,60	13,41	0,584
7	196	52,5	3,26	16,1	0,539
Mittelwert:		51,9	MPa		
Median:		52,5	MPa		
Minimalwert:		48,3	MPa		
Maximalwert:		55,9	MPa		
Variationskoeffizient:		5,1	%		
Standardabweichung:		2,7	MPa		

Tabelle 49: Messprotokoll und Messstatistik für Wiron SG und Vita Omega 900, 5 Korrekturbrände

Erklärung an Eides statt

Hiermit erkläre ich, Doreen Pritzel, dass die Dissertation von mir selbst und ohne Hilfe Dritter verfasst wurde, auch in Teilen keine Kopie anderer Arbeiten darstellt und die benutzten Hilfsmittel sowie die Literatur vollständig angegeben sind.

Berlin, der20.08.2011

10 Danksagung

Ganz besonders herzlich danke ich meinem Betreuer Herrn PD Dr. R. Strietzel für die Überlassung des Dissertationsthemas, für seine Unterstützung und sein Engagement in allen theoretischen und praktischen Belangen, sowie dem Verständnis für schwierige Lebenssituationen und unermüdlichen Motivation am Thema zu bleiben.

Der Zahnarztpraxis Zimny danke ich, dass Sie mir in Ihrem Labor die Möglichkeit gegeben haben die Proben für diese Arbeit herzustellen.

Frau Monika Poppinga danke ich für die freundliche und hilfsbereite Unterstützung bei der Arbeit im Forschungslabor.

Den Firmen BEGO und VITA gilt mein Dank für die Unterstützung und die Bereitstellung der Materialien.

Dr. Tobias Salge danke ich für die freundliche und hilfsbereite Unterstützung bei der Arbeit im REM-Labor und insbesondere danke ich der Firma Bruker, dass Sie mir die Aufnahmen an dem Elektronenrastermikroskop ermöglicht haben.

Vielen Dank auch an alle Freunde und Bekannte, die mich immer und immer wieder durch ein aufmunterndes Wort auf den Weg gebracht haben.

Doreen Pritzel

11 Lebenslauf

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