

Aus dem Institut für Zahnärztliche Prothetik, Alterszahnmedizin und  
Funktionslehre  
der Medizinischen Fakultät Charité – Universitätsmedizin Berlin

DISSERTATION

Untersuchungen zur verlässlichen Bestimmung der kritischen  
Risszähigkeit hochfester dentaler Keramiken

zur Erlangung des akademischen Grades

Doctor medicinae dentariae (Dr. med. dent.)

vorgelegt der Medizinischen Fakultät  
Charité – Universitätsmedizin Berlin

von

Maxi Preuß

aus Berlin

Datum der Promotion: 03.12.2021



## Inhaltsverzeichnis

<b>0. Abstrakt</b> .....	<b>9</b>
<b>1. Einleitung</b> .....	<b>11</b>
<b>2. Literaturübersicht</b> .....	<b>13</b>
2.1 Einteilung dentaler Keramiken und Indikationen .....	13
2.2 Struktur von Zirkondioxidkeramik.....	14
2.3 Werkstoffkundliche Eigenschaften und Prüfung .....	17
2.3.1 Biegefestigkeit $\sigma_b$ .....	17
2.3.2 E-Modul .....	17
2.3.3 Härteprüfung.....	18
2.3.4 Kritische Risszähigkeit .....	18
<b>3. Problem und Aufgabenstellung</b> .....	<b>21</b>
<b>4. Material und Methoden</b> .....	<b>22</b>
4.1 Materialübersicht .....	22
4.2 Probenvorbereitung .....	23
4.3 Probenuntersuchung.....	25
4.3.1 Bestimmung der Rauheit.....	25
4.3.2 Bestimmung der Biegefestigkeit .....	25
4.3.3 Bestimmung des Weibullmoduls.....	26
4.3.4 Bestimmung der Vickers-Härte .....	26
4.3.5 Bestimmung der kritischen Risszähigkeit.....	27
4.3.5.1 Bestimmung der kritischen Risszähigkeit mittels Indenter-Methode.....	27
4.3.5.2 Bestimmung der kritischen Risszähigkeit mittels SENB .....	27
4.4 Statistik.....	30
<b>5. Ergebnisse</b> .....	<b>31</b>
5.1 Opake Zirkondioxidmaterialien .....	32
5.2 Transluzente Zirkondioxidmaterialien .....	41
5.3 Hochtransluzente Zirkondioxidmaterialien.....	50
5.4 ZV3 Materialien .....	59
<b>6. Diskussion</b> .....	<b>65</b>
6.1 Kritische Risszähigkeit .....	69
6.1.2 Bestimmung der kritischen Risszähigkeit mittels Indenter-Methode.....	69
6.1.3 Bestimmung der kritischen Risszähigkeit mittels SE(V)NB.....	75
<b>7. Schlussfolgerungen und Zusammenfassung</b> .....	<b>80</b>
<b>8. Literaturverzeichnis</b> .....	<b>82</b>

<b>9. Eidesstattliche Versicherung.....</b>	<b>85</b>
<b>10. Lebenslauf .....</b>	<b>87</b>
<b>11. Publikationsliste.....</b>	<b>88</b>
<b>12. Danksagung .....</b>	<b>89</b>

## Abbildungsverzeichnis

<b>Abbildung 1:</b> MPI-Metallforschung, Stuttgart: TEM-Aufnahme von tetragonalen $ZrO_2$ -Ausscheidungen in einer kubischen Mg-PSZ-Matrix .....	15
<b>Abbildung 2:</b> Kritische Korngröße für die spontane Umwandlung von $t \rightarrow m$ in Abhängigkeit des $Y_2O_3$ -Gehaltes .....	16
<b>Abbildung 3:</b> Fräsrohling .....	23
<b>Abbildung 4:</b> Bandsäge "Exakt" .....	24
<b>Abbildung 5:</b> Zum Sintern vorbereitete Probe .....	24
<b>Abbildung 6:</b> „Thermo-Star“ Sinterofen .....	24
<b>Abbildung 7:</b> „Isomet-Low-Speed“-Säge .....	24
<b>Abbildung 8:</b> Vorrichtung zum Einsägen der Kerbe für den SENB .....	24
<b>Abbildung 9:</b> Schematische Darstellung des Biegeversuchs .....	25
<b>Abbildung 10:</b> Schematische Darstellung eines Härteeindrucks mit 4 Rissen .....	27
<b>Abbildung 11:</b> "Keyence"-Foto der eingesägten Kerbe bei Material C bei 200-facher Vergrößerung .....	28
<b>Abbildung 12:</b> SENB mit der "Zwick Z010" .....	28
<b>Abbildung 13:</b> "Keyence"-Foto einer Bruchfläche bei Material I bei 100-facher Vergrößerung .....	29
<b>Abbildung 14:</b> Darstellung der Daten in der Kastengrafik .....	30
<b>Abbildung 15:</b> Biegefestigkeit Material A in Abhängigkeit von der Probendicke .....	33
<b>Abbildung 16:</b> Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material A .....	33
<b>Abbildung 17:</b> E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material A .....	34
<b>Abbildung 18:</b> Biegefestigkeit Material B in Abhängigkeit von der Probendicke .....	36
<b>Abbildung 19:</b> Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material B .....	36
<b>Abbildung 20:</b> E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material B .....	37
<b>Abbildung 21:</b> Biegefestigkeit Material C in Abhängigkeit von der Probendicke .....	39
<b>Abbildung 22:</b> Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material C .....	39

<b>Abbildung 23:</b> E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material C .....	40
<b>Abbildung 24:</b> Biegefestigkeit Material D in Abhängigkeit von der Probendicke .....	42
<b>Abbildung 25:</b> Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material D .....	42
<b>Abbildung 26:</b> E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material D .....	43
<b>Abbildung 27:</b> Biegefestigkeit Material E in Abhängigkeit von der Probendicke .....	45
<b>Abbildung 28:</b> Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material E .....	45
<b>Abbildung 29:</b> E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material E .....	46
<b>Abbildung 30:</b> Biegefestigkeit Material F in Abhängigkeit von der Probendicke .....	48
<b>Abbildung 31:</b> Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material F .....	48
<b>Abbildung 32:</b> E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material F .....	49
<b>Abbildung 33:</b> Biegefestigkeit Material G in Abhängigkeit von der Probendicke .....	51
<b>Abbildung 34:</b> Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material G .....	51
<b>Abbildung 35:</b> E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material G .....	52
<b>Abbildung 36:</b> Biegefestigkeit Material H in Abhängigkeit von der Probendicke .....	54
<b>Abbildung 37:</b> Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material H .....	54
<b>Abbildung 38:</b> E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material H .....	55
<b>Abbildung 39:</b> Biegefestigkeit Material I in Abhängigkeit von der Probendicke .....	57
<b>Abbildung 40:</b> Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material I .....	57
<b>Abbildung 41:</b> E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material I .....	58
<b>Abbildung 42:</b> Biegefestigkeit Material J in Abhängigkeit von der Probendicke .....	60

<b>Abbildung 43:</b> Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material J .....	60
<b>Abbildung 44:</b> E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material J .....	61
<b>Abbildung 45:</b> Biegefestigkeit Material K in Abhängigkeit von der Probendicke .....	63
<b>Abbildung 46:</b> Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material K .....	63
<b>Abbildung 47:</b> E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material K .....	64
<b>Abbildung 48:</b> Übersicht über die Biegefestigkeiten der verschiedenen Materialien .....	66
<b>Abbildung 49:</b> Übersicht über die Weibullmoduln der untersuchten Materialien unter Berücksichtigung der Probendicke .....	67
<b>Abbildung 50:</b> Übersicht über die im Biegeversuch ermittelten E-Moduln .....	68
<b>Abbildung 51:</b> Übersicht über die Vickers-Härte 0,8 mm dicker Proben aller untersuchten Materialien bei Belastung mit 3 kp (HV3), 5 kp (HV5) und 10 kp (HV10) .....	68
<b>Abbildung 52:</b> Schematische Darstellung radialer Risse nach [27] anhand eines Indentereindrucks auf einer geprüften Keramikprobe .....	70
<b>Abbildung 53:</b> Schematische Darstellung der Entwicklung von Vickers-Rissen aus [27] .....	72
<b>Abbildung 54:</b> Helle Spannungsfelder um den Indentereindruck bei einer hochtransluzenten Keramikprobe (Material H DSZ 45) nach einer Belastung mit 49 N .....	73
<b>Abbildung 55:</b> Übersicht über die kritische Risszähigkeit aus dem Indenter-Test der verschiedenen Materialien bei 0,8 mm Probendicke und verschiedenen Belastungen .....	74
<b>Abbildung 56:</b> Vergleich der $K_{Ic}$ -Mittelwerte 0,8 mm dicker Proben bei Belastung mit 29,4 N (HV3), 49 N (HV5) und 98 N (HV10) .....	75
<b>Abbildung 57:</b> Kritische Risszähigkeit aus dem SENB .....	76
<b>Abbildung 58:</b> Vergleich der bestimmten $K_{Ic}$ -Werte aus dem Indenter-Versuch ( $K_{Ic}$ und $K_{Ic \text{ Riss max.}}$ ) 0,8 mm dicker Proben bei einer Belastung mit 49 N und dem SENB .....	77
<b>Abbildung 59:</b> Rangfolge der 0,8 mm dicken untersuchten Materialien bei den verschiedenen Untersuchungen .....	78
<b>Abbildung 60:</b> Einteilung der untersuchten Materialien in die fünf Keramik-Klassen, definiert durch Biegefestigkeit und kritische Risszähigkeit nach Norm [17] in Anlehnung an [33, 34] .....	79

## Tabellenverzeichnis

<b>Tabelle 1:</b> Übersicht über die untersuchten Zirkondioxidkeramikmaterialien, deren Qualität, Zusammensetzung und Hersteller .....	22
<b>Tabelle 2:</b> Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material A = 3Y-TZP Tosoh .....	32
<b>Tabelle 3:</b> Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material B = 3Y-TZP Daiichi.....	35
<b>Tabelle 4:</b> Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material C = Ce-Y-TZP .....	38
<b>Tabelle 5:</b> Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material D (Zpex) = 3Y-TZP transluzent Tosoh .....	41
<b>Tabelle 6:</b> Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material E = 3Y-TZP transluzent Daiichi .....	44
<b>Tabelle 7:</b> Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material F = 3Y-TZPtransluzent A4 Tosoh .....	47
<b>Tabelle 8:</b> Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material G = 5Y-FSZ hochtransluzent Tosoh .....	50
<b>Tabelle 9:</b> Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material H = 5Y-FSZ hochtransluzent Daiichi .....	53
<b>Tabelle 10:</b> Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material I = 5Y-FSZ hochtransluzent A4 Tosoh .....	56
<b>Tabelle 11:</b> Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material J = 3Y-TZP ZV2 2 .....	59
<b>Tabelle 12:</b> Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material K = 3Y-TZP ZV2 3 .....	62
<b>Tabelle 13:</b> Veränderung der kritischen Risszähigkeit [MPa√m] in Abhängigkeit von Risslänge, E-Modul, Belastung und Probendicke .....	73

# 0. Abstrakt

## Abstrakt

In der tetragonalen Phase stabilisierte Zirkoniumdioxidkeramik wird aufgrund der guten Ästhetik und Korrosionsbeständigkeit in der zahnmedizinischen Prothetik schon seit Jahren erfolgreich als Substitut für metallische Konstruktionen eingesetzt. Das Bestreben, die Ästhetik, hier insbesondere die Transluzenz, zu verbessern, hat dazu geführt, dass zudem nun auch in der kubischen Phase stabilisierte Zirkoniumdioxidkeramiken angeboten werden. Voraussetzung dafür ist, den hohen Belastungen in der Mundhöhle trotz kleiner Dimensionen standzuhalten. Ziel dieser Arbeit war es, die mechanischen Eigenschaften Biegefestigkeit, E-Modul, Härte und kritische Risszähigkeit von fünf opaken, drei transluzenten und drei hochtransluzenten Zirkondioxidmaterialien zu untersuchen und zu bewerten. Da es im Hinblick auf die kritische Risszähigkeit unterschiedliche Ansichten zur Akzeptanz geeigneter Testmethoden gibt, wurden vergleichende Untersuchungen mit dem Indenter-Test (Indentation Fracture = IF) und dem Single-Edge-Notched-Beam-Test (SENB) durchgeführt.

Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten opaken und transluzenten  $ZrO_2$ -Keramiken besitzen vergleichbare Werte im Hinblick auf ihre Biegefestigkeit mit im Minimum 790 MPa und im Maximum 1065 MPa zum einen und ihre kritische Risszähigkeit mit 4,2 bis 5,8 MPaVm im SENB zum anderen. Eine grobe Einordnung der  $ZrO_2$ -Keramik ist anhand ihrer Biegefestigkeit möglich, aber auch die Kenntnis der kritischen Risszähigkeit, die in der ISO Norm 6872:2015 für dentale Keramiken nur im Anhang betrachtet wird, ist entscheidend. Denn die für Klasse 5, für alle Indikationen geeignet, in der Norm geforderte Biegefestigkeit von 800 MPa wird meist erreicht, aber die kritische Risszähigkeit liegt in Abhängigkeit von der Testmethode unter 5 MPaVm. Daher sind die untersuchten Materialien in Klasse 4 einzuordnen und für maximal dreigliedrige Brücken indiziert. Die hochtransluzenten Materialien mit ihrer geringen Biegefestigkeit von im Mittel 313 MPa und kritischer Risszähigkeit unter 4 MPaVm werden in Klasse 2 und 3 gruppiert und eignen sich nur als Kronen oder Frontzahnbrücken.

Bei allen Materialien wurde eine Diskrepanz zu den von den Herstellern angegebenen Materialkennwerten festgestellt. Die Indikationsbreite, insbesondere für das untersuchte hochtransluzente Zirkondioxid, wird daher kritisch gesehen.

## Abstract

Because of better esthetics and resistance to corrosion compared with dental alloys tetragonal stabilized zirconia is successfully used to substitute them since years. In order to improve the esthetics, i.e. especially translucence, cubic zirconia is offered recently. Therefore, it has to stand high mechanical stress in the oral cavity despite of small dimensions. This work aims to examine and evaluate bending strength, Young's modulus, hardness and fracture toughness of five opaque, three translucent and three high translucent zirconia materials. Since there are different opinions about acceptable testing methods for fracture toughness, Indentation Fracture (IF) and Single-Edge-Notched-Beam (SENB) were applied for comparison.

In the context of this work tested opaque and translucent zirconia materials have similar bending strengths of 790 MPa minimum to 1065 MPa and fracture toughnesses of 4,2 to 5,8 MPaVm in IF 5,6 to 6,3 MPaVm in SENB. A rough classification of a ceramic material is possible based on its bending strength. However, knowledge of its fracture toughness, which is only mentioned in the appendix of the International Standard for Dental Ceramics 6872:2015, is also crucial. This is because 800 MPa bending strength, that is claimed in the Standard for use of all indications (class 5), can be achieved often, but fracture toughness is - in dependence of the testing method - mostly below 5 MPaVm. Hence, the tested materials should be grouped in class 4 and might be used for dental bridges with three units only. For the examined high translucent zirconia materials, bending strengths of 313 MPa in average and fracture toughnesses below 4 MPaVm were established. Therefore, they are classified in class 2 and 3. They should be used as single crowns or bridges in the anterior part of the mouth only.

For all tested materials, discrepancies to the manufacturer's specifications have been found. Therefore, the field of applications, especially for the high translucent zirconia, has to be questioned.

# 1. Einleitung

Von Anbeginn ist das Ziel der zahnmedizinischen Tätigkeit neben der Schmerzbeseitigung die Rehabilitation der Funktion und Ästhetik des Gebisses. Dazu liegt es nahe, ein Material nutzen zu können, das mechanisch und optisch den Zähnen gleicht. Aufgrund verlässlicher mechanischer Eigenschaften ist der Einsatz von metallischen Konstruktionen - mit oder ohne Verblendung - in der Zahnmedizin allgegenwärtig und hat sich über Jahrzehnte bewährt. Das umfasst u.a. Implantate, Kronen, Brücken, Inlays und Gerüste oder Verankerungssysteme herausnehmbaren Zahnersatzes. Die entscheidenden Nachteile der metallischen Konstruktionen bestehen jedoch in der reduzierten Ästhetik und der Freisetzung von Korrosionsprodukten [1-3].

Daraus ergibt sich das Bestreben, diese durch andere Materialien wie Kunststoffe oder Keramiken zu substituieren. Keramische Konstruktionen haben den Vorteil, dass keine Wechselwirkungen zu anderen Materialien in der Mundhöhle auftreten und somit auch keine Korrosionsprodukte austreten, in den Organismus des Patienten gelangen, physiologische Prozesse und damit dessen Gesundheit beeinflussen können [2, 4].

Weiterhin gleichen sie den Zähnen in Opazität und Farbe. So treten beispielsweise auch nach längerer intraoraler Verweildauer keine dunklen Ränder wie bei verblendeten Metallkronen an der Restauration in Erscheinung. Nachteilig ist, dass Keramiken wesentlich fraktur anfälliger sind als Metalle, bzw. Legierungen. Bei der Kombination unterschiedlicher Keramiken - einem Zirkondioxid-Gerüst mit Silikatkeramik-Verblendung - treten häufig Abplatzungen auf, da keine chemischen Interaktionsmöglichkeiten zwischen ihnen vorliegen [5, 6].

Das Spektrum der Dentalkeramiken hat sich in den vergangenen Jahren deutlich erweitert, nicht zuletzt durch die Weiterentwicklung der Zirkoniumdioxid( $ZrO_2$ )-basierten Keramiken. Die Veränderung ihrer Materialzusammensetzung führte dazu, dass verschiedene Farben und Transluzenzen auf dem Markt verfügbar sind und der Einsatz als monolithische Restauration ermöglicht wird. Damit kann die Hauptversagensursache - das Abplatzen der Verblendung, vermieden werden. Entscheidend für den Ersatz der metallischen Werkstoffe ist jedoch, dass das Material den Belastungen im Mund trotz sehr kleiner Dimensionen standhält. Dies muss selbstverständlich auch für Keramiken gelten. Die Kenntnis ihrer mechanischen Eigenschaften ist dazu fundamental. Diese sind Biegefestigkeit, E-Modul, Härte, Bruchzähigkeit (i.e. kritische Risszähigkeit) und Wärmeausdehnungskoeffizient. Nur aus der Kenntnis dieser Daten lässt sich die Indikation für ein bestimmtes Material richtig stellen und seine notwendige Dimensionierung festlegen.

Die von den Herstellern der Keramiken angegebenen Materialkennwerte sind meist Maximalwerte und es fällt oft schwer nachzuvollziehen, wie diese zustande gekommen sind. Auf Grundlage der ISO Norm 6872:2015 für keramische Werkstoffe in der Zahnheilkunde wurden in dieser Arbeit elf Zirkoniumdioxid-Keramiken verschiedener Transluzenz bezüglich ihrer Härte, ihres E-Moduls, ihrer Biegefestigkeit und kritischen Risszähigkeit untersucht.

Bei der Vickers-Härteprüfung ergaben sich mit den Herstellerangaben vergleichbare Werte über 1250 HV (entspricht rund 12300 N/mm<sup>2</sup>). Die Härte einer Dentalkeramik ist allerdings in Bezug auf ihre Stabilität wenig aussagekräftig und übersteigt in der Regel die Härte von Zahnschmelz (300 - 400 HV) und Dentin (50 - 100 HV) [7, 8].

Der E-Modul wird anhand der Nano-Indentation bestimmt und ist mit 210 GPa deutlich höher als der E-Modul aus Biegefestigkeitsuntersuchungen. Der Biege-E-Modul ist jedoch als realistischer einzuschätzen, da klinisch relevante Materialstärken betrachtet und Stabilität und Flexibilität des Materials gleichzeitig einbezogen werden. So kommt es nicht zu einer Überbewertung der mechanischen Stabilität.

Bei der Bestimmung der kritischen Risszähigkeit (Bruchzähigkeit) gibt es kontroverse Ansichten über akzeptable Testmethoden [9-14]. Sie ist eine wesentliche Materialkenngröße zur Einschätzung der Stabilität, rückt in der Norm allerdings in den Anhang. Das Problem besteht darin, eine geeignete Prüfmethode für nanokristalline hochfeste Yttrium-stabilisierte Zirkondioxidkeramik zu finden, bei der ein scharfer Anriss bzw. reproduzierbare Risse erzeugt werden. In dieser Arbeit werden die Indenter-Technik (Indentation Fracture = IF) und der Single-Edge-V-Notched-Beam (SENVB) bzw. Single-Edge-Notched-Beam (SENB) miteinander verglichen.

## 2. Literaturübersicht

### 2.1 Einteilung dentaler Keramiken und Indikationen

Die ISO Norm 6872:2015 teilt Keramiken für festsitzenden Zahnersatz anhand ihrer Biegefestigkeit in fünf Klassen ein, aus denen sich ihre empfohlenen Indikationen ableiten. Sinnvoll ist die Gruppierung anhand der chemischen Struktur, da ihre gemeinsame Minimaldefinition darin besteht, anorganisch und nichtmetallisch zu sein. Durch den Sintervorgang entsteht aus der Rohmasse das Produkt mit seinen werkstofftypischen Eigenschaften. Keramik mit einem Gefüge, in dem Korngrößen unter 0,1 mm vorliegen, bezeichnet man als Feinkeramik. Zur Feinkeramik gehört - neben beispielsweise Geschirrkераmik oder Schleifmitteln auf keramischer Basis - die technische Keramik, die sich in Silikat-, Oxid- und Nichtoxidkeramik gliedert. In der Zahnmedizin kommen Silikat- und Oxidkeramik zum Einsatz [15].

Silikatkeramiken besitzen mehrere Phasen: Die Glasmatrix aus Siliziumdioxid ( $\text{SiO}_2$ ) mit eingelagerten Feldspat-, Leuzit-, Lithiumsilikat- oder Lithiumdisilikatkristallen. Feldspat(FS)- und Leuzit-haltige (L) Silikatkeramiken finden aufgrund ihrer guten optischen Eigenschaften, aber geringer Festigkeit (Biegefestigkeit FS rund 150 MPa, L 160 MPa) hauptsächlich Verwendung als Verblendung, Inlay, Onlay oder Einzelkrone im Frontzahnbereich. Aufgrund ihrer Biegefestigkeit über 300 MPa können Lithiumsilikat- (Biegefestigkeit bis 420 MPa) und Lithiumdisilikatkeramiken (Biegefestigkeit rund 350 MPa) hingegen auch für Kronen und bis zu dreigliedrige Brücken (Brücken ohne Molarenrestorationen) eingesetzt werden.

Höchste Festigkeiten erreichen dichtgesinterte Oxidkeramiken, im zahnmedizinischen Bereich auf Basis von Aluminiumoxid( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) oder Zirkoniumdioxid( $\text{ZrO}_2$ ). Zirkoniumdioxidkeramik mit einer Biegefestigkeit von 800 MPa bis 1200 MPa ist dabei für alle Indikationen - sowohl als Gerüst, als auch monolithisch - geeignet [16, 17].

Hybridkeramiken bestehend aus Lanthanglas infiltrierten  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - oder  $\text{ZrO}_2$ -Gerüsten liegen mit ihrer Biegefestigkeit (infiltriertes  $\text{Al}_2\text{O}_3$  rund 500 MPa, infiltriertes  $\text{ZrO}_2$  rund 600 MPa) zwischen den Silikat- und Oxidkeramiken [18].

## 2.2 Struktur von Zirkondioxidkeramik

In Abhängigkeit von der Temperatur gibt es bei Zirkoniumdioxid drei (bzw. vier) verschiedene Modifikationen (i.e. Kristallsysteme)[19, 20]:

1. die monokline  $\alpha$ -Modifikation mit dem siebenfach koordinierten  $Zr^{4+}$ , bei dem der einen Hälfte der  $O^{2-}$  drei  $Zr^{4+}$  in fast ebener Koordination benachbart sind, der anderen Hälfte vier  $Zr^{4+}$  in verzerrter tetraedrischer Koordination,
2. die tetragonale  $\beta$ -Modifikation mit dem achtfach koordinierten Zirkon-Ion mit vier Sauerstoff-Ionen im Abstand von 2,065 Å und vier  $O^{2-}$  im Abstand von 2,455 Å und
3. die kubisch-flächenzentrierte  $\gamma$ -Hochtemperaturmodifikation mit dem ebenfalls achtfach koordinierten  $Zr^{4+}$  mit identischen Atomabständen zu den Sauerstoff-Ionen von 2,193 Å. (1 Å = 100 pm, oder 0,1 nm)

Beim Abkühlen von Zirkoniumdioxid kommt es bei 1130° C zu einer Phasentransformation von  $t \rightarrow m$  verbunden mit einer Volumenzunahme von ca. 5 % (5 - 8 % [21], 4 % [22]). Aufgrund der dadurch erzeugten Spannungen kann es zu Rissbildung kommen. Daher ist es nicht möglich, (große) Werkstücke aus reinem Zirkoniumdioxid herzustellen [20].

Durch Dotierung mit Oxiden allovalenter Kationen wie  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Y^{3+}$ , die den Platz des  $Zr^{4+}$  im Gitter einnehmen (Substitutionsmischkristall), bilden sich zur Aufrechterhaltung der Elektroneutralität im Kristall Sauerstoffleerstellen aus, die zu einer Stabilisierung der tetragonalen und kubischen Modifikation bei Raumtemperatur führen [21 - 23].

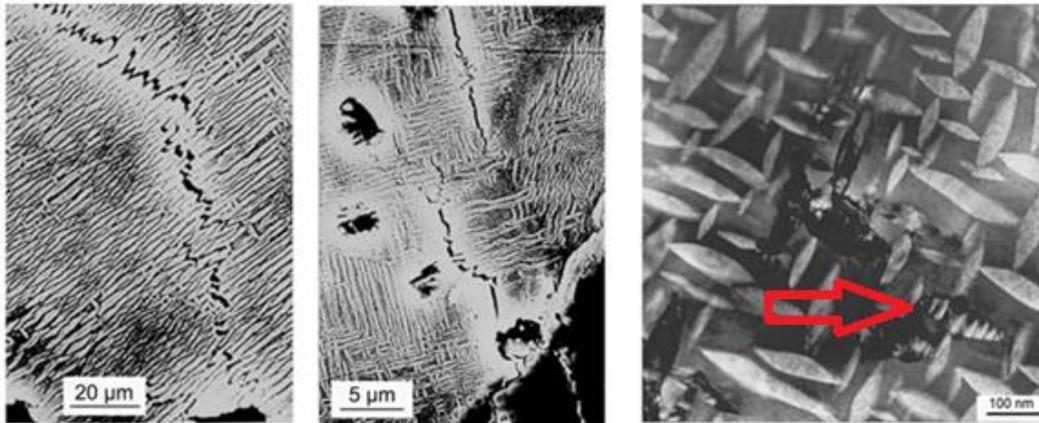
Die strukturmodifizierten Zirkoniumdioxidkeramiken werden bezeichnet als:

Partially Stabilized Zirconia (**PSZ**) = teilstabilisiertes Zirkoniumdioxid,

Tetragonal Zirconia Polycrystal (**TZP**) = tetragonal stabilisiertes Zirkoniumdioxid und

Fully Stabilized Zirconia (**FSZ**) = vollstabilisiertes Zirkoniumdioxid.

Beim **PSZ** liegen mindestens zwei verschiedene Phasen vor. Dabei handelt es sich um eine kubische Zirkoniumdioxid-Matrix mit feinen elliptischen tetragonalen Ausscheidungen, die durch geeignete Temperaturführung beim Abkühlen (erst schnell von der Sintertemperatur 1700 - 1800° C mit 500 - 100 K/h auf 1400° C, dann isotherme Haltezeit von ca. 5 h) erzeugt werden (*siehe Abb. 1*). Die Sinterung erfolgt im kubischen Stabilitätsbereich knapp oberhalb der Phasengrenze und führt zur Ausbildung grober Gefüge mit Korngrößen von 30 bis 100 µm. Ein typischer Vertreter der Gruppe ist Mg-PSZ mit einem Gehalt von 8 - 10 mol% MgO.



**Abbildung 1:** MPI-Metallforschung, Stuttgart: TEM-Aufnahme von tetragonalen  $ZrO_2$ -Ausscheidungen in einer kubischen Mg-PSZ-Matrix. Ein Teil der linsenförmigen Körner hat sich bereits weiter in die monokline Modifikation umgewandelt, was an den charakteristischen Zwillinglamellen erkennbar ist (roter Pfeil rechts). Aus [21], Bildreihenfolge 1 und 2 getauscht.

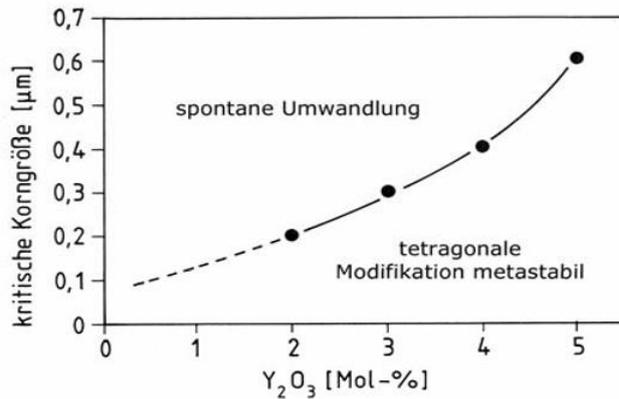
In der Zahnmedizin werden bzw. wurden neben Mg-PSZ (DCS) mit einer Biegefestigkeit bis 600 MPa und kritischen Risszähigkeit bis 25 MPa $\sqrt{m}$  auch Ca-PSZ, Y-PSZ und Ce-PSZ eingesetzt [20, 22].

**TZP** mit dem größtmöglichen Gehalt der metastabilen - also der umwandlungsfähigen Phase - und damit größter Festigkeit von 800 bis 1500 MPa und kritischer Risszähigkeit bis 10,5 MPa $\sqrt{m}$  ist als Werkstoff von besonderem Interesse [5, 14-16, 22, 24].

Die initiale Umwandlung von tetragonalen Körnern wird beeinflusst von der Herstellung und dem sogenannten Ungleichgewichtszustand. Dieser umfasst:

- die Korngröße und den Stabilisatorgehalt
- die spezifische Anordnung der Körner zur Oberfläche
- Eigenspannungen im Werkstück und
- den Anteil der kubischen Phase.

Die kritische Korngröße für eine  $t \rightarrow m$  Umwandlung ist zum einen abhängig von mechanischen Restriktionen wie Spannungen im Material, zum anderen vom Stabilisatorgehalt. So liegt sie bei 0,2  $\mu m$  bei 2 Mol%  $Y_2O_3$  und bei 0,3  $\mu m$  bei 3 Mol%  $Y_2O_3$  (siehe Abb. 2).



**Abbildung 2:** Kritische Korngröße für die spontane Umwandlung von  $t \rightarrow m$  in Abhängigkeit des  $Y_2O_3$ -Gehaltes. Aus [21].

Das Kornwachstum kann durch Zugabe von verschiedenen Oxiden, z.B.  $CuO$ ,  $Sc_2O_3$  und  $Al_2O_3$  gehemmt werden. Eine spontane Umwandlung der Kristalle an der Oberfläche ( $t \rightarrow m$ ) führt zu einer starken Abnahme der Festigkeit [20].

Durch Erhöhung des Gehalts des stabilisierenden Oxids wird die kubische Phase bei Raumtemperatur vollständig stabilisiert. Beim **FSZ** kann keine Phasenumwandlung stattfinden, da keine tetragonalen Anteile vorliegen. Eine Umwandlung der kubischen in die monokline Phase ist nicht möglich [20, 24].

5Y-FSZ besitzt eine sehr gute Transluzenz, was den Einsatz als hoch ästhetisches Zahnersatzmaterial verspricht. Da die Festigkeit mit rund 300 MPa aufgrund fehlender Phasenumwandlungsmöglichkeit dabei aber unter der der Lithiumsilikat- und Lithiumdisilikatkeramiken liegt [16, 25], ist fraglich, warum es anstelle dieser langjährig erprobten Keramiken eingesetzt werden sollte.

Ein Problem der metastabilen Zirkondioxidkeramik, insbesondere Y-TZP, ist die Anfälligkeit zur Alterung in feuchter Umgebung, die so genannte Low-Temperature-Degradation (LTD). Die durch das dreiwertige Yttriumion entstandenen Sauerstoffleerstellen ermöglichen eine Diffusion von Hydroxylgruppen ins Gitter und stellen aufgrund von Spannungsrissskorrosion Ausgangspunkte für eine Phasenumwandlung dar. Infolge der  $t \rightarrow m$ -Umwandlung kommt es zur Erhöhung der Oberflächenrauigkeit, Bildung von Mikrorissen an der Oberfläche und zur Freisetzung von - wenn auch vermutlich bioinerten - Partikeln (bei Implantaten ins Gewebe). Entlang der Mikrorisse kann Wasser tiefer ins Zirkonoxid eindringen [20].

Durch Zugabe kleiner Mengen Kieselsäure, 0,25 wt%  $Al_2O_3$ , die Verwendung Yttriumummantelter anstelle von durch Kopräzipitation gewonnener Ausgangspulver und kleine Korngrößen soll die Alterung herausgezögert oder verhindert werden [20, 25, 26].

Eine weitere Alternative stellt  $CeO_2$ -stabilisiertes Zirkoniumdioxid (8 mol%  $CeO_2$ ) mit einer kritischen Risszähigkeit bis zu 20  $MPa\sqrt{m}$  dar, welches eine zu vernachlässigende Alterung innerhalb des Nutzungszeitraumes eines Implantats (o. a. Zahnersatzes) aufweist [16, 20].

## 2.3 Werkstoffkundliche Eigenschaften und Prüfung

Um sicher zu stellen, dass eine Konstruktion dauerhaft ihre Funktion im Patientenmund behält, muss sie bestimmten Anforderungen genügen. Daher erfolgt die Vorgabe von Grenzwerten der mechanischen Eigenschaften Biegefestigkeit, E-Modul, Härte und kritische Risszähigkeit.

### 2.3.1 Biegefestigkeit $\sigma_b$

$$(1) \quad \sigma_b = \frac{3Fl}{2bh^2} [MPa]$$

$\sigma_b$  - Biegefestigkeit

F - Versagenslast

l - Probenlänge

h - Probenhöhe

b – Probenbreite

Die Biegefestigkeit stellt aufgrund der am umfassendsten untersuchten Testmethoden die wichtigste Größe zur Abschätzung der Festigkeit eines Materials dar und berechnet sich aus der Versagenslast. Sie hängt insbesondere von der Probengeometrie und der Oberflächenbeschaffenheit (Rauheit) ab, aber auch Belastungsgeschwindigkeit, Geometrie des Prüfgeräts, Umgebungsfeuchtigkeit und Temperatur haben einen Einfluss. Als Prüfverfahren für keramische Werkstoffe sind nach Norm [17] die Drei-Punkt-Biegung, Vier-Punkt-Biegung und biaxiale Biegung (Stempel-auf-drei-Kugeln) zulässig. Die Werte beim Drei-Punkt-Biegeversuch sind etwa 30 % größer als beim Vier-Punkt-Verfahren, da ein Bereich mit konstantem Biegemoment erzeugt wird. Teilstabilisierte Zirkoniumdioxidkeramiken erreichen in der Regel die in der Norm geforderten 800 MPa für Klasse 5 Keramik. Aufgrund fehlender Angabe der Testmethode ist ein Vergleich der Daten jedoch häufig erschwert [15, 17, 27].

### 2.3.2 E-Modul

Durch polare Bindungen besitzt Keramik im Vergleich zu metallischen Werkstoffen eine große Steifigkeit. Das bedeutet, dass sie sich bei Belastung (Zug, Druck, Torsion) deutlich weniger verformt und somit einen hohen Elastizitäts- (Dehnungs- oder Youngscher-)Modul hat. Für Zirkoniumdioxidkeramik werden in der Literatur und von Herstellern Werte bis 210 GPa angegeben [15, 27, 28]. Dabei wurden diese Werte anhand der Nano-Indentation an Einkristallen bestimmt. Poren, die im Material immer vorhanden sind, führen allerdings zu einer deutlichen Verkleinerung des E-Moduls. Daher sind Werte, die z.B. aus Biegefestigkeits-

untersuchungen anhand der Verformung (Längenänderung) einer Probe mit praxisrelevanter Materialstärke bei bestimmter Belastung (Spannung) ermittelt wurden, als realistischer einzuschätzen. Denn es gilt:

$$(2) \quad E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad [GPa]$$

E - E-Modul

$\sigma$  - Spannung

$\varepsilon$  – relative Längenänderung  $\Delta l/l_0$

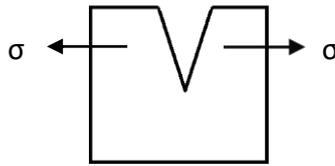
### 2.3.3 Härteprüfung

Die Härte ist eine Oberflächeneigenschaft fester Stoffe und entspricht dem Widerstand, den ein Körper dem Eindringen eines anderen Körpers entgegensetzt [28]. Ihre Prüfung dient der groben Ersteinschätzung des Materials und kann auf verschiedene Weise erfolgen. Die Ritzhärte nach Mohs und Schleifhärte sind als Prüfverfahren für technische Keramik nicht üblich, sondern Indentations-Methoden. Dabei wird die Probe für eine bestimmte Zeit mit einem geometrischen Körper belastet und die Härte aus der danach verbleibenden Deformation an der Oberfläche berechnet. Als geometrische Körper werden zum Beispiel nach *Rockwell* ein Diamantkegel mit 120° Spitzenwinkel und 0,2 mm Radius, nach *Brinell* eine Hartmetallkugel mit einem Durchmesser von 1 bis 10 mm, nach *Knoop* eine Diamantpyramide mit rhombischer Grundfläche und Spitzenwinkeln von 172,5° für die lange und 130° für die kurze Seite und nach *Vickers* eine Diamantpyramide mit quadratischer Grundfläche und 136° Spitzenwinkel zwischen zwei gegenüberliegenden Pyramidenflächen eingesetzt. Üblich ist die Angabe der Vickershärte in N/mm<sup>2</sup> oder MPa mit Angabe der verwendeten Last, da kleinere Belastungen zu größeren Härtewerten führen können [15].

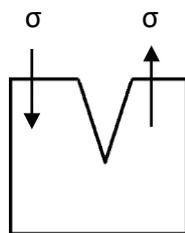
### 2.3.4 Kritische Risszähigkeit

Auch wenn die kritische Risszähigkeit  $K_{Ic}$  (Bruchfestigkeit) in der Norm als wichtige Eigenschaft von Dentalkeramiken eingestuft wird, ist sie nur im Anhang zu finden [17]. Sie beschreibt den Widerstand, den der Werkstoff der Ausbreitung eines vorhandenen Anrisses entgegensetzt. Der Spannungsintensitätsfaktor  $K$  drückt dabei die Bruchgefährdung aus, die von einem Anriss in der Probe bzw. in dem Werkstück ausgeht. Wird von außen die Spannung  $\sigma$  (Kraft) aufgebracht, kommt es in Abhängigkeit ihrer Richtung und Größe, der Länge des Anrisses und der Geometrie der Probe und des Risses zum instabilen Risswachstum und zum Bruch. Es werden drei Modi der Rissausbreitung unterschieden:

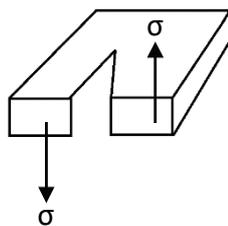
*Mode I* – einfache Rissöffnung



*Mode II* - Längsscherriss



*Mode III* – Querscherriss



*Mode I* ist am relevantesten und damit auch der Spannungsintensitätsfaktor Mode I  $K_I$ . Der Wert, der das Eintreten instabilen Risswachstums kennzeichnet, ist die kritische Risszähigkeit  $K_{Ic}$ . Experimentelle Methoden zur Bestimmung der Bruchzähigkeit beinhalten daher die Erzeugung eines Risses, Messung der Bruchlast bzw. Bruchspannung und die anschließende Berechnung von  $K_{Ic}$  nach folgender Beziehung [17, 27, 28]:

$$(3) \quad K_{Ic} = \sigma\sqrt{aY} \quad [MPa\sqrt{m}]$$

$\sigma$  - aufgebrachte Spannung

$a$  - Länge des Anrisses

$Y$  - Geometriefaktor

Aufgrund der polaren Bindungen innerhalb der Keramik (Kristalle) ist sie spröde, d.h. dass das Werkstück überlastende Spannungen nicht wie bei Metallen und Legierungen durch Verformung abgebaut werden können, sondern sich an Materialfehlern konzentrieren. Wird dort die kritische Risszähigkeit überschritten, kommt es zum instabilen Risswachstum und zum Materialversagen. Ziel ist es daher, dass das Material möglichst wenige und kleine Defekte, die bei der Herstellung im Gefüge oder bei der Bearbeitung an der Oberfläche entstehen, enthält [23, 29].

Die  $K_{Ic}$ -Bestimmung ist bei keramischen Werkstoffen aufgrund der Probleme, einen scharfen Anriss, i.e. einen kleinen Kerbspitzenradius, zu produzieren, schwierig. Insbesondere gilt dies für hochfeste polykristalline Zirkoniumdioxidkeramiken. Es existieren verschiedene Prüfmethode, darunter Zugfestigkeitsuntersuchungen an einseitig gekerbten Proben (z.B. Compact Tension **CT**), Biegefestigkeitsuntersuchungen an einseitig gekerbten Proben (z.B. Single-Edge-V-Notched-Beam **SENVB** oder Chevron-Notched-Beam **CNB**) und an Proben mit einem zuvor zugefügten Oberflächendefekt (Single-Edge-Pre-cracked-Beam **SEPCB**) oder vorausgegangener Indentation (Indentation Strength **IS**) und Methoden, bei denen scharfe Anrisse durch Härteeindrücke erzeugt werden (Indentation Fracture **IF**). Am gängigsten ist die Indenter-Methode mit Vickers-Härteeindrücken, die auf Arbeiten von Evans und Charles zurück geht und später von Niihara et al., Anstis et al. und Lawn et al. erweitert wurde [30].

Bei der Indenter-Methode wird die kritische Risszähigkeit anhand der Eindrucksdiagonalen- und Risslänge, der Härte und dem E-Modul berechnet. In Abhängigkeit von der Rissgeometrie existieren diverse Rechenansätze [27]. Da die Rissgeometrie in der Regel nicht eindeutig bestimmbar ist und durch die vielen verschiedenen Rechenansätze Diskrepanzen zwischen den ermittelten  $K_{Ic}$ -Werten unterschiedlicher Untersuchungen vorliegen, wird die Methode sehr unterschiedlich betrachtet, pro/neutral [9, 10, 14], bzw. contra [11 - 13].

### 3. Problem und Aufgabenstellung

Bei der Bestimmung der kritischen Risszähigkeit (Bruchzähigkeit) gibt es kontroverse Ansichten über akzeptable Testmethoden [9 - 14]. Sie ist eine wesentliche Materialkenngröße zur Einschätzung der Stabilität und Qualität eines Materials, rückt in der Norm [17] allerdings in den Anhang. Das Problem besteht darin, eine geeignete Prüfmethode für nanokristalline hochfeste Yttrium-stabilisierte Zirkondioxidkeramik zu finden, bei der ein scharfer Anriss bzw. reproduzierbare Risse erzeugt werden. In dieser Arbeit werden die Indenter-Technik (Indentation Fracture **IF**) und der Single-Edge-V-Notched-Beam (**SENVB**) bzw. Single-Edge-Notched-Beam (**SENB**) miteinander verglichen.

Weiterhin wird betrachtet, inwieweit die Ergebnisse der Untersuchungen mit den Angaben der Hersteller vergleichbar sind.

Die Aufgabe dieser Arbeit besteht daher in der Herstellung geeigneter Prüfkörper aus verschiedenen Zirkondioxidkeramikmaterialien und deren werkstoffkundlicher Prüfung. Dies umfasst die Bestimmung der Rauheit, der Drei-Punkt-Biegefestigkeit, des Biege-E-Moduls, der Vickershärte und der kritischen Risszähigkeit aus dem Indenter-Versuch und dem SENB.

## 4. Material und Methoden

Für die Untersuchungen in dieser Arbeit standen vorgesinterte Fräsrohlinge (Ronden) der Firma pritidenta® mit einem Durchmesser von 98,5 mm und einer Dicke von 14 mm zur Verfügung. Das waren jeweils eine opake, eine transluzente und eine hochtransluzente Zirkondioxidkeramik-Ronde der Keramikhersteller Tosoh und Daiichi, zusätzlich eine transluzente und eine hochtransluzente Ronde des Herstellers Tosoh in der Farbe A4 und zwei Ronden eines Ceroxid-haltigen Versuchsmaterials. Weiterhin stand eine kleine Menge vorgesintertes Zirkondioxid der zweiten und dritten Generation der Firma ZV3 zur Verfügung. Eine Übersicht der Materialien ist in Tabelle 1 dargestellt.

### 4.1 Materialübersicht

**Tabelle 1:** Übersicht über die untersuchten Zirkondioxidkeramikmaterialien, deren Qualität, Zusammensetzung und Hersteller. \* : Aluminiumoxid-, Hafniumoxid- und Ceroxidanteile, andere Substanzen, sowie Korngrößen nicht angegeben.

Material	Qualität	Bezeichnung	LOT	Dotierung in Mol %*	Yttriumoxid-Gehalt in Gew.-%	Hersteller
<b>A</b>	opak	TZ-3YSB-E	Z 118 14	3 mol Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,2	Tosoh
<b>B</b>	opak	HSY-3FSD	Z 127 14	3 mol Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,2	Daiichi
<b>C</b>	opak	Ce-Y-TZP Versuchsmaterial		3 mol Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,2	unbekannt
<b>D</b>	transluzent	Zpex	Z 157 T	3 mol Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,2	Tosoh
<b>E</b>	transluzent	HSY-3FSD-LA	Y 430 14 T	3 mol Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,2	Daiichi
<b>F</b>	transluzent A4	Zpex	3YZ-L64-100215-W-007-14-10A4T	3 mol Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,2	Tosoh
<b>G</b>	hochtransluzent	Zpex Smile	Y 55 14 HT	5 mol Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	9,3	Tosoh
<b>H</b>	hochtransluzent	DSZ 45	Y 65 14 HT	5 mol Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	9,3	Daiichi
<b>I</b>	hochtransluzent A4	Zpex Smile	Y 53 A4 14 HT	5 mol Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	9,3	Tosoh
<b>J</b>	opak	ZV3 2	-			
<b>K</b>	opak	ZV3 3	-			

## 4.2 Probenvorbereitung

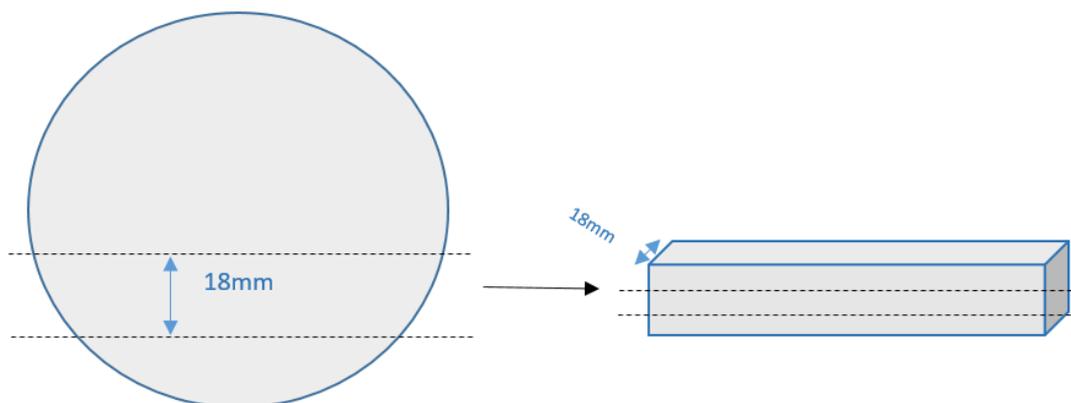
Von der Ronde wurde zunächst mit der Bandsäge „Exakt“ (Fa. Exakt-Apparatebau, Otto Herrmann, Norderstedt, Deutschland; *siehe Abb. 3 und Abb. 4*) ein 18 mm breiter Block abgeschnitten. Dieser wurde horizontal zweimal durchgesägt und mit Nassschleifpapier (320er Körnung) am Polierautomaten „Phoenix Alpha“ (Fa. Wirtz Buehler, Düsseldorf, Deutschland) auf 3 mm Dicke gebracht (*siehe Abb. 5*). Anschließend erfolgte das Sinterprogramm nach Herstellerangaben im Sinterofen „Thermo Star“ (Modell Denta-Star P1 plus, Fa. Thermo-Star GmbH, Aachen, Deutschland; *siehe Abb. 6*).

Nach dem Sintern erfolgte das Zurechtsägen der verschieden dicken Probenplättchen ohne Last mit der „Isomet-Low-Speed“-Säge (Modell-Nr. 11-1280-250, Fa. Buehler, Lake Bluff, Illinois, USA; *siehe Abb. 7*).

Auf diese Weise wurden je 20 Probekörper mit den Abmaßen Länge 15 mm x Breite 2,4 mm x Dicke 0,4/0,8/1,2 mm zur Untersuchung der Biegefestigkeit hergestellt. Bei Material H konnten keine Probekörper mit 0,4 mm Dicke hergestellt werden, da diese bereits beim Sägen zerbrochen sind. Von den ZV3-Materialien wurden entsprechend des Materialangebots weniger (Anzahl siehe Ergebnisse) Probekörper hergestellt.

Für die Untersuchung der kritischen Risszähigkeit im SENB wurden weiterhin jeweils drei bis sechs Probekörper mit den Maßen 40 mm x 4 mm (Breite) x 3 mm (Dicke) mit dem gleichen Ablauf bis einschließlich des Sinterns hergestellt. Danach wurde mit Hilfe einer speziellen Einspannvorrichtung (*siehe Abb. 8*) mittig auf einer der 3 mm dicken Flächen eine 0,8 - 1,2 mm tiefe Kerbe in die Probe gesägt.

Für die Untersuchung der Proben am „Qness“-Härteprüfgerät wurden zehn Probekörper nach dem Biegeversuch mit dem Handstück und Keramikpolierern (bis zur Hochglanzpolitur mit 25 µm Körnung) poliert.



**Abbildung 3:** Aus dem Fräsrohrling wird ein ca. 18 mm breiter Block gesägt.



**Abbildung 4:** Bandsäge "Exakt"



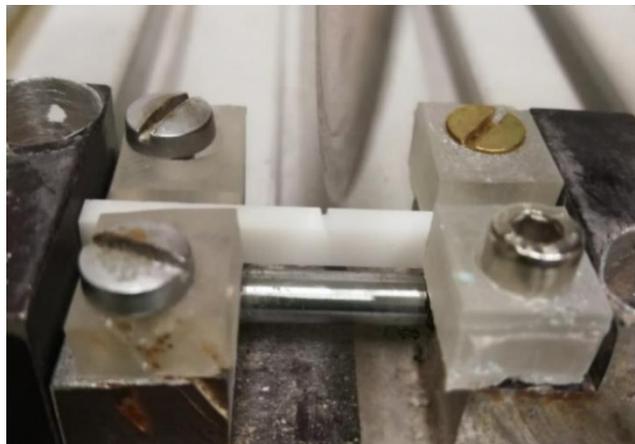
**Abbildung 5:** Zum Sintern vorbereitete Probe



**Abbildung 6:** „Thermo-Star“ Sinterofen



**Abbildung 7:** „Isomet-Low-Speed“-Säge



**Abbildung 8:** Vorrichtung zum Einsägen der Kerbe für den SENB

## 4.3 Probenuntersuchung

### 4.3.1 Bestimmung der Rauheit

Die Rauheit  $R_a$  wurde vor der Biegeprüfung mit dem Perthometer (Typ S6P, Fa. Perthen GmbH, Hannover, Deutschland) durch Abtastung mit einer Spitze mit 7  $\mu\text{m}$  Durchmesser an drei verschiedenen, zufällig ausgewählten Proben bestimmt.

### 4.3.2 Bestimmung der Biegefestigkeit

Die Biegefestigkeit  $\sigma_b$  wurde ermittelt anhand eines Drei-Punkt-Biegeversuchs unter Druckbelastung mit einer Vorkraft von 1 N und einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min an der „Zwick Z010“ (Typ BZ010, Fa. Zwick Roell, Ulm, Deutschland) mit einer 2,5 kN Messdose. Der Abstand der Auflagen mit 4 mm Durchmesser betrug 10 mm. Die Probe wurde mittig darauf platziert und die Kraft mittig zwischen beiden Auflagen von oben über einen Stempel mit 4 mm Durchmesser aufgebracht (siehe Abb. 9).

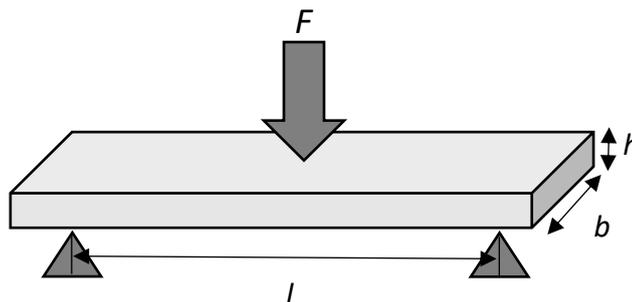


Abbildung 9: Schematische Darstellung des Biegeversuchs

Zur Berechnung der Biegefestigkeit gilt:

$$(4) \quad \sigma_b = \frac{3lF}{2bh^2} \text{ [MPa]}$$

$\sigma_b$  - Biegefestigkeit

l - Prüfspannweite 10 mm

F - Bruchkraft in N

b - Breite der Probe  $2,4 \pm 0,2$  mm

h - Dicke der Probe 0,4; 0,8; 1,2 mm

Gleichzeitig wurde der E-Modul zwischen 0,1 und 0,15 ( $\Delta l$  in mm) und die Längenänderung (Durchbiegung) bei maximaler Belastung ( $F_{max}$ ) bestimmt.

### 4.3.3 Bestimmung des Weibullmoduls

Für die Weibull-Analyse [10] wurden die Messwerte aus den Biegeversuchen aufsteigend geordnet und von 1 bis n nummeriert. Anhand der Gleichung (5) ergibt sich für jeden Biegefestigkeitswert die entsprechende Versagenswahrscheinlichkeit P.

$$(5) \quad P = \frac{i-0,5}{n}$$

P - Versagenswahrscheinlichkeit

i - Prüfkörpernummer

n - Prüfkörperanzahl

Durch Auftragen von  $\ln \ln 1/(1-P)$  gegen  $\ln \sigma$  lässt sich im Weibulldiagramm eine Gerade ermitteln, deren Anstieg der Weibullmodul ist. Die Weibullfestigkeit  $\sigma_0$  liegt vor bei:

$$(6) \quad \frac{\ln \ln 1}{(1-P)} = 0$$

### 4.3.4 Bestimmung der Vickers-Härte

Es erfolgte die Härteprüfung am „Qness“-Härteprüfgerät (Q10, Qness GmbH, Golling, Österreich) nach Vickers bei Belastungen mit 3 kp (HV3) und 5 kp (HV5) bei jeweils mindestens zehn polierten 0,8 mm dicken Proben, teilweise auch 0,4 und 0,8 mm, und zusätzlich mit 10 kp (HV10) bei opaken und transluzenten Zirkondioxidmaterialien (A-F), um bei allen Proben Risse hervorzurufen. Dabei wurde ein Indenter (Vickers-Diamant) für 10 Sekunden mit o.g. Belastung auf die Probe gedrückt. Es wurden immer zwei Eindrücke gesetzt, sodass mindestens 20 Messwerte vorlagen. Anschließend erfolgte die Vermessung der Eindrücke bei 65-facher Vergrößerung (HV3) und 40-facher Vergrößerung (HV5 und HV10). Aus den Diagonalenlängen (d) des Härteeindrucks und der Prüfkraft (F) wurde die Härte (HV) in  $\text{kg/mm}^2$  bestimmt und durch Multiplikation mit dem Faktor 9,81 in  $\text{N/mm}^2$  umgerechnet.

$$(7) \quad HV = 0,1891 \frac{F}{d^2} * 9,81 \rightarrow [\text{N/mm}^2]$$

$$d = (d1 + d2)/2$$

Zusätzlich erfolgte bei Material A, E und G bei jeweils drei Proben die Untersuchung bei Belastung mit 0,5; 1; 2; 2,5; 3; 5 und 10 kp (Material G nur bis 5 kp).

## 4.3.5 Bestimmung der kritischen Risszähigkeit

### 4.3.5.1 Bestimmung der kritischen Risszähigkeit mittels Indenter-Methode

Nach der Härteprüfung erfolgte bei den Proben, bei denen Risse aufgetreten sind, die Vermessung der Länge der Risse (*siehe Abb. 10*).

Die Berechnung der aus den Messwerten resultierenden kritischen Risszähigkeit erfolgte anhand folgender Formel nach Niihara et al.:

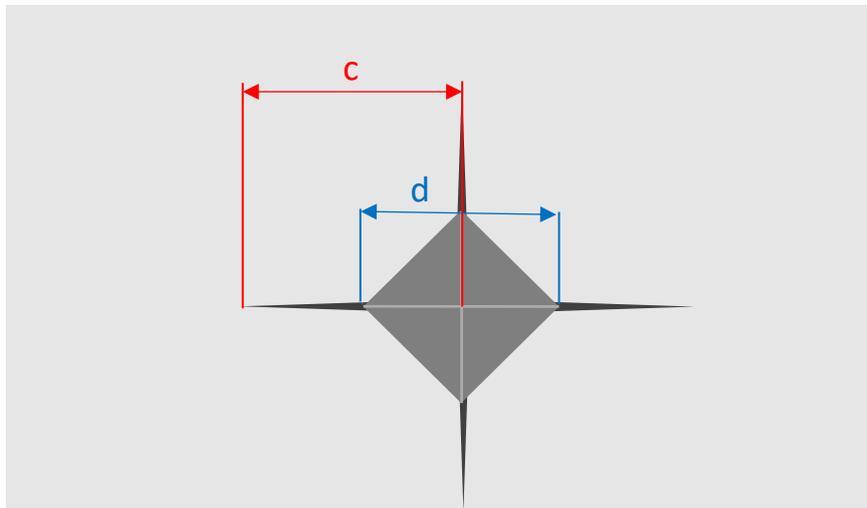
$$(8) \quad K_{Ic} = 0,018 * HV * \sqrt{0,5d} * \left(\frac{E}{HV}\right)^{0,4} * \left(\frac{c}{0,5d} - 1\right)^{0,5}$$

d - ( $\emptyset$ ) Diagonalenlänge des Härteeindrucks in m

c - ( $\emptyset$ ) Risslänge in m

HV - Vickers-Härte in N/mm<sup>2</sup>

E - E-Modul aus Biegeversuch in MPa

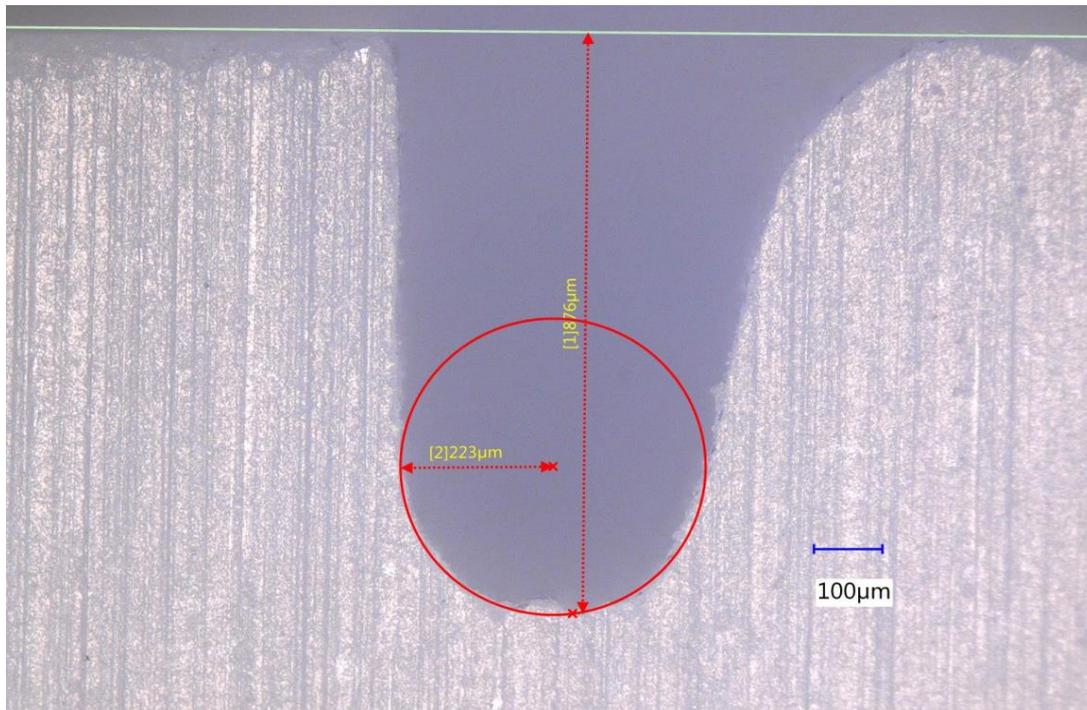


**Abbildung 10:** Schematische Darstellung eines Härteeindrucks mit 4 Rissen

### 4.3.5.2 Bestimmung der kritischen Risszähigkeit mittels SENB

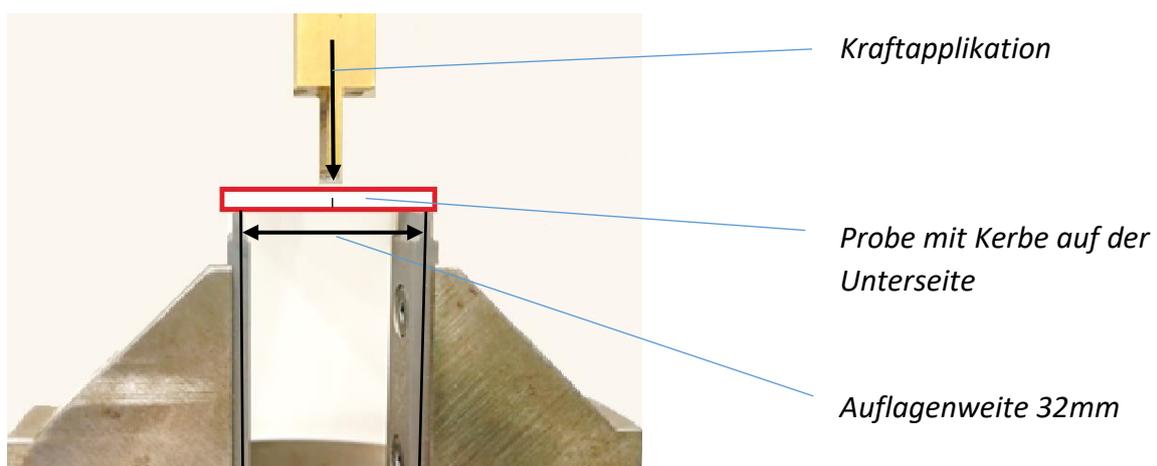
Für den Single-Edge-Notched-Beam (**SENB**) wurden die vorbereiteten Proben im „Keyence“-Lichtmikroskop (VHX 5000, KEYENCE DEUTSCHLAND GmbH, Neu-Isenburg, Deutschland) bei

200-facher Vergrößerung betrachtet und fotografiert. Dabei wurde die korrekte Tiefe der eingesägten Kerbe überprüft (siehe Abb. 11).



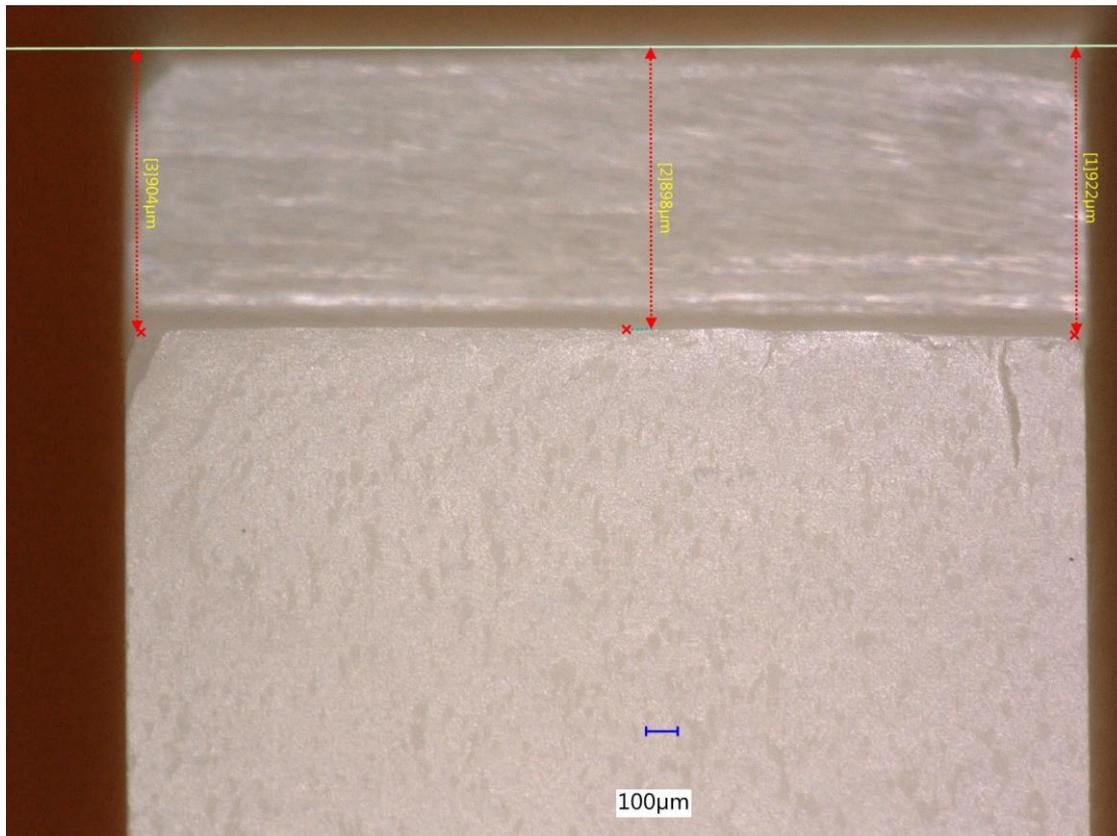
**Abbildung 11:** "Keyence"-Foto der eingesägten Kerbe bei Material C bei 200-facher Vergrößerung

Anschließend wurde die Probe im Drei-Punkt-Biegeversuch an der „Zwick Z010“ mit einer 2,5 kN Messdose auf Druck mit 1 mm/min bis zum Bruch belastet. Dabei wurden die Proben mit der Kerbe auf der Unterseite mittig zwischen zwei 32 mm weit entfernten Auflagern platziert und die Kraft  $F_{\max}$  bis zum Versagen aufgezeichnet (siehe Abb. 12).



**Abbildung 12:** SENB mit der "Zwick Z010"

Die Bruchflächen (siehe Abb. 13) wurden anschließend erneut mit dem „Keyence“-Mikroskop betrachtet und die Kerbe auf der Bruchfläche noch einmal vermessen.



**Abbildung 13:** "Keyence"-Foto einer Bruchfläche bei Material I bei 100-facher Vergrößerung

Aus der Kerbtiefe und der Bruchkraft lässt sich die kritische Risszähigkeit nach folgender Formel aus der Norm EN ISO 6872:2015 (D) [17] berechnen:

$$(9) \quad K_{ic} = \frac{F}{b\sqrt{w}} * \frac{S}{w} * \frac{3\sqrt{\alpha}}{2(1-\alpha)^{1,5}} * Y \quad [\text{MPa}\sqrt{\text{m}}]$$

$\alpha$  - relative Kerbtiefe =  $\frac{a}{w}$

a - mittlere Kerbtiefe in m

w - Höhe des Probekörpers in m (0,004)

b - Dicke des Probekörpers (0,003)

F - Bruchkraft in MN

S - Auflagenspannweite in m (0,032)

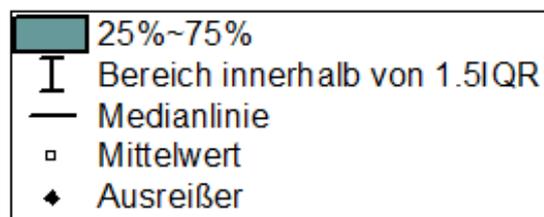
Y - Formfaktor der Beanspruchungsintensität –  
berechnet nach Formel A.6, da  $\frac{S}{w} = 8$  :

$$(10) \quad Y = 1,9381 - 5,0947 \alpha + 12,3861 \alpha^2 - 19,2142 \alpha^3 + 15,7747 \alpha^4 - 5,1270 \alpha^5$$

## 4.4 Statistik

Die Mittelwerte und Standardabweichung der gemessenen Härte und Biegefestigkeiten wurden mit dem Programm Excel (Microsoft®) bestimmt. Die Mittelwerte der Vickers-Härte, der Biegefestigkeit, des E-Moduls und der kritischen Risszähigkeit wurden dann tabellarisch zusammengefasst.

Mit dem Programm OriginPro® 2018 (OriginLab®) erfolgte die statistische Auswertung der Daten mit Kruskal-Wallis-Test und mit dem t-Test beim Signifikanzniveau 0,05. Abweichungen der Ergebnisse  $> \pm 0,05$  sind als signifikant zu bezeichnen.



**Abbildung 14:** Darstellung der Daten in der Kastengrafik

Eine grafische Darstellung der zu vergleichenden Merkmale, wie zum Beispiel der Biegefestigkeit der verschiedenen Materialien, erfolgte in einer Kastengrafik (Box-Whisker-Plot, *siehe Abb. 14*). Der Kasten umfasst die mittleren 50 % der Daten. Darin werden der Medianwert, also der Messwert, der bei den nach Größe sortierten Daten genau in der Mitte steht, mit einer Linie und der Mittelwert (das arithmetische Mittel) mit einem kleinen Quadrat dargestellt. Die beiden Antennen (Whisker) aus der Box enden bei dem Wert, der gerade noch innerhalb des 1,5-fachen Interquartilsabstands (IQR) liegt. Außerhalb liegende Daten werden als Ausreißer dargestellt.

## 5. Ergebnisse

Die Ergebnisse der Untersuchungen werden für die untersuchten Keramiken wie folgt dargestellt:

Rauheit  $R_a$  auf der Probenunterseite (zugbelastete Seite im Biegeversuch) bestimmt, Biegefestigkeit  $\sigma_b$ , Weibullmodul und E-Modul aus dem 3-Punkt-Biegeversuch an der „Zwick Z010“, Härte HV geprüft am „Qness“-Härteprüfgerät, kritische Risszähigkeit  $K_{Ic}$  bestimmt mit Indenter-Methode aus der Härteprüfung und durch SENB.

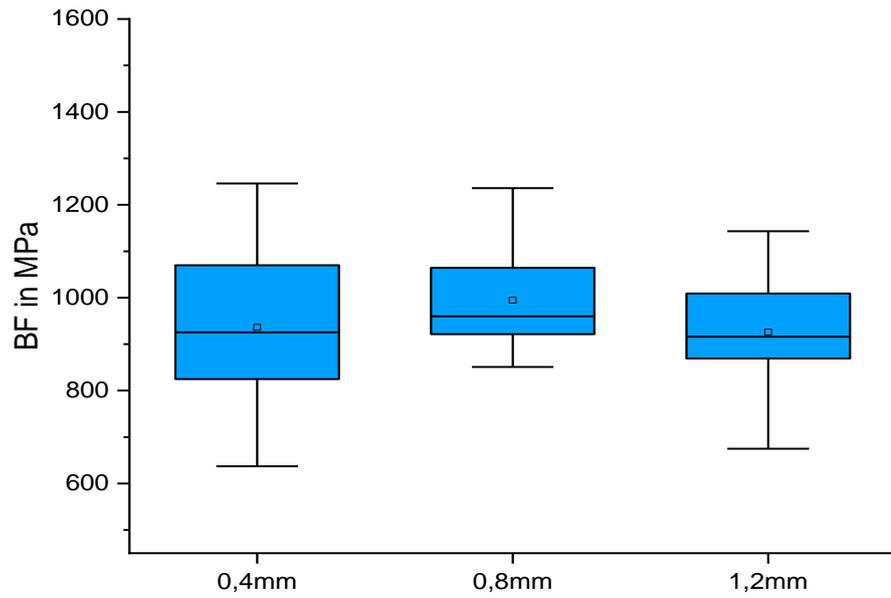
## 5.1 Opake Zirkondioxidmaterialien

Bei dem Material A (Z 118 14) handelt es sich um eine opake mit 3 Mol%  $Y_2O_3$ -dotierte Zirkondioxidkeramik, hergestellt aus Pulver der Firma Tosoh und im Handel erhältlich als priti®multidisc  $ZrO_2$  white opaque der Firma pritidenta®.

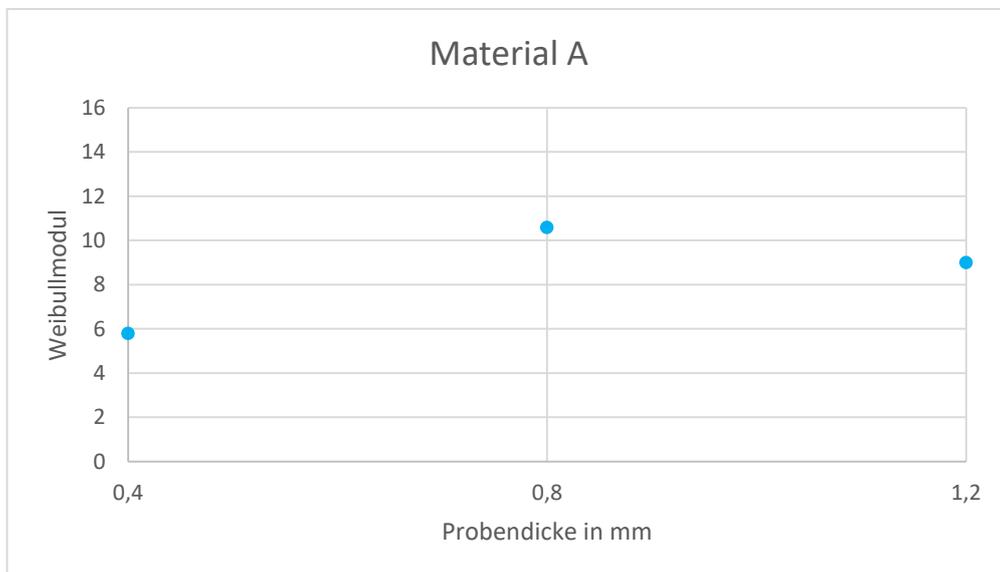
Für die Rauheit  $R_a$  wurden für alle Proben Werte  $< 0,27 \mu m$  ermittelt und damit die Anforderung der Norm [17]  $R_a$  kleiner als  $0,5 \mu m$  erfüllt (siehe Tab. 2).

**Tabelle 2:** Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material A = 3Y-TZP Tosoh. HE = Härteeindrücke. \* : je 1 Probe mit 5 HV-Messwerten, davon einer mit Riss. 0,8 mm: 10 Proben, 20 HV-Messwerte

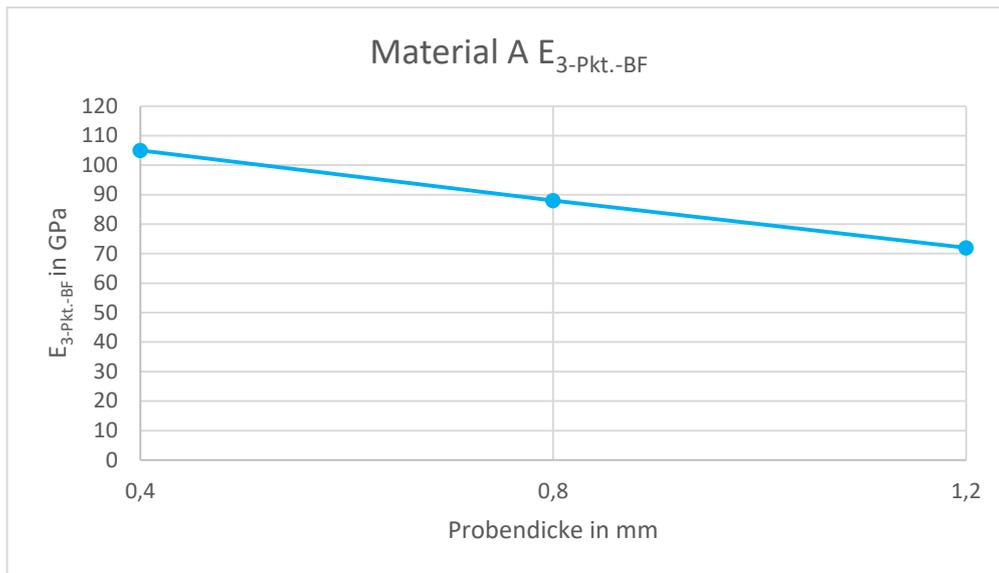
Material	A 3Y-TZP Tosoh		
Rauheit $R_a$ in $\mu m$	$< 0,27$		
Probendicke in mm	0,4	0,8	1,2
Härte in $N/mm^2$	*		*
HV3	$13838 \pm 354$	$13818 \pm 230$	$14017 \pm 444$
HV5	$13893 \pm 216$	$13747 \pm 278$	$13777 \pm 65$
HV10	$13479 \pm 364$	$13682 \pm 239$	$13683 \pm 196$
erster Riss bei	HV5	HV5	HV5
Risse: -bei HV5	1	13 bei 7 HE	1
-bei HV10	3	50 bei 17 HE	5
Biegefestigkeit in MPa	$936 \pm 178$	$991 \pm 110$	$926 \pm 120$
Weibullmodul	5,8	10,6	9
E-Modul in GPa	105	88	72
kritische Risszähigkeit Indenter in $MPa\sqrt{m}$			
bei HV5	7,2	4,7	4,2
bei HV10	5,9	4,4	4,8
kritische Risszähigkeit SENB in $MPa\sqrt{m}$	$5,6 \pm 0,26$		



**Abbildung 15:** Biegefestigkeit Material A in Abhängigkeit von der Probendicke



**Abbildung 16:** Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material A



**Abbildung 17:** E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material A

Der Mittelwert der Biegefestigkeiten liegt bei 952 MPa und erfüllt die in der o.g. Norm geforderte Untergrenze von 800 MPa. Dabei liegt die mittlere Biegefestigkeit bei 936 MPa bei den 0,4 mm dicken Proben, bei 994 MPa bei den 0,8 mm dicken Proben und bei 926 MPa bei den 1,2 mm dicken Proben. Die Minimalwerte der 0,4 mm dicken und 1,2 mm dicken Proben unterschreiten die Mindestanforderung der Norm für Klasse 5 Keramiken mit 636 MPa und 675 MPa (siehe Abb. 15).

Es wurden Weibullmoduln von 5,8 für die Biegefestigkeit der 0,4 mm dicken Proben, von 10,6 für die Biegefestigkeit der 0,8 mm dicken Proben und von 9 für die Biegefestigkeit der 1,2 mm dicken Proben bestimmt (siehe Abb. 16).

Der E-Modul nimmt mit zunehmender Probendicke von 105 GPa (0,4 mm) über 88 GPa (0,8 mm) nach 72 GPa (1,2 mm) ab (siehe Abb. 17).

Bei Bestimmung der Härte sind ab 5 kp Risse aufgetreten. Wenn keine Risse bei 10 kp aufgetreten sind, wurde ein neuer Härteeindruck gesetzt. Bei einer Probe konnten keine sichtbaren Risse erzeugt werden. Die mittlere Härte beträgt 13747 N/mm<sup>2</sup>. Es sind keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit von Probendicke und Belastung von 3 kp bis 10 kp erkennbar.

Zusätzlich wurden bei einer Probe mit 0,48 mm, einer Probe mit 0,72 mm und einer Probe mit 1,14 mm Dicke bei 0,5 kp; 1 kp; 2 kp; 2,5 kp; 3 kp; 5 kp und 10 kp jeweils 5 Härteeindrücke gesetzt. Hier ergaben sich bei geringerer Belastung höhere Härtemesswerte, die mittlere Härte bei 0,5 kp liegt bei 15025 N/mm<sup>2</sup>.

Für die kritische Risszähigkeit wurden bei den 0,8 mm dicken Proben im Indenter-Versuch Werte zwischen 4,4 und 4,7 MPa√m berechnet.

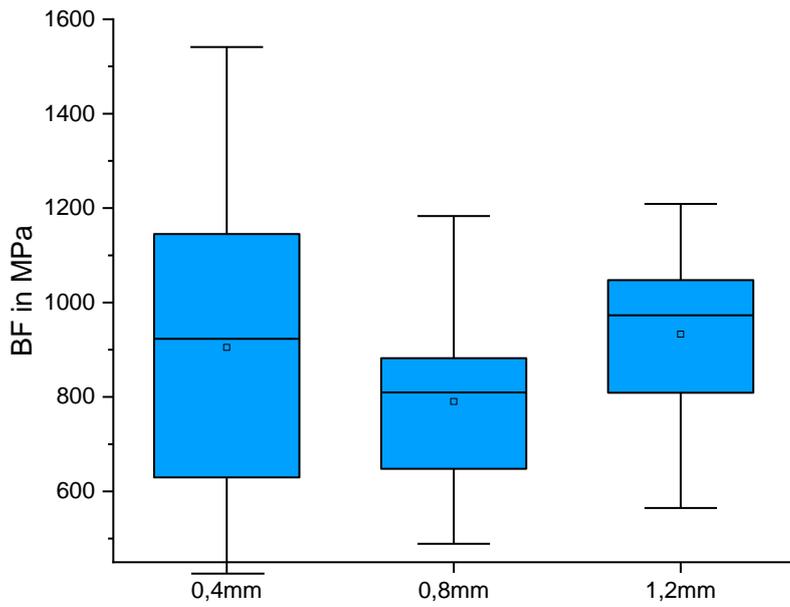
Im SENB konnten für drei Proben  $K_{Ic}$ -Werte ermittelt werden. Diese betragen 5,3 MPa√m, 5,7 MPa√m und 5,8 MPa√m. Daraus ergibt sich ein Mittelwert von  $5,6 \pm 0,26$  MPa√m.

Bei dem Material B (Z 127 14) handelt es sich um eine opake mit 3 Mol%  $Y_2O_3$ -dotierte Zirkondioxidkeramik, hergestellt aus Pulver der Firma Daiichi und im Handel erhältlich als priti®multidisc  $ZrO_2$  white opaque der Firma pridentia®.

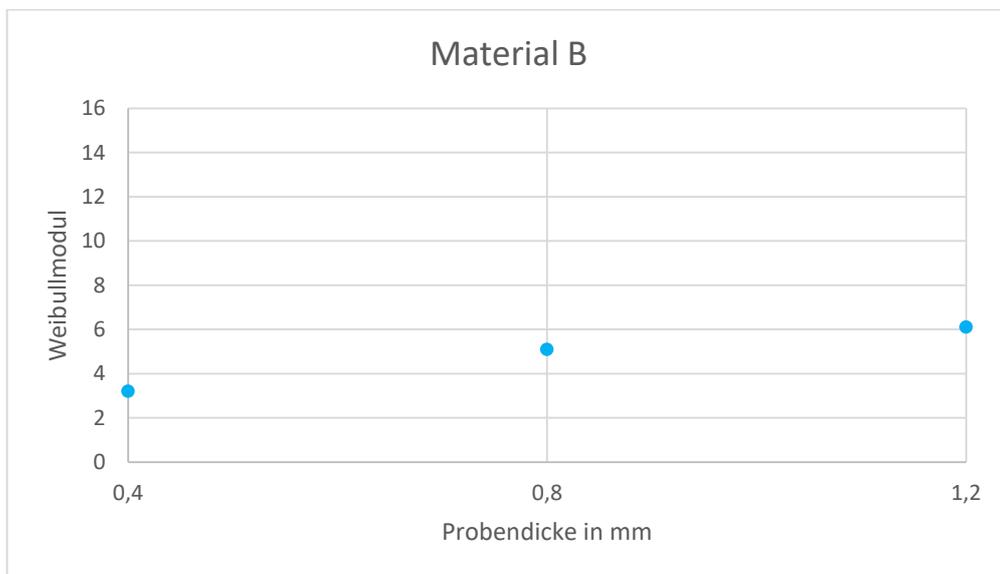
Für die Rauheit  $R_a$  wurden für alle Proben Werte  $< 0,15 \mu m$  ermittelt und damit die Anforderung der Norm [17]  $R_a$  kleiner als  $0,5 \mu m$  erfüllt (siehe Tab. 3).

**Tabelle 3:** Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material B = 3Y-TZP Daiichi. HE = Härteeindrücke. 10 Proben, 20 HV-Messwerte. \* : nur eine Probe mit Riss

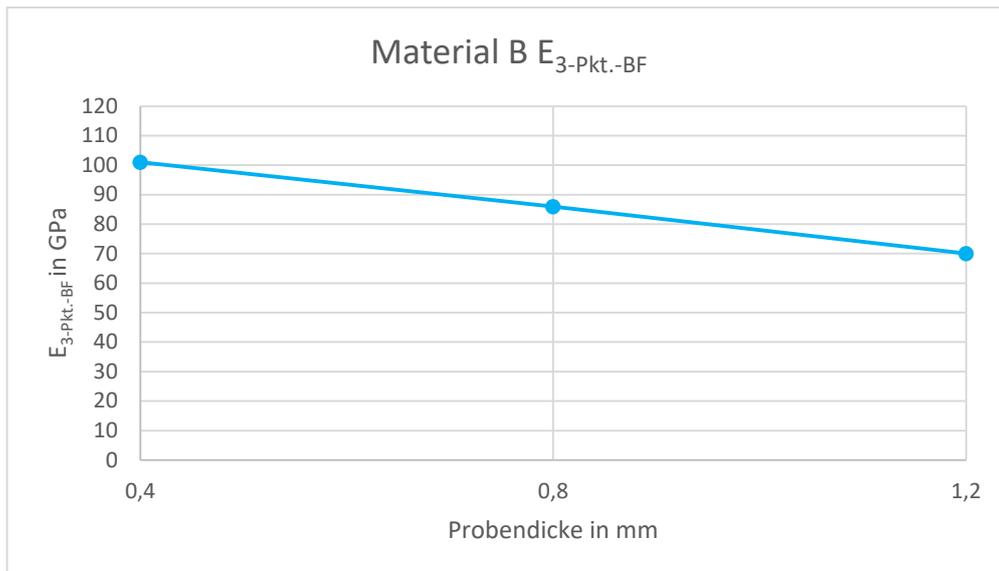
Material	B 3Y-TZP Daiichi		
	Rauheit $R_a$ in $\mu m$	< 0,15	
Probendicke in mm	0,4	0,8	1,2
Härte in $N/mm^2$			
HV3		13912 ± 286	
HV5		13897 ± 279	
HV10		13845 ± 292	
erster Riss bei		HV5	
Risse: -bei HV5		3 bei 1 HE	
-bei HV10		35 bei 29 HE	
Biegefestigkeit in MPa	905 ± 315	790 ± 188	933 ± 172
Weibullmodul	3,2	5,1	6,1
E-Modul in GPa	101	86	70
kritische Risszähigkeit Indenter in $MPa\sqrt{m}$			
bei HV5		5,5*	
bei HV10		4,6	
kritische Risszähigkeit SENB in $MPa\sqrt{m}$	5,8 ± 0,89		



**Abbildung 18:** Biegefestigkeit Material B in Abhängigkeit von der Probendicke



**Abbildung 19:** Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material B



**Abbildung 20:** E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material B

Der Mittelwert der Biegefestigkeiten liegt bei 876 MPa und erfüllt die in der o.g. Norm geforderte Untergrenze von 800 MPa. Dabei liegt die mittlere Biegefestigkeit bei 905 MPa bei den 0,4 mm dicken Proben, bei 790 MPa bei den 0,8 mm dicken Proben und bei 933 MPa bei den 1,2 mm dicken Proben. Der Mittelwert der 0,8 mm dicken Proben unterschreitet also 800 MPa. Ebenso liegen die Minimalwerte und über ein Drittel der Messwerte aller Probendicken unter der Mindestanforderung der Norm für Klasse 5 Keramiken (siehe Abb. 18).

Es wurden Weibullmoduln von 3,2 für die Biegefestigkeit der 0,4 mm dicken Proben, von 5,1 für die Biegefestigkeit der 0,8 mm dicken Proben und von 6,1 für die Biegefestigkeit der 1,2 mm dicken Proben bestimmt (siehe Abb. 19).

Der E-Modul nimmt mit zunehmender Probendicke von 101 GPa (0,4 mm) über 86 GPa (0,8 mm) nach 70 GPa (1,2 mm) ab (siehe Abb. 20).

Bei Bestimmung der Härte sind ab 5 kp Risse aufgetreten. Wenn keine Risse bei 10 kp aufgetreten sind, wurde ein neuer Härteeindruck gesetzt. Bei drei Proben konnten keine sichtbaren Risse erzeugt werden. Die mittlere Härte beträgt 13885 N/mm<sup>2</sup>. Es sind keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit von Probendicke und Belastung von 3 kp bis 10 kp erkennbar.

Für die kritische Risszähigkeit wurde im Indenter-Versuch für die mittleren Risslängen bei Belastung mit 10 kp 4,6 MPaVm berechnet. Bei der Belastung mit 5 kp traten nur bei einer Probe Risse auf. Die kritische Risszähigkeit  $K_{Ic}$  beträgt bei dieser Probe 5,5 MPaVm.

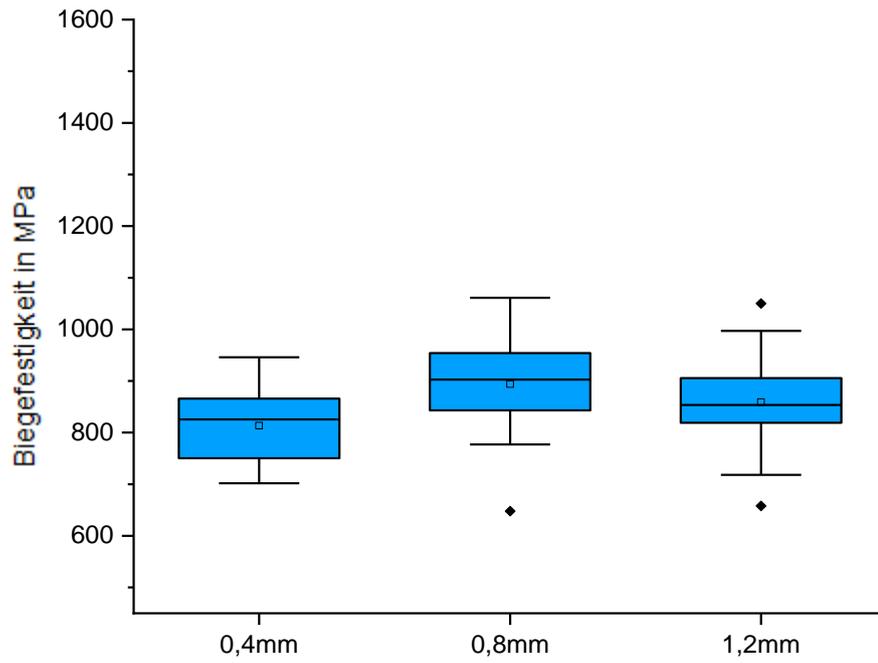
Im SENB konnten für drei Proben  $K_{Ic}$ -Werte ermittelt werden. Diese betragen 5,1 MPaVm, 5,5 MPaVm und 6,8 MPaVm. Daraus ergibt sich ein Mittelwert von  $5,8 \pm 0,89$  MPaVm.

Bei Material C, einem Ceroxid-dotierten-Yttriumoxid-Zirkonoxid (Ce-Y-TZP), handelt es sich um ein Versuchsmaterial.

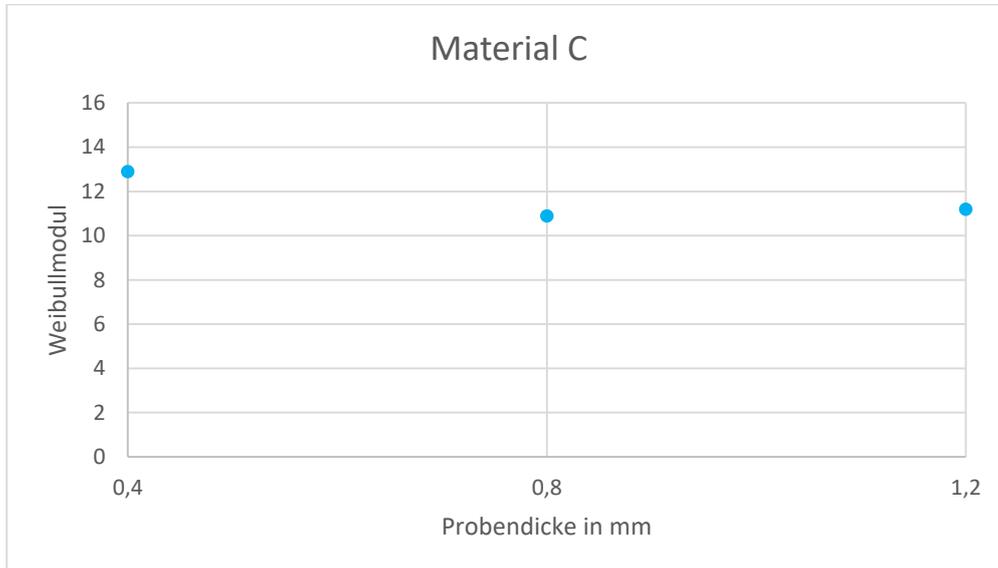
Für die Rauheit  $R_a$  wurden für alle Proben Werte  $< 0,19 \mu\text{m}$  ermittelt und damit die Anforderung der Norm [17]  $R_a$  kleiner als  $0,5 \mu\text{m}$  erfüllt (siehe Tab 4).

**Tabelle 4:** Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material C = Ce-Y-TZP. HE = Härteeindrücke. 0,4 mm: 20 Proben, 40 HV-Messwerte. 0,8 mm: 10 Proben, 20 HV-Messwerte. 1,2 mm: 9 Proben, 18 HV-Messwerte

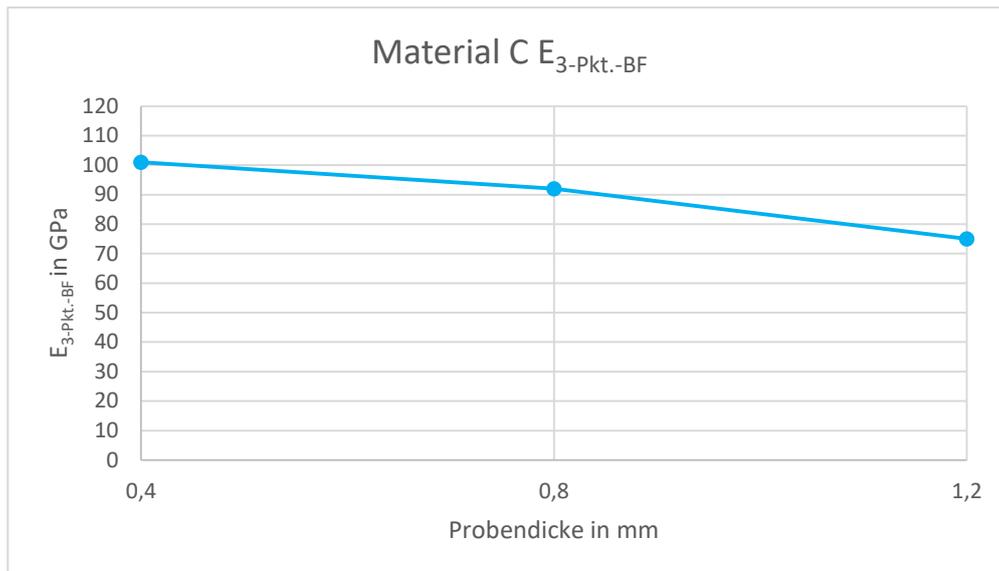
Material	C Ce-Y-TZP		
Rauheit $R_a$ in $\mu\text{m}$	< 0,19		
Probendicke in mm	0,4	0,8	1,2
Härte in $\text{N}/\text{mm}^2$			
HV3	13640 $\pm$ 322	13819 $\pm$ 280	13700 $\pm$ 231
HV5	13547 $\pm$ 305	13563 $\pm$ 260	13662 $\pm$ 360
HV10	13620 $\pm$ 388	13589 $\pm$ 290	13510 $\pm$ 371
erster Riss bei	HV3	HV3	HV3
Risse: -bei HV5	42 bei 20 HE	20 bei 10 HE	36 bei 14 HE
-bei HV10	109 bei 40 HE	60 bei 20 HE	59 bei 18 HE
Biegefestigkeit in MPa	813 $\pm$ 75	894 $\pm$ 96	859 $\pm$ 95
Weibullmodul	12,9	10,9	11,2
E-Modul in GPa	101	92	75
kritische Risszähigkeit Indenter in $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$			
bei HV5	4,6	5,8	5
bei HV 10	4,7	5,1	4,1
kritische Risszähigkeit SENB in $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	6,2 $\pm$ 0,49		



**Abbildung 21:** Biegefestigkeit Material C in Abhängigkeit von der Probendicke



**Abbildung 22:** Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material C



**Abbildung 23:** E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material C

Der Mittelwert der Biegefestigkeiten liegt bei 855 MPa und erfüllt die in der o.g. Norm geforderte Untergrenze von 800 MPa. Dabei liegt die mittlere Biegefestigkeit bei 813 MPa bei den 0,4 mm dicken Proben, bei 894 MPa bei den 0,8 mm dicken Proben und bei 859 MPa bei den 1,2 mm dicken Proben. Die Minimalwerte 702 MPa (0,4 mm), 777 MPa (0,8 mm) und 719 MPa (1,2 mm) unterschreiten die Mindestanforderung der Norm für Klasse 5 Keramiken (siehe Abb. 21).

Es wurden Weibullmoduln von 12,9 für die Biegefestigkeit der 0,4 mm dicken Proben, von 10,9 für die Biegefestigkeit der 0,8 mm dicken Proben und von 11,2 für die Biegefestigkeit der 1,2 mm dicken Proben bestimmt (siehe Abb. 22).

Der E-Modul nimmt mit zunehmender Probendicke von 101 GPa (0,4 mm) über 92 GPa (0,8 mm) nach 75 GPa (1,2 mm) ab (siehe Abb. 23).

Zur Bestimmung der Härte wurden bei 20 polierten 0,4 mm, bei 10 polierten 0,8 mm und 9 polierten 1,2 mm dicken Proben nach der Biegeprüfung jeweils zwei Härteeindrücke bei 3 kp, 5 kp und 10 kp gesetzt. Wenn keine Risse bei 10 kp aufgetreten sind, wurde ein neuer Härteeindruck gesetzt. Die mittlere Härte beträgt  $13628 \text{ N/mm}^2$ . Es sind keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit von Probendicke und Belastung erkennbar. Erste Risse traten bei Belastung mit 3 kp auf.

Für die kritische Risszähigkeit wurden im Indenter-Versuch Werte zwischen 4,1 und 5,8 MPaVm berechnet.

Im SENB konnten für vier Proben  $K_{Ic}$ -Werte ermittelt werden. Diese betragen für zwei Proben 5,8 MPaVm und für die anderen beiden Proben 6,4 MPaVm und 6,8 MPaVm. Daraus ergibt sich ein Mittelwert von  $6,2 \pm 0,49 \text{ MPaVm}$ .

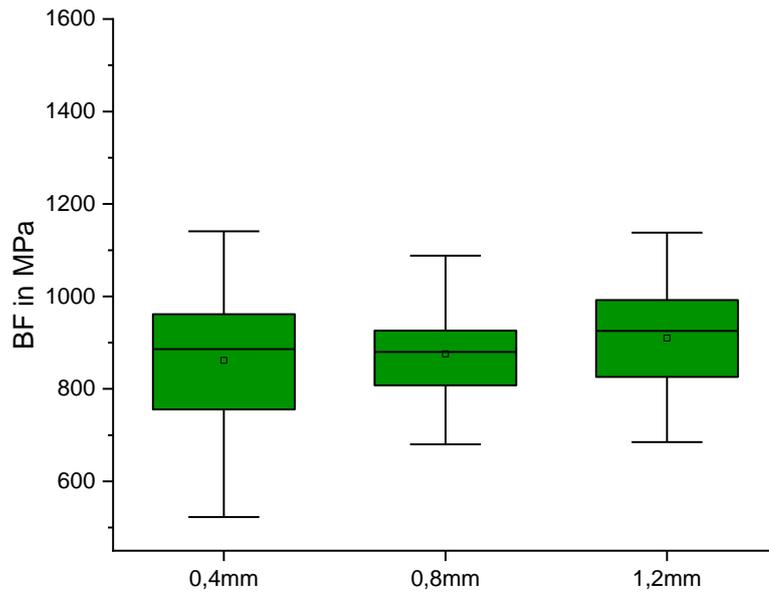
## 5.2 Transluzente Zirkondioxidmaterialien

Bei dem Material D (Z 157 T) handelt es sich um eine transluzente mit 3 Mol%  $Y_2O_3$ -dotierte Zirkondioxidkeramik, hergestellt aus Pulver der Firma Tosoh und im Handel erhältlich als „Zpex“ (priti®multidisc  $ZrO_2$  white translucent) der Firma pridentia®.

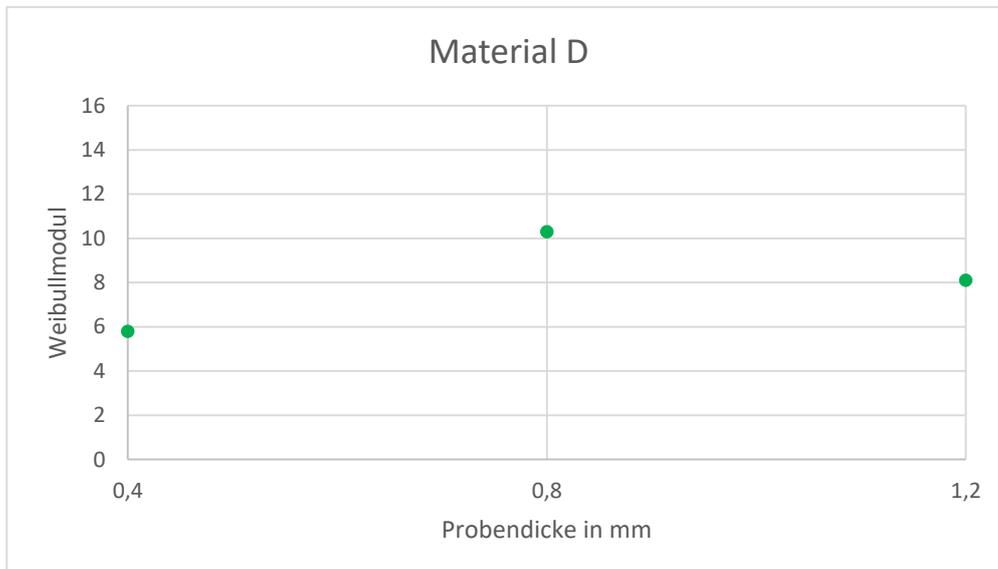
Für die Rauheit  $R_a$  wurden für alle Proben Werte  $< 0,23 \mu m$  ermittelt und damit die Anforderung der Norm [17]  $R_a$  kleiner als  $0,5 \mu m$  erfüllt (siehe Tab. 5).

**Tabelle 5:** Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material D (Zpex) = 3Y-TZP transluzent Tosoh. HE = Härteeindrücke. 0,8 mm: 10 Proben, 20 HV-Messwerte

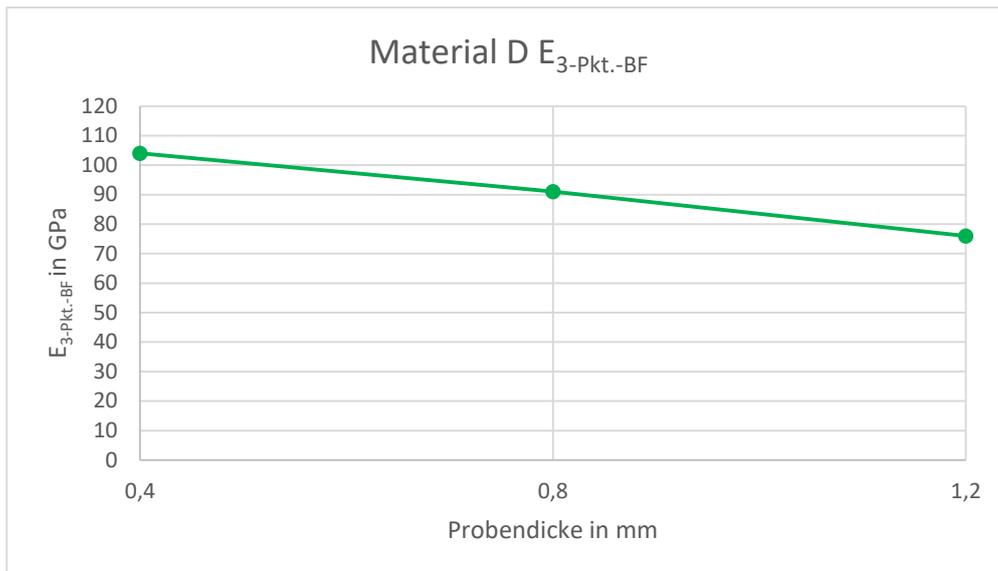
Material	D 3Y-TZP transluzent Tosoh		
	Rauheit $R_a$ in $\mu m$	< 0,23	
Probendicke in mm	0,4	0,8	1,2
Härte in $N/mm^2$			
HV3		13874 ± 234	
HV5		13705 ± 206	
HV10		13873 ± 337	
erster Riss bei		HV3	
Risse: -bei HV5 -bei HV10		19 Risse bei 10 HE 63 Risse bei 20 HE	
Biegefestigkeit in MPa	862 ± 172	876 ± 103	910 ± 132
Weibullmodul	5,8	10,3	8,1
E-Modul in GPa	104	91	76
kritische Risszähigkeit Indenter in $MPa\sqrt{m}$ bei HV5 bei HV 10		4,9 4,6	
kritische Risszähigkeit SENB in $MPa\sqrt{m}$		5,6 ± 0,38	



**Abbildung 24:** Biegefestigkeit Material D in Abhängigkeit von der Probendicke



**Abbildung 25:** Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material D



**Abbildung 26:** E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material D

Der Mittelwert der Biegefestigkeiten liegt bei 883 MPa und erfüllt die in der o.g. Norm geforderte Untergrenze von 800 MPa. Dabei liegt die mittlere Biegefestigkeit bei 862 MPa bei den 0,4 mm dicken Proben, bei 876 MPa bei den 0,8 mm dicken Proben und bei 910 MPa bei den 1,2 mm dicken Proben. Die Minimalwerte liegen bei 523 MPa (0,4 mm), 680 MPa (0,8 mm) und 685 MPa (1,2 mm) (siehe Abb. 24).

Es wurden Weibullmoduln von 5,8 für die Biegefestigkeit der 0,4 mm dicken Proben, von 10,3 für die Biegefestigkeit der 0,8 mm dicken Proben und von 8,1 für die Biegefestigkeit der 1,2 mm dicken Proben bestimmt (siehe Abb. 25).

Es wurden E-Moduln bestimmt von 104 GPa (0,4 mm), 91 GPa (0,8 mm) und 76 GPa (1,2 mm). Der mittlere E-Modul liegt bei 90 GPa (siehe Abb. 26).

Die Durchbiegung  $\Delta l$  bei maximaler Belastung ist wie erwartet bei dünneren Proben größer als bei dickeren. Sie liegt bei durchschnittlich 0,33 mm bei den 0,4 mm dicken Proben, bei durchschnittlich 0,2 mm bei den 0,8 mm dicken Proben und bei durchschnittlich 0,16 mm bei den 1,2 mm dicken Proben.

Zur Bestimmung der Härte wurden bei 10 polierten 0,8 mm dicken Proben nach der Biegeprüfung jeweils zwei Härteeindrücke bei 3 kp (HV3), 5 kp (HV5) und 10 kp (HV10) gesetzt. Ab 3 kp sind Risse aufgetreten. Wenn keine Risse bei 10 kp aufgetreten sind, wurde ein neuer Härteeindruck gesetzt. Bei einer Probe konnten bei HV10 keine sichtbaren Risse erzeugt werden. Die mittlere Härte beträgt  $13817 \text{ N/mm}^2$ .

Für die kritische Risszähigkeit wurden im Indenter-Versuch bei HV5  $4,9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  und bei HV10  $4,6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  berechnet.

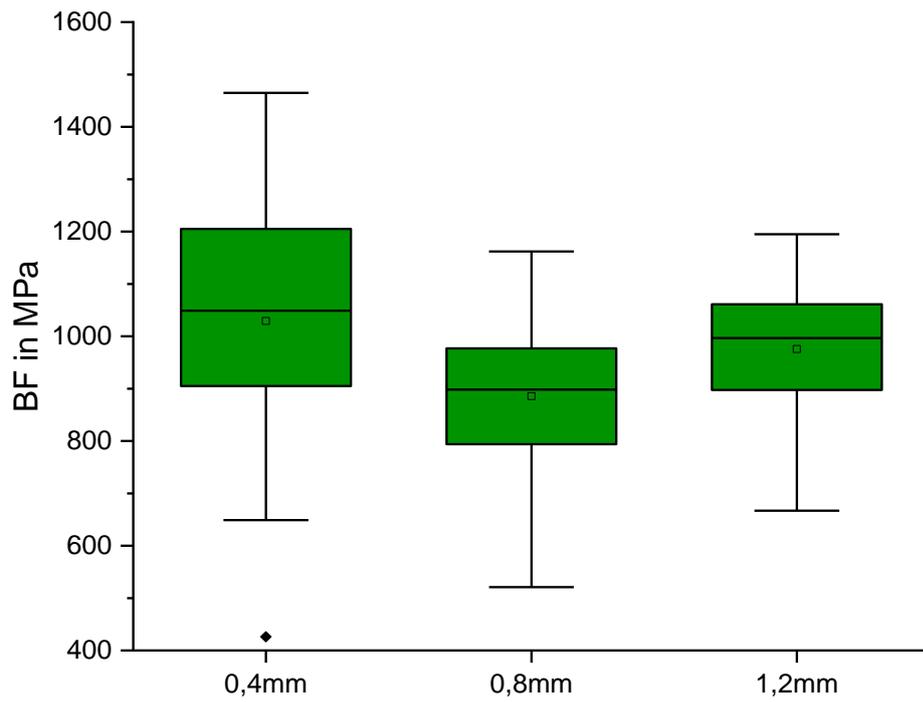
Im SENB konnten für drei Proben  $K_{Ic}$ -Werte ermittelt werden. Diese betragen  $5,2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  $5,8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  und  $5,9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Daraus ergibt sich ein Mittelwert von  $5,6 \pm 0,38 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

Bei dem Material E (Y 430 14 T) handelt es sich um eine transluzente mit 3 Mol%  $Y_2O_3$ -dotierte Zirkondioxidkeramik, hergestellt aus Pulver der Firma Daiichi und im Handel erhältlich als priti®multidisc  $ZrO_2$  white translucent der Firma pritidenta®.

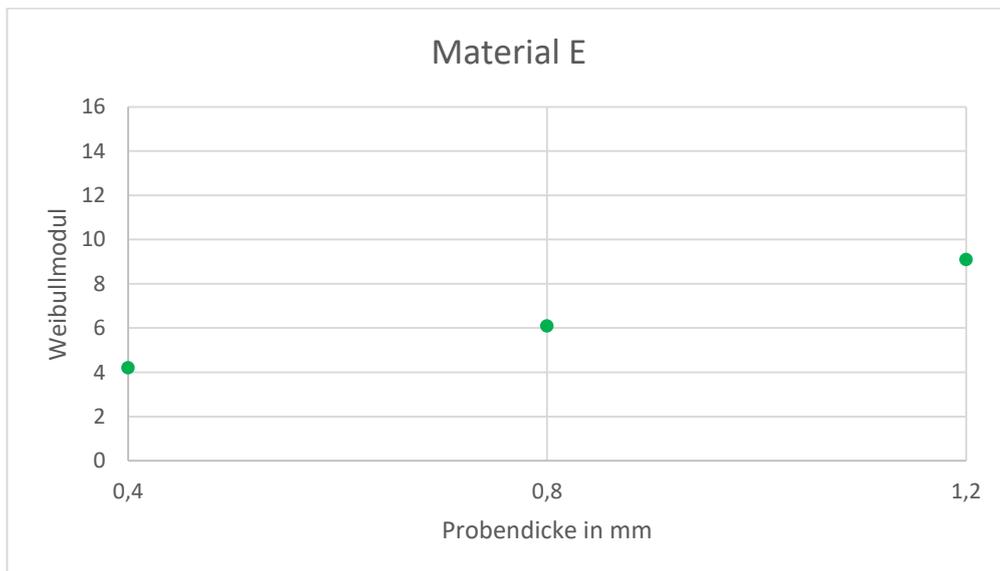
Für die Rauheit  $R_a$  wurden für alle Proben Werte  $< 0,27 \mu m$  ermittelt und damit die Anforderung der Norm [17]  $R_a$  kleiner als  $0,5 \mu m$  erfüllt (siehe Tab. 6).

**Tabelle 6:** Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material E = 3Y-TZP transluzent Daiichi. HE = Härteeindrücke. 0,8 mm: 10 Proben, 20 HV-Messwerte. \* : je 1 Probe, 5 HV-Messwerte

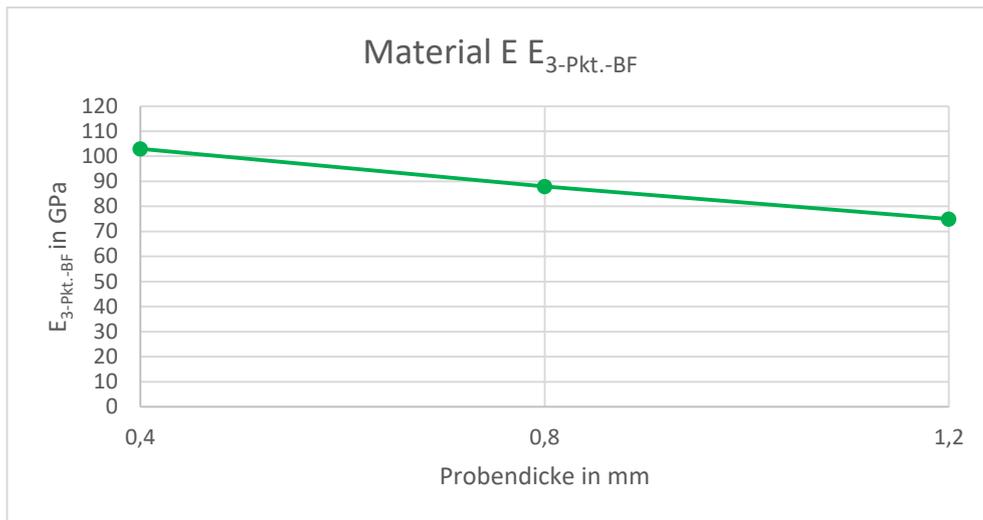
Material	E 3Y-TZP transluzent Daiichi		
	< 0,27		
Rauheit $R_a$ in $\mu m$	< 0,27		
Probendicke in mm	0,4	0,8	1,2
Härte in $N/mm^2$	*		*
HV3	14006 $\pm$ 316	13840 $\pm$ 132	14144 $\pm$ 191
HV5	14105 $\pm$ 62	13686 $\pm$ 195	14177 $\pm$ 163
HV10		13870 $\pm$ 336	
erster Riss bei	HV5	HV2	HV2
Risse: -bei HV5 -bei HV10		10 bei 6 HE 61 bei 20 HE	
Biegefestigkeit in MPa	1029 $\pm$ 254	894 $\pm$ 164	966 $\pm$ 126
Weibullmodul	4,2	6,1	9,1
E-Modul in GPa	103	88	75
kritische Risszähigkeit Indenter in $MPa\sqrt{m}$ bei HV5 bei HV10		4,8 4,3	
kritische Risszähigkeit SENB in $MPa\sqrt{m}$	6 $\pm$ 1		



**Abbildung 27:** Biegefestigkeit Material E in Abhängigkeit von der Probendicke



**Abbildung 28:** Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material E



**Abbildung 29:** E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material E

Der Mittelwert der Biegefestigkeiten liegt bei 966 MPa und erfüllt die in der o.g. Norm geforderte Untergrenze von 800 MPa. Dabei liegt die mittlere Biegefestigkeit bei 1029 MPa bei den 0,4 mm dicken Proben, bei 894 MPa bei den 0,8 mm dicken Proben und bei 975 MPa bei den 1,2 mm dicken Proben. Die Minimalwerte liegen bei 649 MPa (0,4 mm), 621 MPa (0,8 mm) und 667 MPa (1,2 mm) (siehe Abb. 27).

Es wurden Weibullmoduln von 4,2 für die Biegefestigkeit der 0,4 mm dicken Proben, von 6,1 für die Biegefestigkeit der 0,8 mm dicken Proben und von 9,1 für die Biegefestigkeit der 1,2 mm dicken Proben bestimmt (siehe Abb. 28).

Es wurden E-Moduln bestimmt von 103 GPa (0,4 mm), 88 GPa (0,8 mm) und 75 GPa (1,2 mm). Der mittlere E-Modul liegt bei 89 GPa (siehe Abb. 29).

Die Durchbiegung  $\Delta l$  bei maximaler Belastung ist wie erwartet bei dünneren Proben größer als bei dickeren. Sie liegt bei durchschnittlich 0,4 mm bei den 0,4 mm dicken Proben, bei durchschnittlich 0,21 mm bei den 0,8 mm dicken Proben und bei durchschnittlich 0,19 mm bei den 1,2 mm dicken Proben.

Zur Bestimmung der Härte wurden bei 10 polierten 0,8 mm dicken Proben nach der Biegeprüfung jeweils zwei Härteeindrücke bei 3 kp (HV3), 5 kp (HV5) und 10 kp (HV10) gesetzt. Ab 5 kp sind Risse aufgetreten. Wenn keine Risse bei 10 kp aufgetreten sind, wurde ein neuer Härteeindruck gesetzt. Die mittlere Härte beträgt  $13799 \text{ N/mm}^2$ . Zusätzlich wurden bei drei Proben mit 0,4 mm, drei Proben mit 0,8 mm und drei Proben mit 1,2 mm Dicke bei 0,5 kp, 1 kp, 2 kp, 2,5 kp, 3 kp und 5 kp jeweils 4 Härteeindrücke gesetzt.

Für die kritische Risszähigkeit wurden im Indenter-Versuch bei HV5  $4,8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  und bei HV10  $4,3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  (0,8 mm) berechnet.

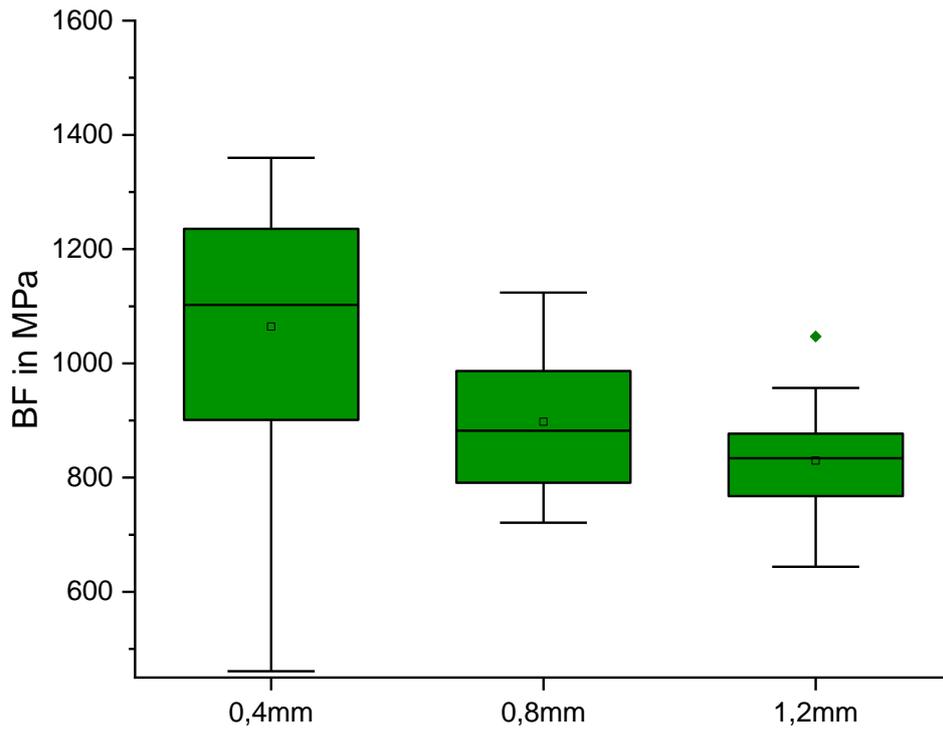
Im SENB konnten für sechs Proben  $K_{Ic}$ -Werte ermittelt werden. Diese betragen  $5 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  $5,4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  $5,7 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  $5,9 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ,  $6,1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  und  $8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Daraus ergibt sich ein Mittelwert von  $6 \pm 1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

Bei dem Material F (3YZ-L64-100215-W-007-14-10A4T, auch als „A4 transluzent“ bezeichnet) handelt es sich um eine transluzente mit 3 Mol%  $Y_2O_3$ -dotierte Zirkondioxidkeramik, hergestellt aus Pulver der Firma Tosoh und im Handel erhältlich als priti® multidisc  $ZrO_2$  A4 transluzent der Firma pridentia®.

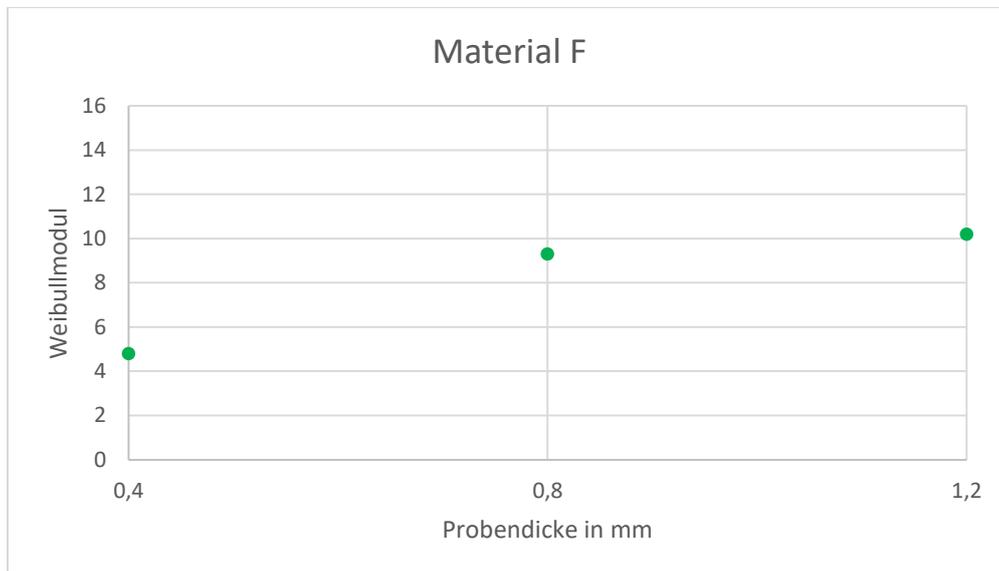
Für die Rauheit  $R_a$  wurden für alle Proben Werte  $< 0,38 \mu m$  ermittelt und damit die Anforderung der Norm [17]  $R_a$  kleiner als  $0,5 \mu m$  erfüllt (siehe Tab. 7).

**Tabelle 7:** Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material F = 3Y-TZP transluzent A4 Tosoh. HE = Härteeindrücke. Je 10 Proben, 20 HV-Messwerte

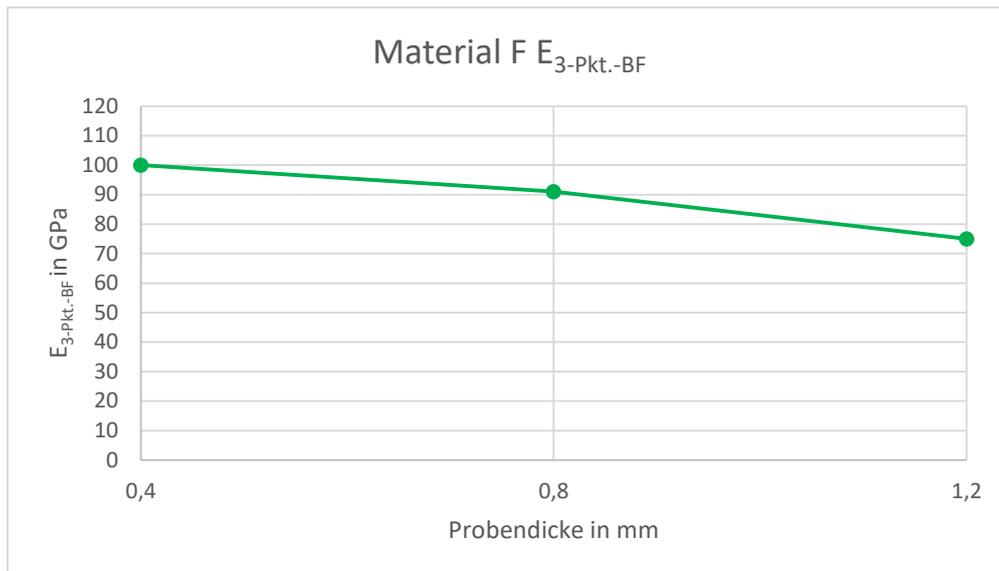
Material	F 3Y-TZP transluzent A4 Tosoh		
Rauheit $R_a$ in $\mu m$	< 0,38		
Probendicke in mm	0,4	0,8	1,2
Härte in $N/mm^2$			
HV3	13870 $\pm$ 289	13973 $\pm$ 245	13889 $\pm$ 330
HV5	13703 $\pm$ 146	13789 $\pm$ 184	13758 $\pm$ 237
HV10	13898 $\pm$ 277	13805 $\pm$ 281	13750 $\pm$ 323
erster Riss bei	HV5	HV5	HV5
Risse: -bei HV5	9 bei 5 HE	32 bei 16 HE	18 bei 10 HE
-bei HV10	45 bei 16 HE	77 bei 20 HE	58 bei 18 HE
Biegefestigkeit in MPa	1065 $\pm$ 223	898 $\pm$ 115	830 $\pm$ 99
Weibullmodul	4,8	9,3	10,2
E-Modul in GPa	100	91	75
kritische Risszähigkeit Indenter in $MPa\sqrt{m}$			
bei HV5	4,3	4,8	5,7
bei HV10	4,2	4,4	4,8
kritische Risszähigkeit SENB in $MPa\sqrt{m}$	6 $\pm$ 0,6		



**Abbildung 30:** Biegefestigkeit Material F in Abhängigkeit von der Probendicke



**Abbildung 31:** Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material F



**Abbildung 32:** E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material F

Der Mittelwert der Biegefestigkeiten liegt bei 931 MPa und erfüllt die in der o.g. Norm geforderte Untergrenze von 800 MPa. Dabei liegt die mittlere Biegefestigkeit bei 1065 MPa bei den 0,4 mm dicken Proben, bei 898 MPa bei den 0,8 mm dicken Proben und bei 830 MPa bei den 1,2 mm dicken Proben. Die Minimalwerte liegen bei 461 MPa (0,4 mm), 720 MPa (0,8 mm) und 644 MPa (1,2 mm) (siehe Abb. 30).

Es wurden Weibullmoduln von 4,8 für die Biegefestigkeit der 0,4 mm dicken Proben, von 9,3 für die Biegefestigkeit der 0,8 mm dicken Proben und von 10,2 für die Biegefestigkeit der 1,2 mm dicken Proben bestimmt (siehe Abb. 31).

Es wurden E-Moduln bestimmt von 100 GPa (0,4 mm), 91 GPa (0,8 mm) und 75 GPa (1,2 mm). Der mittlere E-Modul liegt bei 89 GPa (siehe Abb. 32).

Zur Bestimmung der Härte wurden bei 10 polierten 0,8 mm dicken Proben nach der Biegeprüfung jeweils zwei Härteeindrücke bei 3 kp (HV3), 5 kp (HV5) und 10 kp (HV10) gesetzt. Ab 5 kp sind Risse aufgetreten. Wenn keine Risse bei 10 kp aufgetreten sind, wurde ein neuer Härteeindruck gesetzt. Bei zwei 0,4 mm dicken Proben konnten keine sichtbaren Risse erzeugt werden. Die mittlere Härte beträgt  $13826 \text{ N/mm}^2$ . Es sind keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit von Probendicke und Belastung von 3 kp bis 10 kp erkennbar.

Für die kritische Risszähigkeit wurden im Indenter-Versuch bei HV5 4,3 MPa $\sqrt{\text{m}}$  für die 0,4 mm dicken Proben, 4,8 MPa $\sqrt{\text{m}}$  für die 0,8 mm dicken Proben und 5,7 MPa $\sqrt{\text{m}}$  für die 1,2 mm dicken Proben berechnet. Bei HV10 wurden 4,2 MPa $\sqrt{\text{m}}$  (0,4 mm), 4,4 MPa $\sqrt{\text{m}}$  (0,8 mm) und 4,8 MPa $\sqrt{\text{m}}$  (1,2 mm) berechnet.

Im SENB konnten für sechs Proben  $K_{Ic}$ -Werte ermittelt werden. Diese betragen 5,4 MPa $\sqrt{\text{m}}$ , 5,7 MPa $\sqrt{\text{m}}$ , 5,8 MPa $\sqrt{\text{m}}$ , 5,9 MPa $\sqrt{\text{m}}$ , 6,4 MPa $\sqrt{\text{m}}$  und 6,8 MPa $\sqrt{\text{m}}$ . Daraus ergibt sich ein Mittelwert von  $6 \pm 0,6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ .

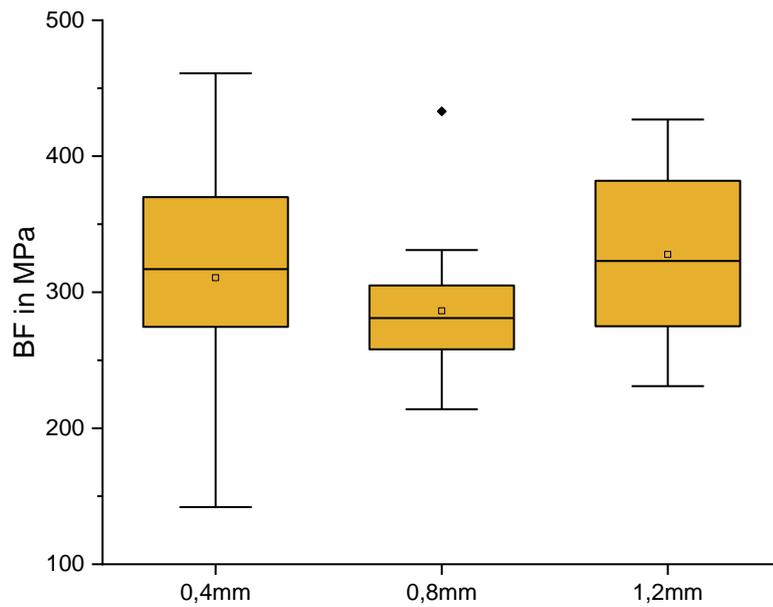
## 5.3 Hochtransluzente Zirkondioxidmaterialien

Bei dem Material G (Y 55 14 HT) handelt es sich um eine hochtransluzente mit 5 Mol%  $Y_2O_3$ -dotierte Zirkondioxidkeramik, hergestellt aus Pulver der Firma Tosoh und im Handel erhältlich als Zpex Smile (priti® multidisc  $ZrO_2$  white high translucent) der Firma pritidenta®.

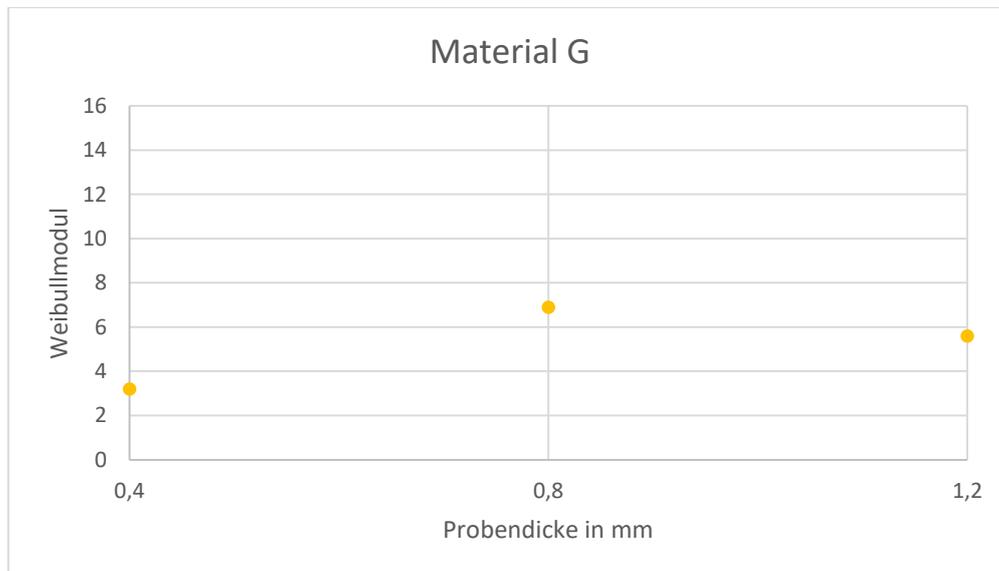
Für die Rauheit  $R_a$  wurden für alle Proben Werte  $< 0,23 \mu m$  ermittelt und damit die Anforderung der Norm [17]  $R_a$  kleiner als  $0,5 \mu m$  erfüllt (siehe Tab. 8).

**Tabelle 8:** Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material G = 5Y-FSZ hochtransluzent Tosoh. HE = Härteeindrücke. \* : je 3 Proben, 12 HV-Messwerte. 0,8 mm: 10 Proben, 20 HV-Messwerte. x: nicht durchführbar, keine Daten

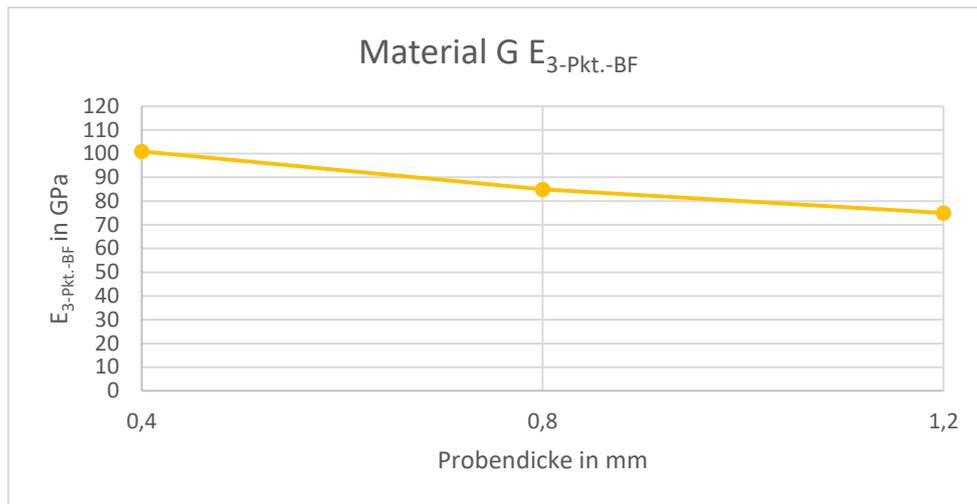
Material	G		
	5Y-FSZ hochtransluzent Tosoh		
Rauheit $R_a$ in $\mu m$	< 0,23		
Probendicke in mm	0,4	0,8	1,2
Härte in $N/mm^2$	*		*
HV3	14767 ± 45	14251 ± 313	14730 ± 304
HV5	14373 ± 178	14062 ± 402	14380 ± 128
HV10	x	x	x
erster Riss bei	HV1	HV1	HV1
Risse: -bei HV5	48 bei 12 HE	80 bei 20 HE	48 bei 12 HE
-bei HV10	48 bei 12 HE	80 bei 20 HE	48 bei 12 HE
Biegefestigkeit in MPa	311 ± 86	286 ± 51	328 ± 67
Weibullmodul	3,2	6,9	5,6
E-Modul in GPa	101	85	75
kritische Risszähigkeit Indenter in $MPa\sqrt{m}$			
bei HV3		3,9	
bei HV5		3,6	
kritische Risszähigkeit SENB in $MPa\sqrt{m}$		x	



**Abbildung 33:** Biegefestigkeit Material G in Abhängigkeit von der Probendicke. Cave: veränderter Maßstab im Vergleich zu opaken und transluzenten Materialien



**Abbildung 34:** Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material G



**Abbildung 35:** E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material G

Der Mittelwert der Biegefestigkeiten liegt bei 308 MPa. Dabei liegt die mittlere Biegefestigkeit bei 311 MPa bei den 0,4 mm dicken Proben, bei 286 MPa bei den 0,8 mm dicken Proben und bei 328 MPa bei den 1,2 mm dicken Proben. Die Minimalwerte liegen bei 142 MPa (0,4 mm), 214 MPa (0,8 mm) und 231 MPa (1,2 mm) (siehe Abb. 33).

Es wurden Weibullmoduln von 3,2 für die Biegefestigkeit der 0,4 mm dicken Proben, von 6,9 für die Biegefestigkeit der 0,8 mm dicken Proben und von 5,6 für die Biegefestigkeit der 1,2 mm dicken Proben bestimmt (siehe Abb. 34).

Es wurden E-Moduln bestimmt von 101 GPa (0,4 mm), 85 GPa (0,8 mm) und 75 GPa (1,2 mm). Der mittlere E-Modul liegt bei 87 GPa (siehe Abb. 35).

Die Durchbiegung  $\Delta l$  bei maximaler Belastung ist bei dünneren Proben größer als bei dickeren. Sie liegt bei durchschnittlich 0,13 mm bei den 0,4 mm dicken Proben, bei durchschnittlich 0,1 mm bei den 0,8 mm dicken Proben und bei durchschnittlich 0,07 mm bei den 1,2 mm dicken Proben.

Zur Bestimmung der Härte wurden bei je 10 polierten 0,4 mm, 0,8 mm und 1,2 mm dicken Proben nach der Biegeprüfung jeweils zwei Härteeindrücke bei 3 kp (HV3) und 5 kp (HV5) gesetzt. Alle Proben hatten bei 3 kp Risse, teilweise waren Spannungsfelder zu sehen und es sind Teile an der Oberfläche herausgebrochen. Auch nach Entlastung sind die Risse weiter gewachsen. Die mittlere Härte liegt bei 14157 N/mm<sup>2</sup> (HV3 und HV5). Zusätzlich wurden bei drei Proben mit 0,4 mm, drei Proben mit 0,8 mm und drei Proben mit 1,2 mm Dicke bei 0,5 kp, 1 kp, 2 kp, 2,5 kp, 3 kp und 5 kp jeweils 4 Härteeindrücke gesetzt. Bei HV 0,5 erhält man bei den drei Probendicken einen Mittelwert für die Härte von 15617 N/mm<sup>2</sup>, bei HV5 14289 N/mm<sup>2</sup>.

Für die kritische Risszähigkeit wurden im Indenter-Versuch bei HV3 3,9 MPa $\sqrt{m}$  (0,8 mm) und bei HV5 3,6 MPa $\sqrt{m}$  (0,8 mm) berechnet.

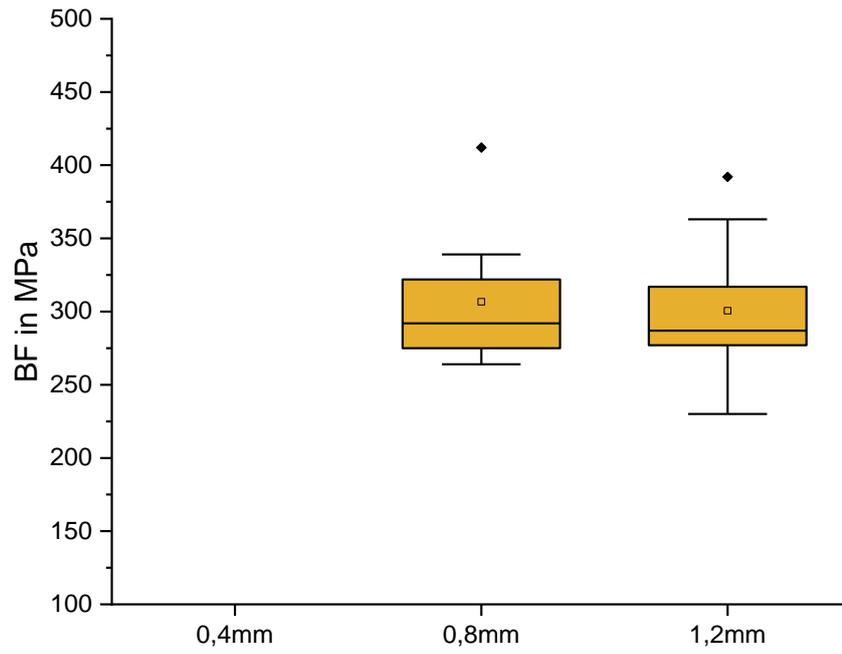
Im SENB konnten für keine der vier hergestellten Proben  $K_{Ic}$ -Werte ermittelt werden, da diese bereits kurz nach Kontakt mit dem Stempel zerbrochen sind, ohne dass eine Kraft von der Maschine gemessen wurde.

Bei dem Material H (Y 65 14 HT) handelt es sich um eine hochtransluzente mit 5 Mol%  $Y_2O_3$ -dotierte Zirkondioxidkeramik, hergestellt aus Pulver der Firma Daiichi und im Handel erhältlich als priti®multidisc  $ZrO_2$  white high translucent der Firma pritidenta®.

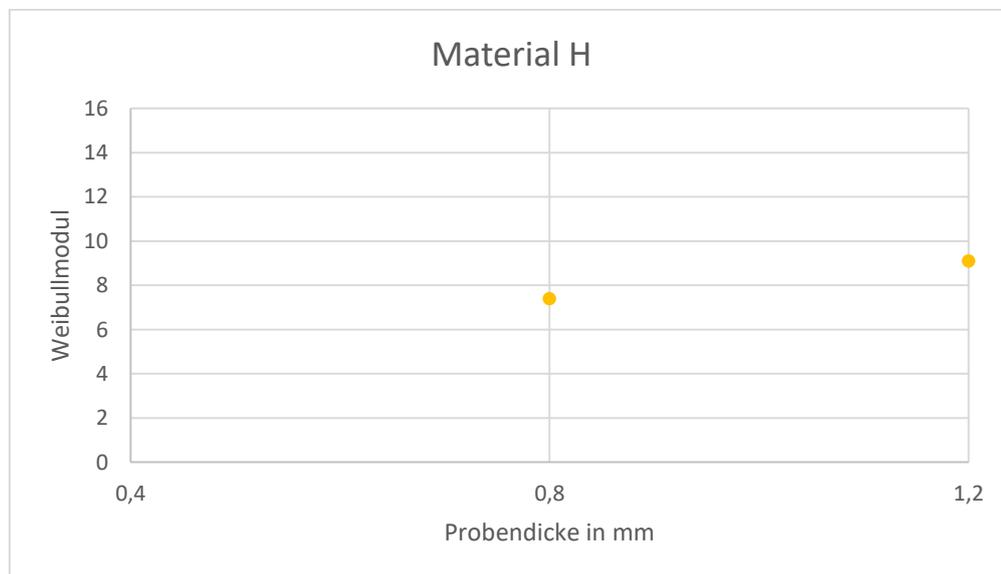
Für die Rauheit  $R_a$  wurden für alle Proben Werte  $< 0,34 \mu m$  ermittelt und damit die Anforderung der Norm [17]  $R_a$  kleiner als  $0,5 \mu m$  erfüllt (siehe Tab 9).

**Tabelle 9:** Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material H = 5Y-FSZ hochtransluzent Daiichi. HE = Härteeindrücke. 10 Proben, 20 HV-Messwerte. x: nicht durchführbar, keine Daten

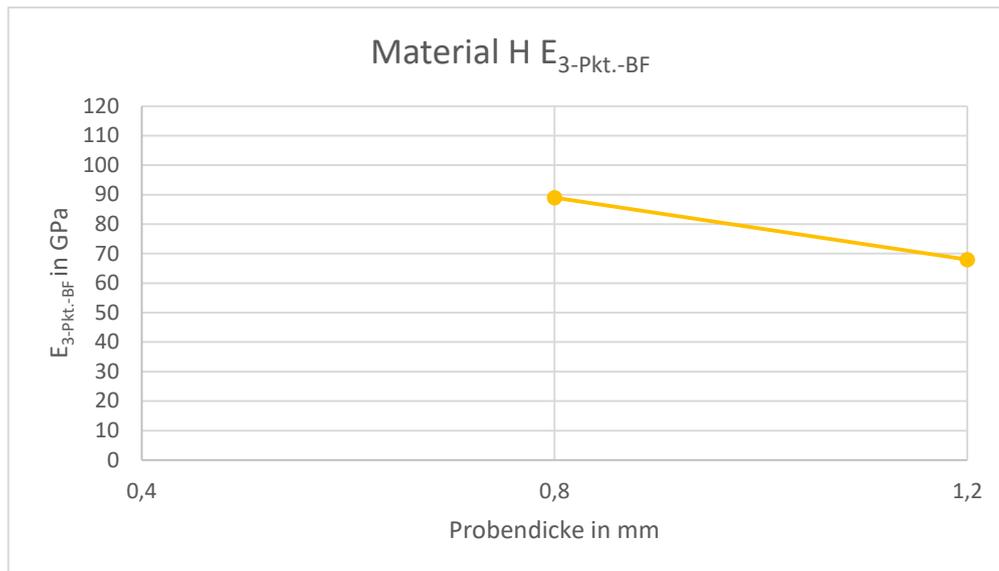
Material	H 5Y-FSZ hochtransluzent Daiichi		
	< 0,34		
Rauheit $R_a$ in $\mu m$	< 0,34		
Probendicke in mm	0,4	0,8	1,2
Härte in $N/mm^2$	nicht herstellbar		*
HV3		14380 ± 314	14274 ± 306
HV5		14027 ± 444	13891 ± 417
HV10		x	x
erster Riss bei		HV1	HV1
Risse: -bei HV5		80 bei 20 HE	80 bei 20 HE
-bei HV10		80 bei 20 HE	80 bei 20 HE
Biegefestigkeit in MPa		307 ± 47	301 ± 40
Weibullmodul		7,4	9,1
E-Modul in GPa		89	68
kritische Risszähigkeit Indenter in $MPa\sqrt{m}$			
bei HV3		3,3	3
bei HV5		3,3	2,9
kritische Risszähigkeit SENB in $MPa\sqrt{m}$		x	



**Abbildung 36:** Biegefestigkeit Material H in Abhängigkeit von der Probendicke. Cave: veränderter Maßstab im Vergleich zu opaken und transluzenten Materialien



**Abbildung 37:** Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material H



**Abbildung 38:** E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material H

Es konnten nur Proben mit 0,8 mm und 1,2 mm Dicke hergestellt werden. Dünnere Proben sind bereits bei der Herstellung beim Zurechtsägen zerbrochen.

Der Mittelwert der Biegefestigkeiten liegt bei 304 MPa. Dabei liegt die mittlere Biegefestigkeit bei 307 MPa bei den 0,8 mm dicken Proben und bei 301 MPa bei den 1,2 mm dicken Proben. Die Minimalwerte liegen bei 264 MPa (0,8 mm) und 230 MPa (1,2 mm) (siehe Abb. 36).

Es wurden Weibullmoduln von 7,4 für die Biegefestigkeit der 0,8 mm dicken Proben und von 9,1 für die Biegefestigkeit der 1,2 mm dicken Proben bestimmt (siehe Abb. 37).

Es wurden E-Moduln bestimmt von 89 GPa (0,8 mm) und 68 GPa (1,2 mm) (siehe Abb. 38).

Die Durchbiegung  $\Delta l$  bei maximaler Belastung ist bei dünneren Proben größer als bei dickeren. Sie liegt bei durchschnittlich 0,1 mm bei den 0,8 mm dicken Proben und bei durchschnittlich 0,09 mm bei den 1,2 mm dicken Proben.

Zur Bestimmung der Härte wurden bei je 10 polierten 0,8 mm und 1,2 mm dicken Proben nach der Biegeprüfung jeweils zwei Härteeindrücke bei 3 kp (HV3) und 5 kp (HV5) gesetzt. Alle Proben hatten bei 3 kp Risse, teilweise waren Spannungsfelder zu sehen und es sind Teile an der Oberfläche herausgebrochen. Auch nach Entlastung sind die Risse weiter gewachsen. Die mittlere Härte liegt bei 14184 N/mm<sup>2</sup> (HV3 und HV5).

Für die kritische Risszähigkeit wurden im Indenter-Versuch bei HV3 3,3 MPa $\sqrt{m}$  (0,8 mm) und 3,0 MPa $\sqrt{m}$  (1,2 mm) und bei HV5 3,3 MPa $\sqrt{m}$  (0,8 mm) und 2,9 MPa $\sqrt{m}$  (1,2 mm) berechnet.

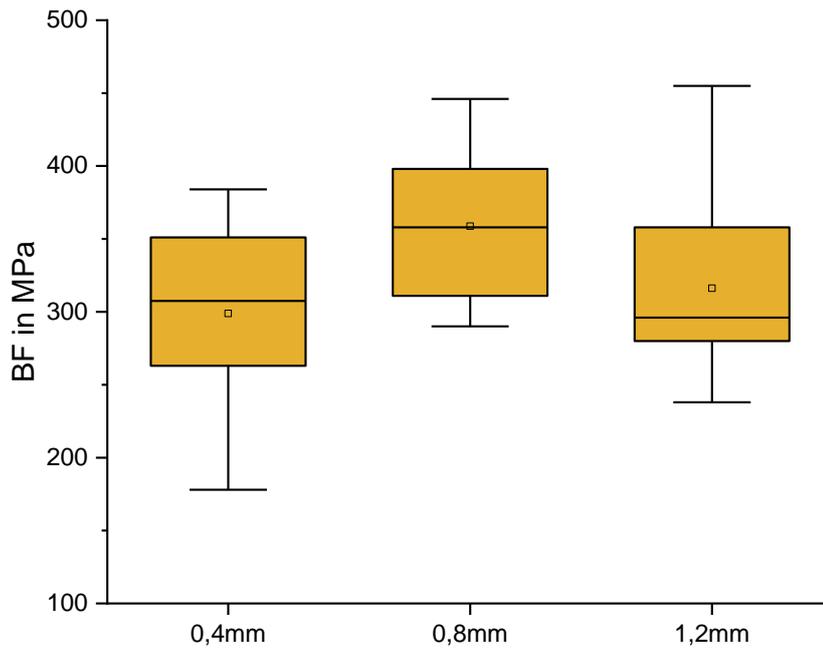
Im SENB konnten für keine der vier hergestellten Proben  $K_{Ic}$ -Werte ermittelt werden, da diese bereits kurz nach Kontakt mit dem Stempel zerbrochen sind, ohne dass eine Kraft von der Maschine gemessen wurde.

Bei dem Material I (Y 53 A4 14 HT) handelt es sich um eine hochtransluzente mit 5 Mol% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-dotierte Zirkondioxidkeramik, hergestellt aus Pulver der Firma Tosoh und im Handel erhältlich als Zpex Smile (priti® multidisc ZrO<sub>2</sub> A4 high translucent) der Firma pritidenta®.

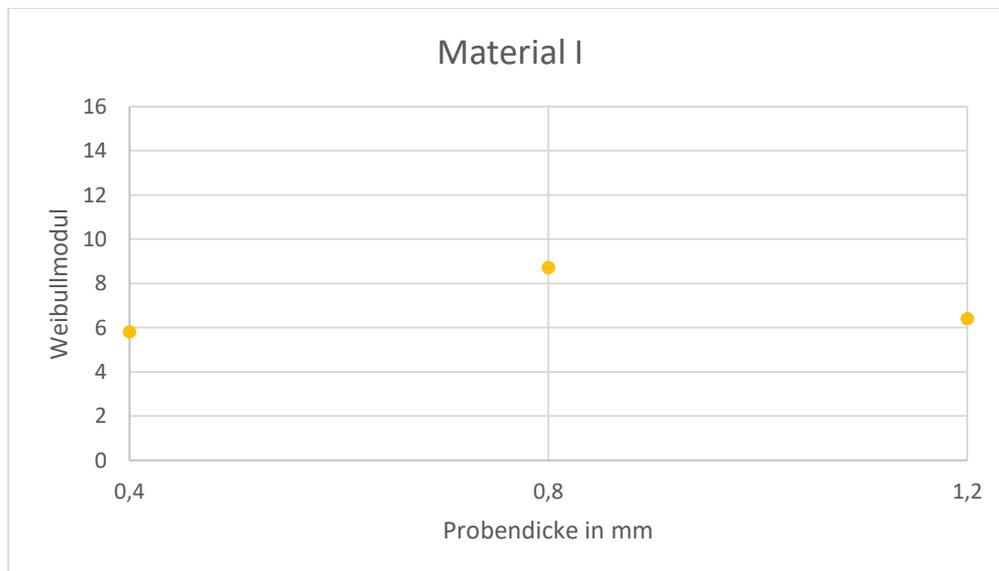
Für die Rauheit R<sub>a</sub> wurden für alle Proben Werte < 0,27 µm ermittelt und damit die Anforderung der Norm [17] R<sub>a</sub> kleiner als 0,5 µm erfüllt (siehe Tab. 10).

**Tabelle 10:** Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material I = 5Y-FSZ hochtransluzent A4 Tosoh. HE = Härteeindrücke. 10 Proben, 20 HV-Messwerte. x: nicht durchführbar, keine Daten

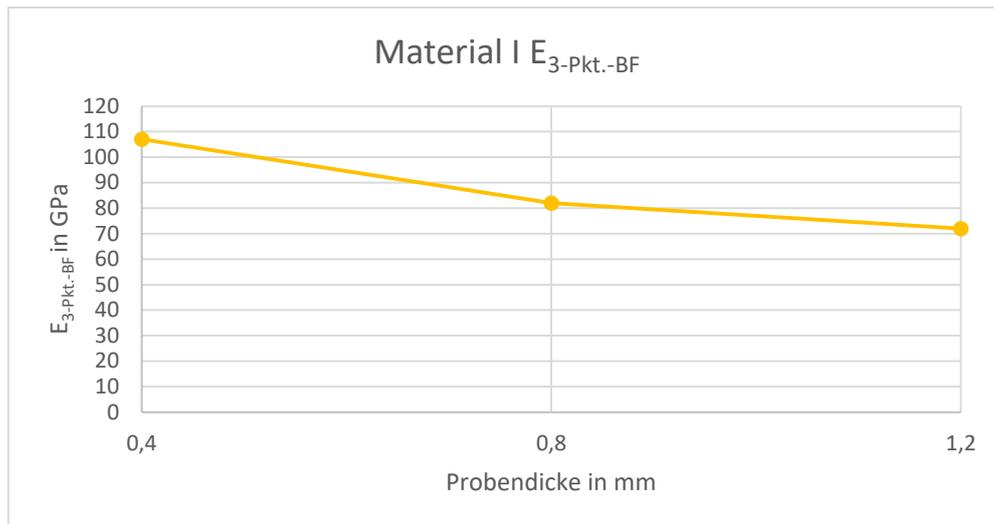
Material	I 5Y-FSZ hochtransluzent A4 Tosoh		
Rauheit R <sub>a</sub> in µm	< 0,27		
Probendicke in mm	0,4	0,8	1,2
Härte in N/mm <sup>2</sup>			
HV3	14232 ± 370	14142 ± 334	14241 ± 300
HV5	14078 ± 343	13961 ± 186	14095 ± 286
HV10	x	x	x
erster Riss bei	HV1	HV1	HV1
Risse: -bei HV5	80 bei 20 HE	80 bei 20 HE	80 bei 20 HE
-bei HV10	80 bei 20 HE	80 bei 20 HE	80 bei 20 HE
Biegefestigkeit in MPa	299 ± 55	359 ± 48	316 ± 61
Weibullmodul	5,8	8,7	6,4
E-Modul in GPa	107	82	72
kritische Risszähigkeit Indenter in MPa√m			
bei HV3	3,4	3,	3,3
bei HV5	3,3	3,1	3,2
kritische Risszähigkeit SENB in MPa√m	4 ± 0,6		



**Abbildung 39:** Biegefestigkeit Material I in Abhängigkeit von der Probendicke. Cave: veränderter Maßstab im Vergleich zu opaken und transluzenten Materialien



**Abbildung 40:** Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material I



**Abbildung 41:** E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material I

Der Mittelwert der Biegefestigkeiten liegt bei 325 MPa. Dabei liegt die mittlere Biegefestigkeit bei 299 MPa bei den 0,4 mm dicken Proben, bei 359 MPa bei den 0,8 mm dicken Proben und bei 316 MPa bei den 1,2 mm dicken Proben. Die Minimalwerte liegen bei 177 MPa (0,4 mm), 290 MPa (0,8 mm) und 238 MPa (1,2 mm) (siehe Abb. 39).

Es wurden Weibullmoduln von 5,8 für die Biegefestigkeit der 0,4 mm dicken Proben, von 8,7 für die Biegefestigkeit der 0,8 mm dicken Proben und von 6,4 für die Biegefestigkeit der 1,2 mm dicken Proben bestimmt (siehe Abb. 40).

Es wurden E-Moduln bestimmt von 107 GPa (0,4 mm), 82 GPa (0,8 mm) und 72 GPa (1,2 mm). Der mittlere E-Modul liegt bei 87 GPa (siehe Abb. 41).

Die Durchbiegung  $\Delta l$  bei maximaler Belastung ist bei dünneren Proben größer als bei dickeren. Sie liegt bei durchschnittlich 0,11 mm bei den 0,4 mm dicken Proben, bei durchschnittlich 0,1 mm bei den 0,8 mm dicken Proben und bei durchschnittlich 0,08 mm bei den 1,2 mm dicken Proben.

Zur Bestimmung der Härte wurden bei je 10 polierten 0,4 mm, 0,8 mm und 1,2 mm dicken Proben nach der Biegeprüfung jeweils zwei Härteeindrücke bei 3 kp (HV3) und 5 kp (HV5) gesetzt. Alle Proben hatten bei 3 kp Risse, teilweise waren Spannungsfelder zu sehen und es sind Teile an der Oberfläche herausgebrochen. Auch nach Entlastung sind die Risse weiter gewachsen. Die mittlere Härte liegt zwischen  $14045 \text{ N/mm}^2$  (HV5) und  $14205 \text{ N/mm}^2$  (HV3).

Für die kritische Risszähigkeit wurden im Indenter-Versuch bei HV3 3,4 MPa $\sqrt{\text{m}}$  (0,4 mm), 3,0 MPa $\sqrt{\text{m}}$  (0,8 mm) und 3,3 MPa $\sqrt{\text{m}}$  (1,2 mm) und bei HV5 3,3 MPa $\sqrt{\text{m}}$  (0,4 mm), 3,1 MPa $\sqrt{\text{m}}$  (0,8 mm) und 3,2 MPa $\sqrt{\text{m}}$  (1,2 mm) berechnet.

Im SENB konnten für vier von sechs Proben  $K_{Ic}$ -Werte ermittelt werden. Diese betragen 3,1 MPa $\sqrt{\text{m}}$ , 4 MPa $\sqrt{\text{m}}$ , 4,4 MPa $\sqrt{\text{m}}$  und 4,5 MPa $\sqrt{\text{m}}$ . Daraus ergibt sich ein Mittelwert von  $4 \pm 0,6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ . Die anderen zwei Proben sind bereits kurz nach Kontakt mit dem Stempel zerbrochen, ohne dass eine Kraft von der Maschine gemessen wurde.

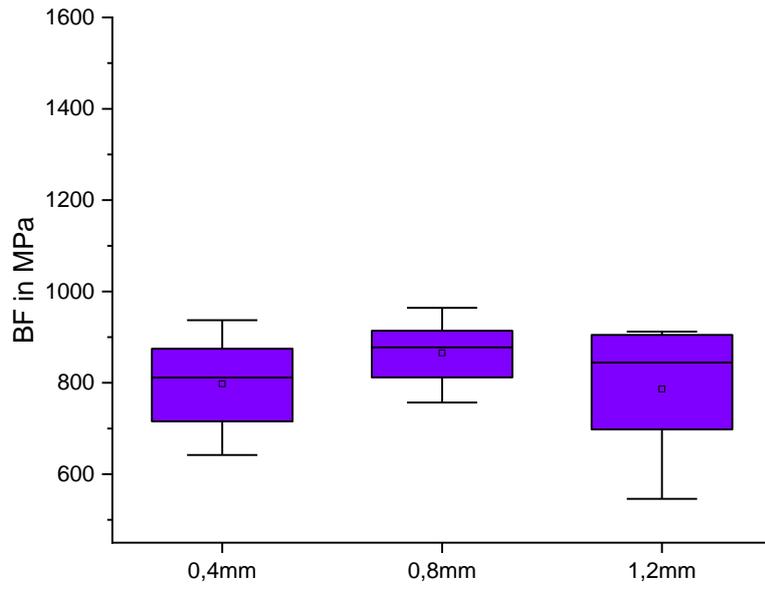
## 5.4 ZV3 Materialien

Bei dem Material J (ZV3 2. Generation) handelt es sich um eine opake mit 3 Mol%  $Y_2O_3$ -dotierte Zirkondioxidkeramik für Implantate hergestellt von der Firma ZV3 Zircon Vision.

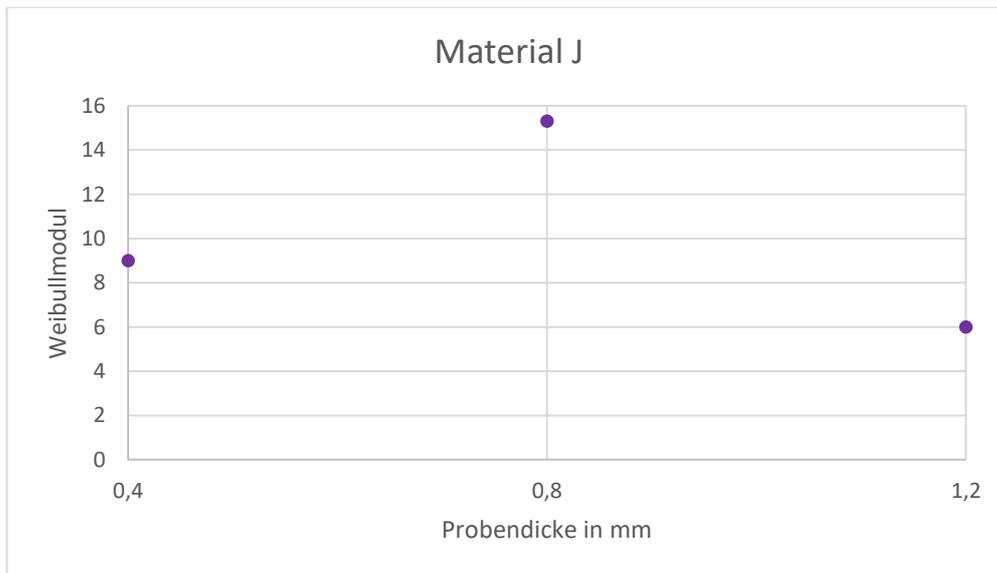
Für die Rauheit  $R_a$  wurden für alle Proben Werte  $< 0,27 \mu m$  ermittelt und damit die Anforderung der Norm [17]  $R_a$  kleiner als  $0,5 \mu m$  erfüllt (siehe Tab. 11).

**Tabelle 11:** Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material J = 3Y-TZP ZV2 2. HE = Härteeindrücke. 0,4 mm: 8 Proben, 16 HV-Messwerte. 0,8 mm: 12 Proben, 24 HV-Messwerte. 1,2 mm: 8 Proben, 16 HV-Messwerte. x: nicht durchführbar, keine Daten

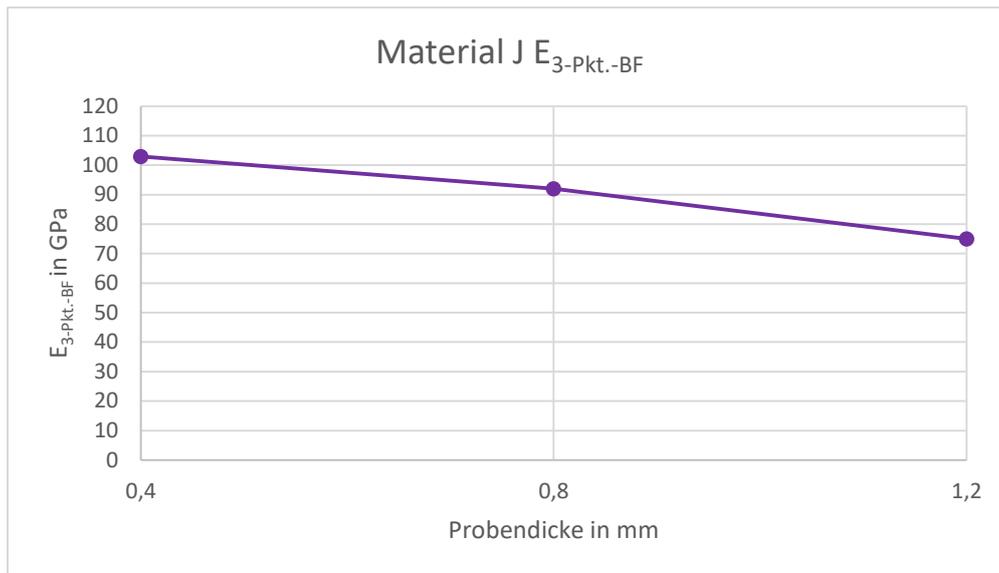
Material	J 3Y-TZP ZV2 2		
	< 0,27		
Probendicke in mm	0,4	0,8	1,2
Härte in $N/mm^2$			
HV3	13669 ± 136	13685 ± 268	13679 ± 266
HV5	13619 ± 100	13588 ± 230	13597 ± 300
HV10	13518 ± 309	13432 ± 298	13583 ± 140
erster Riss bei	HV3	HV3	HV5
Risse: -bei HV5 -bei HV10	19 bei 7 HE 60 bei 16 HE	53 bei 20 HE 88 bei 24 HE	14 bei 9 HE 47 bei 16 HE
Biegefestigkeit in MPa	798 ± 103	866 ± 67	787 ± 139
Weibullmodul	9	15,3	6
E-Modul in GPa	103	92	75
kritische Risszähigkeit Indenter in $MPa\sqrt{m}$			
bei HV5	4,3	4,7	4,9
bei HV10	4,6	4,6	5
kritische Risszähigkeit SENB in $MPa\sqrt{m}$	x		



**Abbildung 42:** Biegefestigkeit Material J in Abhängigkeit von der Probendicke



**Abbildung 43:** Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material J



**Abbildung 44:** E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material J

Der Mittelwert der Biegefestigkeiten liegt bei 817 MPa. Dabei liegt die mittlere Biegefestigkeit bei 798 MPa bei den 0,4 mm dicken Proben, bei 866 MPa bei den 0,8 mm dicken Proben und bei 787 MPa bei den 1,2 mm dicken Proben. Die Minimalwerte liegen bei 642 MPa (0,4 mm), 757 MPa (0,8 mm) und 546 MPa (1,2 mm) (siehe Abb. 42).

Es wurden Weibullmoduln von 9 für die Biegefestigkeit der 0,4 mm dicken Proben, von 15,3 für die Biegefestigkeit der 0,8 mm dicken Proben und von 6 für die Biegefestigkeit der 1,2 mm dicken Proben bestimmt (siehe Abb. 43).

Es wurden E-Moduln bestimmt von 103 GPa (0,4 mm), 92 GPa (0,8 mm) und 75 GPa (1,2 mm). Der mittlere E-Modul liegt bei 90 GPa (siehe Abb. 44).

Die Durchbiegung  $\Delta l$  bei maximaler Belastung ist bei dünneren Proben größer als bei dickeren. Sie liegt bei durchschnittlich 0,3 mm bei den 0,4 mm dicken Proben, bei durchschnittlich 0,2 mm bei den 0,8 mm dicken Proben und bei durchschnittlich 0,11 mm bei den 1,2 mm dicken Proben.

Zur Bestimmung der Härte wurden bei allen Proben nach der Biegeprüfung jeweils zwei Härteeindrücke bei 3 kp (HV3), 5 kp (HV5) und 10 kp (HV10) gesetzt. Ab 3 kp sind Risse aufgetreten. Wenn keine Risse bei 10 kp aufgetreten sind, wurde ein neuer Härteeindruck gesetzt. Die mittlere Härte beträgt 13597 N/mm<sup>2</sup>. Es sind keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit von Probendicke und Belastung von 3 kp bis 10 kp erkennbar.

Für die kritische Risszähigkeit wurden im Indenter-Versuch für die 0,4 mm dicken Proben bei HV5 4,3 MPa√m und bei HV10 4,6 MPa√m, für die 0,8 mm dicken Proben bei HV5 4,7 MPa√m und bei HV10 4,6 MPa√m und für die 1,2 mm dicken Proben bei HV5 4,9 MPa√m und bei HV10 5 MPa√m berechnet.

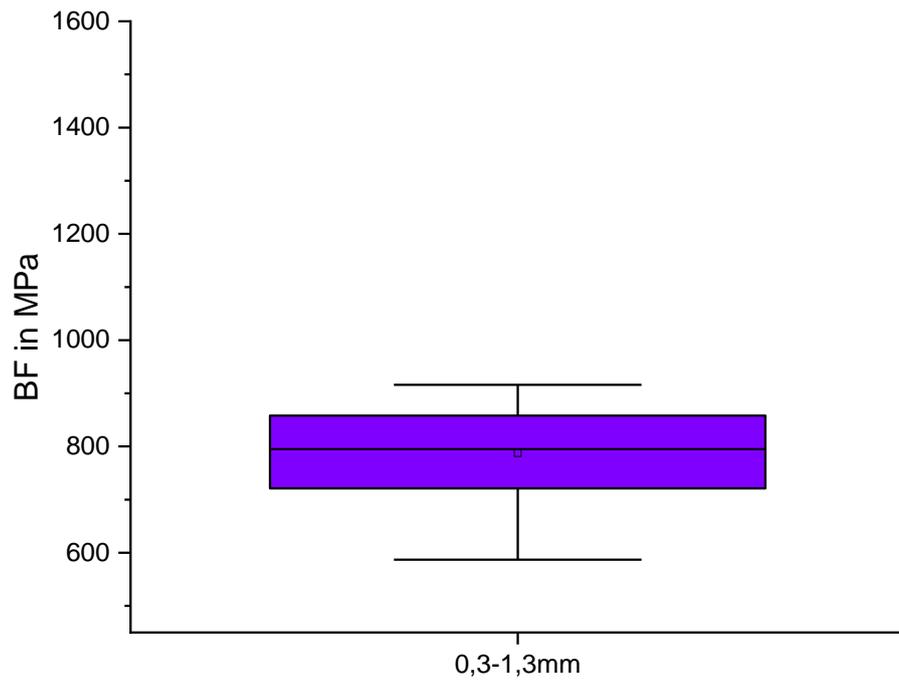
Der SENB konnte aufgrund der geringen Materialmenge nicht durchgeführt werden.

Bei dem Material K (ZV3 3. Generation) handelt es sich um eine opake mit 3 Mol%  $Y_2O_3$ -dotierte Zirkondioxidkeramik für Implantate, hergestellt von der Firma ZV3 Zircon Vision.

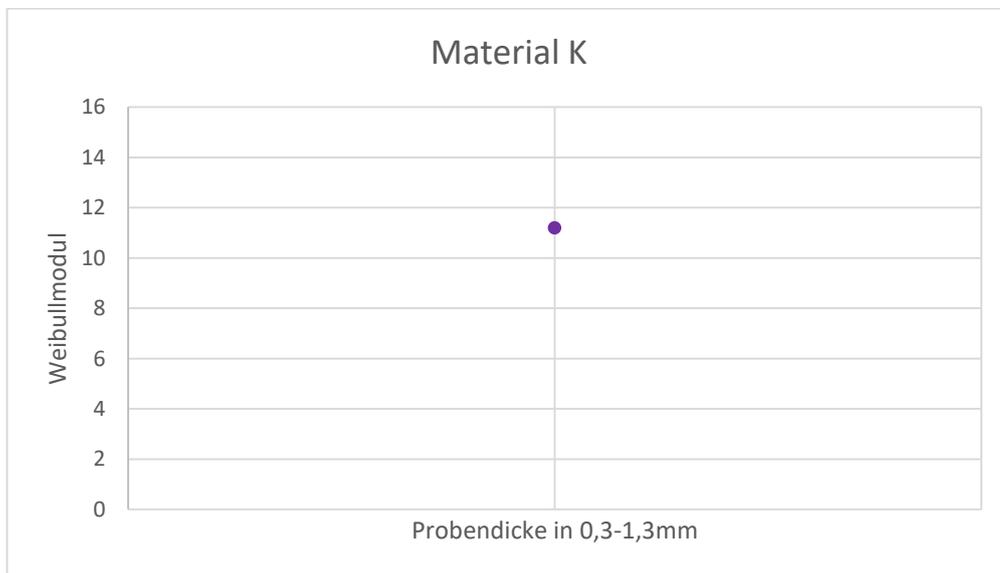
Für die Rauheit  $R_a$  wurden für alle Proben Werte  $< 0,23 \mu m$  ermittelt und damit die Anforderung der Norm [17]  $R_a$  kleiner als  $0,5 \mu m$  erfüllt (siehe Tab. 12).

**Tabelle 12:** Übersicht der Untersuchungsergebnisse von Material K = 3Y-TZP ZV2 3. HE = Härteeindrücke. Alle Proben verschiedener Dicken zusammengefasst. x: nicht durchführbar, keine Daten

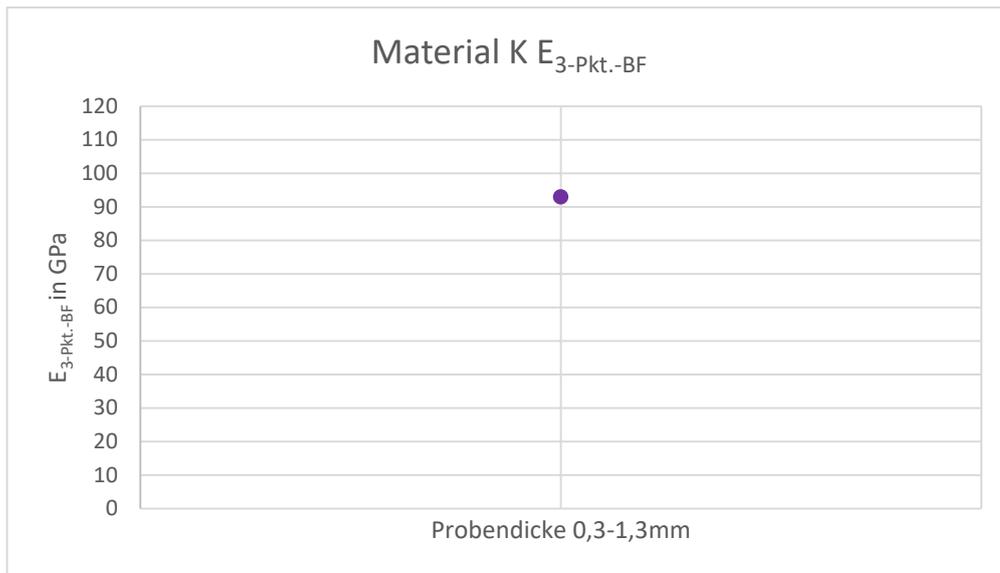
Material	K 3Y-TZP ZV2 3
Rauheit $R_a$ in $\mu m$	$< 0,23$
Probendicke in mm	0,3 - 1,3
Härte in $N/mm^2$	
HV3	$12570 \pm 306$
HV5	$12588 \pm 346$
HV10	$12408 \pm 327$
erster Riss bei	HV3
Risse: -bei HV5	63 bei 34 HE
-bei HV10	173 bei 50 HE
Biegefestigkeit in MPa	$787 \pm 83$
Weibullmodul	11,2
E-Modul in GPa	93
kritische Risszähigkeit Indenter in $MPa\sqrt{m}$	
bei HV5	7,2
bei HV10	7,9
kritische Risszähigkeit SENB in $MPa\sqrt{m}$	x



**Abbildung 45:** Biegefestigkeit Material K in Abhängigkeit von der Probendicke



**Abbildung 46:** Weibullmodul der Biegefestigkeiten der verschiedenen Probendicken bei Material K



**Abbildung 47:** E-Modul der verschiedenen Probendicken aus dem Biegeversuch von Material K

Der Mittelwert der Biegefestigkeiten liegt bei 787 MPa. Der Minimalwert liegt bei 587 MPa (siehe Abb. 45).

Der Weibullmodul der Biegefestigkeiten ist 11,2 (siehe Abb. 46).

Es wurde ein mittlerer E-Modul bestimmt von 93 GPa (siehe Abb. 47).

Die Durchbiegung  $\Delta l$  bei maximaler Belastung ist bei dünneren Proben größer als bei dickeren. Sie schwankt zwischen 0,4 mm bei den dünnsten Proben (ca. 0,3 mm) und 0,1 mm bei den dicken Proben (> 0,83 mm).

Zur Bestimmung der Härte wurden bei allen Proben nach der Biegeprüfung jeweils zwei Härteeindrücke bei 3 kp (HV3), 5 kp (HV5) und 10 kp (HV10) gesetzt. Ab 3 kp sind Risse aufgetreten. Wenn keine Risse bei 10 kp aufgetreten sind (4 Proben), wurde ein neuer Härteeindruck gesetzt. Die mittlere Härte beträgt 12557 N/mm<sup>2</sup>. Es sind keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit von Probendicke und Belastung von 3 kp bis 10 kp erkennbar.

Für die kritische Risszähigkeit wurden im Indenter-Versuch bei HV5 7,2 MPaVm und bei HV10 7,9 MPaVm berechnet.

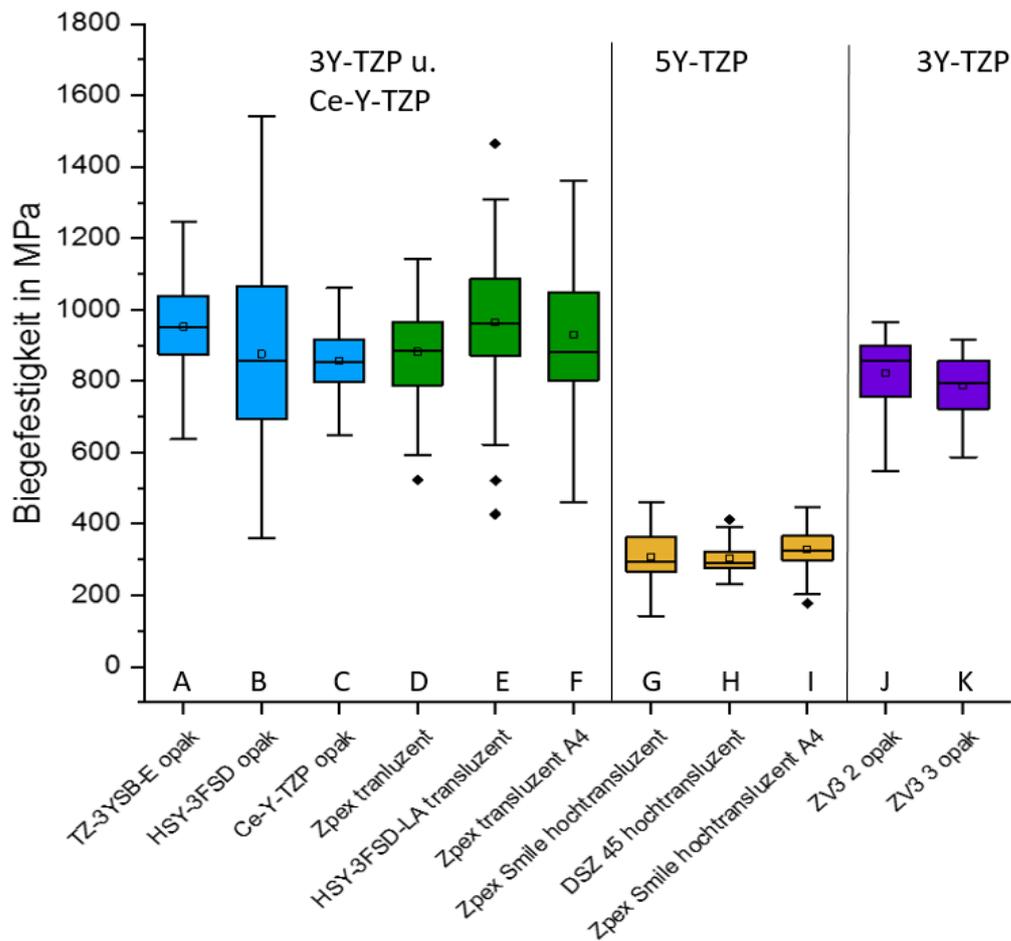
Der SENB konnte aufgrund der geringen Materialmenge nicht durchgeführt werden.

## 6. Diskussion

Anliegen dieser Untersuchungen war es, verschiedene ZrO<sub>2</sub>-Keramiken im Hinblick auf ihre physikalischen Eigenschaften wie Biegefestigkeit, E-Modul sowie kritische Risszähigkeit hin zu prüfen und zu vergleichen. Ein besonderes Augenmerk lag auf der Bestimmung des K<sub>Ic</sub>-Wertes und dessen zuverlässigen Bestimmung als Kennwert für die Beurteilung der Werkstoffqualität. Dabei sollte der Einfluss der Probendicke auf die Bestimmung der o.g. Parameter bewertet werden.

Notwendig dafür war, dass die Verarbeitungsvorgaben der Hersteller, insbesondere die Brennführung betreffend, eingehalten werden sowie die zu prüfenden Proben in allen Fällen die gleiche Rauheit aufweisen. Diese lag für alle untersuchten Materialien unter 0,5 µm.

Die erste Annahme, dass die Biegefestigkeit abhängig von der Dicke der Prüfproben ist und dünnere Proben aufgrund ihres kleineren Volumens mit einer geringeren Anzahl möglicher Fehlstellen eine höhere Biegefestigkeit besitzen [31], konnte in dieser Arbeit nicht bestätigt werden. Die Biegefestigkeiten der verschiedenen Materialdicken 0,4 mm, 0,8 mm und 1,2 mm unterschieden sich bei keinem Material signifikant voneinander (Kruskal-Wallis und t-Test). Es liegt eine homogene Verteilung der Biegefestigkeitswerte und inneren Materialfehler vor. Nur im Falle des Materials F (Zpex transluzent A4) wurde diese Abhängigkeit der Mittelwerte der Biegefestigkeiten von der Probendicke ( $\sigma^{0,4\text{mm}} > \sigma^{0,8\text{mm}} > \sigma^{1,2\text{mm}}$ ) gefunden. So konnten die Biegefestigkeiten aller Probendicken eines Materials zusammengefasst werden, um die Materialien untereinander zu vergleichen (*siehe Abb. 48*).



**Abbildung 48:** Übersicht über die Biegefestigkeiten der verschiedenen Materialien

Wie in *Abb. 48* zu erkennen ist, sind die Biegefestigkeiten der opaken (A-C, J, K) und transluzenten (D-F) Materialien vergleichbar.

In der Gruppe der opaken und transluzenten  $ZrO_2$ -Keramiken erfüllen die von Material A, C, D, E, F und J untersuchten Proben die Mindestanforderung einer Biegefestigkeit von über 800 MPa für Klasse 5 Keramiken nach Norm [17]. Jedoch liegen auch sehr viele Messwerte unterhalb dieser Grenze. Das ist kritisch zu sehen, da so keine zuverlässige Aussage über die ausreichende Stabilität einer einzelnen Restauration getroffen werden kann. Ein Einsatz als Substitut für Metalle ist also nicht ohne Risiko einer Fraktur möglich.

Die Biegefestigkeit hochtransluzenter Proben (G-I) liegt mit ca. 300 MPa deutlich unter den Werten der anderen Materialien. Damit ist der Indikationsbereich deutlich eingeschränkt. Interessanterweise zeigen Lithiumdisilikat-Keramiken höhere Biegefestigkeiten mit über 360 MPa [16, 25].

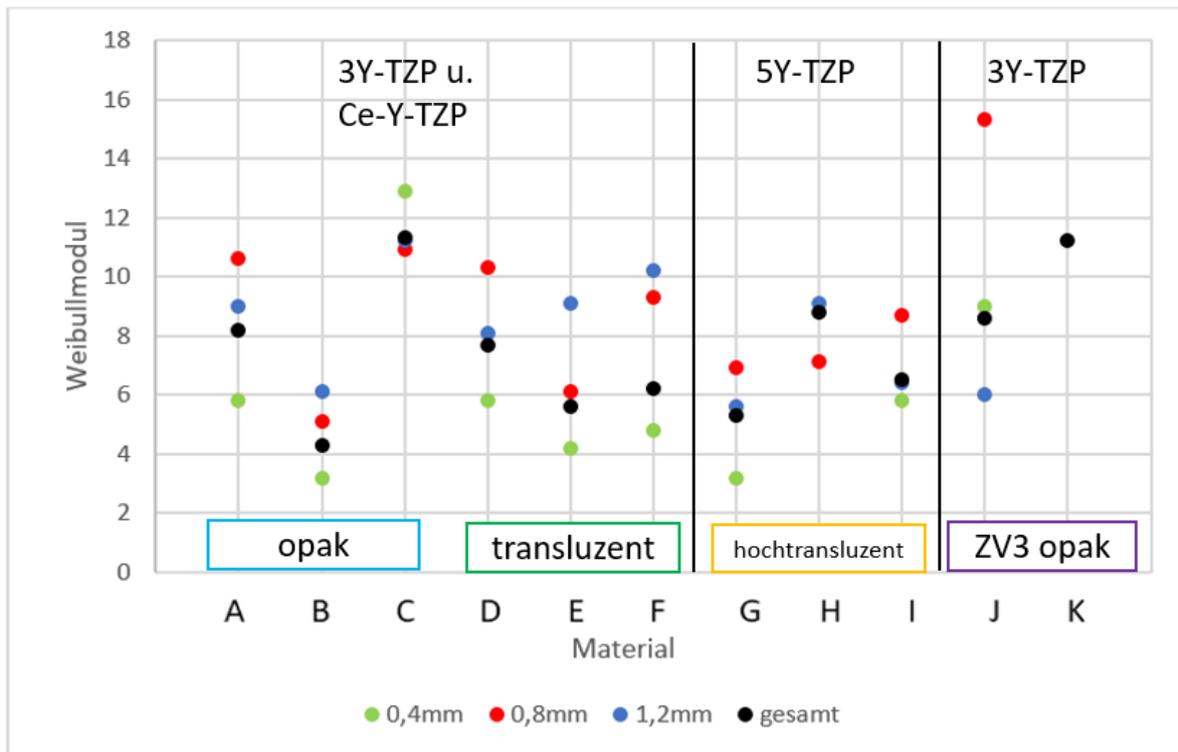


Abbildung 49: Übersicht über die Weibullmoduln der untersuchten Materialien unter Berücksichtigung der Probendicke

In Abb. 49 sind die Mittelwerte der Weibullmoduln aller untersuchten Materialien dargestellt. Der Weibullmodul liegt bei kleinerer Probendicke (insbesondere bei 0,4 mm) häufig unter dem Wert größerer Dicken mit Ausnahme der ZV3-Materialien und Material C (Ce-Y-TZP). Das bedeutet, dass dünnere Proben eine größere Streuung der Biegefestigkeitswerte aufweisen. Dünne Proben können also sehr hohe Biegefestigkeitswerte erreichen, andere aber auch schon bei geringer Belastung brechen. Da bei der Probenherstellung die verschiedenen dicken Proben aus denselben Ausgangsblöcken nach dem Sintern gesägt wurden, sollte die Fehlerverteilung innerhalb des Materials gleich sein. Äußere Defekte, die durch die Bearbeitung der Oberfläche entstehen, können auch einen Einfluss auf die Stabilität haben. Im Rahmen dieser Arbeit wurde versucht, diesen Einfluss durch das hier genutzte Protokoll bei der Herstellung zu minimieren. Für die Prüfung von keramischen Werkstoffen zeigt sich, dass eine Probendicke von 0,8 bis 1,2 mm verlässliche Ergebnisse liefert und so empfohlen werden kann.

Der vom Hersteller angegebene E-Modul von 210 GPa [32] wird keinesfalls erreicht und nimmt mit zunehmender Probendicke weiter ab (siehe Abb. 50).

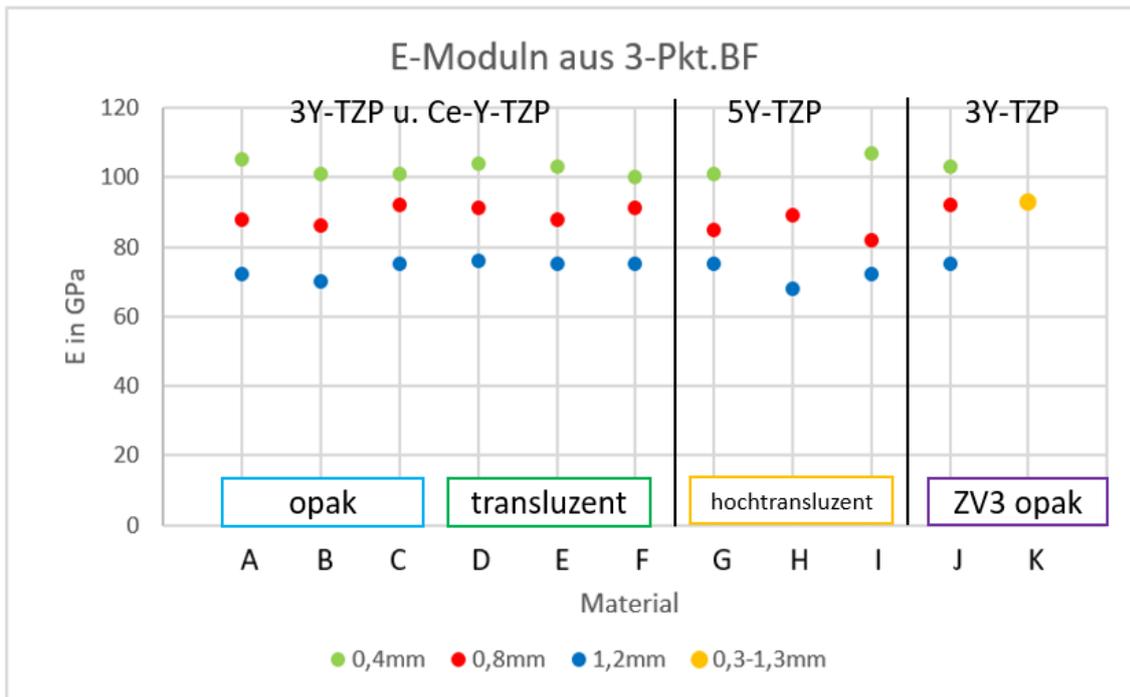


Abbildung 50: Übersicht über die im Biegeversuch ermittelten E-Moduln

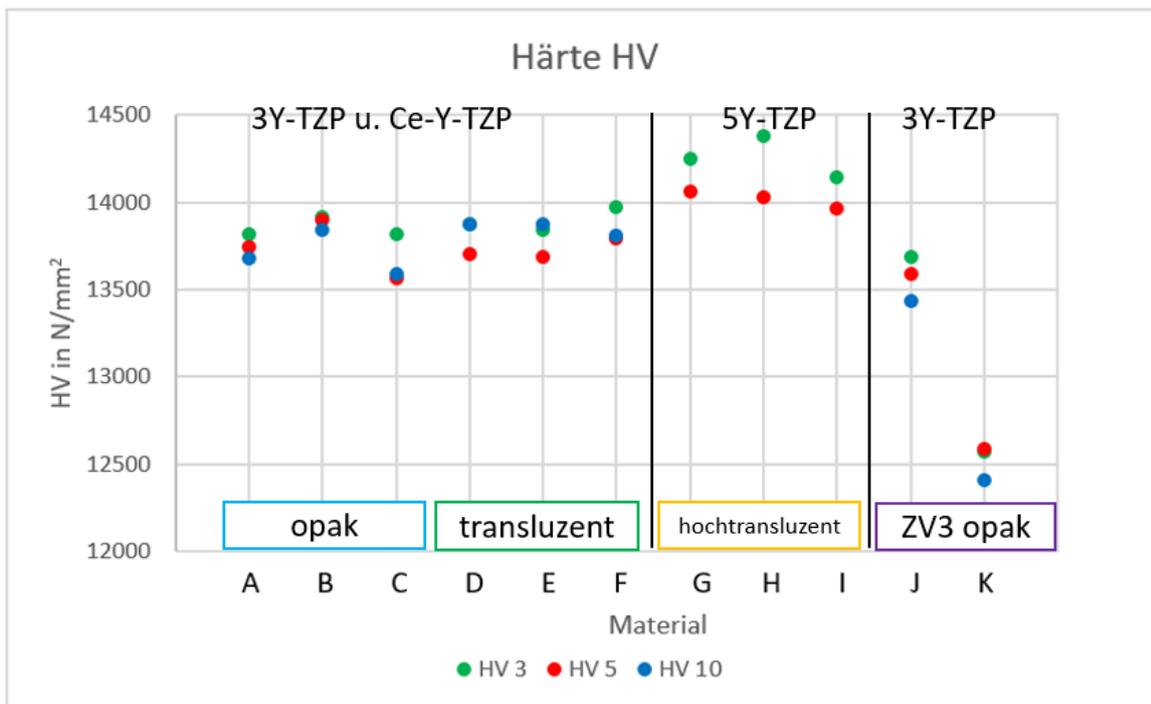


Abbildung 51: Übersicht über die Vickers-Härte 0,8 mm dicker Proben aller untersuchten Materialien bei Belastung mit 3 kp (HV3), 5 kp (HV5) und 10 kp (HV10)

Bei der Härtebestimmung erhält man bei kleinerer Belastung aufgrund der geringeren plastischen Verformung höhere Härtemesswerte (HV). Umso stärker eine Probe belastet wird, desto mehr plastische Verformung und Risse treten auf, die HV-Messwerte werden kleiner. In

Abb. 51 ist tendenziell erkennbar, wird bei größerem Unterschied der applizierten Kraft, z.B. 0,5 kp (entspricht HV 0,5) gegenüber 5 kp (HV5), aber noch deutlicher, da bei sehr geringer Belastung eine stärkere Rückstellung nach Entlastung stattfindet. Bei der Berechnung der kritischen Risszähigkeit hat diese Änderung des Härtemesswerts jedoch keine relevante Auswirkung (vgl. 6.1.2, S.70).

Die um ca. 500 N/mm<sup>2</sup> höhere Härte hochtransluzenter Proben bedeutet, dass sie spröder sind als opake und transluzente Materialien. Zudem wird die Bearbeitung schwieriger. Die Härte des Materials K (ZV3 3) ist interessanterweise mit rund 12500 N/mm<sup>2</sup> am niedrigsten – es ist also am „elastischsten“.

## 6.1 Kritische Risszähigkeit

Zur Beurteilung der Qualität eines Materials ist die kritische Risszähigkeit eine entscheidende Größe. In dieser Arbeit wurde eine für hochfeste Zirkoniumdioxidkeramik geeignete Testmethode gesucht, die sowohl technisch unkompliziert realisierbar ist, als auch aussagekräftige Ergebnisse liefert. Es wurden Indenter-Test und SENB durchgeführt.

### 6.1.2 Bestimmung der kritischen Risszähigkeit mittels Indenter-Methode

Bei der Indenter-Methode gibt es diverse Rechenansätze [27], die alle unterschiedliche Ergebnisse liefern. In dieser Arbeit erfolgte die Berechnung der kritischen Risszähigkeit anhand der ermittelten Risslängen aus dem Indenter-Versuch nach der Formel:

$$(8) \quad K_{Ic} = 0,018 * HV * \sqrt{0,5d} * \left(\frac{E}{HV}\right)^{0,4} * \left(\frac{c}{0,5d} - 1\right)^{0,5}$$

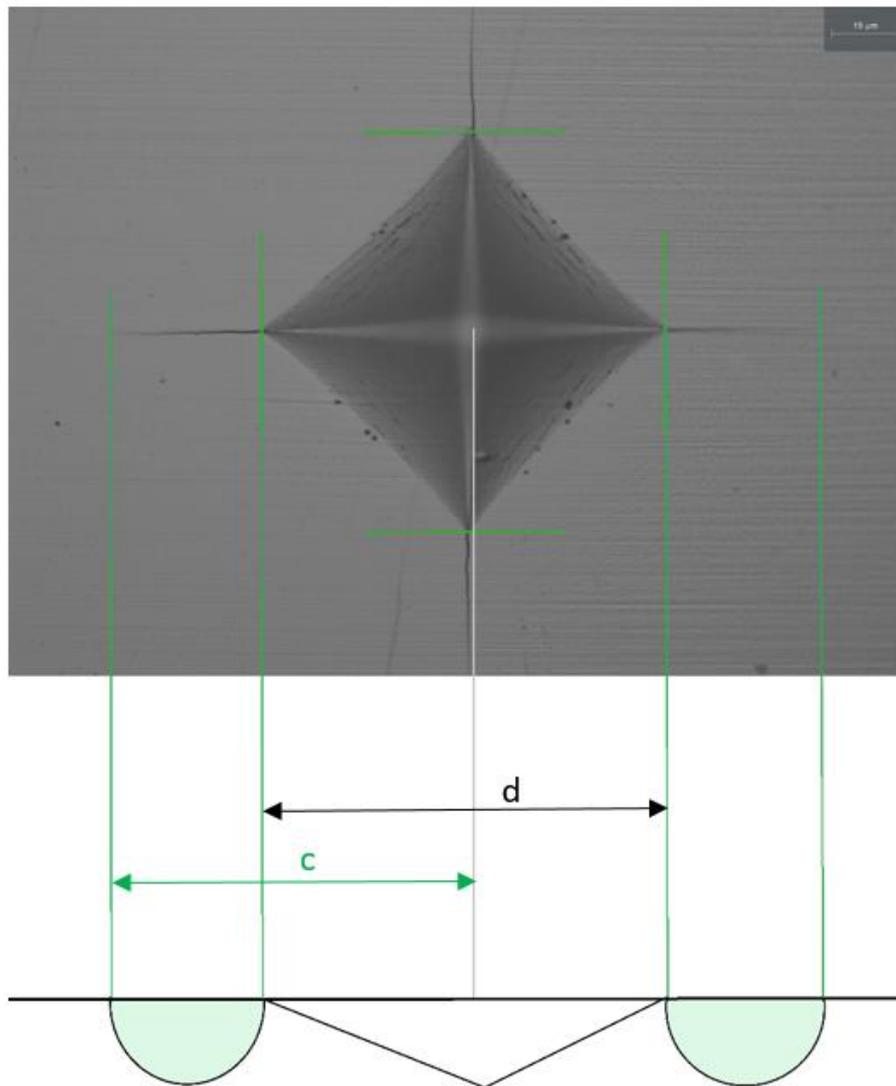
Am Beispiel von Material A, bei 0,8mm Probendicke und Belastung 49 N (HV 5) wurden folgende Werte eingesetzt:

- Härte HV = 13747 N/mm<sup>2</sup>
- Diagonalenlänge des Härteeindrucks d = 0,0000814 m
- Risslänge c = 0,0000613667 m
- E-Modul aus dem Biegeversuch = 88455 MPa

$$K_{Ic} = 0,018 * 13747 \text{ N/mm}^2 * \sqrt{0,5 * 0,0000814 \text{ m}} * \left( \frac{88455 \text{ MPa}}{13747 \text{ N/mm}^2} \right)^{0,4} * \left( \frac{0,0000613667 \text{ m}}{0,5 * 0,0000814 \text{ m}} - 1 \right)^{0,5}$$

$$= 4,66493308 \text{ MPav/m}$$

Die Formel (8) nach Niihara et al. wurde angewendet aufgrund der Annahme, dass hauptsächlich radiale (Palmqvist-) Risse aufgetreten sind (siehe Abb. 52), die von den Kanten des Vickers-Diamanten an der Probenoberfläche entstehen, da gilt, dass das Verhältnis von Risslänge zur halben Eindruckdiagonale kleiner als 3,5 ist ( $c/0,5d < 3,5$ ). Dies gilt für alle geprüften Materialien und Prüflasten, das Verhältnis  $c/0,5d$  reicht von 1,2 bis 2,2.



**Abbildung 52:** Schematische Darstellung radialer Risse nach [27] anhand eines Indentereindrucks auf einer geprüften Keramikprobe

Alternativ kann bei der Annahme, dass mediale, halbkreisförmige Risse (Vickers-Risse, *siehe Abb. 53*) vorliegen, die unterhalb des Indenter-Eindrucks beginnen, folgende Formel nach Anstis et al. zur Berechnung genutzt werden, wie dies in anderen Arbeiten häufig der Fall ist:

$$(11) \quad K_{Ic} = 0,032 * HV * \sqrt{0,5d} * \left(\frac{E}{HV}\right)^{1/2} * \left(\frac{c}{0,5d}\right)^{-(3/2)}$$

Am Beispiel von Material A mit o.g. Werten:

$$\begin{aligned} K_{Ic} &= 0,032 * 13747 \text{ N/mm}^2 * \sqrt{0,5 * 0,0000814 \text{ m}} * \left(\frac{88455 \text{ MPa}}{13747 \text{ N/mm}^2}\right)^{1/2} * \\ &\left(\frac{0,0000613667 \text{ m}}{0,5 * 0,0000814 \text{ m}}\right)^{-(3/2)} \\ &= 3,845078077 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \end{aligned}$$

Dieser Wert ist 19% kleiner als der Wert, der mit Formel (8) berechnet wurde. Betrachtet man alle Materialien, erhält man bei der Berechnung mit Formel (11) bis zu 25% kleinere  $K_{Ic}$ -Werte.

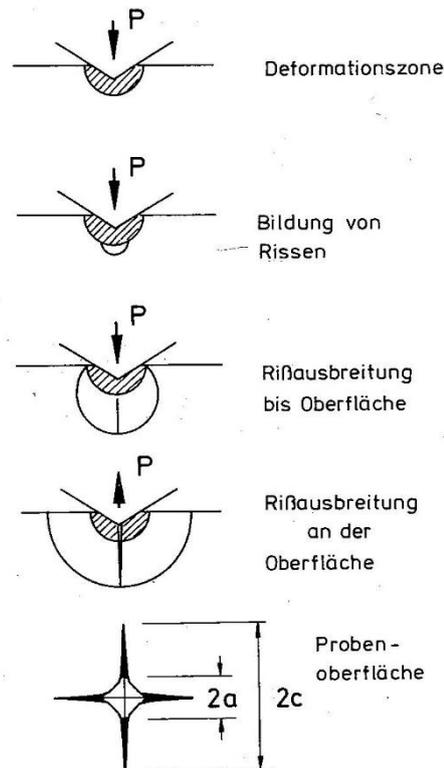
Niihara et al. nutzen bei der Annahme, dass mediale Risse vorliegen zur Berechnung der kritischen Risszähigkeit folgende Formel:

$$(12) \quad K_{Ic} = 0,067 * HV * \sqrt{0,5d} * \left(\frac{E}{HV}\right)^{0,4} * \left(\frac{c}{0,5d}\right)^{-(3/2)}$$

Am Beispiel von Material A mit o.g. Werten:

$$\begin{aligned} K_{Ic} &= 0,067 * 13747 \text{ N/mm}^2 * \sqrt{0,5 * 0,0000814 \text{ m}} * \left(\frac{88455 \text{ MPa}}{13747 \text{ N/mm}^2}\right)^{0,4} * \\ &\left(\frac{0,0000613667 \text{ m}}{0,5 * 0,0000814 \text{ m}}\right)^{-(3/2)} \\ &= 6,68310896 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \end{aligned}$$

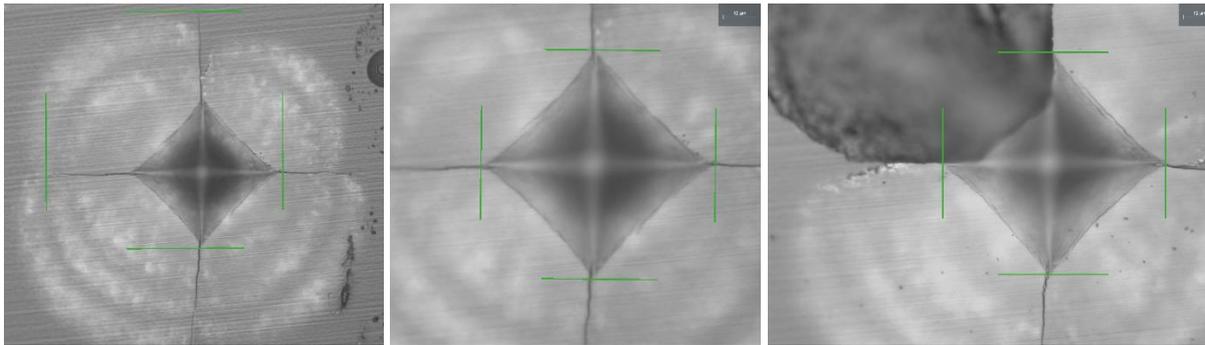
Dieser Wert ist 43% höher als der mit Formel (8) berechnete. Insgesamt betrachtet erhält man bei allen Materialien bei der Berechnung mit Formel (12) 30 - 45 % höhere  $K_{Ic}$ -Werte.



**Abbildung 53:** Schematische Darstellung der Entwicklung von Vickers-Rissen aus [27]

Das Verhältnis von Risslänge zu halber Eindrucksdiagonale erreicht in dieser Untersuchung allerdings maximal einen Wert von 2,2 (bei einer hochtransluzenten Keramik und einer Belastung mit 49 N), bleibt also immer unter 2,5. Das widerspricht der Annahme, dass Vickers-Risse vorliegen und die entsprechenden Formeln zur  $K_{Ic}$ -Berechnung angewendet werden dürfen.

Bei der Indentation einiger hochtransluzenter Keramikproben konnte man beobachten, dass an der Oberfläche Spannungsfelder entstanden sind, die sich auch nach Entlastung weiter ausdehnten und nach kurzer Zeit Teile aus dem Material herausgebrochen sind (siehe Abb. 54). Dieses spricht ebenso für die Entstehung von Palmqvist-Rissen an der Oberfläche. Wo der Ausgangspunkt der Risse genau liegt, ist jedoch nicht zu ermitteln. Auf Bild 3 der Abb. 54 sieht man anhand des herausgebrochenen Fragments, dass die Spitze des Indentereindrucks nicht der Ausgangspunkt ist, da dieser Bereich noch intakt ist.



**Abbildung 54:** Helle Spannungsfelder um den Indentereindruck bei einer hochtranslucenten Keramikprobe (Material H DSZ 45) nach einer Belastung mit 49 N. Links: 45-fache Vergrößerung. Mitte und rechts: 65-fache Vergrößerung. Rechts: ein Teil des Materials ist herausgebrochen (dunkel)

Zur Berechnung wurde die mittlere Risslänge aller Proben eingesetzt, Proben mit längeren Rissen haben eine kleinere kritische Risszähigkeit, Proben mit kürzeren Rissen eine höhere. In **Tabelle 13** wurde der  $K_{Ic}$ -Wert für den längsten Riss zum Vergleich berechnet.

**Tabelle 13:** Veränderung der kritischen Risszähigkeit [MPa $\sqrt{m}$ ] in Abhängigkeit von Risslänge, E-Modul, Belastung und Probendicke

Material	opak						translucent						hochtranslucent						ZV3 2	ZV3 3	Dicke				
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	A	B	C	D	E	F	A	B	C		D	E	F	A
Belastung	49N	98N	49N	98N	29,4N	49N	98N	49N	98N	49N	98N	29,4N	49N	29,4N	49N	29,4N	49N	49N	98N	49N	98N	49N	98N	49N	98N
K <sub>Ic</sub> Niihara					6,2	4,6	4,7					4,3	4,3					3,4	3,3	4,3	4,6				
K <sub>Ic</sub> Riss max					5	3,5	3,6					4	3,6					2,9	2,6	3,9	3,4				
K <sub>Ic</sub> E210					8,3	6,2	6,3					5,8	5,7					4,5	4,3	5,7	6,1			0,3-1,3mm	
K <sub>Ic</sub> Niihara	4,7	4,4	5,5	4,6		5,8	5,1	4,9	4,6	4,8	4,3	4,8	4,4	3,9	3,6	3,3	3,3	3	3,1	4,7	4,6	7,2	7,8		0,8mm
K <sub>Ic</sub> Riss max	3,8	3,6	5,5	3,4		4,6	4	4,1	3,7	4,4	3,8	3,8	3,7	3,1	2,9	2,5	2,8	2,4	2,5	3,8	3,6	5,5	5,6		0,8mm
K <sub>Ic</sub> E210	6,6	6,2	7,9	6,6		8,1	7,1	6,9	6,5	6,8	6	6,7	6,1	5,6	5,2	4,7	4,6	4,4	4,6	6,5	6,4	10	10,9		0,8mm
K <sub>Ic</sub> Niihara						5	4,1					5,7	4,8			3	2,9	3,3	3,2	4,9	5				1,2mm
K <sub>Ic</sub> Riss max						3,7	3,7					4,3	3,7			2,2	2,8	2,6	2,7	4,4	3,7				1,2mm
K <sub>Ic</sub> E210						7,5	6,2					7,7	6,5			4,9	4,6	5	4,9	7,4	7,6				1,2mm

Weiterhin wurde der für die jeweilige Probendicke bestimmte mittlere E-Modul herangezogen. Dieser ist aufgrund des Einflusses von Defekten in Analogie zu Metallen, bzw. Metallschäumen, kleiner als der theoretische E-Modul. Würde man zur Berechnung den vom Hersteller angegebenen Wert von 210 GPa (210000 MPa) oder den Tabellenwert von 220 GPa für Zirkondioxidkeramik einsetzen, erhielte man deutlich höhere  $K_{Ic}$ -Werte, die dann außer bei den hochtranslucenten Materialien H und I oberhalb des Grenzwertes von 5 MPa $\sqrt{m}$  liegen (siehe **Tabelle 13**).

Am Beispiel von Material A mit o.g. Werten:

$$K_{Ic} = 0,018 * 13747 \text{ N/mm}^2 * \sqrt{0,5 * 0,0000814 \text{ m}} * \left( \frac{210000 \text{ MPa}}{13747 \text{ N/mm}^2} \right)^{0,4} * \left( \frac{0,0000613667 \text{ m}}{0,5 * 0,0000814 \text{ m}} - 1 \right)^{0,5}$$

$$= 5,9245261 \text{ MPa}\sqrt{m}$$

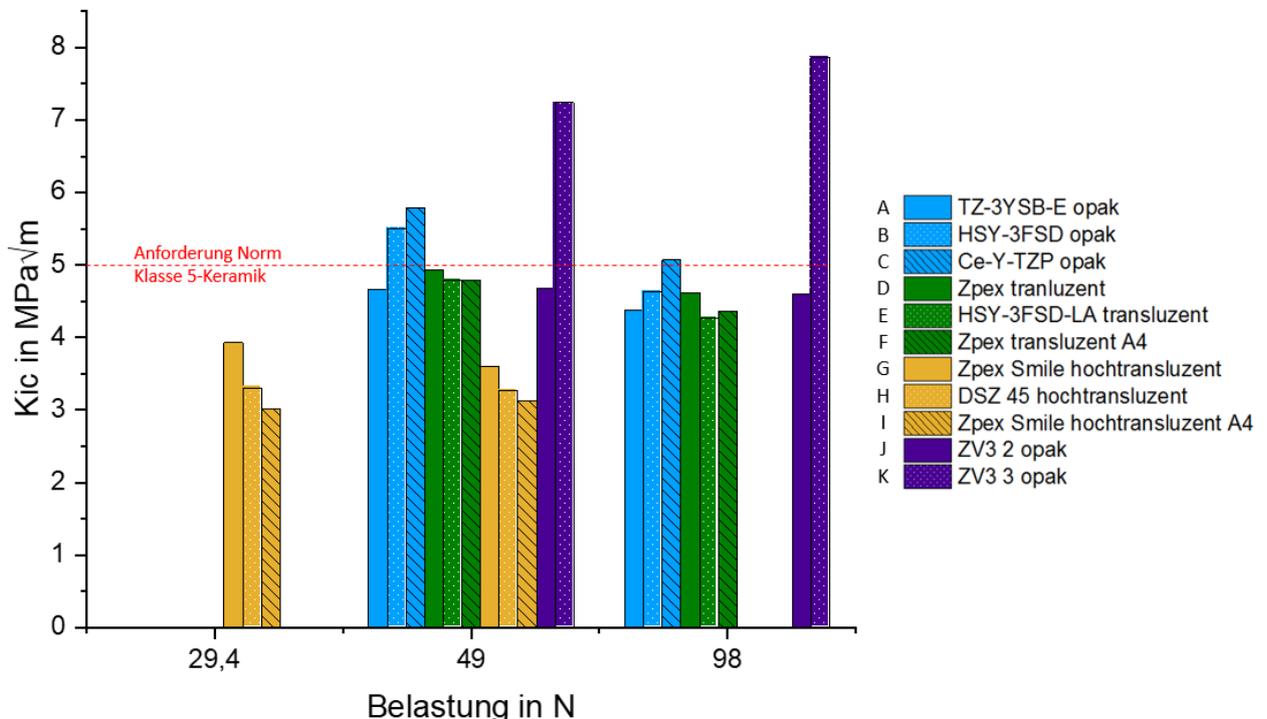
Außerdem wurde die für die jeweilige Belastung bestimmte mittlere Härte (HV in N/mm<sup>2</sup>) zur Berechnung eingesetzt. Mit der maximal bestimmten Härte aus Indentationsmessungen bei kleinerer Belastung (0,5 kp/HV 0,5) ohne erkennbare Risse am Indentereindruck ergeben sich etwas größere Werte für die kritische Risszähigkeit. Am Beispiel von Material A mit o.g. Werten und dem bei 0,5 kp bestimmten HV-Wert 14880 N/mm<sup>2</sup>:

$$K_{Ic} = 0,018 * 14880 \text{ N/mm}^2 * \sqrt{0,5 * 0,0000814 \text{ m}} * \left( \frac{88455 \text{ MPa}}{14880 \text{ N/mm}^2} \right)^{0,4} * \left( \frac{0,0000613667 \text{ m}}{0,5 * 0,0000814 \text{ m}} - 1 \right)^{0,5}$$

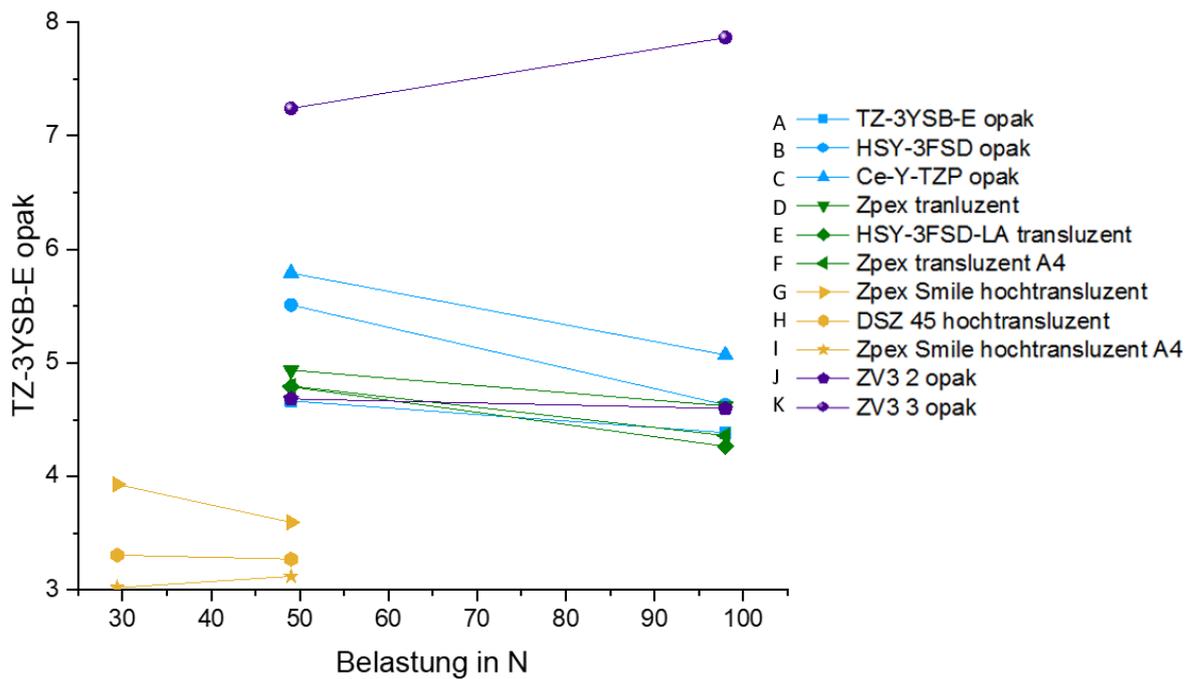
$$= 4,89195459 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \text{ (anstelle von } 4,66493308 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}})$$

Bei den mit dem Indenter-Versuch bestimmten  $K_{Ic}$ -Werten lässt sich anhand der Daten kein Zusammenhang zu der Materialdicke erkennen. Der Wert ist unabhängig von inneren Fehlern.

Die berechneten  $K_{Ic}$ -Werte liegen in der Regel unter den geforderten 5 MPa√m. Sie werden bei der Belastung mit 49 N bei den 0,8 mm dicken Proben nur bei den opaken Materialien B (HSY-3FSD-LA), C (Ce-Y-TZP) und K (ZV3 3) erreicht (siehe Abb. 55).



**Abbildung 55:** Übersicht über die kritische Risszähigkeit aus dem Indenter-Test der verschiedenen Materialien bei 0,8 mm Probendicke und verschiedenen Belastungen



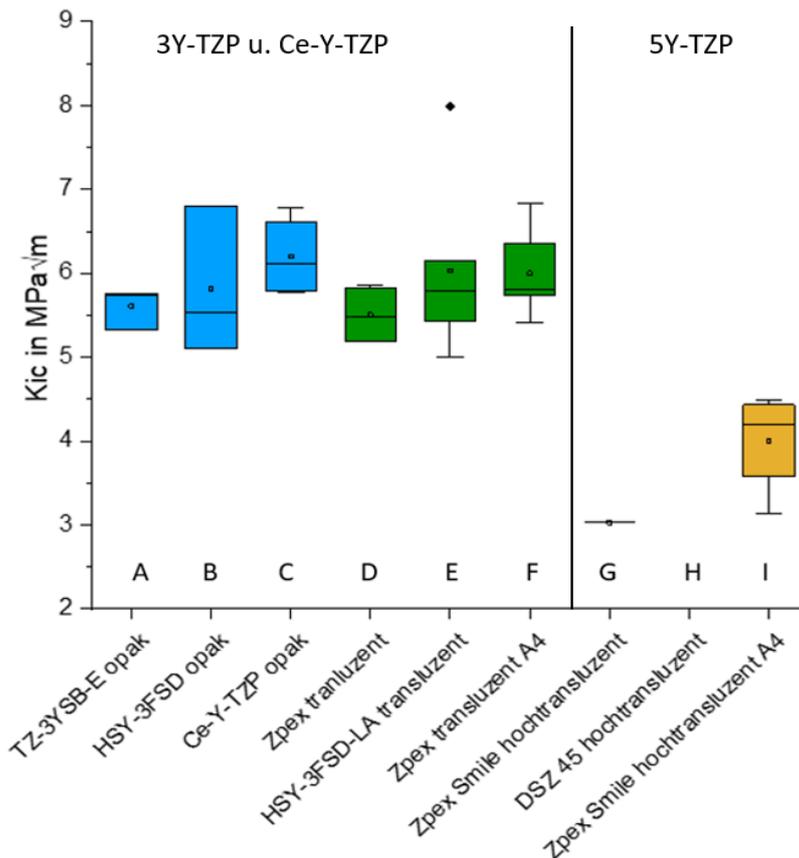
**Abbildung 56:** Vergleich der  $K_{Ic}$ -Mittelwerte 0,8 mm dicker Proben bei Belastung mit 29,4 N (HV3), 49 N (HV5) und 98 N (HV10)

Opake und transluzente Proben wurden bis 98 N (HV 10) belastet. Bei kleinerer Belastung traten nicht bei jeder Probe Risse auf und auch bei 98 N mussten teilweise mehrere Eindrücke gesetzt werden, um Risse zur Berechnung der kritischen Risszähigkeit zu erhalten. Bei Belastung mit 29,4 N (HV3) traten bei den meisten dieser Proben keine Risse auf, sodass die kritische Risszähigkeit mittels Indentereindruck nicht berechnet werden konnte.

Die hochtransluzenten Proben besitzen eine deutlich geringere kritische Risszähigkeit als die opaken und transluzenten Materialien (siehe Abb. 56). Beim Indenter-Test traten deutlich früher Risse auf, teilweise sind diese nach Entlastung weiter gewachsen.

### 6.1.3 Bestimmung der kritischen Risszähigkeit mittels SE(V)NB

Laut Norm [17] ist der SEVNB (Single-Edge-V-Notched-Beam) für feinkörnige Werkstoffe mit Korngröße  $< 1 \mu\text{m}$  nicht geeignet. In dieser Untersuchung wurde eine abgewandelte Variante (Single-Edge-Notched-Beam, SENB) durchgeführt, bei der die eingesägte Kerbe nicht mit einer Rasierklinge angespitzt wurde, da dieses bei Zirkondioxidkeramik nicht möglich ist.



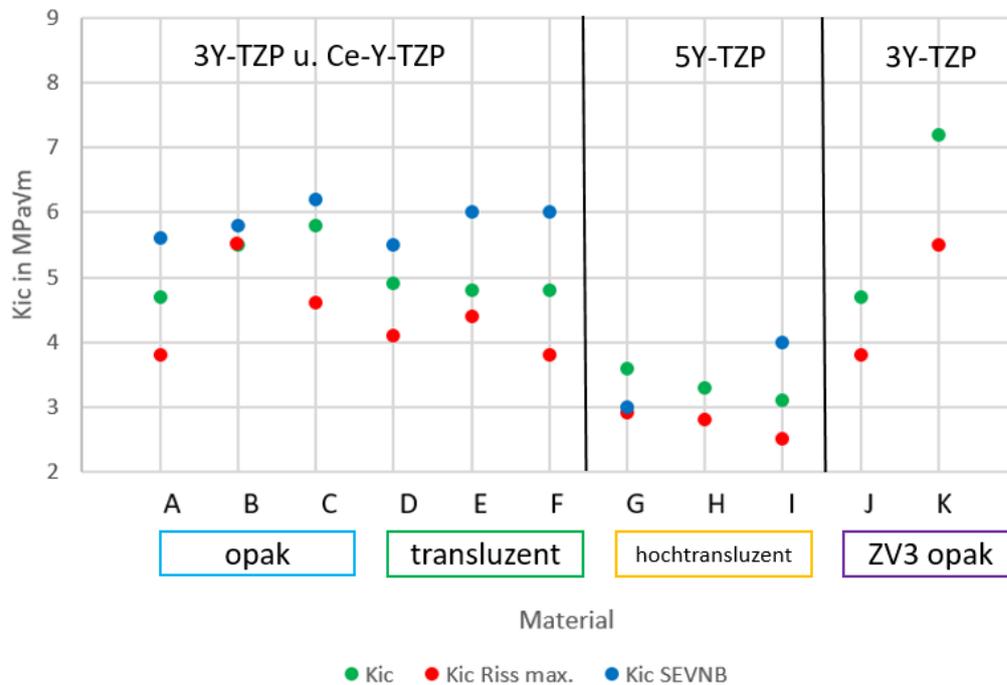
**Abbildung 57:** Kritische Risszähigkeit aus dem SENB. Für die hochtransluzenten Materialien G (Zpex Smile) und H (DSZ 45) konnten keine bzw. nur ein Wert bestimmt werden

Die Ergebnisse des SENB schwanken sehr stark. Bei den hochtransluzenten Materialien liefert der Test keine verwertbaren Ergebnisse. Zwei Drittel der Probekörper sind im Biegeversuch so schnell gebrochen, dass keine Kraft von der Maschine gemessen werden konnte. Nur bei Material I (Zpex Smile hochtransluzent A4) lieferten vier Proben Ergebnisse, bei denen der Maximalwert der kritischen Risszähigkeit 30 % über dem Minimalwert lag (siehe Abb. 57).

Auf Grundlage des vorhandenen Materials wurden jeweils vier bis sechs Probekörper hergestellt - mit Ausnahme der ZV3-Materialien, weil diese sich aus der geringen Menge Ausgangsmaterial nicht herstellen ließen. Da die Wiederholbarkeit des SENB-Versuchs durch die geringe Probekörperanzahl stark eingeschränkt war, liegt nur ein kleines Fenster auswertbarer Ergebnisse vor. Für den Versuch musste eine Vorrichtung zum Einsägen der Kerbe in die Keramikprüfkörper konstruiert werden. Nach der Norm [17] soll die Kerbbreite kleiner oder gleich der zweifachen mittleren Korngröße sein, aber immer kleiner als 20 µm. Die in der Norm vorgestellte Variante zum Einsägen der Kerbe ist nicht praktikabel. Ein Kerbspitzenradius < 20 µm konnte mit unseren Mitteln nicht erreicht werden, die durchschnittliche Breite lag bei 200 µm.

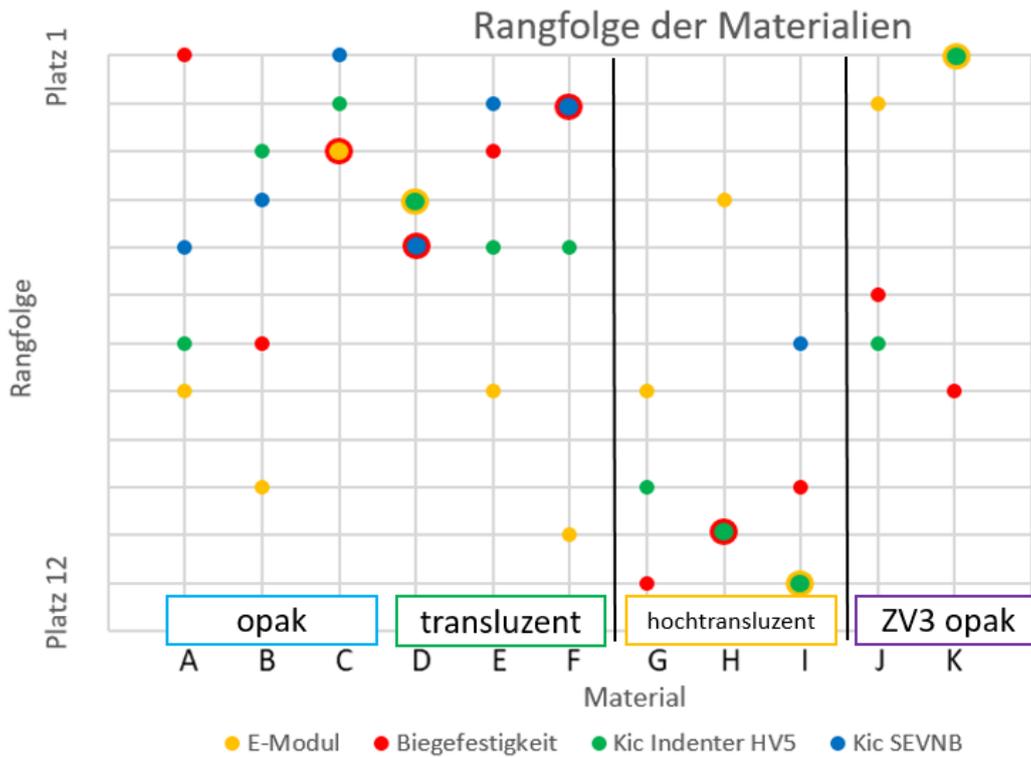
Die Rangfolge der Materialien im SENB scheint tendenziell mit den Ergebnissen aus dem Indenter-Versuch vergleichbar zu sein, wobei sich dieses aufgrund der wenigen und stark schwankenden Ergebnisse aus dem SENB nicht hinreichend belegen lässt (siehe Abb. 58). Im Hinblick auf den enormen Arbeitsaufwand bei der Probenherstellung, der in der Praxis kaum realisierbar ist, lässt sich sagen, dass der Indenter-Test zur Beurteilung der Materialqualität

und zum Vergleich der Materialien besser geeignet ist. Da er kleinere  $K_{Ic}$ -Werte liefert, kommt es nicht zur Überbewertung und zu großzügigen Indikationsstellung für ein Material.



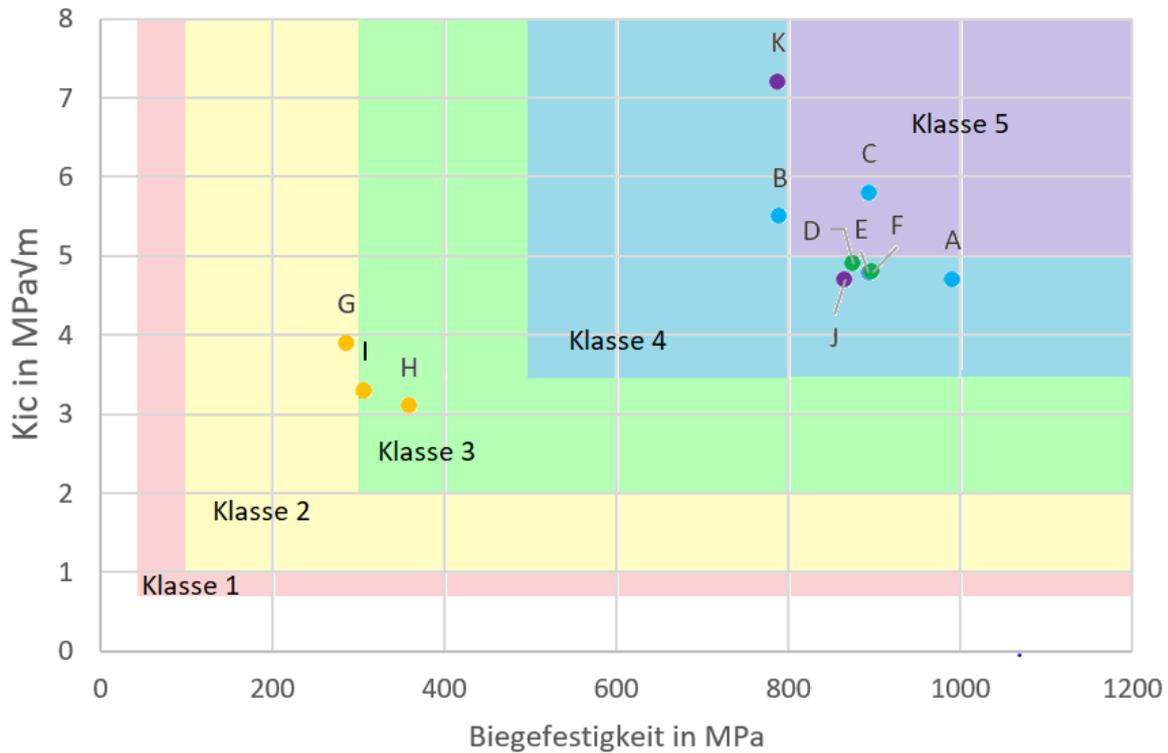
**Abbildung 58:** Vergleich der bestimmten  $K_{Ic}$ -Werte aus dem Indenter-Versuch ( $K_{Ic}$  und  $K_{Ic}$  Riss max.) 0,8 mm dicker Proben bei einer Belastung mit 49 N und dem SENB. Cave: Bei Material B trat nur ein Riss auf, daher sind die Werte aus dem Indenter-Versuch identisch, bei Material G liegt nur ein Wert im SENB vor, für Material H konnte kein Wert im SENB bestimmt werden und die Materialien J – K wurden nicht im SENB getestet.

In Abb. 59 sind im Ranking der Materialien, neben der kritischen Risszähigkeit aus Indenterversuch und SENB, Biegefestigkeit und E-Modul mit einbezogen. Die Ergebnisse der untersuchten werkstoffkundlichen Eigenschaften sind unter den Materialien gleichmäßig verteilt. So besitzt zum Beispiel Material A die höchste Biegefestigkeit, aber nur Platz sieben bei der kritischen Risszähigkeit im Indenter-Versuch. Material C (Ce-Y-TZP) erreicht insgesamt die höchsten Werte. Die hochtransluzenten Materialien G, H und I besitzen die niedrigste Biegefestigkeit und kritische Risszähigkeit. Beim E-Modul lässt sich kein Bezug zum Yttriumgehalt, also der Transluzenz des Materials, erkennen.



**Abbildung 59:** Rangfolge der 0,8 mm dicken untersuchten Materialien bei den verschiedenen Untersuchungen. Von oben nach unten beginnend mit den höchsten Werten. Wenn Platz doppelt belegt, wurde der darauf folgende Platz nicht vergeben.

Ein Zusammenhang von E-Modul und Biegefestigkeit konnte nicht festgestellt werden, ebenso besteht kein Zusammenhang zwischen Weibullmodul und ermittelter Biegefestigkeit.



**Abbildung 60:** Einteilung der untersuchten Materialien in die fünf Keramik-Klassen, definiert durch Biegefestigkeit und kritische Risszähigkeit nach Norm [17] in Anlehnung an [33, 34]

In Abb. 60 ist die anhand der Biegefestigkeit und kritischen Risszähigkeit definierte Einteilung der Keramik-Klassen aus der Norm [17] dargestellt. Nur Material C erreicht die Anforderungen für Klasse 5-Keramik und ist uneingeschränkt einsetzbar. Dieses Ceroxid-dotierte Versuchsmaterial ist also vielversprechend. Alle anderen opaken und transluzenten Materialien sind in Klasse 4 eingeordnet. Damit können sie laut Norm [17] lediglich als Kronen oder bis zu dreigliedrige Brücken im Seitenzahnbereich verwendet werden. Keines der untersuchten Materialien, mit Ausnahme des CeO-Versuchsmaterials, kann auf Grundlage dieser Untersuchungen für alle Indikationen verwendet werden. Die hochtransluzenten Materialien H und I erreichen die Anforderungen für Klasse 3-Keramiken und können als Einzelkronen und bis zu dreigliedrige Brücken bis zum Prämolarenbereich eingesetzt werden. Material G ist in Klasse 2 eingeordnet und kann so nur als adhäsiv eingesetzte Einzelkrone verwendet werden.

## 7. Schlussfolgerungen und Zusammenfassung

Die Bestimmung der kritischen Risszähigkeit hochfester dentaler Keramiken erweist sich als schwierig. Für eine größere Aussagekraft sollten verschiedene Tests durchgeführt werden. Welche für diese Materialklasse anwendbar sind, ist zurzeit aber völlig unklar. Wie Herstellerangaben ermittelt werden, bleibt auf Nachfrage leider unbeantwortet.

Der Indenter-Test mit experimentell bestimmtem E-Modul liefert Ergebnisse, die die Herstellerangaben und Mindestanforderungen für Klasse 5-Keramiken der Norm [17] unterschreiten. Wird allerdings der mit 210 GPa angegebene E-Modul zur Berechnung eingesetzt, werden die Anforderungen bei allen opaken und transluzenten, also Zirkondioxidmaterialien mit tetragonalen Anteilen, erfüllt. Die hochtransluzenten, vollständig kubisch-stabilisierten Materialien erreichen die Herstellerangabe von 4,8 MPaVm [32] bis auf Material G (Zpex Smile) auch dann nicht.

Die Ergebnisse aus dem SENB schwanken bei enormen Arbeitsaufwand bei der Probenanfertigung sehr stark. Für kubisches Zirkondioxid lassen sich meist keine  $K_{Ic}$ -Werte damit ermitteln. Ein Vergleich mit opaken und transluzenten Materialien ist somit mit dem SENB nicht möglich.

Es lässt sich im Großen und Ganzen sagen, dass ein Zusammenhang zwischen hoher Biegefestigkeit und hoher kritischer Risszähigkeit besteht. Eine grobe Einordnung des Materials zur Indikationsstellung ist also auf Grundlage der Biegefestigkeit möglich. Ein Material mit größter Biegefestigkeit besitzt aber nicht automatisch die höchste kritische Risszähigkeit.

Die Biegefestigkeit (Bruchfestigkeit) beschreibt die absolute Festigkeit und erlaubt Rückschlüsse über die Defektverteilung innerhalb der Keramikprobe unter der Voraussetzung einheitlicher Oberflächenqualität der Proben mit  $R_a < 0,5 \mu\text{m}$ . Bei diesen Untersuchungen konnte die Herstellerangabe von  $> 1100 \text{ MPa}$  nicht ermittelt werden, aber die Mindestanforderung für Klasse 5-Keramiken von  $800 \text{ MPa}$  aus der Norm wurde zum Großteil erfüllt, mit Ausnahme der hochtransluzenten Materialien.

Allgemein eignet sich die Herstellung 0,8 mm oder 1,2 mm dicker Proben zur Qualitätsprüfung im Biege- und Indenter-Versuch. Dünnere Proben waren bei hochtransluzenten Materialien nicht immer herstellbar. Die Belastung mit 49 N bei der Indentation ist bei allen Materialien möglich gewesen und die dabei ermittelte kritische Risszähigkeit kann als Referenzwert betrachtet werden. Weder Härte, Biegefestigkeit noch kritische Risszähigkeit sind materialstärkeabhängig.

Die Härte aller untersuchten Materialien entspricht den Herstellerangaben, bzw. liegt darüber. Sie gibt aber keinen Hinweis auf die Stabilität und ist immer deutlich größer als die Härte von Dentin und Zahnschmelz. Eine polierte oder glasierte Oberfläche der Restauration minimiert die Rissentstehung und besitzt eine geringe Abrasivität am Antagonisten. Restaurationen aus Zirkoniumdioxidkeramik sollten daher regelmäßig vom Zahnarzt poliert und gegebenenfalls durch eine Knirscherschiene geschützt werden.

Es bleibt fraglich, ob bei Biegefestigkeit und kritischer Risszähigkeit nicht eher die Minimalwerte betrachtet werden sollten, bei denen der tatsächlich vorliegende E-Modul und die größte Risslänge zur Berechnung herangezogen werden, denn bei der Fraktur einer prothetischen Konstruktion im Patientenmund interessiert die maximal mögliche Festigkeit nicht.

## 8. Literaturverzeichnis

- [1] Brune, D. (1986). Metal release from dental biomaterials. *Biomaterials*, 7(3), 163 - 175.
- [2] Geurtsen, W. (2002). Biocompatibility of dental casting alloys. *Crit Rev Oral Biol Med*, 13(1), 71 - 84.
- [3] Müller, W.-D. (2009). Elektrochemische Charakterisierung metallischer Biomaterialien mit Hilfe des Mini-Cell-Systems. Habilitationsschrift Charité - Universitätsmedizin Berlin.
- [4] Schmalz, G., Garhammer, P. (2002). Biological interactions of dental cast alloys with oral tissues. *Dental Materials*, 18(5), 396 - 406.
- [5] Belli, R., Wendler, M., Petschelt, A., Lube, T., Lohbauer, U. (2018). Fracture toughness testing of biomedical ceramic-based materials using beams, plates and discs. *Journal of the European Ceramic Society*, 38(16), 5533 - 5544.
- [6] Kerschbaum, T., Faber, F., Noll, F., Keiner, M., Hürther, W., Schumacher, S., Keller, E. (2009). Komplikationen von Cercon-Restaurationen in den ersten fünf Jahren. *Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift*, 66(2), 81 - 89.
- [7] Körber, K. (1985). Zahnärztliche Prothetik. Georg Thieme Verlag (Stuttgart, New York).
- [8] Gängler, P., Hoffmann, T., Willershausen, B., Schwenzer, N., Ehrenfeld, M. (2010). Konservierende Zahnheilkunde und Parodontologie (3. Auflage). Georg Thieme Verlag (Stuttgart, New York).
- [9] Anstis, G., Chantikul, P., Lawn, B., Marshall, D. (1981). A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements. *Journal of the American Ceramic Society*, 64(9), 533 - 538.
- [10] Carter, C., Norton, M. (2007). Ceramic Materials Science and Engineering. Springer Science and Business Media.
- [11] Fischer, H., Marx, R. (2002). Fracture toughness of dental ceramics: comparison of bending and indentation method. *Dental Materials*, 18(1), 12 - 19.
- [12] Quinn, G., Bradt, R. (2007). On the Vickers Indentation Fracture Toughness Test. *Journal of the American Ceramic Society*, 90(3), 673 - 680.
- [13] Swab, J., Tice, J., Wereszczak, A., Kraft, R. (2015). Fracture Toughness of Advanced Structural Ceramics: Applying ASTM C1421. *Journal of the American Ceramic Society*, 98(2), 607 - 615.
- [14] Willmann, G., Wielage, B. (1988). Technische Keramik. Vulkan Verlag (Essen).
- [15] Verband der Keramischen Industrie e.V. (2003). Brevier Technische Keramik. Fahner Verlag (Lauf).
- [16] Bajraktarova-Valjakova, E., Korunoska-Stevkovska, V., Kapusevska, B., Gigovski, N., Bajraktarova-Misevska, C., Grozdanov, A. (2018). Contemporary dental ceramic materials, a review: Chemical composition, physical and mechanical properties, indications for use. *Open Access Macedonian Journal of Medical Sciences*, 6(9), 1742 -

1755.

- [17] EN ISO 6872:2015 (2015). Zahnheilkunde - Keramische Werkstoffe.
- [18] VITA Zahnfabrik (2012). VITA Vollkeramik. VITA In-Ceram for inLab. VITA Zahnfabrik (Bad Säckingen).
- [19] Riedel, R., Chen, I.-W. (2008). Ceramics Science and Technology Volume 1. WILEY-VCH GmbH & Co. KGaA (Weinheim).
- [20] Riedel, R., Chen, I.-W. (2010). Ceramics Science and Technology Volume 2. WILEY-VCH GmbH & Co. KGaA (Weinheim).
- [21] Salmang, H., Scholze, H. (2007). Keramik. Springer Verlag (Berlin, Heidelberg).
- [22] Hülsenberg, D. (2014). Keramik. Springer Verlag (Berlin, Heidelberg).
- [23] Aldinger, F., Weberruß, V. (2010). Advanced Ceramics and Future Materials. WILEY-VCH GmbH & Co. KGaA (Weinheim).
- [24] Baumgart, W., Dunham, A., Amstutz, G. (1984). Process Mineralogy of Ceramic Materials. Elsevier Science (New York).
- [25] Zhang, Y., Lawn, B. (2018). Novel Zirconia Materials in Dentistry. *Journal of Dental Research*, 97(2), 140 - 147.
- [26] Zhang, F., Vanmeensel, K., Inokoshi, M., Batuk, M., Hadermann, J., Van Meerbeek, B., Naert, I., Vleugels, J. (2014). 3Y-TZP ceramics with improved hydrothermal degradation resistance and fracture toughness. *Journal of the European Ceramic Society*, 34(10), 2453 - 2463.
- [27] Munz, D., Fett, T. (1989). Mechanisches Verhalten Keramischer Werkstoffe. Springer Verlag (Berlin, Heidelberg, New York, London, Paris, Tokyo, Hong Kong).
- [28] Heuschkel, H., Heuschkel, G., Muche, K. (1990). ABC Keramik (2. Auflage). VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie (Leipzig).
- [29] Marx, R. (1993). Moderne keramische Werkstoffe für ästhetische Restaurationen. Verstärkung und Bruchzähigkeit. *Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift*, 48, 229 - 236.
- [30] Abert, C. (2009). Die kritische Wertung der Bestimmung der kritischen Risszähigkeit von Zirkoniumdioxidsinterkeramik mit der Indenter-Technik. Dissertation Charité - Universitätsmedizin Berlin.
- [31] Pospiech, P., Tinschert, J., Raigrodski, A. (2004). Keramik - Vollkeramik. Ein Kompendium für die keramikgerechte Anwendung vollkeramischer Systeme in der Zahnmedizin. 3M Espe AG (Seefeld).
- [32] pritidenta® GmbH (o. J.). Verarbeitungsanleitung priti® multidisc ZrO<sub>2</sub>. pritidenta® GmbH (Leinfelden-Echterdingen).
- [33] Filser, F., Kocher, P., Weibel, F., Lüthy, H., Schärer, P., Gauckler, L. (2001). Reliability and strength of all-ceramic dental restorations fabricated by direct ceramic machining (DCM). *International Journal of Computerized Dentistry*, 4(2), 89 - 106.
- [34] Lüthy, H., Filser, F., Loeffel, O., Schumacher, M., Gauckler, L., Hammerle, C. (2005).

Strength and reliability of four-unit all-ceramic posterior bridges. *Dental Materials*, 21(10), 930 - 937.

## 9. Eidesstattliche Versicherung

„Ich, Maxi Preuß, versichere an Eides statt durch meine eigenhändige Unterschrift, dass ich die vorgelegte Dissertation mit dem Thema: „Untersuchungen zur verlässlichen Bestimmung der kritischen Risszähigkeit hochfester dentaler Keramiken“ („Investigations for a reliable determination of the fracture toughness of high-strength dental ceramic materials“) selbstständig und ohne nicht offengelegte Hilfe Dritter verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel genutzt habe.

Alle Stellen, die wörtlich oder dem Sinne nach auf Publikationen oder Vorträgen anderer Autoren/innen beruhen, sind als solche in korrekter Zitierung kenntlich gemacht. Die Abschnitte zu Methodik (insbesondere praktische Arbeiten, Laborbestimmungen, statistische Aufarbeitung) und Resultaten (insbesondere Abbildungen, Graphiken und Tabellen) werden von mir verantwortet.

[Für den Fall, dass Sie die Forschung für Ihre Promotion ganz oder teilweise in Gruppenarbeit durchgeführt haben:] Ich versichere ferner, dass ich die in Zusammenarbeit mit anderen Personen generierten Daten, Datenauswertungen und Schlussfolgerungen korrekt gekennzeichnet und meinen eigenen Beitrag sowie die Beiträge anderer Personen korrekt kenntlich gemacht habe (siehe Anteilserklärung). Texte oder Textteile, die gemeinsam mit anderen erstellt oder verwendet wurden, habe ich korrekt kenntlich gemacht.

Meine Anteile an etwaigen Publikationen zu dieser Dissertation entsprechen denen, die in der untenstehenden gemeinsamen Erklärung mit dem/der Erstbetreuer/in, angegeben sind. Für sämtliche im Rahmen der Dissertation entstandenen Publikationen wurden die Richtlinien des ICMJE (International Committee of Medical Journal Editors; [www.icmje.org](http://www.icmje.org)) zur Autorenschaft eingehalten. Ich erkläre ferner, dass ich mich zur Einhaltung der Satzung der Charité – Universitätsmedizin Berlin zur Sicherung Guter Wissenschaftlicher Praxis verpflichte.

Weiterhin versichere ich, dass ich diese Dissertation weder in gleicher noch in ähnlicher Form bereits an einer anderen Fakultät eingereicht habe.

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

Datum

Unterschrift

**Anteilserklärung an etwaigen erfolgten Publikationen**

[Sollten bereits Teile aus Ihrer Monographie publiziert worden sein, dann müssen Sie dies im Vorwort nach dem Deckblatt erklären und diese Anteilserklärung ausfüllen.

Die Anteile an den etwaigen Publikationen sind so deutlich und detailliert zu erklären, dass es der Promotionskommission und den wissenschaftlichen Gutachtern ohne Probleme möglich ist zu erkennen, was Sie selbst dazu beigetragen haben. Wünschenswert wäre ein konkreter Bezug zur Publikation wie z. B.: „aus meiner statistischen Auswertung sind die Tabellen 1, 4, 47 und 60 entstanden.“]

[Name des Doktoranden/der Doktorandin] hatte folgenden Anteil an den folgenden Publikationen:

Publikation 1: [Autoren], [Titel], [Zeitschrift], [Erscheinungsjahr]

Beitrag im Einzelnen (bitte detailliert ausführen):

Publikation 2: [Autoren], [Titel], [Zeitschrift], [Erscheinungsjahr]

Beitrag im Einzelnen (bitte detailliert ausführen):

Publikation 3: [Autoren], [Titel], [Zeitschrift], [Erscheinungsjahr]

Beitrag im Einzelnen (bitte detailliert ausführen):

---

Unterschrift, Datum und Stempel des/der erstbetreuenden Hochschullehrers/in

---

Unterschrift des Doktoranden/der Doktorandin

## 10. Lebenslauf

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

## 11. Publikationsliste

Preuß, M., Awwad, Y., Müller, W.-D. (2020). Zur Bewertung der Qualität von Dentalkeramiken.  
*ZWR - Das Deutsche Zahnärzteblatt*, 129, 76 - 80.

## 12. Danksagung

Besonders danken möchte ich an erster Stelle Herrn Prof. Dr. Wolf-Dieter Müller für die Bereitstellung des Dissertationsthemas und die kontinuierliche und hervorragende Betreuung der Arbeit und das mühevoll Korrekturlesen bis in seinen Ruhestand hinein. Die produktiven Gespräche und kurzweiligen Doktorandentreffen haben die Arbeit in der Werkstoffkundeabteilung der Zahnklinik bereichert.

An dieser Stelle auch ein Dank an Frau Christiane Schöpf für ihre Unterstützung im Labor und die freundliche Arbeitsatmosphäre.

Ebenso danke ich für die Bereitstellung von Untersuchungsmaterialien durch Herrn Sax und die Firma pritidenta®.

Ein großer Dank richtet sich auch an meinen Ehemann für seine uneingeschränkte, liebevolle und vielseitige Unterstützung während der Promotion - teilweise bis tief in die Nacht - ohne die diese Arbeit so nicht möglich gewesen wäre.

Auch allen anderen – insbesondere meinen Eltern und Kommilitonen - danke ich herzlich, die mich während der Zeit des Studiums und der Promotion begleitet, motiviert und gestärkt haben.