

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

DISSERTATION

Validierung von Mindestschichtstärken (okklusal, axial, marginal) der
Zirkonoxidkeramik KATANA™ unter Berücksichtigung ihrer
Transluzenz für den Einsatz substanzschonender Präparation

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

vorgelegt der Medizinischen Fakultät
Charité – Universitätsmedizin Berlin

von

Yasmin Awwad

Datum der Promotion: 03.12.2021

I Inhaltsverzeichnis

I	Inhaltsverzeichnis	I
II	Abbildungsverzeichnis	V
III	Tabellenverzeichnis	X
IV	Abkürzungsverzeichnis	XII
V	Kurzfassung	XV
V	Abstract	XVI
1.	Einleitung	1
2.	Literaturübersicht	2
2.1	Definition Keramik	2
2.2	Geschichtliche Entwicklung der Dentalkeramik	2
2.3	Zirkonium	6
2.4	Zirkoniumdioxid	7
2.4.1	Chemische Strukturen von Zirkoniumdioxid	7
2.5	Monolithische Zirkoniumdioxidkeramik - KATANA™	10
2.6	Mechanische Eigenschaften und Prüfmethode zur Charakterisierung der Dentalkeramiken	11
2.6.1	Elastische Eigenschaften	11
2.6.2	Festigkeit	11
2.6.3	Weibull-Statistik	12
2.6.4	Härte	12
2.6.5	Kritische Risszähigkeit	13
3.	Problem- und Fragestellung	16
4.	Material und Methodik	18
4.1.	Materialien	18
4.2.	Chemische Zusammensetzung	20

4.3	Versuchsaufbau	21
4.3.1	Herstellung der Keramikprüfkörper	21
4.3.2	Härteprüfung und Bestimmung der kritischen Risszähigkeit (K_{Ic}) mit Hilfe der Indentermethode	23
4.4	Drei-Punkt-Biegeversuch zur Bestimmung der Biegefestigkeit.....	27
4.5	Die Weibullanalyse.....	30
4.6	Herstellung der KATANA™ Gerüste und vollanatomischen Kronen für den Druckversuch.....	31
4.7	Erstellen der CAD/CAM-gefertigten Modellstümpfe	34
4.8	Zementierung der KATANA™ vollanatomischen Kronen und Gerüste.....	37
4.9	Druckfestigkeitsprüfung der KATANA™ Gerüste	38
4.9.1	Versuchsaufbau der Druckfestigkeitsprüfung.....	38
4.9.2	Versuchsdurchführung der Druckfestigkeitsprüfung	38
4.10	Druckfestigkeitsprüfung der KATANA™ vollanatomischen Kronen.....	41
4.10.1	Versuchsaufbau der Druckfestigkeitsprüfung	41
4.10.2	Versuchsdurchführung der Druckfestigkeitsprüfung	41
4.11	Zementspaltmessung.....	42
4.12	Statistische Auswertung - Die Varianzanalyse	42
5.	Ergebnisse	44
5.1	3Y-TZP - KATANA™ Multi Layered (ML) Prüfkörper in 0,4, 0,8 und 1,2 mm Schichtstärke.....	44
5.1.1	Ergebnisdarstellung: Biegefestigkeit [σ_b], E-Modul [E], Weibull-Modul [m] und Weibullfestigkeit [σ_m]	44
5.1.2	Statistische Auswertung der Biegefestigkeiten für die ML Keramik.....	46
5.1.3	Ergebnisse der Weibullanalyse der KATANA™ Multi Layered (ML) Keramik.....	48
5.1.4	Ergebnisse der Vickers-Härteprüfung für die Multi Layered Prüfkörper	49
5.1.5	Statistische Auswertung der kritischen Risszähigkeiten für die Multi Layered (3Y-TZP) Keramik.....	52

5.2	4Y-TZP - KATANA™ Super Translucent Multi Layered (STML) Prüfkörper in 0,4, 0,8 und 1,2 mm Schichtstärke.....	53
5.2.1	Ergebnisdarstellung: Biegefestigkeit [σ_b], E-Modul [E], Weibull-Mmodul [m] und Weibullfestigkeit [σ_m]	53
5.2.2	Statistische Auswertung der Biegefestigkeiten für die STML Keramik.....	55
5.2.3	Ergebnisse der Weibullanalyse der KATANA™ Super Translucent Multi Layered (STML) Keramik.....	57
5.2.4	Ergebnisse der Vickers-Härteprüfung für die Super Translucent Multi Layered Prüfkörper.....	58
5.2.5	Statistische Auswertung der kritischen Risszähigkeiten für die Super Translucent Multi Layered (4Y-TZP) Keramik	61
5.3	5Y-TZP - KATANA™ Ultra Translucent Multi Layered (UTML) Prüfkörper in 0,4, 0,8 und 1,2 mm Schichtstärke.....	63
5.3.1	Ergebnisdarstellung: Biegefestigkeit [σ_b], E-Modul [E], Weibull-Modul [m] und Weibullfestigkeit [σ_m]	63
5.3.2	Statistische Auswertung der Biegefestigkeiten für die UTML Keramik	64
5.3.3	Ergebnisse der Weibullanalyse der KATANA™ Ultra Translucent Multi Layered (UTML) Keramik	66
5.3.4	Ergebnisse der Vickers-Härteprüfung für die Ultra Translucent Multi Layered Prüfkörper.....	67
5.3.5	Statistische Auswertung der kritischen Risszähigkeit für die Ultra Translucent Multi Layered (5Y-TZP) Keramik	70
5.4	Ergebnisse zum Festigkeitsverhalten von KATANA™ Gerüsten und vollanatomischen Kronen aus 3Y-TZP, 4Y-TZP und 5Y-TZP Keramik	72
5.4.1	Auswertung der Flächenmessung auf der FUJIFILM-Prescale™ Druckfolie	74
5.4.2	Druckfestigkeitswerte der KATANA™ Gerüste und vollanatomischen Kronen	76
5.4.3	Ergebnis der Druckprüfung des PMMA-Stumpfes ohne Restauration.....	77
5.4.4	Ergebnisse der Zementspaltmessung	78
5.5	Auswertung der Bruchmuster	78

5.5.1	Bruchmuster der quer und parallel gesägten Prüfkörper.....	78
5.5.2	Bruchmuster der Gerüste und vollanatomischen Kronen	79
5.6	Materialanalyse durch energiedispersive Elementanalyse (EDX) am Rasterelektronenmikroskop (REM).....	83
6.	Diskussion	84
6.1	Probenherstellung	84
6.2	Biegefestigkeit	84
6.2.1	Einflussnahme der Nachbehandlung der Prüfkörper auf die Biegefestigkeit ...	84
6.2.2	Prüfmethodik.....	84
6.2.3	Vergleich der Biegefestigkeiten der quer zur Farbschichtung gesägten Prüfkörper.....	85
6.2.4	Vergleich der Biegefestigkeiten der quer und parallel zur Farbschichtung gesägten Prüfkörper miteinander.....	87
6.3	Kritische Risszähigkeit	90
6.4	Vergleich der Biegefestigkeiten der KATANA™ Prüfkörper mit den Druckfestigkeiten der KATANA™ Gerüste und Kronen.....	94
6.5	Druckfestigkeiten der vollanatomischen Kronen und Gerüste.....	97
6.6	Flächenmessung auf der FUJIFILM-Prescale™ Druckfolie zur Bestimmung der Druckfestigkeit der Gerüste und vollanatomischen Kronen.....	98
6.7	Vergleich der charakteristischen Weibullfestigkeiten und der Weibull-Moduli der KATANA™ Prüfkörper mit den KATANA™ Gerüsten	98
7.	Zusammenfassung.....	101
8.	Literaturverzeichnis.....	104
9.	Anhang:	111
	Eidesstattliche Versicherung.....	111
	Anteilsklärung an etwaigen erfolgten Publikationen.....	112
	Lebenslauf.....	113
	Danksagung.....	114

II Abbildungsverzeichnis

Abb. 1: Einteilung der vollkeramischen Systeme mit kommerziellen Vertretern 5

Abb. 2: Die drei Kristallmodifikationen des Zirkoniumdioxids 8

Abb. 3: Vickers-Härteeindruck mit schematischer Darstellung des a) medianen und b) radialen Rissverlaufs (Palmqvist-Riss) 14

Abb. 4: Werkstoffeigenschaften kommerziell verfügbarer Werkstoffsysteme für dentalkeramische Anwendungen. Tetragonal stabilisiertes Zirkoniumdioxid besitzt die höchste Biegefestigkeit und Zähigkeit von allen hier aufgeführten Werkstoffsystemen..... 17

Abb. 5: Schichteneinteilung eines gesinterten KATANA™-Blockes..... 18

Abb. 6: Herstellungsprozess der Keramikprüfkörper und anschließende Messungen..... 21

Abb. 7: Herstellung der Keramikprüfkörper in vertikaler Schnittrichtung, quer zur Farbschichtung 22

Abb. 8: Herstellung der Keramikprüfkörper in horizontaler Schnittrichtung, parallel zur Farbschichtung 22

Abb. 9: Vickers-Härteeindruck mit Eindruckwinkel von 136° 24

Abb. 10: Vermessung der Risslängen bei Vickers-Härteeindruck von 5 kp..... 27

Abb. 11: Keramikprobe für die Drei-Punkt-Biegeprüfung (12 mm [L] x 2,4 mm [B] x 1,2 mm [H]), Digitalaufnahme, Aufsicht 28

Abb. 12: Keramikprobe für die Drei-Punkt-Biegeprüfung, Digitalaufnahme, Seitenansicht 28

Abb. 13: Keramikprobe während der Drei-Punkt-Biegeprüfung, Versuchsaufbau 28

Abb. 14: Herstellung der KATANA™ Gerüste und vollanatomischen Kronen 33

Abb. 15 (a-d): Digitale Aufnahmen des CAD/CAM-gefertigten PMMA-Stumpfes von a) bukkal, b) distal, c) palatinal, d) mesial 35

Abb. 16 (a-e): Digitalmikroskopische Aufnahmen (Digitalmikroskop Keyence VHX-5000 Mikroskop, Fa. Keyence, Neu-Isenburg, Deutschland, 20-fache Vergrößerung) des CAD/CAM-gefertigten KATANA™ Multi Layered Gerüsts in 0,4 mm Schichtstärke von a) bukkal, b) distal, c) palatinal, d) mesial und e) okklusal 35

Abb. 17: Digitalmikroskopische Aufnahmen (20-fache Vergrößerung) der CAD/CAM-gefertigten KATANA™ vollanatomischen Kronen: 1a-e) Ultra Translucent Multi Layered in 1,2 mm Schichtstärke, 2a-e) Super Translucent Multi Layered in 0,8 mm Schichtstärke, 3a-e) Super Translucent Multi Layered in 0,4 mm Schichtstärke von a) bukkal, b) distal, c) palatinal, d) mesial und e) okklusal 36

Abb. 18: Platzierung der zu zementierenden Kronen und Gerüste auf einem gleichseitigen Dreieck (a = 7,5 cm)	37
Abb. 19: Versuchsaufbau Druckfestigkeitsprüfung: PMMA-Stumpf mit Platte, KATANA™ STML Gerüst 0,4 mm (Probe 8) mit 8,0 mm Kugel vor und nach der Bruchfestigkeitsprüfung (v.li.n.re.), digitale Fotos	40
Abb. 20: FUJIFILM-Prescale™ Druckfolie unter dem Keyence zur Messung der Druckfläche, digitalmikroskopische Aufnahme mit 100-facher Vergrößerung und nach computer-technisch ausgemessener Druckfläche mit 100-facher Vergrößerung (v.li.n.re.).....	41
Abb. 21: Messung der Zementspaltbreite am Beispiel einer in bukkopalatinaler Richtung halbierten 1,2 mm dicken Ultra Translucent Multi Layer KATANA™ Krone, die mit RelyX™ Unicem auf einem PMMA-Stumpf zementiert ist, mit eingestellter Zementspaltbreite von 50 µm. Digitalmikroskopische Aufnahme (VHX-5000 KEYENCE Deutschland GmbH) bei 30-facher Vergrößerung	42
Abb. 22: Statistische Auswertung der Biegefestigkeiten der Multi Layered Prüfkörper in Abhängigkeit zur Schichtstärke im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt (p < 0,05 = * signifikant)	46
Abb. 23: Statistische Auswertung der Biegefestigkeiten der Multi Layered Keramik in Abhängigkeit zur gesägten Farbschichtung (quer / parallel) im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt (p < 0,05 = * signifikant)	47
Abb. 24: Weibull-Diagramm der KATANA™ Multi Layered Prüfkörper, quer zu den Farbschichten gesägt.....	48
Abb. 25: Weibull-Diagramm der KATANA™ Multi Layered Prüfkörper, parallel zu den Farbschichten gesägt.....	49
Abb. 26: Mittelweltergebnisse aus den Härteprüfungen der Multi Layered Keramik, die quer zur Farbschichtung gesägt wurde, in Abhängigkeit von der Prüfkraft und der Schichtstärke.....	52
Abb. 27: Statistische Auswertung der Werte für die kritische Risszähigkeit der Multi Layered Prüfkörper bei einer Prüfkraft von 49,05 N in einem Boxplot-Diagramm gegenübergestellt	53
Abb. 28: Statistische Auswertung der Biegefestigkeit der Super Translucent Multi Layered Prüfkörper in Abhängigkeit zur Schichtstärke im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt (p < 0,05 = * signifikant)	55

Abb. 29: Statistische Auswertung der Biegefestigkeiten der Super Translucent Multi Layered Keramik in Abhängigkeit zur gesägten Farbschichtung (quer / parallel) im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)	56
Abb. 30: Weibull-Diagramm der KATANA™ Super Translucent Multi Layered Prüfkörper, quer zu den Farbschichten gesägt	57
Abb. 31: Weibull-Diagramm der KATANA™ Super Translucent Multi Layered Prüfkörper, parallel zu den Farbschichten gesägt	58
Abb. 32: Mittelweltergebnisse aus den Härteprüfungen der Super Translucent Multi Layered Keramik, die quer zur Farbschichtung gesägt wurde, in Abhängigkeit von der Prüfkraft und der Schichtstärke	61
Abb. 33: Statistische Auswertung der Werte für die kritische Risszähigkeit der Super Translucent Multi Layered Prüfkörper bei einer Prüfkraft von 49,05 N in einem Boxplot-Diagramm gegenübergestellt	62
Abb. 34: Statistische Auswertung der Biegefestigkeit der Ultra Translucent Multi Layered Prüfkörper in Abhängigkeit zur Schichtstärke im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)	64
Abb. 35: Statistische Auswertung der Biegefestigkeiten der Ultra Translucent Multi Layered Keramik in Abhängigkeit zur gesägten Farbschichtung (quer / parallel) im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)	65
Abb. 36: Weibull-Diagramm der KATANA™ Ultra Translucent Multi Layered Prüfkörper, quer zu den Farbschichten gesägt	66
Abb. 37: Weibull-Diagramm der KATANA™ Ultra Translucent Multi Layered Prüfkörper, parallel zu den Farbschichten gesägt	67
Abb. 38: Mittelweltergebnisse aus den Härteprüfungen der Ultra Translucent Multi Layered Keramik, die quer zur Farbschichtung gesägt wurde, in Abhängigkeit von der Prüfkraft und der Schichtstärke	70
Abb. 39: Statistische Auswertung der Werte für die kritische Risszähigkeit der UTML Prüfkörper bei einer Prüfkraft von 49,05 N in einem Boxplot-Diagramm gegenübergestellt	71
Abb. 40: Weibullanalyse der KATANA™ Gerüste in 0,4 mm Schichtstärke	74
Abb. 41: KATANA™ Multi Layered Gerüst 0,4 mm Schichtstärke, Probe Nr. 12, Eindruck (links) und Flächenmessung (rechts), digitalmikroskopische Aufnahmen mit Keyence VHX-5000 bei 50-facher Vergrößerung	75

Abb. 42: a) KATANA™ Super Translucent Multi Layered (STML) Krone 0,4 mm Probe Nr. 2, Eindruck, b) STML Krone 0,8 mm Probe Nr. 4, Eindruck, c) STML Krone 1,2 mm Probe Nr. 4, Eindruck, digitalmikroskopische Aufnahmen mit Keyence VHX-5000 bei 50-facher Vergrößerung	75
Abb. 43: Kraft-Weg-Diagramm aus der Druckfestigkeitsprüfung mit der Universalprüfmaschine Zwick Z010 des PMMA-Stumpfes, eines Multi Layered Gerüsts und einer vollanatomischen Multi Layered Krone in 0,4 mm Schichtstärke.....	77
Abb. 44 (a-c): Digitale Aufnahmen gebrochener Keramikprüfkörper nach der Drei-Punkt-Biegeprüfung.....	78
Abb. 45: a) Gerüst nach Bruch (KATANA™ STML 0,4 mm Probe 6), b) Gerüst nach Bruch (KATANA™ STML 0,4 mm Probe 7), digitalmikroskopische Aufnahmen, Keyence VHX-5000 bei 20-facher Vergrößerung	79
Abb. 46: a) Gerüst nach Bruch (KATANA™ STML 0,4 mm Probe 8, digitalmikroskopische Aufnahme, Keyence VHX-5000 bei 20-facher Vergrößerung), b) Gerüst nach Bruch (KATANA™ STML 0,4 mm Probe 11, digitalmikroskopische Aufnahme, Durchlicht, Keyence VHX-5000 bei 20-facher Vergrößerung).....	80
Abb. 47: KATANA™ Kronen nach der Druckfestigkeitsprüfung, digitale Aufnahmen, a) linguale Ansicht, b) proximale Ansicht, c) bukkale Ansicht, d) bukkale Ansicht mit Abplatzungen, e) okklusale Aufsicht mit Abplatzungen, f) okklusale Aufsicht	81
Abb. 48: Kraft-Weg-Diagramm des Multi Layered Gerüsts Probe 4 mit Anzeige des Bruchpunktes durch einen roten Pfeil markiert	82
Abb. 49: Kraft-Weg-Diagramm der Multi Layered Krone 1,2 mm Probe 3 mit Anzeige des Bruchpunktes durch einen roten Pfeil markiert	82
Abb. 50: Diagramm der mittleren Biegefestigkeiten von KATANA™ Multi Layered, Super Translucent und Ultra Translucent Multi Layered in den Schichtstärken 0,4 mm, 0,8 mm und 1,2 mm der Prüfkörper in Schnittrichtung quer zur Farbschichtung	86
Abb. 51: Biegefestigkeiten aller 0,4 mm Prüfkörper quer und parallel zur Farbschichtung gesägt im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)	88
Abb. 52: Biegefestigkeiten aller 0,8 mm Prüfkörper quer und parallel zur Farbschichtung gesägt im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)	88
Abb. 53: Biegefestigkeiten aller 1,2 mm Prüfkörper quer und parallel zur Farbschichtung gesägt im Boxplot -Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)	89
Abb. 54: Die Mittelwerte der kritischen Risszähigkeiten der ML, STML und UTML Prüfkörper, quer zur Farbschichtung gesägt, in Abhängigkeit zur Biegefestigkeit und ihrer	

Schichtstärke (untere K_{Ic} -Werte beinhalten den gemessenen E-Modul aus der Drei-Punkt-Biegeprüfung, obere K_{Ic} -Werte den tabellarisch festgelegten E-Modul für Zirkoniumdioxidkeramiken von 210 GPa)	92
Abb. 55: Vickers-Härteeindrücke bei 49,05 N, a): ML 0,8 mm L1, b): UTML 0,8 mm L1	93
Abb. 56: Kraft-Weg-Diagramm der KATANA™ Multi Layered, Super Translucent Multi Layered und Ultra Translucent Multi Layered Prüfkörper, Gerüste und Kronen in 0,4 mm Schichtstärke vergleichend zusammen dargestellt	95
Abb. 57: Schematische Darstellungen des a) Biegezugversuchs während der Druckprüfung der KATANA™ Kronen und b) der Krafteinwirkung auf ein KATANA™ Gerüst während der Druckprüfung	97
Abb. 58: Zusammenfassung der Weibulldiagramme aller vertikal gesägter KATANA™ Prüfkörper und Gerüste in 0,4 mm Schichtstärke	100

III Tabellenverzeichnis

Tab. 1: Rohstoffanteile in der Dentalkeramik und im Porzellan.....2

Tab. 2: Übersicht KATANA™ - Keramiken mit Einteilung nach Yttriumoxid-Dotierung, Anteil kubischer Phase und Korngröße.....10

Tab. 3: Übersicht der verschiedenen KATANA™ Keramiken mit Indikations- und Kontraindikationsbereich sowie derer empfohlenen Wandstärken laut Herstellerangaben..... 19

Tab. 4: Chemische Zusammensetzung und physikalische Werkstoffdaten der KATANA™ Keramiken laut Herstellerangaben.....20

Tab. 5: Übersicht der Härteprüfungen von Prüfkörpern mit vertikaler Schnittrichtung.....25

Tab. 6: Übersicht der Härteprüfungen von Prüfkörpern mit horizontaler Schnittrichtung, parallel zur Farbschichtung.....26

Tab. 7: Technische Einstellungen und Prüfparameter der Zwick-Maschine für die Drei-Punkt-Biegeprüfung29

Tab. 8: Anzahl und Schichtstärken der KATANA™ Kronen und Gerüste 34

Tab. 9: Exakte Schichtstärkenangaben der CAD/CAM-gefertigten KATANA™ vollanatomischen Kronen.....34

Tab. 10: Technische Einstellungen und Prüfparameter der Zwick Universal-Prüfmaschine für die Druckfestigkeitsprüfung der Gerüste.....40

Tab. 11: Ergebnisse der mittleren Biegefestigkeit (σ_b) und ihrer Standardabweichung, des Weibull-Moduls (m), der Weibullfestigkeit (σ_m) sowie des E-Moduls (E) der KATANA™ Multi Layered Prüfkörper.....45

Tab. 12: Mittelwertergebnisse der kritischen Risszähigkeit der Multi Layered Keramik.....50

Tab. 13: Gegenüberstellung der mittleren K_{Ic} -Werte der ML Keramik zum einen errechnet auf Grundlage der gemessenen E-Moduli aus der Drei-Punkt-Biegeprüfung und zum anderen aus dem festgelegten Tabellenwert (E-Modul von Zirkoniumdioxid: 210 GPa51

Tab. 14: Ergebnisse der mittleren Biegefestigkeit (σ_b) und ihrer Standardabweichung, des Weibull-Moduls (m), der Weibullfestigkeit (σ_m) sowie des E-Moduls (E) der KATANA™ Super Translucent Multi Layered Prüfkörper.....54

Tab. 15: Mittelwertergebnisse der kritischen Risszähigkeit der Super Translucent Multi Layered Keramik.....59

Tab. 16: Gegenüberstellung der mittleren K_{Ic} -Werte der STML Keramik zum einen errechnet auf Grundlage der gemessenen E-Moduli aus der Drei-Punkt-Biegeprüfung und zum anderen aus dem festgelegten Tabellenwert (E-Modul von Zirkoniumdioxid: 210 GPa60

Tab. 17: Statistische Auswertung der K_{Ic} -Werte der STML Keramik, die die unterschiedlichen Signifikanzniveaus der Ergebnisse darstellt.....62

Tab. 18: Ergebnisse der mittleren Biegefestigkeit (σ_b) und ihrer Standardabweichung, des Weibull-Moduls (m), der Weibullfestigkeit (σ_m) sowie des E-Moduls (E) der KATANA™ Ultra Translucent Multi Layered Prüfkörper.....63

Tab. 19: Mittelweltergebnisse der kritischen Risszähigkeit der Ultra Translucent Multi Layered Keramik.....68

Tab. 20: Gegenüberstellung der mittleren K_{Ic} -Werte der UTML Keramik zum einen errechnet auf Grundlage der gemessenen E-Moduli aus der Drei-Punkt-Biegeprüfung und zum anderen aus dem festgelegten Tabellenwert (E-Modul von Zirkoniumdioxid: 210 GPa69

Tab. 21: Statistische Auswertung der K_{Ic} -Werte der UTML Keramik, die die unterschiedlichen Signifikanzniveaus der Ergebnisse darstellt71

Tab. 22: MW-Ergebnisse aus der Druckprüfung (σ), der Weibull-Moduli (m), der Flächensumme (mm^2), der maximalen Kraft (F_{max}) und der Druckfestigkeit (MPa, errechnet aus der Flächensumme) mit zugehörigen Standardabweichungen (StAbw) der Gerüste und vollanatomischen Kronen für die 3Y-TZP (ML), 4Y-TZP (STML) und 5Y-TZP (UTML) Keramiken.....73

Tab. 23: EDX-Analyse der gesinterten KATANA™ Prüfkörper (ML, STML und UTML).....83

Tab. 24: Die maximal gemessenen Biegefestigkeiten (BFK_{max}) der verschiedenen KATANA™ Keramiken und ihrer drei Schichtstärken der quer zu den Farbschichten gesägten Prüfkörper85

IV Abkürzungsverzeichnis

Abb.	Abbildung
Al ₂ O ₃	Aluminiumoxid
ATZ	Alumina-Toughened-Zirconium Oxide
BFK	Biegefestigkeit
bzw.	beziehungsweise
ca.	circa
CAD	Computer-Aided Design
CAM	Computer-Aided Manufacturing
DIN	Deutsches Institut für Normung
EDX	energiedispersive Elementanalyse
E-Modul	Elastizitätsmodul
engl.	englisch
Gew.-%	Gewichtsprozent
GmbH	Gesellschaft mit begrenzter Haftung
HIP	Hot Isostatic Pressure
HV	Vickershärte
ISO	International Organization for Standardization
K _I	Risszähigkeit, Bruchzähigkeit
K _{Ic}	Kritische Risszähigkeit
L	Layer / Schicht
LTD	Low Temperature Degradation
ML	Multi Layered
Mol%	Molprozent

MW	Mittelwert
n	Anzahl der Proben
n. Chr.	nach Christus
p	Signifikanzniveau
P_i	Versagenswahrscheinlichkeit
PMMA	Polymethylmethacrylat
REM	Rasterelektronenmikroskop
s. Abb.	siehe Abbildung
s. Gl.	siehe Gleichung
s. Kap.	siehe Kapitel
s. Tab.	siehe Tabelle
StAbw	Standardabweichung
STL	Stereo Lithography, Standard Tessellation Language
STML	Super Translucent Multi Layererd
Tab.	Tabelle
UTML	Ultra Translucent Multi Layered
v. Chr.	vor Christus
Vgl.	Vergleich
VIF	Vickers Indentation Fracture
VMK [®]	Vita Metall Keramik
Vol.-%	Volumenprozent
Y ₂ O ₃	Yttriumoxid
Y-TZP	Yttriumoxid-stabilisiertes tetragonales polykristallines Zirkoniumdioxid
z.B.	zum Beispiel

ZrO ₂	Zirkoniumdioxid
ZrSiO ₄	Zirkoniumsilikat

V Kurzfassung

Der Trend bei Dentalkeramiken aus Zirkoniumdioxid geht weiter in Richtung monolithische Restaurationen mit einem Farbschichtverlauf und einer Transluzenz, die das Aussehen eines Zahnes originalgetreu widerspiegeln sollen. In dieser Arbeit werden drei verschiedene Multi Layer Keramiken der Marke KATANA™ unter Berücksichtigung ihres Yttriumoxidgehaltes und der Transluzenz auf ihre Biegefestigkeiten und kritische Risszähigkeiten geprüft. Bei den drei Keramiken handelt es sich um eine 3Y-TZP (Multi Layer), eine 4Y-TZP (Super Translucent Multi Layer) und eine 5Y-TZP (Ultra Translucent Multi Layer) Keramik. Sie werden in 0,4 mm, 0,8 mm und 1,2 mm [H] x 2,4 mm [B] x 12 mm [L] Prüfkörper (n = 15) gesägt, die einmal quer zur Farbschichtung und einmal parallel dazu, in jeweils einer der vier Farbschichten verlaufen. Sie werden mit der Universalprüfmaschine im Drei-Punkt-Biegeversuch auf ihre Biegefestigkeit getestet, der Weibull-Modul und die charakteristische Weibullfestigkeit errechnet und durch Vickers-Härteprüfung die kritische Risszähigkeit mit der Formel nach Anstis modifiziert von Munz/Fett, zum einen mit dem für Zirkoniumdioxidkeramiken tabellarisch festgelegten E-Modul von 210 GPa und zum anderen mit dem während der Drei-Punkt-Biegeprüfung gemessenen E-Modul, errechnet. Die Ergebnisse zeigen die höchsten mittleren Biegefestigkeiten der drei Keramiken bei den quer gesägten Prüfkörpern in 0,8 mm Schichtstärke in folgender Reihenfolge: 3Y-TZP (ML: $761,13 \pm 67,35$ MPa) > 4Y-TZP (STML: $414,27 \pm 80,41$ MPa) > 5Y-TZP (UTML: $253,44 \pm 41,32$ MPa). Des Weiteren resultieren niedrigere Biegefestigkeits- sowie Risszähigkeitswerte in den beiden transluzenteren Schichten (Layer 1 und 2) der parallel gesägten Prüfkörper, jedoch in geringem Maße, sodass es statistisch nicht signifikant erscheint. In einer weiteren Versuchsreihe werden aus der ML, STML und UTML Keramik Gerüste in 0,4 mm Schichtstärke sowie vollanatomische Kronen mit 0,4 mm, 0,8 mm und 1,2 mm Wandstärken in einem Drucktest auf ihre Festigkeit hin überprüft und die Ergebnisse mit denen der Prüfkörper aus der ersten Versuchsreihe verglichen. Es zeigt sich, dass die Zirkoniumdioxidkeramiken mit einem höheren Yttriumoxidgehalt, besonders die 4Y- und 5Y-TZP Keramiken um 50 - 75 % geringere Festigkeitswerte aufweisen als die opaken Zirkoniumdioxidkeramiken mit 3 Mol% Yttriumoxid-Dotierung und weniger. Dabei führen die Ergebnisse aus Biege-, Druckfestigkeit, Härtemessung und K_{Ic} -Wert Bestimmung für alle drei Keramiken zu dem Schluss, dass unter Einhaltung einer Mindestschichtstärke von 0,8 mm zahnschonend präpariert werden kann. Die Studie verdeutlicht, wie wichtig eine genaue Indikationseinschränkung für die jeweilige Zirkoniumdioxidkeramik ist, denn mit höherer Transluzenz reduzieren sich die mechanischen

Eigenschaften wie Festigkeit und kritische Risszähigkeit von 3Y- über 4Y- zu 5Y-TZP Keramiken.

V Abstract

Recent trends in zirconium dioxide dental ceramics develop towards monolithic restorations with physical properties, such as colour and translucency, imitating natural teeth. This study investigates the effect of yttrium oxide content and translucency on flexural strength and fracture toughness of three different monolithic multi-layer KATANA™ ceramics: 3Y-TZP (Multi-Layer), 4Y-TZP (Super Translucent Multi-Layer) and 5Y-TZP (Ultra Translucent Multi-Layer). They are cut into 0.4, 0.8, and 1.2 mm [h] x 2.4 mm [w] x 12 mm [l] specimen blocks, with the sawing direction once perpendicular and once parallel to their lamination direction. Specimens (n = 15) are tested in a universal testing machine for three-point bending strength. Critical fracture load is recorded in Newton, flexural strength, Weibull modulus and Weibull characteristic strength were then calculated. Fracture toughness (K_{Ic}) is measured by using the Vickers Indentation technique and calculated by using the equation of Anstis modified by Munz/Fett with once the elastic modulus of 210 GPa (given for zirconium dioxide dental ceramics) and once by using the measured elastic modulus resulting from the three-point bending test. The results for the perpendicularly cut samples of 0.8 mm thickness show the highest mean values in flexural strength in the following sequence: 3Y-TZP (ML: 761.13 ± 67.35 MPa) > 4Y-TZP (STML: 414.27 ± 80.41 MPa) > 5Y-TZP (UTML: 253.44 ± 41.32 MPa). Furthermore, the specimens cut parallel to the lamination direction of the higher translucent layers 1 and 2 show lower flexural strength and fracture toughness than the other layers 3 and 4, albeit the results are not statistically significant. In another test series ML, STML and UTML ceramic frameworks with 0.4 mm layer thickness as well as anatomical crowns with 0.4, 0.8, and 1.2 mm wall thickness are investigated for their fracture loads and then compared with the results of the first tested specimens. Zirconium dioxide ceramics with higher yttrium oxide content, especially the 4Y- and 5Y-TZP ceramics, show 50 – 75 % lower fracture loads compared to zirconium dioxide ceramics with 3 mol% or less yttrium oxide. The flexural strength, fracture loads, Vickers hardness and K_{Ic} results of all three ceramics lead to conclusion that under the maintenance of minimum layer thickness of 0.8 mm a tooth-conserving preparation is possible. The study shows that an accurate indication of each zirconium dioxide ceramic is of utmost importance, given that the higher the translucency, the lower the mechanical properties of the ceramic.

1. Einleitung

In der heutigen Zeit spielen nicht nur Funktionalität und Haltbarkeit eines Zahnersatzes eine wichtige Rolle, sondern der Aspekt der Ästhetik ist seit Anfang der 2000er Jahre immer mehr in den Fokus getreten. So erwartet man mittlerweile Zahnersatz, der so natürlich aussieht wie der eigene Zahn. Zusätzlich steigt der Anspruch der Patienten auf metallfreien Zahnersatz, nicht nur aus ästhetischen Gründen, wie beispielsweise dunkelgrau schimmernde Kronenränder im Zahnhalsbereich, sondern auch, um mögliche Unverträglichkeiten oder Allergien auf Metalllegierungen zu vermeiden [1].

Auf Grund dieser Anforderungen haben sich die Zirkoniumdioxidkeramiken für monolithische, (monolith: aus dem Griechischen „μονόλιθος = monólithos“ „einheitlicher Stein“ oder wörtlich „Ein-Stein“) das heißt aus einem Block gefräste, Einzelzahnversorgungen sowie kleinere Brücken im Laufe der Jahre stark verändert. Da sie aus einem Block herausgefräst werden können, entfällt die Notwendigkeit zur Verblendung der Keramik, die riskante Auswirkungen haben kann, wenn es durch unterschiedliche Wärmeausdehnungskoeffizienten der Gerüst- und der Verblendkeramik zu Spannungen, gefolgt von Abplatzungen, sogenanntes „Chipping“ kommt [2, 3]. Ferner wird durch den Verzicht auf Verblendung Materialstärke reduziert, was sich positiv auf die minimalinvasive substanzschonende Präparation auswirkt. Mit der stetigen Weiterentwicklung und Optimierung der digitalen CAD/CAM-Technologien ist es gelungen, vollkeramischen Zahnersatz, im Vergleich zu Edelmetallrestaurationen, kostengünstig herzustellen und es werden ebenso gute Passgenauigkeiten erreicht. Vorteile der monolithischen Zirkoniumdioxidkeramik sind: gute Ästhetik, einfache klinische Handhabung sowie Verarbeitung und relativ geringer Kostenaufwand (im Vergleich zu Goldrestaurationen). Wurde zu Beginn der Herstellung der dentalen Zirkoniumdioxidkeramiken der Schwerpunkt auf eine hohe Biegefestigkeit gelegt, die sogar mit derer von Metallkeramiken gleich zu setzen war [4], aber den Nachteil weiß opaker Keramiken mit sich brachte, tendiert die Weiterentwicklung zu transluzenter Keramik, die den natürlichen Farbverlauf eines Zahnes imitiert, für den Preis reduzierter Biegefestigkeit im Vergleich zur opaken Keramik. Aufgrund der noch geringen Datenlage zu hochtransluzenten Zirkoniumdioxidkeramiken soll diese Arbeit unter dem Aspekt zahnschonender Präparation Aufschlüsse über mögliche minimale Schichtstärken und Indikationsbereiche geben.

2. Literaturübersicht

2.1 Definition Keramik

Als keramische Werkstoffe bezeichnet man alle anorganischen, nichtmetallischen, in Wasser nur schwer lösliche, zu mindestens 30 % kristalline Materialien, der andere Teil aus einer amorphen Glasphase bestehend, die über einen thermischen Sinterprozess (über 700 °C) hergestellt werden. Das Wort „Keramik“ stammt von dem altgriechischen Wort „keramos (κέραμος)“ ab und bezeichnete Tonminerale sowie deren durch Brennen erzeugte formbeständige Erzeugnisse [5]. Sie wurden in der Antike im Athener Stadtteil „Kerameikos“ produziert, das derzeit das wichtigste Zentrum der attischen Keramikproduktion war [6].

2.2 Geschichtliche Entwicklung der Dentalkeramik

Die Fundorte der frühesten Töpferwaren aus Ton erstreckten sich von China um 20.000 v. Chr., über Nordasien (östliches Sibirien) um 15.000 v. Chr., bis nach Afrika (Sudan und Nildelta-Region) um 10.000 v. Chr. [7]. Die Keramik entwickelte sich als Abwandlung des Porzellans. Archäologische Funde belegen die erste Porzellanherstellung ca. 700 n. Chr. in China [8]. In Deutschland gelang es erstmalig dem Alchimisten Johann Friedrich Böttger am sächsischen Königshof in Dresden im Jahre 1709 aus einheimischen Rohstoffen: Tonerde (Kaolin) gemischt mit Quarzen, Feldspat und einem Flussmittel, die in hochtemperaturfesten Schmelzriegeln gebrannt wurden, weißes europäisches Porzellan und die Porzellanglasur herzustellen [9, 10, 11]. Ein Jahr später (1710) wurde unter seiner Leitung die Meißner Porzellanmanufaktur eröffnet.

Aus chemischer Sicht bestand die ursprüngliche Dentalkeramik aus den gleichen Hauptbestandteilen wie das Porzellan nur zu anderen Mengenverhältnissen (s. Tab. 1).

Tab. 1: Rohstoffanteile in der Dentalkeramik und im Porzellan [12]

Anteile	Dentalkeramik [Gew.-%]	Porzellan [Gew.-%]
Feldspat	70 - 80	10 - 30
Quarz	10 - 30	15 - 35
Kaolin	0 - 5	40 - 70

Als Begründer der modernen Zahnmedizin gilt der Franzose Pierre Fauchard. Er veröffentlichte 1728 in seinem zweibändigen Lehrbuch „Le chirurgien dentiste“ erstmals Verfahren zum Aufbrennen von mit Metalloxiden eingefärbter Keramik auf Gold- oder Kupferplatten zur Anfertigung von Zahnprothesen [13]. Leider dienten diese Prothesen primär als ästhetischer Ersatz bei komplettem Zahnverlust oder Lückenschluss, konnten aber nicht der Kaufunktion behilflich sein und setzten sich auch wegen mangelnder Festigkeit der keramischen Verblendung nicht durch [12, 14].

Zu dieser Zeit wurde Zahnersatz aus Elfenbein, Flusspferd-, Walross-, Rinder-, Pferdehänen und -knochen sowie zum Großteil aus Menschenzähnen, die extrahiert wurden oder von Leichen stammten, hergestellt. Im Jahre 1774 entwickelte der Pariser Apotheker Alexis Duchâteau die erste Porzellanvollprothese. Der französische Zahnarzt Dubois de Chémant perfektionierte den Herstellungsprozess und ließ sich 1787 das Verfahren zur Erzeugung künstlicher Zähne aus Hartporzellan patentieren [8, 15]. 1825 gelang es Samuel Wesley Stockton in Philadelphia große Mengen an Porzellan­zähnen kommerziell herzustellen. Er gilt als Pionier in der Fabrikation von Keramikzähnen. Sein Neffe, der Zahnarzt und Erfinder, Samuel Stockton White, arbeitete zuerst bei seinem Onkel, bis er selbst 1844 seine eigene Zahnfabrik gründete, mit der er über die Jahrzehnte expandierte und sich weltweit einen Namen machte [12, 16]. Fast zur gleichen Zeit, zwischen 1837 und 1838, gründete der gelernte Goldschmied Claudius Ash die erste Fabrik für Porzellan­zähne in London, die sich zu einem großen europaweiten Dentaldepot entwickelte und bis zum heutigen Tage unter dem Namen Ash, Sons & Co. in der Planmeca Group existiert [12, 17, 18].

In Deutschland startete die erste fabrikgefertigte Porzellan­zahnherstellung 1893 durch den Zahnarzt Friedrich August Wienand in Pforzheim. Seine Firma, die sich mit der Entwicklung des „Biodentzahns“ einen Namen machte, besteht heute noch als Zahnfabrik Wienand & Söhne in Sprendlingen und gehört zur Dentsply-Firmengruppe [12, 19].

Ein weiterer Durchbruch hinsichtlich ästhetisch, funktionellem Zahnersatz gelang Charles Henry Land aus Detroit mit der Entwicklung der Jacketkrone, die er 1903 veröffentlichte. Bei dem Verfahren, das er sich 1887/88 patentieren ließ, wurde eine Gold- oder Platinfolie als Formträger über einen beschliffenen Zahnstumpf gelegt und die Krone mit Dentalkeramik aufgebrannt. Danach wurde die Folie entfernt und die weltweit erste Vollkeramikkrone war erfunden, die ab 1920 Gebrauch in Deutschland fand [5, 12, 20].

Der Nachteil der bisher eingesetzten Keramiken, bestand in der mangelnden Biege- und Bruchfestigkeit. Sie konnten den physikalischen und chemischen Herausforderungen der Mundhöhle nicht standhalten. Frakturen waren die Folge. Erst durch das Vakuumbrennverfahren, das von Gatzka 1949 in der Zahnfabrik Wienand entwickelt wurde, konnten die mechanischen Eigenschaften, der Dentalkeramik deutlich verbessert werden. Der Sintervorgang entzog der Keramik die eingeschlossene Luft, wobei der Anteil an Porositäten von 5 % auf unter 1 % gesenkt werden konnte. Bessere mechanische Eigenschaften wie höhere Biegefestigkeitswerte, verbesserte Farbgebung und Transluzenz wurden erzielt [8, 12, 21].

Einen weiteren Entwicklungsschritt brachte das Permament-Verfahren von Weinstein 1952 aus New York, wobei eine Aufbrennkeramik mit metallähnlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten entwickelt wurde. Auf diese Weise ließ sich die Keramik auf ein Metallgerüst aufbrennen und Kronen sowie größere Brückenkonstruktionen konnten zum Einsatz gebracht werden. Das Verfahren führte zum Durchbruch für die Verwendung der Metallkeramik [8, 12, 14].

Auch in Deutschland folgte man dieser Idee und 1962 entwickelte die Vita-Zahnfabrik mit Degussa die erste Verblendkeramik namens Vita-Metall-Keramik, die bis heute weltweit mit der VMK[®]-Technik verbreitet ist und zur Anwendung kommt [8, 12, 22]. Kurz darauf folgte 1966 die Markteinführung der Biodent[®]-Herador[®]-Goldkeramik der Firmen DeTrey und Heraeus [8, 12]. Die mechanischen Vorzüge dieser neu entwickelten Metallkeramiken führten dazu, dass sie bis heute im Seitenzahnbereich eingesetzt werden. Dennoch entstand, wegen häufig auftretender Verblendkeramikfrakturen (Chipping, bis zu 4 % jährliche Rate nach 2-7 Jahren [8]) besonders auf Scher- und Zugkräfte, das Verlangen nach optimaleren Materialien. Auf der Suche nach festeren Keramiken gelang es den beiden Engländern McLean und Hughes 1965, mit dem Verfahren der Dispersionsverfestigung, die erste Aluminiumoxid verstärkte Keramik zu produzieren [19].

Die Markteinführung der ersten CAD/CAM-Systeme (Computer-Aided Design/Computer-Aided Manufacturing) zur Herstellung „chairside“ (am Zahnarztstuhl bzw. in einer Sitzung in der Zahnarztpraxis hergestellt) gefertigter Zahnersatzrestorationen aus vollkeramischen Materialien war 1985 durch Mörmann und Brandestini mit der ersten CAD/CAM-Einheit namens CEREC 1, gefertigt von Siemens Dental (heute Sirona Dental, Bensheim). Den Grundstein dieser Entwicklung legte bereits 1971 der Franzose Dr. François Duret, der daher „Vater der dentalen CAD/CAM-Technologie“ genannt wurde, mit seiner Idee und Forschungsarbeit auf diesem Gebiet [14, 19, 21]. Im Zuge der stetig voranschreitenden Digitalisierung, entwickelte sich auch die

CAD/CAM-Technologie rasant weiter. Es wurden neue Herstellungsprozesse für Vollkeramik erfunden, wie zum Beispiel die Frästechnik und das Heißpressverfahren. Eine Übersicht der vollkeramischen Systeme bietet Abbildung 1.

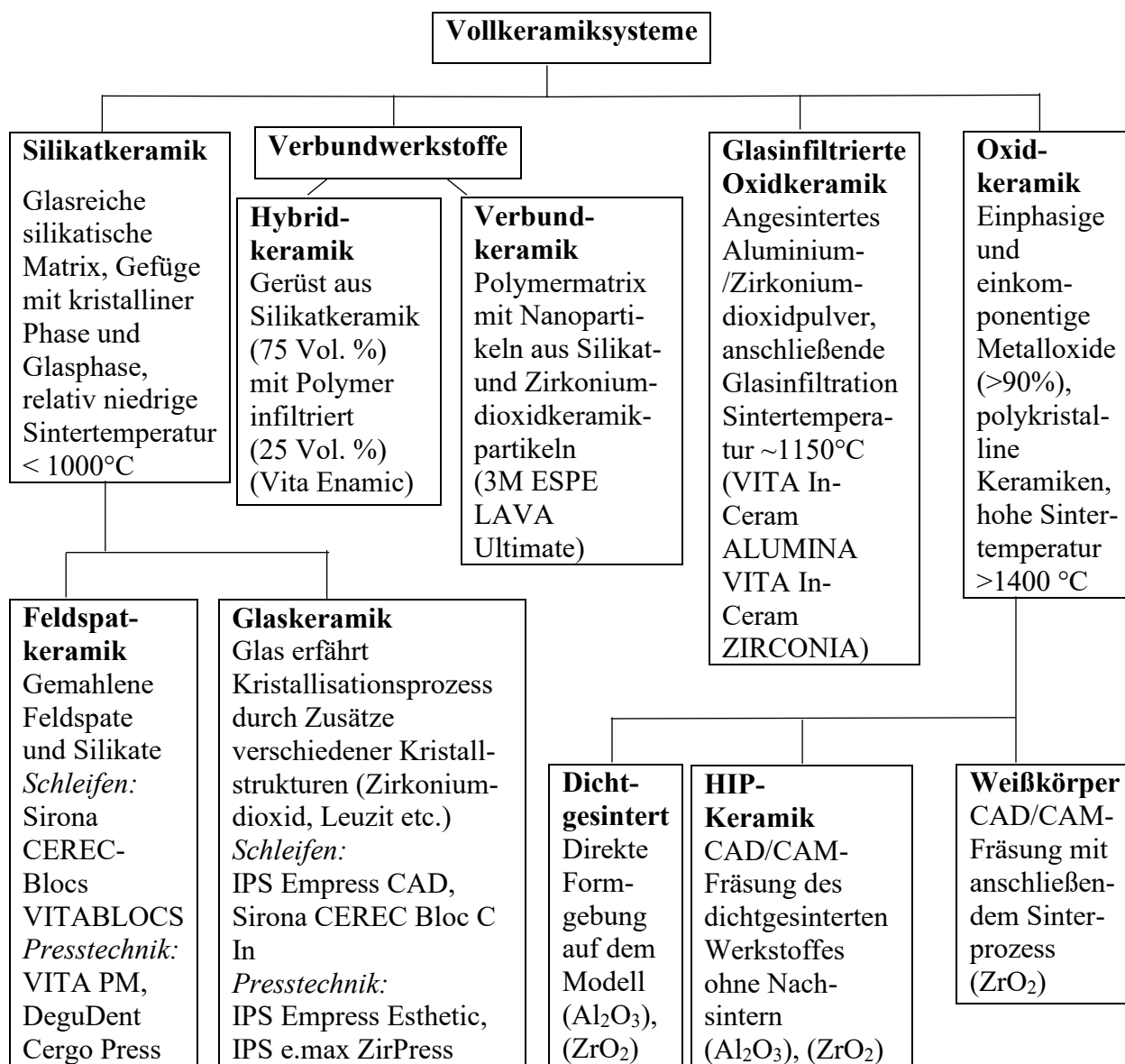


Abb. 1: Einteilung der vollkeramischen Systeme mit kommerziellen Vertretern [22]

Die Abbildung 1 zeigt eine mögliche Einteilung der Dentalkeramiken nach ihrer chemischen Zusammensetzung. Demnach werden sie in zwei Hauptgruppen unterteilt, den Silikatkeramiken (auch Feldspatkeramiken), die einen hohen amorphen Glasanteil besitzen, denen Metalloxide zugesetzt werden. Sie sind charakterisiert durch ihre porige Struktur, demzufolge geringe Bruchfestigkeit und eine niedrige Sintertemperatur (unter 1000°C). Durch das Zusetzen

verschiedener Kristallstrukturen wie zum Beispiel Leuzit oder Zirkoniumdioxid wird ihre Sprödbuchanfälligkeit reduziert. Die zweite Hauptgruppe wird vertreten durch die Oxidkeramiken, die kristallin sind und wenig bis gar kein Glas enthalten. Sie zeichnen sich durch ihre hohe Bruchfestigkeit aus und haben sehr hohe Sintertemperaturen (über 1400°C) [5]. Seit den 1970er Jahren bahnen sich die Oxidkeramiken als Hochleistungskeramiken in vielen Bereichen der Industrie ihren Weg. So ermöglichten sie zum Beispiel den Fortschritt in der Energietechnik (Brennstoffzellen, Wärmetauscher), der Elektrotechnik (Gehäuse, Kondensatoren, Mikrochipträger), der Medizintechnik (Hüftgelenksprothesen, Zahnimplantate, Knochenersatzmaterialien), der Verkehrstechnik (Dieselrußfilter, Auslassventile), der Fertigungstechnik (Schneidwerkstoffe, Schleifstoffe), dem Maschinenbau (Gleitlager, Piezostellglieder) und viele mehr [23].

Mit der Jahrtausendwende begann der Einzug der Zirkoniumdioxidkeramiken in die Zahnmedizin. Die im Vergleich zu Aluminiumoxid besseren mechanischen Eigenschaften sowie höhere Transluzenz und die damit verbundenen ästhetischen Vorzüge führten im Jahre 2001 zur Markteinführung polykristalliner Zirkoniumdioxidkeramiken und lösten eine Revolution in der Zahntechnik aus [5]. Da sich die Arbeit mit der 2015 eingeführten Zirkoniumdioxidkeramik KATANA™ befasst, soll hier genauer auf die Zirkoniumdioxidkeramiken eingegangen werden.

2.3 Zirkonium

Zirkonium ist ein chemisches Element, das im Periodensystem in der 5. Periode, auf Platz zwei in der Titangruppe (4. Gruppe) steht. Es zählt zu den Übergangsmetallen und hat eine silbrig-weiß glänzende Farbe, mit einem Schmelzpunkt von 1857°C, eine große Härte, geringe Reaktivität, ist sehr korrosionsbeständig, inert, biokompatibel und kommt sogar in geringen Mengen (ca. 4 mg/kg) im menschlichen Körper vor. Natürliche Vorkommen finden sich in geringen Mengen, in kleinen Kristallen, weit verbreitet in der Erdkruste, besonders in silikatischen Intrusivgesteinen wie Granit. Zirkonium kommt nicht in seiner gediegenen Form vor, sondern gebunden in den Mineralen Zirkon (ZrSiO_4), Baddeleyit (ZrO_2) und in dem sehr seltenen roten Eudialyt ($\text{Na}_4(\text{CaCeFeMn})_2\text{ZrSi}_6\text{O}_{17}(\text{OHCl})_2$). Zudem ist Zirkonium immer mit Hafnium vergesellschaftet [24, 25].

2.4 Zirkoniumdioxid

Zirkoniumdioxid (ZrO_2), auch Zirconia genannt, zählt zur wichtigsten Zirkonium-Verbindung und gehört als nichtmetallischer, anorganischer Werkstoff zur Gruppe der Keramiken mit den höchsten mechanischen Eigenschaften und deckt einen großen Indikationsbereich ab. Es ist ein sehr stabiles und hochschmelzendes Oxid. Gewonnen wird es aus Zirkoniumsilikat ($ZrSiO_4$), auch Silikatsand genannt, das durch Reinigungs- und Kalzinierungsprozesse von Verunreinigungen getrennt wird und in ein weißes, hochschmelzendes, kristallines Zirkoniumdioxidpulver überführt wird, das zu 99 % rein ist. Bei einer anderen Art der Herstellung werden Zirkoniumdioxidhydrate oder Zirkoniumsalze (Nitrate, Oxalate, Acetate etc.) mit flüchtigen, sauerstoffhaltigen Säuren entwässert und anschließend verglüht. Um den steigenden Anforderungen an Reinheitsgrad und Korngrößenkonstanz (< 100 nm) der Ausgangspulver für Zirkoniumdioxid standhalten zu können, werden die Rohstoffe primär synthetisch aus Zirkoniumsilikat hergestellt. Dabei werden Oxide aus Lösungen gefällt, gezielte Kristallisationen erzeugt oder die Herstellung über Sol-Gel-Verfahren ermöglicht. Dabei leistet die synthetische Herstellung einen erheblichen Beitrag zur Qualitätssicherung [5, 19, 23, 26].

2.4.1 Chemische Strukturen von Zirkoniumdioxid

Zirkoniumdioxid liegt bei Raumtemperatur im thermodynamisch stabilen, monoklinen Kristallgitter vor. Sein Schmelzpunkt liegt bei ca. 2680°C . Wenn sich das Material von dieser Hochtemperatur abkühlt, kristallisiert es in die kubische Phase. Bei 2370°C findet eine Umwandlung in die tetragonale Form statt und bleibt in diesem Zustand bis 1170°C . Sinkt die Temperatur weiter ab ($< 1170^\circ\text{C}$), erfährt das Gefüge eine letzte Transformation in die monokline Kristallstruktur. Bei dieser Umwandlung, die auch als „martensitische Umwandlung“ oder „t \rightarrow m-Umwandlung“ bezeichnet wird, findet eine Volumenzunahme von ca. 5 % statt. Dieses Verhalten während der Abkühlphase würde bei Sinterkeramiken aus reinem Zirkoniumdioxid zu extremen Spannungen und infolgedessen zu Rissbildungen führen. Diese Umwandlung kann durch das Hinzufügen von Stabilisierungsoxiden unterbunden werden. Durch Einlagerung von Oxiden, wie Yttrium-, Magnesium-, Kalzium- oder Ceroxid in das Keramikgefüge, bleibt das Zirkoniumdioxid auch bei Raumtemperatur im stabilen tetragonalen oder kubisch-tetragonalen Zustand [23, 27].

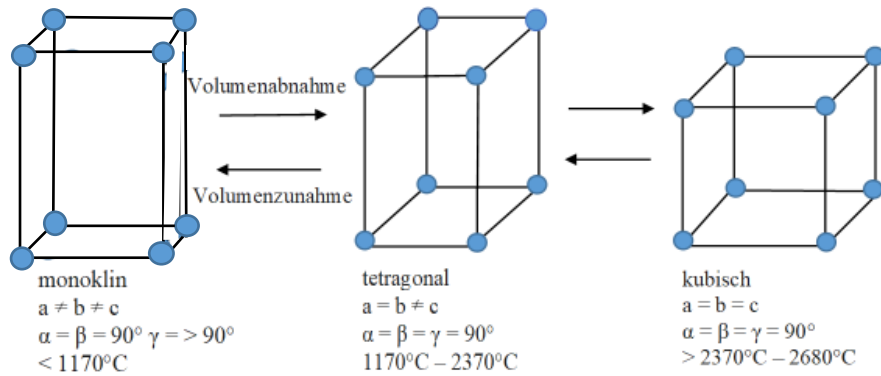


Abb. 2: Die drei Kristallmodifikationen des Zirkoniumdioxids, ● = Zirkoniumdioxid [27]

Den Einzug in die Zahntechnik machte das Yttriumoxid-verstärkte Zirkoniumdioxid schon zu Beginn der 90er Jahre. Wegbereiter war die Firma DCS (DCS Dental AG, Allschwil, Schweiz), die „gehipte“ (von HIP: Hot Isostatic Pressure), also heiß isostatisch gepresste Zirkoniumdioxid-Rohlinge zum Fräsen anbot, deren tetragonale Phasen durch Yttriumoxid stabilisiert wurden.

Um die stabilere tetragonale Phase zu erhalten, wurde es mit 3 Mol% Yttriumoxid versehen und wird konventionelles Zirkoniumdioxid oder auch 3Y-TZP (engl. Yttrium Tetragonal Zirconia Polycrystal), genannt. Aus chemischer Sicht liegt ein teilstabilisiertes tetragonales Kristallgitter vor. Es ist metastabil, da unter Zugspannung, zum Beispiel bei Rissentstehung, auch eine Phasenumwandlung von tetragonal zu monoklin auftreten kann. Umgekehrt führt Druckbelastung zu einer Hemmung der Umwandlung von tetragonaler in monokline Phase. Diese Eigenschaft wird als Umwandlungsverstärkung (martensitische Umwandlung) bezeichnet, da die druckgesteuerte Volumenzunahme während der Phasenumwandlung des Zirkoniumdioxids, die Rissausbreitung verlangsamt und teilweise schließt, indem die Volumenzunahme der Körner zur Kompression des sich ausbreitenden Risses und zur Erhöhung der Widerstandskraft gegen Frakturen, führt. Auf diese Weise kann die Metastabilität vorteilhaft genutzt werden und macht das 3Y-TZP zu dem stabilsten und widerstandsfähigsten Zirkoniumdioxid. Mit einem Biegefestigkeitswert von bis zu 1500 MPa kann es als Gerüst für Brückenkonstruktionen und Einzelkronen im Seitenzahnbereich eingesetzt werden.

Im feuchten Milieu, wie der Mundhöhle, ist jedoch, die durch einen chemischen Prozess, der sogenannten „Niedertemperaturdegradation“ (engl. Low Temperature Degradation, LTD), eingeleitete Phasenumwandlung zu berücksichtigen. Dabei werden freie Gitterplätze für

Sauerstoffatome mit Wassermolekülen besetzt, destabilisieren die tetragonale Kristallstruktur und führen so zu einer Verringerung der mechanischen Festigkeit [5, 23, 27, 28].

Zu einer Festigkeitssteigerung des Zirkoniumdioxids führt zum Beispiel ein Zusatz von fein verteiltem Aluminiumoxid (Al_2O_3) in das Kristallgefüge [62]. Diese Keramik, auch als ATZ (Alumina-Toughened-Zirconium Oxide) bezeichnet, enthält zu 0,25 Gew.-% Aluminiumoxid-Körner. Als nachteilig im ästhetischen Sinne, kann die starke Opazität des Materials gesehen werden. Diese resultiert aus den Mengen sehr kleiner Korngrößen ($< 0,5 \mu\text{m}$ nach dem Sintern bei 1530°C), die Grenzflächen bilden, die das Licht passieren und durchbrechen muss. Dabei existiert ein hoher Lichtbrechungsindex, der dem Material (auch Zirkoniumdioxid-Keramik der ersten Generation genannt) sein opakes Aussehen verleiht.

Um der Keramik eine höhere Transluzenz zu geben, wurde der Anteil und die Größe der dotierten Aluminiumoxid-Körner auf 0,05 Gew.-% reduziert (Zirkoniumdioxid der zweiten Generation). Die wesentlich kleineren Aluminiumoxid-Körner platzieren sich an den Korngrenzen des Zirkoniumdioxids. Da sie einen geringeren Lichtbrechungsindex als die Zirkoniumdioxid-Körner aufweisen, resultiert eine höhere Transmission des Lichts, die sich optisch in einer höheren Transluzenz darstellt.

Definition Transluzenz: (von lateinisch *trans* „hindurch“ und *lux* „Licht“) Die Transluzenz ist die partielle Lichtdurchlässigkeit eines Materials und beschreibt somit das Verhältnis von einfallender zu durchgelassener Lichtintensität [29].

Studien haben gezeigt, dass trotz Transluzenz, ausreichend gute Ergebnisse in den Biegefestigkeitsprüfungen von ca. 1000 MPa erzielt wurden [30]. Da die Transluzenz aber immer noch nicht der von Glaskeramik entsprach, ging die Entwicklung weiter, bis 2015 die dritte Generation Zirkoniumdioxid-Keramik eingeführt wurde. Bei gleichem Aluminiumoxid-Anteil wurde das Yttriumoxid auf 5 Mol% (5Y-TZP) angehoben, dies entspricht einem Gew.-% von 8,5 – 10 Yttriumoxid. Die Keramik liegt zu 53 % in der kubischen Phase stabilisiert vor, man bezeichnet sie daher auch als vollstabilisiertes Zirkoniumdioxid mit einem kubisch-tetragonalen Mischgefüge. Der hohe Anteil an kubischer Phase erhöht die Transluzenz, da die kubischen Kristalle wegen ihres größeren Volumens weniger Licht an den Korngrenzen streuen und aufgrund ihrer Isotropie das Licht gleichmäßiger in alle Raumrichtungen verteilen als die tetragonalen Kristalle. Die Steigerung der Lichtdurchlässigkeit führte zur Verringerung der Biegebruchfestigkeit auf 550 MPa [32] und ist vergleichbar mit Lithiumdisilikatkeramiken. Dies führte zu Indikationseinschränkungen der dritten Generation Zirkoniumdioxidkeramiken auf

Einzelzahnkronen und maximal drei-gliedrige Brücken [27, 30, 31]. Wegen der geringen mechanischen Eigenschaften ging die Entwicklung weiter, wieder zurück zu festeren Werkstoffen und eine Zirkoniumdioxidkeramik mit 4 Mol% Yttriumoxid-Dotierung (4Y-TZP) wurde 2017 auf den Markt gebracht. Sie liegt wie ihr Vorgänger im kubisch-tetragonalen Mischgefüge vor und hat nur etwas niedrigere Transluzenzwerte. Mit ihren Biegefestigkeitswerten von 800 bis 1200 MPa aus der Drei-Punkt-Biegeprüfung, liegt sie zwischen der zweiten und dritten Generation Zirkoniumdioxidkeramik. Da sie aber erst kürzlich auf dem Markt ist, braucht es zusätzlich zu dieser, noch weitere Studien, um genauere Aussagen über ihre Eigenschaften zu treffen [32, 33].

2.5 Monolithische Zirkoniumdioxidkeramik - KATANA™

In dieser Arbeit werden die drei verschiedenen KATANA™ Multi Layered Zirkoniumdioxidkeramiken auf ihre Biegefestigkeit und ihre Härte geprüft und im zweiten Teil einander gegenübergestellt. Bei der Multi Layered Keramik handelt es sich um eine 3 Mol% Yttriumoxid teilstabilisierte Zirkoniumdioxidkeramik (3Y-TZP) mit einem Anteil kubischer Kristalle < 50 Gew.-% und 0,63 (\pm 0,03) μm Korngröße und zählt somit zur zweiten Generation Zirkoniumdioxid. Die Super Translucent Multi Layered Keramik ist mit 4 Mol% Yttriumoxid verstärkt (4Y-TZP), besteht aus einem kubisch-tetragonalen Mischgefüge mit ca. 65 Gew.-% kubischer Phase und einer durchschnittlichen Korngröße von 2,81 (\pm 0,17) μm und gehört zur vierten Generation. Die Ultra Translucent Multi Layered Keramik ist eine 5 Mol% Yttriumoxid teilstabilisierte Zirkoniumdioxidkeramik (5Y-TZP), besteht zu ca. 75 Gew.-% aus kubischer Phase, mit Korngrößen von durchschnittlich 4,05 (\pm 0,85) μm und ist somit ein Vertreter der dritten Generation [34].

Tab. 2: Übersicht KATANA™ - Keramiken mit Einteilung nach Yttriumoxid-Dotierung, Anteil kubischer Phase und Korngröße

Zirkoniumdioxidkeramik	Mol% Yttriumoxid	Gew.-% kubische Kristalle	Korngröße in μm
KATANA™ Multi Layered	3Y-TZP	< 50	0,63 (\pm 0,03)
KATANA™ Super Translucent Multi Layered	4Y-TZP	~ 65	2,81 (\pm 0,17)
KATANA™ Ultra Translucent Multi Layered	5Y-TZP	~ 75	4,05 (\pm 0,85)

Das zahnähnliche Chroma erhält der monolithische Keramikblock durch Einfärben mit verschiedenen Mineralien und Metalloxiden. Als Beispiel seien hier die Oxide von Erbium (weiß/rosa), Neodym (hellgrau/blau), Mangan (braun/schwarz), Chrom (rot/grün) und Eisen (gelb/orange) genannt.

2.6 Mechanische Eigenschaften und Prüfmethode zur Charakterisierung der Dentalkeramiken

2.6.1 Elastische Eigenschaften

Wirken mechanische Kräfte auf eine Keramik ein, kommt es zur Verformung, die, wenn sie reversibel ist, als Elastizität bezeichnet wird und wenn sie zu groß ist, in einem Bruch endet. Die Verformung ist bei Keramiken proportional der wirkenden Kraft und geht nach Entlasten vollständig zurück. Bei Zug- oder Scherspannung entsteht eine Dehnung mit der Proportionalitätskonstanten E (E = Elastizitätsmodul, kurz E-Modul) [23]. Er wird definiert als das Verhältnis zwischen mechanischer Spannung und relativer elastischer Verformung und ist eine Materialkonstante. Der E-Modul dient gleichzeitig als direktes Maß für den Widerstand gegen elastische Verformung [63].

2.6.2 Festigkeit

Bei keramischen Werkstoffen sind die Bruch- und Biegefestigkeit wichtige Kenngrößen. Die Bruchfestigkeit gibt den Widerstand an, den die Keramik gegenüber einer gleichmäßig steigenden Belastung aufbringt, bevor es zum Bruch kommt. Sie wird angegeben mit der erreichten Bruchlast in Newton [63]. Die Biegefestigkeit eines Materials wird mit genormten Prüfkörpern und Versuchsaufbauten ermittelt und ermöglicht eine Aussage zu den Materialeigenschaften. Sie wird als Druck in MPa angegeben und mit unterschiedlichen Versuchen wie dem Drei-Punkt-Biegeversuch ermittelt. Dabei wird durch die Biegebeanspruchung eines symmetrischen Prüfkörpers an seiner Oberseite eine Druckspannung und an seiner Unterseite eine Zugspannung ausgeübt. In der Mitte des Prüfkörpers befinden sich spannungsfreie Fasern wohingegen sich an den Randfasern die größten Spannungswerte bilden [64]. Bei Übersteigen des Grenzwertes kommt es zum Bruch durch Rissflankenöffnung auf der unter Zugspannung stehenden Seite. Die Entstehung des Bruchs muss dabei nicht unbedingt im Bereich der maximalen Zugspannung

liegen. Die Biegefestigkeit wird vielmehr durch das Keramikgefüge bestimmt und ist gekoppelt an Spannungs- und Defektverteilung.

Eine weitere Materialgröße ist die Druckfestigkeit, welche die Kraft bezogen auf den belasteten Ausgangsquerschnitt ist, die im Druckversuch zum Versagen der Probe führt [63].

2.6.3 Weibull-Statistik

Zur Bewertung der Festigkeitswerte der Keramiken, wurde die Weibull-Statistik herangezogen, da sie die Defektverteilung im Material beschreibt [60]. Sie ist besonders aussagekräftig, da sie die Festigkeit unter Berücksichtigung des „schwächsten Gliedes der Kette“ [47] bestimmt. „Das Vorhandensein von Fehlern im Gefüge, wie Poren, Kristallite und Rauigkeiten in der Oberfläche, beeinflussen das Versagensverhalten der Keramik. Der jeweils größte Gefügefehler im elastischen Spannungsfeld einer mechanischen Beanspruchung bestimmt das Versagensverhalten des Bauteils durch Bruch. Einer Wahrscheinlichkeit für die Existenz von Fehlern einer kritischen Größe, Form und Lage steht eine Wahrscheinlichkeit für die Höhe der Bauteilfestigkeit gegenüber. Beide Wahrscheinlichkeitsverteilungen werden näherungsweise durch die sogenannte Weibull-Statistik beschrieben“ [47].

2.6.4 Härte

Die Härte ist definiert als der Widerstand eines Körpers gegenüber plastischer Verformung durch einen anderen Körper [23]. Keramische Härteprüfverfahren basieren auf dem Eindringen eines Prüfkörpers (Indenter) in die Oberfläche des zu testenden Werkstoffs. Dabei ermöglichen sie eine weitgehend zerstörungsfreie Bestimmung der Härte an der Oberfläche der Materialien. Die Härte ist der Quotient aus aufgewendeter Kraft durch Eindruckoberfläche und ist folglich eine Druckgröße. Je größer der Härtewert desto größer der Widerstand der Keramik. Als Maß für die Härte wird die entstandene Deformation (plastisch/elastisch) betrachtet. Bei spröden Werkstoffen wie Keramiken, entsteht unter dem Eindruck des Indenter eine plastische Zone im Mikrobereich durch Deformationen im Gefüge. Das so erzeugte Eigenspannungsfeld bewirkt die Rissentstehung oder das Risswachstum am Härteeindruck [65].

2.6.5 Kritische Risszähigkeit

Die Risszähigkeit (K_{Ic} , Einheit: $\text{MPa m}^{-1/2}$) auch Bruchzähigkeit genannt, ist eine materialspezifische, konstante Größe aus der Bruchmechanik, die auch als Spannungsintensitätsfaktor bezeichnet wird. Dabei steht der Index I für eine reine Normalbeanspruchung (Index II: Scherbeanspruchung und III: Torsionsbeanspruchung). Die Risszähigkeit gibt an, bei welcher Spannung sich ein Riss erweitert. Wenn bei einer Belastung die Spannung so groß wird, dass ein Bruch entsteht, resultiert aus dieser kritischen Spannung der K_{Ic} -Wert (kritische Risszähigkeit), der auch kritischer Spannungsintensitätsfaktor oder Bruch-/Risswiderstand genannt wird. Die kritische Risszähigkeit gibt folglich die Risslänge an, bei der ein Werkstoff bei einer bestimmten Belastung zu Bruch geht [47]. Von einer unterkritischen Rissausbreitung spricht man, wenn ein langsames, ungefährliches (nicht zum Bruch führendes) Risswachstum auftritt.

Um die kritische Risszähigkeit zu berechnen, gibt es verschiedene Rechenansätze und Prüfmethode, wie zum Beispiel Methoden basierend auf Messungen an Kerben und selbsterzeugten Rissen und Indenter-Techniken. Diese wurden in den Dissertationen von Abert [28] und Wirthwein [14] ausführlich zusammengetragen. Der Grund für das Vorhandensein verschiedener Gleichungen zur Berechnung der kritischen Risszähigkeit liegt in den unterschiedlichen physikalischen Eigenschaften spröder Werkstoffe [68]. Einige Gleichungen werden hier genannt und können wie folgt eingeteilt werden:

- **Rissmusterübergreifende Berechnung:**

Gleichung (1) nach Anstis modifiziert von Munz/Fett:
$$K_{Ic} = 0,032 \cdot \text{HV} \cdot a^{1/2} \cdot \left(\frac{E}{\text{HV}}\right)^{1/2} \left(\frac{c}{a}\right)^{-3/2}$$

Gleichung (2) nach Anstis:
$$K_{Ic} = 0,016 \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} Fc^{-3/2}$$

- **Berechnung für mediane, halbkreisförmige Rissmuster:**

Gleichung (3) nach Lawn, Evans, Marshall:
$$K_{Ic} = 0,028 \text{ Ha}^{1/2} \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \left(\frac{c}{a}\right)^{-3/2}$$

Gleichung (4) nach Niihara:
$$K_{Ic} = 0,067 \text{ Ha}^{1/2} \left(\frac{E}{H}\right)^{0,4} \left(\frac{c}{a}\right)^{-3/2}$$

• **Berechnung für Palmqvist-Risse (Radialrisse):**

Gleichung (5) nach Anstis / Munz:

$$K_{Ic} = 0,057 Ha^{1/2} \left(\frac{E}{H}\right)^{2,4} \left(\frac{c}{a}\right)^{-3/2}$$

Gleichung (6) nach Niihara:

$$K_{Ic} = 0,018 Ha^{1/2} \left(\frac{E}{H}\right)^{0,4} \left(\left(\frac{c}{a}\right) - 1\right)^{-1/2}$$

Gleichung (7) nach Evans und Charles:

$$K_{Ic} = 0,16 Ha^{1/2} \left(\frac{c}{a}\right)^{-3/2}$$

Gleichung (8) nach Lawn und Fuller:

$$K_{Ic} = 0,0726 F/c^{3/2}$$

In dieser Arbeit wird zur Berechnung der kritischen Risszähigkeit die Gleichung nach Anstis modifiziert von Munz/Fett (s. Gl. 1) verwendet. Anstatt des Tabellenwertes wird der experimentell ermittelte E-Modul aus den Drei-Punkt-Biegeprüfungen eingesetzt, wodurch ein realistischeres Ergebnis wiedergegeben wird. Außerdem ist sie rissübergreifend und hat sich bereits in vielen Keramik-Studien bewährt [14, 28].

Bereits in den 1950er Jahren entwickelte Sven Robert Palmqvist das Konzept, Risslängen, durch Indentertechnik erzeugter Risse, in spröden Werkstoffen auszumessen. Als anerkannte Prüfmethode zur Bestimmung der Bruchzähigkeit eingeführt, wurde der VIF- (Vickers Indentation Fracture) Test Mitte der 70er Jahre durch Evans und Charles [68, 69].

Bei der Indentermethode mit Vickers-Härteeindrücken entstehen bei Dentalkeramiken unter geringer Krafteinwirkung in der Regel Radialrisse [70], sogenannte Palmqvist-Risse (s. Abb. 3b), die ihren Ursprung an den Ecken des quadratischen Härteeindrucks haben [39, 40, 41, 43]. 1962 wurde dieses Rissmuster erstmalig von Palmqvist beschrieben [69].

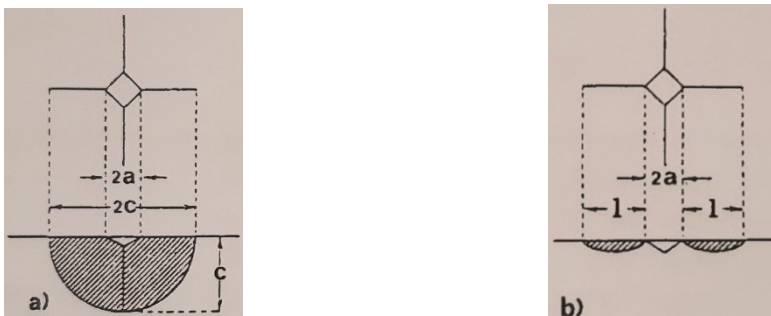


Abb. 3: Vickers-Härteeindruck mit schematischer Darstellung des a) medianen und b) radialen Rissverlaufs (Palmqvist-Riss) [42]

Unter größerer Krafteinwirkung können sich mediane Risse bilden [39], die halbkreisförmig kontinuierlich unterhalb des Härteeindrucks verlaufen (s. Abb. 3a) [42]. Die Art des Risses kann aus dem Verhältnis der Risslänge ($c = 1 + a$) zur halben Eindruckdiagonalen (a) bestimmt werden [68, 70]. In der Literatur lassen sich verschiedene Angaben finden, welches Verhältnis welchem Rissmuster entspricht. Dabei gilt nach Niihara et al. [70] für Palmqvist-Risse das Verhältnis $0,25 \leq l/a \leq 2,5$ sowie $c/a < 3,5$ und für Medianrisse $c/a \geq 2,5$ [28, 70].

Kvam et al. [42] beschreiben das Auftreten von Palmqvist-Rissen bei einem c/a -Verhältnis $< 2,5$ und von Medianrissen bei $c/a > 3,5$. Im Bereich von $2,5 < c/a < 3,5$ kann der Risstyp jedoch nicht eindeutig vorausgesagt werden. Nach Munz und Fett [29] kann bei einem Risslängenverhältnis von $c/a = 3,5$ nicht eindeutig bestimmt werden, welches Rissmuster entsteht.

3. Problem- und Fragestellung

Aus der Literaturübersicht wird deutlich, dass 3Y-TZP auf Grund seiner exzellenten mechanischen Eigenschaften als Substitut für metallgetragene Zahnersatzkonstruktionen ohne Indikationseinschränkungen eingesetzt werden kann. Den Forderungen an eine bessere Ästhetik folgend, wurden 4- und 5-Yttriumoxid-stabilisierte Zirkoniumdioxidkeramiken mit einer höheren Transluzenz, jedoch mit dem Nachteil einer reduzierten Biegefestigkeit im Vergleich zu den opaken 3Y-TZP Keramiken, entwickelt und auf den Markt gebracht.

Dennoch versprechen die Hersteller für die 4Y-TZP und 5Y-TZP Einsatzbereiche für Zahnersatzversorgungen im Molarenbereich und sogar drei-gliedrige Brückenkonstruktionen. Dies führt zu der Fragestellung, ob man mit den neu eingeführten 4Y- und 5Y-TZP-Keramiken metallgetragene Konstruktionen substituieren kann und welche Indikationseinschränkungen es zu berücksichtigen gilt.

Neben der Problematik der reduzierten Festigkeit im Falle der 4Y- und 5Y-TZP Keramik stellt sich zudem die Frage, ob die Farbschichtungen in den Fräsblöcken nicht auch unterschiedliche mechanische Eigenschaften aufweisen, was sich in der Biegefestigkeit und auch kritischen Risszähigkeit zeigen sollte. Hierbei gilt es den kritischen Risszähigkeitswert genauer zu betrachten, da er ein grundlegender Parameter für die Prüfung von Keramiken darstellt, mit dem Hinweis darauf, unter welchen Belastungen sich Risse ausbreiten. Letztlich war er in den alten Normen Indikationskriterium, es galt nämlich: Je höher die kritische Risszähigkeit und die Biegefestigkeit waren, desto uneingeschränkter war folglich die Indikation der Keramik (s. Abb. 4).

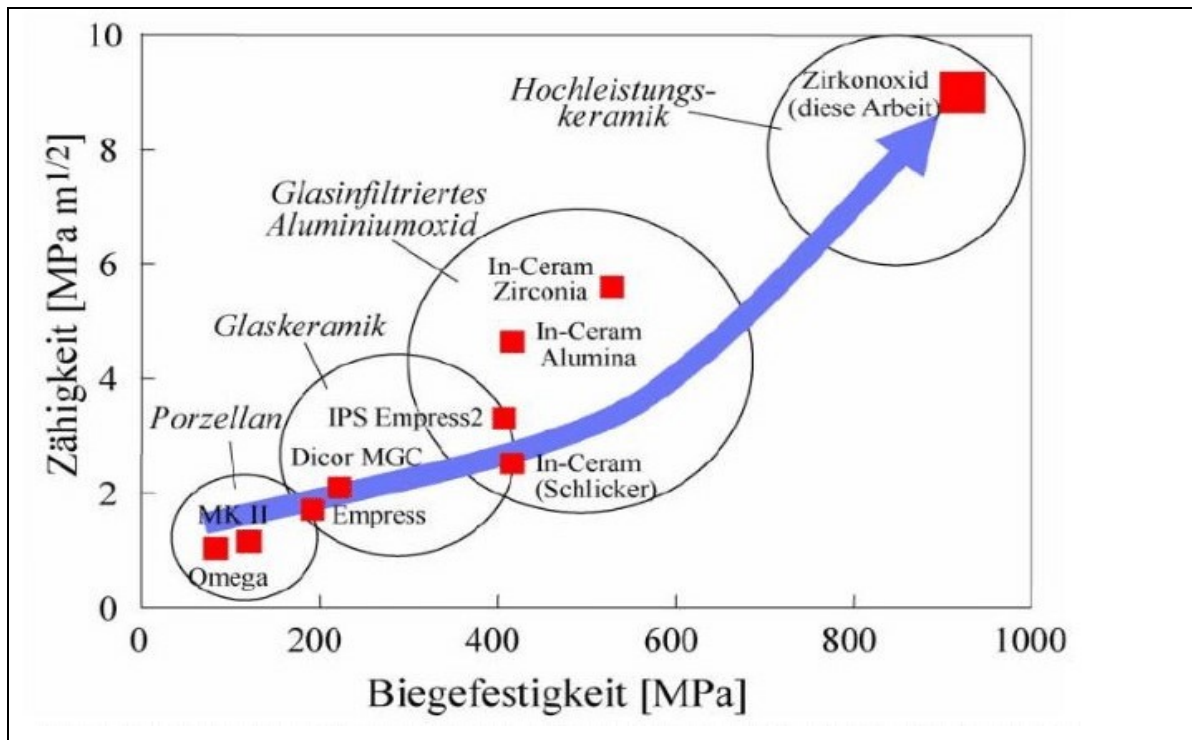


Abb. 4: Werkstoffigenschaften kommerziell verfügbarer Werkstoffsysteme für dentalkeramische Anwendungen. Tetragonal stabilisiertes Zirkoniumdioxid besitzt die höchste Biegefestigkeit und Zähigkeit von allen hier aufgeführten Werkstoffsystemen [35]

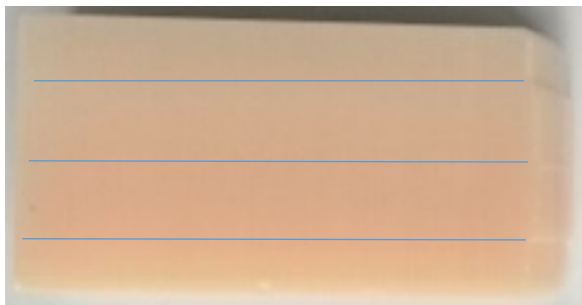
Ziel dieser Arbeit ist die Bestimmung der möglichen Mindestschichtstärken für einen sicheren Einsatz dreier vorgesehener Yttriumoxid-verstärkter Zirkoniumdioxidkeramiken der Marke KATANA™: Multi Layered, Super Translucent Multi Layered und Ultra Translucent Multi Layered. Geprüft werden die Materialien in den jeweiligen Schichten und quer zu den Schichten. Die Ergebnisse werden in Abhängigkeit von der Schichtdicke der Materialien und dem Schichtverlauf gegenübergestellt. Unter Berücksichtigung ihres Yttriumoxid-Gehaltes und der Transluzenz, soll der Indikationsbereich, durch Ermittlung des K_{Ic} -Wertes und der Biegefestigkeit, für die Erzielung einer möglichst substanzschonenden Präparation, beschrieben werden und anschließend durch Prüfungen an entsprechenden Gerüststrukturen und vollanatomischen Kronen bewertet werden.

Anhand von Biegefestigkeits-, K_{Ic} - und Härtemessungen an unterschiedlich dicken und die Orientierung zu den Farbschichten berücksichtigenden Prüfkörpern, soll eine Bewertung im Hinblick auf die mechanischen Eigenschaften getroffen werden, die als Basis für die Beurteilung der Prüfung von Gerüststrukturen und vollanatomischen Kronen mit variierender Wandstärke dienen soll.

4. Material und Methodik

4.1. Materialien

KATANA™ Zirconia ist eine Yttriumoxid-verstärkte Zirkoniumdioxidkeramik. In dieser Arbeit wurden die KATANA™ Keramiken Multi Layered (ML), Super Translucent Multi Layered (STML) und Ultra Translucent Multi Layered (UTML) geprüft. Sie erscheinen in vorgesinterten Ronden und setzen sich aus vier abgestuften Farbschichten zusammen. Einer äußeren Enamel Layer (Schmelzschicht), zwei Transition Layers (Übergangsschicht 1 und 2) und einer inneren Body Layer (Dentinschicht, s. Abb. 5). Die Farbintensität nimmt von der äußeren Schmelzschicht zur inneren Dentinschicht zu, wohingegen die Transluzenz von der äußeren zur inneren Schicht hin abnimmt.



Schmelzschicht	(L1)
Übergangsschicht 1	(L2)
Übergangsschicht 2	(L3)
Dentinschicht	(L4)

Abb. 5: Schichteneinteilung eines gesinterten KATANA™-Blockes (zur besseren Übersicht mit L = Layer, L1 - L4 bezeichnet)

Tab. 3: Übersicht der verschiedenen KATANA™ Keramiken mit Indikations- und Kontraindikationsbereich sowie derer empfohlenen Wandstärken laut Herstellerangaben

KATANA™ Multi Layered	Indikationsbereich	Geforderte Mindest- schichtstärke	Verbinderquer- schnitt	Kontraindikation
	Veneers	0,4 mm		
	Frontzahnkrone	0,4 mm		
	Inlays, Onlays	0,5 mm		
	Seitenzahnkrone	0,5 mm		
	2- bis 3-gliedrige Frontzahnbrücke	0,4 mm	> 7 mm ² , innerhalb einer Brücke max. 2 Brückenglieder, > 12 mm ² , wenn zwei Brückenglieder nebeneinander- liegen, Freiendbrücke	
	Frontzahnbrücken (bis zu 4-gliedrig und mehr)	0,4 mm		
	Seitenzahnbrücken (bis zu 4-gliedrig oder mehr)	0,5 mm		
	Kronen- und Brückengerüste			
KATANA™ Super Translucent Multi Layered	Indikationsbereich	Geforderte Mindest- schichtstärke	Verbinderquer- schnitt	Kontraindikation
	Veneers	0,4 mm		
	Frontzahnkrone	0,8 mm		
	Inlays, Onlays	1,0 mm		
	Seitenzahnkrone	1,0 mm		
	2- bis 3-gliedrige Frontzahnbrücken	0,8 mm	> 12 mm ²	> 3-gliedrige Brücken, Freiendbrücken
	2- bis 3-gliedrige Seitenzahnbrücken	1,0 mm	> 16mm ²	

KATANA™ Ultra Translucent Multi Layered	Indikationsbereich	Geforderte Mindest- schichtstärke	Verbinderquer- schnitt	Kontraindikation
	Veneer	0,4 mm		
	Frontzahnkrone	0,8 mm		
	Inlay, Onlay	1,0 mm		
	Seitenzahnkrone	1,0 mm		
	2- bis 3-gliedrige Frontzahnbrücke	0,8 mm	> 12 mm ²	> 4-gliedrige Brücken, Freiendbrücken,
	2- bis 3-gliedrige Seitenzahnbrücken	1,0 mm	> 16mm ² , nur Prämolaren	Brücke im Molarenbereich

4.2 Chemische Zusammensetzung

Den Angaben des Herstellers zur Folge handelt es sich bei KATANA™ um eine Yttriumoxid-verstärkte Zirkoniumdioxidkeramik. Das Massenverhältnis wird wie in Tabelle 4 ersichtlich zusammengefasst.

Tab. 4: Chemische Zusammensetzung und physikalische Werkstoffdaten der KATANA™ Keramiken laut Herstellerangaben [36]

Zusammensetzung aller Bestandteile in Masseprozent	ML, STML, UTML: ZrO ₂ + Y ₂ O ₃ : > 98,0 (Gew.-%), weitere: ≤ 2,0 (Gew.-%)
Dichte in g/cm ³	ML, STML, UTML: 6,0 g/cm ³
Härte nach Vickers	ML, STML, UTML: 1.280 MPa
Elastizitätsmodul in GPa	ML: 214 STML: 217 UTML: 217
Biegefestigkeit in MPa	ML: 1.125 STML: 748 UTML: 557
Weibull-Modul	k. A.
Wärmeausdehnungskoeffizient WAK [K]	ML: 9,9 (± 0,2)·10 ⁻⁶ /K STML: 9,8 (± 0,2)·10 ⁻⁶ /K UTML: 9,7 (± 0,2)·10 ⁻⁶ /K

4.3 Versuchsaufbau

4.3.1 Herstellung der Keramikprüfkörper

Die Herstellung der Prüfkörper für die Bestimmung der Biegefestigkeit und kritischen Risszähigkeit erfolgt in Anlehnung an die DIN-Norm ISO 6872:2015 [37]. Dazu werden aus vorgesinterten Zirkoniumdioxid-Ronden (Maße: H 18mm x B 98,5mm) der Marke KATANA™ Zirconia Multi Layered (ML), Super Translucent Multi Layered (STML) und Ultra Translucent Multi Layered (UTML) von Kuraray Noritake® die Prüfkörper nach DIN-Norm ISO 6872:2015 gesägt. Abbildung 6 fasst den Herstellungsprozess der Keramikprüfkörper schematisch zusammen.

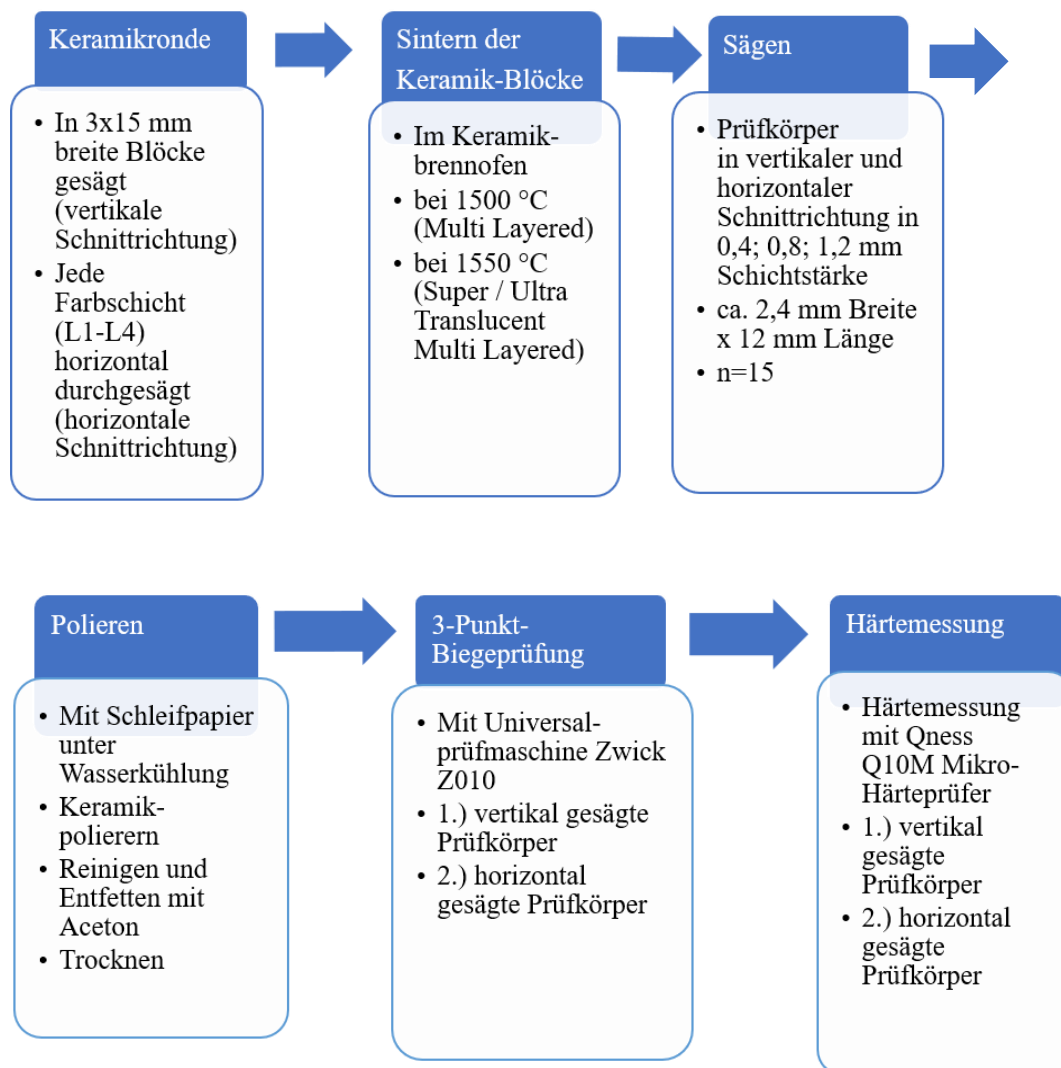


Abb. 6: Herstellungsprozess der Keramikprüfkörper und anschließende Messungen

Für die Untersuchungen wurden Keramikprüfkörper in den Schichtstärken 0,4 mm, 0,8 mm und 1,2 mm zum einen mit vertikalem Schnittverlauf (quer zur Farbschichtung der Keramikronde) und zum anderen mit horizontalem Schnittverlauf (parallel zur Farbschichtung), wie in Abbildung 7 und 8 zu sehen, hergestellt.

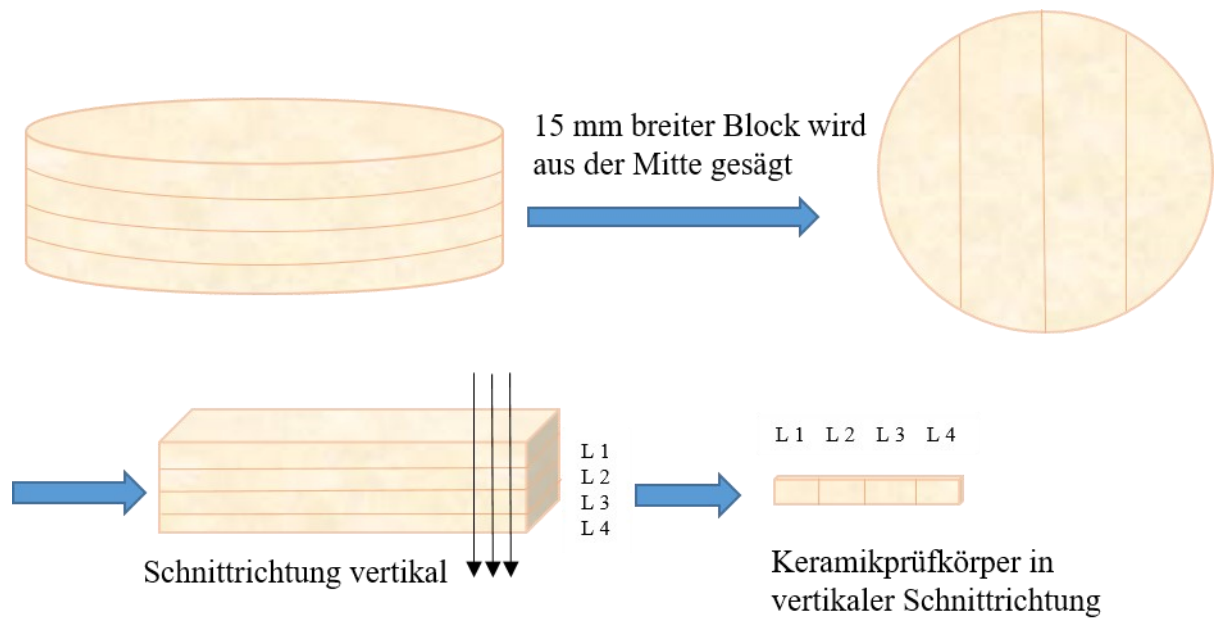


Abb. 7: Herstellung der Keramikprüfkörper in vertikaler Schnittrichtung, quer zur Farbschichtung

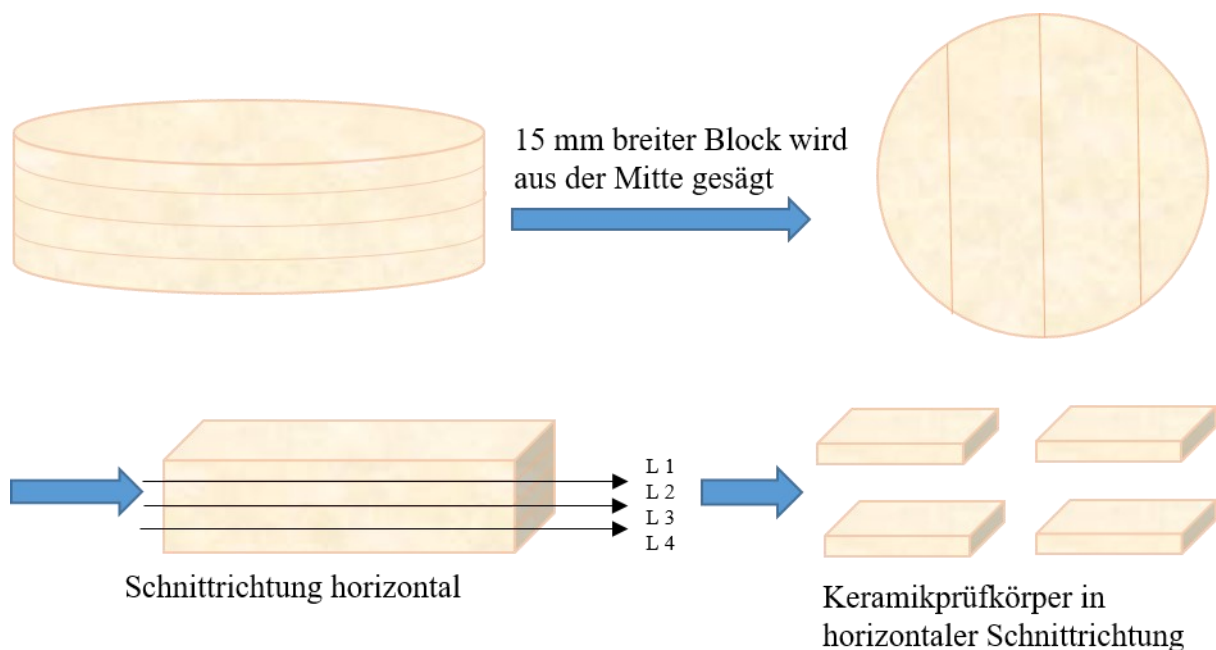


Abb. 8: Herstellung der Keramikprüfkörper in horizontaler Schnittrichtung, parallel zur Farbschichtung

Aus jeder Keramikronde werden aus der Mitte zwei 15 mm breite Keramikbalken mit einer Bandsäge herausgesägt (siehe Abb. 7 und 8) und diese in der Mitte noch einmal halbiert. Die Keramikblöcke werden nach dem Sinterprotokoll des Herstellers im Keramikofen gesintert, wobei der insgesamt 7-stündige Brennvorgang bei den drei verschiedenen Keramiksorten immer der gleiche ist, nur die maximale Sintertemperatur während der zweistündigen Haltezeit variiert zwischen Multi Layered (auf 1500°C erhitzt) und Super Translucent Multi Layered sowie Ultra Translucent Multi Layered (auf 1550°C erhitzt). Das Aufheizen und Abkühlen erfolgten mit einer Geschwindigkeit von 10°C/min.

Aus den fertig gesinterten Keramikblöcken, die den Brennofen (Denta-Star P1 plus, Thermo-Star GmbH, Aachen, Deutschland) mit einer Schrumpfung von ca. 25 Vol.-% verlassen, werden mit einer Diamantsäge (Isomet™, Low Speed Saw und IsoMet® 1000 Precision Saw, BUEHLER, ITW Test & Measurement GmbH, U.S.A., mit Diamantsägeblatt, IsoMet™, 15 LC, 152 x 0,5 mm, Spindelgröße 12,7 mm, BUEHLER, ITW Test & Measurement GmbH, U.S.A.) sowohl quer als auch parallel zum Farbverlauf (s. Abb. 7 und 8), Prüfkörper in den zu prüfenden Schichtstärken von 0,4 mm, 0,8 mm und 1,2 mm (n=45) unter ständiger Wasserkühlung abgesägt. Diese Keramikplättchen werden anschließend mit Siliciumcarbid beschichtetem Schleifpapier (Carbi Met™ P800, P1200, P2500, Microcut® P4000, BUEHLER, ITW Test & Measurement GmbH, U.S.A.) von grob- bis feinkörnig, unter Wasserkühlung, poliert (Poliermaschine LaboPol-25, Struers GmbH, Willich, Deutschland). Dabei ist darauf zu achten, dass die Flächen der Prüfkörper möglichst planparallel sind, damit die Kraft des Härteeindrucks gleichmäßig auf der Prüffläche verteilt wird. Die Flächen der polierten Keramikprüfkörper werden mit Aceton gereinigt, entfettet und im Anschluss werden Vickers-Härtemessungen mit dem Mikro-Härteprüfer (Q10M, Qness GmbH, Golling, Österreich) vorgenommen.

4.3.2 Härteprüfung und Bestimmung der kritischen Risszähigkeit (K_{Ic}) mit Hilfe der Indentermethode

Die Indentertechnik ist eine der anerkannten Techniken zur Bestimmung des K_{Ic} -Wertes von Industriekeramiken. Der Versuchsaufbau sowie die -durchführung ist schnell, einfach und gut reproduzierbar. Es ist ein relativ zerstörungsfreies Testverfahren, das mit wenig Probenmaterial auskommt [67]. Aufgrund der langjährigen Erfahrung im Labor für zahnärztliche Werkstoffkunde und Biomaterialforschung und der damit verbundenen Möglichkeit von Vergleichen mit früheren Testberichten, wird dieses Verfahren im Rahmen dieser Untersuchung genutzt. Die Vickers-

Härteeindrücke wurden mit dem vollautomatischen Mikro-Härteprüfer Q10 M der Firma Qness (Qness GmbH, Golling, Österreich) erzeugt. Der Eindruckstempel, der die Form einer gleichseitigen Pyramide mit einem Winkel von 136° an der Spitze besitzt, wird mit der Prüfkraft F senkrecht in die Oberfläche der Keramikprobe gedrückt (s. Abb. 9).

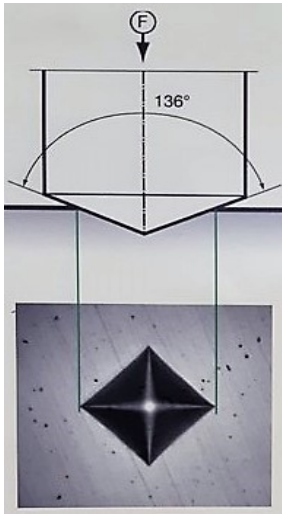



Abb. 9: Vickers-Härteeindruck mit Eindruckswinkel von 136° [38]

Die Darstellung der Härteeindrücke erfolgte bei dem Mikro-Härteprüfer direkt über das eingebaute Mikroskop mit 65-facher bzw. 40-facher Vergrößerung. Mit Hilfe des Bildbearbeitungsprogrammes wurden die Vickers-Härteeindrücke elektronisch gemessen, mussten aber oft händisch nachkorrigiert und neu vermessen werden, falls sich das Messraster der Eindruck-Pyramide nicht im Zentrum des Härteeindrucks befand. Es wurden einmal die Härtewerte für Keramikprüfkörper in den Schichtstärken 0,4 mm, 0,8 mm und 1,2 mm quer zum Farbverlauf und in einer zweiten Versuchsreihe die Härtewerte für Prüfkörper parallel zum Farbverlauf in den einzelnen Farbschichten gemessen (s. Abb. 7 und 8). Die Anzahl der Proben je Prüfung und deren Verteilung über die zu untersuchenden Materialien und deren Farbschichten ist der Tabelle 5 zu entnehmen.

Tab. 5: Übersicht der Härteprüfungen von Prüfkörpern, quer zur Farbschichtung 

Schichtstärke	Katana™ Multi Layered			Katana™ Super Translucent Multi Layered			Katana™ Ultra Translucent Multi Layered		
	0,4 mm	0,8 mm	1,2 mm	0,4 mm	0,8 mm	1,2 mm	0,4 mm	0,8 mm	1,2 mm
Anzahl der Prüfkörper	3	3	3	3	3	3	3	3	3
Anzahl der Versuche	5 x	5 x	5 x	5 x	5 x	5 x	5 x	5 x	5 x
Prüfkraft [N] Haltezeit 10 s	4,95 N	4,95 N	4,95 N	4,95 N	4,95 N	4,95 N	4,95 N	4,95 N	4,95 N
	9,81 N	9,81 N	9,81 N	9,81 N	9,81 N	9,81 N	9,81 N	9,81 N	9,81 N
	19,62 N	19,62 N	19,62 N	19,62 N	19,62 N	19,62 N	19,62 N	19,62 N	19,62 N
	24,5 N	24,5 N	24,5 N	24,5 N	24,5 N	24,5 N	24,5 N	24,5 N	24,5 N
	29,43 N	29,43 N	29,43 N	29,43 N	29,43 N	29,43 N	29,43 N	29,43 N	29,43 N
	49,5 N	49,5 N	49,5 N	49,5 N	49,5 N	49,5 N	49,5 N	49,5 N	49,5 N

Für die Härtemessungen der Keramikproben parallel zur Farbschichtung haben die Bruchstücke der Prüfkörper aus der Drei-Punkt-Biegeprüfung Verwendung gefunden. Es wurde mit Härtewerten von 3 kp respektive 29,43 N (HV 3) und 5 kp respektive 49,5 N (HV 5) geprüft, da es bei diesen Werten während der ersten Versuchsreihe in jedem Fall zu Rissbildungen kam (s. Tab. 6).

Tab. 6: Übersicht der Härteprüfungen von Prüfkörpern mit horizontaler Schnittrichtung, parallel zur Farbschichtung



Katana™ Multi Layer				Katana™ Super Translucent Multi Layer			Katana™ Ultra Translucent Multi Layer		
Schichtstärke	0,4 mm	0,8 mm	1,2 mm	0,4 mm	0,8 mm	1,2 mm	0,4 mm	0,8 mm	1,2 mm
Anzahl der Prüfkörper	3	3	3	3	3	3	3	3	3
Anzahl der Versuche	6 x	6 x	6x	6 x	6 x	6 x	6 x	6 x	6 x
Prüfkraft [N] Haltezeit 10 s	29,43 N	29,43 N	29,43 N	29,43 N	29,43 N	29,43 N	29,43 N	29,43 N	29,43 N
	49,5 N	49,5 N	49,5 N	49,5 N	49,5 N	49,5 N	49,5 N	49,5 N	49,5 N

Bei dem Eindringen des Diamanten in die Keramik entstanden, ab einer bestimmten Belastung Radialrisse, auch als Palmqvist-Risse bezeichnet, und Medianrisse (s. Abb. 3 a und b). Der Mikro-Härteprüfer wechselte nach dem Setzen des Härteeindrucks in den Aufnahme-Modus und schwenkte ein Objektiv mit 40- oder 65-facher Vergrößerung ein. Mit der integrierten 18 Megapixel Kamera, wurde direkt nach der Messung ein Bild vom Härteeindruck gespeichert. Mit Hilfe der Software Qpix T2 Version 1.1.4.1 wurden die Eindruckdiagonalen (d) sowie die Risslängen (c_1) digital vermessen (s. Abb. 10). Aus der Prüfkraft (F) und den Längen der Eindruckdiagonalen (d) wurde die Härte (HV) in kg/mm^2 bestimmt und durch Multiplikation mit dem Faktor 9,81 in N/mm^2 umgerechnet. Aus den Messergebnissen wurde das Verhältnis der halben Eindruckdiagonale (a) und der Risslänge (c_2) bestimmt sowie der aus der Biegeprüfung resultierende Elastizitätsmodul herangezogen, um die kritische Risszähigkeit anhand der Formel nach Anstis modifiziert von Munz/Fett (s. Gl. 1) zu berechnen. Als Vergleichsreihen wurden zum einen die längste Risslänge (c_{\max}) und zum anderen der Tabellenwert für den Elastizitätsmodul von Zirkoniumdioxid von 210 GPa [66] in die Anstis-Gleichung eingetragen.

Gleichungen für das Errechnen der kritischen Risszähigkeit beim Auftreten von Palmqvist-Rissen (Radialrisse):

Gleichung (9)
$$HV = \frac{0,1891 \cdot F}{d^2} \cdot 9,81 \rightarrow \text{N/mm}^2$$

0,1891 = HV-Konstante

F = Prüfkraft

d^2 = Oberfläche des Härteeindrucks

Gleichung (10)
$$d = \frac{d_1 + d_2}{2}$$
 Mittlere Eindruckdiagonale des Härteeindrucks

Gleichung (1) **Anstis modifiziert von Munz/Fett:**

$$K_{Ic} = 0,032 \cdot HV \cdot a^{1/2} \cdot \left(\frac{E}{HV}\right)^{1/2} \left(\frac{c}{a}\right)^{-3/2}$$

HV = Vickershärte [N/mm²]

E = E-Modul aus Biegeversuch [MPa]

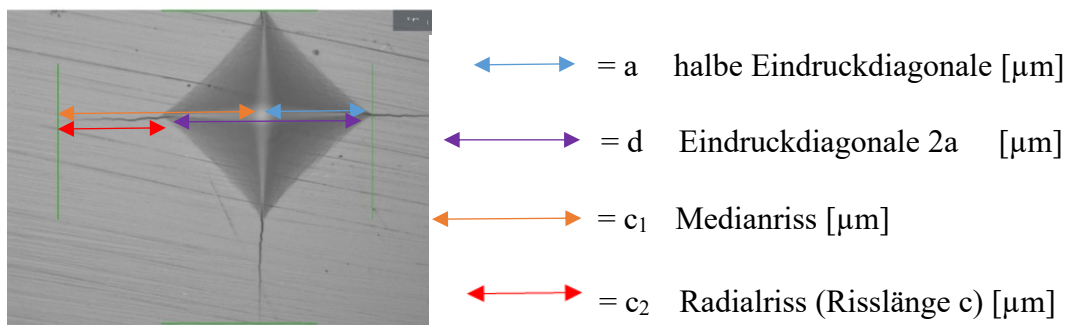


Abb. 10: Vermessung der Risslängen bei Vickers-Härteeindruck von 5 kp

4.4 Drei-Punkt-Biegeversuch zur Bestimmung der Biegefestigkeit

Für den Drei-Punkt-Biegeversuch wurde die Universalprüfmaschine Zwick Z010 (Zwick Roell, Ulm, Deutschland) eingesetzt. Sie ist eine statische Material-Prüfmaschine, die speziell für Zug-, Druck- und Biegeversuche konzipiert wurde und sich daher ideal für komplexe Aufgaben im Bereich der Werkstoff- und Bauteileprüfung eignet [46]. Zur Bestimmung der Biegefestigkeit wurden 15 bis 20 Keramikprüfkörper mit den Maßen: 12 mm x 2,4 mm x 0,4 mm, 12 mm x 2,4 mm x 0,8 mm und 12 mm x 2,4 mm x 1,2 mm (s. Abb. 11 und 12) in vertikaler (quer zur Farbschichtung) sowie in horizontaler Schnittrichtung (parallel zur Farbschichtung) hergestellt und mit der Universalprüfmaschine getestet.

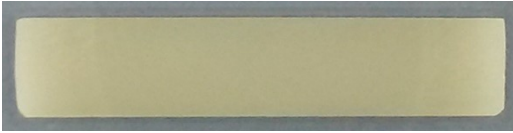


Abb. 11: Keramikprobe für die Drei-Punkt-Biegeprüfung (12 mm [L] x 2,4 mm [B] x 1,2 mm [H]), Digitalaufnahme, Aufsicht

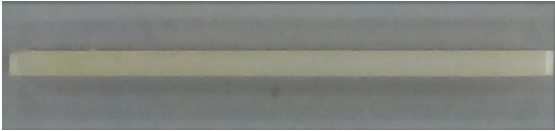


Abb. 12: Keramikprobe für die Drei-Punkt-Biegeprüfung, Digitalaufnahme, Seitenansicht

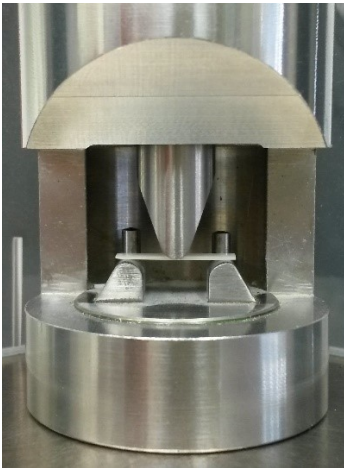


Abb. 13: Keramikprobe während der Drei-Punkt-Biegeprüfung, Versuchsaufbau

Zur Ermittlung der Biegefestigkeit der KATANA™ Keramiken wurde der Drei-Punkt-Biegeversuch angewandt. Vor dem Prüfversuch ist es wichtig, die Maße der zurechtgesägten und polierten Keramikprüfkörper mit einer Mikrometerschraube exakt zu vermessen und sie in das Computerprogramm der Zwick, (Zwick/Roell, testXpert® II Version 3.2, Zwick GmbH & Co. KG) einzutragen. Im Anschluss wurde der Prüfkörper mit der polierten Seite nach oben mittig auf die Stützbalken gelegt, die eine Stützweite von 10 mm hatten (s. Abb. 13). Es folgte die Drei-Punkt-Biegeprüfung mit der Zwick Z010 unter den in Tabelle 7 genannten Prüfparametern.

Tab. 7: Technische Einstellungen und Prüfparameter der Zwick-Maschine für die Drei-Punkt-Biegeprüfung

Messdose	2,5 kN
Stützweite	10 mm
Anzahl der Prüfkörper	n > 15
Werkzeugabstand bei Startposition	5 mm
Geschwindigkeit Startposition	200 mm / min
Vorkraft	1 N
Geschwindigkeit Vorkraft	10 mm / min
Vorkraft Haltezeitmodus	keine Haltezeit
Zeit bis Vorkraft	60 sec
Prüfgeschwindigkeit	lagegeregelt 1 mm /min
Prozent Kraftabfall für Geschwindigkeitsumschaltung	50 % F_{max}
Geschwindigkeit E-Modul	lagegeregelt 1 mm /min
Verzögerung bei Geschwindigkeitsumschaltung	1
Prüfphase	E-Modulermittlung
Kraftabschaltsschwelle	80 % F_{max}
Maximale Verformung	10 %
Art der E-Modulermittlung	Regression
Beginn der E-Modulermittlung	Verformung 0,02 %
Ende der E-Modulermittlung	Verformung 0,03 %

Es wurde die maximal aufgebrachte Kraft (F_{max}) bis zum Bruch in Newton (N) sowie der E-Modul in Megapascal (MPa) gemessen. Aus den gemessenen Werten ließ sich mit Hilfe der Gleichung (11) für den Drei-Punkt-Biegeversuch die Biegefestigkeit σ_b in MPa berechnen. Die Ergebnisse wurden gemittelt, deren Standardabweichungen errechnet und der Weibull-Modul graphisch bestimmt. Es wurden Tabellen angefertigt und Graphen erstellt zur Gegenüberstellung der Messergebnisse der verschiedenen Keramiken und deren Schichtstärken.

Gleichung (11) zur Errechnung der Biegefestigkeit σ :

$$\sigma_b = \frac{M_b}{W} \quad (\text{Biegemoment} / \text{Widerstandsmoment})$$

$$M_b = \frac{F \cdot l}{2} \quad (\text{Biegemoment})$$

$$W = \frac{b \cdot h^2}{6} \quad (\text{Widerstandsmoment})$$

$$\sigma_b = \frac{3 \cdot l \cdot F}{2 \cdot b \cdot h^2} \quad \sigma = \text{Biegefestigkeit} \quad [\text{N/mm}^2 = \text{MPa}]$$

$$l = \text{Stützabstand} \quad [\text{mm}]$$

$$F = \text{Bruchlast} \quad [\text{N}]$$

$$b = \text{Breite} \quad [\text{mm}]$$

$$h = \text{Höhe} \quad [\text{mm}]$$

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad \varepsilon = \text{Durchbiegung}$$

$$E = \text{Elastizitätsmodul} \quad [\text{MPa}]$$

4.5 Die Weibullanalyse

Die Weibullanalyse ließ sich mit den Ergebnissen aus den Biegefestigkeitsprüfungen erstellen. Eine Messreihe enthielt 20 Biegefestigkeitswerte ($n=20$), die für die Weibullverteilung aufsteigend angeordnet und von 1 bis n nummeriert wurden. Die Versagenswahrscheinlichkeit P_i wurde für die jeweilige Biegefestigkeit anhand der Gleichung (12) errechnet.

Gleichung (12) zur Errechnung der Versagenswahrscheinlichkeit für die jeweilige Biegefestigkeit:

$$P_i = \frac{i-0,5}{n}$$

$$P_i = \text{Versagenswahrscheinlichkeit}$$

$$i = \text{Prüfkörpernummer}$$

$$n = \text{Prüfkörperanzahl}$$

Um den Weibull-Modul zu ermitteln, wurde $\ln \ln 1 / (1-P)$ gegen $\ln \sigma_b$ im Weibulldiagramm aufgetragen. Aus der dabei resultierenden Geraden ließ sich, durch Berechnung der Steigung, der Weibull-Modul bestimmen. Des Weiteren wurde die Weibullfestigkeit σ_m abgeleitet, die

entsprechend der Gleichung (12) bei $\ln \ln 1 / (1-P) = 0$ vorliegt und angibt, wann 63,2 % aller Proben gebrochen sind.

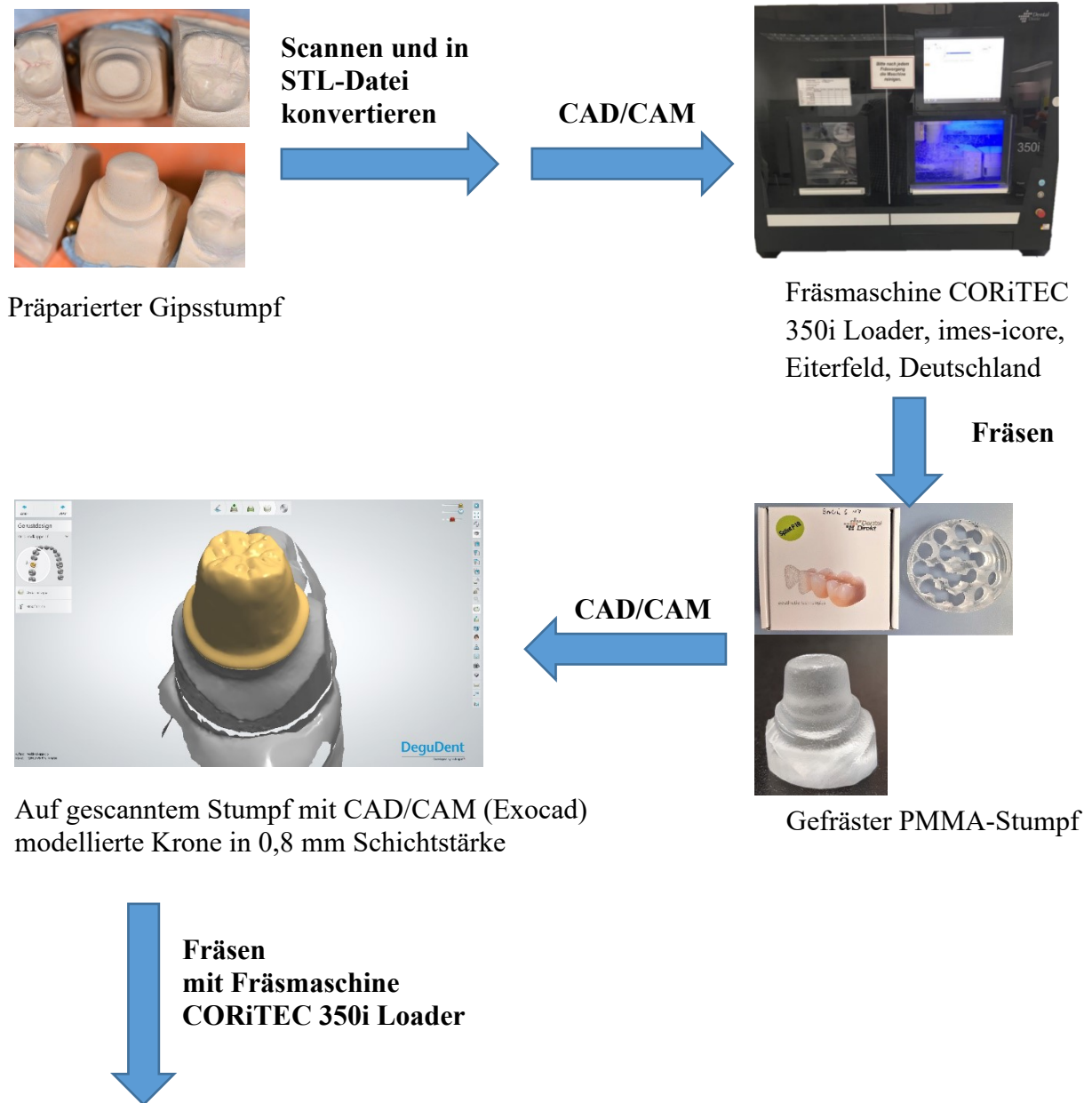
4.6 Herstellung der KATANA™ Gerüste und vollanatomischen Kronen für den Druckversuch

In Anlehnung an die Drei-Punkt-Biegeprüfung der verschiedenen Keramikprüfkörper in unterschiedlichen Schichtstärken, sollten, für den engeren Praxisbezug, auch vollanatomische Einzelkronen und Einzelkronengerüste im Druckversuch geprüft werden.

Als Stumpfvorlage diente eine STL-Datei eines ersten rechten Oberkiefer Molaren aus einer bereits veröffentlichten Masterarbeit von Christin Finger [52]. Ein Gipsstumpf des Zahnes 16 wurde mit einer zirkulären Hohlkehle mit gerundeter Innenkante und einem Konvergenzwinkel von 6° (Empfehlungen für Vollkeramikronen aus Zirkoniumdioxid [22]) präpariert. Im Rahmen dieser Masterarbeit wurde der präparierte Gipsstumpf mit einem intraoralen Scanner erfasst und die Scandaten in eine STL-Datei konvertiert (s. Abb. 14).

Für die Herstellung der Probestümpfe sowie der KATANA™ Kronen und Gerüste diente diese STL-Datei. Die Scandaten wurden an das Dental-Labor Werth & Priester (Werth & Priester Kassel GmbH & Co. KG) verschickt, dort in die Fräseinheit eingelesen und aus Polymethylmethacrylat-Ronden (PMMA) Probestümpfe hergestellt. Auf dem gescannten Zahnstumpf wurden im Zahntechniklabor mit einem CAD/CAM Programm (Exocad Dental CAD Software, Darmstadt, Deutschland) die Kronen und Gerüste in den vorgegebenen Schichtstärken modelliert. Dabei galt es besonders darauf zu achten, dass die Wandstärken (okklusal, approximal, bukkal, palatinal) exakt eingehalten wurden ($\pm 0,09$ mm). Bei der Schichtstärke der Höcker galt für 0,4 mm ungefähr das Verhältnis 1:3, für 0,8 mm 1:2 und für 1,2 mm 1:1,5 damit die Kronen annähernd einer natürlichen Zahnkrone ähnlich waren. Die Kronenform war dadurch schmaler als die eines natürlichen ersten Oberkiefermolaren, aber das Kronen-Höcker-Verhältnis sollte realistisch und vergleichbar mit den anatomischen Relationen sein. Die STL-Datei wurde anschließend mit dem CAD/CAM Programm Exocad (Dental CAD Software, Darmstadt, Deutschland) am Computer der Fräseinheit geöffnet, die Kronen und Gerüste oben in der KATANA™ Ronde platziert und je Schichtstärke (0,4 mm, 0,8 mm, 1,2 mm) fünf Kronen und in der Schichtstärke 0,4 mm je 15 Gerüste gefräst (Fräsmaschine CORiTEC 350i Loader, Firma imes-icore GmbH, Eiterfeld, Deutschland). Eine Übersicht der Anzahl und Schichtstärken der Kronen und Gerüste zeigt die Tabelle 8.

Nach Beendigung des Fräsvorganges wurden die Frässtutzen an den Bukkalflächen entfernt und poliert und die Kronen und Gerüste nach dem vorgenannten Sinterprotokoll gebrannt (Sinterofen DD Argus Fire, Dental Direkt GmbH, Spenge, Deutschland). Auf einen abschließenden Glanzbrand wurde hier verzichtet. Der labortechnische Ablauf zur Herstellung der Kronen und Gerüste bis zum Druckversuch wird in Abbildung 14 bildlich dargestellt.





Fräsmaschine CORiTEC 350i Loader, imes-icore, Eiterfeld, Deutschland

**Sintern der
gefrästen Keramik-
gerüste und -kronen**

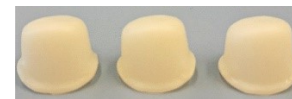
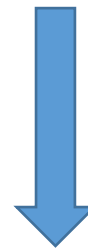
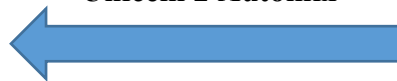


Keramiksinterofen DD Argus Fire, Dental Direkt GmbH, Spenge, Deutschland

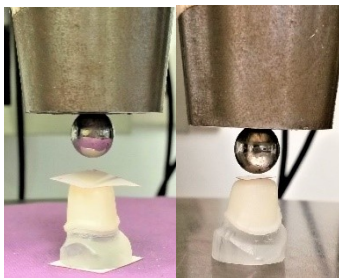


Aufnahmen mit Digitalmikroskop Keyence VHX-5000

**Entfetten und Reinigen
mit Ethanol, Trocknen,
Zementieren der
Keramikkronen /-
gerüste mit RelyX™
Unicem 2 Automix**



Gesinterte Keramikgerüste und -kronen



Druckversuche der Kronen und Gerüste mit aufgelegter Druckmessfolie in der Universalprüfmaschine Zwick Z010



Auswertung der Ergebnisse

Abb. 14: Herstellung der KATANA™ Gerüste und vollanatomischen Kronen

Tab. 8: Anzahl und Schichtstärken der KATANA™ vollanatomischen Kronen und Gerüste

	KATANA™ ML			KATANA™ STML			KATANA™ UTML		
Schichtstärke	0,4 mm	0,8 mm	1,2 mm	0,4 mm	0,8 mm	1,2 mm	0,4 mm	0,8 mm	1,2 mm
Anzahl der Kronen	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Anzahl der Gerüste	15			15			15		

Tab. 9: Exakte Schichtstärkenangaben der CAD/CAM-gefertigten KATANA™ vollanatomischen Kronen

	KATANA™ ML, STML, UTML 0,4 mm	KATANA™ ML, STML, UTML 0,8 mm	KATANA™ ML, STML, UTML 1,2 mm
Fläche	Schichtstärke	Schichtstärke	Schichtstärke
bukkal	0,435 mm	0,826 mm	1,291 mm
palatinal	0,423 mm	0,844 mm	1,189 mm
mesial	0,420 mm	0,830 mm	1,182 mm
distal	0,406 mm	0,826 mm	1,138 mm
Fissur	0,400 mm	0,866 mm	1,238 mm
Höcker	1,209 mm	1,608 mm	2,058 mm

4.7 Erstellen der CAD/CAM-gefertigten Modellstümpfe

Die PMMA-Stümpfe (s. Abb. 15 a-d) wurden oben in der Ronde platziert und gefräst (Fräsmaschine CORiTEC 350i Loader, Firma imes-icore GmbH, Eiterfeld, Deutschland). Aus diesem Grund hatten die Sockel der Stümpfe keine gerade Oberfläche. Die Stümpfe wurden aus dem Fräsblock herausgetrennt, die Frässtutzen verschliffen, und die Sockelbasis vor der Zementierung mit Siliciumcarbid beschichtetem Schleifpapier mittlerer Körnung (Carbi Met™ P1200, Buehler, U.S.A.) unter Wasserkühlung plan geschliffen. Im Anschluss wurden die Stümpfe sowie die Innenflächen der Kronen und Gerüste mit Alkohol gereinigt, entfettet und getrocknet.

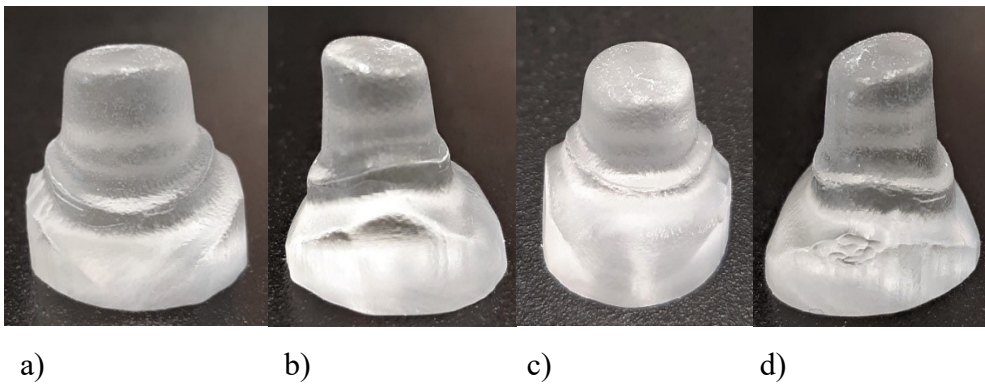


Abb. 15 (a-d): Digitale Aufnahmen des CAD/CAM-gefertigten PMMA-Stumpfes von a) bukkal, b) distal, c) palatinal, d) mesial

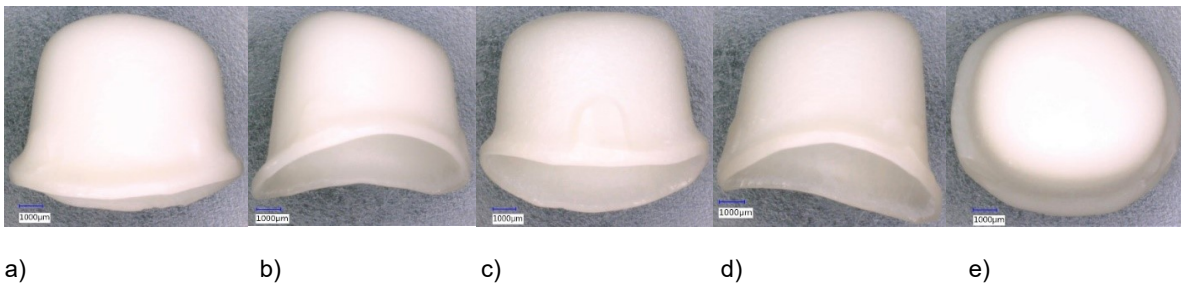
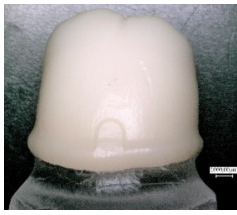
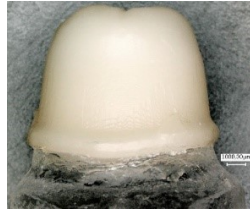


Abb. 16 (a-e): Digitalmikroskopische Aufnahmen (Digitalmikroskop Keyence VHX-5000 Mikroskop, Fa. Keyence, Neu-Isenburg, Deutschland, 20-fache Vergrößerung) des CAD/CAM-gefertigten KATANA™ Multi Layered Gerüsts in 0,4 mm Schichtstärke von a) bukkal, b) distal, c) palatinal, d) mesial und e) okklusal

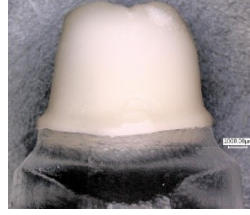
1,2 mm



0,8 mm



0,4 mm



1a) 1,2 mm bukkal



2a) 0,8 mm bukkal



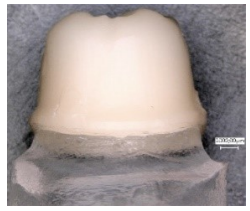
3a) 0,4 mm bukkal



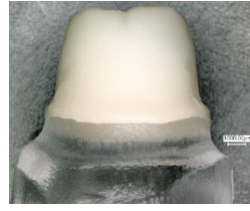
1b) 1,2 mm distal



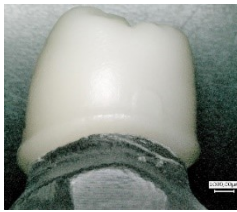
2b) 0,8 mm distal



3b) 0,4 mm distal



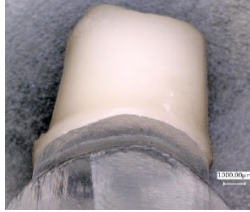
1c) 1,2 mm palatinal



2c) 0,8 mm palatinal



3c) 0,4 mm palatinal



1d) 1,2 mm mesial



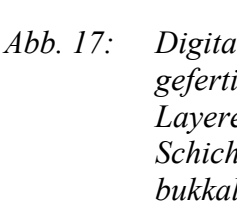
2d) 0,8 mm mesial



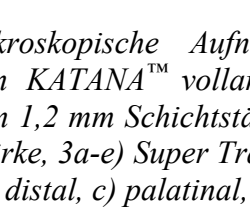
3d) 0,4 mm mesial



1e) 1,2 mm okklusal



2e) 0,8 mm okklusal



3e) 0,4 mm okklusal

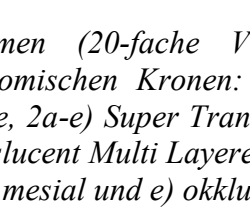


Abb. 17: Digitalmikroskopische Aufnahmen (20-fache Vergrößerung) der CAD/CAM-gefertigten KATANA™ vollanatomischen Kronen: 1a-e) Ultra Translucent Multi Layered in 1,2 mm Schichtstärke, 2a-e) Super Translucent Multi Layered in 0,8 mm Schichtstärke, 3a-e) Super Translucent Multi Layered in 0,4 mm Schichtstärke von a) bukkal, b) distal, c) palatinal, d) mesial und e) okklusal

4.8 Zementierung der KATANA™ vollanatomischen Kronen und Gerüste

Je Zementiervorgang wurden drei PMMA-Stümpfe und drei Kronen bzw. Gerüste mit Alkohol entfettet und getrocknet. Für die Zementierung wurden die drei Stümpfe bzw. Kronen auf einem gleichseitigen Dreieck ($a = 7,5 \text{ cm}$) platziert (s. Abb. 18). Dies sollte gewährleisten, dass jede Krone bzw. jedes Gerüst den gleichen Druck während der Zementierung erhielt.

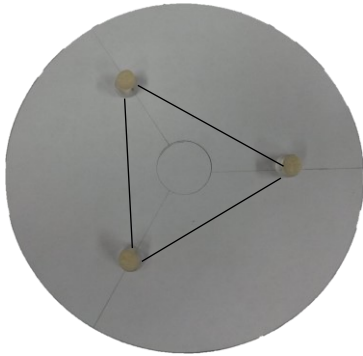


Abb. 18: Platzierung der zu zementierenden Kronen und Gerüste auf einem gleichseitigen Dreieck ($a = 7,5 \text{ cm}$)

Die Kronen und Gerüste wurden mit einem dualhärtenden, selbstadhäsiven Komposit-Befestigungszement, RelyX™ Unicem 2 Automix, (3M Espe Deutschland GmbH, Neuss, Deutschland) nach Herstellerangaben auf den PMMA-Stümpfen zementiert. Dafür wurde der Zement mit der Automix-Kartusche in das Kronenlumen appliziert, die Kronen bzw. Gerüste händisch auf den Stumpf gedrückt, in einem gleichseitigen Dreieck ($a = 7,5 \text{ cm}$, für eine gleichmäßige Kraftverteilung) platziert und mit einer Druckplatte von insgesamt 5 kg während der achtminütigen Aushärtung beschwert. Die Kronen und Gerüste wurden zwei Minuten von jeder Seite mit einer UV-Polymerisationslampe (CELALUX 2, VOCO GmbH, Cuxhaven, Deutschland) ausgehärtet und anschließend noch sechs weitere Minuten belassen, um auch die Autopolymerisationszeit des Zementes abzuwarten (entsprechend der Studie von Palacios et al. in der die doppelte Abbindezeit für RelyX™ Unicem 2 bei der Zementierung eingehalten wurde, um die Polymerisation bei Raumtemperatur zu erlauben [73]). Die gesamte Aushärtung erfolgte unter der 5 kg Platte, wobei eine Kraft von 16,35 N auf jede Krone oder jedes Gerüst wirkte.

4.9 Druckfestigkeitsprüfung der KATANA™ Gerüste

4.9.1 Versuchsaufbau der Druckfestigkeitsprüfung

Die Druckfestigkeitsprüfung wurde mit der Zwick Z010 (Zwick GmbH & Co. KG), einer Universalprüfmaschine für standardisierte Prüfungen im Zug- und Druckbetrieb mit einer 2,5 kN Messdose durchgeführt. Auf den Versuchstisch der Zwick-Maschine wurde eine FUJIFILM-Prescale™ Druckfolie (FUJIFILM Prescale™ Medium Mono Sheet Type MS 270 mm x 12 m, FUJIFILM Corporation, Japan) gelegt, auf die ein PMMA-Stumpf platziert wurde. Die erste Messung bestand darin, den Stumpf, ohne zementierte Krone, auf seine Eigenelastizität und sein E-Modul zu testen. Dabei wurde der Stumpf, auf der Druckfolie stehend, mit Druck, der über eine Platte übertragen wurde, belastet und zeigte eine Eigenelastizität sowie ein E-Modul von 3 GPa. Der PMMA-Stumpf zeichnete ein Druckmuster auf der Folie ab. Dieser Folienabdruck verblieb auf dem Messtisch und diente der exakten Positionierung der folgenden Probestümpfe, die genau wie der erste Stumpf platziert wurden. Der nach der Messung deformierte Stumpf wurde für weitere Versuche nicht mehr verwendet. Im Anschluss folgten die Druckversuche der KATANA™ ML, STML und UTML Gerüste in der Schichtstärke 0,4 mm. Eine Messreihe umfasste 15 Gerüste (n = 15) (s. Tab. 8). Vorab wurde die Gesamtfläche des Gerüsts mithilfe des digitalen Mikroskops (VHX-5000, KEYENCE Deutschland GmbH) fotografiert und mit der Funktion „Flächenmessung, Ebenenmessung“ die Flächensumme ausgerechnet. Dieser Wert (für alle Gerüste gleich) wurde anschließend in das Computerprogramm der Zwick (Zwick/Roell, testXpert® II Version 3.2, Zwick GmbH & Co. KG) in das Fenster „Probenfläche“ eingetragen und alle Prüfparameter im Programmsystem festgelegt (s. Tab. 10).

4.9.2 Versuchsdurchführung der Druckfestigkeitsprüfung

Die Druckfestigkeitsprüfung der KATANA™ Gerüste wurde mit einer 8 mm großen Stahlkugel durchgeführt, da vorige Druckversuche mit unterschiedlichen Kugeldurchmessern auf FUJIFILM-Prescale™ Druckfolie auf einem gefrästen Keramikgerüst gezeigt haben, dass diese ungefähr einer mittleren Flächensumme ($3816438 \mu\text{m}^2 = 3,82 \text{ mm}^2$) eines ersten Molaren entsprach [52]. Aus der Division der ermittelten Kraft in Newton als Ergebnis der Druckprüfung und der gemessenen Flächensumme aus μm^2 umgerechnet in mm^2 , kann für jedes Gerüst und jede Krone ein exakter Biegefestigkeitswert σ in MPa anhand der Formel: $\sigma [\text{MPa}] = \frac{F}{A} = \frac{N}{\text{mm}^2}$ (Gleichung 13) errechnet werden. Die 8 mm Stahlkugel war an einem magnetischen Halter befestigt. Während des

Prüfvorganges wurde aus Sicherheitsgründen ein Kunststoffbecher um das Prüfobjekt platziert, damit abplatzende Keramikbruchstücke nicht durch den Raum flogen, sondern beisammgehalten wurden. Die Prüfgeschwindigkeit betrug 1 mm / min. Der nächste PMMA-Stumpf, mit zementiertem Gerüst, wurde auf die FUJIFILM-PreScale™ Druckfolie gestellt, auf genau der gleichen Position wie der Stumpf zuvor, der auf der Folie sein Eindruckmuster hinterlassen hat. Dies gewährleistete eine gleiche Positionierung und Druckausrichtung der Gerüste. Auf das Gerüst wurde ebenfalls ein zurechtgeschnittenes Stück FUJIFILM-PreScale™ Druckfolie gelegt (zwischen Gerüst und Kugel), um nach der Messung, anhand der sich auf der Folie abzeichnenden Fläche des Druckmusters, die Druckkraft zu berechnen. Diese wird mithilfe des digitalen Mikroskops (VHX-5000, KEYENCE DEUTSCHLAND GmbH) bei 30-facher Vergrößerung aufgenommen und über die Einstellung „Flächenmessung“ aus der Flächensumme (μm^2) des Eindruckes, der bei dem Bruch des Gerüsts entsteht, in der FUJIFILM-PreScale™ Druckfolie bestimmt und anschließend in mm^2 umgerechnet (s. Abb. 20). Es wurde für jede Probe ein Kraft-Weg-Diagramm mit der Software testXpert® II Version 3.2 (Zwick/Roell, Zwick GmbH & Co. KG) erstellt, in dem die maximale Kraft F_{\max} (N), die zum Bruch des Gerüsts führt, registriert wurde. Der Quotient aus dieser gemessenen maximalen Kraft (N) und der Flächensumme (mm^2) auf der FUJIFILM-PreScale™ Druckfolie bildet den Druckfestigkeitswert (MPa) einer Probe (s. Gl. 13).

Gleichung zur Berechnung der Druckfestigkeit der Gerüste und Kronen:

$$(13) \quad \text{Druckfestigkeit } \sigma \text{ [MPa]} = \frac{F_{\max}}{A} = \frac{N}{\text{mm}^2}$$

Alle Ergebnisse wurden in einer Tabelle zusammengefasst und anschließend die ermittelten Druckfestigkeitswerte (σ) für jede Probenserie aufsteigend sortiert und ihnen ihre Versagenswahrscheinlichkeit ($P_i = i-0,5/n$), siehe Gleichung 12, zugeordnet.

Aus den oben errechneten Werten wurde für jede Probenserie ein Weibulldiagramm erstellt, in dem $\ln \ln 1 - P_i$ auf der y-Achse zum dazugehörigen logarithmischen Festigkeitswert $\ln \sigma$ auf der x-Achse aufgetragen wurde. Dabei entspricht der Wert für $y = 0$ der entstehenden Ausgleichsgerade dem logarithmischen Wert der charakteristischen Weibullfestigkeit σ_0 . Abschließend wurde anhand des Graphen noch die prozentuale Versagenswahrscheinlichkeit zum korrespondierenden Festigkeitswert errechnet, aus dem sich der Wert der Ausfallwahrscheinlichkeit von 63,2 % (σ_0) ablesen lässt (s. 4.5 Weibullanalyse).

Tab. 10: Technische Einstellungen und Prüfparameter der Zwick Universal-Prüfmaschine für die Druckfestigkeitsprüfung der Gerüste

Messdose	2,5 kN (Gerüste); 5,0 kN (Kronen)
Durchmesser der Stahlkugel	8 mm
Anzahl der Prüfkörper	n > 15
Werkzeugabstand bei Startposition	5 mm
Geschwindigkeit Startposition	200 mm / min
Vorkraft	1 N
Geschwindigkeit Vorkraft	10 mm / min
Vorkraft Haltezeitmodus	keine Haltezeit
Zeit bis Vorkraft	60 sec
Prüfgeschwindigkeit	lagegeregelt 1 mm /min
Prozent Kraftabfall für Geschwindigkeitsumschaltung	50 % F_{max}
Geschwindigkeit E-Modul	lagegeregelt 1 mm /min
Verzögerung bei Geschwindigkeitsumschaltung	1
Prüfphase	E-Modulermittlung
Kraftabschaltsschwelle	80 % F_{max}
Maximale Verformung	10 %
Art der E-Modulermittlung	Regression
Beginn der E-Modulermittlung	Verformung 0,02 %
Ende der E-Modulermittlung	Verformung 0,03 %

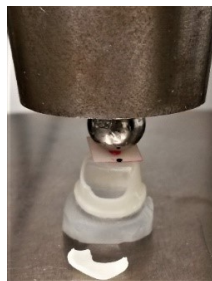
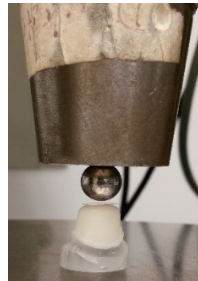


Abb. 19: Versuchsaufbau Druckfestigkeitsprüfung: PMMA-Stumpf mit Platte, KATANA™ STML Gerüst 0,4 mm (Probe 8) mit 8,0 mm Kugel vor und nach der Bruchfestigkeitsprüfung (v.li.n.re.), digitale Fotos

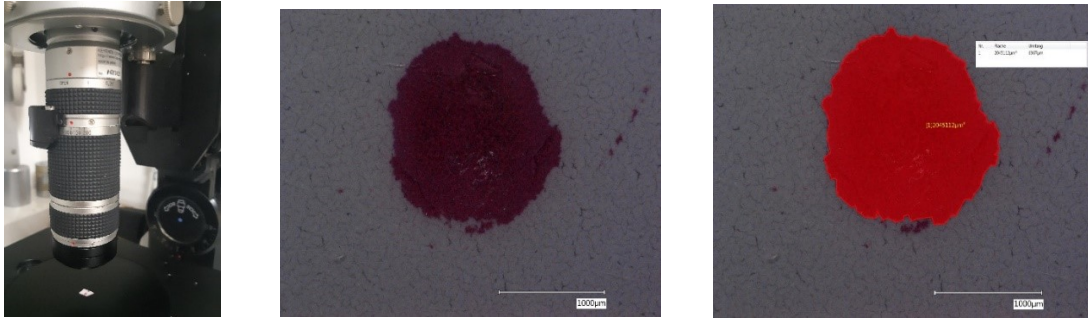


Abb. 20: FUJIFILM-Prescale™ Druckfolie unter dem Keyence zur Messung der Druckfläche, digitalmikroskopische Aufnahme mit 100-facher Vergrößerung und nach computer-technisch ausgemessener Druckfläche mit 100-facher Vergrößerung (v.li.n.re.)

4.10 Druckfestigkeitsprüfung der KATANA™ vollanatomischen Kronen

4.10.1 Versuchsaufbau der Druckfestigkeitsprüfung

Der Versuchsaufbau zur Druckfestigkeitsprüfung der Kronen gestaltete sich analog zu dem, der Gerüste (s. Abb. 19) mit der Universal-Prüfmaschine Zwick Z010 (Zwick GmbH & Co. KG). Allerdings wurde anstatt der 2,5 kN Messdose, die 5 kN Messdose erforderlich und dementsprechend ausgetauscht. Je Probenserie wurden fünf Kronen der drei verschiedenen KATANA™ Keramiken ML, STML und UTML in den Schichtstärken 0,4 mm, 0,8 mm und 1,2 mm geprüft (s. Abb. 17 sowie Tab. 8 und 10).

4.10.2 Versuchsdurchführung der Druckfestigkeitsprüfung

Bei der Versuchsdurchführung wurde wie bei der Druckfestigkeitsprüfung der Gerüste vorgegangen. Die 8,0 mm Kugel wurde während der Druckprüfung mittig auf die zentrale Fissur der Krone ausgerichtet, um eine möglichst zentrale Druckausrichtung zu erwirken und alle Höcker gleichmäßig zu belasten. Vor dem Start einer Messung, wurde über das Computer-Programm testXpert® II Version 3.2 (Zwick/Roell, Zwick GmbH & Co. KG), das die Universal-Prüfmaschine Zwick Z010 (Zwick GmbH & Co. KG) steuert, die Anfangskraft auf null eingestellt. Es wurden Spannungsdehnungsdiagramme der Bruchlastwerte aufgezeichnet. Eine Messung wurde automatisch beendet, sobald die Probe unter der Drucklast versagte. Der Abbruch der Messung, legte automatisch den Bruchpunkt fest. Kam es im Verlauf der Messung zum Knackgeräusch, Spannungsriss oder zur Fraktur, wurde die Messung manuell beendet und der Bruchpunkt händisch bestimmt.

4.11 Zementspaltnessung

Stellvertretend für die zementierten KATANA™ Gerüste und Kronen wurde eine UTML-Krone mit 1,2 mm Schichtstärke, mit RelyX™ Unicem 2 Automix (3M Espe Deutschland GmbH, Neuss, Deutschland) zementiert auf einem PMMA-Stumpf, in kaltpolymerisiertem transparentem Kunststoff (Technovit® 4004, Kulzer GmbH, Hanau, Deutschland) eingebettet. Im Anschluss wurde die eingebettete Krone mit der Diamantsäge (IsoMet® 1000 Precision Saw, BUEHLER, ITW Test & Measurement GmbH, U.S.A.) und dem Diamantsägeblatt (IsoMet™, 15 LC, 152 x 0,5 mm, Spindelgröße 12,7 mm, BUEHLER, ITW Test & Measurement GmbH, U.S.A.) in bukkopalatinaler Richtung halbiert. Die gesägten Flächen wurden mit Schleifpapier (Carbi Met™ P1200, P2500, Microcut® P4000, Buehler, U.S.A.) geglättet und poliert und anschließend unter das digitale Mikroskop (VHX-5000, KEYENCE DEUTSCHLAND GmbH) gelegt. Mithilfe der KEYENCE-Software konnten unter 30-facher Vergrößerung die Zementspaltbreiten mit der Funktion „Ebenenmessung, Abstand“ ausgemessen werden (s. Abb. 21).

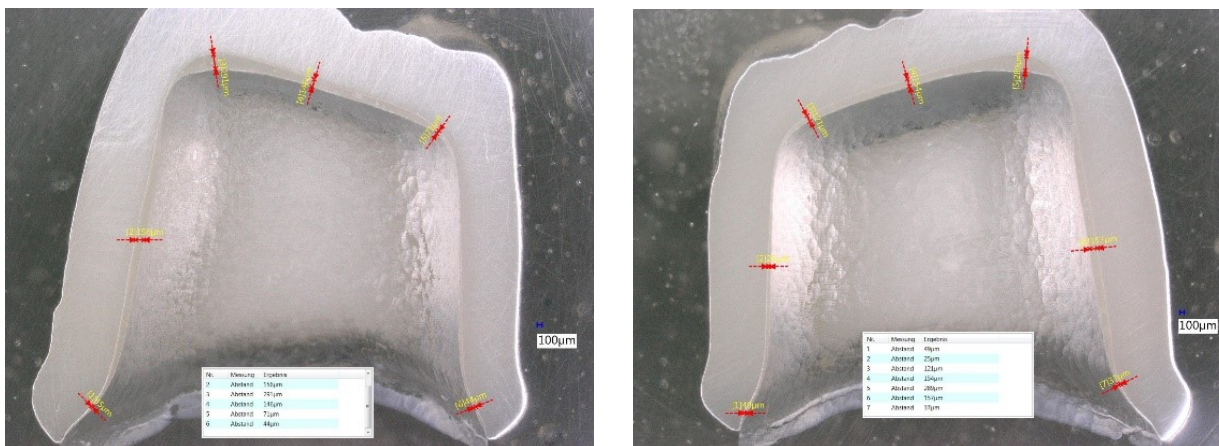


Abb. 21: Messung der Zementspaltbreite am Beispiel einer in bukkopalatinaler Richtung halbierten 1,2 mm dicken Ultra Translucent Multi Layer KATANA™ Krone, die mit RelyX™ Unicem auf einem PMMA-Stumpf zementiert ist, mit eingestellter Zementspaltbreite von 50 µm. Digitalmikroskopische Aufnahme (VHX-5000 KEYENCE Deutschland GmbH) bei 30-facher Vergrößerung.

4.12 Statistische Auswertung - Die Varianzanalyse

Die statistische Auswertung erfolgte mit Origin® (Origin® Pro 2020b Software GmbH, Erkrath, Deutschland) und berechnete die signifikanten Unterschiede der Mittelweltergebnisse aller Prüfgruppen in einer ANOVA One-Way Varianzanalyse, wobei das Signifikanzniveau (p) bei <

0,05 lag. Getestet wurde dabei nach Bonferroni und Scheffe. Beide sind einstufige Mehrfachvergleichsverfahren sowie statistische Tests, die die Mittel erkennen, die sich deutlich voneinander unterscheiden. Dabei wurden:

- 1.) die jeweiligen Schichtstärken der vertikal (quer zu den Farbschichten) gesägten Prüfkörper der drei verschiedenen Keramikarten Multi Layered, Super Translucent und Ultra Translucent Multi Layered miteinander verglichen,
- 2.) die verschiedenen Schichten L1 – L4 einer Schichtstärke der horizontal (parallel zu den Farbschichten) gesägten Prüfkörper zum einen innerhalb der eigenen Reihe und zum anderen mit der gleichen Schichtstärke der zwei anderen Keramikarten verglichen,
- 3.) die vertikal gesägten Prüfkörper der Schichtstärke 0,4 mm mit den Gerüsten und Kronen in 0,4 mm Schichtstärke verglichen,
- 4.) die kritischen Risszähigkeiten der Keramiken in den jeweiligen Schichtstärken miteinander verglichen.

Die Berechnung der mathematischen Ergebnisse und die graphische Darstellung in verschiedenen Diagrammen wurde mit Excel[®] (Microsoft[®] Office 2016, Redmond, Washington, USA) und Origin[®] (Origin[®] Pro 2020b Software GmbH, Erkrath, Deutschland) erstellt. Zur Darstellung der unterschiedlichen Signifikanzniveaus (p), wurden die Ergebnisse in den Diagrammen mit Sternen markiert:

- $p > 0,05$ nicht signifikant
- $p < 0,05$ * signifikant
- $p < 0,01$ ** sehr signifikant
- $p < 0,001$ *** hoch signifikant

Beim Niveau 0,05 unterscheiden sich die Mittelwerte der Grundgesamtheiten nicht signifikant. Sigma gleich 1 weist darauf hin, dass die Differenz der Mittelwerte auf 0,05-Niveau signifikant ist. Sigma gleich 0 weist darauf hin, dass die Differenz der Mittelwerte auf 0,05-Niveau nicht signifikant ist. Die Normalverteilung wurde nach Kolmogorov-Smirnov getestet und ergab, dass alle normal verteilt sind.

5. Ergebnisse

Die Darstellung der Ergebnisse erfolgt zunächst für die 3Y-TZP Keramik (ML), gefolgt von der 4Y-TZP-Keramik (STML) und schließlich für die 5Y-TZP Keramik (UTML) in folgender Reihenfolge:

- Biegefestigkeit σ_b [MPa]
- E-Modul [GPa]
- Weibull-Modul m
- Weibullfestigkeit σ_m [MPa]
- Härte HV [MPa]
- Eindruckdiagonale $2a$ [μm]
- Risslänge c [μm]
- Rissbewertung: Verhältnis c/a
- Kritische Risszähigkeit K_{Ic} [$\text{MPa m}^{1/2}$]

Dazu werden die Ergebnisse aus den Biegefestigkeitsmessungen, die aus den Kraft-Wegkurven entnommenen E-Moduli, die Weibull-Moduli und die Weibullfestigkeiten sowie die Härteprüfungen und daraus berechneten K_{Ic} -Werte unter Berücksichtigung des Farbverlaufes in den Proben (quer und parallel zur Farbschichtung) für die drei verschiedenen Keramiken zusammengefasst vorgestellt und bewertet. Daran schließt sich die Präsentation der Untersuchungen zum Festigkeitsverhalten der Gerüste und vollanatomischen Kronen an.

5.1 3Y-TZP - KATANA™ Multi Layered (ML) Prüfkörper in 0,4, 0,8 und 1,2 mm Schichtstärke

5.1.1 Ergebnisdarstellung: Biegefestigkeit [σ_b], E-Modul [E], Weibull-Modul [m] und Weibullfestigkeit [σ_m]

Die höchste mittlere Biegefestigkeit und Weibullfestigkeit zeigten die 1,2 mm Prüfkörper Layer 4 mit $887,64 \pm 118,95$ MPa bzw. 938,73 MPa (Weibullfestigkeit). Den größten Weibull-Modul von 13,56 und damit die geringste Streuung der Ergebnisse hatten die 0,8 mm Prüfkörper quer zur Farbschichtung gesägt (s. auch Abb. 23). Der größte Elastizitätsmodul (110,8 GPa) war bei den 0,4 mm quer gesägten Prüfkörpern zu finden, der kleinste von 54,0 GPa bei den 1,2 mm Layer 1 Prüfkörpern (s. Tab. 11).

Tab. 11: Ergebnisse der mittleren Biegefestigkeit (σ_b) und ihrer Standardabweichung, des Weibull-Moduls (m), der Weibullfestigkeit (σ_m) sowie des E-Moduls (E) der KATANA™ Multi Layered Prüfkörper

Schicht- stärke	quer				parallel						
	$\sigma_b \pm \text{StAbw}$ [MPa]	m	σ_m [MPa]	E [GPa]	$\sigma_b \pm \text{StAbw}$ [MPa]	m	σ_m [MPa]	E [GPa]			
0,4	751,29±103,31	8,49	796,29	110,8	L1	5,27	708,76	83,0			
					652,85±143,76						
					L2				7,53	813,95	86,4
					764,15±119,97						
					L3	9,35	813,52	87,5			
					798,30 ± 71,13						
					L4	8,48	806,14	92,6			
					761,38±107,06						
0,8	761,13 ± 67,35	13,56	790,38	86,7	L1	9,18	727,39	78,3			
					689,27 ± 80,83						
					L2				12,29	746,47	78,4
					716,71 ± 69,62						
					L3	8,67	764,95	81,7			
					723,55±100,23						
					L4	6,52	809,97	76,4			
					754,83±133,22						
1,2	754,78 ± 77,22	11,45	788,41	78,9	L1	9,36	705,52	54,0			
					669,54 ± 86,11						
					L2				6,42	907,26	62,2
					843,94±151,12						
					L3	6,42	907,26	67,3			
					794,72 ± 93,37						
					L4	8,70	938,73	62,8			
					887,64±118,95						

5.1.2 Statistische Auswertung der Biegefestigkeiten für die ML Keramik

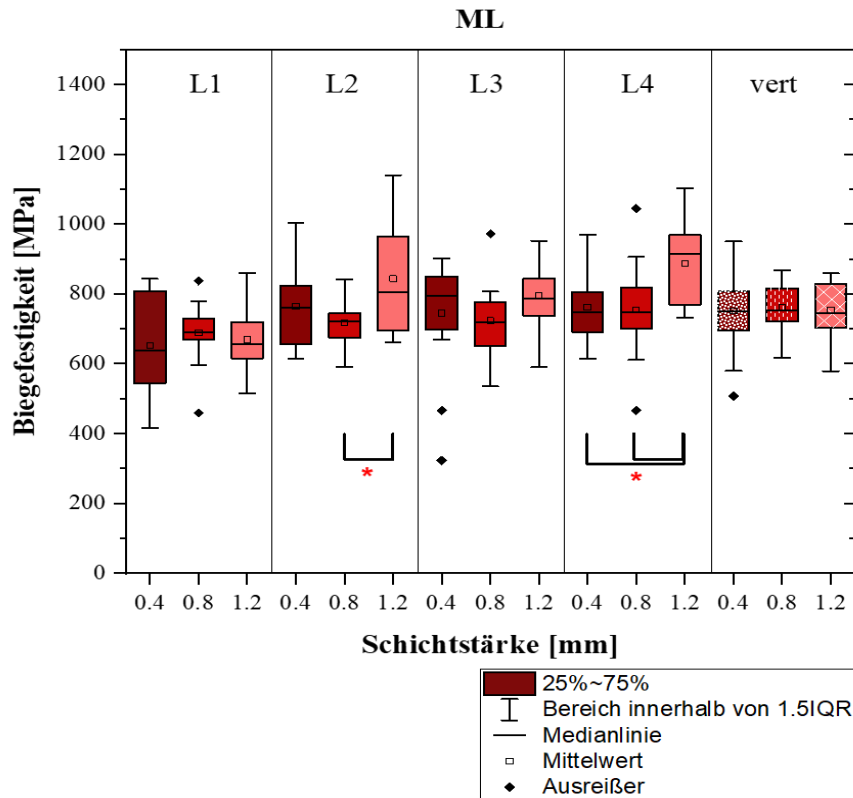


Abb. 22: Statistische Auswertung der Biegefestigkeiten der Multi Layered Prüfkörper in Abhängigkeit zur Schichtstärke im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)

Im Boxplot-Diagramm in der Abbildung 22 ist die Biegefestigkeit der Multi Layered Keramik in Abhängigkeit zur Schichtstärke der Keramikproben graphisch dargestellt. Es zeigt, dass alle mittleren Biegefestigkeiten sehr ähnlich sind. Signifikante Unterschiede ($p < 0,05$) gibt es zwischen den 0,8 und 1,2 mm dicken Prüfkörpern der Layer 2 sowie zwischen den 0,4 und 1,2 mm als auch zwischen den 0,8 und 1,2 mm dicken Prüfkörpern der Layer 4.

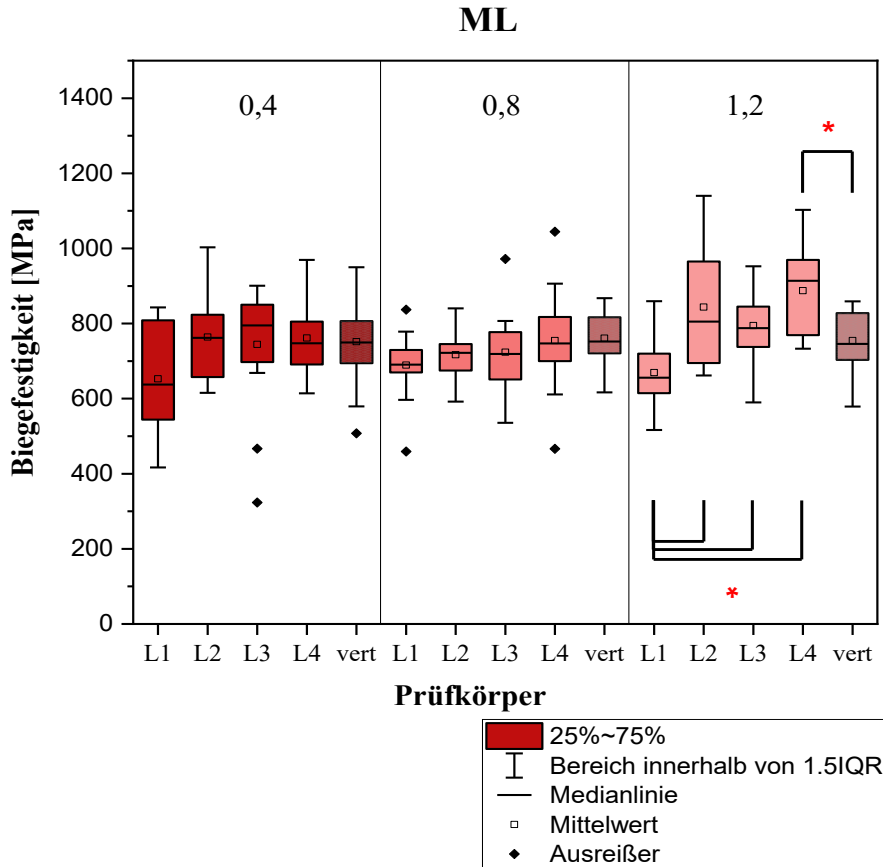


Abb. 23: Statistische Auswertung der Biegefestigkeiten der Multi Layered Keramik in Abhängigkeit zur gesägten Farbschichtung (quer / parallel) im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)

Im Boxplot-Diagramm der Abbildung 23 ist die Biegefestigkeit der Multi Layered Keramik in Abhängigkeit zur Farbschichtung (quer und parallel zu den Farbschichten / Layers gesägt) graphisch dargestellt. Es zeigt, dass die Biegefestigkeiten der 0,4 mm und 0,8 mm Keramikproben unabhängig von der Prüfrichtung waren ($p > 0,05 =$ nicht signifikant). Die 1,2 mm Prüfkörper zeigten signifikante Unterschiede ($p < 0,05$) zwischen den quer gesägten und den Layer 4 Prüfkörpern sowie zwischen den Layer 1 und den L2, L3 und L4 Prüfkörpern. Die 1,2 mm Layer 1 Keramikproben erwiesen sich somit als signifikant niedriger als die übrigen 1,2 mm Proben.

5.1.3 Ergebnisse der Weibullanalyse der KATANA™ Multi Layered (ML) Keramik

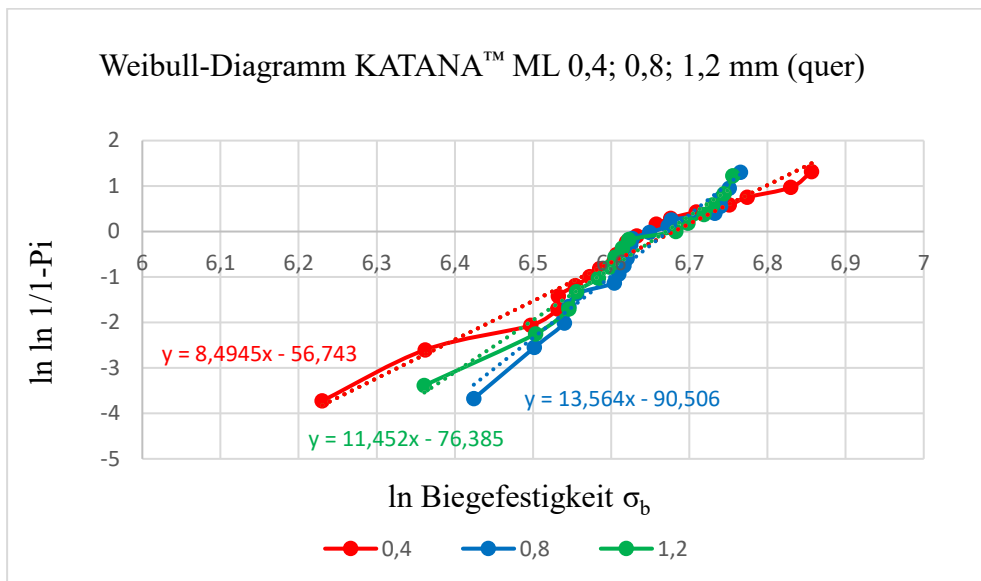


Abb. 24: Weibull-Diagramm der KATANA™ Multi Layered Prüfkörper, quer zu den Farbschichten gesägt

Das Diagramm in der Abbildung 24 zeigt, dass die Weibullverteilung der drei verschiedenen Schichtstärken der quer gesägten Multi Layered Keramik sehr eng beieinander liegen. Das kleinste Weibull-Modul von 8,5 zeigten die 0,4 mm dünnen Prüfkörper, die somit die größte Streuung der Messergebnisse zeigten. Bei 796,29 MPa (Weibullfestigkeit) sind 63,2 % aller Prüfkörper in 0,4 mm Schichtstärke frakturiert, bei den 0,8 mm dicken Prüfkörpern geschah dies bei 790,38 MPa und die 1,2 mm dicken Prüfkörper bei 788,41 MPa (s. auch Tab. 11).

Die Abbildung 25 zeigt die Weibullverteilungen der parallel zu den Farbschichten gesägten Multi Layered Prüfkörper. Die Weibull-Moduli sowie die Weibullfestigkeiten sind der Tabelle 11 zu entnehmen.

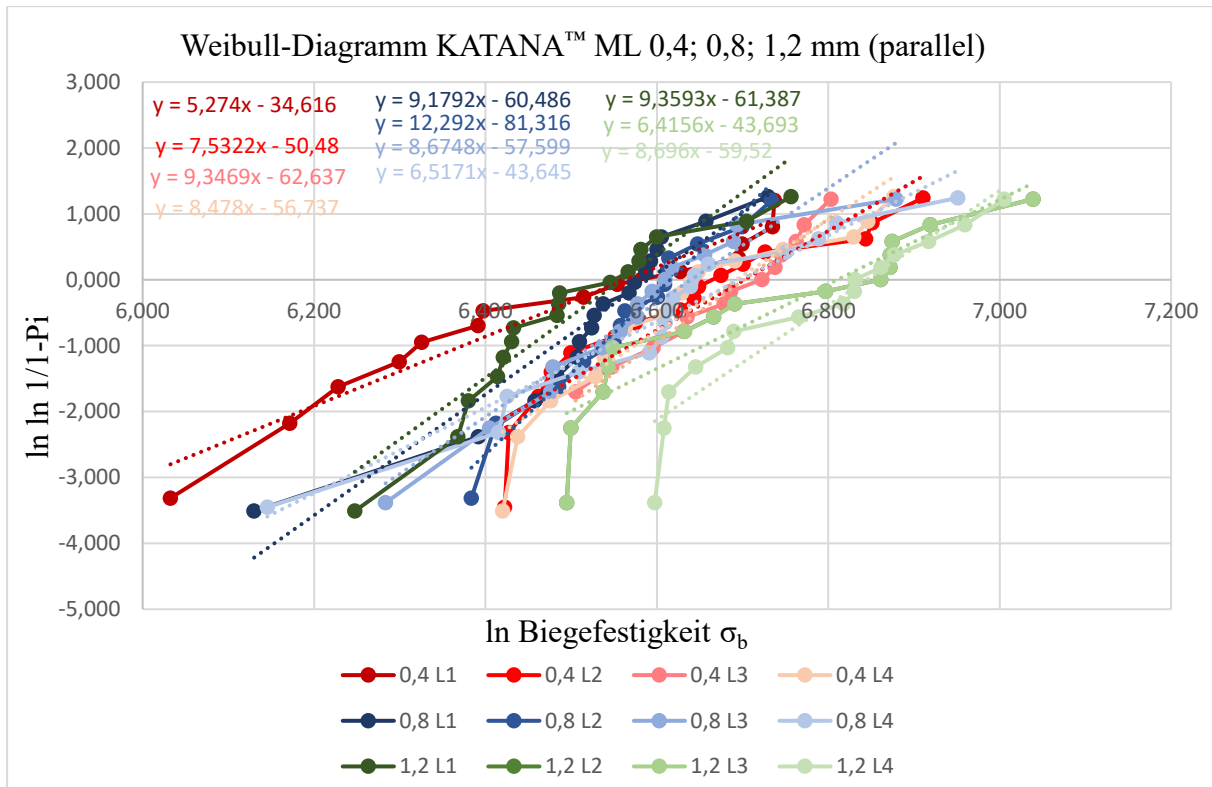


Abb. 25: Weibull-Diagramm der KATANA™ Multi Layered Prüfkörper, parallel zu den Farbschichten gesägt

5.1.4 Ergebnisse der Vickers-Härteprüfung für die Multi Layered Prüfkörper

Die Tabelle 12 zeigt die Mittelwerte der kritischen Risszähigkeiten der KATANA™ Multi Layered Prüfkörper, die aus der Härteprüfung mit der Indentermethode und dem E-Modul aus der Drei-Punkt-Biegeprüfung mit der Gleichung nach Anstis modifiziert von Munz/Fett errechnet wurden. Es wurden die Härteeindrücke mit 29,43 N und 49,05 N ausgewertet, da bei diesen Krafteinwirkungen in jedem Fall vier Risse an den Ecken der Härteeindrücke aufgetreten sind. Der höchste mittlere Härtewert ($14381,46 \pm 380,26 \text{ N/mm}^2$) zeigte sich bei den 0,8 mm Prüfkörpern (quer gesägt) und der kleinste ($13287,65 \pm 264,23 \text{ N/mm}^2$) bei den 1,2 mm L2 Prüfkörpern (parallel gesägt). Den maximalen Mittelwert der kritischen Risszähigkeit erreichten die quer gesägten 0,4 mm dünnen Prüfkörper mit $6,44 \text{ MPa m}^{1/2}$ bei einer Krafteinwirkung von 49,05 N. Den kleinsten Mittelwert von $3,25 \text{ MPa m}^{1/2}$ zeigten die 1,2 mm Layer 2 Prüfkörper bei einer Eindruckkraft von 29,43 N. Die längsten Risse im Mittel mit $122 \mu\text{m}$ wurden bei den 0,4 mm Layer 1 Prüfkörpern bei einer Prüfkraft von 49,05 N gemessen und der längste Riss mit $134 \mu\text{m}$ trat bei den 0,8 mm Layer 3 Prüfkörpern bei einer Eindruckkraft von 49,05 N auf.

Tab. 12: Mittelweltergebnisse der kritischen Risszähigkeit der Multi Layered Keramik

ML	Prüf- kraft [N]	Härtewert HV [N/mm²] MW ± StAbw	Mittlere Eindruck- diagonale 2a MW [μm]	Riss- länge c MW [μm]	Riss- länge c max. [μm]	Rissbe- wertung Verhältnis c/a	Kritische Risszähig- keit K_{Ic} [MPa m^{1/2}]
quer	29,43	13663,37 ± 153,14	64	72	75	2,25	5,96
	0,4 mm 49,05	13675,14 ± 263,23	82	103	127	2,52	6,44
0,8 mm	29,43	14381,46 ± 380,26	62	73	80	2,37	4,81
	49,05	13855,64 ± 105,11	81	97	101	2,40	6,04
1,2 mm	29,43	13640,81 ± 161,89	63	76	78	2,42	4,35
	49,05	13408,31 ± 136,18	82	106	108	2,57	5,16
parallel 0,4 mm L1	29,43	13704,57 ± 176,47	63	86	92	2,75	3,72
	49,05	13536,17 ± 92,32	81	122	125	2,99	4,20
0,4 mm L2	29,43	13714,38 ± 146,17	63	82	92	2,60	4,13
	49,05	13395,56 ± 189,69	82	118	123	2,88	4,55
0,4 mm L3	29,43	13846,82 ± 215,62	62	84	89	2,70	3,92
	49,05	13608,11 ± 149,60	82	119	125	2,92	4,51
0,4 mm L4	29,43	13866,44 ± 266,05	63	82	86	2,64	4,19
	49,05	13694,76 ± 310,28	81	120	125	2,95	4,58
0,8 mm L1	29,43	13872,98 ± 214,16	63	89	90	2,84	3,45
	49,05	13485,48 ± 177,85	82	121	125	2,96	4,17
0,8 mm L2	29,43	13709,48 ± 160,69	63	83	92	2,66	3,78
	49,05	13505,10 ± 168,74	82	116	122	2,85	4,43
0,8 mm L3	29,43	13905,68 ± 106,16	62	84	94	2,69	3,80
	49,05	13604,84 ± 219,75	81	117	134	2,87	4,46
0,8 mm L4	29,43	13753,62 ± 283,17	64	80	86	2,53	4,09
	49,05	13529,63 ± 244,06	81	118	125	2,92	4,19
1,2 mm L1	29,43	13773,24 ± 262,64	63	80	86	2,53	3,41
	49,05	13580,31 ± 116,18	82	113	127	2,76	3,85
1,2 mm L2	29,43	13472,40 ± 230,96	63	87	92	2,73	3,25
	49,05	13287,65 ± 264,23	83	120	129	2,90	3,83
1,2 mm L3	29,43	13683,30 ± 91,48	63	81	87	2,57	3,71
	49,05	13531,26 ± 186,20	82	115	123	2,81	4,20
1,2 mm L4	29,43	13766,70 ± 183,39	63	82	87	2,64	3,44
	49,05	13501,83 ± 203,30	82	116	123	2,82	4,02

Die Tabelle 13 zeigt als Vergleich die Ergebnisse der kritischen Risszähigkeit, die mit dem Tabellenwert 210 GPa [66] als festgelegten E-Modul für Zirkoniumdioxid mit der Gleichung von Anstis modifiziert nach Munz/Fett (s. Gl. 1) errechnet wurden.

Tab. 13: Gegenüberstellung der mittleren K_{Ic} -Werte der ML Keramik zum einen errechnet auf Grundlage der gemessenen E-Moduli aus der Drei-Punkt-Biegeprüfung und zum anderen aus dem festgelegten Tabellenwert (E-Modul von Zirkoniumdioxid: 210 GPa [66])

ML		Schicht	Prüf- kraft [N]	Kritische Risszähigkeit K_{Ic} [MPa m ^{1/2}] E-Modul	Kritische Risszähigkeit K_{Ic} [MPa m ^{1/2}] E-Modul (210 GPa)
0,4 mm	quer		29,43 / 49,05	5,96 / 6,44	8,07 / 8,72
0,8 mm	quer		29,43 / 49,05	4,81 / 6,04	7,49 / 9,40
1,2 mm	quer		29,43 / 49,05	4,35 / 5,14	7,16 / 8,45
0,4 mm	parallel	L1	29,43 / 49,05	3,72 / 4,20	5,92 / 6,68
		L2	29,43 / 49,05	4,13 / 4,55	6,44 / 7,09
		L3	29,43 / 49,05	3,92 / 4,51	6,08 / 6,98
		L4	29,43 / 49,05	4,19 / 4,58	6,31 / 6,90
0,8 mm	parallel	L1	29,43 / 49,05	3,45 / 4,17	5,65 / 6,82
		L2	29,43 / 49,05	3,78 / 4,43	6,18 / 7,25
		L3	29,43 / 49,05	3,80 / 4,46	6,09 / 7,14
		L4	29,43 / 49,05	4,09 / 4,19	6,78 / 6,95
1,2 mm	parallel	L1	29,43 / 49,05	3,41 / 3,85	6,72 / 7,59
		L2	29,43 / 49,05	3,25 / 3,83	5,97 / 7,04
		L3	29,43 / 49,05	3,71 / 4,20	6,55 / 7,42
		L4	29,43 / 49,05	3,44 / 4,02	6,29 / 7,35

Bei Verwendung des E-Moduls von 210 GPa zur Berechnung der kritischen Risszähigkeit zeigte sich der höchste Wert von 9,40 MPa m^{1/2} bei den 0,8 mm quer gesägten Prüfkörpern bei einer Prüfkraft von 49,05 N. Die geringste kritische Risszähigkeit von 5,65 MPa m^{1/2} erreichten die 0,8 mm Layer 1 Prüfkörper bei einer Prüfkraft von 29,43 N.

KATANA™ ML Diagramm der Härtewerte in Abhängigkeit zur Prüfkraft und zur Schichtstärke

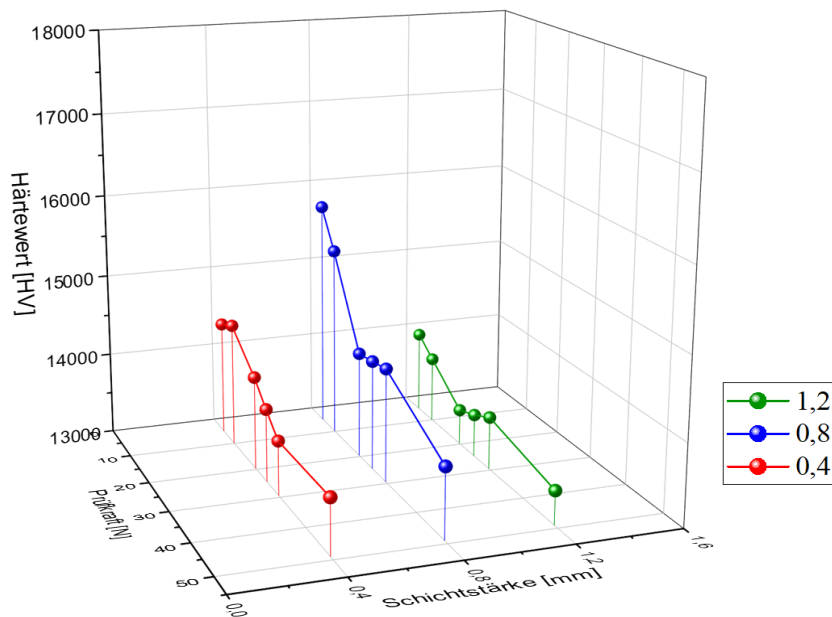


Abb. 26: Mittelwertergebnisse aus den Härteprüfungen der Multi Layered Keramik, die quer zur Farbschichtung gesägt wurde, in Abhängigkeit von der Prüfkraft und der Schichtstärke

Das Diagramm in der Abbildung 26 stellt die Mittelwertergebnisse aus den Härteprüfungen der 3Y-TZP Keramikprüfkörper, die quer zur Farbschichtung gesägt wurden in Abhängigkeit von der Prüflast und der Schichtstärke graphisch dar. Hier zeigte sich, dass der Härtewert mit Zunahme der Krafteinwirkung auf die Keramik abnimmt.

5.1.5 Statistische Auswertung der kritischen Risszähigkeiten für die Multi Layered (3Y-TZP) Keramik

In der Abbildung 27 werden die Mittelwerte der kritischen Risszähigkeiten aller Multi Layered Prüfkörper bei einer Prüfkraft von 49,05 N in einem Boxplot-Diagramm gegenübergestellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass die vertikal (quer) gesägten Prüfkörper höhere Risszähigkeitswerte erreichten ($5,14 - 6,44 \text{ MPa m}^{1/2}$) als die einzelnen Schichten der parallel gesägten Prüfkörper, die im Mittel zwischen $3,83$ und $4,58 \text{ MPa m}^{1/2}$ lagen. Statistisch signifikant ($p < 0,05$) unterschieden sich die Werte der vertikal (quer) gesägten 1,2 mm Prüfkörper mit den quer gesägten 0,8 mm Prüfkörpern und hoch signifikante Unterschiede ($p < 0,001$) gab es zwischen den 1,2 mm und den

0,4 mm quer gesägten Prüfkörpern. Keinen statistisch signifikanten Unterschied ($p > 0,05$) gab es zwischen den 0,4 mm und 0,8 mm Prüfkörpern, die quer zur Farbschichtung gesägt wurden. Vergleicht man die vier Schichten (L1 - L4) miteinander, fällt in geringem Maße auf, dass die kleinsten Risszähigkeiten in den ersten Schichten (L1), den transluzentesten, zu finden waren. Die statistische Auswertung ergab, dass sowohl innerhalb der Schichtstärken als auch die verschiedenen Schichten (Layers) untereinander als nicht signifikant unterschiedlich anzusehen waren ($p > 0,05$).

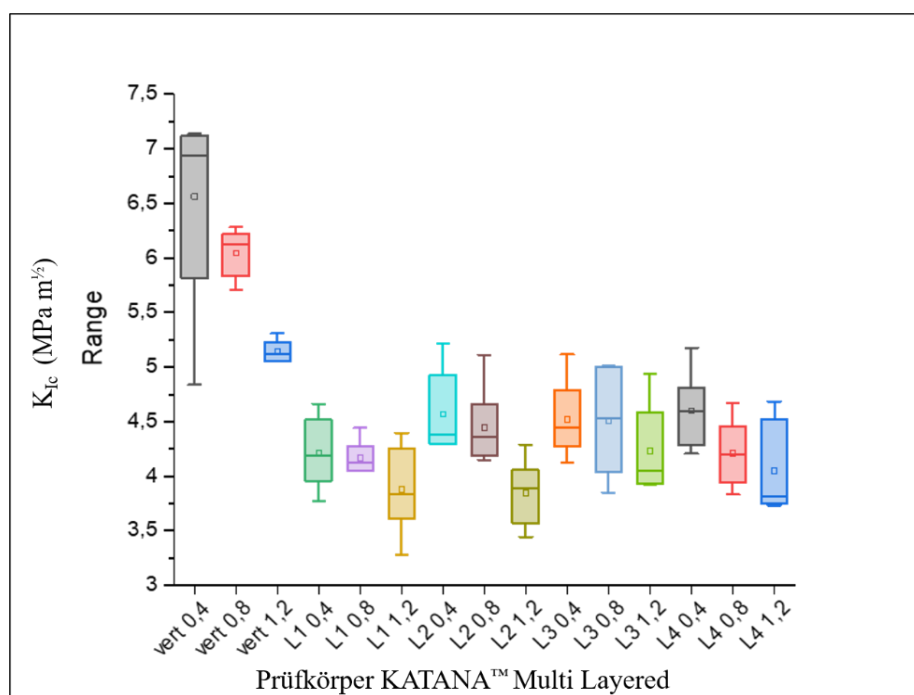


Abb. 27: Statistische Auswertung der Werte für die kritische Risszähigkeit der Multi Layered Prüfkörper bei einer Prüfkraft von 49,05 N in einem Boxplot-Diagramm gegenübergestellt

5.2 4Y-TZP - KATANA™ Super Translucent Multi Layered (STML) Prüfkörper in 0,4, 0,8 und 1,2 mm Schichtstärke

5.2.1 Ergebnisdarstellung: Biegefestigkeit [σ_b], E-Modul [E], Weibull-Modul [m] und Weibullfestigkeit [σ_m]

Die höchste mittlere Biegefestigkeit und Weibullfestigkeit zeigten die 0,8 mm Prüfkörper Layer 2 mit $435,95 \pm 73,58$ MPa bzw. 467,00 MPa (Weibullfestigkeit). Der größte Elastizitätsmodul mit 98,5 GPa wurde bei den 0,4 mm quer gesägten sowie bei den 0,4 mm Layer 3 parallel gesägten

Prüfkörpern gemessen. Der kleinste E-Modul von 53,9 GPa trat bei den 1,2 mm Layer 2 Prüfkörpern auf (s. Tabelle 14).

Tab. 14: Ergebnisse der mittleren Biegefestigkeit (σ_b) mit Standardabweichung, des Weibull-Moduls (m), der Weibullfestigkeit (σ_m) und des E-Moduls (E) der Super Translucent Multi Layered Prüfkörper

Schicht- stärke	quer				Parallel			
	$\sigma_b \pm \text{StAbw}$ [MPa]	m	σ_m [MPa]	E [GPa]	$\sigma_b \pm \text{StAbw}$ [MPa]	m	σ_m [MPa]	E [GPa]
0,4	383,56 ± 122,03	3,20	430,93	98,5	L1	5,22	336,55	94,0
					309,72 ± 66,38			
					L2			
					322,90±136,42			
					L3	2,12	364,34	98,5
					L4	3,63	311,71	83,7
					280,17 ± 83,41			
0,8	414,27 ± 80,41	4,93	453,76	96,1	L1	5,78	390,43	85,0
					362,92 ± 57,12			
					L2			
					435,95 ± 73,58			
					L3	3,88	420,42	70,6
					L4	3,73	415,64	76,0
					387,48 ± 75,80			
1,2	407,65 ± 67,22	6,79	436,63	76,8	L1	7,77	384,17	63,6
					361,34 ± 53,50			
					L2			
					424,50 ± 76,68			
					L3	6,15	456,80	53,9
					L4	6,39	445,35	54,3
					414,84 ± 76,66			
					L4	5,43	363,58	61,3
					335,25 ± 72,55			

5.2.2 Statistische Auswertung der Biegefestigkeiten für die STML Keramik

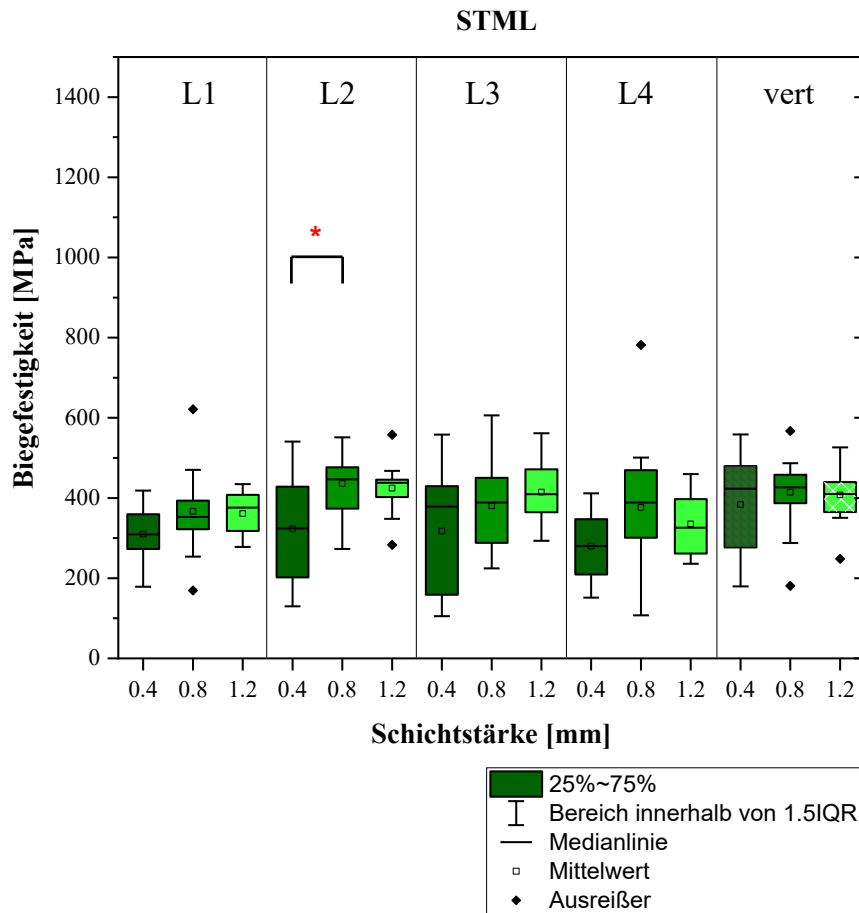


Abb. 28: Statistische Auswertung der Biegefestigkeit der Super Translucent Multi Layered Prüfkörper in Abhängigkeit zur Schichtstärke im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)

Im Boxplot-Diagramm der Abbildung 28 ist die Biegefestigkeit der Super Translucent Multi Layered Keramik in Abhängigkeit zur Schichtstärke der Prüfkörper graphisch dargestellt. Es zeigt, dass alle mittleren Biegefestigkeiten sehr eng beieinander liegen. Signifikante Unterschiede ($p < 0,05$) gab es nur zwischen den parallel gesägten 0,4 mm und 0,8 mm Schichtstärken Layer 2, bei denen sich die 0,4 mm L2 Prüfkörper mit einer geringeren mittleren Biegefestigkeit darstellten.

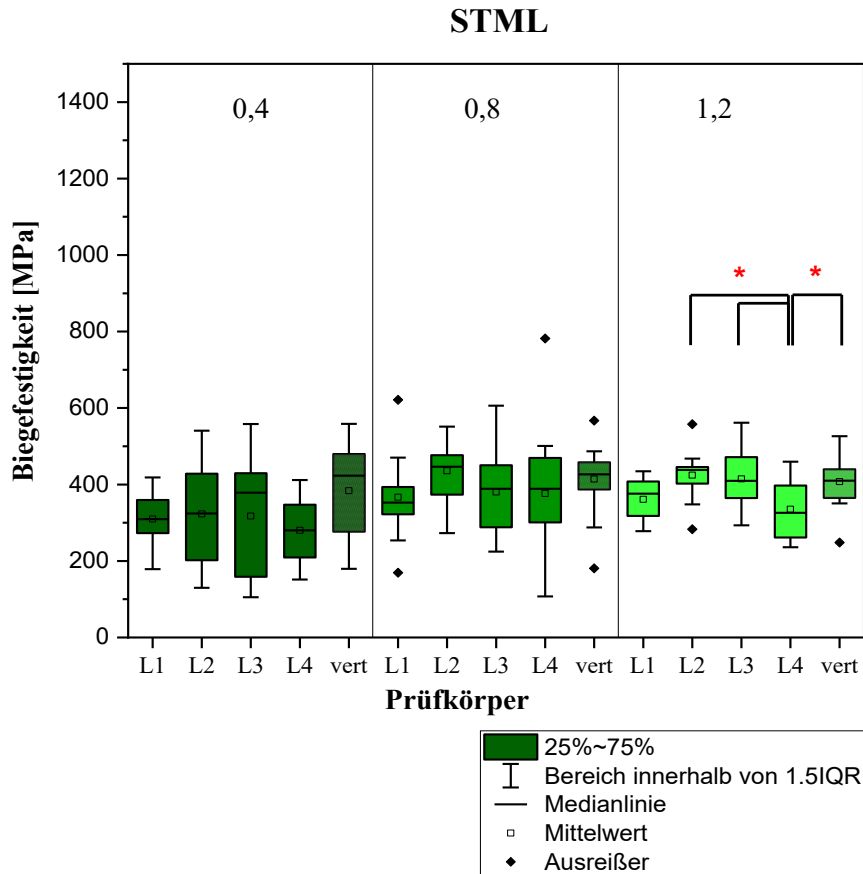


Abb. 29: Statistische Auswertung der Biegefestigkeiten der Super Translucent Multi Layered Keramik in Abhängigkeit zur gesägten Farbschichtung (quer / parallel) im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)

Im Boxplot-Diagramm der Abbildung 29 ist die Biegefestigkeit der STML Keramik in Abhängigkeit zur Farbschichtung (quer und parallel zu den Farbschichten / Layers gesägt) graphisch dargestellt. Die Biegefestigkeiten der 0,4 mm und 0,8 mm Prüfkörper waren nicht signifikant unterschiedlich ($p > 0,05$). Bei den 1,2 mm Schichtstärken zeigten sich signifikante Unterschiede ($p < 0,05$) zwischen den quer gesägten und Layer 4 Prüfkörpern sowie zwischen L4 und L2, genau wie L4 und L3. Es ist also anzunehmen, dass die Biegefestigkeit der 1,2 mm Layer 4 Prüfkörper im Mittel signifikant niedriger ist als die anderen.

5.2.3 Ergebnisse der Weibullanalyse der KATANA™ Super Translucent Multi Layered (STML) Keramik

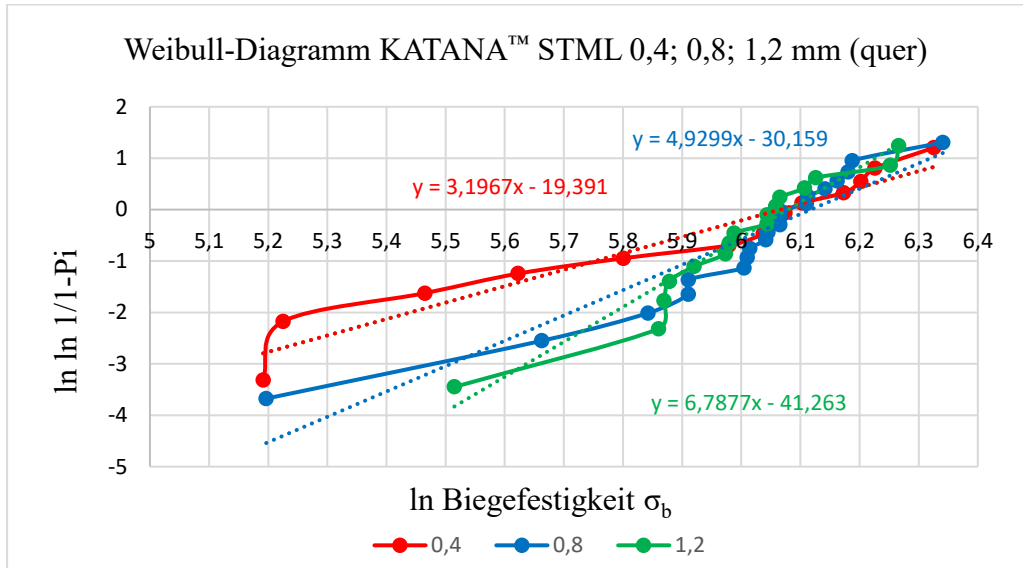


Abb. 30: Weibull-Diagramm der KATANA™ Super Translucent Multi Layered Prüfkörper, quer zu den Farbschichten gesägt

Das Diagramm in der Abbildung 30 zeigt, dass die Weibullverteilung der drei verschiedenen Schichtstärken der quer gesägten Super Translucent Multi Layered Keramik sehr eng beieinander liegen. Den kleinsten Weibull-Modul von 3,20 zeigten die 0,4 mm dünnen Prüfkörper, die somit die größte Streuung der Messergebnisse zeigten. Den größten Weibull-Modul von 7,77 und damit die geringste Streuung der Ergebnisse, zeigten die 1,2 mm Layer 1 Prüfkörper. Bei 430,93 MPa (Weibullfestigkeit) sind 63,2 % aller Prüfkörper in 0,4 mm Schichtstärke frakturiert, bei den 0,8 mm dicken Prüfkörpern geschah dies bei 453,76 MPa und die 1,2 mm dicken Prüfkörper bei 436,63 MPa (s. auch Tabelle 14).

Die Abbildung 31 zeigt die Weibullverteilungen der parallel zu den Farbschichten gesägten Multi Layered Prüfkörper. Die Weibull-Moduli sowie die Weibullfestigkeiten sind der Tabelle 14 zu entnehmen.

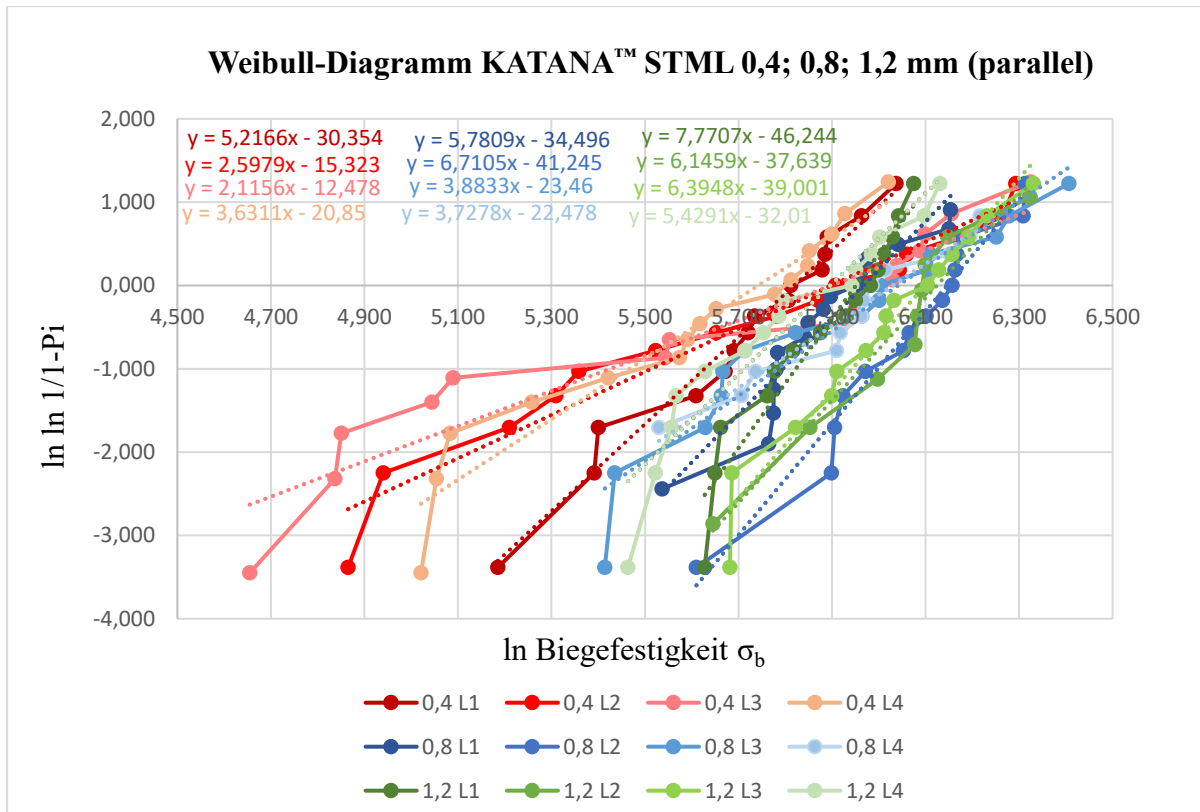


Abb. 31: Weibull-Diagramm der KATANA™ Super Translucent Multi Layered Prüfkörper, parallel zu den Farbschichten gesägt

5.2.4 Ergebnisse der Vickers-Härteprüfung für die Super Translucent Multi Layered Prüfkörper

Die Tabelle 15 zeigt die Mittelwerte der kritischen Risszähigkeiten der KATANA™ Super Translucent Multi Layered Prüfkörper, die aus der Härteprüfung mit der Indentermethode und dem E-Modul aus der Drei-Punkt-Biegeprüfung mit der Gleichung nach Anstis modifiziert nach Munz/Fett errechnet wurden. Der höchste mittlere Härtewert ($14322,60 \pm 415,57 \text{ N/mm}^2$) zeigte sich bei den 0,4 mm Prüfkörpern (quer gesägt) und der Kleinste ($13183,01 \pm 221,58 \text{ N/mm}^2$) bei den 1,2 mm L3 Prüfkörpern (parallel gesägt). Den maximalen Mittelwert der kritischen Risszähigkeit erreichten die quer gesägten 0,8 mm dünnen Prüfkörper mit $5,97 \text{ MPa m}^{1/2}$ bei einer Krafteinwirkung von 49,05 N. Den kleinsten Mittelwert von $2,46 \text{ MPa m}^{1/2}$ zeigten die 1,2 mm Layer 2 Prüfkörper bei einer Eindruckkraft von 29,43 N. Die längsten Risse im Mittel mit $141 \mu\text{m}$ wurden bei den 0,8 mm Layer 3 Prüfkörpern bei einer Prüfkraft von 49,05 N gemessen und der längste Riss mit $155 \mu\text{m}$ trat bei den 0,4 mm Layer 3 Prüfkörpern bei einer Eindruckkraft von 49,05 N auf.

Tab. 15: Mittelwtergebnisse der kritischen Risszähigkeit der Super Translucent Multi Layered Keramik

STML	Prüf- kraft [N]	Härtewert HV [N/mm²] MW ± StAbw	Mittlere Eindruck- diagonale 2a MW [μm]	Riss- länge c MW [μm]	Riss- länge c max. [μm]	Rissbe- wertung Verhältnis c/a	Kritische Risszähig- keit K_{Ic} [MPa m^{1/2}]
quer	29,43	14322,60 ± 415,57	62	86	95	2,81	3,97
	49,05	14095,01 ± 683,55	80	119	127	2,98	4,68
0,8 mm	29,43	13743,81 ± 248,18	63	74	76	2,36	5,02
	49,05	13843,87 ± 257,35	81	102	107	2,51	5,97
1,2 mm	29,43	13857,61 ± 206,55	63	70	71	2,22	4,93
	49,05	13626,09 ± 192,14	82	101	106	2,48	5,43
parallel	29,43	13748,72 ± 215,71	63	93	104	2,95	3,55
	49,05	13474,04 ± 154,08	83	135	144	3,28	3,97
0,4 mm L1	29,43	13496,93 ± 431,79	64	98	103	3,06	3,14
	49,05	13887,69 ± 280,62	81	136	147	3,36	3,53
0,4 mm L2	29,43	13820,66 ± 128,87	63	100	106	3,16	3,32
	49,05	13526,36 ± 63,09	82	140	155	3,40	3,84
0,4 mm L3	29,43	13905,68 ± 132,74	63	99	102	3,14	3,07
	49,05	13809,21 ± 302,22	82	140	149	3,44	3,49
0,4 mm L4	29,43	13797,77 ± 146,40	62	97	104	3,12	3,09
	49,05	13578,68 ± 225,11	82	127	136	3,11	4,07
0,8 mm L1	29,43	13796,13 ± 486,86	63	95	108	3,04	2,98
	49,05	13769,97 ± 543,29	81	135	150	3,33	3,37
0,8 mm L2	29,43	13577,04 ± 142,84	63	102	112	3,23	2,71
	49,05	13454,42 ± 224,11	82	141	143	3,42	3,21
0,8 mm L3	29,43	13608,11 ± 357,62	64	95	103	2,97	3,24
	49,05	13529,63 ± 238,48	82	136	147	3,32	3,46
0,8 mm L4	29,43	13542,71 ± 439,45	63	102	140	3,21	2,57
	49,05	13380,84 ± 183,11	82	111	151	3,40	3,05
1,2 mm L1	29,43	13487,12 ± 299,00	64	100	103	3,14	2,46
	49,05	13415,18 ± 194,30	82	133	140	3,23	3,04
1,2 mm L2	29,43	13658,79 ± 191,40	63	96	103	3,04	2,61
	49,05	13183,01 ± 221,58	83	137	153	3,29	2,99
1,2 mm L3	29,43	13621,19 ± 197,84	64	97	107	3,04	2,77
	49,05	13349,78 ± 344,69	83	137	152	3,32	3,12
1,2 mm L4	29,43						
	49,05						

Die Tabelle 16 zeigt als Vergleich die Ergebnisse der kritischen Risszähigkeiten, die mit dem Tabellenwert 210 GPa [66] als festgelegten E-Modul für Zirkoniumdioxid mit der Gleichung von Anstis modifiziert nach Munz/Fett (s. Gl. 1) errechnet wurden. Dabei präsentierte sich der höchste Risszähigkeitswert von 8,99 MPa m^{1/2} bei den 1,2 mm quer gesägten Prüfkörpern bei einer Prüfkraft von 49,05 N. Die geringste kritische Risszähigkeit von 4,67 MPa m^{1/2} erreichten die 0,8 mm Layer 3 Prüfkörper bei einer Prüfkraft von 29,43 N.

Tab. 16: Gegenüberstellung der mittleren K_{Ic} -Werte der STML Keramik zum einen errechnet auf Grundlage der gemessenen E-Moduli aus der Drei-Punkt-Biegeprüfung und zum anderen aus dem festgelegten Tabellenwert (E-Modul von Zirkoniumdioxid: 210 GPa [66])

STML		Schicht	Prüf- kraft [N]	Kritische Risszähigkeit K_{Ic} [MPa m ^{1/2}] E-Modul	Kritische Risszähigkeit K_{Ic} [MPa m ^{1/2}] E-Modul (210 GPa)
0,4 mm	quer		29,43 / 49,05	3,97 / 4,68	5,75 / 6,79
0,8 mm	quer		29,43 / 49,05	5,02 / 5,97	7,42 / 8,82
1,2 mm	quer		29,43 / 49,05	4,93 / 5,43	8,15 / 8,99
0,4 mm	parallel	L1	29,43 / 49,05	3,55 / 3,97	5,31 / 5,94
		L2	29,43 / 49,05	3,14 / 3,53	5,08 / 5,71
		L3	29,43 / 49,05	3,32 / 3,84	4,84 / 5,61
		L4	29,43 / 49,05	3,07 / 3,49	4,86 / 5,52
0,8 mm	parallel	L1	29,43 / 49,05	3,09 / 4,07	4,86 / 6,40
		L2	29,43 / 49,05	2,98 / 3,37	5,06 / 5,73
		L3	29,43 / 49,05	2,71 / 3,21	4,67 / 5,54
		L4	29,43 / 49,05	3,24 / 3,46	5,39 / 5,75
1,2 mm	parallel	L1	29,43 / 49,05	2,57 / 3,05	4,68 / 5,55
		L2	29,43 / 49,05	2,46 / 3,04	4,86 / 6,01
		L3	29,43 / 49,05	2,61 / 2,99	5,13 / 5,87
		L4	29,43 / 49,05	2,77 / 3,12	5,13 / 5,77

Das Diagramm in der Abbildung 32 stellt die Mittelwertergebnisse aus den Härteprüfungen der 4Y-TZP Keramikprüfkörper, die quer zur Farbschichtung gesägt wurden in Abhängigkeit von der

Prüflast und der Schichtstärke graphisch dar. Hier zeigte sich, dass der Härtewert mit Zunahme der Krafteinwirkung auf die Keramik abnimmt.

KATANA™ STML Diagramm der Härtewerte in Abhängigkeit zur Prüfkraft und zur Schichtstärke

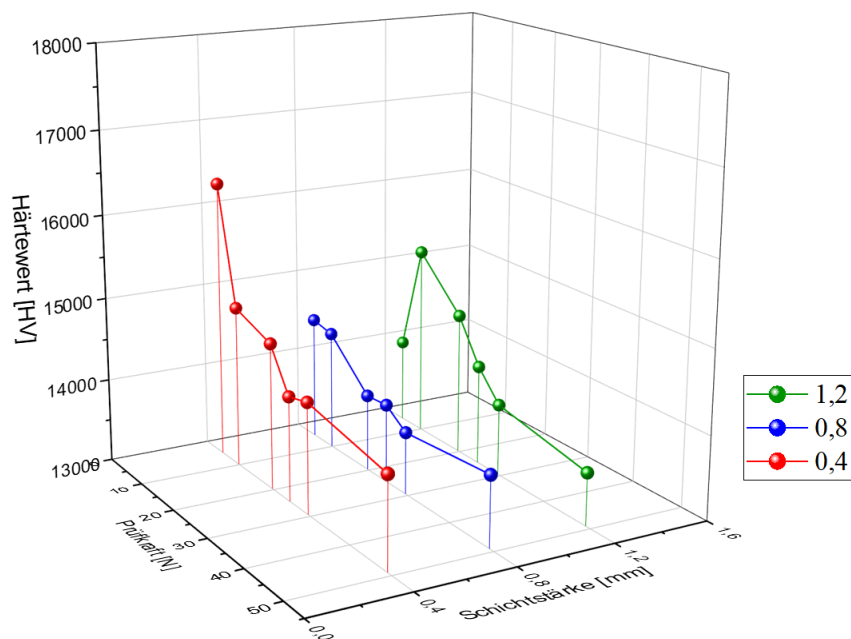
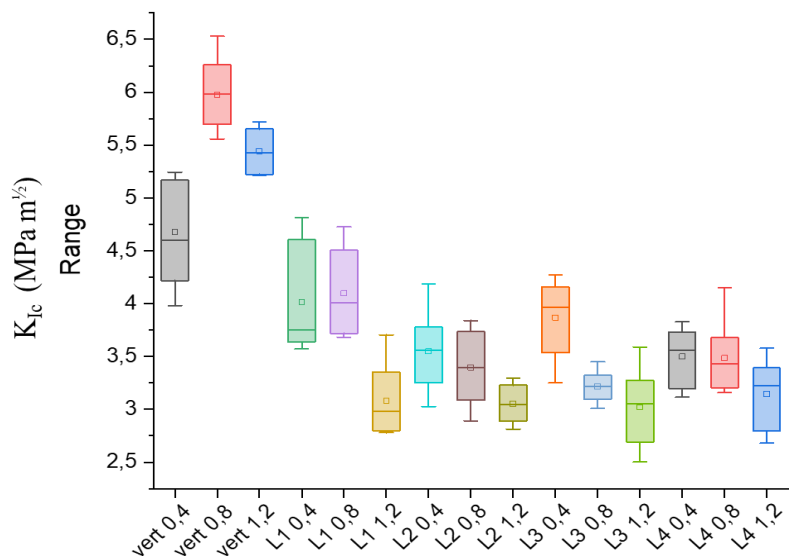


Abb. 32: Mittelweltergebnisse aus den Härteprüfungen der Super Translucent Multi Layered Keramik, die quer zur Farbschichtung gesägt wurde, in Abhängigkeit von der Prüfkraft und der Schichtstärke

5.2.5 Statistische Auswertung der kritischen Risszähigkeiten für die Super Translucent Multi Layered (4Y-TZP) Keramik

In der Abbildung 33 werden die Mittelwerte der kritischen Risszähigkeiten aller STML Prüfkörper nach einer Prüfkraft von 49,05 N in einem Boxplot-Diagramm zusammengefasst. Es ist deutlich zu erkennen, dass die vertikal (quer zu den Farbschichten) gesägten Prüfkörper höhere Risszähigkeitswerte erreichten ($4,68 - 5,97 \text{ MPa m}^{1/2}$) als die einzelnen Schichten der parallel gesägten Prüfkörper, die im Mittel zwischen $2,99$ und $4,07 \text{ MPa m}^{1/2}$ lagen.



Prüfkörper KATANA™ Super Translucent Multi Layered

Abb. 33: Statistische Auswertung der Werte für die kritische Risszähigkeit der Super Translucent Multi Layered Prüfkörper bei einer Prüfkraft von 49,05 N in einem Boxplot-Diagramm gegenübergestellt

Die Tabelle 17 zeigt die Ergebnispaaere der STML Prüfkörper, die Signifikanzunterschiede aufwiesen. Nicht aufgelistete Ergebnispaaere zeigten keine statistische Signifikanz ($p > 0,05$).

Tab. 17: Statistische Auswertung der K_{Ic} -Werte der STML Keramik, die die unterschiedlichen Signifikanzniveaus der Ergebnisse darstellt

Statistisches Signifikanzniveau (p)	Super Translucent Multi Layered - K_{Ic}
$p < 0,05$ * signifikant	0,4 mm quer – 1,2 mm quer 0,4 mm L3 – 1,2 mm L1, L2 0,4 mm L1 – 0,8 mm L3
$p < 0,01$ ** sehr signifikant	0,4 mm L1 – 1,2 mm L1, L2 0,4 mm L3 – 1,2 mm L3 0,8 mm L1 – 0,8 mm L3 1,2 mm L4 – 0,4 mm L1; 0,8 mm L1
$p < 0,001$ *** hoch signifikant	0,4 mm quer – 0,8 mm quer 0,8 mm L1 – 1,2 mm L1, L2 1,2 mm L3 – 0,4 mm L1; 0,8 mm L1

5.3 5Y-TZP - KATANA™ Ultra Translucent Multi Layered (UTML) Prüfkörper in 0,4, 0,8 und 1,2 mm Schichtstärke

5.3.1 Ergebnisdarstellung: Biegefestigkeit [σ_b], E-Modul [E], Weibull-Modul [m] und Weibullfestigkeit [σ_m]

Tab. 18: Ergebnisse der mittleren Biegefestigkeit (σ_b) mit Standardabweichung, des Weibull-Moduls (m), der Weibullfestigkeit (σ_m) und des E-Moduls (E) der Ultra Translucent Multi Layered Prüfkörper

Schicht- stärke	quer				parallel							
	d [mm]	$\sigma_b \pm \text{StAbw}$ [MPa]	m	σ_m [MPa]	E [GPa]	$\sigma_b \pm \text{StAbw}$ [MPa]	m	σ_m [MPa]	E [GPa]			
0,4		252,55 ± 75,08	3,98	278,72	106,1	L1 287,97 ± 84,11	4,10	319,54	98,9			
						L2 273,84 ± 57,98				6,18	297,94	94,6
						L3 263,89 ± 77,80						
						L4 258,25 ± 109,98				3,68	276,11	89,9
0,8		253,44 ± 41,32	7,32	270,18	94,7	L1 285,94 ± 63,08	5,15	310,91	77,7			
						L2 284,41 ± 38,56				7,03	296,57	71,6
						L3 331,09 ± 35,11						
						L4 279,52 ± 31,24				8,66	289,90	78,2
1,2		228,67 ± 39,34	6,75	244,87	76,3	L1 297,95 ± 37,68	9,21	314,20	60,9			
						L2 280,33 ± 22,45				14,90	290,11	50,0
						L3 331,26 ± 56,86						
						L4 292,35 ± 38,53				8,89	308,69	52,7

Die höchste mittlere Biegefestigkeit und Weibullfestigkeit zeigten die 1,2 mm Prüfkörper Layer 3 mit $331,26 \pm 56,86$ MPa bzw. 354,06 MPa (Weibullfestigkeit). Den größten Weibull-Modul von 14,90 und damit die geringste Streuung der Ergebnisse, zeigten die 1,2 mm Layer 2 Prüfkörper (s. auch Abb. 36). Der größte Elastizitätsmodul mit 106,1 GPa wurde bei den 0,4 mm quer gesägten Prüfkörpern gemessen. Der kleinste E-Modul von 50,0 GPa trat bei den 1,2 mm Layer 2 Prüfkörpern auf (s. Tabelle 18).

5.3.2 Statistische Auswertung der Biegefestigkeiten für die UTML Keramik

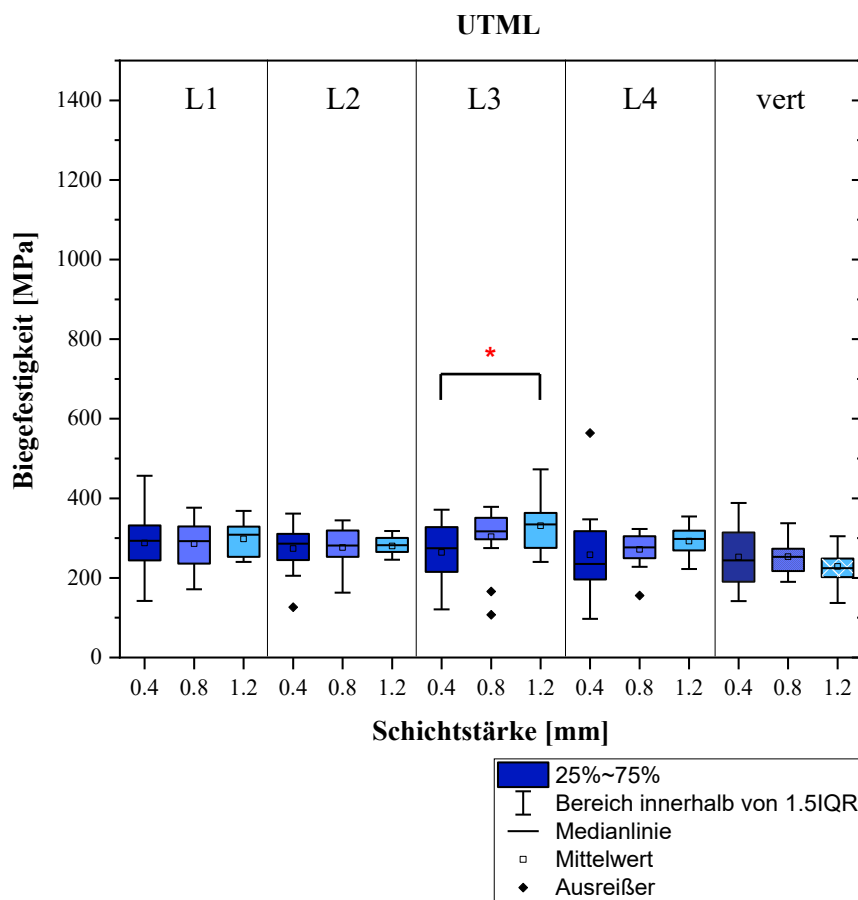


Abb. 34: Statistische Auswertung der Biegefestigkeit der Ultra Translucent Multi Layered Prüfkörper in Abhängigkeit zur Schichtstärke im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)

Im Boxplot-Diagramm der Abbildung 34 ist die Biegefestigkeit der Ultra Translucent Multi Layered Keramik in Abhängigkeit zur Schichtstärke der Prüfkörper graphisch dargestellt. Es zeigt,

dass alle mittleren Biegefestigkeiten sehr ähnlich waren und dass alle 0,4 mm dünnen Proben die größte Streuung der Werte aufwiesen. Statistisch signifikante Unterschiede ($p < 0,05$) gab es nur zwischen den parallel gesägten 0,4 mm und 1,2 mm Schichtstärken der Layer 3, bei denen sich die 0,4 mm L3 Prüfkörper mit einer etwas geringeren mittleren Biegefestigkeit darstellten.

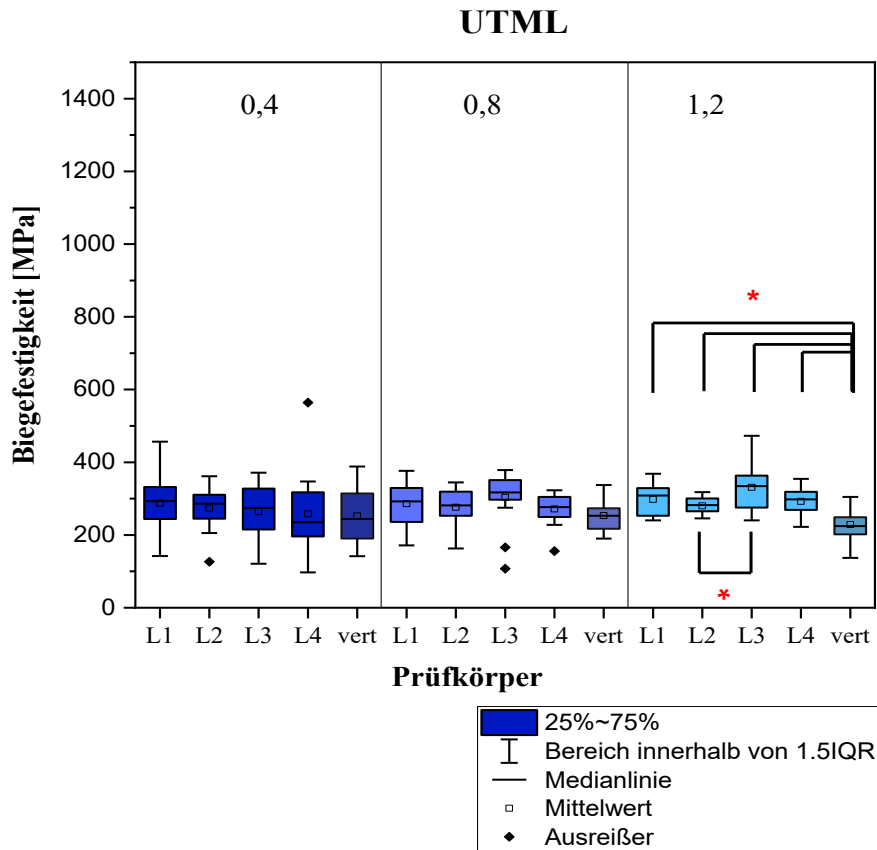


Abb. 35: Statistische Auswertung der Biegefestigkeiten der Ultra Translucent Multi Layered Keramik in Abhängigkeit zur gesägten Farbschichtung (quer / parallel) im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)

Im Boxplot-Diagramm der Abbildung 35 ist die Biegefestigkeit der UTML Keramik in Abhängigkeit zur Farbschichtung (quer und parallel zu den Farbschichten / Layers gesägt) graphisch dargestellt. Die Biegefestigkeiten der 0,4 mm und 0,8 mm Prüfkörper waren weder in der Prüfrichtung noch in den Schichten signifikant unterschiedlich ($p > 0,05$). Bei den 1,2 mm Prüfkörpern zeigten sich signifikante Unterschiede ($p < 0,05$) zwischen den quer gesägten und Layer 1 bis 4 Prüfkörpern sowie zwischen L2 und L3. Es ist also zu vermuten, dass die Biegefestigkeit der 1,2 mm quer gesägten Prüfkörper im Mittel signifikant niedriger waren als die anderen.

5.3.3 Ergebnisse der Weibullanalyse der KATANA™ Ultra Translucent Multi Layered (UTML) Keramik

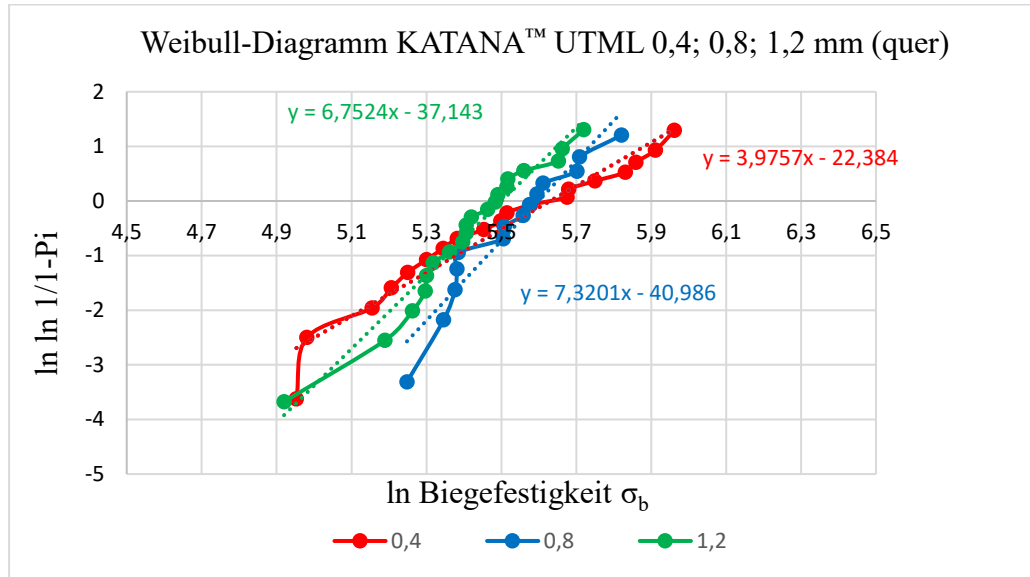


Abb. 36: Weibull-Diagramm der KATANA™ Ultra Translucent Multi Layered Prüfkörper, quer zu den Farbschichten gesägt

Das Diagramm in der Abbildung 36 zeigt, dass die Weibullverteilung der drei verschiedenen Schichtstärken der quer gesägten Ultra Translucent Multi Layered Keramik sehr eng beieinander liegen. Das kleinste Weibull-Modul von 3,98 zeigten die 0,4 mm dünnen Prüfkörper, die somit die größte Streuung der Messergebnisse zeigten. Bei 278,72 MPa (Weibullfestigkeit) sind 63,2 % aller Prüfkörper in 0,4 mm Schichtstärke frakturiert, bei den 0,8 mm dicken Prüfkörpern geschah dies bei 270,18 MPa und die 1,2 mm dicken Prüfkörper bei 244,87 MPa (s. auch Tabelle 18).

Die Abbildung 37 zeigt die Weibullverteilungen der parallel zu den Farbschichten gesägten UTML Prüfkörper. Die Weibull-Moduli sowie die Weibullfestigkeiten sind der Tabelle 18 zu entnehmen.

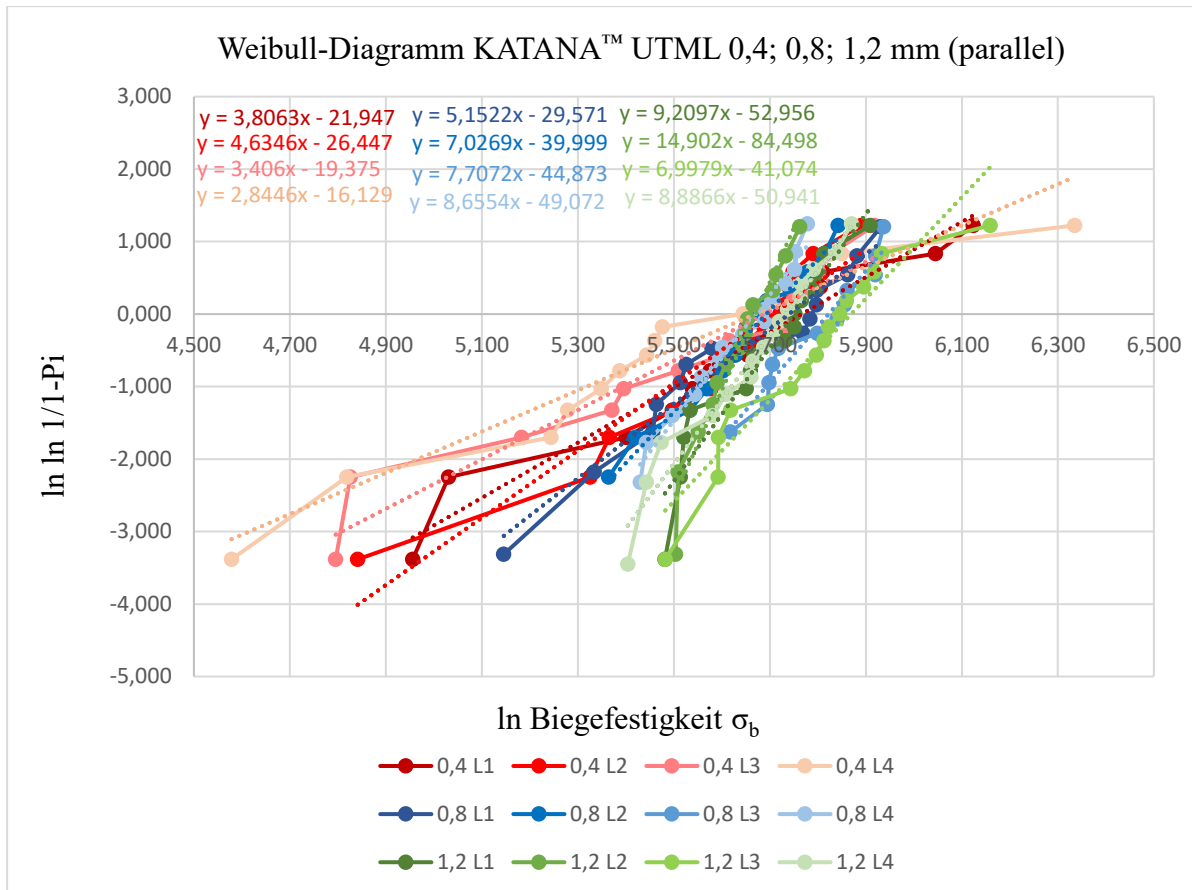


Abb. 37: Weibull-Diagramm der KATANA™ Ultra Translucent Multi Layered Prüfkörper, parallel zu den Farbschichten gesägt

5.3.4 Ergebnisse der Vickers-Härteprüfung für die Ultra Translucent Multi Layered Prüfkörper

Die Tabelle 19 zeigt die Mittelwerte der kritischen Risszähigkeiten der KATANA™ UTML Prüfkörper, die aus der Härteprüfung mit der Indentermethode und dem E-Modul aus der Drei-Punkt-Biegeprüfung errechnet wurden. Der höchste mittlere Härtewert ($15413,47 \pm 766,64$ N/mm²) zeigte sich bei den 0,4 mm Prüfkörpern (quer) und der Kleinste ($13084,91 \pm 181,36$ N/mm²) bei den 0,8 mm L1 Prüfkörpern (parallel). Den maximalen Mittelwert der kritischen Risszähigkeit erreichten die quer gesägten 0,8 mm Prüfkörper mit $4,46$ MPa m^{1/2} bei einer Kraftereinwirkung von $49,05$ N. Den kleinsten Mittelwert von $2,14$ MPa m^{1/2} zeigten die 1,2 mm L2 Prüfkörper bei einer Eindruckkraft von $29,43$ N. Die längsten Risse im Mittel mit 162 µm wurden bei den 1,2 mm L3 Prüfkörpern bei einer Prüfkraft von $49,05$ N gemessen und der längste Riss mit 183 µm trat bei den 0,4 mm L1 Prüfkörpern bei einer Prüflast von $49,05$ N auf.

Tab. 19: Mittelwertergebnisse der kritischen Risszähigkeit der Ultra Translucent Multi Layered Keramik

UTML	Prüfkraft [N]	Härtewert HV [N/mm ²] MW ± StAbw	Mittlere Eindruckdiagonale 2a MW [μm]	Risslänge c MW [μm]	Risslänge c max. [μm]	Rissbewertung Verhältnis c/a	Kritische Risszähigkeit K _{Ic} [MPa m ^{1/2}]
quer	29,43	14995,57 ± 938,88	62	94	100	3,03	3,76
	49,05	15413,47 ± 766,64	76	119	124	3,13	4,43
0,8 mm	29,43	14936,71 ± 1127,20	61	90	99	2,97	3,56
	49,05	15021,07 ± 1430,10	79	121	128	3,07	4,46
1,2 mm	29,43	13488,75 ± 407,85	64	96	107	3,01	3,14
	49,05	14067,54 ± 717,44	80	125	137	3,13	3,77
parallel	29,43	13681,68 ± 649,35	63	109	125	3,46	2,89
	49,05	13442,97 ± 156,67	82	157	183	3,82	3,21
0,4 mm L2	29,43	13534,53 ± 436,72	63	107	113	3,41	2,87
	49,05	13827,20 ± 472,18	81	146	155	3,62	3,41
0,4 mm L3	29,43	13364,49 ± 343,81	63	105	112	3,32	2,84
	49,05	13205,90 ± 189,76	83	151	175	3,65	3,23
0,4 mm L4	29,43	13510,01 ± 392,57	63	107	115	3,39	2,82
	49,05	13505,10 ± 400,64	82	151	161	3,69	3,23
0,8 mm L1	29,43	13559,06 ± 428,17	64	104	109	3,27	2,79
	49,05	13084,91 ± 181,36	83	155	169	3,72	2,95
0,8 mm L2	29,43	13761,80 ± 675,72	62	101	111	3,26	2,65
	49,05	14141,12 ± 616,01	80	147	158	3,65	2,94
0,8 mm L3	29,43	13472,40 ± 397,89	64	114	125	3,55	2,42
	49,05	13241,87 ± 460,77	83	156	177	3,76	2,85
0,8 mm L4	29,43	13407,00 ± 366,57	64	114	118	3,60	2,41
	49,05	13485,48 ± 352,00	83	156	167	3,76	2,94
1,2 mm L1	29,43	13529,63 ± 260,39	64	107	117	3,38	2,35
	49,05	13281,11 ± 205,16	83	152	166	3,68	2,66
1,2 mm L2	29,43	13611,38 ± 176,01	63	105	107	3,35	2,14
	49,05	13385,75 ± 369,66	82	145	155	3,56	2,52
1,2 mm L3	29,43	13846,82 ± 215,62	64	111	118	3,45	2,24
	49,05	13608,11 ± 149,60	82	162	176	3,96	2,30
1,2 mm L4	29,43	13441,34 ± 292,56	64	106	116	3,31	2,27
	49,05	13282,74 ± 352,56	83	150	168	3,63	2,53

Die Tabelle 20 zeigt als Vergleich die Ergebnisse der kritischen Risszähigkeiten, die mit dem Tabellenwert 210 GPa [66] als festgelegten E-Modul für Zirkoniumdioxid mit der Gleichung von Anstis modifiziert nach Munz/Fett (s. Gl. 1) errechnet wurden. Dabei präsentierte sich der höchste Risszähigkeitswert von 6,65 MPa m^{1/2} bei den 0,8 mm quer gesägten Prüfkörpern bei einer Prüfkraft von 49,05 N. Die geringste kritische Risszähigkeit von 3,94 MPa m^{1/2} erreichten die 0,8 mm Layer 4 Prüfkörper bei einer Prüfkraft von 29,43 N.

Tab. 20: Gegenüberstellung der mittleren K_{Ic} -Werte der UTML Keramik zum einen errechnet auf Grundlage der gemessenen E-Moduli aus der Drei-Punkt-Biegeprüfung und zum anderen aus dem festgelegten Tabellenwert (E-Modul von Zirkoniumdioxid: 210 GPa [66])

UTML		Schicht	Prüfkraft [N]	Kritische Risszähigkeit K_{Ic} [MPa m ^{1/2}] E-Modul	Kritische Risszähigkeit K_{Ic} [MPa m ^{1/2}] E-Modul (210 GPa)
0,4 mm	quer		29,43 / 49,05	3,76 / 4,43	5,29 / 6,23
0,8 mm	quer		29,43 / 49,05	3,56 / 4,46	5,30 / 6,65
1,2 mm	quer		29,43 / 49,05	3,14 / 3,77	5,21 / 6,26
0,4 mm	parallel	L1	29,43 / 49,05	2,89 / 3,21	4,21 / 4,67
		L2	29,43 / 49,05	2,87 / 3,41	4,27 / 5,08
		L3	29,43 / 49,05	2,84 / 3,23	4,42 / 5,02
		L4	29,43 / 49,05	2,82 / 3,23	4,31 / 4,93
0,8 mm	parallel	L1	29,43 / 49,05	2,79 / 2,95	4,58 / 4,85
		L2	29,43 / 49,05	2,65 / 2,94	4,55 / 5,03
		L3	29,43 / 49,05	2,42 / 2,85	4,08 / 4,79
		L4	29,43 / 49,05	2,41 / 2,94	3,94 / 4,82
1,2 mm	parallel	L1	29,43 / 49,05	2,35 / 2,66	4,37 / 4,94
		L2	29,43 / 49,05	2,14 / 2,52	4,39 / 5,16
		L3	29,43 / 49,05	2,24 / 2,30	4,30 / 4,43
		L4	29,43 / 49,05	2,27 / 2,53	4,53 / 5,05

Das Diagramm in der Abbildung 38 stellt die Mittelweltergebnisse aus den Härteprüfungen der 5Y-TZP Keramikprüfkörper, die quer zur Farbschichtung gesägt wurden, in Abhängigkeit von der

Prüflast und der Schichtstärke graphisch dar. Hier zeigte sich, besonders bei den 0,4 mm Prüfkörpern, dass die Härtewerte von der kleinsten zur größten Prüflast stark auf und ab schwankten, im Mittel ist jedoch auch hier der Trend erkennbar, dass der Härtewert mit Zunahme der Krafteinwirkung auf die Keramik abnimmt.

KATANA™ UTML Diagramm der Härtewerte in Abhängigkeit zur Prüfkraft und zur Schichtstärke

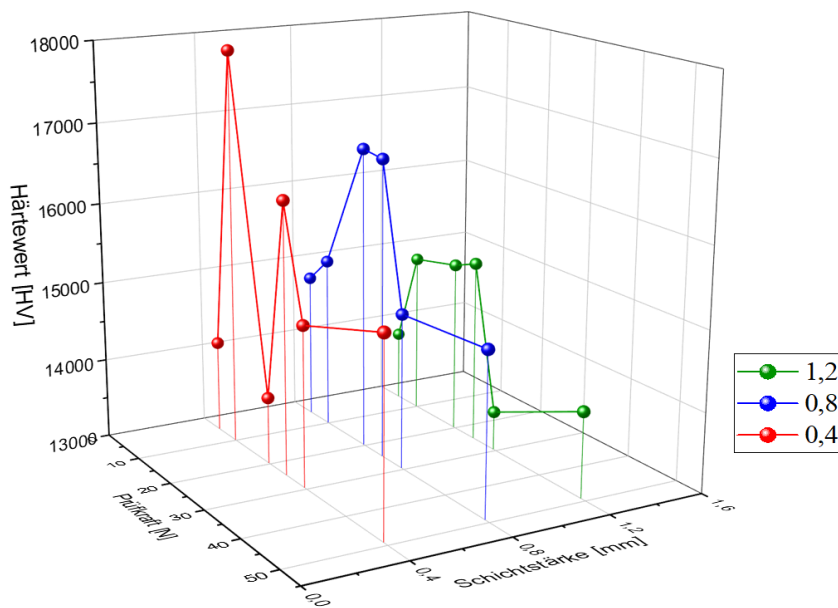


Abb. 38: Mittelwertergebnisse aus den Härteprüfungen der Ultra Translucent Multi Layered Keramik, die quer zur Farbschichtung gesägt wurde, in Abhängigkeit von der Prüfkraft und der Schichtstärke

5.3.5 Statistische Auswertung der kritischen Risszähigkeit für die Ultra Translucent Multi Layered (5Y-TZP) Keramik

In der Abbildung 39 werden die Mittelwerte der kritischen Risszähigkeiten aller UTML Prüfkörper nach einer Prüfkraft von 49,05 N in einem Boxplot-Diagramm zusammengefasst. Die quer zu den Farbschichten gesägten Prüfkörper erzielten dabei höhere Risszähigkeitswerte (3,77 – 4,46 MPa m^{1/2}) als die parallel gesägten Prüfkörper, die im Mittel zwischen 2,30 und 3,41 MPa m^{1/2} lagen.

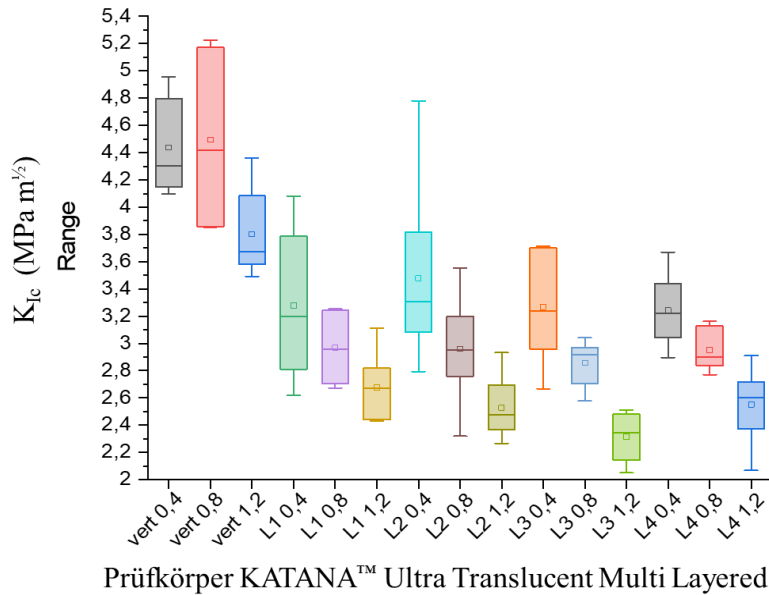


Abb. 39: Statistische Auswertung der Werte für die kritische Risszähigkeit der UTML Prüfkörper bei einer Prüfkraft von 49,05 N in einem Boxplot-Diagramm gegenübergestellt

Die Tabelle 21 zeigt die Ergebnispaaere der UTML Prüfkörper, die Signifikanzunterschiede aufwiesen. Nicht aufgelistete Ergebnispaaere zeigten keine statistische Signifikanz ($p > 0,05$).

Tab. 21: Statistische Auswertung der K_{Ic} -Werte der UTML Keramik, die die unterschiedlichen Signifikanzniveaus der Ergebnisse darstellt

Statistisches Signifikanzniveau (p)	Ultra Translucent Multi Layered - K_{Ic}
$p < 0,05$ * signifikant	1,2 mm quer – 0,8 mm quer 1,2 mm L1 – 0,4 mm L2
$p < 0,01$ ** sehr signifikant	1,2 mm L2 – 0,4 mm L2 1,2 mm L3 – 0,4 mm L1, L3, L4 1,2 mm L4 – 0,4 mm L2
$p < 0,001$ *** hoch signifikant	1,2 mm quer – 0,4 mm quer 1,2 mm L3 – 0,4 mm L2

5.4 Ergebnisse zum Festigkeitsverhalten von KATANA™ Gerüsten und vollanatomischen Kronen aus 3Y-TZP, 4Y-TZP und 5Y-TZP Keramik

Die Tabelle 22 zeigt die Ergebnisse aus der Druckfestigkeitsprüfung der ML, STML und UTML Gerüste und der vollanatomischen Kronen. Die höchste mittlere Druckfestigkeit unter den Gerüsten mit $786,18 \pm 157,08$ MPa sowie Weibullfestigkeit in Höhe von 854,44 MPa erzielte die 3Y-TZP Keramik (ML). Der kleinste Wert von $519,55 \pm 59,25$ MPa für die mittlere Druckfestigkeit bzw. 544,83 MPa für die Weibullfestigkeit wurde bei den 5Y-TZP (UTML) Gerüsten gemessen. Die 3Y-TZP Gerüste erreichten einen maximalen Kraft-Wert von $419,30 \pm 83,78$ N, gefolgt von den 4Y-TZP Gerüsten mit $365,00 \pm 42,10$ N und den kleinsten F_{\max} -Wert erzielten die 5Y-TZP Gerüste mit $277,10 \pm 31,60$ N.

Bei den vollanatomischen Kronen erreichte die 3Y-TZP Keramik die höchsten Druckfestigkeitswerte in jeder Schichtstärke. Mit $742,09 \pm 112,53$ MPa war die mittlere Druckfestigkeit der 0,4 mm ML Kronen fast doppelt so hoch wie die der STML ($449,89 \pm 70,10$) und UTML ($326,39 \pm 77,47$) Kronen gleicher Schichtstärke. Die STML (4Y-TZP) Kronen in 0,4 mm Schichtstärke erreichten ca. 30 % höhere Druckfestigkeitswerte als die UTML (5Y-TZP) Kronen gleicher Schichtstärke. Bei den Kronen in 0,8 mm Wandstärke war die Druckfestigkeit bei der 3Y-TZP Keramik im Mittel um 255 MPa höher als bei der 4Y-TZP Keramik, die wiederum eine um 295 MPa höhere Druckfestigkeit als die 5Y-TZP Keramik erreichte. Die mittleren Druckfestigkeiten der 1,2 mm STML ($1104,99 \pm 134,79$ MPa) und UTML ($1050,65 \pm 62,60$ MPa) Kronen unterschieden sich nur um ca. 50 MPa. Die 1,2 mm ML Kronen hingegen, zeigten ihnen gegenüber einen um ca. 60 % höheren Druckfestigkeitswert ($1737,08 \pm 145,17$ MPa). Bei den 1,2 mm 3Y-TZP Kronen, fand sich auch der höchste F_{\max} -Wert von $3794,71 \pm 317,13$ N. Der kleinste F_{\max} -Wert wurde bei den 5Y-TZP Kronen in 0,4 mm Schichtstärke mit $592,87 \pm 121,36$ N gemessen.

Tab. 22: MW-Ergebnisse aus der Druckprüfung (σ), der Weibull-Moduli (m), der Flächensumme (mm^2), der maximalen Kraft (F_{\max}) und der Druckfestigkeit (MPa, errechnet aus der Flächensumme) mit zugehörigen Standardabweichungen (StAbw) der Gerüste und vollanatomischen Kronen für die 3Y-TZP (ML), 4Y-TZP (STML) und 5Y-TZP (UTML) Keramiken

KATANA™ Gerüste Schichtstärke d [mm]	σ [MPa] MW ± StAbw	m	σ_m [MPa]	E-Modul (GPa) MW	Flächen- summe (mm^2) MW ± StAbw	Kraft F_{\max} (N) MW ± StAbw	Druck- festigkeit (s. Gl. 13) (MPa) MW ± StAbw
ML 0,4 mm (n=12)	786,18 ± 157,08	5,33	854,44	109,24	3,41 ± 1,51	419,30 ± 83,78	139,70 ± 49,82
STML 0,4 mm (n=12)	684,38 ± 78,93	10,05	718,90	128,85	2,50 ± 0,81	365,00 ± 42,10	155,16 ± 34,54
UTML 0,4 mm (n=10)	519,55 ± 59,25	10,31	544,83	85,67	1,71 ± 0,30	277,10 ± 31,60	164,59 ± 19,93
vollanatomische Kronen Schichtstärke d [mm]							
ML 0,4 mm (n=4)	742,09 ± 112,53	-/-	-/-	-/-	2,45 ± 0,38	1335,75 ± 202,55	547,31 ± 57,18
ML 0,8 mm (n=5)	1439,46 ± 198,93	-/-	-/-	-/-	4,15 ± 0,42	2591,04 ± 358,07	631,75 ± 127,90
ML 1,2 mm (n=5)	1737,08 ± 145,17	-/-	-/-	-/-	4,63 ± 0,62	3794,71 ± 317,13	829,99 ± 135,08
STML 0,4 mm (n=5)	449,89 ± 70,10	-/-	-/-	-/-	2,08 ± 0,35	809,80 ± 126,19	391,69 ± 54,09
STML 0,8 mm (n=5)	1184,17 ± 293,56	-/-	-/-	-/-	4,81 ± 0,70	2131,51 ± 528,41	444,34 ± 81,80
STML 1,2 mm (n=5)	1104,99 ± 134,79	-/-	-/-	-/-	3,80 ± 0,50	2529,23 ± 362,68	674,10 ± 135,42
UTML 0,4 mm (n=5)	326,39 ± 77,47	-/-	-/-	-/-	2,17 ± 0,36	592,87 ± 121,36	277,32 ± 62,72
UTML 0,8 mm (n=5)	888,89 ± 80,80	-/-	-/-	-/-	3,85 ± 0,59	1600,00 ± 145,44	420,17 ± 50,79
UTML 1,2 mm (n=5)	1050,65 ± 62,60	-/-	-/-	-/-	3,44 ± 0,34	2295,17 ± 136,75	669,29 ± 37,17

Das Diagramm in der Abbildung 40 zeigt die Weibullanalyse der Gerüste. Den kleinsten Weibull-Modul von 5,33 zeigten die ML Gerüste, die somit die größte Streuung der Messergebnisse zeigten. Die STML und UTML Gerüste zeigten ähnliche Weibull-Moduli von 10,05 (STML) und 10,31 (UTML), s. auch Tabelle 22.

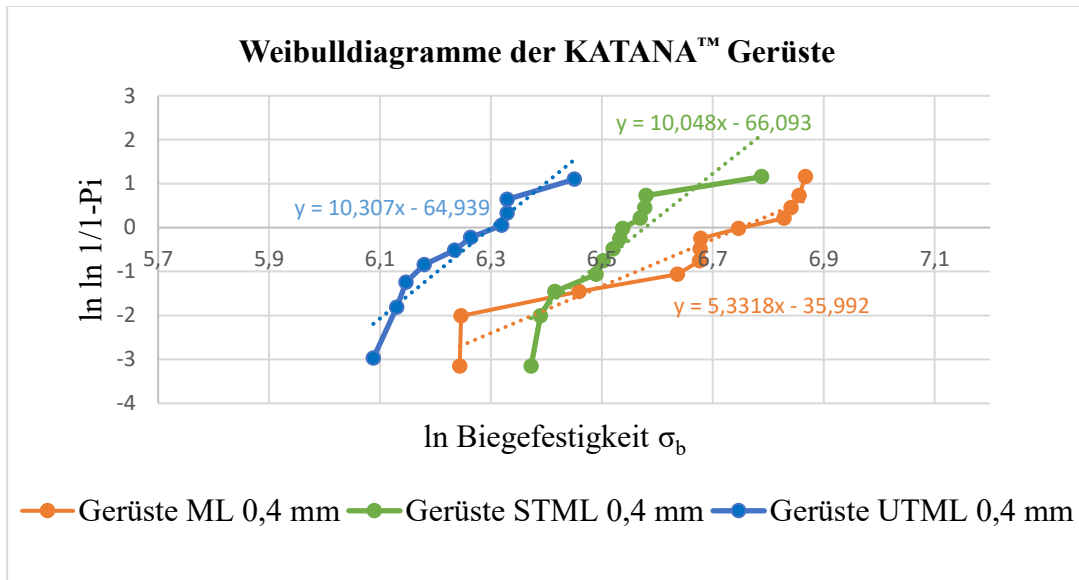


Abb. 40: Weibullanalyse der KATANA™ Gerüste in 0,4 mm Schichtstärke

5.4.1 Auswertung der Flächenmessung auf der FUJIFILM-Prescale™ Druckfolie

Die Mittelwerte der Flächensummen der KATANA™ Gerüste und vollanatomischen Kronen werden in der Tabelle 22 gegenübergestellt. Das Ausmessen der Flächensummen auf der Druckfolie ließ folgendes Verhältnis erkennen: Je höher die aufgewandte Kraft (F_{\max}), desto größer die Flächensumme. Die Abbildungen 41 und 42 zeigen beispielhaft die Eindrücke auf der FUJIFILM-Prescale™ Folie, die nach der Druckprüfung eines Gerüsts und einer Krone entstanden sind, sowie die dazugehörige Flächenmessung. In der Abbildung 42 ist oben links der Abdruck des mesiobukkalen Höckers zu sehen, rechts oben, der des distobukkalen, rechts unten, der des distopalatinalen und links unten, der des mesiopalatinalen Höckers.

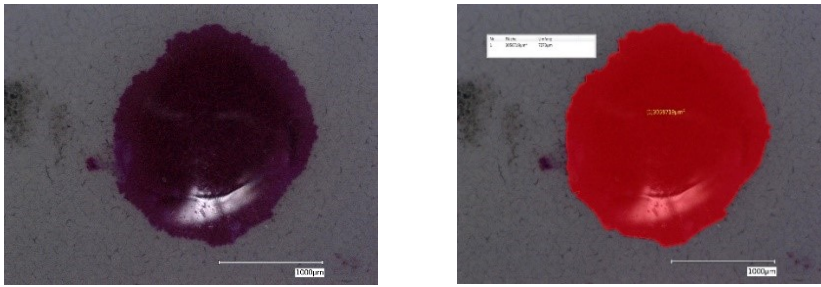


Abb. 41: KATANA™ Multi Layered Gerüst 0,4 mm Schichtstärke, Probe Nr. 12, Eindruck (links) und Flächenmessung (rechts), digitalmikroskopische Aufnahmen mit Keyence VHX-5000 bei 50-facher Vergrößerung

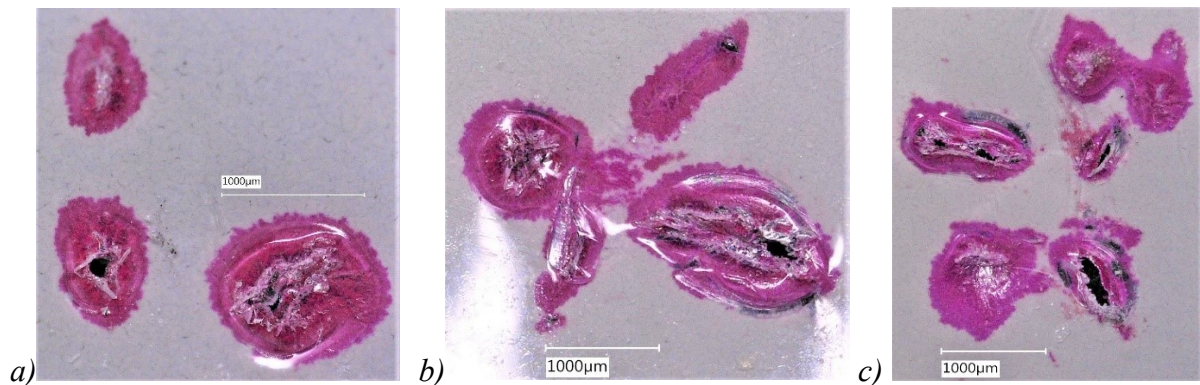


Abb. 42: a) KATANA™ Super Translucent Multi Layered (STML) Krone 0,4 mm Probe Nr. 2, Eindruck, b) STML Krone 0,8 mm Probe Nr. 4, Eindruck, c) STML Krone 1,2 mm Probe Nr. 4, Eindruck, digitalmikroskopische Aufnahmen mit Keyence VHX-5000 bei 50-facher Vergrößerung

Die unterschiedlichen Flächeneindrücke der Kronen in 0,4, 0,8 und 1,2 mm Schichtstärke sind auf die verschiedenen okklusalen Dimensionen zurückzuführen, zeigten aber für die drei Keramikarten in den jeweiligen Schichtstärken ein ähnliches Bild. Den kleinsten Flächenwert unter den Gerüsten lieferte die 5Y-TZP Keramik mit $1,71 \pm 0,30 \text{ mm}^2$ und unter den vollanatomischen Kronen die 4Y-TZP Keramik in 0,4 mm Schichtstärke mit $2,08 \text{ mm}^2$. Die größte Flächensumme bei den Gerüsten zeigte die 3Y-TZP Keramik mit $3,41 \pm 1,51 \text{ mm}^2$. Bei den vollanatomischen Kronen fand sich der größte Flächensummenwert von $4,81 \pm 0,70 \text{ mm}^2$ bei den 0,8 mm dicken 4Y-TZP Keramikkrone.

5.4.2 Druckfestigkeitswerte der KATANA™ Gerüste und vollanatomischen Kronen

Die aus der Flächensumme errechneten Druckfestigkeitswerte der Gerüste zeigten ein gegensätzliches Bild zu den Ergebnissen aus der Druckprüfung mit der Universalprüfmaschine Zwick Z010 (zur Berechnung der Druckfestigkeit s. Kap. 4.9.2 und Gleichung 13). Hier erreichte die 5Y-TZP Keramik (UTML) den größten Mittelwert von $164,59 \pm 19,93$ MPa, gefolgt von der 4Y-TZP Keramik (STML) mit $155,16 \pm 34,54$ MPa und der kleinste Mittelwert von $139,70 \pm 49,82$ MPa wurde bei der 3Y-TZP Keramik (ML) gemessen (s. Tab. 22). Bei Betrachtung der maximalen Kräfte bis zum Keramikbruch, ließ sich jedoch den Erwartungen entsprechend feststellen, dass die höchsten Mittelwerte ($419,30 \pm 83,78$ N) bei der 3Y-TZP Keramik anzutreffen waren, gefolgt von der 4Y-TZP Keramik ($365,00 \pm 42,10$ N) und die kleinsten Werte ($277,10 \pm 31,60$ N) von der 5Y-TZP Keramik erreicht wurden.

Bei den vollanatomischen Kronen nahmen die Druckfestigkeitsergebnisse die erwarteten Relationen wieder an. So erreichten die 3Y-TZP Keramikronen die höchsten Werte in allen Schichtstärken, gefolgt von den 4Y-TZP Kronen und die geringsten Festigkeitswerte waren bei den 5Y-TZP Kronen zu finden. Die Ergebnisse zeigten auch, dass eine höhere Schichtstärke mit höheren Druckfestigkeitswerten vergesellschaftet ist. Der höchste Mittelwert von $1737,08 \pm 145,17$ MPa wurde bei den 3Y-TZP Kronen in 1,2 mm Schichtstärke gemessen. Bei einer Reduktion der Schichtstärke auf 0,8 mm zeigten die ML Kronen immer noch eine mittlere Druckfestigkeit von $1439,46 \pm 198,93$ MPa. Reduzierte sich die Schichtstärke um weitere 0,4 mm, verringerte sich die Festigkeit um ca. 50 % auf nur noch $742,09 \pm 112,53$ MPa.

Die 1,2 mm Kronen der 4Y- und 5Y-TZP sowie die 0,8 mm Kronen der 4Y-TZP Keramik zeigten ähnliche Druckfestigkeitswerte (zwischen 1184,17 und 1050,65 MPa). Es folgten die 0,8 mm 5Y-TZP Kronen mit $888,89 \pm 80,80$ MPa und die 0,4 mm 3Y-TZP Kronen mit $742,09 \pm 112,53$ MPa. Die geringsten Druckfestigkeitswerte wurden bei den 4Y- und 5Y-TZP Kronen in 0,4 mm Schichtstärke gemessen, die $449,89 \pm 70,10$ MPa (4Y-TZP) und $326,39 \pm 77,47$ MPa (5Y-TZP) betragen. Vergleicht man jedoch die mit der Gleichung 11 errechneten Druckfestigkeitswerte mit denen, die durch die Flächensumme (Gl. 13) errechnet wurden, fällt auf, dass letztere um bis zu 50 % geringere Werte lieferten.

5.4.3 Ergebnis der Druckprüfung des PMMA-Stumpfes ohne Restauration

Die Druckprüfung des PMMA-Stumpfes ohne zementierte Keramikrestauration ergab einen E-Modul von 3 GPa nach Auswertung der Software (Zwick/Roell, testXpert® II Version 3.2, Zwick GmbH & Co. KG) der Universalprüfmaschine Zwick Z010. Damit liegt er unterhalb des Dentins (15-20 GPa) und des Zahnschmelzes (50-86 GPa) [50, 59]. Nach Vollendung der Druckprüfung, blieb ein deformierter, leicht gestauchter PMMA-Stumpf zurück, dessen Okklusalfäche nach bukkal verformt war.

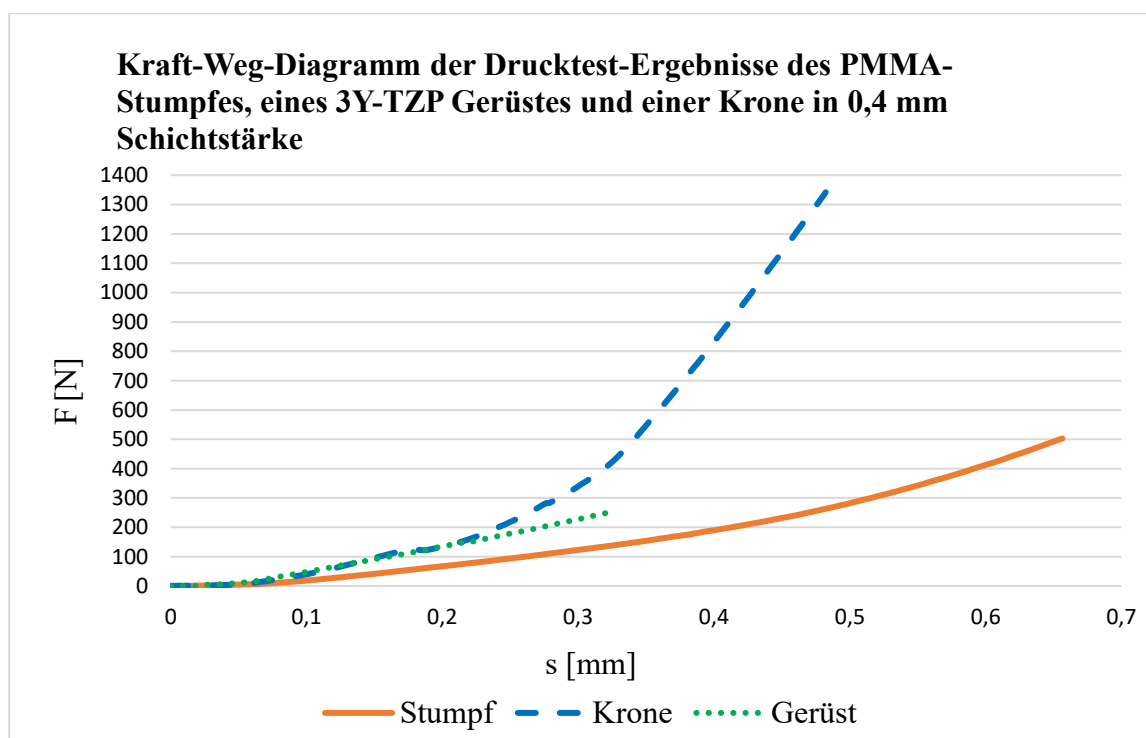


Abb. 43: Kraft-Weg-Diagramm aus der Druckfestigkeitsprüfung mit der Universalprüfmaschine Zwick Z010 des PMMA-Stumpfes, eines Multi Layered Gerüstes und einer vollanatomischen Multi Layered Krone in 0,4 mm Schichtstärke

Die Abbildung 43 zeigt beispielhaft für die Druckfestigkeitsprüfung der Gerüste und vollanatomischen Kronen, die Graphen der Druckprüfung des 3Y-TZP Gerüstes Probe 7 und der vollanatomischen 3Y-TZP Krone Probe 3 in 0,4 mm Schichtstärke, die mit RelyX™ Unicem 2 Automix, (3M Espe Deutschland GmbH, Neuss, Deutschland) auf den PMMA-Stümpfen zementiert wurden, sowie den Graphen aus der Druckprüfung des PMMA-Stumpfes ohne zementierte Keramikrestauration, gegenübergestellt in einem Kraft-Weg-Diagramm. Dabei zeigte der Stumpf allein (s. orangene Linie) einen flacheren Kurvenverlauf als die auf dem PMMA-Stumpf zementierten Gerüste (s. grüne gepunktete Linie) und einen wesentlich steileren Anstieg

bot der Graph für die Kronen (s. blaue gestrichelte Linie). Das bedeutet, dass die auf dem PMMA-Stumpf zementierten Kronen eine höhere Steifigkeit als die Gerüste aufwiesen.

5.4.4 Ergebnisse der Zementspaltmessung

Die in kaltpolymerisiertem transparentem Kunststoff (Technovit® 4004, Kulzer GmbH, Hanau, Deutschland) eingebettete und in bukkopalatinaler Richtung durchsägtte UTML-Krone, die mit RelyX™ Unicem 2 Automix (3M Espe Deutschland GmbH, Neuss, Deutschland) auf einem PMMA-Stumpf zementiert wurde, zeigte unter dem digitalen Mikroskop (VHX-5000, KEYENCE Deutschland GmbH) Zementspaltbreiten von minimal 35 µm (zervikal), über 156 µm (axial) bis maximal 289 µm (okklusal) bei einer eingestellten Zementspaltbreite von 100 µm (s. Kap. 4.11, Abb. 21). Damit wurde gezeigt, dass bei den Gerüsten und Kronen in dieser Arbeit, die für Vollkeramikrestorationen empfohlenen Zementspaltbreiten eingehalten wurden und die Werte vergleichbar mit Ergebnissen aus der Literatur sind [22, 52].

5.5 Auswertung der Bruchmuster

5.5.1 Bruchmuster der quer und parallel gesägten Prüfkörper

Die Bruchstückanalyse der Prüfkörper nach der Drei-Punkt-Biegeprüfung ergab drei verschiedene Bruchmuster egal, ob quer oder parallel zu den Farbschichten gesägt wurde oder ob es die ML, STML oder UTML Keramik war. Entweder brachen die Prüfkörper in der Mitte in zwei Teile (s. Abb. 44 a), oder es entstand sowohl ein mittiger Bruch mit einem (s. Abb. 44 b) als auch mit zwei Splittern (s. Abb. 44 c).

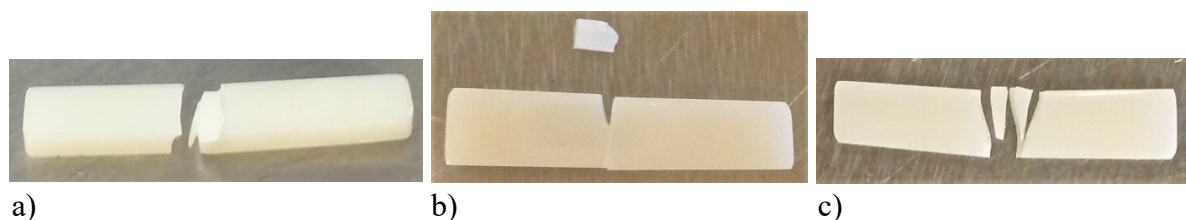


Abb. 44 (a-c): Digitale Aufnahmen gebrochener Keramikprüfkörper nach der Drei-Punkt-Biegeprüfung

Versuche zur Drei-Punkt-Biegeprüfung mit seitlicher Verschiebung des Druckstempels und dadurch seitliche Krafteinwirkung auf die Prüfkörper, haben gezeigt, dass sich die Festigkeit der Keramik um bis zu 32 % verringert und diese Prüfkörper nicht mittig, sondern an der Stelle der Krafteinwirkung brechen [14]. Ein mittiger Bruch der Prüfkörper gilt somit als Nachweis korrekt ausgeführter Versuchsbedingungen.

5.5.2 Bruchmuster der Gerüste und vollanatomischen Kronen

Gemessen wurde bei der Druckprüfung der Gerüste und vollanatomischen Kronen bis zum Aufkommen der ersten Fraktur, was durch ein leichtes „Knackgeräusch“ hörbar war und sich im Kurvenverlauf bei Aufzeichnung der Messung mit einem kleinen Krafteinbruch zeigte (s. Abb. 48 und 49 roter Pfeil). Die Gerüste frakturierten in drei Varianten: es zeigten sich zentral von der Okklusalfäche ausgehend vier bis fünf Risse, die Richtung zervikal liefen (s. Abb. 46 a und b). Von diesem Bruchmuster ausgehend, erfolgten Abplatzungen, entweder eines oder mehrerer (zwei bis vier) Bruchstücke (s. Abb. 45 a und b). Ein ähnliches Bruchverhalten wurde auch bei Zirkoniumdioxid-Gerüsten in der Masterarbeit von Finger [52] beschrieben.



Abb. 45 a)



Abb. 45 b)

Abb. 45: a) Gerüst nach Bruch (KATANA™ STML 0,4 mm Probe 6), b) Gerüst nach Bruch (KATANA™ STML 0,4 mm Probe 7), digitalmikroskopische Aufnahmen, Keyence VHX-5000 bei 20-facher Vergrößerung

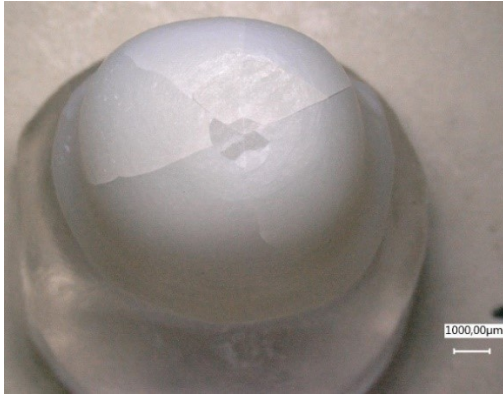


Abb. 46 a)

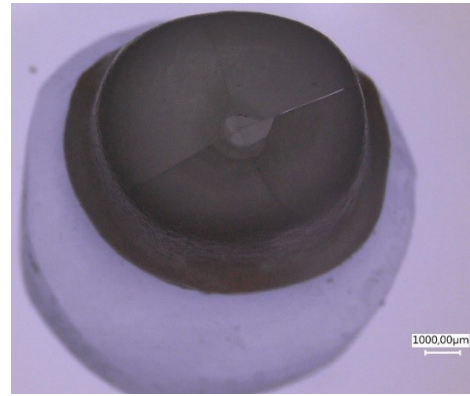


Abb. 46 b)

Abb. 46: a) Gerüst nach Bruch (KATANA™ STML 0,4 mm Probe 8, digitalmikroskopische Aufnahme, Keyence VHX-5000 bei 20-facher Vergrößerung), b) Gerüst nach Bruch (KATANA™ STML 0,4 mm Probe 11, digitalmikroskopische Aufnahme, Durchlicht, Keyence VHX-5000 bei 20-facher Vergrößerung)

Die vollanatomischen Kronen zeigten ein ähnliches Frakturverhalten wie die Gerüste: die Okklusalfäche um die zentrale Fissur wurde von der Prüfkugel eingedrückt und von ihr ausgehend erstreckten sich bis zu fünf Risse in Richtung Kronenrand (s. Abb. 47 a-f). Dabei kam es nicht immer zu Abplatzungen wie die Abbildungen 47 a und b zeigen. Dieses Bruchverhalten von Zirkoniumdioxid-Kronen wurde bereits in der Arbeit von Finger [52] und von Schriwer et al. [71] beschrieben. Im Rahmen ihrer Untersuchungen, entdeckten sie durch Zuhilfenahme eines Elektronenmikroskops und fraktographischer Analyse, den Entstehungsort des Kronenrisses im zervikalen Bereich. Genau dieses Rissmuster zeigten auch die vollanatomischen Kronen nach der Druckprüfung (s. Abb. 47 a). Des Weiteren konnte sogar von Schriwer et al. [71] ermittelt werden, dass der Riss von einem zervikalen Kronenrand über die Okklusalfäche zum anderen zervikalen Kronenrand der gegenüberliegenden Seite wanderte.

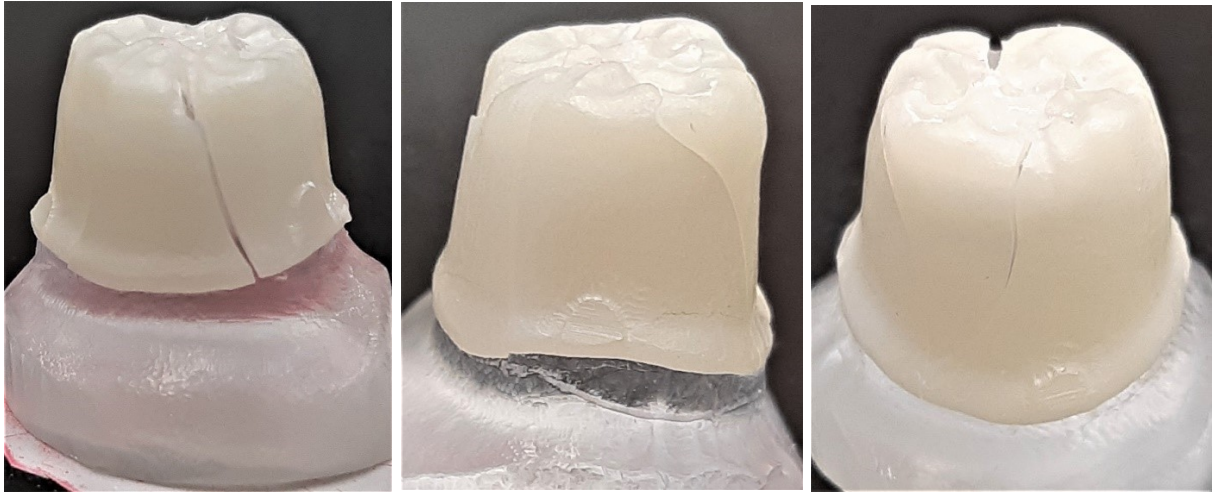


Abb. 47 a)

b)

c)



d)

e)

f)

Abb. 47: KATANA™ Kronen nach der Druckfestigkeitsprüfung, digitale Aufnahmen, a) linguale Ansicht, b) proximale Ansicht, c) bukkale Ansicht, d) bukkale Ansicht mit Abplatzungen, e) okklusale Aufsicht mit Abplatzungen, f) okklusale Aufsicht

Die Abbildung 48 zeigt, mit einem roten Pfeil markiert, beispielhaft für alle Gerüste, den Bruchpunkt des 3Y-TZP Gerüsts Probe 4 in einem Kraft-Weg-Diagramm.

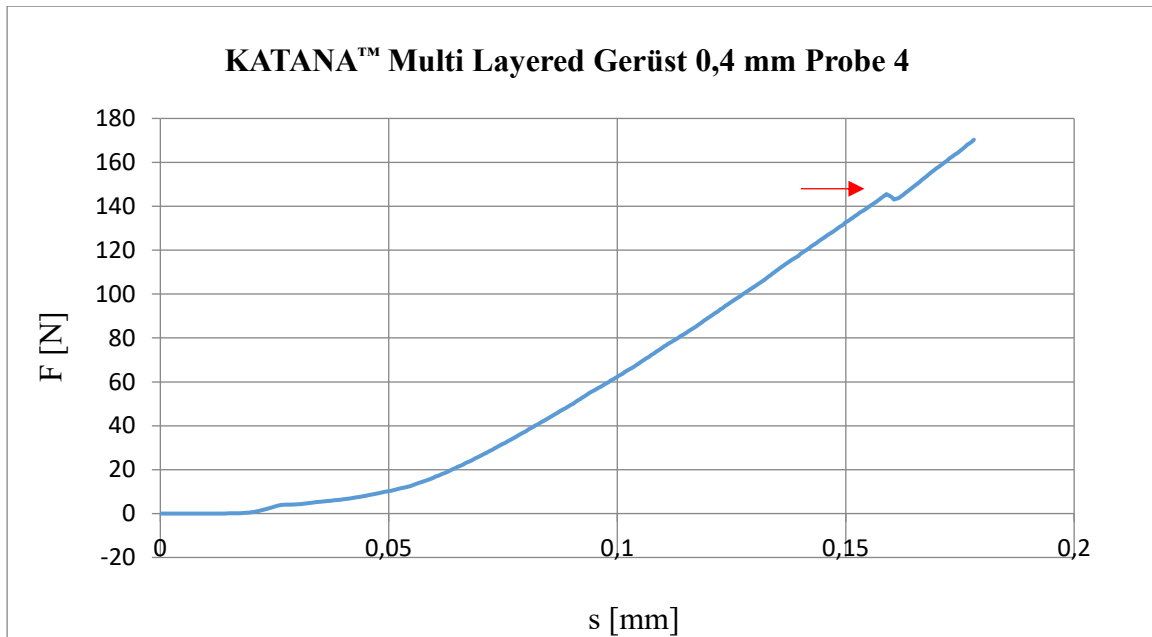


Abb. 48: Kraft-Weg-Diagramm des Multi Layered Gerüsts Probe 4 mit Anzeige des Bruchpunktes durch einen roten Pfeil markiert

Die Abbildung 49 zeigt, mit einem roten Pfeil markiert, beispielhaft für alle vollanatomischen Kronen, den Bruchpunkt der 3Y-TZP Krone Probe 3 in einem Kraft-Weg-Diagramm.

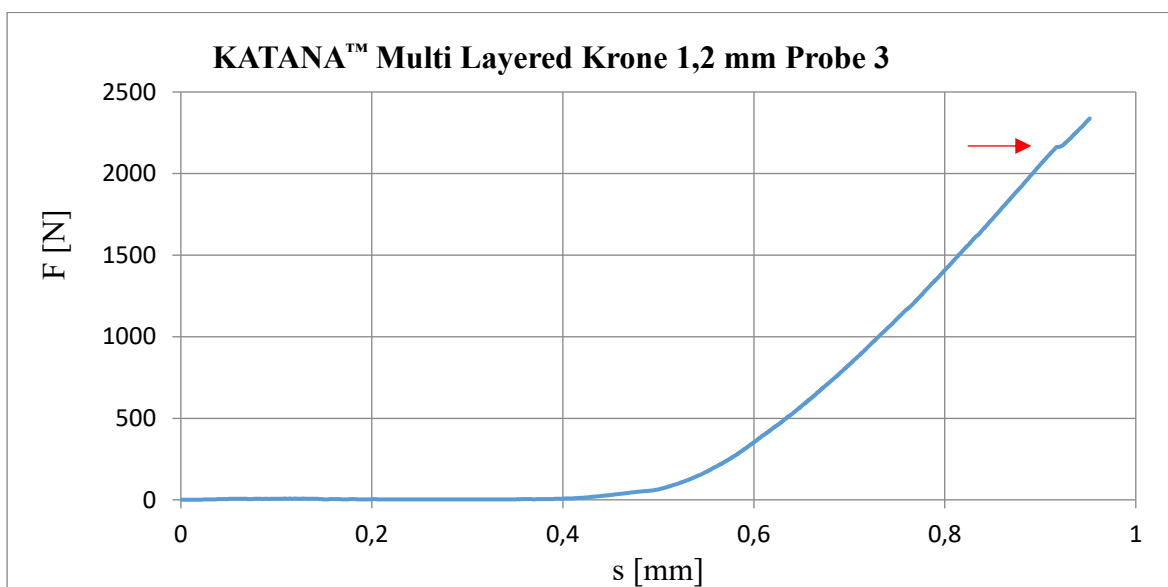


Abb. 49: Kraft-Weg-Diagramm der Multi Layered Krone 1,2 mm Probe 3 mit Anzeige des Bruchpunktes durch einen roten Pfeil markiert

5.6 Materialanalyse durch energiedispersive Elementanalyse (EDX) am Rasterelektronenmikroskop (REM)

Um die chemische Zusammensetzung und die physikalischen Werkstoffdaten der KATANA™ Keramiken genauer zu bestimmen bzw. mit denen des Herstellers zu vergleichen, wurde eine Analyse der Zusammensetzung der drei verschiedenen gesinterten KATANA™ Prüfkörper (ML, STML und UTML) mit Hilfe der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX-Analyse) am Rasterelektronenmikroskop (REM, Quantax 6, Bruker, Berlin, Deutschland) durchgeführt. Den gemessenen Zirkoniumdioxid- und Yttrium-III-oxid-Gehalt aus der Analyse zeigt die Tabelle 23. Die Resultate aus der Röntgenspektroskopie entsprachen den Ergebnissen aus Materialanalysen bereits vorhandener Studien über KATANA™ ML, STML und UTML [34, 55] und deckten sich auch mit den Herstellerangaben (s. 4.2 Tab. 4). Jedoch gibt der Hersteller nur einen Gesamtwert (> 98,0 Gew.-% $ZrO_2 + Y_2O_3$) von Zirkoniumdioxid und Yttriumtrioxid an, der durch die EDX-Analyse konkretisiert werden konnte.

Tab. 23: EDX-Analyse der gesinterten KATANA™ Prüfkörper (ML, STML und UTML)

KATANA™ Multi Layered	Element	Mittelwert Gewicht [%]	Mittelwert Atom [%]
	Zirkoniumdioxid (ZrO_2)	87,24	87,80
	Yttrium-III-oxid (Y_2O_3)	10,87	11,22
KATANA™ Super Translucent Multi Layered	Element	Mittelwert Gewicht [%]	Mittelwert Atom [%]
	Zirkoniumdioxid (ZrO_2)	86,00	85,68
	Yttrium-III-oxid (Y_2O_3)	14,00	14,32
KATANA™ Ultra Translucent Multi Layered	Element	Mittelwert Gewicht [%]	Mittelwert Atom [%]
	Zirkoniumdioxid (ZrO_2)	83,87	84,26
	Yttrium-III-oxid (Y_2O_3)	14,41	14,85

6. Diskussion

Im Folgenden werden die Ergebnisse der verschiedenen Prüfverfahren analysiert, gegenübergestellt und mit bereits bestehenden Werten aus der Literatur verglichen. Mögliche Fehlerquellen werden aufgezeigt und die Prüfmethodiken objektiv auf ihre Eignung hin diskutiert.

6.1 Probenherstellung

Das Sägen der Keramikprüfkörper, besonders derer in 0,4 mm Schichtstärke, stellte eine große Herausforderung dar. Kleinste Schwankungen des Sägeblattes führten zu Abrissen und Brüchen des Prüfkörpers beim Absägen vom Keramikblock. Diese Auswirkungen machten sich bei den Super und Ultra Translucent Multi Layered Keramiken (4Y- und 5Y-TZP) noch stärker bemerkbar als bei der Multi Layered Keramik (3Y-TZP).

6.2 Biegefestigkeit

6.2.1 Einflussnahme der Nachbehandlung der Prüfkörper auf die Biegefestigkeit

Nach dem Sägen erfolgte die Politur der Prüfkörper, die auf Grund der Fragilität, bedingt durch die Schichtstärke, in Kombination mit der geringen Größe, ebenfalls eine Schwierigkeit darstellte. Eine sorgfältige Politur ist unbedingt zu empfehlen, da Schleifdefekte und Bruchkanten, die beim Sägen der Prüfkörper erzeugt wurden, zum vorzeitigen Bruch der Keramik führen können. Oberflächliche Defekte reduzieren die Biegefestigkeit, indem der katastrophale Bruch früher Eintritt. Daher ist eine gleichmäßige Politur unerlässlich, um eine möglichst plane Oberfläche zu erzielen.

6.2.2 Prüfmethodik

Bei der Drei-Punkt-Biegeprüfung ist darauf zu achten, dass der Prüfstempel die Keramikprobe mittig trifft. Versuche dazu aus der Dissertation von Wirthwein [14] haben gezeigt, dass eine seitliche Verschiebung des Prüfstempels zu schnellerem Bruch, sprich zu geringerer Biegefestigkeit um bis zu 32 % führen kann. Kontrollieren lässt sich dies durch Betrachtung der Bruchstücke, die nach der Biegeprüfung, bei korrekter Platzierung, fast immer in zwei gleich große

Teile zerbrechen. Sollte ein Prüfkörper mal nicht mittig gebrochen sein, kann dies auch auf Defekte innerhalb der Keramikprobe zurückzuführen sein.

Es ist anzunehmen, dass eine abschließende Glasur bzw. ein Glanzbrand eine zusätzliche Verringerung der Defekte bewirkt, indem oberflächliche Defekte versiegelt werden. Auf diese Weise hätten möglicherweise noch höhere Biegefestigkeitswerte erreicht werden können. Da in dieser Arbeit aber grundsätzlich auf eine Glasur verzichtet wurde, hatten alle drei Keramiken die gleiche Ausgangssituation.

6.2.3 Vergleich der Biegefestigkeiten der quer zur Farbschichtung gesägten Prüfkörper

Bei zunächst alleiniger Betrachtung der maximal erreichten Biegefestigkeiten der vertikal gesägten Prüfkörper ist folgende Reihenfolge, wie in Tabelle 24 zusammengefasst, aufgetreten:

Tab. 24: Die maximal gemessenen Biegefestigkeiten (BFK_{\max}) der verschiedenen KATANA™ Keramiken und ihrer drei Schichtstärken der quer zu den Farbschichten gesägten Prüfkörper

Schichtstärke	ML BFK_{\max} [MPa]	STML BFK_{\max} [MPa]	UTML BFK_{\max} [MPa]
0,4	950,12	558,68	388,35
0,8	867,38	567,23	337,30
1,2	859,04	526,50	304,83

Wie zu erwarten war, zeigte die Multi Layered Keramik in 0,4 mm Schichtstärke mit 950,12 MPa den höchsten Biegefestigkeitswert der vertikal gesägten Prüfkörper. Die Tabelle 24 zeigt auch deutlich (bis auf eine Ausnahme bei STML 0,8 mm), dass die 0,4 mm dünnen Prüfkörper die höchsten Biegefestigkeiten innerhalb der eigenen Keramik-Gruppen (ML, STML und UTML) erzielten. Die zweithöchsten Biegefestigkeitswerte zeigten die Prüfkörper in 0,8 mm Schichtstärke und die geringsten Werte wurden bei den 1,2 mm dicken Prüfkörpern gemessen. Die Ergebnisse sprechen für die Weibull-Theorie [48], dass in dickeren Schichten, in einem größeren Volumen, die Wahrscheinlichkeit höher ist, dass es Defekte (Poren, Mikrorisse etc.) innerhalb der Keramik gibt, die eher zum fatalen Bruch der Prüfkörper führen.

Die Abbildung 50 zeigt die mittleren Biegefestigkeitswerte der quer zu den Farbschichten gesägten Prüfkörper in einem Diagramm gegenübergestellt.

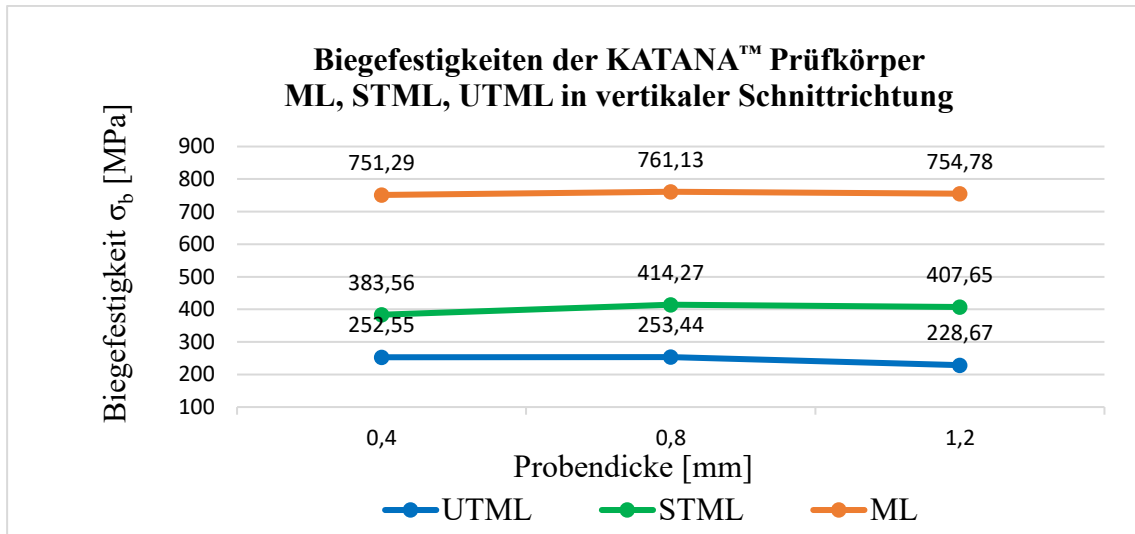


Abb. 50: Diagramm der mittleren Biegefestigkeiten von KATANA™ Multi Layered, Super Translucent und Ultra Translucent Multi Layered in den Schichtstärken 0,4 mm, 0,8 mm und 1,2 mm der Prüfkörper in Schnittrichtung quer zur Farbschichtung

Wenn man die Ergebnisse der mittleren Biegefestigkeiten der Schichtstärke 0,4 mm bis 1,2 mm einer jeden Keramikart in der Abbildung 50 miteinander vergleicht, kann man feststellen, dass sie mit ungefähr ± 30 MPa relativ nah beieinander lagen. Die statistische Auswertung der quer zu den Farbschichten gesägten Prüfkörper untereinander ergab daher auch keinerlei statistische Signifikanz. Besonders ist jedoch, dass sich bei allen drei Keramiken die höchste mittlere Biegefestigkeit bei einer Schichtstärke von 0,8 mm zeigte. Eine Erklärung dafür könnte ebenfalls an der Defektverteilung der Keramik liegen. In dickeren Schichten ist die Wahrscheinlichkeit höher, dass es mehr kritische Defekte innerhalb der Keramik gibt, denn ein größeres Volumen des Prüfkörpers hat einen relativen Anstieg an Poren innerhalb des Volumens zu verzeichnen [48]. Jede Pore schwächt die Keramik, indem Risse von ihr ausgehen können. Dass die höchsten Mittelwerte bei dieser Versuchsreihe nicht bei den 0,4 mm dünnen Prüfkörpern zu finden waren, kann seine Ursache in eventuell nicht ganz umfänglicher Politur haben. Wie schon unter 6.2.1 erwähnt, stellte sich die Politur der 0,4 mm dünnen Prüfkörper als äußerst schwierig heraus, da die Bruchgefahr sehr groß war. Anhand dieser Ergebnisse lässt sich eine Empfehlung für Schichtstärken ab 0,8 mm herleiten.

6.2.4 Vergleich der Biegefestigkeiten der quer und parallel zur Farbschichtung gesägten Prüfkörper miteinander

Die Ergebnisauswertung der Biegefestigkeitswerte der jeweiligen Schichten parallel zum Farbverlauf gesägter Prüfkörper ergab, dass bei den insgesamt neun Messgruppen (ML / STML / UTML in 0,4 mm; 0,8 mm; 1,2 mm) die höchsten Biegefestigkeitswerte in Layer 3 (viermal BFK_{max}) und Layer 4 (viermal BFK_{max}) und nur mit einer Ausnahme in Layer 2 (einmal BFK_{max}) vorkamen. Die Ergebnisverteilung bestätigt somit die Hypothese, dass die transluzenteren Schichten geringere Biegefestigkeiten aufweisen und liefert bereits eine Antwort auf die zu untersuchende Fragestellung, inwieweit die Farbschichtungen in den Fräsblöcken unterschiedliche mechanische Eigenschaften aufweisen. Diese Resultate lassen sich auch in vorherigen Arbeiten finden, deren Messergebnisse darlegten, je höher die Transluzenz der Keramik, desto geringer ist ihre Festigkeit [19, 32, 54, 55, 56].

Bei den mittleren Biegefestigkeiten lagen die Farbschichten (L1 - L4) einer jeweiligen Keramiksichtstärke jedoch sehr nah beieinander (s. Abb. 51 - 53), sodass man von keinem signifikanten Unterschied innerhalb der Schichten sprechen kann. Viel eindeutiger zeigen die Diagramme in den Abbildungen 51 bis 53 die unterschiedliche Verteilung der Biegefestigkeitswerte der drei Keramiken. Dabei werden die strukturellen Eigenschaften aufgedeckt und zeigen die 3Y-TZP Keramik (ML, rot) in ihrer Festigkeit weit vor der 4Y- und 5Y-TZP Keramik (STML, grün und UTML, blau). Die beiden letzteren lagen bei 0,4 mm Schichtstärke noch relativ nah beieinander. Je mehr die Schichtstärke zunahm, desto mehr zeigte sich die höhere Festigkeit der STML Keramik gegenüber der UTML Keramik.

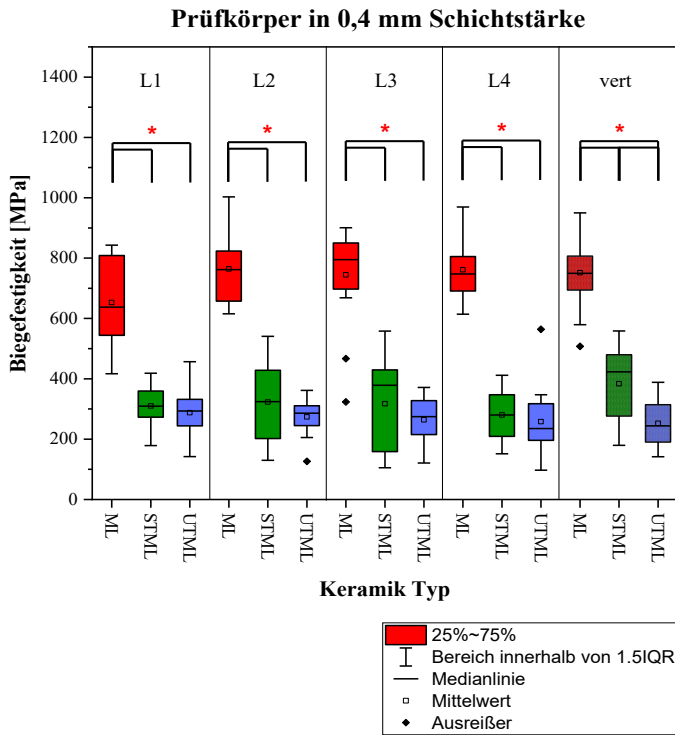


Abb. 51: Biegefestigkeiten aller 0,4 mm Prüfkörper quer und parallel zur Farbschichtung gesägt im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)

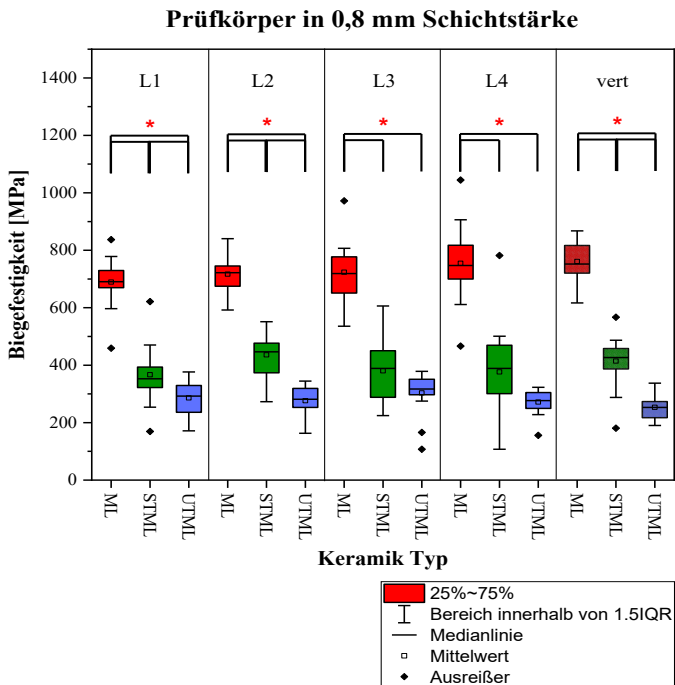


Abb. 52: Biegefestigkeiten aller 0,8 mm Prüfkörper quer und parallel zur Farbschichtung gesägt im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)

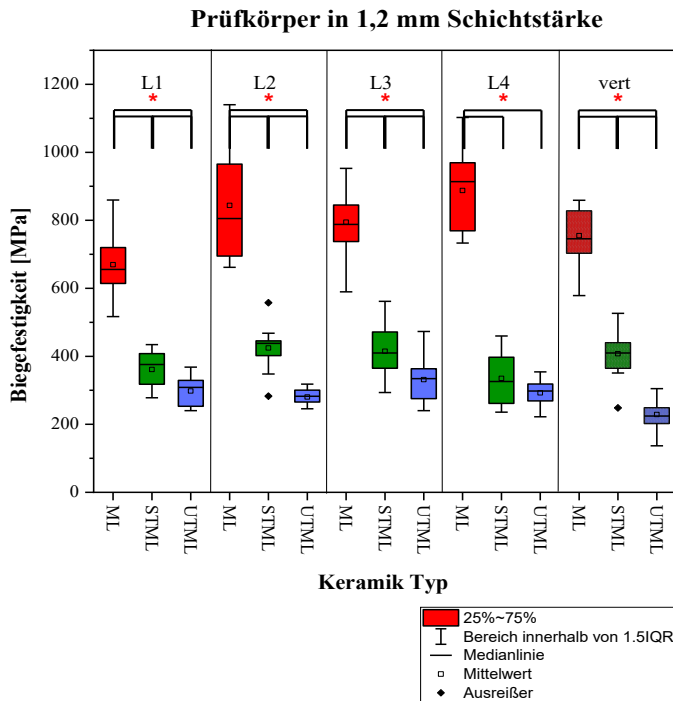


Abb. 53: Biegefestigkeiten aller 1,2 mm Prüfkörper quer und parallel zur Farbschichtung gesägt im Boxplot-Diagramm gegenübergestellt ($p < 0,05 = *$ signifikant)

Der höchste Biegefestigkeitswert unter den parallel gesägten Prüfkörpern war bei der 3Y-TZP Keramik in 1,2 mm Schichtstärke (1102,54 MPa) zu finden, bei der 4Y-TZP Keramik in der 0,8 mm Schichtstärke (781,76 MPa) und bei der 5Y-TZP Keramik sogar in der 0,4 mm Schichtstärke (564,06 MPa). Diese Ergebnisse sind vergleichbar mit Werten aus der Literatur [56, 57, 61]. Der Hersteller gibt für KATANA™ UTML eine Biegefestigkeit von 557 MPa, für STML 748 MPa und für ML 1125 MPa an. Getestet wurden dort Prüfkörper in den Maßen 40 mm x 4 mm x 3 mm im Drei-Punkt-Biegeversuch nach ISO-Norm 6872:2008 [55]. In einer anderen Studie von Kwon et al. [54] wurden für KATANA™ HT 1194 ± 111 MPa und für KATANA™ UTML 688 ± 159 MPa als Biegefestigkeitswerte erreicht. Dabei wurden im Drei-Punkt-Biegeversuch Prüfkörper ($n = 10$) mit den Dimensionen 25 mm \times 4 mm \times 2 mm getestet.

Bei Betrachtung der Ergebnisse aller Drei-Punkt-Biegeversuche in dieser Studie fiel auf, dass die Prüfkörper der 4Y- und 5Y-TZP Keramiken (KATANA™ STML und UTML) kleinere Weibull-Moduli zeigten, als die 3Y-TZP Keramik (KATANA™ ML). Das bedeutet größere Streuungen in den Ergebnissen (s. Tab. 11, 14, 18). Diese lassen sich auf die physikalischen Struktureigenschaften der 4Y- und 5Y-TZP Keramiken zurückführen. Anders als bei der 3Y-TZP Keramik kommt es bei Zugbelastung zu keiner Volumenzunahme durch einen $t \rightarrow m$

Modifikationswechsel der Zirkoniumdioxid-Körner und somit nicht zum Rissverschlussmechanismus. Die Keramiken haben einen höheren Anteil kubischer Kristalle, die auf Grund ihres größeren Volumens eine Verringerung der Biegebruchfestigkeit bewirken, was sich auch in den Ergebnissen widerspiegelt. Des Weiteren beobachtete man bei allen drei Keramiken mehr Ausreißer bei den Prüfkörpern in 0,4 und 0,8 mm Schichtstärke als bei den 1,2 mm Prüfkörpern. Aus diesem Grund sollte für die Praxis gelten, Schichtstärken für Zahnersatzrestaurationen nicht zu gering anzufertigen, um Misserfolge in Form von Keramikfrakturen zu vermeiden, selbst wenn der Hersteller, für zum Beispiel Veneers oder Frontzahnkronen, Mindestschichtstärken von 0,4 mm bzw. 0,8 mm angibt.

Im Vergleich zu Ergebnissen aus der Literatur von anderen auf dem Markt erhältlichen 3Y-TZP Keramiken und derer Biegefestigkeitswerte, die ca. 1000 MPa betragen und unter vergleichbaren Prüfmethode gewonnen wurden [5, 27, 51], lag die Multi Layered Keramik von KATANA™ mit 761 MPa als höchstem Mittelwert (bei 0,8 mm Schichtstärke der quer gesägten Prüfkörper) deutlich unterhalb des zu erwarteten Biegefestigkeitswertes. Als Beispiel seien hier die Studienergebnisse von Wang et al. [74] genannt, die Prüfkörper (17 mm x 2 mm x 1 mm) der Marke Cercon (Degudent GmbH, Hanau-Wolfgang, Deutschland) im Drei-Punkt-Biegeversuch testeten. Als Ergebnis erhielten sie eine mittlere Biegefestigkeit von 1074 MPa. Bei den parallel gesägten Prüfkörpern in dieser Arbeit wurden vereinzelt Werte über 1000 MPa gemessen, dennoch muss auf Grund der Seltenheit in der Prüfreihe von Ausreißern gesprochen werden (s. Abb. 22, 23). Die 4Y- und 5Y-TZP-Keramiken (KATANA™ STML und UTML) lagen in dieser Studie mit ihren mittleren Biegefestigkeitswerten ebenfalls unter dem in der Literatur angegebenen Bereich von 500 – 800 MPa [51, 56]. Biegefestigkeiten von 400 MPa entsprechen derer von Lithiumdisilikatkeramiken (z.B. Sirona CEREC-Blocs, e.max CAD) [5, 32, 51, 54]. Diese Tatsache muss zur Auswahl des Indikationsbereiches für die hochtransluzenten Keramiken berücksichtigt werden, wenn man keine prothetischen Misserfolge bei der Patientenversorgung riskieren möchte.

6.3 Kritische Risszähigkeit

Als zusätzlicher Faktor zur Indikationsbestimmung einer Dentalkeramik wird die kritische Risszähigkeit gewertet. Schon im Jahre 2001 haben Filser et al. [58] darauf hingewiesen, dass die Indikation für keramische Werkstoffe aus dem Verhältnis von kritischer Risszähigkeit zu Biegefestigkeit abgelesen werden kann. Technische Keramiken erreichen Risszähigkeitswerte von

1 - 20 MPa m^{1/2} im Vergleich zu Metallen, die Werte von 14 - 200 MPa m^{1/2} erreichen können [52]. In dieser Studie wurde zur Berechnung der kritischen Risszähigkeit die Gleichung nach Anstis modifiziert von Munz/Fett (s. Gl. 1) verwendet, da davon auszugehen war, dass für die transluzenten Zirkoniumdioxidkeramiken bereits bei niedrigen Härtewerten Risse beim Eindruck in die Keramikoberfläche entstünden. Vergleiche in der Anwendung der unterschiedlichen Gleichungen aus der Literatur haben gezeigt, dass genauere Risszähigkeitswerte mit den Gleichungen errechnet werden können, die die exakt nach Vickers berechneten Härtewerte statt einer gerundeten Härtewert-Konstanten und den E-Modul als Bestandteil enthalten (s. Gl. 1, 2, 3, 4, 5, 6) [14, 28]. Die Dissertation von Wirthwein [14] demonstrierte, dass unter Verwendung der genauen Vickershärte die Berechnungen nach Anstis und Anstis modifiziert von Munz/Fett zu nicht signifikant unterschiedlichen kritischen Risszähigkeitswerten führten. Die Gleichungen nach Niihara (s. Gl. 4 und 6) hingegen erzeugten, durch den Einsatz der gerundeten Härtewerte, zu hohe K_{Ic}-Werte und dadurch eine Überbewertung der Keramik. Die Gleichung von Anstis modifiziert von Munz/Fett ist rissmusterübergreifend und beinhaltet den aus der Härteprüfung gemessenen Härtewert sowie den E-Modul. Daher ist die Anwendung der Gleichung in dieser Arbeit sinnvoll.

Das Diagramm in der Abbildung 54 zeigt als untere K_{Ic}-Werte die mittleren kritischen Risszähigkeiten der quer gesägten ML, STML und UTML Prüfkörper in Abhängigkeit zur Biegefestigkeit und ihrer Schichtstärke, die mit der Formel nach Anstis modifiziert von Munz/Fett mit dem aus der Drei-Punkt-Biegeprüfung gemessenen E-Modul berechnet wurden. Die oberen Werte präsentieren die Ergebnisse für die kritische Risszähigkeit nach Einsetzen des tabellarischen E-Moduls für Zirkoniumdioxid in die Anstis-Gleichung. Dabei zeigte sich eine große Diskrepanz zwischen tatsächlich gemessenem E-Modul und Tabellenwert in der Berechnung der kritischen Risszähigkeit. Zum Beispiel herrschten bei der 3Y-TZP Keramik Unterschiede von bis zu 4 MPa m^{1/2}. Aus diesem Grund sollte der gemessene, hier kleinere Wert, der die realistischeren K_{Ic}-Werte wiedergibt, Verwendung finden. Dies ist im Einklang mit Studien von Evans und Charles [82] und Scherrer et al. [80], die ergaben, dass bei Verwendung des tabellarischen E-Moduls der K_{Ic}-Wert um 30 % variiert, wohingegen er unter Verwendung des tatsächlich gemessenen E-Moduls nur um 10 % abweicht.

Diagramm der K_{Ic} -Werte (obere mit E-Modul 210 GPa, untere mit gemessenem E-Modul) der quer gesägten Prüfkörper in Abhängigkeit zur Biegefestigkeit und zur Schichtstärke

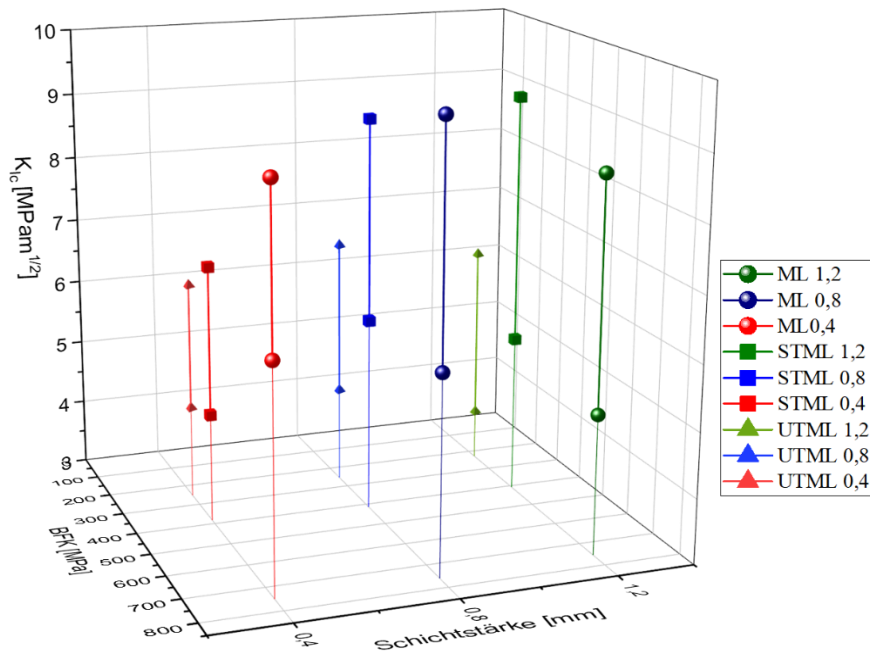
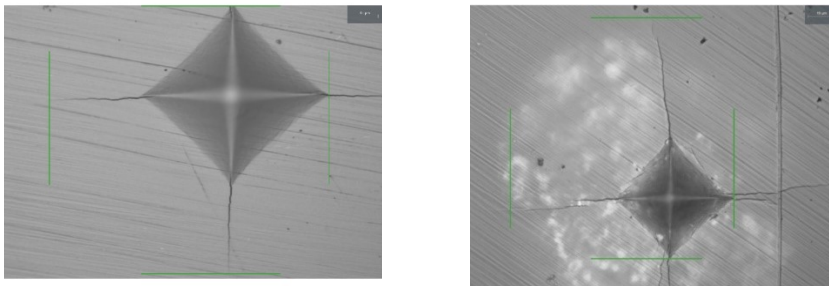


Abb. 54: Die Mittelwerte der kritischen Risszähigkeiten der ML, STML und UTML Prüfkörper, quer zur Farbschichtung gesägt, in Abhängigkeit zur Biegefestigkeit und ihrer Schichtstärke (untere K_{Ic} -Werte beinhalten den gemessenen E-Modul aus der Drei-Punkt-Biegeprüfung, obere K_{Ic} -Werte den tabellarisch festgelegten E-Modul für Zirkoniumdioxidkeramiken von 210 GPa)

Die Ergebniswerte der kritischen Risszähigkeiten unter Verwendung des E-Moduls von 210 GPa in dieser Studie sind vergleichbar mit Angaben aus der Literatur für Yttriumoxid-verstärkte Zirkoniumdioxidkeramiken. So untersuchten Harada et al. [72] in ihrer Arbeit die aufzuwendende Prüfkraft während der Vickers-Härteprüfung mit der Indenter-Technik einer 3Y-TZP-Keramik (Kavo Everest® Zirconium Soft, Kavo, Biberach, Germany, Prüfkörper: 2 mm [H] x 5 mm [B] x 25 mm [L]) und kamen zu ähnlichen Ergebnissen: K_{Ic} -Werte von $8,0 \pm 0,5 \text{ MPa m}^{1/2}$ (Prüfkraft 98 N), $7,1 \pm 0,5 \text{ MPa m}^{1/2}$ (Prüfkraft 196 N) und $6,8 \pm 0,2 \text{ MPa m}^{1/2}$ (Prüfkraft 294 N). Im Gegensatz zu dieser Studie, konnten bei Harada et al. keine Risse bei Prüflasten von 9,81 N bis 49,05 N erzeugt werden und machten den Einsatz höherer Lasten (ab 98 N) erforderlich. Zur Berechnung der kritischen Risszähigkeit fand bei ihnen die Formel nach Niihara ($K_{Ic} = 0,203 (c/a)^{-3/2} \text{ Ha}^{1/2}$) Anwendung [70]. Abert [28] verwendete in seiner Dissertation die Gleichung nach Anstis modifiziert von Munz/Fett (s. 4.3.2, Gl. 1), die auch in dieser Studie zum Einsatz kam. Sein Ergebnis für die mittlere kritische Risszähigkeit von $3,43 \pm 0,23 \text{ MPa m}^{1/2}$ (DC-Shrink, Bien-Air

DCS, Bienne, Schweiz, Prüfkörper: 42 mm [L] x 3 mm [B] x 1,5; 2,0; 2,5 mm [H]) war vergleichbar mit der mittleren kritischen Risszähigkeit der 5Y-TZP Keramik von $3,85 \text{ MPa m}^{1/2}$ dieser Arbeit, die zur Berechnung den im Drei-Punkt-Biegeversuch gemessenen E-Modul verwendete. Die 3Y- und 4Y-TZP Keramikprüfkörper erreichten weitaus höhere Werte mit einer mittleren kritischen Risszähigkeit von $5,46 \text{ MPa m}^{1/2}$ (KATANA™ ML) und $5,0 \text{ MPa m}^{1/2}$ (KATANA™ STML). Im Gegensatz zur oben genannten Studie von Harada et al. [72] wurden hier bei der Härtemessung mit der Indentermethode bereits vier Risse an den Ecken der Härteeindrücke bei 29,43 N und 49,05 N erzeugt. Anhand der niedrigen Prüflasten, die in dieser Arbeit zur Rissbildung führten, konnte davon ausgegangen werden, dass es sich um Palmqvist-Risse handelte [70]. Eine Bestätigung dieser Annahme lieferte das c/a -Verhältnis, Risslänge (c) zur halben Eindruckdiagonalen (a) der Härteeindrücke, allerdings nur für die ML und STML Keramiken, wo das c/a -Verhältnis bei ML zwischen minimal 2,25 und maximal 2,99 und bei STML zwischen 2,22 und 3,44 lag (s. auch Tab. 12 und 15). Bei der UTML Keramik betrug das minimale c/a -Verhältnis 2,97 und das maximale 3,82 (s. Tab. 19). Nach der Definition von Palmqvist würde es sich somit bei allen Rissen der parallel gesägten UTML (5Y-TZP) Prüfkörper, die mit einer Prüflast von 49,05 N generiert wurden, um Medianrisse handeln [68, 69]. Die Abbildungen 55 a) und b) zeigen die zwei, nach dem c/a -Verhältnis ermittelten, unterschiedlichen Rissmuster (a: Radialrisse, b: Medianrisse).



a)

b)

Abb. 55: Vickers-Härteeindrücke bei 49,05 N, a): ML 0,8 mm L1, b): UTML 0,8 mm L1

Theorien nach Quinn und Bradt [68] besagen, dass sich ursprünglich gebildete Palmqvist-Risse durch weiter fortschreitendes Risswachstum in Medianrisse umwandeln können. Liang et al. [81] diskutieren auch eine direkte Bildung der Medianrisse ausgehend von der Belastungszone unterhalb des Härteeindrucks. Ebenfalls obliegt der Klärung, ob sie während der Belastungsphase mit dem Indenter oder während der Entlastungsphase entstanden sind [28]. Als problematisch

erwies sich, dass nur oberflächliche Risse ausgemessen und Rissverläufe in der Tiefe nicht betrachtet werden konnten. Abert [28] beschreibt in seiner Arbeit verschiedene nicht zerstörende Messmethoden, mit denen man auch Rissstrukturen in der Tiefe auswerten kann, jedoch sind diese Messungen mit erheblichem Mehraufwand, zeitlich wie technisch, verbunden. Die genaue Rissmuster-Analyse in tieferen Strukturen, kann in nachfolgenden Arbeiten thematisiert werden, um die unterschiedlichen Risstypen und Rissverläufe zu verifizieren.

Schwierig ist nicht nur die Zuordnung der verschiedenen Rissmuster in Palmqvist- und mediane Risse, sondern auch die Vielzahl der veröffentlichten Rechenansätze der Indentermethode [28, 29, 80]. Die Verlässlichkeit der Indentermethode ist abhängig von der Wahl der Berechnungsart und ihrer Variablen. Das macht die Vergleichbarkeit der Risszähigkeitswerte aus der Literatur fast unmöglich. Es sollte nach einer einheitlichen Formel geforscht werden, die die K_{Ic} -Wert-Bestimmung vergleichbarer machen kann.

6.4 Vergleich der Biegefestigkeiten der KATANA™ Prüfkörper mit den Druckfestigkeiten der KATANA™ Gerüste und Kronen

Das Diagramm in der Abbildung 56 veranschaulicht wie sich die verschiedenen Keramiken während der Drei-Punkt-Biegeprüfung und Druckfestigkeitsprüfung verhielten. Die Multi Layered Keramik (3Y-TZP) erzielte in allen Kategorien (Gerüste, Kronen, Prüfkörper) die höchsten Messwerte, gefolgt von der Super Translucent Multi Layered Keramik (4Y-TZP) und die kleinsten Messwerte zeigte die Ultra Translucent Multi Layered Keramik (5Y-TZP).

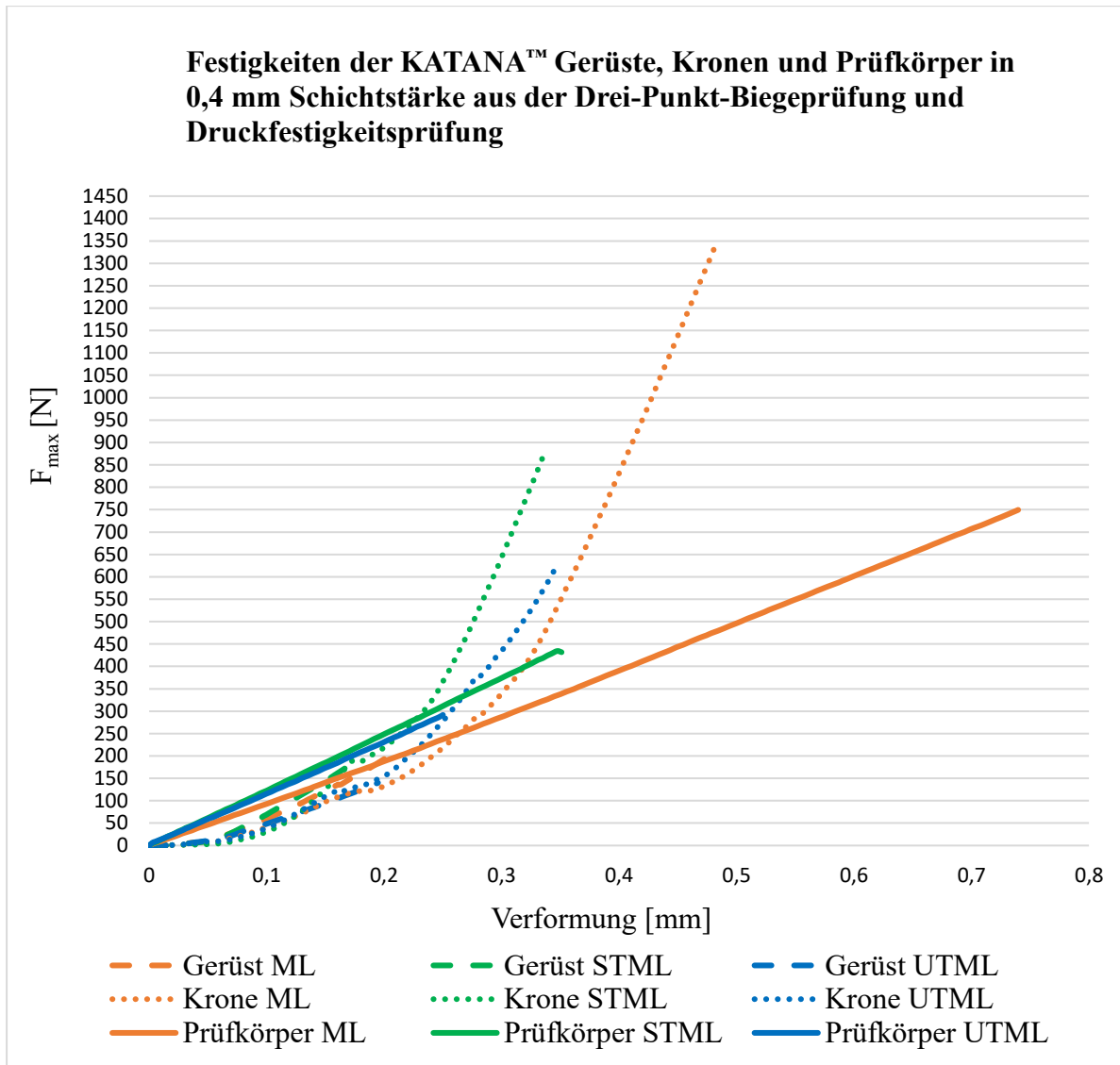


Abb. 56: Kraft-Weg-Diagramm der KATANA™ Multi Layered, Super Translucent Multi Layered und Ultra Translucent Multi Layered Prüfkörper, Gerüste und Kronen in 0,4 mm Schichtstärke vergleichend zusammen dargestellt

Wenn man sich die Graphen der Prüfkörper anschaut, fällt besonders auf, dass die Super Translucent Multi Layered Keramik nur noch ca. der halben Kraft (440 N) der Multi Layered Keramik (750 N) Stand halten konnte und ebenfalls ungefähr nach der Hälfte der Verformung (STML: 0,35 mm, ML: 0,75 mm) brach. Die STML und UTML Keramiken lagen enger beieinander, mit einer Differenz von ca. 150 Newton und einem Zehntelmillimeter mehr Verformung bis zum fatalen Bruch für die STML Keramik im Vergleich zur UTML Keramik. Anders als die proportionale Kurve der Prüfkörper, zeigten die Gerüste und Kronen einen eher exponentiellen Kurvenverlauf. Dies ist auf die Eigenelastizität des PMMA-Stumpfes zurückzuführen. Zu Beginn gab es einen flachen Anstieg (längerer Weg bei geringem

Kraftanstieg), weil der Stumpf unterhalb der Kronen und Gerüste einen Teil der Kraft mit abfing. Sobald die Kraft erreicht wurde, bei der sich der Stumpf nicht mehr Verformen konnte, nach ca. 0,1 mm, stieg die Kurve steiler an. Dieser steilere Kurvenverlauf stellt den eigentlichen Prüfbereich dar, in dem die Kraft bei Zurücklegen eines kürzeren Weges stärker ansteigt. Die Kraft-Weg-Diagramme dieser Arbeit sind vergleichbar mit denen aus der Masterarbeit von Finger [52]. Zu diskutieren bleibt, ob man den Wert der Eigenverformbarkeit des PMMA-Stumpfes hier von ca. 3 GPa [49] vom Ergebnis subtrahieren sollte. Mit dem Wissen, dass der Elastizitätsmodul von Dentin 15 GPa beträgt [50] und dieser Wert oberhalb des gemessenen Elastizitätsmoduls des Stumpfes liegt, wurde in dieser Arbeit darauf verzichtet. Ferner zeichneten sich kleine Setzungssprünge bei den Graphen der Kronen ab, was als Positionierung der Kugel in die zentrale Fossa der Kronen zu Beginn der Druckprüfung gewertet werden kann. Auf die Okklusalfächen der Gerüste und Kronen bezogen, handelt es sich bei der Druckprüfung der Kronen genauer genommen um eine Kombination aus Druck- und Zugversuch, wie die Abbildung 57 schematisch zeigt. Beim Auftreffen der Kugel in der zentralen Fossa der Kronen, positioniert sich die Kugel zunächst mittig in der Fossa, was den initial langsamen Kraftanstieg erklärt (s. Abb. 56). Ab einem Weg von 0,1 bis 0,2 mm Verformung erfolgte ein linearer Kraftanstieg, wobei zusätzlich zu dem Druck nach basal, eine Zugkraft auf die Kronenhöcker seitwärts ausgeübt wird und diese auseinanderzieht (s. Abb. 57). Als Resultat erhält man die Biegezugfestigkeit.

Wichtig war die Dreipunktstützung der Prüfkugel auf der Okklusalfäche der Kronen für eine sichere Platzierung während der Druckprüfung, so wie auch von Glävké [53] in seiner Dissertation gefordert, die in dieser Arbeit durch die Gestaltung der Okklusalfäche der Kronen zur Anwendung kam. Die Untersuchung der Kronen sollte möglichst realitätsnah durchgeführt werden, daher wurde versucht, die Okklusalfächen natürlich zu gestalten. Es sollte jedoch bei der Gestaltung der Kronen, nicht zu sehr von der Mindestschichtstärke abgewichen werden. So wurden in dieser Arbeit die axialen und marginalen Schichtstärken genau eingehalten, lediglich die okklusale Schicht verstärkt, um ein Höckerrelief zu erhalten. Nach Rottner [75] ist darauf zu achten, dass eine angemessene Kronen-Höckerrelation beachtet wird, damit durch zu lange Höcker eine zu hohe Biegezugkraft vermieden werden kann. Durch zu steile Höcker würden Scherkräfte an den Höckerabhängen zunehmen. Diese Anforderungen wurden ebenfalls in dieser Arbeit gewährleistet. Des Weiteren sorgt die idealisierte, okkusal flache Stumpfgeometrie für eine Reduktion innerer Spannungen zwischen Stumpf und Gerüst bzw. Krone, wie es sonst bei anatomischer Stumpfpräparation durch ein okklusales Höckerrelief eines Molaren der Fall wäre und sorgt somit für eine Erhöhung der Bruchfestigkeit.

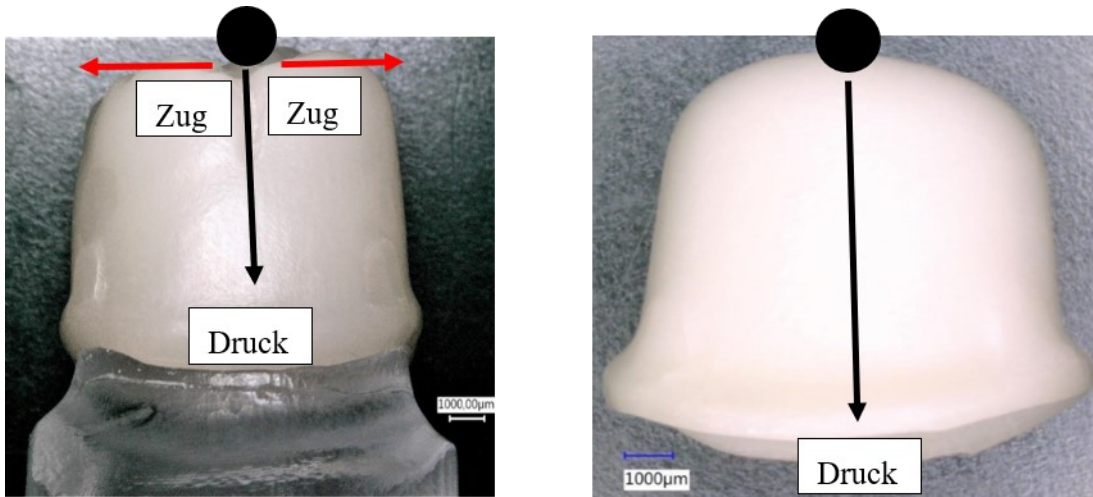


Abb. 57: Schematische Darstellungen des a) Biegezugversuchs während der Druckprüfung der KATANA™ Kronen und b) der Krafteinwirkung auf ein KATANA™ Gerüst während der Druckprüfung

6.5 Druckfestigkeiten der vollanatomischen Kronen und Gerüste

Studienergebnisse aus in vitro Tests verschiedener vollanatomischer Kronen und Gerüste aus 3Y-TZP Keramik zu Druckprüfungen mit der Universaltestmaschine Zwick, zeigten Mittelwerte von maximalen Kräften in Höhe von 4763 ± 431 N bis 6173 ± 996 N für die Kronen und 1828 ± 126 N bis 1848 ± 97 für die Gerüste [52]. Eine andere vergleichbare Studie lieferte für Kronen Werte von 1494 ± 381 N bis 1549 ± 454 N und für Gerüste Werte zwischen 992 ± 303 N und 1355 ± 315 N [53]. Dem ist hinzuzufügen, dass die Kronen Wandstärken von axial 0,4 – 1,0 mm und okklusal 0,6 – 2,0 mm und die Gerüste axial und okklusal 1,0 mm und 0,6 mm Wandstärken hatten. Diese Druckfestigkeitswerte sind mit den Ergebnissen der KATANA™ 3Y-TZP Keramikronen in den verschiedenen Schichtstärken durchaus vergleichbar. Hier wurden Werte von 1336 ± 203 N (0,4 mm), 2591 ± 358 N (0,8 mm) und 3795 ± 317 N (1,2 mm) erreicht (s. Tabelle 22). Bei den 3Y-TZP Gerüsten hingegen, zeigte sich in dieser Arbeit ein geringerer Mittelwert für die maximal erreichte Kraft von 419 ± 84 N und ist somit um ca. 50 % niedriger als der unterste F_{\max} -Wert der Gerüste aus der Studie von Gläвке [53], die 0,6 mm Schichtstärke hatten.

Die mittleren maximalen Kräfte der 4Y-TZP Keramikronen betragen 810 ± 126 N (0,4 mm), 2132 ± 528 N (0,8 mm), 2529 ± 363 N (1,2 mm), die der 5Y-TZP Kronen 593 ± 121 N (0,4 mm), 1600 ± 145 N (0,8 mm), 2295 ± 137 N (1,2 mm) und lagen damit deutlich unterhalb der Werte aus den Vergleichsstudien. Die STML und UTML Gerüste konnten mit 365 ± 42 N (STML) und 277 ± 32 N (UTML) nur noch ungefähr ein Drittel der mittleren maximalen Kraft der Gerüste aus der

Arbeit von Glävke (992 ± 303 N) erreichen. Nach Schwickerath und Coca [76] wurden für Zahnersatz Mindestanforderungen an die mechanische Festigkeit definiert, die im Frontzahnbereich eine Anfangsfestigkeit von 400 N und für den Seitenzahnbereich von 600 N erreichen muss. Weitere Studienergebnisse zur Kaubelastung im Molarenbereich betragen laut Prodingler-Glöckl [77] 700 N, nach Reitemeier [78] im Bereich des ersten Molaren 150-250 N bis hin zu 500 - 1000 N beim Knirschen oder Pressen und laut Kern et al. [79] 800 – 900 N. Bezogen auf die oben genannten Festigkeitswerte der KATANA™ Kronen, können sie den Kaukräften Stand halten und den Anforderungen gerecht werden.

6.6 Flächenmessung auf der FUJIFILM-Prescale™ Druckfolie zur Bestimmung der Druckfestigkeit der Gerüste und vollanatomischen Kronen

Dieser Teil der Versuchsanordnung führte nicht zu den erwarteten Ergebnissen. Wie in der Studie von Finger [52], sollten die Flächenmessungen auf der FUJIFILM-Prescale™ Druckfolie zur Berechnung der Druckfestigkeit der Gerüste und Kronen führen. Bei den Gerüsten führten diese Berechnungen jedoch zu falschen Ergebnissen. Es wurden mittlere Druckfestigkeiten von $139,70 \pm 49,82$ MPa (3Y-TZP), $155,16 \pm 34,54$ MPa (4Y-TZP) und $164,59 \pm 19,93$ MPa (5Y-TZP) anhand der Flächenabdrücke errechnet. Eine Erklärung dafür mag sein, dass die Bruchstücke der Gerüste im Moment des Versagens der Keramik, mit nach oben gerichteter Kraft, sich an die Basis der Prüfkugel bewegen, die Druckfolie so an die Kugel gebogen wurde und auf diese Weise größere Flächenabdrücke entstanden sein können. Außerdem wurden Risse in den Folien erzeugt, die möglicherweise als die entscheidenden Kontaktflächen für die Spannungsbewertung hätten genutzt werden sollen. Das Ziel, auf diese Weise die Kontaktfläche direkt zu bestimmen und einen vergleichbaren Wert für die Festigkeit zu ermitteln, ist so nicht erreicht worden. Hier würde als Vorschlag für die nächste Arbeit dienen, in weiteren Versuchen die Folie im Verlaufe der Belastung schrittweise zu ersetzen, die Prüfung also zu unterbrechen und die Kraft schrittweise, bis zum Bruch, zu erhöhen.

6.7 Vergleich der charakteristischen Weibullfestigkeiten und der Weibull-Moduli der KATANA™ Prüfkörper mit den KATANA™ Gerüsten

Um eine Aussage über die Festigkeiten der Keramiken treffen zu können, wurde die Weibullanalyse und die Bestimmung der charakteristischen Weibullfestigkeit durchgeführt. Hier

werden jetzt nur die Prüfkörper, die quer zur Farbschichtung gesägt wurden und die Gerüste miteinander verglichen. Aus der Weibulldarstellung in Abb. 58 geht hervor, dass die 3Y-TZP Keramik die weitaus höchste Zuverlässigkeit und Weibullfestigkeit bei den Prüfkörpern aufwies. Hinzu kommt, je höher die Schichtstärke, desto höher der Weibull-Modul. So zeigten sie Weibull-Moduli von $m = 8,5$ (0,4 mm), $m = 13,6$ (0,8 mm) und $m = 11,5$ (1,2 mm). Die Weibull-Moduli der STML und UTML Keramiken lagen zwischen $m = 3,2$ (STML 0,4 mm) und $m = 7,3$ (UTML 0,8 mm). Bei den Gerüsten hingegen, erzielten die STML und UTML Keramiken einen ähnlichen Weibull-Modul von $m = 10,0$ (STML) und $m = 10,3$ (UTML), wobei die ML Gerüste nur einen Weibull-Modul von $m = 5,3$ aufwiesen. Vergleicht man die Weibullfestigkeiten der 0,4 mm Prüfkörper mit den Gerüsten, die ebenfalls eine Wandstärke von 0,4 mm hatten, zeigten sich deutlich höhere Werte bei den Gerüsten. So betrug die Weibullfestigkeit für die ML Keramik Prüfkörper 796 MPa und 854 MPa für die ML Gerüste. Bei der STML Keramik frakturierten 63,2 % der Prüfkörper bei 431 MPa und die Gerüste bei 719 MPa. Die UTML Keramik zeigte die geringsten Festigkeitswerte mit einer Versagenswahrscheinlichkeit von 63,2 % der Prüfkörper bei 279 MPa und der Gerüste bei 545 MPa (s. Tab. 22).

Das Diagramm in der Abbildung 58 macht deutlich, dass der Weibull-Modul unabhängig vom Material bei einer Schichtstärke größer als 0,4 mm signifikant ansteigt und somit die Sicherheit für die Keramikrestorationen höher wird, da die Defektverteilung einheitlicher wird. Das bedeutet, dass bei Schichtstärken unter 0,8 mm das Risiko relativ hoch ist, eine Keramikrestauration herzustellen, die in Folge eher frakturiert. So lässt sich anhand der Versuchsergebnisse aus der Prüfkörpertestung schlussfolgern, dass für diese Keramiken Mindestschichtstärken von 0,8 mm zu empfehlen sind.

Weibulldiagramme der KATANA™ Prüfkörper quer zur Farbschichtung gesägt und der Gerüste in 0,4 mm Schichtstärke

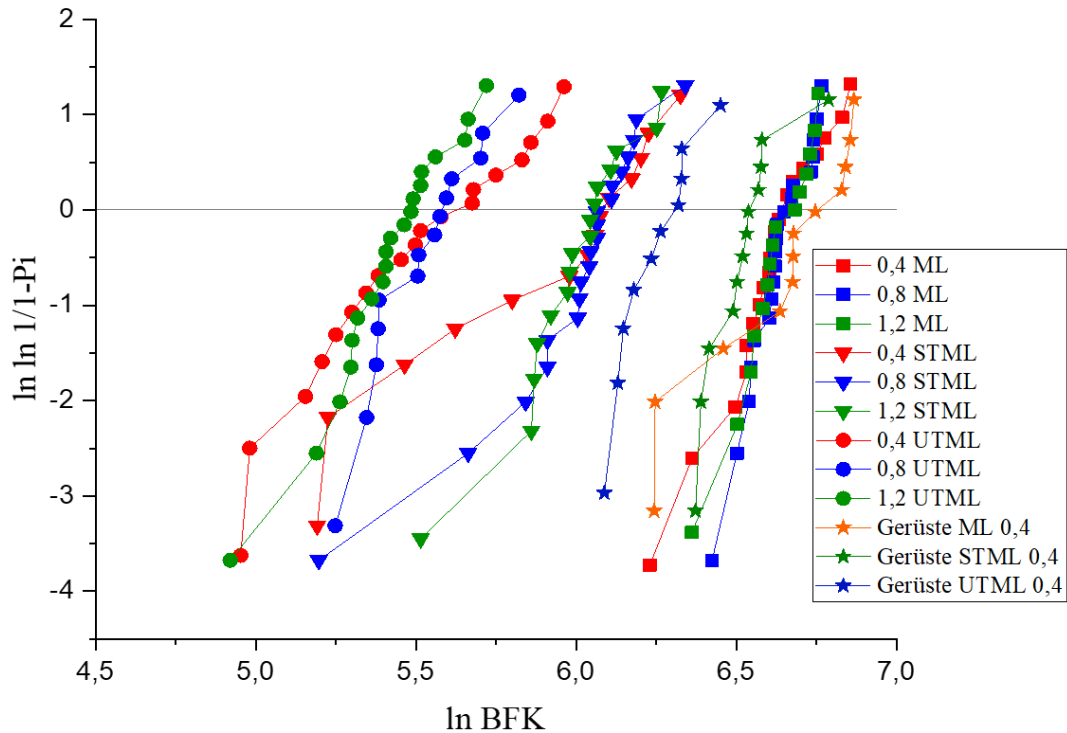


Abb. 58: Zusammenfassung der Weibulldiagramme aller vertikal gesägter KATANA™ Prüfkörper und Gerüste in 0,4 mm Schichtstärke

Die relativ hohen Weibull-Moduli der Gerüste in 0,4 mm Schichtstärke (s. Abb. 58) sprechen für erstaunlich gute Eigenschaften, sodass sich bei derartigen Geometrien bearbeitungsbedingte Fehler weniger fatal auf die Festigkeit auszuwirken scheinen und demzufolge ab 0,4 mm Schichtstärke gearbeitet werden kann.

Die in der Studie ermittelten Biege- und Bruchfestigkeiten stellen nur die Anfangsfestigkeiten der Keramiken dar. Sie repräsentieren keine Langzeitwerte. Nach Schwickerath und Coca [76] beträgt die Dauerfestigkeit nur etwa 60 % der Anfangsfestigkeit. Um den Einfluss künstlicher Alterung zu untersuchen, sollten für nachfolgende Studien Tests im Kausimulator und Thermocycling (Temperaturwechselfbäder) zur Untersuchung der Low-Temperature-Degradation erfolgen.

7. Zusammenfassung

Ziel dieser Arbeit war die Validierung von Mindestschichtstärken (okklusal, axial, marginal) der Zirkonoxidkeramik KATANA™ Multi Layered (3Y-TZP), Super Translucent Multi Layered (4Y-TZP) und Ultra Translucent Multi Layered (5Y-TZP) unter Berücksichtigung ihres Yttriumoxidgehaltes und ihrer Transluzenz für den Einsatz substanzschonender Präparation. Dafür wurden zunächst aus den vorgesinterten Zirkoniumdioxid-Ronden je 15 Prüfkörper in den Schichtstärken 0,4 mm, 0,8 mm und 1,2 mm (x 2,4 mm [B] x 12,0 mm [L]) hergestellt. Um zu überprüfen, ob sich die Farbschichten in ihren Festigkeiten auf Grund der unterschiedlichen Zusammensetzung unterscheiden, wurden die Keramikprüfkörper parallel und quer zu den Farbschichten der Keramikronden gesägt. Im Anschluss wurden mit der Universalprüfmaschine Zwick Z010 im Drei-Punkt-Biegeversuch die Biegefestigkeit, der E-Modul, der Weibull-Modul und die charakteristische Weibull-Festigkeit bestimmt. Mit dem Mikro-Härteprüfer Qness wurden Vickers-Härteeindrücke gesetzt und anschließend anhand der Eindruckdiagonalen und der Risslängen mit der Gleichung nach Anstis modifiziert von Munz/Fett die kritische Risszähigkeit (K_{Ic} -Wert) sowie die Art der Risse ermittelt. In einer zweiten Versuchsreihe wurden aus den drei verschiedenen Keramikarten je 15 Gerüste und 5 vollanatomische Kronen in den entsprechenden Schichtstärken hergestellt, auf PMMA-Stümpfe mit RelyX™ Unicem 2 Automix zementiert und auf ihre Druckfestigkeit geprüft. Am Ende wurden die Ergebnisse der Gerüste und Kronen denen der Prüfkörper gegenübergestellt.

Die Versuchsergebnisse aus der Biegeprüfung der quer und parallel gesägten Prüfkörper ergaben ähnliche Werte für die mittlere Biegefestigkeit, sodass keine statistisch signifikanten Unterschiede zwischen den quer und parallel zu den Farbschichten gesägten Prüfkörpern bestanden. Die statistische Auswertung ergab außerdem, dass sich die verschiedenen Schichten (L1 – L4) innerhalb der Schichtstärken auch nicht signifikant in der Biegefestigkeit unterscheiden. Für die Praxis relevanter sind allerdings die quer gesägten Prüfkörper, da Kronen und Brücken bei ihrer Herstellung in dieser Position aus dem Keramikblock gefräst werden. Die höchsten mittleren Biegefestigkeiten unter den quer gesägten Prüfkörpern traten immer in den 0,8 mm dicken Schichtstärken auf: bei der 3Y-TZP Keramik (ML) mit $761,13 \text{ MPa} \pm 67,35 \text{ StAbw}$, gefolgt von der 4Y-TZP Keramik (STML) mit $414,27 \text{ MPa} \pm 80,41 \text{ StAbw}$ und schließlich bei der 5Y-TZP Keramik (UTML) in Höhe von $253,44 \text{ MPa} \pm 41,32 \text{ StAbw}$. Der E-Modul zeigte einen Wert von $86,7 \text{ GPa}$ bei der ML Keramik und den größten Weibull-Modul von $13,56$, somit die geringste Streuung der Ergebnisse. Der E-Modul der STML Keramik Prüfkörper lag bei $96,1 \text{ GPa}$ und der Weibull-Modul bei $4,93$. Bei der UTML Keramik betrug der E-Modul $94,7 \text{ GPa}$ und der Weibull-

Modul 7,32. Bei Betrachtung der Weibullanalysen aller Prüfkörper zeigten sich höhere Weibull-Moduli ab einer Schichtstärke von 0,8 mm. Da die Zuverlässigkeit der Keramiken mit der Größe des Weibull-Moduls steigt, ist dieser ein unverzichtbarer Parameter, wenn es um die Beurteilung von Dentalkeramiken geht.

Die kritische Risszähigkeit (K_{Ic} -Wert) betrug bei einer Prüflast von 29,43 N im Mittel 5,04 MPa $m^{1/2}$ (ML), 4,64 MPa $m^{1/2}$ (STML) und 3,49 MPa $m^{1/2}$ (UTML) bei den vertikal gesägten Prüfkörpern und lag somit deutlich unter den in der Literatur angegebenen Werten für Zirkoniumdioxid von 7-10 MPa $m^{1/2}$ [28, 76]. Der Vergleich der deutlich höheren K_{Ic} -Werte, die unter Verwendung des tabellarischen E-Moduls für Zirkoniumdioxidkeramiken (210 GPa) errechnet wurden, zu den aus der Biegeprüfung erhaltenen E-Moduli, führt zum Aussprechen der Empfehlung, dass der E-Modul für die Berechnung des K_{Ic} -Wertes aus den Biegetests entnommen werden sollte. Hinzu kommt, dass bei aller kritischen Betrachtung der K_{Ic} -Berechnung auf Sicherheit gegangen werden sollte. Die so erhaltenen kleineren K_{Ic} -Werte haben Einfluss auf die Indikation der Keramiken, stellen aber dabei den Sicherheitsaspekt in den Vordergrund. Die einfache, reproduzierbare und materialsparende Durchführung der Indentermethode bietet zudem jedem die Möglichkeit der Prüfung.

Bei den Ergebnissen aus der Druckfestigkeitsprüfung der vollanatomischen Kronen und Gerüste stellte sich heraus, dass die Zirkoniumdioxidkeramiken mit einem höheren Yttriumoxidgehalt (4Y- und 5Y-TZP Keramiken) um 50 - 75 % geringere Festigkeitswerte aufwiesen als die opakere Zirkoniumdioxidkeramiken mit 3 Mol% Yttriumoxid-Dotierung und weniger. Sowohl die Gerüste als auch die vollanatomischen Kronen erreichten im Vergleich zu den Prüfkörpern bei einer Schichtstärke von 0,4 mm bedeutend höhere Festigkeitswerte. Die mittlere maximale Kraft der 3Y-TZP Kronen betrug 1335,75 N \pm 202,55 StAbw, die der 4Y-TZP Kronen 809,80 N \pm 126,19 StAbw und die der 5Y-TZP Kronen betrug 592,87 N \pm 121,36. Des Weiteren zeigten die Gerüste auch höhere Weibull-Moduli als die Prüfkörper. Das macht deutlich, dass sich bei derartigen Geometrien bearbeitungsbedingte Fehler weniger fatal auswirken. Anhand der Ergebnisse dieser Arbeit lässt sich für KATANA™ ML, STML und UTML Keramiken eine Empfehlung für Schichtstärken ab 0,8 mm herleiten. Mit den transluzenten Zirkoniumdioxidkeramiken ist substanzschonendes Präparieren unter Beachtung der Indikationsbereiche durchaus möglich. Auf diese Weise sind ästhetische, biologisch verträgliche Zahnersatzversorgungen im Sinne des Patientenwohles herstellbar. Auf Grund der noch geringen Datenlage zu den hochtransluzenten Zirkoniumdioxidkeramiken, sollten zusätzliche Studien zur Materialforschung sowie in vivo

Studien erfolgen, um die Materialeigenschaften weiter zu erforschen, und gegebenenfalls auf Langzeitergebnisse abgewartet werden.

8. Literaturverzeichnis

1. Piconi CM. Zirconia as a ceramic biomaterial. J Biomaterials 1999; 20: 1-25
2. Örtorp A, Kihl ML, Carlsson GE. A 3-year retrospective and clinical follow-up study of zirconia single crowns performed in a private practice. Journal of Dentistry 2009; 37: 731-736
3. Beuer F, Schweiger J, Eichberger M, Kappert HF, Gernet W, Edelhoff D. High-strength CAD/CAM-fabricated veneering material sintered to zirconia copings – a new fabrication mode for all-ceramic restorations. J Dent Mater 2009; 25: 121-8
4. Kappert HF, Eichner K. Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung. Band 2 Werkstoffe unter klinischen Aspekten. 6. Auflage. Stuttgart: Thieme Verlag; 2008: 269-308
5. Rosentritt M, Ilie N, Lohbauer U. Werkstoffkunde in der Zahnmedizin. Stuttgart: Thieme Verlag; 2018: 240 ff.
6. Knigge U. Der Kerameikos von Athen. Führung durch Ausgrabungen und Geschichte. Athen: Krene-Verlag; 1988
7. Keramik [Internet]. <https://de.wikipedia.org/wiki/Keramik> Stand 05.10.2019
8. Eichner K. Zahnärztliche Werkstoffkunde und ihre Verarbeitung. Heidelberg: Dr. Alfred Hüthig Verlag; 1985
9. Böttcher HJ., Böttger. Vom Gold- zum Porzellanmacher. Dresden: Dresdner Buchverlag; 2011
10. Staatsarchiv Dresden, Loc. 41910, Rep. IXb Blatt 218b Nr. 205c, S. 5b-9
11. Hoffmann K, Böttger JF. Johann Friedrich Böttger. Vom Alchemistengold zum weißen Porzellan. Berlin: Verlag Neues Leben; 1985
12. Caesar HH, Ernst S: Die Nichtmetalle in der Zahntechnik – Grundwissen für Zahntechniker. Werkstoffkunde Band II. 4. Auflage. München: Verlag Neuer Merkur GmbH; 1998: 198

13. Renk A. Zahnärztliche Werkstoffkunde. In: Gerabek WE, Haage BD, Keil G, Wegner W, Hrsg.. Enzyklopädie Medizingeschichte. Berlin / New York: De Gruyter; 2005. 1472
14. Wirthwein C. Vergleichende Bewertung der kritischen Festigkeitseigenschaften dentaler Feldspatkeramiken der Firma DCS [Dissertation]. Berlin: Charité - Universitätsmedizin Berlin; 2006
15. Kurdyk B. Nicholas Dubois de Chémant and the use of porcelain in dentistry. In: Le Chirurgien-Dentiste De France 1991; 61: 577
16. SS White Technologies Inc. [Internet]. <https://www.sswwhite.net/history> Stand: 05.05.2020
17. Claudius Ash Plandent [Internet]. <https://web.archive.org/web/20100224102227/http://www.claudiusash.co.uk/index.php?lng=1&page=63266> Stand: 08.05.2020
18. Claudius Ash Plandent [Internet]. <https://web.archive.org/web/20100218043432/http://www.claudiusash.co.uk/> Stand: 08.05.2020
19. Absmaier F. In-vitro-Untersuchung zu Zirkonoxidkronen mit reduzierter Schichtstärke [Dissertation]. München: Ludwig-Maximilians-Universität; 2014
20. Pröbster L. Die Entwicklung der vollkeramischen Restauration - ein historischer Abriss (I). Berlin: Quintessenz Verlags-GmbH; 1997. 48(7): 939-947.
21. Mörmann WH. The evolution of the Cerec System. J Am Dent Assoc 2006; 137: 7-13.
22. Kern M, Beuer F, Frankenberger R, Kohal RJ, Kunzelmann KH, Mehl A, Pospiech P, Reiss B. Vollkeramik auf einen Blick. 6. Auflage. Ettlingen: AG Keramik; 2015. 55
23. Salmang H, Scholze H. Keramik. 7. vollständig neubearbeitete und erweiterte Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer Verlag; 2006. 3-4
24. Holleman AF, Wiberg E, Wiberg N. Lehrbuch der Anorganischen Chemie. 102. Auflage. Berlin: Walter de Gruyter; 2007.
25. Breuer H. dtv-Atlas Chemie. Band 1, 9. Auflage. München: dtv-Verlag; 2000
26. Brauer G. Handbuch der Präparativen Anorganischen Chemie. Band II, 3. umgearbeitete Auflage. Stuttgart: Enke; 1978, 1370

27. Stawarczyk B. Werkstoffkunde-Update: Zirkonoxid und seine Generationen – von verblendet bis monolithisch. Quintessenz Verlags-GmbH [Internet]; 2018
<https://www.quintessenz-news.de/werkstoffkunde-update-zirkonoxid-und-seine-generationen-von-verblendet-bis-monolithisch/> Stand: 05.06.2020
28. Abert C. Die kritische Wertung der Bestimmung der kritischen Risszähigkeit von Zirkoniumdioxidsinterkeramik mit der Indenter-Technik [Dissertation]. Berlin: Uni; 2009
29. Munz D, Fett T: Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe. Werkstoff-Forschung und -Technik Volume 8. Berlin, Heidelberg: Springer Verlag; 1990
30. Dental Direkt GmbH. ZrO₂ – Und wieder einmal: Zirkon ist nicht gleich Zirkon. [Internet]. <https://www.dentaldirekt.de/de/dd-journal/wieder-einmal-zirkon-ist-nicht-gleich-zirkon>, Stand: 12.07.2020
31. Greitens U. Zirkonoxid: Materialvarianten und Eigenschaften - Eine Einordnung anhand der Parameter Biegefestigkeit und Bruchzähigkeit. Quintessenz Zahntechnik 2020; 1
32. Rosentritt M, Kieschnick A, Hahnel S, Stawarczyk B. Werkstoffkunde-Kompodium Dentale Keramik. 1. Auflage. Berlin: Quintessenz-Verlag; 2018
33. Stawarczyk B. Bringt uns das Angebot an Zirkonoxid noch um? zmk-aktuell.de [Internet]. https://www.zmk-aktuell.de/fachgebiete/cadcam/story/bringt-uns-das-angebot-an-zirkonoxid-noch-um_5612.html?sword=4.%20Generation%20Zirkonoxid Stand: 27.07.2017
34. Kolakarnprasert N, Kaizer MR, Kyung Kim D, Zhang Y. New multi-layered zirconias: Composition, microstructure and translucency. Dental Materials 2019; 35: 797-806
35. Quintessenz April 2001 [Internet]. https://www.researchgate.net/figure/01-Werkstoffeigenschaften-kommerziell-verfuegbarer-Werkstoffsysteme-fuer-dentalkeramische_fig1_228818257 Stand: 18.11.2019
36. dentalkompakt-online.de [Internet]. https://www.dentalkompakt-online.de/produktdetail/produkt/katana_zirconia_ml_6478.html Stand: 21.11.2019
37. DIN Deutsches Institut für Normung e.V. DIN EN ISO 6872:2015. Zahnheilkunde – Keramische Werkstoffe (ISO 6872:2015)

38. Qness: Foto Vickershärteeindruck [Internet]. <https://www.qatm.de/> Stand: 21.02.2019
39. Bleise D. Risszähigkeitsermittlung mit Härteeindruckrissen an einer grobkörnigen Aluminiumoxid-Keramik [Dissertation]. Aachen: RWTH Aachen Universität; 1994
40. Marshall DB, Lawn BR, Evans AG. Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Lateral Crack System. J Am Ceram Soc 1982; 65: 561-571
41. Taira M, Nomura Y, Wakasa K, Yamaki M. Studies on fracture toughness of dental ceramics. Journal of Oral Rehabilitation 1990; 17: 551-563
42. Kvam K, Herö H, Öilo G. Fracture toughness measurements of some dental ceramics: a methologic study. Scand J Dent Res 1991; 99: 527-532
43. Hornbogen E. Werkstoffe – Aufbau und Eigenschaften von Keramik, Metallen, Polymer- und Verbundwerkstoffen. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag; 1991
44. Lawn BR, Deng Y, Thompson VP. Use of contact testing in the characterization and design of all-ceramic crownlike layer structures: A review. J Prosthet dent 2001; 86: 495-510
45. Munz D, Fett T. Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag; 1989
46. zwickroell.com [Internet]. <https://www.zwickroell.com/de-de/produkte> Stand: 13.12.2018
47. Salmang H, Scholze H., Hrsg. Keramik, 7. Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer Verlag; 2007: 396
48. Wendler M, Belli R, Petschelt A. et al. Chairside CAD / CAM materials. Part 2: Flexural strength testing. Dent Mater 2017; 33 (1): 99-109
49. Dental Direkt Bio Splint P HI [Internet]. https://www.dentaldirekt.de/system/files/media/document/1702_Faltblatt_DD%20Bio%20Splint%20PHI_DE_WEB.pdf Stand: 07.11.2020
50. Kern M. Biomechanische Merkmale im Fokus. AG Keramik 2015 [Internet] https://www.ag-keramik.de/fileadmin/images/ag-keramik/expertisen/CAD-CAM_Werkstoffe_-_Literaturziffern_f%C3%BCr_ZWR_.pdf Stand: 11.10.2020

51. Rosentritt M, Kleschnick A, Stawarczyk B. Zahnfarbene Werkstoffe im Vergleich. ZM Online 2019; 06. Stand: 16.03.2019. [Internet] <https://www.zm-online.de/archiv/2019/06/zahnmedizin/zahnfarbene-werkstoffe-im-vergleich/> Stand: 01.12.2020
52. Finger C. Entwicklung und Testung eines Versuchsaufbaus zur Bewertung der Festigkeit von keramischen Kronen in Abhängigkeit von deren Struktur und der Art der Zementierung auf einem CAD/CAM gefertigten Modellstumpf [Masterarbeit]. Osnabrück: Hochschule Osnabrück; 2016
53. Gläвке R. Untersuchungen zum Einfluss von Befestigungsmodus und Alterung auf die Bruchfestigkeit von Cercon-Kronen [Dissertation]. Berlin: Charité - Universitätsmedizin Berlin; 2012
54. Kwon SJ, Lawson NC, McLaren E, Nejat AH, Burgess JO. Comparison of the mechanical properties of translucent zirconia and lithium disilicate. The Journal of Prosthetic Dentistry 2018; 120/1: 132-137
55. Kuraray Noritake KATANA™ [Internet]. <https://www.kuraraynoritake.eu/de/katana-zirconia-utml> Stand: 01.10.2020
56. Carrabba M, Keeling AJ, Aziz A, Vichi A, Fonzar RF, Wood D, Ferrari M. Translucent zirconia in the ceramic scenario for monolithic restorations: A flexural strength and translucency comparison test. Journal of Dentistry 2017; 60: 70-76
57. Beuer F, Stimmelmayer M, Gueth JF, Edelhoff D, Naumann M. In vitro performance of full-contour zirconia single crowns. Dental Materials 2012; 28: 449-456
58. Filser F, Kocher P, Weibel F, Lüthy H, Schärer P, Gauckler LJ. Zuverlässigkeit und Festigkeit vollkeramischen Zahnersatzes hergestellt im DCM-Verfahren. International Journal of Computerized Dentistry 2001; 4: 89-106
59. Bark J. Quantifizierung der Dentin-Abrasion am menschlichen Zahn – methodische Überlegungen und experimentelle in-vitro-Studien unter Verwendung von Zahnbürsten und einer „Zahnputz-Maschine“ [Dissertation]. München: Ludwig-Maximilians-Universität; 2006
60. Quinn JB, Quinn GD. A practical and systematic review of Weibull statistics for engineering ceramics: a review of the flexure test. Journal of American Ceram Soc 1991; 74: 2037-66

61. Chevalier J, Gremillard L, Deville S. Low-temperature degradation of zirconia and implications for biomedical implants. *Annu Rev Mater Res* 2007; 37: 1-32
62. Turon-Vinas M, Anglada M. Strength and fracture toughness of zirconia dental ceramics. *Dental Materials* 2018; 34: 365 – 375
63. Lexikon Zahnmedizin Zahntechnik. 1. Auflage: München: Elsevier, Urban & Fischer; 2000: 205
64. Grothe KH, Feldhusen J. *Dubbel Taschenbuch für den Maschinenbau* 20.Aufl. Berlin: Springer; 2005
65. Tietz HD, (Hrsg.). *Technische Keramik: Aufbau, Eigenschaften, Herstellung, Bearbeitung, Prüfung*. Düsseldorf : VDI- Verlag; 1994
66. Verband der keramischen Industrie e.V.: *Brevier Technische Keramik*. Lauf: Fahner; 2003
67. Cesar PF, Della Bona, A. Scherrer SS, Tholey M, van Noort R, Vichi A, Kelly R, Lohbauer U. ADM guidance - Ceramics: Fracture toughness testing and method selection. *Dental Materials* 2017; 33: 575 – 584
68. Quinn GD, Bradt R.C. On the Vickers Indentation Fracture Toughness Test. *Journal of the American Ceramic Society* 2007; 90/3: 673 - 680
69. Palmqvist S. Occurrence of crack formation during Vickers indentation as a measure of the toughness of hard materials. *Archiv für das Eisenhuettenwesen* 1962; 33: 629-633
70. Niihara K, Morena R, Hasselmann DPH. Evaluation of K_{Ic} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios. *Journal of Materials Science Letters* 1982; 1: 13-16
71. Schriwer C, Skjold A, Gjerdet NR, Øilo M. Monolithic zirconia dental crowns. Internal fit, margin quality, fracture mode and load at fracture. *Dental Materials* 2017; 33: 1012-1020
72. Harada K, Shinya A, Yokoyama D, Shinya A. Effect of loading conditions on the fracture toughness of zirconia. *Journal of Prosthodontic Research* 2013; 57: 82-87

73. Palacios RP, Johnson GH, Phillips KM, Raigrodski AJ. Retention of zirconium oxide ceramic crowns with three types of cement. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 2006; 96: 104 – 114
74. Wang H, Aboushelib M, Feilzer A. Strength influencing variables on CAD/CAM zirconia frameworks. *Dental Materials* 2008; 24: 633 – 638
75. Rottner K. Messung der dentalen und parodontalen Kräfte in zentrischer Okklusion [Dissertation]. Würzburg: Bayerische Julius Maximilians Universität; 2004
76. Strub J, Türp J, Witkowski S, Hürzeler M, Kern M. Curriculum Prothetik. Band II, 3. Auflage. Berlin: Quintessenz Verlags-GmbH; 2005
77. Prodingler-Glöckl D. CMD in der Osteopathie: Interdisziplinäre Zusammenarbeit mit der Kieferorthopädie. Stuttgart: Haug; 2013
78. Reitemeier B. Einführung in die Zahnmedizin. Stuttgart: Thieme; 2006.
79. Kern M, Schubinski P. Frakturquote unter der Scheidungsrate. *ZWP Zahnarzt Wirtschaft Praxis* 2004; 04: 48–53
80. Scherrer SS, Denry IL, Wiskott HWA. Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and dental ceramic. *Dent Mater* 1998; 14: 246-255
81. Liang KM, Orange G, Fantozzi G. Evaluation by indentation of fracture toughness of ceramic materials. *Journal of Materials Science* 1990; 25: 207-214
82. Evans AG, Charles EA. Fracture Toughness Determinations by Indentation. *Journal of American Ceramic Society* 1976; 59: 371-372

9. Anhang

Eidesstattliche Versicherung

„Ich, Yasmin Awwad, versichere an Eides statt durch meine eigenhändige Unterschrift, dass ich die vorgelegte Dissertation mit dem Thema: „Validierung von Mindestschichtstärken (okklusal, axial, marginal) der Zirkonoxidkeramik KATANA™ unter Berücksichtigung ihrer Transluzenz für den Einsatz substanzschonender Präparation“ („Validation of minimum layer thickness (occlusal, axial, marginal) of the zirconium oxide ceramic KATANA™ considering its translucency for tooth-conserving preparation“) 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.

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 Erstbetreuer angegeben sind. Für sämtliche im Rahmen der Dissertation entstandenen Publikationen wurden die Richtlinien des ICMJE (International Committee of Medical Journal Editors; 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

Anteilerklärung an etwaigen erfolgten Publikationen

Yasmin Awwad hatte folgenden Anteil an den folgenden Publikationen:

Publikation 1: Maxi Preuß, Yasmin Awwad, Wolf-Dieter Müller, Zur Bewertung der Qualität von Dentalkeramiken, ZWR, Das deutsche Zahnärzteblatt, 2020, Beitrag im Einzelnen (bitte detailliert ausführen):

- Ergebnislieferung aus Drei-Punkt-Biegeversuchen an Keramikprüfkörpern hochtransluzenter KATANA™ Multi Layer, Super Translucent und Ultra Translucent Multi Layer in 0,4 mm, 0,8 mm und 1,2 mm Schichtstärke

- Literaturrecherche

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

Unterschrift des Doktoranden/der Doktorandin

Lebenslauf

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

Danksagung

Mein besonderer Dank gilt Herrn Univ. Prof. Dr. F. Beuer für die Überlassung des Promotionsthemas und die freundliche Unterstützung bei der Entstehung der Arbeit.

Herzlich danke ich Herrn Prof. (UH) PD. Dr. W.-D. Müller für die Idee zu dieser Arbeit, die fachliche und freundliche Unterstützung bei der Durchführung der Untersuchungen und den hilfreichen Gesprächen.

Weiterhin danke ich Frau C. Schöpf und M. Sütel für die technische Hilfe bei der Nutzung der Prüfgeräte, Frau Dr.-Ing. F. Schmidt für die Hilfe bei der statistischen Auswertung, Herrn M. Priester und seinem Zahntechniklabor für das Fräsen der Gerüste und vollanatomischen Kronen und der Firma Kuraray Noritake für die Bereitstellung der Materialien.

Besonders herzlich bedanke ich mich bei meiner Familie für ihre Unterstützung und Motivation während meines Studiums.