

### 3 Eigene Untersuchungen

#### 3.1 Versuchsübersicht

Es wurden drei Gold-Titan-Legierungen mit einem Goldanteil von jeweils über 98 % untersucht. Als Referenz wurde zusätzlich eine klinisch bewährte Gold-Platin-Palladium-Legierung herangezogen. Von jeder der vier Legierungen wurden vier Serien mit acht Prüfkörpern für die Untersuchung hergestellt.

Weiterhin wurde eine Serie von 100 % Neumaterial mit und eine ohne keramische Brände hergestellt. Die keramischen Brände wurden lediglich simuliert, das heißt, es wurden die Brennzzyklen durchlaufen ohne jedoch Keramik aufzubrennen.

Um den Einfluß des Wiedervergießens zu untersuchen, wurden für je zwei Serien 66 % Neumaterial mit 34 % bereits gegossenen Materials verwendet. Auch hier wurde jeweils eine Serie mit und eine Serie ohne simulierte keramische Brände untersucht.

Neben den von den Herstellern bezogenen Probekörpern wurde zusätzlich je eine Serie Probekörper der Gold-Titan-Legierungen der Firma Degussa und Cendres & Métaux in verschiedenen kommerziellen Dentallaboren gefertigt, um auch die Herstellung und Bearbeitung unter praxisüblichen Bedingungen zu berücksichtigen.

Im Zugversuch wurde stellvertretend für die mechanischen Kenngrößen die 0,2 %-Dehngrenze ermittelt.

Um den Härteverlauf innerhalb der Legierung zu untersuchen, wurden die Hantelköpfe zu Beginn der Proben mit dem jeweils höchsten und niedrigsten, später als es sich gezeigt hatte, daß keine Unterschiede zu erkennen waren, nur mit dem niedrigsten Wert für die 0,2 %-Dehngrenze senkrecht zur Probenachse

geschnitten und die Vickershärte über den gesamten Querschnitt bestimmt.

Zur Untersuchung der Einflüsse des Gießens und der Simulation der keramischen Brände auf das Gefüge, wurden die Proben mit Königswasser angeätzt, um sie dann lichtmikroskopisch begutachten zu können.

### 3.2 Material

#### 3.2.1 Prüfkörper

Untersucht wurden die in Tabelle 3 dargestellten Legierungen. Bei der Legierung Porta P6 handelt es sich um eine konventionelle, hochgoldhaltige Legierung, während es sich bei den drei anderen um Gold-Titan-Legierungen handelt.

Bezeichnung	Legierung	Hersteller	Zusammensetzung	Charge
Porta P6	AuPt-Legierung (Referenz)	Wieland	78Au8Pd9,8Pt4In	2160
Biotrend 210	AuTi-Legierung	Wieland	98,2Au1,7Ti0,1Ir	2142
BiOr 17	AuTi-Legierung	Degussa	98,3Au1,7Ti	nicht bekannt
Esteticor Vision	AuTi-Legierung	Cendre & Métaux SA	98,2Au1,7Ti0,1Ir	nicht bekannt

Tab. 3: Zusammensetzung und Chargennummer der untersuchten Legierungen

#### 3.2.2 Herstellung der Prüfkörper

Die Prüfkörper wurden individuell nach Herstellerangaben mit Hilfe des Wachsastreibeverfahrens hergestellt. Verwendung fanden

konfektionierte Wachs- oder Kunststoffkörper mit gemäß DIN EN ISO 1562 [11] festgelegten Maßen (siehe Abb. 6).

Die konfektionierten Prüfkörper wurden einzeln auf einen Gußtrichter aufgewachst, wobei sich bereits vorgefertigte Gußkanäle an den Prüfkörpern befanden, um mechanische Auswirkungen weitgehend verhindern zu können. Die Einbettung der Prüfkörper erfolgte mit phosphatgebundener Einbettmasse nach Empfehlung der Hersteller. Das Aufschmelzen und Gießen der Legierung wurde unter Argon-Schutzgas im Graphittiegel durchgeführt.

Die Hersteller der Probekörper sowie die verarbeitenden Dentallaboratorien sind in Tab. 4 dargestellt.

Legierung	Hersteller	Dentallabor
Porta P6	Wieland	Wieland
Biotrend 210	Wieland	Wieland
BiOr 17	Degussa	Degussa
		D. Jordan (Stadthagen)
Esteticor Vision	Cendres & Métaux	Cendre & Métaux
		D. Buch (Duisburg)

Tab. 4: Hersteller der Prüfkörper und verarbeitende Dentallaboratorien

Von den jeweiligen Herstellern wurden je 4 Serien mit 8 Probekörpern angefertigt. Bei 2 Serien wurde 100 % Neumaterial für den Guß verwandt. Für weitere 2 Serien wurden die Prüfkörper mit 66 % Neumaterial und 34 % bereits gegossenem Material hergestellt.

In oben beschriebener Weise wurden zusätzlich 4 Serien der Legierung Esteticor Vision und 4 Serien der Legierung BiOr 17 in je einem kommerziellen Labor erstellt (siehe Tabelle 4).

Es wurden je 2 Serien zusätzlich vorbereitet, um mit einer Serie aus 100 % Neumaterial und mit einer Serie aus 66 % Neumaterial

und 34 % bereits gegossenem Material keramische Brandsimulationen durchführen zu können.

### 3.2.3 Brandsimulation

Das Auftragen und Aufbrennen der Verblendkeramik erfolgte in mehreren Schichten mit einer auf die Keramik abgestimmten Temperaturführung. Um den Einfluß der keramischen Brände auf das Legierungsgefüge zu beobachten, wurde eine keramische Brandsimulation ohne Verwendung von Keramikmassen durchgeführt. Die keramischen Brände erfolgten mit dem programmierbaren Dentalkeramikofen Vacumat 300 (Fa. Vita).

Alle Keramikbrände wurden entsprechend der nachfolgenden Brenntabelle für die Keramik Vita Omega vorgenommen [81], da diese eine sehr häufig verwendete Keramik ist und für die untersuchte Legierung benutzt werden kann.

Brand	Temperatur (°C)	Haltezeit Trocknen bei 600 °C (min)	Aufheiz- zeit (min)	Halte- zeit (min)	Vacuum- Zeit (min)
Oxid	980	---	4,0	5,0	---
Wash	970	2,0	3,0	1,0	3,0
Grund	950	2,0	3,0	1,0	3,0
Margin	950	6,0	6,0	1,0	6,0
Dentin	930	6,0	6,0	1,0	6,0
Korrektur 1	920	6,0	6,0	1,0	6,0
Korrektur 2	910	6,0	6,0	1,0	6,0
Glanz	930	---	3,0	1,0	---

Tab. 5: Brenntabelle Vita Omega [81]

Die so vorbereiteten Proben wurden genauso wie die Proben ohne keramische Simulation der Zug- und Härteprüfung unterzogen.

### 3.3 Methode

#### 3.3.1 Beschreibung der Zugapparatur

Die Messung der elastischen und plastischen Eigenschaften der Legierungen erfolgte im Zugversuch gemäß DIN EN 10002 - 1 [12]. Um statistisch gesicherte Aussagen treffen zu können, wurden acht Prüfkörper pro Serie nach diesem Verfahren untersucht. Hierbei kam die Universalprüfmaschine INSTRON, Modell 6025 zur Anwendung. Die hantelförmigen Proben wurden jeweils in die obere und untere Branche der Zugvorrichtung eingespannt. An dem verjüngten Teil der Probe wurde ein analoger Dehnungsaufnehmer angebracht, welcher die Dehnung während des Zugvorganges maß (Abb. 8).

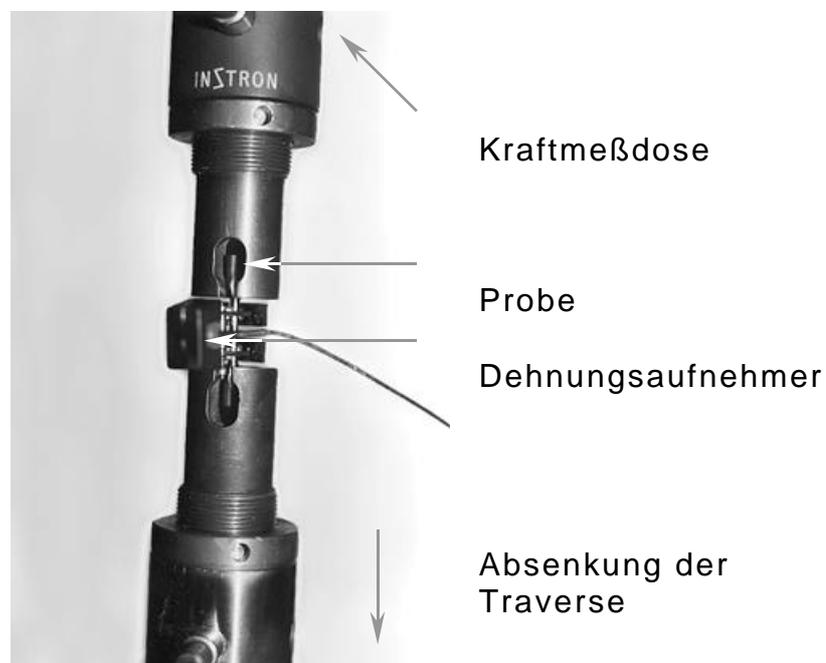


Abb. 8: Einspannvorrichtung der Firma Instron

Durch das Absenken der unteren Traverse mit 2,0 mm/min wurde die Probe gestreckt. Zur Messung der aufgewandten Kraft wurde eine 100 KN Kraftmeßdose verwendet, die mit der oberen Halterung verbunden ist. Der Versuch war beendet, nachdem der Prüfkörper zerrissen worden war.

Gemäß der DIN EN ISO 1562 für Dental-Goldgußlegierungen [11] werden die mechanischen Eigenschaften als 0,2 %-Dehngrenze und Bruchdehnung angegeben.

Daher erfolgte die Bestimmung folgende Parameter:

Parameter	Abkürzung [Einheit]
0,2 %-Dehngrenze	$R_{p\ 0,2}$ [MPa]
Zugfestigkeit	$R_m$ [MPa]
Bruchdehnung	$A_5$ [MPa]

Tab. 6: Die im Zugversuch bestimmten Parameter

Bestimmt wurden diese Werte mit Hilfe der angeschlossenen elektronischen Datenverarbeitung.

### 3.3.2 Beschreibung der Härteprüfung

Um den Härteverlauf innerhalb der Legierungen zu untersuchen, wurden je zwei Prüfkörper einer Serie am Kopfende senkrecht zur Probenachse geschnitten und die Härte nach Vickers (HV) über den gesamten Querschnitt bestimmt. Dabei wurden die Prüfkörper mit dem niedrigsten und dem höchsten Meßwert der 0,2 %-Dehngrenze, später, da sich keine Unterschiede ergaben nur die Prüfkörper mit dem niedrigsten Meßwert der 0,2 %-Dehngrenze, ausgewählt. Die Vorbereitung der Oberfläche dieser Proben

erfolgte wie unten für die mikroskopische Untersuchung beschrieben.

Auf den ersten, vom Rand her gesehenen 500  $\mu\text{m}$  wurden in 20  $\mu\text{m}$ -Schritten Vickersindrücke gesetzt. Dann wurden die Abstände auf 100  $\mu\text{m}$  erweitert. Bei den letzten 500  $\mu\text{m}$  zum gegenüberliegenden Rand wurde wieder mit 20  $\mu\text{m}$  Abständen gearbeitet.

Verwendet wurde der Durimet Kleinhärteprüfer der Firma Leitz [46].

Die Bestimmung der Vickershärte (HV 0.05) erfolgte mit einer Prüflast von 50 p (490.3 mN Prüfkraft) bei einer Verweildauer von 30 Sekunden.

Die Eindrücke wurden mit dem Kleinhärteprüfer vermessen und die Vickershärte für jede Meßstelle bestimmt [30].

### 3.3.3 Mikroskopische Untersuchung

Nach Abschluß des Zugversuches wurden die Bruchstellen unbearbeitet mikroskopisch untersucht, um eventuelle Lunker oder Inhomogenitäten erkennen zu können. Dabei wurden mit einem Stereoauflichtmikroskop der Firma Carl Zeiss bei zehnfacher bis dreißigfacher Vergrößerung repräsentative Abschnitte fotografiert. Zur Anwendung kam dabei der Film Agfapan APX 25 professional.

Die für die Härteprüfung ausgewählten und geschnittenen Prüfkörper mußten für die folgende mikroskopische Untersuchung sowie für die Vickersindrücke weiter vorbereitet werden.

Die Prüfkörper wurden mit der planen Schnittfläche als Untersuchungsfläche in einer Silikonform plaziert und in Akemi transparent, ein Kunstharz auf Polyesterbasis (Fa. Wirtz Buehler) eingebettet. Nach Abbinden des Kunstharzes konnten die eingebetteten Schnittflächen nun mit der Naßschleifmaschine TF 250 (Fa. Jean Wirtz) und wasserfestem Siliziumkarbid-

Schleifpapier der Körnung 400, dann 600, 1000 und abschließend 1200 vorgeschliffen werden.

Die Feinpolitur erfolgte von Hand mit einer synthetischen Diamand-Polierpaste für Metallographie (Metadi II, Fa Buehler) der Körnung 12  $\mu\text{m}$ , 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  und 1 $\mu\text{m}$  auf speziellen Poliertüchern (Poliertuch G, Fa. Jean Wirtz), unter Verwendung des Diamandschmiermittels Dialub SW (alles Fa. Jean Wirz).

Nach Durchführung der Härteprüfung wurden nun metallographische Ätzungen vorgenommen, um das Metallgefüge der Legierungen darstellen zu können.

Dabei wurde mit Königswasser folgender Rezeptur bei 30 °C angeätzt [65]:

- 1 Teile Salpetersäure ( $\text{HNO}_3$ )
- 10 Teile Salzsäure (HCl)
- Glycerin als Verzögerer

Im Anschluß an die Ätzung erfolgte eine Reinigung aller Probekörper mit Watte, Wasser und Seife. Zuletzt wurde die geätzte Oberfläche mit Ethanol und einem Ledertuch abgewischt.

Mit Hilfe des Universalforschungsmikroskops für Auflicht (Fa. Zeiss) wurden die Gefügestruktur der angeätzten Schlitze unter polarisiertem Licht in 4-, 8-, 16-, 40- und/oder in 80- facher Vergrößerung dargestellt und repräsentative Abschnitte photographiert (Film: Agfapan APX 25).

### 3.3.4 Statistisches Verfahren

Für den statistischen Vergleich der Serien wurde der „F-Test“ durchgeführt. Hierbei kann festgestellt werden, ob die Varianzen (Varianz = Quadrat der Standardabweichung =  $s^2$ ) der Serien vergleichbar [61, 87] sind.

Da eine Normalverteilung nicht sicher vorlag, wurde als verteilungsfreies Verfahren der „U-Test“ nach Mann-Whitney gewählt.

Als Signifikanzniveau wurde  $p < 0,05$  angenommen. Dies besagt, daß eine Irrtumswahrscheinlichkeit von 5 % für alle Aussagen, die aufgrund des Tests getroffen werden, vorliegt. Solche untersuchten Werte bezeichnet man als signifikant unterschiedlich. Zusätzlich wurden die Meßreihen auf einem Signifikanzniveau von  $p < 0,01$  überprüft. Unterschiede auf diesem Signifikanzniveau werden als hoch signifikant verschieden bezeichnet.

Zur Kennzeichnung statistischer Signifikanzen wird die Sternsymbolik benutzt [61].

	p	> 0,05	=	Nicht signifikant	n.s.
0,05 ≥	p	> 0,01	=	mit 95 % Sicherheit signifikant	*
0,01 ≥	p	> 0,001	=	mit 99 % Sicherheit signifikant	**
	p	≤ 0,001	=	mit 99,9 % Sicherheit signifikant	***

Tab. 7: Signifikanzniveau

Als Maß der zentralen Tendenz der Meßergebnisse des Zugversuches wurde u. a. wegen der relativ starken Streuung der Meßwerte der Medianwert gewählt. Der Medianwert hat im

Gegensatz zum arithmetischen Mittel den Vorteil nicht durch Extremwerte beeinflusst zu werden [61].

Für die Meßwerte der Härteprüfung wurden Mittelwert, Standardabweichung und Variationskoeffizient bestimmt. Eine vergleichende Statistik ist nicht durchgeführt worden, da viele „Einbrüche“ in den Härteverläufen die Verwendbarkeit einer solchen Statistik in Frage stellen. So können nur Tendenzen aufgezeigt werden.

Die Darstellung dieser Meßwerte als Mittelwert mit Standardabweichung ist trotz nicht gesicherter Normalverteilung möglich, da die Anzahl der Meßwerte ober- und unterhalb des Mittelwerts nahezu gleich ist [61].