

5. Ergebnisse

5.1. Ergebnisse des Schertests nach Schmitz-Schulmeyer

Die Messwerte der einzelnen Untersuchungsreihen sind den Messprotokollen im Tabellenanhang zu entnehmen. Die graphische Darstellung in Box-Whisker-Plots wurde gewählt, da sie neben der Ansicht der Medianwerte die Veranschaulichung der Streubreite und der Extremwerte im Vergleich der jeweiligen Serien untereinander ermöglicht.

5.1.1. Zirconia-TZP / VITA VERBLENDKERAMIK D

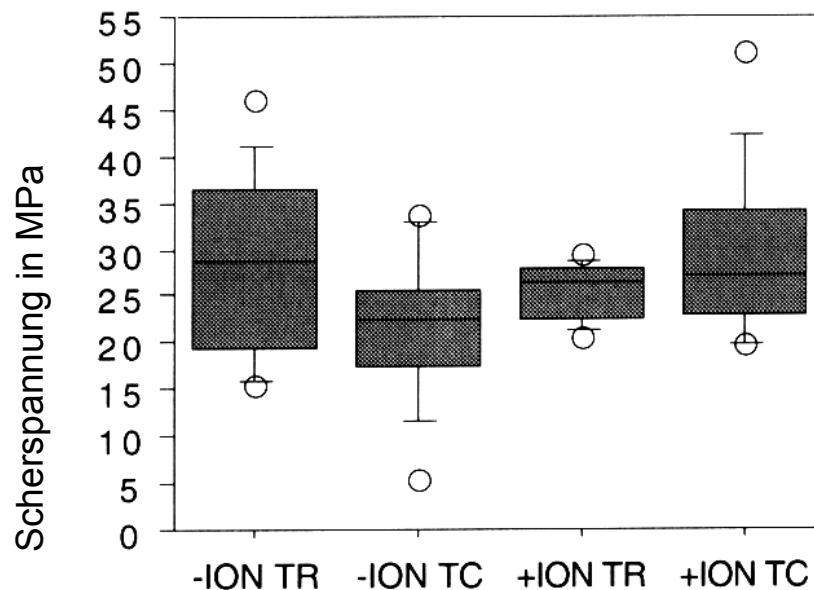


Abbildung 5: Box-Whisker-Plots für ZrO₂-TZP und Verblendkeramik D, konventionell

- ION TR = ohne Ionenimplantation bei Trockenlagerung
- ION TC = ohne Ionenimplantation bei Thermocycling
- +ION TR = mit Ionenimplantation bei Trockenlagerung
- +ION TC = mit Ionenimplantation bei Thermocycling

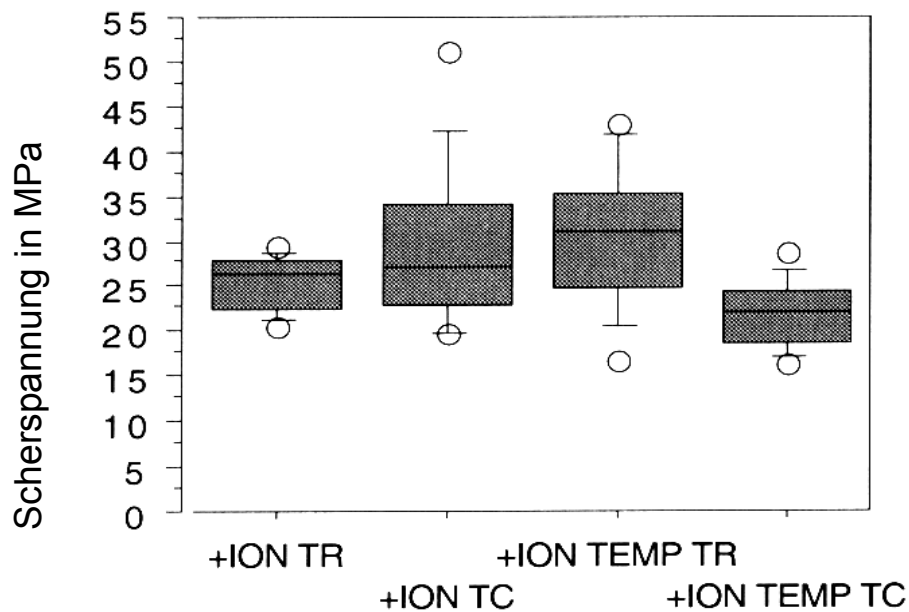


Abbildung 6: Box-Whisker-Plots für ZrO₂-TZP und Verblendkeramik D, getempert

+ION TR = mit Ionenimplantation bei Trockenlagerung

+ION TC = mit Ionenimplantation bei Thermocycling

+ION TEMP TR = mit Ionenimplantation bei Trockenlagerung getempert

+ION TEMP TC = mit Ionenimplantation bei Thermocycling getempert

Abbildung 5 und 6 ermöglichen einen Überblick über die Medianwerte, sowie den Vergleich zwischen ionenimplantierter und nicht ionenimplantierter Oberfläche in Abhängigkeit von den Lagerungsbedingungen und unter Einfluss des Temperns für das Vollkeramikverbundsystem Zirconia-TZP und VERBLENDKERAMIK D.

Ohne Ionenimplantation tritt infolge der künstlichen Alterung ein deutlicher Haftfestigkeitsverlust von 21,5 % auf. Die Verbundfestigkeit beträgt nach Trockenlagerung 28,9 MPa und sinkt auf 22,7 MPa nach Thermowechselbadbelastung ab. Mit Ionenimplantation liegt der Medianwert der

Haftfestigkeit bei Trockenlagerung bei 26,3 MPa. Infolge des Thermocyclingprozesses erhöht sich dieser Wert um 3% auf 27,1 MPa.

Der direkte Vergleich der ionenimplantierten mit der nicht ionenimplantierten Serie zeigt nach Trockenlagerung um 9 % niedrigere und nach Thermocycling um 16,2 % deutlich höhere Haftwerte der ionenimplantierten Serie.

Die thermische Behandlung der ionenmodifizierten Prüfkörper durch Tempern im Vergleich zur konventionellen Behandlung führt nach Trockenlagerung (Median 31,2 MPa) zu einer Erhöhung der Haftfestigkeit um 15,7 % und nach Thermowechselastbehandlung bei einem Medianwert von 22,2 MPa zu einem Haftfestigkeitsverlust von 18,1 %.

Der Medianwert der ionenmodifizierten getemperten Prüfkörperserie nach künstlicher Alterung liegt damit um 2,2 % unter dem Wert der nicht ionenimplantierten Serie nach Thermocycling.

Die Box-Plots der Abbildungen 5 und 6 zeigen eine relativ große Streuung der Messwerte bei den Serien nichtimplantiert / trockengelagert sowie implantiert-getempert / trockengelagert, die nach Thermocycling wieder geringer wird. Die Werte der konventionell ionenimplantierten Untersuchungsreihe verhalten sich jedoch umgekehrt. Hier nimmt die Streuung mit der Thermowechselastbehandlung zu.

5.1.2. Zirconia-TZP / VITA TITANKERAMIK

Die graphische Darstellungen der Abbildungen 7 und 8 zeigen die ermittelten Medianwerte der Haftfestigkeit für das Vollkeramikverbundsystem Zirconia-TZP und VITA TITANKERAMIK.

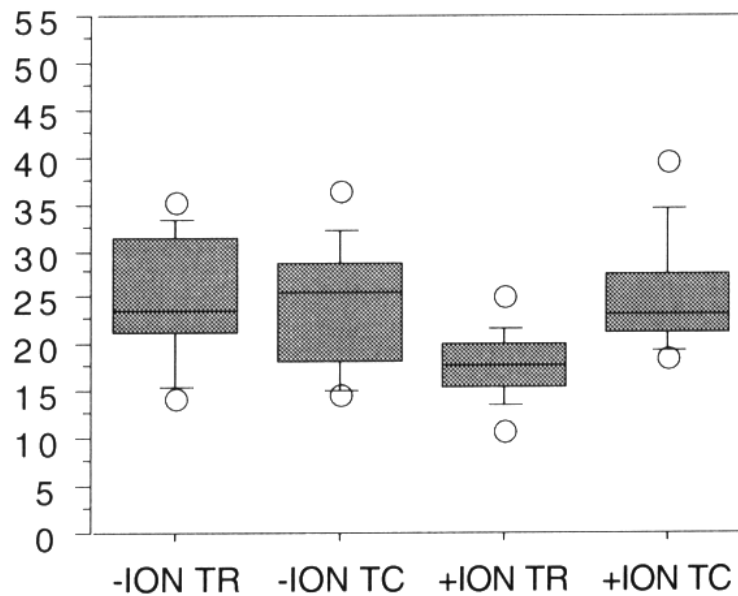


Abbildung 7: Box-Whisker-Plots für ZrO_2 -TZP und VITA Titankeramik, konventionell

- ION TR = ohne Ionenimplantation bei Trockenlagerung
- ION TC = ohne Ionenimplantation bei Thermocycling
- +ION TR = mit Ionenimplantation bei Trockenlagerung
- +ION TC = mit Ionenimplantation bei Thermocycling

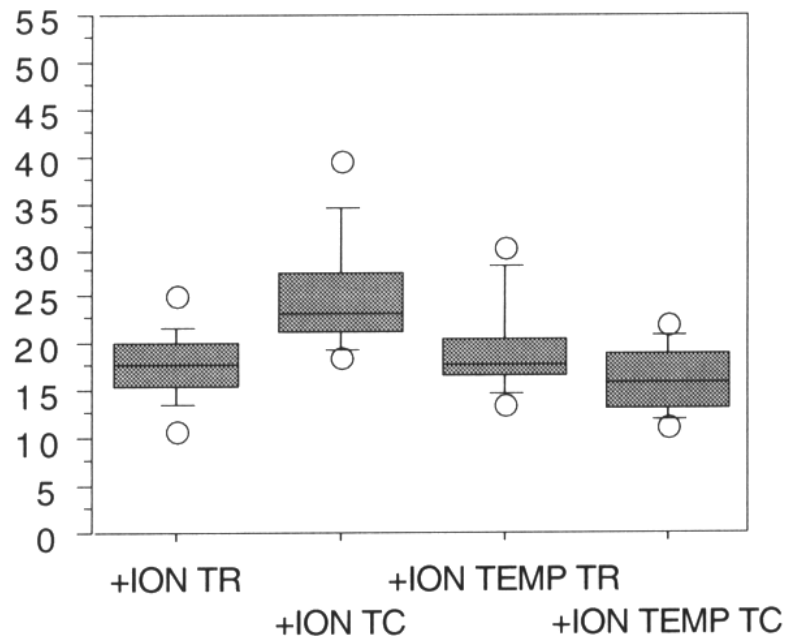


Abbildung 8: Box-Whisker-Plots für ZrO₂-TZP und VITA Titankeramik, getempert

+ION TR = mit Ionenimplantation bei Trockenlagerung

+ION TC = mit Ionenimplantation bei Thermocycling

+ION TEMP TR = mit Ionenimplantation bei Trockenlagerung getempert

+ION TEMP TC = mit Ionenimplantation bei Thermocycling getempert

Für diese Prüfserien betragen die Haftfestigkeitswerte ohne Ionenimplantation 23,7 MPa nach Trockenlagerung und 25,4 MPa nach Thermocycling, was einer Zunahme der Haftfestigkeit um 6,7 % entspricht. Für die ionenimplantierte Keramik ergibt sich ein relativ niedriger Medianwert von 17,9 MPa, der sich nach Thermocycling um 23,2 % auf 23,3 MPa erhöht.

Unter Trockenlagerung liegt die Haftfestigkeit der ionenimplantierten Keramik um 24,5 % unterhalb derer der nicht ionenimplantierten Serie. Nach Thermocycling fällt

der Wert der ionenkonditionierten Serie um 8,3 % geringer aus, als derer der nicht ionenimplantierten Serie.

Die ionenmodifizierte und getemperte Serie weist bei Trockenlagerung in Höhe von 17,9 MPa auf. Nach künstlicher Alterung stellt diese Serie mit einem Medianwert von 16,0 MPa den niedrigsten Wert aller Vergleichsserien dieses Systems dar. Ein Haftfestigkeitsverlust von 31,3 % dieser Prüfreihe ist gegenüber der konventionell ionenimplantierten Serie zu verzeichnen.

Die Box-Plots (Abbildung 7 und 8) zeigen die Streubreite der Messwerte, die bei den nicht-ionenimplantierten Prüfkörpern auffällig groß ist und nach Ionenimplantation jedoch abnimmt.

Ebenfalls auffällig sind die Veränderungen der unteren Quartile nach Thermocycling. Sie beschreiben den Bereich, in dem sich 25% der Messwerte unterhalb des Medians befinden. Auffällig ist die Zunahme des unteren Quartils der nicht-implantierten sowie der implantiert-getemperten Serien und die Abnahme desselben bei der ionenimplantiert und konventionell behandelten Serie.

5.1.3. In-Ceram Zirconia / VITADUR α

Die Medianwerte der Messergebnisse der In-Ceram Zirconia Untersuchungsreihe verblendet mit VITADUR α sind den Abbildungen 9 und 10 zu entnehmen.

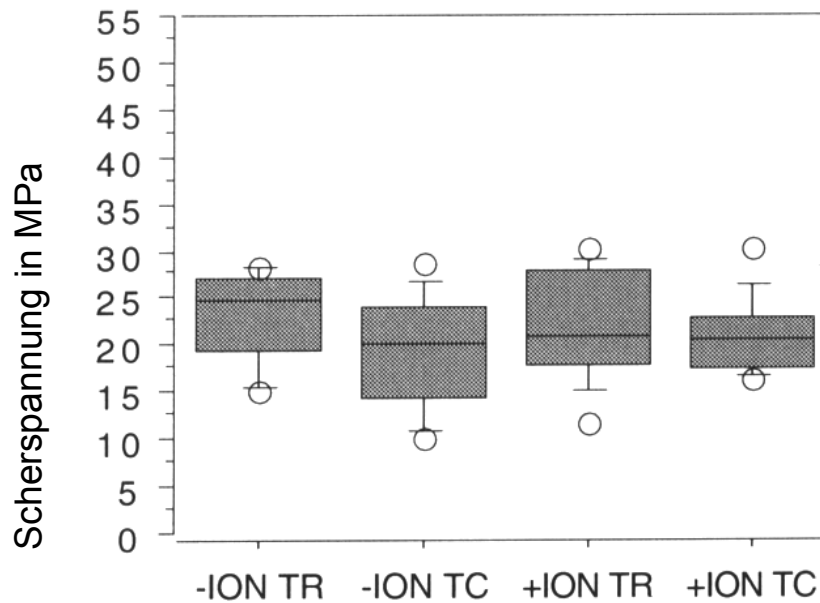


Abbildung 9: Box-Whisker-Plots für In-Ceram Zirconia und Vitadur α , konventionell

- ION TR = ohne Ionenimplantation bei Trockenlagerung
- ION TC = ohne Ionenimplantation bei Thermocycling
- +ION TR = mit Ionenimplantation bei Trockenlagerung
- +ION TC = mit Ionenimplantation bei Thermocycling

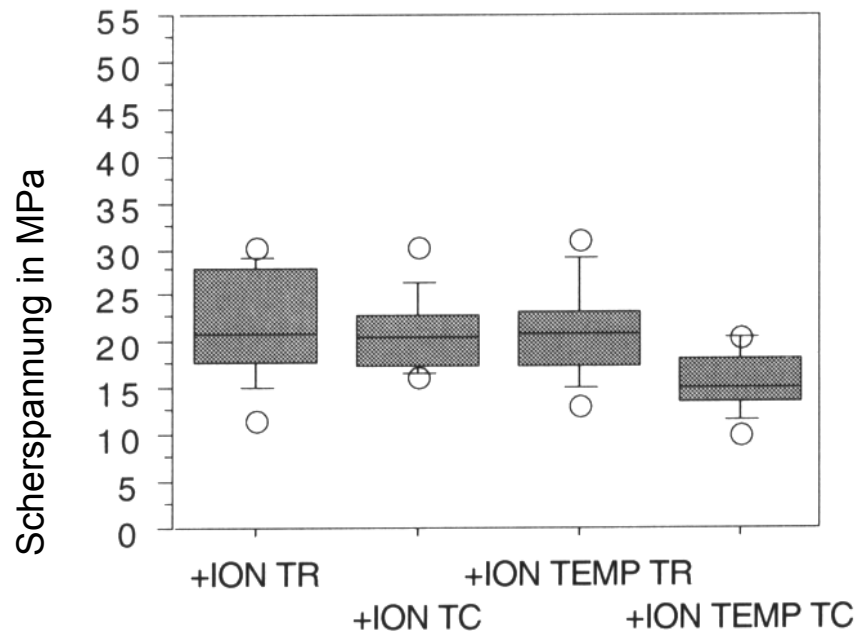


Abbildung 10: Box-Whisker-Plots für In-Ceram Zirkonia und Vitadur α , getempert

+ION TR = mit Ionenimplantation bei Trockenlagerung

+ION TC = mit Ionenimplantation bei Thermocycling

+ION TEMP TR = mit Ionenimplantation bei Trockenlagerung getempert

+ION TEMP TC = mit Ionenimplantation bei Thermocycling getempert

Die unmodifizierte Serie zeigt nach Trockenlagerung eine Haftfestigkeit von 24,9 MPa, die sich nach Thermocycling um 19,3 % auf 20,1 MPa verschlechtert.

Mit Oberflächenmodifikation der Serie durch Ionenimplantation liegen die Werte bei 21,1 MPa für Trockenlagerung und bei 20,4 MPa nach Thermocycling. Der Haftfestigkeitsverlust nach Thermocycling beträgt 3,3 %.

Der Vergleich der Veränderung der Haftfestigkeit mit und ohne Ionenimplantation verdeutlicht einen um 13,6 % geringeren Wert für die ionenimplantierte Keramik bei

Trockenlagerung. Nach künstlicher Alterung liegt die Verbundfestigkeit für die modifizierte Keramik um 1,5 % höher als die der unmodifizierten Serie.

Unter den ionenimplantierten Serien hat die getemperte Untersuchungsreihe bei Trockenlagerung einen Median von 21,0 MPa. Die Verbundhaftung dieser Serie fällt im Vergleich zur konventionellen Serie um 0,5 % geringer aus. Nach Thermocycling zeigt der prozentuale Vergleich bei einem Median von 15,2 MPa der getemperten Serie einen Haftfestigkeitsverlust um 25,5 % gegenüber der konventionellen Prüfreihe.

Der betreffende Medianwert der getemperten Prüfserie nach künstlicher Alterung stellt mit 15,2 MPa den geringsten Wert der gesamten Untersuchungsreihe dar und liegt um 16,9 % unterhalb des Wertes für die nichtimplantierte Keramik nach Thermocycling.

Auffällig bei der Darstellung der Meßserien in den Box-Plots ist die große Messwertstreuung aller trockengelagerten Messreihen, die jedoch nach Thermocycling der ionenmodifizierten Serien abnimmt. Bei der nicht-ionenimplantierten Serie nimmt die Streuung nach Thermowechselbadbelastung hingegen zu.

5.2. Ergebnisse des statistischen U-Tests nach Mann und Whitney

Zur Prüfung der Messwerte der einzelnen Untersuchungsreihen auf tatsächliche Unterschiede kommt zum paarweisen Vergleich der unterschiedlichen Versuchsserien der verteilungsfreie U-Test nach Mann und Whitney für unverbundene Stichproben zur Anwendung. Es wird mit einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 5 % auf Signifikanz ($0,05 \geq P$) geprüft [113]. Signifikante Unterschiede werden in den folgenden Tabellen mit „*“ und nicht signifikante Unterschiede mit „n.s.“ gekennzeichnet.

Folgende Serien wurden für die einzelnen Keramiken auf Signifikanz getestet:

- ION TR = ohne Ionenimplantation bei Trockenlagerung
- ION TC = ohne Ionenimplantation bei Thermocycling
- +ION TR = mit Ionenimplantation bei Trockenlagerung
- +ION TC = mit Ionenimplantation bei Thermocycling
- +ION TEMP TR = mit Ionenimplantation bei Trockenlagerung getempert
- +ION TEMP TC = mit Ionenimplantation bei Thermocycling getempert

5.2.1. Zirconia-TZP / VITA VERBLENDKERAMIK D

	+ION TR	+ION TC	-ION TR
-ION TC	n.s.	*	n.s.
-ION TR	n.s.	n.s.	
+ION TC	n.s.		

Tabelle 2: Ergebnisse des U-Tests für das System Zirconia-TZP/VITA VERBLENDKERAMIK D

	+ION TEMP TR	+ION TEMP TC
+ION TC	n.s.	*
+ION TR	n.s.	*
-ION TC	n.s.	n.s.
-ION TR	*	n.s.
+ION TEMP TC	*	

Tabelle 3: Ergebnisse des U-Tests für das System Zirconia-TZP/VITA VERBLENDKERAMIK D

Die Haftfestigkeitswerte der mit Ionenstrahl modifizierten Prüfserien liegen nach künstlicher Alterung signifikant höher als die Werte der Prüfserie ohne Ionenimplantation.

Die Werte der getemperten Meßreihe verschlechtern sich nach Thermocycling gegenüber der Trockenlagerung signifikant.

Durch die Temperung erfahren die Ionenmodifizierten Prüfserien nach Thermocycling eine signifikante Verschlechterung gegenüber der konventionellen Behandlung.

Gegenüber den nicht implantierten Serien besteht nach Temperung bei den trockengelagerten Proben ein signifikanter Unterschied in Form einer Verbundfestigkeitserhöhung.

5.2.2. Zirconia-TZP / VITA TITANKERAMIK

	+ION TR	+ION TC	-ION TR
-ION TC	*	n.s.	n.s.
-ION TR	*	n.s.	
+ION TC	*		

Tabelle 4: Ergebnisse des U-Tests für das System Zirconia-TZP/VITA TITANKERAMIK

Bei denen der Ionenimplantation unterzogenen Prüfserien, zeigen sich nach Thermocycling signifikant höhere Verbundfestigkeitswerte, als bei den trockengelagerten Serien.

Zwischen trockengelagerter ionenmodifizierter und nicht implantierter Keramik besteht ein signifikanter Unterschied höherer Haftfestigkeiten zugunsten der nicht implantierten Serie.

	+ION TEMP TR	+ION TEMP TC
+ION TC	*	*
+ION TR	n.s.	n.s.
-ION TC	*	*
-ION TR	n.s.	*
+ION TEMP TC	n.s.	

Tabelle 5: Ergebnisse des U-Tests für das System Zirconia-TZP / VITA
TITANKERAMIK

Eine signifikante Verschlechterung der Messwerte ist nach künstlicher Alterung der getemperten ionenimplantierten Prüfkörper gegenüber der konventionellen Behandlung zu verzeichnen.

Im Vergleich der getemperten Serie nach künstlicher Alterung zu der nicht ionenmodifizierten Serie nach Thermocycling besteht eine hochsignifikante Verschlechterung der Haftwerte.

5.2.3. In-Ceram Zirconia / VITADUR α

	+ION TR	+ION TC	-ION TR
-ION TC	n.s.	n.s.	n.s.
-ION TR	n.s.	n.s.	
+ION TC	n.s.		

Tabelle 6: Ergebnisse des U-Tests für das System In-Ceram Zirconia / VITADUR α

Alle Messreihen der nicht ionenimplantierten und der konventionell ionenmodifizierten Keramiken entstammen einer Grundgesamtheit, d.h. sie unterscheiden sich nicht signifikant.

	+ION TEMP TR	+ION TEMP TC
+ION TC	n.s.	*
+ION TR	n.s.	*
-ION TC	n.s.	*
-ION TR	n.s.	n.s.
+ION TEMP TC	*	

Tabelle 7: Ergebnisse des U-Tests für das System In-Ceram Zirconia / VITADUR α

Die ionenimplantierte und getemperte Prüfserie erfährt durch Thermocycling signifikante Einbußen an Haftfestigkeit gegenüber der trockengelagerten Messreihe. Erstere erliegt ebenfalls im Vergleich zu der konventionellen Serie unabhängig von deren Lagerungsbedingungen signifikanten Verbundfestigkeitsverlusten.

Unter künstlicher Alterung liegt die Haftfestigkeit der nicht durch Ionenstrahl modifizierten Prüfkörper signifikant höher, als die der ionenmodifizierten und getemperten Vergleichscharge.

	-ION TR	-ION TC	+ION TR	+ION TC	+ION TEMP TR	+ION TEMP TC
1.	n.s.	n.s.	*	n.s.	*	*
2.	n.s.	n.s.	n.s.	*	*	*
3.	n.s.	n.s.	*	*	n.s.	n.s.

Tabelle 8: Ergebnisse des U-Tests für:

1. Zirconia-TZP / VERBLENDKERAMIK D ↔ Zirconia-TZP / VITA TITANKERAMIK
2. Zirconia-TZP / VERBLENDKERAMIK D ↔ In-Ceram Zirconia / VITADUR α
3. Zirconia-TZP / VITA TITANKERAMIK ↔ In-Ceram Zirconia / VITADUR α

Die Verbundfestigkeiten der nichtmodifizierten Prüfserien aller Vollkeramiksysteme unterscheiden sich unabhängig von den Lagerungsbedingungen nicht signifikant.

Signifikant geringere Verbundfestigkeiten der ionenimplantierten, nicht getemperten und trockengelagerten Prüfserien der VITA TITANKERAMIK auf dem Zirkondioxid-TZP lassen sich gegenüber der VERBLENDKERAMIK D feststellen.

Signifikant höher liegen in diesem Fall auch die Haftfestigkeiten des In-Ceram Zirconia / VITADUR α -Systems gegenüber der VITA TITANKERAMIK.

Nach Thermocycling sind die Haftfestigkeiten der ionenmodifizierten Serie der beiden Keramiken auf Zirkondioxid-TZP signifikant höher gegenüber dem VITADUR α / In-Ceram Zirconia -System.

Mit thermischer Behandlung nach der Ionenimplantation, liegt die VERBLENDKERAMIK D unabhängig von den Lagerungsbedingungen in ihren Verbundfestigkeiten signifikant höher gegenüber den anderen beiden Keramiken.

5.3. Ergebnisse der EDAX- und REM Untersuchungen

Die REM-Aufnahmen zeigen bei 2000-facher Vergrößerung die Kontaktzone des Übergangs von Verblendkeramik zu Gerüstkeramik. Die Gerüstkeramik erscheint im Falle der In-Ceram Zirconia als unstrukturiert grau-weiße Fläche. Das Zirkondioxid-TZP stellt sich als durchgehend weißgraues Areal dar.

Im Gegensatz dazu hat die Matrix der Verblendkeramik durch den höheren Glasanteil einen dunkleren, grauen Farbton.

Die Anordnung der Messpunkte ist Abbildung 11 zu entnehmen.

Aus Gründen der Übersichtlichkeit wird die Darstellung der Ergebnisse auf die trockengelagerten Proben beschränkt und tabellarisch unter Angabe der wichtigsten Elemente (Zr, Al, Si, La) dargeboten.

Die Wahl des direkten Vergleichs der durch Ionenstrahl modifizierten mit den nicht modifizierten Prüfkörpern und die konventionell behandelten mit den getemperten Proben gleichen Verblendmaterials ermöglicht die anschauliche Darstellung der durch die Modifikation möglicherweise induzierten Veränderungen der Keramik-Kontaktzone. Der in den Tabellen als Rest deklarierten Anteil bezeichnet die im EDAX-Verfahren nicht identifizierbaren Elemente.

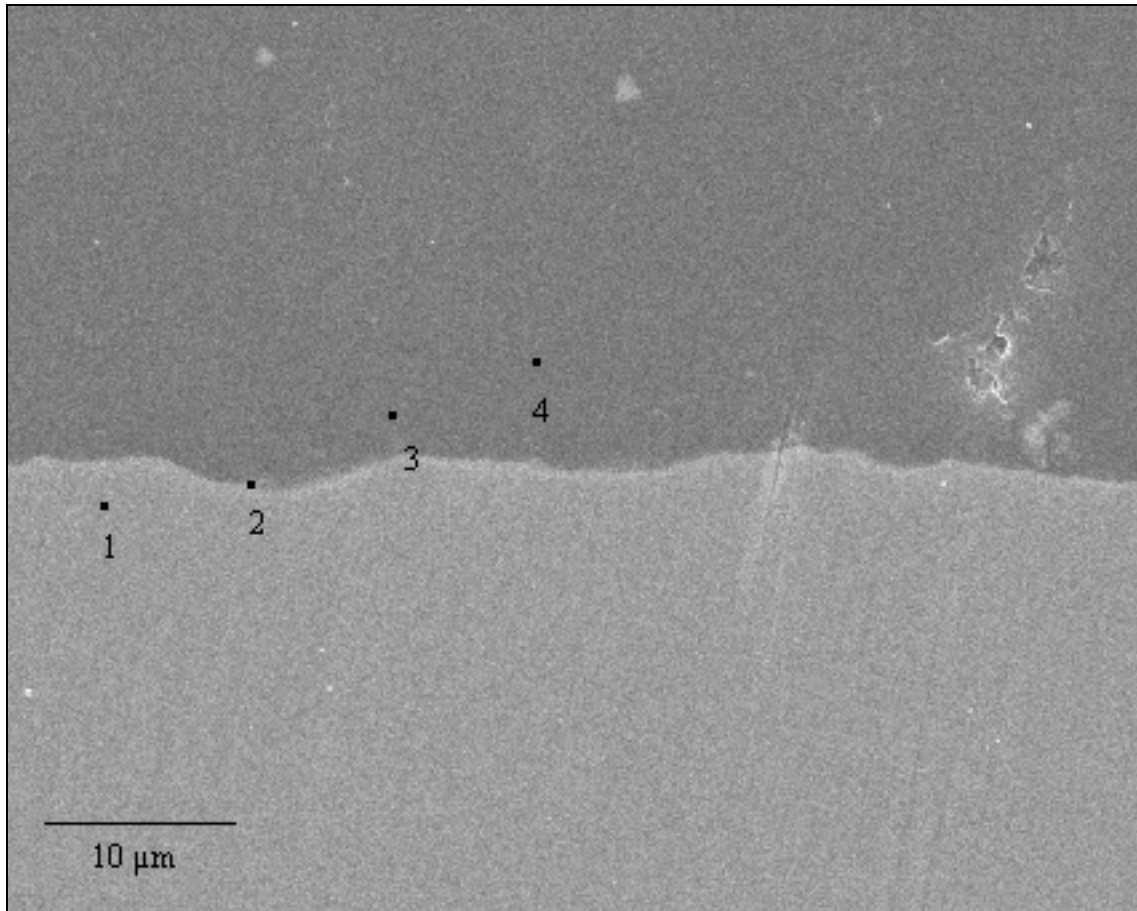


Abbildung 11: Anordnung der Meßpunkte der EDAX-Analysen

5.3.1. Zirconia-TZP / VITA VERBLENDKERAMIK D

Die REM-Abbildung zeigt die infolge der Elektrokorundstrahlung aufgerauhte Keramikoberfläche mit einer guten Verbindung zwischen den Keramiken, was auf eine gute Benetzung der Verblendkeramik schließen lässt. Die Verbundzone stellt sich homogen, ohne Porositäten dar. In der Gerüstkeramik sind im Gegensatz zur Verblendkeramik durch die industrielle Hochsinterung keine Porositäten sichtbar.

Die gemessenen Werte der Konzentrationen in Gewichtsprozent für die angegebenen Elemente sind folgender Tabelle zu entnehmen:

	2 µm in der Gerüstkeramik (Messpunkt 1)			Kontaktzone (Messpunkt 2)			2 µm in der Verblendkeramik (Messpunkt 3)			5 µm in der Verblendkeramik (Messpunkt 4)		
	+ION		-ION	+ION		-ION	+ION		-ION	+ION		-ION
	K	T		K	T		K	T		K	T	
Zr	76,8	82,5	76,6	45,2	53,1	19,6	22,6	10,1	5,2	4,7	13,2	9,5
Al	0	0	0	1,2	2,4	6,2	7,6	10,1	6,2	7,4	11,4	9,6
Si	3,6	4,0	0	5,8	8,7	23,6	25,1	43,8	29,9	43,1	51,2	53,3
Rest	73,2	13,5	23,4	47,8	35,8	50,6	44,7	36,0	58,7	44,8	24,2	27,6

Tabelle 9: Zirconia-TZP / VERBLENDKERAMIK D, Trockenlagerung, geätzt (Angaben in Gewichtsprozent)

Innerhalb der Kontaktzone (Messpunkt 2) werden mit Hilfe der EDAX-Analyse bei den ionenmodifizierten Prüfkörpern erheblich höhere Mengen an Zirkon (45,2 Gewichtsprozent) im Vergleich zu den unmodifizierten Proben (19,6 Gewichtsprozent) gefunden.

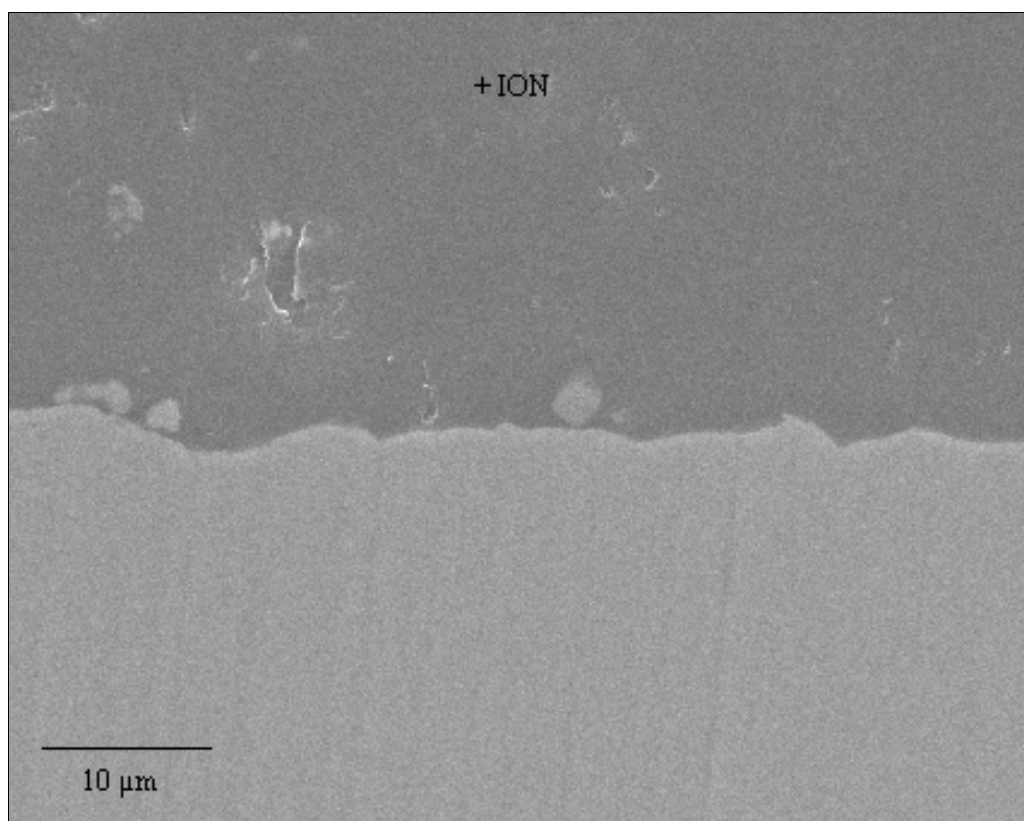
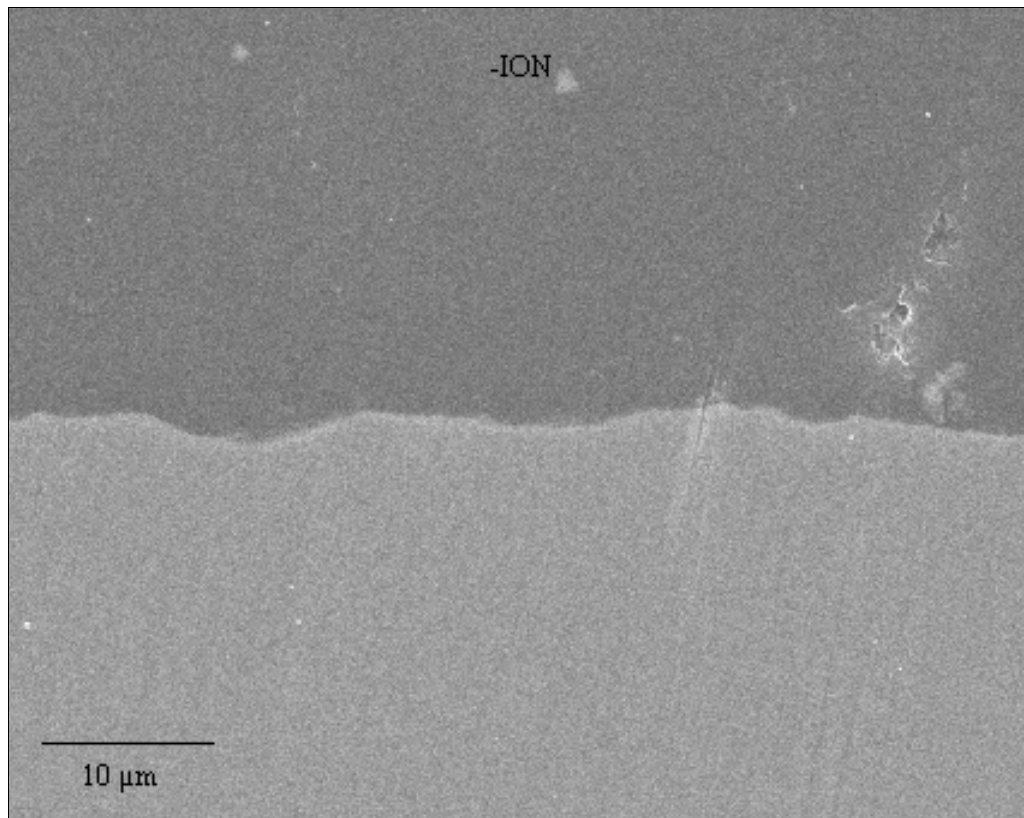


Abbildung12: REM-Bilder der Kombination ZrO_2 -TZP / Verblendkeramik D (2000:1)

5.3.2. Zirkonia-TZP / VITA TITANKERAMIK

Die Verbundzone des ZrO_2 -TZP und der VITA TITANKERAMIK zeigt in der Abbildung 13 eine gute Benetzung zwischen den beiden Keramiken. Die Kontaktzone ist durch Homogenität gekennzeichnet.

Im Meßpunkt 2 (innerhalb der Kontaktzone) werden bei der EDAX-Analyse der ionenmodifizierten Prüfkörper der VITA TITANKERAMIK ebenfalls erheblich höhere Mengen an Zirkon (38,5 Gewichtsprozent) im Vergleich zu den unmodifizierten Proben (27,0 Gewichtsprozent) gefunden.

	2 µm in der Gerüstkeramik (Meßpunkt 1)			Kontaktzone (Meßpunkt 2)			2 µm in der Verblendkeramik (Meßpunkt 3)			5 µm in der Verblendkeramik (Meßpunkt 4)		
	+ION		-ION	+ION		-ION	+ION		-ION	+ION		-ION
	K	T		K	T		K	T		K	T	
Zr	76,1	76,4	75,7	38,5	31,6	27,0	12,0	8,5	14,1	10,2	7,2	10,2
Al	0	0	0	3,4	3,4	3,1	4,7	4,4	4,6	4,1	3,8	3,4
Si	0	0	3,3	23,7	36,8	35,2	44,9	50,8	56,4	50,4	49,8	49,4
Rest	23,9	23,6	24,3	34,4	28,2	34,7	38,4	36,3	24,9	35,3	39,2	37,0

Tabelle 10: Zirconia-TZP / VITA TITANKERAMIK, Trockenlagerung, geätzt (Angaben in Gewichtsprozent)

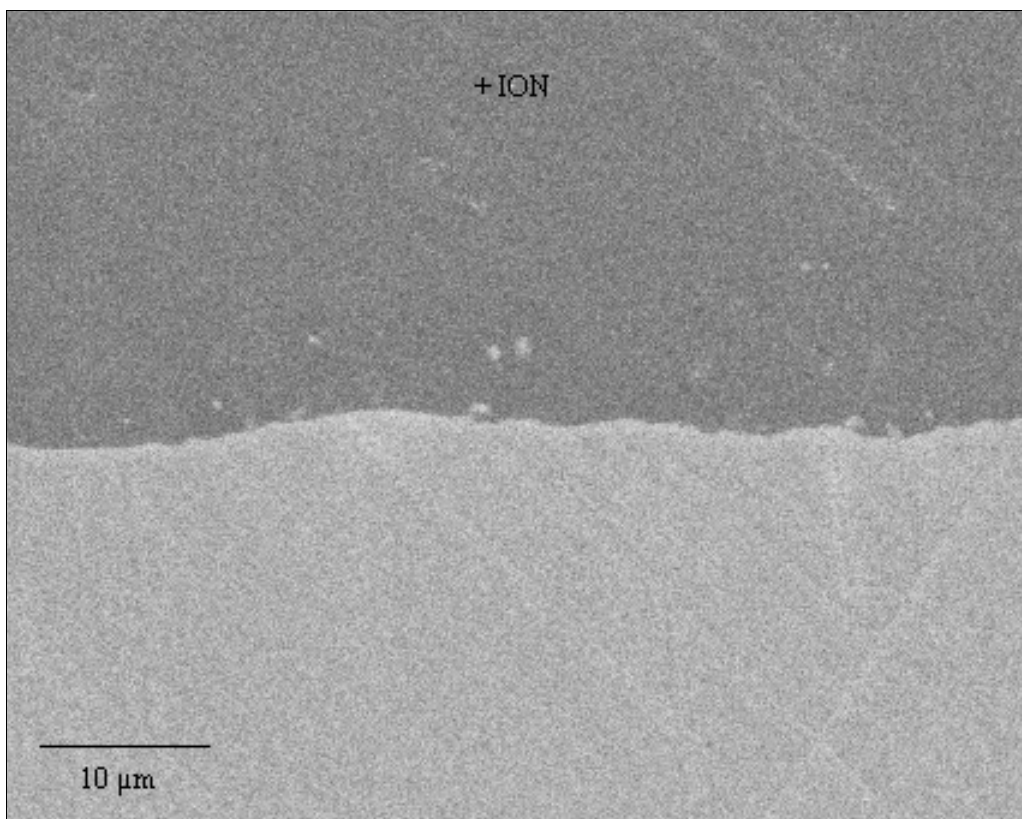
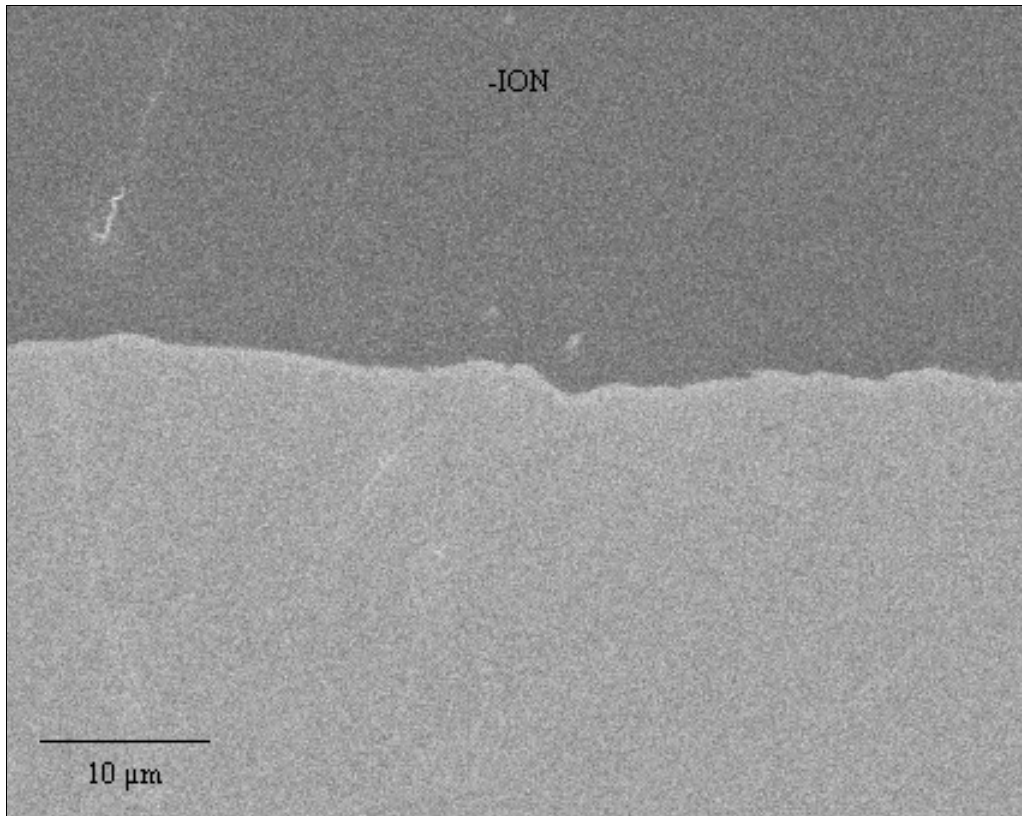


Abbildung 13: REM-Aufnahmen der Kombination ZrO_2 -TZP/VITA Titankeramik (2000:1)

5.3.3. In-Ceram Zirkonia / VITADUR α

Die Struktur der In-Ceram Zirkonia stellt sich im REM-Bild im Gegensatz zur homogen weißen Zirkondioxid-TZP Keramik durch eine grau-weiße wolkenartige Struktur dar. Die grauen Schattierungen zeigen die Aluminiumoxidanteile und die weißen Strukturen kennzeichnen das Zirkonoxid.

Im Vergleich zu den vorherigen Keramikkombinationen fällt der im REM-Bild der Abbildung 14 hier sichtbare grenzenlose Übergang der VITADUR α zur Gerüstkeramik auf. Die VITADUR α zeigt jedoch mehr Inhomogenitäten innerhalb des Gefüges, als die beiden anderen Keramiken.

	2 μm in der Gerüstkeramik (Meßpunkt 1)			Kontaktzone (Meßpunkt 2)			2 μm in der Verblendkeramik (Meßpunkt 3)			5 μm in der Verblendkeramik (Meßpunkt 4)		
	+ION		-ION	+ION		-ION	+ION		-ION	+ION		-ION
	K	T		K	T		K	T		K	T	
Zr	12,0	41,0	13,2	6,7	14,0	15,4	14,6	25,4	10,1	13,0	9,4	9,6
Al	64,8	25,8	43,9	7,7	19,4	14,1	11,6	15,7	8,4	11,3	9,1	9,6
Si	6,9	6,7	13,9	21,2	45,8	57,9	51,5	53,5	50,9	49,7	55,6	51,1
La	7,5	3,7	30,2	6,7	10,2	0	0	1,9	0	0	1,2	0
Rest	8,8	22,8	1,2	57,7	10,6	12,6	22,3	3,5	30,6	26,0	24,7	29,7

Tabelle 11: In-Ceram Zirconia / VITADUR α , Trockenlagerung, geätzt (Angaben in Gewichtsprozent)

Bei diesem Keramiksystem ist der Anteil an Zirkon in der Kontaktzone (Meßpunkt 2) bei der ionenimplantierten Charge mit 14,0 Gewichtsprozent geringer, als bei der nicht ionenimplantierten Serie (15,4 Gewichtsprozent).

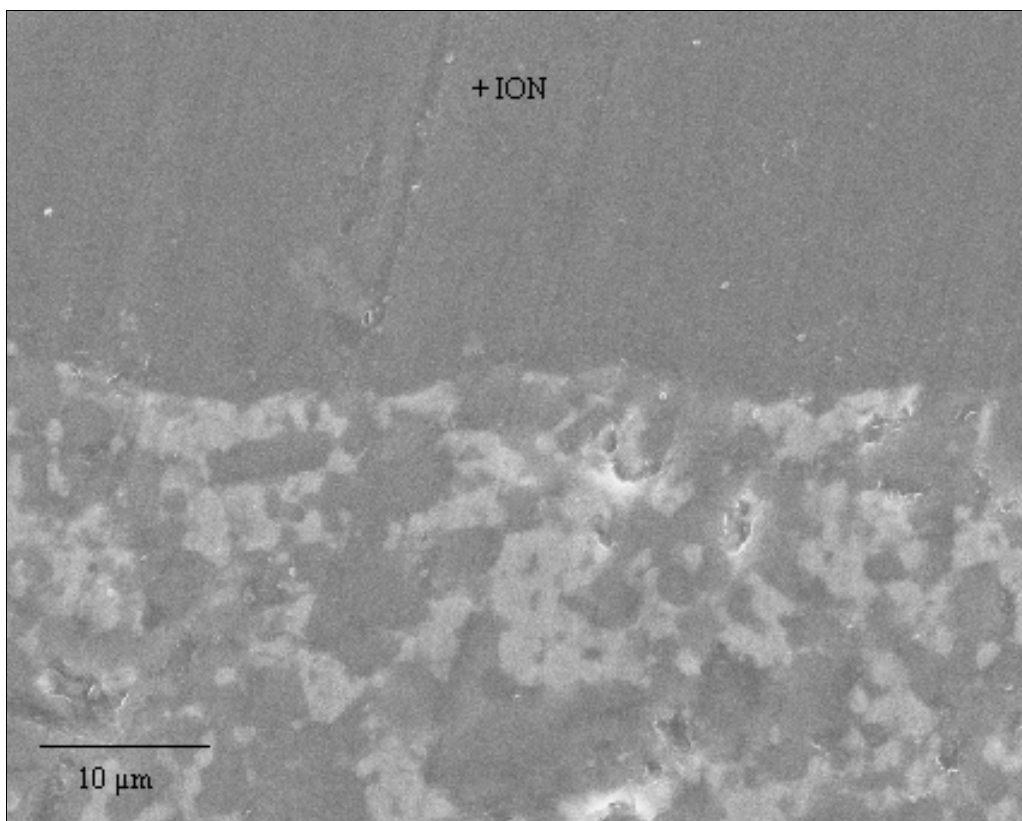
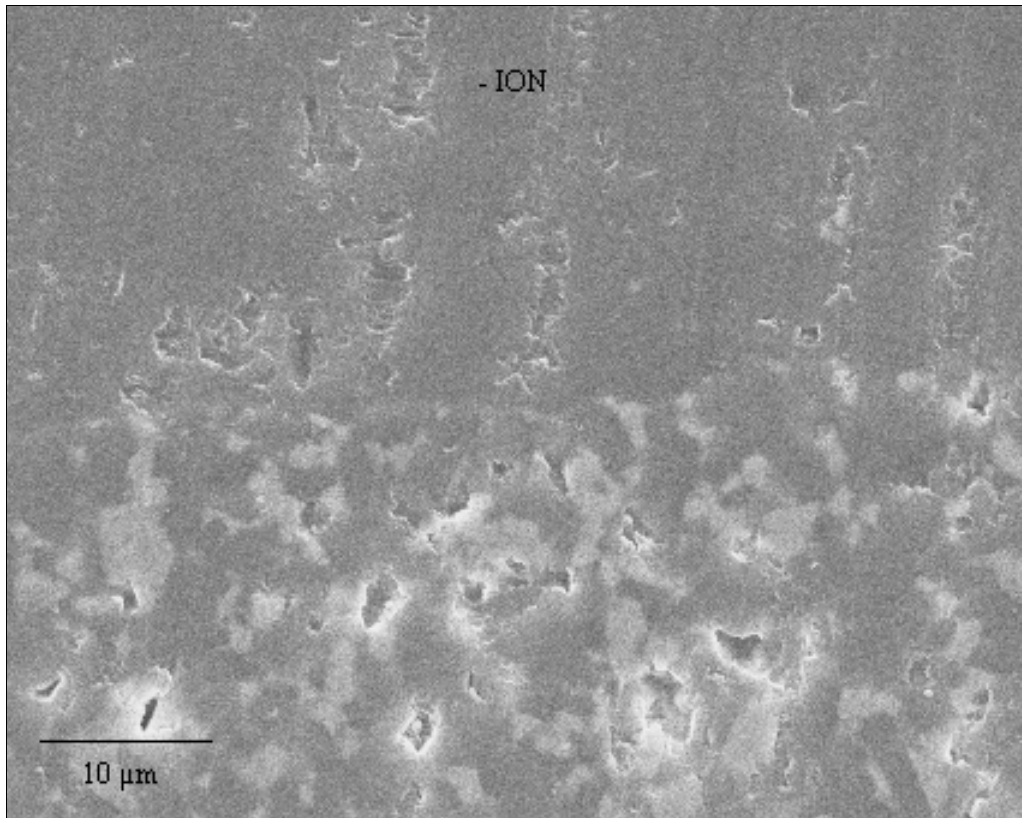


Abbildung 14: REM-Aufnahmen der Kombination In-Ceram Zirkonia/Vitadur α 2000:1)