

Aus der Abteilung für Experimentelle Zahnheilkunde  
der Klinik für Zahn-, Mund-, und Kieferheilkunde  
der Medizinischen Fakultät Charité - Universitätsmedizin Berlin

## Dissertation

Einfluss von Mischungsverhältnis und Trocknungsphase  
der Grundmasse auf die Verbundfestigkeit zwischen  
edelmetallfreier Legierung und Verblendkeramik

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

vorgelegt der medizinischen Fakultät Charité -  
Universitätsmedizin Berlin

von

Jan-Simon Kochs  
aus Berlin

Gutachter: 1. Priv.-Doz. Dr. R. Strietzel

2. Prof. Dr. W. B. Freesmeyer

3. Prof. Dr. J. M. Setz

Datum der Promotion: 21. 11. 2008

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>EINLEITUNG .....</b>	<b>5</b>
<b>2</b>	<b>SCHRIFTTUM.....</b>	<b>6</b>
2.1	KERAMIK.....	6
2.1.1	Geschichte der Dentalkeramik.....	6
2.1.2	Zusammensetzung der Keramik.....	7
2.1.2.1	Feldspat .....	8
2.1.2.2	Quarz .....	9
2.1.3	Eigenschaften der Dentalkeramik.....	10
2.1.4	Einteilung der Dentalkeramiken.....	11
2.2	LEGIERUNGEN.....	12
2.2.1.1	Edelmetallfreie Legierungen.....	12
2.2.2	Eigenschaften von Aufbrennlegierungen.....	13
2.2.3	Eigenschaften von aufbrennfähigen Kobalt-Chrom-Legierungen .....	13
2.3	HAFTVERBUND ZWISCHEN METALL UND KERAMIK.....	14
2.3.1	Chemische Bindung durch Haftoxide .....	14
2.3.2	Kompressionskräfte beim Erkalten und mechanische Retention.....	15
2.3.3	Adhäsive Bindung bzw. Van-der-Waals-Kräfte.....	16
2.4	VERBLENDEN VON METALLGERÜSTEN.....	16
2.4.1	Der keramische Brand.....	19
2.5	WERKSTOFFPRÜFUNG .....	20
2.5.1	Prüfmethoden für Metall-Keramik-Verbundsysteme.....	20
2.5.1.1	Zugversuch nach NALLY und BERTA .....	21
2.5.1.2	Zugscherversuch nach SCHELL und NIELSEN.....	21
2.5.1.3	Druckscherversuch nach SCHMITZ- SCHULMEYER.....	22
2.5.1.4	Biegedruckversuch nach VOSS .....	23
2.5.1.5	3-Punkt-Biegescherversuch nach SCHWICKERATH.....	24
<b>3</b>	<b>MATERIAL UND METHODE .....</b>	<b>26</b>
3.1	MATERIAL.....	26
3.1.1	Legierung.....	26
3.1.2	Keramik.....	27
3.1.3	Herstellung des Metallgerüstes .....	28
3.1.4	Aufbrennen der Keramik.....	30
3.1.5	Variationen des Grundmassebrandes .....	32
3.2	METHODE .....	35
3.2.1	Durchführung des Schwickerathversuchs .....	35
3.2.2	Auswertung der Prüfergebnisse .....	35

3.2.3	Oberflächenuntersuchungen .....	37
3.2.4	Statistisches Verfahren .....	38
<b>4</b>	<b>ERGEBNISSE.....</b>	<b>39</b>
4.1	ERGEBNISSE DES DREI-PUNKT-BIEGEVERSUCHS NACH SCHWICKERATH .....	39
4.1.1	Serie A: Grundmasse nach Herstellerangaben angemischt.....	39
4.1.2	Serie B: Grundmasse so dickflüssig wie möglich angemischt .....	41
4.1.3	Serie C: Grundmasse mit doppelter Liquid-Menge angemischt.....	43
4.1.4	Serie D: Grundmasse eingetrocknet und mit Aqua dest. verdünnt .....	44
4.1.5	Serie E: Grundmasse eingetrocknet und mit Glycerin verdünnt .....	45
4.1.6	Serie F: Grundmasse mit Liquid u. Glycerin im Verhältnis 1:1 angemischt .....	47
4.1.7	Vergleich der Verbundfestigkeiten aller Trocknungsphasen.....	48
4.1.8	Vergleich der Anmischtechniken untereinander .....	49
4.2	MIKROSKOPISCHE AUSWERTUNG .....	51
4.2.1	Begutachtung der Bruchoberflächen .....	51
4.2.2	Begutachtung der Längsschnitte .....	57
<b>5</b>	<b>DISKUSSION.....</b>	<b>58</b>
5.1	FEHLERDISKUSSION.....	58
5.1.1	Herstellung der Prüfkörper.....	58
5.1.2	Messung .....	60
5.1.3	Eignung der Methode .....	60
5.2	DISKUSSION DER ERGEBNISSE .....	62
5.2.1	Ergebnisse des Drei-Punkt-Biegeversuchs nach SCHWICKERATH .....	62
5.2.2	Ergebnisse der mikroskopischen Untersuchung .....	64
5.2.3	Schlussfolgerung .....	65
5.2.4	Praktische Bedeutung.....	66
<b>6</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG.....</b>	<b>67</b>
6.1	SUMMARY .....	69
<b>7</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS.....</b>	<b>71</b>
<b>8</b>	<b>ANHANG.....</b>	<b>79</b>
8.1	VERWENDETE GERÄTE UND MATERIALIEN:.....	79
8.2	MESSWERTE UND BESCHREIBENDE STATISTIK .....	80
8.3	DANKSAGUNG .....	95
8.4	LEBENS LAUF .....	96

## 1 Einleitung

Das Ersetzen zerstörter oder verlorener Zähne gehört nach wie vor zu den Hauptaufgaben der modernen Zahnmedizin, daran konnten auch die sich ständig verbessernden Möglichkeiten auf den Gebieten der Zahnerhaltung sowie der zahnärztlichen Prophylaxe bisher nichts ändern. Durch die in den sechziger Jahren eingeführten Metall-Keramik-Systeme auf Edelmetallbasis wurde es möglich, den Wünschen der Patienten nach ästhetischem und biokompatiblen Zahnersatz zu entsprechen. Mit der Entwicklung der edelmetallfreien aufbrennfähigen Legierungen (EMF- Legierungen) in den frühen achtziger Jahren begann sich eine kostengünstigere Alternative zu etablieren [82]. Obwohl das Verblenden von EMF- Legierungen mit Keramik mittlerweile zum Standardrepertoire eines Zahntechnikers gehört [100], kommt es doch hin und wieder zum Abplatzen der Keramik aufgrund eines unzureichenden Haftverbundes. In einer klinischen Studie von ÖZCAN und NIEDERMEIER konnte gezeigt werden, dass Misserfolge von keramisch verblendeten Restaurationen häufig auf das Versagen des Haftverbundes unter normaler Kaubelastung zurückzuführen sind [56]. Eine mögliche Ursache dafür könnte in der Arbeitsweise einzelner Zahntechniklabore zu finden sein, denn diese mischen die keramischen Verblendmassen üblicherweise nach Augenmaß, ein exaktes Mischungsverhältnis existiert nicht. Pulver und Flüssigkeit werden miteinander vermischt, bis ein Schlicker entsteht, dessen Festigkeit bzw. Deckkraft allein den subjektiven Ansprüchen des Zahntechnikers genügen muss. Um die Standfestigkeit der Keramik vor dem Brand zu erhöhen und um ihr eine gel-artige Konsistenz zu verleihen, wird in einigen Laboren zusätzlich Glycerin beigemischt. Beim Modellieren der plastischen Keramikmasse kann es, in Arbeitspausen, (durch Verdunstung der Flüssigkeit) zum Eintrocknen kommen, woraufhin erneut verdünnt werden muss. Doch nicht nur das uneinheitliche Vorgehen beim Anmischen, sondern auch eine nicht exakte Arbeitsweise beim Brennvorgang könnte möglicherweise zum Versagen des Haftverbundes zwischen Metall und Keramik führen. Ist die Keramik zu Beginn des Brandes noch zu feucht und wird sie nicht ausreichend unterhalb der eigentlichen Brenntemperatur getrocknet, kann verdampfende Flüssigkeit zum Einschluss von Gasblasen führen. Diese Gasblasen schwächen sowohl den Haftverbund als auch die Integrität der erhärteten Keramik, so-

dass es später, unter Belastung im Patientenmund, zur Rissbildung oder zu Abplatzungen kommen kann.

Ziel dieser Studie ist es zu bestimmen, welchen Einfluss einerseits verschiedene Verhältnisse zwischen fester und flüssiger Phase beim Anmischen des Keramikschlickers und andererseits verschiedene Trocknungszeiten auf den Haftverbund zwischen Keramik und EMF- Legierung haben.

## **2 Schrifttum**

### **2.1 Keramik**

#### **2.1.1 Geschichte der Dentalkeramik**

- 1709 gelang es BÖTTGER in Meißen als erstem Europäer auf der Basis der Versuche von TSCHIRNHAUS Porzellan herzustellen
- 1710 entstand die Meißner Porzellanmanufaktur. Das dort hergestellte Porzellan bestand hauptsächlich aus Kaolin (weißer Ton) und geringen Anteilen an Feldspat und Quarz. Nachdem das Fabrikationsgeheimnis bekannt geworden war, entstanden Porzellanmanufakturen in ganz Europa [19, 26].
- 1728 versuchte FAUCHARD durch das Emaillieren von Gold und Silber Zahnersatz herzustellen [59]. Seine Versuche scheiterten jedoch an mangelnder mechanischer Festigkeit der Emaille.
- 1783 gelang dem Apotheker DUCHÂTEAU in Zusammenarbeit mit dem Zahnarzt DE CHÉMANT die Herstellung künstlicher Prothesenzähne aus Porzellan.
- 1887 entwickelte C.H. LAND die sog. Jacketkrone, indem er Keramik auf eine dünne Platinfole aufbrannte und so die erste keramische Mantelkrone schuf.
- 1934 versuchten SWANN und HILDEBRANDT Porzellankronen auf eine Platin-Iridium-Legierung aufzubrennen und dadurch zu verstärken. Unterschiedliche Wär-

meausdehnungskoeffizienten der von ihnen verwendeten Materialien führten jedoch immer wieder zum Abplatzen der Keramik von der Metalloberfläche.

- 1952 ließ WEINSTEIN in den USA eine Aufbrennkeramik mit erhöhtem Kaliumoxidgehalt patentieren, deren Wärmeausdehnungskoeffizient auf den des Trägermetalls abgestimmt war [20].
- 1962 wurde von den Firmen DEGUSSA und VITA ZAHNFABRIK unter der Bezeichnung VMK<sup>®</sup> (Vita Metall-Keramik) das erste in Europa entwickelte Metall-Keramik-System angeboten und konnte sich weltweit durchsetzen.
- 1968 gelang der Firma BEGO erstmals die keramische Verblendung (VMK 68) einer edelmetallfreien Legierung (Wiron<sup>®</sup>) [93, 94].

### 2.1.2 Zusammensetzung der Keramik

Der Begriff Keramik bezeichnet durch Brennen (Sintern) hergestellte, kristalline, anorganisch-nichtmetallische Erzeugnisse. Bei ihrer Fertigung werden feinkörnige Rohstoffe durch das Vermengen mit Wasser zu einer bei Raumtemperatur formbaren Masse vermischt, die anschließend beim Brennen in einen festen, dauerhaften Werkstoff überführt wird. Die heutzutage für die Verblendung von Metallgerüsten eingesetzten keramischen Massen unterscheiden sich stark von dem im 18. Jahrhundert in Meißen entwickelten Porzellan. Auch sie enthalten Kaolin, Feldspat und Quarz, jedoch in einer anderen prozentualen Zusammensetzung. Der Anteil an Kaolin wurde reduziert, der an Feldspat erhöht.

	<b>Porzellan</b>	<b>Dentalkeramik</b>
<b>Feldspat</b>	10-30	70-80
<b>Quarz</b>	15-35	10-30
<b>Kaolin</b>	40-70	0-3

Tabelle 1: Unterschiede in der Zusammensetzung von Porzellan und Dentalkeramik  
(Angaben in Massenprozent)

Neben den drei Hauptbestandteilen enthalten Dentalkeramiken verschiedene Zusatzstoffe. Flussmittel, wie z. B. Kaliumkarbonat, Kaliumoxid, Natriumkarbonat, Magnesiumoxid oder Borax verringern die Erweichungstemperatur, da sie, eingelagert in die Glasphase, die Homogenität der Netzwerkstruktur herabsetzen [47]. Metalloxide und -salze werden als Farbzusätze verwendet, und die Zugabe von hochschmelzenden, festen Oxiden des Zirkoniums, Siliziums, Aluminiums und Magnesiums erhöht die Bruchfestigkeit.

#### 2.1.2.1 Feldspat

Feldspate sind die häufigsten in der Erdkruste vorkommenden gesteinsbildenden Mineralien. Chemisch gehören sie zur Gruppe der Gerüstsilikate, denn sie sind aus der vernetzten, tetraedrischen Verbindung von Silizium und Sauerstoff entstanden, in die neben Aluminium verschiedene andere Metallionen eingelagert sind [47]. Die größte Bedeutung für die Dentalkeramik hat Kalifeldspat, da dieser sich beim Brennen, bei 1170°C, in Schmelze und kristallines Leuzit auftrennt. Durch diesen inkongruenten Schmelzvorgang erfolgt beim Abkühlen keine Rekristallisation in Kalifeldspat, sondern es verbleibt die glasartige, transparente Quarzschmelze und darin eingebettet opake, kristalline Leuzitpartikel [26]. Diese Leuzitkristalle erhöhen aufgrund ihres höheren Schmelzpunktes (1530°C) bei ausreichendem Vorhandensein die Standfestigkeit der Schmelze optimalerweise soweit, dass es zu keiner Formveränderung durch Zerfließen

kommt [26]. Auch der Wert des Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) der keramischen Masse kann durch steigenden Anteil an kristallinem Leuzit erhöht und so dem einer Legierung angepasst werden [16, 41, 42]. Der Leuzitgehalt einer Keramik wird durch den Gehalt an Kalifeldspat und durch die Dauer und Höhe der Brenntemperatur bestimmt [42]. Die meisten Aufbrennkeramiken gehören zu den leuzitverstärkten Silikatkeramiken und haben einen Leuzitanteil von ca. 25%.

Beim Abkühlen entsteht durch die Schrumpfung der in die Glasmatrix eingebetteten Leuzitkristalle und die Diskrepanz der Wärmeausdehnungskoeffizienten der beiden Phasen eine Druckspannung, woraus die mechanische Festigkeit der Keramik resultiert. Auch die Rissanfälligkeit einer Keramik wird durch eingebettete Leuzitkristalle herabgesetzt.

Die Eigenschaft, dass bereits erhitzter, geschmolzener und wieder erkalteter Feldspat beim nächsten Brennvorgang bereits bei niedrigeren Temperaturen schmilzt, wird beim so genannten Fritten genutzt. Bei dieser Art der Herstellung werden die Ausgangsstoffe der Keramik vermischt und geschmolzen. Das entstehende Keramikglas wird in Wasser abgeschreckt, und es entsteht die sogenannte Glasfritte, die anschließend zu Pulver zermahlen wird. Durch mehrmaliges Wiederholen dieses Vorgangs wird eine optimale Homogenisierung der Ausgangsstoffe erreicht und die Sinteremperatur der Keramik stark herabgesetzt [42]

#### 2.1.2.2 Quarz

Quarz, chemisch Siliziumdioxid ( $\text{SiO}_2$ ), ist nach den Feldspaten das zweithäufigste Mineral der äußeren Erdkruste. Die Kristallstruktur des Quarzes ist tetraedrisch, jeweils vier Sauerstoffatome umgeben ein Siliziumatom. Diese Tetraeder sind an ihren Ecken miteinander verbunden, so dass jedes Sauerstoffatom gleichzeitig zwei benachbarten Tetraedern angehört. Somit gehört auch Quarz zur Gruppe der Gerüstsilikate. In dentalkeramischen Massen erhöht Quarz sowohl die Transparenz als auch die mechanische Festigkeit. Als so genanntes Magerungsmittel verringert er durch seine thermovolumetrischen Eigenschaften die Schwindung und trägt zur Vermeidung von Trocken- und Brennfehlern bei.

### 2.1.3 Eigenschaften der Dentalkeramik

Dentalkeramiken vereinigen die physikalischen Eigenschaften von Gläsern und Kristallen [5]. Gläser entstehen, wenn sich beim schnellen Erkalten der Schmelze zwar Kristallisationskeime bilden, diese jedoch zu wenig Zeit haben sich zu Kristallen auszubilden. Die thermische Bewegung der einzelnen Atome ist dabei zu groß, als dass sich die geordnete Struktur eines Kristallgitters formen könnte. Es bildet sich stattdessen eine amorphe Netzwerkstruktur. Thermodynamisch betrachtet lässt sich Glas als gefrorene Flüssigkeit betrachten. Für den glasartigen Charakter der Dentalkeramik ist vor allem das Quarz verantwortlich.

Kristalle zeichnen sich durch eine homogene, dreidimensionale und periodische Gitterstruktur aus. Durch gerichtete kovalente Atombindungen sind Kristalle sehr hart und formbeständig. Da sie den keramischen Massen eine extreme Abrasionsbeständigkeit verleihen, wird deren Einsatz im Seitenzahnbereich aus zahnmedizinischer Sicht oft kontrovers diskutiert. Die kristallartigen Eigenschaften erhält die Keramik durch in die Glasmatrix eingelagerte Kristallpartikel z. B. Leuzit, Aluminiumoxid, Zirkoniumoxid.

Die geringe Wärmeleitfähigkeit der keramischen Massen führt dazu, dass sie nur langsam erweichen und keinen Schmelzpunkt, sondern ein breites Schmelzintervall besitzen. Während des Brennvorgangs kommt es durch die Ausbildung von Sauerstoffbrücken und durch die Verringerung des interpartikulären Abstands zur Schrumpfung. Durch das Riffeln und den weitgehenden Wasserentzug erreicht der Zahntechniker beim Modellieren eine Verdichtung, die die Schrumpfung beim Sintern limitiert.

Trotz ihrer hohen Druckfestigkeit ist Keramik sehr empfindlich gegenüber Biege- und Scherbelastungen. Aufgrund der stabilen Atombindungen sowohl in der Glasmatrix als auch in den Kristallpartikeln besitzt Keramik bei Raum- bzw. Mundtemperatur praktisch keine Duktilität. Bei einer Biege- oder Scherbelastung kommt es daher nicht, wie beispielsweise bei Metallen, zum Übereinandergleiten der Atomebenen und damit nicht zur Verformung. Übersteigt die Belastung den Materialwiderstand, kommt es ausgehend von bereits vorhandenen Mikrorissen oder Porositäten durch Rissfortsetzung zum Gewaltbruch. Der spezifische Materialwiderstand eines Werkstoffs gegen einsetzendes Risswachstum wird in der Werkstoffkunde als Bruchzähigkeit bezeichnet und in der Einheit  $\text{MPa}\sqrt{m}$  angegeben. Eine Dentalkeramik hat eine Bruchzähigkeit von bis zu

5 MPa $\sqrt{m}$ , wohingegen Metalle Werte jenseits von 60 MPa $\sqrt{m}$  erreichen können. Um die vergleichsweise schlechte Bruchzähigkeit der Keramik zu erhöhen und sie so den Belastungen in der Mundhöhle anzupassen, existieren verschiedene Strategien. Der Zahntechniker kann durch

- exakte Verarbeitungstechnik und Brandführung
- das Vakuumbrennverfahren
- möglichst hohe Verdichtung beim Schichten
- Verwendung vorgefritteten Keramikpulvers mit kleiner Korngröße

das Auftreten von Poren und Inhomogenitäten weitgehend vermeiden. Somit wird die Bildung von initialen Mikrorissen verringert. Aber auch die Zusammensetzung der keramischen Masse hat einen großen Einfluss auf die Bruchfestigkeit. Durch die Einlagerung von Partikeln höherer Festigkeit wird die Ausbreitung von Sprüngen reduziert. Verwendet werden:

- Leuzitkristalle
- stabile Metalloxide wie Aluminium- und Zirkoniumoxid
- Whisker (lange nadelförmige Einkristalle)
- Spinelle (Magnesium- Aluminium-Oxidkristalle)

Trifft ein sich ausbreitender Sprung der Glasmatrix auf einen dieser Partikel mit höherer Festigkeit, so muss er dessen Widerstand überwinden, oder er wird abgelenkt (sog. Riss-Wegeverlängerung). Die zum Bruch führende Energie wird so reduziert oder verbraucht.

#### **2.1.4 Einteilung der Dentalkeramiken**

Die in der Zahnheilkunde verwendeten Legierungen lassen sich nach verschiedenen Kriterien einteilen. Gängige Einteilungen erfolgen nach Inhaltsstoffen [47], nach der Art des Herstellungsprozesses, nach Verwendung oder Befestigungsmöglichkeit. Die in dieser Studie verwendete Verblendkeramik ist eine herkömmliche Silikat-Sinterkeramik.

## 2.2 Legierungen

Die in der Zahnheilkunde verwendeten Legierungen (lat.: legare = vereinigen) entstehen durch das Zusammenschmelzen oder -sintern verschiedener metallischer und ggf. auch nichtmetallischer Komponenten (z.B. Kohlenstoff, Silizium, Bor) [31]. Durch das Legieren können die Eigenschaften der Ausgangsmetalle wesentlich verändert und auf die gewünschten Erfordernisse abgestimmt werden [32]. So erhält z.B. eine Goldlegierung erst durch das Zulegieren von Haftoxidbildnern wie Indium die Fähigkeit, keramisch verblendet zu werden, eine Kobalt-Chrom-Legierung gewinnt durch die Legierung mit Molybdän an Härte und Säurebeständigkeit.

Legierungen besitzen im Unterschied zu reinen Metallen keinen reinen Schmelzpunkt, sondern ein Schmelzintervall, welches durch Solidus- und Liquiduspunkt begrenzt ist. Innerhalb dieses Intervalls haben Legierungen eine breiartige Konsistenz [18].

Die weit über 1000 in Deutschland zugelassenen Dentallegierungen [7, 37] lassen sich nach unterschiedlichen Gesichtspunkten verschiedenen Gruppen zuordnen. Gängige Einteilungen erfolgen nach Verwendungszweck [78], nach Höhe der mechanischen Beanspruchung [72] oder nach chemischen Hauptbestandteilen [17, 25, 66, 77, 99]. Die in dieser Studie verwendete Legierung ist eine edelmetallfreie Kobalt-Chrom-Aufbrennlegierung und für sehr hohe mechanische Beanspruchungen geeignet.

### 2.2.1 Edelmetallfreie Legierungen

Edelmetallfreie Legierungen decken prinzipiell den gesamten Indikationsbereich der Edelmetalllegierungen ab. Obwohl sie eine kostengünstige und verträgliche Alternative darstellen, werden sie in der Kronen- und Brückentechnik von vielen Zahnärzten und –technikern nicht bevorzugt verwendet, denn ihre Verarbeitung ist aufgrund ihrer Härte und Zugfestigkeit aufwendiger als die der Edelmetalllegierungen [95]. Vorteile der EMF-Legierungen sieht SIEBERT [76] in der hohen Steifigkeit, der geringen spezifischen Dichte, der geringen Wärmeleitfähigkeit, dem guten Metall-Keramik-Verbund, der Mundbeständigkeit und Korrosionsresistenz.

Unter den aufbrennfähigen EMF-Legierungen hat sich vor allem im deutschsprachigen und im skandinavischen Raum die Gruppe der Kobalt-Chrom-Legierungen etabliert [88]. Sie bestehen zu einem Anteil von 62 – 65 % aus Kobalt, das der Schmelze eine dünn-

flüssige Konsistenz und der Legierung Härte verleiht. Chrom ist mit 27 – 30 % der zweitwichtigste Legierungspartner und ist sowohl für Korrosionsresistenz als auch für die Bildung von Haftoxiden verantwortlich. Ein Anteil von 4 – 6 % Molybdän erhöht die Dehnbarkeit der Legierung. Zur Verbesserung der Verarbeitungseigenschaften, der Festigkeit und des Metall-Keramik-Verbundes sind Kobalt–Chrom-Legierungen Zusätze wie Bor, Cer, Eisen, Aluminium, Mangan oder Silizium mit einem Anteil von insgesamt unter 3 % hinzulegiert [15, 40, 48, 92].

### **2.2.2 Eigenschaften von Aufbrennlegierungen**

Legierungen, die zur Herstellung von Gerüsten von keramisch verblendetem Zahnersatz geeignet sind, werden nach der DIN ISO 9693 als Aufbrennlegierung bezeichnet [10]. Aufbrennlegierungen sollten eine hohe Steifigkeit und Härte aufweisen, damit es unter Kaubelastung nicht zu einer Verformung kommt, die den Haftverbund überlasten würde [9]. Um einen stabilen Verbund zur Keramik ausbilden zu können, muss die Legierung unedle Komponenten enthalten, die in der Lage sind Haftoxide zu bilden (s. Kap. 2.3.1).

Legierung und Keramik sind so aufeinander abzustimmen, dass der Soliduspunkt der Legierung um wenigstens 150 °C über dem der Keramik liegt, um Verformungen des Gerüstes beim Aufbrennen zu vermeiden [35]. Damit die Keramik nach dem Abkühlen unter leichter Druckspannung steht, muss der Wärmeausdehnungskoeffizient der Legierung etwas über dem der Keramik liegen [2, 84]. Somit erfährt die Keramik entlang der Verbundzone durch das beim Abkühlvorgang stärker schrumpfende Metall eine Kompression, die der Rissbildung und –ausbreitung entgegen wirkt. Eine ungenügende Abstimmung der WAK kann der Rissbildung im Keramikgefüge Vorschub leisten und die Verbundfestigkeit herabsetzen [22].

### **2.2.3 Eigenschaften von aufbrennfähigen Kobalt-Chrom-Legierungen**

Kobalt-Chrom-Legierungen zur Herstellung von Kronen und Brücken genießen bis heute bei vielen Zahnärzten und Zahntechnikern einen negativen Ruf. Die im Gegensatz zu hochgoldhaltigen Legierungen ungünstigere Verarbeitbarkeit und vermeintlich unzureichende chemische und biologische Eigenschaften werden als Gründe angeführt. Dabei

kann bei der Bewertung von Kobalt-Chrom-Legierungen auf eine langjährige klinische Erfahrung zurückgeblückt werden (die Einführung dieses Legierungstyps in die Zahnmedizin erfolgte bereits 1936). Hinweise auf Allergien, die auf Kobalt-Chrom-Legierungen zurückzuführen sind, finden sich in der Literatur nicht. Die geringe Ionenabgabe bei adäquater Oberflächenbehandlung ist durch Studien belegt und zeugt von einer guten Korrosionsresistenz [80]. In den mechanischen Eigenschaften Elastizitätsmodul, Warmfestigkeit und Wärmeleitfähigkeit sind Kobalt-Chrom-Legierungen den hochgoldhaltigen Legierungen überlegen. Auch ihre Verblendbarkeit ist durch ausreichend hohe Scher-Verbundfestigkeitswerte in zahlreichen Studien hinreichend nachgewiesen [29, 36, 49, 71, 80, 92]. Hochgoldhaltige Legierungen erreichen zwar bei der Scher-Verbundfestigkeitsprüfung etwas höhere Werte, oberhalb der kritischen Schwelle für klinische Sicherheit von 25 MPa kann dies jedoch nicht als praxisrelevanter Vorteil bewertet werden. Prinzipiell stellen aufbrennfähigen Kobalt-Chrom-Legierungen eine kostengünstige Alternative zu hochgoldhaltigen Legierungen dar [21], allerdings wird der Preisvorteil durch erhöhten Verschleiß von Instrumenten zur Oberflächenbearbeitung teilweise relativiert [29, 60].

### 2.3 Haftverbund zwischen Metall und Keramik

Nach EICHNER sind am Haftverbund folgende Vorgänge beteiligt [14]:

Haftmechanismus	Beteiligung am Verbund
Chemische Bindung an Haftoxide	50%
Kompressionskräfte beim „Aufschrumpfen“	26%
Mechanische Retentionskräfte	22%
Van der Waals-Kräfte	2%

Tabelle 2: prozentuale Beteiligung am Haftverbund nach EICHNER

#### 2.3.1 Chemische Bindung durch Haftoxide

Nichtedelmetalle gehen aufgrund ihrer im Vergleich zu Edelmetallen hohen Reaktionsbereitschaft Verbindungen mit Sauerstoff ein [13]. So kommt es an der Oberfläche von edelmetallfreien Gerüsten zur Ausbildung einer Metalloxidschicht [34], welche eine chemische Verbindung zwischen Metalloxid und den Siliziumatomen der Keramik in

Form von Sauerstoffbrückenbindungen (Metall-Oxid-Keramik) ermöglicht [4, 51, 79]. Legierungen auf Edelmetallbasis eignen sich nur dann zur keramischen Verblendung, wenn ihnen Haftoxidbildner in kleinen Mengen zugesetzt werden; Verwendung finden z. B.: Indium, Chrom, Zinn, Gallium, Eisen, Mangan [28, 75]. Diese Elemente reichern sich beim Guss an der Oberfläche an und werden beim unmittelbar vor dem Aufbrennen der Keramik erfolgenden Oxidbrand zu Metalloxiden oxidiert [96]. Verschiedene Studien haben gezeigt, dass eine zu stark ausgebildete Oxidschicht den Haftverbund verringert, sie sollte optimalerweise monomolekular vorliegen [79]. Aus diesem Grund sollte bei Gerüsten aus edelmetallfreien Legierungen wegen des großen Angebots an oxidierbarem Metall kein Oxidbrand erfolgen. Bei edelmetallhaltigen Legierungen ist eine exakte Brandführung während des Oxidbrandes für Qualität des Haftverbundes entscheidend, da abweichende Temperaturen und Haltezeiten zur Ausbildung einer zu dicken oder zu dünnen Oxidschicht führen können [2, 55].

### 2.3.2 Kompressionskräfte beim Erkalten und mechanische Retention

Eine wichtige Voraussetzung für einen stabilen Haftverbund ist die exakte Abstimmung der Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) von Metall und Keramik. So sollte der WAK der Legierung etwas höher sein (5-10 %) als der der Keramik, damit nach dem Erkalten die Keramik unter einer leichten Druckspannung steht (s. Abb. 1) [69]. Dabei ist zu beachten, dass durch die Geschwindigkeit des Abkühlens der WAK der Keramik beeinflusst wird [2].



Abbildung 1: Kompression der Keramik beim Erkalten aufgrund verschiedener WAK

Die beim Abstrahlen entstandenen Mikroretentionen auf der Metalloberfläche ermöglichen ein Verkeilen der Keramik durch Aufschumpfen (s. Abb. 2), wodurch sowohl die

entstehende Druckspannung als auch der Haftverbund erhöht werden [1, 54]. Das so genannte Aufschumpfen bezeichnet den Volumenverlust der Keramik um bis zu 20 %, der auf das Verdampfen von Flüssigkeit sowie auf die Verringerung des intermolekularen Abstandes während des Sintervorgangs zurückzuführen ist.

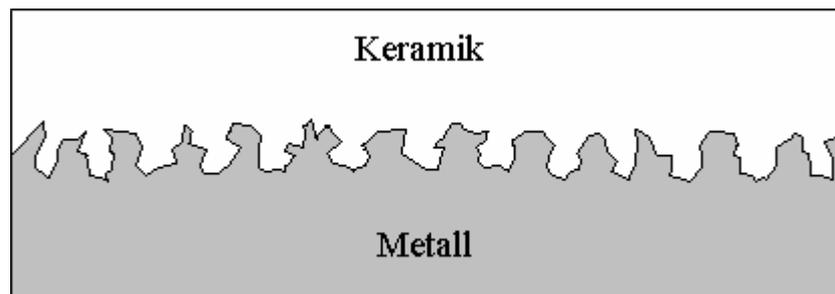


Abbildung 2: Schema der vergrößerten Grenzfläche zwischen Metall und Keramik

### 2.3.3 Adhäsive Bindung bzw. Van-der-Waals-Kräfte

Van-der-Waals-Kräfte sind schwache intermolekulare Anziehungskräfte, die auf temporären Ladungsverschiebungen innerhalb der einzelnen Moleküle beruhen. Ihr Anteil am Metall-Keramik-Verbund ist zwar gering [68], sie können jedoch als Wegbereiter der anderen genannten Haftmechanismen angesehen werden, da erst durch sie die Benetzbarkeit der Gerüstoberfläche erhöht und dadurch eine dichte Auflagerung der Keramik ermöglicht wird. Diese Auflagerung kann außerdem dadurch verbessert werden, dass die Oberflächenspannung der Keramik durch Zusätze wie Borax oder Natriumoxid reduziert wird [2, 18].

## 2.4 Verblenden von Metallgerüsten

Bereits die Modellation der Metallgerüste hat einen entscheidenden Anteil am Erfolg oder Misserfolg einer keramisch verblendeten Versorgung [39, 83]. So ist eine minimale Stärke von 0,3- 0,5 mm (je nach Legierung) unbedingt einzuhalten und auf eine unterstützende Formgestaltung im Sinne einer verkleinerten Zahnform zu achten [53, 84]. Um einen stabilen, dauerhaften Haftverbund zu erzielen, muss die Metalloberfläche vor dem Aufbrennen hierfür konditioniert werden [27], denn durch die richtige Bearbeitung

der Gerüstoberfläche können technische Misserfolge weitgehend vermieden werden [100].

Bei der Ausarbeitung mit rotierenden Schleifkörpern sollten vor allem scharfe Hartmetallfräsen zum Einsatz kommen, da diese schneidend abtragen und somit Überlappungen und Lufteinschlüsse auf der Metalloberfläche vermieden werden können [30]. Lufteinschlüsse oder auch Verunreinigung der Metalloberfläche durch Bindemittel aus Diamantschleifkörpern [58] können zur Blasenbildung und zur Schwächung des Haftverbundes führen.

Das anschließende Abstrahlen der Gerüstoberfläche ist unerlässlich zur Schaffung von Mikroretentionen und zur Vergrößerung der Kontaktfläche [58, 83, 87]. Hierbei kann laut SCHWICKERATH besonders durch Verwendung von Aluminiumoxid der Haftverbund gesteigert werden [72]. Nach TILLER et al [81, 86] ist nach dem Abstrahlen die Oberflächenenergie des Metallgerüsts erhöht, woraus eine bessere Benetzbarkeit durch die keramische Grundmasse resultiert. Da dieser Effekt mit der Zeit abnimmt, sollte unmittelbar nach dem Abstrahlen mit dem Verblenden begonnen werden [86]. Ferner ist darauf zu achten, dass nur neues, ungebrauchtes Strahlmittel Anwendung findet. Durch die Verwendung bereits gebrauchten Strahlmittels kann es zu einer Querkontamination mit anderen Legierungen, Schmutz, Einbettmasse etc. kommen. Außerdem ist die Strahlwirkung reduziert, da durch den vorangegangenen Strahlprozess die Kanten der Strahlpartikel bereits abgerundet wurden [83].

Der bei Edelmetalllegierungen obligatorische Oxidbrand ist bei EMF-Legierungen nicht erforderlich, denn deren Oxidationsbereitschaft, insbesondere die des Legierungsbestandteils Chrom, gewährleistet während des Verblendvorganges (beim Washbrand) die Ausbildung einer genügend starken Oxidschicht. Eine zu starke Oxidschicht würde sich haftmindernd auf den Keramikverbund auswirken [23, 71]. In Untersuchungen von WU et al. hingegen konnte nicht gezeigt werden, dass ein Oxidbrand bei EMF-Legierungen Auswirkungen auf die Verbundfestigkeit hat [98]. In einer Studie von SCHNETTGER et al. wurde für verschiedene, exakt nach Herstellerangaben verarbeitete Metall-Keramik-Systeme eine durchschnittliche Oxidschichtdicke unter der Verblendung von 12 µm bestimmt. Dabei war es unerheblich, ob edelmetallhaltige oder edelmetallfreie Legierungen verwendet wurden [65].

Vor dem Verblenden ist sicherzustellen, dass die Metalloberfläche nicht durch Fettrückstände, Staub oder andere Fremdstoffe verunreinigt ist. Diese Verunreinigungen beeinträchtigen einerseits die Benetzung, andererseits könnten sie während des Brandes verdampfen und so zu Gaseinschlüssen in der Keramik führen [44, 70].

Verblendkeramiken werden schichtweise auf die konditionierte Legierungsoberfläche aufgebrannt. Der Zahntechniker stellt dabei zunächst aus Keramikpulver und Liquid eine Suspension her, deren Konsistenz weder zu dünn- noch zu dickflüssig sein darf, um eine optimale Modellierbarkeit zu ermöglichen. Beim anschließenden Auftragen und Modellieren des so entstandenen Keramikschlickers wird bereits die spätere Festigkeit der Verblendkeramik vorgegeben. Nur durch eine möglichst hohe Verdichtung der keramischen Masse kann die Bildung von Porositäten bedingt durch Gas- oder Flüssigkeitseinschlüsse auf ein Minimum reduziert werden. Dies erreicht der Zahntechniker, indem er dem aufgetragenen Schlicker durch vorsichtiges Klopfen und anschließendes Trockentupfen mit Zellstoff möglichst viel Wasser entzieht. Durch dieses Vorgehen wird auch die Schrumpfung der Keramik während des Brandes reduziert und somit die Anzahl der notwendigen (Korrektur-) Brände verringert.

Die erste Schicht der Keramik, die Grundmasse, sollte in zwei separaten Bränden aufgebracht werden [92]. In einem ersten Durchgang, dem Washbrand, wird die Grundmasse sehr dünnfließend und nicht deckend aufgetragen, um eine optimale Benetzung zu erzielen und Lufteinschlüsse zu vermeiden. Erst im zweiten Durchgang, dem O-pakerbrand, wird die Legierung deckend mit Grundmasse beschichtet. Die Fähigkeit, schon in geringer Schichtstärke die Farbe des Metallgerüsts abdecken zu können, verdankt die Grundmasse ihrem hohen Gehalt an Metalloxiden. Die Grundmasse ist aufgrund ihrer im Vergleich zur Dentinmasse hohen Stabilität und Risszähigkeit der Wegbereiter für einen stabilen Metall-Keramik-Verbund [97].

Im Anschluss an den zweiten Grundmassebrand wird Dentinmasse in der Form des zu ersetzenden Zahns aufgebrannt. Die Dentinmasse enthält weniger Pigmente als die Grundmasse und ist somit lichtdurchlässiger als diese. Der erfahrene Zahntechniker vermag durch den Einsatz verschieden transluzenter und unterschiedlich eingefärbter Dentinmassen das Farbspiel natürlicher Zähne perfekt zu imitieren. Die beim Sintervorgang auftretende Schrumpfung des ersten Dentinbrandes wird durch einen zweiten, den Korrekturbrand, ausgeglichen. Abschließend erfolgt der Glanzbrand, bei dem durch

eine dünne Schicht aus unpigmentierter Glasurmasse alle oberflächlichen Unebenheiten ausgeglichen werden. Die durch den Glanzbrand veredelte Oberfläche verbessert einerseits den ästhetischen Gesamteindruck der Verblendung und verhindert andererseits die Anhaftung von Plaque und Chromophoren in der Mundhöhle.

#### **2.4.1 Der keramische Brand**

Die Verblendkeramik wird üblicherweise in fünf Schichten aufgetragen (s.o.), die separat gebrannt werden. Dabei durchlaufen sämtliche Brände verschiedene, für jedes Keramiksystem spezifische Phasen. Zunächst wird die Keramik bis auf die Vortrocknungstemperatur noch unterhalb der Sintertemperatur erhitzt. Während dieser Phase verdampfen die flüssigen Bestandteile des Keramikschlickers vollständig, Gaseinschlüsse werden vermieden und die Verblendmasse verliert an Volumen. Abhängig von der Schichtstärke der zu trocknenden Keramikschicht wird die Vortrocknungszeit unterschiedlich lange gehalten. So benötigt eine vergleichsweise dicke Schicht Dentinkeramik für diesen Vorgang länger als die dünnen Grundmasseschichten. Ohne eine ausreichende Vortrocknung könnten Gasblasen in der gesinterten Keramik verbleiben und so deren Homogenität und Stabilität herabsetzen. Würde der Keramikschlicker direkt auf Sintertemperatur erhitzt, wäre ein explosionsartiges Verdampfen der Flüssigkeit im Inneren der Keramik unter einer bereits gesinterten Oberfläche möglich.

Im Anschluss an die Haltephase der Vortrocknungstemperatur wird der Brennofen langsam bis auf Sintertemperatur erhitzt. Während des Sinterungsprozesses schmilzt der Feldspatanteil der Keramik und es bilden sich eine glasartige Siliziumdioxidschmelze sowie kristallines Leuzit. Sowohl ein Überschreiten der für jedes Keramiksystem spezifischen Sintertemperatur als auch ein verlängerter Sintervorgang führen zu einer verstärkten Leuzitbildung [6]. Diese ist zu vermeiden, denn mit zunehmendem Leuzitanteil verliert die Keramik an Transluzenz und bekommt einen gräulichen Farbeinschlag. Auch der Wärmeausdehnungskoeffizient (WAK) erhöht sich mit steigendem Anteil an kristallinem Leuzit, da Kristalle generell einer stärkeren Wärmedehnung unterliegen als Gläser [24]. Aufgrund der Tatsache, dass die WAK der Bestandteile eines Metall-Keramik-Systems aufeinander abgestimmt sind, sollten die vom Hersteller angegebenen Brenntemperaturen und -zeiten unbedingt genau eingehalten werden [12, 73]. Eine Verblendkeramik, deren WAK durch eine falsche Brandführung stark erhöht wurde, steht

nach dem Erkalten unter einer ungünstig hohen (Druck-)Spannung, Abplatzungen und Rissbildungen treten auf [57].

Auch die letzte Phase des Keramikbrandes, die Abkühlphase, ist für das Verhältnis zwischen Leuzit und Glasmatrix entscheidend. Hierbei wird durch temperaturgesteuertes Abkühlen ein langsamer Übergang der Siliziumdioxidschmelze in ein stabiles (Leuzit-) Kristallgitter ermöglicht. Bei einem zu kurzen Abkühlvorgang fehlt den angeregten Atomen der Schmelze die Zeit zur Orientierung und Ausrichtung in Molekülgruppen, sie würden in ungeordneter Struktur „einfrieren“ und es entstünde im Verhältnis mehr amorphes Glas und weniger Leuzit [2]. Daher ist bei der Verblendung von edelmetallfreien Legierungen mit einem hohen WAK eine langsame Abkühlgeschwindigkeit erforderlich, um einen genügend hohen Leuzitanteil und damit eine WAK-Abstimmung zwischen Metall und Keramik zu erreichen [12, 24].

Die mechanischen Eigenschaften der Keramik werden auch durch die Anzahl der Brände beeinflusst. So weisen Dentinmassen mit zunehmender Anzahl an Brandzyklen (etwa wegen zusätzlich erforderlicher Korrektur- bzw. Glanzbrände) eine niedrigere Biegefestigkeit auf, die Anzahl der Brände ist daher möglichst klein zu halten [89]. Um eine möglichst homogene und blasenfreie Verblendkeramik zu erhalten wird die Luft während des gesamten Brennvorgangs aus der Brennkammer evakuiert. Es ist darauf zu achten, dass die Dichtung der Brennkammer weder durch Verschmutzung noch durch Verschleiß beeinträchtigt ist, damit ein ausreichend hoher Unterdruck aufgebaut werden kann.

## **2.5 Werkstoffprüfung**

### **2.5.1 Prüfmethode für Metall-Keramik-Verbundsysteme**

Die Existenz der vielen verschiedenen Metall-Keramik-Verbundsysteme macht es erforderlich, diese hinsichtlich ihrer klinischen Einsatzfähigkeit zu bewerten. Daher begann zeitgleich mit der Etablierung der Metall-Keramik-Verblendtechnik in der Zahntechnik die Suche nach geeigneten Prüfmethode. Im Fokus dieser Prüfmethode stehen dabei nicht nur die Materialeigenschaften und die Biokompatibilität der Keramiken und Legie-

rungen, sondern auch die Güte des Haftverbundes, denn gerade dessen Versagen ist eine der häufigsten Ursachen für Misserfolge beim Einsatz von keramisch verblendetem Zahnersatz [38, 63, 67]. Da jedoch die Belastungen, denen der Zahnersatz in der Mundhöhle des Patienten ausgesetzt ist, sehr verschieden sind, ist es nicht möglich, sie alle in einem Prüfverfahren zu simulieren. In verschiedenen in der Literatur beschriebenen Versuchsanordnungen soll die Widerstandsfähigkeit von Metall-Keramik-Verbundsystemen gegenüber verschiedenen einwirkenden Kräften getestet werden. Das geeignete Prüfsystem soll reproduzierbare Ergebnisse liefern, die es ermöglichen, die Verbundsysteme miteinander zu vergleichen.

#### 2.5.1.1 Zugversuch nach NALLY und BERTA

In dieser Prüfanordnung werden zwei Metallrundstäbe jeweils an einer Stirnfläche über keramische Grundmasse miteinander verbunden und in axialer Richtung durch Zugkraft belastet (s. Abb. 3). Die zum Lösen des Verbundes notwendige Kraft ist das Ergebnis dieses Versuchs [64].

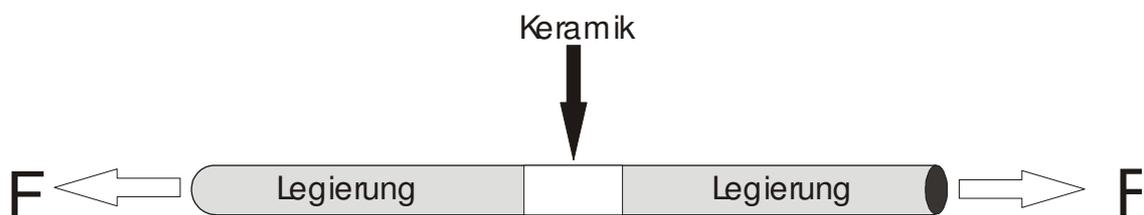


Abbildung 3: Zugtest nach NALLY/BERTA [52]

#### 2.5.1.2 Zugscherversuch nach SCHELL und NIELSEN

Bei diesem Prüfverfahren wird ein Rundstab, bestehend aus Legierung, an einem Ende zunächst mit Grundmasse und anschließend mit Dentinkeramik verblendet. Die aufgebrannte Keramik wird auf einer Auflage fixiert, der Metallstab wird aus dem Keramikblock herausgezogen und die dafür notwendige Kraft ermittelt (s. Abb. 4). Bei dieser

Methode führt eine breite Streuung der Ergebnisse zu einer geringen Reproduzierbarkeit [36, 74].

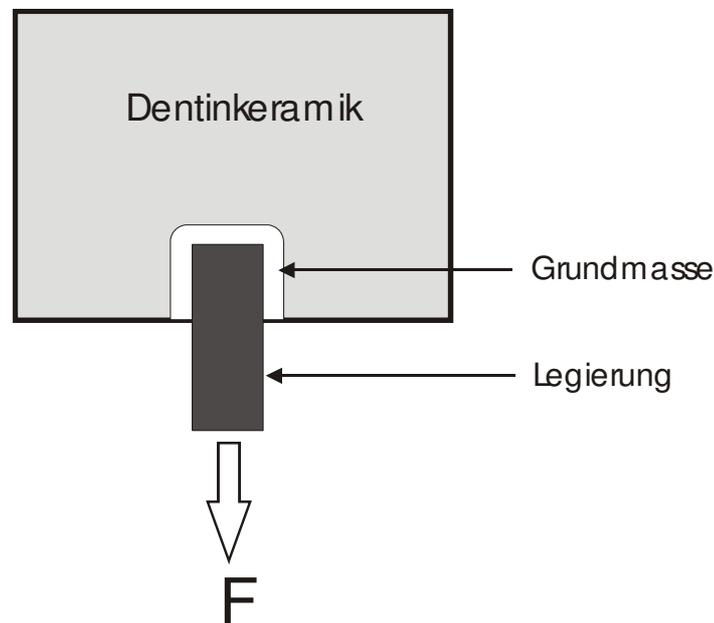


Abbildung 4: Zugscherversuch nach SHELL/NIELSEN

#### 2.5.1.3 Druckscherversuch nach SCHMITZ- SCHULMEYER

Bei diesem Verfahren wird ein Metallwürfel mit einer Kantenlänge von 6mm auf einer Seite mit Keramik in den Maßen 3 x 3 x 6 mm beschichtet. Durch axial einwirkende Scherkraft wird die Keramik bis zum Versagen des Haftverbundes belastet (s. Abb. 5). Diese Prüfmethode dient der Ermittlung der zum Abscheren erforderlichen Scherspannung.

Aufgrund der massiven Gestaltung der Prüfkörper kommt es bei Materialspannungen, die durch ungenügend angepasste WAK entstehen, zu keiner Kompensation durch Verformung. Dadurch kann es zur Rissbildung oder zum Abplatzen der Keramik kommen. Nach KAPPERT [36] eignet sich dieses Verfahren nicht zur Standardprüfung, da der Metall-Keramik-Verbund nur bei optimalen Verarbeitungsbedingungen getestet werden kann und die Ergebnisse einer zu großen Streuung unterliegen.

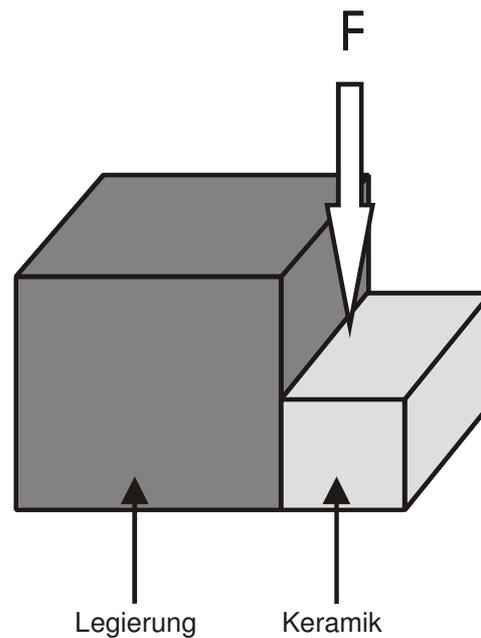


Abbildung 5: Druck-Scherversuch nach SCHMITZ und SCHULMEYER

#### 2.5.1.4 Biegedruckversuch nach VOSS

Bei dieser Versuchsanordnung werden Prüfkörper in Form von standardisierten, verblendeten Frontzahnkronen hergestellt und auf polierte Metallstümpfe zementiert. Nach 24 Stunden erfolgt die Prüfung, bei der durch einen Druckstempel im  $45^\circ$  Winkel zur Achse des Zahnstumpfes Druck auf die Inzisalkante der Krone ausgeübt wird (s. Abb. 6). Registriert wird die Kraft, die notwendig ist, um einen Bruch des Metall-Keramik-Verbundes zu provozieren [36]. Dieses Verfahren simuliert praxisnah die Belastung, der eine Einzelzahnkrone im Patientenmund ausgesetzt ist. Die ermittelten Werte können mit physiologischen Kaukräften verglichen werden und erhalten so einen realistischen Bezug, die Prüfkörperherstellung ist jedoch vergleichsweise aufwendig. Außerdem kann aufgrund der nur bedingt einheitlich zu gestaltenden Kronen die Kraft niemals auf exakt den gleichen Angriffspunkt einwirken, und somit ist mit einer großen Streuung der Messwerte zu rechnen [85].

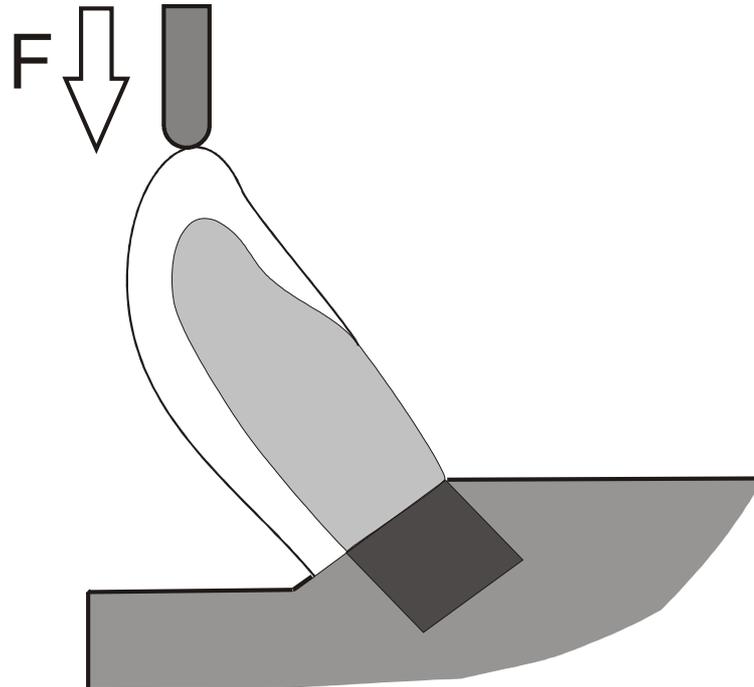


Abbildung 6: Biegedruckversuch nach VOSS [91]

#### 2.5.1.5 3-Punkt-Biegescherversuch nach SCHWICKERATH

Für diese Prüfmethode wird ein flaches Legierungsplättchen verwendet, auf dessen Oberfläche mittig ein quaderförmiger Keramikblock aufgebrannt wird. Dieser Prüfkörper wird auf zwei Auflagen gelagert und von der der Keramik abgewandten Seite mit zunehmender Kraft belastet (s. Abb. 7). Es kommt zur Durchbiegung des Prüfkörpers und dadurch zu einer Belastung des Verbundes, die bis zum Ablösen der Keramikschicht gesteigert wird. Die dafür notwendige Kraft wird gemessen und unter Berücksichtigung des Elastizitätsmoduls der Legierung und der Plättchendicke anschließend die Scherverbundfestigkeit rechnerisch bestimmt (s. Kap. 3.2.2). Somit ist es mit dieser Prüfmethode möglich verschiedene Metall-Keramik-Systeme untereinander zu vergleichen [46]. Allerdings lassen sich nach MARX aufgrund der großen Abhängigkeit der Haftfestigkeitswerte von der Biegefestigkeit der Verblendkeramik nur solche Metall-Keramik-Systeme miteinander vergleichen, die ein ähnliches Verblendmaterial verwenden [50].

Der Dreipunkt-Biegeversuch nach SCHWICKERATH ist in der DIN EN ISO 9693 als Prüfmethode für dentale Metall-Keramik-Verbundsysteme definiert [10]. Nach dieser Norm kann der Haftverbund eines Metall-Keramik-Systems als klinisch sicher angesehen werden, wenn der Wert von 25 MPa überschritten wird.

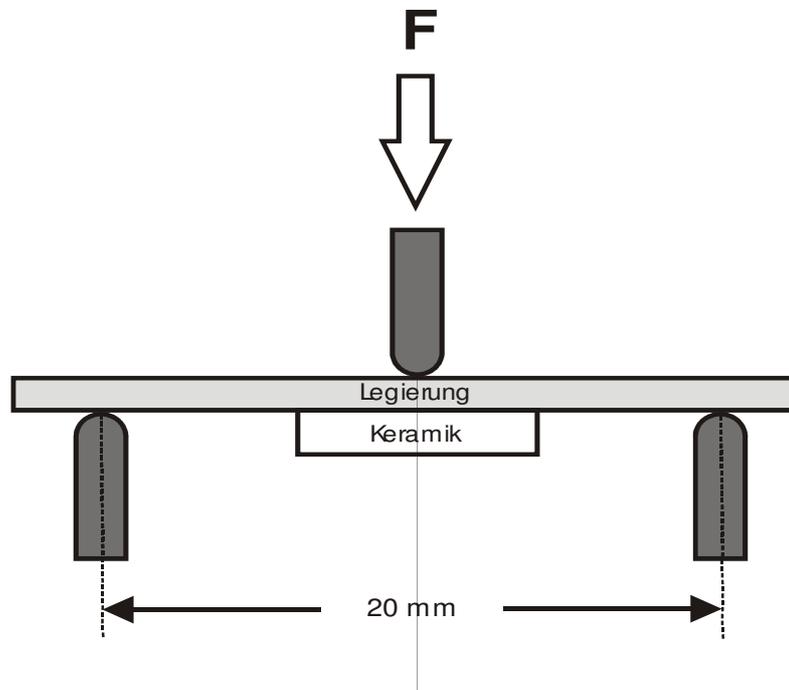


Abbildung 7: 3-Punkt-Biegescherversuch nach SCHWICKERATH

SCHNETTGER, ZYLLA und KAPPERT haben Literaturwerte für verschiedene Legierungen miteinander verglichen [65]:

Legierungsgruppe	Literaturwert [MPa]
Hochgoldhaltige Legierungen	45 bis 60
Goldreduzierte Legierungen	35 bis 62
Palladiumbasis-Legierungen	43 bis 60
Nickel- oder Kobaltbasis-Legierungen	38 bis 60

Tabelle 3: Vergleich der Literaturwerte für Verbundfestigkeiten der verschiedenen Legierungsgruppen

### 3 Material und Methode

#### 3.1 Material

Es wurden 210 Prüfkörper in sechs Verblindserien mit jeweils fünf Gruppen ( $n=7$ ) entsprechend den Richtlinien des Biege-Scherversuchs nach SCHWICKERATH (DIN EN ISO 9693) angefertigt [10].

##### 3.1.1 Legierung

Für die Herstellung der Metallbasis der Prüfkörper wurde die Legierung Wirbond 280 der Firma BEGO verwendet.

Zusammensetzung in Masse-%:	Co 60,2; Cr 25; W 6,2; Mo 4,8; Ga 2,9; Si+ Mn in Spuren
BEGO Farbcode:	silbern
Dichte [ $\text{g}/\text{mm}^3$ ]:	8,5
Vickershärte (HV 10):	280
Elastizitätsmodul [GPa]:	ca. 220
Dehngrenze ( $R_p 0,2$ ) [MPa]:	540
Zugfestigkeit ( $R_m$ ) [MPa]:	680
Bruchdehnung (A5) [%]:	14
Gießtemperatur [ $^{\circ}\text{C}$ ]:	ca. 1500
Schmelzintervall [ $^{\circ}\text{C}$ ]:	1360-1400
WAK [ $10^{-6} \text{K}^{-1}$ ]:	25-500 $^{\circ}\text{C}$ : 14; 25-600 $^{\circ}\text{C}$ : 14,2
Chargennummer:	12089

Tabelle 4: Zusammensetzung Wirobond 280

### 3.1.2 Keramik

Zum Aufbrennen wurde die Verblendkeramik Omega 900 der Firma Vita verwendet:

<b><u>Opaker:</u></b>	Vita Opaque Liquid Lot (Chargen-Nr. 7931) Vita Omega 900 Opaque (Chargen-Nr. 9306)
	WAK (25-500 °C) [ $10^{-6} \times K^{-1}$ ]: 14,3 - 14,5
	Transformationspunkt [°C]: ca. 571
<b><u>Dentin:</u></b>	Vita Omega 900 Dentine (Chargen-Nr. 9366) Vita Modelling Fluid Lot (Chargen-Nr. 7818)
	WAK (25-500 °C) [ $10^{-6} \times K^{-1}$ ]: 13,4 - 13,9
	Erweichungspunkt [°C]: ca. 655
	Transformationspunkt[°C]: ca. 584
	Löslichkeit [ $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ]: 9,8
	Dichte [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]: 2,4
	Biegefestigkeit [MPa]: 101
	mittlere Korngröße ( $d_{50}$ ) [ $\mu\text{m}$ ]: 17,6
	Haftverbund [MPa]: 47

Tabelle 5: Materialeigenschaften Vita Omega 900 [90]

Element	Opaquermasse	Dentinmasse
SiO <sub>2</sub>	49-53	58-62
MgO	<0,3	0,3-0,8
Na <sub>2</sub> O	5-7	5-6
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	<0,3	<0,3
TiO <sub>2</sub>	6-8	<0,3
CaO	1-1,5	1-2
K <sub>2</sub> O	8-9	9-11
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15-16	14-16
BaO	2-3	3-4
ZrO <sub>2</sub>	2,5-3,5	1-1,5
SnO <sub>2</sub>	0,8-1,2	1-1,5
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2-3	0,3-0,8
Li <sub>2</sub> O	<0,3	<0,3

Tabelle 6: Zusammensetzung von Vita Omega 900 (Angaben in Masseprozent) [90]

### 3.1.3 Herstellung des Metallgerüsts

Entsprechend den Richtlinien des 3-Punkt-Biege-Scherversuchs gemäß DIN EN ISO 9693 [10] beträgt die Länge des Metallgerüsts 25±0,1 mm, die Breite 3±0,1 mm und die Dicke 0,50±0,05 mm. Jeweils 7 konfektionierte Plättchen mit diesen Maßen, bestehend aus rückstandslos verbrennender Polyamidfolie, wurden fächerförmig um einen 4 mm dicken Wachsverbinder herum angestiftet (s. Abb. 8).



Abbildung 8: links: Gussobjekt zum Einbetten vorbereitet, rechts: Gussobjekt ausgebettet

Die so vorbereiteten Gussobjekte wurden in Gussmuffeln der Größe 3 eingebettet. Dazu wurden zum Auskleiden der Muffeln jeweils ein mit Vaseline gefettetes Stück Muffelfließ Größe 3 und ein Beutel Bellavest SH Einbettmasse (160 g), angemischt mit Begesol HE (90 %), verwendet. Das Anmischen der Einbettmasse geschah mit Hilfe eines Multivac 4 Vakuumanrührgerätes der Firma Degussa; eingefüllt wurde auf einem Rüttler, um Luft einschließen zu vermeiden. Das Aufheizen der Muffeln und das anschließende Gießen erfolgten gemäß den Herstellerangaben der Einbettmasse und der Legierung Wirobond 280. Zum Gießen wurde eine Fornax G Hochfrequenz-Induktionsgusschleuder verwendet.

Nach dem Ausbetten und anschließenden Abtrennen der Gusskanäle erfolgte die Bearbeitung der Oberfläche, wobei unter Verwendung einer Exakt<sup>®</sup>-Parallelschleifmaschine besonderes Augenmerk auf eine gleichmäßige Dicke und homogene Oberflächenbeschaffenheit gelegt wurde. Die geforderten Maße der Metallgerüste wurden abschließend mithilfe einer Mikromettermessschraube geprüft.

Die Oberfläche jeweils einer Seite der Gerüste wurde mit Korox 250 (Korund-Partikel mit mittlerer Korngröße 250  $\mu\text{m}$ ) der Firma BEGO bei ca. 4 bar abgestrahlt und anschließend mit einem Dampfstrahlgerät gereinigt. Berührungen oder Verunreinigungen dieser Oberflächen wurden vermieden.

### 3.1.4 Aufbrennen der Keramik

Auf jedes Metallgerüst wurde ein Keramikblock mit den Maßen 8 x 3 x 1 mm mittig und in Schichten aufgebrannt. Um eine gleichmäßige Dimensionierung der Keramik zu erreichen, wurde zum Schichten eine aus Metall gefräste Lehre verwendet. Auf einem in dieser Lehre fixierten Metallgerüst erfolgten zunächst die Anzeichnung des zu verblendenden Bereichs mithilfe eines Skalpells und darauf das Auftragen des dünnflüssig und nicht deckend angemischten Washopakers. Der anschließende Washbrand wurde entsprechend den Herstellerangaben durchgeführt. Das Anmischen der Grundmasse und der Grundmassebrand unterlagen verschiedenen Verarbeitungsparametern, die in Kapitel 3.1.6 ausgeführt werden. Nach dem Grundmassebrand wurde Dentinmasse in den geforderten Dimensionen mithilfe der Schichtlehre aufgebracht und anschließend gebrannt. Die beim Brennen auftretende Schrumpfung wurde durch einen Korrekturbrand kompensiert [3]. Um die in Dentallaboren übliche Vorgehensweise möglichst genau zu simulieren, erfolgte abschließend noch ein weiterer Brand (analog dem Glanzbrand), jedoch ohne erneut keramische Masse aufzutragen. Um möglichst die gleichen Bedingungen innerhalb der Gruppen zu gewährleisten, wurden immer alle 7 Proben einer Gruppe gemeinsam beschichtet und gebrannt. Die Brandführung für alle Brände mit Ausnahme des Grundmassebrandes erfolgte entsprechend den Herstellerangaben und ist in Tabelle 7 dargestellt. Es wurde der Keramikofen Vacumat 100 der Firma Vita verwendet.

	Vt.	→	↗	Temp.	→	Vac.
Washbrand	600	2,00	4,00	900	2,00	4,00
Grundmassebrand	600	variiert	4,00	900	1,00	4,00
Dentinbrand	600	6,00	6,00	900	1,00	6,00
Korrekturbrand	600	6,00	6,00	890	1,00	6,00
Glanzbrand	600	-	4,00	900	2,00	-

Vt. ....Ausgangstemperatur in °C

→ .....Haltezeit in min

↗ .....Aufheizzeit in min

Temp..... Brenntemperatur in °C

Vac. ....Vakuumentzeit in min

Tabelle 7: Brandführung

Das Aussehen und die Dimensionierung der Prüfkörper ist in Abbildung 9 schematisch dargestellt:

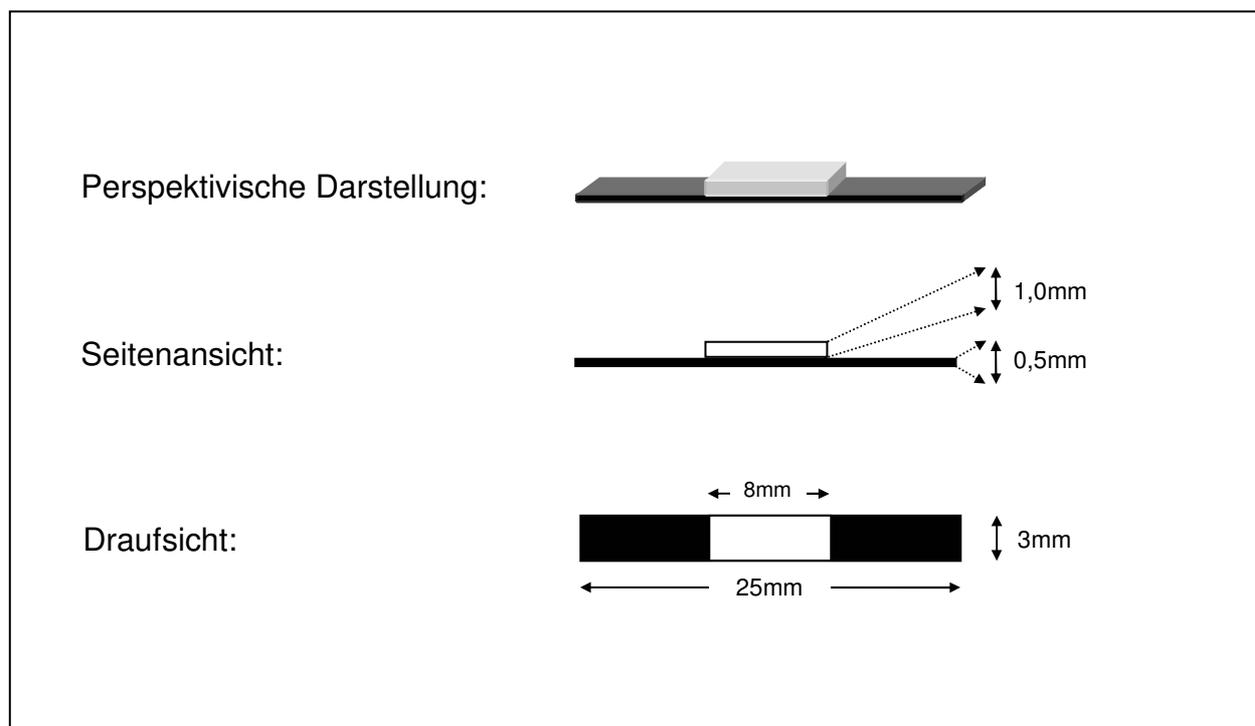


Abbildung 9: Aussehen und Dimensionierung der Prüfkörper

### 3.1.5 Variationen des Grundmassebrandes

In dieser Studie sollte ermittelt werden, welchen Einfluss verschiedene mögliche Vorgehensweisen auf den Haftverbund zwischen Metall und Keramik ausüben. Um miteinander vergleichbare Werte zu erzielen, erfolgte die Herstellung des eigentlichen Keramikkörpers immer nach denselben Parametern. Ausschließlich der zweite Grundmassebrand, also die Verbindungsschicht zwischen Keramikkörper und an Haftoxide des Metalls gebundenen Keramikbestandteilen des Washbrandes, unterlag verschiedenen Modifikationen des Herstellungsvorgangs.

Es wurden 6 Serien à 5 Gruppen mit einer Gruppengröße von jeweils 7 Prüfkörpern (insgesamt 210 Prüfkörper) hergestellt. Die Serien unterschieden sich durch Variation

des Pulver–Liquidverhältnisses, während zwischen den einzelnen Gruppen einer Serie jeweils die Haltezeiten für die Trocknungsphase (vor dem eigentlichen Brennvorgang) variiert wurden. Da es von Seiten der Keramikhersteller keine exakten Mengenangaben zum Anmischen der Grundmasse gibt und das Mischungsverhältnis in der Praxis der subjektiven Einschätzung des Zahntechnikers unterliegt, wurde zunächst ein Normwert für diese Arbeit festgelegt: Mit freundlicher Unterstützung eines erfahrenen Keramiktchnekers und unter Verwendung einer Sartorius Feinwaage sowie einer justierbaren Socorex-Pipette wurde das Mischungsverhältnis von 96 µl Anmischflüssigkeit auf 120 mg Grundmassepulver bestimmt, das den Verblendmodifikationen als Ausgangswert zugrunde gelegt wurde. Zur exakten Abmessung sowohl des Grundmasse- als auch des Dentinmassepulvers wurde eine Dosierhilfe (Hohlzylinder) verwendet, deren Genauigkeit mithilfe der Feinwaage auf das zehntel Milligramm nachgewiesen werden konnte. Durch die Verwendung der Dosierhilfe und der Feinpipette konnte ein konstantes Mischungsverhältnis für alle keramischen Schichten gewährleistet werden.

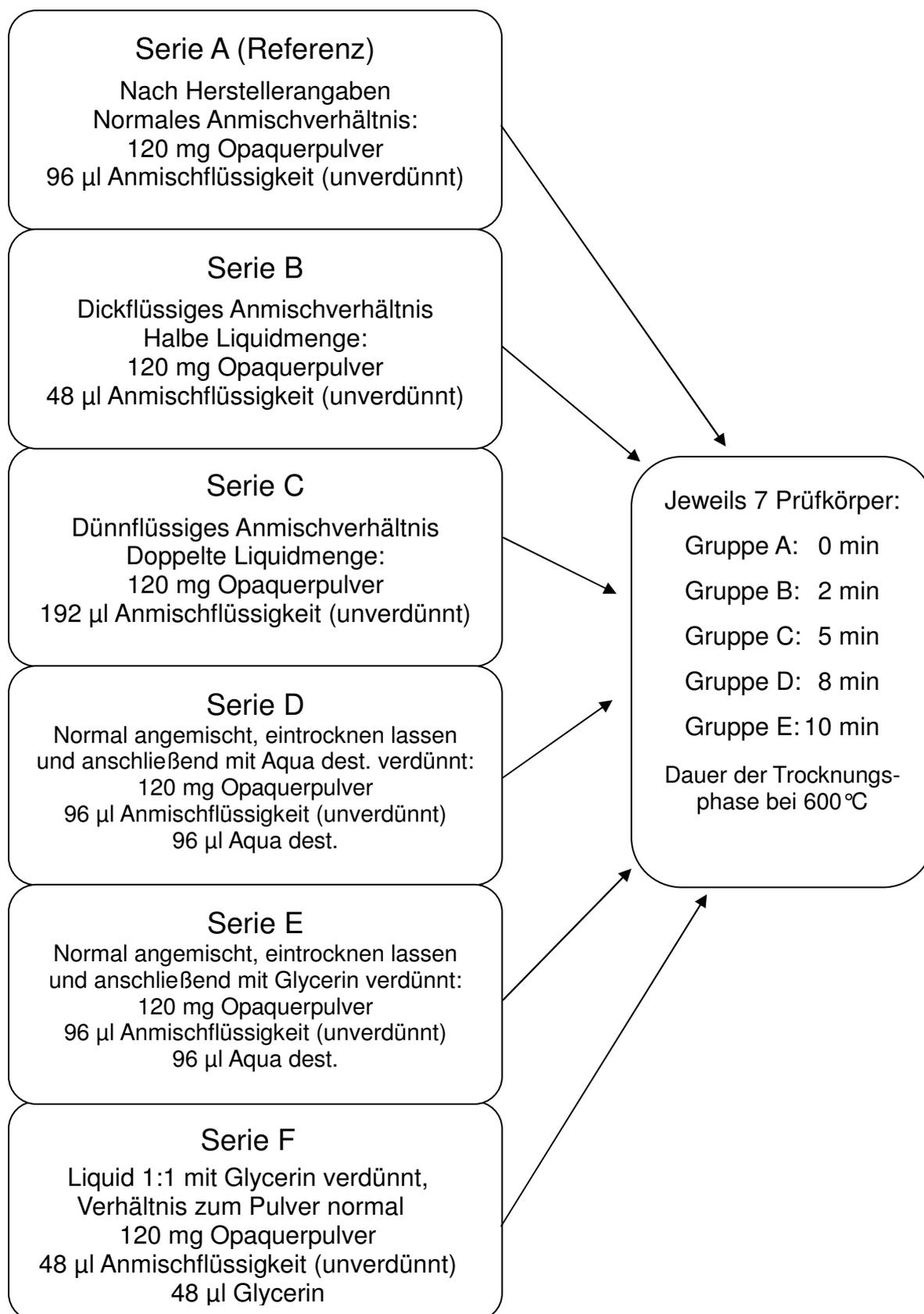


Abbildung 10: Flussdiagramm - Variationen des Grundmassebrandes

## 3.2 Methode

### 3.2.1 Durchführung des Schwickerathversuchs

Zur reproduzierbaren Quantifizierung des Metall-Keramik-Haftverbundes wurde der Dreipunkt-Biegeversuch nach SCHWICKERATH gemäß DIN EN ISO 9693 [10] durchgeführt [10]. Die beiden Auflagen der Maschine wurden dabei auf einen Abstand von 20 mm justiert. Die Prüfkörper wurden einzeln, mittig, mit der Keramikseite nach unten und dem Biegestempel abgewandt, auf diesen Auflagen positioniert. Der Biegestempel wurde mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 1 mm/min senkrecht gegen den Prüfkörper bewegt; die dabei auftretende Kraft und der zurückgelegte Weg konnten über einen angeschlossenen Computer registriert und anschließend graphisch dargestellt werden. Beim Versagen des Metall-Keramikverbundes ertönte ein hörbares Knacken, zeitgleich wurde vom Computer ein plötzlicher Kraftabfall protokolliert. Bei einem Kraftabfall von 15 % wurde der Vorschub gestoppt und der Biegestempel in die Ausgangsposition zurückgefahren; ein neuer Probenkörper wurde eingelegt, und der nächste Durchlauf gestartet. Bei der anschließenden visuellen Begutachtung der Probenkörper zeigte sich, dass sich sämtliche Keramikblöcke fast vollständig von der Metalloberfläche gelöst hatten.

### 3.2.2 Auswertung der Prüfergebnisse

Der an die Universalprüfmaschine angeschlossene Computer registrierte die absolute Kraft, die aufzuwenden war, um den metall-keramischen Haftverbund zum Versagen zu bringen. Diese Kraft ist jedoch nicht gleichzusetzen mit der Scher-Verbundfestigkeit, die definiert ist als:

$$\tau = \kappa \times F$$

$\tau$  = Scherverbundfestigkeit [MPa]

$\kappa$  = Koeffizient [ $\text{mm}^{-2}$ ]

F = gemessene Bruchkraft

Die gemessene Bruchkraft setzt sich zusammen aus:

$$F = \frac{4 \times E \times b \times f \times d^3}{L^3}$$

E = Elastizitätsmodul [MPa]

b = Breite des Legierung [mm]

f = Durchbiegung des Prüfkörpers

d = Dicke der Legierung [mm]

L = Auflageabstand [mm]

Aus dieser Formel geht hervor, dass die Bruchkraft in der dritten Potenz von der Dicke der Legierung der Probenkörper abhängig ist (→ mit zunehmender Plättchendicke muss mehr Kraft aufgewendet werden, um ein Versagen des Haftverbundes zu provozieren). Daher muss die Dicke der Legierung bei der Berechnung der Scherverbundfestigkeit berücksichtigt werden. Dies gelingt durch Multiplikation mit dem Koeffizienten  $\kappa$ , der als Funktion von Legierungsdicke d [mm] und Elastizitätsmodul E [kN / mm<sup>2</sup>] dargestellt werden kann:

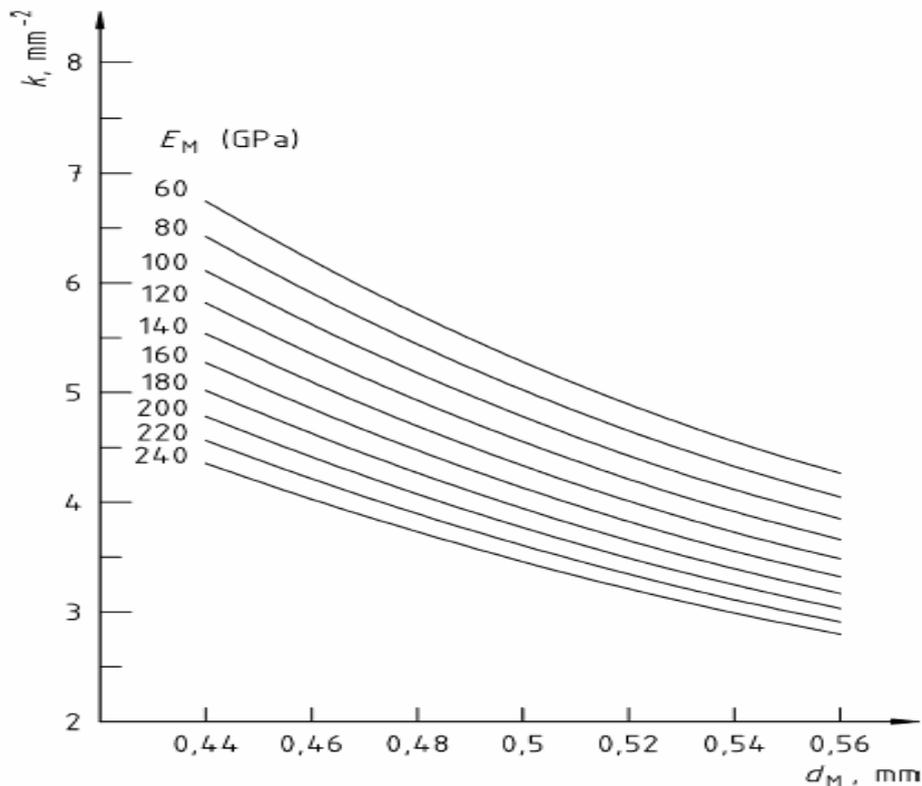


Abbildung 11: Beziehung von Legierungsdicke und Elastizitätsmodul E zur Bestimmung des Faktors  $\kappa$  [10]

### 3.2.3 Oberflächenuntersuchungen

Im Anschluss an die Bestimmung der Verbundfestigkeit wurden aus jeder Gruppe jeweils sechs Probenkörper am Stereoauflichtmikroskop der Firma Zeiss einer Oberflächenanalyse unterzogen. Dabei wurde zunächst die noch locker anhaftende Keramikscherbe manuell entfernt. Durch die mikroskopische Begutachtung der Metalloberfläche sollte ermittelt werden, ob zwischen Größe und Verteilungsmuster der Keramikreste und der Oxidschicht auf der Legierungsoberfläche ein Zusammenhang mit den beschriebenen Verblendungsmodifikationen besteht. Auch die Verbundfläche der abgeplatzten Keramikscherbe wurde am Stereomikroskop begutachtet, wobei die Dichte und Verteilung der aufgelagerten Oxide sowie das Vorkommen von Aussprengungen aus der Grundmasse bewertet wurden.

Von jeweils einem Prüfkörper einer jeden Gruppe wurde ein Längsschnitt angefertigt. Die dafür verwendeten Prüfkörper wurden zunächst in Technovit 9100 Kunststoff der

Firma Haereus fixiert und anschließend so beschliffen und poliert, dass der Bruchverlauf der Länge nach unter dem Stereomikroskop verfolgt werden konnte. Auch das Vorkommen von Blasen in Grund- und Dentinmasse wurde in dieser Ansicht begutachtet.

### 3.2.4 Statistisches Verfahren

Aus allen ermittelten Scher-Verbundfestigkeitswerten ( $\sum x$ ) einer jeden Gruppe ( $n=7$ ) wurde der Mittelwert ( $\bar{x}$ ) berechnet:

$$\bar{x} = \frac{\sum x}{n}$$

Mit der Standardabweichung  $s$  wird die Streuung der einzelnen Messwerte ( $x$ ) um ihren Mittelwert angegeben. Sie ermöglicht Aussagen über die Abweichung der einzelnen Versuchsergebnisse vom Mittelwert.

$$s = \sqrt{\frac{\sum x^2 - (\sum x)^2}{n(n-1)}}$$

Der Variationskoeffizient  $V$  beschreibt das Verhältnis der Standardabweichung zum Mittelwert in Prozent. Mit seiner Hilfe können Gruppen mit verschiedenen Mittelwerten untereinander verglichen werden.

$$V = \frac{s}{\bar{x}} \times 100$$

Der Medianwert ist der Wert innerhalb einer nach Größe geordneten Messreihe, der von 50% aller Messwerte über- bzw. unterschritten wird. Im Vergleich zum Mittelwert ist der Median unanfälliger gegenüber Extremwerten [61].

Um zu ermitteln, ob zwischen den Messwerten der verschiedenen Gruppen statistisch signifikante Unterschiede vorliegen, wurde der Student-t-Test für unabhängige Stichproben durchgeführt, der sich für Stichproben mit geringer Stückzahl eignet. Die Nullhypothese „alle Stichproben entstammen derselben Grundgesamtheit, der Mittelwertunterschied ist zufällig entstanden“ wurde bei  $p < 0,05$  verworfen. Eine wichtige

Voraussetzung für die Anwendbarkeit dieses statistischen Prüfverfahrens ist, dass die Messwerte annähernd normalverteilt, im Sinne der Gaußschen Normalverteilung, vorliegen. Um einen ersten Überblick über die Verteilung der Messwerte zu gewinnen, wurde zunächst der von IMMICH [33] beschriebene Quotient aus Mittelwert und Median bestimmt. Liegt dieser zwischen 0,95 und 1,05, so ist eine Normalverteilung wahrscheinlich. Da der Quotient jeder Gruppe einen Wert innerhalb des geforderten Intervalls ergab, konnte die Arbeitshypothese aufgestellt werden, dass die Messwerte in sämtlichen Gruppen einer Normalverteilung unterliegen. Zur Überprüfung dieser Hypothese kam anschließend der Kolmogorov-Smirnov-Test auf Normalverteilung zur Anwendung. Bei diesem zweiseitig ausgelegten Testverfahren wird das Vorliegen einer Normalverteilung bei asymptotischen Signifikanzwerten von unter 0,05 mit einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 5 % verworfen. Da in der vorliegenden Untersuchung für jede Gruppe ausschließlich Werte oberhalb dieser Grenze ermittelt wurden, kann die Voraussetzung der approximativen Normalverteilung als erfüllt und der Student-t-Test somit als geeignetes Verfahren angesehen werden [62].

## 4 Ergebnisse

### 4.1 Ergebnisse des Drei-Punkt-Biegeversuchs nach SCHWICKERATH

Wie in Kapitel 3.2.2 erläutert, wurde für jeden einzelnen Prüfkörper die Scher-Verbundfestigkeit mithilfe der gemessenen Bruchkraft und des Koeffizienten  $\kappa$  errechnet. Dabei überstieg jeder einzelne Wert die Marke von 25 MPa, ab der der Haftverbund laut DIN EN 9693 [10] als klinisch sicher bewertet wird. Im Folgenden sind die Messergebnisse der Testkörper als Testgruppen zusammengefasst dargestellt. Die Einzelwerte sowie die Ergebnisse der beschreibenden Statistik sind im Anhang aufgeführt.

#### 4.1.1 Serie A: Grundmasse nach Herstellerangaben angemischt

Die Mittelwerte der einzelnen Gruppen liegen zwischen 36,8 und 40,8 MPa. Gruppe 1, deren Grundmassebrand ohne Vortrocknung erfolgte, erreicht mit 36,8 MPa im Mittel den niedrigsten Haftwert, der Variationskoeffizient liegt bei 14,2 %. Eine Trocknungszeit

von 2 Minuten (wie vom Hersteller empfohlen) ergab Haftwerte bei einem Mittelwert von 38,5 MPa und einem Variationskoeffizienten von 2,2 %. Bei einer Trocknungszeit von 5 Minuten wurde ein Mittelwert von 39,5 MPa bei einem Variationskoeffizienten von 4,8 % ermittelt, die achtminütige Trocknung ergab bei einem Variationskoeffizienten von 4,8 % den Mittelwert von 40,2 MPa. Den mit 40,8 MPa höchsten Mittelwert ergab eine Trocknungszeit von 10 Minuten bei einem Variationskoeffizienten von 2,8 %.

Beim Vergleich der Medianwerte dieser Serie zeigte sich, dass mit zunehmender Trocknungsdauer höhere Verbundfestigkeitswerte erreicht wurden. Statistische Signifikanz konnte jedoch lediglich bei zwei Gruppenvergleichen nachgewiesen werden.

Serie A	2 min	5 min	8 min	10 min
0 min	ns.	ns.	ns.	ns.
2 min		ns.	sig.*	sig.**
5 min			ns.	ns.
8 min				ns.

**sig.\*** = statistisch signifikanter Unterschied mit bis zu 5% Irrtumswahrscheinlichkeit

**sig\*\***= statistisch signifikanter Unterschied mit bis zu 1% Irrtumswahrscheinlichkeit

**ns.** = keine statistische Signifikanz

Tabelle 8: Ergebnisse des Student-t-Tests

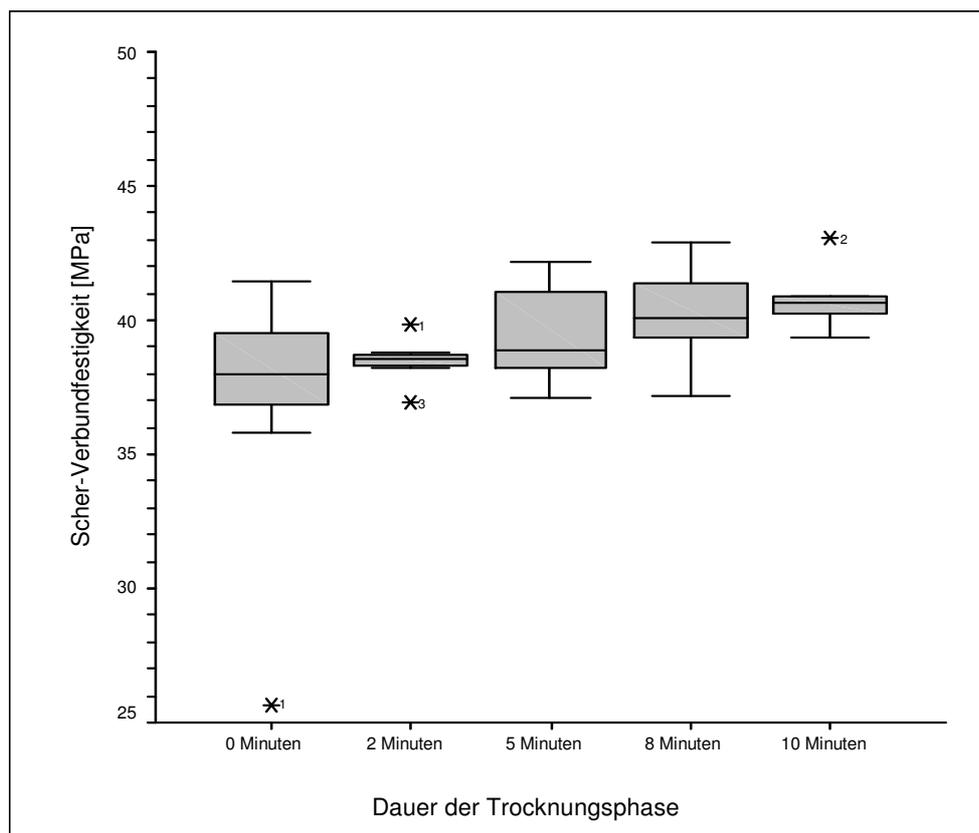


Abbildung 12: Serie A (Grundmasse nach Herstellerangaben angemischt)

#### 4.1.2 Serie B: Grundmasse so dickflüssig wie möglich angemischt

Bei dieser Serie wurden Verbundfestigkeits-Mittelwerte zwischen 39,5 und 42,6 MPa bestimmt. Die Gruppe ohne Trocknungsphase ergab mit einem Variationskoeffizienten von 7,3 % die größte Streuung, ihr Mittelwert lag bei 39,8 MPa. Der höchste Mittelwert, 42,6 MPa, ließ sich bei 2 Minuten Trocknung ermitteln, der Variationskoeffizient dieser Gruppe liegt bei 4,9 %. Die Trocknungszeit von 5 Minuten führte mit 39,5 MPa zum niedrigsten Mittelwert dieser Serie bei einem Variationskoeffizienten von 6,2%. Die Gruppen mit 8 und 10 Minuten Trocknung wiesen Mittelwerte von 41,6 und 40,4 MPa bei Variationskoeffizienten von 5,6 bzw. 5,2 % auf. Ein statistisch signifikanter Unterschied besteht zwischen den Ergebnissen der Gruppen mit 2 und 5 Minuten Trocknungsphase.

Serie B	2 min	5 min	8 min	10 min
0 min	ns.	ns.	ns.	ns.
2 min		sig.*	ns.	ns.
5 min			ns.	ns.
8 min				ns.

**sig.\*** = statistisch signifikanter Unterschied mit bis zu 5% Irrtumswahrscheinlichkeit

**ns.** = keine statistische Signifikanz

Tabelle 9: Ergebnisse des Student-t-Tests für Serie B

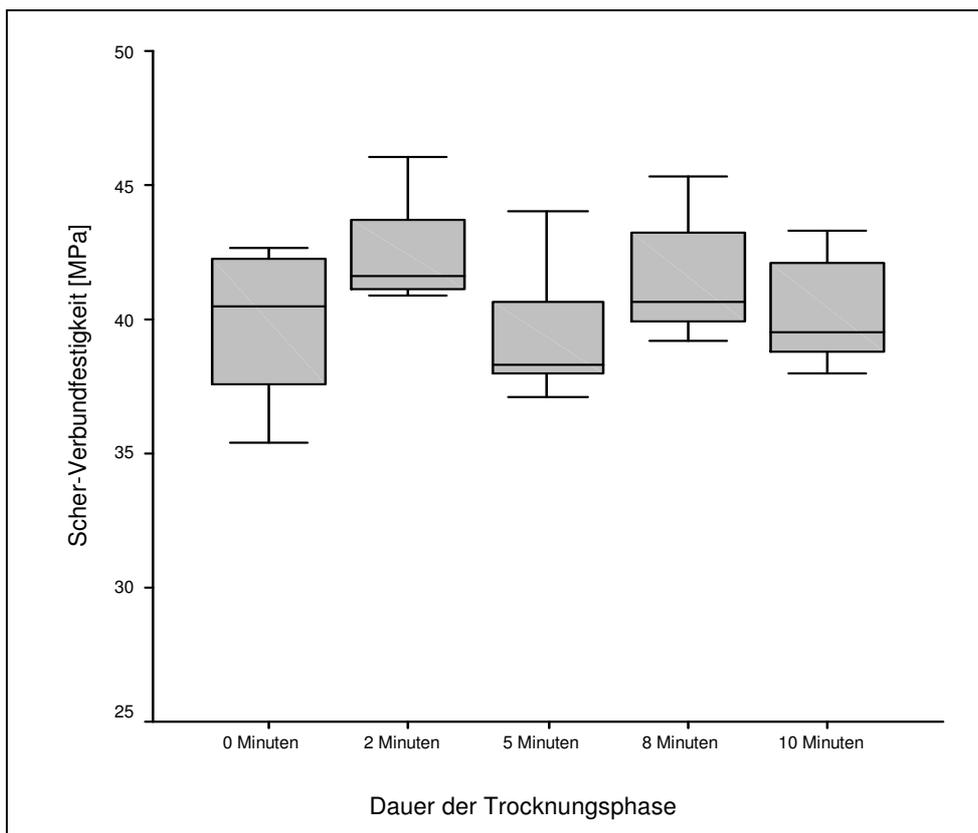


Abbildung 13: Serie B (Grundmasse dickflüssig angemischt)

### 4.1.3 Serie C: Grundmasse mit doppelter Liquid-Menge angemischt

Diese Serie zeigte Mittelwerte zwischen 38,2 und 41,3 MPa. Die Brandführung ohne Vortrocknung führte zu einem Mittelwert von 40,4 MPa und einem Variationskoeffizienten von 4,7 %. Bei 2 Minuten Trocknung wurde mit 38,2 MPa der niedrigste Wert dieser Serie erreicht, der Variationskoeffizient lag bei 4,7 %. Die größte Streuung innerhalb dieser Serie mit einem Variationskoeffizienten von 6,9 % wurde bei 5 Minuten Trocknung erzielt, der Mittelwert erreichte 39,4 MPa. 8 Minuten Trocknungszeit erbrachten mit 41,3 MPa den höchsten Mittelwert und mit 4,1 % den niedrigsten Variationskoeffizienten. Bei 10 Minuten Trocknung wurden ein Mittelwert von 39,0 MPa und ein Variationskoeffizient von 5,8 % ermittelt. Signifikante Unterschiede zeigten sich beim Vergleich der Gruppen mit 0 und 2 Minuten, mit 2 und 8 Minuten sowie mit 8 und 10 Minuten Trocknungsphase.

Serie C	2 min	5 min	8 min	10 min
0 min	sig.*	ns.	ns.	ns.
2 min		ns.	sig.**	ns.
5 min			ns.	ns.
8 min				sig.*

**sig.\*** = statistisch signifikanter Unterschied mit bis zu 5% Irrtumswahrscheinlichkeit

**sig\*\***= statistisch signifikanter Unterschied mit bis zu 1% Irrtumswahrscheinlichkeit

**ns.** = Keine statistische Signifikanz

Tabelle 10: Ergebnisse des Student-t-Tests für Serie C

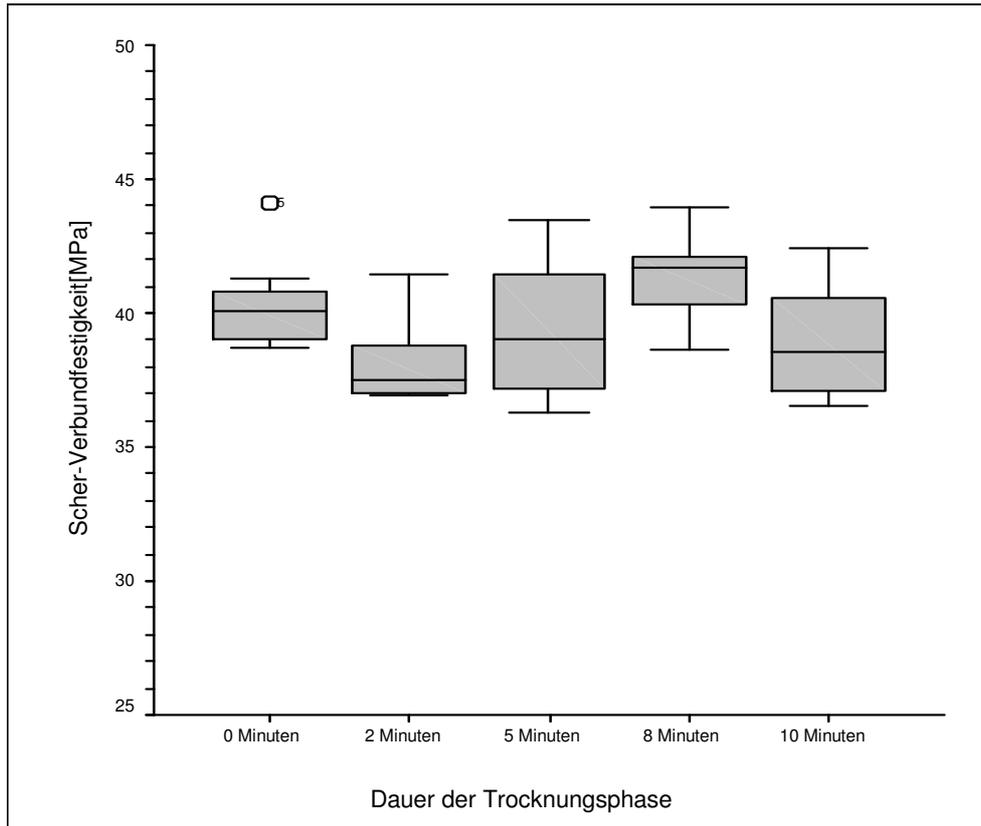


Abbildung 14: Serie C (Grundmasse mit doppelter Liquidmenge angemischt)

#### 4.1.4 Serie D: Grundmasse eingetrocknet und mit Aqua dest. verdünnt

Diese Variation des Anmischvorgangs lieferte Mittelwerte zwischen 40,3 und 41,9 MPa. Ohne Vortrocknung wurden 40,8 MPa als Mittelwert bei einem Variationskoeffizienten von 6,3 % ermittelt. Den höchsten Verbund-Festigkeitsmittelwert ergab mit 41,9 MPa die Trocknung von 2 Minuten bei einem Variationskoeffizienten von 6,2 %. Die mit 8,7 % größte Streuung dieser Serie erzielte die Serie mit 5 Minuten Trocknung bei einem Mittelwert von 40,8 %. 8 Minuten Trocknungszeit führten zu einem Mittelwert von 40,8 und dem mit 2,9 % geringsten Variationskoeffizienten. Der geringste Mittelwert für die Verbundfestigkeit wurde mit 40,3 MPa bei 10 Minuten Trocknung und einem Variationskoeffizienten von 4,4 % ermittelt. Der Vergleich der einzelnen Mittelwerte dieser Serie zeigte relativ geringe, statistisch nicht signifikante Unterschiede.

Serie D	2 min	5 min	8 min	10 min
0 min	ns.	ns.	ns.	ns.
2 min		ns.	ns.	ns.
5 min			ns.	ns.
8 min				ns.

ns. = keine statistische Signifikanz

Tabelle 11: Ergebnisse des Student-t-Tests für Serie D

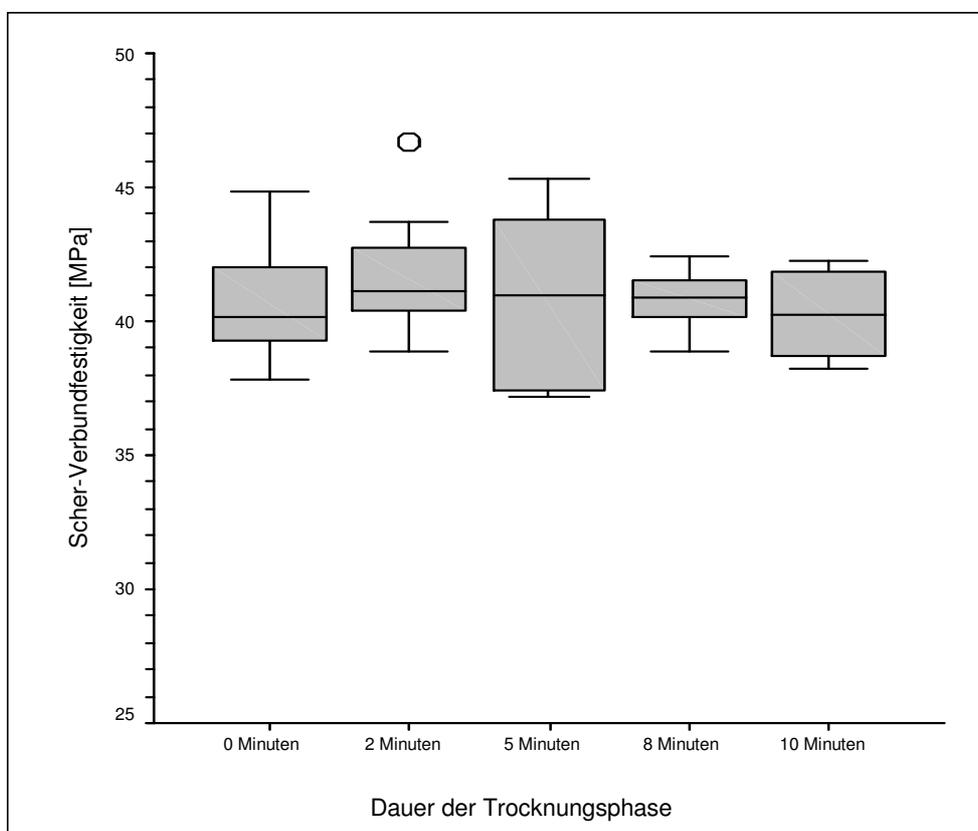


Abbildung 15: Serie D (Grundmasse eingetrocknet u. mit Aqua dest. verdünnt)

#### 4.1.5 Serie E: Grundmasse eingetrocknet und mit Glycerin verdünnt

Für diese Serie wurden Verbund-Festigkeitsmittelwerte zwischen 40,1 und 41,8 MPa ermittelt. Dabei lieferte die Testreihe ohne Vortrocknung mit 41,8 MPa den höchsten Mittelwert und den höchsten Variationskoeffizienten mit 7,6 %. Die Trocknungszeiten 2

und 5 Minuten ergaben die Mittelwerte 40,1 und 40,7 MPa bei Variationskoeffizienten von 5,1 bzw. 3,5 %. 8 und 10 Minuten Trocknungszeit führten zu Mittelwerten von 41,2 und 40,3 MPa und Variationskoeffizienten von 5,4 und 7,2 %. Statistisch signifikante Unterschiede zwischen den Messwerten der einzelnen Gruppen bestehen nicht.

Serie E	2 min	5 min	8 min	10 min
0 min	ns.	ns.	ns.	ns.
2 min		ns.	ns.	ns.
5 min			ns.	ns.
8 min				ns.

ns. = keine statistische Signifikanz

Tabelle 12: Ergebnisse des Student-t-Tests für Serie E

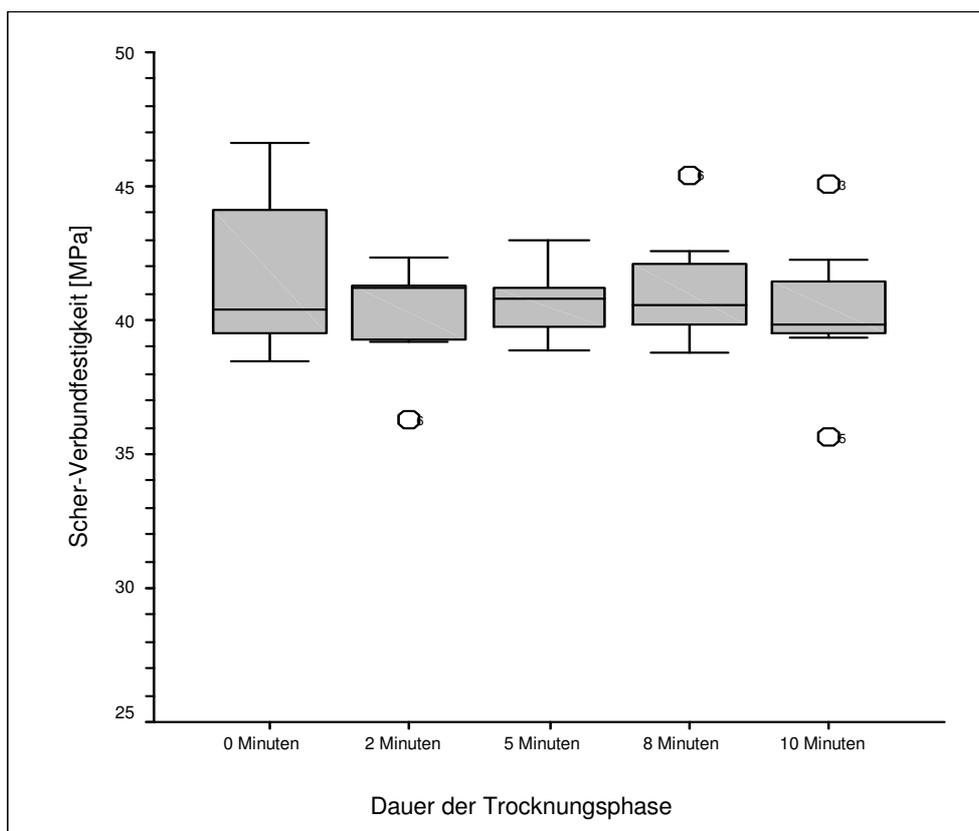


Abbildung 16: Serie E (Grundmasse eingetrocknet u. mit Glycerin verdünnt)

#### 4.1.6 Serie F: Grundmasse mit Liquid u. Glycerin im Verhältnis 1:1 angemischt

Für diese Serie wurden Mittelwerte zwischen 39,5 und 42,1 ermittelt. Die Gruppe ohne Trocknungsphase erreichte mit 42,1 MPa den höchsten Mittelwert für die Verbundfestigkeit und einen Variationskoeffizienten von 5,3 %. Bei 2 bzw. 5 Minuten Trocknungszeit ergaben sich Mittelwerte von 41,0 und 41,1 MPa bei Variationskoeffizienten von 3,3 und 5,9 %. Der niedrigste Haftwert im Mittel wurde bei 8 Minuten Trocknung registriert, mit einer Streuung von 5,8 %. Der Mittelwert bei 10 Minuten Trocknungszeit lag bei 40,2 MPa, der Variationskoeffizient bei 6,7 %. Der Vergleich der Medianwerte zeigt mit steigender Trocknungszeit eine kontinuierliche Verringerung der gemessenen Verbundfestigkeit, statistisch signifikante Unterschiede konnten für diese Serie jedoch nicht ermittelt werden.

<b>Serie F</b>	<b>2 min</b>	<b>5 min</b>	<b>8 min</b>	<b>10 min</b>
<b>0 min</b>	ns.	ns.	ns.	ns.
<b>2 min</b>		ns.	ns.	ns.
<b>5 min</b>			ns.	ns.
<b>8 min</b>				ns.

ns. = keine statistische Signifikanz

Tabelle 13: Ergebnisse des Student-t-Tests für Serie F

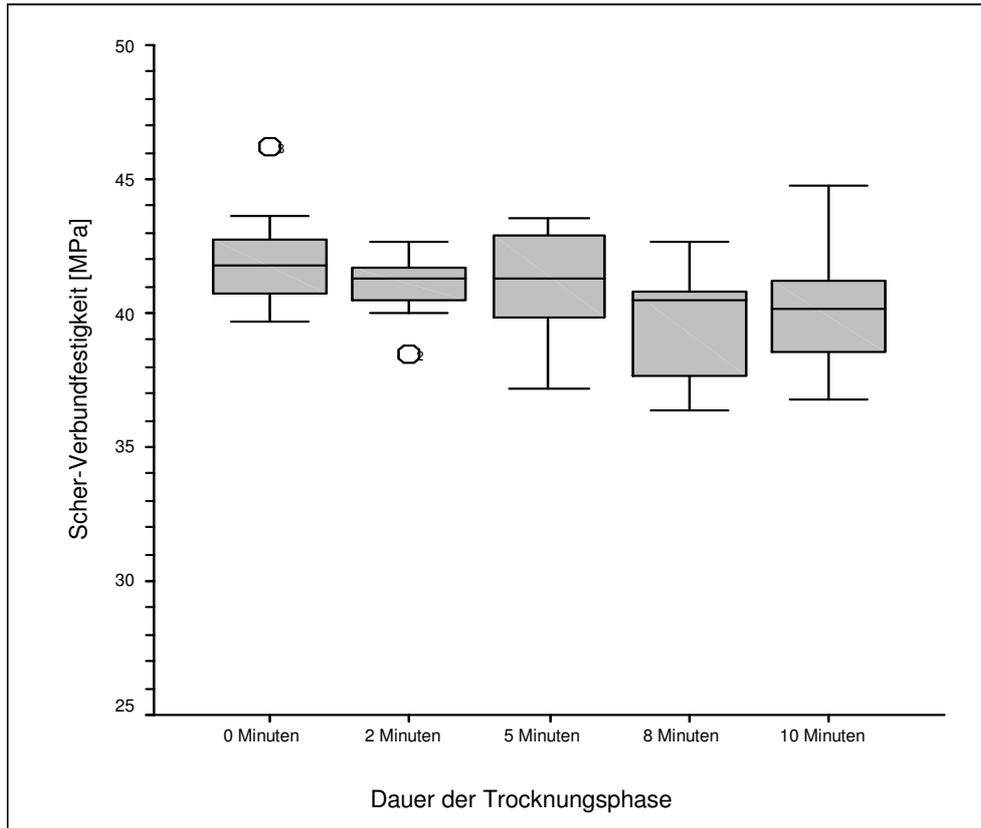


Abbildung 17: Serie F (Grundmasse mit Liquid und Glycerin im Verhältnis 1:1 angemischt)

#### 4.1.7 Vergleich der Verbundfestigkeiten aller Trocknungsphasen

Im folgenden Säulendiagramm ist ein Vergleich der Mittelwerte und Standardabweichungen aller Gruppen dargestellt:

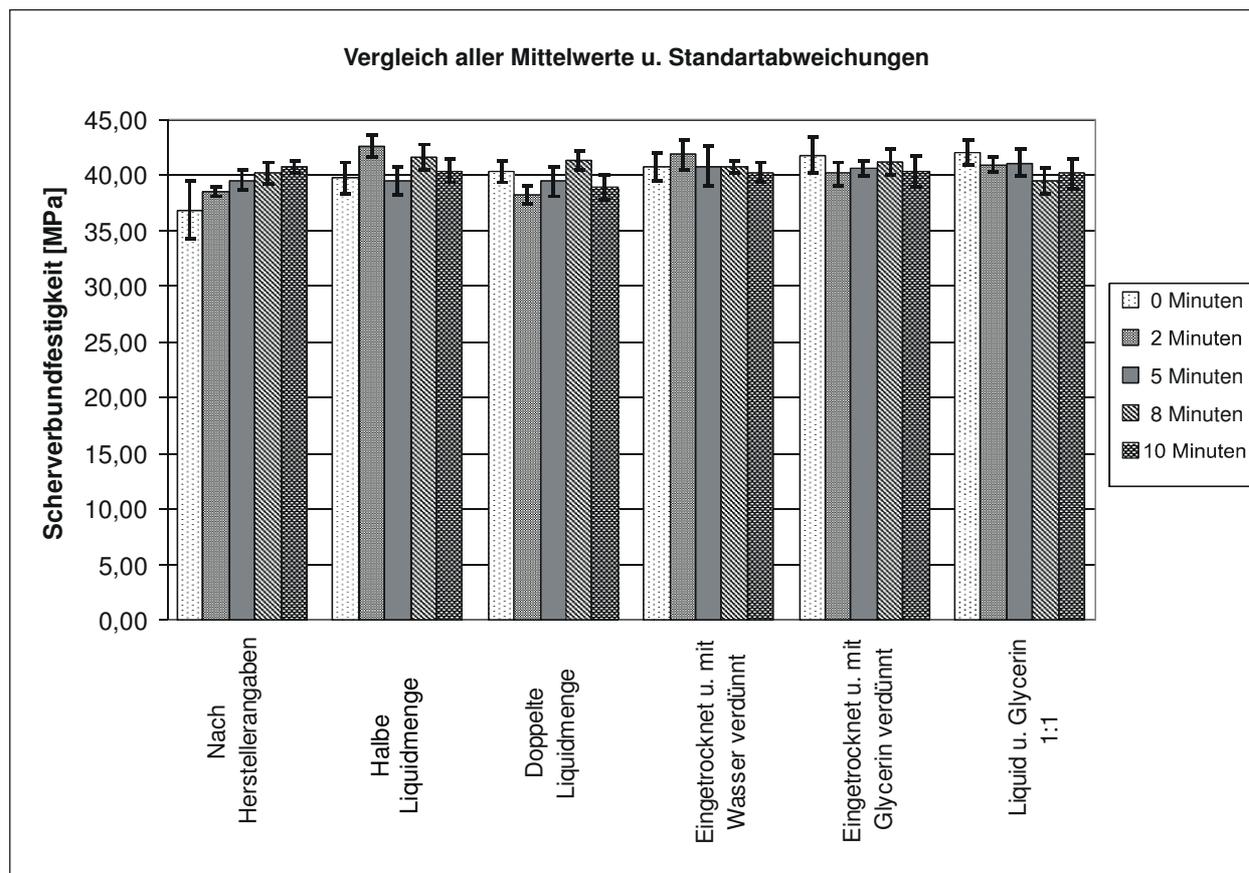


Abbildung 18: Mittelwertvergleich sämtlicher Gruppen

#### 4.1.8 Vergleich der Anmischtechniken untereinander

Um darzustellen, welche der verschiedenen Anmischtechniken sich insgesamt am günstigsten auf die Verbundfestigkeit auswirkt, wurden die Messwerte der einzelnen Gruppen der jeweiligen Verblindserien zusammengefasst.

	Serie A nach Hersteller- Angaben	Serie B dickflüssig angemischt	Serie C doppelte Liquid- menge	Serie D eingetr. u. mit Aqua dest. ver- dünnt	Serie E eingetr. u. mit Glyce- rin ver- dünnt	Serie F Liquid u. Glycerin 1:1
Mittelwert	39,8	42,0	39,7	40,9	40,8	40,8
Median	39,4	41,6	39,8	40,5	40,5	41,1
Standardabweichung	2,9	2,4	2,3	2,4	2,4	2,3
Variationskoeffizient	7,4	5,8	5,7	5,8	5,8	5,6

Tabelle 14: Vergleich der Anmischtechniken

	Serie B	Serie C	Serie D	Serie E	Serie F
Serie A	sig.***	ns.	sig.**	sig.**	sig.*
Serie B		sig.***	ns.	sig.*	sig.*
Serie C			sig.*	sig.*	sig.*
Serie D				ns.	ns.
Serie E					ns.

sig.\* = statistisch signifikanter Unterschied mit bis zu 5% Irrtumswahrscheinlichkeit

sig.\*\* = statistisch signifikanter Unterschied mit bis zu 1% Irrtumswahrscheinlichkeit

sig.\*\*\*= statistisch signifikanter Unterschied mit bis zu 0,1% Irrtumswahrscheinlichkeit

ns. = keine statistische Signifikanz

Tabelle 15: Ergebnisse des Student-t-Tests für den Vergleich der Serien untereinander

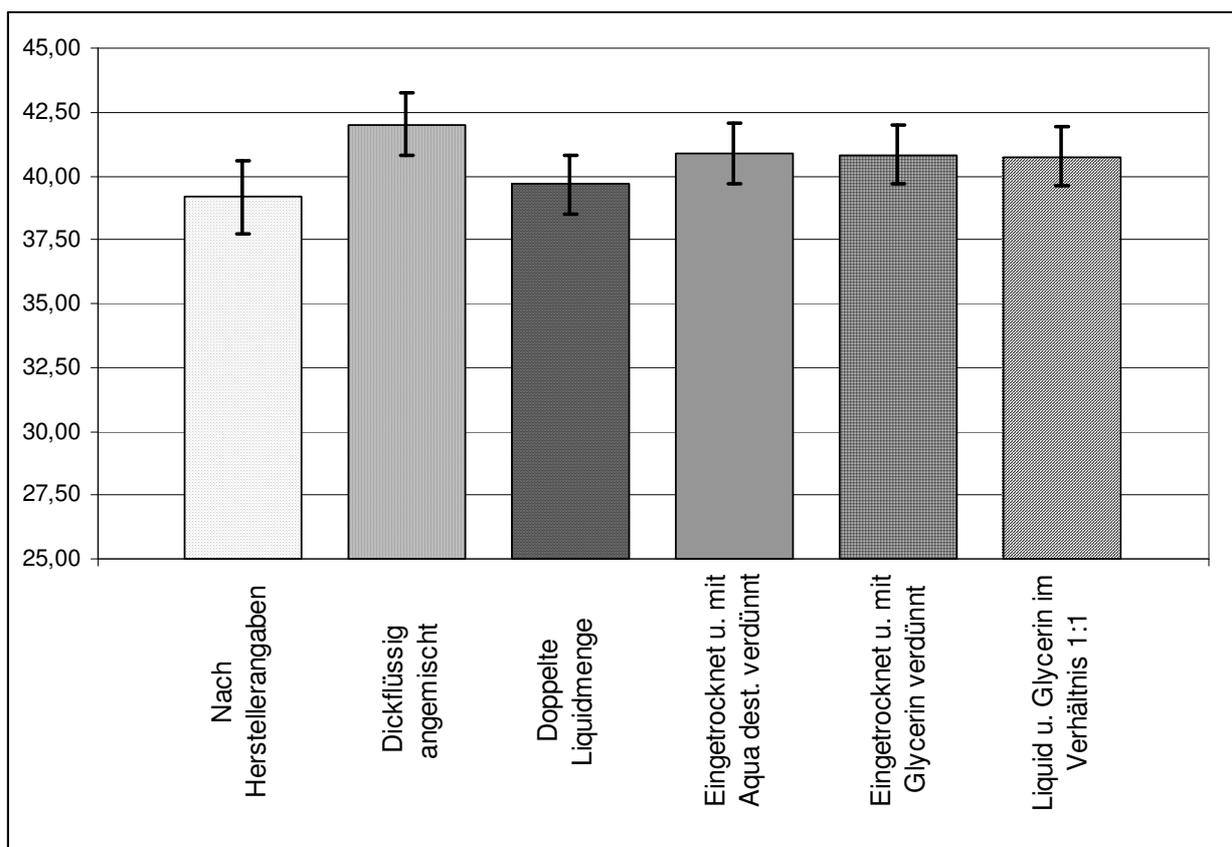


Abbildung 19: Mittelwert-Vergleich der verschiedenen Anmischtechniken

## **4.2 Mikroskopische Auswertung**

### **4.2.1 Begutachtung der Bruchoberflächen**

Bei der lichtmikroskopischen Untersuchung zeigte sich, dass die Legierungsoberflächen sämtlicher Proben weitgehend frei von Keramikauflagerungen waren. Vereinzelt keramische Rückstände zeigten sich vor allem im Randbereich und unregelmäßig verteilt über die gesamte Verblendbreite (gemischt adhäsiver Bruchverlauf). Da bei allen Prüfkörpern die Ablösung hauptsächlich in der Verbundzone verlief, konnten alle Ergebnisse als adhäsive Brüche gewertet und zur Bestimmung der Verbundfestigkeit gemäß DIN ISO 9693 [10] herangezogen werden.

Durch die Begutachtung der Bruchoberflächen soll gezeigt werden, inwieweit ein Zusammenhang zwischen den untersuchten Verblendtechniken und dem Bruchverlauf besteht. Da die Keramik von jedem Probenkörper fast vollständig abgelöst wurde, erscheint es sinnvoll, zum qualitativen Vergleich des Bruchverlaufs nicht nur den Bedeckungsgrad der Legierung zu begutachten, sondern auch die Anhaftung von Oxid an der Unterseite der Keramikscherbe in die Bewertung mit einfließen zu lassen. Zur Klassifizierung des Bruchverlaufs wurden drei Kategorien der Keramikablösung definiert:

Kategorie 1:	Legierungsoberfläche ist weitgehend frei von Oxid und Grundmasse und mattglänzend	
	Keramikscherbe homogen abgelöst, fast vollständig mit Grundmasse und Oxid bedeckt	
Kategorie 2:	Legierungsoberfläche partiell mit Oxid bedeckt, stellenweise Reste von Grundmasse vorhanden	
	Keramikscherbe teilweise mit Oxid bedeckt, teilweise Grundmasse abgelöst	
Kategorie 3:	Legierungsoberfläche großflächig mit Oxid und stellenweise mit Grundmasse bedeckt	
	Keramikscherbe fast vollständig frei von Oxid, teilweise Grundmasse abgelöst	

Tabelle 16: Einteilung der Bruchverläufe, lichtmikroskopische Darstellungen der Bruchflächen in 12-facher Vergrößerung

Im Folgenden ist die Verteilung dieser Kategorien auf die einzelnen Gruppen dargestellt:

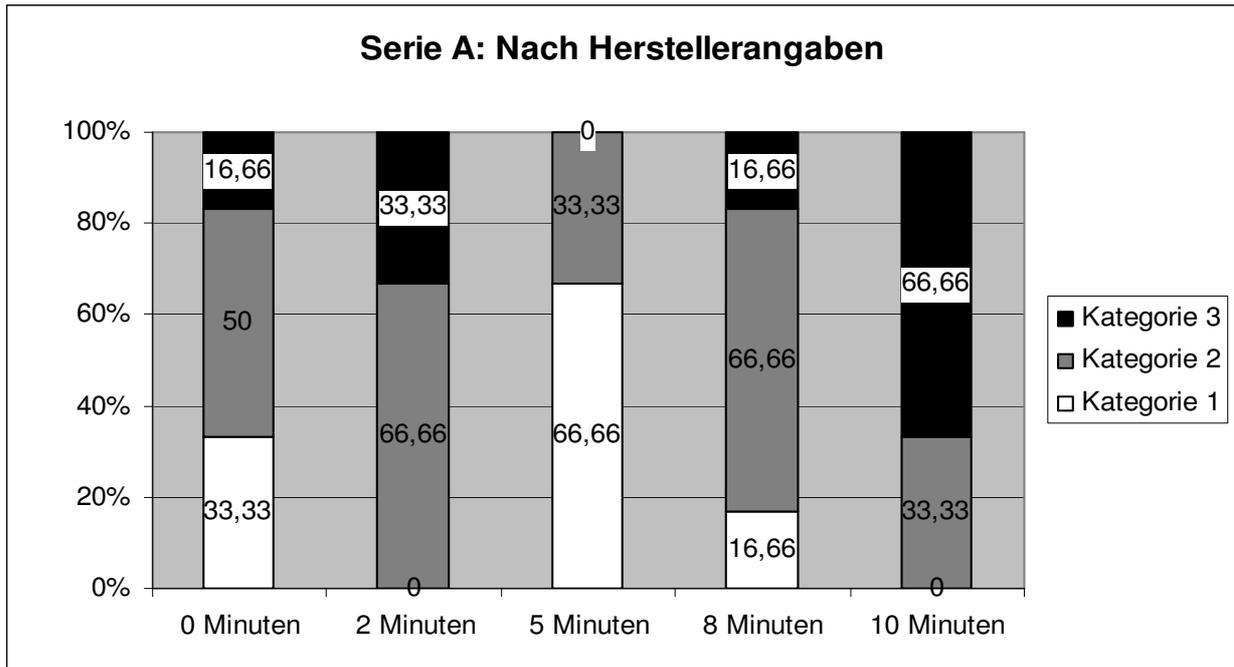


Abbildung 20: Keramikablösung Serie A, Verteilung in %

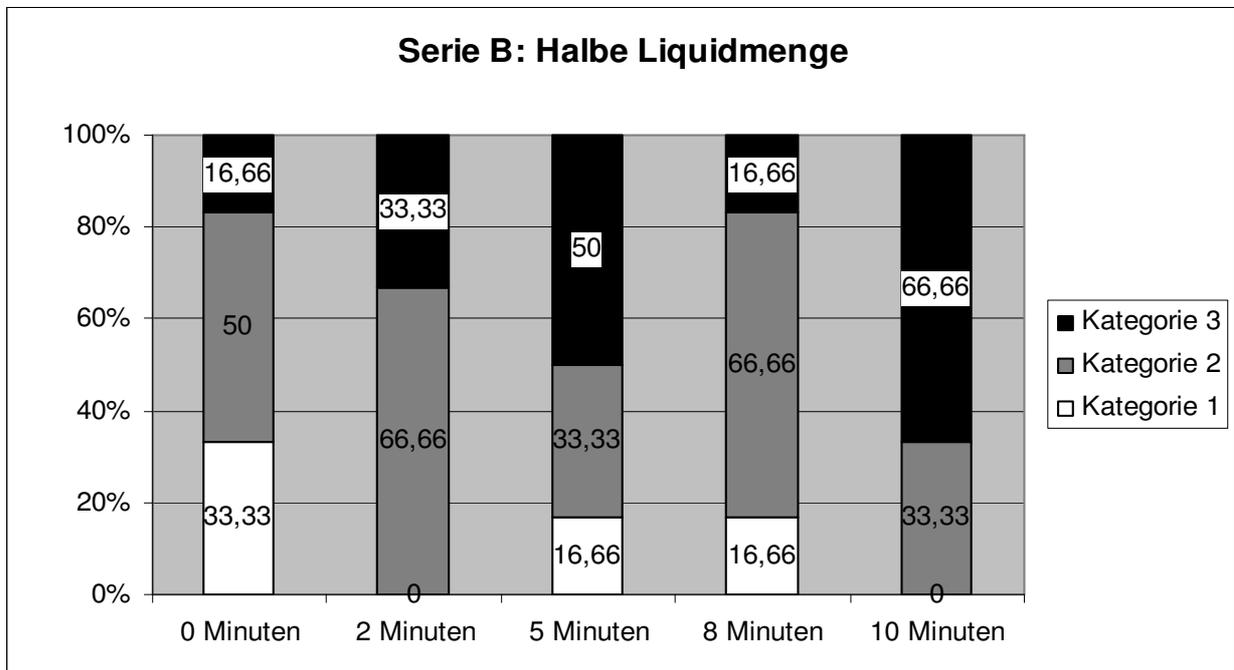


Abbildung 21: Keramikablösung Serie B, Verteilung in %

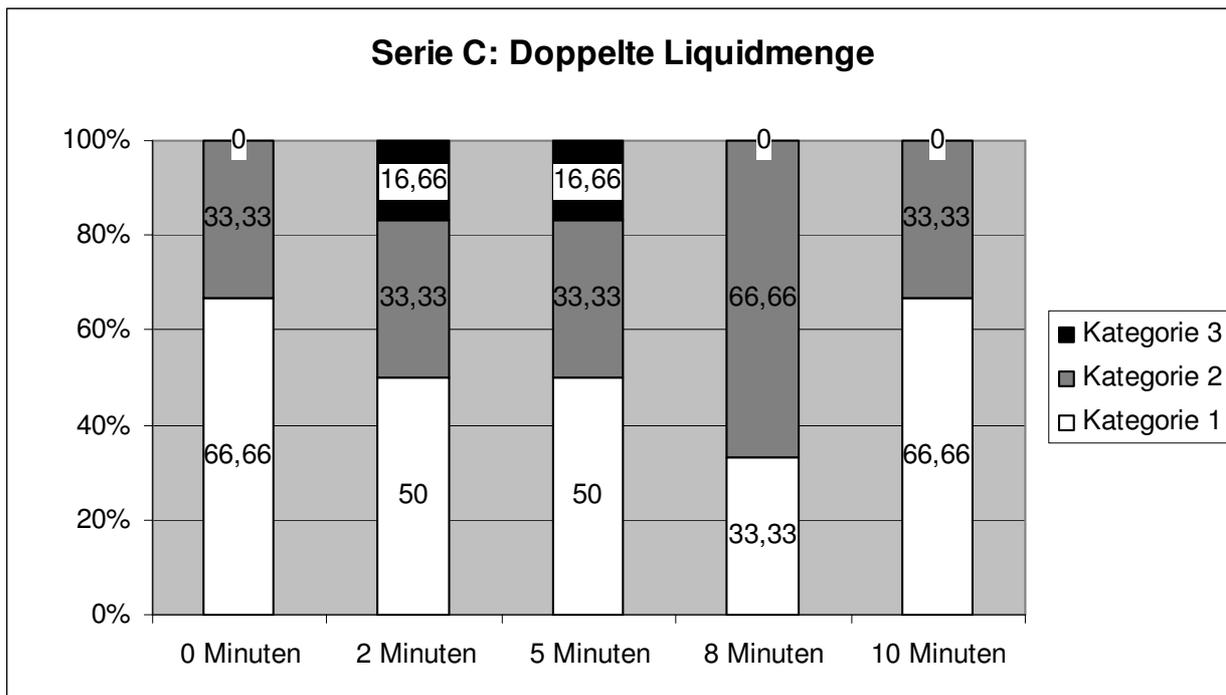


Abbildung 22: Keramikablösung Serie C, Verteilung in %

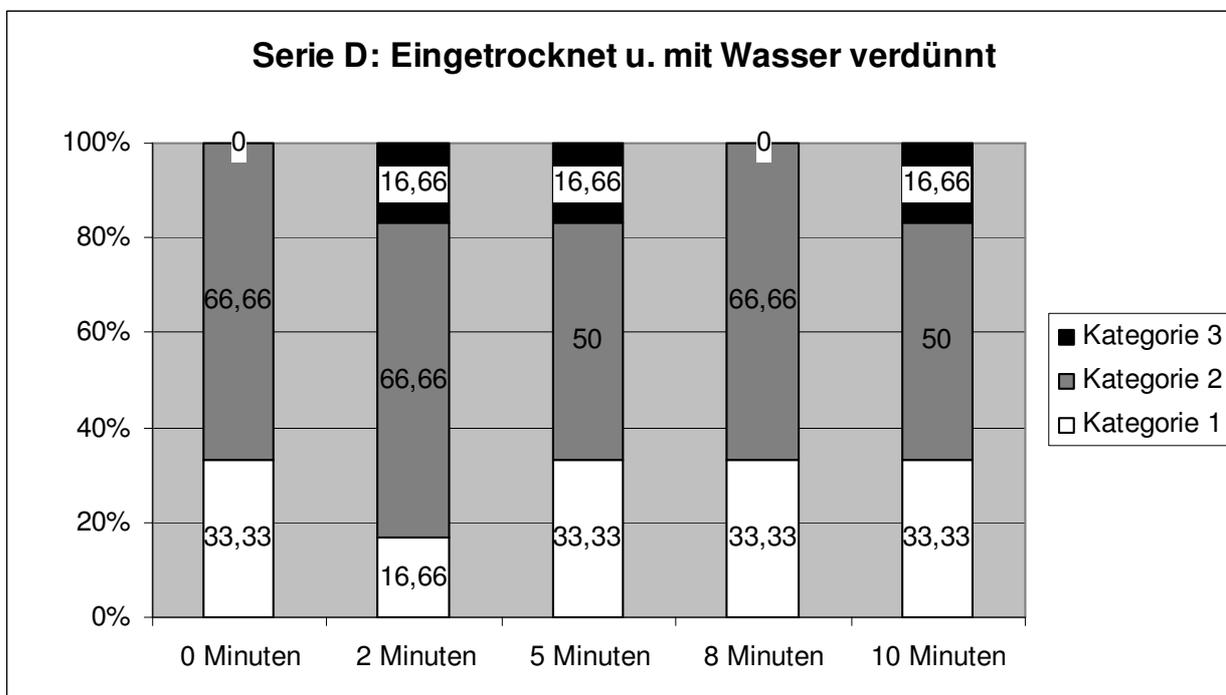


Abbildung 23: Keramikablösung Serie D, Verteilung in %

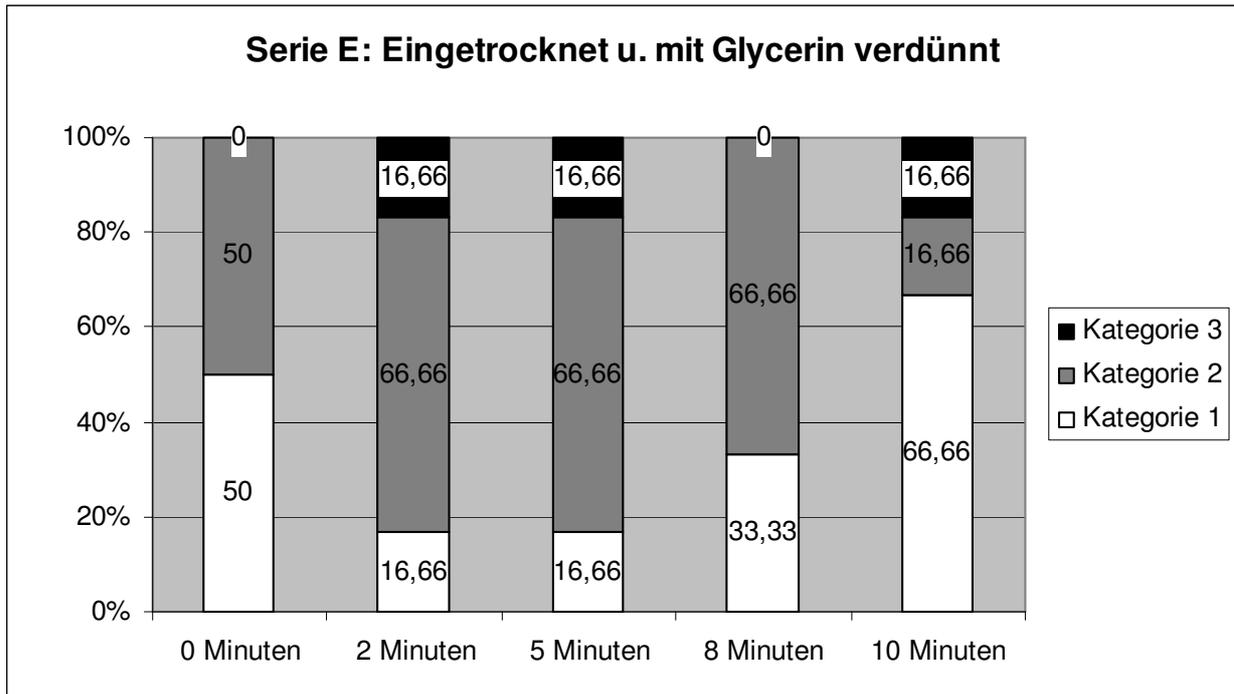


Abbildung 24: Keramikablösung Serie E, Verteilung in %

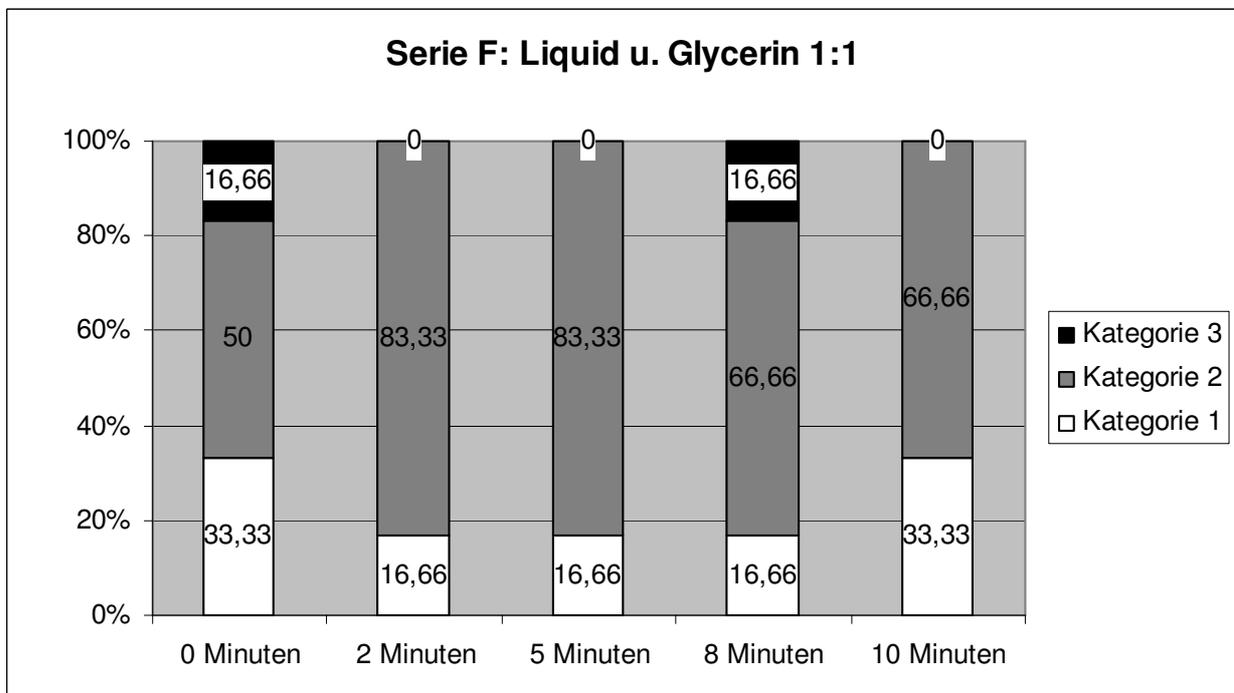


Abbildung 25: Keramikablösung Serie F, Verteilung in %

In Abbildung 26 ist die Verteilung der ermittelten Ablöse­kategorien auf die verschiedenen Verblendserien dargestellt:

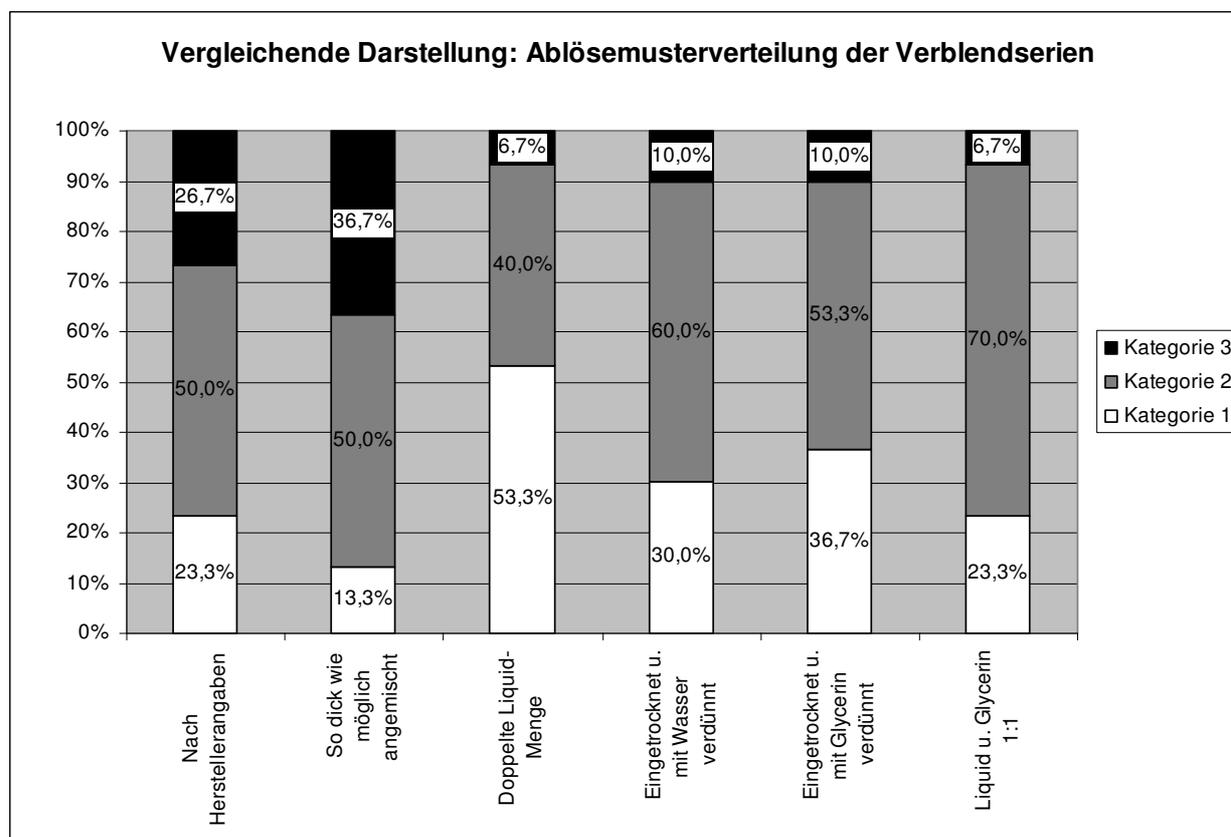


Abbildung 26: Vergleich der Häufigkeit der ermittelten Ablösemuster in %

Die Serien A (nach Herstellerangaben) und B (so dick wie möglich angemischt) zeigen untereinander ein ähnliches Verteilungsmuster der verschiedenen Ablöse­kategorien. Bei beiden Serien führte eine Verlängerung der Trocknungszeit zu einer Häufung des Auftretens der Kategorie 3 (Oxid und Grundmassereste verbleiben auf Legierungs­oberfläche).

Sämtliche Gruppen der Serie C (doppelte Liquidmenge) zeigen ein vergleichsweise häufiges Auftreten der Kategorie 1 (vollständige Ablösung von Grundmasse und Oxid). Ablösungen der Kategorie 3 wurden nur bei zwei- und fünfminütiger Trocknung registriert.

Die Gruppen der Serien D (eingetrocknet und mit Wasser verdünnt) und Serie E (eingetrocknet und mit Glycerin verdünnt) weisen untereinander eine nahezu identische Ver-

teilung der Ablöse­kategorien auf. Dabei konnten die meisten begutachteten Probenkörper der Kategorie 2 (teilweise Ablösung der Keramik mit Rückständen von Oxid und Grundmasse) zugeordnet werden. Ablösemuster der Kategorie 3 konnten bei beiden Serien in den Gruppen mit zwei, fünf und acht Minuten Trocknungszeit ermittelt werden.

In allen Gruppen der Serie F (Liquid und Glycerin 1:1 vermischt) wurden die Ablösemuster der meisten Probenkörper der Kategorie 2 zugeordnet. Bruchverläufe der Kategorie 3 wurden lediglich bei null- und achtminütiger Trocknung registriert.

#### 4.2.2 Begutachtung der Längsschnitte

Durch die Begutachtung der Längsschnitte am Auflichtmikroskop wurde untersucht, ob die verschiedenen Beschichtungsverfahren mit der Häufigkeit von Gaseinschlüssen korrelieren. Außerdem konnten die Bruchverlaufslinien der Länge nach dargestellt und auf Unterschiede untersucht werden. Auch bei dieser Art der Betrachtung fanden sich ausschließlich gemischt adhäsive Bruchverlaufsmuster, bei denen das Versagen im Randbereich innerhalb der Keramik begann, und dann, über den größten Teil der Verblendfläche, in der Grenzschicht zwischen Legierung und Keramik verlief. In Abbildung 27 ist ein solcher Bruchverlauf im Längsschnitt dargestellt.

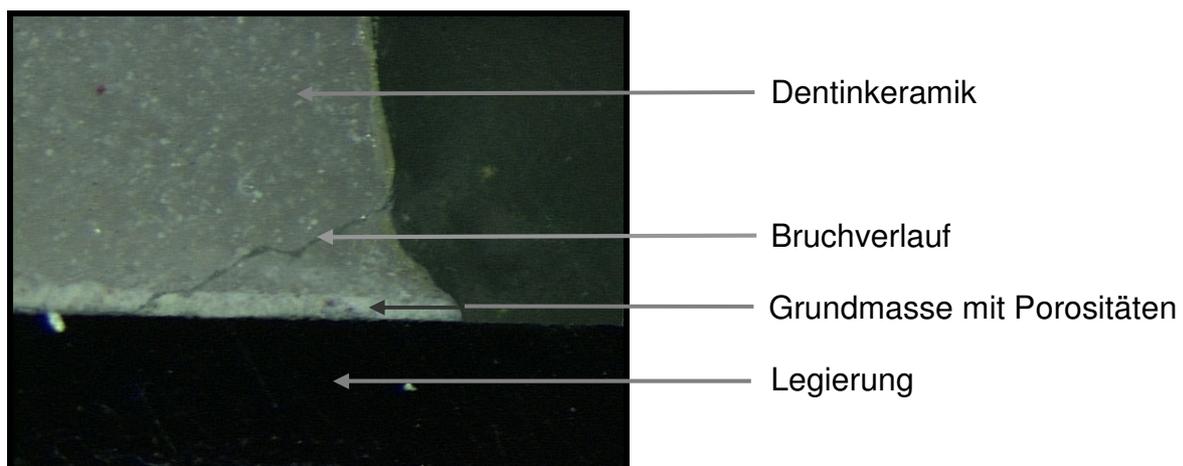


Abbildung 27: Lichtmikroskopische Darstellung eines typischen Bruchverlaufs in 80-facher Vergrößerung

Der Vergleich der Längsschnitte durch die Prüfkörper zeigte bei keiner der untersuchten Verblendmodifikationen ein erhöhtes Vorkommen von Gaseinschlüssen. Wenn Gaseinschlüsse registriert wurden, dann vereinzelt, entweder als Mikroporositäten innerhalb der Grundmasse, oder in Form von größeren Gasblasen innerhalb der Dentinkeramik (s. Abb. 27 und 28)

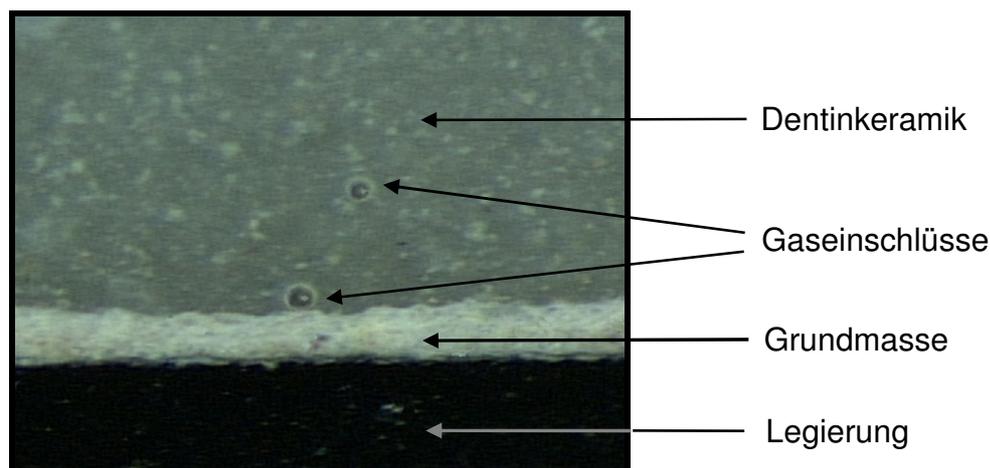


Abbildung 28: Lichtmikroskopische Darstellung von Gaseinschlüssen, 100-fache Vergrößerung

## 5 Diskussion

### 5.1 Fehlerdiskussion

#### 5.1.1 Herstellung der Prüfkörper

Unregelmäßigkeiten und Fehler bei der Herstellung der Prüfkörper führen zu einer Verfälschung der Messergebnisse. Aus diesem Grund wurde zunächst eine Testserie (n=10) hergestellt, um mögliche Fehlerquellen bereits im Vorfeld zu erkennen und um sich mit dem Herstellungsprozess vertraut zu machen. Obwohl es nicht möglich ist, mit der in Kapitel 3.1.3 und 3.1.4 beschriebenen Vorgehensweise absolut identische Prüfkörper herzustellen, wurde bei sämtlichen Arbeitsschritten besonderes Augenmerk darauf gerichtet, eine maximale Vergleichbarkeit zu gewährleisten.

Um lunkerfreie Metallgerüste ohne Defekte im Metallgefüge zu erhalten, erfolgte das Vorwärmen und Gießen exakt nach Herstellerangaben. Alle Gussobjekte wurden vor der Weiterbearbeitung visuell auf Gussfehler wie unvollständiges Ausfließen und Porositäten kontrolliert und bei Vorliegen eines dieser Ausschlusskriterien verworfen. Da sich die Güte der Oberflächenstruktur wesentlich auf die Stärke des Haftverbundes zwischen Legierung und Keramik auswirkt [43], wurde die Oberflächenbearbeitung bei allen Gussobjekten standardisiert durchgeführt. Nach dem Entfernen des Gusskanals wurde zunächst die eine Seite eines jeden Metallplättchens an einem horizontal rotierenden Schleifteller mit Nassschleifpapier in den Körnungen 120, 400, 1000 unter Wasserkühlung bearbeitet. Anschließend wurde die andere Seite der Plättchen mithilfe der Exakt-Parallelschleifmaschine unter Verwendung der gleichen Schleifkörnungen bearbeitet. Durch dieses Vorgehen wurde eine maximale Homogenität der Oberflächen erzielt, das Entstehen von Dellen und Riefen wie bei der Ausarbeitung mit rotierenden Handinstrumenten z. B. durch Verkanten oder zu starkes Aufdrücken konnte vermieden werden. Bei der anschließenden Oberflächenkonditionierung wurden für sämtliche Prüfkörper dieselbe Körnung des Strahlkorunds sowie derselbe Strahldruck verwendet. Variierende Düsenabstände und Strahlwinkel wurden vermieden.

Die Verblendung mit Keramik erfolgte gruppenweise und ohne längere Pausen zwischen den Arbeitsschritten. Wurden die Prüfkörper einer Gruppe abgestrahlt und entfettet, so wurde unmittelbar im Anschluss mit dem Auftragen der Verblendung begonnen. Die sieben Prüfkörper jeder Gruppe durchliefen alle Brände gemeinsam, sämtliche Prüfkörper durchliefen die gleiche Anzahl an Bränden, da durch steigende Anzahl an Bränden der Leuzitgehalt der Keramik ansteigt und so deren WAK erhöht [41, 82]. Die Modifikationen des Mischungsverhältnisses für den Grundmassebrand wurden mithilfe einer Feinwaage und einer justierbaren Feinpipette bestimmt. Das Anmischen der Keramik der Grundmasse erfolgte jeweils gruppenweise, um Unterschiede hinsichtlich der zu untersuchenden Modifikation zu vermeiden. Um die Dimensionierung des aufgebrannten Keramikblocks gemäß DIN EN ISO 9693 [10] zu gewährleisten, wurde eine Schichtlehre verwendet. Abweichungen von den geforderten Maßen lagen im zehntel Millimeterbereich, ihr Einfluss auf die Messung kann vernachlässigt werden.

Sämtliche Prüfkörper wurden, mit Ausnahme der Modifikationen, nach derselben Vorgehensweise von derselben Person gefertigt. Dabei kamen stets dieselben Geräte zum

Einsatz, alle Materialien entstammen derselben Charge. Der Fehler, der durch die individuelle Prüfkörperherstellung entsteht, ist wohl die größte Quelle von Ungenauigkeiten in dieser Studie. Dennoch kann aufgrund der geringen Variationskoeffizienten von 2,24 bis 8,65 % (Ausnahme Gruppe A1 mit 14,2 %) davon ausgegangen werden, dass reproduzierbare Ergebnisse vorliegen und Vergleichbarkeit hinsichtlich des untersuchten Merkmals besteht.

### 5.1.2 Messung

Bei der Bestimmung der Scher-Verbundfestigkeit mithilfe des Drei-Punkt-Biegescherversuchs nach SCHWICKERATH ist es von entscheidender Bedeutung, Unterschiede in den Abmessungen der Metallplättchen zu berücksichtigen. Verdeutlicht wird dies durch die in Kapitel 3.2.2 dargestellte Formel, die zeigt, dass die zum Ablösen aufzuwendende Bruchkraft von der Legierungsdicke in der dritten Potenz beeinflusst wird. Daher wurde die Dicke jedes Plättchens mit einer Mikrometerschraube bestimmt und anschließend mithilfe des in Abbildung 12 dargestellten Diagramms der zugehörige Faktor zur Berechnung der Verbundfestigkeit bestimmt. Da bei diesem Verfahren der Faktor  $\kappa$  nur näherungsweise ermittelt werden kann, muss von einem systematischen Fehler in Höhe von ca. 5 % ausgegangen werden. Die beobachteten Abweichungen der Längen- und Breitenmaße waren innerhalb der geforderten Parameter und können, da sie die Bruchkraft nur als linearer Einflussfaktor modulieren, toleriert werden.

Auch der Auflageabstand geht in der dritten Potenz in die ermittelte Bruchkraft mit ein. Bei allen Messungen wurde ein Abstand von 20 mm eingehalten. Die Positionierung der Prüfkörper in der Messapparatur erfolgte mithilfe einer Schablone um zu gewährleisten, dass die Biegebelastung stets mittig erfolgt.

### 5.1.3 Eignung der Methode

Bestimmt werden sollte der Einfluss des Trocknungszeiten bzw. des Anmischverhältnisses auf den Haftverbund zwischen Legierung und Keramik. Um diesen zu ermitteln erscheint es sinnvoll, ausschließlich den Grundmassebrand verschiedenen Bedingungen

zu unterwerfen, da sich in dieser Schicht die Verbindung zwischen den „Keramik-Nestern“ des benetzenden Washbrandes einerseits und der Dentinmasse andererseits vollzieht. Variationen der anderen Keramiksichten könnten zwar ebenfalls Einfluss auf die Untersuchungsergebnisse haben, Rückschlüsse auf den Haftverbund wären aber nur bedingt möglich. So könnte beispielsweise ein zu dickflüssig angemischter Wash-Opaker die Vertiefungen der Legierungsoberfläche nur unvollständig benetzen und Luftblasen mit einschließen. Durch die Reduzierung der Kontaktfläche wäre eine Verminderung der in Kapitel 2.3 beschriebenen Haftmechanismen die Folge. Veränderungen im Mischungsverhältnis oder in der Brandführung der Dentinmasse könnten durch Blaseneinschlüsse oder Inhomogenitäten die Biegesteifigkeit des gesamten Verblendkörpers herabsetzen und so die Vergleichbarkeit der Messergebnisse reduzieren.

Um den Einfluss der Trocknungsphase und des Anmischverhältnisses auf die Verbundfestigkeit zwischen Legierung und Dentalkeramik zu bestimmen, wurde der Dreipunkt-Biegescherversuch nach SCHWICKERATH gemäß DIN ISO 9693 [10] gewählt. Für dieses international etablierte Verfahren steht eine Vielzahl von Vergleichswerten zur Verfügung. Es zeichnet sich durch einen vergleichsweise einfachen Versuchsaufbau mit einfacher Prüfkörperherstellung aus [98] und liefert konstante, reproduzierbare Ergebnisse. Durch die Berücksichtigung des Elastizitätsmoduls der zu untersuchenden Legierung bei der Berechnung der Scher-Verbundfestigkeit (s. Abb. 12) lassen sich die Messergebnisse mit denen anderer Metall-Keramiksyste me vergleichen. Allerdings werden bei der Berechnung sowohl die Dicke als auch der E-Modul der Verblendkeramik nicht berücksichtigt. Daher ist die Vergleichbarkeit mit Metall-Keramiksyste men, die andere Verblendkeramiken verwenden, kritisch zu beurteilen.

In der vorliegenden Untersuchung wurden zur Berechnung die vom Hersteller für den E-Modul der Legierung angegebenen Werte herangezogen, auf eine experimentelle Ermittlung wurde verzichtet. Somit muss an dieser Stelle ein systematischer Fehler eingeräumt werden, denn der tatsächliche E-Modul kann je nach Verarbeitung um bis zu 50 % von den Herstellerangaben abweichen [36]. Die Belastung der Metall-Keramik-Verbundzone während der Biegescher-Verbundfestigkeitsprüfung ist bei Legierungen mit einem hohen E-Modul höher als bei solchen mit einem niedrigen E-Modul [45]. Dennoch wirkt sich dieser Fehler nicht auf die Vergleichbarkeit der erzielten Messwerte

untereinander aus, da für alle Prüfkörper dieselbe Legierung verwendet und diese stets nach denselben Parametern verarbeitet wurde.

Im klinischen Einsatz zeigt sich, dass das Versagen des Haftverbundes zwischen Legierung und Grundmasse nicht die einzige mögliche Misserfolgsursache für keramisch verblendeten Zahnersatz darstellt. Absprengungen der Keramik innerhalb der Dentinmasse sowie Frakturen durch sämtliche keramische Schichten treten ebenfalls auf und können nicht auf einen unzureichenden Haftverbund zurückgeführt werden. Daher kann ausgehend von hohen Messwerten beim Dreipunkt-Biegescherversuch nach SCHWICKERATH als einzigem Kriterium nicht automatisch eine klinische Einsatzfähigkeit abgeleitet werden.

## **5.2 Diskussion der Ergebnisse**

Sämtliche getesteten Prüfkörper erreichten Verbundfestigkeitswerte oberhalb der in der DIN EN ISO 9693 [10] geforderten kritischen Schwelle von 25 MPa, somit können alle Messergebnisse als klinisch sicher eingeschätzt werden. Mit Ausnahme der Gruppe A1 (Grundmasse nach Herstellerangaben angemischt, 0 Minuten Trocknung), die einen extremen Ausreißer-Wert beinhaltet (s. Anhang), weisen die Messwerte aller anderen Gruppen Variationskoeffizienten von unter 9 % bei Standardabweichungen von weniger als 3,6 MPa auf. Diese geringe Streuung der gemessenen Verbundfestigkeitswerte und die Gleichmäßigkeit der Ergebnisse zeugen von einer sorgfältigen Prüfkörperherstellung und Versuchsdurchführung.

In der Literatur sind Verbundfestigkeitswerte für Metall-Keramik-Systeme mit Kobaltbasislegierungen von 32 bis 60 MPa beschrieben [8, 65, 82]. Die Richtigkeit der in dieser Studie gezeigten Ergebnisse ist somit belegt.

### **5.2.1 Ergebnisse des Drei-Punkt-Biegeversuchs nach SCHWICKERATH**

- a) Serie A ( Grundmasse nach Herstellerangaben angemischt, Referenz)

In dieser Serie führte die Steigerung der Trocknungszeiten zu einer kontinuierlichen Zunahme der Verbundfestigkeit, teilweise mit statistisch signifikanten Unterschieden. Dieser proportionale Zusammenhang zwischen Trocknungsphase und Verbundfestigkeit konnte jedoch bei den Serien mit modifiziertem Anmischverhältnis der Grundmasse nicht gezeigt werden. Die vom Keramikhersteller empfohlene Trocknungszeit von 5 Minuten führte nicht zu signifikant höheren oder geringeren Messwerten als eine der anderen untersuchten Trocknungszeiten. Im Vergleich der Anmischverhältnisse untereinander schnitten die Serien A und C signifikant am ungünstigsten ab.

b) Serie B (Grundmasse dickflüssig angemischt/halbe Liquidmenge)

Durch das Halbieren der Liquidmenge beim Anmischen der Grundmasse wurden insgesamt die höchsten Verbundfestigkeitswerte erzielt. Der Vergleich der Mittelwerte zeigte signifikante Unterschiede zu allen anderen Serien mit Ausnahme der Serie D, wobei zu erwähnen ist, dass der Vergleich zwischen Serie B und D nur knapp das Signifikanzkriterium verfehlte ( $p=0,053$ ). Die Steigerung der Trocknungszeiten führte zu unregelmäßigen Messwertunterschieden, von denen lediglich der zwischen 2 und 5 Minuten Trocknung als signifikant bewertet wurde. Eine Proportionalität von Trocknungszeit und Verbundfestigkeit wie bei Serie A konnte nicht gezeigt werden.

c) Serie C (doppelte Liquidmenge)

Das Verdoppeln der Liquidmenge im Anmischverhältnis der Grundmasse führte zu den zweitniedrigsten Ergebnissen, welche sich von denen der anderen Serien mit Ausnahme der Serie A signifikant unterschieden. Die verschiedenen Trocknungszeiten ergaben keine signifikanten Unterschiede bezüglich ihrer Verbundfestigkeit.

d) Serie D (Grundmasse eingetrocknet und mit Aqua dest. verdünnt)

Die für Serie D gemessenen Verbundfestigkeiten sind signifikant höher als die der Serien A und C. Bezüglich der verschiedenen Trocknungszeiten konnten nur geringe Mittelwertunterschiede ohne statistische Signifikanz ermittelt werden.

e) Serie E (Grundmasse eingetrocknet und mit Glycerin verdünnt)

Auch in Serie E wirkten sich die Veränderungen der Trocknungszeit nur unwesentlich auf die Verbundfestigkeit aus. Die Mittelwerte aller Gruppen liegen dicht bei einander und weisen keine signifikanten Unterschiede auf. Insgesamt führte das Anmischverhält-

nis der Serie E zu signifikant höheren Messwerten als das der Serien A und C und zu signifikant niedrigeren als in Serie B.

f) Serie F (Grundmasse mit Liquid und Glycerin im Verhältnis 1:1 angemischt)

Ähnlich wie für die Serien D und E konnten auch für Serie F bei den verschiedenen Trocknungszeiten nur sehr geringe Mittelwertunterschiede ohne statistische Signifikanz registriert werden. Insgesamt waren die Verbundfestigkeitswerte signifikant höher als die der Serien A und C und signifikant niedriger als die der Serie B.

Ein proportionaler Zusammenhang zwischen Verbundfestigkeit und Länge der Trocknungsphase kann aus den ermittelten Ergebnissen nicht abgeleitet werden.

### 5.2.2 Ergebnisse der mikroskopischen Untersuchung

Die Begutachtungen der Bruchflächen und des Verteilungsmusters der Keramik auf der Legierungsoberfläche ermöglichen Aussagen über Verlauf und Qualität des Ablösebruchs. Nach SCHWICKERATH deuten ein Bruch innerhalb der Keramik und eine großflächige Bedeckung der Legierung darauf hin, dass die Biegefestigkeit der Keramik überschritten wurde. Ist jedoch die Metalloberfläche nach dem Ablösen weitgehend keramikfrei, so übertraf die in der Verbundzone aufgetretene Zugspannung die Metall-Keramische Verbundfestigkeit. Sämtliche untersuchten Prüfkörper zeigten eine Mischform dieser beiden Bruchverlaufsformen. Dabei begann der Bruch im Randbereich kohäsiv, also innerhalb der Dentinkeramik, und setzte sich darauf adhäsiv in der Verbundzone fort. Auf den betrachteten Legierungsoberflächen verblieben Reste der Dentinkeramik lediglich im Randbereich in Form schmaler Streifen, der Großteil der Verblendfläche wies glänzende, reine Metallbereiche sowie Anhaftungen von Oxid und vereinzelt auch Grundmasse auf (s.Tab. 20). Diese Art der Ablösung zeigt, dass bei der Dreipunkt-Biegescherprüfung das Versagen der Verbundfestigkeit und nicht etwa das der Biegefestigkeit der Keramik für den Kraftabfall verantwortlich war. Nach DORSCH [11] können bei Metall-Keramischen-Systemen 4 verschiedene Bruchcharakteristika gegeneinander abgegrenzt werden: Bruchlinienverläufe innerhalb der Keramik oder innerhalb der Oxidschicht werden solchen, die in der Grenzschicht zwischen Metall und Oxid bzw. zwischen Oxid und Keramik verlaufen, gegenübergestellt. In der vorliegenden Studie zeigten sich ausschließlich Mischformen der von DORSCH beschriebe-

nen Bruchverlaufsmuster. Die von DORSCH beschriebenen Auswirkungen des Bruchverlaufs auf die Verbundfestigkeit konnten durch die vorliegende Studie nicht bestätigt werden. Eine Korrelation des Verlaufs der Bruchlinie mit der Dauer der Trocknungsphase oder den beschriebenen Modifikationen des Anmischverhältnisses wurde nicht beobachtet.

Durch die Untersuchung der Längsschliffe sollte gezeigt werden, inwieweit die unterschiedlichen Parameter der Grundmasseschichtung und Brandführung zur Einlagerung von Gaseinschlüssen führen. Weder Veränderungen der Trocknungszeit oder des Pulver-Liquidverhältnisses noch die zusätzliche Verwendung von Glycerin oder Aqua dest. führten zu einem erhöhten Vorkommen von Gasblasen in der keramischen Masse.

### 5.2.3 Schlussfolgerung

Bei Verwendung des betrachteten Metall-Keramik-Verbundsystems kann eine vorher-sagbare, signifikante Steigerung der Verbundfestigkeit durch Veränderungen der Trocknungsphase nicht erreicht werden. Die Erwartung, dass bei zu kurzer Trocknung die flüssige Phase des Keramikschlickers zu spät verdampft und in Form eingelagerter Gasblasen die Integrität und den Verbund der Keramik schwächt, konnte weder durch die Ergebnisse der 3-Punkt-Biegescherprüfung noch durch die Analyse der Längsschliffe bestätigt werden. Besonders bei der Verwendung von Glycerin bestand aufgrund dessen hoher Zersetzungstemperatur von 290 °C die Annahme, dass gerade bei kurzen Trocknungsphasen nicht rechtzeitig vor Beginn des Sinterungsprozesses sämtliche Flüssigkeit verdampfen kann. Auch diese Annahme konnte weder durch niedrigere Verbundfestigkeitswerte noch durch ein erhöhtes Auftreten von Gaseinschlüssen bestätigt werden. Vermutlich ist die Korngröße des betrachteten Pulveropakers ausreichend groß, so dass durch einen spät einsetzenden Sinterungsprozess auch bei kurzen Trocknungsphasen oder auch gänzlich ohne Trocknungsphase jegliche Flüssigkeit (egal ob Glycerin oder Wasser) rechtzeitig verdampft.

Durch die Veränderung des Pulver-Liquidverhältnisses kann die Verbundfestigkeit zwischen Metall und Keramik signifikant beeinflusst werden. Durch die Verwendung einer Dosierhilfe und einer justierbaren Feinpipette lassen sich die Mischungsverhältnisse der einzelnen Keramikschichten auf einfache Weise standardisieren. Dieses Vorgehen ließe

sich ohne großen Aufwand in die tägliche Praxis des Zahntechnikers übernehmen und könnte eine mögliche Fehlerquelle der Verblendtechnik eliminieren. Es zeigte sich, dass beim Anmischen der Grundmasse ein dickflüssiger Keramikschlicker die günstigsten Ergebnisse erzielt. Auch das Verwenden eines bereits eingetrockneten Keramikbreis führt zu gleichmäßigen, stabilen Ergebnissen, unabhängig davon, ob er vor dem Auftragen mit Glycerin oder mit Aqua dest. verdünnt wurde. Nach Herstellerangaben oder dünnflüssig angemischte Grundmassen erreichen signifikant niedrigere Verbundfestigkeitswerte. Möglicherweise ist die Ursache für diese Beobachtung in einem langsameren Verdunstungsverhalten des Originalliquids zu suchen, denn die Serien, bei denen unverdünntes Originalliquid in normaler bzw. doppelter Menge verwendet wurde, erreichten signifikant niedrigere Verbundfestigkeitswerte. Obwohl die Untersuchungen der Bruchflächen und der Längsschliffe keinen Hinweis auf eine Häufung von eingeschlossenen Gasblasen erkennen ließ, ist dennoch denkbar, dass spät verdampfende Flüssigkeit die Homogenität der sich bildenden Glasphase reduziert.

Das für diese Studie verwendete Metall-Keramik-Verbundsystem, bestehend aus Vita Omega 900 und Wirobond 280, erreichte bei allen untersuchten Modifikationen zufrieden stellende Verbundfestigkeitswerte, weit oberhalb der für klinische Sicherheit geforderten 25 MPa. Es erwies sich somit als relativ unempfindlich gegenüber Abweichungen von den empfohlenen Trocknungszeiten und Anmischverhältnissen. Ob sich die Ergebnisse dieser Studie auf andere Metall-Keramik-Systeme übertragen lassen, und ob sich aus ihnen die generelle Empfehlung ableiten lässt, den Keramikschlicker möglichst dickflüssig anzumischen, muss durch weiterführende Studien geklärt werden. Als ein Indiz in diese Richtung können die gezeigten Ergebnisse jedoch gewertet werden.

#### **5.2.4 Praktische Bedeutung**

Die Annahme, dass verschiedenen Mischungsverhältnisse bei der Herstellung des Grundmasseschlickers, die beim Vergleich der Arbeitsweisen verschiedener Zahntechniker auftreten können, zu einer Schwächung des Metall-Keramik-Verbundes führen und in der Folge die Ursache für einen klinischen Misserfolg darstellen, kann durch die gezeigten Ergebnisse widerlegt werden. Auch Abweichungen von der vom Hersteller geforderten Dauer der Trocknungsphase beim Grundmassebrand - bis hin zum völligen Ausbleiben der Trocknungsphase - führen nicht zu einer Schwächung der Verbundfes-

tigkeit in dem Maße, das unter klinischen Bedingungen ursächlich für ein Versagen des Haftverbundes währe. Die in dieser Studie gezeigten Modifikationen der Verblendtechnik weichen stark von der für keramische Massen empfohlenen Verarbeitungsweise ab und treten in dieser Form wohl nur selten im Arbeitsalltag eines Zahntechnikers auf; dennoch erreichten sämtliche untersuchten Prüfkörper verlässliche Verbundfestigkeitswerte. Das betrachtete Metall-Keramik-Verbundsystem hat sich somit in Bezug auf die untersuchten Modifikationen als wenig technik-sensitiv bzw. als sehr „fehlerverzeihend“ erwiesen. Zahntechnische Labore, die mit diesem oder ähnlichen Systemen arbeiten, und häufig Misserfolge aufgrund eines ungenügenden Haftverbundes zu beklagen haben, sollten bei ihrer Fehlersuche zunächst andere Parameter der Verblendtechnik überprüfen. Auch wenn gezeigt werden konnte, dass verschiedene Anmischverhältnisse und Trocknungsphasen die Verbundfestigkeit beeinflussen können, stellen die exakte Abstimmung zwischen Legierung und Keramik, eine ausreichend dimensionierte Gerüstgestaltung, die retentive und adhäsive Oberflächenkonditionierung sowie die Minimierung der Anzahl an keramischen Bränden weiterhin die Grundvoraussetzung für eine dauerhafte Verbundfestigkeit dar, und sollten bei häufig auftretenden Misserfolgen mit besonderem Augenmerk bedacht werden.

## 6 Zusammenfassung

Das Ziel dieser Studie war es zu bestimmen, wie sich einerseits verschiedene Verhältnisse zwischen fester und flüssiger Phase beim Anmischen des Keramikschlickers und andererseits verschiedene Trocknungszeiten auf den Haftverbund zwischen Keramik und EMF- Legierung auswirken. Dafür wurden zunächst 210 Prüfkörper gemäß den Anforderungen der in der DIN EN ISO 9693 [10] beschriebenen 3-Punkt-Biegescherprüfung nach SCHWICKERATH angefertigt. Das Aufbringen der deckenden Grundmasseschicht (Opaker) wurde dabei verschiedenen Modifikationen unterworfen. Die Grundmasse wurde hierfür wie folgt angemischt:

- Nach Herstellerangaben
- Dickflüssig, mit der halben Liquidmenge
- Düninflüssig, mit der doppelten Liquidmenge

- Eintrockneter Grundmasseschlicker wurde mit Aqua dest. verdünnt
- Eintrockneter Grundmasseschlicker wurde mit Glycerin verdünnt
- Liquid wurde 1:1 mit Glycerin vermischt, normales Verhältnis zum Pulver

Bevor die so aufgetragene Grundmasse im Brennofen gesintert wurde, durchlief sie unterschiedlich lange Trocknungsphasen bei der vom Hersteller empfohlenen Temperatur von 600 °C. Für die Herstellung der Prüfkörper wurden die Kobalt-Basis-Legierung Wirobond 280 und die Verblendkeramik Vita Omega 900 verwendet.

Die Bestimmung der Verbundfestigkeit erfolgte mithilfe der Drei-Punkt-Biegescherprüfung nach SCHWICKERATH, außerdem wurden die Prüfkörper hinsichtlich des Bruchverlaufs und der Häufigkeit von Gaseinschlüssen lichtmikroskopisch begutachtet.

Die Ergebnisse zeigten eine signifikante Steigerung der Verbundfestigkeit bei dickflüssig angemischter Grundmasse, die Mischungsverhältnisse dünnflüssig und gemäß den Herstellerangaben erreichten die niedrigsten Werte. Das Wiederverdünnen sowie die Verwendung von Glycerin hatten keine negativen Auswirkungen auf den Verbund. Aus den Betrachtungen der unterschiedlichen Trocknungsphasen konnte keine Regelmäßigkeit hinsichtlich einer zu erwartenden Verbundfestigkeitsänderung abgeleitet werden. Zwar konnte bei den nach Herstellerangaben gefertigten Prüfkörpern mit zunehmender Trocknungszeit auch eine Steigerung der Verbundfestigkeit mit teilweise signifikanten Unterschieden registriert werden, diese Regelmäßigkeit blieb bei den anderen betrachteten Mischungsverhältnissen jedoch aus.

Die Untersuchung der Bruchflächen zeigte bei allen untersuchten Prüfkörpern in der Hauptsache adhäsive Bruchverlaufsmuster. Es konnten lediglich Unterschiede hinsichtlich der Menge des auf der Legierungsoberfläche verbliebenen bzw. abgelösten Oxids gezeigt werden. Eine Korrelation zwischen den betrachteten Verblendmodifikationen und den verschiedenen Oxid-Verteilungsmustern konnte nicht festgestellt werden. Gaseinschlüsse wurden nur vereinzelt registriert, eine Korrelation konnte weder mit den betrachteten Verblendmodifikationen noch mit der Höhe der Verbundfestigkeit gefunden werden.

## 6.1 Summary

The purpose of this study was to determine the effect of different ratios between powder and liquid when mixing the ceramics mass and on the other hand different drying times on the bond strength between ceramics and CoCr alloy.

At first 210 test bodies according to the requirements of the 3-point flexure bond test by SCHWICKERATH described in the ISO 9693 [10] were made. The applying of the covering base layer (opaquer) was varified. The basic mass was mixed as follows:

- according to manufacturer's recommendations
- thick with half of the liquid quantity
- thin with the double liquid quantity
- dried up basic mass diluted with distilled water afterwards
- dried up basic mass diluted with glycerine afterwards
- liquid mixed 1:1 with glycerine, standard relation to powder

Before the applied basic mass was sintered in the furnace it went through drying phases of different durations at the temperature of 600 °C (1112 °F) as recommended by the manufacturer. For the production of the test bodies the cobaltbasealloy Wirobond 280 and the fusing ceramics Vita Omega 900 were used.

The determination of the bond strength was made by the 3-point flexure bond test according SCHWICKERATH, in addition the test specimens were examined by light microscopes regarding fracture and quantity of gas inclusions. The results revealed a significant increase of bond strength with thickly mixed basic mass, the mixing relations thin and according to manufacturer's data achieved the lowest values. The rediluting as well as the use of glycerine did not have any negative effects on the bonding. No regularity with regard to an expected change of bond strength could be derived from the different drying times. The test specimens made according to manufacturer's data showed a higher bond strength with significant differences after increasing drying time, but this regularity was not found with the other mixing relations.

The investigation of the fracture surfaces showed adhesive break courses for the entire tested specimens. Differences could only be found regarding the quantity of oxide re-

mained on or removed from the surface. A correlation between the fusing modifications and the different oxide distributions could not be noticed. Gas inclusions were only sporadically registered, a correlation could not be found neither with the fusing modifications nor with the height of the bond strength.

## 7 Literaturverzeichnis

- [1] Al Mutawa, N.; Sato, T.; Shiozawa, I.; Hasegawa, S. und Mi, H.: (2000): A study of the bond strength and color of ultralow-fusing pocelain., Int J Prosthodont (Band 13), Nr. 2, Seite 159 - 165.
- [2] Böhm, U. (2001): Der Metall-Keramik-Verbund - eine sehr komplexe Einheit., Dtsch Zahnärztl W (Band 41), Seite 15.
- [3] Borenstein, S. (1999): Step-by-Step-Verarbeitung einer Metallkeramik., Dent lab (Band 8), Seite 1275 - 1283.
- [4] Claus, H (1983): Gefügeuntersuchungen an metallkeramischen Systemen., Dent Lab (Band 31), Seite 597-602.
- [5] Claus, H. (1980): Entwicklung der Metallkeramik., Zahnärztl Welt (Band 89), Seite 36-39.
- [6] Claus, H. (1982): Verbundfestigkeit eines metallkeramischen Systems in Abhängigkeit von der Brenntemperatur., Zahnärztl Welt (Band 91), Seite 50-54.
- [7] Dentalvademecum (1998), 6. Auflage, Deutscher Ärzteverlag, Köln.
- [8] Derfert, B. (2003): Vergleichende Untersuchungen zur Verbundfestigkeit von verschiedenen Metall-Keramik-Kombinationen auf der Basis von EM- und NEM-Legierungen in Verbindung mit herkömmlicher und niedrigschmelzender Keramik., Freie Universität Berlin, Berlin.
- [9] Dietschi, D. (2000): Indications and potential of bonded metal-ceramic fixed partial dentures., Pract Periodontics Aesthet Dent (Band 12), Nr. 1, Seite 51 - 58.
- [10] DIN EN ISO 9693 (2001): Dentale restaurative Metallkeramiksysteme, 2000-12, Beuth Verlag, Berlin.
- [11] Dorsch, P. (1987): Norm-Vorlagen für metallkeramische Restaurationen, Ivoclar-Vivadent Report (Band Nr.4), Seite 3-18.
- [12] Dorsch, P. (1989): Die gezielte Änderung des Wärmeausdehnungskoeffizienten durch spezifische Brennmethode., Quintessenz Zahntech (Band 15), Seite 801-808.

- [13] Dudy, S.; Hartford, J. und Lundqvist, B. (2000): Nature of metal-ceramic adhesion: computational experiments with Co and TiC., Phys Rev Lett (Band 85), Nr. 9, Seite 1898 - 1901.
- [14] Eichner, K. (1979): Metallkeramik in der zahnärztlichen Prothetik., Hanser, München.
- [15] Eichner, K. (1979): Werkstoffkunde in der zahnärztlichen Prothetik., Hanser, München-Wien.
- [16] Eichner, K. (1997): Metallkeramik nach dreißigjähriger Anwendung, Teil 2., Zahnärztl Welt (Band 9), Seite 562 - 567.
- [17] Eichner, K. (2000): Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung. (Band 2), Hüthig, Heidelberg.
- [18] Eichner, K. (2000): Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung. (Band 1), Hüthig, Heidelberg.
- [19] Eichner, K. (1997): Gegenwärtiger Stand der werkstoffkundlichen und klinischen Metallkeramik, Teil 1., Zahnärztl Welt (Band 7-8), Seite 477 - 485.
- [20] Eichner, K. und Kappert, H. F. (1996): Zahnärztliche Werkstoffkunde und ihre Verarbeitung, Grundlagen und Verarbeitung (Band 1), Hüthig, Heidelberg.
- [21] Eliasson, A.; Arnelund, C. - F. und Johansson, A. (2007): A clinical evaluation of cobaltchromium metal-ceramic fixed partial dentures and crowns: A three- to seven-year retrospective study, J Prosthet Dent (Band 98), Seite 6-16.
- [22] Fischer, C. und Zierz, M. (2001): Aufbrennfähige Dentallegierungen und ihre Verarbeitung - gewusst wie - und warum., Dtsch Zahnärztl W Zahntechnik (Band 10), Seite 27 - 30.
- [23] Freesmeyer, W. B. und Lindemann, W. (1982): Verbundfestigkeit zwischen keramischen Massen und Nichtelegierungen in Abhängigkeit von der Vorbehandlung des Metallgerüsts., Dtsch Zahnärztl Z (Band 37), Seite 288-291.
- [24] Freesmeyer, W.B. und Lindemann, W. (1985): Einfluß der Brennbedingungen auf das Rekristallisationsverhalten aufbrennkeramischer Massen., Dtsch Zahnärztl Z (Band 40), Seite 461-465.
- [25] FZV, Forschungsinstitut für die Zahnärztliche Versorgung (1986): Übersicht über die Dental-Edelmetallegierungen und Dental-Nichtelegierungen in der Bundesrepublik Deutschland., Zahnärztl Mitt (Band 76), Seite 18.

- [26] Geis – Gerstorfer, J. (1997): Vom Rohstoff zur Dentalkeramik., Quint J (Band 1), Seite 35 - 43.
- [27] Graham, J.; Johnson, A.; Wildgoose, D.; Shareef, M. und Cannavina, G. (1999): The effect of surface treatments on the bond strength of a nonprecious alloy-ceramic interface., Int J Prosthodont (Band 4), Nr. 12, Seite 330 - 334.
- [28] Groll, W. (1983): Charakterisierung der Haftung eines Schichtverbundes aus Edelmetallaufbrennlegierung und Dentalkeramik., Z Werkstofftechn (Band 14), Seite 98.
- [29] Gundlach, H.-W. (2000): Die prothetischen Möglichkeiten mit Nicht-Edelmetall-Legierungen entdecken, Dtsch Zahnärztl W Spezial (Band 3), Seite 28 - 29.
- [30] Hohmann, A. und Hielscher, W. (1987): Lehrbuch der Zahntechnik (Band 3), Quintessenzverlag-GmbH.
- [31] Hohmann, A. und Hielscher, W. (1993): Lehrbuch der Zahntechnik (Band 3), Quintessenzverlag-GmbH.
- [32] Holdt, R. (1999): Eigenschaften von Legierungskomponenten, Dtsch Zahnärztl W Spezial (Band 1), Seite 22 - 24.
- [33] Immich, H. (1974): Medizinische Statistik, F. K. Schattauer Verlag, Stuttgart.
- [34] Johnson, T.; van Noort, R. und W. Stokes, C. (2006): Surface analysis of porcelain fused to metal systems, Dental Materials (Band 22), Seite 330-337.
- [35] Kappert, H (1996): Moderne Metallkeramik-Systeme mit Omega 900., ZM (Band 18).
- [36] Kappert, H. F. (1985): Eine vergleichende Studie von drei Methoden zur Untersuchung des Metall-Keramik-Verbundes bei NEM-Legierungen., Dtsch Zahnärztl Z (Band 40), Seite 1179-1186.
- [37] Kappert, H. F.; Pfeiffer, P. und Schwickerath, H. (1999): Eine Orientierungshilfe für Zahnarzt und Zahntechniker, Zahnärztl Mitt (Band 17), Seite 36 - 42.
- [38] Kerschbaum, Th. und (1998): Langzeit-Erfolgsaussichten von festsitzendem Zahnersatz., Zahnärztl Mitt (Band 88), Seite 2698-2703.
- [39] Kim, B.; Zhang, Y.; Pines, M. und Thompson, V. P. (2007): Fracture of Porcelain-veneered Structures in Fatigue, J Dent Res (Band 86), Nr. 2, Seite 142-146.

- [40] Körber, K. (1982): Zahnärztliche Werkstoffkunde und Technologie., Thieme, Stuttgart.
- [41] Krumbholz, K. (1983): Leucit-Kristallisation in Keramischen Aufbrennmassen., Quintessenz Zahntech (Band 9), Seite 1175-1179.
- [42] Krumbholz, K. (1986): Wärmedehnung keramischer Massen., Dent lab (Band 2), Seite 1935 -1937.
- [43] Lenz, E.; Raser, G. und Lenz, U. (2001): Verbesserte Oberflächenqualität von Dentallegierungen und Titan., Dent Lab (Band 4), Seite 685-698.
- [44] Lenz, J. (1990): Der Torsionstest zur Bestimmung der Scher-Verbundfestigkeit von Metall und Keramik., Philipp J (Band 1), Seite 31-38.
- [45] Lenz, J. und Kessel, S. (1998): Thermal stresses in metal-ceramic specimens for the ISO crack initiation test (three-point flexure bond test), Dent Mater J (Band 14), Seite 277-280.
- [46] Lenz, J.; Schwarz, S.; Schwickerath, H.; Sperner, F. und Schafer, A (1995): Bond Strength of Metal-Ceramic Systems in Three-Point Flexure Bond Test, Journal of Applied Biomaterials (Band 6), Seite 55-64.
- [47] Lindemann, W. (2000): Dentalkeramiken - mineralogisch betrachtet., Magaz f Zahnheilk Managm u Kultur (Band 5), Seite 280 - 285.
- [48] Lindigkeit, J. (1989): Werkstoffkunde und Technologie, Siebert, G. K., Dentallegerungen in der zahnärztlichen Prothetik. Seite 23-111, Hanser, München-Wien.
- [49] Marques de Melo, R.; Caldas Travassos, A. und Piero Neisser, M. (2005): Shear bond strengths of a ceramic system to alternative metal alloys, J Prosthet Dent (Band 93), Nr. 1.
- [50] Marx, R. (1993): Moderne keramische Werkstoffe für ästhetische Restaurationen - Verstärkung und Bruchzähigkeit., Dtsch Zahnarzt Z (Band 48), Seite 229-236.
- [51] Marxkors, R. und Meiners, H. (1991): Taschenbuch der zahnärztlichen Werkstoffkunde., 4. Auflage, Carl Hanser Verlag, München.
- [52] Nally, J. N. und Berta, J. J. (1965): Recherches experimentales sur les proprietes mecaniques des ceramiques cuites alliages, Rev Mens Suisse Odonto-Stomatol (Band 75), Seite 93.

- [53] Nikellis, I.; Levi, A. und Zinelis, S. (2005): Effect of soldering on the metal-ceramic bond strength of an Ni-Cr base alloy, J Prosthet Dent (Band 94), Seite 435-439.
- [54] O'Brien, W. und Arbor, A. (2000): Strengthening mechanisms of current dental porcelain., Compend Contin Educ Dent (Band 21), Nr. 8, Seite 625 - 630.
- [55] Okazaki, M.; Wang, X.; Toguchi, Ms.; Taira, M.; Takahashi, J.; Matsuo, C. und Hino, J. (1998): Improvement of bond strength in metal-ceramic systems using a gold intermediate layer., Dent Mater J (Band 17), Nr. 3, Seite 163 - 173.
- [56] Özcan, M. und Niedermeier, W. (2002): Clinical Study on the Reasons for and Location of Failures of Metal-Ceramic Restorations and Survival of Repairs, Int J Prosthodont (Band 15), Nr. 3, Seite 299-302.
- [57] Püchner, J. (1971): Der Einfluß der Brenntemperatur auf die Haftfestigkeit von zahnärztlichen metallkeramischen Verbindungen., Diss, Berlin.
- [58] Rau/Ströbel (1992): Die Metalle in der Zahntechnik, Verlag Neuer Merkur.
- [59] Reuling, N. und Siebert, G. K. (1989): Keramische Werkstoffe-Entwicklungsstand und Bedeutung, Dental Labor (Band 37), Seite 67-71.
- [60] Rudolph, T. (1999): Lohnt sich die billigere Legierung? Dtsch Zahnärztl W Spezial (Band 1), Seite 34 - 36.
- [61] Sachs, L. (1993): Statistische Methoden: Planung und Auswertung, Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg.
- [62] Sachs, L. (2002): Angewandte Statistik., Springer Verlag, Berlin-Heidelberg.
- [63] Schmidt, V. (1990): Verweilzeit-Analyse von metallkeramischen Verblendungen., Dtsch Zahnärztl Z (Band 45), Seite 329-331.
- [64] Schmitz, K. H. und Schulmeyer, H. (1975): Bestimmungen der Haftfestigkeit dentaler metallkeramischer Verbundsysteme., Dent Lab (Band 23), Seite 1417-1420.
- [65] Schnettger, A.; Zylla, I. -M. und Kappert, H. F. (2006): Prüfung der Verbundfestigkeit metallkeramischer Systeme, Quintessenz Zahntech (Band 32), Nr. 7, Seite 732-738.
- [66] Scholz, J. (1999): Solide Basis für ansprechende haltbare und gut zu pflegende Versorgung., Dtsch Zahnärztl W Spezial (Band 1), Seite 28 - 29.

- [67] Schwarz, S.; Lenz, J. und Schwickerath, H. (1988): Zur Festigkeit des metallkeramischen Verbundes bei der Biegeprüfung., Dtsch Zahnärztl Z (Band 43), Seite 1152-1158.
- [68] Schweitzer, D. M.; Goldstein, G. R.; Ricci, J. L.; Silva, N.R. und Hittelman, E. L. (2005): Comparison of Bond Strength of a Pressed Ceramic Fused to Metal versus Feldspathic Porcelain Fused to Metal, J Prosthodont (Band 14), Nr. 4, Seite 239-247.
- [69] Schwickerath, H. (1983): Der Einfluß unterschiedlicher Wärmeausdehnungskoeffizienten auf das Verhalten metallkeramischer Konstruktionen., Dtsch Zahnärztl Z (Band 38), Seite 554 - 556.
- [70] Schwickerath, H. (1983): Prüfung der Verbundfestigkeit Metall-Keramik., Dtsch Zahnärztl Z (Band 38), Seite 21-25.
- [71] Schwickerath, H. (1989): Eigenschaften und Verhalten von aufbrennfähigen Palladium- und Nichtedelmetall(NEM)-Legierungen., Philipp J (Band 5), Seite 357-367.
- [72] Schwickerath, H. (1999): Werkstoffkundliche Aspekte. (Band 5), 4. Auflage, Praxis der Zahnheilkunde, Urban und Fischer, München.
- [73] Schwickerath, H. und Mokbel, M.A. (1983): Über den Einfluß unterschiedlicher Wärmeausdehnungskoeffizienten in der Metallkeramik., Dtsch Zahnärztl Z (Band 38), Seite 1033-1036.
- [74] Shell, J.S. und Nielsen, J.P. (1962): Study of the bond between gold alloys and porcelain., J Dent Res (Band 41), Seite 1424-1437.
- [75] Shimizu, T.; Goto, S. und Ogura, H. (2001): Effects of Sn, Ga, and In additives on properties of Ag-Pd-Au-Cu alloy for ultralow-fusing ceramics., Dent Mater J (Band 20), Nr. 4, Seite 286 - 304.
- [76] Siebert, G. K. (1985): Elementverteilung des Verbundes Metall-Keramik im Bereich der Grenzschicht bei NEM- und EM-Legierungen., Dtsch Zahnärztl Z (Band 40), Seite 1163-1168.
- [77] Siebert, G.K. (1989): Dentallegierungen in der zahnärztlichen Prothetik., Carl-Hauser-Verlag, München-Wien.
- [78] Strietzel, R. (1998): Quintessenz der Dentallegierungen., Quintessenz Zahntech 24 (Band 5), Seite 509-517.

- [79] Strietzel, R. (1999): Haftoxide sind für den guten Verbund wichtig, aber nicht unproblematisch., Dtsch Zahnärztl W Spezial (Band 1), Seite 25-27.
- [80] Strietzel, R. (2001): Aufbrennfähige Cobalt-Chrom-Legierungen, Dent Lab (Band 205-212).
- [81] Strietzel, R. (2002): Der Metall-Keramik-Verbund, Quintessenz Zahntech (Band 28), Seite 1412-1421.
- [82] Strietzel, R. (2005): Die Werkstoffkunde der Metall-Keramik-Systeme., Verlag Neuer Merkur GmbH, München.
- [83] Strietzel, R. (2007): Edelmetalllegierungen:der Goldstandard, und trotzdem geht es manchmal schief, Quintessenz Zahntech (Band 33), Nr. 8, Seite 966-980.
- [84] Tauber, M. (2006): Gerüstgestaltung für die metallkeramische Rekonstruktion, Teil 4: Die Verbundfestigkeit von Metall und Keramik, Quintessenz Zahntech (Band 32), Nr. 6, Seite 1052-1061.
- [85] Tholey, M. J. und Staphan, M. (2007): Haftverbundmechanismen in dentalen Schichtsystemen, Quintessenz Zahntech (Band 33), Nr. 2, Seite 160-168.
- [86] Tiller, H.-J.; Garschke, A.; Göbel, R.; Magnus, B. und Musil, R. (1985): Der Sandstrahlprozeß und seine Einwirkung auf den Oberflächenzustand von Dentallegierungen(1). Quintessenz Zahntech (Band 46), Seite 1927-1934.
- [87] Tiller, H.-J.; Garschke, A.; Göbel, R.; Magnus, B. und Musil, R. (1985): Der Sandstrahlprozeß und seine Einwirkung auf den Oberflächenzustand von Dentallegierungen(2). Quintessenz Zahntech (Band 46), Seite 2151-2158.
- [88] Tschernitschek, H.; Scheller, H. und Freistedt, M. (1995): Allergien auf Dentallegerungen - Entwicklung seit 1982., Dtsch Zahnärztl Z (Band 50), Seite 733-735.
- [89] van Straelen, F. (1997): Vergleichende Untersuchungen zur Verbundfestigkeit von drei Metall-Keramik-Verbundkombinationen in Abhängigkeit von Lagerbedingungen und Brennzyklen., Zahnmed Diss, Berlin.
- [90] Vita-Zahnfabrik (2000): Produktinformation Vita Omega 900., Bad Säckingen.
- [91] Voss, R. (1969): Die Festigkeit metallkeramischer Kronen., Dtsch Zahnärztl Z (Band 24), Seite 726.

- [92] Weber, K. (1983): Kritische Wertung der unterschiedlichen Legierungstypen. Medizinische und technologische Aspekte dentaler Alternativlegierungen., Quintessenz, Berlin.
- [93] Weiss, J. (1978): Vergleichende Aspekte der Aufbrennkeramik bei Edelmetall- und edelmetallfreien Aufbrennlegierungen, Quintessenz Zahntech (Band 4).
- [94] Weiss, J. (1978): Vergleichende Aspekte der Aufbrennkeramik bei Edelmetall- und edelmetallfreien Aufbrennlegierungen, Quintessenz Zahntech (Band 5).
- [95] Wirz, J. (1995): Basler Lehrmeinung zur Anwendung von Metallen und Legierungen in der Mundhöhle., Quintessenz Zahntech (Band 46), Seite 393-398.
- [96] Wirz, J.; Schmidli, F. und Förster, F.W. (1994): Haftoxide., Quint (Band 45), Seite 1279 - 1290.
- [97] Wood, M. C.; Thompson, G. A. und Agar, J. R. (2007): A comparison of debonding strengths of four metal-ceramic systems with and without opaque porcelain, J Prost Dent (Band 97), Nr. 3, Seite 141-149.
- [98] Wu, Y.; Moser, J.B.; Jameson, L.M. und Malone, W.F.P. (1991): The effect of oxidation/heat treatment on porcelain bond strength in selected base metal alloys., J Prost Dent (Band 66), Seite 439-444.
- [99] Wulfes, H. (2000): Kobalt-Chrom-Basislegierungen bestimmen den edelmetallfreien Trend bei Aufbrennlegierungen, Dtsch Zahnärztl W Zahn-Technik (Band 11), Seite 43 - 46.
- [100] Yoshizawa, K. (2006): Oberflächenbearbeitung von Gerüsten in der Metallkeramik, Quintessenz Zahntech (Band 32), Nr. 9, Seite 984-991.

## 8 Anhang

### 8.1 Verwendete Geräte und Materialien:

- Nassschleifpapier in den Körnungen 120, 400, 1000, der Firma Hermes, Hamburg
- Gusskanalwachs (Stärke 0,5 mm) der Firma Omnident
- Polyethylenfolienstreifen
- Einbettmasse Bellavest T der Firma BEGO, Charge 09510
- Einbettflüssigkeit Begosol HE der Firma BEGO, Charge 122220
- Gussmuffel Größe 3 und Muffelsockler
- Strahlmittel Korox 250 µm Korund, der Firma BEGO
- Vakuumanrührgerät Multivac 4 Degussa
- Vorwärmofen EWL Typ 5615 Firma KaVo
- Hochfrequenz- Induktionsguss schleuder Fornax G
- Sandstrahlgerät der Firma Schuler
- Dampfstrahlgerät Aquaclean 3 Degussa
- Keramikschichtlehre der Firma BEGO
- Mikrometerschraube der Firma Mitutoyo
- Keramikbrennofen Vacuumat 100 der Firma Vita
- Feinpipette der Firma Socorex
- Feinwaage der Firma Sartorius
- Parallelschleifmaschine Exakt
- Universalprüfmaschine Instron Modell 6025
- Stereoauflichtmikroskop der Firma Carl Zeiss

## 8.2 Messwerte und beschreibende Statistik

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	5,83	0,45	4,40	25,65
2	12,76	0,54	3,10	39,56
3	10,51	0,49	3,75	39,41
4	11,35	0,52	3,35	38,02
5	11,2	0,53	3,20	35,84
6	11,52	0,5	3,60	41,47
7	12,22	0,54	3,10	37,88
Mittelwert		[MPa]	36,83	
Median		[MPa]	38,02	
Minimum		[MPa]	25,65	
Maximum		[MPa]	41,47	
Standardabweichung		[MPa]	5,23	
Variationskoeffizient		[%]	14,20	

Tabelle 17: Gruppe A1: 0 Min. Trocknung bei 600 °C, angemischt nach Herstellerangaben

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	11,54	0,51	3,45	39,81
2	12,39	0,54	3,10	38,41
3	9,00	0,46	4,10	36,90
4	11,95	0,53	3,20	38,24
5	11,18	0,51	3,45	38,57
6	12,12	0,53	3,20	38,78
7	12,87	0,51	3,00	38,61
Mittelwert		[MPa]	38,48	
Median		[MPa]	38,57	
Minimum		[MPa]	36,90	
Maximum		[MPa]	39,81	
Standardabweichung		[MPa]	0,86	
Variationskoeffizient		[%]	2,24	

Tabelle 18: Gruppe A2: 2 Min. Trocknung bei 600 °C, angemischt nach Herstellerangaben

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient κ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	12,96	0,55	3,00	38,88
2	10,42	0,47	4,05	42,20
3	9,52	0,48	3,90	37,13
4	10,13	0,49	3,75	37,99
5	10,17	0,47	4,05	41,19
6	11,37	0,5	3,60	40,93
7	12,81	0,55	3,00	38,43
Mittelwert		[MPa]	39,54	
Median		[MPa]	38,88	
Minimum		[MPa]	37,13	
Maximum		[MPa]	42,20	
Standardabweichung		[MPa]	1,90	
Variationskoeffizient		[%]	4,80	

Tabelle 19: Gruppe A3: 5 Min. Trocknung bei 600 °C, angemischt nach Herstellerangaben

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient κ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	11,83	0,52	3,35	39,63
2	13,63	0,54	3,10	42,25
3	12,00	0,54	3,10	37,20
4	11,44	0,49	3,75	42,90
5	11,23	0,5	3,60	40,43
6	11,65	0,52	3,35	39,03
7	11,62	0,51	3,45	40,09
Mittelwert		[MPa]	40,22	
Median		[MPa]	40,09	
Minimum		[MPa]	37,20	
Maximum		[MPa]	42,90	
Standardabweichung		[MPa]	1,93	
Variationskoeffizient		[%]	4,79	

Tabelle 20: Gruppe A4: 8 Min. Trocknung bei 600 °C, angemischt nach Herstellerangaben

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	13,03	0,54	3,10	40,39
2	13,89	0,54	3,10	43,06
3	9,9	0,47	4,05	40,10
4	9,74	0,46	4,20	40,91
5	13,18	0,54	3,10	40,86
6	13,13	0,55	3,00	39,39
7	10,43	0,48	3,90	40,68
Mittelwert		[MPa]		40,77
Median		[MPa]		40,68
Minimum		[MPa]		39,39
Maximum		[MPa]		43,06
Standardabweichung		[MPa]		1,14
Variationskoeffizient		[%]		2,79

Tabelle 21: Gruppe A5: 10 Min. Trocknung bei 600 °C, angemischt nach Herstellerangaben

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	11,07	0,54	3,20	35,42
2	14,21	0,55	3,00	42,63
3	12,66	0,53	3,20	40,51
4	10,7	0,51	3,45	36,92
5	12,56	0,52	3,35	42,08
6	12,35	0,54	3,10	38,29
7	13,71	0,54	3,10	42,50
Mittelwert		[MPa]		39,76
Median		[MPa]		40,51
Minimum		[MPa]		35,42
Maximum		[MPa]		42,63
Standardabweichung		[MPa]		2,91
Variationskoeffizient		[%]		7,31

Tabelle 22: Gruppe B1: 0 Min. Trocknung bei 600 °C, mit halber Liquid-Menge angemischt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	14,12	0,55	3,00	42,36
2	10,91	0,49	3,75	40,91
3	11,95	0,51	3,45	41,23
4	14,51	0,54	3,10	44,98
5	14,39	0,53	3,20	46,05
6	12,23	0,52	3,35	40,97
7	12,42	0,52	3,35	41,61
Mittelwert		[MPa]		42,59
Median		[MPa]		41,61
Minimum		[MPa]		40,91
Maximum		[MPa]		46,05
Standardabweichung		[MPa]		2,08
Variationskoeffizient		[%]		4,89

Tabelle 23: Gruppe B2: 2 Min. Trocknung bei 600 °C, mit halber Liquid-Menge angemischt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	14,68	0,55	3,00	44,04
2	11,1	0,51	3,45	38,30
3	13,32	0,53	3,10	41,29
4	10,75	0,51	3,45	37,09
5	11,79	0,53	3,20	37,73
6	10,62	0,5	3,60	38,23
7	11,93	0,52	3,35	39,97
Mittelwert		[MPa]		39,52
Median		[MPa]		38,30
Minimum		[MPa]		37,09
Maximum		[MPa]		44,04
Standardabweichung		[MPa]		2,45
Variationskoeffizient		[%]		6,20

Tabelle 24: Gruppe B3: 5 Min. Trocknung bei 600 °C, mit halber Liquid-Menge angemischt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	11,26	0,48	3,90	43,91
2	11,35	0,51	3,45	39,16
3	15,1	0,55	3,00	45,30
4	12,31	0,53	3,20	39,39
5	11,25	0,5	3,60	40,50
6	10,83	0,49	3,75	40,61
7	11,35	0,49	3,75	42,56
Mittelwert		[MPa]	41,63	
Median		[MPa]	40,61	
Minimum		[MPa]	39,16	
Maximum		[MPa]	45,30	
Standardabweichung		[MPa]	2,34	
Variationskoeffizient		[%]	5,63	

Tabelle 25: Gruppe B4: 8 Min. Trocknung bei 600 °C, mit halber Liquid-Menge ange-  
mischt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	13,53	0,53	3,20	43,30
2	12,29	0,53	3,20	39,33
3	12,16	0,51	3,45	41,95
4	11	0,51	3,45	37,95
5	10,05	0,46	4,20	42,21
6	11,44	0,51	3,35	38,32
7	9,41	0,46	4,20	39,52
Mittelwert		[MPa]	40,37	
Median		[MPa]	39,52	
Minimum		[MPa]	37,95	
Maximum		[MPa]	43,30	
Standardabweichung		[MPa]	2,09	
Variationskoeffizient		[%]	5,19	

Tabelle 26: Gruppe B5: 10 Min. Trocknung bei 600 °C, mit halber Liquid-Menge ange-  
mischt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	10,28	0,48	3,90	40,09
2	11,74	0,52	3,35	39,33
3	9,16	0,45	4,40	40,30
4	11,01	0,49	3,75	41,29
5	10,9	0,47	4,05	44,15
6	11,55	0,52	3,35	38,69
7	12,12	0,53	3,20	38,78
Mittelwert		[MPa]	40,38	
Median		[MPa]	40,09	
Minimum		[MPa]	38,69	
Maximum		[MPa]	44,15	
Standardabweichung		[MPa]	1,90	
Variationskoeffizient		[%]	4,70	

Tabelle 27: Gruppe C1: 0 Min. Trocknung bei 600 °C, mit doppelter Liquid-Menge an-  
gemischt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	11,54	0,53	3,20	36,93
2	10,25	0,5	3,60	36,90
3	10,29	0,48	3,90	40,13
4	10,87	0,51	3,45	37,50
5	9,53	0,48	3,90	37,17
6	11,71	0,53	3,20	37,47
7	11,51	0,5	3,60	41,44
Mittelwert		[MPa]	38,22	
Median		[MPa]	37,47	
Minimum		[MPa]	36,90	
Maximum		[MPa]	41,44	
Standardabweichung		[MPa]	1,81	
Variationskoeffizient		[%]	4,73	

Tabelle 28: Gruppe C2: 2 Min. Trocknung bei 600 °C, mit doppelter Liquid-Menge an-  
gemischt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient κ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	14,02	0,54	3,10	43,46
2	10,84	0,51	3,45	37,40
3	13,41	0,54	3,10	41,57
4	13,79	0,55	3,00	41,37
5	10,51	0,51	3,45	36,26
6	9,30	0,46	4,20	39,06
7	10,72	0,51	3,45	36,98
Mittelwert		[MPa]	39,44	
Median		[MPa]	39,06	
Minimum		[MPa]	36,26	
Maximum		[MPa]	43,46	
Standardabweichung		[MPa]	2,74	
Variationskoeffizient		[%]	6,94	

Tabelle 29: Gruppe C3: 5 Min. Trocknung bei 600 °C, mit doppelter Liquid-Menge angemischt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient κ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	10,73	0,5	3,60	38,63
2	13,12	0,53	3,20	41,98
3	13,6	0,54	3,10	42,16
4	11,59	0,5	3,60	41,72
5	10,35	0,48	3,90	40,37
6	14,19	0,54	3,10	43,99
7	12,04	0,52	3,35	40,33
Mittelwert		[MPa]	41,31	
Median		[MPa]	41,72	
Minimum		[MPa]	38,63	
Maximum		[MPa]	43,99	
Standardabweichung		[MPa]	1,71	
Variationskoeffizient		[%]	4,14	

Tabelle 30: Gruppe C4: 8 Min. Trocknung bei 600 °C, mit doppelter Liquid-Menge angemischt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	11,11	0,52	3,35	37,22
2	9,48	0,48	3,90	36,97
3	9,74	0,49	3,75	36,53
4	12,43	0,53	3,20	39,78
5	12,44	0,54	3,10	38,56
6	13,77	0,55	3,00	41,31
7	12,65	0,52	3,35	42,38
Mittelwert		[MPa]	38,96	
Median		[MPa]	38,56	
Minimum		[MPa]	36,53	
Maximum		[MPa]	42,38	
Standardabweichung		[MPa]	2,27	
Variationskoeffizient		[%]	5,83	

Tabelle 31: Gruppe C4: 8 Min. Trocknung bei 600 °C, mit doppelter Liquid-Menge an-  
gemischt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	14,45	0,54	3,10	44,80
2	12,16	0,53	3,20	38,91
3	14,11	0,54	3,10	43,74
4	12,80	0,54	3,10	39,68
5	11,66	0,52	3,45	40,23
6	10,51	0,51	3,60	37,84
7	11,99	0,52	3,35	40,17
Mittelwert		[MPa]	40,77	
Median		[MPa]	40,17	
Minimum		[MPa]	37,84	
Maximum		[MPa]	44,80	
Standardabweichung		[MPa]	2,55	
Variationskoeffizient		[%]	6,25	

Tabelle 32: Gruppe D1: 0 Min. Trocknung bei 600 °C, Schlicker eingetrocknet u. mit  
Wasser verdünnt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient κ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	13,93	0,52	3,35	46,67
2	14,09	0,54	3,10	43,68
3	13,07	0,54	3,10	40,52
4	12,48	0,52	3,35	41,81
5	12,27	0,52	3,35	41,10
6	12,99	0,54	3,10	40,27
7	9,26	0,46	4,20	38,89
Mittelwert		[MPa]		41,85
Median		[MPa]		41,10
Minimum		[MPa]		38,89
Maximum		[MPa]		46,67
Standardabweichung		[MPa]		2,59
Variationskoeffizient		[%]		6,18

Tabelle 33: Gruppe D2: 2 Min. Trocknung bei 600 °C, Schlicker eingetrocknet u. mit Wasser verdünnt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient κ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	11,61	0,53	3,20	37,15
2	12,53	0,51	3,45	43,23
3	14,76	0,55	3,00	44,28
4	11,73	0,53	3,20	37,54
5	10,11	0,47	4,05	40,95
6	12,09	0,49	3,75	45,34
7	9,21	0,47	4,05	37,30
Mittelwert		[MPa]		40,83
Median		[MPa]		40,95
Minimum		[MPa]		37,15
Maximum		[MPa]		45,34
Standardabweichung		[MPa]		3,53
Variationskoeffizient		[%]		8,65

Tabelle 34: Gruppe D3: 5 Min. Trocknung bei 600 °C, Schlicker eingetrocknet u. mit Wasser verdünnt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	12,47	0,52	3,35	41,77
2	11,99	0,52	3,35	40,17
3	11,98	0,51	3,45	41,33
4	11,30	0,49	3,75	42,38
5	12,78	0,53	3,20	40,90
6	11,15	0,50	3,60	40,14
7	12,14	0,53	3,20	38,85
Mittelwert		[MPa]	40,79	
Median		[MPa]	40,90	
Minimum		[MPa]	38,85	
Maximum		[MPa]	42,38	
Standardabweichung		[MPa]	1,18	
Variationskoeffizient		[%]	2,90	

Tabelle 35: Gruppe D4: 8 Min. Trocknung bei 600 °C, Schlicker eingetrocknet u. mit Wasser verdünnt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	12,02	0,52	3,35	40,27
2	13,02	0,53	3,20	41,66
3	10,64	0,50	3,60	38,30
4	11,66	0,52	3,35	39,06
5	12,32	0,54	3,10	38,19
6	12,17	0,51	3,45	41,99
7	11,27	0,49	3,75	42,26
Mittelwert		[MPa]	40,25	
Median		[MPa]	40,27	
Minimum		[MPa]	38,19	
Maximum		[MPa]	42,26	
Standardabweichung		[MPa]	1,76	
Variationskoeffizient		[%]	4,36	

Tabelle 36: Gruppe D5: 10 Min. Trocknung bei 600 °C, Schlicker eingetrocknet u. mit Wasser verdünnt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	12,05	0,49	3,75	45,19
2	11,94	0,50	3,60	42,98
3	13,03	0,54	3,10	40,39
4	11,96	0,48	3,90	46,64
5	10,78	0,49	3,75	40,43
6	11,54	0,52	3,35	38,66
7	12,41	0,54	3,10	38,47
Mittelwert		[MPa]		41,82
Median		[MPa]		40,43
Minimum		[MPa]		38,47
Maximum		[MPa]		46,64
Standardabweichung		[MPa]		3,19
Variationskoeffizient		[%]		7,63

Tabelle 37: Gruppe E1: 0 Min. Trocknung bei 600 °C, Schlicker eingetrocknet u. mit Glycerin verdünnt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	12,91	0,53	3,20	41,31
2	10,05	0,48	3,90	39,20
3	11,42	0,51	3,45	39,40
4	11,45	0,50	3,60	41,22
5	13,31	0,54	3,10	41,26
6	11,33	0,53	3,20	36,26
7	13,23	0,53	3,20	42,34
Mittelwert		[MPa]		40,14
Median		[MPa]		41,22
Minimum		[MPa]		36,26
Maximum		[MPa]		42,34
Standardabweichung		[MPa]		2,05
Variationskoeffizient		[%]		5,10

Tabelle 38: Gruppe E2: 2 Min. Trocknung bei 600 °C, Schlicker eingetrocknet u. mit Glycerin verdünnt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	11,34	0,50	3,60	40,82
2	13,81	0,55	3,00	41,43
3	13,03	0,55	3,00	39,09
4	12,83	0,52	3,35	42,98
5	11,70	0,51	3,45	40,37
6	10,37	0,49	3,75	38,89
7	12,81	0,53	3,20	40,99
Mittelwert		[MPa]	40,65	
Median		[MPa]	40,82	
Minimum		[MPa]	38,89	
Maximum		[MPa]	42,98	
Standardabweichung		[MPa]	1,40	
Variationskoeffizient		[%]	3,45	

Tabelle 39: Gruppe E3: 5 Min. Trocknung bei 600 °C, Schlicker eingetrocknet u. mit Glycerin verdünnt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	12,01	0,52	3,35	40,23
2	13,16	0,55	3,00	39,48
3	11,26	0,50	3,60	40,54
4	12,13	0,53	3,20	38,82
5	13,85	0,55	3,00	41,55
6	13,56	0,52	3,35	45,43
7	12,71	0,52	3,35	42,58
Mittelwert		[MPa]	41,23	
Median		[MPa]	40,54	
Minimum		[MPa]	38,82	
Maximum		[MPa]	45,43	
Standardabweichung		[MPa]	2,23	
Variationskoeffizient		[%]	5,41	

Tabelle 40: Gruppe E4: 8 Min. Trocknung bei 600 °C, Schlicker eingetrocknet u. mit Glycerin verdünnt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	11,89	0,52	3,35	39,83
2	12,30	0,53	3,20	39,36
3	10,73	0,46	4,20	45,07
4	9,61	0,45	4,40	42,28
5	10,64	0,52	3,35	35,64
6	10,02	0,47	4,05	40,58
7	11,01	0,50	3,60	39,64
Mittelwert		[MPa]		40,34
Median		[MPa]		39,83
Minimum		[MPa]		35,64
Maximum		[MPa]		45,07
Standardabweichung		[MPa]		2,88
Variationskoeffizient		[%]		7,15

Tabelle 41: Gruppe E5:10 Min. Trocknung bei 600 °C, Schlicker eingetrocknet u. mit Glycerin verdünnt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	10,58	0,49	3,75	39,68
2	11,64	0,49	3,75	43,65
3	11,84	0,48	3,90	46,18
4	12,86	0,53	3,20	41,15
5	13,47	0,54	3,10	41,76
6	13,08	0,53	3,20	41,86
7	12,01	0,52	3,35	40,23
Mittelwert		[MPa]		42,07
Median		[MPa]		41,76
Minimum		[MPa]		39,68
Maximum		[MPa]		46,18
Standardabweichung		[MPa]		2,22
Variationskoeffizient		[%]		5,27

Tabelle 42: Gruppe F1: 0 Min. Trocknung bei 600 °C, Liquid 1:1 mit Glycerin vermischt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient κ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	9,83	0,46	4,20	41,29
2	12,82	0,55	3,00	38,46
3	13,49	0,54	3,10	41,82
4	11,89	0,51	3,45	41,02
5	13,39	0,54	3,10	41,51
6	14,21	0,55	3,00	42,63
7	12,50	0,53	3,20	40,00
Mittelwert		[MPa]	40,96	
Median		[MPa]	41,29	
Minimum		[MPa]	38,46	
Maximum		[MPa]	42,63	
Standardabweichung		[MPa]	1,36	
Variationskoeffizient		[%]	3,32	

Tabelle 43: Gruppe F2: 2 Min. Trocknung bei 600 °C, Liquid 1:1 mit Glycerin vermischt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient κ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	14,05	0,54	3,10	43,56
2	12,08	0,53	3,20	38,66
3	10,78	0,51	3,45	37,19
4	13,31	0,54	3,10	41,26
5	13,62	0,54	3,10	42,22
6	11,91	0,51	3,45	41,09
7	11,62	0,49	3,75	43,58
Mittelwert		[MPa]	41,08	
Median		[MPa]	41,26	
Minimum		[MPa]	37,19	
Maximum		[MPa]	43,58	
Standardabweichung		[MPa]	2,40	
Variationskoeffizient		[%]	5,85	

Tabelle 44: Gruppe F3: 5 Min. Trocknung bei 600 °C, Liquid 1:1 mit Glycerin vermischt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	12,85	0,53	3,20	41,12
2	12,66	0,53	3,20	40,51
3	12,37	0,54	3,10	38,35
4	12,36	0,50	3,45	42,64
5	11,27	0,50	3,60	40,57
6	10,74	0,51	3,45	37,05
7	10,10	0,50	3,60	36,36
Mittelwert		[MPa]		39,52
Median		[MPa]		40,51
Minimum		[MPa]		36,36
Maximum		[MPa]		42,64
Standardabweichung		[MPa]		2,30
Variationskoeffizient		[%]		5,83

Tabelle 45: Gruppe F4: 8 Min. Trocknung bei 600 °C, Liquid 1:1 mit Glycerin vermischt

Nr.	Kraft F gemessen [N]	Dicke der Prüfkörper [mm]	Koeffizient $\kappa$ [mm <sup>-2</sup> ]	Scherverbund- festigkeit [MPa]
1	11,49	0,53	3,20	36,77
2	11,76	0,53	3,20	37,63
3	11,77	0,52	3,35	39,43
4	9,92	0,47	4,05	40,18
5	14,44	0,54	3,10	44,76
6	11,77	0,51	3,45	40,61
7	13,09	0,53	3,20	41,89
Mittelwert		[MPa]		40,18
Median		[MPa]		40,18
Minimum		[MPa]		36,77
Maximum		[MPa]		44,76
Standardabweichung		[MPa]		2,67
Variationskoeffizient		[%]		6,65

Tabelle 46: Gruppe F5: 10 Min. Trocknung bei 600 °C, Liquid 1:1 mit Glycerin vermischt

### **8.3 Danksagung**

Mein besonderer Dank gilt Herrn PD Dr. Strietzel für die Überlassung des Themas, für die gute fachliche Unterstützung und für die konstruktiven Kritiken und Vorschläge, die zum Gelingen dieser Arbeit sehr hilfreich waren.

Den Firmen BEGO und Vita danke ich für die Bereitstellung der verwendeten Materialien.

Bei den Mitarbeitern der Firma BEGO insbesondere bei Frau Poppinga und bei Frau Liehr bedanke ich mich für die nette Betreuung vor Ort und dafür, dass sie mir in allen technischen Fragen stets freundlich und geduldig beratend zur Seite gestanden haben.

Herrn Zahntechnikermeister Denis Maltaric danke ich für die anschauliche Einführung in die Verblendtechnik.

Nicht zuletzt danke ich meinen Eltern, die mich bei dieser Arbeit nach Kräften unterstützt haben.

#### **8.4 Lebenslauf**

Mein Lebenslauf wird aus Datenschutzgründen in der elektronischen Version meiner Arbeit nicht mit veröffentlicht.

## **Erklärung**

Ich, Jan-Simon Kochs, erkläre, dass ich die vorgelegte Dissertationsschrift mit dem Titel: „Einfluss von Mischungsverhältnis und Trocknungsphase der Grundmasse auf die Verbundfestigkeit zwischen EMF- Legierung und Verblendkeramik“ selbst und ohne die (unzulässige) Hilfe Dritter verfasst habe. Es wurden keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt. Diese Dissertation stellt auch in Teilen keine Kopie anderer Arbeiten dar.

Jan-Simon Kochs