

3 MATERIAL UND METHODE

3.1 Material

3.1.1 Aufbrennfähige NEM – Legierung Wirobond C

Wirobond C ist eine NEM – Legierung auf Kobalt – Chrom – Molybdän – Basis (Tab. 3.1). Sie ist eine Weiterentwicklung der Mitte der achtziger Jahre eingeführten Kobalt – Chrom – Legierung Wirobond. Kennzeichen sind die sehr hohe Härte und das hohe Elastizitätsmodul (Tab. 3.2), welches die Bearbeitung mit rotierenden Instrumenten erschwert, andererseits grazile Modellationen erlaubt [88].

Die Dichte und somit das spezifische Gewicht ist nur etwa halb so groß wie von Gold. Als Trägermaterial für Keramikverblendungen verleiht es der Arbeit einen im Gegensatz zu Gold etwas kälteren Farbschimmer. Mit einem Preis von einer D – Mark oder einem halben Euro je Gramm stellt es eine preiswerte Alternative zu den Goldlegierungen dar.

In der Laborverarbeitung sind spezielle Gießtechniken (Vakuumdruckguß, Induktionsguß, Hochfrequenzguß etc.) zur Ergebnisoptimierung nötig. Zur Ausarbeitung sind kreuzverzahnte Hartmetallfräsen erforderlich.

Legierungszusammensetzung (in Masseprozent %)							
Kobalt	Chrom	Molybdän	Wolfram	Silizium	Eisen	Cer	Kohlenstoff
Co	Cr	Mo	W	Si	Fe	Ce	C
61,0	26,0	6,0	5,0	1,0	0,5	0,5	< 0,02

Tab. 3.1 Chemische Zusammensetzung von Wirobond C [3]

Hersteller	BEGO / Thyssen
Vertrieb seit	1993
Lieferform	Zylinder
Preis (DM / kg)	ca. 1000 (ca. 500 € / kg)
Dichte (g / cm ³)	8,5
Vickershärte	310
Löslichkeit (µg / cm ² x 7 d)	< 100
WAK (10 ⁻⁶ K ⁻¹) bei 20 °C – 600 °C	14,2
Schmelzintervall (°C)	1380 – 1270
Vorwärmtemperatur (°C)	950 – 1000
Gießtemperatur (°C)	ca. 1470
0,2 – Dehngrenze (MPa)	390
Bruchdehnung (%)	6
Elastizitätsmodul (MPa)	210000
Typ	4 (extrahart)
Farbe	silbern

Tab. 3.2 Eigenschaften der NEM – Legierung Wirobond C [3]

3.1.2 Verblendkeramik Omega 900

Die Verblendkeramik Vita Omega 900 ist eine seit 1996 auf dem Markt erhältliche niedrigschmelzende Keramik (Tab. 3.3 und 3.4). Der Wärmeausdehnungskoeffizient (WAK) ist durch die Brandführung steuerbar, Langzeitabkühlung von der Brenntemperatur zur Ausgangstemperatur über 5 Minuten erhöht den WAK der Keramik.

Element	Opaquekeramikmasse in Masseprozent %	Dentin – / Schmelzkeramikmasse in Masseprozent %
SiO ₂	49 – 53	58 – 62
MgO	< 0,3	0,3 – 0,8
Na ₂ O	5 – 7	5 – 6
Fe ₂ O ₃	< 0,3	< 0,3
TiO ₂	6 – 8	< 0,3
CaO	1 – 1,5	1 – 2
K ₂ O	8 – 9	9 – 11
Al ₂ O ₃	15 – 16	14 – 16
BaO	2 – 3	3 – 4
ZrO ₂	2,5 – 3,5	1 – 1,5
SnO ₂	0,8 – 1,2	1 – 1,5
B ₂ O ₃	2 – 3	0,3 – 0,8
Li ₂ O	< 0,3	< 0,3

Tab. 3.3 Zusammensetzung VITA Omega 900 [70]

Hersteller	VITA, D – Bad Säckingen
Vertrieb seit	1996
Biegefestigkeit (MPa)	95 – 120
WAK (10^{-6} K^{-1}) bei 25 °C – 500 °C	13,3 – 14,6
Löslichkeit (%)	0,01

Tab. 3.4 Eigenschaften der Verblendkeramik VITA Omega 900

3.1.3 Konditionierungsverfahren

Der Haftverbund zwischen Keramik und NEM – Legierung soll mit einem experimentellen Sol – Gel – Tauchverfahren optimiert bzw. gesteigert werden. Es gelangen Gele aus verschiedenen Metalloxiden zur Prüfung:

- Zirkoniumdioxid ZrO_2
- Aluminiumoxid Al_2O_3
- Siliziumdioxid SiO_2
- Titandioxid TiO_2

Nach dem Tauchen der Legierungsprobekörper erfolgt eine Wärmebehandlung in einem Trockenschrank. Die so in die Legierungsoberfläche eingebrannten Oxide sollen eine chemische Bindung zu Keramikbestandteilen der anschließend aufgebrannten Keramik aufbauen.

3.2 Methode

3.2.1 Prüfkörper

Die Herstellung und Konditionierung (säubern, abstrahlen, oxidieren usw.) der Prüfkörper richten sich nach den Herstellerangaben. Die Abmessungen der zu erzeugenden Legierungsplättchen betragen (25 +/- 1) mm x (3 +/- 0,1) mm x (0,5 +/- 0,05) mm. Die Keramik wird schichtweise laut Herstellerangaben symmetrisch auf einer Länge von 8 +/- 0,1 mm und einer Breite von 3 mm zu einer Dicke von 1 +/- 0,1 mm nach dem letzten Brand aufgetragen (Abb. 3.1). Eine rechteckige Form ist mit Diamantscheiben zu erzielen und mit dem Glanzbrand abzuschließen.

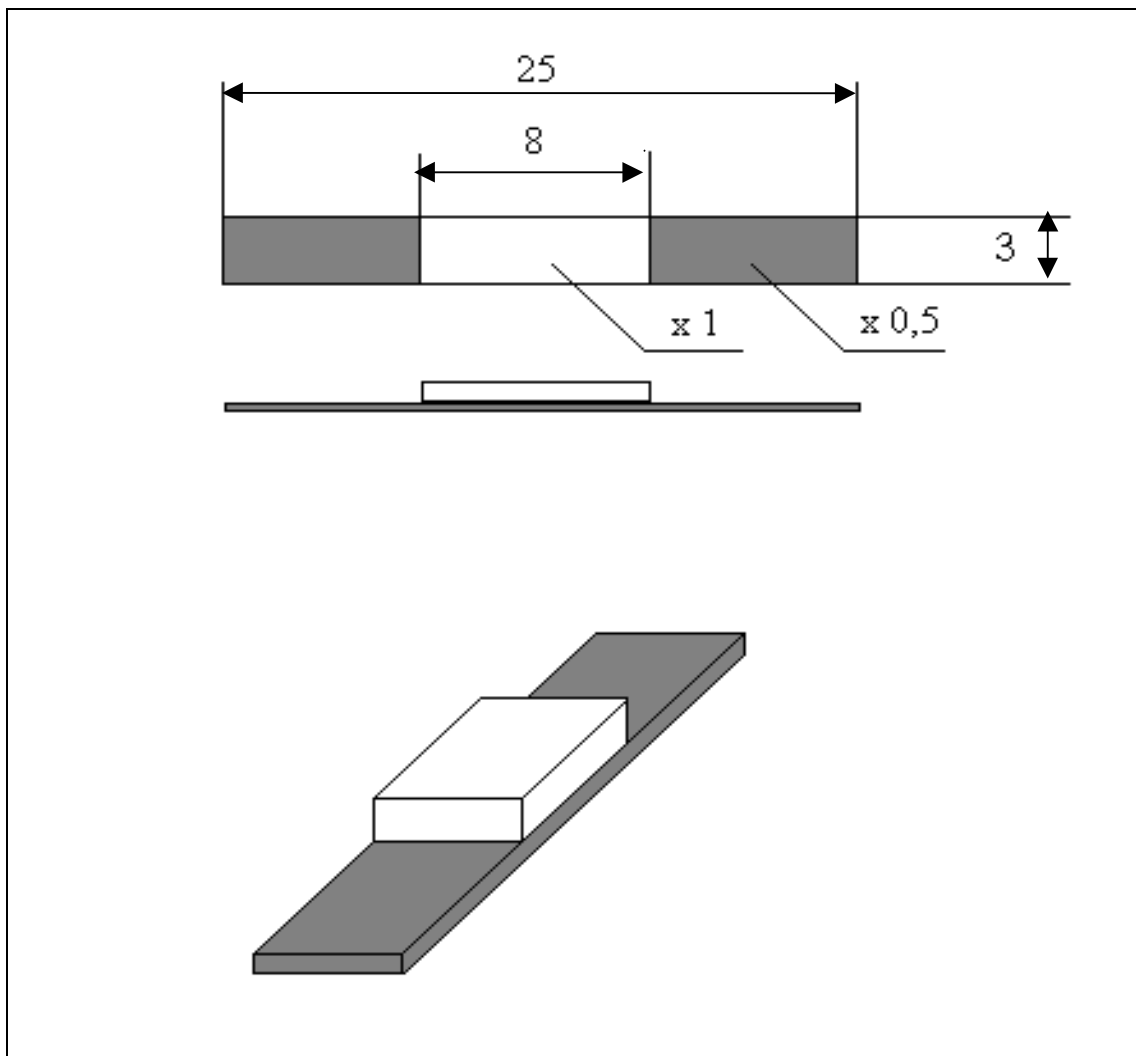


Abb. 3.1 Prüfkörpergeometrie für SCHWICKERATH – Test (Angaben in mm)

3.2.2 Prüfmethode

Für die Untersuchung des Einflusses der Oberflächenkonditionierung mit einem neuen Sol – Gel – Verfahren auf den Haftverbund zwischen einer Kobalt – Chrom – Legierung und Keramik wurde der Dreipunkt – Biege – Scherversuch nach SCHWICKERATH [83] gewählt.

Er ist in der heute nicht mehr gültigen DIN 13 927 (Entwurf) [20] sowie in der Neufassung der ISO 9693 [46] festgehalten.

Die Herstellung der Prüfkörper in ihren Abmessungen sowie die eigentliche Testung und Auswertung sind dort exakt beschrieben, wodurch es möglich ist, reproduzierbare Ergebnisse zu erzielen.

Er wurde auf Grund der relativ einfachen Prüfkörperherstellung gewählt und weil grundsätzlich durch den Biegeversuch Aussagen über den Einfluß verschiedener Oberflächenbehandlungen der Legierungskörper möglich sind [49].

3.2.3 Apparatur

Die Universalprüfmaschine INSTRON 6025 (Wolpert GmbH, D – Ludwigshafen) [82] kann für verschiedene Versuche genutzt werden, wie beispielsweise den Drucktest nach VOSS und EICHNER [106], den Abscherversuch nach SCHMITZ und SCHULMEYER [81] oder den Dreipunktbiegeversuch nach SCHWICKERATH [20, 46, 83].

Die Maschine ist mit einem Rechner zur Datenaufzeichnung und Weiterverarbeitung gekoppelt. Dieser ist gleichzeitig Steuereinheit für die Universalprüfmaschine.

Das Gerät ermöglicht die konstante Belastung einer Probe mit definiertem Vorschub bis zum Versagen. Dabei werden Weg und Kraftanstieg aufgezeichnet.

3.2.4 Verfahren

Für die Dreipunktbiegung werden die Prüfkörper mit der Keramik nach unten vom Biegekolben abgewandt symmetrisch zwischen zwei Auflagen gelegt. Der Abstand der Auflagen beträgt 20 mm. Der Biegekolben und die Auflagen sind abgerundet mit einem Radius von 1 mm (Abb. 3.2).

Der Vorschub des Biegekolben ist mit 1,5 mm / min festgelegt. Die Kraft wird konstant mittig appliziert und bis zum Versagen des Prüfkörpers aufgezeichnet.

Ein Versagen liegt vor, wenn auf einer Seite der Keramikschicht ein Abriß eintritt oder sich die Keramikschicht von der Unterlage löst. Dieses wird als Bruchkraft F (in Newton) gemessen. Prüfkörper, bei denen die Keramikschicht in der Mitte bricht, werden nicht gewertet (ISO 9693, Abs. 6.6.3.) [46].

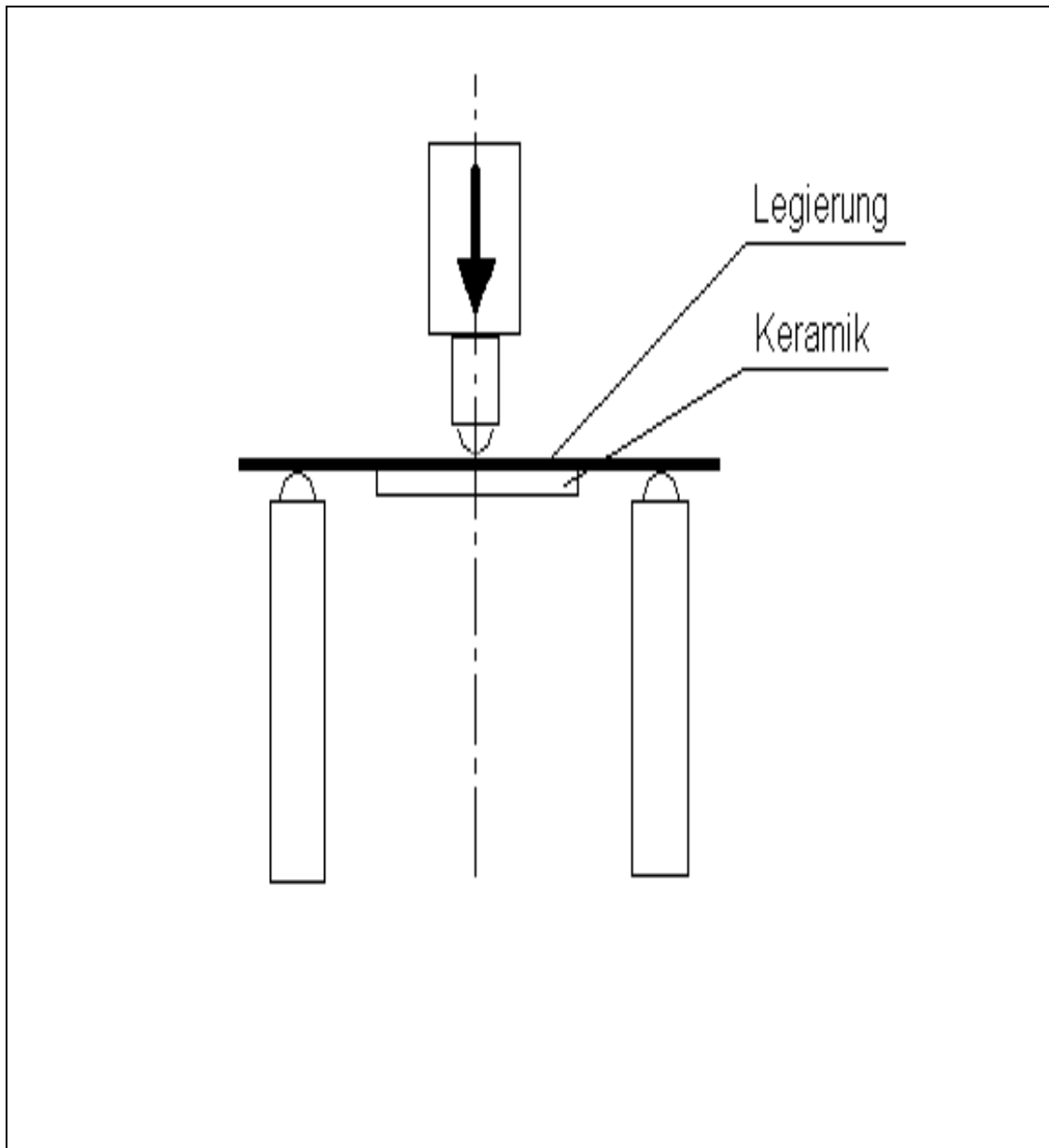


Abb. 3.2 SCHWICKERATH – Test schematisch

3.2.5 Bestimmung der Scher – Verbundfestigkeit

Die Bruchkraft F ist von den geometrischen Abmessungen des Legierungs - prüfkörpers und seinem Elastizitätsmodul abhängig (Formel 1).

$$F = \frac{4 \times E \times b \times f \times d^3}{L^3} \quad \text{[Formel 1]}$$

F ... gemessene Bruchkraft in N

E ... Elastizitätsmodul in MPa

b ... Breite der Probe in mm

f ... Durchbiegung der Probe in mm

d ... Dicke der Probe in mm

L ... Auflagenweite in mm

Die Auflagenweite L kann für alle Versuche als konstant angesehen werden, da die Auflagedorne auf einen Abstand von 20 mm einzustellen sind.

Die Breite b hat einen linearen Einflußfaktor, das heißt Verdopplung der Breite führt zur Verdopplung der gemessenen Haftkraft [48]. Da es praktisch schwierig war, die Probekörper exakt auf 3 mm breit herzustellen, erfolgte rechnerisch ein Ausgleich. Der gemessene Wert der Bruchkraft F eines Probekörpers wurde durch seine gemessene Breite (Genauigkeit 0,01 mm) dividiert und dann mit 3 multipliziert [83].

Die Dicke d geht mit der 3. Potenz in das Ergebnis ein [48]. Berücksichtigung findet das in dem Koeffizient k als Funktion von Legierungsdicke d (mm) und Elastizitätsmodul E (kN / mm²) (Abb. 3.3). Die Scher – Verbundfestigkeit τ (MPa) ermittelt man durch Multiplikation (Formel 2).

$$\tau = k \times F$$

[Formel 2]

τ ... Scher – Verbundfestigkeit in $\text{N} / \text{mm}^2 = \text{MPa}$

k ... Koeffizient in mm^{-2}

F ... Bruchkraft in N

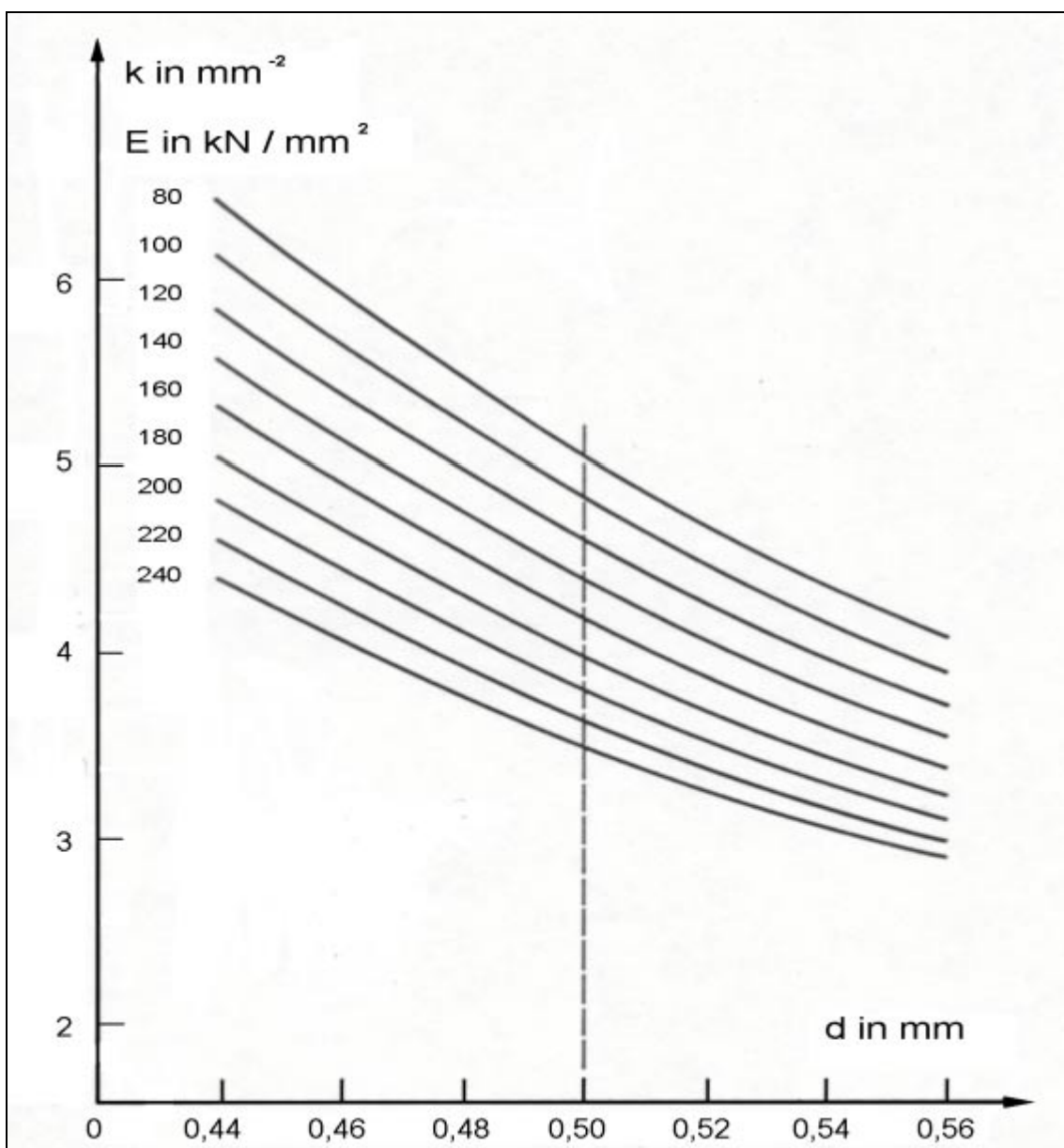


Abb. 3.3 Diagramm für die Ermittlung des Koeffizienten k

3.2.6 Experimentelle Bestimmung des Elastizitätsmoduls

Ein Teil der gemessenen Kraft ist für die reine Durchbiegung des Prüfkörpers nötig und für Prüfkörper mit oder ohne Keramik gleich, da das Elastizitätsmodul als gleich angesehen werden kann. Der andere Teil bewirkt ein Überwinden der Haftung der Keramik zur Legierung [78].

KAPPERT [48] weist darauf hin, daß der vom Hersteller angegebene Elastizitätsmodul erheblich höher liegt, als der nach dem Gießen oder dem Keramikbrand tatsächlich meßbare. Er gibt nachfolgende Möglichkeit (Formel 3) zur experimentellen Bestimmung des Elastizitätsmoduls im Biegeversuch an.

$$E = \frac{F \times L^3}{4 \times b \times d^3 \times f} \quad \text{[Formel 3]}$$

E... Elastizitätsmodul in MPa

F... gemessene Kraft in N

L... Auflagenweite in mm

b... Breite der Probe in mm

d... Dicke der Probe in mm

f ... Durchbiegung der Probe in mm

Messgenauigkeit für L, b, d = 0,01 mm

Die eigene Untersuchung erbrachte ein ähnliches Ergebnis (Abb. 3.4). Die Einzelwerte und Meßwertstatistik sind im Anhang aufgeführt (Kap. 8.3.3).

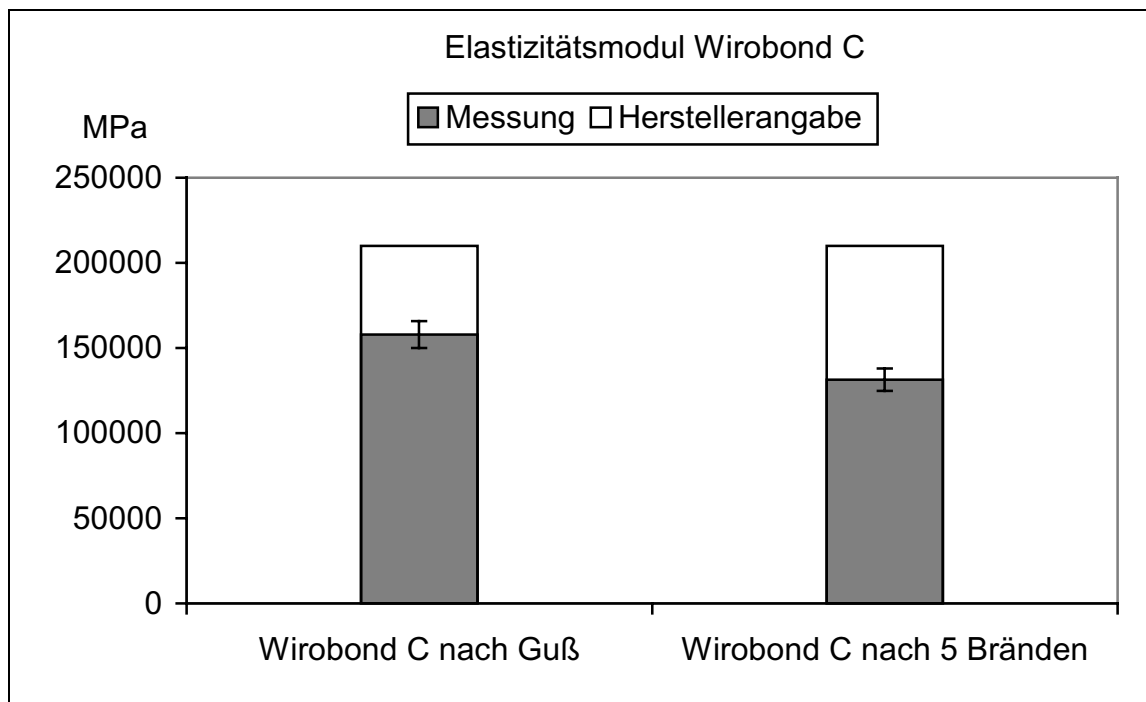


Abb. 3.4 Ermitteltes Elastizitätsmodul aus dem Biegeversuch für Wirobond C

3.3 Durchführung

3.3.1 Vorversuche

Anhand von Vorversuchen in Form einer Kleinserie soll der Arbeitsablauf bei der Prüfkörperherstellung (Guss, Ausarbeitung, Keramik - beschichtung, Biege – Scherversuch) hinsichtlich der Reproduzierbarkeit der Ergebnisse überprüft werden. Mit der Hochfrequenz – Vakuum – Druckguß - maschine NAUTILUS T (BEGO, D – Bremen) wurden die zu verblendenden Prüfkörper aus Wirobond C gegossen. Der Keramikbrand wurde im VAKUMAT 100 (VITA, D – Bad Säckingen) durchgeführt. Anschließend erfolgte der Biege – Scherversuch nach SCHWICKERATH an der Universalprüf - maschine. Im folgenden werden die Ablaufsystematik der 1. Serie (Abb. 3.5) sowie der 2. Serie (Abb. 3.6) dargestellt.

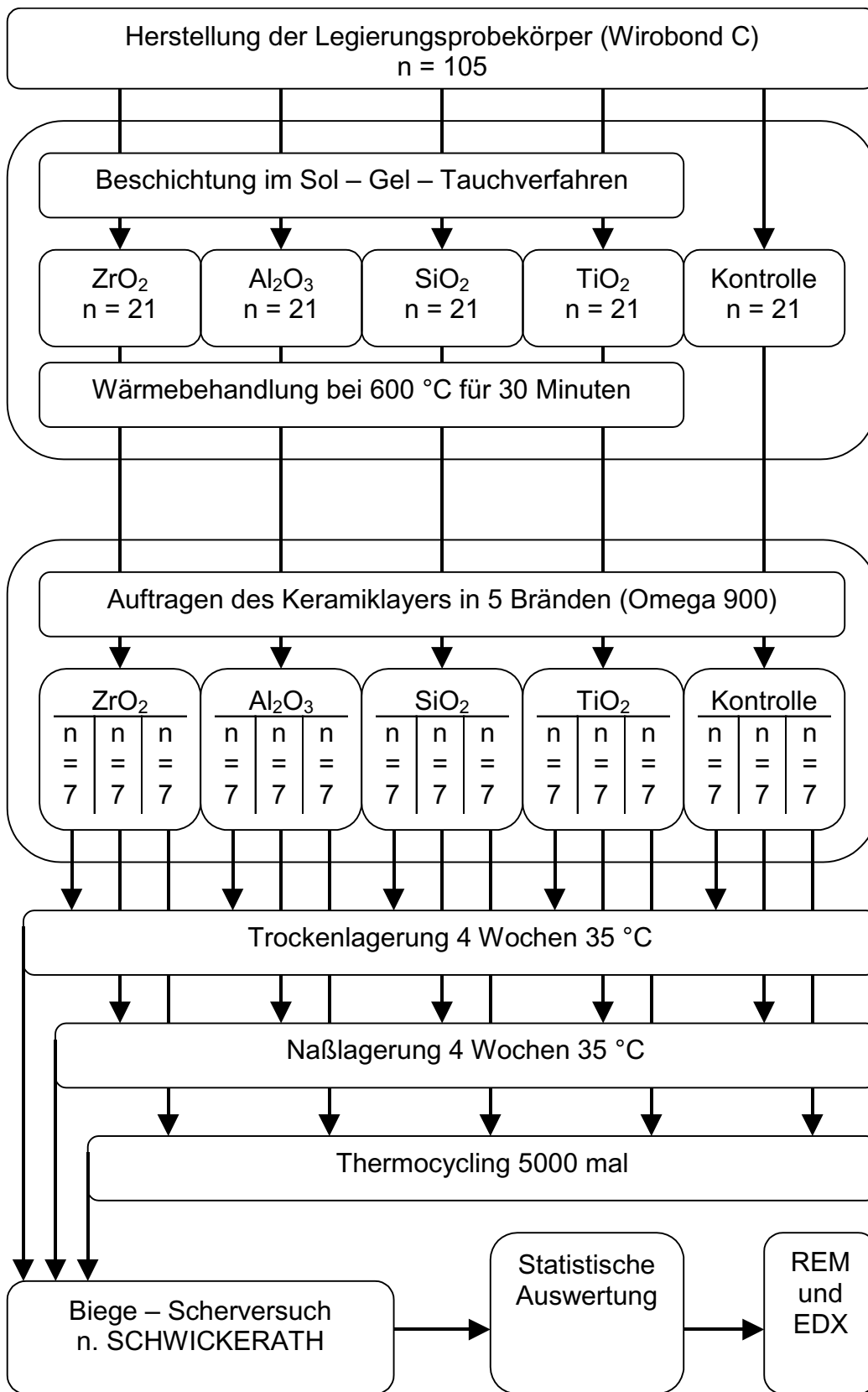


Abb. 3.5 Flußdiagramm der Methodik der 1. Serie

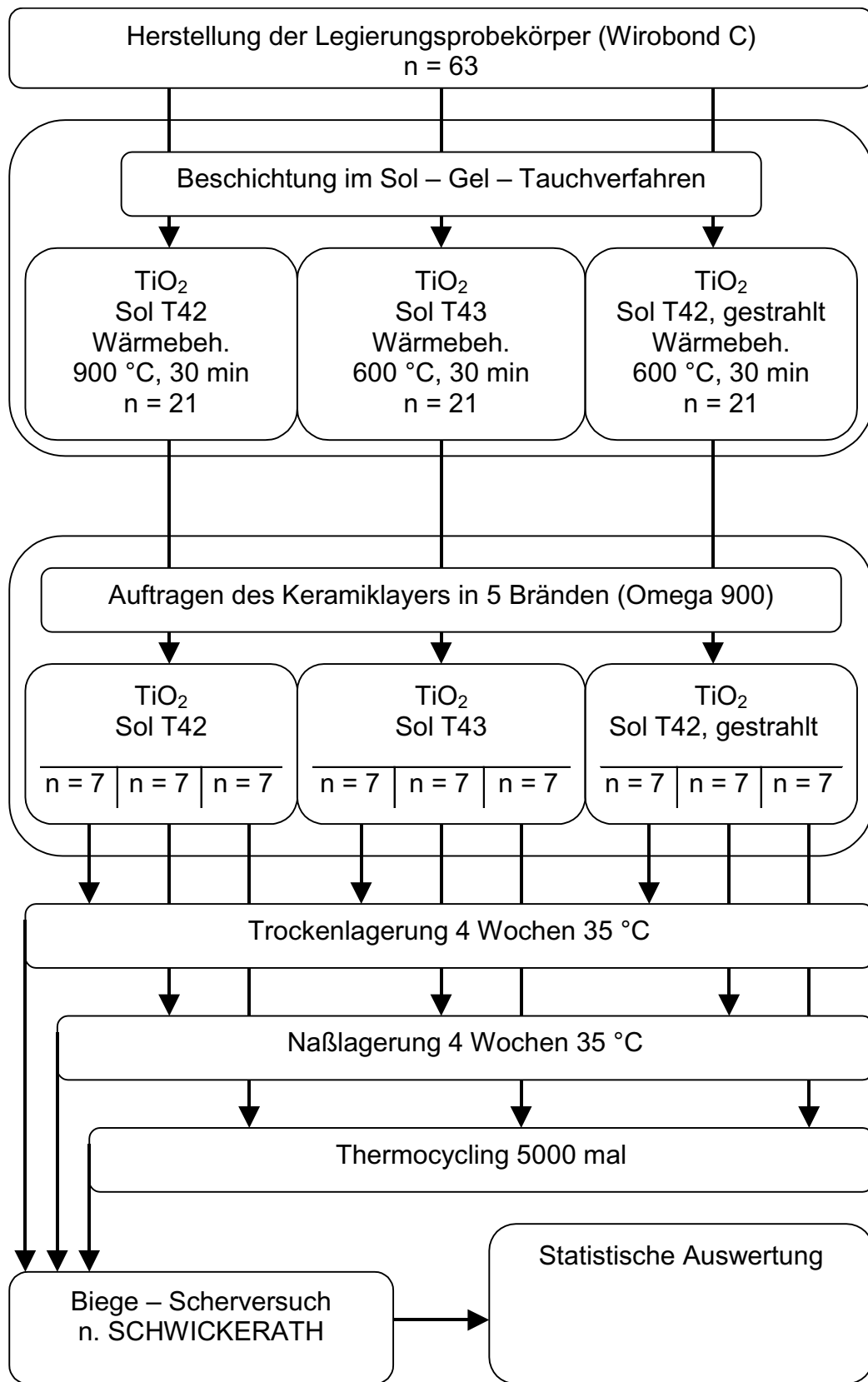


Abb. 3.6 Flußdiagramm der Methodik der 2. Serie

3.3.2 Herstellung der Prüfkörper

Es wurden jeweils 21 Stück rückstandslos ausbrennende Polyethylenfolienstreifen in den Abmessungen 30 mm x 3 mm x 0,5 mm zugeschnitten und an einen offenen Wachsring der Stärke 4 mm im Abstand von ca. 5 mm schräg nach oben außen gerichtet angewachst.

Der Wachsring hat einen Durchmesser von ca. 35 mm und wurde mit drei gleichlangen Wachsstiften der Stärke 4 mm an den Gußtrichterformer der Firma BEGO für NAUTILUS T angebracht. Das Wachsentspannungsspray (Wilanez W 2, Wieland Edelmetalle, D – Pforzheim) reduziert die Oberflächenspannung und verhindert Gußperlen. Das Ganze wird in einer Muffel der Größe 9 mit Papiereinlage zur Kompensation der Expansion beim Gießen eingebracht.

Als Einbettmasse gelangt WIROWEST (BEGO, D – Bremen) zum Einsatz. Es werden 600 mg Pulver in 90 ml Anmischflüssigkeit BEGOSOL (BEGO, D – Bremen) eingestreut, mit einem Spatel verrührt und 60 Sekunden im Vakuum gemischt. Die breiige Einbettmasse wird zügig in die Muffel gegossen. Diese steht auf dem Rüttler, der mit niedrigster Stufe arbeitet. Nach Beginn der Abbindephase und dem merklichen Temperaturanstieg trennt man die Muffel vom Gußtrichterformer und läßt sie ca. 30 Minuten stehen, bevor sie in den Vorwärmofen (MIHM – Vogt, D – Karlsruhe) kommt.

Die computergesteuerte Aufheizperiode beträgt bei einer Aufheizrate von 5 °C je Minute etwa 5 Stunden. Die Muffel erreicht über zwei Haltestufen bei 250 °C (Cristobaliumwandlung) und 570 °C (Quarzumwandlung) für je 60 Minuten die empfohlene Endtemperatur von 1000 °C [10]. Das Wachs und das Polyethylen sind rückstandslos ausgetrieben, es bleibt die Negativform der Plättchen.

Die Gußanlage (Nautilus T, BEGO, D – Bremen) wird laut Herstellerangaben eingestellt, hier Programm 6304 für Wirobond C (max. Leistung, 200 ms Pressverzugszeit mit verringertem Vakuum, 4 s Nachheizzeit, 25 s Pressdruck). Neue Keramiktiegel zur Vermeidung von Verunreinigungen gelangen zum Einsatz. Sechs Legierungswürfel WIROBOND C zu je 6 g werden in den Tiegel gelegt. Die 1000 °C heiße Muffel wird mit der Zange zügig in die Gußkammer eingebracht und das Gießprogramm gestartet.

Sobald die Gießtemperatur von 1470 °C erreicht ist, zu erkennen am „roten Auge“, ist der Guß manuell auszulösen. Wenige Millisekunden später gibt die Maschine Druck auf die einschießende Legierung. Nach der Entnahme kühlt die Form auf einem Rost auf Raumtemperatur ab. Der obige Vorgang ist insgesamt achtmal durchgeführt und somit insgesamt 168 Metallplättchen gegossen worden.

Nach der Abkühlung der Muffel auf Raumtemperatur erfolgen das Ausbetten und die Grobreinigung durch Abstrahlen mit Aluminiumoxid der Körnung 110 µm (Korox, BEGO, D – Bremen) und 4 bar Druckluft. Gußperlen auf der Oberfläche der Metallplättchen sind anschließend mit einer Diamantscheibe (KOMET, Gebr. Brasseler, D – Lemgo) vorsichtig abgezogen und nochmals mit 110 µm Aluminiumoxid und 4 bar abgestrahlt worden.

Eine Seite der Metallplättchen ist mit einer kreuzverzahnten Hartmetallfräse zu beschleifen, bis die Dicke den Wert 0,5 mm erreicht hat. Der mittlere Bereich (ca. 20 mm) dieser so behandelten Oberfläche wurde jetzt mit 110 µm Aluminiumoxid und 2 bar behandelt, bis ein gleichmäßig stumpfmattes Relief erkennbar war. Alle Plättchen sind mit einem kleinen Diamantschleifer an einem Ende nummeriert (von 1 bis 168) und mit einer Diamantscheibe auf eine Länge von 25 mm abgetrennt worden. Die Metallplättchen wurden in Gruppen zu jeweils 21 Stück (Gruppe A – H) aufgeteilt und den verschiedenen Oberflächenkonditionierungen unterzogen (IWT – Bremen).

3.3.3 Oberflächenkonditionierung der Prüfkörper (1. Serie)

Alle Proben wurden vor der Beschichtung zur Entfettung noch in Aceton gereinigt. Die Proben wurden jeweils oben (an der Nummer) eingeklemmt und dann in einem Sol – Gel – Verfahren tauchbeschichtet.

Folgende Beschichtungen wurden aufgetragen:

1. Serie (Gruppe A – E)

- Proben 1 – 21 (Sol ZPT-A) : Zirkoniumdioxid (ZrO_2) - Beschichtung (B)
- Proben 22 – 42 (Sol AcAc) : Aluminiumoxid (Al_2O_3) - Beschichtung (C)
- Proben 43 – 63 (Sol TEOS) : Siliziumdioxid (SiO_2) - Beschichtung (D)
- Proben 64 – 84 (Sol T42) : Titandioxid (TiO_2) - Beschichtung (E)
- Proben 85 – 105 : Ohne (Kontrolle) Beschichtung (A)

Die Proben wurden nach der Beschichtung im Trockenschrank getrocknet und anschließend bei 600 °C für 30 min wärmebehandelt [30]. Die Kontrollproben sind dieser Behandlung nicht unterzogen worden.

3.3.4 Aufbrennen der Keramik

Um gleiche Bedingungen bei der Keramikbeschichtung zu erzielen, sind die folgenden Arbeitsschritte (Abb. 3.7) immer für alle Proben gleichzeitig erfolgt, das heißt der Washbrand beispielsweise wurde erst bei allen 105 Metallplättchen durchgeführt, ehe die Opaquekeramik aufgetragen wurde. Weiterhin wurde immer jede Gruppe (A – E) separat gebrannt.

Als Grundmasse fand Vita Omega 900 Opaque 3 M 1, angemischt mit Opaque – Liquide, als Dentinmasse Vita Omega 900 Dentine 3 M 1, angemischt mit aqua dest Anwendung. Für den Keramikbrand gelangte der mikroprozessorgesteuerte Dentalkeramikofen VITA Vacumat 100 (VITA, D – Bad Säckingen) zum Einsatz. Er wurde entsprechend Tabelle 3.5 programmiert.

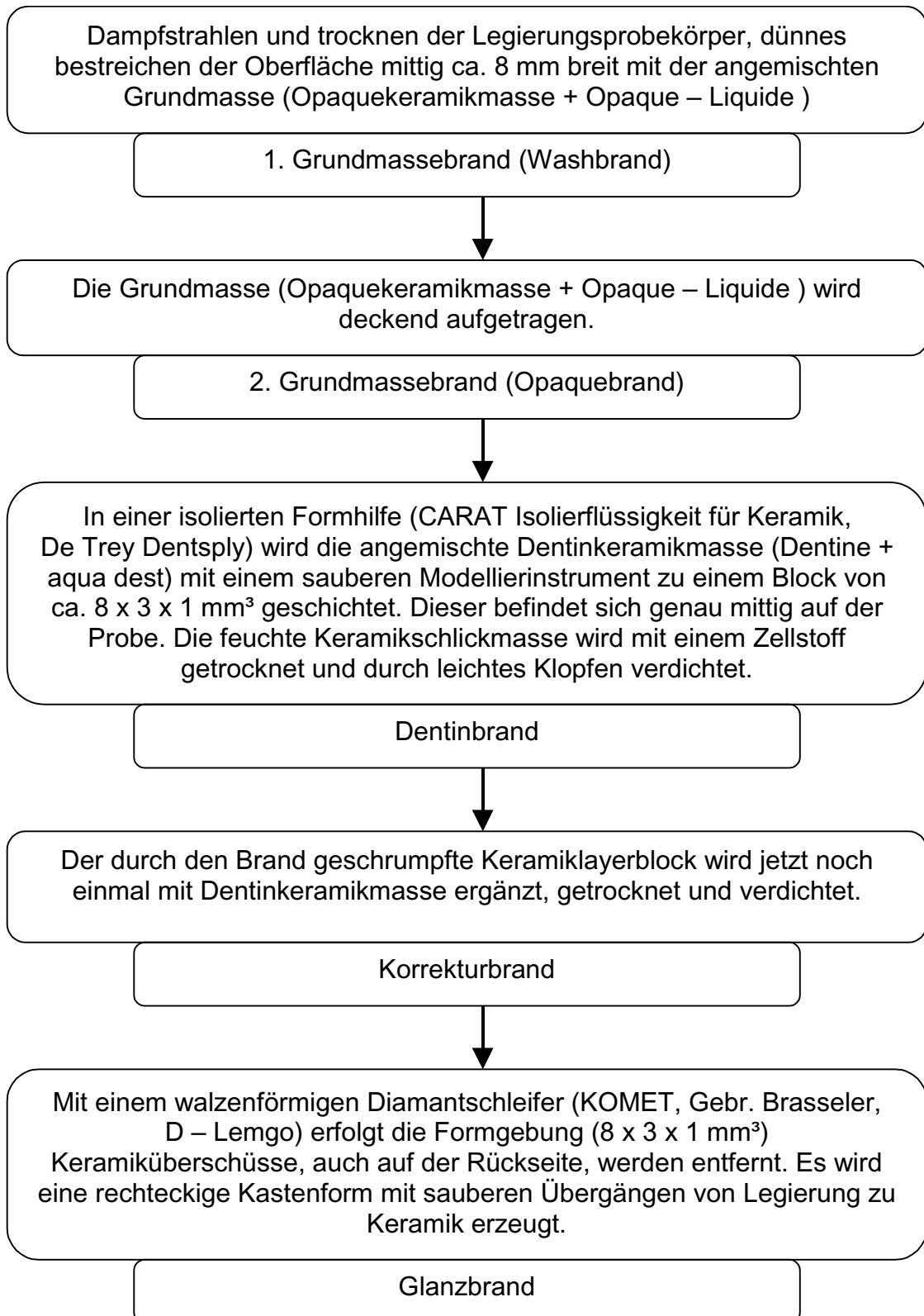


Abb. 3.7 Arbeitsablauf der Keramikbeschichtung

	Vt °C	→	↗	Temp. ca. °C	→	VAC
Washbrand Pulver	600	2.00	4.00	900	2.00	4.00
Grundmasse Pulver	600	2.00	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 °CAusgangstemperatur in °C

→Haltezeit in min

↗Aufheizzeit in min

Temp. ca. °CBrenntemperatur in °C

→Haltezeit in min

VACVacuumzeit in min

Tab. 3.5 Brenntabelle der Aufbrennkeramik VITA Omega 900

3.3.5 Lagerung der Prüfkörper

Die 21er Gruppen (A, B, C, D, E) wurden jeweils in weitere Gruppen zu je 7 Prüfkörpern (1, 2, 3) aufgeteilt und den verschiedenen Lagerungsbedingungen unterworfen (Abb. 3.5). Es sollte der Einfluß der Lagerung in 35 °C Wasser (2. Gruppe) und der Temperaturwechsellast (3. Gruppe) in bezug auf die Trockenlagerung (1. Gruppe) und die verschiedenen Beschichtungen (A: Kontrolle, B: Zirkoniumdioxid, C: Aluminiumoxid, D: Siliziumdioxid, E: Titandioxid) untersucht werden. Somit ergeben sich 15 Gruppen zu je 7 Proben (gesamt 105 Proben) (Tab. 3.6). Unter der Gruppennummer sind jeweils die fortlaufenden Nummern der Prüfkörper (1 – 105) aufgeführt.

Die 1. Gruppe (A1 – E1) wurde 4 Wochen im Temperaturschrank bei konstant 35 °C trocken gelagert. Die 2. Gruppe (A2 – E2) wurde 4 Wochen im Temperaturschrank bei konstant 35 °C in aqua dest naß gelagert. Die 3. Gruppe (A3 – E3) wurde einer Temperaturwechsellast (TWL) unterzogen, d. h. 5000 mal von 5 (+/- 2) °C kaltem Wasser in 55 (+/- 2) °C warmes Wasser für jeweils 60 Sekunden getaucht.

1. Serie	Gruppe		
	35 °C, trocken	35 °C, naß	TWL
Kontrolle unbeschichtet	A1 99 – 105	A2 85 – 91	A3 92 – 98
Zirkoniumdioxid ZrO_2	B1 15 – 21	B2 1 - 7	B3 8 – 14
Aluminiumdioxid Al_2O_3	C1 36 – 42	C2 22 – 28	C3 29 – 35
Siliziumdioxid SiO_2	D1 57 – 63	D2 43 – 49	D3 50 – 56
Titandioxid TiO_2	E1 78 – 84	E2 64 – 70	E3 71 – 77

Tab. 3.6 Einteilung der Prüfkörper Nummer 1 – 105

3.3.6 Durchführung des SCHWICKERATH – Test

Der Dreipunkt – Biege – Scherversuch wurde an einem Tag an der Universal - prüfmaschine durchgeführt. Dazu sind die Prüfkörper getrocknet und in aufsteigender Nummerierung sortiert worden.

Die Maschine ist laut Handbuch [82] eingerichtet und justiert worden (Abstand der Auflagen 20 mm, symmetrisch mittig senkrecht zur Druckfinne, alle Schrauben festgezogen und spielfrei, Vorschubgeschwindigkeit 1,5 mm / min, Kraftmeßdose 1 kN). Ein Probelauf erfolgte.

Die Prüfkörper werden einzeln mit der Keramiksicht von der Druckfinne abgewandt, nach unten, zwischen die Auflagen mittig aufgelegt. Die Druckfinne darf den Prüfkörper noch nicht berühren. Der Vorschub und die Aufzeichnung werden gleichzeitig gestartet.

Der Lastanstieg wurde am Monitor verfolgt und nach einem deutlichen Lastabfall (> 20 %) der Vorschub manuell gestoppt. Es folgte die visuelle Riß - kontrolle. Alle Keramikplättchen lösten sich auf einer Seite von der Legierungs - oberfläche.

Der Maximalwert wurde notiert, die Druckfinne in Ausgangsstellung zurückgefahren und der nächste Durchlauf gestartet. Die Ergebnisse und Einzelwerte wurden für die Auswertung auf Diskette abgespeichert.

3.3.7 Modifikation der Titandioxidbeschichtung (2. Serie)

Im Anschluß an die Auswertung der Ergebnisse der Versuche wurde das Titandioxid für eine Modifikation der Beschichtung ausgewählt und eine 2. Serie von Probekörpern hergestellt.

Die Legierungsplättchen stammen noch aus der Herstellung der 1. Serie (siehe Kap. 3.3.2), die Beschichtung erfolgte wieder im IWT – Bremen.

Die Tauchbeschichtung wurde analog den letzten Proben durchgeführt. Die Proben wurden jeweils unmittelbar vor der Beschichtung mit Aceton entfettet.

Als Beschichtungsmaterial im Sol – Gel – Verfahren wurde Titandioxid verwendet. Folgende Parameter sind verändert worden:

2. Serie (Gruppe F – H)

- Proben 105 – 126 (Sol T42): Wärmebehandlung: 900 °C 30 min (F)
- Proben 127 – 147 (Sol T43): Wärmebehandlung: 600 °C 30 min (G)
- Proben 148 – 168 (Sol T42): Wärmebehandlung: 600 °C 30 min (H)
und unmittelbar vor der Beschichtung
am IWT – Bremen mit Aluminiumoxid
abgestrahlt

Das Sol T42 entspricht dem der ersten Serie, das Sol T43 ist eine Weiterentwicklung [31]. Die Keramik wurde wieder in fünf Bränden aufgetragen (siehe Kap. 3.3.4). Die 21er Gruppen (F, G, H) wurden ebenfalls in weitere Gruppen zu je 7 Prüfkörpern (1, 2, 3) aufgeteilt und den verschiedenen Lagerungsbedingungen unterworfen (Abb. 3.6). Es sollte wieder der Einfluß der Lagerung in 35 °C Wasser (2. Gruppe) und der Temperaturwechsellast (3. Gruppe) in bezug auf die Trockenlagerung (1. Gruppe) und die verschiedenen Beschichtungen untersucht werden. Somit ergeben sich 9 Gruppen zu je 7 Proben (gesamt 63 Proben) (Tab. 3.6). Unter der Gruppennummer sind jeweils die fortlaufenden Nummern der Prüfkörper (106 – 168) aufgeführt.

Die 1. Gruppe (F1 – H1) wurde 4 Wochen im Temperaturschrank bei konstant 35 °C trocken gelagert.

Die 2. Gruppe (F2 – H2) wurde 4 Wochen im Temperaturschrank bei konstant 35 °C in aqua dest naß gelagert.

Die 3. Gruppe (F3 – H3) wurde einer Temperaturwechsellast (TWL) unterzogen, d.h. 5000mal von 5 (+/- 2) °C kaltem Wasser in 55 (+/- 2) °C warmes Wasser für jeweils 60 Sekunden getaucht. Die Biegeversuche wurden wieder an einem Tag hintereinander durchgeführt (siehe Kap. 3.3.6).

2. Serie Titandioxid	Gruppe		
	35 °C trocken	35 °C, naß	TWL
T 42, 900 °C	F1 119 – 125	F2 106 – 111	F3 112 – 118
T 43, 600 °C	G1 140 – 146	G2 126 – 132	G3 133 – 139
T 42, 600 °C, abgestrahlt	H1 161 – 168	H2 147 – 153	H3 154 – 160

Tab. 3.7 Einteilung der Prüfkörper Nummer 106 – 168

3.4 Oberflächenuntersuchungen

Ausgewählte Proben sind nach der Durchführung des SCHWICKERATH – Test für eine vergleichende Untersuchung durch Rasterelektronenmikroskopie (REM) und energiedispersive Röntgenstrahlanalyse (EDX) vorbereitet worden.

- Aus der Gruppe der trocken gelagerten Proben jeder Beschichtung wurde eine ausgewählt (Probennummer 15, 36, 57, 78 und 99) und durch forciertes Biegen per Hand die Keramik zum vollständigen Absprengen vom Legierungsplättchen gebracht. Die Verbundzone wurde keramikseitig und legierungsseitig in der Aufsicht (Abb. 3.9) untersucht (REM und EDX). Dabei galt das Augenmerk der Frage des Einflusses der unterschiedlichen Beschichtungen. Die Legierungsplättchen und die zugehörigen Keramikplättchen kamen auf einem geeigneten Träger zu liegen.
- Fünf weitere trocken gelagerte Proben (Nummer 16, 37, 58, 79, und 100) wurden für die Untersuchung der Verbundzone im Längsschnitt ausgewählt (Abb. 3.10). Dabei ist die Keramik auf dem Legierungsträger belassen worden.

Es erfolgt die Einbettung der Prüfkörper in Kunstharz (Akemi – Transparent, Firma J. Wirz, D – Düsseldorf), um ein Ablösen der Keramiksicht vom Legierungsträger bei der anschließenden Weiterverarbeitung zu verhindern.

Die Proben stehen senkrecht mit der Längsseite auf einem Stück Tesafilm beim Eingießen des angemischten Kunstharzes. Nach 24 Stunden wurde ca. 1 mm der Proben auf einem Schleifgerät mit rotierenden Schmirgelpapierscheiben in aufsteigend feiner werdender Körnung (200, 400, 600, 1000, 1200) und steter Wasserkühlung abgetragen.

Die Feinpolitur mit Diamantpolierpaste (Metadi II Paste) und rotierendem Poliertuch sollte eine riefenfreie spiegelnde Oberfläche (Kontrolle im Mikroskop) erzeugen. Mit Alkohol und aqua dest erfolgte die Entfernung von Polierresten. Ergebnis dieser Prozedur ist ein Längsschnitt durch die Probekörper etwa in der Mitte. Die so vorbereiteten Proben wurden mit elektrisch leitender kohlenstoffhaltiger Masse (Leit – C, Fa. Neubauer Chemikalien) auf Objektträger fixiert und mit Leitsilberbahnen (Silver paint, Fa. Agar scientific LTD) versehen. Das soll Bild - und Kontraststörungen vermeiden.

In einem Sputtergerät (SCD – 40, Fa. Balzer Union) wurden die Proben mit einer 100 Å dicken Kohlenstoffsicht bedampft, die dem Abfluß der Elektronen dient. Der Kohlenstoff mit seiner relativen Atommasse von 12,01 liegt unterhalb der Nachweisgrenze des Detektors für die EDX – Analyse. Die Proben wurden in die Untersuchungskammer des Rasterelektronenmikroskopes (Cambridge – Stereoscan 150 MK 2) eingeführt und in unterschiedlichen Vergrößerungen die Bruchflächen und der Bruchlinienverlauf in der Verbundzone Metall – Keramik betrachtet. Von typischen Stellen wurden REM – Aufnahmen erstellt.

Zur Analyse der Elementenverteilung in der Verbundzone gelangte das EDX – Gerät PV 9100 (Fa. Edax) zum Einsatz. Die Proben konnte dazu in der vakuumevakuierten Untersuchungskammer belassen werden. Ein gebündelter Elektronenstrahl regt die oberflächlichen Atome zur Emission charakteristischer Röntgenstrahlung an. Nach Neigung um 30° zur Waagerechten und Elektronenstrahlbeschuß eines ausgewählten Areals der Probe konnte die Elementenverteilung dargestellt und ausgewertet werden (Abb. 3.8 beispielhaft).

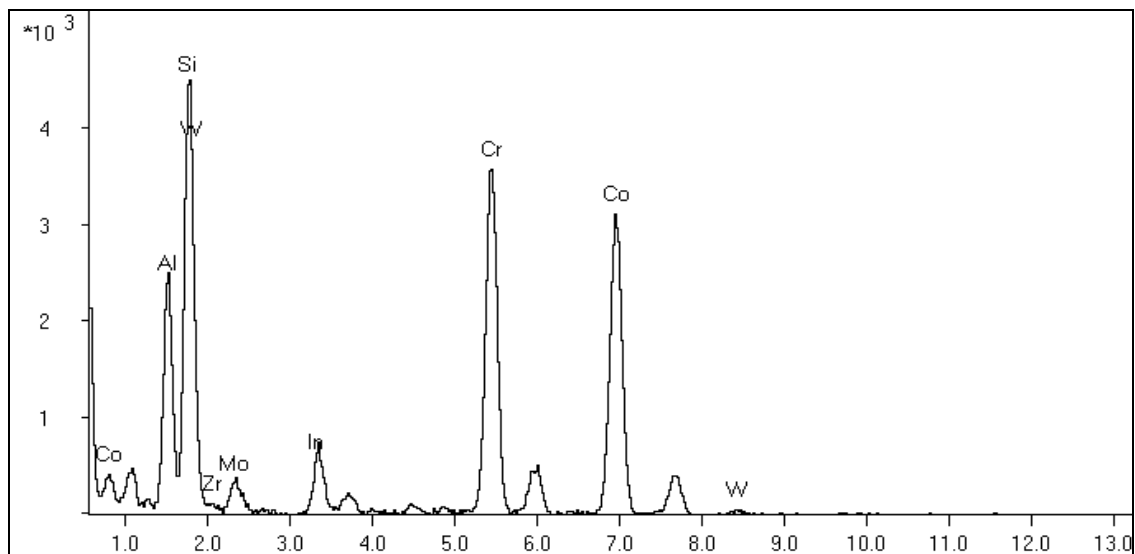


Abb. 3.8 Elementverteilung der Legierungsoberfläche (unbeschichtete Probe)

Sechs verschiedene Areale sind durch Flächenanalyse untersucht worden:
Bei 50-facher Vergrößerung wurde ein Spot von $300 \times 240 \mu\text{m}^2$ zur Analyse ausgewählt:

1. Verbundzone Legierung (Abb. 3.9)
2. Verbundzone Keramik (Abb. 3.9)
3. Legierungsoberfläche außerhalb der Verbundzone (Abb. 3.9)

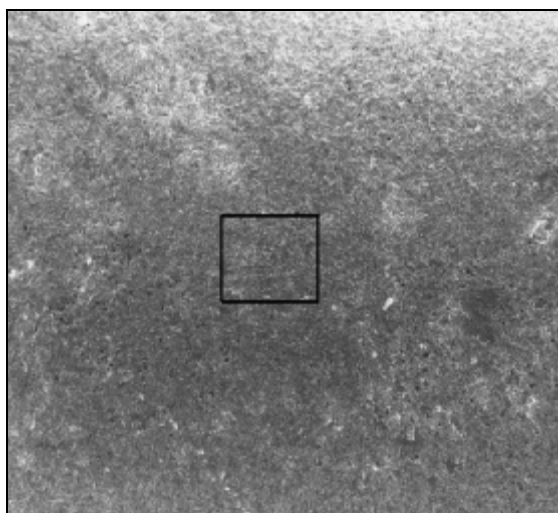


Abb. 3.9 Beispiel für Flächenanalyse der Legierungsoberfläche

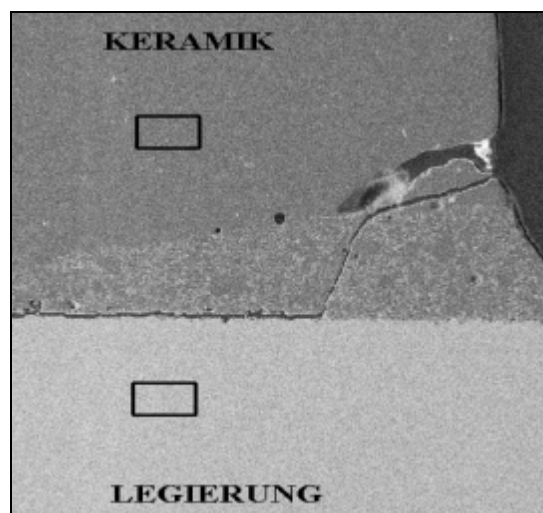


Abb. 3.10 Beispiel für Flächenanalyse der Längsschnitte

Bei 100-facher Vergrößerung wurde ein Spot von $150 \times 120 \mu\text{m}^2$ zur Analyse ausgewählt:

4. Legierung im Längsschnitt (Abb. 3.10)
5. Keramik im Längsschnitt (Abb. 3.10)

Bei 1900-facher Vergrößerung wurde ein Spot von ca. $1 \times 0,8 \mu\text{m}^2$ analysiert:

6. Opakekeramik im Längsschnitt (Abb. 3.10)

Anhand dieser EDX – Analysen sollte die Verteilung der Elemente in der Verbundzone dargestellt werden.

3.5 Statistisches Verfahren

In der vorliegenden Arbeit sind in der 1. Serie fünfzehn verschiedene Gruppen zu je sieben Metall – Keramik – Prüfkörpern ($n = 105$) auf ihre Verbundfestigkeit geprüft worden, in der 2. Serie neun verschiedene Gruppen zu je sieben Metall – Keramik – Prüfkörpern ($n = 63$). Für die Einzelmeßwerte der Verbundfestigkeit ($n = 168$) wurde der Mittelwert, der Median, das Minimum, das Maximum, die Standardabweichung und der Variationskoeffizient bestimmt, die Meßwertstatistik erstellt sowie die grafische Darstellung im Balkendiagramm.

3.5.1 Mittelwert

Bei der Berechnung des Mittelwertes dividiert man die Summe der Beobachtungen (x) durch die Anzahl selbiger (n).

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

[Formel 4]

3.5.2 Median

Der Median ist der Wert der Mitte der Meßreihe, welcher von der Hälfte aller Werte unterschritten bzw. überschritten wird. Er ist im Vergleich zum Mittelwert weniger anfällig für Extremwerte.

3.5.3 Standardabweichung

Sie ist ein Maß für die Streuung der Werte um den Mittelwert und errechnet sich nach folgender Formel (Quadratwurzel des Quotienten aus Differenz der Summe der Meßwertquadrate mit dem Summenquadrat der Meßwerte und dem Produkt der Anzahl der Meßwerte mit um 1 reduzierte Anzahl der Meßwerte):

$$s = \frac{\sqrt{n \sum x^2 - (\sum x)^2}}{n(n-1)} \quad \text{[Formel 5]}$$

3.5.4 Variationskoeffizient

Er gibt das Verhältnis der Standardabweichung zum Mittelwert in Prozent an. Damit lassen sich Serien mit unterschiedlichen Mittelwerten vergleichen.

$$V = \frac{100 s}{\bar{x}} \quad \text{[Formel 6]}$$

3.5.5 Prüfstatistik

Für einen Vergleich der einzelnen Gruppen untereinander wurde zuerst mit dem „f – Test“ festgestellt ob ihre Varianzen (Quadrat der Standardabweichungen) vergleichbar sind. Es ergab sich eine heterogene Varianz.

Im weiteren gelangte der „t – Test“ (Student`scher Test) zur Anwendung [76]. Er eignet sich für kleine Stichproben. Die Auslegung erfolgte zweiseitig und für heterogene Varianz. Die Nullhypothese, also die Annahme, es besteht kein Mittelwertunterschied, wurde bei $p = 0,05$ (entspricht 5 % Signifikanz) verworfen.