

4 ERGEBNISSE

Die Verbundfestigkeit wurde aus der im Biege – Scherversuch für jeden Prüfkörper gemessenen Kraft F errechnet. Der Koeffizient k ist dem Diagramm in Abbildung 3.3 (Kap. 3.2.5) wie beschrieben entnommen worden. Es wird diejenige Kurve, welche zu dem Elastizitätsmodul der Legierung gehört, ausgewählt, in diesem Fall aufgrund der ermittelten eigenen Werte 130000 MPa (siehe auch Kap. 3.2.6).

Der Abszissenwert Dicke d des Legierungsprobekörpers (ohne Keramik) wird auf diese Kurve verlängert und am Schnittpunkt kann der zugehörige Ordinatenwert Koeffizient k abgelesen werden.

Für jede Prüfkörpergruppe ist eine Meßwertstatistik bestehend aus Mittelwert, Median, Minimum, Maximum, Standardabweichung und Variationskoeffizient erstellt worden. Meßwertstatistik und Einzelwerte sind dem Anhang (Kap. 8.3.1) zu entnehmen.

4.1 Ergebnisse SCHWICKERATH – Test

4.1.1 Scher – Verbundfestigkeit 1. und 2. Serie

4.1.1.1 Trockenlagerung

In nachfolgender Tabelle (Tab. 4.1) sowie Abbildung (Abb. 4.1) sind die Ergebnisse des Biege – Scherversuch der Sol – Gel – beschichteten Proben nach vierwöchiger Trockenlagerung bei 35 °C dargestellt. Im oberen Teil ist die 1. Serie (A1 – E1), im unteren die 2. Serie (F1 – H1) abgebildet.

1. Serie:

- Die unbeschichteten Kontrollproben (A1) erzielen Verbundfestigkeiten von 48,8 bis 53,2 MPa. Der Mittelwert liegt bei 51,2 MPa, der Variationskoeffizient beträgt 3,0 %.
- Die Verbundfestigkeitswerte der zirkoniumdioxidbeschichteten Proben (B1) liegen zwischen 46,4 und 51,2 MPa. Der Mittelwert liegt bei 48,6 MPa, der Variationskoeffizient beträgt 3,2 %.
- Die Werte für die aluminiumoxidbeschichteten Proben (C1) liegen zwischen 46,1 und 51,6 MPa, der Mittelwert beträgt 48,4 MPa und der Variationskoeffizient beträgt 4,4 %.
- Die siliziumdioxidbeschichteten Proben (D1) erzielen Haftwerte von 44,8 bis 47,9 MPa. Der Mittelwert beträgt 46,3 MPa sowie der Variationskoeffizient 2,7 %.
- Bei den titandioxidbeschichteten Proben (E1) liegen die Werte zwischen 47,2 und 53,5 MPa. Der Mittelwert beträgt 49,4 MPa, der Variationskoeffizient beträgt 4,3 %.

2. Serie:

- Die titandioxidbeschichteten Proben der ersten Variation (F1: 900 °C Wärmebehandlung) erreichten Werte zwischen 46,3 und 53,8 MPa, der Mittelwert beträgt 49,0 MPa bei einem Variationskoeffizienten von 5,2 %.
- Die titandioxidbeschichteten Proben der zweiten Variation (G1: modifizierte Sol – Gel – Zusammensetzung) erzielten Werte zwischen 45,6 und 51,5 MPa. Der Mittelwert liegt bei 49,5 MPa, der Variationskoeffizient bei 4,1 %.
- Für die dritte Variation der titandioxidbeschichteten Proben (H1: unmittelbar vor dem Beschichten am IWT – Bremen mit Aluminiumoxid abgestrahlt) wurden Werte von 43,6 bis 53,8 MPa bei einem Mittelwert von 49,4 MPa und Variationskoeffizient von 7,6 % gemessen.

Gruppe	Mittelw [MPa]	Median [MPa]	Min [MPa]	Max [MPa]	Stdabw [MPa]	V.koeff [%]	Sol – Gel – Beschichtung
1.Serie							
A1	51,2	51,1	48,8	53,2	1,6	3,0	Unbeschichtet Kontrolle
B1	48,6	48,9	46,4	51,2	1,6	3,2	Zirkoniumdioxid ZTP-A, 600 °C
C1	48,4	47,3	46,1	51,6	2,1	4,4	Aluminiumdioxid AcAc, 600 °C
D1	46,3	46,0	44,8	47,9	1,3	2,7	Siliziumdioxid TEOS, 600 °C
E1	49,4	48,8	47,2	53,5	2,1	4,3	Titandioxid T 42, 600 °C
2.Serie							
F1	49,0	48,4	46,3	53,8	2,6	5,2	Titandioxid T 42, 900 °C
G1	49,5	49,9	45,6	51,5	2,0	4,1	Titandioxid T 43, 600 °C
H1	49,4	50,2	43,6	53,8	3,7	7,6	Titandioxid T 42, 600 °C, gestrahlt

Tab. 4.1 Verbundfestigkeit der Kobalt – Chrom – Legierung mit der Keramik nach 4 - wöchiger trockener Lagerung bei 35 °C unter Berücksichtigung der verschiedenen Sol – Gel – Beschichtungen

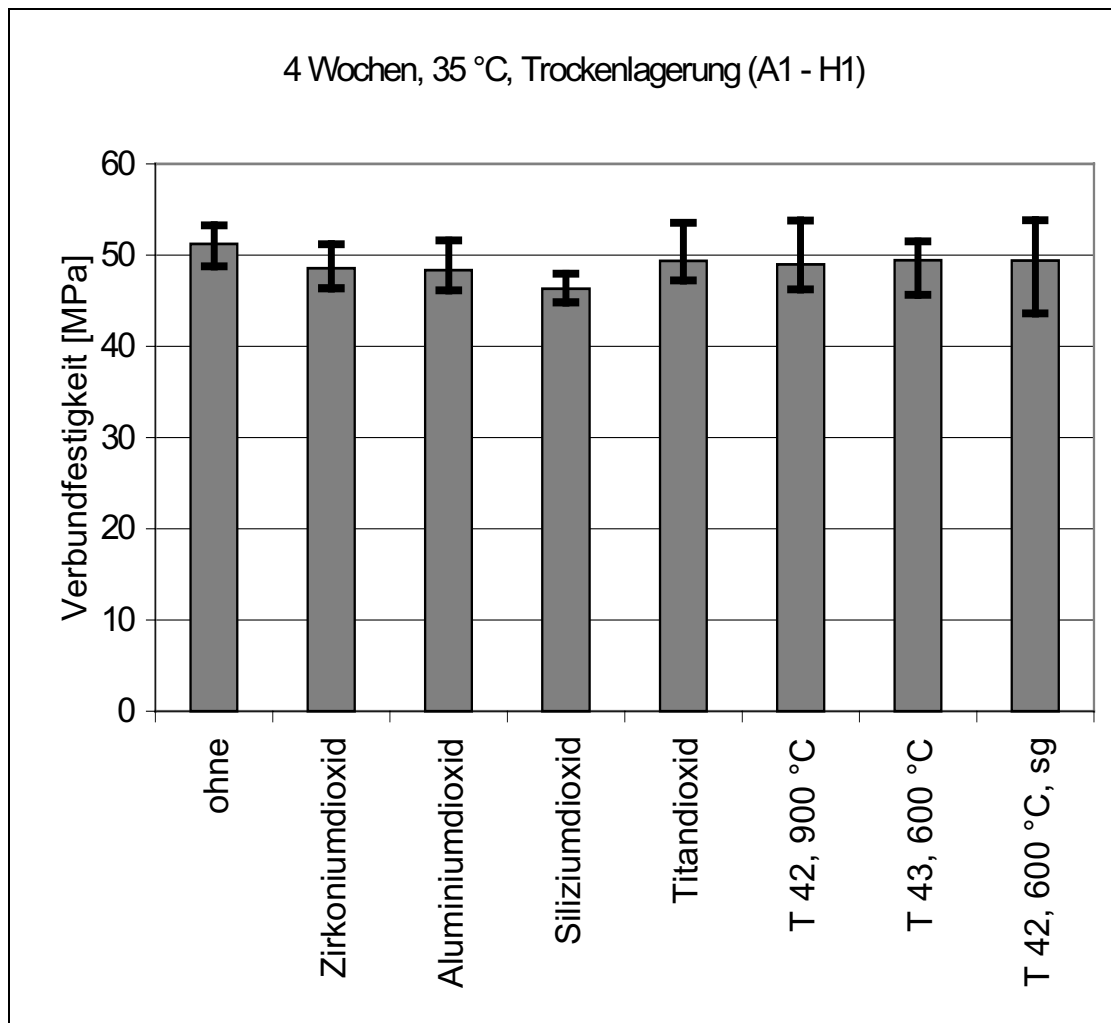


Abb. 4.1 Verbundfestigkeit der Kobalt – Chrom – Legierung mit der Keramik nach 4 - wöchiger trockener Lagerung bei 35 °C unter Berücksichtigung der verschiedenen Sol – Gel – Beschichtungen

Zur Überprüfung möglicher statistischer Unterschiede kam der t-Test (Student'scher Test) [76] für Mittelwertunterschiede kleiner Stichproben bei heterogener Varianz zur Anwendung. Er wurde zweiseitig ausgelegt. Die Nullhypothese, also die Annahme, es besteht kein Mittelwertunterschied, wurde bei $p = 0,05$ (5 % Signifikanz) verworfen (Tab. 4.2).

1. Serie:

- Die siliziumdioxidbeschichteten Proben schneiden signifikant ungünstiger als alle anderen ab.
- Die unbeschichteten Kontrollproben weisen signifikant höhere Werte als die zirkoniumdioxidbeschichteten sowie aluminiumoxidbeschichteten Proben auf.
- Titandioxidbeschichtete Proben unterscheiden sich in der Höhe der Verbundfestigkeit nicht signifikant von den unbeschichteten Proben.

2. Serie:

- Die Titandioxid – Sol – Gel – Modifikationen weisen keine signifikanten Unterschiede in bezug auf die unbeschichtete Kontrollgruppe sowie die titandioxidbeschichteten Proben der 1. Serie auf.

1. Serie	B1 ZrO ₂	C1 Al ₂ O ₃	D1 SiO ₂	E1 TiO ₂
A1 unbeschichtet	**	*	***	n.s.
B1 ZrO ₂		n.s.	*	n.s.
C1 Al ₂ O ₃			*	n.s.
D1 SiO ₂				**

2. Serie	E1 TiO ₂	F1 T42, 900 °C	G1 T43, 600 °C	H1 T42, 600 °C, abgestrahlt
A1 unbeschichtet	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
E1 TiO ₂		n.s.	n.s.	n.s.
F1 T42, 900 °C			n.s.	n.s.
G1 T43, 600 °C				n.s.

n.s. = p > 0,05 = Unterschied nicht signifikant

* = p < 0,05 = Unterschied signifikant mit 95 % Sicherheit

** = p < 0,01 = 99 % Sicherheit

*** = p < 0,001 = 99,9 % Sicherheit

Tab. 4.2 Statistische Auswertung nach 4 - wöchiger trockener Lagerung der Prüfkörper bei 35 °C

4.1.1.2 Naßlagerung

In nachfolgender Tabelle (Tab. 4.3) sowie Abbildung (Abb. 4.2) sind die Ergebnisse des Biege – Scherversuchs der Sol – Gel – beschichteten Proben nach 4 - wöchiger Lagerung in aqua dest bei 35 °C dargestellt. Im oberen Teil ist die 1. Serie (A2 – E2), im unteren die 2. Serie (F2 – H2) abgebildet.

1. Serie:

- Die unbeschichteten Kontrollproben (A2) erzielen Verbundfestigkeiten von 45,2 bis 54,9 MPa. Der Mittelwert liegt bei 50,1 MPa, der Variationskoeffizient beträgt 6,7 %.
- Die Verbundfestigkeitswerte der zirkoniumdioxidbeschichteten Proben (B2) liegen zwischen 45,4 und 52,9 MPa. Der Mittelwert liegt bei 50,0 MPa, der Variationskoeffizient beträgt 5,0 %.
- Die Werte für die aluminiumoxidbeschichteten Proben (C2) liegen zwischen 39,3 und 46,5 MPa, der Mittelwert beträgt 44,1 MPa und der Variationskoeffizient 5,8 %.
- Die siliziumdioxidbeschichteten Proben (D2) erzielen Haftwerte von 38,5 bis 43,7 MPa. Der Mittelwert beträgt 40,6 MPa sowie der Variationskoeffizient 5,5 %.
- Bei den titandioxidbeschichteten Proben (E2) liegen die Werte zwischen 48,3 und 56,1 MPa. Der Mittelwert beträgt 51,4 MPa, der Variationskoeffizient 6,2 %.

2. Serie:

- Die titandioxidbeschichteten Proben der ersten Variation (F2: 900 °C Wärmebehandlung) erreichten Werte zwischen 44,7 und 52,9 MPa, der Mittelwert beträgt 48,7 MPa bei einem Variationskoeffizient von 6,6 %.
- Die titandioxidbeschichteten Proben der zweiten Variation (G2: modifizierte Sol – Gel – Zusammensetzung) erzielten Werte zwischen 43,0 und 55,6 MPa. Der Mittelwert liegt bei 51,1 MPa, der Variationskoeffizient bei 8,9 %.

- Für die dritte Variation der titandioxidbeschichteten Proben (H2: unmittelbar vor dem Beschichten am IWT Bremen mit Aluminiumoxid abgestrahlt) wurden Werte von 45,4 bis 53,1 MPa bei einem Mittelwert von 49,5 MPa und Variationskoeffizient von 5,7 % gemessen.

Gruppe	Mittelw [MPa]	Median [MPa]	Min [MPa]	Max [MPa]	Stdabw [MPa]	V.koeff [%]	Sol – Gel – Beschichtung
1.Serie							
A2	50,1	50,2	45,2	54,9	3,4	6,7	Unbeschichtet Kontrolle
B2	50,0	49,7	45,4	52,9	2,5	5,0	Zirkoniumdioxid ZTP-A, 600 °C
C2	44,1	45,0	39,3	46,5	2,6	5,8	Aluminiumdioxid AcAc, 600 °C
D2	40,6	40,0	38,5	43,7	2,2	5,5	Siliziumdioxid TEOS, 600 °C
E2	51,4	49,5	48,3	56,1	3,2	6,2	Titandioxid T 42, 600 °C
2.Serie							
F2	48,7	47,8	44,7	52,9	3,2	6,6	Titandioxid T 42, 900 °C
G2	51,1	52,6	43,0	55,6	4,6	8,9	Titandioxid T 43, 600 °C
H2	49,5	50,4	45,4	53,1	2,8	5,7	Titandioxid T 42, 600 °C, gestrahlt

Tab. 4.3 Verbundfestigkeit der Kobalt – Chrom – Legierung mit der Keramik nach 4 - wöchiger Lagerung in aqua dest bei 35 °C unter Berücksichtigung der verschiedenen Sol – Gel – Beschichtungen

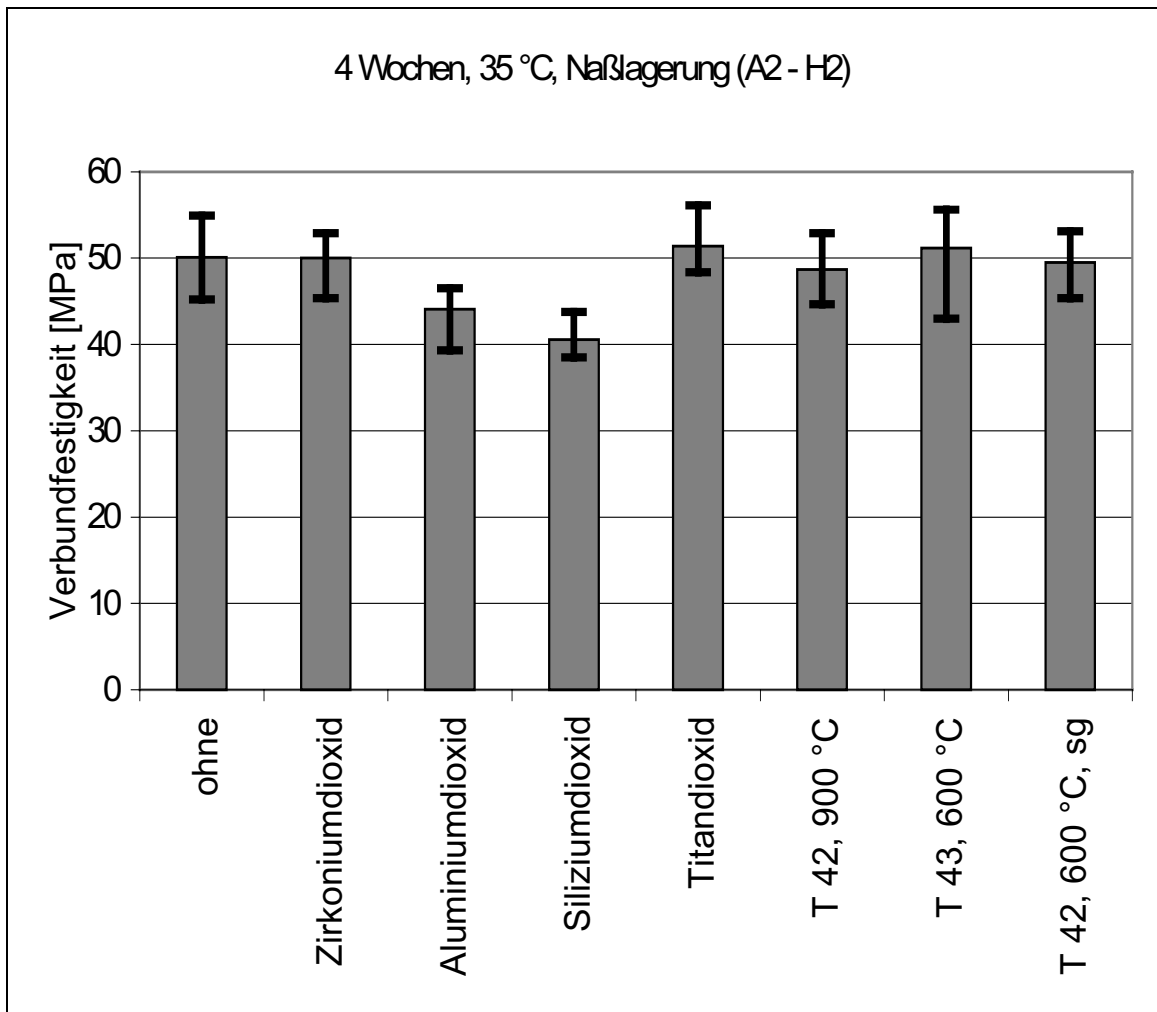


Abb. 4.2 Verbundfestigkeit der Kobalt – Chrom – Legierung mit der Keramik nach 4 - wöchiger Lagerung in aqua dest bei 35 °C unter Berücksichtigung der verschiedenen Sol – Gel – Beschichtungen

Zur Überprüfung möglicher statistischer Unterschiede kam der t-Test (Student'scher Test) [76] für Mittelwertunterschiede kleiner Stichproben bei heterogener Varianz zur Anwendung. Er wurde zweiseitig ausgelegt. Die Nullhypothese, also die Annahme, es besteht kein Mittelwertunterschied, wurde bei $p = 0,05$ (5 % Signifikanz) verworfen (Tab. 4.4).

1. Serie:

- Titandioxidbeschichtete und zirkoniumdioxidbeschichteten Proben zeigen keine signifikanten Unterschiede gegenüber den unbeschichteten Kontrollproben auf.
- Siliziumdioxid- und aluminiumoxidbeschichtete Proben zeigen signifikant niedrigere Werte als die anderen Gruppen.

2. Serie:

- Die Variationen des Titandioxid – Sol – Gels weisen keine signifikanten Unterschiede in bezug auf die unbeschichtete Kontrollgruppe sowie die titandioxidbeschichteten Proben der 1. Serie auf.

1. Serie	B2 ZrO ₂	C2 Al ₂ O ₃	D2 SiO ₂	E2 TiO ₂
A2 unbeschichtet	n.s.	**	***	n.s.
B2 ZrO ₂		***	***	n.s.
C2 Al ₂ O ₃			*	***
D2 SiO ₂				***

2. Serie	E2 TiO ₂	F2 T42, 900 °C	G2 T43, 600 °C	H2 T42, 600 °C, abgestrahlt
A2 unbeschichtet	n.s.	n.s.	n.s.	n.s.
E2 TiO ₂		n.s.	n.s.	n.s.
F2 T42, 900 °C			n.s.	n.s.
G2 T43, 600 °C				n.s.

n.s. = $p > 0,05$ = Unterschied nicht signifikant

* = $p < 0,05$ = Unterschied signifikant mit 95 % Sicherheit

** = $p < 0,01$ = 99 % Sicherheit

*** = $p < 0,001$ = 99,9 % Sicherheit

Tab. 4.4 Statistische Auswertung nach 4 - wöchiger Lagerung der Prüfkörper in aqua dest bei 35 °C

4.1.1.3 Thermocycling

In nachfolgender Tabelle (Tab. 4.5) sowie Abbildung (Abb. 4.3) sind die Ergebnisse des Biege – Scherversuchs der Sol – Gel – beschichteten Proben nach 5000 Temperaturwechselzyklen dargestellt. Im oberen Teil ist die 1. Serie (A3 – E3), im unteren die 2. Serie (F3 – H3) abgebildet.

1. Serie:

- Die unbeschichteten Kontrollproben (A3) erzielen Verbundfestigkeiten von 46,7 bis 54,5 MPa. Der Mittelwert liegt bei 51,1 MPa, der Variationskoeffizient beträgt 6,0 %.
- Die Verbundfestigkeitswerte der zirkoniumdioxidbeschichteten Proben (B3) liegen zwischen 48,4 und 54,1 MPa. Der Mittelwert liegt bei 51,1 MPa, der Variationskoeffizient beträgt 5,0 %.
- Die Werte für die aluminiumoxidbeschichteten Proben (C3) liegen zwischen 41,6 und 48,7 MPa, der Mittelwert beträgt 46,0 MPa und der Variationskoeffizient liegt bei 5,8 %.
- Die siliziumdioxidbeschichteten Proben (D3) erzielen Haftwerte von 38,2 bis 44,7 MPa. Der Mittelwert liegt bei 41,6 MPa sowie der Variationskoeffizient bei 5,7 %.
- Bei den titandioxidbeschichteten Proben (E3) liegen die Werte zwischen 46,2 und 55,2 MPa. Der Mittelwert beträgt 49,8 MPa, der Variationskoeffizient liegt bei 6,0 %.

2. Serie:

- Die titandioxidbeschichteten Proben der ersten Variation (F3: 900 °C Wärmebehandlung) erreichten Werte zwischen 43,4 und 50,3 MPa, der Mittelwert beträgt 47,3 MPa bei einem Variationskoeffizienten von 5,2 %.
- Die titandioxidbeschichteten Proben der zweiten Variation (G3: modifizierte Sol – Gel – Zusammensetzung) erzielten Werte zwischen 45,0 und 54,9 MPa. Der Mittelwert liegt bei 49,4 MPa, der Variationskoeffizient bei 6,2 %.

- Für die dritte Variation der titandioxidbeschichteten Proben (H3: unmittelbar vor dem Beschichten am IWT – Bremen mit Aluminiumoxid abgestrahlt) wurden Werte von 46,5 bis 54,7 MPa bei einem Mittelwert von 49,0 MPa und Variationskoeffizient von 6,2 % gemessen.

Statistik	Mittelw. [MPa]	Median [MPa]	Min [MPa]	Max [MPa]	Stdabw [MPa]	V.koeff. [%]	Sol – Gel – Beschichtung
1.Serie							
A3	51,1	49,8	46,7	54,5	3,1	6,0	Unbeschichtet Kontrolle
B3	51,1	50,5	48,4	54,1	2,5	5,0	Zirkoniumdioxid ZTP-A, 600 °C
C3	46,0	46,8	41,6	48,7	2,6	5,8	Aluminiumdioxid AcAc, 600 °C
D3	41,6	41,8	38,2	44,7	2,4	5,7	Siliziumdioxid TEOS, 600 °C
E3	49,8	49,2	46,2	55,2	3,0	6,0	Titandioxid T 42, 600 °C
2.Serie							
F3	47,3	47,0	43,4	50,3	2,5	5,2	Titandioxid T 42, 900 °C
G3	49,4	49,2	45,0	54,9	3,1	6,2	Titandioxid T 43, 600 °C
H3	49,0	48,1	46,5	54,7	3,0	6,2	Titandioxid T 42, 600 °C, gestrahlt

Tab. 4.5 Verbundfestigkeit der Kobalt – Chrom – Legierung mit der Keramik nach 5000 Temperaturwechselzyklen unter Berücksichtigung der verschiedenen Sol – Gel – Beschichtungen

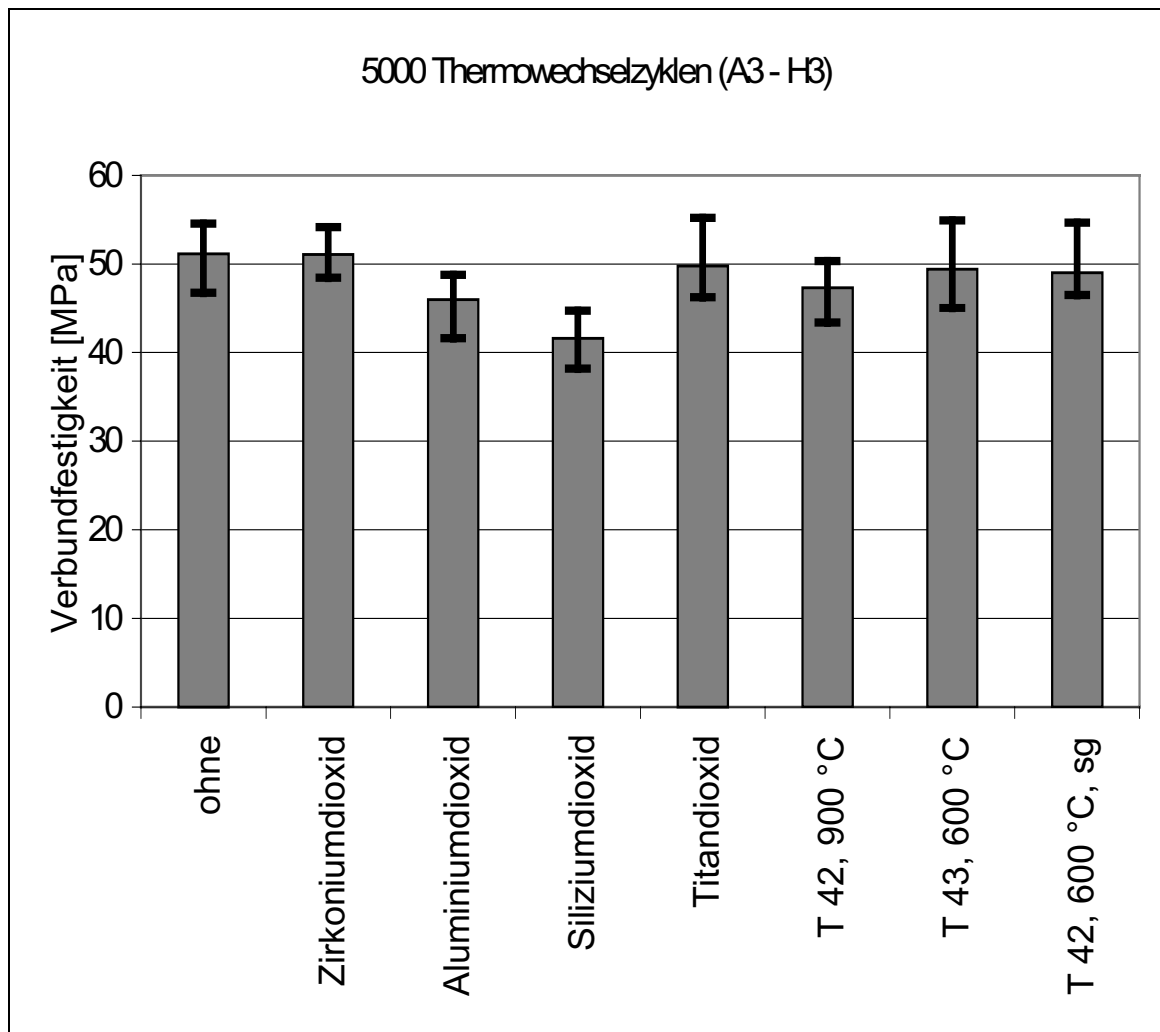


Abb. 4.3 Verbundfestigkeit der Kobalt – Chrom – Legierung mit der Keramik nach 5000 Temperaturwechselzyklen unter Berücksichtigung der verschiedenen Sol – Gel – Beschichtungen

Zur Überprüfung möglicher statistischer Unterschiede kam der t-Test (Student'scher Test) [76] für Mittelwertunterschiede kleiner Stichproben bei heterogener Varianz zur Anwendung. Er wurde zweiseitig ausgelegt. Die Nullhypothese, also die Annahme, es besteht kein Mittelwertunterschied, wurde bei $p = 0,05$ (5 % Signifikanz) verworfen (Tab. 4.6).

1. Serie:

- Titandioxidbeschichtete und zirkoniumdioxidbeschichteten Proben zeigen keine signifikanten Unterschiede gegenüber den unbeschichteten Kontrollproben auf.
- Siliziumdioxid- und aluminiumoxidbeschichtete Proben zeigen signifikant niedrigere Werte als die anderen Gruppen.

2. Serie:

- Die Variationen des Titandioxid – Sol – Gels weisen keine signifikanten Unterschiede in bezug auf die titandioxidbeschichteten Proben der 1. Serie auf.
- Die titandioxidbeschichteten Proben der ersten Variation (900 °C Wärmebehandlung) zeigen signifikant niedrigere Werte als die Kontrollgruppe.

1. Serie	B3 ZrO ₂	C3 Al ₂ O ₃	D3 SiO ₂	E3 TiO ₂
A3 unbeschichtet	n.s.	**	***	n.s.
B3 ZrO ₂		**	***	n.s.
C3 Al ₂ O ₃			**	*
D3 SiO ₂				***

2. Serie	E3 TiO ₂	F3 T42, 900 °C	G3 T43, 600 °C	H3 T42, 600 °C, abgestrahlt
A3 unbeschichtet	n.s.	*	n.s.	n.s.
E3 TiO ₂		n.s.	n.s.	n.s.
F3 T42, 900 °C			n.s.	n.s.
G3 T43, 600 °C				n.s.

n.s. = p > 0,05 = Unterschied nicht signifikant

* = p < 0,05 = Unterschied signifikant mit 95 % Sicherheit

** = p < 0,01 = 99 % Sicherheit

*** = p < 0,001 = 99,9 % Sicherheit

Tab. 4.6 Statistische Auswertung nach Thermocycling der Prüfkörper

4.1.1.4 Vergleich der Lagerungsarten

In der nachfolgenden Abbildung (Abb. 4.4) und Tabelle (Tab. 4.7) erfolgte eine zusammenfassende Darstellung der Mittelwerte aus den vorigen Kapiteln (Kap. 4.1.1.1 – 4.1.1.3), zum Zwecke eines Vergleichs zwischen den Lagerungsarten Naßlagerung und Thermocycling in bezug auf die Trockenlagerung innerhalb der jeweiligen Beschichtung sowie der statistischen Auswertung.

Für die 1. und 2. Serie ergibt sich folgendes Bild:

- In der Kontrollgruppe ohne Beschichtung sind keine signifikanten Einflüsse der Lagerungsarten auf die Verbundfestigkeit feststellbar.
- Bei den zirkoniumdioxidbeschichteten Proben erzielten die thermocyclierten Prüfkörper mit durchschnittlich 51,1 MPa signifikant höhere Verbundfestigkeiten als die trockengelagerten mit mittelwertigen 48,6 MPa.
- In der Gruppe der aluminiumoxidbeschichteten Proben verringerte sich die Verbundfestigkeit nach Naßlagerung signifikant von mittelwertig 48,8 MPa auf mittelwertig 44,1 MPa.
- Am deutlichsten stellte sich der Einfluß der Lagerungsart bei den siliziumdioxidbeschichteten Proben dar. Die Werte für die Verbundfestigkeit verringerten sich signifikant von mittelwertig 46,3 MPa auf mittelwertig 41,6 MPa nach Thermocycling und mittelwertig 40,6 MPa nach Naßlagerung.
- In den titandioxidbeschichteten Gruppen der 1. und 2. Serie sind keine signifikanten Einflüsse der Lagerungsarten auf die Verbundfestigkeit feststellbar

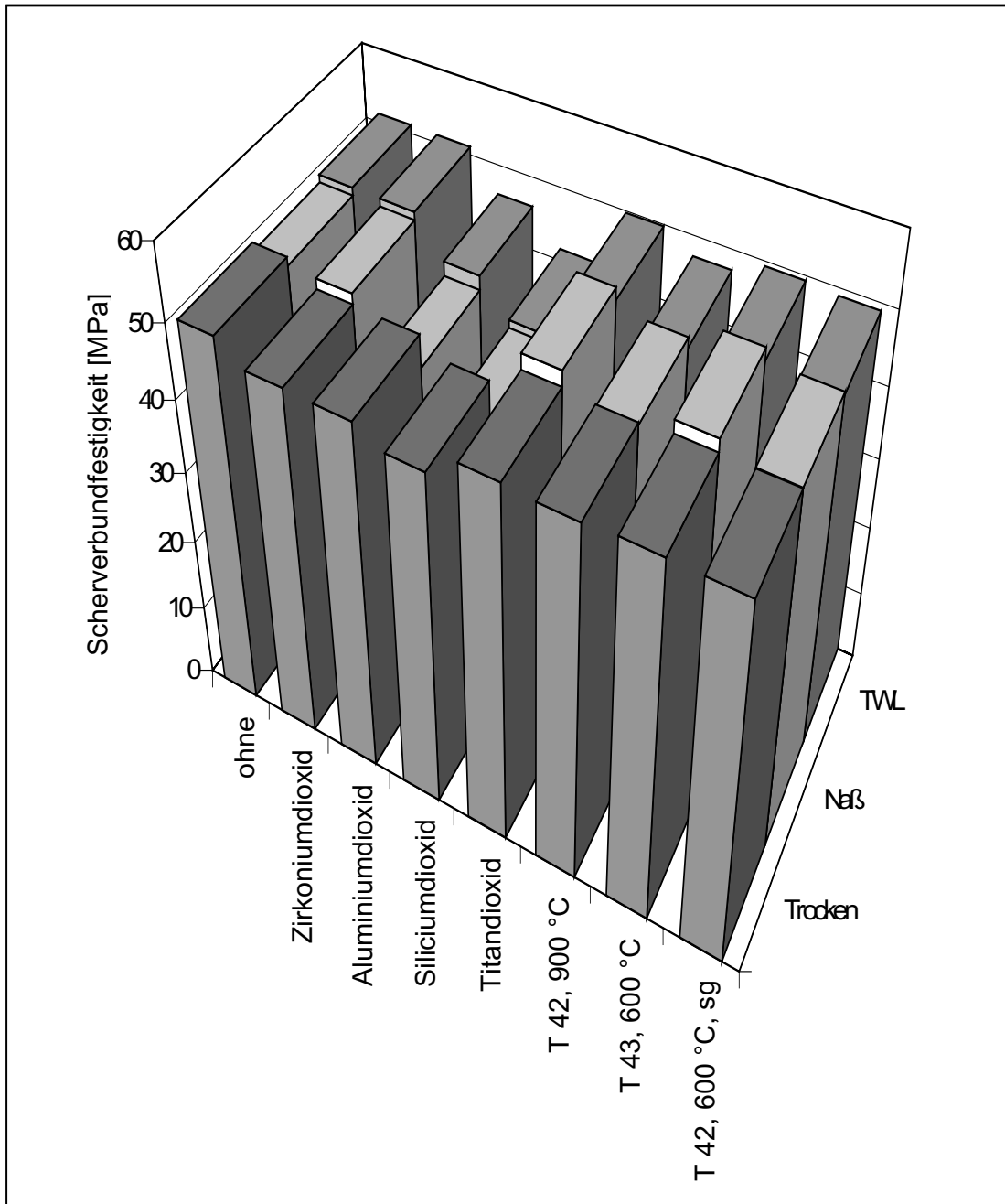


Abb. 4.4 Einfluß der Lagerungsarten auf den Haftverbund innerhalb der verschiedenen Beschichtungen

Beschichtung	Lagerungsart		
	Trocken	Naß	TWL
Ohne (Kontrolle)	51,2 MPa	50,1 MPa n.s.	51,1 MPa n.s.
Zirkoniumdioxid	48,6 MPa	50,0 MPa n.s.	51,1 MPa *
Aluminiumdioxid	48,4 MPa	44,1 MPa **	46,0 MPa n.s.
Siliciumdioxid	46,3 MPa	40,6 MPa ***	41,6 MPa ***
Titandioxid	49,4 MPa	51,4 MPa n.s.	49,8 MPa n.s.
T 42, 900 °C	49,0 MPa	48,7 MPa n.s.	47,3 MPa n.s.
T 43, 600 °C	49,5 MPa	51,1 MPa n.s.	49,4 MPa n.s.
T 42, 600 °C, sg	49,4 MPa	49,5 MPa n.s.	49,0 MPa n.s.

n.s. = $p > 0,05$ = Unterschied nicht signifikant
 * = $p < 0,05$ = Unterschied signifikant mit 95 % Sicherheit
 ** = $p < 0,01$ = 99 % Sicherheit
 *** = $p < 0,001$ = 99,9 % Sicherheit

Tab. 4.7 Mittelwerte der Verbundfestigkeiten der Kobalt – Chrom – Legierung der einzelnen Beschichtungen im Vergleich der verschiedene Lagerungsarten und statistische Auswertung

4.2 Ergebnisse der oberflächenanalytischen Untersuchungen

4.2.1 Ergebnisse der REM – Analyse

Bei der Auswertung der REM – Aufnahmen der Längsschnitte durch die Proben (Nummer 16, 37, 58, 79, 100), konnten keine Unterschiede im Bruchlinienverlauf der einzelnen Beschichtungsvarianten festgestellt werden. Die Zone des Versagens lag immer zwischen Legierung und Keramikopaker (adhäsiver Bruch). Nur am Ende des Keramikkörpers ging der Bruch durch die Keramik (kohäsiver Bruch). Die nachfolgenden Abbildungen zeigen jeweils eine Beschichtungsvariante (Abb. 4.5 – 4.10).

Auch in der Aufsicht auf die Abrißfläche war immer ein völliges Ablösen des Keramikopaker und der Oxidschicht von der Legierung zu erkennen. Das stellte sich folgendermaßen dar. Die Legierungsoberfläche, die nicht von Keramik bedeckt war, besaß nach dem Brand die grüngraue Farbe der Oxidschicht. Nach dem vollständigen Ablösen der Keramik, erschien unter dieser wieder die stumpfsilberne Farbe der Legierung und die grüngraue Oxidschicht haftete an dem Keramikopaker.

REM – Aufnahmen von Bruchverläufen, 100 - fache Vergrößerung (Abb. 4.5 – 4.10):

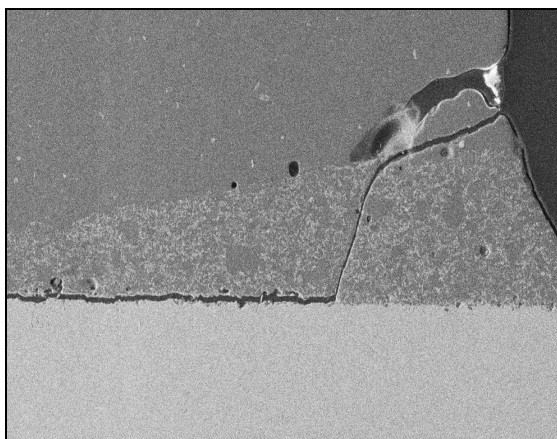


Abb. 4.5 Zirkoniumdioxid

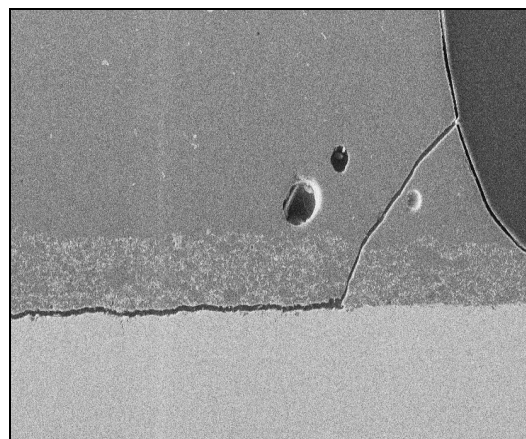


Abb. 4.6 Aluminiumoxid

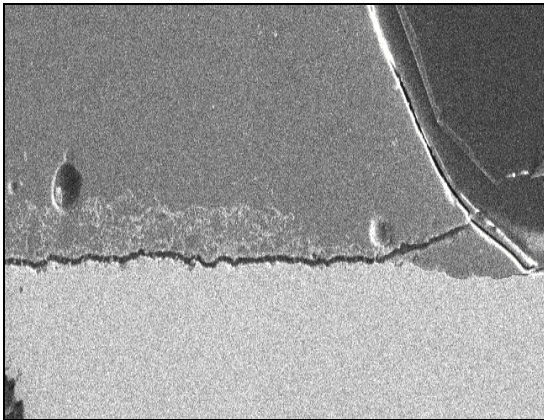


Abb. 4.7 Siliziumdioxid

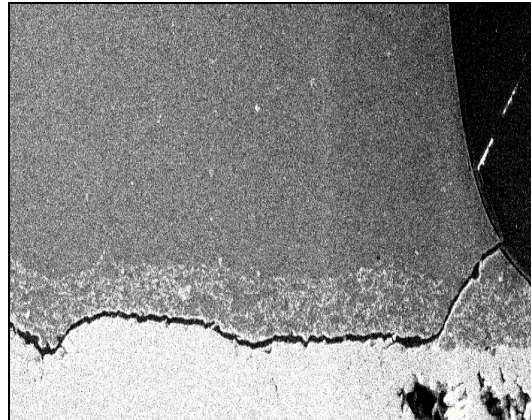


Abb. 4.8 Titandioxid

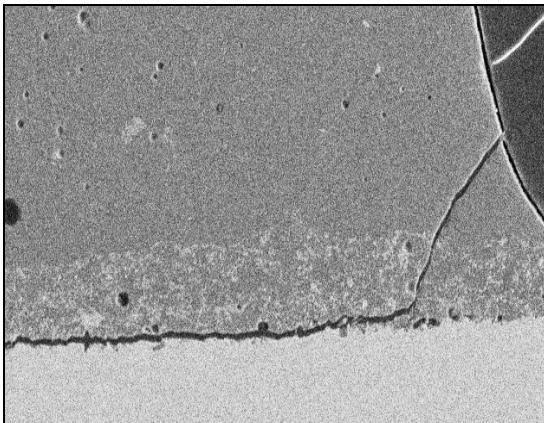


Abb. 4.9 ohne Beschichtung

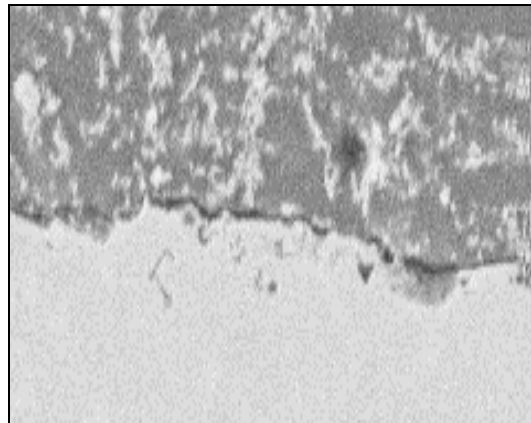


Abb. 4.10 Verbundzone Vergr. 2000x

4.2.2 Ergebnisse der EDX – Analyse

Die Meßwerte der EDX – Analyse wurden aufbereitet und in Form von Tabellen und Grafiken für die einzelnen Sol – Gel – Beschichtungen der 1. Serie und die unbeschichteten Kontrollproben dargestellt (siehe Anhang Kap. 8.3.2, Tab. 8.25 – 8.29 und Abb. 8.1 – 8.10). Es wurden fünf Bereiche der Verbundzone untersucht (siehe auch Kapitel 3.4).

Die Darstellung erfolgt von links nach rechts, für jedes Element separat, beginnend mit der Zusammensetzung der Dentinkeramik, gefolgt von der Analyse der Opaquekeramik.

Es schließt sich die Oxidschicht (inklusive der zusätzlich im Sol – Gel – Verfahren aufgetragenen Metalloxidschicht) an. Diese ist aufgeteilt in Keramikbruchseite und Legierungsbruchseite. Zuletzt ist die Legierungszusammensetzung aus der EDX – Analyse und nach Herstellerangaben aus Tabelle 3.1 (Kap. 3.1.1) aufgeführt (Tab. 4.8).

So kann ein annähernd quantitatives Verteilungsprofil der Elemente in der Verbundzone dargestellt und auf stattfindende Diffusions - und Anreicherungs - vorgänge geschlossen werden. Beispielhaft werden hier die ausgewählte Werte der unbeschichteten Kontrollprobe dargestellt (Abb. 4.11).

- Chrom hat einen Anteil von ca. 24 % in der Legierung, in der Verbundzone legierungsseitig von 21 % sowie ca. 16 % keramikseitig, in der Opaque - keramik gegen null.
- Kobalt hat einen Anteil von ca. 62 % in der Legierung, auf der Legierungsbruchseite 47 %, auf der Keramikbruchseite fällt er auf ca. 4 % ab und in der Opaquekeramik gegen null.
- Cer ist mit ca. 20 % in seiner höchsten Konzentration in der Opaquekeramik und der Keramikbruchseite nachweisbar.
- Aluminium hat in der Keramik ca. 15 % Anteil, in der Opaquekeramik ca. 14 %, auf der Keramikbruchseite ca. 14 % sowie der Legierungsbruchseite ca. 9 % und in der Legierung null.
- Silizium geht von ca. 40 % in der Keramik, über ca. 31 % in der Opaquekeramik auf ca. 18 % keramikseitig, ca. 4 % legierungsseitig zurück.

	Verbundzone					Zusam - mensetz - ung der Legierung lt. Tab. 3.1
	Oxidschicht			Bruchversagen		
	Dentin- keramik	Opaque- keramik	Keramik- bruchseite	Legierungs- bruchseite	Legierung	
Zone						
Element	c(100%)	c(100%)	c(100%)	c(100%)	c(100%)	c(100%)
Co	0,25	0,51	3,55	47,00	61,52	61,0
Cr	0,23	0,77	15,72	21,00	23,75	26,0
Mo	4,07	3,51	2,72	3,45	5,66	6,0
W	1,24	1,02	1,21	3,78	5,05	5,0
Ce	4,08	20,93	20,01	5,86	1,85	0,5
Si	39,67	30,59	17,67	4,32	0,00	1,0
In	21,84	11,18	10,28	1,94	0,99	-
Al	15,19	13,82	13,58	9,16	0,44	-
K	7,09	7,85	3,56	0,62	0,00	-
Zr	3,50	5,64	6,76	1,70	0,48	-
Ti	2,84	4,19	4,94	1,17	0,26	-

Tab. 4.8 EDX – Analyse der Verteilung der Elemente in der Verbundzone der unbeschichteten Kontrollprobe

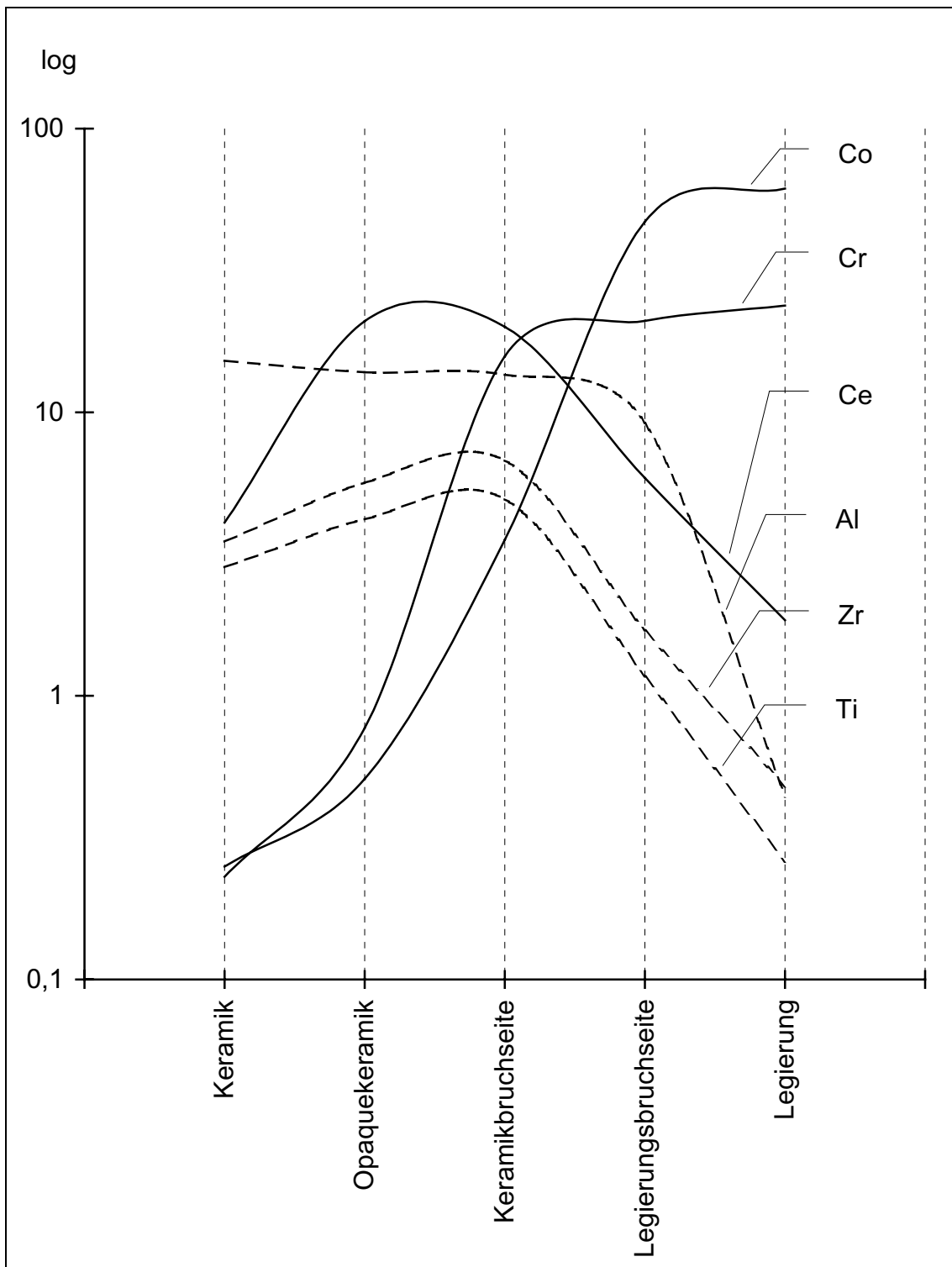


Abb. 4.11 Konzentrationsgradienten ausgewählter Elemente in der Verbund - zone (EDX – Analyse) einer unbeschichteten Kontrollprobe

Bei der Analyse der keramikfreien Legierungsoberfläche ergab sich folgendes Bild (Tab. 4.9 und 4.10).

- Aluminium hat auf den Oberflächen einen Anteil zwischen ca. 5 % bei den titandioxidbeschichteten Proben und ca. 8 % bei den unbeschichteten Proben, in der Legierung keinen Anteil (wahrscheinlich Ablagerungen durch Abstrahlen).
- Silizium hat Anteile von ca. 3 % bei den titandioxidbeschichteten Proben bis ca. 9 % bei den aluminiumoxidbeschichteten Proben, in der Legierung keinen Anteil (wahrscheinlich Ablagerungen durch Abstrahlen).
- Chrom hat Anteile von ca. 24 % bei den zirkoniumdioxidbeschichteten Proben bis ca. 37 % bei den titandioxidbeschichteten Proben, in der Legierung einen Anteil von ca. 24 – 25 %.

Beschichtung	Zirkonium - dioxid	Aluminium - oxid	Silizium - dioxid	Titan - dioxid	ohne
Element	c(100%)	c(100%)	c(100%)	c(100%)	c(100%)
Co	36,48	40,22	41,58	39,94	42,26
Cr	24,43	25,87	29,11	36,90	31,66
Mo	4,84	3,07	4,49	3,30	4,56
W	2,65	2,90	3,31	2,72	2,89
Ce	2,50	2,24	2,74	2,31	2,41
Si	5,54	9,00	6,37	3,42	4,06
In	5,38	4,65	4,62	3,17	3,61
Al	7,18	9,83	6,42	4,65	7,60
K	0,04	0,93	0,02	0,00	0,00
Zr	10,44	0,62	0,79	0,48	0,53
Ti	0,53	0,68	0,52	3,11	0,41

Tab. 4.9 EDX – Analyse der Legierungsoberfläche außerhalb des Keramik - layers der trockengelagerten Proben 15, 36, 57, 78, 99

Beschichtung	Zirkonium - dioxid	Aluminium - oxid	Silizium - dioxid	Titan - dioxid	ohne
Element	c(100%)	c(100%)	c(100%)	c(100%)	c(100%)
Co	64,77	63,14	64,44	63,07	61,52
Cr	24,99	24,59	24,81	24,25	23,75
Mo	4,59	5,00	4,75	5,01	5,66
W	4,43	4,91	4,26	5,16	5,05
Ce	0,92	1,31	1,06	1,46	1,85
Si	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
In	0,11	0,40	0,17	0,29	0,99
Al	0,09	0,30	0,20	0,25	0,44
K	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Zr	0,06	0,24	0,21	0,40	0,48
Ti	0,04	0,11	0,10	0,11	0,26

Tab. 4.10 EDX – Analyse der Legierung Wirobond C im Längsschnitt der trok -
kengelagerten Probekörper Nummer 16, 37, 58, 79, 100