

3 MATERIAL UND METHODE

3.1 Verwendete Materialien

3.1.1 Verwendete Legierungen

Für die Herstellung der Metallplättchen wurden folgende Legierungen benutzt:

- Wirobond C, eine Kobalt-Chrom-Legierung (ohne Beryllium, Nickel)
(Charge 9892)
- Wiron NT , eine berylliumfreie Nickel-Chrom-Legierung (Charge 0044)
- Ponto Lloyd G , eine hochgoldhaltige Legierung mit einem Goldanteil von 84 %
(Charge 107100)
- Bio Ponto Star, eine hochgoldhaltige Legierung mit einem Goldanteil von 87 %
(Charge 107830)
- Auro Lloyd KF, eine goldreduzierte Legierung mit einem Goldanteil von 55 %
(Charge 107550)
- Bio Platin Lloyd, eine hochgoldhaltige Legierung mit einem Goldanteil von 75 %
(Charge 108210)
- Platin Lloyd KF, eine hochgoldhaltige Legierung mit einem Goldanteil von 72,8 %
(Charge 108140)

3.1.2 Verwendete Keramiken

Als herkömmliche Keramik wurde die Verblendkeramik der Firma Vita, Omega 900, auf die Metallplättchen aufgetragen.

- Vita Opaque Liquid (Charge 12076 / 1)
- Vita opaque A 3,5 (Charge 4228)
- Vita dentin A 3,5 (Charge 4302)
- Vita modelling fluid (Charge 75344)

Duceragold der Firma Degussa wurde als Vertreter der niedrigschmelzenden Keramiken ausgewählt.

- Duceragold Redoxopaker
- Duceragold Pastenopaker
- Duceragold Dentin DA 3,5

3.1.3 Verwendete Geräte und Zusatzmaterialien

- Siliciumkarbidschleifpapier 100, 400, 600, 1000, 2500, 4000 der Firma Wirtz, Düsseldorf
- Plattenwachs (Stärke 0,5 mm) der Firma Omnident
- Einbettharz und Härter der Firma Wirtz Buehler
- Einbettmasse Bellavest T der Firma BEGO
- Korox 250 μ m, 110 μ m Edelkorund der Firma BEGO

- Vakuumanrührgerät Multivac 4 Degussa
- Vorwärmofen EWL Typ 5615 Firma Kavo
- Gusschleuder Tiegelschleuder TS 3 Degussa und Globucast KruppDental
- Sandstrahlgerät Topstar 3 Kavo
- Dampfstrahlgerät Aquaclean 3 Degussa
- Bügelfeinmessschraube
- Keramikbrennofen Vacuumat 250 der Firma Vita
- Meßlehre zum Beschichten
- Schleifmaschine Phoenix Alpha Buehler
- Universalprüfmaschine Instron Modell 6025
- Stereoauflichtmikroskop, Firma Carl Zeiss
- Rasterelektronenmikroskop Stereo scan der Firma Cambrigde

3.2 Herstellung der Prüfkörper

3.2.1 Herstellung der Metallplättchen

Für die Versuche wurden pro Metall-Keramik-System 6 Serien á 7 Prüfkörper hergestellt. Es wurden dementsprechend 42 Prüfkörper je Metall-Keramik-Verbundsystem hergestellt. Insgesamt umfasste die Herstellung 294 Metallrohlinge. Die Maße der Metallplättchen sollten 3 mm · 0,5 mm · 25 mm betragen [89]. Dazu wurden die Gusswachsplatten auf einer gekühlten Glasplatte in 3mm breite und etwa 30 mm lange Plättchen mit einem Skalpell zurechtgeschnitten.

In einer Muffel der Größe 9 wurden jeweils 8 Plättchen angestiftet, eingebettet und nach Herstellerangaben gegossen. Nach dem Ausbetten wurden die Rohlinge sandgestrahlt und abgetrennt. Die Plättchen wurden einzeln vermessen und gegebenenfalls mit einer diamantierten Polierscheibe bearbeitet.

Dabei war darauf zu achten, dass die Dimensionierung in der Dicke möglichst nicht durch andere Bearbeitung als das Abstrahlen erfolgte, um die übliche labortechnische Vorgehensweise zu verfolgen.

Nach der Dimensionierung wurde jedes Metallplättchen einzeln vermessen und die Maße für die Auswertung notiert.

Die Oberflächenkonditionierung (siehe Tab. 3.1) wurde nach Vorgabe der Hersteller durchgeführt.

In der Regel erfolgte diese in der Reihenfolge: abstrahlen, abdampfen, Oxidbrand, abstrahlen (ggfls. Aurocidbad) und das endgültige Reinigen mit dem Dampfstrahlgerät.

	Abstrahlen (Korngröße) (Druck)	Abdampfen	Oxidbrand (Temperatur) (Dauer) (Vakuum)	Abstrahlen /Aurocidbad	Ab- dampfen
Wirobond C	250 µm 3 - 4 bar	-	-	-	+
Wiron NT	250 µm 3 - 4 bar	+	950 °C 10 min -	250 µm 3 - 4 bar	+
Ponto Lloyd G	110 µm 2 - 3 bar	+	900 °C 10 min -	110 µm 2 - 3 bar	+
Bio Ponto Star	110 µm 2 - 3 bar	+	900 °C 10 min -	110 µm 2 - 3 bar	+
Platin Lloyd KF	110 µm 2 - 3 bar	+	800 °C 10 min -	Aurocid 60 °C 10-15 min	+
Auro Lloyd KF	110 µm 2 - 3 bar	+	800 °C 10 min -	Aurocid 60 °C 10-15 min	+
Bio Platin Lloyd	110 µm 2 - 3 bar	+	780 °C 10 min -	Aurocid 60 °C 10-15 min	+

Tab 3.1: Oberflächenkonditionierung der verschiedenen Legierungen

3.2.2 Aufbrennen der Keramik

Das Metallplättchen wurde in einer Keramikschichthilfe fixiert (s. Abb.3.1) und die Markierungen, bis zu denen die Keramik aufgetragen werden sollte, mit einem scharfen Skalpell vorsichtig angebracht. Der Duceragoldredoxopaker wurde mit einem feinen Pinsel fast deckend im markierten Bereich aufgetragen und anschließend für mindestens 20 Minuten luftgetrocknet. Es wurde der erste Brand durchgeführt und im Anschluß an das Abkühlen des Probenkörpers wurde der Pastenopaker deckend aufgetragen und ebenfalls mindestens 20 Minuten luftgetrocknet. Nach dem Grundbrand wurden die Plättchen in der Keramikschichthilfe fixiert und der erste Dentinbrand, wobei die Keramikmasse in einer Dicke über 1 mm aufgetragen wurde, um der Schrumpfung zu begegnen, durchgeführt. Beim zweiten Dentinbrand wurde die durch Schrumpfung verloren gegangene Dicke ersetzt. Die Verdichtung der Keramik erfolgte über das Absaugen von Flüssigkeit mittels Papiertücher und dem Riffeln der Keramikmasse. Vor dem Glanzbrand wurde die Ausdehnung des Keramikblockes nochmals überprüft, diese beträgt $8 \text{ mm} \cdot 1 \text{ mm} \cdot 3 \text{ mm}$ [38].

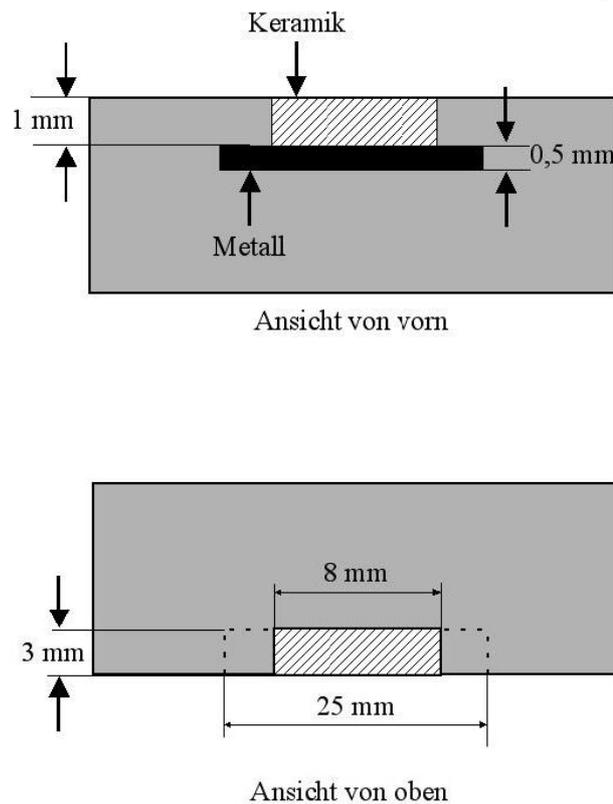


Abb. 3.1: Hilfsmesslehre zum Beschichten der Metallplättchen mit Keramik

Die Beschichtung der Metallkörper mit der Vitakeramik erfolgte ebenfalls, nachdem Markierungen angebracht wurden.

Die Opakermasse wurde mit der entsprechenden Flüssigkeit dazu auf einer Glasplatte angemischt und im ersten Schritt dünn aufgetragen und gebrannt. Der Grundmassebrand erfolgt ebenfalls mit der Opakermasse, welche dabei deckend aufgetragen wurde.

Der erste und zweite Dentinbrand war auch unter Zuhilfenahme der Messlehre aufzutragen, nachdem die Dentinmasse angemischt wurde. Da es für die Versuchsführung ohne Relevanz ist, wie die Farbgebung der Prüfkörper gestaltet wird, konnten die beiden mittleren Brände mit Dentinmasse durchgeführt werden und man verzichtete auf die Verwendung von Schmelzmasse. Der Glanzbrand bildet auch bei dieser Keramik den Abschluß [3,9].

Die beiden unten angeführten Tabellen 3.2 und 3.3 geben den Brennzyklus der Keramiken wieder.

Vita Omega 900 - Brenntabelle für Vacumat 250						
Brand	Vorwärmen in ° C	Dauer in min	Aufheizen in min	Temperatur in ° C	Halten in min	Vacuum in min
Washbrand	600	2	4	900	2	4
Grundbrand	600	2	4	900	1	4
Dentinbrand 1	600	6	6	900	1	6
Dentinbrand 2	600	6	6	890	1	6
Glanzbrand	600	-	4	900	2	-

Tab. 3.2: Brenntabelle für Vita Omega 900 im Vacumat 250

Duceragold - Brenntabelle für Vacumat 250						
Brand	Vorwärmen in ° C	Dauer in min	Aufheizen in min	Temperatur in ° C	Halten in min	Vacuum in min
Redoxopaker	400	6	6	780	5	6
Pastenopaker	400	6	6	780	1	6
Dentinbrand 1	450	6	6	780	1	6
Dentinbrand 2	450	6	6	780	1	6
Glanzbrand	450	4	6	780	2	-

Tab. 3.3: Brenntabelle für Duceragold im Vacumat 250

3.3 Lagerbedingungen

Durch unterschiedlichste Lagerungsbedingungen, denen die Proben ausgesetzt werden, wird der Versuch unternommen, annähernd Ergebnisse zu erzielen, die in ihrer Dimension den tatsächlichen in-vivo-Bedingungen entsprechen.

3.3.1 Lagerung in künstlichem Speichel

Um die dauerhafte Belastung von metallkeramischen Verbundsystemen zu imitieren, werden pro Verbundsystem 21 Prüfkörper in künstlichem Speichel gelagert.

Die Lagerung erfolgt für jeweils 7 Prüfkörper mit der Dauer von einer Woche, einem Monat und sechs Monaten bei einer Durchschnittstemperatur von 35 °C.

Die Korrosionslösung wird in Anlehnung an den „Statischen Immersionstest“, welcher auch als internationale Prüfmethode (DIN EN ISO 1562) empfohlen wird, hergestellt [97].

Aus Natriumchloridlösung und Milchsäurelösung (je 0,1 mol/l) wird eine Korrosionslösung mit einem pH = 2,3 hergestellt und die Proben in ihr aufbewahrt.

3.3.2 Temperaturwechselbad

Nach einem Ergänzungsvorschlag zur ISO Norm 10477, wird als Prüfanordnung eine Beanspruchung auf Temperaturwechsel vorgeschlagen [50,66].

Dabei werden 14 Probenkörper pro Versuchsreihe im Temperaturwechsellaastbad mit 5000 und 10000 Zyklen belastet.

Die Versuchskörper werden mittels eines Schwenkarms für jeweils eine Minute in einem Wasserbad (destilliertes Wasser) von 5 ± 2 °C und einem mit einer Temperatur von 55 ± 2 °C belassen. Damit wird die thermische Beanspruchung im Mund simuliert.

3.3.3 Trockenlagerung

Es werden 7 Probenkörper pro Versuchsreihe nach ihrer Fertigstellung im Trockenschrank bei einer Temperatur von 35 °C für vier Wochen gelagert und anschließend der Drei-Punkt-Biegeprüfung unterzogen.

3.4 Versuchsdurchführung

Den beschriebenen Lagerbedingungen werden jeweils 7 Probenkörper eines jeden Metallkeramikverbundsystems ausgesetzt.

Davon werden 6 Proben im Anschluß der Drei-Punkt-Biegeprüfung unterzogen, während eine Referenzprobe für die licht- und rasterelektronenmikroskopische Untersuchung sowie die EDX-Analyse verbleibt.

3.4.1 Anordnung und Parameter der Biegeapparatur

Die Drei-Punkt-Biegeprüfung wird nach der DIN EN ISO 9693 durchgeführt [13]. Mit der Universalprüfmaschine Instron, Modell 6025, erfolgt die Ausführung.

Eine vorgefertigte Biegeapparatur, die aus zwei Auflagen besteht, deren Weite zueinander universell einstellbar ist, wird in einem Abstand von 20 mm fixiert. Darauf wird der Probenkörper mit der Keramikseite nach unten mittig aufgelegt. Ein Biegestempel mit dem Radius 1 mm wird im oberen Teil der Instron eingespannt, so dass er zentral auf die Probe trifft. Die Kontrolle der Anordnung erfolgt mit einer Messlehre. Für die Biegeprüfung wird eine 1 kN Kraftmessdose benutzt, der Vorschub beträgt 1 mm/min. Jeder Probenkörper wird einzeln aufgelegt und belastet.

Es wird nach SCHWICKERATH und MOSLEY die Kraft aufgezeichnet, bei der sich die Keramiksicht an einem Ende von dem Metallteil löst. Dies ist deutlich durch einen Knick an dem aufgezeichneten Kraftdurchbiegungsdiagramm abzulesen [95]. Die Kraft F , die zum Ablösen der Keramik notwendig war, wird angegeben und für weitere Berechnungen notiert.

3.5 Vorversuch

Das Ziel des Vorversuches bestand darin, sich mit der Technik der Probenkörperherstellung vertraut zu machen und die Ergebnisse auf ihre Übereinstimmung mit bekannten Literaturwerten zu prüfen.

Desweiteren fand eine lichtmikroskopische Untersuchung statt um festzustellen, inwieweit eine Bruchspaltbeurteilung an den Proben in Anschluß an den Versuch durchführbar ist.

3.5.1 Durchführung und Ergebnisse

Es wurden 10 Probenkörper der Verbundkombination Wirobond C/Vita Omega 900 nach Herstellerangaben gefertigt. Diese wurden trocken bei 35 °C eine Woche gelagert und anschließend der Drei-Punkt-Biegeprüfung nach Schwickerath unterzogen. Es wurde eine Vorschubgeschwindigkeit von 1 mm/min und eine 1 kN Kraftmessdose gewählt. Der Versuchsabbruch wurde bei einem Kraftabfall von 0,5 % gewählt. Die Ergebnisse sind in Tab. 3.3 zusammengefaßt.

Wirobond C/Vita Omega 900				
Probe	Kraft in N	Verbundfestigkeit in MPa	Variationskoeffizient	27,8 %
1	14,9	58,11	Mittelwert	49,9 MPa
2	14,8	57,72	Standardabweichung	13,6 MPa
3	13,7	53,43		
4	15,4	60,06	Minimum	20,3 MPa
5	14,9	58,11		
6	6,0	23,40	Maximum	87,8 MPa
7	16,1	62,79		
8	22,5	87,75	Medianwert	58,5 MPa
9	5,2	20,28		
10	15,0	58,50		

Tab. 3.3: Ergebnisse der Drei-Punkt-Biegeprüfung im Vorversuch

Die Dicke der Plättchen wurde mit 0,5 mm einheitlich bestimmt. Der Faktor k hat den Wert $3,9 \text{ mm}^{-2}$.

Bei den lichtmikroskopischen Untersuchungen stellte sich heraus, dass nicht bei jeder Probe eine hinreichende Ablösung der Keramik vom Metall festzustellen war und somit keine Einschätzung des Bruchverlaufes stattfinden konnte.

3.5.2 Schlußfolgerungen für die Hauptversuche

Die ermittelten Verbundfestigkeiten dieser Metall-/Keramikkombination sind mit den bekannten Literaturwerten vergleichbar [101] und die Versuchsdurchführung kann für die weiteren zu prüfenden Metall-/Keramikkombinationen übernommen werden. Da die Ergebnisse der lichtmikroskopischen Untersuchungen nicht zufriedenstellend waren, wurde bei den Hauptversuchen kein Abbruch an der 0,5 % Kraftabfallsgrenze durchgeführt, sondern die Grenze mit einem Kraftabfall von 5 % definiert.

3.6 Mikroskopische Untersuchungen

Mikroskopische Untersuchungen werden vorgenommen um im Anschluß an die Biegeprüfung den Verlauf des Bruchspaltes bewerten zu können. Bei den unbelasteten Proben kann die Verarbeitung und Gestaltung der Metallkeramik für die Beurteilung hinsichtlich eventuell auftretender Fehler mitangeführt werden.

3.6.1 Vorbereitung der Versuchskörper für die lichtmikroskopische Untersuchung

In jeder Versuchsgruppe wurde zum einen die unbelastete und zum anderen die Probe mit dem kleinsten Kraftwert heraussortiert.

Die beiden Proben wurden in einer Silikonform nebeneinander mit dem farblosen Einbettharz Akemi eingebettet und ihre Lage markiert.

Nach dem Ausbetten mußten die neu gewonnenen Probenkörper zurechtgeschliffen werden, was mit Hilfe der Schleifmaschine und beginnend mit den größten Schleifpapierscheiben geschah. Die quer eingebetteten Metallplättchen wurden dabei so angeschliffen, dass ein Querschnitt der Metall-Keramik-Verbundzone an der Oberfläche lag.

Mit dem Schleifpapier und Wasser wurde in absteigender Korngröße die Politur der Oberfläche erreicht und diese anschließend mit Ethanol entfettet.

3.6.1.1 Lichtmikroskopische Untersuchung

Die lichtmikroskopischen Untersuchungen fanden an einem Stereoauflichtmikroskop der Firma Zeiss mit einer 8-/16-/ und 40iger Vergrößerung statt.

Dabei wurde die Beurteilung der Verbundzone vorgenommen und Photographien des Bruchverlaufes erstellt.

3.6.2 Vorbereitung der Versuchskörper für die rasterelektronenmikroskopische Untersuchung / EDX- Analyse

Nach den lichtmikroskopischen Untersuchungen wurden die Proben nochmals entfettet und getrocknet. Die so vorbereiteten Prüfkörper wurden mit einer hauchdünnen Kohlenstoffschicht bedampft, auf einem Objektträger fixiert und mit einer Leitsilberbahn versehen. Anschließend wurden sie in die Vakuumkammer des Rasterelektronenmikroskops eingebracht.

3.6.2.1 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchung / EDX-Analyse

Bei den rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen wurde an der belasteten Probe der Bruchspaltverlauf in der Vergrößerung 350fach und 1000fach begutachtet sowie eine Photographie in der 350fachen Vergrößerung angefertigt.

Die EDX-Analyse erfolgte als Spotanalyse in der 1000fachen Vergrößerung an der unbelasteten Probe und wurde jeweils in einer Entfernung von 2 μm zu den Grenzen der drei Schichten (Metall/Verbundschicht/Keramik) in jeder Schicht durchgeführt. Es konnten damit qualitativ alle vorkommenden Elemente dargestellt und quantitativ in ihrer Verteilung erfasst werden.