

**Aus dem Institut für Zahnmedizin
der Medizinischen Fakultät Charité – Universitätsmedizin Berlin**

DISSERTATION

**Untersuchungen zur Einflussnahme auf die
Verbundfestigkeit von Zirkondioxid zur Verblendkeramik**

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

**vorgelegt der Medizinischen Fakultät
Charité – Universitätsmedizin Berlin**

von

**Andre Boiko
aus Wolgograd**

Gutachter: Prof. Dr. W.B. Freesmayer
Prof. Dr. R. Biffar
PD Dr. W.D. Müller

Datum der Promotion: 20.11.2009

Für Fr. Dr. Barbara Susanne Boiko

Inhaltsverzeichnis

INHALTSVERZEICHNIS	1
1 ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS	4
2 VORBEMERKUNG	5
3 EINLEITUNG	6
4 LITERATURÜBERSICHT	8
4.1 ZIRKONIUM	8
4.1.1 Gewinnung von Zirkonium	9
4.1.2 Verwendung von Zirkonium	10
4.2 ZIRKONIUMDIOXID	11
4.2.1 Chemische und physikalische Eigenschaften	11
4.2.2 Verarbeitung und Formgebung	13
4.2.3 Festigkeit von Keramiken	14
4.2.4 Verwendung von Zirkoniumdioxid	15
4.2.5 Anwendung von Zirkoniumdioxid in der Zahnheilkunde	16
4.2.6 Verschiedene CAD/CAM-Systeme in der Übersicht	17
4.3 FELDSPAT-DENTALKERAMIKEN	25
4.4 ALUMINIUMOXID – KORUND	26
4.5 VERBLENDUNG	27
4.5.1 Metall-Keramik-Verbund	27
4.5.2 Einflussnahme auf den Metall-Keramik-Verbund	28
4.5.3 Methoden zur Prüfung von Metall-Keramik-Verbundsystemen	29
4.5.4 Zirkonoxid-Verblendkeramik-Verbund	31
4.5.5 Oberflächenbehandlung und deren Wirkung	32
5 PROBLEMSTELLUNG	34
6 MATERIAL UND METHODIK	35
6.1 VERWENDETE MATERIALIEN	35
6.1.1 Zirkoniumdioxid – Keramik	35
6.1.2 Die verwendete Verblendkeramik	35
6.1.3 Strahlmittel für Verblendoberflächen	36

6.1.4	Herstellung der Prüfkörper für die Vorversuche	36
6.1.5	Durchführung der Oberflächenkonditionierung als Vorversuche	37
6.2	PROBENKÖRPER FÜR DEN DRUCK-SCHERTEST	39
6.2.1	Klassifikation der Messreihen.....	39
6.2.2	Herstellung der Prüfkörper	39
6.2.3	Oberflächenkonditionierung der Prüfkörper	40
6.2.4	Sinterung	40
6.2.5	Keramikbrand.....	40
6.3	PRÜFMETHODEN.....	43
6.3.1	Rauhigkeitsmessungen-Vorversuche.....	43
6.3.2	Rauhigkeitsmessung der Probenkörper für Verbundtest.....	44
6.3.3	Prüfung der Biegefestigkeit	44
6.3.4	Druck-Schertest	45
6.3.5	Bruchflächenanalyse	46
6.3.6	Analytische Messmethoden	47
6.3.7	REM und EDX – Analysen	47
6.3.8	Röntgendiffraktometrie	49
6.4	STATISTISCHE AUSWERTUNG.....	50
7	ERGEBNISSE.....	51
7.1	ERGEBNISSE DER RAUHEITSMESSUNGEN ALS VORVERSUCHE	51
7.1.1	Oberflächenbehandlung mit unterschiedlichen Korundkorngrößen.....	51
7.1.2	Unpolierte und polierte Oberflächen im Vergleich	52
7.1.3	Oberflächenbehandlungs-Kombination mit Feldspat + Korund	53
7.1.4	Oberflächenbehandlung vor und nach Endsinterung	58
7.2	ERGEBNISSE DER BIEGEFESTIGKEITSMESSUNG	60
7.3	REM UND EDX ANALYSE.....	61
7.3.1	Rückstreuelektronenbilder	61
7.3.2	Elementanalyse mit EDX	66
7.4	ERGEBNISSE DER RÖNTGENDIFFRAKTOMETRIE	70
7.5	ERGEBNISSE ZUR UNTERSUCHUNG DER VERBUNDFESTIGKEIT	72
7.5.1	Rauheitsmessung der Prüfkörper.....	72
7.6	VERBUNDFESTIGKEIT	78
7.6.1	Verbundfestigkeit der Probenreihen ohne TWL	78

7.6.2	Verbundfestigkeit der Probenreihen nach TWL.....	79
7.6.3	Verbundfestigkeit der Referenzproben.....	81
7.7	BRUCHFLÄCHENANALYSE UND QUALITATIVE BEWERTUNG.....	83
8	DISKUSSION	90
8.1	DISKUSSION AUFGABENSTELLUNG	90
8.2	DISKUSSION VERSUCHSAUFBAU	91
8.3	DISKUSSION DER RAUHEITSMESSUNGEN.....	94
8.4	DISKUSSION DER BIEGEFESTIGKEITSERGEBNISSE.....	97
8.5	DISKUSSION DER REM- UND EDX- ANALYSEN.....	98
8.6	DISKUSSION DER RÖNTGENDIFFRAKTOMETRIEERGEBNISSE.....	100
8.7	DISKUSSION DER VERBUNDFESTIGKEITSWERTE.....	101
8.7.1	Diskussion der Verbundwerte ohne TWL.....	101
8.7.2	Diskussion der Verbundwerte nach TWL	101
8.7.3	Diskussion der Referenzwerte	102
8.7.4	Diskussion der Ergebnisse Druck-Schertest gesamt	102
8.8	DISKUSSION DER BRUCHFLÄCHENANALYSE.....	104
8.9	ZUSAMMENFASSENDER ERGEBNISDISKUSSION.....	105
9	ZUSAMMENFASSUNG	106
10	LITERATURVERZEICHNIS	109
11	ABBILDUNGSVERZEICHNIS.....	114
12	TABELLENVERZEICHNIS.....	117
13	FORMELVERZEICHNIS.....	118
14	LEBENS LAUF.....	119

1 Abkürzungsverzeichnis

3Y-TZP	mit 3 Mol% Yttriumoxid teilstabilisiertes tetragonales polykristallines Zirkoniumdioxid
Abb	Abbildung
ca.	circa
CAD/CAM	computer aided design/ computer aided manufacturing
DIN	Deutsches Institut für Normung
EDX	energiedispersive Röntgenspektroskopie
Gew. %	Gewichtsprozent
HIP	hot isostatic pressure
IDS	Internationale Dental Schau
ISO	Internationale Organisation für Normung
M	monoklin
Mol. %	Molprozent
Pk	Prüfkörper
Pr	Probe
R _a	Mittenrauwert
REM	Rasterelektronenmikroskopie
R _{max}	Maximale Rautiefe
R _z	gemittelte Rautiefe
T	tetragonal
Tab.	Tabelle
TWL	Temperaturwechsel
WAK	Wärmeausdehnungskoeffizient
Y ₂ O ₃	Yttriumoxid
z.B.	zum Beispiel
ZrO ₂	Zirkoniumdioxid

2 Vorbemerkung

Die Literatur ist in alphabetischer Reihenfolge ihrer Autoren am Ende der Studie im Literaturverzeichnis zu finden. Auf die Bezeichnungen TM, © oder ® wurde verzichtet. Hieraus kann jedoch nicht geschlossen werden, dass die entsprechenden Marken nicht geschützt sind.

3 Einleitung

Die orale Rehabilitation des Patienten ist zentraler Bestandteil der zahnärztlichen Tätigkeit. Dafür stehen je nach Indikation verschiedene Therapiemöglichkeiten zur Auswahl. Bei der Entscheidungsfindung, in Abstimmung mit dem Patienten, wird vermehrt auf die Gewebeverträglichkeit, die Biokompatibilität und die Ästhetik geachtet. Um diesen Anforderungen gerecht zu werden, müssen entsprechende Materialien zum Einsatz kommen. Gerade keramische Werkstoffe bieten aufgrund ihrer chemischen und physikalischen Eigenschaften aus heutiger Sicht dafür den optimalen Lösungsansatz.

Mit der rasanten Entwicklung der Technologie, vor allem auf dem Gebiet der Computertechnologie, sind heute CAD/CAM-basierte Fertigungsmöglichkeiten gegeben, welche das therapeutische Spektrum innerhalb der Zahnmedizin, und nicht nur dort, geradezu revolutioniert haben.

Dieser technologische Fortschritt beinhaltet jedoch auf einigen Gebieten nur im Zusammenspiel mit der werkstoffkundlichen Forschung und Weiterentwicklung bestehender Systeme einen nachhaltigen Benefit.

So spielten die „klassischen“ Keramiken, die Feldspatkeramiken, nur bei der Verblendung metallischer prothetischer Restaurationen eine Rolle. Für die alleinige Anwendung im Sinne einer vollkeramischen Restauration waren diese Werkstoffe aufgrund ihrer physikalischen Eigenschaften nicht geeignet. Durch Modifikationen in der Zusammensetzung und den Einsatz von Oxidkeramiken, sowie durch die Adhäsivtechnik ist es jedoch gelungen, vollkeramische Systeme einer breiteren Anwendung zugänglich zu machen. Einen besonderen Platz nimmt hier aufgrund der sehr hohen Bruchfestigkeit das Zirkoniumdioxid ein.

2007 wurden ca. 2,5 Millionen vollkeramische Restauration inkorporiert, wobei der Anteil der CAD/CAM-gefertigten Kronen und Brücken bei 72% lag [39]. Diese Zahlen verdeutlichen eindrucksvoll, wie hoch das Vertrauen in die noch junge Technologie ist. Mittlerweile liegen Langzeitstudien für verblendete Vollkeramiksysteme über einen Zeitraum von bis zu fünf Jahren vor, welche dem entgegengebrachten Vertrauen in die Zuverlässigkeit dieser Therapiemittel Rechnung tragen.

Aus den entsprechenden Untersuchungen ging hervor, dass neben der Sekundärkaries das Abplatzen der Verblendkeramik, das so genannte „Chipping“, die Hauptursache für das Versagen der Restauration war [47, 48]. Im direkten Vergleich mit den metallkeramischen Restaurationen, 94,4%, ist die Fünfjahresüberlebensrate von Vollkeramikrestaurationen mit 88,6% laut der Metaanalyse von Sailer geringer [48]. Es ist ersichtlich, dass für die klinische Anwendung die bisher ermittelten Ergebnisse eine ausreichende Evidenz besitzen.

In diesem Zusammenhang ist die Frage nach der möglichen Einflussnahme auf den Haftverbund und eine gezielte Verbesserung dessen von hohem praktischem Interesse. Weiterhin ist es darüber hinaus wünschenswert über eine mögliche Steuerung des Haftverbundes die eigentlichen Mechanismen des Verbundes Zirkoniumdioxid zur Verblendkeramik zu erklären, wozu im Rahmen dieser Arbeit ein Beitrag geleistet werden soll.

4 Literaturübersicht

4.1 Zirkonium

Zirkonium ist ein hartes, dehnbares, silbrig aussehendes Metall mit dem Symbol Zr und der Ordnungszahl 40. Dieses Element entdeckte Martin H. Klaproth in dem er aus einem ceylonesischen Edelstein die „Zirkonerde“ isolierte. Durch Reduktion von Kaliumhexafluorozirkonat ist es dem Chemiker Jöns J. Berzelius 1824 erstmals gelungen, die metallische Form des Elements als schwarzes Pulver darzustellen.

In der Natur kommt Zirkonium ausschließlich in gebundener Form vor. Die wichtigsten Zirkonium-Mineralien sind Baddeleyit, ein Dioxid (ZrO_2) mit einem Zirkonium-Anteil von 72,2% und Alvit, ein Silikat ($ZrSiO_4$) mit einem Zirkonium-Anteil von 48,9%.

Die Mineralien Zirfesit, Katapleit, Laventil und Dalyt enthalten ebenfalls in geringeren Mengen Zirkonium [45].

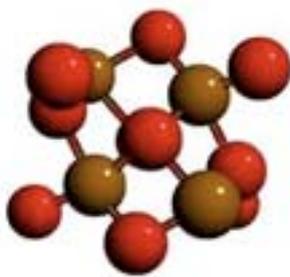


Abb. 1: Baddeleyit Struktur



Abb. 2: Zirkonium

In Pulverform verbrennt das Metall zu Zirkoniumdioxid. Schwefelsäure, Salpetersäure und Salzsäure greifen Zirkonium selbst unter Wärmezufuhr nur wenig an, dagegen ist es jedoch in Königswasser und Flusssäure löslich.

Bei Raumtemperatur ist es wie Titan luftbeständig und bildet an der Oberfläche sehr schnell eine dünne passivierende Oxidschicht. Zirkonium ist somit gegen Korrosion unanfällig [49].

Es sind zwei unterschiedliche Modifikationen des Zirkoniums bekannt. Bis zu einer Temperatur von etwa $865^{\circ}C$ tritt die hexagonale Form auf, welche bei höherer Temperatur in das kubisch raumzentriertes Zirkonium übergeht. Reines Zirkonium besitzt eine Dichte von $6,51 \text{ g/cm}^3$, einen hohen Schmelzpunkt von 2125 K und einen Siedepunkt, der bei 4650 K liegt (Tab. 1).

Tab. 1: Eigenschaften Zirkonium

chem.Element, Symbol	Zr
Ordnungszahl	40
Dichte (bei 20°C)	6.51g cm ⁻³
Schmelzpunkt	1852°C
Siedepunkt	4409 °C
Kristallstruktur(<865°C)	hexagonal
Molmasse	91,22g/mol
Elektronegativität nach Pauling	1,3
Oxidationszustände	4
Schmelzwärme	16,9kJ/mol

4.1.1 Gewinnung von Zirkonium

Die Gewinnung von Zirkonium ist ein komplexer chemisch-physikalischer Prozess, der mit dem Aufschmelzen von zirkonhaltigen Sanden durch Natriumhydroxid beginnt. Dadurch entsteht das Zirkonium(IV)-oxid, das anschließend mittels Kohle im Lichtbogen zu Zirkoniumcarbonitrid umgewandelt wird, und dann wiederum durch Chlorierung zu Zirkonium(IV)-chlorid wird.

Das von Kroll entwickelten Metallothermie-Verfahren zur Herstellung von Titan wird analog bei der Herstellung von reinem Zirkonium angewendet.



Das erhaltene Zirkonium(IV)-chlorid wird nun mit Magnesium in einer Heliumatmosphäre bei erhöhter Temperatur (800°C) zu Zirkonimpulver reduziert. Gereinigt wird dieses Pulver nach dem van-Arkel-de-Boer-Verfahren, wobei ein hafniumhaltiges Zirkonium entsteht.

4.1.2 Verwendung von Zirkonium

Zirkonium als korrosionsbeständiges Metall wird zum Bau chemischer Anlagen in Form von Ventilen, Pumpen oder Rührern genutzt. Auf Grund der Durchlässigkeit für Neutronen findet Zirkonium auch als Hüllmaterial für Brennstoffelemente in Kernkraftwerken Anwendung [52].

In der Elektrotechnik dient es zur Herstellung von Vakuumöfen. Wegen der hellen Flamme und seiner hohen Energiedichte wird Zirkonium auch in der Pyrotechnik benutzt.

4.2 Zirkoniumdioxid

4.2.1 Chemische und physikalische Eigenschaften

Der Schmelzpunkt für Zirkoniumdioxid bzw. Zirkondioxid, umgangssprachlich auch „Zirkonoxid“ genannt, liegt bei 2680 °C und die Dichte beträgt 5,5 g/cm³. Weiterhin wird der E-Modul mit ca. 240 GPa und der WAK α mit $10,0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ angegeben. Die Farbe ist weiß-opak.

Zirkoniumdioxid kommt in Abhängigkeit von der Temperatur in drei verschiedenen Modifikationen vor. Bei Raumtemperatur besitzt es eine monokline Gitterstruktur, die bis 1178 °C stabil ist. Bei Temperaturen darüber kommt es zu einem Phasenwechsel. Es tritt die tetragonale Phase auf, die bis 2370 °C beständig ist und oberhalb dieser Temperatur in eine kubische Gitterstruktur übergeht (Abb. 3).

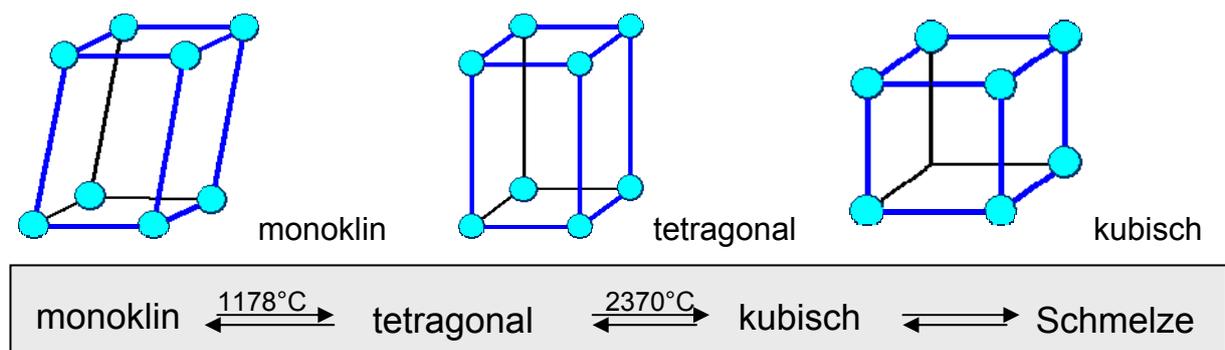


Abb. 3: Modifikationen von Zirkoniumdioxid

Die Umwandlung der tetragonalen Phase in die monokline Phase ist diffusionslos und findet mit einer schallartigen Geschwindigkeit statt. Dieser Vorgang ist der martensitischen Umwandlung beim Vergütungsstahl gleich zu setzen. In Folge dieser schlagartigen Umwandlung während der Abkühlphase tritt bei 950°C eine Volumenzunahme von ca. 3-5 % auf [33]. Diese sprunghafte Volumenzunahme führt zu hohen Spannungen im Gefüge und ist der Grund für Rissbildungen. Reines ZrO_2 kann demzufolge nicht zu dichten sinterfesten Produkten verarbeitet werden [38].

Die Veränderung der Gitterstruktur kann vermieden werden, wenn die martensitische Umwandlungstemperatur zu tieferen Temperaturen verschoben wird [51]. Mit Hilfe von oxidischen Zusätzen ist eine teilweise oder vollständige Stabilisierung in der tetragonalen Phase bei Raumtemperatur möglich. Diese Oxide verhindern während der Abkühlphase nach dem Sinterprozess das Zerspringen der Keramik. Y_2O_3 , CeO_2 , CaO oder

auch MgO sind die meist verwendeten Stabilisatoren. Weiterhin gibt es noch Sc_2O_3 , SiO_2 oder TiO_2 die ebenfalls phasenstabilisierende Eigenschaften besitzen.

Mischt man also kationische Oxide (CeO_2 , CaO , MgO u.a.) zum Zirkoniumdioxid, so werden durch den Einbau der Kationen auf den Gitterplätzen Sauerstoffleerstellen im Kristall erzeugt. Somit fehlt dann zum Beispiel jedes 27te Sauerstoffatom [54]. Dies führt zu einer Erhöhung der Mobilität der Sauerstoffionen und somit zu einer Erhöhung der ionischen Leitfähigkeit des Zirkonoxids. Die Ionenleitfähigkeit ist abhängig von der Konzentration der Dotierung, die minimal notwendig ist, um die tetragonale Phase bei Raumtemperatur zu stabilisieren. Bei den Y_2O_3 verstärkten Zirkoniumdioxid-Keramiken liegt die optimale Yttriumoxidkonzentration bei etwa 6 Gew%.

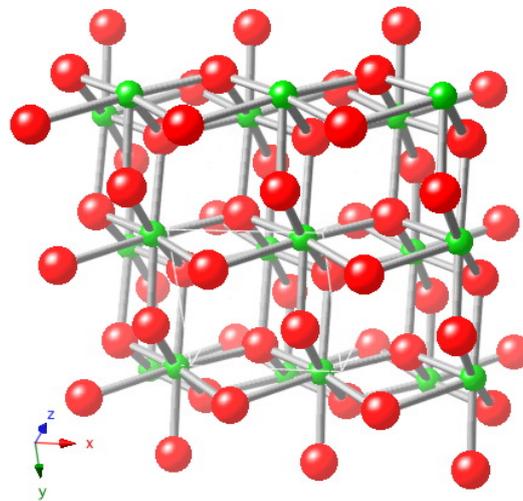


Abb. 4: tetragonales yttriumteilstabilisiertes Zirkoniumdioxid

3Y-TZP-Zirkondioxid (Abb. 4) ist die derzeit am häufigsten eingesetzte Zirkondioxidkeramik. Die Bezeichnung 3Y-TZP steht als Abkürzung für einen Keramikwerkstoff, der mit 3 Mol% (etwa 6 Gew%) Yttriumoxid (Y) verstärkt ist und in der tetragonalen Kristallphase vorliegt. P steht hierbei für die Polykristallinität im Gefüge.

Die Dotierung wirkt sich positiv auf die Festigkeit und die chemische Beständigkeit aus und führt zu einem geringeren Verschleiß. Damit ergeben sich entscheidende Kriterien für den Einsatz in der Zahnmedizin.

Wenn über die Festigkeit der Keramik gesprochen wird, sind die Weibull-Analyse und die Dauerfestigkeit entscheidende Parameter zur Klassifizierung. So hat sich gezeigt, dass Keramiken mit einem höheren Weibull-Modul m und einer höheren Weibull-Festigkeit σ_0 in der Praxis zuverlässiger sind. Gefügequalität bzw. Homogenität korrelieren mit diesen Parametern [58].

Für DC-Zirkon® wurden von Tinschert 1218 MPa für die Weibullfestigkeit σ_0 und 13,3 für den Weibull-Modul ermittelt. Weiterhin wurde ein Risszähigkeitswert K_{Ic} von 11,54 MPa \sqrt{m} gemessen. Zum Vergleich sollen an dieser Stelle die Werte für eine klassische Verblendkeramik genannt werden. So beträgt die Weibull-Festigkeit für die VITA VMK 68-Keramik 87 MPa und der Weibull-Modul 8,9. Die Risszähigkeit wird mit 1,31 MPa \sqrt{m} angegeben [58].

4.2.2 Verarbeitung und Formgebung

Die Formgebung von Keramiken, speziell der Zirkonoxidkeramik, erfolgt durch das Sintern der Pulver oder durch die mechanische Bearbeitung des Festkörpers.

Dieser mechanische Prozess wird entweder durch Fräs- oder Schleifprozesse realisiert, welcher freihändig, durch Kopierschleifen oder durch CAD/CAM-gesteuerte Prozesse erfolgen kann.

Die Formgebung durch das Sintern kann durch Pressen eines Schlickers, eines Pulvers mit Glaszusatz oder freihändig mit einem Schlicker erfolgen. Ein Schlicker entsteht, wenn zum Pulver ein Flüssigkeit gegeben wird, welche den lockeren Zusammenhalt des Pulvers gewährleistet. Diese Flüssigkeiten sind in der Regel wässrige Lösungen anorganischer Salze, die auch lösliche Anteile, wie zum Beispiel Methylcellulose, enthalten können.

Es ist aber auch möglich, den Schlicker mit rein organischen flüssigen Substanzen herzustellen.

Es erfolgt zunächst die lockere erste Formgebung durch Pressen oder freie Modellation. Ist der Schlicker mittels einer wässrigen Lösung angesetzt worden, muss das Wasser später durch einen Trocknungsprozess entfernt werden. Auch die organischen Flüssigkeiten müssen entfernt werden. Bei einem hohen Siedepunkt dieser Substanzen kann man sie auch ausbrennen. In dieser Phase tritt die erste Volumenschrumpfung des Formkörpers auf und es entsteht der so genannte Grünling. Dieser Grünling weist eine sehr geringe mechanische Stabilität auf.

Der Sinterprozess ist jedoch noch nicht abgeschlossen. Es folgen zwei weitere Sinterstufen, wobei Porosität und Volumen stetig abnehmen, die Festigkeit hingegen gesteigert wird.

Die erste Phase dient der Verdichtung, die zweite Stufe führt zu einer Verringerung der Porositäten. Man erhält den Weißkörper. In der dritten Phase kommt es aufgrund der

Ausbildung von Sinterhälsen (Verschmelzungen) unter den Pulverpartikeln zu einer enormen Festigkeitssteigerung. Bei der Bildung des Sinterkörpers in dieser letzten Phase schmelzen lediglich die Ecken der Pulverpartikel an und verbinden sich beim Abkühlen dann fest miteinander.

Dieser Vorgang ist von einer starken Volumenschwindung gekennzeichnet und darf nicht bei zu hohen Temperaturen und über zu lange Zeit durchgeführt werden, da sonst ein zu starker Schmelzvorgang einsetzen kann. Dies würde zu einem Verziehen oder sogar zu einem Zerschmelzen der Formkörper führen. Wird zum Pressen kein Schlicker verwendet, muss eine Glasphase dem keramischen Pulver zugesetzt werden. In diesem Fall wird erst die Glasphase geschmolzen und erst dann erfolgt der Press- und Sintervorgang. Ein zu hoher Anteil der Glasphase geht mit Festigkeitsverlusten einher.

4.2.3 Festigkeit von Keramiken

Die Festigkeit von Keramiken und Gläsern wird in erster Linie durch ihre molekulare Zusammensetzung bestimmt. So führt bei Gläsern der Zusatz von Alkali zu einer Reduzierung, die Zusätze von Al_2O_3 oder B_2O_3 eher zu einer Steigerung der Festigkeit. Bei Glaskeramiken spielen neben der Zusammensetzung vor allem die Art und Menge der kristallinen Phase, die Größe und Art der Kristalle sowie die homogene Verteilung dieser Kristalle eine entscheidende Rolle für die Festigkeit. Bei den Keramiken sind neben der Molekülart vor allem die Kristallgitterstruktur und ihre Homogenität und die vorhandenen Fehlstellen im Gitter die wesentlichen Faktoren der Festigkeit.

Auch spielen die Art der Herstellung und die Fehlerfreiheit der Formkörper eine wichtige Rolle. Je optimaler der Sinterungsprozess und je geringer die Porositäten, umso höher sind die Festigkeitswerte. Werden Keramiken unter Zuhilfenahme von Glasphasen verpresst, können zu hohe Glasanteile sich negativ auf die Festigkeit auswirken.

Bei der mechanischen Bearbeitung durch Schleifen oder Fräsen führen Oberflächenschäden, wie Risse und Kratzer, ebenfalls zu einem vorzeitigen Versagen der Keramik. Diese oberflächlichen Defekte führen über eine Rissausbreitung zum Bruch. Die Widerstandsfähigkeit eines Werkstoffs gegenüber der Rissausbreitung und damit gegenüber Sprödbrüchen wird als Bruchzähigkeit bezeichnet.

Die Formel hierfür ist:

$$K_{ic} = \sigma(\pi a)^{1/2} * Y \text{ (MPa * mm}^{1/2}\text{)}$$

Formel 1: Festigkeit

K_{ic} = kritische Risszähigkeit
 σ = Biegefestigkeit (MPa)
 a = Risstiefe (mm)
 Y = Geometriefaktor

Diese Gleichung zeigt, dass eine bestimmte kritische Bruchspannung und eine bestimmte kritische Risslänge nicht überschritten werden dürfen.

Die sich aus den Messdaten ergebende Bruchzähigkeit ist eine werkstoffspezifische Größe.

Gläser und Keramiken haben in der Regel eine geringe Bruchzähigkeit. Eine Ausnahme stellt die Y-TZP-Keramik dar. Hier ist eine sehr hohe Bruchzähigkeit gegeben. Diese enorme Bruchzähigkeit wird durch die schon beschriebenen kristallinen Umwandlungsvorgänge begründet.

4.2.4 Verwendung von Zirkoniumdioxid

Der erste kommerziell hergestellte Werkstoff kam 1928 auf den Markt. Das Produkt war ein Tiegel für die Metallschmelze und wurde bereits mit MgO stabilisiert. Dieser MgO-stabilisierte ZrO₂-Werkstoff besaß eine nur geringe Festigkeit und Temperaturwechselbeständigkeit.

In den vergangenen 30 Jahren gelang es, diese Eigenschaften durch Variation von Art und Menge der Stabilisatoren zu verbessern [42].

Diese verbesserten Werkstoffe werden heute unter anderem für feuerfeste Auskleidungen in Schmelztiegeln und Behältern benutzt. Sie dienen als Hüllmaterial von Brennstäben in Kernkraftwerken oder werden zur Herstellung von Schleifpapier und als Pigment verwendet. Im Temperaturbereich bis ca. 1600 °C werden teilstabilisierte ZrO₂-Materialien als thermische und elektrische Isolatoren eingesetzt. Außerdem eignen sie sich ebenso als Substrat für Hochtemperatursupraleiter oder als Wärmedämmschicht [30].

Ein Zusatz von 15% Yttriumoxid erhöht die elektrische Leitfähigkeit signifikant, was in der Nernst-Lampe Anwendung fand. Dafür wurden Nernst-Stifte aus einem Gemisch aus Zirkoniumdioxid und Yttriumoxid eingesetzt, die nach elektrischer Erwärmung auf 1000°C ein intensives weißes Licht emittierten. Des Weiteren ist ein Haupteinsatzgebiet in der Luftfahrtindustrie bei der Herstellung von Dieselmotoren zu verzeichnen.

Auch bei der Herstellung von Schneidwerkzeugen spielt der Werkstoff eine stärker werdende Rolle.

In zahlreichen Tests zur Allergenität und zum toxischen Potential wurde schon früh bewiesen, dass Zirkonoxid weder mutagen noch kanzerogen wirkt und dass eine gute Osseointegration zu erreichen ist. Auf Grund der guten Biokompatibilität des Werkstoffes und den mechanischen Eigenschaften wird Zirkoniumdioxid im medizinischen Bereich seit ca. 1985 als künstliches Hüftgelenk in der Endoprothetik verwendet [31].

Damit wurde der Weg geebnet für den Einsatz in der Medizin, speziell in der Zahnmedizin. Auf eine mögliche Anwendung in der Zahnheilkunde wies Sandhaus bereits in den sechziger Jahren des 20. Jahrhunderts hin.

4.2.5 Anwendung von Zirkoniumdioxid in der Zahnheilkunde

Zirkoniumdioxid wird in seiner stabilisierten Form in der Zahnmedizin als Wurzelstifte, Implantate und als Gerüstmaterial für Kronen und Brücken verwendet [20, 31, 51].

Die Herstellung der Kronen und Brücken erfolgt größtenteils mit Hilfe von CAD-CAM-Verfahren. Die Indikation liegt bei Kronen im Front- und Seitenzahnbereich, 4-gliedrigen Brücken im Front – und Seitenzahnbereich, Freidendbrücken, Primärteilen von Konus und Teleskopkronen [62].

Bieniek und Marx übertrugen die Ergebnisse ihrer Untersuchungen betreffend Bruchzähigkeit und Bruchspannung dentalkeramischer Prüfkörper auf die klinische Anwendung mit folgender Zuordnung [11]:

- Klasse I (Bruchzähigkeit bis $2,0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, Bruchspannung bis 100 MPa) für Inlays und Frontzahnkronen
- Klasse II (Bruchzähigkeit bis $3,0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, Bruchspannung bis 150 MPa) für Inlays, Front- und Seitenzahnkronen
- Klasse III (Bruchzähigkeit über $3,0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, Bruchspannung über 150 MPa) für Inlays, Frontzahnbrücken und Kronen
- Klasse IV (noch nicht definiert) für alle Anwendungen einschließlich Seitenzahnbrücken

Die Herstellung in CAD-CAM-Systemen beginnt mit dem Einscannen der präparierten Stümpfe. Aus Rohlingen werden dann mit Hilfe der gespeicherten Scandaten Kronenkäppchen bzw. Brückengerüste gefräst. Auf dem Markt werden derzeit die so genannte Weißkeramik und endgesinterte HIP-Rohlinge angeboten. HIP steht für hot isostatic

pressure. Die Weißkeramik besteht aus vorgesintertem, homogenem Zirkoniumdioxid und ist wesentlich weicher als der endgesinterte Rohling. Sie muss daher nach dem Fräsvorgang bei hohen Temperaturen in einem geeigneten Ofen dichtgesintert werden.

4.2.6 Verschiedene CAD/CAM-Systeme in der Übersicht

Nachdem der Franzose François Duret 1971 mit den Forschungen zur dentalen CAD/CAM-Technologie begann, sind in den nachfolgenden Jahren immer wieder große Erfolge in der Entwicklung dieser Technologie zu verzeichnen. Diese „Quantensprünge“ sind im Voranschreiten der allgemeinen Entwicklung der Computertechnologie und der Weiterentwicklung der dentalen Werkstoffe begründet.

Um die verschiedenen CAD/CAM-Systeme zu klassifizieren, soll zunächst der Behandlungsablauf für CAD/CAM-gefertigten Zahnersatz dargestellt werden [Abb.5].

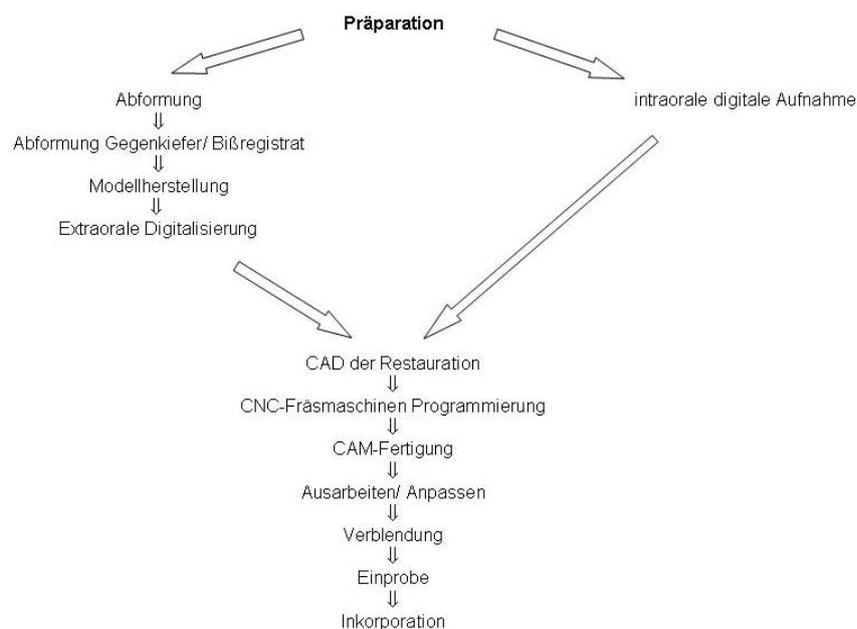


Abb. 5: Arbeitsablauf

Bei Digitalisierung der Zahnstümpfe gibt es zwei verschiedene Ansätze. Das Abtastverfahren und das optische Verfahren. Bei letzterem werden Laser- oder Weißlichtprojektionen verwendet. Durch das optische Triangulationsverfahren wird hier die Oberfläche der Zahnstümpfe digital erfasst.

Die erfassten Daten werden im nächsten Schritt gefiltert und zusammengesetzt (Matching), um die Oberfläche der Präparation digital darzustellen. Mit den so gewonnenen Datensätzen lassen sich nun durch spezielle CAD-Programme die gewünschten Restaurationen am Computer erstellen, unter Berücksichtigung individueller Parameter, wie

z.B. Gerüststärke oder Verbinderdurchmesser. Im nächsten Schritt werden die Daten für CNC-Fräsmaschinen oder für additive Verfahren lesbar gemacht und die Herstellung der prothetischen Arbeit kann beginnen. Auch in diesem Punkt gibt es Unterschiede bei den einzelnen Systemen, eben so im Bereich der zu verwendenden Materialien. Bei der Herstellung wird die Möglichkeit der Chairside- von der Labside- und der zentralen Herstellung unterschieden. Auch sind die Fräsmaschinen der einzelnen Systeme voneinander unterscheidbar. Es gibt 3-Achsmaschinen, 4-Achs- und 5-Achsmaschinen, wobei die Fräsmaschinen mit mehr als 3 Achsen auch in der Lage sind, Unterschnitte und Zahnkippen bei der Fertigung zu berücksichtigen. Hingegen sind die Fräszeiten bei dreiachsigen Maschinen kürzer, die Ansteuerung ist einfacher und die Fräse hat einen geringeren Anschaffungspreis.

Des Weiteren ist bei der Bearbeitung von Zirkonoxid zwischen Trocken- und Nassbearbeitung zu unterscheiden. Vorzüge der Trockenbearbeitung sind geringere Investitionskosten, eingesparte Trocknungszeiten und problemloses Einfärben der Gerüste. Nachteilig ist der im Vergleich höhere Sinterschrumpfungsgrad.

Bei der Nassbearbeitung sind nahezu alle Materialien verarbeitbar. Die Schleifer werden vor Verschleiß stärker geschützt und viele fertigungsinduzierte Nachteile, wie zum Beispiel das Entstehen von Sprüngen und Rissen aufgrund einer zu hohen thermischen Einwirkung auf das Werkstück, können minimiert werden.

Insgesamt kann gesagt werden, dass die CAD/CAM-Fertigung von zahnmedizinischen Restaurationen zu einem Plus an Qualität durch standardisierte Prozesse, zu einem effektiveren Qualitätsmanagement, zu einer höheren Produktivität und zu einem erweiterten Spektrum der einsetzbaren Werkstoffe führt. Auch fällt eine gute Passgenauigkeit auf. Die geringe Temperaturleitfähigkeit und die praktisch nicht auftretende Korrosion stellen weitere Vorteile dar.

Der hohe Investitionsaufwand, die Indikationslimitation durch Software und Fertigungsprozesse und der zusätzliche Lernaufwand für eine selbstgesteuerte Anwendung sind als allgemeine Nachteile den vorhandenen Systemen immanent.

Auch ist der im Vergleich mit metallkeramischen Brücken doch recht ausgeprägte Verbinderquerschnitt (bei cercon[®] sollen 9 mm² nicht unterschritten werden) nachteilig bei kurzen klinischen Kronen. Die ausgeprägte Härte erschwert eine Gerüstentfernung [10].

Nun soll ein kurzer Überblick über die auf dem Markt befindlichen CAD/CAM-Systeme geben werden.

CEREC

Dieses System wurde von Mörmann und Brandestini in Zürich entwickelt und stellt heute eines der ältesten auf dem Markt vorhandenen Systeme dar.

Einer der entscheidenden Vorteile ist, dass neben der „klassischen“ Fertigung von Restaurationen im Labor die Möglichkeit besteht, aufgrund des intraoralen Scans der Präparation und der sofortigen Fertigung der Restauration eine abdruckfreie Chairsidelösung für Patienten anzubieten. Zur Auswahl der Materialien stehen sämtliche dentalen Werkstoffe ohne Einschränkung. Damit ist dieses System sowohl für den Zahnarzt in seiner Praxis als auch für zahntechnische Labore mit eigener oder ausgelagerter Fertigung der Restaurationen interessant.

Aufgrund der benutzerfreundlichen Menüführung kann auch der Anfänger einfache Konstruktionen nach einer Einführung in das Programm realisieren. Die Lernkurve ist vergleichsweise steil.

Mit CEREC (Abb. 6) können sämtliche Einzelzahnrestaurationen bis hin zu mehrgliedrigen Brücken mit einer Gesamtlänge von maximal 42 mm hergestellt werden.

Mit dem neuen Programmupdate für CEREC 3D ist man jetzt auch in der Lage die Kauflächengestaltung biogenerisch zu optimieren. Damit soll ein aufwändiges Korrigieren der Okklusion entfallen.

Aufgrund der Schleifachsen und der Durchmesser der Schleifkörper, 1,2 mm und 1,6 mm, muss bei der Präparation „vollkeramisch“ gedacht werden. Sie erfordert einen entsprechend höheren Substanzabtrag. Auch sind bei der Einzelzahnversorgung mit Feldspatkeramiken ästhetische Grenzen durch die vorgegebenen Farben der Keramikblöcke gesetzt [7].

CAD/CAM - Sirona



Abb. 6: Cerec-System

Cercon

2001 wurde auf der IDS in Köln ein System vorgestellt, welches mit dem Ziel der vereinfachten Bearbeitung von Zirkondioxid entwickelt worden ist (Abb. 7). Die Entwicklung ging aus dem als DCM bekannten System hervor. Mit diesem Kopierfräsverfahren werden vorgesinterte Zirkondioxidrohlinge, auch Weißlinge genannt, in einer dem Sinterschwund entsprechenden, um ca. 20% vergrößerten Form ohne Wasserkühlung geschliffen. Die so erhaltenen Restaurationen werden in einem abschließenden Sintervorgang dichtgebrannt und erhalten damit ihre endgültige Größe und Festigkeit.

Der Vorteil des Systems ist die deutlich reduzierte Fräszeit bei einem geringeren Schleifkörperverschleiß. Auch können die Gerüste eingefärbt werden und damit der weißopake Charakter reduziert werden.

Nachteilig zu nennen sind die vorangehende, notwendige Wachsmodellation und die Einschränkung in der Materialauswahl [22, 43, 66].

Cercon - Kopierfräsen



Abb. 7: Cercon-System

Digident

Mit Digident hat sich ein System etabliert, welches in der Lage ist, die unterschiedlichsten Materialien zu verarbeiten. Gerade für den Einsatz in der Hartbearbeitung, dies ist der Fall bei dichtgesintertem HIP-Zirkonoxid, stellt Digident ein mögliches Verfahren dar. Aber auch Metalle und sämtliche fräsbaren Keramiken und Komposite lassen sich mit Digident bearbeiten und machen dieses System zu einem „All-rounder“.

Bei der Keramikbearbeitung stehen vier verschiedene Werkzeugdurchmesser zur Verfügung. Dies und das 16-fach Werkzeugmagazin ermöglichen eine zeitlich optimierte Auslastung des Gerätes. Auch findet rechnerunterstützt eine Ökonomisierung der Plattenrohlinge statt und es können bis zu 25 Einheiten pro Plattenrohling hergestellt werden.

Für Interessenten stehen mittlerweile verschiedene Systemausführungen zur Auswahl. Damit ist es erlaubt, ein individuelles Konzept umzusetzen, was im Hinblick auf die Investitionskosten als klarer Vorteil punktet.

Als nachteilig sind in jedem Fall die im Vergleich, z.B. mit Cercon, längere Bearbeitungszeit und der höhere Werkzeugverschleiß und die damit kostenintensivere Herstel-

lung zu benennen. Auch besteht bei der Bearbeitung von T-HIP-Zirkonoxid ein erhöhtes Risiko der Oberflächenbeschädigung und damit mögliche Rissbildung, was sich wiederum negativ auf das Frakturverhalten der Gerüste auswirken kann. Ein Einfärben des Gerüsts ist nicht möglich und die weißopaque Gerüstfarbe muss mit einer entsprechenden, WAK-abgestimmten Verblendung abgedeckt werden [19].

Lava

3M ESPE hat 2001 ein „alles aus einer Hand“-System entwickelt zu dem die Fräseinheit, das Gerüstmaterial und die Verblendkeramik gehören. Die Herstellung der Gerüste erfolgt in Fräszentren und bietet nur beim Design durch den Erwerb eines Scanners und des Programms die Möglichkeit der individuellen Einflussnahme. Es kann so eine hohe Auslastung der Geräte und eine standardisierte Qualität erreicht werden. Die Verblendung der Gerüste erfolgt im heimischen Labor. Beim Scannen wird durch eine Streifenlichtprojektion in verschiedenen Ebenen eine sehr hohe Präzision der Aufnahme gewährleistet. Mit der hier vorhandenen Software sind verschiedene individuelle Einflussnahmen möglich, wobei das Programm bei nicht werkstoffgerechten Konstruktionen, z.B. zu geringer Konnektorenquerschnitt oder die Mindestschichtstärke der ist Käppchen ist zu klein gewählt, einschreitet und den Fräsvorgang nicht frei gibt. Die Fräsmaschine arbeitet mit dreieinhalb Achsen und kann bei entsprechender Beschickung mit Rohlingen rund um die Uhr ausgelastet werden [40, 41, 55].

DCS PRECIDENT

Leider ist das 1988 gegründete Unternehmen zum 1.11.2007 eingestellt worden.

Mit dem Laser-Scanner ist es möglich bis zu 14 Einzelstümpfe und deren Lage zueinander zu digitalisieren (Abb. 8). Nach erfolgtem Scannen wird in verschiedenen Fräsmaschinen, eine preisgünstige und eine labortaugliche Variante, aus den unterschiedlichsten Werkstoffen das entsprechende Formteil gefräst. Unter anderem steht ein fräsbares Wachs zur Auswahl, was wiederum eine Rückführung in die konventionelle Gusstechnik erlaubt.

Bei der Fertigung von Zirkonoxidgerüsten wird zur Einprobe auf das kostengünstige DC-Tell ausgewichen, um einer unnötigen und kostspieligen Neuanfertigung aus T-HIP-Zirkonoxid aus dem Weg zu gehen. Eine optimale Auslastung der Fräse ist durch den Einsatz eines Werkzeugwechslers mit 22 Instrumenten und deren automatische Überwachung, Kalibrierung und Austausch möglich [8, 23, 60].



Abb. 8: DCS-System

KaVo Everest

Mit fünf Schleifachsen ist diese Schleifeinheit in der Lage selbst schwierige Aufgaben, wie Unterschnitte und Kippungen, zu meistern. Auch ist die Messgenauigkeit der topometrisch erfassten Modelle als sehr hoch einzustufen und durch die Drehung des Mess-tellers während der Aufnahmen ist eine Darstellung komplexer Formen und Unterschnitten möglich. Mit diesem System sind alle Keramiken, Titan und faserverstärkter Kunststoff bearbeitbar. Bei der Anwendung fallen die automatische Präparationsgrenzenfindung und die Einflussnahme auf die Konstruktionsmöglichkeiten positiv auf. In spezielle Inserts können Rohlinge einer Größe positioniert werden, welche eine maximale Brückenlänge von 60 mm erlauben [10].

Procera

Entwickelt wurde dieses zentralisierte System von Nobel Biocare. Zentralisiert bedeutet in diesem Fall, dass die Fertigung der Gerüste nur im schwedischen oder US-amerikanischen Fräszentrum möglich ist.

Das Scannen erfolgt mittels eines Abtastscanners, welcher enorm genaue Messdaten liefert und in zwei verschiedenen Ausführungen zu erwerben ist.

Für das Abtasten muss der Stumpf mit einem speziellen Lack behandelt werden.

Nach dem Design am Computer wird bei der Herstellung der Restauration der Stumpf mit Zirkonoxid- oder Aluminiumoxidpulver überpresst und anschließend in die gewünschte Form gefräst. Durch diesen Überpressvorgang wird eine hohe Packungsdichte des Pulvers erreicht, was sich durchaus positiv auf die Gefügequalität und damit auf die Festigkeit des späteren Formteils auswirkt.

Bei der Verblendung wurde ein hauseigenes Produkt entwickelt, welches eine gesteigerte Biegefestigkeit von 120 MPa, bessere Beschleifbarkeit, hohe Brennstabilität bei Mehrfachbränden und eine antagonistenfremdliche Oberflächenqualität aufweist.

Bisher wurden mehr als 7 Millionen Restaurationen weltweit eingegliedert [27].

4.3 Feldspat-Dentalkeramiken

Feldspate sind die Hauptbestandteile der dentalkeramischen Massen. Mit der Glaskeramik und der hochfesten Glaskeramik bilden sie die Gruppe der Silikatkeramiken und sind von der Gruppe der glasinfiltrierten Oxidkeramiken und der Gruppe der polykristallinen Oxidkeramiken zu unterscheiden. Sie sind mit etwa 80 Gew. % in der Dentalkeramik vertreten. Aufgrund der individuellen Farbschichtung und der Transparenz eignen sie sich besonders für Veneers, Inlays und zur Verblendung von Kronen- und Brückengerüsten. Aber auch bei Einzelzahnrestorationen, z.B. mittels der Cerec-Methode, finden sie Anwendung.

Wegen der geringen Biegefestigkeit sind größere Restaurationen im Seitenzahnggebiet und eine konventionelle Zementierung kontraindiziert.

Feldspat ist ein Mischkristallsystem und besteht meistens aus folgenden Gruppen:

- Kalifeldspat $K[AlSi_3O_8]$ - Orthoklas
- Natronfeldspat $Na[AlSi_3O_8]$ - Albit
- Kalkfeldspat $Ca[Al_2Si_2O_8]$ - Andohtit

Feldspate sind stark verbreitete Aluminiumsilikate, die nur selten in reiner Form vorkommen. Weitere Bestandteile sind Quarz und ein sehr geringer Anteil Kaolin. Somit ist die Eigenschaft dieser Feldspatrohmasse stark vom Reinheitsgrad abhängig. Von allen Silikaten besitzen diese Feldspate, die niedrigsten Erweichungstemperatur.

Kalifeldspat hat für die dentalkeramischen Massen die größere Bedeutung. Er bildet in der schmelzflüssigen Phase Leuzitkristalle ($K_2O \cdot Al_2 \cdot 4SiO_2$). Erst bei einer Temperatur von $1520^\circ C$ werden auch diese Kristalle völlig aufgelöst. Die Anteile dieser Kristalle sind für die Dentalkeramik von hoher Wichtigkeit. Der Leuzit verleiht der Schmelze ihre hohe Viskosität, beeinflusst die mechanische Festigkeit und besonders den Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK). Damit die thermische Ausdehnung an die Aufbrennlegierung angepasst werden kann, ist für aufbrennkeramische Massen ein definitiver und steuerbarer Gehalt an Leuzitkristallen entscheidend. Der Leuzitanteil wird über den Gehalt an K_2O , die Temperatur und die Dauer der Wärmebehandlung bestimmt [20, 53, 67]. Zirkoniumdioxid-Keramiken besitzen einen niedrigeren WAK-Wert ($10 \times 10^{-6} K^{-1}$) als die im Dentalbereich verwendeten Legierungen. Sie benötigen daher, wie auch Tigtangerüste, Verblendkeramiken mit geringeren WAK-Werten. Somit enthalten die Verblendkeramiken für Zirkondioxidgerüste einen reduzierten K_2O -Anteil.

4.4 Aluminiumoxid – Korund

Korund, Al_2O_3 , ist ein vielseitig in der Technik verwendeter oxidkeramischer Werkstoff. Dieser Werkstoff besitzt eine hohe Festigkeit, eine hohe Härte, hohe thermische Beständigkeit und eine hohe Verschleißfestigkeit. In der Zahnheilkunde wird Korund vorwiegend als Strahlmittel, aber auch als Gerüstmaterial für die Herstellung von Kronen- und Brückengerüsten (Vita Inceram Alumina, Procera) verwendet.

Aluminiumoxid (Al_2O_3) ist ein Mineral, das in verschiedenen Modifikationen existiert. Die wichtigste ist die als Korund bezeichnete α - Struktur. Korund ist mit seiner Härte das derzeit zweithärteste natürlich vorkommende Mineral nach dem Diamant. Im Aufbau hat Korund ein hexagonales dicht gepacktes Gitter mit Sauerstoff-Ionen O^{2-} und Al^{3+} - Ionen [16, 61].

Für den Dentalmarkt werden Partikelgrößen von 250 μm , 110 μm und 50 μm angeboten. Diese werden in unterschiedlichen Aufgabenbereichen eingesetzt. Zum Beispiel wird Korund als Strahlsand für einen optimalen Haftverbund zwischen Metall und Keramik oder auch Metall und Komposite eingesetzt.

Bei Verwendung von Korund als Strahlgut soll die Oberfläche vergrößert, die Oberflächenspannung reduziert und damit verbunden auch die Benetzbarkeit verbessert werden.

4.5 Verblendung

4.5.1 Metall-Keramik-Verbund

Wie schon oben angeführt, kommen Feldspatkeramiken gerade bei der Verblendung von Kronen- und Brückengerüsten zur Anwendung.

Bei den Metallen und der Verblendkeramik handelt es sich um physikalisch und chemisch um sehr unterschiedliche Stoffe. Der E-Modul und die Biegefestigkeit von Metallen sind gegenüber der Keramik erhöht. Metall ist verformbar und Keramik ist spröde. Die Wärmeausdehnung und die Leitfähigkeit sind bei Metallen höher als bei Keramiken. Aus diesem Grund müssen die Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) der Verblendkeramiken auf die Werte der Metalle abgestimmt werden.

Es müssen verschiedene Anforderungen für ein Funktionieren des Verbundsystems erfüllt werden.

Das Gerüst soll eine ausreichende Festigkeit aufweisen, damit es nicht aufgrund von Verformungen zum Abplatzen der spröden Keramik kommt.

Die Brenntemperatur der Verblendkeramik sollte mindestens 50°C unter dem Soliduspunkt der Gerüstlegierung liegen.

Der Gerüstwerkstoff darf keine färbenden Oxide, welche das ästhetische Ergebnis beeinträchtigen könnten, bilden.

Die Aufbrennkeramik soll frei von Lunkern und Verunreinigungen sein. Dies stellt die Voraussetzung für ein langzeitstabiles und ästhetisches Resultat.

Die Ausdehnungskoeffizienten müssen abgestimmt sein. Im Idealfall ist der WAK des Metalles etwas größer als der WAK der Keramik.

Die Deckkraft muss, um die Farbe des Gerüsts zu kaschieren, entsprechend hoch sein.

Es soll ein dauerhafter und fester Verbund erreicht werden. Die Wirkungsweise der Haftung von Keramik an Metall beruht dabei auf einem Zusammenspiel verschiedenster Mechanismen [13].

Zum einen gehen wir davon aus, dass ein echter chemischer Verbund an der Grenzfläche Metall zu Keramik entsteht. Beim Aufbrennvorgang treten so genannte Haftoxide an die metallische Oberfläche und gehen eine Sauerstoffbrückenbindung mit der Silikatkeramik ein. Des Weiteren wird mit dem Auftreten von van der Waals'schen Kräften gerechnet.

Auch physikalische Faktoren, wie Mikroretention und Oberflächenspannung, spielen eine Rolle. Hier kann durch gezielte Manipulation der Verbund in seiner Qualität beeinflusst werden.

Auch die entstehende Druckspannung aufgrund der unterschiedlichen WAK's ist ein entscheidender Part im Zusammenspiel mit den anderen Faktoren.

4.5.2 Einflussnahme auf den Metall-Keramik-Verbund

Bei den Verblendkeramiken kann durch eine Steuerung des Leuzitgehalts direkt der WAK verändert werden. Ein hoher Gehalt an Leucit bedeutet einen höheren WAK.

Ist viel NaO_2 in der Keramik vorhanden, verringert sich die Brenntemperatur.

Auf der Seite der Metalle kann man durch gezielte eine Oberflächenbearbeitung den Metall-Keramik-Verbund beeinflussen. Ziele sind zum einen das Schaffen von Mikroretentionen, zum anderen Oberflächenmodifikationen. Beim Bestrahlen findet ein Impaktieren von Korundteilchen statt, an welche die Keramik angesintert wird.

Das Aufbrennen von Linern und Opaquern dient einerseits einem besseren Fließverhalten und damit dem stärkeren Benetzen der Gerüstoberfläche (Verringerung des Randwinkels), andererseits erfolgt dadurch eine Farbabdeckung der Gerüstmaterialien.

Die Stärke der Verblendung nimmt eine entscheidende Rolle im Langzeitverhalten der Restaurationen ein. Es soll eine maximale Schichtstärke von 1,5mm – 2mm nicht überschritten werden. Die Gefahr des „Chipping“ genannten Abplatzens ist sonst deutlich erhöht. Daraus ergeben sich Ableitungen für die Präparation der Zähne, wie der Mindestabtrag von Zahnschicht und das Einhalten der anatomischen Form in verkleinertem Maßstab, sowie für die Modellation der Gerüste [29].

4.5.3 Methoden zur Prüfung von Metall-Keramik-Verbundsystemen

Nach der Art der einwirkenden Kräfte werden folgende Methoden unterschieden:

- Zugfestigkeitstest
- Biegefestigkeitstest
- Zug- und Druck-Scherfestigkeitstest

Zugfestigkeitstest

Da Keramik sehr empfindlich auf Zugbeanspruchung reagiert, ist eine derartige Prüfung des Metall-Keramik-Verbundes ungeeignet.



Abb. 9: Zugfestigkeitstest

Biegefestigkeitstest

Die Norm-Vorlagen für die Prüfung des dentalen Metall-Keramik-Verbundes, DIN 13927 und ISO 9693, enthalten eine Vorschrift zur qualitativen Bewertung des Verbundes, den 90° Biegetest sowie eine diesem System angepasste Variante des 3-Punkt-Biegetestes nach Schwickerath. Bei diesem Test werden 25 MPa als klinisch zuverlässig eingestuft. Der Biegefestigkeitstest bietet eine sehr breitgefächerte Vergleichbarkeit verschiedener Einflussparameter auf die Verbundstabilität.

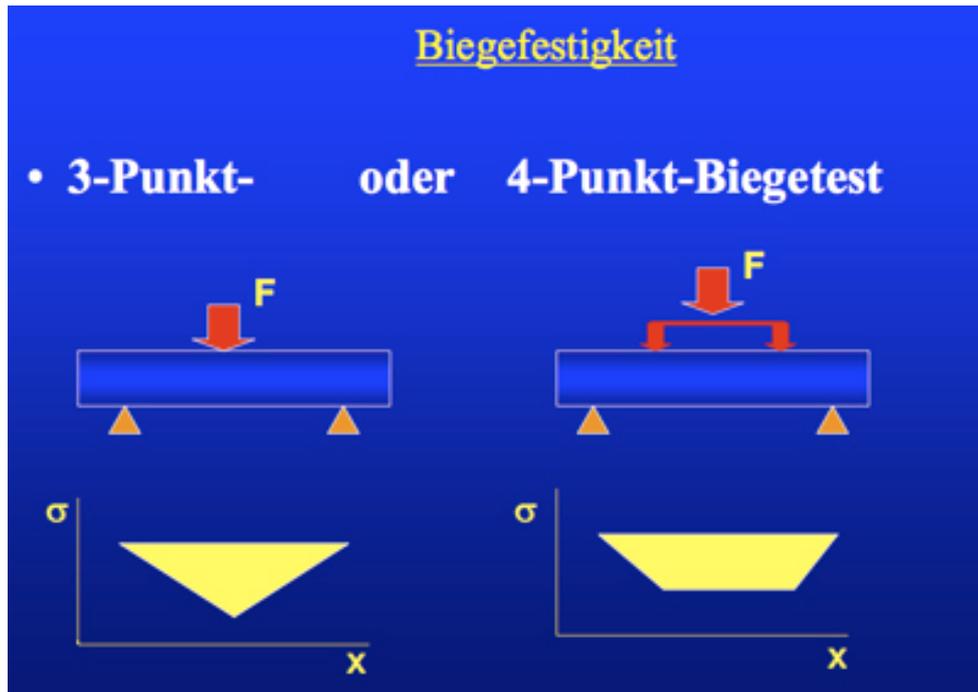


Abb. 10: Biegefestigkeitstest

Druck-Scherfestigkeitstest

Eine derartige Prüfanordnung wurde von Schmitz und Schulmeyer vorgeschlagen. Mit diesem Prüfverfahren können ebenfalls verschiedene, die Qualität des Metall-Keramik-Verbundes beeinflussenden Parameter, vergleichend untersucht werden.



Abb. 11: Druck-Scherfestigkeitstest

4.5.4 Zirkonoxid-Verblendkeramik-Verbund

Der größte Unterschied zwischen Metallen und Oxidkeramiken, speziell der Zirkonoxidkeramik liegt im Verhalten auf Belastungen. Dieser Unterschied wird durch den Widerstand gegen die Rissausbreitung bedingt. Bei Zirkonoxid liegt der Wert dafür bei $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, für Metalle liegt er zwischen 60 und $100 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ [29]. Dies führt dazu, dass im Metall-Keramik-Verbund eher ein Abplatzen der Verblendung auftritt denn eine Totalfraktur des Gerüsts. Bei der Zirkonoxid-Sinterkeramik-Verblendung kann der Riss bei einem entsprechend guten Verbund sich in das Gerüst fortpflanzen und zu einem Bruch der gesamten Restauration führen. Dem entgegen wirkt jedoch das Konzept der Phasentransformationssteigerung. Hier kommt es bei einem unterkritischen Riss im Zirkonoxid durch die auftretenden Energien zu einem Umwandeln der tetragonalen Kristalle an den Rissspitzen in monokline Kristallformen. Dies geht mit einer Volumenzunahme einher und es entstehen Druckspannungen, welche eine weitere Rissausbreitung verhindern. Selbstheilungsmechanismus oder Airbag-Effekt sind weitere umgangssprachliche Bezeichnungen dafür [79].

Bei der Erklärung der Verbundmechanismen stehen derzeit wissenschaftlich gesicherte Aussagen noch aus. Jedoch spielen die Theorien des Metall-Keramik-Verbundes eine Rolle im Ansatz der Überlegungen.

So ist zum Beispiel die entstehende Druckspannung aufgrund der unterschiedlichen WAK sicher ein Mechanismus des Verbundes zwischen dem Zirkonoxid und der Aufbrennkeramik. Wobei jedoch zu beachten ist, dass bei einer zu großen Differenz der einzelnen WAK ein Chipping der Verblendung induziert werden kann.

Van der Waals'sche Kräfte, Dipolbeziehungen ungeladener Teilchen, werden ebenfalls auftreten, sind jedoch aufgrund der geringen Stärke eher zu vernachlässigen.

Einen chemischen Verbund konnte man bis jetzt noch nicht nachweisen, obwohl die Möglichkeit einer ähnlichen Erklärung wie sie für den Metall-Keramik-Verbund besteht gar nicht so abwegig erscheint.

Bei den Oxidkeramiken, speziell der Zirkonoxidkeramik, handelt es sich um ein Metalloxid. Das bedeutet, dass auch hier sich Sauerstoffbrücken zwischen dem Zirkonoxid und der silikatischen Keramik ausbilden könnten, sich ein Zirkoniumsilikat ausbildet.

In jedem Fall hat sich die Verbindung von Zirkonoxid zu Silikatkeramik als klinisch anwendbar dargestellt. Ihre klinische Bewährung ist durch verschiedene Studien bewiesen worden [47, 48] und die Marktanteile der Vollkeramiksysteme besitzen ein enormes Wachstumspotential.

4.5.5 Oberflächenbehandlung und deren Wirkung

In mehreren Studien wurde die Einflussnahme auf die Oberflächenbeschaffenheit der Zirkonoxidgerüste untersucht. So haben Kosmac et al. den Effekt von Schleifen und Sandstrahlen auf die Biegefestigkeit bei YTZP-Zirkonoxid überprüft und dabei sowohl den Weibull-Modus als auch das Löslichkeitsverhalten der oberflächenbehandelten YTZP-Oxidkeramik ermittelt. Es wurde festgestellt, dass die Biegefestigkeit nach Abstrahlen aufgrund einer $t \rightarrow m$ -Umwandlung in der Oberfläche zunimmt. Abstrahlen erzeugt die im Vergleich harmloseren lateralen Risse. Dabei sollte eine grobe Körnung auf Grund des Erzeugens einer größeren effektiven Risslänge vermieden werden, da die Festigkeit abhängig ist von der Oberflächenspannung, den mechanisch induzierten Rissen und von der kritischen Defektgröße. Des Weiteren ist der Weibull-modus bei allen behandelten Proben verringert.

Schleifen, so ein weiteres Ergebnis der Untersuchungen, entfernt die oberflächliche Druckschicht, provoziert eine Rissbildung aufgrund hoher Temperaturen und Spannungen und beeinflusst damit die Festigkeit nachweislich negativ.

Das Löslichkeitsverhalten ist von der Korngröße des Ausgangsmaterials, von der Zusammensetzung und der Materialvorgeschichte, sowie von den Testbedingungen abhängig [32, 33].

Aboushelib prüfte die Verbundfestigkeit dreier Systeme bei zwei verschiedenen Arten der Oberflächebearbeitung. Dabei hat er sich Gedanken über die Testmethodik gemacht und ist auf einen Mikrozugfestigkeitstest gestoßen. Nach seiner Ansicht führt ein normaler Schertest zu unerwünschten Spannungsmustern und damit zu einer Fehlinterpretation der Daten, da ein vornehmlich kohäsives Bruchmuster erzeugt wird.

Nach Aboushelib bestimmt die Stärke der Verblendung die Festigkeit der Restauration. Auch das Anwenden der Schulterkeramiktechnik wirkt sich seiner Meinung nach nicht vorteilhaft aus. Er gibt die Empfehlung als Verblendung Presskeramik auf das vorher sandgestrahlte Gerüst aufzubringen.

Bemerkenswert sind die Ergebnisse seiner EDX-Analyse, wonach nach Sandstrahlen mit einem Keramikpulver eine Diffusion von Aluminium, Silizium und Kalium bis $10\mu\text{m}$ tief in die Oberfläche des Zirkondioxides nachzuweisen ist [1, 2].

Ebenso haben Guazzato, Kosmac, Lange und Garvie durch ihre Untersuchungen bestätigt, dass es zu einer Biegefestigkeitserhöhung nach Sandstrahlen kommt [33, 76, 77, 78].

Zhang hingegen ist mit seinen Untersuchungen zu dem Schluss gekommen, dass die Oberflächenbearbeitung durch Sandstrahlen die Festigkeit auf Dauer schädige. Die Begründung hierfür sind in dem Impaktieren der Korundbestandteile und der damit induzierten Rissbildung und in der vorweggenommenen $t \rightarrow m$ -Umwandlung zu suchen. Damit kann ein späterer „Heilungsprozess“ nicht mehr stattfinden [75].

Auch Kappert hat in seinen Untersuchungen festgestellt, dass Sandstrahlen den Verbund schwächt und das Schleifen nach Sinterbrand zu einer Erhöhung der Bruchfestigkeit des Verbundsystems führt [29].

Al-Dohan ist auf die Scherfestigkeit des Verbundes eingegangen und hat seinen Schertest mit einer geringeren Vorschubbewegung zur Vermeidung unnötiger Spannungen durchgeführt. Dabei ist er der Meinung, dass dieser Test nicht klinisch anwendbar ist und die hohe Streuung seiner Ergebnisse diesen Test in Frage stellt. Seine gemessenen Haftwerte sind mit 30 MPa bei dem DCS/Vita-System mit denen der Metallkeramik vergleichbar [3].

Craig fasst die praxisrelevanten Faktoren zusammen:

- Dicke der Verblendschicht
- mechanische Eigenschaften
- E-Modul
- Richtung, Größe und Frequenz der Belastung
- Ausmaß und Ort der okklusalen Belastung
- Restspannung nach Herstellung
- Defekte im Zementspalt
- Umwelteinflüsse

5 Problemstellung

Aus dem oben angeführten ist ersichtlich, dass trotz bestehender Datenmenge kein abschließendes Bild des Verbundes Zirkonoxid zur Feldspatkeramik gezeichnet werden kann. Die Theorie des Haftverbundes ist genauso wenig geklärt, wie die Möglichkeiten der Einflussnahme auf dieses System. Auch bei den Herstellerangaben gehen die Meinungen über die korrekte Vor- und Nachbehandlung der Zirkonoxidgerüste weit auseinander [74, 75].

Die vorliegende Studie hat sich das Ziel gesetzt, die Verbundfestigkeit zwischen Zirkondioxidkeramik und herkömmlicher Feldspatkeramik zu untersuchen und Möglichkeiten ihrer Optimierung zu prüfen. In der Literatur ist derzeit kein Nachweis über einen chemischen Verbund zu finden. Gegenstand der Untersuchung ist es, die Oberfläche yttriumoxiddotierter Zirkoniumdioxid-Keramiken der Firma VITA mit Hilfe des Abstrahlens zu verändern und durch den Einsatz unterschiedlicher Strahlmittel zu modifizieren. Der Schwerpunkt dieser Studie liegt auf der Prüfung des Einsatzes von Feldspatkeramikpulver und Korund als Strahlmittel. Die zum Anstrahlen benutzten Feldspate sind der Verblendkeramik sehr ähnlich und besitzen einen relativ niedrigen Schmelzpunkt. Es soll untersucht werden, ob das Anstrahlen mit Feldspatkeramiken zu einer Verbesserung des Verbundes führt.

Folgende Arbeitshypothesen wurden formuliert:

1. Hypothese: Es besteht keine chemische Verbindung zwischen Zirkondioxidkeramik und Feldspatkeramik. Die Haftung beruht auf mechanischer Verankerung.
2. Hypothese: Optimierung der mechanischen Verankerung durch eine maximale Oberflächenrauheit. Es ist eine Oberflächenrauheit zu finden, die einen stabilisierenden optimalen Einfluss auf die Verbundfestigkeit hat.
3. Hypothese: Möglichkeit eines Haftverbundes mit Hilfe einer physikalisch-chemischen Wechselwirkung.

Die Ergebnisse dieser Arbeit sollen sich auf Verbundfestigkeitstests und analytische Messungen stützen. Hinzu kommen Rauheitsmessungen, EDX-Analyse und Biegeprüfungen.

6 Material und Methodik

6.1 Verwendete Materialien

6.1.1 Zirkoniumdioxid – Keramik

Für die vorliegende Untersuchung wurden zwei Zirkoniumdioxid-Keramiken von unterschiedlichen Herstellern, VITA YZ CUBES (Vita Zahnfabrik) und DC-Shrink Keramik (DCS- Dentalsolutions Bien Air AG), verwendet. Beide Produkte sind seit längerem auf dem Markt und werden als so genannte „Weißlinge“ verarbeitet.

In der folgenden Tabelle (Tab. 2) sind die wichtigsten Materialeigenschaften der verwendeten Zirkoniumdioxid-Keramiken gegenübergestellt [12].

Tab. 2. Materialeigenschaften der Zirkoniumdioxid- Keramiken

Eigenschaften	ZrO ₂ -DC-Shrink	ZrO ₂ -In-CeramYZ CUBES
WAK [$10^{-6}K^{-1}$]	10	10,5
Biegefestigkeit (3Pkt.) [MPa]	>900	>900
E- Modul [GPa]	210	210
Bruchzähigkeit K_{Ic} [MPa m ^{1/2}]	-	5,9
Farbe	Weiß	Weiß
Zusammensetzung [%]	ca.: ZrO ₂ – 95, Y ₂ O ₃ -5	ZrO ₂ <95, Y ₂ O ₃ ca. 5, HfO<3, Al ₂ O ₃ <1, SiO ₂ <1

Als Weißlinge bezeichnete Produkte sind Keramiken, die im vorgesinterten Zustand von den jeweiligen Firmen angeboten werden. Sie werden in dieser Phase bearbeitet und anschließend endgesintert.

6.1.2 Die verwendete Verblendkeramik

Zur Verblendung der Probenkörper wurde die Vita VM 9-Keramik der Firma Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen/Deutschland, gewählt. Hierbei handelt es sich um eine eigens zur Verblendung von Zirkondioxidgerüsten entwickelte Verblendkeramik, welche in ihrem Wärmeausdehnungskoeffizienten auf den Wärmeausdehnungskoeffizienten der Zirkondioxidkeramik abgestimmt worden ist.

Auf den Einsatz eines Bonders oder eines Opaquers wurde bei den Untersuchungen verzichtet.

6.1.3 Strahlmittel für Verblendoberflächen

Für die Oberflächenkonditionierung der Verblendoberfläche wurden verschiedene Strahlmittel eingesetzt. Es wurden Aluminiumoxide (Al_2O_3) der Korngrößen 250 μm , 110 μm und 50 μm sowie unterschiedliche Feldspatkeramiken benutzt. Verwendete Feldspatkeramiken sind: Natriumfeldspat ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) und Kalifeldspat (KAlSi_3O_8) mit einer Korngröße bei dem ungefrittetem Material von ca. 80 μm und kleineren Korngrößen von ca. 8 μm sowie gefrittetes Material mit einer größeren Körnung von 150 μm und einer kleineren ca. 30 μm betragenden Korngröße (Tab. 3).

Tab. 3: Strahlmittel

Strahlmittel	verwendete Korngrößen [μm]
Al_2O_3	250, 110, 50
$\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ ungefrittet	ca. 8, 80
KAlSi_3O_8 ungefrittet	ca. 8, 80
$\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$ gefrittet	ca. 30, 150
KAlSi_3O_8 gefrittet	ca. 30, 150

6.1.4 Herstellung der Prüfkörper für die Vorversuche

Es standen fünf ZrO_2 -Blöcke zur Verfügung. Für die Vorversuche wurden aus den vorgesinterten Zirkoniumdioxid-Blöcken mit einer Säge Plättchen einheitlicher Größe (12mmx15mmx2mm) gesägt. Aus einem Block konnten 11-12 kleine Probenplättchen hergestellt werden (Abb. 12). Die Hälfte der Plättchen wurde sofort im VITA ZYrcomat bei 1530°C endgesintert und anschließend mit den entsprechenden Strahlmitteln behandelt. Die übrigen Probenplättchen wurden vor der Endsinterung angestrahlt.

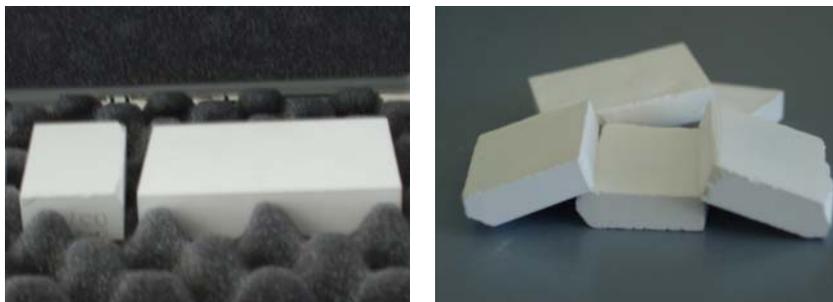


Abb. 12: ZrO_2 -Prüfkörper, teilgesinterte Weisslinge

6.1.5 Durchführung der Oberflächenkonditionierung als Vorversuche

Die Proben wurden unter gleichen Bedingungen angestrahlt. Ein Teil der Proben wurde „vor“ und ein anderer Teil „nach“ dem Endsintern angestrahlt.

Die Bedingungen der Oberflächenbehandlung waren:

- Druck mit 4bar
- Düsenabstand von ca. 10 mm
- Strahlwinkel von 45 grad
- Dauer ca. 10-20 sek.
- ständige, gleichmäßige Bewegungen

Die Methoden der Oberflächenbehandlung

Vor den ersten Messungen wurden Probekörper einer Serie mit Korund (Al_2O_3) unterschiedlicher Korngröße (250 μm , 110 μm , 50 μm) und eine weitere Serie mit Feldspatkeramiken angestrahlt (Abb. 13).

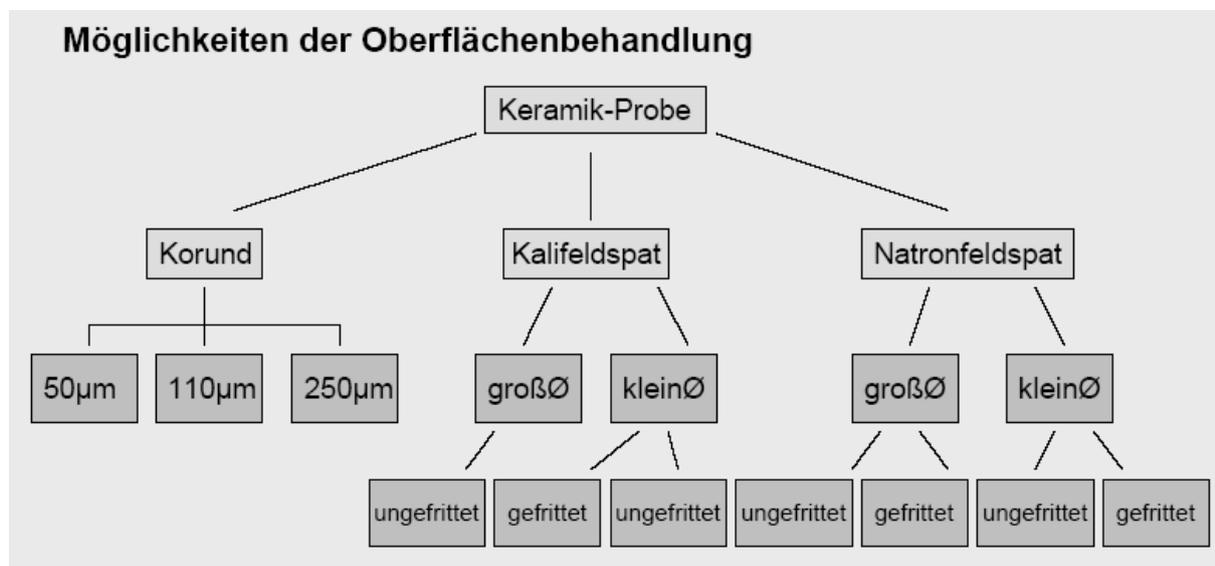


Abb. 13: Schema der Oberflächenbehandlungsmethoden

In der dritten Serie erfolgte eine kombinierte Behandlung:

- Korund 250 μm + Natriumfeldspat ungefrittet und kleinem Korndurchmesser
- Korund 250 μm + Natriumfeldspat ungefrittet mit großem Korndurchmesser
- Korund 250 μm + Natriumfeldspat gefrittet mit großem Korndurchmesser
- Korund 250 μm + Natriumfeldspat gefrittet mit kleinem Korndurchmesser

- Korund 110 μm + Natriumfeldspat ungefrittet mit kleinem Korndurchmesser
- Korund 110 μm + Natriumfeldspat ungefrittet mit großem Korndurchmesser
- Korund 110 μm + Natriumfeldspat gefrittet mit kleinem Korndurchmesser
- Korund 110 μm + Natriumfeldspat gefrittet mit großem Korndurchmesser
- Korund 50 μm + Natriumfeldspat ungefrittet mit kleinem Korndurchmesser
- Korund 50 μm + Natriumfeldspat ungefrittet mit großem Korndurchmesser
- Korund 50 μm + Natriumfeldspat gefrittet mit kleinem Korndurchmesser
- Korund 50 μm + Natriumfeldspat gefrittet mit großem Korndurchmesser

Daraus ist zu erkennen, dass die Keramikproben erst mit Korund (Aluminiumoxid) und anschließend mit Feldspatkeramik angestrahlt wurden. Diese Anstrahlkombinationen wurden parallel mit Kalifeldspat durchgeführt. Somit ergibt sich eine gleiche Anzahl an mit Korund-Kalifeldspat-gestrahnten und mit Natronfeldspat-gestrahnten Prüfkörpern. Die angestrahnten Keramikoberflächen wurden hinterher der Rauheitsmessung, der REM, EDX, der Röntgendiffraktometrie und der Biegefestigkeitsprüfung unterzogen.

6.2 Probenkörper für den Druck-Schertest

6.2.1 Klassifikation der Messreihen

Für den Druck-Schertest wurden neun Messreihen gewählt. Die sind gemäß der unterschiedlichen Oberflächenbehandlung in jeweils zwei Gruppen unterteilt. Die erste Gruppe umfasst vier Messreihen, die zweite Gruppe fünf Messreihen. In jeder Gruppe wurden zwei der Messreihen vor dem Sintern vorbehandelt. Zwei Messreihen pro Gruppe wurden nach dem Sinterprozess nachbehandelt. Basierend auf den Ergebnissen der Vorversuche erfolgte die Oberflächenbehandlung entweder mit Korund oder mit Natronfeldspat. Die Messreihen der zweiten Gruppe wurden zusätzlich einem Temperaturwechsel (TWL) von dreitausend Zyklen ausgesetzt. Daraus ergeben sich neun verschiedene Messreihen, welche folgende Bezeichnungen erhalten sollen:

Messreihe AKo	- vor Sinterung mit Korund abgestrahlt
Messreihe Ana	- vor Sinterung mit Natronfeldspat abgestrahlt
Messreihe BKo	- nach Sinterung mit Korund abgestrahlt
Messreihe BNa	- nach Sinterung mit Natronfeldspat abgestrahlt
Messreihe CKo	- vor Sinterung mit Korund abgestrahlt und TWL
Messreihe CNa	- vor Sinterung mit Natronfeldspat abgestrahlt und TWL
Messreihe DKo	- nach Sinterung mit Korund abgestrahlt und TWL
Messreihe Dna	- nach Sinterung mit Natronfeldspat abgestrahlt und TWL
Messreihe 0	- unbehandelt und TWL

6.2.2 Herstellung der Prüfkörper

Die Rohlinge der Firma Vita Zahnfabrik wurden im vorgesinterten Zustand auf einen Durchmesser von 13 mm gefräst, um mit der zu erwartenden Volumenschumpfung von bis zu 30 Prozent bei der Sinterung einen Probenkörper mit dem Durchmesser von 10mm zu erhalten. Der tatsächliche Wert lag nach Sinterung bei 10,6 mm. Daraus ergibt sich eine Verbundfläche von 88 mm².

Des Weiteren wurden die einzelnen Probenkörper mit einer Buehler-Säge unter Wasserkühlung vom Rohling geschnitten.

Die so erhaltenen Prüfkörper wurden einer ersten Oberflächenuntersuchung zugeführt.

Es erfolgte eine Rauheitsmessung mit dem Perthometer S6P im Programm B2 bei einer Horizontalen von 500 μm und einer Vertikalen von 5,0 μm .

Entsprechend der Einteilung in die verschiedenen Messreihen wurden die Probenkörper weiter behandelt.

6.2.3 Oberflächenkonditionierung der Prüfkörper

Vor der Verblendung wurden die Prüfkörper der Oberflächenbehandlung durch Bestrahlen mit verschiedenen Strahlmitteln unterzogen. Als Strahlmittel kamen zum Einsatz:

- Korund (Al_2O_3) der Korngröße 110 μm
- Natronfeldspat ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) im Zustand groß und gefrittet, die Korngröße ist hier nicht konstant und liegt zwischen 30 und 150 μm .

Der Strahlruck betrug 2 bar bei der Konditionierung vor Sinterung und 4 bar nach Sinterung. Die Strahldauer lag je Probenkörper bei 10 Sekunden.

Der Strahlwinkel hatte einen Wert von 90 Grad und der Abstand zur Düse betrug drei Zentimeter bei einer intermittierenden Abstrahlbewegung.

Zum Abstrahlen wurde ein Griffelstrahler in geschlossenem Gehäuse mit Absaugvorrichtung benutzt.

6.2.4 Sinterung

Entsprechend der Gruppeneinteilung wurden die Prüfkörper durch einen Sinterbrand im Zyrcomat-Brennofen bei 1530°C entsprechend den Herstellerangaben fertig gesintert.

6.2.5 Keramikbrand

Nach Oberflächenkonditionierung und Sinterbrand wurden die Zirkondioxidplättchen mit einer Feldspatkeramik verblendet. Als Material stand eine speziell zur Verblendung von Zirkondioxidgerüsten entwickelte Keramik zur Verfügung. Es handelt sich hierbei um die VITA VM 9-Keramik der VITA Zahnfabrik Bad Säckingen / Deutschland.

Die Besonderheit dieser Verblendmasse liegt in dem speziell auf Zirkondioxid abgestimmten Wärmeausdehnungskoeffizienten. Dieser liegt bei der VM9 zwischen 8,8 und 9,2 K^{-1} , bezogen auf einen Temperaturbereich von 25 bis 500°C.

Die Verwendung fand entsprechend den Herstellerangaben statt. Der Ablauf ist im Verarbeitungsprotokoll Keramikbrand dargestellt.

Interessant ist hierbei die Tatsache, dass VITA die ausgewiesenen Brenntemperaturen als empfohlene Werte ansieht und individuelle Abweichungen als möglich erachtet. Laut Zahntechnik Paul sollten diese Abweichungen in Abhängigkeit der subjektiven Einschätzung der Oberflächenbeschaffenheit betrachtet werden, da ab 1000°C eine Verglasung der Keramik auftritt.

Verarbeitungsprotokoll Keramikbrand

Zunächst wurden die Prüfkörperoberflächen mit Dampfstrahl gereinigt. Anschließend erfolgte der Reinigungsbrand bei 960°C für 2 min. Aufgrund der starken Schrumpfung der Verblendkeramik bei dem Brand und der sich daraus ergebenden Zugspannung wurden mehrere Dentinbrände durchgeführt und zusätzlich die aufgetragene Keramikmasse vor dem ersten Brand in vier Teile separiert.

Nach dem Beschichten der Prüfkörper mit dem Keramikpulver-Wasser-Gemisch in cremiger Konsistenz fand der erste Dentinbrand bei 940°C für 2 min statt (Tab. 4).

Die gezielt erzeugten Risse und eventuelle Ablösungen wurden im nächsten Schritt aufgefüllt und der zweite Dentinbrand bei 910°C für 2 min vorgenommen.

Um eine ausreichende Schichtstärke der Keramikverblendung zu erzielen, fand ein erneuter Masseauftrag statt und der dritte Dentinbrand erfolgte bei 900°C für 2min.

Jetzt wurde der Prüfkörper mittels wassergekühlter Schleifer von Überständen befreit und ein Dentinkorrekturbrand bei 900°C für 2 min durchgeführt. Bei einigen wenigen Prüfkörpern war noch ein fünfter Dentinkorrekturbrand erforderlich. Es erfolgte ein Verblendmassenauftrag und die Sinterung für 2min bei ebenfalls 900°C.

Tab. 4: Brenntabelle

Brand	Temperatur	Brenndauer	Trockenzeit	Vorwärmzeit	Aufheizen	Vakuum
Reinigungsbrand	960°C	2 min				
1. Dentinbrand	940°C	2 min	3 min	4 min	73 °C/min	50 hPa/mm
2. Dentinbrand	910°C	2 min	3 min	4 min	73 °C/min	50 hPa/mm
3. Dentinbrand	900°C	2 min	3 min	4 min	73 °C/min	50 hPa/mm
4. Dentinkorrekturbrand	900°C	2 min	3 min	4 min	73°C/min	50 hPa/mm
5. Dentinkorrekturbrand	900°C	2 min	3 min	4 min	73°C/min	50 hPa/mm

6.3 Prüfmethoden

6.3.1 Rauigkeitsmessungen-Vorversuche

Die Rauigkeit der unterschiedlich angestrahlten Probenoberflächen wurde mit dem Perthometer S6P (Feinprüfgerät Perthen GmbH Götting) gemessen. Eine hochempfindliche Diamant-Tastspitze (FRW-750) (Abb. 14) tastet eine Taststrecke ab und erfasst damit die Werkstoffoberfläche zweidimensional. Gestaltabweichungen werden in elektrische Signale automatisch umgewandelt und durch eine Software in verschiedene Messgrößen (R_z , R_a , R_{max}) umgerechnet. Die Rauheitswerte für die Zirkoniumdioxid-Keramikproben wurden in Anlehnung an die DIN 4768 befindlichen Berechnungsvorschriften ermittelt.

Folgende Messgrößen wurden erfasst:

- R_a – Mittenrauwert, arithmetischer Mittelrauwert aus allen Beiträgen des Rauheitsprofils (DIN 4768)
- R_z – Gemittelte Rautiefe, Mittelwert von maximalen Rauheitstiefe aus fünf aufeinander folgenden Einzelmessstrecken (DIN 4768/1)
- R_{max} – maximale Rautiefe, Größte der auf der Gesamtstrecke vorkommende Einzelrautiefe (DIN 4768/9)



Abb. 14: Diamant-Taster

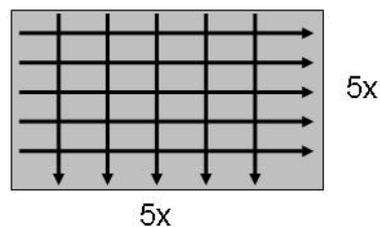


Abb. 15: Schemadarstellung der Taststrecke

Die Messung der Rauheit der Keramikoberfläche erfolgte immer vor und nach jeder Oberflächenbehandlung. Jeder Prüfkörper wurde nach der festgelegten Arbeitsweise vermessen. Dazu wurde der Prüfkörper mit Hilfe eines Klebebandes auf der Haltevorrichtung befestigt. Anschließend fuhr der Taster eine definierte Strecke an. Diese Messstrecke betrug 1,75 mm, wovon eine Vor- und Nachlaufstrecke von 0,25 mm abgezogen werden muss. Auf jedem Prüfkörper wurden parallel zueinander fünf Messreihen in der Längs- und Querrichtung durchgeführt (Abb. 15). Somit entstanden stets 10

Werte für einen Prüfkörper, wodurch eine höhere Genauigkeit der einzelnen Messwerte ermöglicht werden sollte.

6.3.2 Rauigkeitsmessung der Probenkörper für Verbundtest

Wie bei den Vorversuchen, so wurde auch hierbei die Rauheit der Prüfkörperoberflächen vor dem Verblenden mit einer Silikatkeramik bestimmt. Dabei wurden die Rauheitswerte für alle Gruppen nach jedem Arbeitsschritt gemessen. So entstanden Werte nach dem Sägen, vor dem Sandstrahlen und vor Sintern, nach Sandstrahlen und vor Sintern, vor Sandstrahlen und nach Sintern sowie nach Sandstrahlen und nach Sintern. Das Verfahren besteht aus drei parallelen Einzelmessungen für jeden Rauheitsparameter unter Einsatz des Perthometers S6P (siehe vorheriges Kapitel).

6.3.3 Prüfung der Biegefestigkeit

Durch den Biegebruchversuch ist es möglich die Festigkeit zu bestimmen. Für diese Studie wurde die Drei-Punkt-Biegeprüfung an der Zwick-Maschine (Z010) vorgenommen.

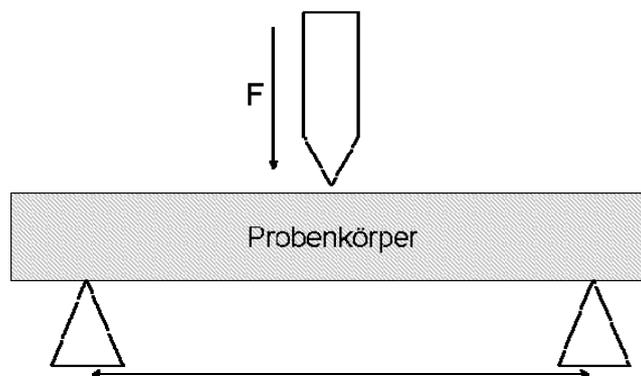


Abb. 16: Schema Drei-Punkt-Biegeversuch

In Abb. 16 ist die Prüfmethode schematisch dargestellt. Die Prüfkörper wurden mittig zwischen zwei Auflageflächen positioniert. Die behandelte Oberfläche der Keramikprobe zeigte dabei nach unten. Die Probe wurde solange belastet, bis sie zerbrach. Das Zerschneiden der Keramikprobe wurde von der Software der Zwick-Maschine automatisch durch den plötzlichen Kraftabfall registriert und in Form eines Kraft-Weg-Diagramms dokumentiert. Die Spannung, die an der Unterseite der Probe entsteht, lässt sich über die Last F , mit der die Probe belastet wird, und durch die geometrische Form der Probe bestimmen.

Die Biegefestigkeit wurde mit folgender Formel berechnet:

$$\sigma = \frac{3 \cdot F[N] \cdot l[mm]}{2b \cdot d^2[mm]} [MPa]$$

Formel 2: Biegefestigkeit

F= benötigte Kraft

d= Höhe der Probe

b= Breite der Probe

l = Länge der Auflagefläche

Die Auswertung der Biegefestigkeitswerte erfolgte mit Hilfe des Statistikprogramms Origin 7.5 (OriginLab Corp./USA).

6.3.4 Druck-Schertest

Um die Verbundfestigkeit zu ermitteln, wurde der Druck-Schertest angewandt. Mit der ZWICK-Universalprüfmaschine des Typs Z 005 (Abb. 17 und Abb. 18) wurden unter Zuhilfenahme einer speziell gefertigten Einspannvorrichtung die Prüfkörper bis zur Fraktur belastet. Ein planer Laststempel nahe der Verbundschicht bzw. der Zirkonoxid-Verblendkeramikgrenze angesetzt, wurde mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 1 mm/min bis zum Totalversagen des Verbundsystems bewegt.

Die Kraft bei der Fraktur des Verbundes wurde notiert und fand Eingang in die Gleichung zur Berechnung der Scherspannung, welche wiederum als Maß für die Verbundfestigkeit diente.

Die Scherspannung wird in MPa (1MPa=1 N/mm²) angegeben.

$$\text{Scherspannung } \sigma = \frac{\text{Kraft} \cdot F(N)}{\text{Fläche} A([mm])}$$

Formel 3: Scherspannung

Mit dieser Versuchsanordnung sollten die unter klinischen Bedingungen wirkenden Kaukräfte simuliert werden. Diese Versuchsanordnung lehnt sich dabei an die Scherversuche von Schmitz und Schulmeyer , Chong und Beach sowie an den Berliner Abschertest an [69, 70]



Abb. 17: Zwick-Prüfmaschine



Abb. 18: Versuchsaufbau

6.3.5 Bruchflächenanalyse

Beim Frakturieren der Probenkörper unter Belastung entstehen unterschiedliche Bruchmuster. Der Laststempel setzt nahe der Grenzschicht Zirkondioxid-Silikatkeramik auf und bewirkt durch den stetigen Vorschub eine Kraftentwicklung auf das Verbundsystem. Dies führt zu einem Totalversagen des Systems in Form eines Bruchs. Dieser provozierte Bruch kann dabei makroskopisch in drei verschiedene Formen eingeteilt werden.

Zum einen gibt es den Adhäsionsbruch, bei welchem keine Verblendmaterialanteile auf der Zirkondioxidoberfläche zu erkennen sind. Davon unterscheidet sich der Kohäsionsbruch, bei dem die Zirkondioxidoberfläche nach der Fraktur mit Verblendkeramik bedeckt bleibt. Der Kombinationsbruchs ist eine Verbindung von Adhäsions- und Kohäsionsbruch.

Die makroskopische Bruchflächenanalyse (Abb. 20) soll Aufschluss darüber geben, ob es bei der Fraktur zu einem Versagen des Verbundes innerhalb der Grenzschicht Zirkondioxid zu Verblendkeramik gekommen ist oder eine Fraktur innerhalb einer der beteiligten Keramiken vorliegt. Damit lassen sich die Verbundfestigkeitswerte besser zu-

ordnen und eine Unterscheidung hinsichtlich der Qualität des Bruches ist möglich. Eine Aussage über die Totalverlustrate kann getroffen werden.



Abb. 19: Aufnahme eines Probenkörpers nach Druck-Schertest

Die Bruchflächen wurden mit einer Canon Powershot A 720 digital fotografiert und anschließend mit den Programmen Vorschau[®] und Adobe Photoshop[®] bearbeitet. Um eine bessere Auswertbarkeit zu ermöglichen, wurden Belichtung, Sättigung, Gammawert, Schärfe und Sepia korrigiert und die Bildgröße auf 15x10 cm und 300 dpi eingestellt.

6.3.6 Analytische Messmethoden

Für weitere Aussagen und analytische Bestimmungen wurden die Proben im Rasterelektronenmikroskop (REM, EDX) und im Röntgendiffraktometer (VITA Zahnfabrik) untersucht.

6.3.7 REM und EDX – Analysen

Mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) können hoch aufgelöste Abbildungen einer Probe bis im Nanometerbereich aufgenommen werden. Die Oberfläche einer Probe wird mit einem gebündelten Elektronenstrahl zeilenweise abgerastert und anschließend werden die entsprechenden Signale ausgewertet [50, 68]. Die erreichbare Schärfentiefe übertrifft die des Lichtmikroskops um das Hundertfache.

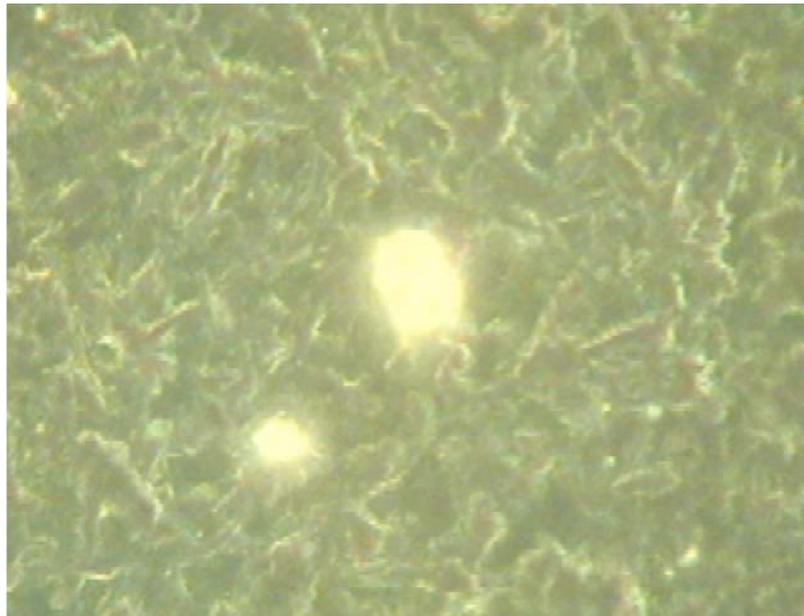


Abb. 20: REM-Aufnahme ZrO₂ (helle Anteile stellen impaktiertes Al₂O₃ dar)

Für diese Oberflächenbetrachtungen wurden die Keramikproben keiner zusätzlichen Behandlung unterzogen. Die Elektronenmikroskopischen Untersuchungen wurden mit 500facher und 2000facher Vergrößerung vorgenommen und anschließend fotografisch belegt (Abb.20). Gleichzeitig wurde eine Elementanalyse mit Hilfe der energiedispersiven Röntgenspektroskopie vorgenommen (EDX: Röntec GmbH, Berlin).

Für diese Untersuchung wurden auf den Proben fünf Flächen (Abb. 21) festgelegt. Von diesen Flächen wurden REM-Bilder mit 500facher und 2000facher Vergrößerung aufgenommen. Die Röntgenspektroskopie und Auswertung der Datensätze wurde mit den Programmen von Röntec WinShell, WinTolls, sowie die Statistische Bewertung mit Hilfe von Excel Microsoft und Origin 6 (OriginLab/USA) vorgenommen.

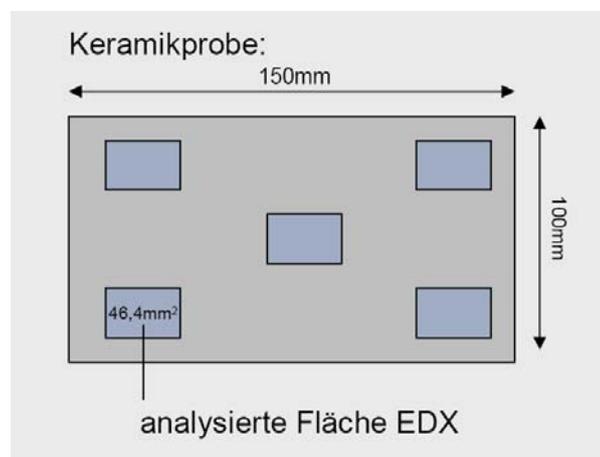


Abb. 21: Schema der EDX-Analyse

6.3.8 Röntgendiffraktometrie

Mit Hilfe der Röntgendiffraktometrie, die in dieser Studie dankenswerterweise von der VITA Zahnfabrik (Bad Säckingen) vorgenommen wurde, können Auskünfte über die Kristallstruktur einer Probe erhalten werden. Die Methode ermöglicht eine zerstörungsfreie Untersuchung von polykristallinen Materialien durch die Beugung von Röntgenstrahlen. Es können so die Abstände zwischen den atomaren Ebenen vermessen werden. Eine Beugung liegt jedoch nur vor wenn die Bragg'sche Bedingung erfüllt wird (Abb. 22). Die Röntgenstrahlen werden an Gitterebenen reflektiert und interferieren.

Für einen auf die Probe gerichteten Röntgenstrahl kann vorausgesetzt werden, dass eine entsprechend große Zahl von Mikrokristallen so ausgerichtet sind, dass die Bragg'sche Bedingung für die Reflexion aus jeder möglichen Gitterebene erfüllt ist. Bei einem bestimmten Winkel, der charakteristisch für den Abstand der Ebene ist, ergibt sich ein Maximum [50].

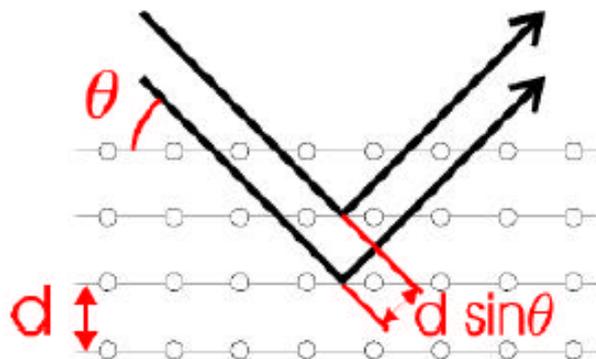


Abb. 22: Bragg'sche - Bedingung

Ein geeigneter Detektor fängt die Information auf und wandelt sie in brauchbare Signale um. Mit dieser Methode lassen sich Informationen über Anordnung und Abstände der Atome im Kristallgitter erhalten sowie Strukturen identifizieren.

6.4 Statistische Auswertung

Die statistische Auswertung erfolgte mit Hilfe des Programms Origin 6.0. Es wurde unter der Annahme der Normalverteilung der ermittelten Werte die Ein-Weg-Varianzanalyse (ANOVA) vorgenommen. Das Signifikanzniveau wurde für alle Tests mit $p = 0,05$ festgelegt [21]. Daraus resultiert bei einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 5% ein p-Wert, der größer bzw. kleiner als 0,05 ist und somit die Nullhypothese für den durchgeführten Paarvergleich bestätigt, bzw. ablehnt. Letzteres ist dann als signifikanter Unterschied zu bezeichnen.

Die graphische Darstellung erfolgte in Punktdiagrammen mit Mittelwert und Standardabweichung oder in Boxplotdiagrammen. Letztere bieten den Vorteil, dass bei kleinen Stichprobenumfängen Ausreißer die Lage des Medians nicht so stark beeinflussen wie im Falle der Mittelwertberechnung. Der Median ergibt sich durch die Ordnung der Meßwerte entsprechend ihrer Größe und bildet exakt die Mitte dieser Reihung ab. Im Box-Plot werden innerhalb der Box 50% aller Werte mit der unteren Grenze, dem 25-Perzentil, und der Obergrenze, dem 75-Perzentil, dargestellt. Der Mittelstrich ist der Median. Die herausragenden Querstriche bezeichnen die 5 bzw 95 % Grenze. Darüber hinausgehende Punkte sind als Ausreißer markiert.

7 Ergebnisse

7.1 Ergebnisse der Rauheitsmessungen als Vorversuche

7.1.1 Oberflächenbehandlung mit unterschiedlichen Korundkorngrößen

Zunächst werden hier die Ergebnisse, der durch unterschiedlichen Korundkorngrößen oberflächenbehandelten Keramikproben nach der Endsinterung, vorgestellt. Für diese Vorversuche wurden YZ CUBES der Firma VITA eingesetzt.

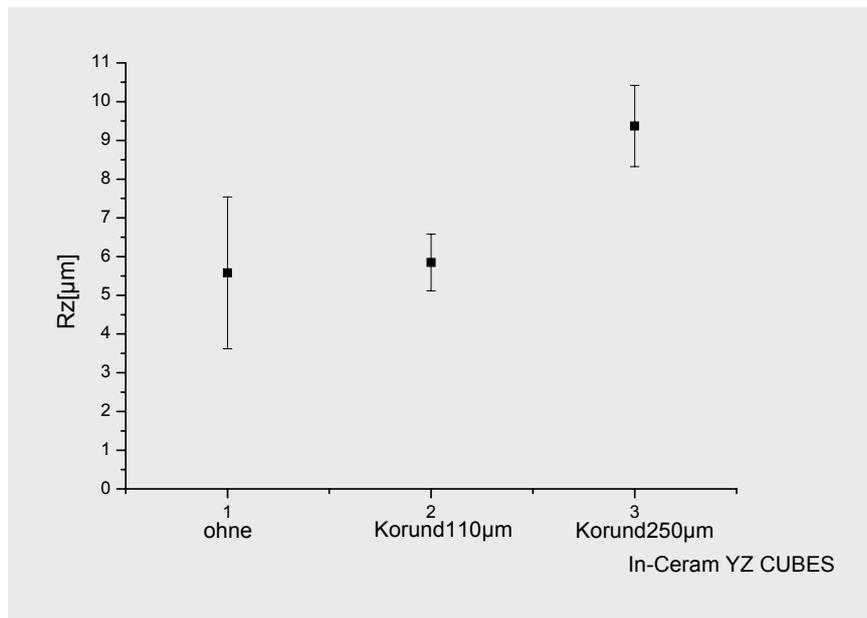


Abb. 23: Mittlere Rauhtiefen oberflächenbehandelter ZrO₂- Keramikproben

Das in Abb. 23 dargestellte Diagramm beinhaltet Werte aus insgesamt 28 Prüfkörpern somit 280 Einzelmessungen. Die Verteilung der gewählten oberflächenbehandelten Proben ist uneinheitlich. Es wurden 9 Proben mit 250 µm Korund, 4 Proben mit 110 µm Korund und 15 Proben ohne Behandlung in diesem Diagramm gegenübergestellt.

Eine auffällige Oberflächenveränderung in der Rauheit ergab sich bei den mit 250 µm korundgestrahlten Proben mit einer mittleren Rauhtiefe Rz von 9,4 µm. Der Rz- Wert für die mit 110 µm korundgestrahlten Keramikproben liegt bei 5,8µm, bei den nicht behandelten Proben (ohne) bei 5,57 µm. Beide Werte liegen dicht beieinander.

Es lässt sich ableiten, dass je größer das Strahlgut ist, die messbare Rauheit sich erhöht und höhere Rauheitspeaks auftreten. Auch kommt es durch das Abstrahlen zu einer Vereinheitlichung der Oberfläche.

Im Vergleich zu den beiden anderen Mittelwert-Darstellungen ist bei den unbehandelten (ohne) Proben eine höhere Streuung auffällig. Der Unterschied der Messwerte zwischen den mit 110 μm und den mit 250 μm korundgestrahlten Prüfkörpern ist signifikant.

7.1.2 Unpolierte und polierte Oberflächen im Vergleich

Eine definierte Anzahl von Keramikproben wurde poliert und anschließend mit unterschiedlichen Korngrößen (50 μm , 110 μm , 250 μm) des Korundstrahlgutes oberflächlich behandelt.

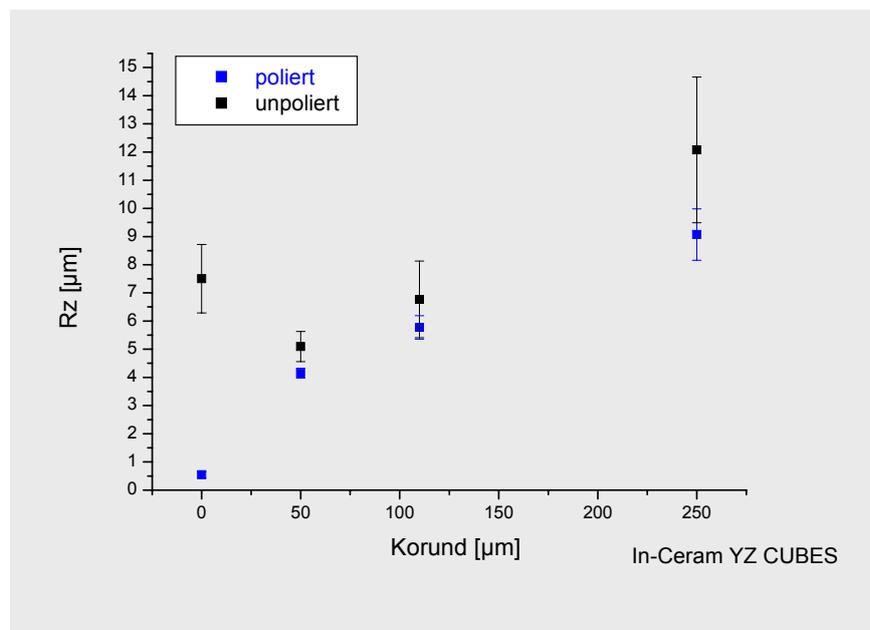


Abb. 24: Vergleich von unpolierten und polierten Keramikoberflächen

Vergleicht man im Überblick (Abb. 24) die polierten mit den unpolierten Proben, ist deutlich zu erkennen, dass alle unpolierten Keramikproben höhere Rz-Werte aufweisen. Die höchste Streuung ergab sich bei den unpolierten mit 250 μm Korund behandelten Keramikproben. Der mittlere Rz-Wert der unpolierten Proben liegt bei 12,2 μm , der polierten bei 9,1 μm . Daraus ergibt sich eine Differenz von 3,1 μm .

Die aufgeführten Messwerte sind tabellarisch erfasst (Tab. 5) und verdeutlichen die Differenzen zwischen den polierten und unpolierten 250 μm korundgestrahlten Proben zu den 50 μm und 110 μm korundgestrahlten Proben.

Tab. 5: Rz- Werte im polierten und unpolierten Zustand im Vergleich

Korund [μm]	polierte Rz [μm]	unpoliert Rz [μm]	Differenz Rz [μm]
0	0,5	7,5	7
50	4,2	5,1	0,9
110	5,9	6,8	0,9
250	9,1	12,2	3,1

Auffällig war die hohe Differenz der 250 μm behandelten Probe im Vergleich zu den 50 μm und 110 μm angestrahlten Keramikproben. Die Unterschiede bewegen sich zwischen 0,9 μm und 3,1 μm .

7.1.3 Oberflächenbehandlungs-Kombination mit Feldspat + Korund

Die Keramikproben wurden bei einer einheitlich festgelegten Anstrahlkombination einmal mit Natriumfeldspat und einmal mit Kalifeldspat behandelt.

Für jede Probe wurde ohne Behandlung, nach der ersten Korundbehandlung sowie nach der anschließenden Feldspatkeramik-Anstrahlung die Rauheit gemessen.

1. Kombination: Natronfeldspat mit großem Korndurchmesser

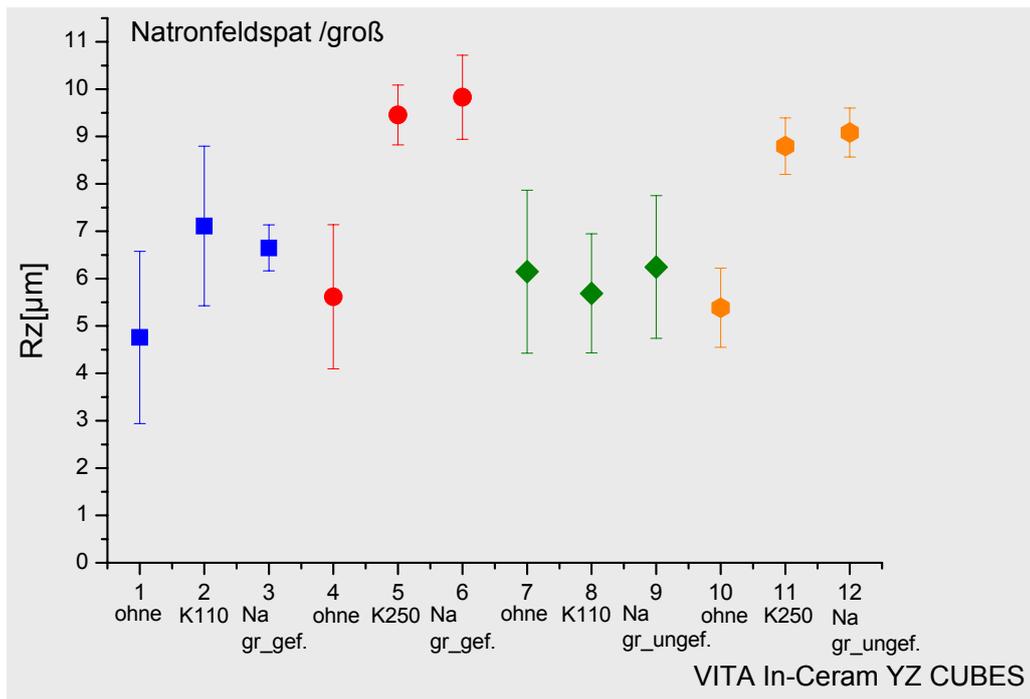


Abb. 25: Mittlere Rauhtiefen für Oberflächenbehandlungs-Kombination Natronfeldspat/groß
ohne – Pk ohne Oberflächenbehandlung
K110 – Pk mit Korund (110µm) angestrahlt
K250 – Pk mit Korund (250µm) angestrahlt
Na gr_gef. – Pk mit Natrium (groß/gefrittet) angestrahlt
Na gr_ungef. – Pk mit Natrium (groß/ungefrittet) angestrahlt

In Abb. 25 sind vier Versuchsserien mit Natronfeldspat dargestellt. Hierbei stellt jede Farbe eine eigene Versuchsreihe dar. Die blau dargestellte Serie zeigt, dass die Serie der mit 110 µm Korund angestrahnten Proben einen höheren Rz-Wert (7,1µm) hat, als die anschließend mit Natronfeldspat (groß /gefrittet) angestrahnten Prüfkörper (6,64µm). Alle anderen Reihen in rot, grün und gelb dargestellt, zeigen höhere Werte nach der Natronfeldspat-Behandlung, im Vergleich zu den nur mit Korund behandelten Oberflächen.

Erkennbar ist, dass Korund die durchschnittliche Rauheit bestimmt und das nachfolgende Abstrahlen mit Feldspaten die Werte ein wenig, jedoch nicht signifikant, verändert. Es lässt sich daraus eine denkbare Vorbehandlungskombination ableiten.

2. Kombination: Natronfeldspat mit kleinem Korndurchmesser

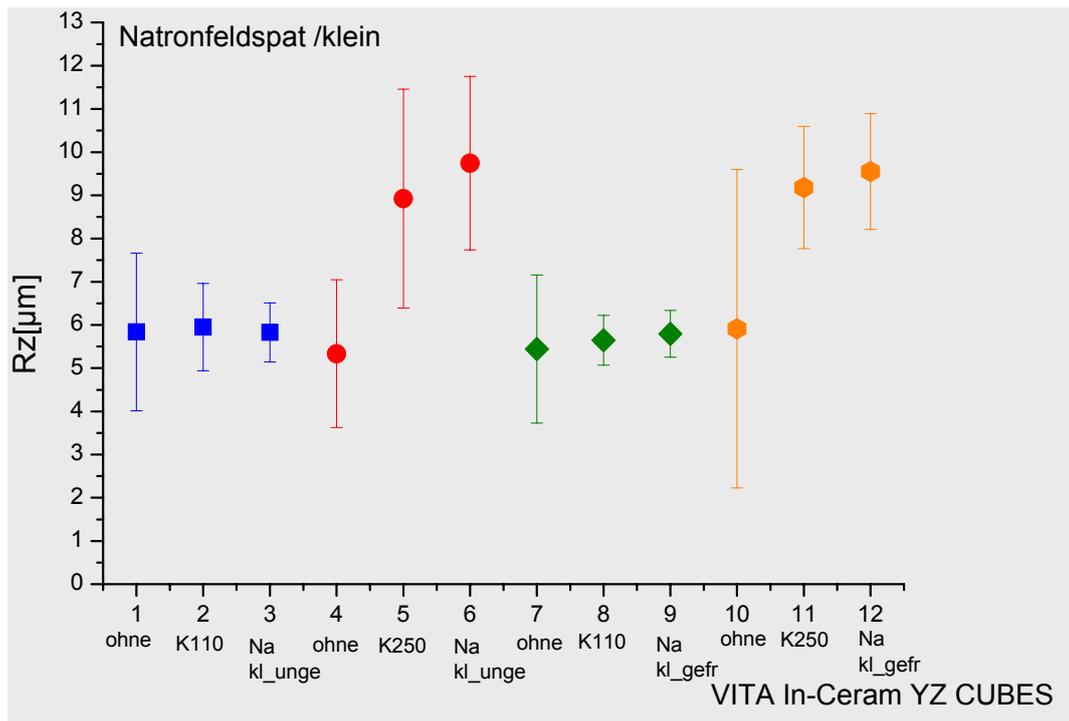


Abb. 26: Mittlere Rauthiefe für Oberflächenbehandlungs-Kombination Natronfeldspat/klein
ohne – Pk ohne Oberflächenbehandlung
K110 – Pk mit Korund (110μm) angestrahlt
K250 – Pk mit Korund (250μm) angestrahlt
Na kl-unge – Pk mit Natrium (klein/ungefrittet) angestrahlt
Na kl_gefr – Pk mit Natrium (klein/gefrittet) angestrahlt

Die rot und gelb markierten Serien zeigen (Abb. 26) mit den 250 μm Korund angestrahlt-ten Proben die höheren Werte. Hierbei hat die rote Serie die höchsten Rz-Werte, der Mittelwert der 250 μm Korund behandelten Proben liegt bei 8,9 μm und der anschließenden Natronfeldspat-Anstrahlung bei 9,74 μm.

Ebenfalls liegen alle Natronfeldspatmesswerte ähnlich der 1.Kombination, mit Ausnahme der blauen Serie, über den der Korundmesswerte.

3. Kombination: Kalifeldspat mit großem Korndurchmesser

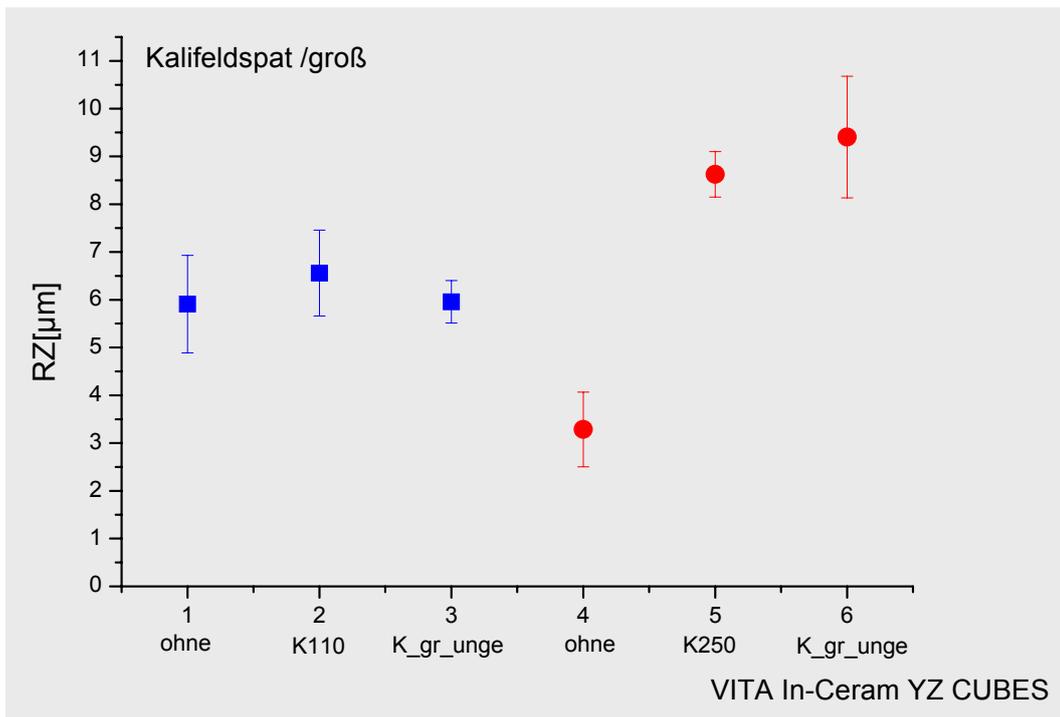


Abb. 27: Mittlere Rauhtiefe für Oberflächenbehandlungs-Kombination Kalifeldspat/groß
ohne – Pk ohne Oberflächenbehandlung
K110 – Pk mit Korund (110μm) angestrahlt
K250 – Pk mit Korund (250μm) angestrahlt
K_gr_unge – Kalifeldspat (groß/ungefrittet)

Aus Materialgründen konnten in diesem Fall nur zwei Serien verglichen werden.

Die mit größerem Korund (250μm) und Kalifeldspat angestrahlten Messreihen präsentieren in dieser Abbildung (Abb. 27) höhere Rz-Messwerte, als die mit 110 μm Korund behandelten Proben. Die Rz-Werte der mit Kalifeldspat und 250 μm Korund behandelten Proben liegen bei 9,41 μm und für die mit Kalifeldspat und 110 μm Korund behandelten Keramikproben bei 5,95 μm.

4. Kombination: Kalifeldspat mit kleinem Korndurchmesser

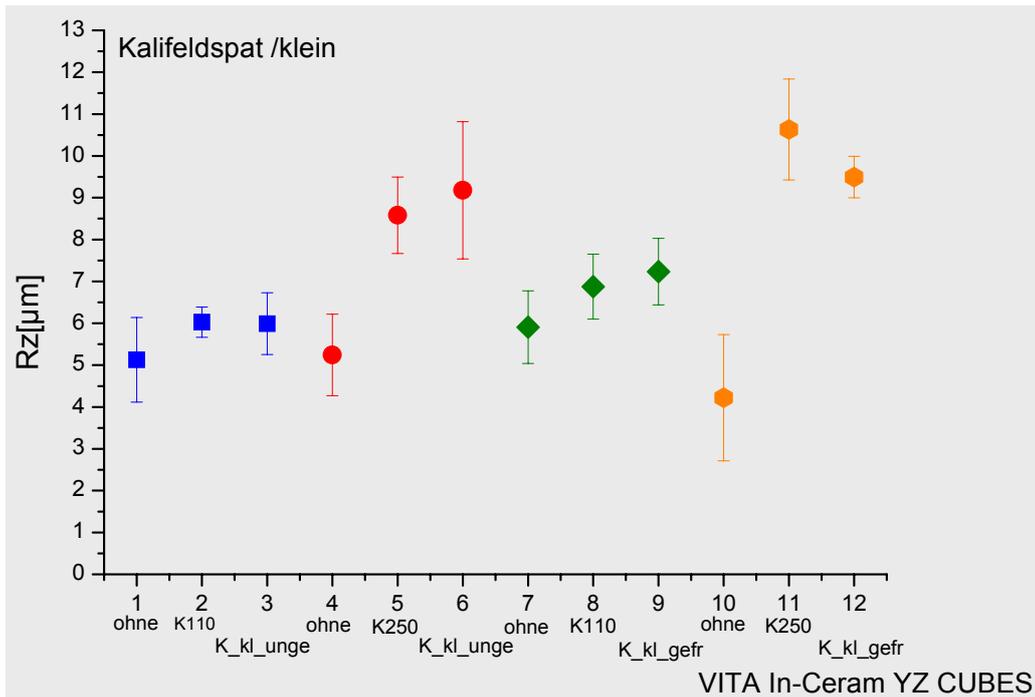


Abb. 28: Mittlere Rauhtiefe für Oberflächenbehandlungs-Kombination Kalifeldspat/klein
 ohne – Pk ohne Oberflächenbehandlung
 K110 – Pk mit Korund (110µm) angestrahlt
 K250 – Pk mit Korund (250µm) angestrahlt
 K_kl_unge – Pk mit Kalifeldspat (klein/ungefrittet) angestrahlt
 K_kl_gefr – Pk mit Kalifeldspat (klein/gefrittet) angestrahlt

Die rote und gelbe Serie der mit 250 µm Korund behandelten Proben stellen wie auch in den letzten Behandlungskombinationen höherer Rauheitswerte dar (Abb. 28). Auffällig wird jedoch die gelbe Serie, sie zeigt einen starken Abfall im Rz-Wert bei den mit Kalifeldspat angestrahnten Probenkörpern. Einen hohen Rz-Wert besitzen hingegen die mit 250 µm Korund behandelten Proben mit Werten von 10,6 µm.

In den folgenden Tabellen sind die Rz-Messwerte der Kalifeldspate und Natronfeldspate aufgeführt.

1. Vergleich Natronfeldspat / Kalifeldspat mit kleinen Korndurchmessern

Tab. 6: Vergleich Natron- Kalifeldspat /klein

Korund [µm]	Natronfeldspat Rz [µm]	Kalifeldspat Rz[µm]
110 _{ungefr.}	5,82 ±0,68	5,99 ±0,73
250 _{ungefr.}	9,74 ±2,01	9,18 ±1,64
110 _{gefr.}	5,79 ±0,54	7,23 ±0,79
250 _{gefr.}	9,55 ±1,34	9,49 ±0,49

2. Vergleich Natronfeldspat / Kalifeldspat mit großen Korndurchmessern

Tab. 7: Vergleich Natron- Kalifeldspat /groß

Korund [μm]	Natronfeldspat Rz [μm]	Kalifeldspat Rz [μm]
110 _{ungefr.}	6,24 \pm 1,50	5,95 \pm 0,44
250 _{ungefr.}	9,08 \pm 0,51	9,41 \pm 1,27
110 _{gefr.}	6,64 \pm 0,48	-
250 _{gefr.}	9,82 \pm 0,88	-

Die in beiden Tabellen zusammengefassten Messwerte lassen keine signifikanten Unterschiede feststellen.

7.1.4 Oberflächenbehandlung vor und nach Endsinterung

In den Abbildungen (Abb. 29 und Abb. 30) werden beide verwendeten Materialien gesondert dargestellt. Alle Keramikproben wurden jeweils vor und nach Endsinterung mit Korund und Feldspatkeramik oberflächlich behandelt. Für die Feldspatkeramikbehandlung wurden in allen Vorversuchsreihen Feldspate mit großen Korndurchmessern verwendet.

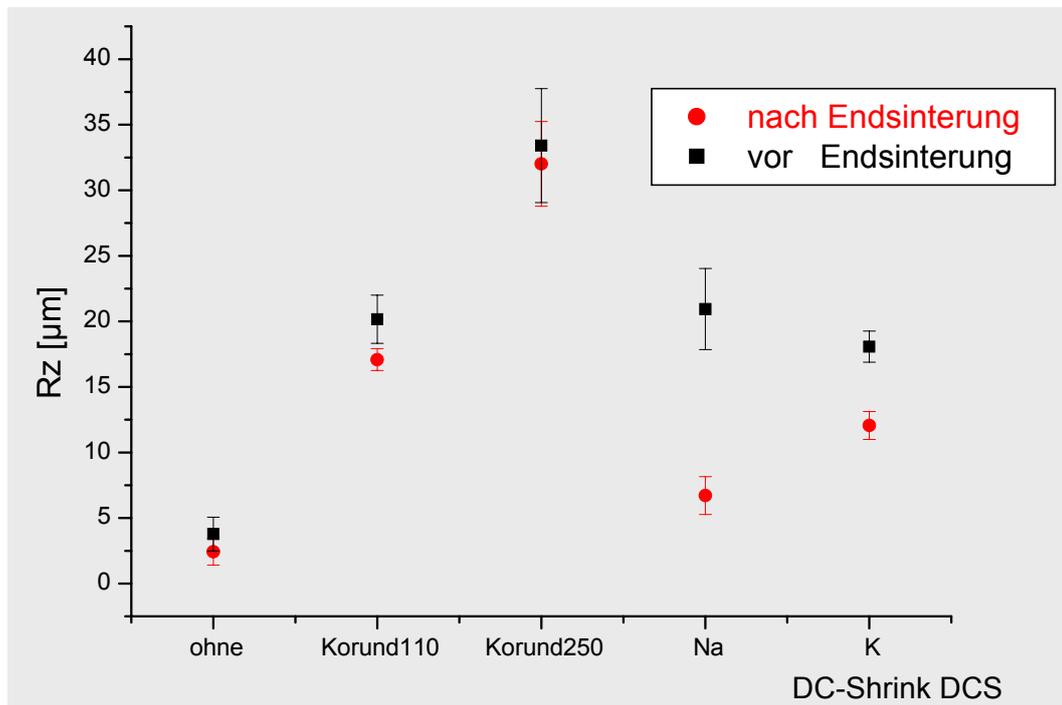


Abb. 29: Mittlere Rauhtiefen vor /nach der Endsinterung DCS
 ohne – Pk ohne Oberflächenbehandlung
 Korund 110 – Pk mit Korund (110 μm) angestrahlt
 Korund 250 – Pk mit Korund (250 μm) angestrahlt
 Na – Pk mit Natronfeldspat angestrahlt
 K – Pk mit Kaliumfeldspat angestrahlt

Es wird deutlich, dass alle Oberflächenbehandlungen, die vor der Endsinterung vorgenommen wurden, höhere Rz-Werte aufweisen. Eine Ausnahme jedoch zeigt der Rz-Wert in Abb. 30 bei 110 µm Korund mit einer entgegen gesetzten Veränderung. Folglich ergibt das Abstrahlen vor der Endsinterung eine signifikant höhere Rauigkeit als diese Behandlung nach dem Endsintern.

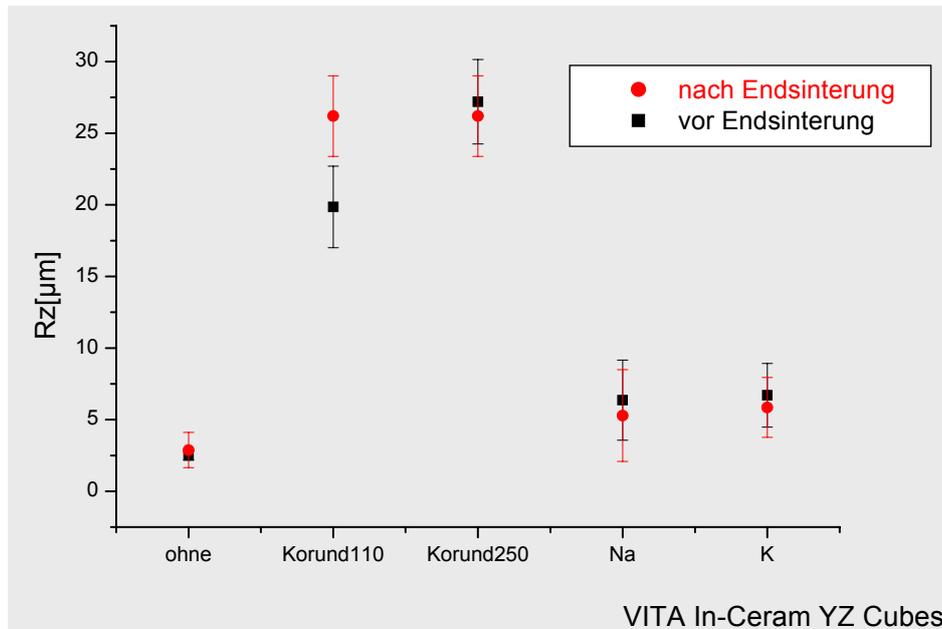


Abb. 30: Mittlere Rauhtiefen vor /nach der Endsinterung VITA

Bei den DCS-Proben imponiert weiterhin eine signifikant größere Rauigkeitsreduktion bei den feldspatbehandelten Proben im Vergleich zu den korundbehandelten Proben. Interessant ist hier die Frage, ob es zu einer Beeinflussung des Sinterverhaltens kommt. Dies sollte in einer weiterführenden Arbeit geklärt werden.

Die behandelten Keramikproben mit der Verwendung von 250 µm Korund zeigen bei beiden Materialien die höchsten Rauheitswerte. Bei den vor Endsinterung angestrahlten Proben liegt der Rz- Wert der DCS–Keramik bei 34 µm und der Rz- Wert der VITA-Keramik bei 27,5 µm. Somit stellt sich beim Materialvergleich eine Differenz in ihrer gemessenen Rauheit von 6,5 µm dar.

Die in Abb. 30 dargestellten Vita-Keramikproben weichen in den Rauheitswerten bei den Feldspatbehandlungen kaum voneinander ab. Auch gibt es keine große Abweichungen bei den vor und nach Endsinterung behandelten Proben. Im Gegensatz dazu ist der Unterschied bei den DCS Keramikproben deutlich. Hier weichen die Rz-Werte mit größeren Abständen voneinander ab.

7.2 Ergebnisse der Biegefestigkeitsmessung

Die Untersuchung der Biegefestigkeit wurde an insgesamt 12 Keramikproben durchgeführt, von denen nach der Endsinterung jeweils drei Proben unterschiedlich vorbehandelt worden sind, d.h. mit unterschiedlichem Strahlmaterial abgestrahlt wurden. Siehe dafür auch das Kapitel Material und Methodik

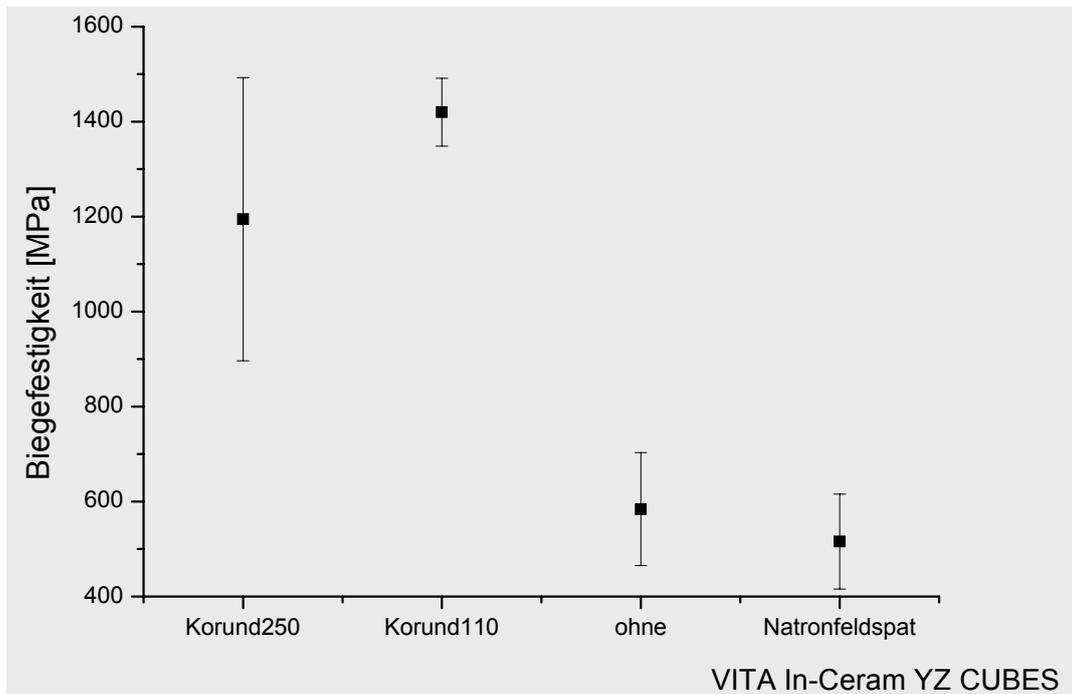


Abb. 31: Biegefestigkeitsmessung
ohne – Pk ohne Oberflächenbehandlung
Korund110 – Pk mit Korund (110 μ m) angestrahlt
Kornd250 – Pk mit Korund (250 μ m) angestrahlt
Natronfeldspat – Pk mit Natronfeldspat angestrahlt

Die mit 110 μ m Korund angestrahnten Proben zeigen deutlich den höchsten Biegefestigkeitswert bei einer geringeren Streuung, 1420 \pm 71 MPa. Bei 250 μ m Korund ist die Streuung am höchsten und beträgt bei 1194 \pm 298 MPa. Die beiden niedrigsten Werte sind bei den natronfeldspatangestrahnten und bei den nicht behandelten Keramikproben (ohne) ermittelt worden. Jedoch weisen die mit Natronfeldspat behandelten Proben den kleinsten Mittelwert von 515 \pm 100 MPa auf, wie der Vergleich mit den unbehandelten Keramikproben mit einer Biegefestigkeit von 584,03 \pm 119 MPa zeigt.

Die Vermutung liegt nahe, dass Korngröße und Härte des Strahlmittels durchaus einen Einfluss auf die t \rightarrow m-Transformation, die Schichtstärke der Transformationsschicht und auf die initiale Rissbildung haben.

7.3 REM und EDX Analyse

7.3.1 Rückstreuelektronenbilder

Es werden die vor und nach Endsinterung behandelten Proben dargestellt. Untersucht wurden für jede Materialgruppe jeweils 10 Keramikproben mit unterschiedlichen Oberflächenbehandlungen. Nur ausgewählte REM-Aufnahmen werden hier als Ergebnisse präsentiert.

Die Aufnahmen zeigen deutliche Unterschiede in der Oberflächenbeschaffenheit zwischen den mit der gröberen und feineren Körnung behandelten Oberflächen. Auch die Behandlung im teilgesinterten und endgesinterten Zustand erzeugt Unterschiede.

In den Abb. 32, Abb. 33 ist eine Probe abgebildet, die keine Oberflächenbehandlung erhalten hat. Es sind noch eindeutige Schleifspuren der Diamantsäge, besonders auf Abb. 33 zu erkennen.

In den Abbildungen der teilgesinterten Proben, linke Spalte, ist im Vergleich zu den endgesinterten Proben, rechte Spalte, eine feinere Körnung vorzufinden. Vergleicht man die korundbehandelten Proben mit den mit Feldspat behandelten, so sind die Unterschiede in der Oberflächentopographie deutlich. Die mit Korund behandelten Proben zeigen tiefe Einbuchtungen und Kraterlandschaften auf den Oberflächen.

Die angestrahlten Proben, Abb. 42, Abb. 43, zeigen auch bei diesem Keramikmaterial Diamantschleifspuren. Diese Proben sind nicht oberflächenbehandelt. Bei einem Vergleich beider Aufnahmen, ist die gröbere Körnung in der Abb. 42 und die feinere in der Abb. 43 zu beobachten.

Optische Unterschiede sind in den unterschiedlichen Korundkorngrößen (Proben: D2, D3) nicht festzustellen. Jedoch ist eine feinere Körnung nach der Endsinterung zu erkennen. Vergleicht man die mit Korund gestrahlten Proben mit den feldspatgestrahlten, so ist zu erkennen, dass die Oberflächen, die mit Feldspat behandelt wurden, feinere Körnung aufweisen und die korundbehandelten Proben tiefere Ausbuchtungen bzw. kraterähnliche Oberflächen zeigen.

Material: VITA CUBES

Probe V1: ohne Oberflächenbehandlung, 2000fache Vergrößerung

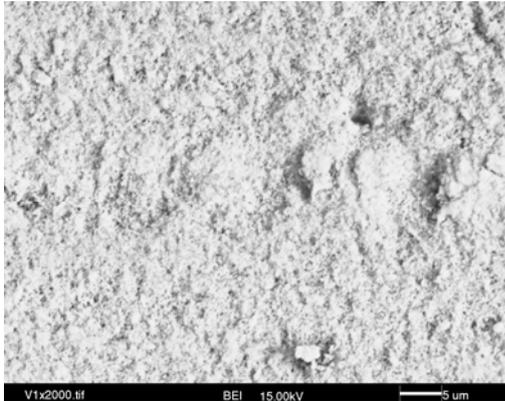


Abb. 32: ohne Oberflächenbehandlung vor Endsinterung (teilgesintert)

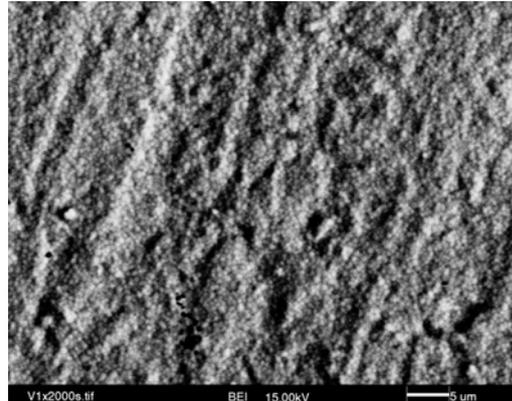


Abb. 33: ohne Oberflächenbehandlung nach Endsinterung

Probe V2: mit 110µm Korund behandelte Oberfläche, 2000fache Vergrößerung

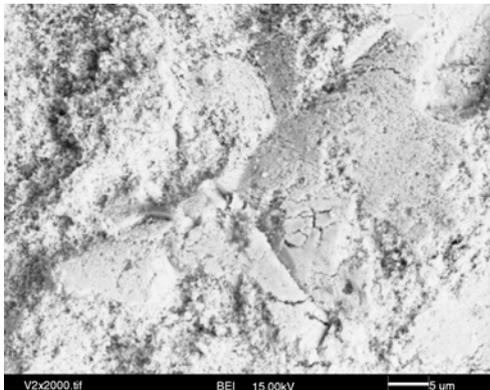


Abb. 34: 110 µm Korundbehandlung vor Endsinterung (teilgesintert)

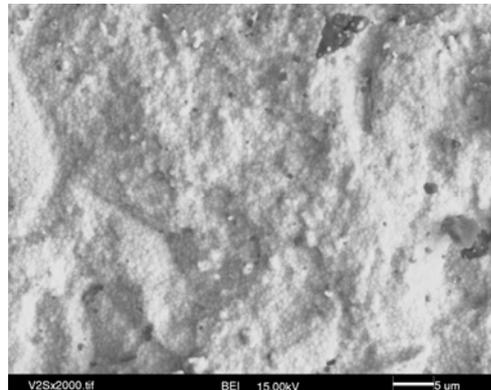


Abb. 35: 110 µm Korundbehandlung nach Endsinterung

Probe V3: mit 250µm Korund behandelte Oberfläche, 2000fache Vergrößerung

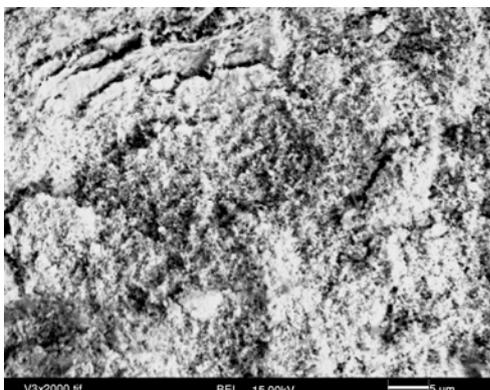


Abb. 36: 250µm Korundbehandlung vor Endsinterung (teilgesintert)



Abb. 37: 250 µm Korundbehandlung nach Endsinterung

Probe V4: mit Natronfeldspat behandelte Oberfläche, 2000fache Vergrößerung

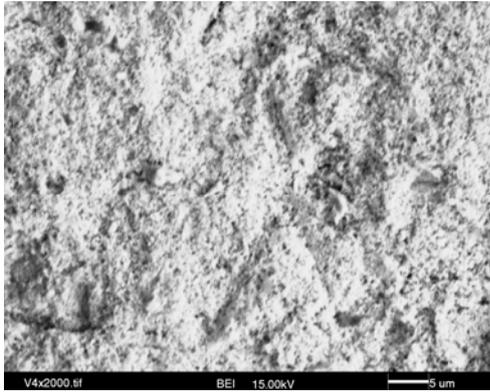


Abb. 38: mit Natronfeldspat behandelt vor Endsinterung (teilgesintert)

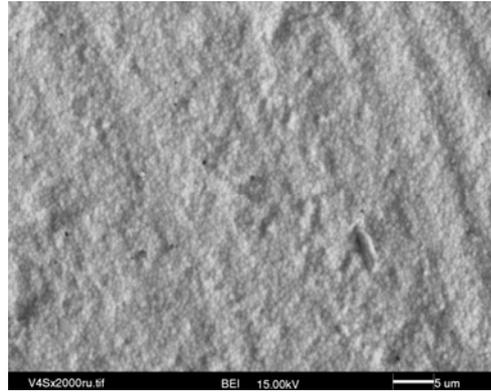


Abb. 39: mit Natronfeldspat behandelt nach Endsinterung

Probe V5: mit Kalifeldspat behandelte Oberfläche, 2000fache Vergrößerung

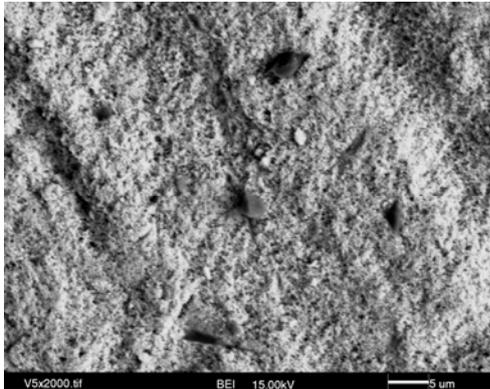


Abb. 40: mit Kalifeldspat behandelt vor Endsinterung (teilgesintert)

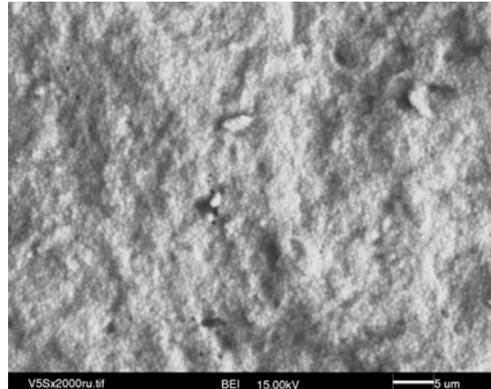


Abb. 41: mit Kalifeldspat behandelt nach Endsinterung

Material: DC-Shrink der Firma DSC

Probe D1: ohne Oberflächenbehandlung, 1000fache Vergrößerung

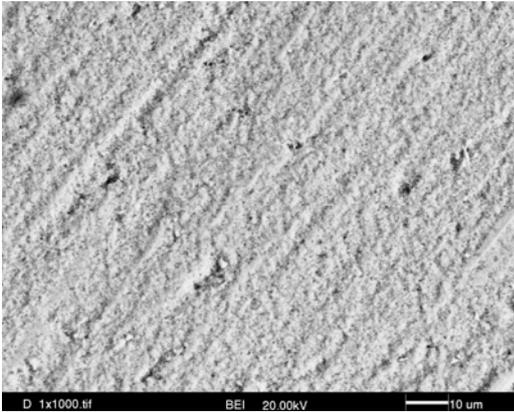


Abb. 42: ohne Oberflächenbehandlung vor Endsinterung (teilgesintert)

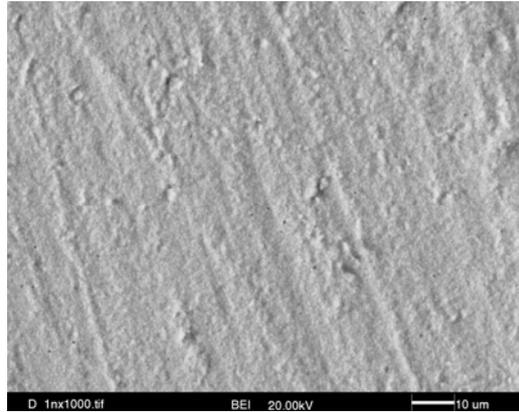


Abb. 43: ohne Oberflächenbehandlung nach Endsinterung

Probe D2: mit 110µm Korund behandelte Oberflächen, 1000fache Vergrößerung



Abb. 44: 110 µm Korundbehandlung vor Endsinterung (teilgesintert)

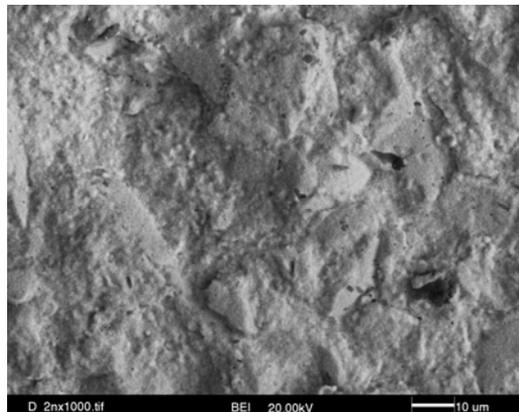


Abb. 45: 110 µm Korundbehandlung nach Endsinterung

Probe D3: mit 250µm Korund behandelte Oberfläche, 1000fache Vergrößerung



Abb. 46: 250 µm Korundbehandlung vor Endsinterung (teilgesintert)

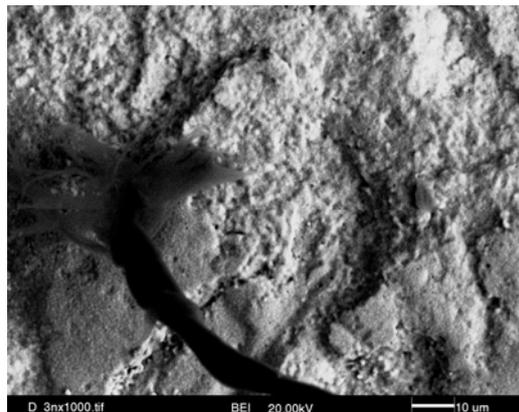


Abb. 47: 250 µm Korundbehandlung nach Endsinterung

Probe D4: mit Natronfeldspatkeramik behandelte Oberfläche, 1000fache Vergrößerung

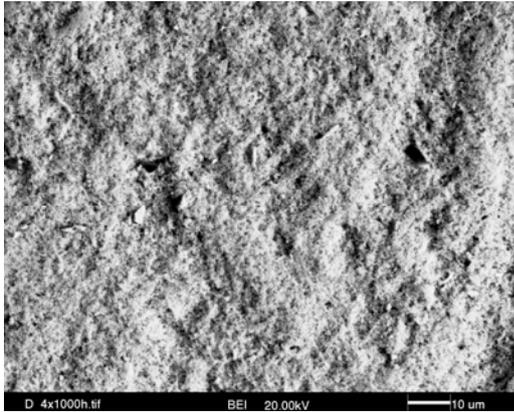


Abb. 48: mit Natronfeldspat behandelt vor Endsinterung (teilgesintert)

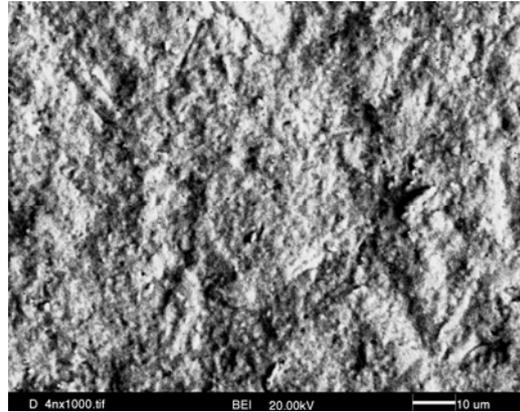


Abb. 49: mit Natronfeldspat behandelt nach Endsinterung

Probe D5: mit Kalifeldspat behandelte Oberfläche, 1000fache Vergrößerung

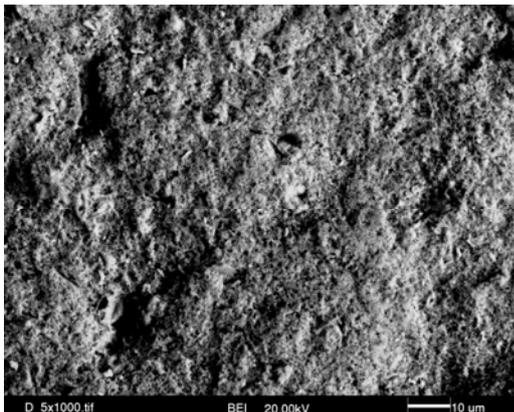


Abb. 50: mit Kalifeldspat behandelt vor Endsinterung (teilgesintert)



Abb. 51: mit Kalifeldspat behandelt nach Endsinterung

7.3.2 Elementanalyse mit EDX

Während der REM-Aufnahmen wurde gleichzeitig die Element-Flächen-Analyse (EDX) durchgeführt. Diese Ergebnisse werden im Folgenden präsentiert.

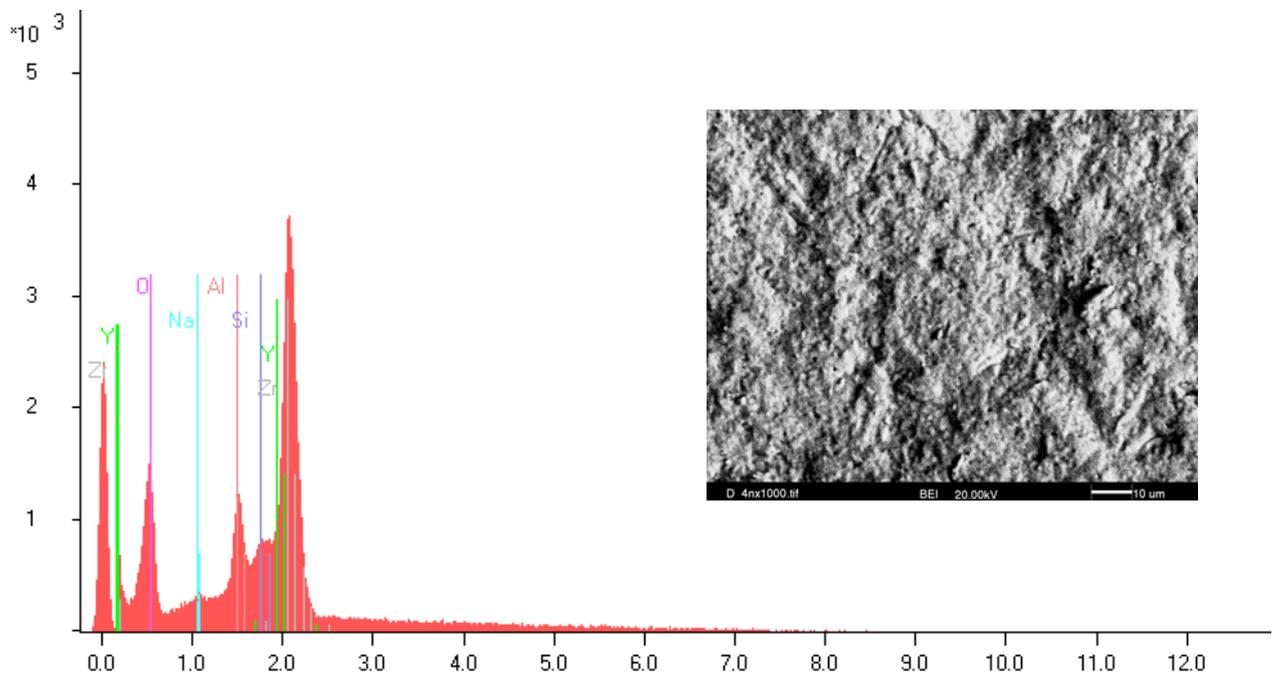


Abb. 52. Elementanalyse Spektrum der mit Na angestrahlten Keramikprobe

Das EDX- Spektrum, wie in Abb. 52 dargestellt, entstammt einer mit Natronfeldspat angestrahlten Probe. Das Spektrum dient hier als Beispiel für die in dieser Arbeit durchgeführte Elementanalyse. Jeder einzelne Peak stellte ein bestimmtes Element dar. Die Fläche der einzelnen Peaks wurde mit Hilfe der Software (WinShell) bestimmt. Die Fläche eines Peaks gibt die prozentualen Anteile der einzelnen Elemente auf einer gemessenen Probe an. Von jeder Probe entstanden fünf solcher Spektren (Abb. 52) deren Ergebnisse als Mittelwerte in folgender Tabelle dargestellt sind (Tab. 8).

Tab. 8: Proben V1-V5 Oberflächenbehandlung und EDX-Analyse vor der Endsinterung, V1S- V5S nach der Endsinterung EDX-Analyse-Untersuchungen, ± Vertrauensbereich

Probe	Zr [%]	Al[%]	Si[%]	Y[%]	Hf[%]	O[%]	Na[%]	K [%]
V1	59,69 ±10,9	0,87 ± 0,33	1,76 ±0,45	10,63 ±2,37	1,35 ± 1,81	25,7 ± 4,54		
V1S	58,51 ± 13,4	0,73 ± 0,39	1,56 ±0,59	10,41 ± 0,03	2,44 ±2,92	26,35 ± 4,87		
V2	56,44 ± 15,31	1,54 ± 0,6	1,53 ± 0,57	10,06 ±8,13	1,95 ±2,2	28,45 ± 5,01		
V2S	57,39 ± 11,82	2,36 ± 0,68	1,57 ±0,52	10,09 ± 2,7	1,96 ± 2,32	26,62 ± 4,76		
V3	58,39 ±12,38	4,89 ± 1,12	1,58 ± 0,53	10,37 ± 2,85	1,96 ± 2,3	22,78 ±4,08		
V3S	57,05 ± 15,65	2,05 ± 0,79	1,58 ±0,69	10,25 ± 3,48	2,40 ± 2,97	26,65 ±4,97		
V4	54,91 ± 19,97	0,93 ± 0,49	1,81 ±0,79	9,66 ± 3,91	1,61 ± 1,87	30,14 ± 5,23	0,88 ± 0,69	
V4S	55,33 ±24,48	1,05 ± 0,71	1,43 ±0,84	9,81 ± 4,95	1,66 ± 2,16	29,73 ± 5,37	0,97 ± 0,99	
V5	62,65 ±10,59	1,19 ± 0,41	2,16 ±0,57	11,36 ± 2,56	2,17 ± 2,6	20,18 ±3,68		0,26 ± 0,42
V5S	57,95 ±10,52	1,58 ± 0,46	1,86 ± 0,49	11,48 ± 2,6	2,15 ± 2,42	19,37 ±3,58		0,17 ± 0,33

Tab. 9: Probennummern/ Erläuterung zu Tab. 8

Probennummer	Oberflächenbehandlung
V1	ohne
V2	110µm Korund vor der Endsinterung
V2S	nach Endsinterung 110µm Korund
V3	250µm Korund vor der Endsinterung
V3S	nach Endsinterung 250µm Korund
V4	Natriumfeldspat/ groß vor Ends.
V4S	nach Ends. Natriumfeldspat/ groß
V5	Kalifeldspat/ groß vor Ends
V5S	nach Ends. Kalifeldspat/ groß

Tab. 8 erfasst alle Proben die vor der Endsinterung durch die unterschiedlichen Oberflächenkombinationen behandelt wurden. Die Proben V5 und V4 wurden mit Feldspat behandelt, V2 und V3 mit 110 µm bzw. 250 µm Korund angestrahlt. V1 dient hier als Referenz-Probe, die aus diesem Grund nicht behandelt wurde.

Alle mit Korund angestrahnten Proben zeigen größere Mengen an Al und Si. Die Probe V3 besitzt vor dem Sintern mit 4,89% Al den höchsten Wert, der Si-Anteil liegt bei 1,58%. Im Vergleich zur Referenzprobe (V1) steigen bei allen anderen Keramikproben die Werte für Al und Si.

Auf den Oberflächen der mit Feldspat angestrahlten Proben V4 und V5 beinhalten laut Analyse Na- und K-Elemente, jedoch ist in beiden Fällen der Vertrauensbereich größer. Annähernd gleich sind die prozentualen Werte der Elemente Zr, Hf, Y, O.

Die folgende Tabelle zeigt Proben, die nach der Endsinterung durch unterschiedliche Kombinationen in ihrer Oberflächenbehandlung verändert und anschließend elementanalytisch untersucht wurden.

Tab. 10: Proben nach Sinterung angestrahlt

Probe	Zr[%]	Al[%]	Si[%]	Y[%]	Na[%]	K[%]	O[%]
16_1	54,39 ±8,42	3,19 ±0,66	5,19 ±0,94	4,45 ±1,3	1,09 ±0,37		26,72 ±3,93
16_3	53,08 ±8,1	4,44 ±0,84	3,14 ±2,15	10,28 ±1,87		0,17 ±0,18	27,16 ±4,48
16_4	57,4 ±8,32	4,26 ±0,77	3,19 ±0,59	11,55 ±2,1		0,26 ±0,3	23,31 ±4,03
2_4	55,28 ±15,38	3,47 ±1,17	3,07 ±0,95	11,22 ±3,46	0,48 ±0,5		26,62 ±4,61
16_9	55,26 ±11,12	3,7 ±0,9	3,70 ±0,86	11,21 ±2,69	0,38 ±0,4		25,7 3±3,64
28_11	54,94 ±8,11	3,15 ±0,62	4,81 ±0,84	11,04 ±2,08		1,02 ±0,43	24,93 ±4,33
28_5	45,22 ±6,96	15,82 ±0,96	8,27 ±1,39	9,87 ±2,22	2,1 ±0,7		29,57 ±5,21
28_4	55,46 ±7,83	3,33 ±0,62	4,66 ±0,79	11,42 ±2,05	0,65 ±0,37		24,46 ±11,48
28_2	53,79 ±7,33	3,57 ±0,63	5,27 ±0,83	10,87 ±3,03	0,78 ±0,38		25,67 ±4,39
36_7	56,27 ±8,01	2,56 ±0,54	4,84 ±0,83	11,49 ±2,11	0,54 ±0,37		24,28 ±4,22
36_8	56,79 ±8,2	2,23 ±0,48	4,59 ±0,8	11,66 ±2,13		0,92 ±0,42	23,8 ±4,11

Diese Ergebnisse sind Mittelwerte aus den fünf festgelegten Flächen der einzelnen Proben. Die hier dargestellten Proben sind zunächst alle mit Korund und anschließend mit einer Feldspatkeramik angestrahlt worden.

Aus der Tabelle 10 ist zu entnehmen, dass sich auf allen Probenoberflächen eine bestimmte Menge an Feldspat befindet. Die Anteile an Feldspate sind zur besseren Verdeutlichung in roten Zahlen dargestellt.

Die Verteilung ist jedoch sehr unterschiedlich: einige Proben enthalten höhere Werte, wie Probe 28_5 mit 2,1 % bei geringerer Streuung, anderen Keramikproben beinhalten geringere Werte von Feldspatkeramiken, wie zum Beispiel die Probe 16_3 mit 0,17 % bei einer höheren Streuung von 0,18 %.

Diese Ergebnisse lassen den Schluß zu, dass nach einer Oberflächenbehandlung mittels Abstrahlen sowohl vor als auch nach der Endsinterung es zu einem Impaktieren der Strahlgutbestandteile in die Zirkondioxidoberfläche kommt und somit mögliche „Andockstationen“ für die Verblendkeramik entstehen. Eine quantitative Aussage über die Verteilung der einzelnen Elemente konnte nicht getroffen werden. Die mögliche Beeinflussung des Verbundes Zirkonoxid-Verblendung durch die erhaltenen „Andockstationen“ wird im Kapitel Diskussion besprochen.

Nachfolgend ist die Korrelation zu den Rauheitswerten zu überprüfen. In der folgenden Tabelle sind zur besseren Gegenüberstellung die Rz- Werte und die vorhandenen Elemente der Feldspate präsentiert.

Tab. 11: Ergebnisse vor der Endsinterung

Probe	Rz[μ m]	Na[%]	Vert.+/-	K[%]	Vert.+/-	Oberflächenbehandlung
V4	6,3	0,884	0,698			Na- Feldspat vor Sintern
V4S	5,28	0,97	0,996			nach Sintern gemessen
V5	6,7			0,266	0,422	K- Feldspat vor Sintern
V5S	5,8			0,178	0,338	nach Sintern gemessen

Tab. 12: Ergebnisse nach der Endsinterung

Probe	Rz[μ m]	Na[%]	Vert.+/-	K[%]	Vert.+/-	Oberflächenbehandlung
16_1	5,7	1,094	0,374			110 μ m Korund + Na
16_3	9,49			0,176	0,182	250 μ m Korund + K
16_4	9,18			0,264	0,308	250 μ m Korund + K
2_4	5,67	0,484	0,5			110 μ m Korund + Na
16_9	9,19	0,38	0,402			250 μ m Korund + Na
28_11	9,49			1,024	0,434	250 μ m Korund + K
28_5	9,27	2,1	0,714			250 μ m Korund + Na
28_4	6,25	0,656	0,372			110 μ m Korund + Na
28_2	8,59	0,784	0,38			250 μ m Korund + Na
36_7	5,41	0,542	0,376			Na- Feldspat
36_8	6,11			0,924	0,424	K - Feldspat

Bei Betrachtung der Messwerte vor und nach Sinterung ist eine Übereinstimmung nicht erkennbar. Ähnliche Schlussfolgerungen ergeben sich bei der Auswertung der Rauigkeit: Bei gleichen Rz- Werte differiert die Menge der Feldspatelemente erheblich.

7.4 Ergebnisse der Röntgendiffraktometrie

Die Abbildungen (Abb. 53 und Abb. 54) zeigen die Ergebnisse der Röntgendiffraktometrie-Untersuchung (XRD). Vier unterschiedlich behandelte Probenoberflächen sind hier in einem Diagramm aufgeführt.

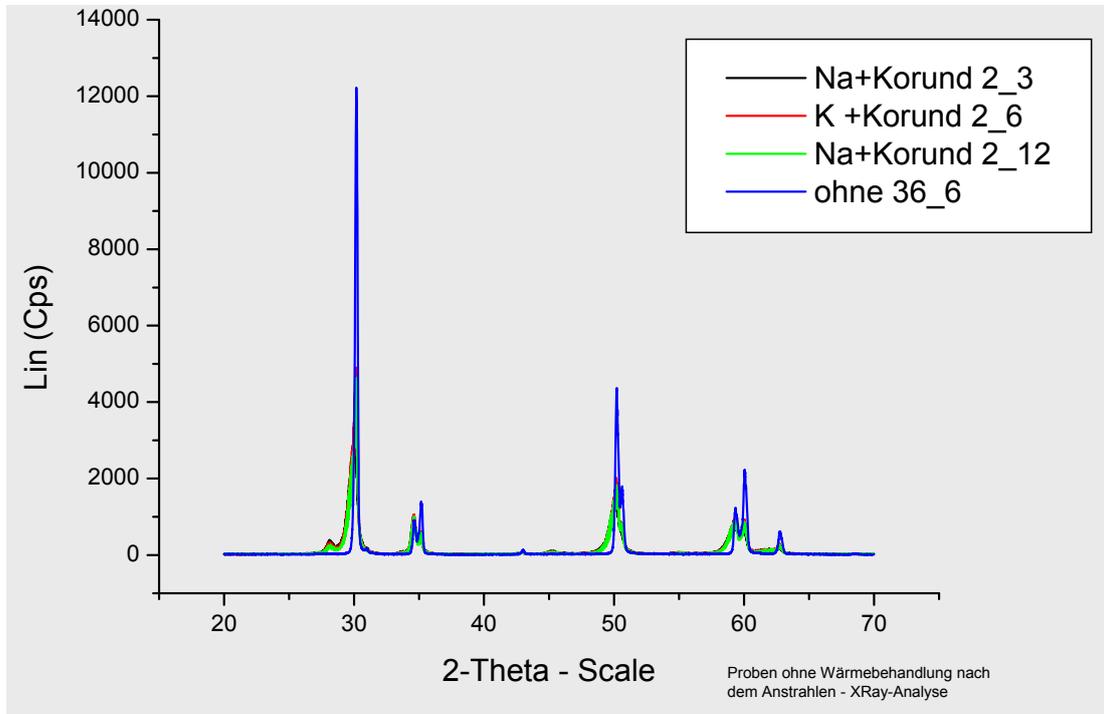


Abb. 53: XRD-Analyse nach der Endsinterung oberflächenbehandelter Keramikproben
Na+Korund 2_3 – Pk2_3 mit Natronfeldspat und Korund behandelt
Na+Korund 2_12 – Pk2_12 mit Natronfeldspat und Korund behandelt
K+Korund 2_6 – Pk2_6 mit Kaliumfeldspat und Korund behandelt
Ohne 36_6 – Pk ohne Oberflächenbehandlung

Das blau gezeichnete Spektrum ist charakteristisch für eine rein tetragonale Struktur und dient als Referenz.

Die farblich anders dargestellten Spektren liegen in ihrer Größe deutlich unter der des Blauen und weisen Veränderungen auf, welche auf die Existenz der monoklinen Phase hinweisen.

Alle behandelten Proben zeigen demnach auf ihren Oberflächen neben der tetragonalen auch Anteile der monoklinen Struktur.

Diese Proben wurden nach der ersten XRD-Untersuchung einer Wärmebehandlung und anschließend abermals einer XRD-Analyse unterzogen. Die Wärmebehandlung fand in einem herkömmlichen Keramikbrennofen statt. Die Dauer der Behandlung betrug 5 Minuten bei 1100°C und 10 Minuten bei 1000°C.

Die Abb. 54 zeigt die XRD-Spektren der vier wärmebehandelten Keramikproben.

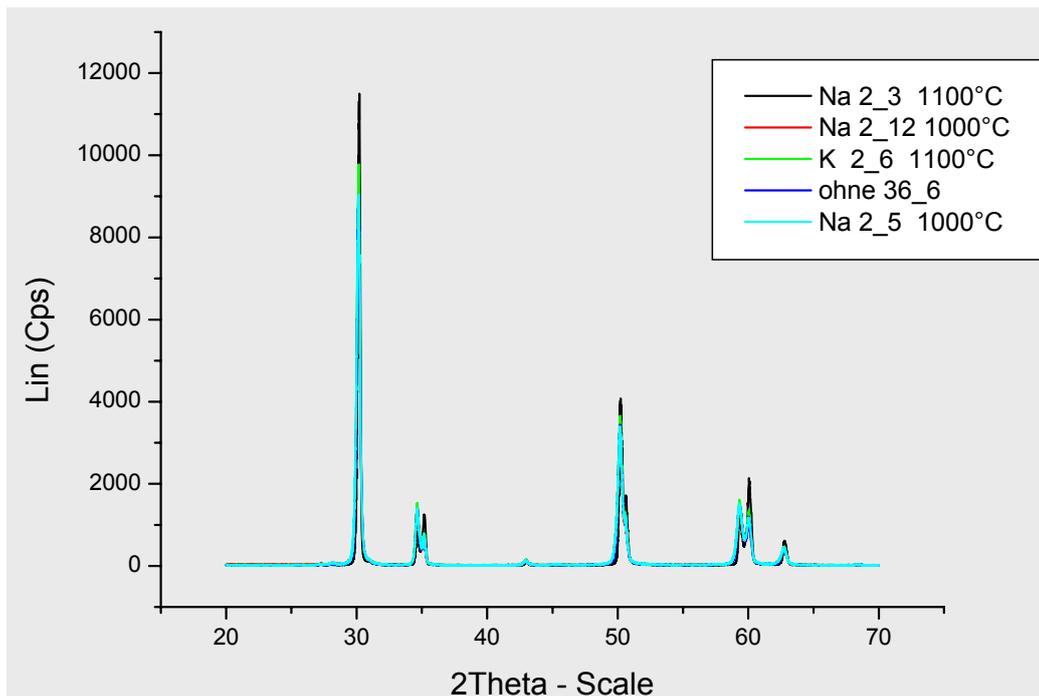


Abb. 54: XRD-Untersuchung nach Wärmebehandlung

Na 2_3 1100°C – Pk2_3 mit Natronfeldspat und Korund behandelt und Wärmebehandlung bei 1100°C

Na 2_12 1000°C – Pk2_12 mit Natronfeldspat und Korund behandelt und Wärmebehandlung bei 1000°C

K 2_6 – Pk2_6 mit Kaliumfeldspat und Korund behandelt und Wärmebehandlung bei 1100°C

Na 2_5 1000°C – Pk mit Natronfeldspat und Korund behandelt und Wärmebehandlung bei 1000°C

Ohne 36_6 – Pk ohne Oberflächenbehandlung

Die Spektren aller Proben, dargestellt mit Linien in unterschiedlichen Farben, liegen hier übereinander. Die blaue Referenzlinie liegt in diesem Diagramm (Abb. 54) genau auf allen anderen Linien. Es zeigen sich keine Höhenunterschiede der einzelnen Liniefarben und auch die Größen der Peak-Flächen sind gleich. Somit liegt nach der Wärmebehandlung bei allen Keramikproben auf der Oberfläche die tetragonale Phase vor. Es wird eine Rückwandlung von monokliner zur tetragonalen Phase durch die Wärmebehandlung bewirkt.

7.5 Ergebnisse zur Untersuchung der Verbundfestigkeit

Die Darstellung der Ergebnisse aus den Verbundfestigkeitsuntersuchungen teilt sich in zwei Kapitel, zunächst der Darstellung der Ergebnisse aus den Rauheitsmessungen und anschließend die Ergebnisse aus den Druck-Scher-Versuchen.

7.5.1 Rauheitsmessung der Prüfkörper

Zuerst sollen die Rauheiten der Prüfkörper dargestellt werden. Als Werte sind die Mittelwerte für R_z , R_{max} und R_a aus den jeweiligen Prüfreihe angegeben (Tab. 13, Tab. 14, Tab. 15). Die Einzelwerte und die Standardabweichungen bitte dem Anhang entnehmen.

Tab. 13: Rauheitswerte der korundbehandelten Proben

Rauheiten Korund	R_z	R_{max}	R_a
A Ko vor Sandstrahlen/vor Sintern	3,12	4,34	0,44
A Ko nach Sandstrahlen/vor Sintern	21,79	26,79	3,65
A Ko nach Sandstrahlen/nach Sintern	20,1	24,09	3,24
B Ko vor Sandstrahlen/nach Sintern	3,77	5,75	0,53
B Ko nach Sandstrahlen/nach Sintern	6,38	7,92	0,88
C Ko nach Sandstrahlen/vor Sintern	26,6	21,6	3,5
C Ko nach Sandstrahlen/nach Sintern	24,3	20,6	3,2
D Ko vor Sandstrahlen/nach Sintern	6,3	4,9	0,68
D Ko nach Sandstrahlen/nach Sintern	10,1	7,9	1,08

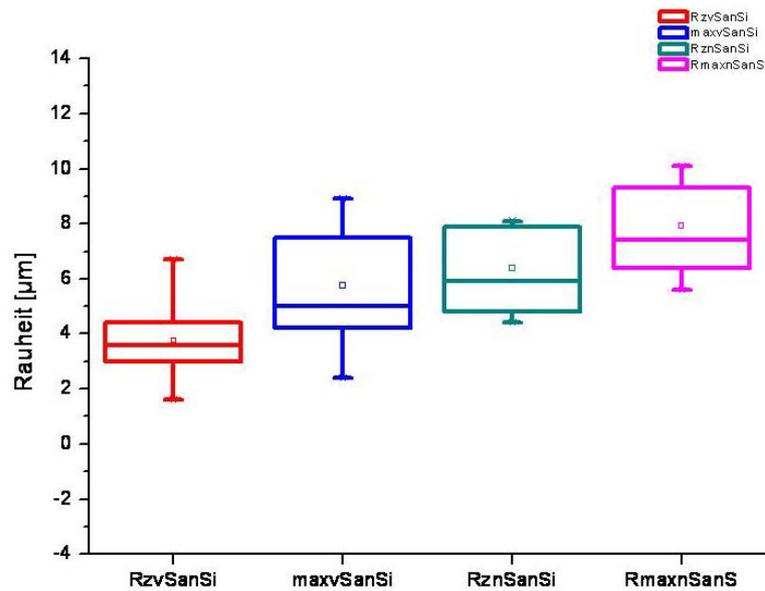


Abb. 55: Boxplotdiagramm der Rauheitswerte bei Korundbehandlung nach Endsinterung; ohne/ mit TWL
 RzvSanSi – Rz-Werte für Pk vor Anstrahlen mit Korund/ nach Sinterung;
 maxvSanSi – Rmax-Werte für Pk vor Anstrahlen mit Korund/ nach Sinterung;
 RznSanSi – Rz-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Korund/ nach Sinterung;
 RmaxnSanSi – Rmax-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Korund/ nach Sinterung

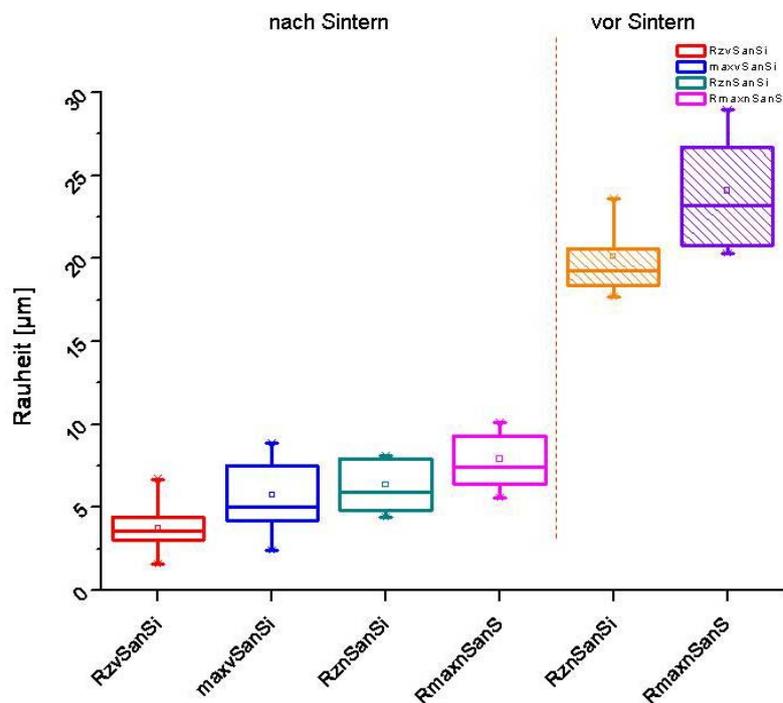


Abb. 56: Boxplotdiagramm der Rauheitswerte korundbehandelter Proben vor und nach Endsinterung im Vergleich
 RzvSanSi – Rz-Werte für Pk vor Anstrahlen mit Korund/ nach Sinterung;
 maxvSanSi – Rmax-Werte für Pk vor Anstrahlen mit Korund/ nach Sinterung;
 RznSanSi – Rz-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Korund/ nach Sinterung;
 RmaxnSanSi – Rmax-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Korund/ nach Sinterung;
 RznSavSi – Rz-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Korund/ vor Sinterung;
 RmaxnSavSi – Rmax-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Korund/ vor Sinterung

Die Ergebnisse zeigen, dass die Rauheitswerte nach einer Oberflächenbearbeitung in jedem Fall steigen (Tab. 13, Tab. 14, Tab. 15) und bei einer Behandlung vor dem Sintern deutlich höhere Werte annehmen als nach dem Sintern (Abb. 56, Abb. 60). Auch ist eine Nivellierung der Rauheitswerte durch den Sinterprozess feststellbar (Abb. 57). Im direkten Vergleich zwischen den korund- und natronfeldspatgestrahlten Proben ist eine größere Rauheit auf Seiten der korundgestrahlten Proben zu verzeichnen (Tab. 11, Tab. 12, Tab. 13).

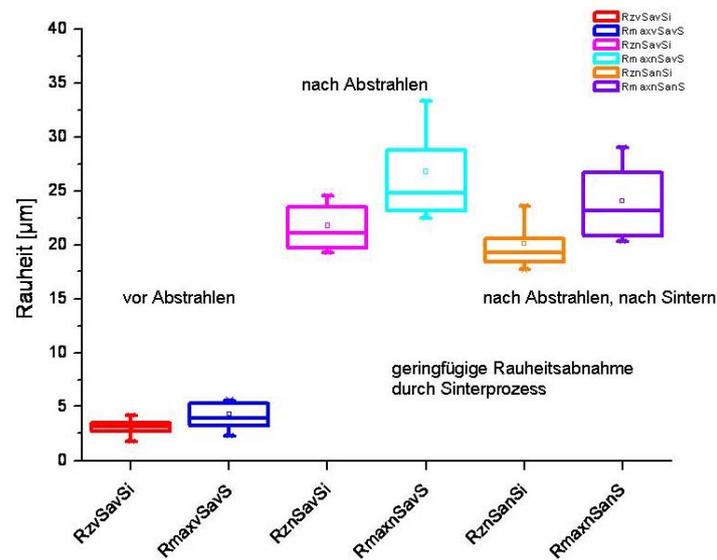


Abb. 57: Boxplot zur Darstellung der Rauheit als Funktion der Bearbeitung
RzvSavSi – Rz-Werte für Pk vor Anstrahlen mit Korund/ vor Sinterung
RmaxvSavS – Rmax-Werte für Pk vor Anstrahlen mit Korund/ vor Sinterung
RznSanSi – Rz-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Korund/ nach Sinterung
RmaxnSanSi – Rmax-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Korund/ nach Sinterung
RznSavSi – Rz-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Korund/ vor Sinterung
RmaxnSavS – Rmax-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Korund/ vor Sinterung

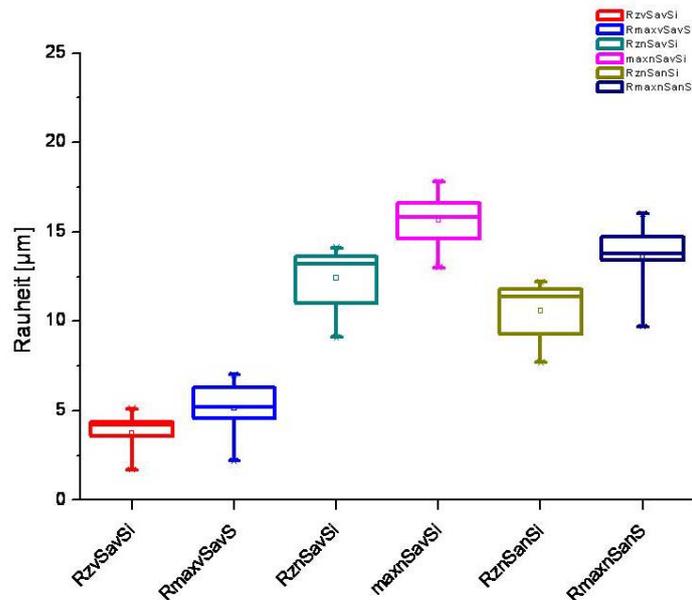


Abb. 58: Rauheitswerte Natronfeldspat; Abstrahlen vor Endsinterung erfolgt
RzvSavSi – Rz-Werte für Pk vor Anstrahlen mit Natronfeldspat/ vor Sinterung
RmaxvSavS – Rmax-Werte für Pk vor Anstrahlen mit Natronfeldspat/ vor Sinterung
RznSavSi – Rz-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Natronfeldspat/ vor Sinterung
maxnSavSi - Rmax-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Natronfeldspat/ vor Sinterung
RznSanSi – Rz-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung
RmaxnSanS - Rmax-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung

Die größte Rauheit aller Messwerte ist bei der Reihe C_{K0} nach Sandstrahlen, vor Sintern mit $26,6 \mu\text{m}$ auffällig (Tab. 13).

Innerhalb der natronfeldspatgestrahlten Prüfkörper stellt die Reihe C_{Na} mit $17,8 \mu\text{m}$ den höchsten Wert (Tab. 14).

Korund hat eine höhere Härte ($MH=9$) als Natronfeldspat (MH ca. 5,5) und ist im Versuch mit einer Korngröße von $110 \mu\text{m}$ angewandt worden. Natronfeldspat ist weicher, die mittlere Korngröße liegt zwischen 30 und $150 \mu\text{m}$ und ist als Strahlmittel inhomogen. Natürlich ist durch die Sinterung der Zirkonoxidrohlinge eine Festigkeitszunahme der Prüfkörper zu verzeichnen, was sich auch eindeutig in der Härte des Materials widerspiegelt.

Sicher spielen die Härte des Strahlgutes und die Härte des Prüfkörpers eine entscheidende Rolle bei der Höhe der Rauheitswerte. Auch die Größe des Strahlguts nimmt Einfluss auf die Rauigkeit, wie schon durch die Vorversuche ermittelt.

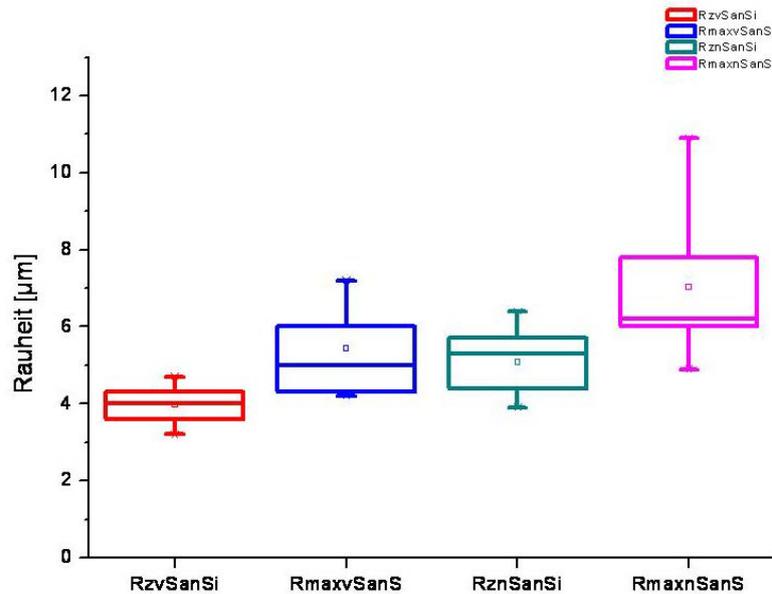


Abb. 59: Boxplot zur Darstellung der Rauheitswerte natronfeldspatbehandelter Proben; Abstrahlen erfolgte nach Endsinterung; Proben ohne und mit TWL
RzvSanSi – Rz-Werte für Pk vor Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung
RmaxvSanS – Rmax-Werte für Pk vor Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung
RznSanSi – Rz-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung
RmaxnSanS - Rmax-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung

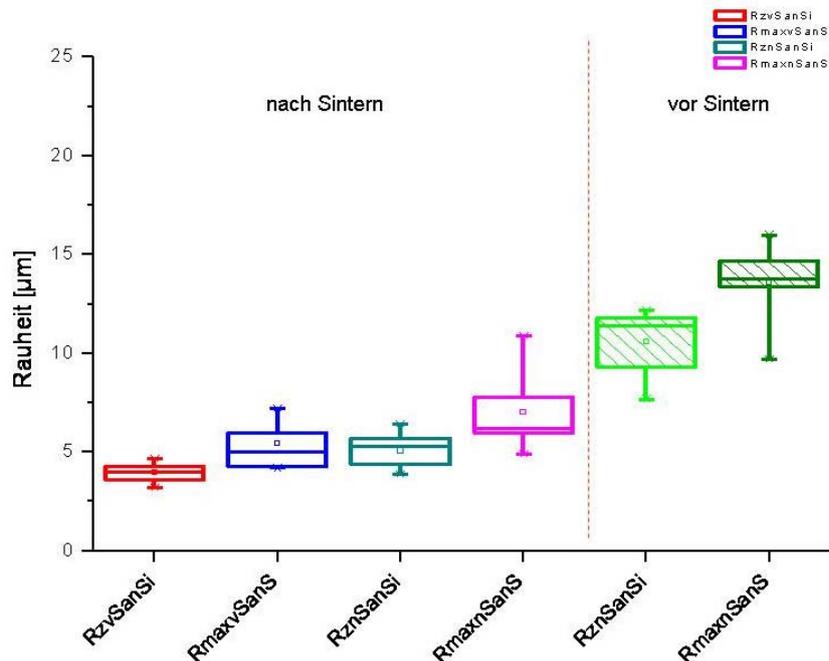


Abb. 60: Vergleich der Rauheitswerte vor und nach Endsinterung natronfeldspatbehandelter Proben
RzvSanSi – Rz-Werte für Pk vor Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung
RmaxvSanS – Rmax-Werte für Pk vor Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung
RznSanSi – Rz-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung
RmaxnSanS - Rmax-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung
RznSavSi – Rz-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Natronfeldspat/ vor Sinterung
RmaxnSavS - Rmax-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Natronfeldspat/ vor Sinterung

Tab. 14: Rauheitswerte natronfeldspatbehandelter Proben

Rauheiten Natronfeldspat	R z	R max	R a
A Na vor Sandstrahlen/vor Sintern	3,74	5,12	0,54
A Na nach Sandstrahlen/vor Sintern	12,43	15,64	1,89
A Na nach Sandstrahlen/nach Sintern	10,59	13,58	1,46
B Na vor Sandstrahlen/nach Sintern	3,98	5,43	0,56
B Na nach Sandstrahlen/nach Sintern	5,1	7	0,7
C Na nach Sandstrahlen/vor Sintern	17,8	14,5	2,25
C Na nach Sandstrahlen/nach Sintern	15,3	12,5	1,81
D Na vor Sandstrahlen/nach Sintern	7,9	6,15	0,8
D Na nach Sandstrahlen/nach Sintern	8,98	7,2	0,98

Tab. 15: Rauheitswerte der Referenzgruppe

Rauheiten Referenzgruppe	R z	R max	R a
Rauheiten Referenzgruppe	9,58	7,69	1,12

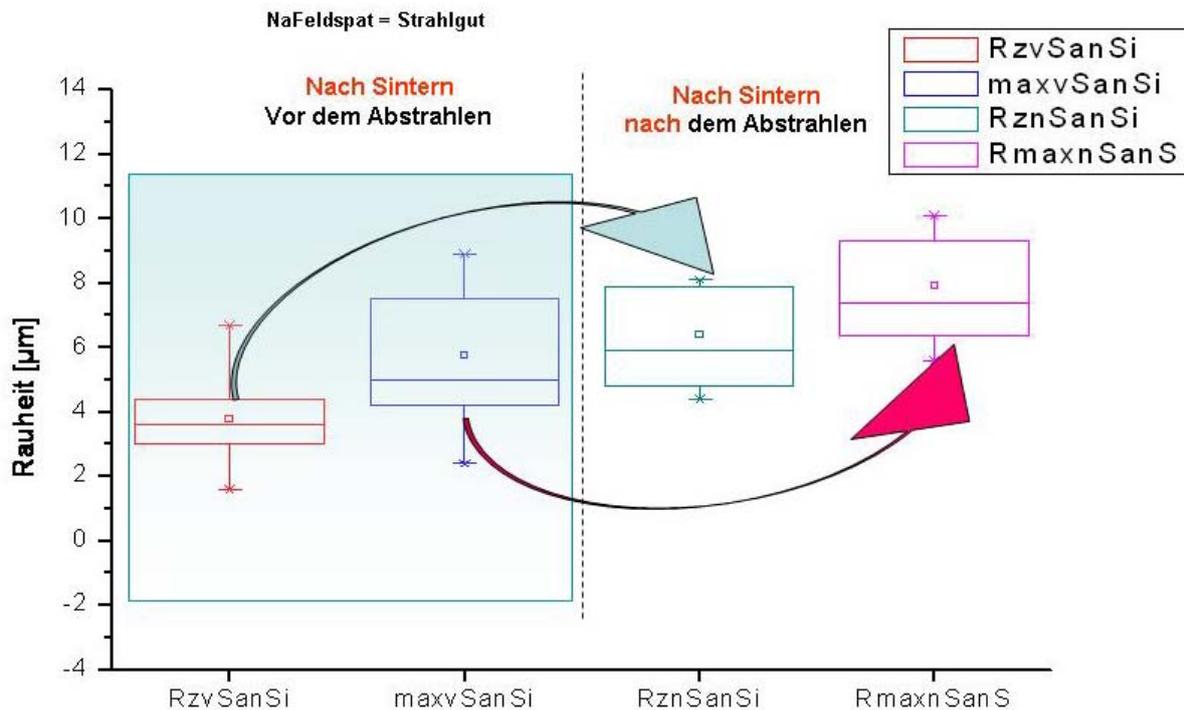


Abb. 61: Darstellung und Vergleich der Rauheitswerte vor und nach Oberflächenbehandlung; Proben im Zustand nach Endsinterung

Rz v San Si – Rz-Werte für Pk vor Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung

max v San S – Rmax-Werte für Pk vor Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung

Rz n San Si – Rz-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung

Rmax n San S - Rmax-Werte für Pk nach Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung

7.6 Verbundfestigkeit

7.6.1 Verbundfestigkeit der Probenreihen ohne TWL

Im Nachfolgenden werden die Ergebnisse der Verbundfestigkeitsprüfung dargestellt. Die im Versuch ermittelten Werte stellen absolute Werte dar, die unter Berücksichtigung der Fläche der Prüfkörper in vergleichbare Größen umgerechnet wurden. Als Formel kam die Gleichung zur Berechnung der Druckspannung (σ) zur Anwendung, die entsprechende Einheit ist Pascal (Pa).

$$\text{Druckspannung } \sigma = \frac{\text{Kraft} \cdot F(N)}{\text{Fläche} A([mm])}$$

Formel 4: Druckspannung

Die im Text verwendeten Werte entsprechen dem arithmetischen Mittel der einzelnen Versuchsreihen und werden auch in tabellarischer Form zur Übersicht gebracht (Tab. 16). Einzelwerte sind dem Anhang zu entnehmen.

Die grafische Darstellung erfolgt durch Boxplot-Diagramme.

In der ersten Versuchsreihe, Oberflächenbearbeitung mittels Korund vor der endgültigen Sinterung, imponiert der Wert von 20,17 MPa. Dagegen steht der Wert von 15,4 MPa nach Sandstrahlen mit Natronfeldspat vor Sinterung.

Bei den Versuchen der Oberflächenbearbeitung nach Sinterung stellt sich bei Einsatz von Korund ein Wert von 12,6 MPa dar. Die Probe Nummer neun wurde mit 0,05 MPa als Fehler erkannt und nicht mit in die Berechnung genommen.

Nach Natronsandstrahlung liegt ein Wert von 12,5 MPa vor.

Tab. 16: Verbundfestigkeit ohne TWL

Probenreihe	Verbundfestigkeit (MPa)
A _{Ko}	20,7
A _{Na}	15,4
B _{Ko}	12,6
B _{Na}	12,5

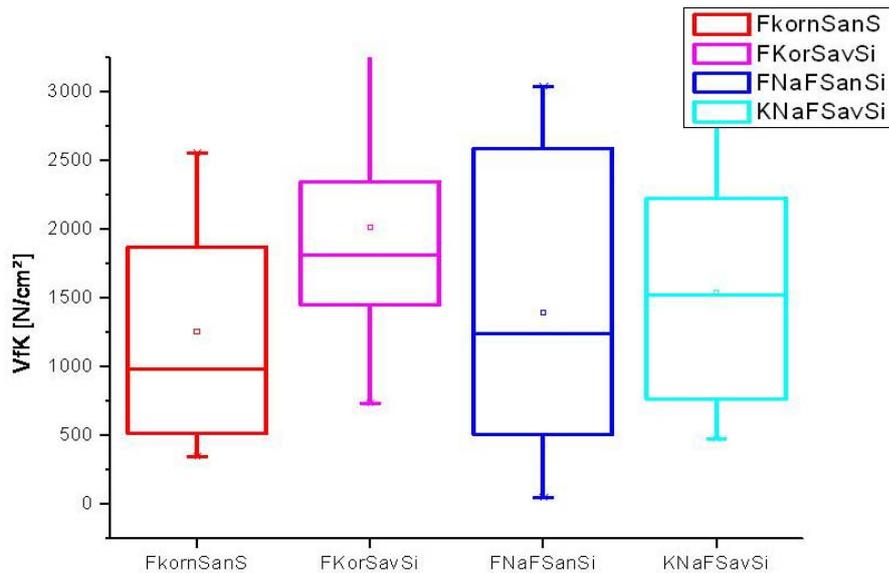


Abb. 62: Verbundfestigkeit ohne TWL

FkornSanS – Verbundfestigkeit der Pk nach Anstrahlen mit Korund/ nach Sinterung

FKorSavSi - Verbundfestigkeit der Pk nach Anstrahlen mit Korund/ vor Sinterung

FNaFSanSi - Verbundfestigkeit der Pk nach Anstrahlen mit Natronfeldspat/ nach Sinterung

KNaFSavSi - Verbundfestigkeit der Pk nach Anstrahlen mit Natronfeldspat/vor Sinterung

Die vor dem Sintern korundbehandelten Proben stellen, unter Ausschluss der Referenzgruppe, den höchsten Wert der Verbundfestigkeit für den gesamten Versuch.

Im Vergleich von Reihe A zu Reihe B kann festgestellt werden, dass die vor dem Sintern behandelten Proben eine höhere Verbundfestigkeit aufweisen (Abb. 59).

7.6.2 Verbundfestigkeit der Probenreihen nach TWL

In dieser Testreihe wurden die Verbundfestigkeitswerte zur Simulation klinischer Bedingungen nach einem Temperaturlastwechsel zwischen 5 und 55°C über 3000 Zyklen ermittelt und in Tab. 17 zusammengefasst.

Für die Reihe der vor dem Sintern korundgestrahlten Proben wurde ein Wert von 18,3 MPa bestimmt.

Im Falle der vor der Endsinterung natronfeldspatgesandstrahlten Proben war ein Totalversagen des Verbundes durch Spontanverlust der Verblendung in vier Fällen zu verzeichnen. Bei einer Stichprobenzahl von $n=8$ liegt der Verlust damit bei 50 %.

Der aus den verbliebenen 4 Proben erhaltene mittlere Wert für die Verbundfestigkeit liegt hier bei 19,6 MPa.

Die Bearbeitung der Oberfläche mit Korund nach dem Sintern führte zu einem mittleren Wert von 15,8 MPa, wobei ein Verlust von 2 Proben zu berücksichtigen ist.

Die Natronfeldspatbearbeitung nach dem Sintern ergab 15,8 MPa, dabei war eine Probe als Verlust zu vermerken.

Tab. 17: Verbundfestigkeit nach TWL

Probenreihe	Verbundfestigkeit (MPa)
C Ko	18,3
C Na	19,6
D Ko	15,8
D Na	15,8

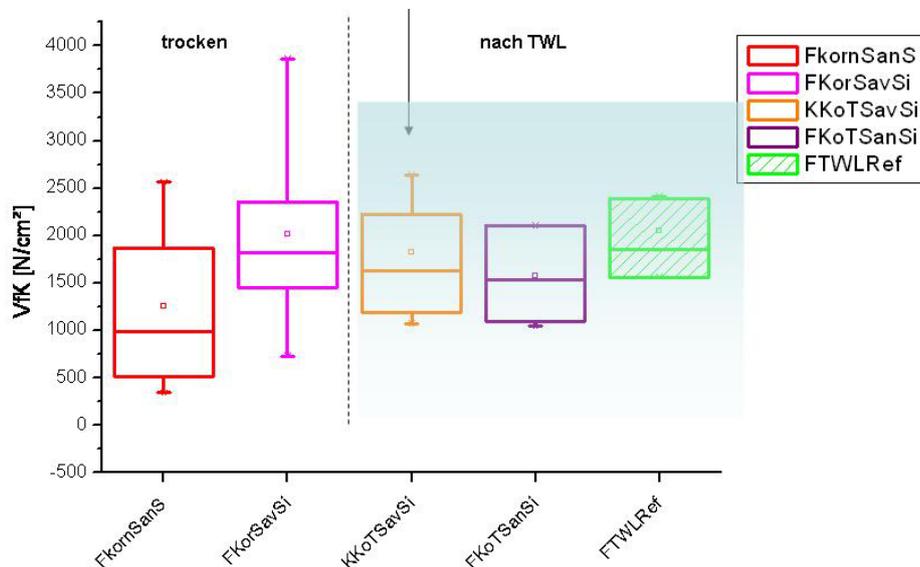


Abb. 63: Vergleich Verbundfestigkeit korundbehandelter Proben und Referenzgruppe
FkornSanS – Verbundfestigkeit nach Anstrahlen mit Korund nach Sinterung
FKorSavS – Verbundfestigkeit nach Anstrahlen mit Korund vor Sinterung
KKoTSavSi - Verbundfestigkeit nach Anstrahlen mit Korund vor Sinterung und TWL
FKoTSanSi - Verbundfestigkeit nach Anstrahlen mit Korund nach Sinterung und TWL
FTWLRref – Verbundfestigkeit Referenzwerte

Der Vergleich der korundbehandelten Proben im Boxplotdiagramm (Abb. 63) macht deutlich, dass Sandstrahlen vor Sinterung sowohl mit TWL als auch ohne TWL zu jeweils höheren Festigkeitswerten führt als bei Oberflächenbehandlung nach Sinterung.

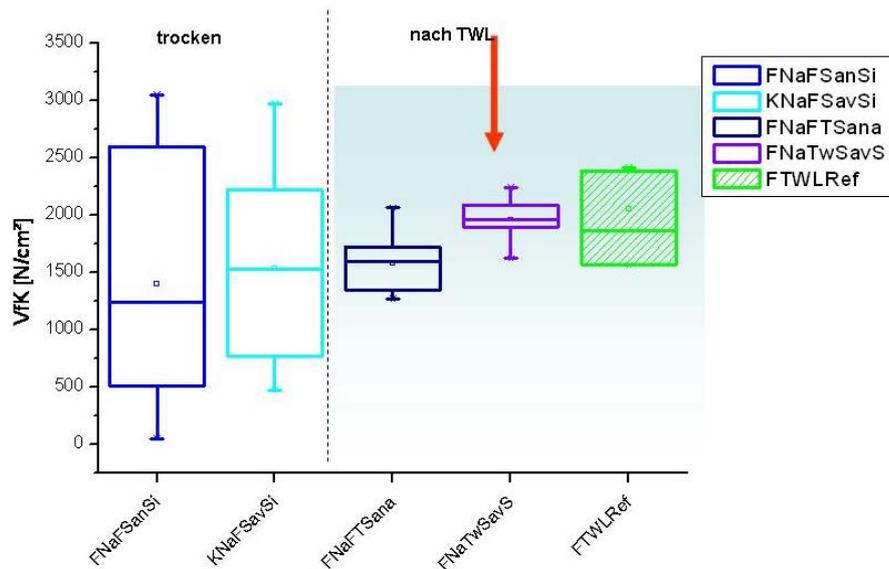


Abb. 64: Vergleich Verbundfestigkeiten natronfeldspatbehandelter Proben
FNaFSanSi – Verbundfestigkeit für nach Sinterung natronbehandelte Proben
KNaFSavSi – Verbundfestigkeit für vor Sinterung natronbehandelte Proben
FNaFTSana – Verbundfestigkeit für nach Sinterung natronbehandelte Proben mit TWL
FNaTwSavS – Verbundfestigkeit für vor Sinterung natronbehandelte Proben mit TWL
FTWLRref – Verbundfestigkeit Referenzwerte

Auch bei dem Vergleich der natronfeldspatbehandelten Proben untereinander, stellen die vor dem Sintern bearbeiteten Proben im Vergleich mit den nach Sinterung behandelten Proben die jeweils höheren Festigkeitswerte (Abb. 64). Auffällig hier sind allerdings die stärkere Streuung und die größeren „Ausreißer“ innerhalb der Gruppen ohne TWL.

Die Gruppen mit TWL weisen allgemein eine höhere Verlustrate auf.

Innerhalb der Versuchsreihen nach Temperaturwechsel liefert den höchsten Wert die Gruppe der vor Sinterung mit Natronfeldspat gestrahlten Prüfkörper. Auch hier ist erkennbar, dass die Oberflächenbehandlung, unabhängig vom Strahlgut, zu höheren Festigkeitswerten führt, wenn sie vor der Sinterung durchgeführt wird.

7.6.3 Verbundfestigkeit der Referenzproben

Die Referenzwerte der unbehandelten Proben erfuhren nach dem Temperaturwechsel von 3000 Zyklen mit drei Spontanverlusten und einem Ausreißer eine Gesamtfehlerquote von 50%. Der Verbundfestigkeitswert wurde mit 24,2 MPa angegeben (Tab. 18), ist aber aufgrund der hohen Fehlerquote als äußerst kritisch einzustufen.

Tab. 18: Verbundfestigkeit Referenzgruppe

Probenreihe	Verbundfestigkeit (MPa)
Referenz	24,2

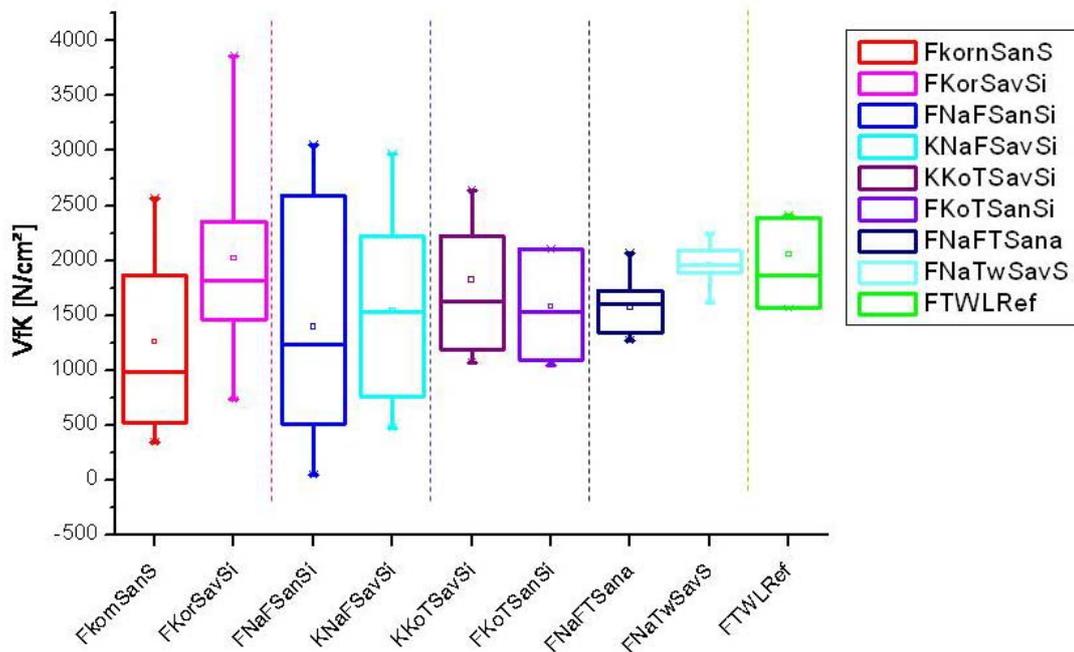


Abb. 65: Verbundfestigkeit Zusammenfassung

- FkornSanS** – Verbundfestigkeit für Pk nach Sinterung mit Korund angestrahlt
- FkorSavSi** – Verbundfestigkeit für Pk vor Sinterung mit Korund angestrahlt
- FNaFSanSi** – Verbundfestigkeit für Pk nach Sinterung mit Natronfeldspat angestrahlt
- KNaFSavSi** – Verbundfestigkeit für Pk vor Sinterung mit Natronfeldspat angestrahlt
- KkoTSavSi** – Verbundfestigkeit für Pk vor Sinterung mit Korund angestrahlt und TWL
- FkoTSanSi** – Verbundfestigkeit für Pk nach Sinterung mit Korund angestrahlt und TWL
- FNaFTSana** – Verbundfestigkeit für Pk nach Sinterung mit NaF angestrahlt und TWL
- FNaFTSavS** – Verbundfestigkeit für Pk vor Sinterung mit NaF angestrahlt und TWL
- FTWlRef** – Verbundfestigkeit der Referenzproben nach TWL

7.7 Bruchflächenanalyse und qualitative Bewertung

Zur Beurteilung der Haftfestigkeitswerte ist die korrekte Einordnung des Bruchtyps notwendig. Adhäsionsbruch, Kohäsionsbruch und Mischbruch, auch als Kombinationsbruch bezeichnet, sind hierbei die möglichen Versagensarten. Die Praxis zeigt einen Übergang zwischen adhäsivem und kohäsivem Versagen bei unterschiedlichen Verbundsystemen. Die Zuordnung der Haftfestigkeitswerte muss dann anteilig der Grenzflächenhaftung und der Grundwerkstofffestigkeit zugesprochen werden (Abb. 66).

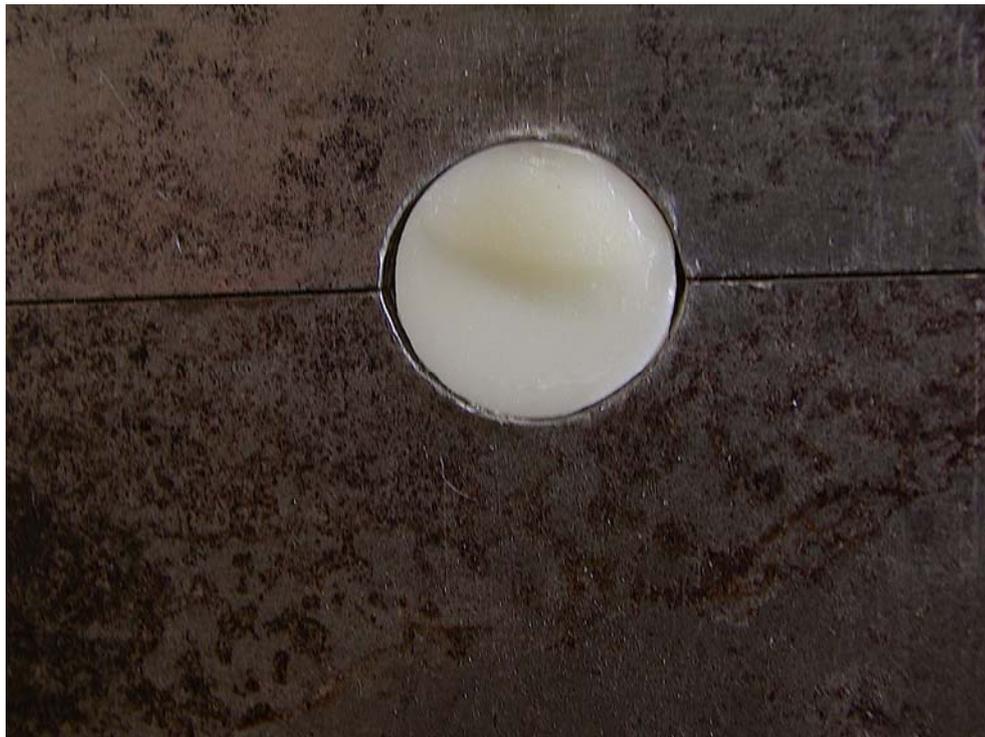


Abb. 66: Probenkörper nach Abscherung

Im Folgenden werden die Ergebnisse der qualitativen und quantitativen Analyse der Bruchflächen nach erfolgtem Druck-Schertest dargestellt. Die qualitative Einteilung der Bruchflächen erfolgt in die drei Gruppen Kohäsionsbruch, dabei ist die Oberfläche der Zirkondioxidkeramik zu 100% mit Rückständen der Verblendkeramik belegt, Adhäsionsbruch, die Oberfläche ist zu 100% frei von Verblendkeramik, und Kombinationsbruch, einer Mischform aus Adhäsions- und Kohäsionsbruch.

Bei der quantitativen Analyse (Tab.19, Tab. 20, Tab. 21, Tab. 22, Tab. 23) erfolgt eine prozentuale Schätzung der Anteile von Adhäsions- und Kohäsionsbruch durch die Auswertung der digitalen Bilder der Prüfkörper.

Tab. 19: Bruchmuster Gruppe A

vor Sinterung abgestrahlt	Kraftx mm^{-2}	Bruchmuster %	
		kohäsiv	adhäsiv
A _{Ko} 1	23,5	10	90
A _{Ko} 2	14,6	10	90
A _{Ko} 3	19,3	30	70
A _{Ko} 4	12,3	50	50
A _{Ko} 5	7,3	70	30
A _{Ko} 6	38,7	5	95
A _{Ko} 7	31,3	5	95
A _{Ko} 8	14,9	5	95
A _{Ko} 9	18,2	k.A.	k.A.
A _{Ko} 10	21,7	k.A.	k.A.
Mittelwert	20,2		
Standardabweichung	9,3		

A _{Na} 1	6,1	50	50
A _{Na} 2	24,6	5	95
A _{Na} 3	7,6	40	60
A _{Na} 4	8,2	30	70
A _{Na} 5	4,7	80	20
A _{Na} 6	29,7	20	80
A _{Na} 7	22,2	5	95
A _{Na} 8	19,2	5	95
A _{Na} 9	19,9	10	90
A _{Na} 10	15,3	k.A.	k.A.
A _{Na} 11	11,7	k.A.	k.A.
Mittelwert	15,38		
Standardabweichung	8,35		

Tab. 20: Bruchmuster Gruppe B

nach Sinterung abgestrahlt	Kraftx mm^{-2}	Bruchmuster %	
		kohäsiv	adhäsiv
B _{Ko} 1	25,6	20	80
B _{Ko} 2	9,8	50	50
B _{Ko} 3	20,3	10	90
B _{Ko} 4	4,9	60	40
B _{Ko} 5	3,4	90	10
B _{Ko} 6	18,7	10	90
B _{Ko} 7	17,2	5	95
B _{Ko} 8	5,4	80	20
B _{Ko} 9	5,2	50	50
B _{Ko} 10	6,8	30	70
B _{Ko} 11	20	k.A.	k.A.
B _{Ko} 12	13,6	k.A.	k.A.
Mittelwert	12,58		
Standardabweichung	7,6		

B _{Na} 1	30,5	5	95
B _{Na} 2	13,8	10	90
B _{Na} 3	5,1	90	10
B _{Na} 4	14,99	10	90
B _{Na} 5	4,7	30	70
B _{Na} 6	10,2	45	55
B _{Na} 7	28,7	5	95
B _{Na} 8	25,9	5	95
B _{Na} 9	Fehler	Fehler	Fehler
B _{Na} 10	6,7	k.A.	k.A.
B _{Na} 11	12,4	k.A.	k.A.
Mittelwert	15,3		
Standardabweichung	9,7		

Tab. 21: Bruchmuster Gruppe C

TWL vor Sinterung abgestrahlt	Kraftx mm^{-2}	Bruchmuster %	
		kohäsiv	adhäsiv
C _{Ko} 1	16,3	5	95
C _{Ko} 2	26,4	10	90
C _{Ko} 3	10,7	25	75
C _{Ko} 4	14,6	25	75
C _{Ko} 5	11,9	25	75
C _{Ko} 6	19,1	10	90
C _{Ko} 7	24,9	10	90
C _{Ko} 8	22,3	5	95
Mittelwert	18,3		
Standardabweichung	5,9		

C _{Na} 1	Verlust	90	10
C _{Na} 2	20,8	10	90
C _{Na} 3	Verlust	90	10
C _{Na} 4	Verlust	100	0
C _{Na} 5	Verlust	100	0
C _{Na} 6	18,9	5	95
C _{Na} 7	22,4	10	90
C _{Na} 8	16,2	15	85
Mittelwert	19,6		
Standardabweichung	2,7		

Tab. 22: Bruchmuster Gruppe D

nach Sinterung abgestrahlt	Kraftx mm^{-2}	Bruchmuster %	
		kohäsiv	adhäsiv
D _{Ko} 1	20,99	10	90
D _{Ko} 2	15,3	30	70
D _{Ko} 3	Verlust	90	10
D _{Ko} 4	10,9	10	90
D _{Ko} 5	10,5	40	60
D _{Ko} 6	15,9	15	85
D _{Ko} 7	21	25	75
D _{Ko} 8	Verlust	90	10
Mittelwert	15,8		
Standardabweichung	4,6		

D _{Na} 1	13,4	30	70
D _{Na} 2	13,7	10	90
D _{Na} 3	20,6	25	75
D _{Na} 4	12,7	30	70
D _{Na} 5	Verlust	80	20
D _{Na} 6	17,2	20	80
D _{Na} 7	16	25	75
D _{Na} 8	16,6	10	90
Mittelwert	15,8		
Standardabweichung	2,8		

Tab. 23: Bruchmuster Referenzgruppe

Referenz (unbehandelt)	Kraftx mm^{-2}	Bruchmuster %	
		kohäsiv	adhäsiv
01nSi	23,8	5	95
02nSi	Fehler	Fehler	Fehler
03nSi	15,6	5	95
04nSi	18,6	5	95
05nSi	24,1	5	95
06nSi	Verlust	90	10
07nSi	Verlust	90	10
08nSi	Verlust	80	20
Mittelwert	20,525		
Standardabweichung	4,1		

Bei allen Prüfkörpern sind die Bruchflächen als Kombinationsbrüche einzuordnen. Ein reiner Adhäsionsbruch oder Kohäsionsbruch trat nicht auf. Es ist auffällig, dass jene Prüfkörper, welche ein ausgesprochenes adhäsives Bruchmuster aufweisen, also die Zirkonoxidoberfläche nach Fraktur des Prüfkörpers mit mindestens 60% und mehr frei von Verblendungsrückständen ist, im Vergleich hohe Festigkeitswerte aufweisen. Es lässt sich weiterhin erkennen, dass, je geringer der kohäsive Anteil ist, die gemessenen Werte für die Verbundfestigkeit umso höher sind. Bei den Ergebnissen stellt sich dar, dass bei einem Verblendungsrückstand von maximal 20% auf der Zirkonoxidoberfläche, die Werte der Verbundfestigkeit 10 MPa und mehr aufweisen.

Bei ausgesprochen kohäsiven Bruchmustern, das heißt bei Verblendungsrückständen von 50% und mehr, nehmen die Verbundfestigkeitswerte deutlich geringere Werte an. Das geht sogar soweit, dass bei den Proben, welche im Versuch durch Spontanverluste der Verblendung keine Verbundfestigkeitswerte liefern konnten, ein sehr hoher Anteil der Oberfläche mit Verblendmaterial belegt ist, der prozentuale Anteil des Kohäsionsbruches bei 80% und mehr liegt.

Ursache hierfür ist vor allem im Versagen der Verblendkeramik zu finden, es tritt das so genannte „Chipping“ auf. Die Kohäsion, definiert als innerer Zusammenhalt eines Stoffes, ist bei der Verblendkeramik jener Proben, welche sich durch einen Verbundfestigkeitswert unterhalb von 10 MPa darstellen und vom Bruchmuster her einen überwiegend kohäsiven Bruch aufweisen, herabgesetzt. Dies ist zum einen der vergleichsweise niedrigen Zugwiderstandsfähigkeit und damit geringen Bruchzähigkeit der Verblendke-

ramik geschuldet. Zum anderen sind diese Kenngrößen noch zusätzlich durch Fehler bei der Herstellung und Bearbeitung beeinflusst worden. Durch Lunker- und Poreninduzierung, durch Spannungen innerhalb der Verblendung und durch Mikrorisse und deren Ausbreitung sind die geringen Festigkeitswerte erklärbar.

Gerade das vermehrte Auftreten von Totalverlusten unter Temperaturwechsel untermauert diese Aussage. Die thermischen Schwankungen erzeugen WAK-abhängige Volumenänderungen der Probenkörper, was wiederum aufgrund der Zweiphasigkeit des Verbundsystems zu erhöhten inneren Spannungen führt. Aber auch schon bestehende innere Spannungen der Verblendung, durch die Sinterschrumpfung hervorgerufen, werden verstärkt. Diese Spannungen kumulieren bereits vorhandene Belastungen des Systems und können damit die Rissausbreitung begünstigen und zu einem Verlust, zu einer Fraktur führen.

Indirekt deckt sich dieses Erkenntnis mit der Untersuchung von Rossbach, wobei festgestellt wurde, dass die Verbundfestigkeit höher als die Eigenfestigkeit der Verblendmasse ist [57, 71].

8 Diskussion

8.1 Diskussion Aufgabenstellung

Nach einer aktuellen Studie von Sailer liegt die Versagensrate der Verblendungen bei Vollkeramiksystemen nach einem Zeitraum von 5 Jahre bei 15%.

Verschiedene Gründe können dafür genannt werden. Neben Fehlindikationen sind vor allem Schwächen der Materialien, wie geringe Bruchfestigkeit und geringe Zugfestigkeit der Verblendkeramik, dafür verantwortlich. Die Verbundfestigkeit zwischen dem Zirkondioxidgerüstmaterial und der Feldspatverblendkeramik spielt unter diesem Gesichtspunkt eine besondere Rolle.

Weiterhin ist das unterkritische Risswachstum bei der Alterung trotz der Fähigkeit von Zirkondioxid zur „Selbtheilung“ zu erwähnen.

Auch der Verbundzone muss Aufmerksamkeit entgegengebracht werden. Derzeit geht man von verschiedenen Mechanismen des Haftverbundes aus (siehe auch Kapitel 4.5.4).

Dabei fällt der Idee des chemischen Verbundes eine entscheidende Position zu, wobei es bisher noch keinen direkten Nachweis eines solchen Verbundes gibt.

Durch Überlegungen zur Optimierung des Haftverbundes soll sich dieser Thematik genähert werden. Eine gezielte Veränderung der Oberflächenstruktur des Gerüstwerkstoffes soll eine Einflussnahme auf den Haftverbund bewirken. Zur Oberflächenbearbeitung stehen uns verschieden Möglichkeiten zur Auswahl. Zum einen die Konditionierung mit oberflächenaktiven Substanzen, z.B. Säurebehandlung, des Weiteren das Beschleifen mittels rotierender Instrumente und die Behandlung durch Abstrahlen. Bei der Betrachtung der Zusammensetzung des Strahlgutes, welches für den Versuch benützt worden ist, ist festzustellen, dass es sich um Metalloxide handelt. Bei Verblendung von Metallgerüsten mit Verblendkeramiken kommt eben jenen Metalloxiden eine besondere Bedeutung zu. So wird dort von einem direkten chemischen Verbund der Metalloxide auf der Oberfläche des Gerüstes mit den Metalloxiden als Bestandteil der Verblendkeramik ausgegangen. Somit ist die Oberflächenbehandlung mittels Abstrahlen die einzige Möglichkeit genau diese Metalloxide als zusätzliche Haftoxide in die Oberfläche der Gerüstkeramik zu impaktieren und damit Andockstellen für die Metalloxide der Verblendkeramik zu bilden.

8.2 Diskussion Versuchsaufbau

Für die Untersuchung der Verbundfestigkeit zwischen dem Zirkondioxidgerüst und der Verblendkeramik gibt es im Moment noch keine DIN-Norm. Daher wurde bei den Untersuchungen im Rahmen der vorliegenden Dissertation ein Versuchsaufbau gewählt, welcher in den Untersuchungen zur Metallkeramik angewandt wird. Es handelt sich dabei um eine Abwandlung des Berliner Schertests sowie der Scherversuche nach Schmitz und Schulmeyer, Chong und Beach [69, 70].

Der reine Drucktest nach Voss und Schwickerath ist in seiner Durchführung obsolet, da eine starke Streuung der Messwerte aufgrund der Abhängigkeit der Ergebnisse vom Kraftangriffspunkt, von der Druckrichtung und der Geometrie der Kronen auftritt.

Auch die Biegeprüfung nach Schwickerath (EN ISO 6872 bzw. ISO 9693) [72] ist nicht für die Untersuchung geeignet, da nach Marx die Haftwerte vom Elastizitätsmodul und der Härte der Verblendung abhängig sind, aber bei der Berechnung der Ergebnisse nicht berücksichtigt werden [57, 71].

Ein reiner Zugversuch ist für die Prüfung der Verbundfestigkeit unzureichend. Bei der Anwendung des Zugversuches nach Rossbach wurde für die Vollkeramiksystemen festgestellt, dass die Verbundfestigkeit höher war als die Eigenfestigkeit der Verblendmasse und der Riss sich nur in der Verblendung bemerkbar gemacht hat. Aussagen über die eigentliche Verbundfestigkeit können demnach mit dieser Methode nicht getroffen werden.

Eine reine Scherprüfung, wie sie bei der Testung von Kunststoffen durchgeführt wird, birgt die Gefahr, so Marx, der außerhalb der Verbundzone angreifenden Kraft und damit das Auftreten von Torsions- und Biegemomenten [71].

Bei einer ebenen Grundfläche zwischen Zirkonoxid und Verblendkeramik kann von einer relativ einheitlichen Spannungsverteilung ausgegangen werden [5]. Durch die Konzentration der Belastung auf die Grenzfläche wird die Wahrscheinlichkeit von Zugbelastungen minimiert.

In dem gewählten Versuchsaufbau des Druck- Schertests unter Zuhilfenahme der Prüfmaschine Zwick wurde über die Einspannvorrichtung eine standardisierte Prüfkörperposition realisiert (Abb. 67).



Abb. 67: Prüfkörper in Einspannvorrichtung

Ziel war es, den Prüfkörper exakt auf der Höhe der Verbundfläche zu fixieren. Dabei muss jedoch berücksichtigt werden, dass es durchaus zu untersucherbedingten Ungenauigkeiten kommen konnte, was unmittelbare Auswirkungen auf die Messwerte hat. Besonders hohe Werte legen die Vermutung nahe, dass der Prüfstempel unter Umständen zunächst vornehmlich auf das Gerüstmaterial traf und erst im nachfolgenden Ausschlagen die Verblendkeramik erfasst hat.

Auch die Prüfstempelposition, durch den Untersucher eingestellt, stellt eine mögliche Fehlerquelle dar.

Bei einer Position, in welcher der Prüfstempel anstatt direkt an der Verbundgrenze anzusetzen geringfügig davon entfernt aufliegt, muss man neben den eigentlichen Druckkräften zusätzlich die Scher- und vor allem Zugkräfte berücksichtigen.

Vor dem Hintergrund der reduzierten Zugfestigkeit von Verblendkeramiken kann dies die Messergebnisse nachhaltig beeinflussen. Vorhandene Mikrorisse werden sofort verstärkt und ein vorzeitiges Versagen der Verblendung tritt ein.

Insgesamt war es ein Anliegen, durch den Versuchsaufbau und die einfache Prüfkörpergeometrie aussagekräftige und untereinander vergleichbare Messwerte zu erhalten.

Bei dem Schertest nach Schmitz-Schulmeyer wird ein Streuungswert von maximal 10% angegeben [70]. Die durchschnittliche Streuung der Messwerte liegt bei dieser Arbeit

bei 6,1%. Das Streuungsmittel für die TWL-Proben(4,0%) fällt deutlich geringer aus als der Wert für die Proben ohne TWL (8,7%).

Auffällig ist, dass bei der Gruppe der natronfeldspatbehandelten Proben die Streuung der Messwerte bei denjenigen Proben ohne Temperaturwechselbehandlung signifikant größer ist als bei den TWL-Proben. Hingegen ist die Totalverlustrate unter den TWL-Proben im Vergleich mit den „trockenen“ Proben erhöht.

Die Ursache hierfür kann darin liegen, dass bestehende Spannungen und Risse durch den zyklischen Temperaturwechsel verstärkt werden und es bei dem Überschreiten des kritischen Risswachstums zu einem Abplatzen der gesamten Verblendung kommt.

Durch diese erhöhte Totalverlustrate bei den TWL-Proben konzentrieren sich die Messergebnisse auf die fehlerfreien und spannungsarmen Proben, welche im Druck-Scher-Versuch eine geringere Streuung aufweisen.

Aufgrund der starren Prüfkörper reagieren Schertests sehr empfindlich auf nicht exakt abgestimmte WAK's, was zu Spannungen in der Grenzfläche führt und damit eine erhöhte Streuung hervorrufen kann. Die starke Volumenabnahme durch Schrumpfung bei dem Aufbrennen der Verblendkeramik führt ebenfalls zu erhöhten Spannungen in der Verbundzone. Dieser Effekt sollte durch ein fraktioniertes Auftragen der Verblendmasse mit gleichzeitigem Separieren der Masse vor dem ersten Dentinbrand minimiert werden. Dies ist in jedem Falle von der Routine und dem Geschick des Technikers abhängig und nur durch ein standardisiertes Vorgehen möglich.

Auch hat sich herausgestellt, dass durch übermäßiges Schichten der Verblendkeramik ein so genanntes „Chipping“ provoziert wird. Bei zu großen Verblendungstärken tritt die niedrige Zugfestigkeit der Verblendkeramiken in den Vordergrund und trägt zum Versagen des gesamten Systems bei und ist bei der Gerüstgestaltung in jedem Falle zu berücksichtigen [29, 37, 57]

8.3 Diskussion der Rauheitsmessungen

Es ist festzustellen, dass die mit 250 μm korundangestrahlten Proben in allen Abbildungen die höchsten Rauheitswerte präsentieren. Dies ist nicht verwunderlich, da unterschiedliche Korngrößen unterschiedliche Veränderungen durch das Anstrahlen hervorrufen. Die Korngröße des verwendeten Korunds ist doppelt bzw. fünffach so groß wie die Körnung, die bei den nachfolgenden Versuchen mit 110 μm und 50 μm zur Anwendung kam. Somit konnten mit 250 μm Korund bei gleicher Einstellung von Druck und Arbeitsabstand größere Rauheiten in den Oberflächen der Keramik erzielt werden. Zwischen den ohne und mit 110 μm Korund angestrahlten Proben ist kein aussagefähiger Vergleich in Folge einer zu geringeren Anzahl von Messungen der Prüfkörper möglich. Auffällig ist jedoch die sehr große Streuung der Proben die keiner Oberflächenveränderung (ohne) unterzogen wurden. Die mögliche Ursache liegt in der ungleichen Ausgangsposition der geprüften Proben. Bei der Probenherstellung wurden die Keramikprüfkörper mit einer Diamantsäge auf eine gewünschte Stärke gesägt, wobei unterschiedliche Schleifspuren auf den Keramikoberflächen entstanden. Möglicherweise wurden dadurch Mikrorisse provoziert. Es war aus technischer Sicht nicht möglich die Sägeblätter für diesen Versuch optimal einzustellen.

Für weiterführende Untersuchungen ist an dieser Stelle eine Verbesserung der Probenherstellung überlegenswert.



Abb. 68: von links: 250 μm , 110 μm Korund, Natronfeldspat in 40facher Vergrößerung

In Abb. 68 sind die unterschiedlichen Strahlmittel in 40-facher Vergrößerung dargestellt. Partikelstruktur und -größe sind gut erkennbar. Die Feldspatstrahlmittel bestehen aus leichtem Pulver mit einer Korngröße von 8- 80 μm . Die Struktur des Korunds ist kristallförmig und scharfkantig.

Die Form der Strahlsandkörner ist ausschlaggebend für die Oberflächenrauigkeit, da runde Körner andere Effekte auf der Oberfläche hervorrufen als scharfkantige Körner.

Im Vergleich zwischen polierten und unpolierten Proben im Abschnitt 5.1.2 besitzen die unpolierten Proben nach ihrer Oberflächenbehandlung höhere Rz-Werte als die polier-

ten Proben. Bei Betrachtung der Differenz zwischen den polierten und unpolierten Prüfkörpern (Tab. 4) liegen die Werte der ohne und der mit 250 µm Korund angestrahlten Proben deutlich auseinander. Die Erklärung für die Ergebnisse der unbehandelten Proben liegt in der doch unterschiedlichen Probenausgangssituation und der offensichtlich großen Veränderung der polierten Fläche in der Rauigkeit. Bei dem unpolierten Zustand handelt es sich um den Oberflächenzustand nach dem Sägen, ohne zusätzliche Nachbearbeitung durch Schleifen.

Die Proben, die mit 250 µm Korund angestrahlt wurden, weisen die größte Differenz auf. Mögliche Ursache dafür ist einerseits die unterschiedliche Ausgangssituation der polierten und unpolierten Proben, andererseits der Korngrößenunterschied der im Vergleich zu 110 µm doppelt so groß ist und somit eine stärkere Auswirkung erzeugen kann.

Im Abschnitt 5.1.3 sind die Ergebnisse von Proben dargestellt, die in einer bestimmten Kombination zuerst mit Korund und anschließend mit Feldspat angestrahlt wurden. Die unterschiedlichen Kombinationen sind in den Abb. 23 - Abb. 27 mit abwechselnden Farben charakterisiert. Die höchsten Rz-Werte weisen wiederkehrend die mit 250 µm Korund und anschließend mit Feldspat angestrahlten Proben auf. Mit dem Anstrahlen des Feldspates nach der Korundbehandlung steigt die Rauigkeit im Wert leicht an. In einigen Kombinationen ist jedoch zu erkennen, dass der Rauigkeitswert mit dem Anstrahlen von Feldspat wieder leicht sinkt (Abb. 24, 25, 27). Es liegt an dieser Stelle die Vermutung nah, dass die kleineren Feldspatkörner die zuvor entstandenen Unebenheiten auf der Oberfläche wieder glätten. Anzunehmen ist weiterhin, dass sich winzige Feldspatpartikel in diesen kleineren Gruben und Furchen ansetzen und die Fläche somit nicht weiter in ihrer Rauheit vertiefen.

Bei der Gegenüberstellung beider Feldspate unter Beachtung ihrer unterschiedlichen Korngröße sind keine signifikanten Abweichungen zu erkennen

Die Ergebnisse der vor und nach Sinterung behandelten Keramikproben im Abschnitt 5.1.4 zeigen mit nur einer Ausnahme, dass alle Proben, die vor der Sinterung behandelt wurden, über einen höheren Rz-Wert verfügen. Diese Feststellung lässt sich mit den werkstofflichen Eigenschaften begründen: Die Zirkoniumdioxidkeramik besitzt im vorgesinterten Zustand ein weiches Gerüst als nach der Endsinterung. In einem Sinterverfahren bei Temperaturen von ca. 1500°C werden die einzelnen kleinen Pulverkörner weiter verdichtet. Es wird gleichzeitig eine gewünschte Werkstoffumwandlung an-

gestrebt, die zu einer höheren Festigkeit des Werkstoffes führt [23]. Es lassen sich folglich mühelos Vertiefungen und erhöhte Rauheitswerte mit Strahlmittel erzeugen, wenn der zu strahlende Werkstoff eine geringere Festigkeit besitzt und vor allem erheblich weicher als der Strahlsand ist.

Ebenfalls ist aus diesem Grund bei den getesteten Materialien der Firmen VITA und DCS der Rz- Wert der Natron- und Kalifeldspate niedriger als der mit Korund gestrahlten Keramikproben. Dieses pulverförmige Strahlmittel besitzt eine geringere Härte, ca. 5,5 nach Mohs, und verursacht somit beim Anstrahlen geringfügigere Veränderung auf der Oberfläche der ZrO_2 Probenkörper.

Zwischen den getesteten Materialien sind keine signifikanten Differenzen erkennbar, da beide einen ähnlichen Verlauf in ihren Messwerten zeigen. Aus den Abb. 28 und Abb. 29 ist zu entnehmen, dass die VITA-Keramikproben einen geringen Rz-Wert besitzen als die DCS-Keramiken. An dieser Stelle müsste ein Vergleich und eine Aussage über die Festigkeit der beiden Keramiken gemacht werden, auf den jedoch verzichtet wird, da es derzeit nicht relevant erscheint.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass eine Veränderung der Oberfläche durch alle Anstrahlkombinationen möglich ist. Da sich durch die alleinige Behandlung mit Feldspat eine zu geringe und durch die ausschließliche Behandlung mit $250\ \mu\text{m}$ Korund eine zu starke Veränderung der Oberfläche ergibt, wurden diese Verfahrensweisen nicht weiter untersucht. Bei weiteren Untersuchungen sollten dennoch alle Anstrahlkombinationen überprüft werden. Um genauere Werte und eine geringere Streuung erzielen zu können, sollte die Anstrahltechnik, welche hier noch manuell geschieht, verbessert werden. Die Probenherstellung sollte so verändert werden, dass reproduzierbare und identische Prüfkörper entstehen.

8.4 Diskussion der Biegefestigkeitsergebnisse

Die Dreipunktbiegung wurde durchgeführt, um die Materialeigenschaften der zu untersuchenden Werkstoffe auf ihre Festigkeit zu überprüfen. Es interessierte die Frage, welche Veränderungen sich in der Festigkeit nach einer Oberflächenbehandlung ergeben. Die ermittelten eigenen Untersuchungsergebnisse sollten mit denen aus der Literatur und den Herstellerangaben verglichen werden.

In der Literatur und in den Herstellerangaben ist die Drei-Punkt-Biegefestigkeit nach DIN EN ISO 6872 bei unbehandelten Zirkoniumdioxid- Keramikproben mit Werten >900 MPa angegeben [6, 14, 61, 63]. Das Messergebnis dieser Studie der nicht behandelten Proben liegt ca. 50% unter dem der Literatur und beträgt $584,03 \pm 119$ MPa. Unter Berücksichtigung der Streuung der Messwerte liegt die Differenz bei ca. 200 MPa. Diese hohe Abweichung hat ihren Grund in der geringen Anzahl von Prüfkörpern. Es wurden für diesen Versuch nur drei Proben verwendet, womit kein reproduzierbares Ergebnis dargestellt werden kann.

Wertet man die Messangaben der mit Korund angestrahlten Proben, so liegen diese weit über denen der nicht behandelten Proben. Diese Feststellung konnte mit Hilfe der Literatur bestätigt werden. In einer In-Ceram-Belastungsuntersuchung von Baltzer et. al. erreichte der Autor dort nach der Korundbehandlung gemessene Werte von >1000 MPa [6].

In dieser Arbeit liegen die Werte für die mit $250 \mu\text{m}$ korundgestrahlten Proben bei 1194 ± 298 MPa und für die mit $110 \mu\text{m}$ korundgestrahlten bei 1420 ± 71 MPa. Der Wert der $250 \mu\text{m}$ korundangestrahlten Proben zeigt durch seine hohe Streubreite einen sehr unsicheren Wert. Dennoch lässt sich aus diesen Ergebnissen, die mit anderen Studien vergleichbar sind, feststellen, dass die Festigkeit der Keramik mit dem Anstrahlen der Oberfläche zunimmt.

Das Anstrahlen der Oberfläche mit Korund stabilisiert und erhöht die Festigkeit. Ein direkter Zusammenhang zwischen Korngröße, Härte des Strahlguts und der Biegefestigkeit ist ableitbar. Durch die Oberflächenbehandlung nach Sintern erfährt die Zirkonoxidoberfläche eine Phasenumwandlung von tetragonal zu monoklin. Durch die Volumenzunahme an dieser oberflächlichen Schicht kommt es zu einer Zunahme der Oberflächenspannung, welche die Biegefestigkeit erhöht. Andererseits werden durch das Abstrahlen Mikrorisse erzeugt, die wiederum das Frakturverhalten durch eben jene initiale

Rissbildung negativ beeinflussen. Dabei ist durchaus von einem direkten Verhältnis von Korngröße zu initialer Rissbildung auszugehen. Der erhaltene Vorteil der Festigkeitssteigerung wird durch diesen Umstand limitiert. Es zeigt sich durch die Untersuchung, dass die besten Ergebnisse bei der Behandlung mit 110qm großem Korundstrahlgut zu erwarten sind.

8.5 Diskussion der REM- und EDX- Analysen

An ausgewählten Proben mit unterschiedlichen Anstrahl-Kombinationen sind raster-elektronischen Aufnahmen (REM) und anschließend eine Elementanalyse (EDX) durchgeführt worden. Anhand der Oberflächentopografie sind Unterschiede bei den Keramikproben auf Grund der Oberflächenbehandlung zu erkennen. Proben, die mit 250 µm Korund angestrahlt wurden und einen hohen Rz- Wert aufweisen zeigen in den REM- Aufnahmen (Abb. 35, Abb. 36, Abb. 45, Abb. 46) deutlich größere und möglicherweise tiefere Einbuchtungen, als Keramikoberflächen, die mit Feldspat behandelt wurden. Bei der Untersuchung der EDX-Analyse konnten alle chemischen Elemente nachgewiesen werden, die in Herstellerangaben und Literatur aufgeführt sind [18, 64]. Besonderes Augenmerk lag vor allem auf den Elementen der verwendeten Strahlmittel. Hierbei traten Peaks für Al im Falle des Einsatzes von Korund sowie für Si, Na und K, aber auch Al, bei den mit Feldspatkeramiken bearbeiteten Oberflächen auf. Für die Optimierung und Verbesserung der Verbundfestigkeit ist zu untersuchen, ob nach dem Anstrahlen das Strahlmittel und speziell die Feldspate auf der Oberfläche noch vorhanden sind. Die analytischen Ergebnissen in den Tab. 7 und Tab. 9 beweisen die Existenz der Feldspatelemente auf der Zirkondioxidkeramik nach Anstrahlen.

Neben der Aufrauung war von Interesse zu erfahren, ob und wenn ja, in welcher Menge Strahlgut in die Oberfläche impaktiert wird.

Es zeigte sich, dass das Feldspat-Strahlgut trotz geringer Härte als Korund (9 nach Mohs) in das ebenfalls sehr harte ZrO₂ eingelagert wird.

Die prozentuale Verteilung der Feldspatelemente weist im Vergleich mit den korundgestrahlten Proben keinen signifikanten Unterschied auf. Bei den vor und nach Endsinterung gestrahlten Proben ist auch kein signifikanter Unterschied im Verteilungsmuster der untersuchten Elemente vorhanden.

Zusammenfassend ist festzustellen, dass in dieser Untersuchung keine Korrelation der Rauheitswerte gegenüber den vorhandenen Feldspaten auf der Oberfläche der Keramik besteht. Die Untersuchungen können jedoch weitergeführt werden, da sich Feldspate auf der Oberfläche befinden. Eine Oberflächenbehandlung mit 250 µm Korund ist auch für diese Versuche nicht zwingend, da sich auch bei niedriger Rauheit kleine Feldspatpartikel durch das Anstrahlen auf der Oberfläche befinden.

8.6 Diskussion der Röntgendiffraktometrieergebnisse

Eine Kristallstrukturanalyse wurde an beliebig ausgewählten Proben vollzogen, die unterschiedlich mit Korund und Feldspat angestrahlt wurden. Aus dem Diagramm (Abb. 52) ist zu entnehmen, dass sich die tetragonale Oberfläche in eine monokline Phase umgewandelt hat, was zu einer niedrigeren Festigkeit im Werkstoff führt. Die Keramik ist demnach leichter einer möglichen fortschreitenden Rissgefahr ausgesetzt.

Für die Verblendung hat dies zur Folge, dass sich an den Grenzflächen Spannungsverläufe aufbauen können, die zum sofortigen Versagen und zu Spätschäden an der Restauration führen können. Die monokline ZrO_2 -Struktur besitzt unter anderem im Gegensatz zum tetragonalen ZrO_2 einen geringeren WAK von etwa $7 \times 10^{-6} K^{-1}$. In der Literatur ist diese Kristallphasenumwandlung ebenfalls beschrieben. In einer Studie von Van Ramos et. al. sind nach „Sandstrahlung“ auf dem Zirkoniumoxidgerüst mit Hilfe der Röntgendiffraktometrie monokline Phasenbestandteile auf der Oberfläche nachgewiesen worden [65].

Bei einer weiteren Untersuchung wurden diese Proben einer Wärmebehandlung bei $1000^\circ C$ und $1100^\circ C$ unterzogen. Wie in Abb. 50 zu sehen, ist nach der Röntgendiffraktometrieanalyse festzustellen, dass sich die vorerst monokline Phase wieder in ihre Ursprungsphase, die tetragonale, umgewandelt hat. Trotz der kurzen Wärmebehandlung mit einer Dauer von 5 Minuten bzw. 10 Minuten. Anhand der Resultate ist erkennbar, dass, um die Zirkoniumdioxidkeramik wieder in ihre Ursprungsphase zu versetzen, eine kurze Wärmebehandlungszeit ausreicht. In den Herstellerangaben der VITA [63, 65] wird für eine Nachbearbeitung von ZrO_2 -gerüsten eine Wärmebehandlung bei $1000^\circ C$ und 15 Minuten Haltezeit empfohlen. Nach dieser Untersuchung kann die Haltezeit sogar verringert werden.

Abschließend kann gesagt werden, dass das Anstrahlen der ZrO_2 -Keramikoberfläche sowohl vor und als auch nach der Endsinterung sinnvoll erscheint, da es zu keiner Schädigung der Kristallstruktur bei anschließender thermischer Behandlung kommt, aber bezüglich der Festigkeitseigenschaften eine Verbesserung erreicht wird. Die Langzeitstabilität und das Verhalten nach thermocyclischer Wechselbelastung sollten Gegenstand weiterer Untersuchungen sein.

8.7 Diskussion der Verbundfestigkeitswerte

8.7.1 Diskussion der Verbundwerte ohne TWL

Wie schon bei der Ergebnisdarstellung im Kapitel 7.6.1 erkenntlich, ist der höchste erreichte Wert bei der Verbundfestigkeitsanalyse den vor dem Sintern korundbehandelten Proben zuzuordnen, gefolgt von den vor Sintern mit Natronfeldspat (NFS) behandelten Proben. Die nach dem Sintern behandelten Proben, sowohl NFS-behandelte als auch korundbehandelte Prüfkörper, weisen die geringsten Festigkeitswerte auf.

Bei den Versuchen ohne TWL fallen Haftfestigkeitswerte auf, welche signifikant unterhalb der 10 MPa-Grenze liegen. Damit korrelieren diese Werte überhaupt nicht mit den aus der Literatur ermittelten Werten.

Kritisch betrachtet, sind die Ergebnisse lediglich als Tendenz einzustufen. Der Grund dafür liegt in der Anzahl der Proben. Mit einer Anzahl von $n=10$ bei den vor Sintern korundbehandelten Proben, $n=11$ bei den vor Sintern natronfeldspatbehandelten Proben, $n=12$ für die nach Sintern korundbestrahlten Proben und $n=11$ für die nach Sintern mit Natronfeldspat bestrahlten Proben ist die Stichprobenzahl für die einzelnen Messreihen als gering einzustufen. Auch die starke Streuung der Messwerte schränkt die Aussagefähigkeit der Mittelwerte ein. Hier sind weitere Untersuchungen nötig, um die Ergebnisse zu verifizieren.

8.7.2 Diskussion der Verbundwerte nach TWL

Auch bei den Versuchsreihen nach TWL ist festzustellen, dass die Anzahl $n=8$ als sehr gering einzustufen ist. Daraus folgt für die Versuche der vor Sinterung mit natronbehandelten Proben bei einer Verlustrate von 4 ein für diese Reihe prozentualer Verlust von 50%. Dies ist jedoch bei der Gesamtzahl von 8 unter Vorbehalt zu betrachten.

Im Vergleich zu den Versuchen ohne TWL fällt auf, dass die Verlustraten bei den Versuchen mit TWL deutlich höher sind.

Andererseits sind die Ergebnisse der Versuche mit TWL im Vergleich zu den Proben ohne TWL homogener. Die Streuung der Messwerte ist mit 4,0 geringer. Die ermittelten Festigkeitsergebnisse liegen nur in zwei Fällen unter der 10 MPa-Grenze.

Gründe für diese niedrigen Werte sind in der insuffizienten Verbindung Zirkondioxid zur Verblendkeramik zu finden. Wie schon erwähnt, bedingen verschiedene Faktoren einen Minderverbund.

Durch die Temperaturwechsel werden die Proben den klinischen Bedingungen unterzogen, es treten Spannungen aufgrund des unterschiedlichen WAK auf. Ist eine Probe durch einen Minderverbund vorbelastet, kann es schneller zu einem Totalversagen des Verbundes kommen, da die auftretenden Belastungen nicht durch das System abgefangen werden können. Die in der Versuchsanordnung erhaltenen Werte stellen nicht die Werte dar, die für einen intakten Verbund Zirkondioxid zu Verblendkeramik gelten sollten. Die starke Streuung der Messergebnisse ist die Folge und eine Auswirkung auf das arithmetische Mittel ergibt sich.

Daraus ist zu folgern, dass bei weiteren Untersuchungen der Belastung der Proben mittels TWL Vorrang zu geben ist. Die verarbeitungsanfälligen Proben erfahren dadurch eine erste Selektion, die Streuung der Messergebnisse wird reduziert.

8.7.3 Diskussion der Referenzwerte

Der Mittelwert der Verbundfestigkeitswerte für die Referenzproben beträgt 20,5 MPa. Die Anzahl der Probenkörper lag bei $n=8$ und während des Versuchs trat ein Verlust von 3 Probenkörpern auf, eine Probe ist mit einem Messergebnis von 60,6 MPa als Fehler einzustufen. Bei dieser Messung muss davon ausgegangen werden, dass vermutlich eine unkorrekte Prüfstempelposition zu einem verzerrten Messwert geführt hat. Aus dem Genannten ergibt sich, dass eine Ausfallquote von 50% bei einer geringen Anzahl von Stichproben keine aussagekräftigen Ergebnisse ermöglicht. Die erlangten Ergebnisse sind unter Vorbehalt zu interpretieren.

8.7.4 Diskussion der Ergebnisse Druck-Schertest gesamt

Bei der Diskussion der Methodik wurde darauf verwiesen, dass für den Haftverbund zur Zeit noch keine normierten Testvorgaben bestehen. Es existieren verschiedene Modelle, mit denen bei unterschiedlichen Versuchsaufbauten gemessen und berechnet werden soll. Ein direkter Vergleich der erlangten Messergebnisse der verschiedenen Versuchsmodelle ist nicht möglich [57].

Für den Druck-Schertest gibt es damit keine Normvorgaben. Jedoch wurden für die in der Methode ähnlichen Schmitz-Schulmeyer-Versuche ein Minimum von 15 MPa als sicherer Verbund angegeben [74].

Wenn man diese Aussage kombiniert mit den erhaltenen Mittelwerten der einzelnen Versuchsreihen, lässt sich folgendes feststellen.

Mit 12,6 MPa bei den Versuchen der nach Sintern korundbehandelten Proben ohne TWL und 12,5 MPa für nach Sintern natrongestrahlten Proben ohne TWL ergibt sich, dass diese Form der Oberflächenbehandlung im Vergleich mit den anderen Versuchsreihen keine signifikante Verbesserung des Haftverbundes bedingt. Man muss berücksichtigen, dass eine starke Messwertstreuung eine genaue Aussage erschwert.

Mit 15,4 MPa für vor Sintern mit natronbestrahlte Proben ohne TWL und jeweils 15,8 MPa für die nach Sintern mit Korund oder Natron behandelten Proben mit TWL, ergeben sich drei fast gleichgroße Werte bei der Verbundfestigkeitsermittlung. Nach Aussage, dass 15 MPa als Minimum für einen sicheren Verbund anzustreben sind, kann man diese Ergebnisse als ausreichend fest bewerten. Jedoch lässt sich im Vergleich mit den Mittelwerten für die Versuchsreihen korundbehandelt vor Sinterung mit TWL 18,3 MPa, natronbestrahlt vor Sinterung mit TWL 19,6 MPa und korundbestrahlt vor Sinterung ohne TWL 20,7 MPa feststellen, dass deutlich höhere Ergebnisse auftraten. Im Vergleich mit dem Referenzwert von 20,5 MPa muss man jedoch feststellen, dass die Oberflächenbearbeitung zu keiner signifikanten Festigkeitssteigerung geführt hat. Diese Aussage ist als Tendenz zu verstehen. Die Anzahl der Probenkörper, die Streuung der Messwerte und die hohe Verlustrate lässt eine solche Aussage wiederum nicht zu. Weitere Untersuchungen können Aufschluss über die tatsächlichen Zusammenhänge geben.

Mit den in der Untersuchung erreichten Werten ist weiterhin festzustellen, dass die Verbundfestigkeit höher ist als die Eigenfestigkeit der Verblendmasse. Die Verblendung sollte eine kritische Stärke von 1,5 mm nicht überschreiten.

Aus den Untersuchungsergebnissen lässt sich die Tendenz ableiten, dass bei dem Verbund Zirkonoxid zu Verblendkeramik der mechanischen Haftung aufgrund von Retention untergeordnete Wichtigkeit zuzuordnen ist. Es muss also eine andere Form der Verbindung bestehen. Eine chemische Bindung ähnlich dem Metall-Keramik-Verbund ist zu vermuten.

8.8 Diskussion der Bruchflächenanalyse

Für die Auswertung der Bruchflächen sind die Probenkörper nach dem Druck-Schertest, nach dem „katastrophalen“ Versagen, fotografiert worden. Die erzeugten Fotos wurden, wie im Kapitel 6.3.5 beschrieben in den Programmen Vorschau (Version 3.0.9 (409) und Photoshop (Version 10.0) zur besseren Auswertbarkeit nachbearbeitet. Sowohl Zirkonoxid als auch die Verblendkeramik sind aufgrund ihrer reflektierenden Oberfläche, der hellen Farbe und der kontrastarmen Oberflächenstruktur und der geringen Größe der Probenkörper schwierig zu fotografierende Objekte. Um die Reflexionen zu umgehen, musste bei der möglichen Beleuchtung (Tageslicht und ein zusätzliches Leuchtmittel) ein individueller Winkel zur Oberfläche des Prüfkörpers gewählt werden. Dadurch entstanden wiederum, der geringen Größe des Objekts geschuldet, Unterschiede in der Schärfe des Bildes. Nicht alle Anteile des Prüfkörpers konnten gleichmäßig scharf abgebildet werden, was sich ab einem bestimmten Vergrößerungsfaktor bemerkbar macht. Diese systemisch bedingte Fehlerquelle bewirkt eine Ungenauigkeit bei der Auswertung der Bilder.

Die Auswertung der einzelnen Bilder wurde durch eine Einschätzung des prozentualen Anteils von verbliebener Verblendkeramik auf der Zirkonoxidoberfläche vorgenommen. Je nach Ausmaß der Bedeckung fand eine Klassifizierung in Adhäsions-, Kohäsions- oder Kombinationsbruch statt.

Die damit erlangten Werte stellen Schätzwerte dar und sind somit in ihrer mathematischen Genauigkeit als ungenügend einzustufen. Sie sind als Tendenz zu verstehen. Es lässt sich jedoch der Adhäsionsbruch einer hohen Verbundkraft zuordnen.

8.9 Zusammenfassende Ergebnisdiskussion

Bereits in der Anfangsphase der Untersuchungen konnten wesentliche Aussagen über das Oberflächenverhalten getroffen werden:

Die Keramikoberflächen lassen sich durch unterschiedliche Behandlungsweisen beim Anstrahlen in Struktur und Eigenschaften verändern.

Bei Proben die mit 250 μm Korund angestrahlt wurden, kommt es durch Aufrauung zu den größten Oberflächenveränderungen.

Es wurde festgestellt, dass eine mit 110 μm Korund behandelte Fläche ausreichend rau wird.

Die Härte des Strahlgutes und die Härte des Prüfkörpers nehmen eine entscheidende Position bei der Höhe der Rauheitswerte ein. Auch die Größe des Strahlguts bestimmt die Rauigkeit.

Die optimale Oberflächenrauheit, die innerhalb dieser Studie beobachtet wurde, kann für weitere Untersuchungen empfohlen werden. Sie wird durch die Kombination von 110 μm Korund+ Feldspat erreicht.

Mit Hilfe der EDX- Analyse lässt sich beweisen, dass die Keramikproben, die mit Feldspat vor und nach der Endsinterung angestrahlt wurden, Na- sowie K-Partikel auf den Oberflächen aufweisen.

Die Röntgendiffraktometrieuntersuchungen bestätigen die Verarbeitungsvorschriften der Keramikgerüste:

Eine Oberflächenbehandlung der Keramik kann zu einer monoklinen Struktur führen und somit die erforderliche Stabilität nicht mehr sichern. Empfehlenswert ist eine thermische Behandlung des Gerüsts, um die entstandene Phasenumwandlung wieder umzukehren. Die verwendete Anstrahlmethode zur Oberflächenveränderung mittels Korund und Feldspat vor dem Sintern scheint aus dieser Sicht besser, da eine thermische Nachbehandlung durch die folgende Sinterung in jedem Fall erfolgen wird.

9 Zusammenfassung

Die Optimierung des keramischen Verbundes, besonders des Zirkondioxidverbundes mit der Verblendkeramik, ist in der modernen Zahnheilkunde von großer Bedeutung.

Gegenstand dieser Arbeit ist es, zunächst eine optimale Oberflächenrauigkeit mit Hilfe von unterschiedlichen Strahlmitteln zu ermitteln. Die Untersuchung wurde an zwei keramischen Werkstoffen vorgenommen, bei denen es sich um eine Yttriumoxid verstärkte Zirkoniumdioxidkeramik der VITA Zahnfabrik bzw. der DCS handelt. Beide Materialien bestehen aus teilgesinterter "Weißkeramik", die in kleinen Plättchen für die Analyse vor Ort präpariert wurden.

Die Bewertung des Anstrahlens der Zirkonoxidkeramikprüfkörper erfolgte durch eine Rauigkeitsmessung und eine anschließende Elementanalyse (EDX). Um die werkstofflichen Eigenschaften zu bestimmen, wurde die Drei-Punkt-Biegefestigkeit untersucht und eine Röntgendiffraktometrie vorgenommen. Die Biegefestigkeit erreicht in der Arbeit mit 584,03 MPa einen niedrigeren Wert als in der Literatur mit >900 MPa beschrieben. Bei der Kristallphasenuntersuchung sind jedoch mit der Literatur vergleichbare Ergebnisse erzielt worden: Das Anstrahlen von ZrO_2 - Keramik verändert die tetragonale Struktur in eine monokline und schädigt damit die Oberfläche der Keramik. Mit einer thermischen Behandlung bei 1000°C und einer Haltezeit von mindestens 5 Minuten kann die Phasenumwandlung wieder rückgängig gemacht werden.

Mit Hilfe der Rauheitsmessung konnte belegt werden, dass sich die Oberfläche der ZrO_2 - Keramik durch unterschiedliche Anstrahl-Kombinationen unterschiedlich verändern lässt. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass sich die gewünschten Feldspatpartikel vor und nach der Endsinterung auf der Keramikoberfläche befinden. Die Quantität der Na und K Partikel ist jedoch nicht zu belegen.

Durch die Vorversuche konnte die optimale Oberflächenbehandlung ermittelt werden.

Die für die weitere Untersuchung verwendeten Strahlgute waren folgende:

- Korund (Al_2O_3) der Korngröße 110 μm
- Natronfeldspat($NaAlSi_3O_8$) im Zustand groß und gefrittet, die Korngröße ist hier nicht konstant und liegt zwischen 30 und 150 μm .

Des Weiteren sollte die Verbundfestigkeit des Systems ermittelt werden.

Bei der Untersuchung der Verbundfestigkeiten mittels des Druck-Schertests an der Universalprüfmaschine vom Typ Zwick wurden die einzelnen Probenreihen einer Belastung bis zum Totalversagen der Prüfkörper unterzogen. Es wurden fünf Probenreihen untersucht. Zum einen korund- sowie natronfeldspatbehandelte Proben ohne TWL, zum anderen die gleiche Vorbehandlung mit TWL. Die Vorbehandlungen durch Abstrahlen der Oberflächen erfolgten für jeweils eine Prüfreihe einmal vor der Endsinterung und einmal nach der Fertigsinterung. Zusätzlich wurde noch eine Referenzreihe mit TWL in die Untersuchung aufgenommen.

Die Ergebnisse der Verbundfestigkeitsuntersuchung lassen folgende Aussagen zu.

Die Behandlung mittels Sandstrahlen vor der endgültigen Sinterung führt zu besseren Ergebnissen als eine Behandlung nach der Sinterung. Ursache dafür ist unter anderem in der Phasenumwandlung der obersten Schicht in dem Gerüstmaterial zu finden. Es erfolgt eine Transformation von der tetragonalen Phase zur monoklinen Phase und damit geht eine Veränderung des Wärmeausdehnungskoeffizienten einher. Bei der Sensibilität des Verbundsystems auf Veränderungen bei dem Wärmeausdehnungskoeffizienten kommt es aufgrund von auftretenden erhöhten Spannungen zwischen Zirkonoxid und Verblendkeramik zu einem schnelleren Versagen des Verbundes. Auch ist die „Selbstheilung“ des Zirkons durch die schon erschöpfte Phasenumwandlung nicht mehr in vollem Maße gegeben. Durch die Untersuchung der Bruchflächen konnte jedoch kein Defekt in der Zirkonoberfläche aufgedeckt werden. Die Untersuchung erfolgte nur makroskopisch und sollte durch weitergehende Analysen untermauert werden. Ein weiterer Grund für die Unterschiede ist in der erzeugten Rauigkeit zu finden. Durch die erhöhten Werte bei den vor Sinterung gestrahlten Proben gegenüber den Proben, welche nach Sinterung behandelt worden sind, ist eine Verbesserung der retentiven Muster auf der Oberfläche des Gerüstmaterials erklärbar. Das führt zu einer verstärkten Haftung der Verblendung am Zirkonoxid, bessere Verbundfestigkeitswerte lassen sich folglich messen.

Eine grundlegende Aussage zur Verbesserung der Verbundfestigkeit durch Oberflächenbehandlung mittels Sandstrahlen lässt sich abschließend nicht treffen. Der direkte Vergleich der Werte der behandelten Proben mit den Referenzwerten ist aufgrund der hohen Verlustrate und sehr niedrigen Anzahl der Referenzwerte nicht objektiv. Nimmt man den erhaltenen Referenzwert jedoch für reell an, lässt sich als Tendenz kein signifikanter Unterschied zwischen behandelten und unbehandelten Proben ausmachen.

Bei der Betrachtung der Bruchflächen fällt auf, dass der Verbund zwischen Zirkonoxid und Verblendkeramik höher ist als die Eigenfestigkeit der Verblendkeramik. Mit dieser Erkenntnis und mit den erhaltenen Werten bei der Verbundfestigkeit liegt die Überlegung nahe, dass die eigentlichen Verbundmechanismen zwischen Zirkonoxid und Verblendkeramik durchaus chemischer Natur sein können. Weitere Untersuchungen zu diesem Gebiet sind unausweichlich.

10 Literaturverzeichnis

- 1 Aboushelib MN, Cornelis JK, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations Part II: Zirconia veneering ceramics. Dent Mater 2005.
- 2 Aboushelib MN, de Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Dent Mat 2005; 984-991
- 3 Al-Dohan HM, Yaman P, Dennison JB, Razzoog ME, Lang BR. Shear strength of cover-veneer interface in bi-layered ceramics. J Prosthet Dent 2004;91:349-55.
- 4 Anusavice KJ, Kakar K, Ferree N. Which mechanical and physical testing methods are relevant for predicting the clinical performance of ceramic-based dental prostheses?. Clin Oral Implants Res. 2007 Jun;18 Suppl 3:218-231
- 5 Anusavice KJ. Suchtests für Metall-Keramik-Systeme. In: McLean JW: Dentalkeramik. Quintessenz, Berlin 1984
- 6 Baltzer A, Kaufmann-Jinoian V. Die Belastbarkeit von VITA In-Ceram. Quintessenz Zahntech 2003; 29;11:1318-1342
- 7 Baltzer A, Kaufmann-Jonoian V. Cerec-System. In: Tinschert J, Natt G. Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologien. Deutscher Zahnärzterverlag 2007:97-114
- 8 Bessimo CE, Spielmann HP, Rohner HP. Computergestützte Fertigung von vollkeramischen Kronen und Brücken in der Praxis. Int J of Comp Dent 2001;4:243-262
- 9 Beuer F, Schweiger J, Edelhoff D. Automatisierte Herstellung von Zahnersatz. In: Wissen Kompakt. Springer Verlag 2007;1(4):17-27
- 10 Beuer F, Schweiger J. KaVo Everest-System. In: Tinschert J, Natt G. Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologien. Deutscher Zahnärzterverlag 2007:159-180
- 11 Bienik KM, Marx R. Die Belastbarkeit neuer vollkeramischer Kronen- und Brückenmaterialien. Schweiz Monatsschr Zahnmed 1994;104:284-289
- 12 Binns D. Die chemischen und physikalischen Eigenschaften der Dentalporzellane. In: McLean J.W: Dentalkeramik. Quintessenz, Berlin 1984
- 13 Breustedt A. Zahnärztliche Keramik. 2.Auflage Verlag Volk und Gesundheit 1968:36-43
- 14 Brodbeck U. Xawex-Zirkonoxid - ein neues Gerüstmaterial zur Herstellung von vollkeramischem Zahnersatz mittels CAD/CAM-Bearbeitung. Quintessenz 2005;56(4):407-420

- 15 Chong MP, Beach DR. A simplesheart test to evaluate bond strength of ceramic fused to metal. *Austr Dent J* 1980;55:357-361
- 16 Claus H. Viele Faktoren haben einen positiven Einfluß auf die Haftung von Dentalkeramik. *Dent Lab* 1985;33:879-900
- 17 Clauß G, Finze FR, Partzsch L. Band 1 Grundlagen. In: *Statistik für Soziologen, Pädagogen, Psychologen und Mediziner*. Verlag Harri Deutsch 1994
- 18 DCS Herstellerangaben. DCS Dental AG Alschwill
- 19 Edelhoff D, Weber V, Johnen C. Digident-System. In: *Tinschert J, Natt G. Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologien*. Deutscher Zahnärzterverlag 2007:133-158
- 20 Eichner K, Kappert H. Band 1 Grundlagen und ihre Verarbeitung. In: *Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung*. 7.Auflage Thieme Verlag 2000
- 21 Erdelt K, Beuer F, Schweiger J, Eichberger M, Gernet W. Die Biegefestigkeit von weißkörpergefrästem Zirkoniumdioxid. *Quintessenz Zahntech* 2004;30,9:942-954
- 22 Filser F, Kocher P, Weibel F et al. Zuverlässigkeit und Festigkeit vollkeramischen Zahnersatzes hergestellt im DCM-Verfahren. *Int J Comp Dent* 2001;2:89-104
- 23 Fritzsche J. Zirkonoxidrestaurationen mit dem DCS Precident-System. *Int J Comp Dent* 2003;2:193-202
- 24 Guazzato M, Proos K, Quach L, Swain MV. Strength, reliability and mode of fracture of bilayered porcelain/zirconia (Y-TZP) dental ceramics. *Biomater* 2004; 5045-5052
- 25 Haase E. Schichtwechsel bei den Verblendungen. *Dentalzeitung* 2004;5:36-40
- 26 Hahn R, Löst C. Adhäsiv befestigte Keramikeinlagefüllungen. Thieme Verlag 1996
- 27 Hegenbarth EA. Procera-System. In: *Tinschert J, Natt G. Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologien*. Deutscher Zahnärzterverlag 2007:225-250
- 28 Isgrò G, van der Zel JM, Feilzer AJ. The influence of the veneering porcelain and different surface treatments on the biaxial flexural strength of a heat-pressed ceramic. *J Prosthet Dent* 2003;90:465-473
- 29 Kappert HF. Verblendung von Oxidkeramiken. In: *Tinschert J, Natt G. Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologien*. Deutscher Zahnärzterverlag 2007:47-58
- 30 Kirk RE, Othmer DF. *Encyclopedia of chemical technology*. Wiley and Sons New York 1978
- 31 Körber K, Ludwig K. *Zahnärztliche Werkstoffkunde und Technologie*. Thieme Verlag 1982:123-132

- 32 Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. Strength and reliability of surface treated Y-TZP dental ceramics. J Biomed Mater Res 2000;53:304-313
- 33 Kosmac T, Oblak C, Jevnikar P, Funduk N, Marion L. The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. Dent Mat 1999;15: 426-433
- 34 Kou W, Molin M, Sjögren G. Surface roughness of five different ceramic core materials after grinding and polishing. J Oral Rehabil 2006;33:117-124
- 35 Krause E, Berger I, Plaul T, Schulle W. Band 2 Mechanische Prozesse. In: Technologie der Keramik. 1.Auflage VEB Verlag für Bauwesen 1982
- 36 Luthardt RG, Quaas S, Rudolph H. Maschinelle Herstellung von Zahnersatz. In: Tinschert J, Natt G. Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologien. Deutscher Zahnärzterverlag 2007:67-94
- 37 Manhart J. Vollkeramikrestorationen in der Zahnmedizin. In: Wissen Kompakt. Springer Verlag 2007;1(4):3-13
- 38 Munz D, Fett T. Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe. Springer Verlag 1989
- 39 Pecanov-Schröder A. Vollkeramik und CAD/CAM. Dent Magazin 2008;1:12-25
- 40 Piwowarczyk A, Ottl P, Kuretzky T. Lava- ein innovatives Vollkeramiksystem. Quintessenz 2003;1:73-81
- 41 Pospiech P, Bellmann HJ. Lava-System. In: Tinschert J, Natt G. Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologien. Deutscher Zahnärzterverlag 2007:181-196
- 42 Reckziegel A. Eigenschaften und Anwendung von Hochleistungskeramik aus Zirkoniumoxid. FRIATEC Mannheim-Friedrichsfeld
- 43 Rinke S, Jenatschau R. Neue Perspektiven vollkeramischer Seitenzahnrestorationen auf Zirkonoxidbasis. Quintessenz 2001;11:1151-1159
- 44 Rinke S. Cercon-System. In: Tinschert J, Natt G. Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologien. Deutscher Zahnärzterverlag 2007:115-132
- 45 Roith A. Zirkonium Vortrag. Universität Bayreuth 1999. at <http://www.old.uni-bayreuth.de/departments/didaktikchemie/umat/zirkonium/zirkonium.htm>
- 46 Sachs L. Statistische Auswertmethoden. 3.Auflage Springer Verlag 1972
- 47 Sailer I, Fehér A, Filser F et al. Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. Int J Prosthodont. 2007 Jul-Aug;20(4):383-388
- 48 Sailer I, Pjetursson BE, Zwahlen M, Hämmerle CH. A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after

- an observation period of at least 3 years. Part II: Fixed dental prostheses. Clin Oral Implants Res. 2007 Jun;18 Suppl 3:86-96
- 49 Schülerduden. Die Chemie. 2. Auflage Dudenverlag 1988
- 50 Schumann H, Oetl H. Metallographie. 14.Auflage Wiley Verlag 2005
- 51 Schweiger M. Zirkoniumdioxid- Hochfeste und bruchzähe Strukturkeramik. Ästhetische Zahnmed 2004;5:248-257
- 52 Seilnacht T. Zirkonium. at <http://www.seilnacht.com/Lexikon/40Zirkon.htm>
- 53 Strietzel R. Die Werkstoffkunde der Metall-Keramik-Systeme. Verlag Neuer Merkur 2004
- 54 Stübner R. Untersuchung zu den Eigenschaften der Anode der Festoxid-Brennstoffzelle. Dissertation 2002
- 55 Suttor D, Bunke K, Hoeschler S, Hauptmann H, Hertlein G. Lava-das System für vollkeramische ZrO₂-Kronen- und Brückengerüste. Int J Comp Dent 2001;3:195-206
- 56 Suttor D, Bunke K. Lava-das neue System von 3M ESPE für vollkeramische ZrO₂-Kronen- und Brückengerüste. Quintessenz 2001;8:805-808
- 57 Tholey MJ, Stephan M. Haftverbundmechanismen in dentalen Schichtsystemen. Quintessenz Zahntech 2007;33(2):160-168
- 58 Tinschert J, Götzen N, Natt G. Oxidkeramiken. In: Tinschert J, Natt G. Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologien. Deutscher Zahnärzterverlag 2007:5-46
- 59 Tinschert J, Natt G, Latzke P et al. Bewährung von vollkeramischen Brücken aus DC-Zirkon. ZWR das deutsche Zahnärzteblatt 2007;116:58
- 60 Tinschert J, Natt G. DCS Precident-System. In: Tinschert J, Natt G. Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologien. Deutscher Zahnärzterverlag 2007:197-223
- 61 Verband der Keramischen Industrie e.V.. Brevier technische Keramik. at http://www.keramikverband.de/brevier_dt/brevier.htm
- 62 VITA Datenblatt für Vollkeramik. VITA Bad Säckingen 2004
- 63 VITA Datenblatt für Zirkon. VITA Bad Säckingen 2006
- 64 VITA Herstellerangaben. VITA Bad Säckingen 2005
- 65 VITA VM9 Verarbeitungsanleitung. VITA Bad Säckingen 2007
- 66 Völkl L. Cercon das CAM-System von Degussa Dental. Quintessenz 2003;8:811-814
- 67 Wagner R. Keramische Beschichtung. In: Vorlesungsskript Keramische Beschichtung. Fachbereich Dentaltechnologie der Fachhochschule Osnabrück 2006

- 68 Zylla IM. Metallographie. In: Vorlesungsskript Metallographie. Fachbereich Dental-technologie der Fachhochschule Osnabrück 2006
- 69 Chong MP, Beech DR. A simple shear test to evaluate the bond strength of ceramic fused to metal. *Austr Dent J* 1980; 25:357-361
- 70 Schmitz KH, Schulmeyer H. Bestimmung der Haftfestigkeit dentaler metallkeramischer Verbundsysteme. *Dent Lab* 1975;12:1416-1420
- 71 Marx R. Moderne keramische Werkstoffe für ästhetische Restaurationen-Verstärkung und Bruchzähigkeit. *Dtsch Zahnärztl Z* 1993;48:229-236
- 72 EN ISO 6872:1998 und 9693:1999
- 73 Moormann A, Wehnert L, Kessler K. Haftfestigkeit des Titan-Keramik-Verbundes in Abhängigkeit von dem Temperaturwechsel im Thermocyclingverfahren. *Dtsch Zahnärztl Z* 2000; 55:34-37
- 74 Strub JR, Türp JC, Witkowski S, Hüzeler MB, Kern M. Curriculum Prothetik II. Artikulatoren-Ästhetik-Werkstoffkunde-Festsitzende Prothetik. 3.Auflage. Quintessenz, Berlin 2005
- 75 Zhang Y, Lawn BR, Rekow ED, Thompson VP. Effect of sandblasting on the long-term performance of dental ceramics. *J Biomed Mater Res* 2004;71B:381-386
- 76 Guazzato M, Quach L, Albakry M, Swain MV. Influence of surface and heat treatments on the flexural strength of Y-TZP dental ceramic. *J Dent* 2005;33:9-18
- 77 Garvie RC, Hannink RH, Pascoe RT. Ceramic steel? *Nature* 1975;258:703-704
- 78 Lange FF, Dunlop GL, Davis B. Degradation during aging of transformation-toughened ZrO_2 - Y_2O_3 materials at 250°C. *J Am Ceram Soc* 1986;69:237-240
- 79 Tinschert J, Natt G, Jorewitz A, et al. Belastbarkeit vollkeramischer Seitenzahnbrücken aus neuen Hartkernkeramiken. *Dtsch Zahnärztl Z* 2000;55:610-616

11 Abbildungsverzeichnis

Abb. 1: Baddelyt Struktur.....	8
Abb. 2: Zirkonium	8
Abb. 3: Modifikationen von Zirkoniumdioxid	11
Abb. 4: tetragonales Yttriumteilstabilisiertes Zirkoniumdioxid	12
Abb. 5: Arbeitsablauf	17
Abb. 6: Cerec [®] -System.....	20
Abb. 7: Cercon [®] -System.....	21
Abb. 8: DCS [®] -System.....	23
Abb. 9: Zugfestigkeitstest	29
Abb. 10: Biegefestigkeitstest	30
Abb. 11: Druck-Scherfestigkeitstest.....	30
Abb. 12: ZrO ₂ Prüfkörper, teilgesinterte Weisslinge.....	36
Abb. 13: Schema der Oberflächenbehandlungsmethoden	37
Abb. 14: Diamant-Taster.....	43
Abb. 15: Schemadarstellung der Taststrecke	43
Abb. 16: Schema Drei-Punkt-Biegeversuch	44
Abb. 17: Zwick-Prüfmaschine	46
Abb. 18: Versuchsaufbau	46
Abb. 19: Aufnahme eines Probenkörpers nach Druck-Schertest.....	47
Abb. 20: REM-Aufnahme ZrO ₂ (helle Anteile stellen impaktiertes Al ₂ O ₃ dar)	48
Abb. 21: Schema der EDX-Analyse.....	48
Abb. 22: Bragg'sche - Bedingung.....	49
Abb. 23: oberflächenbehandelte ZrO ₂ - Keramikproben	51
Abb. 24: Vergleich von unpolierten und polierten Keramikoberflächen	52
Abb. 25: Oberflächenbehandlungs-Kombination Natronfeldspat/groß.....	54
Abb. 26: Oberflächenbehandlungs-Kombination Natronfeldspat/klein.....	55
Abb. 27: Oberflächenbehandlungs-Kombination Kalifeldspat/groß	56
Abb. 28: Oberflächenbehandlungs-Kombination Kalifeldspat/klein	57
Abb. 29: Rauheitsmesswerte vor /nach der Endsinterung DCS	58
Abb. 30: Rauheitsmessung vor /nach der Endsinterung VITA.....	59
Abb. 31: Biegefestigkeitsmessung.....	60
Abb. 32: ohne Oberflächenbehandlung vor Endsinterung (teilgesintert)	62

Abb. 33: ohne Oberflächenbehandlung nach Endsinterung	62
Abb. 34: 110 µm Korundbehandlung vor Endsinterung (teilgesintert)	62
Abb. 35: 110 µm Korundbehandlung nach Endsinterung	62
Abb. 36: 250µm Korundbehandlung vor Endsinterung (teilgesintert)	62
Abb. 37: 250 µm Korundbehandlung nach Endsinterung	62
Abb. 38: mit Natronfeldspat behandelt vor Endsinterung (teilgesintert).....	63
Abb. 39: mit Natronfeldspat behandelt nach Endsinterung.....	63
Abb. 40: mit Kalifeldspat behandelt vor Endsinterung (teilgesintert).....	63
Abb. 41: mit Kalifeldspat behandelt nach Endsinterung	63
Abb. 42: ohne Oberflächenbehandlung vor Endsinterung (teilgesintert)	64
Abb. 43: ohne Oberflächenbehandlung nach Endsinterung	64
Abb. 44: 110 µm Korundbehandlung vor Endsinterung (teilgesintert)	64
Abb. 45: 110 µm Korundbehandlung nach Endsinterung	64
Abb. 46: 250 µm Korundbehandlung vor Endsinterung (teilgesintert)	64
Abb. 47: 250 µm Korundbehandlung nach Endsinterung	64
Abb. 48: mit Natronfeldspat behandelt vor Endsinterung (teilgesintert).....	65
Abb. 49: mit Natronfeldspat behandelt nach Endsinterung.....	65
Abb. 50: mit Kalifeldspat behandelt vor Endsinterung (teilgesintert).....	65
Abb. 51: mit Kalifeldspat behandelt nach Endsinterung	65
Abb. 52: Elementanalyse Spektrum der mit Na angestrahlten Keramikprobe	66
Abb. 53: XRD-Analyse nach der Endsinterung oberflächenbehandelte Keramikproben	70
Abb. 54: XRD-Untersuchung nach Wärmebehandlung	71
Abb. 55: Boxplotdiagramm der Rauheitswerte bei Korundbehandlung nach Endsinterung; ohne/ mit TWL	73
Abb. 56: Bolotdiagramm der Rauheitswerte korundbehandelter Proben vor und nach Endsinterung im Vergleich	73
Abb. 57: Boxplot zur Darstellung der Rauheit als Funktion der Bearbeitung	74
Abb. 58: Rauheitswerte Natronfeldspat; Abstrahlen vor Endsinterung erfolgt	75
Abb. 59: Boxplot zur Darstellung der Rauheitswerte natronfeldspatbehandelter Proben; Abstrahlen erfolgte nach Endsinterung; Proben ohne und mit TWL	76
Abb. 60: Vergleich der Rauheitswerte vor und nach Endsinterung natronfeldspatbehandelter Proben.....	76

Abb. 61: Darstellung und Vergleich der Rauheitswerte vor und nach Oberflächenbehandlung; Proben im Zustand nach Endsinterung.....	77
Abb. 62: Verbundfestigkeit ohne TWL	79
Abb. 63: Vergleich Verbundfestigkeit korundbehandelter Proben und Referenzgruppe	80
Abb. 64: Vergleich Verbundfestigkeiten natronfeldspatbehandelter Proben.....	81
Abb. 65: Verbundfestigkeit Zusammenfassung	82
Abb. 66: Probenkörper nach Abscherung.....	83
Abb. 67: Prüfkörper in Einspannvorrichtung	92
Abb. 68: von links: 250 µm, 110 µm Korund, Natronfeldspat in 40facher Vergrößerung	94

12 Tabellenverzeichnis

Tab. 1: Eigenschaften Zirkonium	9
Tab. 2. Materialeigenschaften der Zirkoniumdioxid- Keramiken	35
Tab. 3: Strahlmittel	36
Tab. 4: Brenntabelle	42
Tab. 5: Rz- Werte im polierten und unpolierten Zustand im Vergleich.....	53
Tab. 6: Vergleich Natron- Kalifeldspat /klein.....	57
Tab. 7: Vergleich Natron- Kalifeldspat /groß.....	58
Tab. 8: Proben V1-V5 Oberflächenbehandlung und EDX-Analyse vor der Endsinterung, V1S- V5S nach der Endsinterung EDX-Analyse-Untersuchungen, ± Vertrauensbereich.....	67
Tab. 9: Probennummern/ Erläuterung zu	67
Tab. 10: Proben nach Sinterung angestrahlt	68
Tab. 11: Ergebnisse vor der Endsinterung	69
Tab. 12: Ergebnisse nach der Endsinterung.....	69
Tab. 13: Rauheitswerte der korundbehandelten Proben	72
Tab. 14: Rauheitswerte natronfeldspatbehandelter Proben	77
Tab. 15: Rauheitswerte der Referenzgruppe.....	77
Tab. 16: Verbundfestigkeit ohne TWL	78
Tab. 17: Verbundfestigkeit ohne TWL	80
Tab. 18: Verbundfestigkeit Referenzgruppe	82
Tab. 19: Bruchmuster Gruppe A.....	84
Tab. 20: Bruchmuster Gruppe B.....	85
Tab. 21: Bruchmuster Gruppe C.....	86
Tab. 22: Bruchmuster Gruppe D.....	87
Tab. 23: Bruchmuster Referenzgruppe	88

13 Formelverzeichnis

Formel 1: Festigkeit	15
Formel 2: Biegefestigkeit	45
Formel 3: Scherspannung	45
Formel 4: Druckspannung	78

14 Lebenslauf

"Mein Lebenslauf wird aus datenschutzrechtlichen Gründen in der elektronischen Version meiner Arbeit nicht veröffentlicht."

An dieser Stelle möchte ich meinen herzlichen Dank an all jene richten, welche einen Beitrag zur Entstehung dieser Arbeit geleistet haben. Ganz besonders danken möchte ich hierbei:

Herrn Professor Dr. K.-P. Lange für die freundliche Überlassung des Themas,

Herrn Professor Dr. W.B. Freesmeyer für die Unterstützung der Arbeit,

Herrn Dr. W.D. Müller für die Betreuung und Unterstützung der Arbeit,

Herrn T. Paul, Zahntechnik Paul Berlin, für die unentgeltliche Nutzung seiner zahntechnischen Geräte und Materialien,

Frau Schöpf für ihre Hilfe,

Frau Bölling für die Unterstützung bei den Untersuchungen an der Universal-Prüfmaschine,

den Firmen VITA und DCS für die zur Verfügung gestellten Materialien,

meiner Freundin Fadime Dogan für ihre Hilfe und ihr Verständnis,

Herrn Dr. Hajo Hantel für seine Mühen bei der Korrektur,

Herrn Dipl.-Ing. Holger Eckert für seine Leistung bei der Formatierung,

meinen Eltern, Dr. Barbara Susanne Boiko und Alexander Boiko, für alles.

Hiermit erkläre ich, Andre Boiko, dass ich die vorgelegte Dissertation mit dem Thema „Untersuchungen zur Einflussnahme auf den Haftverbund Zirkoniumdioxid-Verblendkeramik“ selbst verfasst und keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel und Quellen benutzt, ohne die unzulässige Hilfe Dritter verfasst und auch in Teilen keine Kopie anderer Arbeiten dargestellt habe.