

3 MATERIAL UND METHODE

3.1 Material

Für die vier Versuchsreihen werden keramikverblendete Kronen und stilisierte Probekörper aus einer Nichtedelmetalllegierung und einer Verblendkeramik hergestellt.

3.1.1 Verwendete Legierung

Die aufbrennfähige Nichtedelmetalllegierung WIROBOND C von der Firma BEGO, Bremen, Deutschland ist eine Kobalt-Chrom-Legierung, die für die keramische Verblendung geeignet ist.

Der Elastizitätsmodul der verwendeten Legierung ist doppelt so hoch wie der der Edelmetalle. Das Einsatzgebiet der Legierung beschränkt sich damit nicht nur auf Einzelkronen wie in der vorliegenden Arbeit untersucht, sondern kann auch auf weitspannige Brückenkonstruktionen ausgedehnt werden.

Zur besseren Übersicht sind die technischen Legierungsmerkmale in der nun folgenden Tabelle nach den Angaben des Herstellers kurz zusammengefasst. [137].

3.1.1.1 Technische Daten

Legierungstyp	Aufbrennfähige Kobalt-Chrom-Nichtedelmetalllegierung
Bezeichnung der Legierung	WIROBOND C
Verwendete Charge	2240
Zusammensetzung [in Masse %]	Co61/Cr26/Mo6/W5/Si1/Fe0,5/C<0,02
Dichte [g/cm ³]	8,5
Schmelzintervall [°C]	1380 – 1270
Gießtemperatur [°C]	~ 1470
WAK 20-600°C[10 ⁻⁶ ·K ⁻¹]	14,2
WAK 25-500°C[10 ⁻⁶ ·K ⁻¹]	14,0
Elastizitätsmodul [MPa]	~ 210.000
Härte(Vickers)nach dem Guss/Brand [HV 10]	310

Tab. 8: Technische Angaben zu der verwendeten Legierung

3.1.2 Verwendete Verblendkeramik

Die Keramik VITA OMEGA 900 ist eine Feinstrukturkeramik, die vom Hersteller VITA ZAHNFABRIK, Bad Säckingen, Deutschland für die Verblendung von Edelmetall-, Palladiumbasis- und Nichtedelmetalllegierungen empfohlen wird.

Nach eigenen Angaben hat der Produzent die physikalischen Werte in Bezug auf Biegefestigkeit, Säurebeständigkeit, den Haftverbund und die Temperatur-Wechsel-Beständigkeit verbessert [138].

Die Biegefestigkeitsprüfung nach SCHWICKERATH an verschiedenen edelmetallhaltigen Gerüsten ergibt Werte zwischen 39 MPa und 48 MPa (Grenzwert 25 MPa). Die chemische Löslichkeit befindet sich mit $9 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ bis $16 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ unterhalb des Grenzwertes von $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ [58]. In einem Temperatur-Wechsel-Beständigkeitstest/Abschrecktest erreichten 63 % von den getesteten Kronen die Endtemperatur von $165 \text{ }^\circ\text{C}$ [138].

Die nun folgende Tabelle enthält stichpunktartig die wichtigsten physikalischen Parameter der Verblendkeramik VITA OMEGA 900 nach Angaben des Herstellers [138].

3.1.2.1 Technische Daten

Art der Keramik	Universal-Feinstruktur-Keramik
Bezeichnung der Keramik	VITA OMEGA 900
Verwendete Chargen	Dentin A3,5 (7132), Opaker C3 (4614)
WAK Opaker ($25 - 500^\circ\text{C}$) [$10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$]	14,3 – 14,5
WAK Dentin ($25 - 500^\circ\text{C}$) [$10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$]	13,4 – 13,9
Löslichkeit Dentin ISO 9693 [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]	9,8
Dichte Dentin [g/cm^3]	2,4
Biegefestigkeit Dentin [MPa]	101
Haftverbund [MPa]	47
Härte (Vickers) Schmelz [HV10]	420

Tab. 9: Technische Angaben zu der verwendeten Verblendkeramik

3.1.3 Prüfkörperherstellung

Für die insgesamt vier Prüfverfahren mit jeweils fünf Serien werden zusammen 200 Prüfkörper hergestellt. Um eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse zu schaffen, werden alle Proben von ein und derselben Person in einem gewerblichen Dentallabor unter gleich bleibenden Herstellungsbedingungen gefertigt.

Die vorliegenden Gebrauchs- und Verfahrensbedingungen der Hersteller der entsprechenden Materialien werden beachtet.

3.1.3.1 Prüfkörper für den SCHWICKERATH-TEST

Für die SCHWICKERATH-SCHEIBCHEN werden aus einer vorgefertigten 0,5 mm starken Kunststoffplatte Plättchen mit den Maßen 3 mm x 25 mm geschnitten.

Das Material aus der Tiefziehtechnik ist rückstandslos verbrennbar und kann daher gleich eingebettet werden. Nach der Anstiftung an 4 mm dicke Wachsdrähte werden in sieben Gussmuffeln der Größe „3“ jeweils acht der Plättchen in die phosphatgebundene Einbettmasse BELLAVEST SH (BEGO, Bremen, Deutschland) mit der Flüssigkeit BEGOSOL HE 80 % (BEGO, Bremen, Deutschland) nach Vorschrift eingebettet.

Nach einer Abbindezeit von 25 Minuten werden die Gusszylinder im Vorwärmofen NABERTHERM, wie vom Einbettmassehersteller empfohlen, vorgeheizt.

Der Guss erfolgt mit vorgewärmtem Keramiktiegel in der INDUKTTHERM HFS-3VAC, einer Induktionsgusschleuder.

Nach Abkühlung der Muffeln werden die Gussobjekte ausgebettet und nach grober Entfernung der Einbettmasse mit dem Aluminiumoxidstrahlmittel KOROX 250 (BEGO, Bremen, Deutschland) bei 3 bar abgestrahlt. Die Plättchen sind mit einer Trennscheibe von ihrem Anstiftsystem zu trennen und werden anschließend auf Porositäten und Lunker visuell kontrolliert. Vereinzelt Poren an der Gussstückoberfläche führen zum Ausschluss von der weiteren Verarbeitung.

Die Plättchen werden mit einer Hartmetallfräse kurz überarbeitet und nochmals zur Schaffung einer gleichmäßigen Oberfläche mit KOROX 250 abgestrahlt. Zur Kontrolle der Scheibchenstärke werden an drei Stellen (links, mittig, rechts) Messungen mit der Mikrometerschraube von HAHN und KOLB vorgenommen. Der Durchschnittswert wird notiert.

Zur Verblendung wird jedes der Plättchen in eine Messingschablone eingespannt. Zentral wird ein Feld von 8 mm Breite mit einer Reißnadel markiert. Nach der Entnahme des Plättchen wird die erste Schicht angemischter Pulveropaker VITA OMEGA 900 OPAQUE C3 aufgetragen und gebrannt (Washbrand). Die zweite Schicht des Opakers erfolgt deckend (Grundmassebrand). Dabei muss auf saubere Verarbeitung geachtet werden, damit die Plättchen zur weiteren Verblendung nochmals in die Messinglehre eingespannt werden können.

Es folgen zwei Aufträge VITA OMEGA 900 Dentin A 3,5, die dann im AUSTROMAT 3001 von DEKEMA nach Herstellerangaben gebrannt werden. Beim Auftragen der Keramik wird regelmäßig geriffelt und überschüssige Feuchtigkeit mit Hilfe von Fließpapier abgesaugt.

Nach Höhenkontrolle der Keramikschiicht (1 mm) und kurzer Überarbeitung der keramischen Oberfläche mit einem Diamantschleifer wird abschließend der Glanzbrand durchgeführt.

Auf diese Weise werden 50 keramisch verblendete gleichartige Plättchen nach den Vorgaben in DIN EN ISO 9693 [25] hergestellt.

3.1.3.2 Prüfkörper für den VOSS-TEST

Der VOSSTEST verlangt zur Materialprüfung keramisch verblendete Kronen. VOSS führte 1969 Versuche an vollverblendeten und an labialverblendeten Eckzahn-Metall-Keramik-Kronen durch [139]. Aus Gründen der Praktikabilität wird für die vorliegende Arbeit die vollverblendete Kronenform Typ C für den Zahn 21 ausgewählt. Diese Auswahl erfolgt auch im Hinblick auf den Vergleich mit den Testergebnissen des Abschrecktests.

Der Ablauf der Kronenherstellung entspricht den gleichen Vorgängen, die eine für einen Patienten angefertigte Metallkeramikkrone erfährt.

Zur Standardisierung der Kronenform werden alle Gerüste auf dem gleichen Modell modelliert. Dazu wird der linke mittlere obere Schneidezahn nach den Vorgaben von VOSS an einem Gipsmodell beschliffen [140]. Er kann beliebig oft dupliert werden. Die Abmessungen des passend anzufertigenden Prüfstumpfes entsprechen denen der Prüfkronen. Die Gesamtlänge vom Boden des Stumpfes bis zur Incisalkante der zementierten verblendeten Krone beträgt 40 mm (Abb. 5). Im Durchmesser ist der Prüfstumpf 5 mm, in Anlehnung an VOSS [140].

Nach Modellation, Anstiftung, Einbettung (10 Muffeln a 5 Gerüste), Vorwärmen und dem Guss in der erwähnten Induktionsgusschleuder werden die Kronengerüste auf gleichmäßige Wandstärke von 0,3 mm mit einem Tasterzirkel kontrolliert und gegebenenfalls etwas reduziert.

Die Anstiftkanäle werden verschliffen und nach der Ausarbeitung mit einer Hartmetallfräse wird jedes Käppchen mit KOROX 250 abgestrahlt. Es folgen nach Auftrag des Opakers der Washbrand und anschließend der Grundmassebrand. Für die Verblendung werden zwei Schichten VITA OMEGA 900 Dentin A 3,5 aufgetragen, geriffelt, überschüssige Flüssigkeit abgesaugt und gebrannt (erster und zweiter Dentinbrand). Der Versuch eine gleichmäßige Keramiksichtstärke über einen Silikonschlüssel zu erzeugen, schlug fehl. Daher wird auf die Vermessung der Gesamtkrone mit dem Tasterzirkel zurückgegriffen. Die endgültige Krone wird unmittelbar vor dem Glanzbrand visuell und messtechnisch auf die korrekte Verblendungsstärke geprüft. Es ist also davon auszugehen, dass alle Kronen weitestgehend gleiche Gerüst- und Verblendstärken aufweisen.

50 Einzelkronen werden auf diese Art für die fünf Serien des VOSS-TESTS hergestellt.

3.1.3.3 Prüfkörper für den PÜCHNER-TEST

Der PÜCHNER-TEST ist eine Zugprüfung und erfordert einen Prüfkörper, an dem zwei metallische Enden mittels Keramik zusammengefügt sind. Im Originaltest von PÜCHNER wird eine Probenherstellungsmethode beschrieben, bei der zunächst zwei Metallzylinder durch die Keramik verbunden werden. Erst im Anschluss daran wird dieser Metall-Keramik-Körper über einen Epoxidharzkleber in zwei Halterungen eingeklebt. Die Halterungen werden dann kardanisch in der Prüfmaschine aufgehängt [98].

Um das Verfahren der Prüfkörperherstellung zu vereinfachen, wurde eine Vorgehensweise entwickelt, bei dem die Enden der Proben sofort mit der Aufhängung in der Prüfmaschine verbunden werden können.

Diese Methode kann als modifizierter Versuch nach PÜCHNER betrachtet werden, da alle grundlegenden Merkmale der Vorlage beibehalten werden konnten.

Vorversuch

Der Versuch die Proben zunächst in einem Stück zu gießen, mit einer Trennscheibe anschließend beide Enden zu trennen und mit der Keramik wieder zusammenzufügen, scheitert am hohen Aufwand den Gussstab geradlinig zu trennen. Zudem erfordert es einen starken Verbrauch an Trennscheiben für die Kobalt-Chrom-Legierung.

Zur Vereinfachung werden je zwei Prüfkörperenden aus rückstandslos verbrennbaren Kunststoffhohlsticks mit einem Durchmesser von 5 mm angefertigt. Die Aufhängungen werden direkt aus 2 mm starkem Wachsdraht, der über einen Metallnagel (Durchmesser 3 mm) gedreht wird, anmodelliert.

Nach Guss und Überarbeitung der Metalloberfläche werden die zusammenzufügenden Stirnflächen ebenso behandelt wie auch die zu verblendenden Gerüste der anderen Prüfkörper (SCHWICKERATH-PLÄTTCHEN, VOSS- und ABSCHRECK-PROBEN).

Nach Abstrahlen der Oberfläche mit KOROX 250 (BEGO, Bremen, Deutschland) wird zweimal Opaker aufgetragen und gebrannt.

Schwierigkeiten gibt es beim Zusammenfügen der beiden Enden einer Probe. Beim Brand kann es aufgrund des Brennschwundes zu keiner stabilen keramischen Verbindung kommen. Die Prüfkörper zerfallen. Es muss eine Möglichkeit gefunden werden, die Enden spannungsfrei und dennoch geradlinig über die Keramik zu verbinden.

Dazu werden aus dem feuerfesten Stumpfmateriale für Keramikinlays BEGOFORM (BEGO, Bremen, Deutschland) Formen erstellt, in die dann je zwei Enden der Metallstäbchen mit der ungebrannten Keramik locker eingelegt werden können.

Die Keramik kann so der Schrumpfung beim Brand folgen, dass möglichst spannungsarme Prüfkörper entstehen.

Insgesamt werden aus 100 metallischen Enden 50 mechanisch stabile Proben hergestellt.

3.1.3.4 Prüfkörper für den Abschrecktest

Für den Abschrecktest sind 50 Kronen erforderlich. Da die gleiche Legierung und Verblendkeramik getestet werden sollen, bietet es sich an, die gleiche Kronenform wie für den VOSS-TEST herzustellen. Die vollverblendeten Frontzahnkronen werden im selben Verfahren und auf dem gleichen dublierten Modell, wie es für die VOSS-KRONEN verwendet wurde, angefertigt.

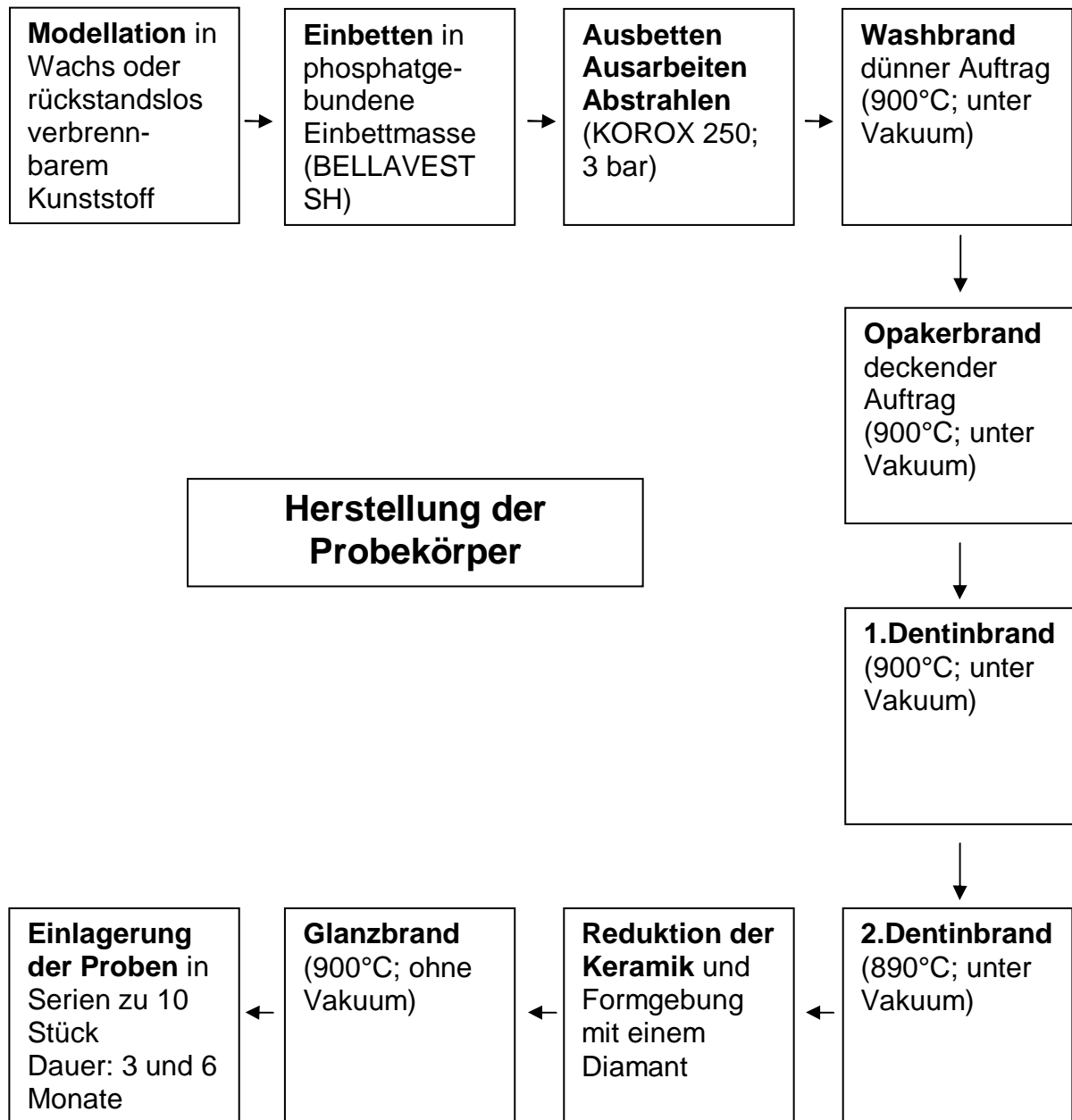


Abb. 1: Allgemeine Abfolge zur Herstellung aller Prüfkörper

3.1.4 Zusammenstellung der Korrosionslösung

Bestandteil der Vorbereitungen der Tests ist auch die Zusammenstellung der Korrosionslösung. Sie wird unmittelbar vor Einlagerung der Proben hergestellt.

Für die Bereitstellung von 1 Liter der Lösung werden 5,84 g Natriumchlorid in 500 ml destilliertem Wasser aufgelöst. Nach der Zugabe von 10,8 g Milchsäure wird das Messgefäß auf 1 Liter mit destilliertem Wasser aufgefüllt und gründlich gerrührt.

Die Korrosionslösung enthält 0,1 mol Natriumchlorid und 0,1 mol Milchsäure.

3.2 Methode

Für die Durchführung und den Vergleich des SCHWICKERATH-TESTS, des VOSS-TESTS, des PÜCHNER-TESTS und des Abschrecktests werden insgesamt 200 Proben, die in fünf Gruppen eingeteilt sind, hergestellt.

3.2.1 Lagerung der Prüfkörper

Es sollen fünf verschiedene Vorbedingungen untersucht werden. Je eine Reihe von 10 Prüfkörpern wird drei Monate trocken aufbewahrt, eine Reihe ($n = 10$) wird für drei Monate in destilliertes Wasser gelegt, eine Reihe ($n = 10$) wird drei Monate lang in Korrosionslösung gelagert, eine Reihe ($n = 10$) wird sechs Monate in Wasser gelagert und die letzte Reihe ($n = 10$) liegt sechs Monate in der Korrosionslösung.

3.2.2 Durchführung der Tests

Alle vier Versuche werden nach Ablauf der Lagerzeiten, an jeweils den gleichen Prüfmaschinen und von der gleichen Person durchgeführt, um die Vergleichbarkeit zu gewährleisten. Jede Serie eines Testes umfasst 10 Prüfkörper.

3.2.2.1 SCHWICKERATH-TEST

Für den Drei-Punkt-Biegeversuch nach DIN EN ISO 9693 werden die Proben nach ihrer Einlagerung den Lösungen entnommen und der Prüfung an der Universalprüfmaschine ZWICK, Modell 010, zugeführt.

Dazu werden die Branchen der Auflagenvorrichtung auf eine Weite von 20 mm eingestellt.

Jede Probe wird einzeln mit der Keramikseite nach unten mittig zwischen die Auflagen gelegt. Zur Sicherheit ist vorher an der Unterseite der Probe die Mitte mit einem Folienschreiber zu markieren.

Der Biegestempel trifft zentral auf die Probe. Mit einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min wird das Kraft-Weg-Diagramm aufgezeichnet. Bei einem Kraftabfall von 15 % mit Ablösung der Keramik-Metall-Verbindung wird die Prüfung von der Computersoftware abgebrochen, um ein vollständiges Verbiegen des Metallanteils zu verhindern. Am Kraft-Weg-Diagramm wird die Zerstörung des Verbundes durch einen Knick sichtbar.

Da jede Probe eine Nummer trägt, können alle Plättchen zügig nacheinander geprüft werden und es kann später jedem Prüfkörper die exakte Metallwandstärke, die im Vorfeld an drei Stellen gemessen wurde, zugeordnet werden.

Nach der allgemeinen Auswertung der statistischen Kennzahlen wie Mittelwert, Median, Minimal- und Maximalwert, Standardabweichung und Variationskoeffizient (wie für alle Prüfkörper der vorliegenden Arbeit) erfolgt zwischen den Serien ein Vergleich im Rahmen des statistischen Tests. In diesem Fall bietet sich der T-TEST nach STUDENT an, wenn eine normalverteilte Grundgesamtheit vorliegt [104, 105, 131].

3.2.2.2 VOSS-TEST

In Vorbereitung auf den Test werden zunächst alle Kronen einer Serie auf 10 Stümpfe, die im Vorfeld aus der Nichtedelmetalllegierung WIRONIUM PLUS (BEGO, Bremen, Deutschland) hergestellt worden sind, zementiert. Die Abmessungen entsprechen denen des Stumpfes, auf dem die eigentlichen Prüfkörper angefertigt werden (vgl. 3.1.3.2 Prüfkörper für den VOSS-TEST).

Die Zementierung erfolgt mit Harvard-Zement schnellhärtend wie er auch in der täglichen Praxis verwendet wird. Nachdem die Kronen befestigt sind, erhalten sie 24 Stunden für die vollständige Aushärtung des Zementes. Am folgenden Tag findet die Prüfung statt.

Auch der VOSS-TEST wird an der Universalprüfmaschine durchgeführt. Dazu wird der Biegestempel ausgetauscht. An der Oberseite wird ein planer Stempel montiert. An der Unterseite wird die Probenhalterung fixiert. In der Halterung befindet sich die Nut, in die die einzelnen VOSS-STÜMPFE nacheinander im Winkel von 45° gesteckt werden.

Der eigentliche Versuch beginnt, nachdem je ein Stumpf mit einer Krone in die Halterung gesteckt wurde. Die Software der Universalprüfmaschine fährt ihren Stempel so lange auf die Keramikverblendung nieder bis ein Kraftabfall von 20 % registriert wird. Das ist der Zeitpunkt, an dem es zum Abplatzen von verschiedenen großen Facetten der Keramik kommt. Diese Kraft wird vom Computer gemessen und in einer Tabelle festgehalten.

Die Auswertung der ermittelten Kräfte, die zur Zerstörung des Metall-Keramik-Verbundes führen, werden über den U-TEST für nicht normalverteilte Gesamtheiten nach den Regeln der Statistik beurteilt [104, 105, 131].

3.2.2.3 PÜCHNER-TEST

Die 10 entsprechend gelagerten PÜCHNER-PROBEN werden in der Universalprüfmaschine kardanisch aufgehängt. Zwei gelenkige Verbindungen minimieren eventuell auftretende Scherspannungen, die durch die Prüfkörperherstellung und die jetzt auftretende axiale Belastung entstehen können.

Es wird die Kraft, die zum Zerreißen der Proben nötig ist, gemessen und aufgezeichnet. Die Messungen werden mit einer 10 kN - Kraftmessdose vorgenommen.

Aus den ermittelten Kräften kann später anhand der verblendeten Querschnittsfläche von 19,6 mm² die Verbundfestigkeit in Megapascal berechnet werden.

Die Werte des PÜCHNER-TEST werden anhand des U-TEST für nicht normalverteilte Grundgesamtheiten ausgewertet [104, 105, 131].

3.2.2.4 Abschrecktest

Beim Abschrecktest werden alle 10 Kronen im Keramikofen MULTIMAT MACH 2 (DE TREY DENTSPLY, Konstanz, Deutschland) für 30 Minuten auf 105 °C erwärmt. Im Anschluss werden die Proben in einem mit 5 °C kalten Wasser gefülltem Becherglas abgeschreckt. Die Temperaturkontrolle erfolgt dabei mit einem Thermometer.

Unmittelbar nach der Entnahme der Kronen aus dem Wasser werden sie unter dem Stereomikroskop auf sichtbare Abplatzungen und Sprünge untersucht. Kronen mit Sprüngen werden aussortiert. Die unbeschädigten Kronen werden dem nächsten Test mit um 15 °C gesteigerter Temperatur unterzogen und wieder überprüft. Das Experiment endet bei der Temperaturstufe von 165 °C. Sämtliche Kronen, so auch die überlebenden Kronen werden im Abstand von 24 Stunden am nächsten Tag nochmals auf eventuelle Spätsprünge kontrolliert und protokolliert.

Das Ergebnis des Abschrecktests wird graphisch anhand einer Überlebenskurve festgehalten und über die Methode des LOGRANK-TEST statistisch ausgewertet [104].

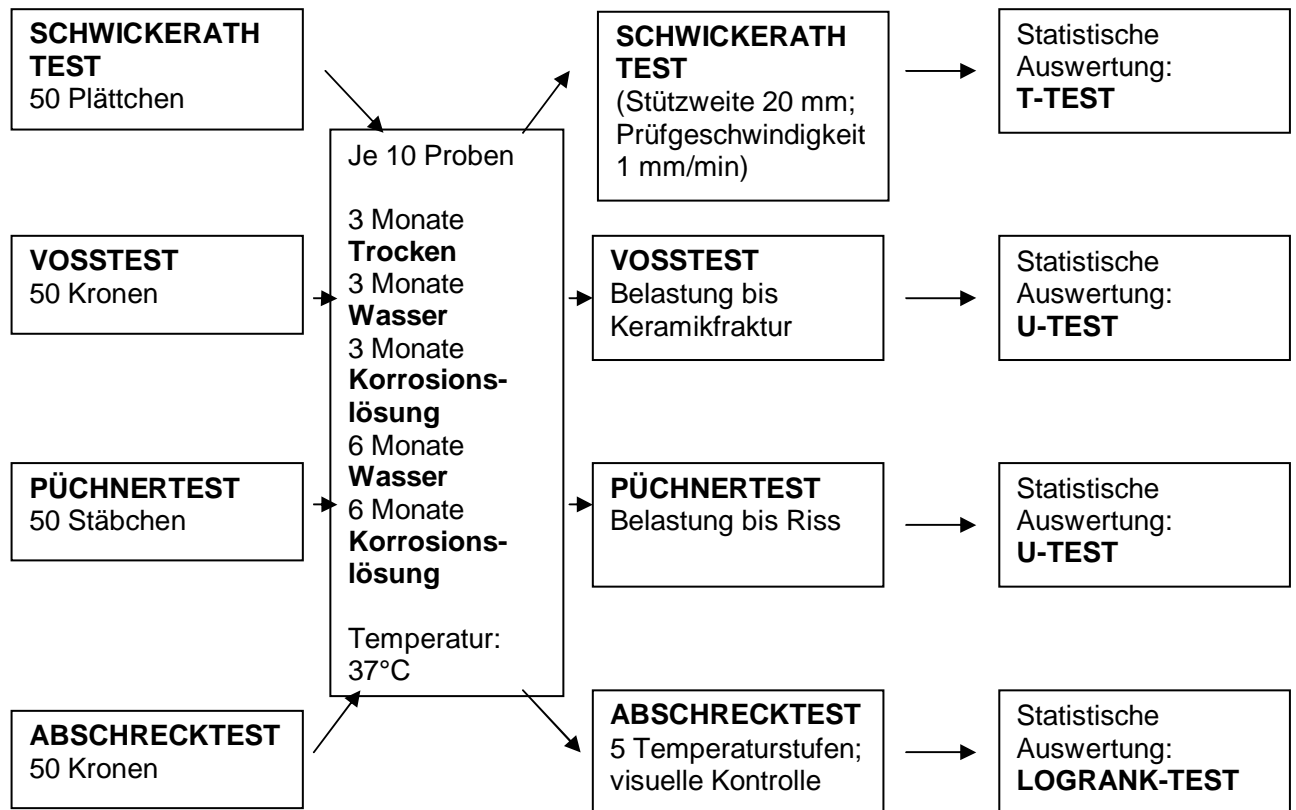


Abb. 2: Ablauf der Prüfungen