

Aus dem Institut für Zahnärztliche Prothetik, Alterszahnmedizin und  
Funktionslehre  
der Medizinischen Fakultät Charité – Universitätsmedizin Berlin

DISSERTATION

Die kritische Wertung der Bestimmung der kritischen Risszähigkeit von  
Zirkoniumdioxidsinterkeramik mit der Indenter- Technik

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

vorgelegt der Medizinischen Fakultät  
Charité – Universitätsmedizin Berlin

von

Christian Abert

aus Forst

Gutachter: 1. Prof. Dr. K.-P. Lange

2. Prof. Dr. med. dent. M. Walter

3. Prof. Dr. J. Tinschert

**Datum der Promotion: 27.03.2009**

## Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung	5
2.	Literaturübersicht	7
2.1	Keramiken	7
2.1.1	Definition von Keramiken	7
2.1.2	Einteilung von Keramiken	7
2.2	Dentalkeramiken	8
2.2.1	Kristallstrukturen von Dentalkeramiken	9
2.2.2	Silikatkeramik	11
2.2.3	Oxidkeramik	12
2.2.4	Zirkoniumdioxidkeramik	13
2.2.4.1	Zirkoniumdioxidkeramik in der Zahnmedizin	16
2.3	Parameter zur Materialprüfung	18
2.3.1	Biegefestigkeit	18
2.3.2	Elastizitätsmodul	20
2.3.3	Härte	21
2.3.4	Rissbildung	22
2.3.5	Kritische Risszähigkeit	23
2.3.6	R- Kurven- Verhalten	24
2.3.7	Weibullparameter	24
2.4	Methoden zur Werkstoffprüfung	25
2.4.1	Zerstörungsfreie Werkstoffprüfung	25
2.4.2	Zerstörende Werkstoffprüfung	31
2.4.2.1	Methoden basierend auf Messungen an Kerben und Rissen	31
2.4.2.2	Methoden basierend auf Rissen an Vickerseindrücken	34
3.	Problemdiskussion	37
4.	Aufgabenstellung	41
5.	Material und Methode	42
5.1	Probenherstellung	43
5.2	Probenbrand	45
5.3	Vermessung	45
5.4	Ermittlung der Biegefestigkeit	45
5.5	Berechnung des Elastizitätsmoduls	46

<b>5.6</b>	<b>Setzen von Vickers-Härteeindrücken</b>	<b>47</b>
<b>5.7</b>	<b>Ausmessen der Eindrücke</b>	<b>47</b>
<b>5.8</b>	<b>Berechnung der kritischen Risszähigkeit</b>	<b>48</b>
<b>5.9</b>	<b>Weibullfestigkeit</b>	<b>49</b>
<b>5.10</b>	<b>Statistische Auswertung</b>	<b>49</b>
<b>5.11</b>	<b>Gefügeuntersuchung</b>	<b>50</b>
<b>6.</b>	<b>Darstellung der Ergebnisse</b>	<b>52</b>
<b>6.1</b>	<b>Biegefestigkeit</b>	<b>52</b>
<b>6.2</b>	<b>Weibullfestigkeit</b>	<b>55</b>
<b>6.3</b>	<b>Elastizitätsmodul</b>	<b>59</b>
<b>6.4</b>	<b>Kritische Risszähigkeit</b>	<b>66</b>
<b>6.5.1</b>	<b>Gefügedarstellung</b>	<b>70</b>
<b>6.5.2</b>	<b>Korngrößen</b>	<b>70</b>
<b>7.</b>	<b>Diskussion der Ergebnisse</b>	<b>73</b>
<b>7.1</b>	<b>Biegefestigkeit</b>	<b>73</b>
<b>7.2</b>	<b>Weibullfestigkeit</b>	<b>74</b>
<b>7.3</b>	<b>Elastizitätsmodul</b>	<b>77</b>
<b>7.4</b>	<b>Kritische Risszähigkeit</b>	<b>79</b>
<b>7.5</b>	<b>Korngrößen</b>	<b>84</b>
<b>8.</b>	<b>Schlussfolgerungen</b>	<b>87</b>
<b>9.</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>89</b>
<b>10.</b>	<b>Anhang</b>	<b>91</b>
<b>10.1</b>	<b>Literatur</b>	<b>91</b>
<b>10.2</b>	<b>Gefügebraufnahmen</b>	<b>98</b>

## 1. Einleitung

Seit die Menschheit besteht, ist es ihr Wunsch, die Zähne als Kauwerkzeug, wenn sie verloren gegangen sind, wieder zu ersetzen. Zähne dienen nicht nur zum Kauen, auch die Sprache wird vom Gebiss beeinflusst. Gleichwohl sind die Zähne bedeutsam für die Ästhetik des gesamten Gesichtes.

Die verschiedensten Materialien, von Elfenbein bis Stahl, wurden in der Geschichte zu ihrem Ersatz genutzt. Jedoch erfüllte kein Material alle Eigenschaften eines natürlichen menschlichen Zahns.

Zwar beschrieb schon Fauchard 1733 in seinem „Tractat von den Zähnen“ das „Aufbrennen von Keramik auf Brückenprothesen“, jedoch wurde Keramik als Werkstoff für Kronen- und Brückenrestorationen nicht beachtet und fand nur als „Prothesenzahn“ Anwendung in der Zahnmedizin [20].

Dies änderte sich erst 1903, als Charles Henry Land, Zahnarzt aus Detroit, die Jacketkrone entwickelte, welche eine Keramikmantelkrone auf eine Platinhülse gebrannt [20], ist. Diese Krone konnte schon damals alle ästhetischen und sprachfunktionellen Funktionen im Frontzahnbereich erfüllen. Bei kaufunktionellem Gebrauch kam es jedoch zu Brüchen und für das Prämolaren- und Molarengebiet oder sogar zum Ersatz fehlender Zähne blieb die Keramik als Ersatzmaterial ungeeignet.

Modifikationen der klassischen Jacketkronen, beschrieben u.a. durch Brill und Lewin 1925/26, konnten sich auf Grund der mangelnden Belastbarkeit nicht durchsetzen. Erst durch die Verwendung eines Platin-Iridium-Gerüsts durch Swan, Hildebrandt und Hovestad 1934, auf das Keramik gesintert wurde, wuchs die Bedeutung von Keramik als Verblendmaterial für metallkeramische Restaurationen.

Bis heute wurden die unterschiedlichsten Dentalkeramiken entwickelt, die als Vollkeramiken mit diversen Verstärkern oder als Aufbrennkeramiken auf Metalllegierungen zur Verfügung stehen. Da bisher keine Keramik alle Anforderungen an Ästhetik und werkstoffkundliche Eigenschaften erfüllen konnte, sind und bleiben Dentalkeramiken Gegenstand der Forschung und Entwicklung.

So hat sich Zirkoniumdioxidkeramik in den letzten Jahren als Gerüstmaterial für Kronen und Brücken etabliert.

Abgesehen von seinen Materialeigenschaften liegt der wachsende Einsatz von Restaurationen aus Zirkoniumdioxid zum einen an der Entwicklung und

Verbesserung der CAD-CAM-Technologie sowie der Weiterentwicklung der Keramiksysteme. Zum anderen sind die Preise für die Schleifapparaturen und die Software gesunken, wodurch die Herstellung keramischer Grundkörper bezahlbar wird.

Es bieten immer mehr Firmen Zirkoniumdioxidkeramiken als Grün- oder Weißkeramik an, was eine Prüfung des Materials auf seine materialspezifischen Kenngrößen und die Verwendbarkeit in der zahnärztlichen Praxis erforderlich macht. Die werkstoffkundliche Prüfung keramischer Materialien findet ihren Ursprung in der Prüfung großer Bauteile aus technischer Keramik, wie sie z.B. im Maschinenbau, bei Rohrleitungssystemen oder in der Weltraumtechnik verwendet werden.

Viele der Techniken und deren theoretische Grundlagen wurden zur Prüfung dentaler Keramiken übernommen und angewendet. Dies kann nicht problemlos geschehen, da die Dimensionen dentalkeramischer Produkte sich deutlich von denen technischer Keramik unterscheiden.

## **2. Literaturübersicht**

### **2.1 Keramiken**

#### **2.1.1 Definition von Keramik**

Aus Keramik hergestellte Werkstoffe sind feste, in der Regel völlig oder weitgehend kristalline Körper, die aus einem Pulver durch Überführung in den verfestigten Zustand mittels Brennen (Sintern) entstanden sind.

Wie aus der Begriffsbestimmung hervorgeht, ist der klassisch keramische Prozess hauptsächlich ein Sinterprozess, bei dem definitionsgemäß selbständige Körner durch Wärmeeinwirkung bei hohen Temperaturen zu einem mechanisch festen Körper verfestigt werden, dessen Eigenschaften denen einer kontinuierlichen Phase ähneln. Die Sinterung kann bei Anwesenheit einer Schmelzphase oder ohne eine solche erfolgen.

#### **2.1.2 Einteilung von Keramiken**

Keramische Werkstoffe können unter verschiedenen Gesichtspunkten eingeteilt und in Gruppen zusammengefasst werden. Im Folgenden soll vor allem auf Keramiken mit Bedeutung für die Zahnheilkunde eingegangen werden.

Die Einteilung kann nach chemischer Zusammensetzung, Gefügebau oder auch dem Anwendungsgebiet erfolgen, z.B. kann zwischen Gebrauchskeramik (Geschirrkemik), Baukeramik (Ziegel, Fliesen, Rohre) und technischer Keramik unterschieden werden.

Technische Keramik oder auch Hochleistungskeramik kann wiederum in Funktionskeramik und Strukturkeramik, aber auch keiner Gruppe zuordenbarer Reaktor- und Feuerfestkeramik eingeteilt werden.

Zur Funktionskeramik zählen Elektrokeramik (Isolatoren), Magnetokeramik und Optokeramik.

Strukturkeramiken finden im Maschinenbau, in der chemischen Verfahrenstechnik, in der Hochtemperaturtechnik und der Zahnmedizin bzw. Medizin Anwendung[65].

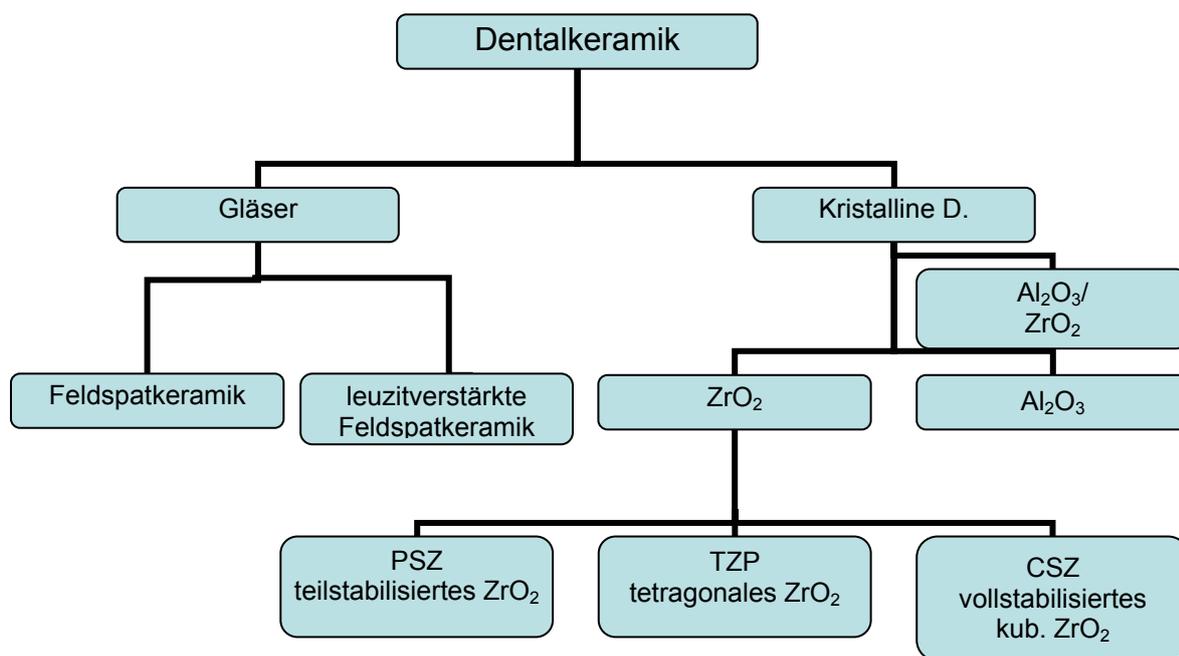
Die Strukturkeramiken lassen sich chemisch in Silikatkeramiken, Oxidkeramiken und Nichtoxidkeramiken einteilen.

Nichtoxidkeramiken entstehen auf der Basis von Bor, Kohlenstoff, Stickstoff oder Silizium. Da sie in der Zahnmedizin keine Rolle spielen, wird auf diese Werkstoffgruppe nicht näher eingegangen.

## 2.2 Dentalkeramik

Im folgenden Abschnitt werden die chemischen und werkstoffkundlichen Eigenschaften von Dentalkeramiken dargestellt. Die Einteilung der Keramiken erfolgt nach dem Schema in Abb.1. Demnach können Dentalkeramiken in Glaskeramik und kristalline Keramik (Oxidkeramik) unterteilt werden.

Gläser können in reine Feldspatkeramik und leuzitverstärkte Feldspatkeramik unterteilt werden. Oxidkeramik wird nach dem jeweiligen Metalloxid betrachtet, man unterscheidet reines Aluminiumoxid sowie Zirkoniumdioxid und Mischoxide.



**Abb.1:** Einteilung von Dentalkeramiken

### 2.2.1 Kristallstrukturen von Dentalkeramiken

Sowohl Feldspatkeramik als auch kristalline Keramiken sind bei Raumtemperatur feste Körper. Bei hohen Temperaturen schmelzen beide, wobei sich bei beiden Keramiken amorphe Schmelzen bilden, welche nicht mehr unterschieden werden können. Bei Abkühlung jedoch geht die Kristallschmelze sprunghaft in den kristallinen Zustand über, während die Glasschmelze unter kontinuierlicher Festigkeitszunahme in den Festkörperzustand übergeht.

Silikatgläser besitzen als Grundbauelement den Tetraeder, d.h. ein Siliciumatom mit vier Sauerstoffatomen. Auf Grund der Elektronenverteilung der vier Sauerstoffatome des Tetraeders existieren eine Vielzahl natürlicher und künstlicher kristalliner Silikate, in den verschiedensten Verknüpfungsstrukturen [43]. Bei dem für Silikatkeramiken wichtigen Quarz handelt es sich um eine Siliciumdioxid- Raumstruktur [86]. Beim Quarz bilden also zwei  $\text{SiO}_2$ - Moleküle die Grundeinheit des unregelmäßigen kristallinen Netzwerks [88]. Reagieren solche einfachen Gläser mit großen Kationen (z.B.  $\text{SiO}_2$  mit  $\text{Na}_2\text{O}$  oder  $\text{CaO}$ ), kommt es zu Brückensprengungen. Dabei nimmt der beteiligte Sauerstoff die freie Ecke eines der beiden Tetraeder ein, das andere Atom (z.B. Si, Na, Ca) findet in dem entstehenden Hohlraum Platz. Die zusetzbaren Kationen können in drei Gruppen unterteilt werden:

- a) Netzbildner (z.B. Si, B, P) mit Koordinationszahl 3 oder 4
- b) Netzwandler (z.B. Na, K, Ca) mit Koordinationszahl größer 6
- c) Zwischenoxide (z.B. Al, Mg, Zn, Pb) mit Koordinationszahl 4 bis 6

Unter Anwesenheit von Kationen als Gastkomponente im Grundgitter der Hauptkomponente kommt es zu einer Ausbildung von Mischkristallen. Diese liegen in einer zufälligen Anordnung, einem Cluster, vor [51]. Die Größe, der sich bei der Abkühlung der Keramik bildenden Kristallisationskeime hängt vom Zusatz der Gastkomponente, der Brenntemperatur und der Abkühlgeschwindigkeit der Schmelze ab [86].

Oxidkeramiken können in Einstoffsysteme (z.B. Aluminiumoxid oder Zirkoniumdioxid) und Mehrstoffsysteme (z.B. Zirkoniumdioxid verstärktes Aluminiumoxid) unterschieden werden. Gemein ist beiden Gruppen, dass sie aus Metalloxiden einer hohen Oxidationsstufe bestehen und keine Glasphase besitzen. So besitzt Aluminiumoxid  $\text{Al}_2\text{O}_3$  zwei stabile Formen. In seiner mineralischen Form als  $\alpha$ -Aluminiumoxid, bekannt als Korund, oder nach einer Entwässerung von

Aluminiumhydroxid bei Temperaturen unter 900°C als  $\gamma$ - Aluminiumoxid, Grundstoff für Aluminiumoxidkeramik.

Während  $\alpha$ - Aluminiumoxid aus einer hexagonal dichten Kugelpackung von Sauerstoffionen besteht- wobei die Metallionen in einer regelmäßigen Anordnung zwei Drittel der oktaedrischen Lücken besetzen- handelt es sich bei  $\gamma$ - Aluminiumoxid um eine metastabile polykristalline Substanz mit sehr großer Oberfläche [42].

Spinell, eine Gemischtmetallverbindung aus Magnesium und Aluminiumoxid  $MgAl_2O_4$ , besitzt eine recht komplizierte Struktur. Er besteht aus einer kubisch-flächenzentrierten Anordnung von Sauerstoffionen, in der sich Mg-Ionen auf einem Achtel der tetraedrischen Lücken aufhalten und Al-Ionen die Hälfte der oktaedrischen Lücken besetzen [77].

Auf die verschiedenen Kristallstrukturen von Zirkoniumdioxid wird unter 2.2.4 ausführlich eingegangen.

Tabelle 1 zeigt eine Übersicht von Werten für den Elastizitätsmodul und die Biegefestigkeit verschiedener Materialien, welche sich in den unterschiedlichen Aufbauten ihrer atomaren Strukturen begründen.

**Tab1:** Übersicht von Elastizitätsmodul und Biegefestigkeit verschiedener Dentalkeramiken [22,29,47,56,59,63,71,85]

Material	E- Modul [GPa]	Biegefestigkeit [MPa]
ZrO <sub>2</sub> stabilisiert (kubisch)	160	350-800
ZrO <sub>2</sub> teilstab. mit Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	205,210,203	900-1000
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	360,410	350
Glaskeramik	70	150-200
NEM- Legierung	230	gegen $\infty$ (bricht nicht → verbiegt)

### 2.2.2 Silikatkeramiken (Lithium-Disilikat; Empress 2 Ivoclar)

Silikatkeramiken haben als wesentliche Merkmale eine glasig-amorphe Phase und eine ausgeprägte Porenstruktur [76].

Zum einen können mit Silikatkeramiken als Verblendkeramik höchste ästhetische Ansprüche erfüllt werden, da ihre Farbe und Transluzenz denen natürlicher Zähne ähneln. Andererseits weisen sie durch ihre glasig-poröse Struktur eine geringe Stabilität auf (Härte, Elastizitätsmodul), was eine eingeschränkte Indikation zur Folge hat [26,27].

Zur Gruppe der Silikatkeramiken zählt man die Werkstoffe, die Quarz [ $\text{SiO}_2$ ] als vorherrschende Komponente enthalten. Sie leiten sich vom klassischen Porzellan ab und gehören auch in das Dreistoffsystem Tonmineralsubstanz-Feldspat-Quarz [56]. Die Bestandteile des Dreistoffsystems sind Tonmineralsubstanz (Kaolin [ $\text{Al}_2\text{O}_3 \times \text{SiO}_2 \times 2\text{H}_2\text{O}$ ]), Feldspat (Kalifeldspat(Orthoklas) [ $\text{K}_2\text{O} \times \text{Al}_2\text{O}_3 \times 6\text{SiO}_2$ ], Natronfeldspat(Albit) [ $\text{Na}_2\text{O} \times \text{Al}_2\text{O}_3 \times 6\text{SiO}_2$ ] oder Kalkfeldspat(Anorthit) [ $\text{CaO} \times \text{Al}_2\text{O}_3 \times 6\text{SiO}_2$ ]) und Quarz [56].

Dentalkeramik enthält allerdings im Gegensatz zu Porzellan einen geringen Kaolinanteil (unter 3%, Porzellan über 70%). Da Kaolin nahezu unschmelzbar ist, sorgt es für eine bessere Standfestigkeit während des Sinterns. Feldspat dient zur Herabsetzung des Transformationsintervalls und erhöht die Transparenz, da sein Brechungsindex nahe dem der Glasphase liegt [48]. Quarz steigert die Festigkeit und ebenfalls die Transparenz. Ferner verringert er durch Volumenzunahme beim Schmelzvorgang die Schwindung.

Der Zusatz von Metalloxiden mindert die Transluzenz (Zr, Sn, Ti, Al) oder beeinflusst die Farbgebung (Co, Cr). Uranoxid und seltene Erden erhöhen Transparenz und Fluoreszenz. Metalloxide können aber auch als Keimbildner dienen (z.B. eine Mischung aus  $\text{TiO}$  und  $\text{ZrO}_2$ ). An diesen Keimen bilden sich nach dem Sintern erst nadelförmige, später kompakte Kristalle, die in die amorphe Matrix eingelagert sind und ihr zum einen Stabilität, zum anderen eine größere Opazität verleihen.

Handelt es sich bei der Feldspatkeramik um Kalifeldspat, so bildet sich nach dem Brennen in der glasartigen Grundmatrix eine kristalline Phase aus Leuzitkristallen.

Je langsamer die Schmelze abkühlt, desto größer ist der Leuzitanteil, da die vorhandenen Kristallkeime länger wachsen können [13,54]. Leuzitkristalle haben einen erheblich größeren Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) als die

Glasphase, dadurch ermöglichen sie eine Anpassung der WAK von Metallgerüsten und Verblendkeramiken. Eine Keramik ohne Leuzitanteil hätte einen WAK von ca. 8 ppm/K und ohne Glasanteil einen WAK von ca. 20ppm/K [33]. Ferner gewinnen leuzitverstärkte Silikatkeramiken an Härte und Biegefestigkeit, so dass aus ihnen erstmals Keramikgerüste für Einzelkronen und dreigliedrige Brücken im Frontzahnbereich hergestellt werden konnten [56].

### 2.2.3 Oxidkeramik

Oxidkeramiken sind keramische Werkstoffe, die zu über 90% aus einphasigen und einkomponentigen Metalloxiden bestehen.

Oxidkeramiken haben keine Glasphase. Wegen der sehr hohen Sintertemperatur entstehen gleichmäßige Mikrogefüge. Oxidkeramiken haben sehr hohe Bruchzähigkeiten und zeichnen sich durch Verschleiß-, Korrosions- und Temperaturbeständigkeit aus.

Auf Grund dieser Eigenschaften sind sie opak und genügen nicht den ästhetischen Ansprüchen. Daher kommen Oxidkeramiken als Gerüstkeramik zur Anwendung, müssen aber mit einer Verblendkeramik verblendet werden. Hierbei ist auf eine Abstimmung von Gerüstkeramik und Verblendkeramik zu achten. Oxidkeramiken besitzen einen Schmelzpunkt über 1300°C, während zur Verblendung verwendete Silikatkeramiken bei etwa 1100°C-1200°C schmelzen. Beim Aufbrennen der Verblendkeramik ist darauf zu achten, dass es zur optimalen Verbindung zwischen beiden Keramiken kommt, das Gerüst aber nicht zu schmelzen beginnt und formstabil bleibt [56]. Des Weiteren muss ein besonderes Augenmerk auf den Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) der Verblendkeramik gerichtet werden, um Spannungen in der Verblendkeramikschiicht zu vermeiden.

Hochbelastbare zahnärztliche Restaurationen werden zunehmend aus Oxidkeramik gefertigt.

Beispiele: - Aluminiumoxidkeramik  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (In-Ceram, Vita; Cercon, Degudent; Procera, DCS)

- yttriumverstärkte Zirkoniumdioxidkeramik (Digizon, Y-TZP, Dentsply; DCZircon, DCS)

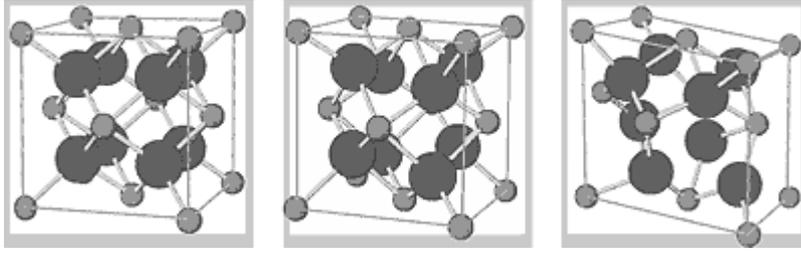
## 2.2.4 Zirkoniumdioxidkeramik

Zirkoniumdioxid ( $ZrO_2$ ), umgangssprachlich Zirkonoxid, hat in den letzten Jahren unter anderem wegen seiner hohen Bruchzähigkeit, der Wärmeausdehnung, die Gusseisen ähnlich ist, einer sehr hohen Biegefestigkeit, hoher Verschleiß- und Korrosionsbeständigkeit, niedriger Wärmeleitfähigkeit sowie Sauerstoffionenleitfähigkeit zunehmende Bedeutung erlangt [10].

Zirkoniumdioxid tritt in monokliner, tetragonaler und kubischer Kristallmodifikation auf. Da sich reines Zirkoniumdioxid bei einer Sinteremperatur von etwa  $1000^\circ C$  von der tetragonalen in die monokline Phase wandelt, die zur Rissbildung neigt, ist es ohne Bedeutung. Dicht gesinterte Bauteile lassen sich in der kubischen und/oder tetragonalen Kristallmodifikation durch die Zugabe von Metalloxiden herstellen. Um die kubische Kristallmodifikation zu stabilisieren, müssen dem  $ZrO_2$  Stabilisatoren in Form von Magnesiumoxid ( $MgO$ ), Calciumoxid ( $CaO$ ) oder Yttriumoxid ( $Y_2O_3$ ) zugesetzt werden, gegebenenfalls kommen auch Ceroxid ( $CeO_2$ ), Scandiumoxid ( $ScO_3$ ) oder Ytterbiumoxid ( $YbO_3$ ) als Stabilisatoren zum Einsatz [10,14,60]. Folgende Modifikationen von Zirkoniumdioxid sind von Bedeutung:

- Mg     - PSZ     teilstabilisiertes  $ZrO_2$  mit  $MgO$
- Y       - PSZ     teilstabilisiertes  $ZrO_2$  mit  $Y_2O_3$
- Mg/Ca - PSZ     teilstabilisiertes  $ZrO_2$  mit  $MgO$  und  $CaO$
- Y       - TZP     tetragonales  $ZrO_2$  mit  $Y_2O_3$
- Ca      - CSZ     vollstabilisiertes kubisches  $ZrO_2$  mit  $CaO$
- Y       - CSZ     vollstabilisiertes kubisches  $ZrO_2$  mit  $Y_2O_3$  [3].

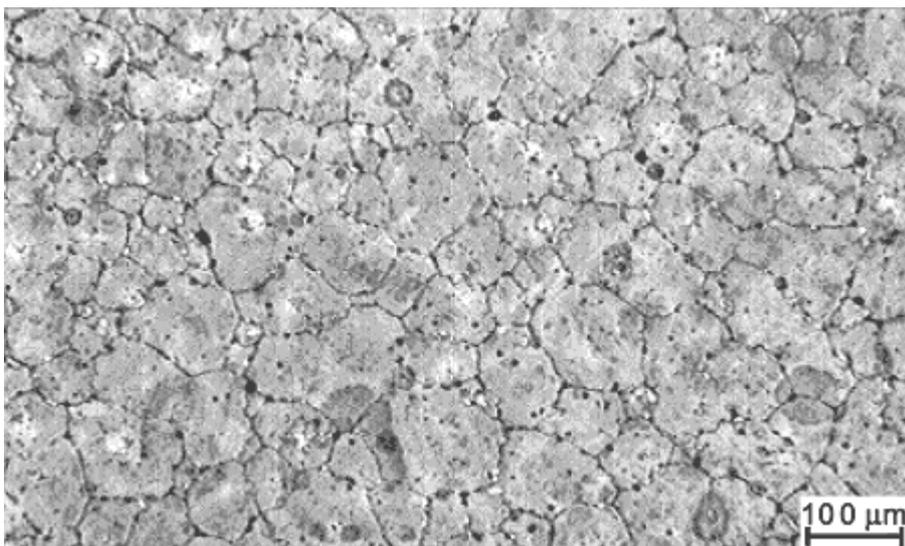
Bei dem in dieser Arbeit geprüften Material handelt es sich um ein mit  $Y_2O_3$  teilstabilisiertes  $ZrO_2$ , die für die Zahnmedizin bedeutendste Form.



**Abb.2:** Zirkoniumoxid: kubisches, tetragonales und monoklines Kristallgitter  
helle Kugeln = Zr            dunkle Kugeln = O [10]

Bei **vollstabilisiertem Zirkoniumoxid (FSZ – fully stabilized zirconia)** bleibt durch den Einbau von Fremdoxiden in das Kristallgitter die kubische Hochtemperaturstruktur auch nach dem Abkühlen erhalten. Der für den technischen Einsatz störende Volumensprung findet beim FSZ nicht statt [10].

Das **teilstabilisierte Zirkoniumoxid (PSZ – partly stabilized zirconia)** hat große technische Bedeutung. Hier liegt bei Raumtemperatur eine grobe kubische Phase mit tetragonalen Bereichen vor, die durch geeignete Prozessführung oder Anlassprozesse in ihrem Zustand metastabil erhalten wird. Dadurch wurde eine Umwandlung in die monokline Phase verhindert und das Gefüge „vorgespannt“, was mit einer Festigkeits- und Zähigkeitssteigerung verbunden ist [10,14].

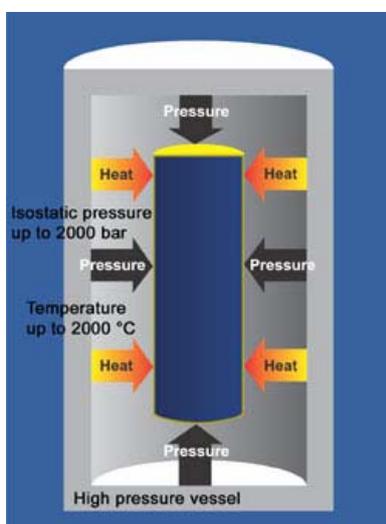


**Abb.3:** Gefüge von teilstabilisiertem Zirkoniumoxid (PSZ)[10]

Beim **polykristallinem tetragonalen Zirkoniumoxid (TZP – tetragonal zirconia polycrystal)** wird durch die Verwendung von extrem feinen Ausgangspulvern und Anwendung von niedrigen Sintertemperaturen ein sehr feinkörniges Gefüge erreicht. Dieses Material zeichnet sich wegen seines feinen Gefüges (Korngröße < 100 µm) und der metastabilen tetragonalen Struktur durch außerordentlich hohe mechanische Festigkeit von bis über 1.500 MPa aus.

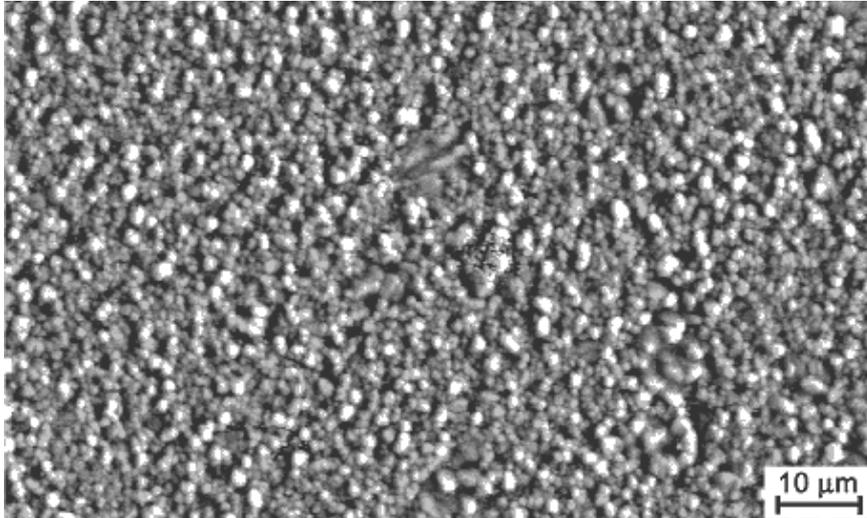
Die sehr fein ausgebildete tetragonale Kristallphase im PSZ und im TZP zeigt ein einzigartiges Phänomen im Bereich der Hochleistungskeramik: Die Umwandlung der tetragonalen Phase in die monokline kann durch Druck gehemmt werden. Bei Druckentlastung, z. B. durch Rissspitzen oder Zugeigenspannungen, tritt dann die Umwandlung auf. Die druckgesteuerte Volumenzunahme bei der Kristallphasenumwandlung schließt Risse, verlangsamt oder verzweigt sie. Dieses Verhalten wird als Umwandlungsverstärkung bezeichnet und technisch durch das heißisostatische Pressen (HIP) nutzbar gemacht [7,10,14,60].

Im Gegensatz zur Herstellung von Aluminiumoxidkeramiken, die ausschließlich in einem Sinterprozess hergestellt werden können, kann bei Zirkoniumoxidkeramiken das Verfahren des heißisostatischen Pressens oder ein normaler Sinterprozess angewendet werden. Ein wesentlicher Unterschied zwischen Sintern und heißisostatischem Pressen ist, dass beim HIP-Verfahren der Verdichtungsprozess und Sinterprozess gleichzeitig ablaufen. Dieser Prozess findet in einem Druckbehälter mit internem Ofen unter hohem Druck bis zu 3000 bar und bei einer Temperatur, die meist unterhalb der Sintertemperatur vorgesinterter Zirkoniumdioxidkeramiken liegt, statt. Darüber hinaus werden beim HIP-Verfahren auch keine Bindemittel benötigt. [7,9]



**Abb.4:** Schema HIP [9]

Dies führt bei PSZ- und vor allem TZP-Keramiken zu extrem hoher Bauteilfestigkeit, die von der Stabilisierung abhängig für maximale Anwendungstemperaturen zwischen 600 °C und 1.100 °C genutzt werden kann. Zirkoniumoxide werden daher bevorzugt für mechanisch hoch belastbare Komponenten eingesetzt.



**Abb.5:** Nanogefüge von polykristallinem tetragonalen Zirkoniumoxid (TZP)[10]

Eine weitere werkstoffspezifische Eigenschaft ist seine Sauerstoffionenleitfähigkeit. Dieses Phänomen wird zur Messung von Sauerstoffpartialdrücken genutzt. So besteht z.B. die so genannte Lambdasonde für die Abgasregelung von Benzinmotoren aus Zirkoniumoxid [10].

#### 2.2.4.1 Zirkonoxidkeramik in der Zahnmedizin

Auf Grund der aufgeführten Eigenschaften sind Restaurationen aus Zirkonoxid als Gerüstmaterial für Einzelkronen sowie für Brücken und Kronenblöcke indiziert. Für die dentale Anwendung ergeben sich mehrere mögliche Auslieferungsformen von Zirkonoxidkeramiken. Zum einen wird der bereits heissisostatisch gepresste Keramikblock ausgeliefert (z.B. DC Zirkon). Dieser kann dann in die gewünschte Gerüstform gefräst und mit einer Verblendkeramik verblendet werden. Vorteil dieser Methode ist, dass Verarbeitungsfehler am Gerüst im Dentallabor ausgeschlossen werden können, da das Sintern entfällt. Jedoch ist der erhöhte Zeitaufwand beim Fräsen und ein beträchtlicher Materialverschleiß der Fräsen als negativ zu erachten. Zum anderen besteht die Möglichkeit einen vorgesinterten Keramikblock zu verarbeiten. Der Vorteil dieser Auslieferungsform ist die schnelle, materialschonende

Formgebung, allerdings ist dabei die Schrumpfung von ca. 20% beim nachfolgenden Sintern zu berücksichtigen. Dieser Vorgang ist auch eine Quelle für mögliche Materialfehler, die bei bereits heißisostatisch gepresster Keramik ausgeschlossen werden können. Man spricht in beiden Fällen von Weißkeramik oder einem Weißling.

Eine weitere Zirkonoxidkeramikform ist die Grünkeramik oder Grünling (z.B. Cercon), bei dieser Art der Zirkonoxidkeramik wird das nach dem Mahlen entstandene Pulver-Wasser-Bindemittelgemisch sprühgetrocknet und das dabei entstehende Pulver in einer automatischen Pulverpresse verdichtet, so dass ein Partikelverbund entsteht. Die ausgelieferte Keramik ist noch sehr weich und von „kreidiger“ Konsistenz. Bei der Formgebung ist daher ein geringerer Kraftaufwand nötig, wodurch bei den formgebenden Geräten ein minimaler Werkzeugverschleiß auftritt. Da Grünkeramik vor dem Sintern nur etwa 60% der Enddichte aufweist, ist ein Schwindungsfaktor für die Endkonstruktion zu berücksichtigen [70].

Obwohl sich Weiß- und Grünkeramiken nicht in ihrer Korngröße und Zusammensetzung unterscheiden, weisen festgesinterte Grünkeramiken eine geringere Festigkeit auf als Weißkeramiken [6].

Der Unterschied dieser beiden Verfahren dürfte in Zukunft noch Bedeutung bei Haftungsfragen erlangen, da heißisostatisch gepresste Keramik nach ihrer Auslieferung nicht mehr in ihrer Gefügestruktur verändert wird. Das bedeutet, ein Versagen einer aus HIP-Keramik gefrästen Restauration ist möglicherweise auf einen bei der industriellen Herstellung entstandenen Materialdefekt zurückzuführen. Demnach müssten die Kosten der Neuanfertigung nicht Labor und Zahnarzt, sondern der Hersteller tragen.

## 2.3 Parameter zur Materialprüfung

Dentalkeramiken werden auf zwei möglichen Wegen hergestellt. Entweder durch Sintern oder durch heißisostatisches Pressen. Bei beiden Methoden wird versucht, möglichst gleichmäßige Kristallbindungen sowie eine feinkörnige Mikrogefügestruktur und glatte Makrostruktur zu erlangen, was durch moderne und standardisierte Verfahrenstechniken weitgehend gelingt.

Auf Grund ihrer stark gerichteten Bindungen besitzen keramische Werkstoffe eine große Härte und Festigkeit, jedoch auch eine hohe Sprödigkeit und geringe Zähigkeit. D.h., das Material zeigt vor einem Bruch keine plastische Verformung. Der Werkstoff versagt spontan und schlagartig an Gefügedefekten und Rissen.

Diese können auf mehrere Arten entstehen, zum einen bei der Herstellung und zum anderen bei der Bearbeitung und Belastung [56,76].

Es ist nicht möglich die Bildung mikrostruktureller Gefügedefekte im Verlauf der Herstellung und Bearbeitung von Keramik vollständig zu vermeiden. Da dies aber eine nicht kontrollierbare Unbekannte ist, liegt das Hauptaugenmerk der Wissenschaft auf der „empirischen“ Erforschung der Defektentstehung unter Belastung. Allen Lösungswegen liegt die lineare Bruchmechanik (LBM) zu Grunde [65].

### 2.3.1. Biegefestigkeit

Die Biegefestigkeit ( $\sigma$ ) ist eine grundlegende Größe zur Einordnung eines Materials. Sie ist der Quotient aus der Kraft ( $F$ ) und der Durchbiegung ( $mm$ ) im Moment des Versagens und spiegelt den Widerstand eines Werkstoffs gegen Kräfte, die senkrecht zu seiner Längsachse einwirken, wider.

Bei der Biegebeanspruchung eines symmetrischen Körpers tritt an dessen Oberseite eine Druckspannung, an der Unterseite eine Zugspannung auf. In der Mitte liegen spannungsfreie (neutrale) Fasern, die sich durch einen unveränderten Atomabstand auszeichnen [40]. Die Spannungen erreichen an den Randfasern die größten Werte. Bei der Berechnung der Biegefestigkeit wird zur Vereinfachung des zweiachsigen Spannungszustandes angenommen, dass die Spannungen, Druck und Zug, von den Oberflächen zur Mitte linear abnehmen.

Auf der unter Zugspannung stehenden Seite wird der Bruch durch Rissflankenöffnung bei Übersteigen eines bestimmten Grenzwertes erzeugt. Dieser kritische Defekt muss nicht im Bereich der maximalen Zugspannung liegen. Die Kombination aus Defektlage und Spannungsverteilung entscheidet über die Biegefestigkeit.

Sie kann im Drei- oder Vierpunkt- Biegeversuch oder durch den Spaltzugversuch bestimmt werden.

Im Dreipunkt- Biegeversuch wird der Prüfkörper auf zwei Stützfinnen gelagert und durch einen Prüfstempel mittig und unter linearem Druckanstieg bis zum Versagen belastet.

Die Biegefestigkeit für rechtwinklige Prüfkörper wird bei linearem Spannungsverlauf wie folgt berechnet:

$$\sigma = M/W \quad (1)$$

$\sigma$  = Biegefestigkeit [N/mm<sup>2</sup>]

M = Biegemoment [N/mm]

W = Widerstandsmoment [mm<sup>3</sup>]

Da eine Einzelkraft in der Mitte des Prüfkörpers einwirkt, befindet sich das größte Biegemoment unter dem Angriffspunkt der Last [35]. Das Biegemoment ergibt sich aus folgendem Zusammenhang:

$$M = l \cdot F/4 \quad (2)$$

M = Biegemoment [N/mm]

l = Stützabstand [mm]

F = Bruchlast [N]

Das Widerstandsmoment hängt von Höhe, Breite sowie der Querschnittsform des Prüfkörpers ab. Für rechtwinklige Körper ergibt sich das Widerstandsmoment aus der nachstehenden Gleichung:

$$W = b \cdot h^2/6 \quad (3)$$

W = Widerstandsmoment [mm<sup>3</sup>]

b = Breite [mm]

h = Höhe [mm]

Durch das Zusammenfassen der Gleichungen 1-3 ergibt sich für die Berechnung der Biegefestigkeit folgende Formel:

$$\sigma = 3 \cdot l \cdot F / 2 \cdot b \cdot h^2 \quad (4)$$

### 2.3.2. Elastizitätsmodul

Der Elastizitätsmodul ist ein materialspezifischer Wert, der den Widerstand eines Werkstoffs gegen eine elastische Deformation beschreibt [36]. Mit dem E-Modul kann eine Aussage über die Gesamtporosität eines Werkstoffs gemacht werden, da eine direkte Abhängigkeit von der Dichte und gleichzeitig eine indirekt proportionale Abhängigkeit zur Porosität eines Materials besteht[46]. Deshalb kann mit Hilfe des Elastizitätsmoduls das Festigkeitsverhalten von Keramik beschrieben werden.

Der Großteil der bisherigen Prüfungen von Dentalkeramiken wurde an Silikatkeramiken durchgeführt. Vergleicht man deren Werkstoffkennwerte mit denen von Zirkonoxidkeramiken wird deutlich, dass sie eine geringere Härte nach Vickers, einen kleineren E-Modul und entsprechend auch kleinere Biegefestigkeit und kritische Risszähigkeit aufweisen (siehe Tab1).

Man kann bei der Prüfung von Silikatkeramiken, durch die große Sprödhheit und das Versagen bei kleinen Kräften, von einer zu vernachlässigenden Verformung ausgehen und nach Überschreiten der Elastizitätsgrenze unmittelbar vom Bruch, weshalb die Durchbiegung also nicht mehr als 0,2% beträgt. Der E-Modul kann nach folgender Gleichung berechnet werden:

$$E = \sigma / \varepsilon \quad (5)$$

E = Elastizitätsmodul

$\sigma$  = Biegefestigkeit

$\varepsilon$  = Verformung

Annahme:  $\varepsilon=0,1\%$

Für balkenförmige Prüfkörper im Dreipunktbiegetest ergibt sich:

$$E(\sigma) = M/W = l \cdot F \cdot 3/2 \cdot b \cdot h^2 \cdot 1000 \quad (6)$$

Der Multiplikator 1000 entspricht einer Verformung von 0,1%

Geht man davon aus, dass eine Verformung stattfindet und diese auch größer als 0,1% ist, kann der E-Modul nicht mehr nach Gleichung (2) berechnet werden. Es gilt dann Gleichung (7), unter besonderer Berücksichtigung der Verformung (f).

$$E = F \cdot l^3 / 4 \cdot h^3 \cdot b \cdot f \quad (7) \quad f = \text{Verformung}$$

### 2.3.3. Härte

Die Härte ist eine mechanische Materialkenngröße, die schnell und beschädigungsarm eine erste Information über den Werkstoff liefert, wobei nur die oberflächennahen Bereiche zur Charakterisierung herangezogen werden. Unter Härte versteht man allgemein den Widerstand, den ein Körper dem Eindringen eines härteren Körpers entgegensetzt. Davon ausgehend beruhen Härteprüfverfahren in der Regel auf dem Eindringen eines Prüfkörpers (Indenter) in die Oberfläche des zu prüfenden Werkstoffs. Die daraus resultierenden plastischen und/oder elastischen Deformationen werden als Kriterium für die Härte angesehen.

Während bei metallischen Werkstoffen das Eindringen eines Indenters im Wesentlichen durch plastische Verformung in Verbindung mit einer Versetzungsbewegung zu charakterisieren ist, entstehen die Eindrücke in spröden Werkstoffen (Keramik) durch Deformationsmechanismen im Mikrobereich, die zu einer so genannten plastischen Zone unter dem Indentereindruck führen. Das daraus resultierende Eigenspannungsfeld verursacht die Rissentstehung bzw. das Risswachstum am Eindruck [81].

Für die Härtemessung von Keramik haben sich die Verfahren nach Vickers und nach Knoop bewährt. Andere Verfahren erfüllen nach TIETZ entweder nicht die Voraussetzungen für harte und spröde Werkstoffe, wie große Indenterhärte und kleine Prüfkraft, oder sind noch nicht genügend entwickelt.

Die Verfahren nach Vickers und nach Knoop unterscheiden sich im Versuchsaufbau nur durch die Geometrie des verwendeten Indenters. Während nach Vickers eine Diamantpyramide mit quadratischem Grundriss und einem definierten Flächenöffnungswinkel von  $136^\circ$  zum Einsatz kommt, wird nach Knoop ein Diamant mit rautenförmigem Grundriss als Indenter genutzt.

#### 2.3.4 Rissbildung

Oxidkeramiken bestehen aus Metalloxiden, die sich in einem gesättigten Oxidationszustand befinden [57]. Sie sind reaktionsträge (chemisch inert) und liegen in einer Gitterstruktur, im Falle von Zirkoniumdioxid kubisch, monoklin oder tetragonal vor. Durch diesen Aufbau ist, anders als bei Metallen, kein Spannungsabbau durch Gitterabgleiten möglich [35]. Keramische Werkstoffe verhalten sich spröde.

Bei Überschreiten der maximal zulässigen Kraft bricht die Keramik spontan auf Grund des schlagartigen Nachgebens der Bindungen als Resultat einer Ladungstrennung [58]. Dieses Spröbruchverhalten bedingt eine starke Streuung der Festigkeitswerte und ein zeitabhängiges Verhalten der Festigkeit (statische Ermüdung) [80].

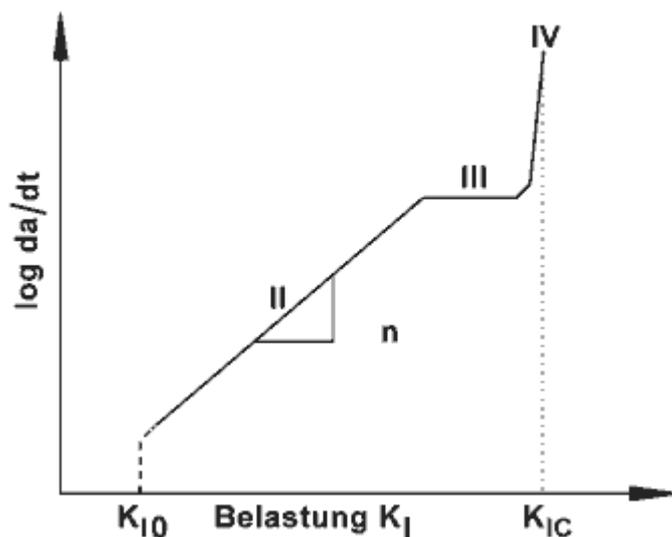
Risse entstehen an Defekten, die oberflächlich oder im Inneren des keramischen Werkstücks liegen können. Diese Gefügefehler entstehen entweder bei der Herstellung in Form von Poren, Rissen oder Inhomogenitäten (Verunreinigungen) oder bei der formgebenden Bearbeitung im Nachhinein.

An Gefügefehlern kann es durch chemische (z.B.  $\text{-OH}^-$  - Ionen) oder mechanische (Zugspannung) Belastung zur Rissbildung kommen. Diese verläuft zunächst „unterkritisch“, d.h., der Riss schreitet mit kleiner Geschwindigkeit kriechend fort. Beim Erreichen einer Mindestlänge („kritische Länge“) und einer hohen Belastung bei großer Geschwindigkeit kommt es zum plötzlichen Versagen [65].

Keramiken können Druckspannungen sehr gut abfangen. Das liegt vor allem darin begründet, dass Druckspannungen unterkritische Risse schließen und ihnen somit sogar entgegenwirken [56]. Im atomaren Bereich, kann dieses Phänomen durch die Atombindungsstruktur erklärt werden, da diese partiell Ionencharakter annehmen bzw. Ionenbeziehungen eingehen können.

### 2.3.5 Kritische Risszähigkeit

Die Grundlage für die Beschreibung der Festigkeit eines spröden Körpers nach bruchmechanischen Kriterien ist die Griffith-Gleichung, bei der von einem Riss atomarer Dimension auf einer unendlich ausgedehnten Platte ausgegangen wird [39]. Unter der kritischen Risszähigkeit ( $K_{IC}$ ), versteht man die kritische Spannungsintensität, die der Rissspitze anliegt, wenn der Riss instabil zu wachsen beginnt, wie in Abb.6 dargestellt. Bei der Herstellung von Keramiken kann nie ein vollkommen homogenes Gefüge erzeugt werden, und es gibt immer mikrostrukturelle Defekte in Form von Poren und Spalten, die Determinanten für die Rissbildung sind, da sich äußere Spannungen an ihnen konzentrieren. Hier wird die kritische Risszähigkeit leicht überschritten, obwohl die Spannungen im Material insgesamt weit unter einem Bruchwert liegen.



**Abb.6:** Schematische Darstellung des Zusammenhangs zwischen Rissgeschwindigkeit und dem Spannungsintensitätsfaktor zur Berechnung der Lebensdauer eines keramischen Bauteils [10]

### 2.3.6 R-Kurven-Verhalten

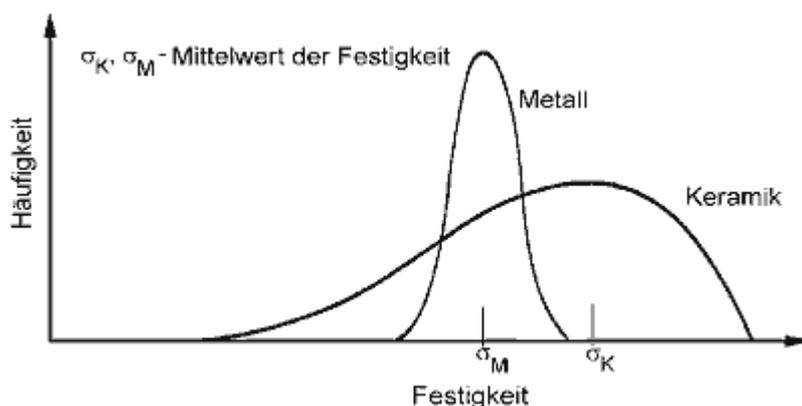
Bei gleichmäßig fortschreitender Rissentwicklung zeigen viele Keramiken einen erhöhten Risswiderstand [53,54]. Dieses Phänomen wird als R- Kurven- Verhalten bezeichnet. Es scheint mehrere Gründe zu geben, doch der wichtigste ist eine erhöhte Friktion an der Risspitze, welche einen „brückenbildenden“ Effekt auslöst und sich so günstig auf die Festigkeit auswirkt [33].

### 2.3.7. Weibullparameter

Beim Versuch, das Versagen eines keramischen Bauteils durch natürliche Defekte zu erfassen, geht man davon aus, dass ein keramisches Werkstück eine Vielzahl von Defekten enthält, die zufällig im Volumen oder an der Oberfläche verteilt sind, statistisch verteilte Größen haben und beliebig im Raum orientiert sind. Der größte Defekt bestimmt die Beanspruchbarkeit (weakest-link-Prinzip). Das bedeutet, die Versagenswahrscheinlichkeit des Gesamtbauteils errechnet sich aus den Versagenswahrscheinlichkeiten der Teilvolumina. So gibt es im Unterschied zu Metallen keine „Gauß'sche“, sondern die „Weibull“-Verteilung im Bruchwahrscheinlichkeits-/ Belastungsdiagramm, und so kann es auch bei geringer Belastung zum Bruch kommen (Abb.7).

Man unterscheidet das Weibullmodul  $m$  als Maß für die Streuung der Festigkeit und die charakteristische Festigkeit  $\sigma$  (Weibull- Festigkeit).

$\sigma_0$  ist der „Niveauparameter“. Er beschreibt das so genannte 63,21%ige Quantil der Verteilung, d.h., bei diesem Wert versagen 63,21% der geprüften Proben. Somit ist  $\sigma_0$  etwas größer als der Mittelwert der Festigkeit [56,76].



**Abb.7:** Unterschiede zwischen den Festigkeitsverteilungen von Keramik und Metall [10]

Heute können die Versagenswahrscheinlichkeiten und der Weibullmodul  $m$  bei verschiedenen Belastungsgraden durch Computerprogramme errechnet werden. Die Bestimmung durch Biegeversuche im Labor hat aber nicht an Bedeutung verloren. Dabei ist es unerlässlich, Berechnung und Prüfung aufeinander abzustimmen, da die realen Prüfwerte als verlässlich angesehen werden und Fehler bei der Ermittlung der theoretischen Werte entstehen.

## **2.4 Methoden zur Werkstoffprüfung**

### **2.4.1 Zerstörungsfreie Werkstoffprüfung**

Die zerstörungsfreie Werkstoffprüfung kann in mehrere Untergruppen (in Abhängigkeit der zur Prüfung genutzten Technik) eingeteilt werden. Die folgende Auflistung erklärt Techniken, mit denen Dentalkeramiken geprüft werden könnten.

#### a) Durchstrahlungsprüfung

Zur zerstörungsfreien Prüfung von im Sinne der „klassischen“ Optik undurchsichtigen Körpern nutzt man die hohe Durchdringungsfähigkeit kurzwelliger elektromagnetischer Strahlung (hohe Quantenenergien) durch feste Stoffe aus. Da diese Strahlung – von Streueffekten abgesehen – feste Körper geradlinig durchdringt, ist mittels geeigneter Empfängermedien für die Strahlung eine strahlengeometrische Abbildung der durchstrahlten Körper möglich. Hierbei wird ein fester Körper nicht nur entsprechend seiner geometrischen Abmessungen abgebildet, sondern es ergibt sich hinter dem Körper ein „Strahlungsprofil“ als Projektion der Dichte- und Dickenverhältnisse des Prüfobjekts. So können im Werkstück befindliche Defekte durch die Strahlenbeugung dargestellt werden [23]. Zur Anwendung kommen **Röntgenstrahlung** (Röntgenrefraktionstopographie, mikro CT) und **Gammastrahlung** (Neutronendiffraktion).

#### b) Ultraschallprüfung

Als Ultraschall bezeichnet man mechanische Schwingungen oberhalb des Hörbereiches (>20 kHz); in der prüftechnischen Anwendung liegen die Frequenzen zwischen 1 und 12 MHz.

Ultraschallwellen breiten sich im unendlichen Medium mit der für jedes Material typischen Schallgeschwindigkeit geradlinig aus und erfahren je nach Medium unterschiedliche Schwächung. Treffen Schallwellen auf Grenzflächen zwischen unterschiedlichen Medien (z.B. Keramik/Luft), tritt Reflektion in Abhängigkeit von den Schallwiderständen der beiden Medien auf. Die Erzeugung mechanischer Schwingungen der o.a. Frequenzen erfolgt mit geeigneten Schwungstoffen (Quarz, Sinterstoffe), welche aufgrund des piezoelektrischen Effekts bei angelegter Wechsellspannung ihre Form (Dicke) verändern, so dass bei hoher Frequenz der angelegten Spannung entsprechend hohe mechanische Schwingfrequenzen erzeugt werden.

Der piezoelektrische Effekt ist reversibel, so dass ankommende mechanische Schwingungen in elektrische Wechsellspannungen umgesetzt werden.

Bei der **Durchschallungstechnik** wird ein Prüfkopf als Sender auf der Vorderseite und ein zweiter Prüfkopf als Empfänger auf der Rückseite eines Prüfkörpers angebracht. Das Empfängersignal wird mit dem an einem fehlerfreien Prüfobjekt erhaltenen Signal verglichen.

Der Vergleich ermöglicht – gleiche Prüfanordnung vorausgesetzt – eine Feststellung etwa vorhandener Fehler, aber keine Aussage über die Tiefenlage des Fehlers sowie über Fehleranzahl und –art.

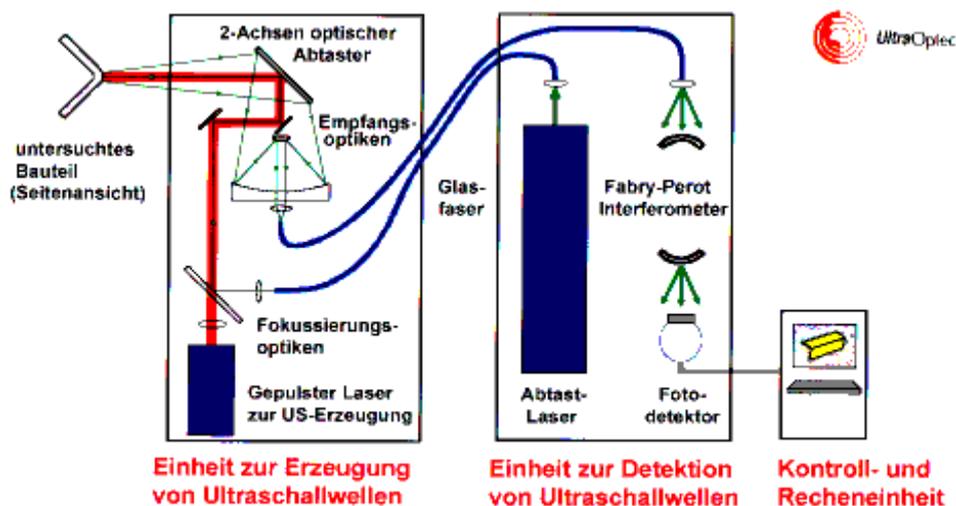
Die **Impuls-Echotechnik** nutzt demgegenüber die Reflektion an Grenzflächen aus, so dass mit nur einem Prüfkopf gearbeitet werden kann. Der Prüfkopf, der einerseits Sendeimpulse liefert, registriert zwischen den Sendeimpulsen die reflektierten Schallanteile (Echos).

Bei fehlerfreiem Prüfkörper erscheint nur das Rückwandecho (RE); bei fehlerhaftem Prüfstück erscheint vor dem RE ein Empfängersignal (ES) (wegen kürzerer Laufzeit des Ultraschalls).

Für die Reflektion an Grenzflächen gelten die Gesetze der geometrischen Optik. Das heißt, dass bei der US-Reflektion an Grenzflächen die Regel „Einfallswinkel = Ausfallwinkel“ gilt.

Somit werden in grober Näherung flächige Reflektoren mit Hilfe der US-Prüfung nur registriert, wenn sie vom Schallstrahl senkrecht getroffen werden. Voluminöse Fehler wie Poren und Risse reflektieren üblicherweise nach verschiedenen Richtungen, wodurch ihr Nachweis erleichtert wird [24].

Die **Laser-Ultraschalltechnik** basiert auf der Erzeugung und der Messung von Ultraschallwellen mit Hilfe eines oder mehrerer Laser. Ein Erzeugerstrahl, der auf das zu untersuchende Objekt fokussiert ist, liefert eine pulsartig modulierte Energie, die durch thermoelastische Effekte auf der Oberfläche in Ultraschallwellen umgewandelt wird. Diese Wellen dringen sofort und überwiegend senkrecht zur Oberfläche in das Objekt ein, um spätestens von dessen Rückseite zurück zur Einstrahlseite reflektiert zu werden. Auf dieser Wegstrecke durch das Objekt werden nun sämtliche Informationen über Laufzeit und Signalabschwächung registriert und ein zweiter kontinuierlicher Laserstrahl, der auf der Oberfläche auf den gleichen Punkt der Erzeugung gerichtet und von der Objektoberfläche diffus zurückgeworfen wird, wird mit dem Echosignal des eingedrungenen Ultraschallsignals moduliert. Das zu messende Signal entsteht nun in Form einer Ultraschallschwingung der Oberfläche selbst. Diese Schwingung wird von einem hochempfindlichen, optischen Fabry-Perot-Interferometer registriert, das die Variationen im Phasenverlauf der Lichtwellen in Amplitudensignale umwandelt, um hieraus die eigentliche Ultraschallinformationen zu gewinnen [45].



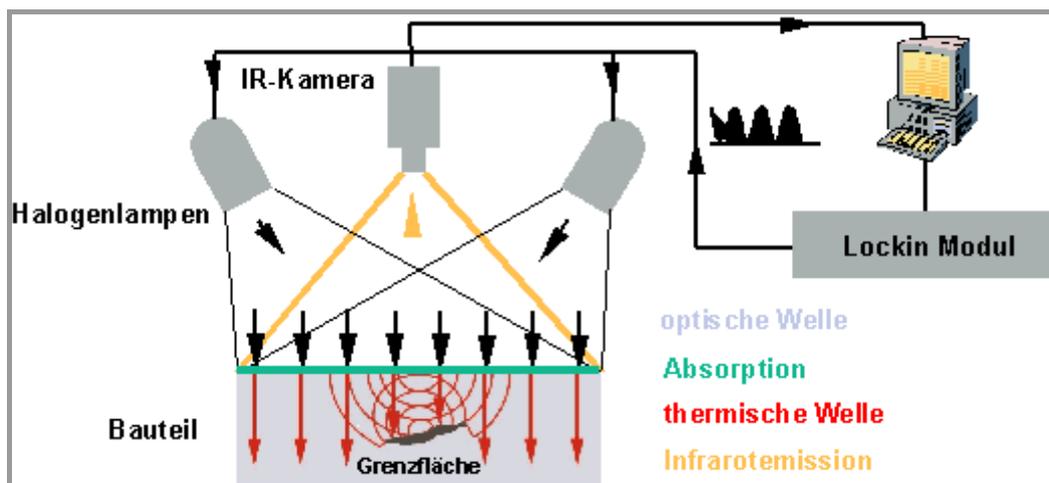
**Abb.8:** Prinzipieller Aufbau eines Systems zur Prüfung eines Bauteils mittels Laser-Ultraschall (englisch: LUIS = Laser Ultrasonic Inspection System) [25]

### c) Elektrochemische Impedanzspektroskopie

Die elektrochemische Impedanzspektroskopie bedient sich eines einfachen Messprinzips. Man legt an den Prüfkörper eine sinusförmige Wechselspannung an und ändert dann deren Frequenz. Als Messgrößen erhält man einen frequenzabhängigen Impedanzbetrag (Wechselstromwiderstand) sowie eine ebenfalls frequenzabhängige zeitliche Verschiebung (Phasenverschiebung) zwischen Strom- und Spannungsmaxima. Die Verschiebung der Maxima gibt Auskunft über die Größe des Widerstands, der auf der Oberfläche des Prüfkörpers gemessen wird, da sie bei strukturellen Veränderungen (Risse, Rauheiten) schwankt [25].

### d) Dynamische Thermographie (Lockin-Thermographie)

Ein moduliertes Temperaturfeld breitet sich von der Probenoberfläche als „thermische Welle“ ins Innere aus. An thermischen Grenzflächen werden diese Wellen reflektiert, sie laufen zur Oberfläche zurück, wo sie durch Überlagerung mit der einlaufenden thermischen Welle das Temperaturfeld (Interferenz) verändern. Wobei das Amplitudenbild die Stärke des Echos angibt und das Phasenbild die Tiefe der Grenzfläche [25].



**Abb.9:** Schematische Darstellung des thermographischen Prinzips[25]

## e) Elektronische-Speckle-Streifen-Interferometrie

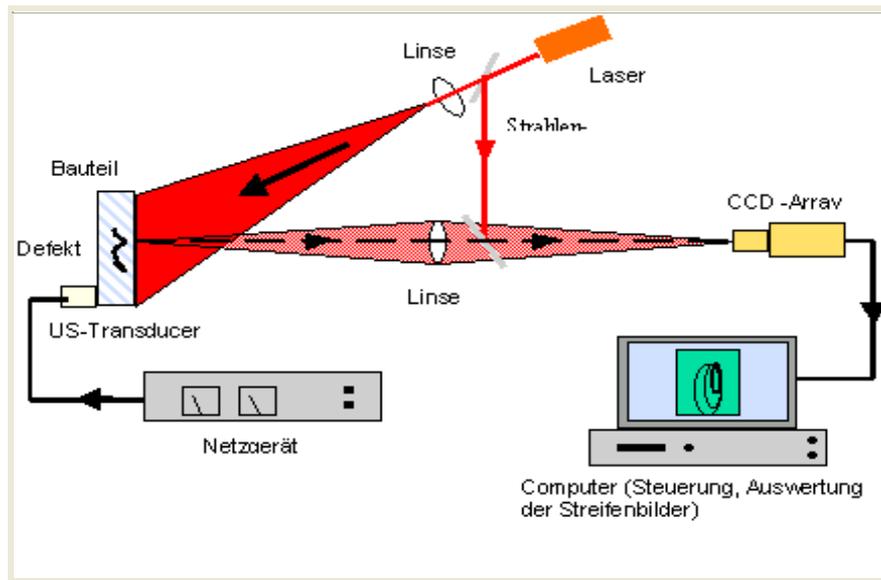
Zur Materialprüfung werden zwei Methoden der Speckle-Interferometrie angewendet. Die Electronic-Speckle-Pattern-Interferometrie (ESPI) erfasst die Differenz zweier durch Ultraschallanregung entstandene Verformungszustände und stellt sie in Form von Streifen dar, bei denen es sich um die Differenz zu einem Referenzzustand handelt.

Mit einer zweiten Methode der Speckle-Interferometrie besteht die Möglichkeit durch Interferenzen von Laserlicht auf Oberflächen von Festkörpern ortsferne Punkte zu markieren und ihre dreidimensionale Bewegung in Folge von Beanspruchung zu messen.

So können kleine Verformungen von Probekörpern sichtbar gemacht werden, die durch Vibration, thermische Belastung, Zugspannung oder Scherspannung entstehen. Die Grundlage beider Methoden ist der Speckle-Effekt von Laserlicht, das an einer rauen Oberfläche des Test-Objekts gestreut wird.

Während einer kontrollierten Belastung des Objekts werden ohne Änderung der relativen Position von Kamera, Objekt und Laser aufeinander folgende Bilder aufgenommen. Die Belastung führt zu kleinen Verformungen des Objekts und lässt dabei die Speckle-Punkte auf den Bildern wandern. Aus einer computergestützten Analyse der Speckle-Bewegungen lässt sich nun die Verformung quantitativ rekonstruieren.

Anfangs wird der Prüfkörper durch Hysterese und/oder Reibungseffekte im Ultraschallfeld erwärmt. Dabei kommt es neben der erhöhten thermischen Abstrahlung, auch zur thermischen Ausdehnung dieses Bereiches, die zu einer Deformation der Oberfläche führt. Die Verrechnung eines Bildes, das vor der Ultraschalleinstrahlung aufgenommen wurde, mit dem danach aufgenommenen zeigt diese hysteresebedingte „thermische Beule“. Sie markiert Defekte, die sich durch erhöhte mechanische Verluste auszeichnen (Abb.10) [25].



**Abb.10:** Interferometrie mit akustischer Burst-Anregung (Ultraschall-Electronic-Speckle-Pattern-Interferometrie). Abgebildet wird die „thermische Beule“ über dem Defekt mit erhöhter Hysterese[25]

#### f) Akustische Resonanzanalyse

Die akustischen Methoden beruhen auf der Erzeugung elastischer Schwingungen und der Wechselwirkung mit dem Untersuchungsobjekt. Im Zentrum des Interesses steht die Erzeugung akustischer/elastischer Wellen im Objekt unter Belastung (Schallemissionsanalyse, passiver Körper- und Ultraschall), die Veränderung des Resonanzspektrums von Objekten infolge von Geometrievariabilitäten und Materialinhomogenitäten wie z.B. Defekten (akustische Signaturanalyse) und die Beeinflussung der Ausbreitung akustischer/elastischer Wellen durch Materialeigenschaften einschließlich ihrer Inhomogenitäten (aktiver Ultraschall).

## **2.4.2 Zerstörende Werkstoffprüfung (Fraktographie)**

Ziel der zerstörenden Werkstoffprüfung ist, den Prüfkörper bis zum Versagen zu belasten und mit den dabei dokumentierten Messwerten Werkstoffkenngrößen (Härte, Biegefestigkeit, KIC- Wert) zu errechnen. Im Anschluss erfolgt die genaue Betrachtung der Bruchfläche. Hierbei bedient man sich der klassischen Mikroskopiermethoden (Lichtmikroskop und Rasterelektronenmikroskop), kann aber auch Techniken der zerstörungsfreien Werkstoffprüfung anwenden.

Es soll das Verhalten des Werkstoffs an einem bestehenden Defekt untersucht werden. Es gibt mehrere Methoden, einen Defekt zu erzeugen, einerseits das anlegen von Kerben und Rissen am Probenrand, andererseits Risse auf der Probe, die beim Erzeugen eines Vickers-Härte-Eindrucks entstehen.

### **2.4.2.1 Methoden basierend auf Messungen an Kerben und selbsterzeugten Rissen**

#### a) Compact tension (CT)

Bei der CT- Technik wird an einem Probekörper eine definierte Kerbe angelegt. Dazu kann man entweder ein diamantiertes Kreissägeblatt oder eine diamantierte Rasierklinge verwenden.

Danach erfolgt die Belastung des Probekörpers mit einer Zugkraft und dadurch kommt es zu einer Öffnung der Kerbe, an deren Spitze ein Riss entsteht. Es kann zu jeder Kerböffnung eine Risslänge gemessen werden [4,19].

Aus dem Einsetzen der einzelnen Werte in die **Broek-Gleichung** ergibt sich der Risswiderstand ( $K_{1R}$ ) als Funktion der Risslänge [12]:

$$K_{ir} = \frac{F \left( 2 + \frac{a}{w} \right)}{B \sqrt{W} \left( 1 - \frac{a}{w} \right)^{\frac{3}{2}}} X \left[ 0,886 + 4,64 \frac{a}{w} - 13,32 \left( \frac{a}{w} \right)^2 + 14,72 \left( \frac{a}{w} \right)^3 - 5,6 \left( \frac{a}{w} \right)^4 \right] \quad (8)$$

F= Kraft

W= Geometriefaktor

B= Probenbreite

A= momentane Risslänge

Die kritische Risszähigkeit  $K_{1C}$  wird dann erreicht, wenn der kritische Risswiderstand  $K_{iR}$  über die gesamte Risslänge konstant ist[12].

b) Double cantilever beam (DCB)

Die Methode des DCB ist ein weit verbreitetes Messprinzip, um das Risswachstum und die Einflüsse verschiedener Faktoren darauf zu beobachten. Zur Vereinfachung des Modells, wird ein unterkritisches, konstantes Risswachstum angenommen, was die Methode zwar als quantitative limitiert, aber dennoch eine qualitative Aussage über die Auswirkung verschiedener Faktoren zulässt [18,61].

Das DCB-Prinzip beruht auf der Herstellung einer definierten Kerbe an einem Probekörper. Die Kerbe wird durch einen Keil unter gleich bleibendem Druck immer weiter eröffnet und so kann dynamisch zu jeder Kerböffnung eine Risslänge gemessen werden. Aus dem Einsetzen der einzelnen Werte in die **Murakami-Gleichung** ergibt sich der Risswiderstand ( $K_{1R}$ ) als Funktion der Risslänge [66]:

$$K_{ir} = \frac{\sigma_1 E' \sqrt{3}}{2 \sqrt{h} \left( \frac{a}{h} + 0,64 \right)^2} \quad (9)$$

$\sigma_1$ = halbe Rissöffnung

$E' = E / (1 - \nu^2)$  ; (E= Elastizitätsmodul und  $\nu$ = Poisson Zahl)

H= halbe Probenhöhe

A= momentane Risslänge

### c) Single-edge-notched-beam (SENB)

Grundlage der SENB ist die Herstellung einer definierten geraden Kerbe an Probekörpern mit einer Kreissäge und anschließender drei- oder vierpunkt Biegebruchtest. Heute wird allerdings häufiger der Single-edge-V-notched-beam (SEVNB) angewandt, wobei zur Kerbenherstellung eine diamantierte Rasierklinge genutzt wird, welche eine V- förmige Kerbe erzeugt [49,68].

Der  $K_{1C}$ - Wert ergibt sich aus dem Einsetzen der einzelnen Werte in die **Srawley-Gleichung** [78]:

$$K_{ic} = \sigma_f \sqrt{a} Y = \frac{F}{B\sqrt{W}} \frac{S_a - S_i}{W} \frac{3\sqrt{\alpha}}{2(1 - \alpha^{1.5})} Y \quad (10)$$

$\sigma_f$ = Bruchlast

F= Bruchkraft

B= Probenlänge

W= Probenhöhe

a= Kerbtiefe

$S_i$ = innere Spannweite

$S_a$ = äußere Spannweite

Y= Stress intensity shape factor

$\alpha$ = a/W

$S_a$  und  $S_i$  berücksichtigen die Mehrspannigkeit bei der Versuchsdurchführung als 4-Punkt- Biegetest [74].

### d) Single- edge- precracked- beam (SEPB)

Ausgangspunkt für die Messmethode mittels SEPB sind Risse, die im Zuge eines dem Prüfkörper zugefügten Defekts, vor der Messung entstanden sind. Hierzu wird der Prüfkörper entweder angesägt oder es wird ein Härteeindruck erzeugt. Um auswertbare Ergebnisse zu erhalten, sollte die Spitze des „Precracks“ möglichst parallel zur zu untersuchenden Fläche sein. Im Anschluss wird der Prüfkörper im Mehrpunktbiegeversuch bis zum Bruch belastet.

Die Ermittlung des  $K_{1C}$ - Wertes erfolgt auf gleichem Wege, wie bei der SENB [62,72].

#### e) Chevron- notched- beam (CNB)

Die CNB- Methode basiert auf dem gleichen Prinzip, wie die SENB und kann als Vorläufer der SEVNB angesehen werden. Das Hauptaugenmerk dieser Methode ist die Betrachtung der kritischen Risszähigkeit an dreieckigen Kerben einer bestimmten Geometrie und die Fragestellung, ob es Unterschiede zu geraden Anrissen gibt [64]. Zur Berechnung wird auch die Gleichung nach Strawley verwendet [78,62].

### 2.4.2.2 Indenter Techniken

Bei der Härtebestimmung nach Vickers kommt eine Diamantpyramide mit quadratischer Grundfläche zum Einsatz. Diamanten ermöglichen eine Prüfung harter Werkstoffe. Die Pyramide hat einen Flächenöffnungswinkel von 136°.

Die Vickershärte ist als Quotient aus der aufgebrauchten Kraft und der Diagonale des Eindrucks definiert.

Als weitere Härtebestimmungsmethoden sind die Methoden nach Knoop (Diamantpyramide mit rechteckiger Grundfläche) und Brinell (Eindruck mit Stahlkugel), die heute auch noch Anwendung finden.

#### a) Indentation fracture (IF)

Bei der IF-Methode werden einem Prüfkörper Vickers-Härteeindrücke bei verschiedenen Kräften beigebracht. Die dabei entstehenden Risse werden ausgemessen, und die Risslänge wird vom Zentrum der Impression bestimmt [30].

Der  $K_{1C}$ - Wert wird z.B. über das Einsetzen der ermittelten Parameter in die **Anstis' Gleichung** errechnet [2]:

$$K_{1C} = 0,016 \left( \frac{E}{H} \right)^{0,5} \left( \frac{P}{c^{1,5}} \right) \quad (11)$$

P= Eindruckkraft

C= Risslänge

E= Elastizitätsmodul

H= Härte, wobei Härte als Eindruckkraft geteilt durch die Eindruckfläche definiert ist, es gilt  $H= 0,5P/a^2$  [52,55]

## b) Indentation strength (IS)

Wie bei der IF-Methode werden bei der IS-Methode Vickers-Härteeindrücken bei verschiedenen Kräften hergestellt. Bei der IS-Methode erfolgt aber ein anschließender Mehrpunktbiegebruchtest zur Ermittlung der Biegebruchfestigkeit. Der  $K_{1C}$ -Wert wird kombiniert ermittelt: durch Berechnen der Biegebruchfestigkeit ( $\sigma_f$ ) und der Härte (H).

Diese Werte werden in die **Chantikul-Gleichung** eingesetzt [17]:

$$K_{IC} = 0,59 \left( \frac{E}{H} \right)^{\frac{1}{8}} \left( \sigma_f P^{\frac{1}{3}} \right)^{\frac{3}{4}} \quad (12)$$

es gilt:  $\sigma_f = 3 WL / 2 BD^2$

W= Bruchkraft

L= Spannweite

B= Probenlänge

D= Probendicke

Parameter der Härtebestimmung

## c) Surface crack in flexure (SCF), auch controlled surface flaw method

Bei der SCF-Methode erfolgt ein Härteeindruck auf dem Prüfkörper. Hierbei bevorzugen mehrere Autoren den Eindruck nach Knoop, bei dem ein semielliptischer Eindruck entsteht. Im Anschluss erfolgt eine Mehrpunktbiegebruchmessung [28,87].

Eine Berechnung des  $K_{IC}$ -Wertes kann mit der **Newman-Raju-Formel** erfolgen [32,67]:

$$K_{IC} = \sigma \sqrt{\frac{\pi a}{Q}} F\left(\frac{a}{c}, \frac{a}{t}, \frac{c}{b}, \phi\right) \quad (13)$$

$\sigma$ = Bruchkraft

$a$ = Risstiefe

$Q$  ist ein Faktor zur Beschreibung der Rissgeometrie und wird aus der Fläche des gesamten elliptischen Eindrucks errechnet

$F$  ist ein Korrelationsfaktor und hängt von den Verhältnissen von  $a/c$ ,  $a/t$ ,  $c/b$  ab.

$T$ = Probendicke

$c$ = halbe Eindruckbreite

$b$ = halbe Probenbreite

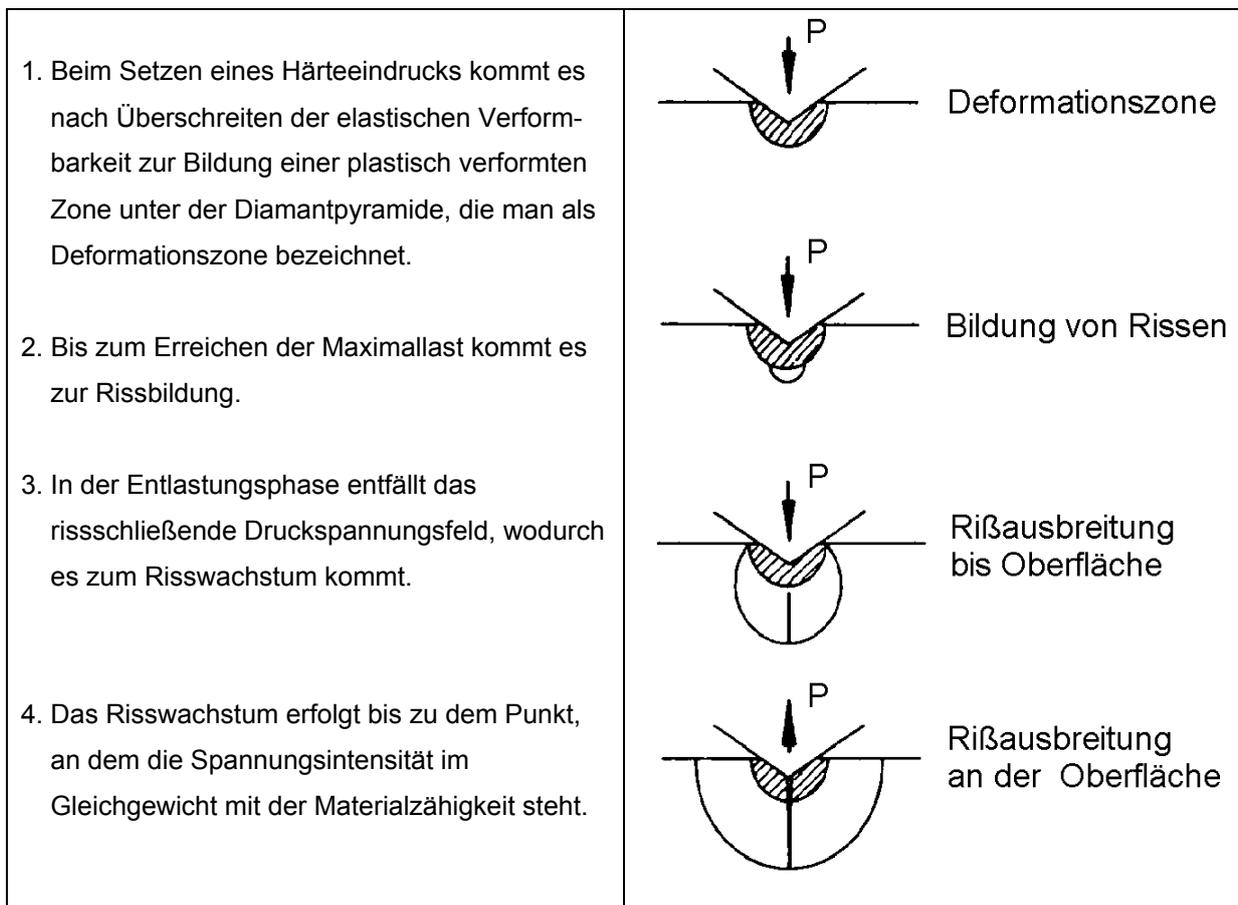
$\Phi$ = Winkel zwischen Riss und Probenoberfläche

### 3.Problemdiskussion

Aus dem zweiten Teil der Literaturübersicht wird ersichtlich, dass es eine Vielzahl von unterschiedlichen Methoden gibt, um die kritische Risszähigkeit von Keramiken zu bestimmen.

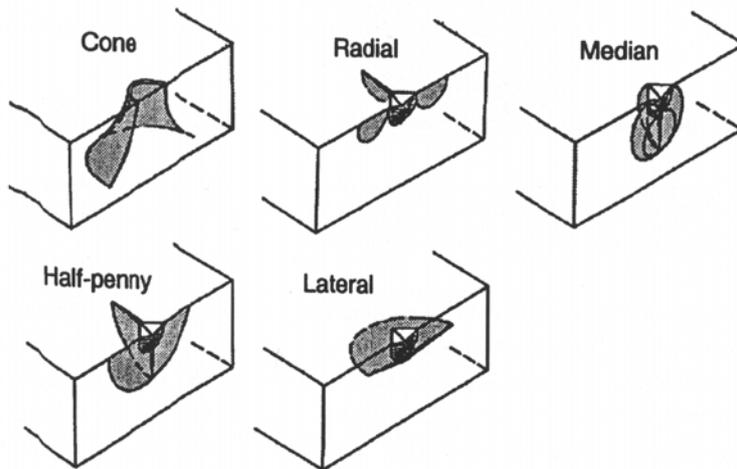
Die Indentermethode (indentation fracture) ist eine einfach durchzuführende Methode zur Risszähigkeitsbestimmung von Keramiken, doch gibt es hier keinen einheitlichen Versuchsablauf und verschiedene Rechenansätze, die vor allem durch die Eigenschaften der beim Härteeindruck entstandenen Risse bestimmt werden.

Das Hauptproblem bei der Rissbildung mit Hilfe von Härteeindrücken liegt in der Erzeugung von Defekten mit nachvollziehbaren Rissgeometrien und Rissen von definierten Ausmaßen (Abb.11), da die Risszähigkeit aus der Belastung beim Härteeindruck und aus der Länge der sich auf der Oberfläche ausbildenden Risse ermittelt wird.



**Abb.11:** Rissentwicklung nach Binner und Stevens [8]

Die entstehenden Risse teilen Cook und Pharr als Rissmuster in fünf Gruppen ein:



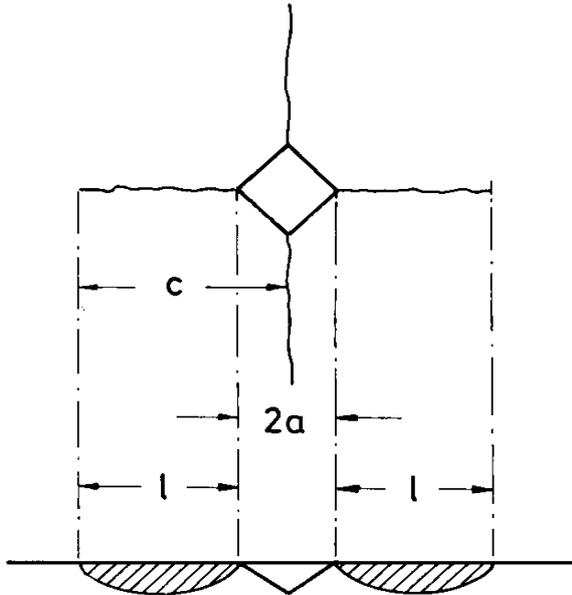
**Abb. 12:** Rissmusterschichtung nach COOK und PHARR [21]

Zum einen der Hertz'sche Riss (kugelförmig), welcher durch Belastung mit einer Brinell-Kugel entsteht, zum anderen vier Rissmuster, die beim Belasten mit spitzen Härteeindruckskörpern (Vickers und Knoop) entstehen [52].

Bei Härteeindrücken mit einem Knoop- Diamanten entsteht ein halb elliptischer Riss (half-penny).

Bei der in der vorliegenden Arbeit angewendeten Methode nach Vickers werden vor allem radiale Risse, auch als Palmqvist- Risse bezeichnet, erzeugt [50]. Die Indentermethode wurde erstmalig 1962 von Palmqvist beschrieben [69]. Des Weiteren können mediane und laterale Rissmuster auftreten [55].

Zur Berechnung der Risszähigkeit ist nun die Kenntnis der geometrischen Verhältnisse zwischen Härteeindruck und Risslänge, wie in Abb. 13 dargestellt, notwendig.



**Abb. 13:** Schema Härteeindruck mit Riss aus Munz/Fett [65]

Palmqvist- Risse treten bei geringer Lasteinwirkung und einem Verhältnis  $l/a < 2,5$  oder  $c/a < 3,5$  auf. Der mediane Risstyp liegt bei einem Verhältnis von  $c/a > 2,5$  vor und tritt bei hoher Belastung auf. Im Bereich von  $c/a = 3$  ist nicht eindeutig welches Rissmuster vorliegt [65].

Die nachfolgende Tabelle zeigt eine Übersicht der in der Literatur beschriebenen Gleichungen zur Berechnung der kritischen Risszähigkeit. Sie unterscheiden sich in Hinblick auf die Härteeindrucksform, das Rissmuster und die Größe der Härteeindrucksrisse, weichen aber auch unter identischen Voraussetzungen voneinander ab.

**Tab. 2:** Indenter Methode und angewandte Gleichungen

Gleichung	Rechnung	Parameter	Rissgeometrie
<b>Anstis</b>	$K_{IC} = 0,016 \left( \frac{E}{H} \right)^{0,5} \left( \frac{P}{c^{1,5}} \right)$ (11)	P= Eindruckkraft C= Risslänge E= Elastizitätsmodu l H= Härte	mediane, halbkreisförmige Rissmuster
<b>Lawn</b>	$K_{IC} = 0,028 \left( \frac{E}{H} \right)^{0,5} Ha \left( \frac{c}{a} \right)^{-3/2}$ (12)		mediane, halbkreisförmige Rissmuster
<b>Niihara</b>	$K_{IC} = 0,067 \left( \frac{E}{H} \right)^{0,5} Ha \left( \frac{c}{a} \right)^{-3/2}$ (13)		mediane, halbkreisförmige Rissmuster
<b>Anstis mod. Nach Munz/ Fett</b>	$K_{IC} = 0,032 Ha \left( \frac{c}{a} \right)^{-3/2} \left( \frac{E}{H} \right)^{0,5}$ (14)	$H = F/2^{0,2}$	Palmqvistrisse
<b>Anstis mod. Nach Munz</b>	$K_{IC} = 0,057 Ha \left( \frac{c}{a} \right)^{-3/2} \left( \frac{E}{H} \right)^{0,5}$ (15)	$H = 0,463 F/a^2$	Palmqvistrisse
<b>Anstis mod. Nach Geis- Gerstorfer</b>	$K_{IC} = 0,016 \left( \frac{E}{H} \right)^{0,5} Fc^{-3/2}$ (16)	$H = 0,47 F/a^2$	Palmqvistrisse
<b>Niihara</b>	$K_{IC} = 0,018 Ha \left( \frac{c}{a} - 1 \right)^{-1/2} \left( \frac{E}{H} \right)^{0,4}$ (17)	$H = F/2^{0,2}$	Palmqvistrisse
<b>Evans und Charles</b>	$K_{IC} = 0,16 Ha \left( \frac{c}{a} \right)^{-3/2}$ (18)	$H = F/2^{0,2}$	Palmqvistrisse
<b>Lawn und Fuller</b>	$K_{IC} = 0,0726 F/c^{3/2}$ (19)		Palmqvistrisse

Aus allen Gleichungen in der Tab.2 wird ersichtlich, dass neben den in der Indenter Technik bestimmten Werten der Elastizitätsmodul zur Berechnung der kritischen Riss-zähigkeit notwendig ist.

## **4. Aufgabenstellung**

Ziel dieser Arbeit ist die Bestimmung der kritischen Risszähigkeit einer vorgesinterten Zirkoniumdioxidkeramik (DCShrink). Nach eingehender Literaturanalyse und kritischer Bewertung unterschiedlicher Methoden zur Werkstoffprüfung an spröden Werkstoffen, wurde die Indenter- Technik als Prüfmethode ausgewählt.

Alle notwendigen Parameter der Prüfkörper werden im Labor bestimmt und somit mögliche Fehler, praktischer und theoretischer Art, erkannt bzw. ausgeschlossen. Ist ein Ausschluss nicht möglich, werden werkstoffgegebene Fehler auf ihre Vermeidbarkeit bzw. Toleranz diskutiert.

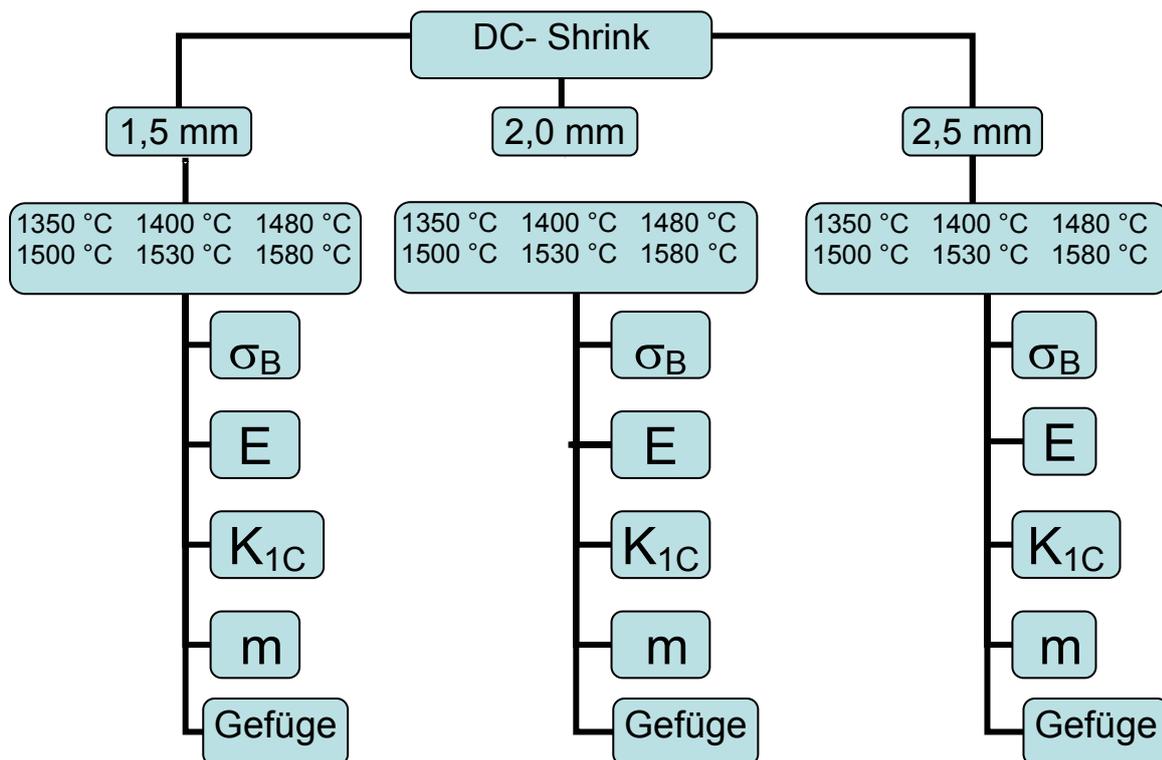
Des Weiteren soll der Einfluss von Schichtstärke, im vorliegenden Fall Probendicke, und Brenntemperatur auf eine vorgesinterte Zirkonoxidkeramik (Weißkeramik) untersucht und deren Gefüge, Korngröße und Oberflächenporen nach dem Brennen dargestellt werden.

## 5. Material und Methode

Es wurden 54 Proben der vorgesinterten Zirkonoxidkeramik DC- Shrink der Firma Bien- Air DCS (Bienne, Switzerland) geprüft. Es handelt sich dabei um eine hochfeste Keramik, die als Weißling ausgeliefert wird und nach der Formgebung mittels Fräsen zu sintern ist.

Herstellerangaben zu DC- Shrink:

- chem. Zusammensetzung: 95% ZrO<sub>2</sub> mit 5% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
- Indikation: Einzelkronen und maximal viergliedrige Brücken
- Verarbeitung: Formgebung mit einem CAD/CAM- System  
Sintern bei bis zu 1600°C, keine genaue Temperaturangabe,  
empfohlen Zycromat Brennofen der Firma VITA (Bad  
Säckingen, Germany)



**Abb.14** Ablaufschema der Versuchsdurchführung,

$\sigma_B$  = Biegefestigkeit, E = Elastizitätsmodul,  $K_{1C}$  = Bruchzähigkeit,  
m = Weibullmodul

## **5.1 Probenherstellung**

Es wurden 54 Probekörper in drei Stärken (je 18 1,5mm; 2mm; 2,5mm) hergestellt. Hierbei war zu berücksichtigen, dass beim Sintern eine Schrumpfung von ca. 20% auftritt. Daher mussten die Proben im ungebrannten Zustand 20% größer dimensioniert werden als die später gewünschte Größe.

Dazu wurden aus einem Block DCShrink mit einer Diamant- Kreissäge 18 Scheiben geschnitten. Das Sägeblatt besitzt eine Schnittbreite von 300µm.

Da die verwendete Säge nicht mit der erforderlichen Präzision sägt, mussten die Scheiben dick genug sein, um den Materialverlust beim Planschleifen und Polieren auszugleichen.



**Abb.15** Säge "Secomin 100" (Bendor)

Im Folgenden wurden aus jeder Keramikscheibe, mit der gleichen Säge, drei annähernd gleichbreite Balken gesägt.

Es entstanden:

6 Scheiben à ca. 1,5mm und daraus 18 Balken

6 Scheiben à ca. 2mm und daraus 18 Balken

6 Scheiben à ca. 2,5mm und daraus 18 Balken



**Abb.16** Skizze Probekörper

Auf Grund der mangelnden Sägepräzision mussten die Balken im Nachhinein plan und auf die gewünschte Stärke geschliffen werden.

Dazu wurden jeweils neun Proben auf einen Objektträger geklebt und mit dem Mikroschleifsystem „400CS“ der Firma Exakt (Abb.17) plan geschliffen und poliert.

Der Materialabtrag erfolgte mit Sandpapier, das in aufsteigender Körnung (300, 800, 1200, 4000) verwendet wurde.

Der gewünschte Materialabtrag konnte an der Maschine eingestellt und gemessen werden.



**Abb. 17** Micro- Schleifsystem “400CS“ (Exakt)

## **5.2 Probenbrand**

Das Sintern der Probekörper erfolgte im Zycromat Brennofen der Firma VITA (Bad Säckingen, Germany). Aufwärm- und Abkühlzeiten wurden nach den Vorgaben des Herstellers einprogrammiert.

Es wurden Probekörper bei sechs verschiedenen Brenntemperaturen gebrannt, welche zu je drei Proben einer Stärke in den Ofen kamen. Das Brennregime war bei allen Temperaturen gleich.

Die Brenntemperaturen betragen 1350°C, 1400°C, 1480°C, 1500°C, 1530°C und 1580°C.

Die Gesamtbrenndauer setzte sich aus

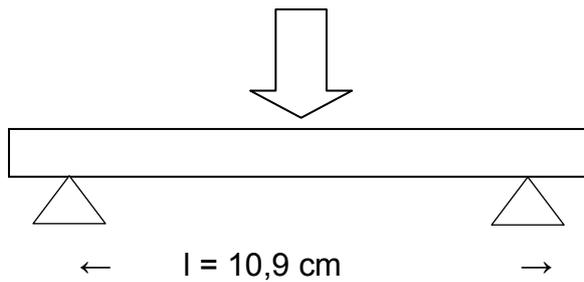
- 1,5h Aufwärmzeit
  - 2h Haltzeit bei der gewünschten Temperatur
  - 1,5h Abkühlzeit
- zusammen.

## **5.3 Vermessung der Probekörper**

Nach dem Sintern wurden von allen Probekörpern noch einmal die Höhe(Dicke) und die Breite mit einer elektronischen Schiebelehre mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,01\text{mm}$  bestimmt. Daraus errechnete sich der Prüfkörperquerschnitt.

## **5.4 Ermittlung der Biegefestigkeit**

Die Biegefestigkeit der Keramikproben wurde im Dreipunkt-Biegeversuch an der Maschine Z010, der Firma Zwick bestimmt. Die Stützweite zwischen den beiden Auflageflächen betrug 10,9 cm. Jeder Balken wurde drei Mal fakturiert, so dass für jeden Probekörper drei Werte gemessen werden konnten. Die Prüfkörper wurden so platziert, dass der Prüfstempel auf ihre Mitte (entsprechend der Mitte der Stützweite) einwirkte.



**Abb. 18** Schema Dreipunkt- Biegeversuch

Dabei wurde die Prüfung im Kraft-/ Weg- Diagramm mit testXpert V6.1 Software aufgezeichnet.

Die Biegefestigkeit ( $\sigma$ ) wurde nach der Gleichung (4) bestimmt:

$$\sigma = 3 \cdot l \cdot F / 2 \cdot b \cdot h^2 \quad (4)$$

### 5.5 Berechnung des Elastizitätsmoduls

Die bei der Biegeprüfung erhaltenen Werte, dargestellt in Kraft-/ Weg- Diagrammen, dienen als Grundlage zur Berechnung des Elastizitätsmoduls, welches nach folgender Gleichung errechnet wurde:

$$E = F \cdot l^3 / 4 \cdot h^3 \cdot b \cdot f \quad (7)$$

## **5.6 Setzen von Vickers- Härteeindrücken**

Für das Setzen der Vickers- Härteeindrücke wurde ein Mikrohärtegerät der Firma Heckert verwendet.

Aus jedem der 54 Prohebalken entstanden nach der Biegefestigkeitsprüfung vier Bruchstücke. Auf jedem Bruchstück wurde ein Härteeindruck mit 98 N und einer Haltezeit von 30 Sekunden gesetzt.

Vor dem Setzen der Eindrücke wurde jede Probe mit Aceton entfettet.

Die Härte nach Vickers errechnet sich nach der Formel:

$$HV=1,854 \cdot F/d^2 \quad (20)$$

F = Prüfkraft (98N)

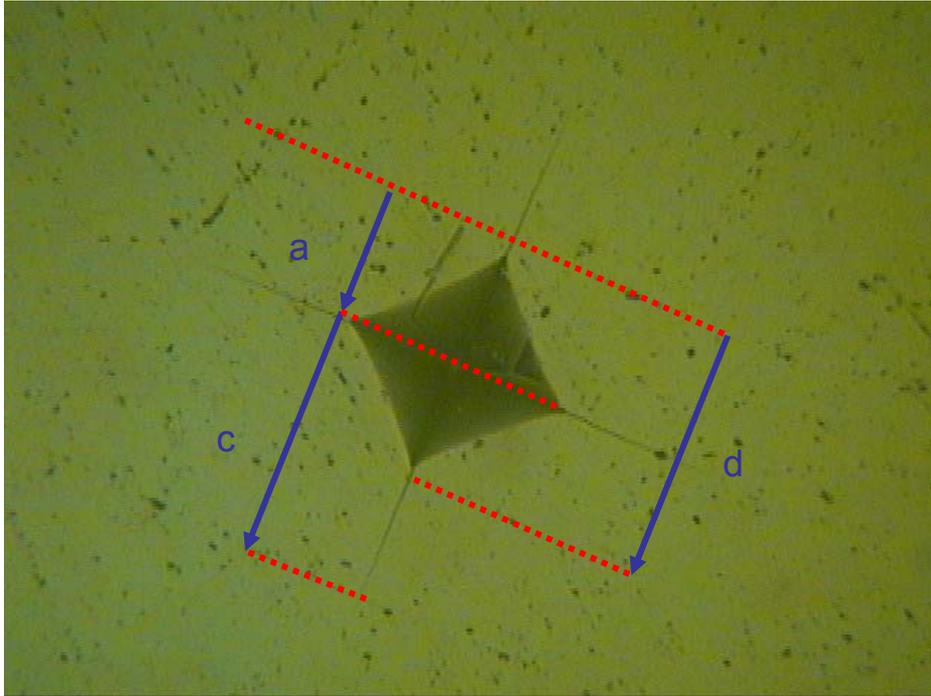
d = mittlere Diagonalenlänge [mm]

## **5.7 Ausmessen der Eindrücke mit Lichtmikroskop**

Das lichtmikroskopische Ausmessen der Härteeindrücke erfolgte unmittelbar nach dem Setzen mit dem Lichtmikroskop Metaval der Firma Carl Zeiss (Jena). Das Mikroskop war mit einer Videokamera und einem Computer gekoppelt. Die Aufnahme des Eindrucks erfolgte bei 20-facher Vergrößerung, es wurde darauf geachtet, dass sowohl die Grenzen des Härteeindrucks, als auch die vier Risse in ihrer Gesamtlänge zu erkennen waren. Die aufgenommenen Bilder wurden mit der Software WinTV gespeichert und dann mit dem Bildbearbeitungsprogramm Image P2 ausgemessen. Dazu wurde vor dem Vermessen eine Eichung mit einem 100:1 Objektmikrometer bei einer Vergrößerung von ebenfalls 20 durchgeführt.

Es wurden beide Diagonalen des Vickers- Härteeindrucks (in  $\mu\text{m}$ ) je drei Mal ausgemessen und anschließend das arithmetische Mittel aus den Mittelwerten der beiden Eindrucksdiagonalen gebildet. Die Bestimmung der Risslängen erfolgte für alle vier Risse vom tiefsten Punkt des Härteeindrucks bis zum sichtbaren Ende des Risses. Das Mittel der vier Werte wurde zur Berechnung der kritischen Risszähigkeit zur angewendet.

Es erfolgte außerdem die Berechnung nur mit dem längsten der vier Risse.



**Abb. 19:** Härteeindruck bei 20- facher Vergrößerung. Schematische Darstellung von Eindruckdiagonale (d), halber Eindruckdiagonale (a) und Risslänge (c)

### **5.8 Berechnung der kritischen Risszähigkeit**

Die kritische Risszähigkeit wurde für jeden Härteeindruck ermittelt.

Zur Berechnung wurde das Verhältnis von Eindruckdiagonale und Risslänge bestimmt und der pro Balken ermittelte Elastizitätsmodul verwendet.

Es kam für alle Proben die Gleichung 14 von Anstis modifiziert nach Munz/Fett zur Anwendung. Entsprechend des Verhältnisses Diagonale/ Risslänge wurden auch andere Gleichungen (vgl. 3., Tab.2) zur Berechnung verwendet.

## **5.9 Weibullfestigkeit**

Für die Bestimmung der Weibullverteilung wurden die Biegefestigkeitswerte aufsteigend angeordnet und von 1-n nummeriert. Es kann jeder Biegefestigkeit eine Versagenswahrscheinlichkeit P zugeordnet werden, wenn gilt:

$$P_i = i - 0,5/n \quad (21)$$

$P_i$  = Versagenswahrscheinlichkeit

i = Prüfkörpernummer

n = Prüfkörperanzahl

Im Weibulldiagramm werden  $\ln \ln 1 / (1-P)$  gegen die Biegefestigkeit ( $\sigma_c$ ) aufgetragen. Der Anstieg der daraus resultierenden Gerade, entspricht dem Weibullmodul m. Aus der Gleichung  $\ln \ln 1 / (1-P) = 0$  ergibt sich die Weibullfestigkeit  $\sigma_0$ .

## **5.10 Statistische Auswertung**

Die statistische Auswertung erfolgte mit Hilfe der Software Origin 7.2.

Grundlage der deskriptiven Statistik ist die Bestimmung von Quantilen. Der Wert x einer Verteilungsfunktion, der mit einer Wahrscheinlichkeit von p nicht überschritten wird, ist das Quantil  $x_p$ . Der Wert  $x_{0,5}$ , der mit einer Wahrscheinlichkeit von 0,5 nicht überschritten wird, ist der Median- oder Zentralwert. Er teilt die aufsteigend geordneten Messwerte in zwei gleich große Teile, so dass über und unter ihm je 50% der gemessenen Werte liegen. Der Medianwert ist, im Gegensatz zu arithmetischen Mittel, unempfindlich gegenüber Extremwerten (Ausreißern). Graphisch wurden die statistischen Ergebnisse in Box-Whisker-Plots dargestellt.

Für die tabellarische Darstellung der Werte wurden sowohl das arithmetische Mittel, als auch die Standardabweichung berechnet.

Zum Abschluss erfolgte eine Varianzanalyse mit Hilfe des Ein-Weg-Anova (Analysis of variance)- Tests.

Da eine Varianzanalyse eine Normalverteilung der Messwerte und eine Unabhängigkeit voneinander voraussetzt, wurde mit dem Kolmogorov-Smirnov-Test die

Normalverteilung der Werte nachgewiesen. Auf Grund des Versuchsaufbaus sind sie unabhängig voneinander.

Bei der Varianzanalyse handelt es sich um einen Paarvergleich, es ergibt sich ein p-Wert. Verhalten sich beide Stichproben gleich, spricht man von einer Nullhypothese ( $H_0$ ).

Es wurde ein Signifikanzniveau von 0,05 gewählt.

Dies bedeutet, dass bei einem Wert von  $p > \pm 0,05$  eine signifikante Abweichung von der Nullhypothese vorliegt. Das Testergebnis ist als signifikant zu bezeichnen.

### **5.11 Gefügeuntersuchung**

Zur Darstellung des Gefüges müssen aus der polierten Oberfläche des Probekörpers Verunreinigungen und organische Stoffe gelöst werden.

Dazu werden in der Literatur verschiedene Möglichkeiten, z. B. das thermische Ätzen, beschrieben [7,31]. In mehreren Vorversuchen konnten mit den Methoden der Literaturquellen nur unbefriedigende Ergebnisse erzielt werden, was zu einem individuellen Versuchsaufbau führte.

Zuerst wurden die Probekörper im Zycromat Brennofen an Luft für 1-3h thermisch geätzt. Die Temperatur lag 50-100°C (im niedrigsten Fall 1300°C für bei 1350°C-Proben, da dies das untere Ende der Temperaturskala des Ofens ist) unterhalb der Sintertemperatur.

Das chemische Ätzen erfolgte in 85%iger Phosphorsäure für 15min bei einer Temperatur von 250°C. Eine längere Säureeinwirkzeit führte zu einer zu starken Zerstörung der Oberfläche, bei niedrigeren Temperaturen war die Säurewirkung zu gering.

Das Gefüge der Proben mit niedriger Sintertemperatur (1350°C und 1400°C) war nach 1-stündigem thermischen Ätzen nur schlecht zu erkennen, daher wurde die Ätzzeit hierfür auf 3h verlängert, was zu einem guten Ergebnis führte.

Mit diesem Versuchsaufbau wurde je ein Probenbruchstück pro Dicke und Sintertemperatur zunächst 1 h- bzw. 3 h thermisch- und danach 15 min chemisch geätzt.

Die Proben wurden mit dem Rasterelektronenmikroskop betrachtet und aufgenommen.



**Abb.20:** Rasterelektronenmikroskop

Es folgte die Messung der Korngröße mit dem Programm "image P2". Hierbei wurden die innerhalb und auf dem Rand eines beliebig gewählten Kreises befindlichen, Körner gezählt.

Die Gesamtzahl  $N$  der Körner wird nach der Formel:

$$N = a + (0,66 * b) \quad (22) \quad \begin{array}{l} a = \text{Körner innerhalb des Kreises} \\ b = \text{Körner auf Kreisrand} \end{array}$$

errechnet.

Die Anzahl der Körner auf dem Kreisrand, d.h. die sich nicht vollständig im Inneren des Kreises befindlichen Körner, wird mit dem Faktor 0,66 multipliziert; sie werden somit nur zu  $2/3$  gewertet.

Die Korngröße(-fläche)  $A_{\text{Korn}}$  wird nach der Formel:

$$A_{\text{Korn}} = A_{\text{Kreis}}/N \quad (23) \quad \begin{array}{l} A_{\text{Korn}} = \text{Kornfläche } [\mu\text{m}^2] \\ A_{\text{Kreis}} = \text{Kreisfläche } [\mu\text{m}^2] \\ N = \text{Anzahl Körner} \end{array}$$

errechnet.

Es wurden zwecks statistischer Auswertung pro Bild 5 Messungen durchgeführt.

## 6. Ergebnisse

Im Folgenden werden die in den durchgeführten Versuchen ermittelten Ergebnisse für die Biegefestigkeit, den Elastizitätsmodul, die kritische Risszähigkeit sowie die Weibullanalyse und Gefügeuntersuchung tabellarisch und graphisch dargestellt.

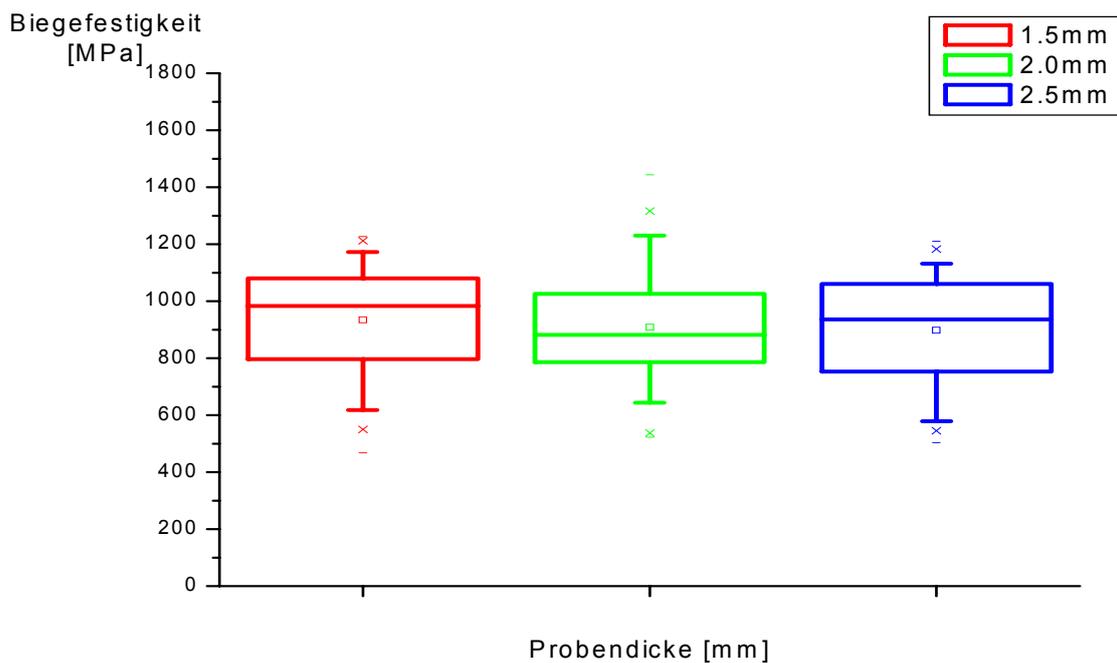
### 6.1 Biegefestigkeit

Der Mittelwert für die Biegefestigkeit beträgt 914 MPa. Damit entspricht die, für DCShrink ermittelte Biegefestigkeit den Literaturangaben zu Zirkoniumdioxid-keramiken (siehe Tab.1).

Die höchste Biegefestigkeit, 1060,9 MPa ( $\pm 96,95$  MPa), weisen die Proben mit einer Probenhöhe von 1,5mm bei einer Brenntemperatur von 1480°C auf. Die niedrigste Biegefestigkeit, 759,28 MPa ( $\pm 148,36$  MPa), hatten die Proben mit 2,0 mm Höhe bei 1350°C Brenntemperatur. Eine Übersicht aller Ergebnisse ist der Tabelle 3 zu entnehmen.

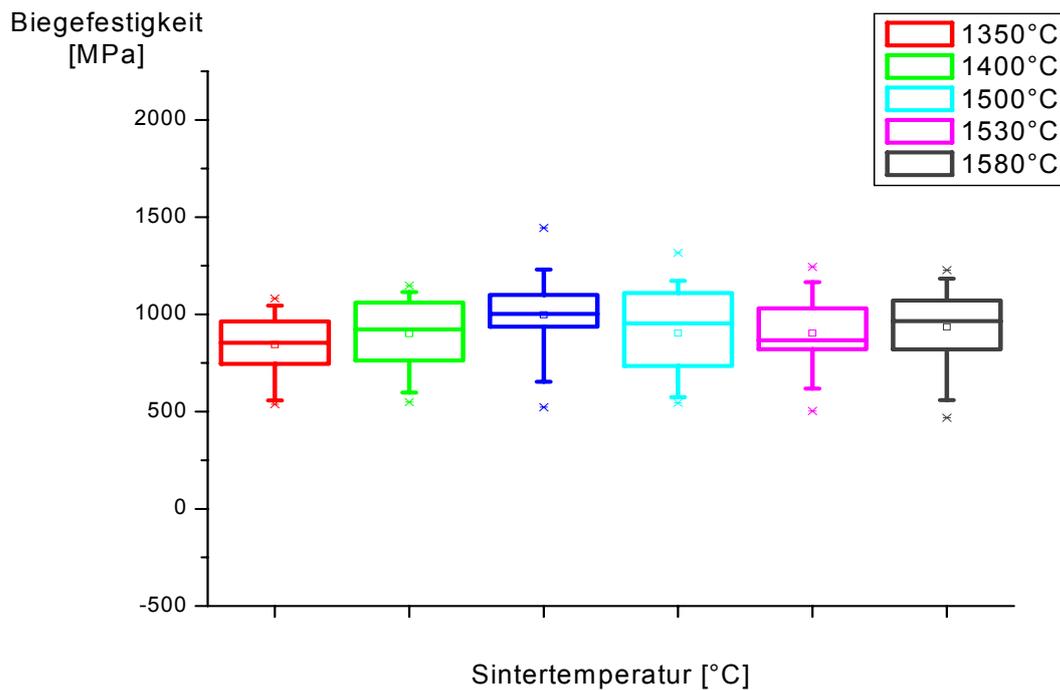
**Tab. 3:** Übersicht der Werte für die Biegefestigkeit [MPa]

Probenhöhe [mm]		Sintertemperatur [°C]					
		1350	1400	1480	1500	1530	1580
1,5	Mittelwert 1.	964,41	869,65	1060,90	898,62	858,21	958,33
	Standardabw. 2.	109,50	178,64	96,95	236,84	159,06	250,20
2,0	MW 1.	759,28	863,22	991,86	979,47	949,14	912,33
	SA 2.	148,36	144,29	272,30	189,72	155,00	132,85
2,5	MW 1.	808,49	969,64	940,81	832,12	901,49	935,04
	SA 2.	118,84	192,02	185,09	226,87	200,61	188,15



**Abb. 21:** Biegefestigkeit in Abhängigkeit zur Probenhöhe

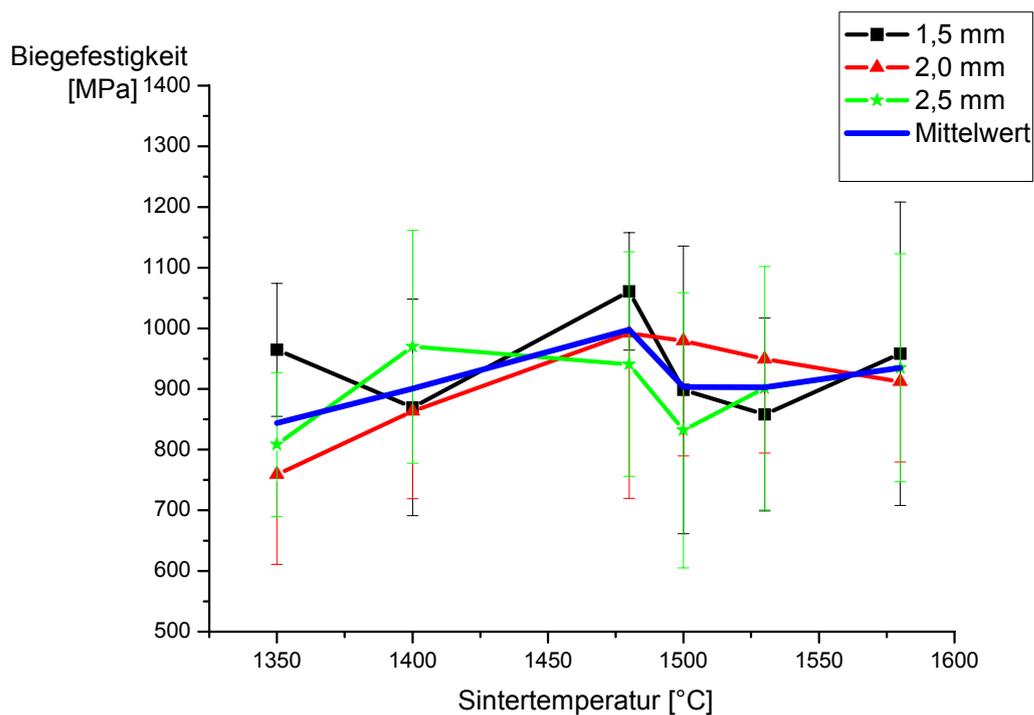
Im Box-Plot- Diagramm (Abb.21) ist die Biegefestigkeit in Abhängigkeit zur Probenhöhe graphisch dargestellt. Es konnten keine signifikanten Unterschiede für die drei geprüften Probehöhen festgestellt werden. Dies bestätigt auch die ANOVA-Varianzanalyse, wonach auf einem Signifikanzniveau von 0,05 keine signifikanten Unterschiede der Biegefestigkeitswerte bestehen.



**Abb. 22:** Biegefestigkeit in Abhängigkeit zur Sintertemperatur

In Abb. 22 sind die Biegefestigkeitswerte in Abhängigkeit zu den Sintertemperaturen dargestellt. Die höchste Biegefestigkeit wurde bei einer Temperatur von 1480°C erreicht. Sie lag bei dieser Brenntemperatur im Mittel bei 997,85 MPa ( $\pm 184,78$  MPa). Die geringste Biegefestigkeit erzielten die Proben bei 1350°C Brenntemperatur mit einem Wert von 884,06 MPa ( $\pm 125,56$  MPa).

Bei 1400°C Brenntemperatur betrug die Biegefestigkeit 900,84MPa ( $\pm 171,65$ MPa), bei 1500°C 903,4MPa ( $\pm 217,8$ MPa) und 1530°C 902,95MPa ( $\pm 171,56$ MPa). Bei 1580°C kam es wieder zu einem leichten Anstieg auf einen Mittelwert von 935,24 MPa ( $\pm 150,73$  MPa).



**Abb. 23:** Biegefestigkeit in Abhängigkeit von der Sintertemperatur pro Probenhöhe

Der bereits im Box-Plot- Diagramm in Abb. 22 deutlich werdende Trend mit einem Biegefestigkeitsmaximum bei einer Brenntemperatur von 1480°C wird auch in Abb. 23 deutlich. Hier sind die Werte der Biegefestigkeiten der drei Probenhöhen über der jeweiligen Sintertemperatur aufgetragen.

Es zeigt sich, dass sowohl bei 1,5mm Probenhöhe als bei 2,0mm das Maximum bei 1480°C erreicht wird. Bei den Proben mit einer Höhe von 2,5mm liegt der höchste Wert bei einer Temperatur 1400°C (vgl.Tab3).

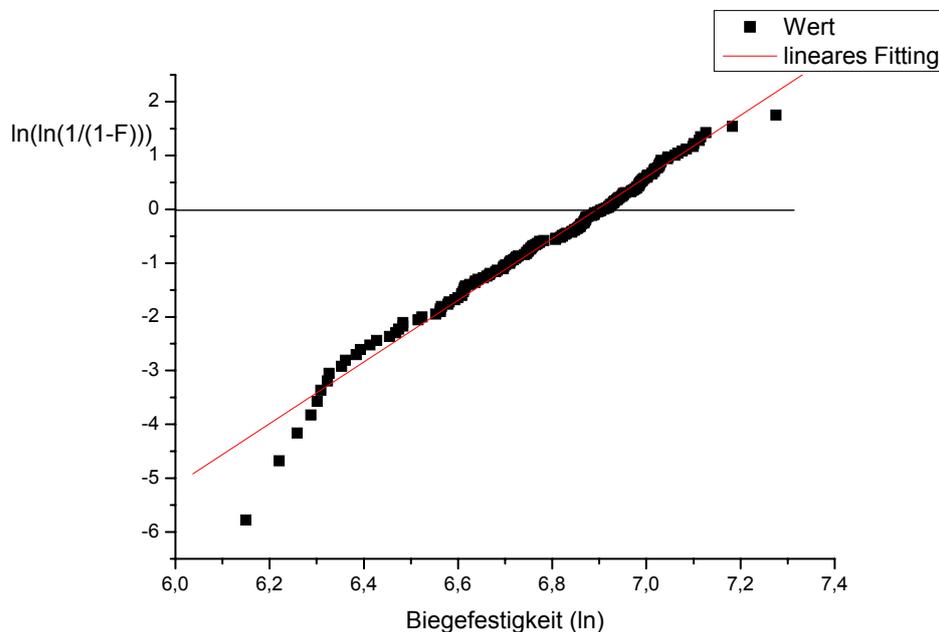
## 6.2 Weibullfestigkeit

In Tabelle 4 sind die theoretisch in der Weibullanalyse ermittelten Werte ( $m$  und  $\sigma_0$ ) dargestellt. Der größte Weibullmodul wird bei einer Brenntemperatur von 1350°C erreicht, der kleinste bei 1500°C.

Die Proben, welche bei 1480°C gebrannt wurden, hatten die größte Weibullfestigkeit. Hingegen wurde die geringste Weibullfestigkeit bei 1350°C ermittelt.

**Tab. 4:** Weibullmodul ( $m$ ), Weibullfestigkeit  $\sigma_0$  in Abhängigkeit zur Sintertemperatur für alle Probenhöhen

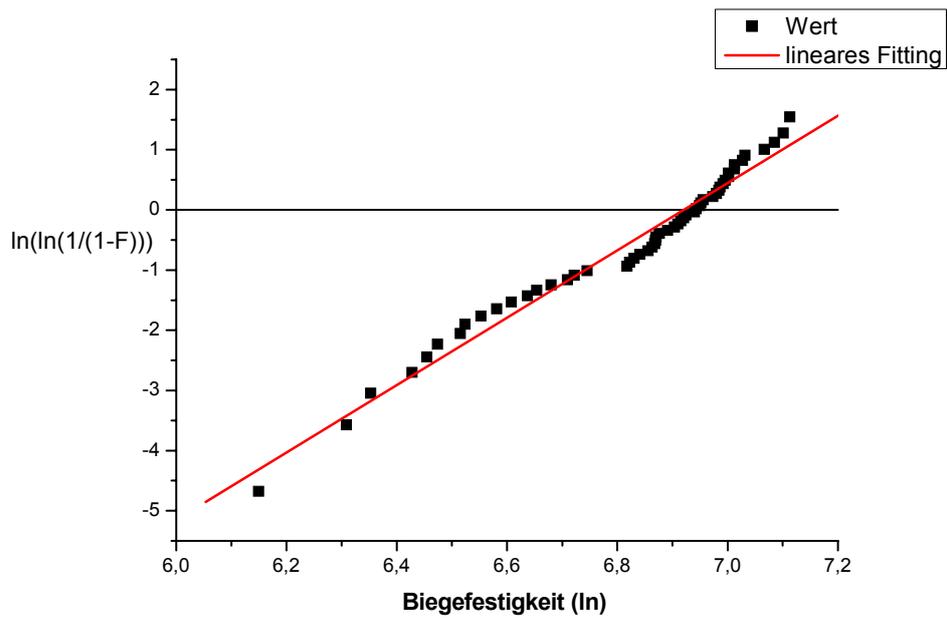
Sintertemperatur [°C]	Weibullmodul $m$	Weibullfestigkeit $\sigma_0$ [MPa]
1350	6,41	906,87
1400	5,97	972,63
1480	5,72	1085,72
1500	4,72	992,27
1530	6,2	972,63
1580	5,37	1012,32



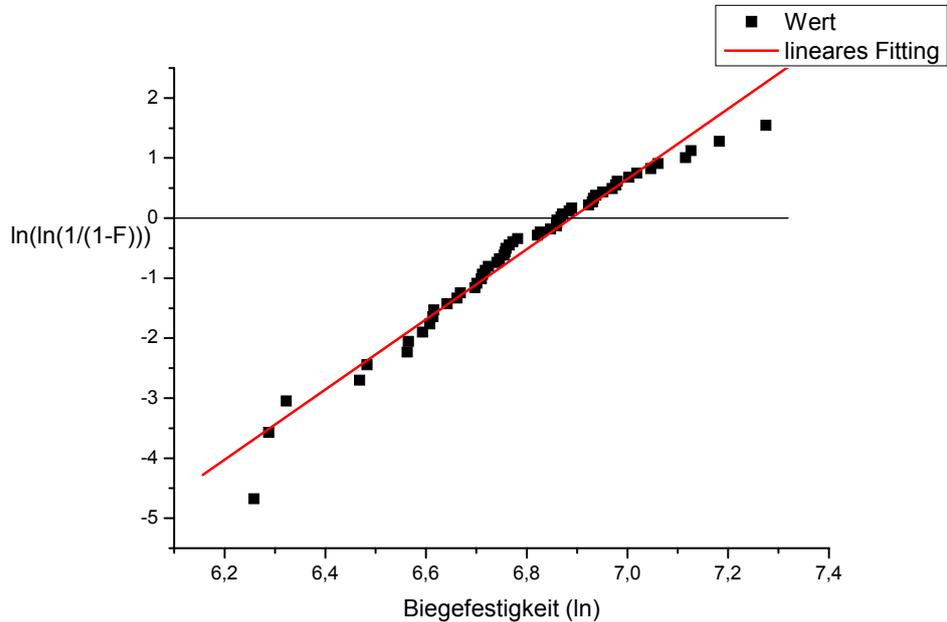
**Abb. 24:** Weibullplot über alle Probenhöhen und Sintertemperaturen

Abbildung 24 zeigt den Weibullplot für alle gemessenen Werte. Hierfür ergibt sich ein Weibullmodul von 5,73 und eine Weibullfestigkeit von 992,27 MPa.

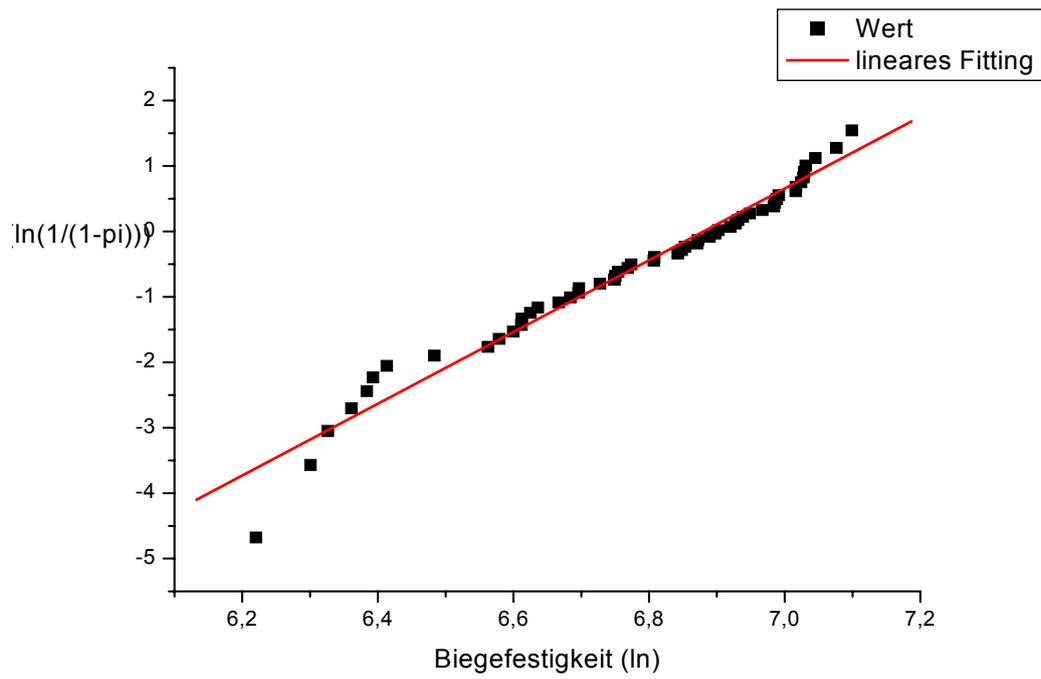
In den folgenden Abbildungen 25 bis 27 sind die Weibullplots für die einzelnen Probenhöhen, 1,5 mm, 2,0 mm sowie 2,5 mm, jeweils über alle Brenntemperaturen dargestellt. Für die Proben mit 1,5 mm Höhe beträgt der Weibullmodul  $m$  5,6 und die Weibullfestigkeit 1012,32 MPa, für 2,0 mm 5,85 und 982,4 MPa und für 2,5 mm 5,48 und 982,4 MPa.



**Abb. 25:** Weibullplot, Probenhöhe 1,5mm über alle Sintertemperaturen



**Abb. 26:** Weibullplot, Probenhöhe 2,0 mm über alle Sintertemperaturen

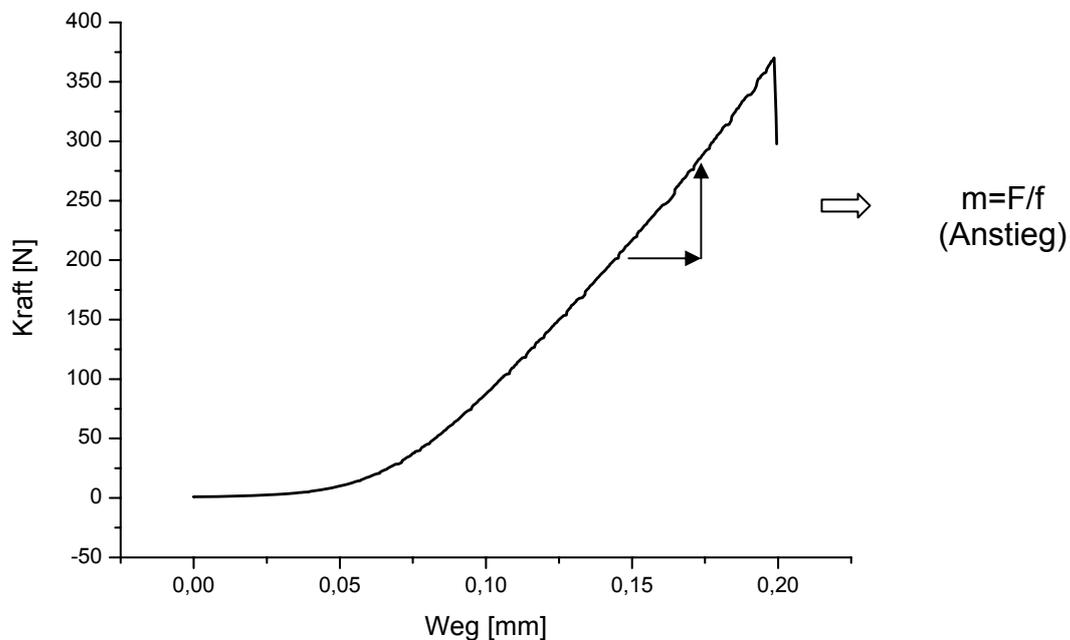


**Abb. 27:** Weibullplot, Probenhöhe 2,5mm über alle Sintertemperaturen

### 6.3 Elastizitätsmodul

Aus Abb. 28 wird deutlich, dass es im Dreipunkt- Biegeversuch zu einer Durchbiegung der Probekörper kommt und diese auch größer als 0,2% ist. Daher ist der Elastizitätsmodul, wie unter 2.3.2 beschrieben, nach Gleichung 7 zu berechnen.

Im Dreipunktbiegetest entspricht der Weg, den der Prüfstempel bis zum Bruch zurücklegt, der Durchbiegung des Prüfkörpers. Graphisch ist sie der Steigung des Kraft-/ Weg- Diagramms zu entnehmen, welche gleich dem Quotienten aus  $F/f$  (Gleichung 7) ist.



**Abb. 28:** Kraft-Weg- Diagramm (Probenhöhe 1,5 mm, Balken 1, 1.Messung, Sinter-temperatur 1350°C)

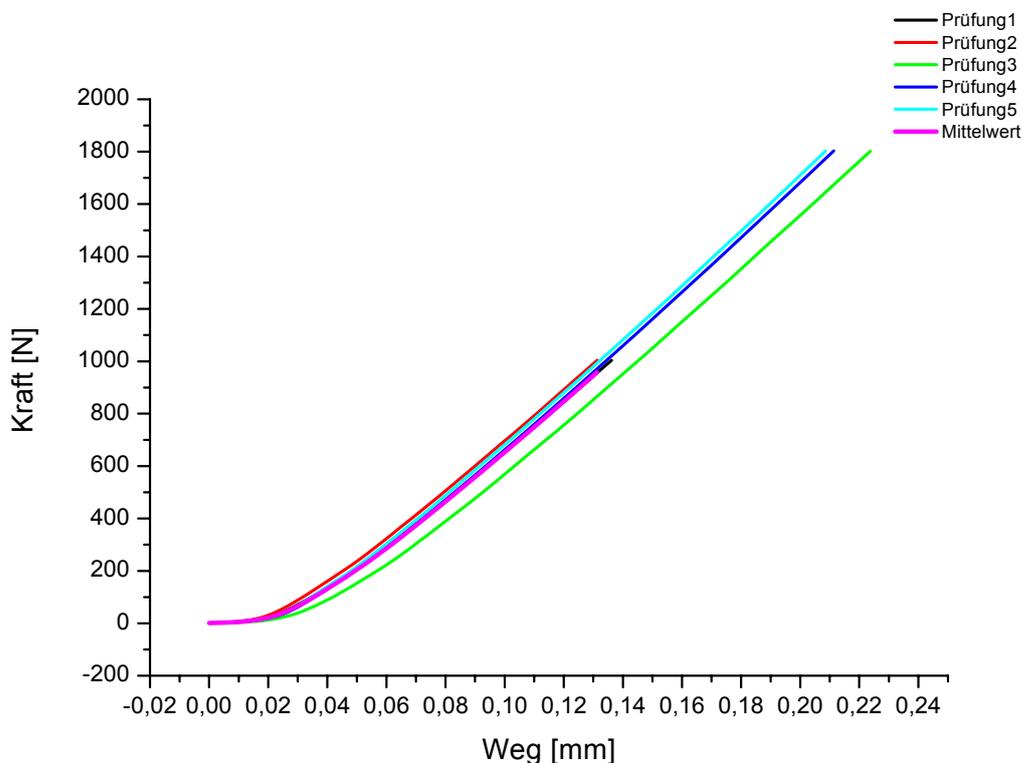
Die Berechnung des E- Moduls ergibt einen mittleren E-Modul von 49.277 MPa, also nur ein Viertel des zu erwartenden (Literaturangaben bei etwa 210 GPa) E- Moduls, was einer Abweichung von 75% entspricht.

Das Umstellen der Gleichung 7 nach  $f$ , wobei  $E = 210 \text{ GPa}$  gelten sollte, zeigte, dass zum Erreichen realistisch großer Werte für den E- Modul, die Verformung höchstens 25% der gemessenen Verformung betragen durfte.

Systemische Fehler innerhalb des Versuchsaufbaus konnten ausgeschlossen werden. Ein Eindringen des Stempels ins Bohrfutter und die nichtplane Auflage des Prüfkörpers wurden weitestgehend eliminiert, so dass auf eine Eigenverformung der Prüfmaschine geschlossen werden musste.

Auf Grund der großen Kräfte, die bis zum Versagen der Zirkonoxidprüfkörper, aufgebracht werden müssen (1000- 1500N) muss die Schlussfolgerung gezogen werden, dass eine Eigenverformung der Prüfmaschine zu berücksichtigen ist. Um diese zu bestimmen, wurde an der Zwick 010, einem Tischgerät, eine Eigenprüfung durchgeführt.

In einer Prüfreihe (n=5) wurde der Stempel bis maximal 1803 N (siehe Tab.5) gegen einen Stahlblock 20x160x200 mm gedrückt (Abb.29). Bei der angewandten Kraft war noch nicht mit einer Deformation des Stahlblocks zu rechnen, sie war aber größer, als die Kräfte, die bei der Prüfung von Zirkonoxidkeramik benötigt werden.



**Abb. 29:** Prüfreihe zur Bestimmung der mittleren Maschineneigenverformung

**Tab. 5:** Bei der Maschinenprüfung ermittelte Werte

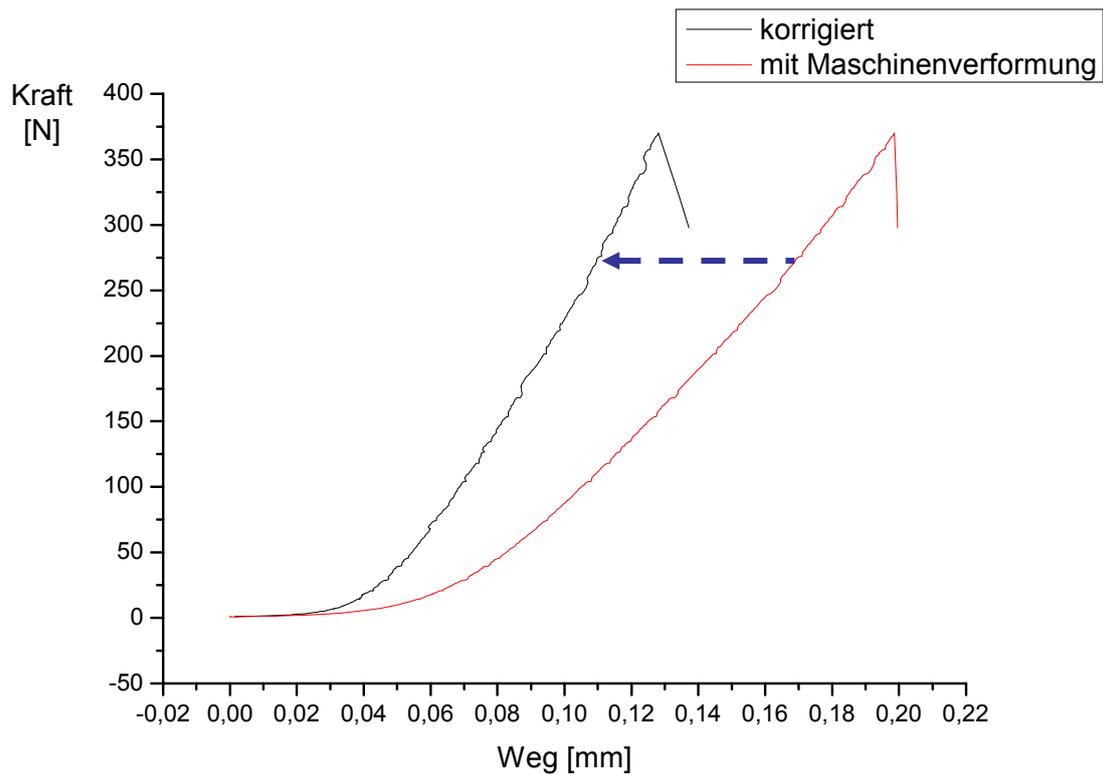
Prüfung	Weg (mm)	Kraft(N)	Steigung
1	0,14	1003,8	9781,76
2	0,13	1004	9690,83
3	0,22	1802	10192,72
4	0,21	1803,3	10519,26
5	0,21	1802,2	10721,42
<b>Mittelwert</b>	<b>0,18</b>	<b>1483,1</b>	<b>10181,2</b>

Betrachtet man Abb. 29 wird deutlich, dass, obwohl es zu keiner Verformung des Stahlblocks kommt, ein Weg von 0,14-0,22 mm zurückgelegt wird. Dieser ist die Eigenverformung der Maschine inklusive eingespannter Prüfstempel.

Es ist davon auszugehen, dass es beim Aufbringen von Kräften dieser Dimension zu einer Stauchung der einzelnen Maschinenteile kommt, die sich als zurückgelegter Weg im Diagramm widerspiegelt.

Die Mittelwertkurve der 5 Messungen wurde als mittlere Verformung der Maschine festgelegt.

Mit der Software Origin 7.5 konnten die im Mittel von der Maschine in der „Leerprüfung“ zurück gelegten Werte von denen der Keramikprüfung subtrahiert werden. Es ergibt sich ein Graph mit einer größeren Steigung, welche einer verminderten Durchbiegung entspricht.



**Abb. 30:** Reale Durchbiegungskurve durch Subtraktion der Maschineneigenverformung (Probenhöhe 1,5 mm, Balken 1, 1.Messung, Sintertemperatur 1350°C)

**Tab. 6:** Vergleichswerte ohne/mit Subtraktion der Kurven Abb.30

	Steigung	E- Modul [MPa]
Probe ohne Subtraktion	3268,17	95.229,25
Probe mit Subtraktion	5263,15	145.692,00

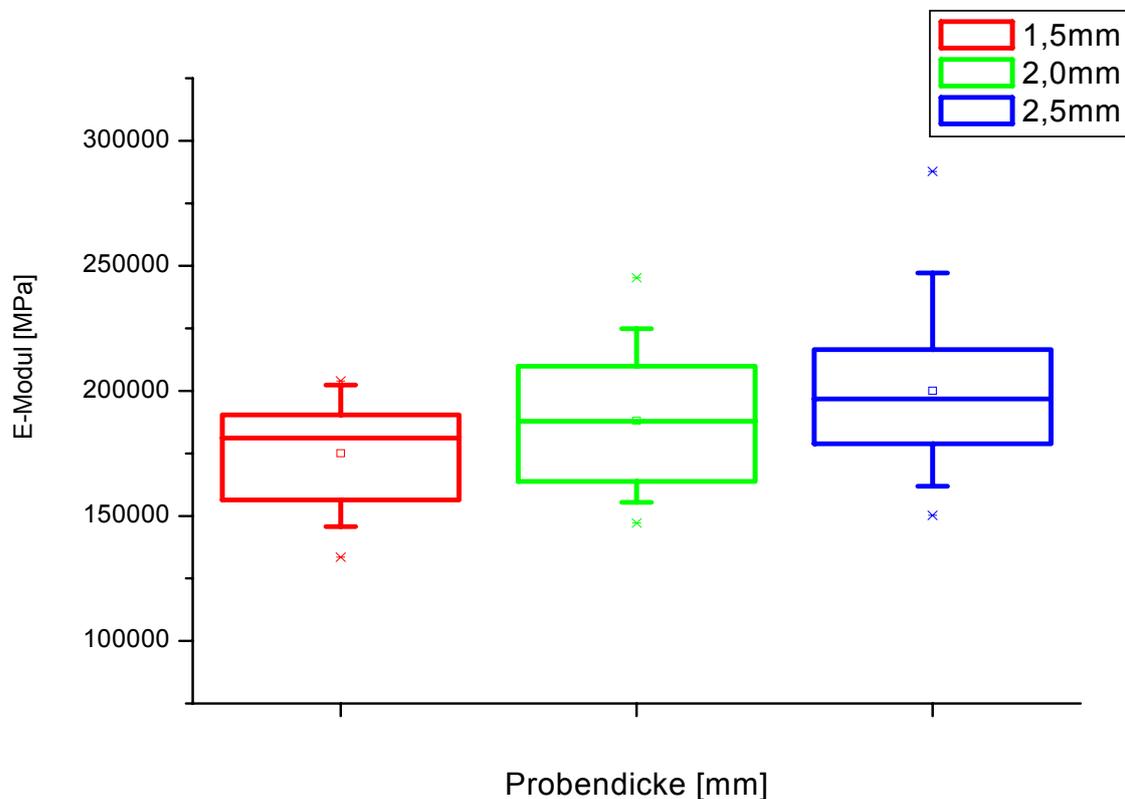
Die Berechnung der Elastizitätsmodule erfolgte mit den wie oben beschrieben bereinigten Messwerten und führte zu Ergebnissen, die im Bereich der zu erwartenden E- Module lagen.

In Tabelle 7 sind die Ergebnisse der E- Modul Berechnungen dargestellt:

**Tab. 7:** Übersicht der Werte für den Elastizitätsmodul [MPa]

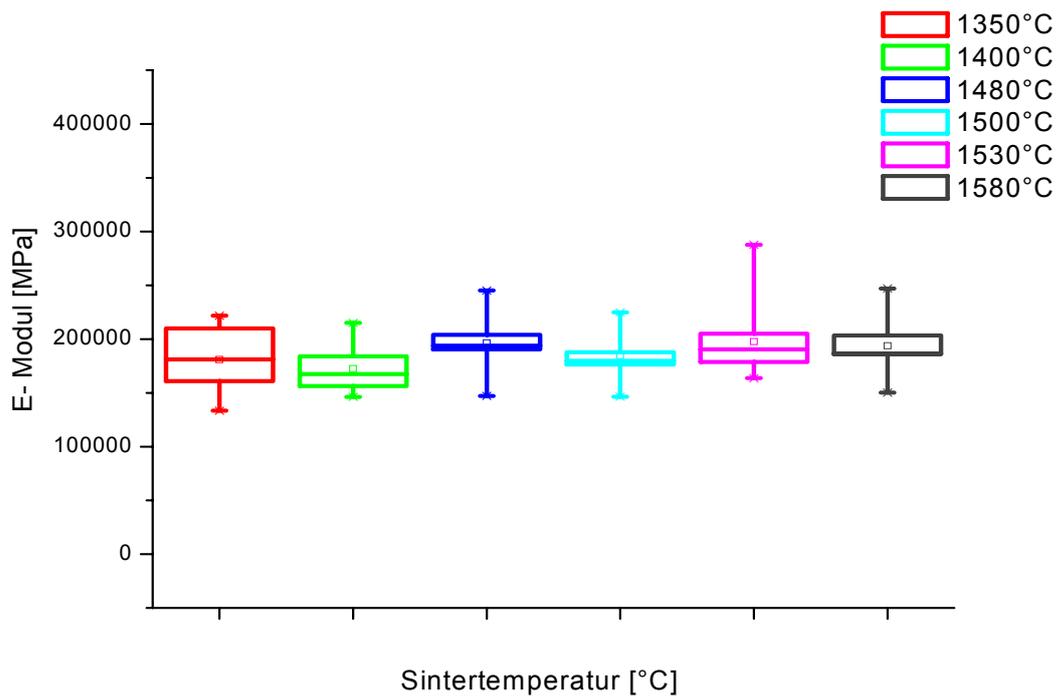
1. Mittelwerte und 2. Standardabweichungen

Probenhöhe [mm]			Sintertemperatur [°C]					
			1350	1400	1480	1500	1530	1580
1,5	MW	1.	153.441	156.733	196.086	165.588	187.022	191.585
	SA	2.	24.735	10.568	7.016	17.196	7.187	9.323
2,0	MW	1.	177.956	170.241	194.954	207.988	182.039	195.104
	SA	2.	27.679	14.273	49.103	18.698	27.527	19.230
2,5	MW	1.	211.709	191.073	198.262	180.998	223.856	194.662
	SA	2.	13.158	26.991	30.394	5.919	56.874	48.954



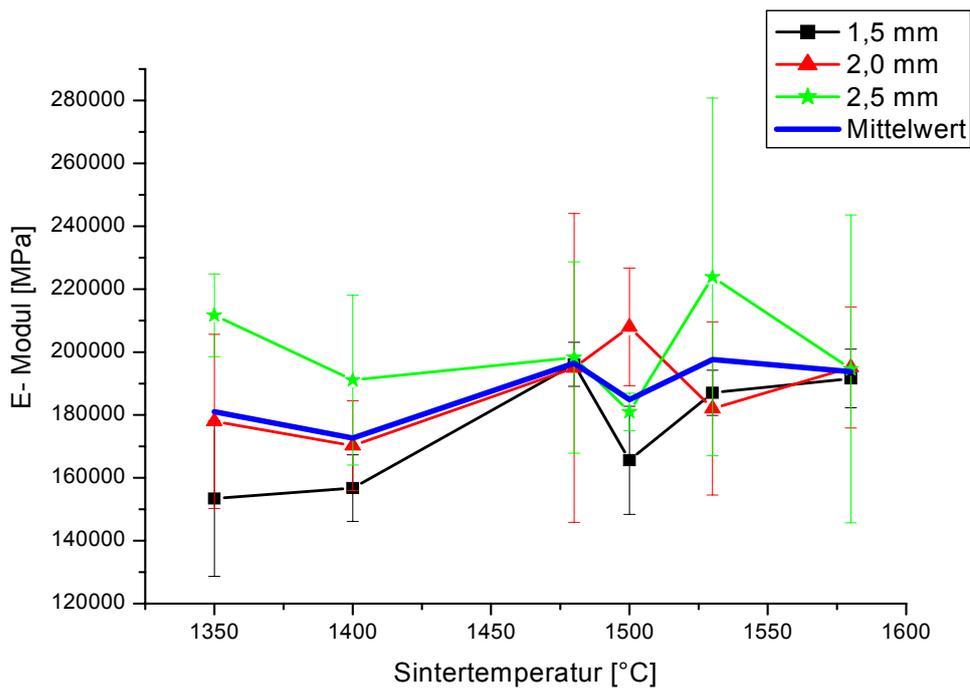
**Abb. 31:** Elastizitätsmodul in Abhängigkeit zur Probenhöhe

Sowohl aus den Werten in Tabelle 7 als auch aus Abb.31 ist zu erkennen, dass die ermittelten Werte für den E-Modul mit zunehmender Probendicke im Mittel eine steigende Tendenz aufweisen. So ergibt sich für eine Probendicke von 1,5 mm ein Mittelwert von 175.075 MPa ( $\pm 12.670$  MPa), für 2 mm 188.047 MPa ( $\pm 26.085$  MPa) und für 2,5 mm 200.093 MPa ( $\pm 30.381$  MPa).



**Abb. 32:** Elastizitätsmodul in Abhängigkeit zur Sintertemperatur

In Abb.32 wird deutlich, dass bei den verschiedenen Sintertemperaturen kein klarer Trend für die Werte des Elastizitätsmoduls zu erkennen ist, jedoch kommt es auch nicht zu signifikanten Abweichungen. Der niedrigste Mittelwert für den E-Modul wird für die bei 1400°C gebrannten Proben errechnet und liegt bei 172.682 MPa ( $\pm 28837$  MPa). Der höchste Mittelwert, 197.639 MPa ( $\pm 30529$  MPa), wird bei 1530°C Brenntemperatur erzielt.



**Abb. 33:** E- Modul in Abhängigkeit von der Sintertemperatur pro Probenhöhe

Stellt man die Werte für den E- Modul in Abhängigkeit zur Sintertemperatur und der Probendicke, wie in Abb.33 graphisch dar, verdeutlicht der Verlauf der Graphen, dass mit größerer Probenkörperdicke im Mittel höhere Werte für den E- Modul errechnet wurden. In Bezug auf die Sintertemperatur wird auch in dieser Darstellungsform deutlich, dass kein klarer Trend zu erkennen ist.

Proben von 2mm Stärke erreichen maximale Werte bei einer Brenntemperatur von 1500°C, während die Werte der 1,5mm sowie 2,5mm Proben bei dieser Brenntemperatur deutlich niedriger sind als bei 1480°C bzw. 1530°C.

Die Varianzanalyse ergab bei einem Signifikanzniveau von  $p=0,05$ , dass sich die für den Elastizitätsmodul ermittelten Werte signifikant unterscheiden.

## 6.4 Kritische Risszähigkeit

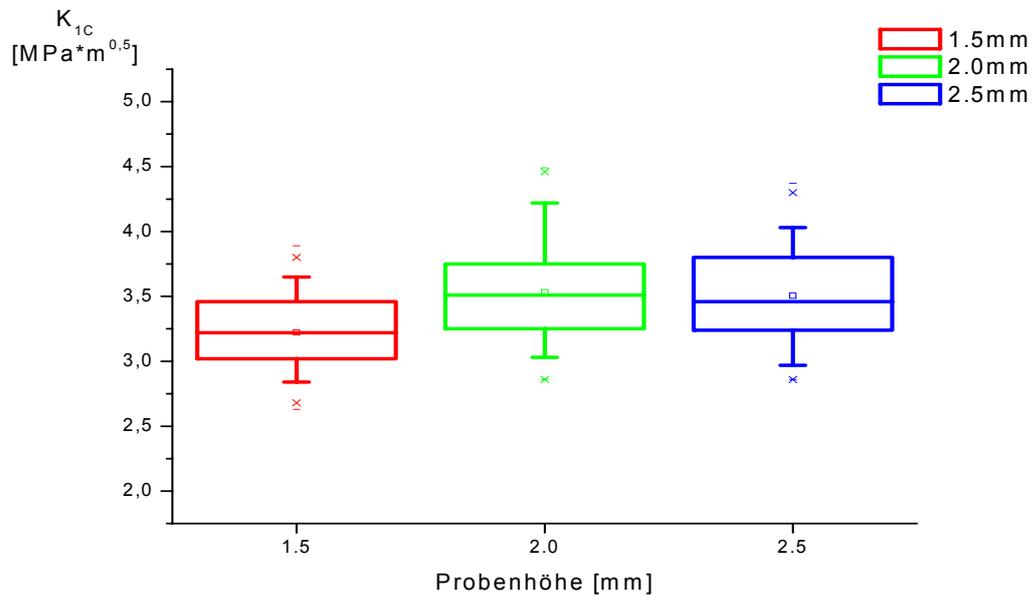
Der Mittelwert der kritischen Risszähigkeit betrug, berechnet mit der Gleichung 14, 3,43 MPa $\sqrt{m}$  ( $\pm 0,23$ MPa $\sqrt{m}$ ). Damit wurde ein Wert erzielt, der deutlich unter in der Literatur angegebenen Werten für Zirkoniumdioxidkeramiken mit 7-10 MPa $\sqrt{m}$  liegt.

**Tab. 8:** Übersicht der Werte für die kritische Risszähigkeit [MPa $\sqrt{m}$ ]

1. Mittelwerte und 2. Standardabweichungen

Probenhöhe [mm]			Sintertemperatur [°C]					
			1350	1400	1480	1500	1530	1580
1,5	MW	1.	3,29	2,96	3,35	3,00	3,28	3,46
	SA	2.	0,32	0,08	0,21	0,23	0,16	0,17
2,0	MW	1.	3,77	3,35	3,55	3,58	3,42	3,53
	SA	2.	0,36	0,32	0,39	0,37	0,39	0,20
2,5	MW	1.	3,89	3,55	3,48	3,20	3,50	3,42
	SA	2.	0,27	0,27	0,28	0,15	0,39	0,43

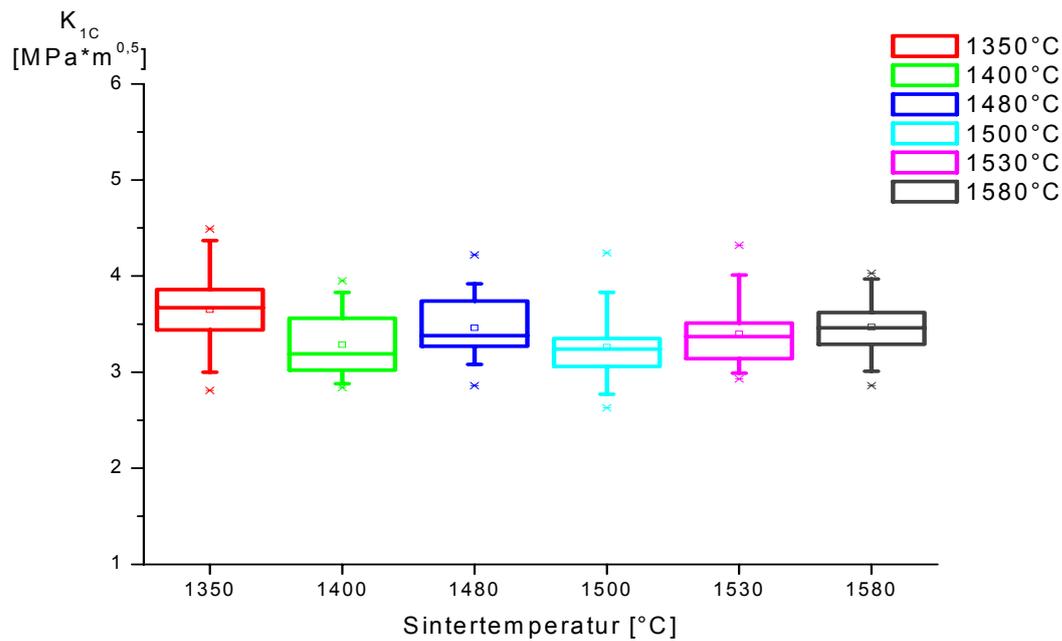
Tabelle 8 gibt eine Übersicht der  $K_{1C}$ - Mittelwerte für alle Brenntemperaturen und Probenhöhen. Der niedrigste  $K_{1C}$ - Wert wurde für 1,5mm Proben bei einer Brenntemperatur von 1400°C errechnet und beträgt 2,96 MPa $\sqrt{m}$  ( $\pm 0,08$  MPa $\sqrt{m}$ ). Der Maximalwert von 3,89 MPa $\sqrt{m}$  ( $\pm 0,27$  MPa $\sqrt{m}$ ) wurde bei einer Probenhöhe von 2,5mm und 1350°C Brenntemperatur erreicht.



**Abb. 34:**  $K_{1C}$ - Werte in Abhängigkeit zur Probenhöhe

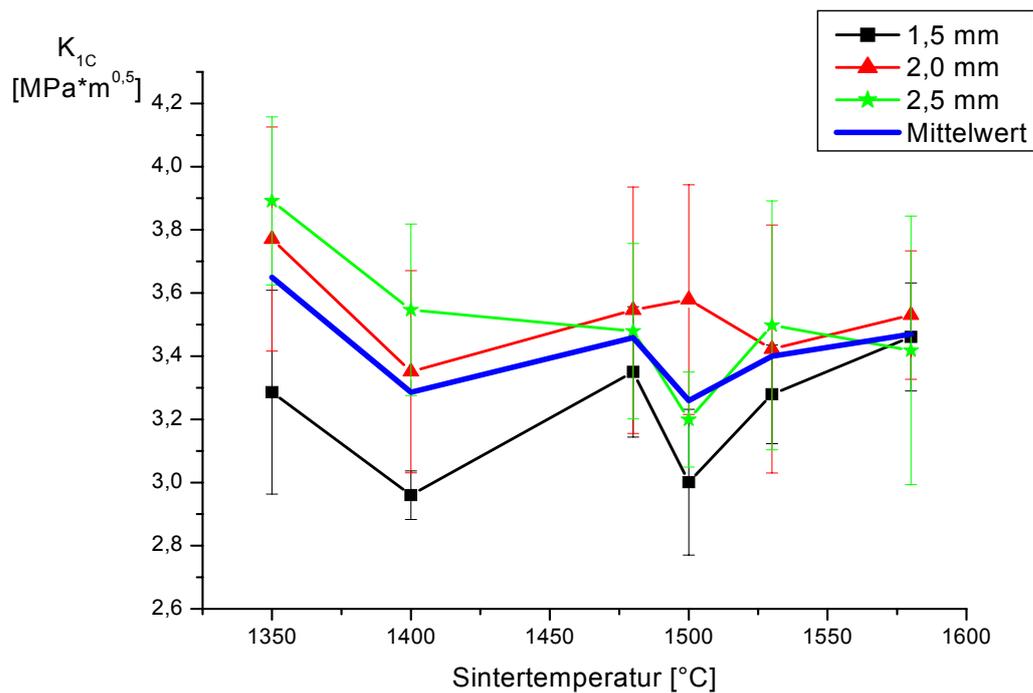
In Abb. 34 ist der  $K_{1C}$ - Wert in Abhängigkeit zur Probenhöhe dargestellt. Der Mittelwert für 1,5 mm Probenhöhe beträgt 3,2  $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  ( $\pm 0,19 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ). Bei den 2 mm sowie den 2,5 mm Proben betrug der Mittelwert 3,5  $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  ( $\pm 0,34 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  bzw.  $\pm 0,3 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ ).

Es ist somit ein minimaler Anstieg des  $K_{1C}$ - Wertes zwischen 1,5 mm und 2 mm bzw. 2,5 mm Probenhöhe festzustellen.



**Abb. 35:**  $K_{1C}$ - Werte in Abhängigkeit zur Sinteremperatur

Betrachtet man die Boxplot-Diagramme in Abb. 35, in der die Abhängigkeit des  $K_{1C}$ -Wertes zur Sinteremperatur dargestellt ist, wird deutlich, dass im Bereich der geprüften Brenntemperaturen kein klarer Trend für den  $K_{1C}$ -Wert zu erkennen ist. Der höchste mittlere  $K_{1C}$ -Wert wird bei 1350°C erreicht und beträgt 3,65 MPa $\cdot$  $\sqrt{m}$  ( $\pm 0,31$  MPa $\cdot$  $\sqrt{m}$ ). Bei 1400°C beträgt er nur noch 3,28 MPa $\cdot$  $\sqrt{m}$  ( $\pm 0,22$  MPa $\cdot$  $\sqrt{m}$ ), steigt aber bei 1480°C Brenntemperatur wieder auf 3,46 MPa $\cdot$  $\sqrt{m}$  ( $\pm 0,29$  MPa $\cdot$  $\sqrt{m}$ ) an. Bei einer Temperatur von 1500°C wird der geringste Mittelwert für die kritische Risszähigkeit erreicht. Sie beträgt hier 3,26 MPa $\cdot$  $\sqrt{m}$  ( $\pm 0,25$  MPa $\cdot$  $\sqrt{m}$ ). Bei den Brenntemperaturen 1530°C und 1580°C steigen die  $K_{1C}$ -Werte wieder an. Sie betragen 3,4 MPa $\cdot$  $\sqrt{m}$  ( $\pm 0,31$  MPa $\cdot$  $\sqrt{m}$ ) bzw. 3,47 MPa $\cdot$  $\sqrt{m}$  ( $\pm 0,26$  MPa $\cdot$  $\sqrt{m}$ ).



**Abb. 36:**  $K_{1C}$ - Werte in Abhängigkeit zur Probenhöhe über alle Sintertemperaturen

Die Graphen in Abb. 36 verdeutlichen, dass eine Betrachtung jeder Probenhöhe in Abhängigkeit zur Brenntemperatur eine ähnliche Tendenz zeigt, wie die Gesamtauswertung. Lediglich bei 1500°C weichen die Werte der Proben mit 2 mm Höhe ab. Hier wird mit 3,58 MPa\* $\sqrt{m}$  ( $\pm 0,37$  MPa\* $\sqrt{m}$ ) der zweithöchste Wert erreicht. Die jeweiligen Mittelwerte sind der Tabelle 8 zu entnehmen.

An Hand der graphischen Darstellungen der  $K_{1C}$ -Werte wird ersichtlich, dass keine klare Abhängigkeit zwischen Brenntemperatur, Probenhöhe und Größe des  $K_{1C}$ - Wertes zu erkennen ist. Jedoch bestehen signifikante Unterschiede zwischen den einzelnen Werten. Dies bestätigt auch die ANOVA- Varianzanalyse auf einem 0,05 Signifikanzniveau.

## 6.5 Gefügedarstellung

### 6.5.1 Gefügedarstellung

Die Behandlung der Probekörper durch thermisches Ätzen wurde, wie unter 5.11 beschrieben, durchgeführt. Die anschließende Betrachtung der Proben unter dem Rasterelektronenmikroskop erfolgte bei 5.000- sowie 10.000facher Vergrößerung. Jede Probe wurde im Bild festgehalten. Die Aufnahmen der Proben sind dem Anhang dieser Arbeit (Abbildungen 46- 63) zu entnehmen.

Da nicht alle Abbildungen Platz gefunden haben, ist von jeder Probe nur eine Aufnahme enthalten. Des Weiteren ist auf den Maßstab der Abbildungen zu achten, da, zur Veranschaulichung Abbildungen in 5.000-, als auch in 10.000facher Vergrößerung enthalten sind.

### 6.5.2 Korngrößen

In Tabelle 9 sind die jeweiligen Korngrößen für alle Probenhöhen und alle Sinter-temperaturen dargestellt. Die Proben wurden unter dem Rasterelektronenmikroskop untersucht und die Werte, wie in 5.11 beschrieben, ermittelt.

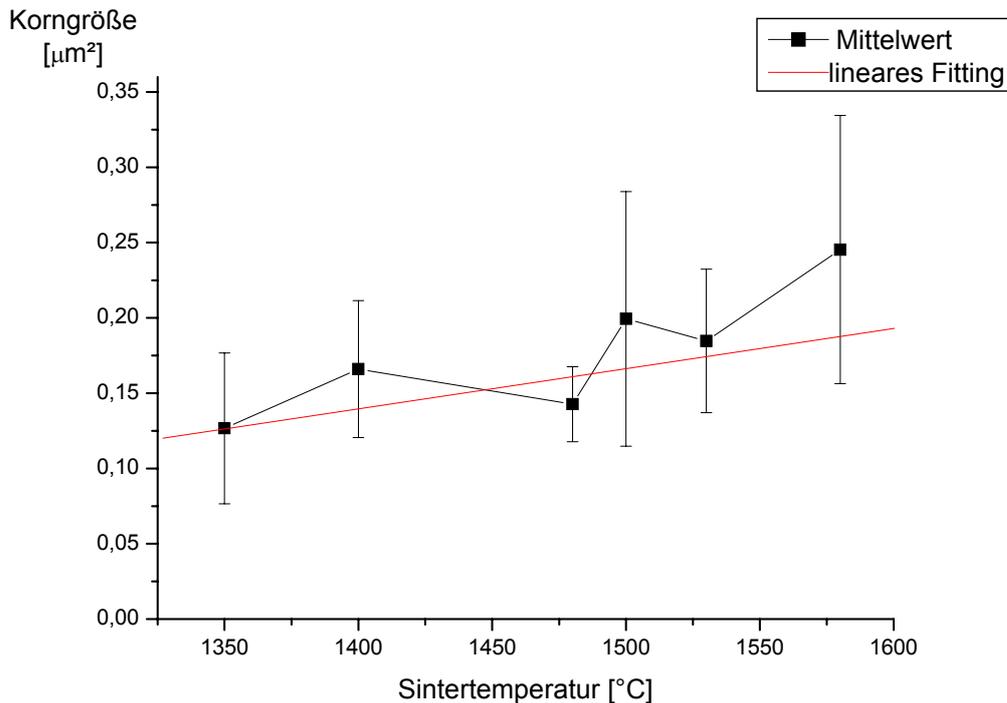
Die größten Körner entstanden bei 2,0 mm Probenhöhe und einer Sintertemperatur von 1580°C. Es ergab sich ein Mittelwert von  $0,32 \mu\text{m}^2$  ( $\pm 0,05 \mu\text{m}^2$ ).

Die kleinste Korngröße ergab sich, mit einem Mittelwert von  $0,08 \mu\text{m}^2$  ( $\pm 0,02 \mu\text{m}^2$ ), bei 1350°C Brenntemperatur und einer Probenhöhe von 2,5 mm.

In der letzten Zeile sind die Mittelwerte und Standardabweichungen für die Proben aller Höhen bei der jeweiligen Brenntemperatur zusammengefasst.

**Tab. 9:** Übersicht der ermittelten Korngrößen

Probenhöhe [mm]		Sintertemperatur [°C]					
		1350	1400	1480	1500	1530	1580
1,5	Mw [ $\mu\text{m}^2$ ]	0,18	0,18	0,17	0,31	0,14	0,14
	Stabw.	0,04	0,03	0,02	0,05	0,03	0,03
2,0	Mw [ $\mu\text{m}^2$ ]	0,11	0,20	0,13	0,14	0,19	0,32
	Stabw.	0,03	0,03	0,02	0,01	0,02	0,05
2,5	Mw [ $\mu\text{m}^2$ ]	0,08	0,12	0,13	0,15	0,23	0,28
	Stabw.	0,02	0,02	0,01	0,01	0,04	0,04
<b>Proben Gesamt</b>	<b>Mw [<math>\mu\text{m}^2</math>]</b>	<b>0,12</b>	<b>0,16</b>	<b>0,14</b>	<b>0,20</b>	<b>0,18</b>	<b>0,24</b>
	<b>Stabw.</b>	<b>0,03</b>	<b>0,03</b>	<b>0,02</b>	<b>0,02</b>	<b>0,03</b>	<b>0,04</b>

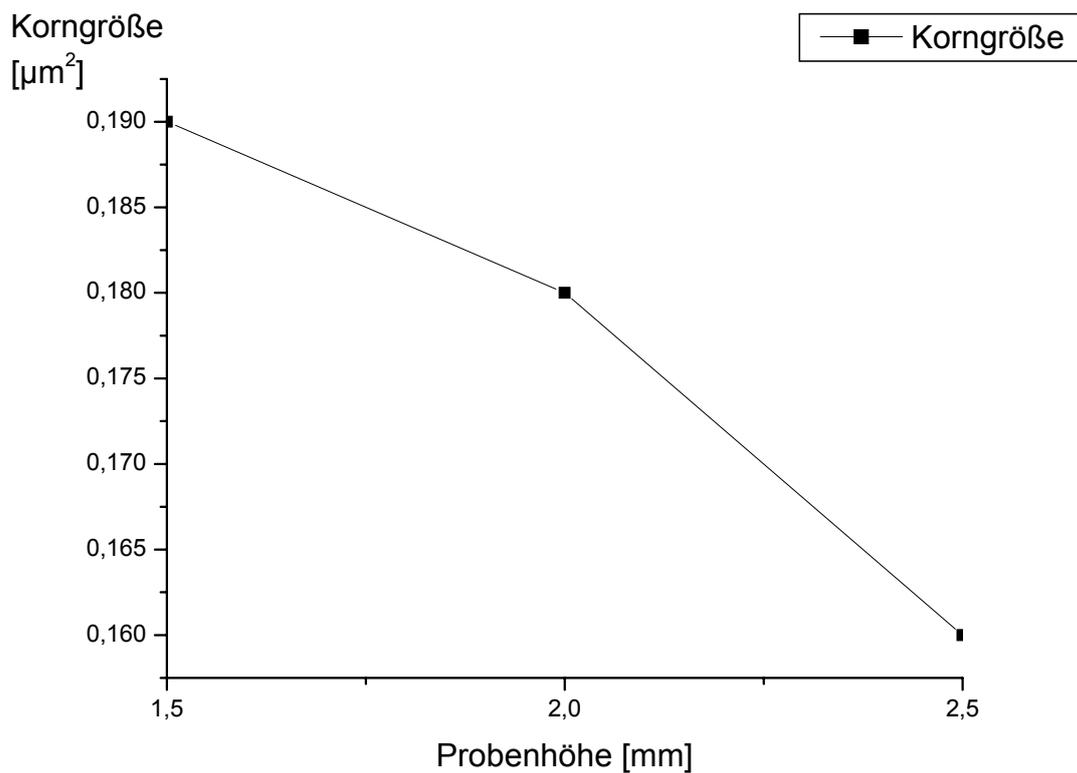


**Abb. 37:** Korngröße in Abhängigkeit von der Sinteremperatur über alle Probenhöhen, lineares Fitting

Abbildung 37 zeigt die Korngrößen aller Proben für die jeweilige Sinteremperatur.

Nach einem Anstieg der Korngrößen von 1350°C,  $0,12 \mu\text{m}^2 (\pm 0,03 \mu\text{m}^2)$ , zu 1400°C,  $0,16 \mu\text{m}^2 (\pm 0,03 \mu\text{m}^2)$  ist zu erkennen, dass bei 1480°C der Mittelwert der Korngrößen wieder abfällt. Er beträgt  $0,14 \mu\text{m}^2 (\pm 0,02 \mu\text{m}^2)$ .

Bei 1500°C kommt es zu einem sprunghaften Anstieg auf  $0,20 \mu\text{m}^2 (\pm 0,02 \mu\text{m}^2)$ , wird jedoch bei 1530°C mit  $0,18 \mu\text{m}^2 (\pm 0,03 \mu\text{m}^2)$  wieder etwas kleiner. Der größte Wert wird bei 1580°C Brenntemperatur erreicht. Hier liegen die Mittelwerte der Korngröße bei  $0,24 \mu\text{m}^2 (\pm 0,04 \mu\text{m}^2)$ .



**Abb. 38:** Korngröße in Abhängigkeit zur Probenhöhe

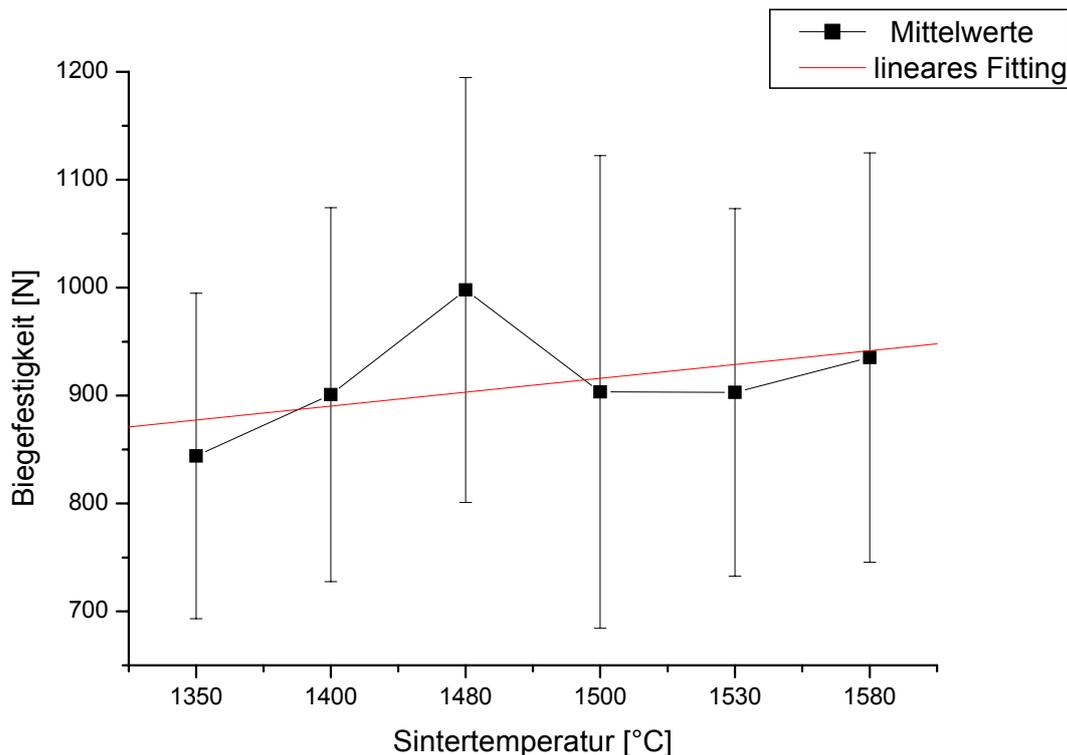
Betrachtet man, wie in Abbildung 38 dargestellt, die Mittelwerte der Korngrößen für die jeweiligen Probenhöhen, welche bei 1,5 mm  $0,19 \mu\text{m}^2$ , 2,0 mm  $0,18 \mu\text{m}^2$  bei 2,5 mm  $0,16 \mu\text{m}^2$  betragen, wird deutlich, dass mit steigender Probenhöhe die Korngröße abnimmt. Die ANOVA Varianzanalyse ergab, dass die Unterschiede zwischen den Probehöhen signifikant sind.

## 7. Diskussion

Im folgenden Kapitel werden die, für die einzelnen Parameter, ermittelten Ergebnisse für sich und im Zusammenhang kritisch betrachtet und diskutiert.

### 7.1 Biegefestigkeit

In einer Gegenüberstellung der Biegefestigkeitswerte zu den drei Probekörperhöhen konnten keine signifikanten Unterschiede festgestellt werden. Für eine Höhe von 1,5mm betrug die Biegefestigkeit 935,02MPa; für 2mm 916,97MPa und für 2,5mm 897,93MPa. Da diese Werte in dem Bereich liegen, der auch in der Literatur für Zirkoniumdioxidkeramiken beschrieben wird, kann davon ausgegangen werden, dass sowohl der Versuchsaufbau des Dreipunkt- Biegeversuchs, als auch die Berechnung der Biegefestigkeit korrekt durchgeführt wurden.



**Abb. 39:** Biegefestigkeit in Abhängigkeit zur Sintertemperatur

In Abbildung 39 ist die Abhängigkeit der Biegefestigkeit von der Sintertemperatur dargestellt.

Für die geprüfte Keramik DC-Shrink gibt es herstellerseits keine konkrete Vorgabe der zu wählenden Brenntemperatur. Daher wurde ein Temperaturintervall zwischen 1350°C und 1580°C gewählt, da die Herstellerangaben für vorgesinterte Zirkoniumdioxidkeramiken anderer Anbieter z.B. VITA In-Ceram YZ der Firma VITA (Bad Säckingen, Germany) 1530°C oder LAVA der Firma 3M ESPE (Neuss, Germany) 1500°C in diesem Bereich liegen .

Die höchste Biegefestigkeit, von 997,85MPa wird bei einer Brenntemperatur von 1480°C erreicht. Da die Biegefestigkeitswerte bei den niedrigeren (1350°C und 1400°C) sowie den höheren (1500°C, 1530°C und 1580°C) deutlich unter dem Wert bei 1480°C liegen, ist anzunehmen, dass die Spanne der gewählten Brenntemperaturen in dem Intervall groß genug ist, um 1480°C als optimale Brenntemperatur zu benennen.

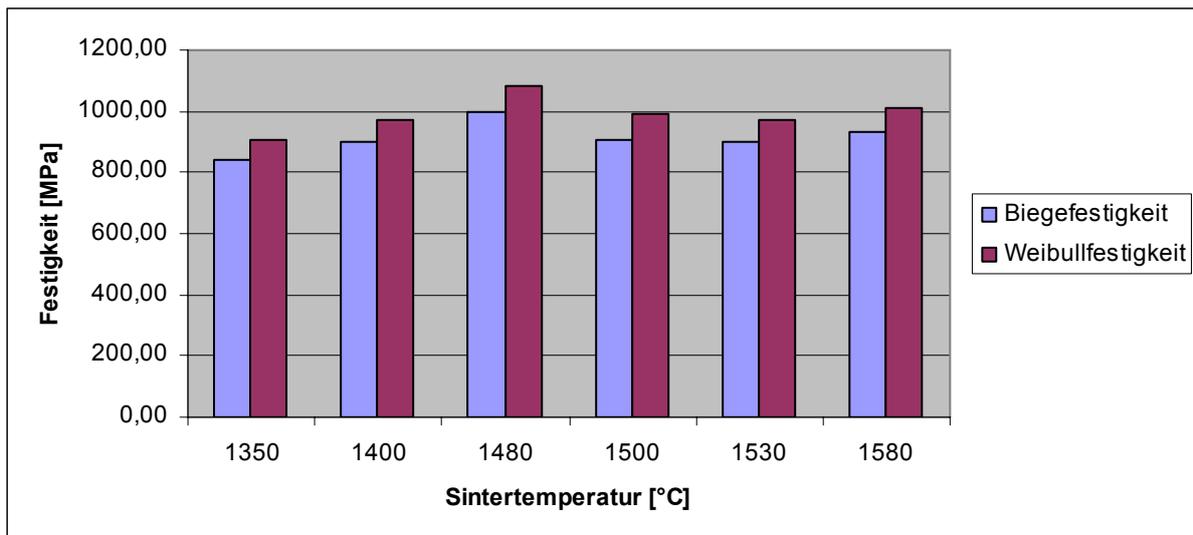
Es ist bei 1580°C wieder ein leichter Anstieg der Biegefestigkeit zu erkennen. Betrachtet man aber die Sintertemperaturvorgaben der Keramiken anderer Hersteller, die in ihrer chemischen Zusammensetzung der von DC-Shrink entsprechen, ist nicht davon auszugehen, dass noch höhere Sintertemperaturen zu einer höheren Biegefestigkeit führen.

Im Temperaturintervall zwischen 1400°C und 1480°C kommt es zu einem sprunghaften Anstieg der Biegefestigkeit. In einem weiteren Versuch muss geklärt werden, ob bei Brenntemperaturen, die zwischen 1400°C und 1480°C liegen, eine noch höhere Biegefestigkeit erzielt würde.

## **7.2 Weibullfestigkeit**

Nach MARX et al. spiegelt sich in der graphischen Darstellung der Weibullanalyse das natürliche Rissspektrum einer Keramik sowohl im Anstieg des Weibullmoduls ( $m$ ), als auch in seinem Niveau ( $\sigma_0$ ) wider [58].

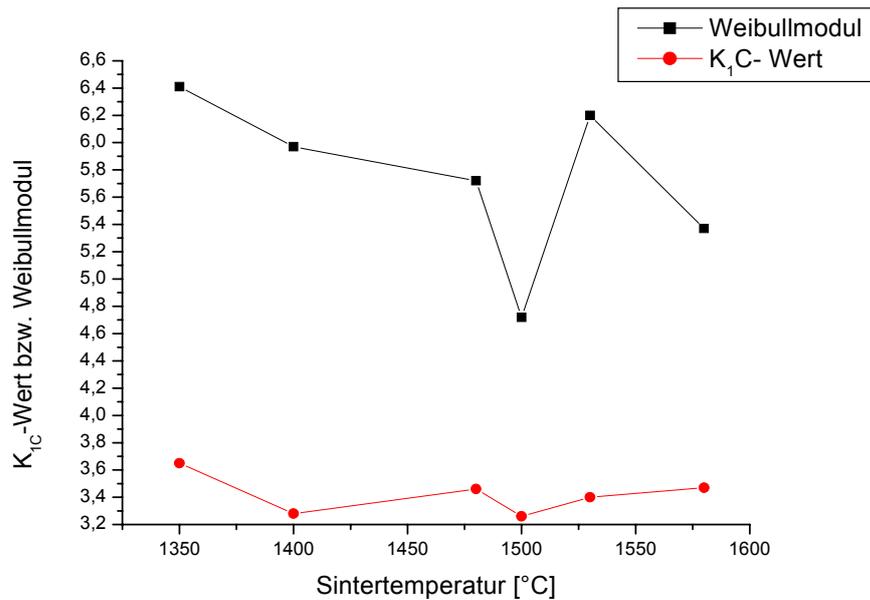
Somit ermöglicht die Bestimmung des Weibullmoduls eine Beurteilung der Zuverlässigkeit einer Keramik, da er die Streuung der Defekte darstellt. Zeigen Keramiken bei der Bestimmung der Biegefestigkeit vermehrt „Ausreißer“, besitzen diese auch einen kleinen Weibullmodul. Die Zuverlässigkeit von keramischen Restaurationen mit niedrigem Weibullmodul ist also als kritisch anzusehen, da bei diesen die Wahrscheinlichkeit des Versagens bei einer niedrigen Belastung höher ist.



**Abb. 40:** Vergleich der Biegefestigkeit ( $\sigma$ ) mit der Weibullfestigkeit ( $\sigma_0$ )

In Abbildung 40 ist in einem Säulendiagramm die Biegefestigkeit der Weibullfestigkeit bei den einzelnen Sintertemperaturen gegenübergestellt. Wie zu erwarten war, liegen die Werte für die Weibullfestigkeit bei allen Temperaturen über denen der Biegefestigkeit. Somit wird bei 1480°C mit 997,85 MPa die höchste Biegefestigkeit und mit 1.085,72 MPa die höchste Weibullfestigkeit erzielt.

Stellt man diesen Spitzenwert von DC-Shrink der Weibullfestigkeit der vergleichbaren vorgesinterten Zirkoniumdioxidkeramik LAVA (3M ESPE) gegenüber, welche vom Hersteller mit 1.345 MPa angegeben ist, zeigt sich, dass DC-Shrink wie bei der Biegefestigkeit auch bei der Weibullfestigkeit im Bereich von anderen Zirkoniumdioxidkeramiken liegt.



**Abb. 41:** Vergleich der kritischen Risszähigkeit mit dem Weibullmodul

Der größte Weibullmodul wird bei einer Brenntemperatur von 1350°C erreicht und beträgt 6,41. Der geringste Wert, mit 4,72, ergibt sich bei 1500°C Brenntemperatur. Abbildung 40 verdeutlicht, dass die Graphen für beide Parameter den gleichen Trend aufweisen. Sie unterscheiden sich lediglich in den Intervallen zwischen 1400°C und 1480°C sowie 1530°C und 1580°C. Hier steigen die  $K_{1C}$ -Werte, während die Weibullmodule sinken.

Es scheint ein Zusammenhang zwischen der Streuung der Defekte in einem keramischen Prüfkörper und der kritischen Risszähigkeit zu bestehen. Solches ist als logische Konsequenz anzusehen, da es bei einer hohen Verteilung von Defekten wahrscheinlicher ist, dass bei Belastung des Prüfkörpers ein Riss an einem Defekt seinen Ursprung hat und so einen geringeren Widerstand bei seiner Ausbreitung zu überwinden hat.

Zum Gewinn weiterer Erkenntnisse zur Abhängigkeit von kritischer Risszähigkeit und Weibullmodul, ist es denkbar, vor der Bestimmung des  $K_{1C}$ -Wertes mit nicht destruktiven Methoden wie etwa der Durchstrahlungsprüfung (2.4.1.a) oder einer Ultraschallprüfung (2.4.1.b) die Defektverteilung in einem Prüfkörper zu messen. Dadurch können die Defekte im Prüfkörper sichtbar gemacht, und so der Zusammenhang zwischen Defekt und Versagen experimentell hergestellt werden.

### 7.3 Elastizitätsmodul

Eines der Hauptanliegen dieser Arbeit war es, die für die Berechnung der kritischen Risszähigkeit notwendigen Parameter zu bestimmen. So sollte der Elastizitätsmodul nicht mit dem tabellarischen Wert von 210 GPa [56,59,85] in die Gleichung einfließen, sondern experimentell ermittelt werden.

Es zeigte sich, dass es bei Zirkoniumdioxidkeramik nicht zum Spröbruch mit einer Verformung unter 0,2% kommt (Gleichung 5) und Gleichung 7 zur Anwendung kommen muss, welche die Durchbiegung des Prüfkörpers berücksichtigt.

Jedoch ergab die Berechnung des E- Moduls mit Gleichung 7 einen mittleren E- Modul von 49 GPa. Da dies eine Abweichung von über 75% zu den Literaturangaben bedeutete, musste ein Fehler im Versuchsaufbau, bzw. der –durchführung oder der Berechnung vorliegen.

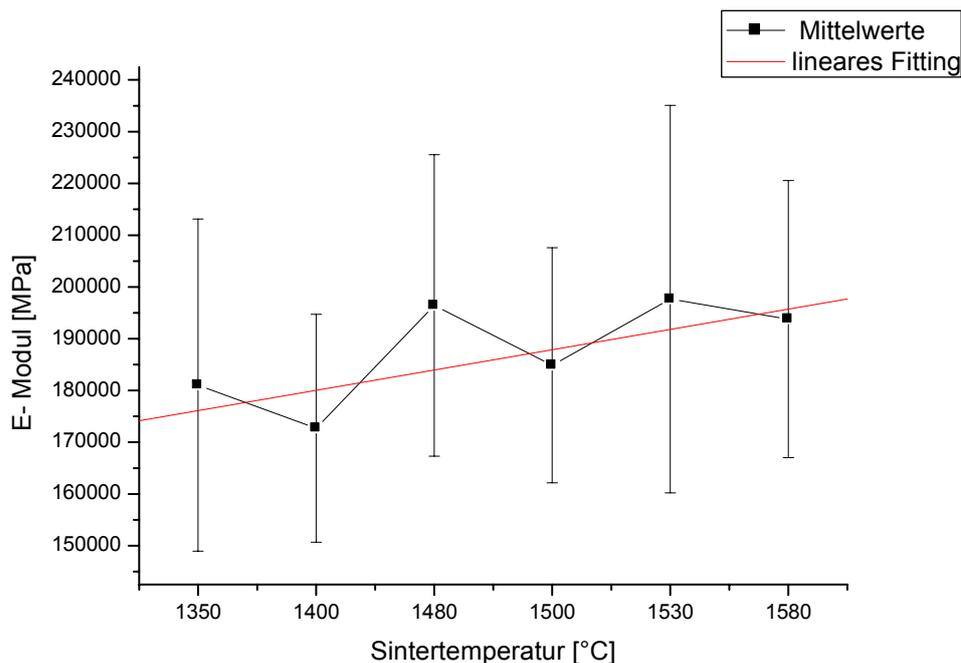
Nachdem alle systemischen Fehler im Versuchsaufbau ausgeschlossen werden konnten, wurde darauf geschlossen, dass die Prüfapparatur einen Einfluss auf den gemessenen Wert der Verformung hat.

Die Bestimmung und schließliche Eliminierung des Betrags der Eigenverformung erfolgte wie in Abschnitt 6.2 beschrieben. Die bereinigten Werte für den E- Modul lagen dann im zu erwartenden Bereich.

Für die drei Probehöhen wurden mit zunehmenden Durchmesser steigende Werte für den E- Modul gemessen (1,5mm 175 GPa; 2mm 188 GPa; 2,5mm 200 GPa).

Dieses Ergebnis war nicht zu erwarten, da der E- Modul eine feste Werkstoffkenngröße ist, und somit von geometrischen Abmessungen der Probekörper unabhängig sein sollte.

Ursache hierfür könnte die geringe Wärmeleitfähigkeit von Zirkoniumdioxid sein. Dies bedeutet, dass bei konstantem Brennregime, also konstante Brenntemperatur für alle Proben, im Inneren der dickeren Proben nicht die gleiche Temperatur erreicht wird wie in den dünneren. Das führt zu kleineren Körnern (einem kompakteren Gefüge) bei den Proben mit einem größeren Durchmesser. Diesen Schluss lassen auch die ermittelten Ergebnisse für die Korngrößen zu. Wie in Abschnitt 6.5.2 beschrieben, stiegen mit der Brenntemperatur die Mittelwerte der Korngrößen. Mit wachsender Dicke der Probekörper wurden sie aber kleiner.



**Abb. 42:** Elastizitätsmodul in Abhängigkeit zur Sintertemperatur

Abbildung 42 zeigt die Werte für den E-Modul aller Probehöhen bei der jeweiligen Sintertemperatur.

Geht man davon aus, dass die Literaturangaben zum E-Modul von Zirkoniumdioxid mit 210 GPa 100% entsprechen, weichen die für DC-Shrink ermittelten E-Module bei 1480°C, 1500°C, 1530°C und 1580°C weniger als 10% von diesem Wert ab. Lediglich die Proben, die bei 1350°C und 1400°C gesintert wurden weisen eine größere Abweichung auf. So wird bei 1350°C ein E-Modul von 181 GPa erreicht, was einer Abweichung von 13,8% entspricht. Bei 1400°C beträgt der Wert für den E-Modul 173 GPa, was 17,6% Abweichung bedeutet.

Die geringe Abweichung der errechneten Werte für den E-Modul von der Literaturangabe, lässt darauf schließen, dass sowohl die Berechnung als auch die Kalibrierung der Prüfmaschine korrekt durchgeführt wurden.

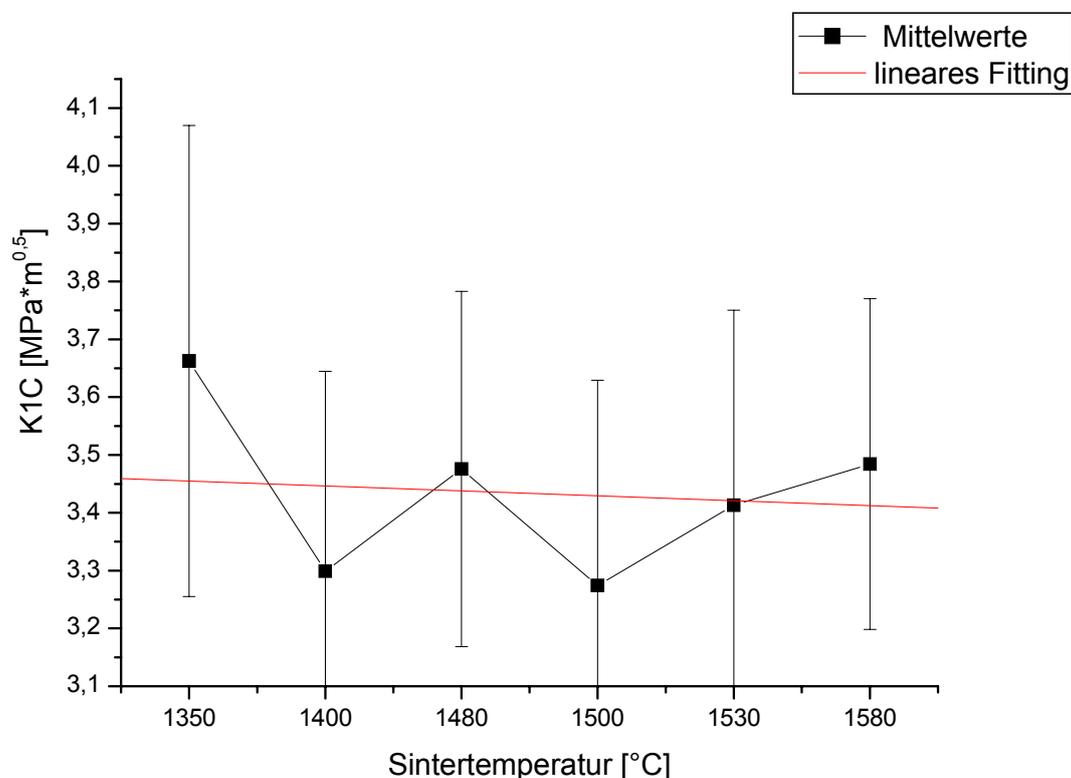
Eine Erklärung für die Abweichung vom tabellarischen Wert könnte darin liegen, dass dieser für heißisostatisch gepresstes Zirkoniumdioxid ermittelt wurde, welches ein Minimum an Poren und Defekten (2.2.4) aufweist. Weiterführende Untersuchungen, welche sich mit dem Vergleich der im Labor bestimmten E-Module der verschiedenen Zirkoniumdioxidkeramiken beschäftigen, könnten Aufklärung bringen.

## 7.4 Kritische Risszähigkeit

Im Gegensatz zu den Werten für die Biegefestigkeit und den Elastizitätsmodul, waren die Ergebnisse für die kritische Risszähigkeit deutlich kleiner, als es für eine Zirkoniumdioxidkeramik zu erwarten war. So werden für die vorgesinterten Zirkoniumdioxidkeramiken In-Ceram YZ der Firma VITA (Bad Säckingen, Germany) und LAVA von 3M ESPE (Neuss, Germany)  $K_{1C}$ -Werte von  $5,9 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  bzw.  $5\text{-}10 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  vom Hersteller angegeben.

Der Vergleich zwischen den in dieser Arbeit ermittelten  $K_{1C}$ -Werten und in anderen Arbeiten publizierten Werten von vorgesinterten Zirkoniumdioxidkeramiken ist jedoch schwierig, da sich in den Publikationen kaum Angaben zur Bestimmungsmethode und dem Rechenansatz zu finden sind.

Betrachtet man den  $K_{1C}$ -Wert in Abhängigkeit zur Probenhöhe, ist zwar ein Anstieg um  $0,3 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  zwischen  $1,5 \text{ mm}$  und  $2 \text{ mm}$  festzustellen, während die Werte für  $2 \text{ mm}$  und  $2,5 \text{ mm}$  identisch sind, jedoch bleibt auch dieser mit  $3,5 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  deutlich unter den Literaturangaben.



**Abb. 43:** Kritische Risszähigkeit in Abhängigkeit zur Sintertemperatur

Eine Darstellung der kritischen Risszähigkeit in Abhängigkeit zur Sintertemperatur, wie in Abbildung 43, verdeutlicht, dass die  $K_{1C}$ -Werte in dem betrachteten Brenntemperaturintervall eine sinkende Tendenz aufweisen, da bei 1350°C mit 3,65 MPa\* $\sqrt{m}$  der höchste  $K_{1C}$ -Wert erreicht wird. Bis auf diesen Wert sind die Graphen von Biegefestigkeit, E-Modul und  $K_{1C}$ -Wert vergleichbar. Bei 1480°C Sintertemperatur wurde, wie bei der Biegefestigkeit (Abb.38) und dem E-Modul (Abb.41), ein deutlich höherer Wert, als bei der nächst höheren (1500°C) bzw. tieferen (1400°C) Brenntemperatur errechnet.

Die ermittelten Ergebnisse lassen auch auf einen Zusammenhang zwischen Korngröße und  $K_{1C}$ -Wert schließen, da der höchste  $K_{1C}$ -Wert für 2,5 mm dicke Proben bei einer Brenntemperatur von 1350°C erreicht wurde. Dies lässt die Vermutung zu, dass hier ein kompakteres Gefüge entsteht. Dadurch müssen die Risse bis zum Versagen längere Wege zurücklegen.

Nach dem Minimalwert von 3,26 MPa\* $\sqrt{m}$  bei 1500°C Brenntemperatur kommt es zu einem Anstieg der  $K_{1C}$ -Werte bei den nächst höheren Brenntemperaturen.

Es kann also nicht ausgeschlossen werden, dass die Keramik DC-Shrink bei noch höheren Sintertemperaturen einen höheren  $K_{1C}$ -Wert aufweist. Dies ist allerdings nicht sehr wahrscheinlich, da die optimale Brenntemperatur anderer vorgesinterter Zirkoniumdioxidkeramiken bei etwa 1500°C liegt (siehe 7.1).

Im Folgenden werden die  $K_{1C}$ -Werte in Abhängigkeit zum verwendeten Rechenansatz betrachtet und diskutiert.

**Tab.10:** Mittelwerte für die kritische Risszähigkeit (MPa\* $\sqrt{m}$ ), berechnet mit Gleichungen für Palmqvistrisse

Gleichung	Mittelwert	Standardabweichung
Anstis mit max. Risslänge c	3,23	0,34
Anstis nach Munz	6,09	0,64
Anstis nach Geis- Gerstorfer	3,66	0,38
Evans und Charles	5,02	0,57
Niihara	4,8	0,4
Lawn und Fuller	4,56	0,52

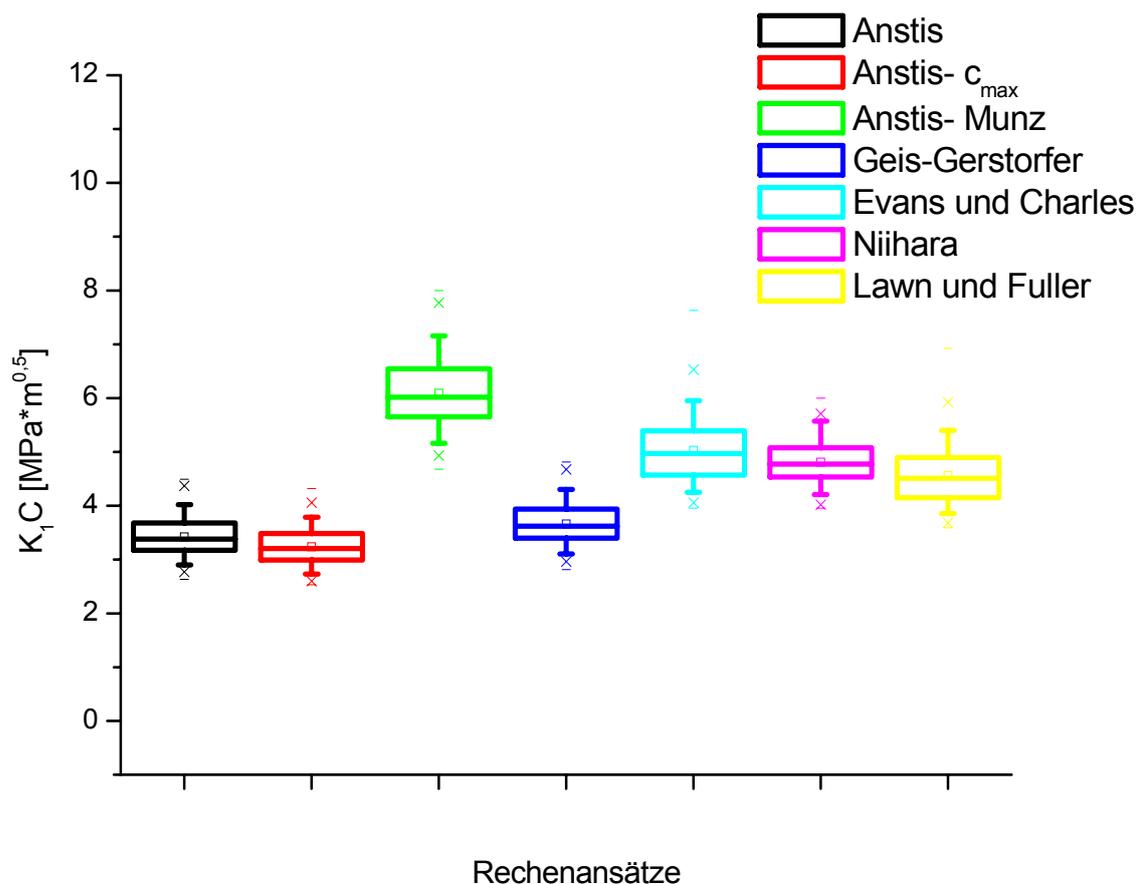
Tabelle 10 zeigt die Mittelwerte für die kritische Risszähigkeit für die Berechnung mit allen Gleichungen, die Palmqvistrisse zur Grundlage haben. Sie sind der Tabelle 2 zu entnehmen.

Des Weiteren wurde in die Gleichung nach Anstis nur der Wert der maximalen Risslänge  $c_{max}$  eingesetzt. Es ergab sich ein Mittelwert von  $3,23 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ .

Den größten Wert ergab die Berechnung des  $K_{1C}$ -Wertes mit der Gleichung von Anstis modifiziert nach Munz, mit  $6,09 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ .

Ein Vergleich der ermittelten Werte mit Hilfe der ANOVA-Varianzanalyse ergab signifikante Unterschiede zwischen allen Ergebnissen.

Das Box-Plot-Diagramm in der nachfolgenden Abbildung 44 stellt die Variationsbreite der Risszähigkeitswerte, resultierend aus der Berechnung mit den verschiedenen Rechenansätzen, dar.



**Abb. 44:** Ergebnisse für die kritische Risszähigkeit mit unterschiedlichen Gleichungen

Es wird ersichtlich, dass die Wahl des Rechenansatzes signifikanten Einfluss auf das  $K_{1C}$ -Wert hat. Der kleinste  $K_{1C}$ -Wert resultierte aus der Berechnung mit der maximalen Risslänge und betrug  $3,23 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ . Das höchste Ergebnis brachte die Berechnung mit der Gleichung nach ANSTIS, modifiziert nach MUNZ [15], mit  $6,09 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ .

Auf Grund der hohen Streuung der Werte ist es ersichtlich, dass allein für die Bestimmung der kritischen Risszähigkeit mit der Indenter Methode noch viel Klärungsbedarf besteht. So muss verifiziert werden, ob und wie die Einteilung der Rechenansätze entsprechend des Rissmusters sinnvoll ist, da sich die Festlegung des erhaltenen Rissmusters bei der Indenter Technik als problematisch erweist.

Deshalb kann in diesem Verfahren immer nur ein oberflächliches Bild des Rissverlaufs zur Interpretation des Rissmusters genutzt werden und die in der Tiefe liegende Rissstruktur bleibt verborgen. Andererseits würde eine in die Tiefe gehende Betrachtung des Risses durch nicht zerstörende Prüfmethode, wie in 2.4.1 beschrieben, einen erheblichen zeitlichen und technischen Mehraufwand bedeuten, womit die Indenter Methode ihre großen Vorteile einbüßt.

Weiterhin ist die Einteilung der Rissmuster nach dem Verhältnis der Eindrucksdiagonale und der Risslänge als ungenau zu bewerten, da bei einem Quotienten von  $c/a \approx 3$  eine Grauzone besteht und hier keine eindeutige Rissmusterzuteilung erfolgen kann.

Ähnlich verhält es sich mit der Kraft, die zum Setzen des Härteeindrucks angewendet wird. Hier widersprechen sich die Autoren, in Bezug auf die aufzuwendenden Kräfte, und es ist leicht nachvollziehbar, dass eine Keramik mit einer geringeren kritischen Risszähigkeit (z.B. Glasskeramik) bei Belastung mit der gleichen Kraft größere Risse ausbilden muss, bzw. es eher zu Abplatzungen und anderen Artefakten kommt als z.B. bei Zirkoniumdioxid [37,65].

Neben den theoretischen Grundlagen bei der Bestimmung der kritischen Risszähigkeit mit der Indenter Methode ist das Ausmessen des Härteeindrucks und der entstandenen Risse mit dem Lichtmikroskop, das für diese Anwendung als Standard gilt, ein kritisch zu bewertender Aspekt. Für diesen Versuchsabschnitt sind eine plane Oberfläche und eine perfekte Politur Voraussetzung und selbst dann erfordert die Vermessung der Risse Erfahrung, Geduld und ist oft mehr ein Schätzwert. Dies macht eine Prüfung verschiedener Oberflächenbehandlungen von Keramiken extrem schwierig und führt zu Ungenauigkeiten.

Die Nachteile der lichtmikroskopischen Methode führten zu der Frage, ob die Verwendung eines Rasterelektronenmikroskops (REM) zum Ausmessen der Härteeindrücke zu anderen Ergebnissen für die gleichen Rissmuster führt. Ein Versuch sollte klären, ob das bei der REM- Untersuchung entstehende Vakuum die Risse verändert und ob sich die unter dem REM aufgenommen Risslängen von lichtmikroskopisch ausgemessenen unterscheiden. Dafür wurden auf einer DC-Shrink Probe (2 mm Probenhöhe; 1530°C Brenntemperatur) drei Härteeindrücke mit 98N gesetzt und diese erst lichtmikroskopisch und dann am REM vermessen. Im Anschluss erfolgte eine weitere Messung unter dem Lichtmikroskop (LM). Aus den jeweils vier Rissen am Härteeindruck wurde der Mittelwert gebildet. Aus den Mittelwerten der drei Härteeindrücke wurde ein Gesamtmittelwert gebildet. Der  $K_{1C}$ -Wert wurde nach ANSTIS (14) berechnet.

**Tab. 11:** Mittelwerte für die Risslänge und den  $K_{1C}$ - Wert im LM/ REM- Vergleich

	LM	REM	LM nach REM
Risslänge in $\mu\text{m}$	116,83	125,45	111,57
$K_{1C}$ in $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$	4,85	4,25	4,87

Wie aus Tabelle 11 zu ersehen ist, konnten unterschiedliche Risslängen sowohl für die Messungen unter dem REM, als auch lichtmikroskopisch nach dem REM nachgewiesen werden. Dabei ist die Risslänge, vermessen unter dem REM, 7% größer, als unter dem LM. Daraus resultiert eine  $K_{1C}$ -Wert Abweichung von 0,6  $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ . Dies entspricht einer Verringerung des  $K_{1C}$ -Wertes um 12%.

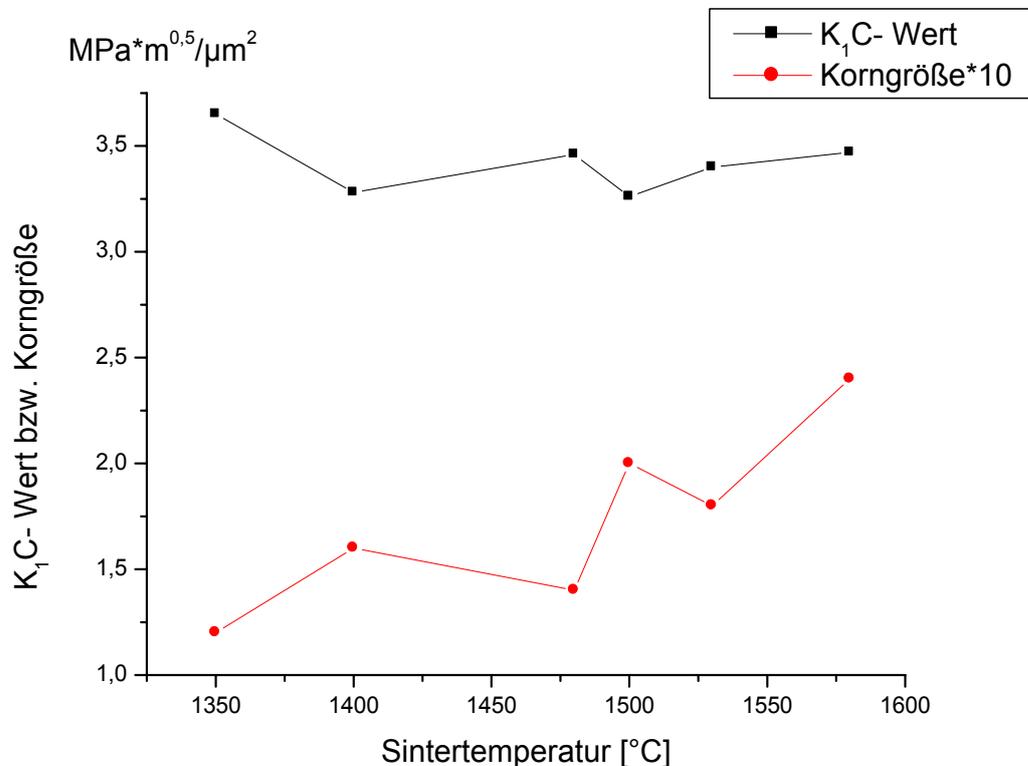
Die LM- Ausmessung nach REM ergibt einen um 4,7% kürzeren Riss, was zu einer Verringerung des  $K_{1C}$ -Wertes von 0,4% führt.

Zwar ist die Beurteilbarkeit auf Grund der geringen Wertmenge nur eingeschränkt möglich, jedoch zeigt der Versuch, dass ein Vermessen der Risslängen mit dem REM einerseits zu anderen Werten als das lichtmikroskopische führt und andererseits ein Einfluss auf den Riss durch das REM nicht auszuschließen ist. Für die Klärung dieses Sachverhalts wäre aber eine Arbeit mit deutlich höherer Prüfkörperzahl nötig.

## 7.5 Korngrößen

Die Größe der Körner nimmt in der Tendenz mit steigender Temperatur zu. So wird der kleinste Wert mit  $0,12 \mu\text{m}^2$  bei einer Sintertemperatur von  $1350^\circ\text{C}$  erreicht. Der Wert bei  $1580^\circ\text{C}$  ist mit  $0,24 \mu\text{m}^2$  doppelt so groß. In dem dazwischen liegenden Temperaturintervall steigt die Kurve zwar nicht linear, jedoch ist der aufsteigende Trend, wie in Abbildung 37 dargestellt, deutlich zu erkennen.

Dieser nicht lineare Anstieg ist von Interesse, bei einem Vergleich zwischen Korngröße und anderen ermittelten Parametern.



**Abb. 45:** Kritische Risszähigkeit und Korngröße in Abhängigkeit zur Sintertemperatur

In Abbildung 45 sind der  $K_{1C}$ - Wert und die Korngröße über die Sintertemperatur aufgetragen. Um beide Größen vergleichbar in einem Diagramm darstellen zu können, wurden die Werte der Korngröße mit zehn multipliziert.

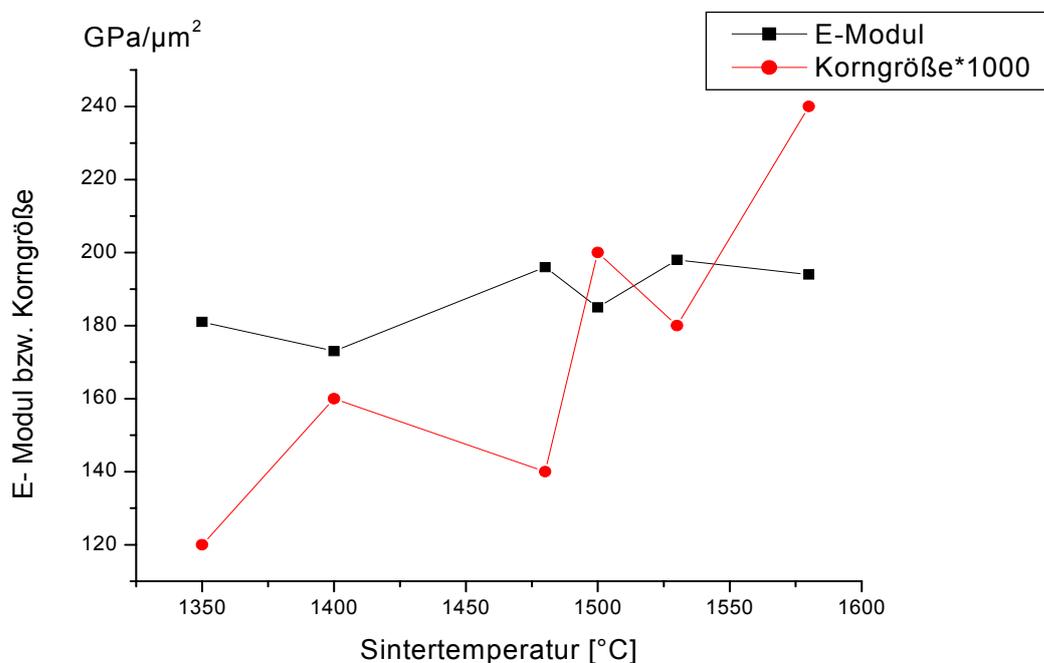
Ein Vergleich der beiden Graphen verdeutlicht, dass diese, mit Ausnahme des Temperaturintervalls zwischen  $1530^\circ\text{C}$  und  $1580^\circ\text{C}$ , gegensätzlich zu einander verlaufen. Das bedeutet, eine geringere Korngröße führt zu einem höheren  $K_{1C}$ -Wert.

Lediglich im letzten Intervall steigt sowohl die Risszähigkeit, als auch die Korngröße. Wobei es bei einem kleinen Anstieg des  $K_{1C}$ -Wertes von  $3,4\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  auf  $3,47\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  zu einem großen Anstieg der Korngröße, von  $0,18\ \mu\text{m}^2$  auf  $0,24\ \mu\text{m}^2$ , kommt.

Ein ähnliches Bild bietet sich in der nachfolgenden Abbildung 46. In diesem Diagramm stehen der E-Modul und die Korngröße den einzelnen Sintertemperaturen gegenüber. Hierfür wurden die Werte der Korngrößen mit 1000 multipliziert.

Bei der Betrachtung der beiden Graphen fällt auf, dass, wie bereits erwähnt, sowohl die Werte für den E-Modul als auch die Korngröße mit steigender Temperatur zunehmen.

Des Weiteren zeigt sich das gleiche Bild, wie im Vergleich mit der kritischen Risszähigkeit. Bei einer im Verhältnis geringeren Korngröße kommt es zu einem höheren Wert für den E-Modul. Dies gilt für alle geprüften Sintertemperaturen und spiegelt sich auch in der Größe der Körner bei den verschiedenen Probehöhen wider. Es zeigte sich, dass mit steigender Probehöhe die Korngröße abnahm (siehe Abbildung 38), was in Anbetracht der geringen Wärmeleitfähigkeit von Zirkoniumdioxid durch niedrigere Temperaturen im Probeinneren erklärt werden kann.



**Abb. 46:** E-Modul und Korngröße in Abhängigkeit zur Sintertemperatur

Der Zusammenhang, der sich beim Vergleich von Korngröße und kritischer Risszähigkeit sowie E-Modul zeigte, beweist, dass zur Optimierung der Eigenschaften von vorgesinterten Zirkoniumdioxidkeramiken noch viel Forschungsbedarf besteht. Die vorliegende Arbeit konnte nur Indizien für die bestehenden Zusammenhänge zwischen den routinemäßig bestimmten Werkstoffparametern und der Gefügestruktur von vorgesinterten Zirkoniumdioxidkeramiken aufzeigen. Weitere Arbeiten müssen verifizieren, ob die in dieser Arbeit aufgezeigten Indizien den Tatsachen entsprechen.

## **8. Schlussfolgerungen**

Die Versuche wurden mit der vorgesinterten Zirkoniumdioxidkeramik DC-Shrink der Firma Bien-Air DCS (Bienne, Switzerland) durchgeführt, für welche ein Indikationsbereich von Einzelkronen bis hin zu viergliedrigen Brücken angegeben wird. Genaue Angaben zur Sintertemperatur und den werkstoffkundlichen Parametern existieren nicht.

Eines der Anliegen der Arbeit war es, alle für die Berechnung der kritischen Risszähigkeit erforderlichen Parameter selbst zu bestimmen. Dabei lag das Hauptaugenmerk auf der Berechnung des Elastizitätsmoduls, da in allen Publikationen, die sich mit der kritischen Risszähigkeit von Zirkoniumdioxidkeramik beschäftigen zur Berechnung der tabellarisch angegebene E-Modul von 210 GPa verwendet wird.

Der E-Modul ist eine feste Werkstoffkenngröße, aber es ist nicht in Erfahrung zu bringen, mit welcher Art von Zirkoniumdioxid er bestimmt wurde. Geht man davon aus, dass der E-Modul für im HIP-Verfahren hergestelltes Zirkoniumdioxid ermittelt wurde, mag die angenommene Wertekonstanz auch berechtigt sein. Denn durch den hohen Druck und die hohe Temperatur bei der Herstellung, sind Defekteinschlüsse so gut wie ausgeschlossen.

Bei der Verarbeitung von vorgesintertem Zirkoniumdioxid ist die Entstehung von Gefügefehlern und Materialvarianzen beim Sinterprozess nicht zu vermeiden. Dies konnte zum einen durch die verschiedenen Korngrößen, zum anderen durch Darstellung des Gefüges mit den enthaltenen Defekten nachgewiesen werden.

Bei Betrachtung der in dieser Arbeit ermittelten Werte für den E-Modul, wird deutlich, dass er sich bei der geprüften Keramik nicht konstant verhält, sondern Abhängigkeiten zur Probenhöhe, zur Sintertemperatur und zur Korngröße zeigt. Es konnte in keinem Fall ein Wert von 210 GPa erreicht werden, obgleich der größte E-Modul mit 198 GPa nur 5,7% unter dem angegebenen Wert lag. Daher scheint die Ermittlung des Elastizitätsmoduls im Zuge der Bestimmung der kritischen Risszähigkeit sinnvoll. Allerdings ist auf Grund der hohen Kräfte, die zum Prüfen einer Zirkoniumdioxidkeramik aufgewendet werden müssen, darauf zu achten, dass die Eigenverformung der Prüfmaschine aus der Berechnung eliminiert wird.

Im Gegensatz zur Biegefestigkeit, die im Bereich der Literaturangaben für Zirkoniumdioxid liegt, und dem Elastizitätsmodul sind die Werte für die kritische Risszähigkeit deutlich kleiner, als zu erwarten war. Allerdings ist anzunehmen, dass auch

beim  $K_{1C}$ -Wert Größen von 7-10  $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  nur mit im HIP- Verfahren hergestelltem Zirkoniumdioxid zu erreichen sind. Ein Vergleich mit anderen vorgesinterten Zirkoniumdioxidkeramiken (siehe 7.3) zeigt, dass hier eine deutlich kleinere Differenz besteht. Diese ist mit der Verwendung des kleineren E-Moduls für die Berechnung des  $K_{1C}$ -Wertes zu erklären.

Wie die Ergebnisse dieser Arbeit zeigen, ist die Bestimmung der kritischen Risszähigkeit mit der Indenter-Technik gut und reproduzierbar durchzuführen. Es bedarf aber einer genauen Dokumentation des verwendeten Rechenansatzes und der angewendeten Methoden. Außerdem stoßen die Prüfapparaturen bei hochfester Keramik an die Grenzen ihrer Belastbarkeit, daher sollten Maschinenverformungen, die zu fehlerhaften Werten führen ausgeschlossen bzw. berücksichtigt werden.

Darüber hinaus müssen weitere Arbeiten zu diesem Thema zeigen, in wie fern eine Optimierung der Methode durch die Einbeziehung moderner, zerstörungsfreier Techniken möglich ist. Im Hinblick auf die Einteilung der Rissmuster und dem entsprechenden Rechenansatz besteht noch immenser Forschungsbedarf.

## **9. Zusammenfassung**

Ziel der vorliegenden Arbeit war die Bestimmung der kritischen Risszähigkeit der vorgesinterten Zirkoniumdioxidkeramik DC-Shrink mit der Indenter-Technik als Prüfmethode und eine damit einhergehende kritische Wertung dieser Methode zur Einschätzung dieses wichtigen werkstoffkundlichen Parameters für den Einsatz von Zirkoniumdioxid in der zahnärztlichen Prothetik.

Im theoretischen Teil dieser Arbeit wurden zerstörende und zerstörungsfreie Prüfmethoden für Keramiken dargestellt, die zur Prüfung von Dentalkeramiken geeignet sind oder verworfen werden müssen.

Die Prüfung wurde an insgesamt 54 Probekörpern durchgeführt. Diese teilten sich in drei Gruppen zu je 18 mit den Probehöhen 1,5 mm, 2 mm und 2,5 mm.

Der Sinterprozess der Probekörper erfolgte nach den Vorgaben des Herstellers. Jeweils drei Probekörper einer Höhe wurden bei 1350°C, 1400°C, 1480°C, 1500°C, 1530°C und 1580°C gebrannt.

Es erfolgte die Bestimmung der Biegefestigkeit im Dreipunkt- Biegeversuch, die Berechnung des Elastizitätsmoduls und schließlich das Setzen von Vickers-Härteeindrücken. Diese wurden lichtmikroskopisch ausgemessen, um deren Diagonale sowie die entstandenen Risslängen zu ermitteln. Mit den so gewonnenen Parametern wurde die kritische Risszähigkeit errechnet.

Zusätzlich wurden die Probekörper thermisch geätzt um eine Gefügeuntersuchung durchzuführen zu können.

Die Versuche ergaben im Mittel einen Biegefestigkeitswert von 914 MPa, wobei die optimale Brenntemperatur bei 1480°C lag.

Der Wert für den E-Modul wurde mit 187.738 MPa ermittelt, hier ergaben sich keine signifikanten Unterschiede zwischen den Brenntemperaturen, jedoch bestand ein deutlicher Zusammenhang zwischen dem ermittelten E- Modul und der Probenhöhe. Der  $K_{1C}$ -Wert betrug im Mittel  $3,43 \text{ MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$  und lag somit deutlich unter den in der Literatur angegebenen Werten für Zirkoniumdioxid von 7-10  $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ . Weiterhin wurde deutlich, dass die kritische Risszähigkeit bei verschiedenen Brenntemperaturen variiert und auch keine Abhängigkeit zwischen Probenhöhe und  $K_{1C}$ -Wert zu erkennen ist.

An Hand der ermittelten Werte ist zu schlussfolgern, dass die Keramik DC-Shrink in dem vom Hersteller angegebenen Indikationsbereich einsetzbar ist.

Die Resultate der in dieser Arbeit durchgeführten Versuche zeigen aber auch, dass für vorgesinterte Zirkoniumdioxidkeramiken nicht per se ein E- Modul von 210 GPa angenommen werden kann.

Ein Zusammenhang zwischen Korngröße und Sintertemperatur konnte nicht eindeutig bewiesen werden, jedoch besteht zwischen beiden eine Abhängigkeit, die sich auf die Eigenschaften der Keramik auswirkt: Die Größe der Körner nimmt in der Tendenz mit steigender Temperatur zu, hingegen führt eine geringere Korngröße zu einem höheren  $K_{1C}$ - Wert und einem größeren Wert für den E- Modul. Wiederum nimmt die Korngröße mit steigender Probenhöhe ab.

## **10.Anhang**

### **10.1 Literatur**

1. Albakry M., Guazzato M., Swain M.(2003):Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials, *Journal of Dentistry* (2003) 31, 181–188
2. Anstis G.R., Chantikul P., Lawn B.R., Marshall D.B.: A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness:I. Direct crack measurements, *JamCeramSoc* (1981) 64,533-538
3. Apholt W., Bindl A., Lüthy H., Mörmann W.H.:Flexural strength of Cerec 2 machined and jointed InCeram-Alumina and InCeram-Zirconia bars, *DentMat* (2001) 17, 260-267
4. ASTM E 399-90: Standard test method for plane strain fracture toughness of metallic materials (1990)
5. ASTM, F349-78. Standard test method for biaxial flexure strength (modulus of rupture) for ceramic substrates (1991), 424-8
6. Beuer F., Erdelt K.J., Schweiger J., Eichberger M., Gernet W.: Biegefestigkeit von unterschiedlich bearbeitetem Zirkonoxid *DZZ* (2006) 3, 155- 157
7. Binkowski S., Pahl R., Woydt M.: Vergleich der Präparationsverfahren an Gefügen keramischer Werkstoffe. Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung (BAM)
8. Binner J.G.P., Stevens R.: The measurement of toughness by indentation, *British Ceramic* (1984) 83, 168- 172
9. Bousack H.: Hot Isostatic Pressing (HIP): Techniques, applications and economical use. Spez. Berichte der Kernforschungsanlage Jülich (1985),3
10. BREVIER TECHNISCHE KERAMIK, 4.Auflage, Verband der Keramischen Industrie e.V. (2003)
11. Broeck D.: Elementary engineering fracture mechanics; Sijthoff & Noordhoff, Alphen aan den Rijn (1978)
12. Broek D: Elementary engineering fracture mechanics, Kluwer AcPub (1986)
13. Buresch F.E., Pabst R.: Bestimmung von Festigkeitseigenschaften keramischer Stoffe unter Verwendung bruchmechanischer Methoden. *SciCeram*(1973) 6, 3- 17

14. Cahn R.W., Haasen P., Kramer E.J. (Ed.): Material Science and Technology, vol. 11, Structure and Properties of Ceramics, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim (1994)
15. Cattell M.J., Knowles J.C., Clarke R.L., Lynch E.: The biaxial flexural strength of two pressable ceramic systems, *Journal of Dentistry* (1999) 27, 183-96
16. Cattell M.J., Clarke R.L., Lynch E.: The transverse strength, reliability and microstructural features of four dental ceramics, *Journal of Dentistry* (1997) 25(5), 399-407
17. Chantikul P., Anstis G.R., Lawn B.R., Marshall D.B.: A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: II. Direct crack measurements, *JamCeramSoc* (1981) 64, 539-543
18. Champomier F.P.: Crack propagation measurements on glass: a comparison between double torsion and double cantilever beam specimens, Fracture mechanics applied on brittle materials, American Society for Testing and Materials, Philadelphia (1979)
19. Clark W.G., Logsdon W.A.: The application of fracture mechanics technology to porcelain ceramics, Fracture mechanics of ceramics Vol.2 (1974), Plenum Press New York
20. Claus H.: Entwicklung der Metallkeramik. *ZWR* (1980) 89(3), 36
21. Cook R.F., Pharr G.M.: Direct Observation and Analysis of Indentation Cracking in Glasses and Ceramics. *JamCeramSoc* (1990) 73, 787-817
22. DIN EN ISO 9693 für CoCr- Legierungen
23. DIN EN 444, Grundlagen für die Durchstrahlungsprüfung von metallischen Werkstoffen mit Röntgen- und Gammastrahlen
24. DIN EN 571 und 583 Eindringprüfung und Ultraschallprüfung
25. Dillenz A., Gerhard H., Krohn N., Pfeleiderer K., Stößel R., Zweschper T., Busse G., DGZfP- JAHRESTAGUNG 2001, Hauptvortrag: Zerstörungsfreie Prüfung nichtmetallischer Werkstoffe: Neue Entwicklungen
26. Edelhoff D., Beuer F., Spiegl K., Gernet W.: Vollkeramische Restaurationen. *DFZ* 11/2006, 53-58
27. Edelhoff D., Spiekermann H., Rübke A., Yildirim M.: Kronen- und Brückengerüste aus hochfester Presskeramik. *Quintessenz* (1999) 02, 177-189
28. Eichler J.: Mechanical properties of monoclinic zirconia, *JamCeramSoc* (2004) 87(7), 1401-1403

29. Eichner, K.: Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung, Thieme, Stuttgart (2000)
30. Evans A.G., Charles E.A.: Fracture toughness determination by indentation, *JamCeramSoc* (1976)59, 371- 372
31. Exner H.E., Hougardy H.P.: Einführung in die Quantitative Gefügeanalyse, DGM-Verlag, Oberursel (1986)
32. Fett T.: An extension of the Newman-Raju Formula, *IntJofFract* (1987)33(3): R47-R50
33. Fischer H., Rentzsch W., Marx R.: R- Curve Behavior of Dental Ceramic Materials, *J Dent Res* (2002)81(8), 547-551
34. Fischer H., Weber M., Marx R.:Lifetime Prediction of All-ceramic Bridges by Computational Methods, *J Dent Res* (2003) 82(3):238-242, 2003
35. Fischer, H.; Marx, R.: Festigkeit von Dentalkeramik. *ZWR* (2000)109, 240-243
36. Freisberg, K.: Der Einfluss von Feuchtigkeit auf den Elastizitätsmodul und die Biegefestigkeit verschiedener metallkeramischer Massen. med. Dissertation, Köln 1985
37. Geis- Gerstorfer J., Kanjantra P., Pröbster L., Weber H.: Untersuchung der Bruchzähigkeit und des Risswachstums zweier vollkeramischer Kronen- und Brückensysteme. *DZZ* (1993)48, 685- 691
38. Gorman C.M., McDevitta W.E., Hill R.G.:Comparison of two heat-pressed all-ceramic dental materials, *DentMat* (2000)16, 389-395
39. Griffith A.A.: Plane strain fracture toughness; *Phil Trans Roy Sci* (1921) v221,163-198
40. Grothe K.-H., Feldhusen J.: Dubbel Taschenbuch für den Maschinenbau 20.Aufl.; 2005 Springer Berlin
41. Guazzato M., Albakry M., Ringer S., Swain M.: Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all- ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass- infiltrated Ceramics *DentMat* (2002)20, 441-448
42. Heck, J.; Kaim, W.; Weidenbruch, M.: Anorganische Chemie, WILEY-VCH, Weinheim (1997)
43. Hinz, W.: Silikate, VEB Verlag für Bauwesen, Berlin (1970).
44. Höland W., Schweiger M., Frank M., Rheinberger V.: A comparison of the microstructure and properties of the IPS Empress2 and Empress glassceramics. *JBiomedMaterRes (ApplBiomater)* (2000) 53, 297-303

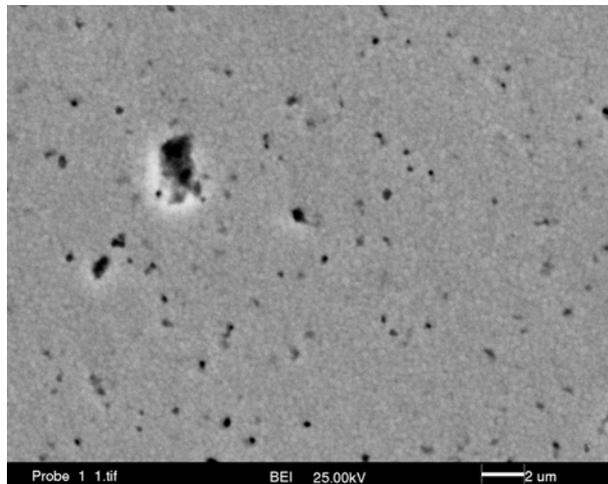
45. Honlet M. Non-destructive testing of complex materials and structures using optical techniques, *INSIGHT* (1998)40(3), 176-182
46. Khalili, A.S.M.: Untersuchungen des quantitativen Zusammenhangs zwischen der Porenverteilung und der Biegefestigkeit von porösem SiC. Dissertation, Stuttgart (1991)
47. 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 Mater* (1999)15, 426-433
48. Krumbholz K.: Stand und Entwicklung von Dentalkeramiken. *Zahnärztl. Welt* (1992)101,193-199
49. Kübler J.: Bestimmung der Bruchzähigkeit keramischer Werkstoffe mit der SEVNB Methode: Resultate eines VAMAS/ESIS Ringversuches, 'Kongress für innovative Werkstoffe, Verfahren und Anwendungen', Munich, Germany, Oct. 12 –15, 1998, to be published in Proceedings of the Werkstoffwoche
50. Langier M.T.: New formula for indentation toughness in ceramics. *JmaterSciLett* (1987)6, 355-356
51. Laves F.: Kristallographie der Legierungen. *Naturwiss*(1939)27, 65-73
52. Lawn B.R., Deng Y., Thompson V.P.: Use of contact testing in the characterization and design of all- ceramic crownlike layer structures: A review. *JprostDent* (2001)86, 495-510
53. Mackert J.R., Evans A.L.: Effect of cooling rate on leucite volume fraction in dental porcelains. *JdentRes* (1991)70, 137-139
54. Mackert J.R.: Auswirkung wärmebedingter Veränderungen auf die Kompatibilität von Keramikmaterial und Metall. In Preston, J.D (Hrsg.), Perspektiven der Dentalkeramik. Quintessenz Berlin (1989), S.53
55. Marshall D.B., Lawn B.R., Evans A.G.: Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Lateral Crack System. *JamCeramSoc* (1982)65, 561-571
56. Marx R.: Vollkeramische Kronen und Brückenmaterialien, CC&A, 2003
57. Marx R.: Moderne keramische Werkstoffe für ästhetische Restaurationen- Verstärkung und Bruchzähigkeit. *DZZ* (1993)48, 229-236
58. Marx R, Fischer H., Weber M., Jungwirth F.: Rissparameter und Weibullmodule: unterkritisches Risswachstum und Langzeitfestigkeit vollkeramischer Materialien. *DZZ* (2001)56, 90-98

59. Meier, H.R.: Leitfaden Technische Keramik; Konstruktionstechnik, Keramik. Selbstverlag. Aachen 1994
60. Michalowsky L.(Hrsg.): Neue keramische Werkstoffe, Dt. Verlag für Grundstoff-Industrie, Leipzig, 1994
61. Mizuno M.: Simplified analysis of steady- state crack growth of piezoelectric ceramics based on the continuum damage mechanics, *Acta Mechanica* (2005)179, 157-168
62. Mizuno M., Okuda H.: VAMAS round robin on fracture toughness of silicon nitride, *JamCeramSoc* (1995)78(7), 1793-1801
63. Moritz T., Oswald M.: Entwicklung dichter Keramiken mit feinkörnigem Gefüge aus nanoskaligen Zirkoniumoxidpulvern über Trockenpresstechnologie, Kriegesmann, J. ; Deutsche Keramische Gesellschaft e.V. -DKG-: Technische Keramische Werkstoffe. Loseblattausgabe. Aktualisierte Ausgabe Ellerau: HvB Verlag 2007
64. Munz D., Shannon J., Bubsey R.: fracture toughness calculation for maximum load in four point bend tests of chevron notch specimens, *IntJFract* (1980)16, R137- R141
65. Munz D., Fett T.: Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe; Springer- Verlag Berlin, 1989
66. Murakami Y.: Stress intensity factors handbook, Pergamon Press 1987
67. Newman J.C., Raju I.S.: An empirical stress intensity factor equation for the surface crack, *EngFractMech* (1981)15, 185-192
68. Pabst R.F.: Determination of  $K_{IC}$ - factors with diamond- saw- cuts in ceramic materials, Fracture mechanics of ceramics Vol.2, Plenum Press New York 1974
69. Palmqvist S.: Rissbildungsarbeit bei Vickers- Eindrücken als Maß für die Zähigkeit von Hartmetallen. Archiv für das Eisenhüttenwesen (1962)33, 629-633
70. Pfaff H.-G. : Herstellung von Keramikkomponenten für die Endoprothetik, Die Keramikpaarung BIOLOX in der Hüftendoprothetik, 1.CERASIV Symposium Stuttgart 1996
71. Probst L., Geis- Gerstorfer J, Kirchner E., Kanjantra P.: In vitro evaluation of a glassceramic restorative material. *JOralRehabil* (1997) 24, 636-45
72. Sakaida Y., Tanaka K.: Evaluation of fracture toughness of porous ceramics, *JSMEInt.Journal* (2003)46(1), 30-39

73. Scherrer S., Denry I., Anselm Wiskott H.W.: Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic, *DentMater* (1998)14, 246–255
74. Scherrer S.S.: Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic, *DentMater* (1998)14, 246-255
75. Schmid M., Fischer J., Salk M., Strub J.: Mikrogefüge leuzitverstärkter Glaskeramiken. *Schweiz.Monatsschr.* (1992)102, 1046
76. K.H. Schüller, H.W. Hennicke: Zur Systematik der keramischen Werkstoffe, *cfi/Ber. DKG* 6/7, 1985, 259- 263
77. Shriver, D.F., Atkins, P.W.; Langford, C.H.: *Inorganic Chemistry*, Second Edition, Oxford University Press, 1994
78. Srawley J.E.: Wide range stress intensity factor expressions for ASTM-E399 standard fracture toughness specimens, *IntJFract* (1976)12, 475-476
79. Steinbrech R., Schmeckel O.: Crack resistance curves for surface cracks in alumina, *J Am Ceram Soc* (1988)71, C271- C273
80. Schwickerath, H.; Neue Keramiksysteme unter Dauerbeanspruchung. *Quintessenz Zahntech* (1994)20, 1495- 1499
81. Tietz H.-D.(Hrsg.): *Technische Keramik: Aufbau, Eigenschaften, Herstellung, Bearbeitung, Prüfung* VDI- Verlag, Düsseldorf 1994
82. Tinschert J., Zvez D, Marx R., Anusavice K.J.: Structural reliability of alumina-, feldspar-, leucite-, mica- and zirconia-based ceramics, *Journal of Dentistry* (2000)28, 529–535
83. Tinschert J., Natt, G., Mohrbotter N., Spiekermann H., Schulze K.: Lifetime of Alumina- and Zirconia Ceramics used for Crown and Bridge Restorations *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*(2006)80B, 317-321
84. Wagner W.C., Chu T.M.: Biaxial flexural strength and indentation fracture of three new dental core ceramics, *JProsthetDent* (1996)76, 140-144
85. Waterman, N.A.; Ashby, M.F.[Ed.]: *Elsevier Material selector*. Kluwer Academic Publishers Group 1991
86. Vogel, W.: *Glaschemie*, 2.Aufl., Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1983
87. Yoshimura H.: Fracture toughness of dental porcelains evaluated by IF, SCF and SEPB methods, *JamCeramSoc* (2005)88(6),1680- 1683

88. Zachariasen, W.J.:Netzwerktheorie, *JamCeramSoc.* (1932)54, 3841

## 9.2 Gefügaufnahmen

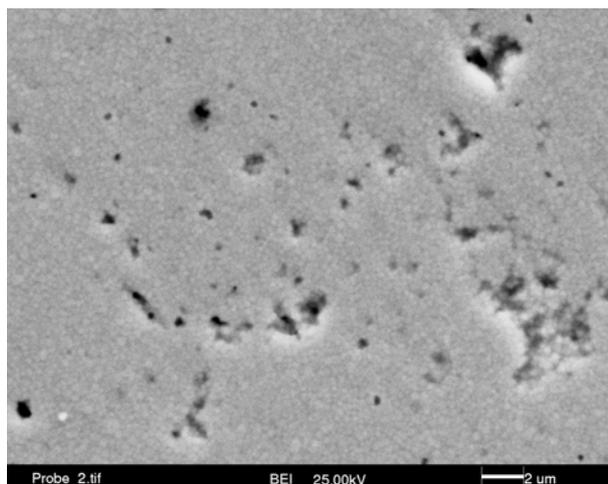


**Abb.47**

Probehöhe 1,5 mm

Sintertemperatur 1350 °C

5000x

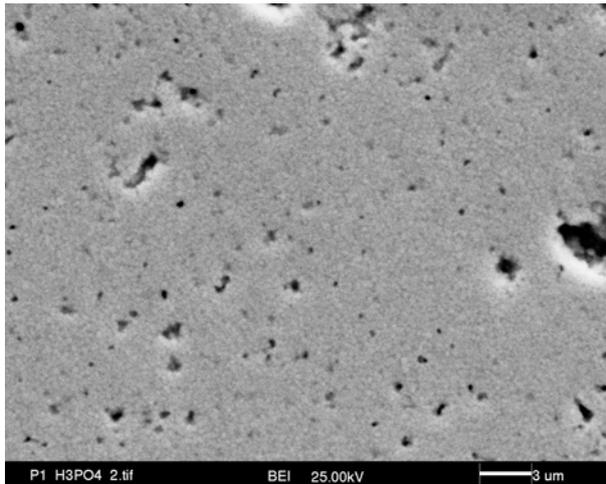


**Abb.48**

Probenhöhe 1,5 mm

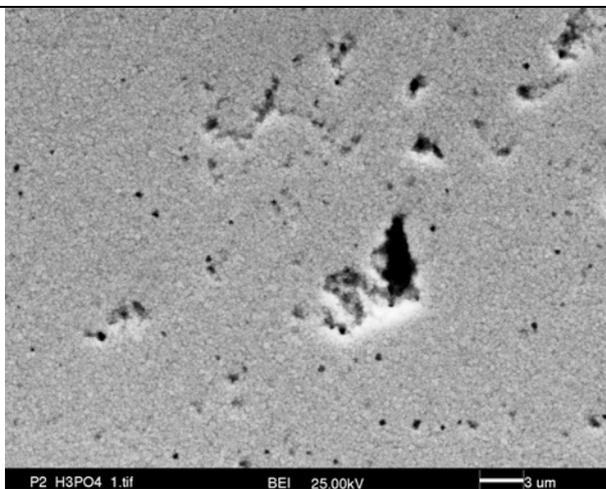
Sintertemperatur 1400 °C

5000x



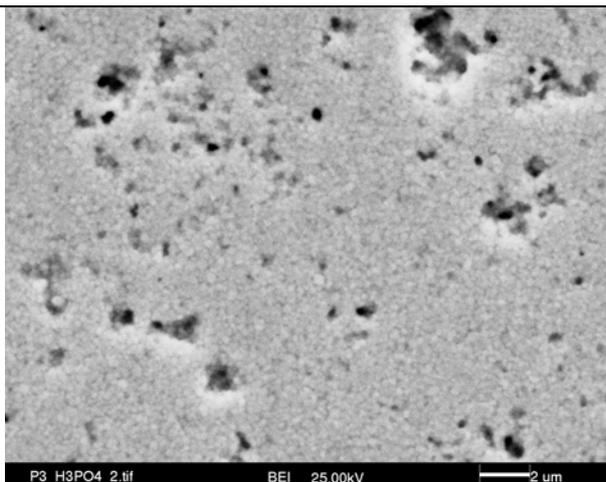
**Abb.49**

Probenhöhe 1,5 mm  
Sinteremperatur 1480 °C  
5000x



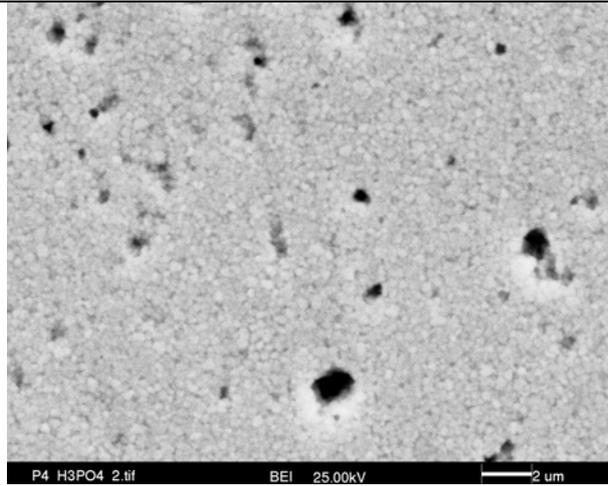
**Abb.50**

Probenhöhe 1,5 mm  
Sinteremperatur 1500 °C  
5000x



**Abb.51**

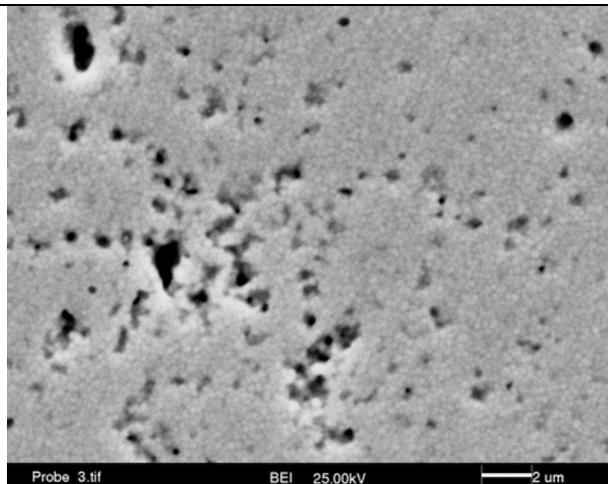
Probenhöhe 1,5 mm  
Sinteremperatur 1530 °C  
5000x



P4 H3PO4 2.tif BEI 25.00kV 2 um

**Abb.52**

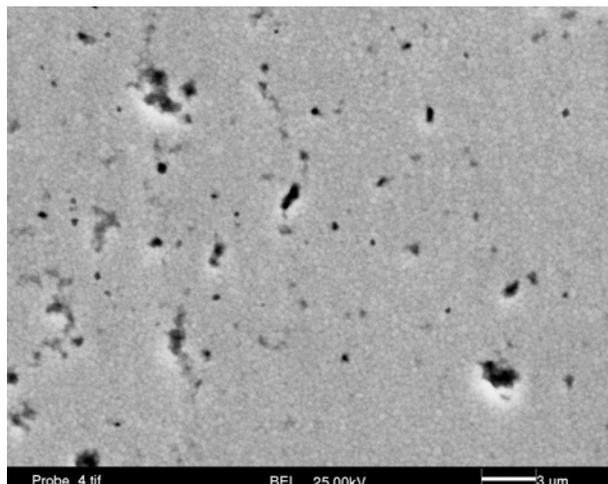
Probenhöhe 1,5 mm  
Sinter Temperatur 1580 °C  
5000x



Probe 3.tif BEI 25.00kV 2 um

**Abb.53**

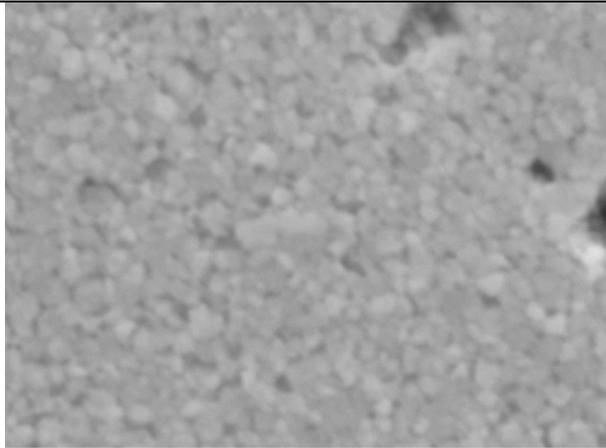
Probenhöhe 2,0 mm  
Sinter Temperatur 1350 °C  
5000x



Probe 4.tif BEI 25.00kV 3 um

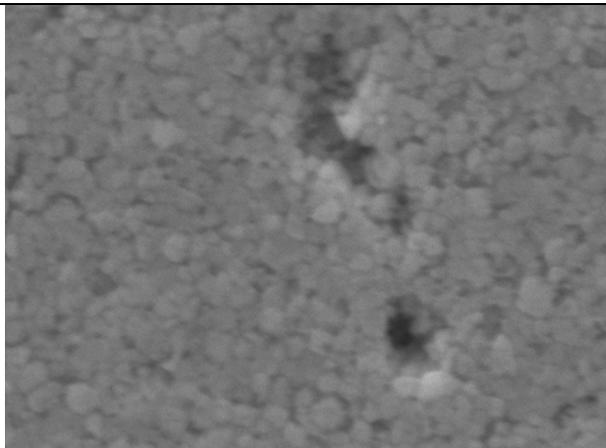
**Abb.54**

Probenhöhe 2,0 mm  
Sinter Temperatur 1400 °C  
5000x



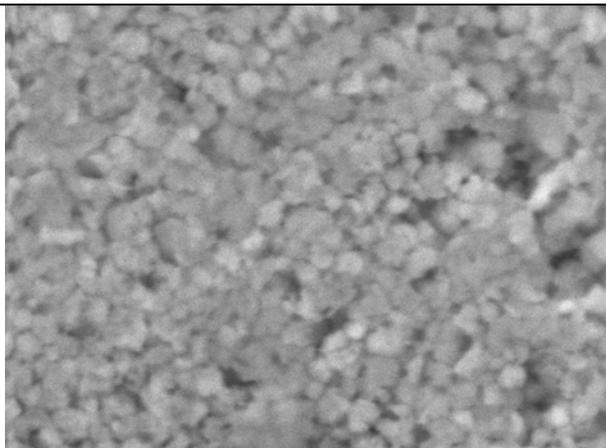
Probenhöhe 2,0 mm  
Sinter Temperatur 1480 °C  
10000x

**Abb.55**



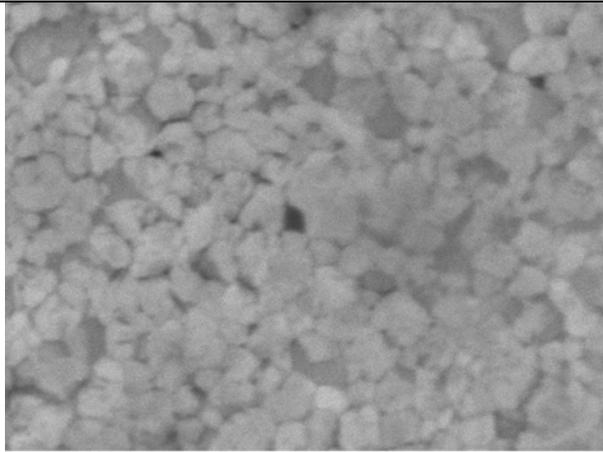
Probenhöhe 2,0 mm  
Sinter Temperatur 1500 °C  
10000x

**Abb.56**



Probenhöhe 2,0 mm  
Sinter Temperatur 1530 °C  
10000x

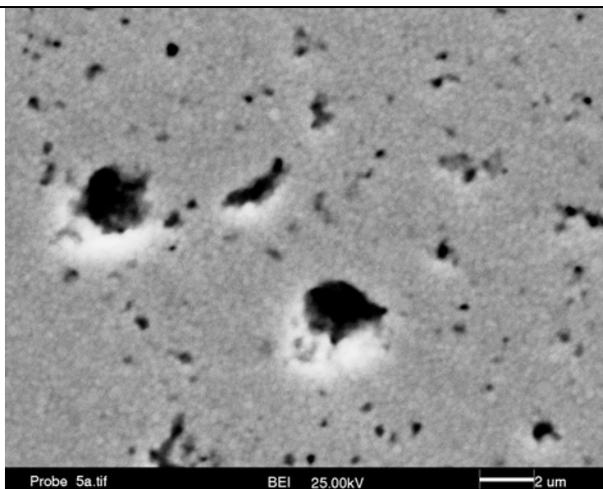
**Abb.57**



1. G 5 μm

**Abb.58**

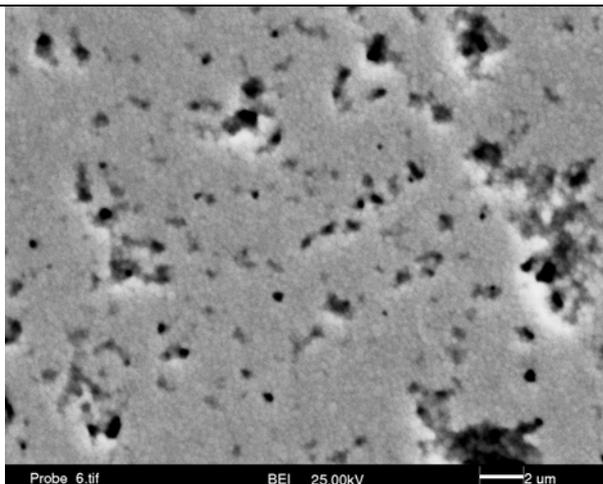
Probenhöhe 2,0 mm  
Sinteremperatur 1580 °C  
10000x



Probe 5a.tif BEI 25.00kV 2 μm

**Abb.59**

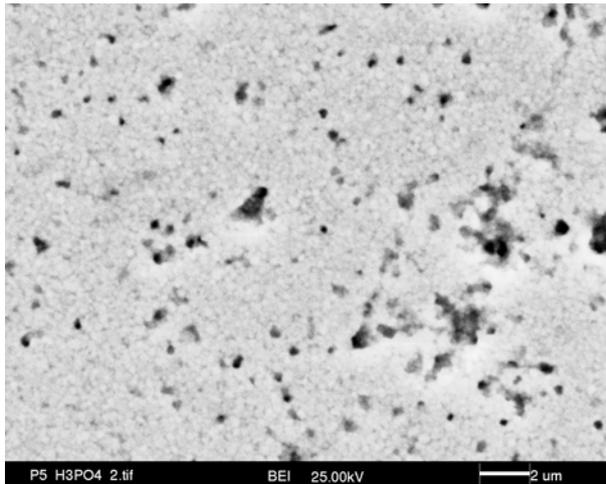
Probenhöhe 2,5 mm  
Sinteremperatur 1350 °C  
5000x



Probe 6.tif BEI 25.00kV 2 μm

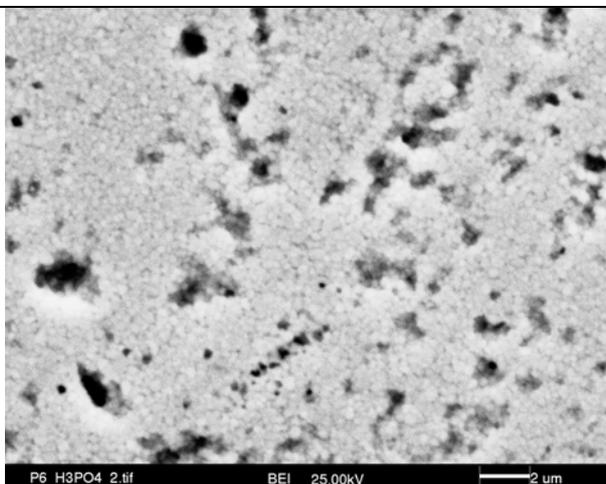
**Abb.60**

Probenhöhe 2,5 mm  
Sinteremperatur 1400 °C  
5000x



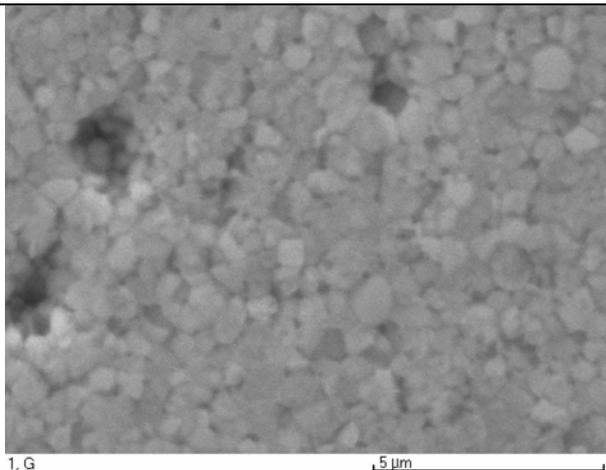
**Abb.61**

Probenhöhe 2,5 mm  
Sintertemperatur 1480 °C  
5000x



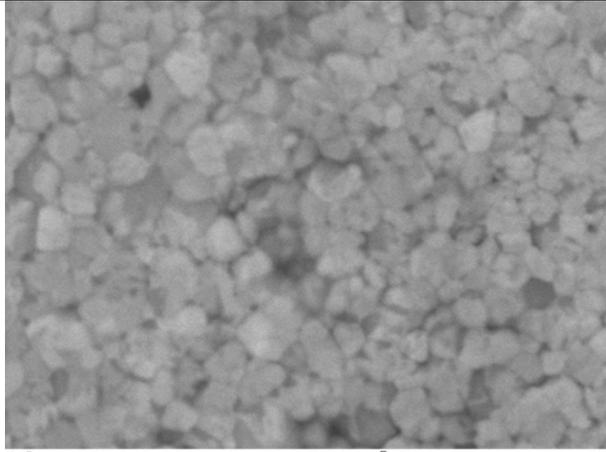
**Abb.62**

Probenhöhe 2,5 mm  
Sintertemperatur 1500 °C  
5000x



**Abb.63**

Probenhöhe 2,5 mm  
Sintertemperatur 1530 °C  
10000x



1. G

5  $\mu$ m

**Abb.64**

Probenhöhe 2,5 mm

Sinter Temperatur 1580 °C

10000x

## **Erklärung**

Ich, Christian Abert, erkläre, dass ich die vorgelegte Dissertationsschrift mit dem Thema: „Die kritische Wertung der Bestimmung der kritischen Risszähigkeit von Zirkoniumdioxidsinterkeramik mit der Indenter- Technik“ selbst verfasst habe.

Ich habe nur die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt und habe keine (unzulässige) Hilfe Dritter erhalten.

In dieser Arbeit sind keine Kopien- auch in Teilen- anderer Arbeiten dargestellt.

Christian Abert

## **Lebenslauf**

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

## **Veröffentlichungen zu dieser Arbeit**

### Poster/ Abstracts

- Verlässliche K<sub>1c</sub> Bestimmung von ZrO<sub>2</sub>- Sinterkeramik  
DGBM Tagung Hannover 22.-24.11.2007
- The Grain Size of a Presintered Zirconia Ceramic  
PEF IADR London 10.-12.09.2008

### Geplante Originalarbeiten

- Der Elastizitätsmodul von Zirkoniumdioxidsinterkeramik (Weißkeramik) als variabler Parameter der kritischen Risszähigkeit
- The correlation between sintering temperature and specimen volume to grain size and material parameters of a presintered zirconia ceramic
- Gefügeuntersuchung an einer Zirkoniumdioxidsinterkeramik
- Verlässliche Bestimmung der kritischen Risszähigkeit von Zirkoniumdioxidsinterkeramik

## Danksagung

Mein Dank gilt Prof. Dr. K.-P. Lange für die Überlassung des Themas sowie für die freundliche Unterstützung.

Besonders bedanke ich mich bei Prof. Dr. W.D. Müller, dessen Unterstützung für das Gelingen dieser Arbeit unerlässlich war und der immer ein offenes Ohr für mich hatte. Die vielen fachlich relevanten oder auch nur freundschaftlich kollegialen Gespräche waren und sind sehr wichtig für mich.

Ferner gilt mein Dank Frau Schöpf und Herrn Busse, die mir bei der Durchführung der Versuche eine große Hilfe waren.

Schlussendlich danke ich meiner Familie und meiner Freundin für ihr Fördern, Fordern und Verständnis.