

4. Material und Methode

4.1. Materialcharakterisierung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden ausschließlich fräsbare Feldspatkeramiken untersucht, deren nachfolgend angeführte Zusammensetzung aus den Herstellerangaben übernommen wurden.

4.1.1. Voruntersuchung

In der Voruntersuchung wurden entwicklungsbegleitend fünf nicht vermarktete Keramiken der Fa. DCS geprüft, die in der chemischen Zusammensetzung der Keramik DC Cristall (DCS, Allschwil, Schweiz) entsprachen. Bei der Herstellung der Keramiken wurden die Verfahrensabläufe variiert. Es handelte sich um Keramiken, die als Entwicklungsvorstufen der Keramik DC Cristall betrachtet werden können. Die entsprechenden Keramiken wurden als MVR, MHR, VL, HL und HP bezeichnet.

4.1.2. Hauptuntersuchung

4.1.2.1. DC Cristall (DCS, Allschwil, Schweiz)

DC Cristall zeichnet sich durch eine hohe Transluzenz aus. Die Herstellung transluzenter Gerüste für Einzelkappen ist möglich. Der Indikationsbereich erstreckt sich von Inlays, Onlays bis zu Einzelkronen für vitale Zähne.

Empfohlen wird eine Brenntemperatur von ca. 800 °C. Für den Glanzbrand sollte eine Brenntemperatur von ca. 950 °C gewählt werden.

4.1.2.2. DC Cream (DCS, Allschwil, Schweiz)

DC Cream unterscheidet sich durch einen erhöhten Aluminiumoxidanteil von DC Cristall, was eine Festigkeitssteigerung bedingt. Zusätzlich wurde der Kaliumoxidanteil gesteigert bei gleichzeitiger Reduktion des Natriumoxides. Die Steigerung des Kaliumoxidanteils führt tendenziell zu einer vermehrten Leuzitbildung, während die Absenkung des Natriumoxidanteils zu einer Verringerung des Glasanteils in der Keramik führt.

DC Cream ist für die Herstellung von Inlays, Onlays, Veneers und Einzelkronen geeignet. Sie bietet den Vorteil, platzsparend verblendet werden zu können.

Eine Brenntemperatur von 800 °C wird vom Hersteller empfohlen. Der Glanzbrand sollte bei ca. 900 °C erfolgen.

4.1.2.3. Cerec Vita Mark II (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Deutschland)

Cerec Vita Mark II entspricht einer aluminiumoxidangereicherten Feinpartikel-Feldspatkeramik, die eine mittlere Partikelgröße von 4 µm aufweist. Sie besitzt im Vergleich zu DC Cream einen leicht höheren Anteil von K₂O und einen niedrigeren Anteil an Na₂O.

Die Keramik Cerec Vita Mark II wird für die Herstellung von Keramikinlays, Onlays, Veneers und Vollkeramikronen für den Front- und Seitenzahnbereich verwendet.

Der Hersteller gibt für den Reinigungsbrand eine Brenntemperatur von 800°C an. Für den Glanzbrand fordert er eine Brenntemperatur von 940 °C.

4.1.2.4. ProCAD (Ivoclar, Schaan, Liechtenstein)

ProCAD ist eine leuzitverstärkte Glaskeramik. Sie dient der Herstellung von Inlays, Onlays, Veneers und Einzelzahnkronen sowohl für den Frontzahnbereich als auch für den Seitenzahnbereich. Für die Front- und Seitenzahnkronen fordert der Hersteller einen Glasurbrand, der bei einer Brenntemperatur von 780 °C durchgeführt werden soll.

Tab. 4.1.: Chemische Zusammensetzung der Keramiken DC Cristall, DC Cream, Cerec Vita Mark II und ProCAD nach Herstellerangaben

Oxide	DC Cristall	DC Cream	Cerec Vita MarkII	ProCAD
SiO ₂	55 – 60 %	50 – 55 %	56 – 64 %	59 – 63 %
Al ₂ O ₃	20 – 25 %	25 – 30 %	20 – 23 %	16 – 21 %
K ₂ O	3 – 7 %	4 – 8 %	6 – 8 %	10 – 14 %
Na ₂ O	10 – 14 %	8 – 12 %	6 – 9 %	3,5 – 6,5 %
CaO	0 – 2 %	0 – 2 %	0,3 – 0,6 %	0,5 – 2,5 %
in kleinen Mengen	ZnO, B ₂ O ₃ , Pigmente	ZnO, B ₂ O ₃ , Pigmente	TiO ₂	B ₂ O ₃ , BaO, CeO ₂ , TiO ₂ , Pigmente

4.1.2.5. 20/9/1A und D 08/01 (DCS, Allschwil, Schweiz)

20/9/1A und D 08/01 sind noch nicht vermarktete Keramiken der Fa. DCS, die mit der Keramik DC Cream vergleichbar sind. Sie weichen in der chemischen Zusammensetzung geringfügig von DC Cream ab. Beide Keramiken weisen einen erhöhten Aluminiumoxidanteil auf.

4.2. Der Versuchsaufbau

Im Rahmen der Voruntersuchungen wurden die Entwicklungsvorstufen der Keramik DC Cristall untersucht, die als MVR, MHR, VL, HL und HP bezeichnet wurden. Es erfolgte die Bestimmung der Biegefestigkeit, des Weibullmoduls und der kritischen Risszähigkeit. Die Biegefestigkeit wurde für die thermisch nachbehandelten Keramiken ermittelt. Das Temperaturmaximum wurde auf 1000°C festgelegt. Ebenfalls wurde anhand der Materialien MVR, MHR und VL die Abhängigkeit der Biegefestigkeit von der Oberflächenbearbeitung (Schleifgrad) geprüft. Die Einflussnahme des Schleifgrades wurde an den thermisch nicht nachbehandelten Keramiken untersucht, die zum einen ausschließlich gesägt worden sind (Diamantierung von 80 µm) und zum anderen bis auf 10 µm getrimmt wurden.

Die Weibullanalyse der Voruntersuchung erfolgte für die bei 1000°C gebrannten Keramiken MVR, MHR, VL und HL. Die Keramik HP wurde aufgrund der geringen Prüfkörperzahl nicht der Weibullanalyse unterzogen.

Die Untersuchung der Risszähigkeit erfolgte ebenfalls an den gebrannten Keramiken ($T_{\max}=1000^{\circ}\text{C}$). Es wurden jeweils 5 Härteeindrücke mit einer Käfteinwirkung von 3,92 N und 4,9 N gesetzt, um die Einflussnahme der Indenterbelastung auf die Ausbildung des Rissmusters sowie auf den Wert der Risszähigkeit zu untersuchen. Die resultierenden Risszähigkeitswerte wurden gegenübergestellt.

Die Hauptuntersuchungen bildeten die Ermittlung der Biegefestigkeit, des Weibullmoduls sowie der Risszähigkeit der Keramiken DC Cristall, DC Cream, Cerec Vita Mark II, ProCAD sowie zweier noch nicht vermarkteter Keramiken der Firma DCS, die als 20/9/1A und D 08/01 bezeichnet wurden. Die Bestimmung der Biegefestigkeit für die Feldspatkeramiken der Firma DCS erfolgte in 5 Messreihen. Um eine Abhängigkeit der Biegefestigkeit von der gewählten Brenntemperatur zu untersuchen, bestanden die Messreihen aus Prüfkörpern, die ungebrannt geprüft wurden und aus Proben, die mit einer Temperatur von 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C gebrannt wurden. Die keramischen Materialien ProCAD und Cerec Vita Mark II wurden in 3 Messreihen untersucht, die neben thermisch unbehandelten Prüfkörpern Proben nach einem Brennvorgang mit einer Brenntemperatur von 800°C und 1000°C beinhalteten.

Nach erfolgter Biegefestigkeitsbestimmung wurde eine Weibullanalyse für die bei 1000°C gebrannten Keramiken durchgeführt.

Die Untersuchung der Risszähigkeit erfolgte ebenfalls an den gebrannten Keramiken ($T_{\max}=1000^{\circ}\text{C}$). Der K_{Ic} -Wert jeder Keramik wurde mit den verschiedenen Rechenansätzen berechnet und tabellarisch gegenübergestellt. Die Abhängigkeit der Risszähigkeit von der thermischen Nachbehandlung wurde anhand der Keramiken DC Cristall, DC Cream und 20/9/1A, die bei 900°C, 1000°C und 1100°C gebrannt wurden, untersucht.

4.2.1. Versuchsablaufschemata

1. Vorbereitung der Prüfkörper
 - Die Prüfkörper wurden aus Preforms mit Hilfe einer diamantierten Säge geschnitten.
 - Allseitiges Trimmen der Prüfkörper mit Diamantscheiben (Korngröße 54 μm und 10 μm), unter Einhaltung der Planparallelität. Die Kanten der Prüfkörper wurden in einem Winkel von 45° gebrochen. Anschließend wurden die Prüfkörper getrocknet.
 - Die meisten Versuchsreihen beinhalteten eine thermische Nachbehandlung der Prüfkörper im Inceramat Brennofen. Eine Ausnahme bildeten die ausschließlich polierten Prüfkörper.
2. Biegefestigkeitsbestimmung im Dreipunkt-Biegeversuch
 - Die Prüfkörper wurden zuerst mit einer Druckfinne gebrochen, die eine Stützweite von 18,85 mm aufwies. Die Bruchlast, die Stützweite sowie die Höhe und Breite der Prüfkörperbruchstelle wurden notiert.
 - Anschließend wurden die Bruchstücke mit einer kleineren Druckfinne gebrochen (Stützweite von 14,05 mm), so dass ein Prüfkörper drei Messwerte lieferte.
 - Ausnahmen bildeten die Keramiken Cerec Vita Mark II und ProCAD, da die angefertigten Prüfkörper aufgrund ihrer Größe ausschließlich mit einer Druckfinne mit einer Stützweite von 9,5 mm gebrochen werden konnten.
3. Risszähigkeitsbestimmung mit Hilfe der Indentermethode
 - Die Prüfkörper aus dem Dreipunkt-Biegeversuch fanden Anwendung.
 - Die Prüfkörper wurden vor dem Setzen der Härteeindrücke mit Aceton entfettet, anschließend wurden je Prüfkörper 10 Vickershärteeindrücke gesetzt (Auflagekraft 4,9 N, Haltezeit 20 s).
 - Nach dem Setzen der Eindrücke erfolgte mit dem Programm WinTV die lichtmikroskopische Aufnahme (Hellfeld, 50-fache Vergrößerung).
 - Abschließend wurden die Rissmuster mit dem Bildbearbeitungsprogramm Image P2 ausgemessen.

4.2.2. Probenvorbereitung

Die Untersuchungen erfolgten an Proben, die mit Hilfe einer diamantierten Säge aus den Preforms gesägt wurden. Das Sägeblatt besaß eine Schnittbreite von 300 µm und eine Diamantierung von 80 µm. Die Prüfkörper wurden anschließend allseitig mit Hilfe des Schleifgerätes Metasinex PT 232 (Prätech Berlin) auf Diamantscheiben mit einer Körnung von 54 µm und 10 µm getrimmt. Für die Risszähigkeitsuntersuchung erfolgte auf einem Poliertuch unter Verwendung einer Diamantsuspension von 3 µm und 1 µm eine abschließende Politur. Die Prüfkörperabmessungen richteten sich nach den gelieferten Preformgrößen. Es wurde eine Parallelität der Flächen angestrebt. Die Kanten der Prüfkörper wurden während des Schleifens in einem Winkel von ca. 45° gebrochen. Durch das Brechen der Kanten sollten Abplatzungen entfernt werden, die durch das Schneiden und den Schleifprozess entstanden waren. Von derartigen Abplatzungen kann ein Risswachstum ausgehen, das zu einem vorzeitigen Versagen der Keramik führen könnte. Vor dem Brennvorgang wurden die Proben getrocknet. Die Prüfkörper wurden anschließend im Inceramat Brennofen (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Deutschland) gebrannt.

Tab. 4.2.: Aufbau des Brennvorganges ($T_{max} = 800^{\circ}\text{C}$, 900°C , 1000°C bzw. 1100°C)

<u>Brennprogramm</u>	
Aufheizzeit von Raumtemperatur (20°C) auf 300°C:	5 min
Haltezeit bei 300°C:	3 min
Aufheizzeit von 300°C auf die maximale Brenntemperatur:	14 min
Haltezeit bei der maximalen Brenntemperatur:	5 min
Kontrolliertes Abkühlen der Prüfkörper im geschlossenen Ofen:	ca. 2 h

4.2.3. Die Bestimmung der Biegefestigkeit im Dreipunkt-Biegeversuch

Die Biegefestigkeitsprüfungen erfolgten als Dreipunkt-Biegeversuch mit Hilfe der Universalprüfmaschine ZMGI 250 (Rauhenstein). Für die Durchführung des Versuches wurden Druckfinnen mit einer Stützweite von 18,85 mm, 14,05 mm und 9,5 mm verwendet (schematische Darstellung des Dreipunkt-Biegeversuchs Abb. 2.8.).

Die Prüfkörper wurden auf den Druckfinnen so platziert, dass der Prüfstempel auf die Prüfkörpermitte (entsprechend der Mitte der Stützweite) einwirkte. Nach Einschalten des Motors erfolgte eine gleichmäßig zunehmende Belastung. Die Universalprüfmaschine besitzt eine Vorschubgeschwindigkeit von 5 mm/min. Nach Bruch des Prüfkörpers konnte die Bruchlast abgelesen werden. Die Prüfkörper der DCS-Keramiken wurden unter Verwendung der größten Druckfinne ($l = 18,85$ mm) gebrochen. Die erhaltenen Bruchstücke wurden anschließend in einem zweiten Biegeversuch mit einer kleineren Druckfinne ($l = 14,05$ mm) nochmals gebrochen. Die Keramiken ProCAD und Cerec Vita Mark II wurden ausschließlich mit der kleinsten Druckfinne ($l = 9,5$ mm) gebrochen. An der Bruchstelle des Prüfkörpers wurde mit einer Genauigkeit von $\pm 0,01$ mm der Prüfkörperquerschnitt (Höhe h , Breite b) mit Hilfe eines elektronischen Messschiebers bestimmt. Anschließend erfolgte die Berechnung der Biegefestigkeit nach der bereits erwähnten Gleichung (4)

$$(4) \quad s = \frac{3 \cdot l \cdot F}{2 \cdot b \cdot h^2}$$

σ	=	Biegefestigkeit	[N/mm ² = MPa]
l	=	Stützabstand	[mm]
F	=	Bruchlast	[N]
B	=	Breite	[mm]
h	=	Höhe	[mm].

4.2.4. Die Bestimmung der Risszähigkeit mit Hilfe der Indentermethode

Für die Durchführung der Indentermethode wurde ein Durimet-Mikrohärtegerät der Firma Leitz (Wetzlar) sowie ein verkehrtes Auflichtmikroskop, Metaval (Carl Zeiss, Jena) verwendet. Für die Ausmessung der Vickershärteeindrücke wurden die lichtmikroskopischen Bilder mit Hilfe einer Videokamera, die an einen Computer gekoppelt wurde, aufgenommen. Die Härteeindrücke und die von ihnen ausgehenden Risse wurden mit dem Bildbearbeitungsprogramm Image P2 (H&K Messsysteme, Berlin) ausgemessen. Zur Eichung der Messskala wurde ein Objektmikrometer (100:1) der Firma Carl Zeiss (Jena) benutzt.

Eine Voraussetzung für die Durchführung der Indentermethode bestand in der Planparallelität der Proben, so dass die Diamantpyramide senkrecht auf die Oberfläche des Prüfkörpers auftreffen konnte und eine gleichmäßige Belastung gewährleistet war. Eine zweite Bedingung stellte die vorhergehende Politur der Prüfkörper dar.

4.2.4.1. Das Setzen der Härteeindrücke

Vor Beginn der Risszähigkeitsuntersuchung wurde die Auflagekraft ermittelt, bei der die Ausbildung von Rissmustern mit vier Rissen am wahrscheinlichsten erfolgte. Außerdem sollten keine Abplatzungen auftreten. Dieses wurde für die untersuchten Feldspatkeramiken am sichersten bei einer Krafteinwirkung von 4,9 N erzielt.

Für die Untersuchung wurden Prüfkörper mit einer Abmessung von 10 x 5 x 2,5 mm verwendet. Es fanden die Bruchstücke aus dem Dreipunktbiegeversuch Verwendung, die dem mittleren Biegefestigkeitswert am ehesten entsprachen.

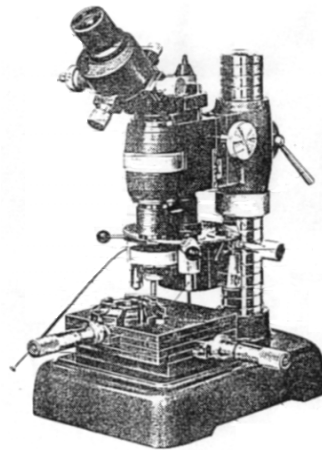


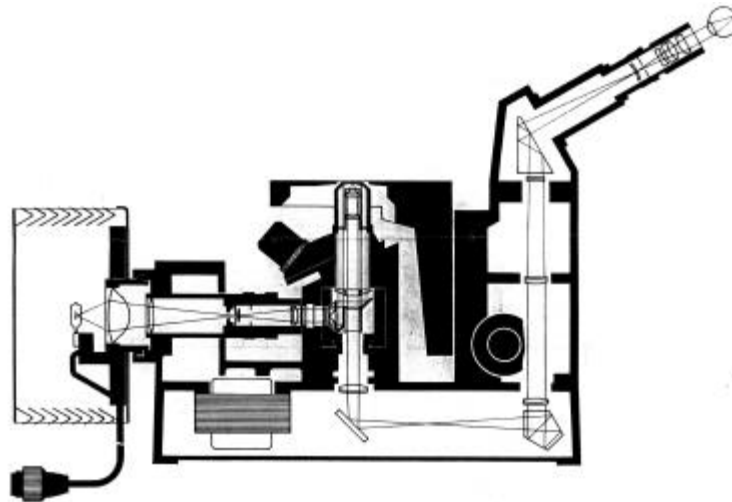
Abb. 4.2.: Durimet-Härteeindruckgerät

Vor dem Setzen der Eindrücke erfolgte eine Entfettung der Proben mit Aceton. Mit Hilfe des Durimet-Härteeindruckgerätes wurden je Prüfkörper 10 Eindrücke mit einer Auflagekraft von 4,9 N gesetzt. Es wurde eine Haltezeit von 20 Sekunden gewählt. Die Eindrücke wurden in einem Abstand gesetzt, der ungefähr der vierfachen Risslänge entspricht. Nach Setzung der Härteeindrücke erfolgte unverzüglich die Aufnahme der Härteeindrücke und Rissmuster, um ein unterkritisches Risswachstum zu verhindern.

4.2.4.2. Das Ausmessen der Vickers-Härteeindrücke und die Berechnung der Risszähigkeit

Die Apparatur bestand aus dem Lichtmikroskop Metaval (Carl Zeiss, Jena) und einer Videokamera, die an einen Computer angeschlossen wurde. Die Härteeindrücke wurden im Hellfeld

bei einer 50-fachen Vergrößerung aufgenommen. Die Erkennbarkeit der Härteeindrucksgrenzen sowie die Sichtbarkeit der Risslängendimension sind Voraussetzungen für die Risszähigkeitsbestimmung. In manchen Fällen konnte dieses nicht mit einem Bild erreicht werden, weshalb die Aufnahme eines zweiten Bildes in einer anderen Ebene notwendig war.



*Abb. 4.3.: Schematischer Aufbau des Metaval-Lichtmikroskopes (Carl Zeiss, Jena)
Es entspricht einem umgekehrten Auflichtmikroskop.*

Das Programm WinTV ermöglichte die Aufnahme lichtmikroskopischer Bilder, deren Ausmessung über das Bildbearbeitungsprogramm Image P2 (H&K Messsysteme, Berlin) möglich war. Die Eichung des Messfeldes erfolgte mit Hilfe eines 100:1 Objektmikrometers der Firma Carl Zeiss (Jena), das lichtmikroskopisch bei einer 50-fachen Vergrößerung aufgenommen wurde. Beide Eindrucksdiagonalen ($2a$) des Vickershärteeindrucks wurden in μm ausgemessen. Um den Messfehler zu minimieren, wurde die Messung jeweils drei mal wiederholt. Anschließend erfolgte die Berechnung des arithmetischen Mittels aus den Mittelwerten der beiden Eindrucksdiagonalen, so dass nur noch ein Wert für die Berechnung vorlag.

Danach erfolgte die Bestimmung der vorliegenden Risslängen. Die Risslänge wurde ausgehend vom tiefsten Punkt des Härteeindrucks (Spitze der Pyramide) bis zum Ende des sichtbaren Risses (c) gemessen. Alle vier Risse wurden auf diese Weise bestimmt. Um die Risszähigkeit berechnen zu können, wurde der Mittelwert aus den vier Risslängen gebildet.

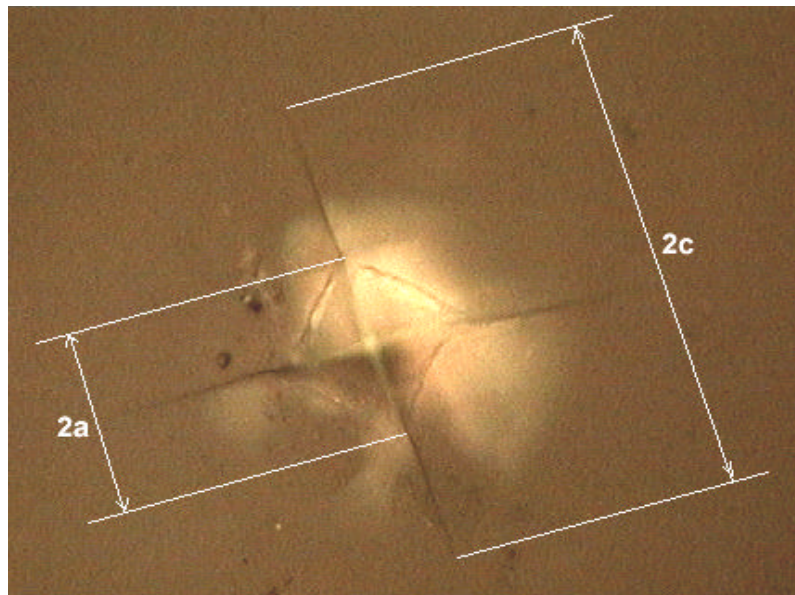


Abb. 4.4.: Schematische Darstellung der zu ermittelnden Größen

Für die Berechnung der Risszähigkeit wurde für jeden Härteeindruck der entsprechende Härtewert nach der für den jeweiligen Rechenansatz empfohlenen Formel ermittelt. Ein E-Modul von 73,4 GPa fand Verwendung, der aus den Veröffentlichungen von GEIS-GERSTORFER [37] und WIEDERHORN [138] übernommen und wie empfohlen keramikübergreifend verwendet wurde. Die Risszähigkeit wurde nach den im 2.8.2. Kapitel angeführten Rechenansätzen berechnet und gegenübergestellt. Unberücksichtigt bleibt der von MUNZ veröffentlichte Rechenansatz für die Berechnung von Palmqvistrissen (Gleichung 16), da er zu stark abweichenden Werten führt.

4.2.5. Statistische Auswertung

4.2.5.1. Die Varianzanalyse

Die statistische Auswertung erfolgte mit Hilfe des Programms SPSS für Windows[®], Version 12.0 sowie Origin 6.0.

Innerhalb der deskriptiven Statistik wurden die Quantile bestimmt. Der Wert x einer Verteilungsfunktion, der mit einer bestimmten Wahrscheinlichkeit p nicht überschritten wird, heißt Quantil x_p . Das Quantil $x_{0,5}$ entspricht dem Median- oder Zentralwert. Der Medianwert ist der Wert, der mit einer Wahrscheinlichkeit von 0,5 nicht überschritten wird. Er ist dadurch charak-

terisiert, dass er die aufsteigend geordnete Messwertreihe in zwei gleich große Teile teilt, so dass ober- und unterhalb des Medianwertes jeweils 50% der gemessenen Werte liegen. Das Quantil $x_{0,25}$ bezeichnet man auch als unteres Quartil, $x_{0,75}$ entspricht dem oberen Quartil. Der Medianwert bietet gegenüber dem Mittelwert den Vorteil, dass er unempfindlich gegenüber Extremwerten ist.

Der graphischen Veranschaulichung der statistischen Ergebnisse dienen Box-Whisker-Plots, um die Häufigkeitsverteilung in jeder Versuchsreihe anschaulich darstellen zu können.

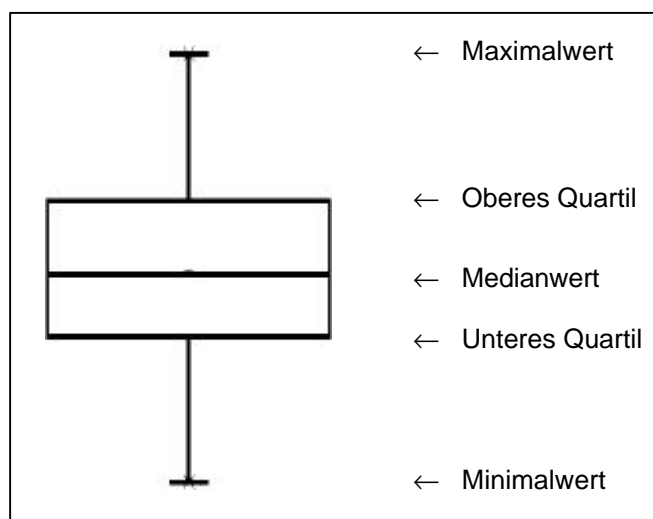


Abb. 4.5.: Graphische Darstellung der statistischen Ergebnisse im Box-Whisker-Plot

Als tabellarische Werte fanden der arithmetische Mittelwert \bar{x} , die Standardabweichung s und der Variationskoeffizient v ($v = s / \bar{x}$) Anwendung.

Um eine Varianzanalyse vornehmen zu können, sollten die Messwerte normalverteilt sein sowie unabhängig voneinander vorliegen. Mit Hilfe von SPSS wurde über den Kolmogorov-Smirnov-Test die Normalverteilung der Messwerte nachgewiesen. Die Unabhängigkeit der Messwerte ergab sich aus dem Versuchsaufbau.

Nach Feststellung der Normalverteilung erfolgte die Varianzanalyse mit Hilfe des Ein-Weg-Anova-Tests. Es wurde ein Signifikanzniveau von 0,05 gewählt. Nach Durchführung eines Paarvergleiches resultierte bei einer Irrtumswahrscheinlichkeit von 5% ein p-Wert, der die Nullhypothese (H_0 : beide Stichproben verhalten sich gleich) bestätigt ($p > 0,05$) oder im umge-

kehrten Fall die Nullhypothese ablehnt ($p < 0,05$). In diesem Fall war das Testergebnis als signifikant zu bezeichnen.

4.2.5.2. Die Weibullanalyse

Die Weibullanalyse wurde anhand der Keramikprüfkörper durchgeführt, die bei einer Temperatur von 1000°C getempert wurden. Die Messreihen bestanden aus 30 Biegefestigkeitswerten. Für die Bestimmung der Weibullverteilung wurden die Biegefestigkeitswerte aufsteigend angeordnet und gleichzeitig von 1-n nummeriert ($n=30$). Mit Hilfe der Gleichung (9) erfolgte die Ermittlung der entsprechenden Versagenswahrscheinlichkeit P für die vorliegende Biegefestigkeit.

$$(9) \quad P_i = \frac{i - 0,5}{n}$$

P_i = Versagenswahrscheinlichkeit
 i = Prüfkörpernummer
 n = Prüfkörperanzahl.

Im Weibulldiagramm wurde $\ln \ln 1 / (1-P)$ gegen $\ln \sigma_c$ aufgetragen. Es resultierte eine Gerade, aus deren Anstieg der Weibullmodul bestimmt wurde. Außerdem wurde die Weibullfestigkeit σ_0 ermittelt, die entsprechend der Gleichung (10) bei $\ln \ln 1 / (1-P) = 0$ vorlag.