Aus der Universitätsklinik für Thorax-, Herz- und Gefäßchirurgie Sektion Medizinische Werkstoffkunde und Technologie

Applikationseinfluss von Linern auf den Haftverbund in vollkeramischen Restaurationen

Inaugural-Dissertation zur Erlangung des Doktorgrades der Zahnheilkunde

der Medizinischen Fakultät der Eberhard Karls Universität zu Tübingen

vorgelegt von

Zeiher-Spintzyk geb. Zeiher, Irena Dorothee

2016

Dekan:

Professor Dr. I. B. Autenrieth

1. Berichterstatter:	Professor Dr. J. Geis-Gerstorfer
2. Berichterstatter:	Professor Dr. L. Pröbster
Tag der Disputation:	19.12.2016

In Liebe und Dankbarkeit meinen Eltern und meinem Mann gewidmet

INHALTSVERZEICHNIS

1. Einleitung	1
2. Grundlagen	4
2.1 Dentalkeramiken	4
2.2 Silikatkeramiken	7
2.3 Hauptbestandteile der Silikatkeramiken	7
2.3.1 Quarz	7
2.3.2 Cristobalit	8
2.3.3 Kaolin	8
2.3.4 Feldspat	8
2.4 Oxidkeramiken	9
2.5 Verblendkeramiken	11
2.5.1 Liner	11
2.5.2 Dentinkeramik	12
2.5.3 Schmelzkeramik	
2.5.4 Glasurmasse	12
2.5.5 Modellierflüssigkeit	
2.6 Gerüstkeramiken, Zirkoniumdioxid (ZrO ₂)	13
2.7 Arbeitsablauf zur Herstellung einer vollkeramischen Restauration .	15
2.7.1 CAD/CAM Verarbeitung von Gerüstkeramik	15
2.7.2 Sintern der Dentalkeramik	
2.7.3 Verblenden des Gerüsts	
2.8 Eigenschaften von Keramiken	17
2.8.1 Mechanische Eigenschaften	17
2.8.2 Wärmeausdehnungskoeffizient (thermische Eigenschaften)	19
2.9 Verbund zwischen Gerüstkeramik und Verblendung	19
2.9.1 Verbundmechanismus	19
2.9.2 Benetzbarkeit	21
2.9.3 Strain energy relase rate	22

3. Literaturübersicht	24
3.1 Einfluss des Liners auf den Haftverbund	24
3.2 Einfluss der Linerapplikationsmethode auf den Haftverbund	30
3.3 Tests zur Überprüfung des Haftverbundes	30
3.3.1 Biegeprüfung	32
3.3.2 Zugversuch	32
3.3.3 Scherprüfung	32
3.3.4 Abschlagversuch	33
3.4 Verbundprüfung im Vollkeramiksystem und warum SER	33
4. Ziel der Studie	35
5. Material und Methoden	36
5.1 Aufbau der Studie	36
5.1.1 Ermittlung der SER	36
5.1.2 Rauheitsmessung	37
5.2 Material	37
5.3 Herstellung der Proben	38
5.3.1 Vorbereitung des Zirkoniumdioxidgerüsts	38
5.3.2 Linerapplikation	40
5.3.3 Herstellung einer Verblendform	43
5.3.4 Verblenden der Proben	44
5.3.5 Kerbung der Proben	46
5.4 Energiefreisetzungsrate	50
5.4.1 Vier-Punkt-Biegeversuch	50
5.4.2 Berechnung der Energiefreisetzungsrate	51
5.5 Untersuchung der Proben am Mikroskop	54
5.6 Bruchmodus	54
5.7 Statistische Auswertung	54
6. Ergebnisse	56
6.1 Übersicht	56
6.2 Rauheitsmessungen	56
6.3 Kraft-Weg-Kurve	57

6.3.1 Kurvenverlauf allgemein	57
6.3.2 Das zweite Plateau	60
6.4 Energiefreisetzungsrate	60
6.4.1 Kraftwerte für Energiefreisetzungsrate G	60
6.4.2 Ergebnisse Energiefreisetzungsrate G	61
6.5 Mikroskopische Analyse der Frakturflächen	62
6.5.1 Verlauf der Bruchlinien	62
6.5.2 REM-Aufnahmen der Kontaktzone	65
6.5.3 Bruchmodus	71
6.5.4 Schichtdicke des Liners	71
6.6 Statistische Analyse der SER	72
7. Diskussion	73
7.1 Beurteilung der SER-Prüfmethode	73
7.1.1 Haftverbundtests	73
7.1.2 Probenherstellung	75
7.1.3 Vier-Punkt-Biegeversuch	77
7.1.4 Berechnung der Energiefreisetzungsrate	77
7.2 Diskussion der Ergebnisse	78
7.2.1 Energiefreisetzungsrate G im Vergleich	78
7.2.2 Einfluss des Liners auf den Haftverbund	80
7.2.3 Einfluss der Oberflächenvorbehandlung auf den Haftverbund	82
7.2.4 Mikroskopische Beurteilung der Probekörper	83
7.2.5 Beurteilung der SER als Testmethode zur Überprüfung des	
Haftverbunds	84
7.3 Schlussfolgerung	86
8. Zusammenfassung	88
9. Literaturverzeichnis	89
10. Anhang	96
10.1 Material und Materialeigenschaften	96
10.2 Ofen- und Sinterparameter	98
11. Erklärung zum Eigenanteil der Dissertationsschrift	101

12.	Danksagung10	02
		-

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Allgemeine Einteilung der Dentalkeramiken (3)	.4
Abbildung 2: Einteilung der Dentalkeramiken nach ihrer Verarbeitung (3)	.6
Abbildung 3: ZrO ₂ Phasenumwandlungen (32)1	14
Abbildung 4: Benetzungswinkel (37)2	22
Abbildung 5: Allgemeine schematische Übersicht der Verbundprüfmethoden fü	ï٢
Metallkeramiken (44)	31
Abbildung 7: Verblendete Probe mit V-Kerbe.	37
Abbildung 8: Probekörper im Blank	38
Abbildung 9: Proben vor (oben) und nach dem Sintern (unten)	39
Abbildung 10: Sinterringe in der Brennkammer nach dem Sinterprozess	40
Abbildung 11: Farbergebnisse der Applikationsmethoden im Vergleich	40
Abbildung 12: Linerapplikation mit dem Pinsel (links); Linerapplikation mit dem	1
Glasspatel (rechts)	41
Abbildung 13: Auftragen des angemischten Schlickers mittels Pinsel für den	
Washbrand	42
Abbildung 14: Applikation des Liners mittels Airbrushpistole; angemischter	
Schlicker in der Airbrushpistole (a, b), Airbrushpistole in Seitenansicht (c),	,
Probe kurz vor dem Besprühen (d)	43
Abbildung 15: Individuell hergestellte Verblendform für die Aufnahme der	
Proben und der Verblendmasse	44
Abbildung 16: Schlicker wird in die Form eingebracht (a); säubern der Kanten	
vor dem Brennprozess (b); Proben auf Brenngutträger (c); Proben nach	
dem Brennvorgang: 1. Dentinbrand (d) und 2. Dentinbrand (e)	45
Abbildung 17: Proxongerät (X-, Y-, Z-Koordinatentisch)	47
Abbildung 18: Die Anfangskerbe von 0,5 mm.	48
Abbildung 19: Schematische Darstellung der pneumatisch betriebenen	
Rasierklingenmaschine (47)	49
Abbildung 20: Fertig verblendete Probe mit V-Kerbe	50
Abbildung 21: Schematische Darstellung des Vier-Punkt-Biegeversuchs nach	
DIN 6872	51

Abbildung 22: Exemplarische Kraft-Weg-Kurve	52
Abbildung 23: Übersicht der Ergebnisse	56
Abbildung 24: Oberflächenrauheit der einzelnen Gruppen. Mittelwert und	
Standardabweichung aus jeweils n = 5 Proben	57
Abbildung 25: Exemplarische Kurve aus der Gruppe Pinsel, der Rahmen stell	t
das zweite Plateau dar	58
Abbildung 26: Exemplarische Kurve aus der Gruppe Glasspatel, der Rahmen	
stellt das zweite Plateau dar	58
Abbildung 27: Exemplarische Kurve aus der Gruppe Washbrand, der Rahmer	ı
stellt das zweite Plateau dar	59
Abbildung 28: Exemplarische Kurve aus der Gruppe Airbrush, der Rahmen	
stellt das zweite Plateau dar	59
Abbildung 29: Exemplarische Kurve aus der Gruppe ohne Liner, der Rahmen	
stellt das zweite Plateau dar	60
Abbildung 30: Mittlere SER und Standardabweichung; der Balken besteht aus	s n
= 12 Proben	62
Abbildung 31: Bruchlinienverlauf aus der Gruppe Pinsel	63
Abbildung 32: Bruchlinienverlauf aus der Gruppe Glasspatel	63
Abbildung 33: Bruchlinienverlauf aus der Gruppe Washbrand	64
Abbildung 34: Bruchlinienverlauf aus der Gruppe Airbrush	64
Abbildung 35: Bruchlinienverlauf aus der Gruppe ohne Liner	65
Abbildung 36: Exemplarische Probe aus der Gruppe Pinsel bei 1000-facher	
Vergrößerung; a = ZrO ₂ , b = Verblendkeramik, c = kohäsiver Bruchmodus	S,
d = adhäsiver Bruchmodus, gestrichelte Linie = Kontaktzone (Interface)	66
Abbildung 37: Exemplarische Probe (siehe Abb. 35) aus der Gruppe Pinsel be	эі
3000-facher Vergrößerung; kohäsiver Bruch	66
Abbildung 38: Exemplarische Probe aus der Gruppe Glasspatel bei 1000-fach	ıer
Vergrößerung; Mischbruch	67
Abbildung 39: Exemplarische Probe (siehe Abb. 37) aus der Gruppe Glasspat	tel
bei 3000-facher Vergrößerung; Mischbruch	67
Abbildung 40: Exemplarische Probe aus der Gruppe Airbrush bei 1000-facher	•
Vergrößerung; Mischbruch	68

Abbildung 41: Exemplarische Probe (siehe Abb. 39) aus der Gruppe Airbrush
bei 3000-facher Vergrößerung; kohäsiver Bruch
Abbildung 42: Exemplarische Probe aus der Gruppe Washbrand bei 1000-
facher Vergrößerung; adhäsiver Bruch69
Abbildung 43: Exemplarische Probe (siehe Abb. 41) aus der Gruppe
Washbrand bei 3000-facher Vergrößerung; adhäsiver Bruch69
Abbildung 44: Exemplarische Probe aus der Gruppe ohne Liner bei 1000-facher
Vergrößerung; adhäsiver Bruch70
Abbildung 45: Exemplarische Probe (siehe Abb. 43) aus der Gruppe ohne Liner
bei 3000-facher Vergrößerung; adhäsiver Bruch
Abbildung 46: Linerschichtdicke einer exemplarischen Probe; Pfeil = Liner71

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Anwendungsparameter von Silikatkeramiken (3)	7
Tabelle 2: Anwendungsparameter glasinfiltrierte Keramik (3)	10
Tabelle 3: Anwendungsparameter Oxidkeramik (3)	11
Tabelle 4: Biegefestigkeit von Keramiken (8)	18
Tabelle 5: Übersicht Einfluss des Liners auf den Haftverbund	29
Tabelle 6: Materialeigenschaften zur Berechnung der SER (48)	52
Tabelle 7: Geometrische Parameter zur Berechnung der SER (48)	53
Tabelle 8: Mittlere Oberflächenrauheit	57
Tabelle 9: Mittlere Kraftwerte der einzelnen Gruppen	61
Tabelle 10: Ergebnisse SER der einzelnen Gruppen	61
Tabelle 11: Mittelwerte der Linerschichtdicken	72
Tabelle 12: Ergebnisse im Vergleich mit Resultaten aus der Literatur	79
Tabelle 13: Übersicht Einfluss des Liners auf den Haftverbund und verwend	ete
Haftverbundtests	81
Tabelle 14: ZrO ₂	96
Tabelle 15: Liner	97
Tabelle 16: Verblendkeramik	97
Tabelle 17: Strahlmittel	98
Tabelle 18: Hilfsmittel zur Linerapplikation	98
Tabelle 19: Isolierung	98
Tabelle 20: Material zur Kerbung der Probekörper	98
Tabelle 21: In dieser Studie verwendete Öfen	98
Tabelle 22: Sinterringe zur Überprüfung der Ofenparameter im Sinterofen	99
Tabelle 23: Sinterparameter Zenostar Zr Translucent	99
Tabelle 24: Zenoflex Washbrand und Linerbrand Ofenparameter	99
Tabelle 25: Ofenparameter 1. Dentinbrand	99
Tabelle 26: Ofenparameter 2. Dentinbrand	.100
Tabelle 27: Ofenparameter Glanzbrand	.100

Abkürzungsverzeichnis

Al ₂ O ₃	Aluminiumoxid	
α	Benetzungswinkel	
b	Breite der Probe (SER-Formel)	
CAD	Computer-aided-design	
CAM	Computer-aided-manufacturing	
°C	Grad Celsius	
cm ³	Kubikzentimeter	
E-Modul oder E	Elastizitätsmodul	
η	Eta = geometrischer Faktor (SER-Formel)	
F	Kraft	
Gew%	Gewichtsprozent	
G	Energiefreisetzungsrate oder Strain energy relase	
	rate	
g	Index für Gerüstkeramik (SER-Formel)	
GPa	Gigapascal	
g	Gramm	
h	Höhe der Probe (SER-Formel)	
h	Stunde	
HV	Vickershärte	
К	Kelvin	
I	Differenz zwischen innerer und äußerer Auflage	
	(SER-Formel)	
MgAl ₂ O ₄	Spinell	
mm	Millimeter	
min	Minute	
MPa	Megapascal	
μ	Poissonzahl (auch Querkontraktionszahl)	
μm	Mikrometer	
NiCrMo	Nickel Chrom Molybdän	
PTCR	Process Temperature Control Rings	

REM	Rasterelektronenmikroskop
SEVNB	Single-Edge-V-Notched-Beam
SiO ₄	Silikat
SiO ₂	Siliziumdioxid
SER	Energiefreisetzungsrate oder Strain energy relase
	rate
σ	Sigma, Biegefestigkeit
v	Index für Verblendkeramik (SER-Formel)
WAK	Wärmeausdehnungskoeffizient
Y_2O_2	Yttriumoxid
Y-TZP	Yttrium-teilstabilisiertes Zirkoniumdioxid
ZrO ₂	Zirkoniumdioxid
ZrSiO ₄	Zirkonsilikat

1. Einleitung

Ästhetische Restaurationen sind im Patientenkreis immer häufiger gefragt. Der Zahnersatz soll außerdem funktionell einwandfrei und gewebeverträglich sein. Der Einsatz von Dentallegierung wird, wegen etwaigen unerwünschten Wirkungen, bei Patienten zunehmends unbeliebter.

Durch die CAD/CAM Technologie lassen sich Materialien wie Zirkoniumdioxid (ZrO₂) verarbeiten, die dann verblendet werden können. Dieser vollkeramische Zahnersatz gilt als äußerst biokompatibel und zeichnet sich durch eine hohe Ästhetik aus (1, 2).

Bei der Herstellung von dentalen Restaurationen aus keramischen Werkstoffen ergeben sich verschiedene Möglichkeiten. Zum Einen über metallkeramische Restaurationen, hierbei wird das Gerüst aus einer Metalllegierung hergestellt und mittels keramischer Massen verblendet. Dem gegenüber stehen die vollkeramischen Restaurationen. Diese Restaurationen können demnach aus einem mit keramischer Masse verblendeten Gerüst bestehen oder monolithisch aus einem Werkstoff hergestellt werden.

Der Vorteil von Keramiken ist, dass sie eine hohe Abrasionsfestigkeit, sowie gute lichtoptische Eigenschaften haben und dass sie in der Mundhöhle neutral zu anderen Restaurationsmaterialien sind und sich als sehr biokompatibel erweisen. Außerdem können die Zutaten der Keramikmassen bei industriellen Herstellungsprozessen so angepasst werden, dass die beim Patienten auftretenden Zahnfarben für eine Restauration reproduziert werden können (3). Trotz aller ästhetischen und biokompatiblen Vorteile ist aus klinischen Studien bekannt, dass Yttrium-teilstabilisiertes Zirkoniumdioxid (Y-TZP) eine ausreichende Festigkeit für Brückengerüste bietet. Schwächstes Glied der Kette ist jedoch die Verblendkeramik, wobei die häufigste Fehlerursache ihr Abplatzen vom Zirkoniumdioxid-Gerüst ist. Das Abplatzen (Chipping) wird auf eine schlechte Verbundfestigkeit, auf eine zu starke Spannung in der Verblendung wegen schlecht adaptierter Wärmeausdehnungskoeffizienten, auf eine zu große Last durch Vorkontakte oder störende Bissverhältnisse, ein nicht

1

anatomisch gestaltetes ZrO₂-Gerüst oder auf Verblendschichtdicken von mehr als 1,5 mm zurückgeführt (3, 4).

Die Art und Weise des Chippings bei Vollkeramikrestaurationen unterscheidet sich von der bei Metallkeramiksystemen sowohl in seinem Ausmaß als auch darin wie die Risse verlaufen (5).

Die Verbundmechanismen der Metallkeramiksysteme sind vielfältig und unterscheiden sich im Einzelnen von denen der Vollkeramik. Die Verbindung im Kontaktflächenbereich der Metallkeramik kommt bekannterweise zustande durch Van-der-Waals-Kräfte, die Diffusion von Metalloxiden in die Sauerstoffbrücken Verblendkeramik. zwischen Metalloxiden und der Silikatkeramik sowie durch mechanische Mikroretentionen und Kontraktionskräfte aufgrund unterschiedlicher Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) (1,6).

Vollkeramikrestaurationen bestehen die Gerüste Bei entweder aus Aluminiumoxid oder Zirkoniumdioxid. Hierbei handelt es sich um Metalloxide. Im Klartext müsste das bedeuten, dass während des Verblendvorgangs einer Restauration auf den Oxidbrand verzichtet werden kann und somit die gleichen theoretischen Erklärungen für den Verbund zur silikatischen Verblendkeramik gelten würden wie in der Metallkeramik. Für diese Annahme gibt es jedoch keine Bestätigung. Sicher ist jedoch, dass der primäre Haftverbund im vollkeramischen System durch ein Aufschrumpfen der Verblendkeramik auf das Gerüst (Wärmeausdehnungskoeffizientendifferenz) und evtl. noch durch Mikroretentionen zustande kommt (1).

Der Trend zu einer ästhetischen Keramikrestauration, die die Farbe und die Form der natürlichen Zähne imitieren soll, steckt voller Zugeständnisse (7, 8). Da der Erfolg einer Restauration durch viele Faktoren beeinflusst und limitiert wird, wie z.B. die Anforderung an ein bestimmtes Restaurationsdesign, den Herstellungsprozess, die Materialauswahl, die späteren klinischen Bedingungen (7) und dadurch, dass die Keramiken durch ihre Sprödigkeit anfällig sind, ist es nicht verwunderlich, dass es häufig zu Brüchen kommt (9).

Vergleicht man klinische Untersuchungen, die die Überlebensraten einzelner Keramikrestaurationen einander gegenüberstellt, wird deutlich, dass die

2

Fünfjahresüberlebensrate von monolithischen Restaurationen mit 95 % gleich hoch ist wie die von metallbasierten Restaurationen (10). Geht man nun weiter und schaut wie sich ein verblendetes ZrO₂-Gerüst über drei Jahre verhält, wird deutlich, dass eine aufgepresste Verblendung häufiger Chippingprobleme aufweist als eine einfach geschichtete Verblendkeramik (11). Außerdem ist das Frakturrisiko von geschichteten Restaurationen ungefähr doppelt so hoch wie das von monolithischen aus Lithiumdisilikat (12).

Dass das Versagen einer geschichteten Vollkeramikrestauration öfters auftritt als bei metallkeramischen ist nun ersichtlich, aber welchen Einfluss der Liner hat, bzw. ob er überhaupt Einfluss auf den Haftverbund nimmt, ist bislang unklar, da es keine einheitliche Vorgehensweise bei der Anwendung und Verarbeitung eines Liners gibt. Einzelne Studien beschreiben einen verminderten Haftverbund durch die Lineranwendung (13-16), vereinzelt findet man Studien, die eine Verbesserung der Verbundfestigkeit feststellen (17), und manche beschreiben, dass der Liner den Haftverbund überhaupt nicht beeinflusst (18-21). Darüber hinaus stellt sich die Frage, ob die Art und Weise, wie ein Liner auf ein Gerüst aufgetragen wird, Einfluss auf den Haftverbund nehmen kann. Wie die Applikationsmethode auf den Verbund einwirkt, ist bisher nur mit Opaker im metallkeramischen System untersucht worden. Hierbei konnten keine Unterschiede festgestellt werden (22).

Sicher ist nur, dass ein Liner aufgetragen werden sollte, um das strahlende Weiß des Gerüstes abzumildern (13).

2. Grundlagen

2.1 Dentalkeramiken

Der Begriff Dentalkeramik beschreibt einen anorganischen, nichtmetallischen und pulverförmigen Werkstoff, der sobald er bei Raumtemperatur mit einer Flüssigkeit vermischt, zu einem formbaren Schlicker wird. Durch den Brennprozess, dem sogenannten Sintern, wird die Masse oberhalb von 700 °C verbacken (23).

Grundsätzlich können Dentalkeramiken (Abb.1) wie folgt eingeteilt werden:



Abbildung 1: Allgemeine Einteilung der Dentalkeramiken (3)

Sucht man nach der Definition von Glas, trifft man häufig auf den Begriff unterkühlte Schmelze. Das liegt daran, dass Glas ohne Kristallisation erstarrt und somit einen amorphen Werkstoff bildet. Im Vergleich dazu entsteht Glaskeramik durch eine kontrollierte Kristallisation und besitzt im Gegensatz zum Glas eine teilkristalline Struktur (24).

Die Keramiken, die für zahntechnische Restaurationen verarbeitet werden, sind Silikatverbindungen. Nach dem Sintervorgang weisen die abgekühlten, anorganischen Festkörper sowohl einen kristallinen (Keramikmerkmal) als auch einen amorphen (Glasmerkmal) Aufbau auf (2). In die amorphe, transparente Glasphase sind die kristallinen Partikel dispers eingelagert. Die Kristalle erfüllen folgende Aufgaben (3):

- Lichtstreuung und Trübung der transparenten Glasphase
- Dadurch farbliche Anpassung an die Zahnhartsubstanz
- Standfestigkeit beim Brennen/Sintern
- Steuerung des Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK)
- Endfestigkeit unter funktioneller Belastung im Mund

Die Menge an eingelagerten Kristallen wirkt sich auf die Ästhetik und die Stabilität der Dentalkeramik aus. Ein hoher Kristallgehalt führt zu besseren mechanischen Eigenschaften und dadurch zu einer höheren Festigkeit der Keramik, hat aber gleichzeitig den Nachteil, dass es zum Verlust der Transluzenz und so zu ästhetischen Einbußen kommt (3).



Abbildung 2: Einteilung der Dentalkeramiken nach ihrer Verarbeitung (3)

2.2 Silikatkeramiken

Silikatkeramiken, die auch als Glaskeramiken bezeichnet werden, zeichnen sich durch ihre amorphe und porige Struktur aus. Sie können weder als Glas noch als Porzellan bezeichnet werden, da es heterogene Werkstoffe sind, die aus Kristallen bestehen, die von einer Glasphase umgeben werden (1, 25).

Tabelle 1: Anwendungsparameter von	Silikatkeramiken (3)
------------------------------------	----------------------

Indikation	Eigenschaften
- Verblendkeramik	- lichtleitend
- Inlays und Onlays	- adaptiert an Umgebungsfarbe
- Veneers	("Chamäleon-Effekt)
- Teilkronen	- plaqueabweisend
- Einzelkronen Frontzahn	
- bei Lithiumdisilikat zusätzlich:	
Einzelkronen Seitenzahn und kleine	
dreigliedrige Brücken im Front- und	
Prämolarenbereich	

2.3 Hauptbestandteile der Silikatkeramiken

Der Grundbaustein der Silikate (Ionengitter aus SiO₄-Ionen) bildet ein Siliziumatom das mit vier Sauerstoffatomen verbunden ist. Dadurch entsteht ein vierfach negativ geladener SiO₄-Tetraeder (24, 25).

Die Hauptbestandteile der Silikatkeramiken sind die silikatischen Rohstoffe Feldspat (60 - 80 Gew. %), Quarz (15 - 25 Gew. %), Cristobalit und Kaolin (0 - 5 Gew. %) (2).

2.3.1 Quarz

Quarz bildet den größten Anteil der Erdkruste und ist eine der wichtigsten SiO₂-Modifikationen. Sein Schmelzpunkt liegt bei 1470 °C (25). Das Mineral zeichnet sich durch seine besondere Eigenschaft aus, bei 573 °C eine andere Kristallstruktur unter einer Volumenexpansion von 14,4 % anzunehmen. Dieses Merkmal wird u.a. auch für Einbettmassen genutzt, um die thermische Kontraktion beim Metallguss auszugleichen (24). Bei Dentalkeramiken dient es sogenanntes Magerungsmittel, indem Quarz als durch seine thermovolumetrischen Eigenschaften die Brennschwindung verringert (2). Sobald die Quarzschmelze abkühlt, kommt es nicht zur Kristallisation. Die SiO₄-Tetraeder liegen ungeordnet vor, weshalb eine amorphe Struktur entsteht. Quarzglas ist äußerst volumenstabil und besitzt einen geringen WAK (25).

2.3.2 Cristobalit

Das Mineral Cristobalit kommt nur selten in der Erdkruste vor, stellt jedoch eine weitere wichtige SiO₂-Modifikation dar. Als Gerüstsilikat entsteht Cristobalit irreversibel sobald Quarz auf eine Temperatur über 1200 °C erhitzt wird (24).

2.3.3 Kaolin

Kaolin ist ein weißes, weiches und schwer schmelzbares Mineral, das zu den Tonen und den Schichtsilikaten zählt. Mit Wasser angerührt bildet sich eine plastisch verformbare Masse, die beim Brand für Formbeständigkeit sorgt (24) und bei 1600 °C sintern wird (25).

Das Mineral erhöht zwar die Festigkeit des Endproduktes, reduziert aber auch seine Transparenz (2).

2.3.4 Feldspat

Feldspate kommen häufig vor und dienen auch als Gerüstsilikate. Man unterscheidet im dentalen Bereich zwei Klassifikationen des Feldspates: Kalifeldspat und Natronfeldspat.

Der Schmelzpunkt von Feldspat ist relativ niedrig, er liegt zwischen 1160 °C und 1500 °C. Wegen des niedrigen Schmelzpunktes werden Feldspate auch

als Flussmittel eingesetzt, sie lösen Quarz und Kaolin und sorgen nach dem Sintern für den glasartigen Charakter der Keramik (2, 24).

Bei einer Temperatur von ungefähr 1170°C schmilzt Kalifeldspat und es bilden sich Leuzitkristalle. Die Leuzitkristalle befinden sich in der Glasphase und sorgen beim Sintervorgang für die Standfestigkeit der dentalen Restauration (2, 25). Leuzit und die Glasphase haben unterschiedliche WAK-Werte, die dadurch entstehenden Druckspannungen sorgen für eine höhere Festigkeit der Keramik (25).

2.4 Oxidkeramiken

Oxidkeramiken sind polykristalline Keramiken. Die kristalline Phase der Oxidkeramiken besteht aus Metalloxiden wie z.B. Aluminiumoxid (Al₂O₃) oder Zirkoniumdioxid (ZrO₂). Da sie nur aus einer kristallinen Phase ohne nennenswerte Glasphase bestehen, können sie als einphasige Werkstoffe bezeichnet werden. Allgemein gilt für Keramiken: je höher der Kristallanteil, desto höher ist die Festigkeit und die Dauerbelastbarkeit des Materials, zudem nimmt die Opazität der Keramik zu (26). Das ist der Grund, warum Oxidkeramiken strahlend weiß und opak sind, jedoch als hochbelastbare Keramiken gute Dienste als Gerüstkeramiken leisten.

Oxidkeramiken können in unterschiedlichen Stadien verarbeitet werden: als Schlicker (Flüssigkeit-Pulver-Gemisch), im dichtgesinterten Zustand oder in einer Sinterzwischenstufe ("Weißzustand", kreideartig). Oxidkeramiken, die im Weißzustand verarbeitet wurden, müssen allerdings nach der Bearbeitung erneut im Sinterofen sintern werden (23).

In der Anwendung unterscheidet man dichtgesinterte (Tab. 3) von porösen (Tab. 2) Oxidkeramiken. Die porösen Gerüste müssen mit lanthanhaltigem Glas infiltriert werden, um ihre Endfestigkeit zu erreichen (23).

Nach dem Verfestigen der Keramik durch das Lanthanglas kann der Zahnersatz aufbrennkeramisch individualisiert werden. Glasinfiltrierte Keramiken sind semi-lichtleitend und eignen sich daher auch für den Frontzahnbereich (3).

Indikation	Eigenschaften	Verarbeitung
Gerüstmaterial für	- poröses Gerüst, meist	- computergesteuertes
Einzelkronen im	aus Al ₂ O ₃	Beschleifen industriell
Front- und	- Verfestigung durch	vorgefertigter Blöcke
Seitenzahnbereich	Infiltration von	- anschließende Infiltration
	Lanthanglas	des Gerüsts
	- semi-lichtleitend	
	- plaqueabweisend	

Tabelle 2: Anwendungsparameter glasinfiltrierte Keramik (3)

Indikation	Eigenschaften	Verarbeitung
- Gerüst für	- weiß bis opak	<u>Al₂O₃:</u>
Einzelkronen (Al ₂ O ₃	- wenig bis kaum	- computergesteuertes
und ZrO ₂)	lichtleitend	Beschleifen, industriell
- Brückengerüste (ZrO ₂)	- plaqueabweisend	hergestellter, dicht
- Implantat-Abutments		gesinterter Blöcke
(anterior, ZrO ₂)		<u>ZrO₂:</u>
- Primärkronen (ZrO ₂)		- computergesteuertes
- vollanatomische		Ausschleifen industriell
Kronen und Brücken		hergestellter Blöcke,
(ZrO ₂)		im dichtgesinterten
		oder vorgesinterten
		Zustand (Weißlinge)
		- evtl. Gerüsteinfärbung
		mit Dentinfarbe
		- Individualisierung
		durch Verblendung
		- vollanatomische
		Kronen oder Brücken
		mit abschließender
		Oberflächenpolitur

2.5 Verblendkeramiken

2.5.1 Liner

Der Liner ist ein wichtiger Bestandteil vollkeramischer Restaurationen. Er muss auf das Oxidkeramikgerüst aufgetragen werden, um die helle Farbe des ZrO₂ abzudecken. Anschließend wird Dentinkeramik geschichtet, um die dentale Restauration zu individualisieren (13, 27).

Der Hauptbestandteil von Liner ist SiO₂, was seine Ähnlichkeit zur Verblendkeramik deutlich macht (16). Sucht man ein Analog des Liners der Vollkeramik im Bereich der konventionellen Metallkeramik, so stößt man auf

den Opaker. Der Unterschied zum Opaker ist allerdings, dass der Liner nur individualisierenden Charakter hat und keiner Haftverbundfunktion nachkommt (28). Außerdem soll der Liner die Benetzbarkeit der ZrO₂-Oberfläche verbessern (29). Verzichtet man auf einen Liner, besteht die Möglichkeit einen Washbrand direkt auf das Gerüst zu schichten, hierbei handelt es sich um eine dünne Schicht Dentinkeramik. Durch das Weglassen des Liners besteht die Gefahr, dass das gewünschte Farbergebnis der fertigen Restauration nicht erreicht wird.

Um die deckende Schicht aufzutragen, gibt es unterschiedliche Applikationsmöglichkeiten: der Liner kann mit einem Pinsel oder einem Glasspatel auf das Gerüst aufgetragen werden, oder er kann mittels Airbrushpistole aufgesprüht werden.

2.5.2 Dentinkeramik

Nach der Linerapplikation beginnt der entscheidende Teil beim Herstellen einer Keramikrestauration. Der Schlicker der Dentinmasse wird geschichtet und die gewünschten anatomischen Strukturen der Restauration können gestaltet werden. Die Grundfarbe der Keramik bietet außerdem die Möglichkeit, dem Zahnersatz die Farbe des natürlichen Dentins zu geben (27).

2.5.3 Schmelzkeramik

Schichten folgt die Nach dem der Dentinkeramik Gestaltung des lichtdurchlässigen Bereiches Keramikrestauration der mit dieser Arbeitsschritte Schmelzkeramikmasse. Ziel die ist es. Keramikrestauration durch die Individualisierung wie einen natürlichen Zahn aussehen zu lassen (27). Durch die Transluzenz im Schneidekantenbereich wird die hohe Ästhetik einer Vollkeramikrestauration gänzlich erreicht.

2.5.4 Glasurmasse

Am Ende des Verblendvorgangs ist die Oberfläche von dentalen Restaurationen rau. Damit der Zahnersatz aber eine glatte und langlebige Oberfläche erhält, muss die Glasurmasse aufgetragen werden. Sie wird bei niedrigeren Temperaturen als die übrigen Keramikmassen gebrannt und bildet danach eine geschlossene Oberfläche (27).

2.5.5 Modellierflüssigkeit

Um keramische Massen überhaupt formen und modellieren zu können, müssen diese angemischt werden. Dies geschieht mit einer zur Keramik passenden Modellierflüssigkeit. Sie ermöglicht es eine breiige Masse (Schlicker) zu bilden und diese in Form zu bringen. Kurz vor dem Sintervorgang verdampft die Modellierflüssigkeit, noch während die keramische Restauration vorgewärmt wird (27).

2.6 Gerüstkeramiken, Zirkoniumdioxid (ZrO₂)

Zirkoniumdioxid (ZrO₂) ist ein anorganischer, nichtmetallischer und oxidkeramischer Werkstoff, der zu den Hochleistungskeramiken zählt. Unter dem Begriff Hochleistungskeramiken versteht man Werkstoffe, die in ihrer Zusammensetzung und in ihrem Gefüge so optimiert wurden, dass sie extremen thermischen, mechanischen, korrosiven und elektrischen Beanspruchungen standhalten. Die Oxidkeramik zeichnet sich vor allem durch ihre hohe Bruchzähigkeit (Risszähigkeit), ihre hohe Biege- und Zugfestigkeit und somit Verschleißbeständigkeit aus (30, 31).

 ZrO_2 besitzt einen hohen Schmelzpunkt von 2680 °C. Es hat eine Dichte von 5,56 g* cm⁻³, ein Elastizitätsmodul von 240 GPa und einen linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von ca. 10,0 * 10⁻⁶ K⁻¹ (zwischen 20 °C und 1000 °C) (31).

In der Zahnmedizin trifft man immer wieder auf die Begriffe Zirkon, Zirkonium und Zirkoniumoxid, die fälschlicherweise gleichbedeutend füreinander verwendet werden (1). Im Zusammenhang mit dentalen Restaurationen und Zahnersatz ist die Terminologie Zirkoniumdioxid, bzw. Zirkoniumoxid richtig. Wenn jedoch von Zirkoniumdioxid in der Zahnmedizin gesprochen wird, handelt es sich um eine Zusammensetzung verschiedener Einzelkomponenten, deren Hauptbestandteil das Zirkoniumdioxid ist (32). Zunächst sollen jedoch die Bedeutungen der einzelnen Begriffe Zirkon, Zirkonium und Zirkoniumoxid erklärt werden. Zirkon ist ein Mineral der Erdkruste, es zählt zu den Silikaten und kann deshalb auch als Zirkonsilikat (ZrSiO₄) bezeichnet werden. Aus Zirkon kann das Metall Zirkonium hergestellt werden. Das Metall ist relativ weich und biegsam. Zirkonium steht in der vierten Hauptgruppe des Periodensystems und zählt somit zur Titangruppe. Es ist silbrig glänzend und durch seine Passivierungsschicht (dünne Oxidschicht) widerstandsfähig gegen Korrosion.

Zirkoniumdioxid (ZrO₂), so wie es in der Zahnmedizin Anwendung findet, kann über ein chemisch komplexes Verfahren aus Baddeleyit (96 % - 99 % ZrO₂-Gehalt) oder wie heutzutage meistens aus Zirkonsilikat (ZrSiO₄) hergestellt werden (1).

Das besondere an ZrO₂ ist, dass es in Abhängigkeit der Temperatur drei verschiedene reversible Phasenumwandlungen durchläuft (Abb. 3). Aus kristallographischer Sicht handelt es sich dabei um eine monokline, eine tetragonale und eine kubische Gitterstruktur (1, 30, 32).



Abbildung 3: ZrO₂ Phasenumwandlungen (32)

Die Phasentransformation läuft wie folgt ab: kühlt die ZrO₂-Schmelze ab, befindet sich der Werkstoff zunächst in einer kubischen Gittermodifikation, bei weiterem Erkalten wandelt sich das kubische Gitter bei 2370 °C in ein tetragonales um. Bei einer Temperatur von 1173 °C wandelt sich nun die

tetragonale Phase in die monokline um. Bei diesem Vorgang erfährt der Festkörper eine Volumenzunahme von ca. 5 % - 8 % (theoretisch: 12 %) (21, 31, 32). Diese Ausdehnungseigenschaft wird sich zu Nutze gemacht. Normalerweise würde diese Volumenzunahme zu Mikrorissen im Festkörper führen. Um das zu Verhindern wird dem ZrO_2 3 % - 5 % Yttriumoxid (Y_2O_2) zugeführt, was ihm zu einer hohen Festigkeit und Bruchzähigkeit verhilft (31, 32). Das Y₂O₂ fungiert als Stabilisator, indem es die Keramik bis zum Erreichen der Raumtemperatur in der tetragonalen Phase stabilisiert. Man spricht hierbei von "Yttrium teilstabilisiertem, tetragonalem, polykristallinem Zirkoniumdioxid (Y-TZP)". Der Vorteil des Stabilisators besteht sozusagen in einer Art Selbstreparaturfähigkeit der Keramik, denn Y₂O₂ sorgt für die Stabilität im Gefüge. Kommt es zu Zugspannungen aufgrund von Rissen, findet im Gefüge eine Phasenumwandlung statt. Die tetragonale Phase wird zur monoklinen, es kommt zur oben beschriebenen Volumenzunahme, weshalb der Riss "eingeklemmt" wird und sich die Keramik quasi "selbst repariert", da das Voranschreiten des Risses im Gefüge verhindert wird (32). Die dann entstandene monokline Phase ist bei Raumtemperatur stabil (31).

2.7 Arbeitsablauf zur Herstellung einer vollkeramischen Restauration

2.7.1 CAD/CAM Verarbeitung von Gerüstkeramik

Unter CAD/CAM versteht man ein computerunterstütztes Gestaltungs- und Herstellungsverfahren. CAD steht dabei für "computer-aided-design" und die Abkürzung CAM für "computer-aided-manufacturing". Der Herstellungsprozess einer dentalen CAD/CAM Restauration gliedert sich in drei Schritte. Zunächst muss ein 3D-Datensatz der Ausgangssituation hergestellt werden, dies erfolgt entweder durch direktes Scannen der Präparation im Patientenmund, Scannen eines Modells oder einer bereits gefertigten Wachsmodellation. Im nächsten Schritt folgt die Softwarebearbeitung des 3-D-Datensatzes um den Zahnersatz nach gewünschten Kriterien zu gestalten. Die nach entsprechenden Anforderungen designte Restauration kann dann im CAM-Schritt durch computergesteuerte Werkzeugmaschinen hergestellt werden (27).

Je nach Materialzustand des Gerüsts erfolgt im nächsten Schritt die Endsinterung bei Weißlingen, die Infiltration mit Lanthanglas bei glasinfiltrierter Keramik oder die Verblendung bereits endgesinterter Gerüste.

2.7.2 Sintern der Dentalkeramik

Unter Sintern versteht man das "Zusammenbacken" von kleinen Partikeln knapp unterhalb derer Schmelztemperatur (33). Während des Sintervorgangs wird die Keramik verdichtet und es kommt zu einer Sinterschrumpfung im Bereich von 25-35 % (25, 27).

2.7.3 Verblenden des Gerüsts

Nach der Endsinterung muss das Gerüst, sofern es sich nicht um eine vollanatomische, monolithische Restauration aus Oxidkeramik handelt, verblendet werden. Hierfür wird zunächst ein Liner auf das Gerüst aufgetragen. Für die Linerapplikation stehen verschiedene Möglichkeiten zur Verfügung. Der Liner kann mit einem Pinsel (häufigste Methode), mit einem Glasspatel oder per Airbrush auf das Gerüst aufgetragen werden. Wichtig hierbei ist, dass er deckend aufgetragen wird, damit das helle Weiß des ZrO₂ abgedeckt wird (13). Das Linermaterial wird zweimal appliziert, dazwischen erfolgt ein Sintervorgang. Im Anschluss an die Linerapplikation folgt der Washbrand. Hierbei handelt es sich um eine dünne Schicht Dentinmasse die über den Liner aufgetragen und anschließend gebrannt wird.

Jetzt kann mit der Individualisierung durch Schichten des Keramikschlickers begonnen werden.

Je nach Schicht wird hierfür Dentinkeramik oder am Ende dann Schmelzmasse aufgetragen und jeweils wieder gesintert. Nachdem die gewünschte Formgebung stattgefunden hat, folgt der Glanzbrand der die raue Oberfläche glättet.

2.8 Eigenschaften von Keramiken

Der Langzeiterfolg und das Überleben dentaler Rekonstruktionen wird, solange die Herstellervorgaben und materialspezifischen Eigenschaften berücksichtigt wurden, maßgeblich durch die technischen Eigenschaften der Materialien bestimmt (34).

2.8.1 Mechanische Eigenschaften

Keramiken reagieren wegen mangelnder Duktilität sehr anfällig auf Zugbelastungen, wohingegen Druckbelastungen deutlich besser geduldet werden (34).

Außerdem sind sie wegen ihrer Sprödigkeit äußerst anfällig wenn es um verarbeitungsbedingte Fehler geht, diese können schnell zum Versagen des Materials führen (35).

2.8.1.1 Biegefestigkeit

Die Biegefestigkeit σ (Sigma) von Keramiken (Tab. 4) wird in Megapascal (MPa) angegeben und ist ein wichtiger Parameter für die Beurteilung der Verformbarkeit und für die Dimensionierung von dentalen Restaurationen (30). Die Werte der Biegefestigkeit können über den Drei-Punkt- bzw. den Vier-Punkt-Biegeversuch oder den biaxialen Biegeversuch ermittelt werden (4, 30). Bei allen drei mechanischen Versuchen wird eine statische Kraft angelegt die den Prüfkörper auf Biegung belastet, diese Kraft wird bis zum Bruch erhöht (4). Bei dieser Testmethode erfährt der Prüfkörper somit eine Kombination aus Zug-und Druckbelastung (35). Wie bereits oben beschrieben reagieren Keramiken anfällig auf Zugbelastungen, wohingegen Druckbelastungen deutlich besser geduldet werden (34). Der Grund für dieses Verhalten kommt durch verarbeitungsbedingte Mikrorisse zustande. Sie werden bei Druckbelastung zugedrückt und durch Zugbelastung aufgeweitet. Wegen der fehlenden Duktilität kommt es durch das Aufweiten zur Zerstörung der Keramik (4).

Keramik	Biegefestigkeit MPa
Verblendkeramik	60 – 140
Glaskeramik	100
Lithiumdisilikat	360
Aluminiumoxid	500
Zirkoniumdioxid	1000

Tabelle 4: Biegefestigkeit von Keramiken (8)

2.8.1.2 Elastizitätsmodul

Der Elastizitätsmodul, auch E-Modul (E) genannt, ist ein Maß für die Steifigkeit eines Materials und somit auch eine Größe für den Widerstand gegen elastische Verformung (25, 35). Ein hoher Wert für E heißt also, dass viel Kraft aufgewendet werden muss um das Material elastisch, also reversibel zu verformen (35).

In einem Spannungs-Dehnungs-Diagramm ist der E-Modul die Steigung der Kurve und wird auch als Hookesche Gerade bezeichnet. Je größer der E-Modul eines Werkstoffes ist, desto steiler ist die Steigung der Gerade und umso mehr Kraft wird benötigt, um den betreffenden Werkstoff zu verformen. Sobald sich der Kurvenverlauf krümmt, verformt sich der Werkstoff plastisch (35).

Der E-Modul von Keramiken sollte hoch sein, da die Verblendkeramik auf keinen Fall unter Zugspannung gesetzt werden darf, was beim Durchbiegen von Gerüsten geschehen würde (35). Dies würde zur Zerstörung der Restauration führen.

2.8.1.3 Risszähigkeit

Die Risszähigkeit oder Bruchzähigkeit beschreibt die Widerstandskraft eines Werkstoffes gegen die Ausdehnung oder Fortpflanzung eines Risses und somit den Widerstand gegenüber Sprödbrüchen (27, 36). Beim mechanischen Bearbeiten von Keramiken durch Schleifen, wie z.B. beim Aufpassen von Zahnersatz oder beim Einschleifen der Okklusion, entstehen Oberflächenschäden wie Risse oder Kratzer. Oberflächendefekte führen später durch abwechselnde Belastungen, z.B. während des Kauvorgangs, zu einer

Rissfortpflanzung die zum Bruch führen kann, wenn das unterkritische Risswachstum überschritten wird. Dadurch wird deutlich wie wichtig eine intakte Oberfläche für die Widerstandsfähigkeit einer dentalen Restauration ist (31). Keramiken sollten durch ihre spröde Eigenschaft eine hohe Risszähigkeit aufweisen (34).

2.8.2 Wärmeausdehnungskoeffizient (thermische

Eigenschaften)

Der Wärmeausdehnungskoeffizient (WAK) beschreibt das Verhalten eines Materials bei Temperaturveränderungen. Die Kennzahl gibt an, um welchen Betrag sich ein Material im Verhältnis zu seiner Ausgangslänge, bei einer Temperaturerhöhung um 1 Kelvin (K), ausdehnt (34).

Die Kenntnis des WAK ist gerade bei Vollkeramikrestaurationen von großer Bedeutung. Der WAK der Verblendkeramik sollte stets etwas geringer sein als der WAK des Gerüstmaterials um Druckspannungen in der Oberfläche der Verblendkeramik zu generieren (siehe Abschnitt 2.9.1.2). Sind die WAK nicht aufeinander abgestimmt, entstehen Risse oder es kommt zu Abplatzungen.

Durch eine abgestimmte, minimale WAK-Differenz kommt es bei Raumtemperatur zu einer Spannungssituation in der Verbundzone. Es entsteht eine Art Klemmeffekt, der sich positiv auf den retentiven Haftverbund auswirkt (34, 37).

2.9 Verbund zwischen Gerüstkeramik und Verblendung

Die Langlebigkeit einer zahnärztlichen Vollkeramikrestauration hängt u.a. vom Verbund zwischen den beiden Partnern Gerüstmaterial und Verblendmasse ab.

2.9.1 Verbundmechanismus

Folgende Verbundmechanismen spielen eine entscheidende Rolle: der mechanische Verbund, die Kontraktionskräfte, der chemische Verbund und die zwischenmolekularen Kräfte.

2.9.1.1 Mechanischen Verbund

Der mechanische Verbund kommt durch Retentionen zustande. Gerüstoberflächen die durch das Sandstrahlen aufgeraut wurden bieten ausreichend Nischen in die, während des Sinterprozesses, Keramik fließen kann. Erkaltet die Keramik kommt es zu mechanischen Verzahnungen der Verbundpartner miteinander (35, 37).

2.9.1.2 Kontraktionskräfte

Das Vorhandensein von Kontraktionskräften zwischen Gerüstmaterial und Verblendmasse ist für einen guten Haftverbund unerlässlich. Dabei nimmt der WAK eine entscheidende Rolle ein.

Grundsätzlich sollte der WAK der Gerüstkeramik etwas über dem der Verblendkeramik liegen, ist dies nicht der Fall entstehen Zugspannungen in der Verblendkeramik. Diese Zugspannungen entstehen dadurch, dass sich der Gerüstwerkstoff während des Abkühlprozesses weniger zusammenzieht als die Verblendkeramik. Besser sind aber Druckspannungen, da die Druckfestigkeit von Dentalkeramiken viel höher ist als ihre Zugfestigkeit (25, 37, 38).

Eine gewisse Spannungssituation ist allerdings von Vorteil, da sie sich positiv auf den retentiven Haftverbund auswirken kann (37). Vorsicht ist allerdings geboten sobald die WAK-Differenz zu groß ist, dadurch kann die Langlebigkeit der Verblendung stark eingeschränkt werden und Risse oder sogenannte Verblendfrakturen (Chippings) können die Folge sein.

2.9.1.3 Chemischer Verbund

Im Metallkeramiksystem kommt der chemische Verbund durch Sauerstoffbrückenbindungen zwischen den Metalloxiden des Gerüstwerkstoffes und der Verblendmasse zustande (37).

Vor dem Verblendvorgang erfährt das Metallgerüst einen separaten Oxidbrand. Die in der Legierung enthaltenen Haftoxide bilden dann eine dünne Oxidschicht auf der Gerüstoberfläche. Die dafür verantwortlichen Haftoxidbildner sind Mangan, Chrom, Indium, Eisen, Gallium, Zink und Zinn (25, 37).

20

Ob die Metalloxide der vollkeramischen Restaurationen (Aluminiumoxid Al_2O_3 , Spinell Mg Al_2O_4 , Zirkoniumdioxid Zr O_2 , Infiltrationsgläser) allerdings der gleichen Funktion nachkommen ist ungeklärt, vorstellbar wäre es (37).

2.9.1.4 Zwischenmolekulare Kräfte

Die zwischenmolekularen Anziehungskräfte, oder auch Van-der-Waals-Kräfte, sind die Grundlage des molekularen Verbundes.

Es handelt sich hier um verschiedene Kräfte zwischen Atomen oder Molekülen, die wichtigsten dabei sind die Dipol-Wechselwirkungen. Diese entstehen durch Ladungsverschiebungen innerhalb von Molekülen.

Der Wirkungsbereich der Van-der-Waals-Kräfte ist nur sehr gering. Dadurch ist ihr Beitrag zum Haftverbund zwischen Verblendkeramik und Gerüst untergeordnet (25, 35).

Auch wenn die zwischenmolekularen Anziehungskräfte beim Haftverbund nicht wichtig sind, so spielen sie beim Auftragen des Schlickers eine entscheidenden Rolle. Sie beeinflussen die Oberflächenspannung von Stoffen und diese bestimmt wiederum die Benetzbarkeit von Oberflächen (35, 37).

2.9.2 Benetzbarkeit

Eine der wichtigsten Grundvoraussetzungen für den Haftverbund ist die gute Benetzbarkeit des Gerüstwerkstoffes durch die Verblendmasse (Liner, Washbrand) (37). Um die Benetzbarkeit eines Werkstoffes einschätzen zu können, wird der Randwinkel oder auch Benetzungswinkel α (Abb. 4), den ein Flüssigkeitstropfen auf einer Oberfläche bildet, gemessen. Dabei ist der Benetzungswinkel verschiedenen α von Faktoren abhängig: der der Grenzflächenspannung, Oberflächenspannung der Flüssigkeit, der Berührungsflächen und der Oberflächenspannung des Gerüstes (39). Ein kleiner Wert für α gilt hierbei als Indiz für eine gute Benetzbarkeit der Oberfläche.



Abbildung 4: Benetzungswinkel (37)

2.9.3 Strain energy relase rate

Der Begriff Strain energy relase rate (SER), zu deutsch: Energiefreisetzungsrate, kommt aus dem Gebiet der Bruchmechanik. Dabei ist die SER definiert als Energie G (J/m²), die bei kleinen Rissverlängerungen frei wird und kann deshalb auch als Rissausbreitungskraft (crack extension force) bezeichnet werden (40, 41).

Der Haftverbund innerhalb eines Systems kann über die SER ermittelt werden. Die Charakterisierung beruht dabei auf dem Energie-Kriterium von Griffith, das die Rissausbreitung in spröden Materialien beschreibt. Griffith erkannte, dass elastische Energie in einem Körper mit Riss gespeichert wird. Diese gespeicherte Energie wird frei, sobald der Riss unter Belastung voranschreitet. Über die Energiefreisetzung werden dann neue Bruchoberflächen geschaffen und somit in Oberflächenenergie umgesetzt (37).

Die Kraft die aufgebracht werden muss um einen Riss voranzutreiben, ist dabei stets abhängig von der Risszähigkeit eines Materials (39). Ein weiterer wichtiger Punkt ist die Rissgeschwindigkeit die einen Riss vorantreibt. Der Riss sollte stets langsam und unter konstanter Krafteinwirkung voranschreiten, denn je höher seine Geschwindigkeit ist, desto spröder verhält sich das Materialien. Die Gefahr wäre demnach hoch, dass es zu katastrophalen Brüche kommt die nicht interpretierbar sind (37).

Was wird also gemessen um die Stärke des Haftverbunds zu charakterisieren? Prinzipiell wird die Energie bestimmt die aufgebracht werden muss, um das Gerüst von der Verblendkeramik zu trennen. Dafür wird die Kraft bei kontrollierter Rissausbreitung im Verbundbereich gemessen und später in die unten aufgeführte Formel eingesetzt um die SER zu berechnen (6). Zur Berechnung der SER wird folgende Formel verwendet (37):

$$G = \frac{\eta (F^2 l^2) (1 - \mu_g^2)}{E_g b^2 h^3}$$

Formel 1: Formel zur Berechnung der SER (37)

G	Energiefreisetzungsrate (SER)
F	Kraft
Ι	Differenz zwischen innerer und äußerer Auflage
μ	Poissonzahl (auch Querkontraktionszahl)
E	Elastizitätsmodul
b	Breite der Probe
h	Höhe der Probe
g und v	Indizes für Gerüst- und Verblendkeramik
η	geometrischer Faktor

Geometrischer Faktor:

Der geometrische Faktor bezieht in die Berechnung der SER die genaue Abmessung der gesamten Probe, der Verblendung und des Gerüstes mit ein. Außerdem berücksichtigt er die materialspezifischen Eigenschaften der verwendeten Keramiken wie das E-Modul von Verblendung und Gerüst, sowie die Poissonzahl von beidem.

$$\eta = \frac{3}{2} \left[\frac{1}{\left(\frac{h_g}{h}\right)^3} - \frac{\lambda}{\left\{ \left(\frac{h_v}{h}\right)^3 + \lambda \left(\frac{h_g}{h}\right)^3 + 3\lambda \left(\frac{h_v h_g}{h^2}\right) \left(\frac{h_v}{h} + \frac{\lambda h_g}{h}\right)^{-1} \right\}} \right]$$

Formel 2: Geometrischer Faktor η (37)

$$\lambda = \frac{E_g (1 - \mu_v^2)}{E_v (1 - \mu_g^2)}$$

Formel 3: λ für Berechnung des geometrischen Faktors (37)
3. Literaturübersicht

Liner im vollkeramischen System bilden die Schicht zwischen Gerüst und Verblendkeramik. Zum Vergleich kann man sagen dass der Liner das Analog zum Opaker der Metallkeramik darstellt.

3.1 Einfluss des Liners auf den Haftverbund

Die Basis dafür, dass ein vollkeramisches System dauerhaft funktioniert ist ein guter Haftverbund zwischen beiden Verbundpartnern, dem ZrO₂-Gerüst und der Verblendkeramik. Zwischen beiden Parteien befindet sich jedoch eine Zwischenschicht, der Liner. Seine Anwendung wird kontrovers diskutiert. Grundsätzlich ist der Einsatz des Liners wichtig um die Gerüstfarbe zu maskieren (13). Jedoch existieren Studien, die besagen dass der Liner den Haftverbund beeinflusst. So untersuchten Aboushelib et al. (13) die Mikrozugfestigkeit im vollkeramischen System. Hierfür wurden ZrO₂-Gerüste mit verschiedenen Verblendkeramiken verblendet und die Auswirkung eines Liners überprüft. Die Ergebnisse zeigten dass der Liner großen Einfluss auf den Haftverbund hatte, er setzte ihn herab. Zusätzlich wurde festgestellt, dass das Linermaterial immer auf das angewendete System abgestimmt sein sollte.

Eine Studie, deren Ergebnisse zeigen, dass der Liner den Haftverbund verbessern kann, kommt von Ahn et al. (17). Im Scherversuch wurde der Haftverbund zwischen ZrO₂-Gerüsten und fünf verschiedenen Verblendkeramiken mit und ohne Liner überprüft. Die Ergebnisse zeigten im Vergleich zu der oben aufgeführten Studie eine Verbesserung des Haftverbunds durch die Anwendung eines Liners.

Dass der Haftverbund nicht allgemein durch den Liner beeinflusst wird, sondern eine Materialabhängigkeit bestehen könnte, überprüften Yoon et al. (29). Es kamen zwei unterschiedliche Linermaterialien zum Einsatz. Unterteilt wurden beide Hauptgruppen in drei Untergruppen. Die erste Gruppe erhielt keine Vorbehandlung der Gerüstoberfläche, Gruppe zwei wurde mit Aluminiumoxid (Al₂O₃) in der Körnung 50 µm sandgestrahlt und bei der dritten Gruppe wurde mit 125 µm Al₂O₃ sandgestrahlt. Der Haftverbund wurde durch Scherprüfung ermittelt. Resultat der Studie war, dass der Haftverbund vom Linermaterial abhängt und die Korngröße mit der die Probenoberfläche abgestrahlt wurde keinen Einfluss auf den Haftverbund hatte.

Lima et al. untersuchten nun nicht verschiedene Linermaterialien, sondern setzten unterschiedliche Netzmitteln ein u.a. auch Liner und überprüften den Einfluss auf die Biegefestigkeit (18) im vollkeramischen System über einen Vier-Punkt-Biegeversuch. Dafür wurden 80 Probekörper in vier Gruppen eingeteilt, davon war eine die Kontrollgruppe die nur mit Alkohol gereinigt wurde, die nächste Gruppe erhielt einen Washbrand, die dritte Gruppe wurde mit Liner Gruppe kamen die Probekörper in versehen, bei der letzten ein Kolorierungstauchbad. Die Ergebnisse der Messungen zeigten ein adhäsives Bruchverhalten an der Grenzfläche, hin und wieder begleitet von Chipping, also kohäsivem Versagen der Verblendkeramik. Deutlich war jedoch, dass die Anwendung von Netzmitteln keinen signifikanten Einfluss auf die Biegefestigkeit zeigte.

Die Vorbehandlung der Gerüstoberfläche in Kombination mit der Anwendung eines Liners wurde in mehreren Studien untersucht ohne einheitliche Ergebnisse zu erzielen. Beispielsweise überprüften Wang et al. (14) ob die Vorbehandlung des Gerüstes mittels Abstrahlen und die Anwendung eines Liners auf den Haftverbund einwirken. Für diese Studie wurden Proben in zwei Gruppen eingeteilt. Dabei erfuhr die eine Gruppe keine Vorbehandlung der Gerüstoberfläche, die anderen Gruppe wurde sandgestrahlt. Beide Gruppen wurden nochmals unterteilt in zwei Untergruppen, in denen einmal Liner auf die Gerüstoberfläche aufgetragen wurde und einmal nicht. Die einzelnen Proben wurden in verschiedener Verblendschichtstärke (2,25 mm, 1,5 mm, 1,0 mm) verblendet, insgesamt ergaben sich somit zwölf Gruppen mit jeweils fünf Proben. Über den Vier-Punkt-Biegeversuch und die SER wurde der Haftverbund bestimmt. Resultat war, dass der Haftverbund ohne jegliche Vorbehandlung und ohne Liner am höchsten war, am geringsten war der Haftverbund bei abgestrahlten Proben. Die Proben die mit einem Liner versehen wurden lagen im Mittelfeld. Danach untersuchten Wang et al. (15) ob

25

der Liner allein, unabhängig von der vorherigen Oberflächenbehandlung Einfluss auf den Haftverbund hat. Dafür wurden dreißig Proben in zwei Hauptgruppen eingeteilt, wobei fünfzehn Proben mit Liner versehen wurden und die anderen fünfzehn nicht. Jede Hauptgruppe wurde nochmals unterteilt in drei Untergruppen, innerhalb der Untergruppen wurde die Verblendkeramik in unterschiedlicher Schichtdicke aufgetragen (2,25 mm, 1,5 mm und 1,0 mm). Vor dem Verblenden der Proben wurde auf fünfzehn Proben der Liner auf die Gerüstoberfläche appliziert. Bevor der Liner appliziert werden konnte, erfuhren alle Gerüste die gleiche Vorbehandlung, sie wurden in einem Ultraschallbad mit Ethanol für 5 Minuten gereinigt und danach an der Luft getrocknet. Auch hier wurde über den Vier-Punkt-Biegeversuch und die SER der Haftverbund bestimmt. Ergebnis der Untersuchung war, dass der Gebrauch eines Liners den Haftverbund zwischen Gerüst und Verblendung mindert.

Ob der Haftverbund im vollkeramischen System durch das Ätzen der Gerüstoberfläche optimiert werden könne überprüften Kim et al. (42) indem die ZrO₂-Gerüstoberfläche vor dem Auftragen des Liners und dem Verblendvorgang mit Flusssäure vorbehandelt wurde. Sieben Gruppen wurden gebildet à zehn Probekörper. In vier Gruppen wurde die Gerüstoberfläche unterschiedlich lange geätzt (1 min, 2 min, 5 min, 7 min). In der fünften Gruppe wurde nur Liner aufgetragen, die sechste Gruppe erfuhr einen zweiminütigen Ätzvorgang bevor Liner auf die Gerüstoberfläche aufgetragen wurde. Bei der letzten Gruppe fand keine Vorbehandlung statt. Die Ermittlung des Haftverbundes erfolgte mittels Scherprüfung. Ergebnis der Studie war, dass die Proben mit Liner einen höheren Haftverbund aufwiesen. Gerüste die eine Minute mit Flusssäure geätzt wurden zeigten den geringsten Haftverbund, kein Unterschied im Haftverbund machte es, ob 2, 5 oder 7 Minuten geätzt wurde. Somit konnte gezeigt werden, dass die Kombination aus zwei Minuten ätzen und die Applikation von Linern den besten Haftverbund aufwies.

Es gibt unterschiedliche Möglichkeiten das ZrO₂-Gerüst vor dem Verblendvorgang zu bearbeiten, welche jedoch die beste Methode ist, ist noch immer strittig. Somit untersuchten auch Tada et al. (43) über einen Drei-Punkt-Biegeversuch (Schwickerath-Test) ob die Oberflächenbehandlung des

26

Gerüstes Einfluss auf den Haftverbund hat. Dafür wurden die Oberflächen der einzelnen Gruppen wie folgt vorbehandelt: eine Gruppe wurde poliert, zwei Gruppen wurden mittels 50 μ m und 125 μ m Al₂O₃ sandgestrahlt, in einer wurden die Gerüste im Keramikofen für 5 Minuten bei 1000 °C wärmebehandelt und in der letzten Gruppe wurden die Gerüste nicht wärmebehandelt, hier wurde jeweils einmal Liner aufgetragen und einmal nicht. Fazit der Studie war, dass keine Oberflächenbehandlung signifikanten Einfluss auf den Haftverbund genommen hat. außer die Linerapplikation in Kombination mit Wärmebehandlung steigerte den Haftverbund minimal. In einer nächsten Studie überprüften Lee et al. (19) die Auswirkungen von Linerapplikation und Vorbehandlung der Gerüstoberfläche vor dem Sintervorgang auf den Haftverbund. Über die Linerapplikation sollte der chemische Haftverbund und über die Vorbehandlung der ungesinterten Gerüstoberfläche der mechanische Haftverbund über die Oberflächenrauheit zwischen Gerüstund Verblendkeramik überprüft werden. Sechzig Proben wurden in zwei Gruppen geteilt, dreißig ohne Liner und dreißig mit Liner. Die Hauptgruppen wurden danach unterteilt in Untergruppen je nach Rauheit durch die Vorbehandlung der Gerüstoberfläche. Die Ergebnisse nach dem Scherversuch zeigten, dass der Haftverbund über die gesteigerte Rauheit der Oberfläche verbessert wurde und nicht durch die Anwendung eines Liners.

Eine weitere Studie von Kim et al. versuchte der Frage nachzugehen, welchen Einfluss die Oberflächenbehandlung des ZrO₂-Gerüstes auf die Scherfestigkeit habe (16). Dafür wurden vier Gruppen à acht Proben gebildet. Jede der Gruppen erhielt eine unterschiedliche Behandlung der Oberfläche: Abschmirgeln mit einer Diamantscheibe, Abstrahlen mit 110 μ m Al₂O₃, Auftragen eines Liners, Linerapplikation in Kombination mit Abstrahlen (110 µm Al₂O₃). Anschließend wurden alle Proben verblendet. Nach dem Scherversuch ergaben sich folgende Resultate: die abgestrahlten Proben zeigten signifikant bessere Ergebnisse im Haftverbund als die Proben, die mit einem Liner versehen wurden. Fischer et al. versuchten sich auch an verschiedenen Oberflächenvorbehandlungen bevor ZrO₂ mit Keramik verblendet wurde (20). Im Scherversuch wurden Proben mit folgenden Oberflächenbehandlungen

27

getestet: Politur, Politur mit Liner, abgestrahlt und abgestrahlt mit Liner. Es konnten jedoch keine signifikante Verbesserung oder Verschlechterung im Haftverbund festgestellt werden, egal ob ein Liner verwendet wurde oder nicht. Ob aber die Dicke der Verblendmaterialen und die Linerapplikation einen Einfluss auf das Bruchverhalten im Vollkeramiksystem hat überprüften Benetti et al. (21). Für den Drei-Punkt-Biegeversuch wurden 120 Proben hergestellt und in zwei Gruppen eingeteilt. In Gruppe A wurde Liner aufgetragen und in Gruppe B nicht, beide Gruppen wurden weiter unterteilt und in verschiedener Verblendschichtstärke (0,5 mm, 1,0 mm, 2,0 mm) verblendet. In den Ergebnissen ergab sich, dass die Anwesenheit des Liners keinen Einfluss auf die Biegefestigkeit hatte, die Dicke der Verblendung aber sehr wohl. So konnte festgestellt werden, dass die Gruppen mit einer Verblendschichtstärke von 0,5 mm die höchste Biegefestigkeit aufwiesen.

Deutlich wird, dass kein einheitliches Ergebnis gefunden wurde, ob nun ein Liner angewendet werden soll oder nicht. Eine Übersicht der Literatur ist in Tabelle 5 zusammengefasst.

Studie	Einfluss ja oder nein	Haftverbund vermindert	Haftverbund verbessert	
Aboushelib et al. (13)	ja	ja		
Ahn et al. (17)	ја	-	ја	
Yoon et al. (29)	ја	Linermaterial- abhängig	Linermaterial- abhängig	
Lima et al. (18)	nein	-	-	
Wang et al. (14)	ја	ја	-	
Wang et al. (15)	ja	ја	-	
Kim et al. (42)	ja	-	Liner plus 2 Min. ätzen der Gerüstoberfläche	
Tada et al. (43)	ja	-	Linerapplikation und Wärmebehandlung	
Lee et al. (19)	nein	-	-	
Kim et al. (16)	ја	ја	-	
Fischer et al. (20)	nein	-	-	
Benetti et al. (21)	nein	-	-	

Tabelle 5: Übersicht Einfluss des Liners auf den Haftverbund

3.2 Einfluss der Linerapplikationsmethode auf den Haftverbund

Bis zum jetzigen Zeitpunkt ist nicht geklärt ob die Art und Weise wie ein Liner auf eine Gerüstoberfläche appliziert wird Einfluss auf den Haftverbund nimmt. Bisher gibt es nur eine Studie von Jörn et al. (22) die den Einfluss der Opakerapplikation im metallkeramischen System überprüften. Dafür wurden 48 NiCrMo-Probekörper hergestellt und in drei Gruppen eingeteilt, in zwei Gruppen wurde der Opaker mittels Airbrush aufgetragen, einmal in nur einer Schicht und in der anderen Gruppe in zwei Schichten, in der dritten Gruppe wurde ein Opaker in Pastenform verwendet und in der vierten Gruppe ein Pulver-Flüssigkeits-Gemisch. Die Studie ergab, in dem die SER über den Vier-Punkt-Biegeversuch bestimmt wurde, dass die Methode der Opakerapplikation keinen Einfluss auf den Haftverbund im metallkeramischen System hat.

3.3 Tests zur Überprüfung des Haftverbundes

Die Anwendung von keramisch verblendeten Restaurationen bietet trotz ihrer ästhetischen Vorzüge einige Probleme hinsichtlich ihres Versagens. So kann Keramikzahnersatz über kohäsives oder adhäsives Versagen beschädigt werden. Beides sind Misserfolge, die verschieden in Erscheinung treten, Zahnersatz jedoch unbrauchbar machen. Beim kohäsiven Versagen, auch Chipping genannt, kommt es zum Versagen innerhalb eines Materials, also innerhalb der Verblendkeramik. Beim adhäsiven Versagen ist der Haftverbund zwischen Gerüst und Verblendkeramik gestört, das Versagen tritt an der Verbundstelle zweier Materialien auf. Warum ein Versagen vorliegt kann verschiedene Gründe haben, grundsätzlich ist es wichtig innerhalb eines Systems zu bleiben und die verwendeten Materialien nach Herstellerangaben zu verwenden, dadurch kann gewährleistet werden, dass ihre chemischen und physikalischen Eigenschaften aufeinander abgestimmt sind und das Material entsprechend seinen Eigenschaften verarbeitet wurde. Der Herstellungsprozess spielt ebenfalls eine große Rolle, das Einbauen von Fehlern kann zu minderwertigeren Resultaten führen, deshalb sollte im Hinblick auf die Haftverbundprüfung über eine ausreichende Anzahl an Prüfkörpern die Reproduzierbarkeit gewährleistet werden (44).

Die Gründe des Versagens einer Keramikrestauration sind vielfältig und im Nachhinein meist nicht eindeutig bestimmbar, um jedoch die verschiedenen Versagensmechanismen untersuchen zu können, muss es unterschiedliche Prüfmethoden (Abb. 5) geben. Was allen Prüfmethoden gleich ist, ist die Bemühung die Verbundpartner am sogenannten Interface, also an der Grenzfläche zu trennen und die dafür notwendige Energie zu bestimmen. Leider existiert jedoch für das Vollkeramiksystem noch keine Normprüfung wie für das Metallkeramiksystem die DIN EN ISO 9693 (1, 37, 44).

Im Folgenden sollen nun verschiedenste Verbundprüfungen dargestellt werden.



Abbildung 5: Allgemeine schematische Übersicht der Verbundprüfmethoden für Metallkeramiken (44)

3.3.1 Biegeprüfung

Bei einem Biegeversuch werden Prüfkörper, deren Geometrien festgelegt sind, auf zwei Auflagen platziert um dann von oben durch einen Prüfstempel, der sich in einer definierten Traversengeschwindigkeit dem Probekörper nähert, belastet. Man unterscheidet den Drei-Punkt-Biegeversuch vom Vier-Punkt-Biegeversuch, im Gegensatz zum Drei-Punkt-Biegeversuch, in dem die Probe mit einem Prüfstempel belastet wird, trägt der Prüfstempel beim Vier-Punkt-Biegeversuch zwei Druckpunkte.

Der wohl bekannteste Biegeversuch, im dentalen Bereich, ist die Drei-Punkt-Biegeprüfung nach Schwickerath (DIN EN ISO 9693) um die Verbundfestigkeit im Metallkeramiksystem zu überprüfen (37). Hierbei handelt es sich um eine Rissbeginnprüfung.

Der Vier-Punkt-Biegversuch hat sich als Methode etabliert um die SER im Vollkeramiksystem zu bestimmen.

3.3.2 Zugversuch

Wie auch für Biegeversuche, werden für den Zugversuch in ihrer Geometrie genau definierte Prüfkörper getestet. Dabei Erfolgt eine axiale Zugbelastung der Probe bis es zum Bruch im Bereich des Verbunds kommt. Eine Version des Zugversuches existiert für das Vollkeramiksystem, der Zugscherversuch nach Rossbach. Bei dieser Testmethode wurde allerdings festgestellt, dass die Verbundfestigkeit höher war als die Eigenfestigkeit der Verblendmasse, weshalb hier Risse entstanden (37).

3.3.3 Scherprüfung

Die Scherprüfung ist eine Testmethode die oft zur Haftverbundprüfung von Kunststoffen angewendet wird. Dabei wird der Kunststoff in Richtung der Metall/Kunststoff Verbundzone entweder durch Zug- oder Druckbelastung abgeschert. Problematik dieser Methode ist laut Marx, die beim Versuchsvorgang außerhalb der Verbundzone angreifende Kraft, weshalb Dreh- und Biegemomente entstehen. Um diese möglichst zu vermeiden, sollte

sich nach Schmitz und Schulmeyer der Abscherstempel während der Prüfung möglichst nahe der Kunststoff-Metallgrenze befinden (37).

3.3.4 Abschlagversuch

Der Abschlagversuch, ist eine wenig "wissenschaftliche" Methode, die aber eine gewisse Aussage über den Verbund macht. Hierfür wird eine Brücke nach Herstellerangaben verblendet und, um Spätsprünge zu erkennen einige Tage ruhen gelassen, danach wird mittels Hammer die Keramik abgeschlagen. Der Schwachpunkt dieser Methode ist, dass die Kraft nur grob abgeschätzt werden kann, die benötigt wurde um die Keramik zum Abplatzen zu bringen. Anschließend kann überprüft werden, ob der Verbund zerstört wurde (44).

3.4 Verbundprüfung im Vollkeramiksystem und warum SER

Die etablierten Methoden, wie z.B. Schertest nach Schmitz-Schulmeyer (DIN 13927) und Biegetests nach Schwickerath (DIN EN ISO 9693), finden ihre Anwendung im metallkeramischen Verbundsystem. Metalle und Keramiken verhalten sich aber in vielerlei Hinsicht verschieden, aus diesem Grund genügt es nicht, für Metalle entwickelte Verfahren zu kopieren um die Verbundfestigkeit innerhalb eines Systems zu überprüfen, sondern es ist auf die speziellen Eigenschaften der Keramiken Rücksicht zu nehmen. Verfahren wie die Bestimmung der SER nach Tholey oder die Bestimmung des Haftverbunds mittels Zugversuch nach Stephan erlauben es, nun auch systemunabhängige Verbundeigenschaften zu charakterisieren (37).

Mit der Testmethode zur Bestimmung der SER lässt sich ein Riss kontrolliert vorantreiben, denn für die Berechnung der SER wird ein immer gleichbleibender, in seiner geometrischen Form klar definierter Probenkörper eingesetzt. Dadurch ergibt sich eine Konstanz und die Ergebnisse sind miteinander vergleichbar. Die Probe wird im Vier-Punkt-Biegeversuch einer Kraft ausgesetzt, mit der ein Rissverlauf an der Verbundzone eingeleitet wird. Zur Berechung benötigt man außer der Kraft und den geometrischen Faktoren zusätlich die E-Module und die Querkontraktionszahlen (Poissonzahl) der

beiden Werkstoffe des Prüfkörpers. Somit berücksichtigt der Test sowohl die besonderen Eigenschaften der vollkeramischen als auch der metallkeramischen Systeme und ist genauso einfach durchführbar wie die bereits beschriebenen Haftverbundprüfungen (37).

4. Ziel der Studie

Ziel dieser Studie soll sein, herauszufinden ob die Applikation von Linern einen Einfluss auf den Haftverbund in vollkeramischen Restaurationen hat. Dabei soll der Liner auf verschiedene Arten auf das ZrO₂-Gerüst aufgetragen werden: per Airbrush, Pinsel, Glasspatel und ein sogenannter Washbrand (dünne Dentinschicht). Als Referenzproben dienen Proben ohne Liner. Im Anschluss sollen die Proben mit Dentinkeramik verblendet und dann mit einer V-Kerbe versehen werden. Anschließend wird durch den Vier-Punkt-Biegeversuch die Kraft bestimmt, bei der es zum Versagen im Haftverbundbereich kommt. Über diese Kraft kann die SER ermittelt werden um letztendlich Rückschlüsse auf den Haftverbund zu ziehen.

Nach Literaturrecherche ist nicht ersichtlich, dass diese Untersuchung bereits an Vollkeramiksystemen durchgeführt wurde. Bis jetzt liegen diesbezüglich nur Ergebnisse zu Metallkeramiksystemen von Jörn et al. vor (22). In dieser Studie hatte die Applikationsart des Opakers keinen Einfluss auf den Haftverbund im Metallkeramiksystem, alle Proben zeigten ein Sprödbruchverhalten durch die Opakerschicht hindurch (22). Somit kann laut dieser Untersuchung der Opaker auf alle untersuchten Arten aufgetragen werden, ohne dass sich die Qualität des Haftverbunds zwischen Keramik und Metall verbessert oder verschlechtert. Da der Liner laut DIN EN ISO 6872 auf ein Gerüst aufgetragen wird um die Grundfarbe und somit die gesamte Ästhetik einer dentalen Restauration zu erreichen (27) kann angenommen werden, dass die Applikationart keinen Einfluss auf den Haftverbund hat.

Die Nullhypothese der Studie lautet:

Die verschiedenen Applikationsmöglichkeiten für Liner haben keinen Einfluss auf den Haftverbund im vollkeramischen System.

5. Material und Methoden

5.1 Aufbau der Studie

5.1.1 Ermittlung der SER

Für diese Studie wurden insgesamt n = 60 ZrO_2 Probekörper entsprechend der Herstellerangaben dichtgesintert und im Anschluss mit einem passenden Keramikpulver verblendet.

Dabei lagen die Maße des fertigen Probekörpers bei 30 mm x 8 mm x 3 mm. Die Höhe der Verblendung, als auch die Höhe des Gerüstes betrugen jeweils 1,5 mm, wodurch sich eine Gesamtdicke der fertigen Probekörper von 3,0 mm ergab.

Die 60 Proben wurden nach dem Sintervorgang in fünf Gruppen à 12 Proben aufgeteilt. Für jede der Gruppen wurde eine Applikationsmethode für Liner aus dem verwendeten Verblendkeramiksystem ausgewählt. In der ersten Gruppe wurde der Liner mit einem Pinsel aufgetragen, in der nächsten mit einem Glasspatel, in der dritten Gruppe erfolgte die Linerapplikation mittels Airbrush-System, die letzte Gruppe wurde mit einem Washbrand versehen, der von manchen Zahntechnikern anstatt einer Linerapplikation gewählt wird. In der Referenzgruppe wurde keine Linerschicht aufgebracht.

Anschließend wurden die Proben mit dem passenden Verblendkeramik-System verblendet.

Die fertig verblendeten Proben wurden zum Schluss mit einer 0,8 mm tiefen Vförmigen Kerbe in Anlehnung an ISO 6872 versehen (Abb. 7). Über den Vier-Punkt-Biegeversuch wurde die Kraft ermittelt, die benötigt wird um die SER zu berechnen.



Abbildung 6: Verblendete Probe mit V-Kerbe.

5.1.2 Rauheitsmessung

Um die Oberfläche der Proben zu charakterisieren, wurde exemplarisch bei fünf Proben pro Gruppe die Oberflächenrauheit gemessen, indem sie taktil abgetastet wurde. Die Rauheitsmessung fand am Perthometer S6P (Mahr GmbH, Göttingen, Deutschland) statt.

Rauheitsmessungen an folgenden Gruppen wurde durchgeführt:

- gesintert und abgestrahlt
- mit Liner aufgebrannt (Pinsel, Glasspatel, Airbrush)
- mit Washbrand

5.2 Material

Alle verwendeten Materialien sind mit ihren entsprechenden Daten im Anhang dieser Arbeit beschrieben.

In dieser Studie wurde ZrO₂ Zenostar Zr Translucent, mit dem dazu passenden Verblendkeramiksystem Zenolfex Dimension Dentine A2 und dem Liner

Zenoflex Dimension Core Liner A-Farbe der Firma Wieland Dental und Technik GmbH & Co. KG, Pforzheim, Deutschland verwendet. Bei der Verarbeitung des Liners im Airbrush-System musste ein Liquid verwendet werden, das sich für die Anwendung in einer Airbrushpistole eignet, aus diesem Grund wurde dafür auf Vita-Spray-On Liquid (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Deutschland) zurückgegriffen.

5.3 Herstellung der Proben

5.3.1 Vorbereitung des Zirkoniumdioxidgerüsts

Die ZrO₂-Proben wurden mittels CAD/CAM-Verfahren durch die Firma Wieland in gewünschter Geometrie, unter Berücksichtigung der Sinterschrumpfung, gefräst.



Abbildung 7: Probekörper im Blank

Die vorgesinterten Probeköper befanden sich im Rohling und mussten ohne Beschädigung aus diesem herausgetrennt werden (Abb. 8). Dafür wurden die Verbindungselemente mit Al₂O₃ Cobra 50 µm weiß (Renfert, Hilzingen, Deutschland) bei 4 bar vorsichtig durchgestrahlt. Im nächsten Schritt mussten die Proben entgratet werden, dies erfolgte zunächst grob an den Verbinderresten mittels Hartmetallfräser und später wurden alle Proben mit Schmirgelpapier (Körnung 320) geglättet. Die fertig vorbereiteten Proben waren danach bereit für den Sinterprozess (Abb 9). Pro Sintervorgang kamen 5 Proben, stets in gleicher Anordnung in die Brennkammer des Sinterofens Vita ZYrcomat (Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Deutschland).

Nach dem Sinterprozess wurden die Proben mit Al₂O₃ Cobra 120 µm, weiß (Renfert, Hilzingen, Deutschland) bei 1 bar abgestrahlt. Um zu gewährleisten, dass die gesamte Oberfläche gleichmäßig abgestrahlt war, wurde mit einem rückstandsfrei verbrennenden Farbstift die Oberfläche der Proben eingefärbt. Abgestrahlt konnte dann gleichmäßig, in einem Winkel von 45° und im Abstand von 5 cm zur Probenoberfläche, werden. Anschließend wurden die Proben mit Alkohol gereinigt und abgedampft.



Abbildung 8: Proben vor (oben) und nach dem Sintern (unten).

3.3.1.1 Sinterringe zur Bestimmung des Energieertrags vom Sinterofen Vita ZYrcomat

Da die Sinterparameter von Ofen zu Ofen stets variieren können, wurden die Sinterparamter mittels PTCR-Sinterringen (Process Temperature Controle Rings, Ferro B.V. Electronic Material Systems, Uden, Holland) überprüft. Dabei wurden die Ringe nach Herstellerangaben für Zenostar Zr Translucent gesintert, anschließend konnte über die Sinterschrumpfung der Ringe bestimmt werden, ob die angezeigten Parameter am Ofen mit den tatsächlich erreichten Werten übereinstimmen (Abb. 10).



Abbildung 9: Sinterringe in der Brennkammer nach dem Sinterprozess.

5.3.2 Linerapplikation

Als nächstes wurden die Proben in fünf Gruppen à 12 Proben eingeteilt. Die Gruppen unterschieden sich in der Applikationsmethode des Liners. In Gruppe eins wurde der Liner mit einem Pinsel aufgetragen, in Gruppe zwei mit einem Glasspatel, in Gruppe drei wurde eine Airbrushpistole zur Applikation verwendet, die Gruppe vier wurde mit einem Washbrand versehen und in Gruppe fünf wurde auf jeglichen Liner verzichtet (Abb. 11).

Grundsätzlich wurden zwei Schichten des Liners aufgetragen, zwischen jeder Schicht wurde ein Linerbrand im Ofen Austromat 624 (DEKEMA, Freilassing, Deutschland) durchgeführt. Verwendet wurde dabei Core Liner Zenoflex Dimension A-Farbe mit Core Liner Liquid Optimix Zenoflex Dimension.

Für jeden durchgeführten Sintervorgang wurden jeweils drei Proben nebeneinander auf einem weißen, rechteckigen Wabenbrenngutträger platziert.



Abbildung 10: Farbergebnisse der Applikationsmethoden im Vergleich

5.3.2.1 Pinsel und Glasspatel

Um immer die gleichen Materialeigenschaften zu erhalten, wurde das Linerpulver mit dem Pelletor-System®, beschrieben von Spintzyk (45), portioniert und das Liquid grundsätzlich mit einer definierten Tropfenmenge verwendet und vermengt. Dafür wurden pro Portion Pulver 10 Tropfen Liquid verwendet.

Die Proben wurden nun gleichmäßig mit dem Liner versehen (Abb. 12), geriffelt und vorsichtig auf dem Brenngutträger platziert.



Abbildung 11: Linerapplikation mit dem Pinsel (links); Linerapplikation mit dem Glasspatel (rechts).

5.3.2.2 Washbrand

Für den Washbrand wurde das Dentinpulver mit dem dazu passenden Liquid zu einer wässrigen, dünnen Masse angerührt. Um reproduzierbare Materialeigenschaften zu gewährleisten, kam auch hierfür der Portionierer des Pelletor-Systems® zum Einsatz. Auf eine Portion Pulver wurden 10 Tropfen Liquid verwendet.

Mit einem Pinsel konnte die Masse dünn, gleichmäßig und deckend aufgetragen werden (Abb. 13). Wie bei Pinsel und Glasspatel wurden zwei Schichten aufgetragen, wobei zwischen jeder Schicht ein Sintervorgang stattfand.



Abbildung 12: Auftragen des angemischten Schlickers mittels Pinsel für den Washbrand.

5.3.2.3 Airbrush

Die Masse für die Airbrushbeschichtung musste mit einem speziellen Spray-On Liquid angemischt werden (Vita Spray-On Liquid). Grund hierfür war, dass das normale Carving Liquid der Firma Wieland Dental nicht geeignet war für die Airbrushpistole. Um auch hier immer gleiche Mischungsverhältnisse von Pulver zu Liquid zu bekommen, kam wiederum der Portionierer des Pelletor-Systems® zum Einsatz, es wurden 40 Tropfen Spray-On Liquid auf eine Portion Zennoflex Liner verwendet.

Zum Besprühen der Proben wurde an der Airbrush-Pistole 1 bar Arbeitsdruck eingestellt. Die Proben wurden einzeln auf eine Glasplatte gelegt und in einem 45° Winkel besprüht bis sie nass glänzend waren (20 x hin und her) (Abb. 14).

Wie bei Pinsel, Glasspatel und Washbrand wurden jeweils zwei Schichten aufgetragen, wobei zwischen jeder Schicht ein Sintervorgang stattfand.



Abbildung 13: Applikation des Liners mittels Airbrushpistole; angemischter Schlicker in der Airbrushpistole (a, b), Airbrushpistole in Seitenansicht (c), Probe kurz vor dem Besprühen (d)

5.3.3 Herstellung einer Verblendform

Um die Proben reproduzierbar in einer einheitlichen Verblendschichtstärke von 1,5 mm verblenden zu können, musste eine Form entworfen werden.

Nach verschiedenen Ansätzen konnte eine Lösung gefunden werden, dabei wurde die Form aus vorgefertigten Metallwinkeln hergestellt (Abb. 15).



Abbildung 14: Individuell hergestellte Verblendform für die Aufnahme der Proben und der Verblendmasse.

5.3.4 Verblenden der Proben

Vor dem Verblendvorgang wurde die Verblendform zunächst isoliert (Carat Isolating Fluid, Hager Werke, Duisburg, Deutschland), danach konnten die Gerüste in die Form gelegt und mit der Schichtung begonnen werden.

Die Verblendmasse wurde auch mit Hilfe des Portionierers portioniert. Dabei wurden fünf Portionen mit 20 Tropfen Carving Liquid Standard vermengt.

Für jeden durchgeführten Sintervorgang wurden jeweils drei Proben nebeneinander auf einem weißen, rechteckigen Wabenbrenngutträger platziert.

Ablauf Schichtung (Abb. 16):

- 1. Entfetten der Proben mit Alkohol (Isopropanol 70 %)
- 2. Schichten bis die Form voll ist, 3x klopfen
- 3. Abziehen mit Rasierklinge
- 4. Trocknen mit Tuch
- 5. Schichten bis die Form voll ist, 3x klopfen
- 6. Abziehen mit Rasierklinge
- 7. Trocknen mit Tuch
- 8. Überschuss mit Pinsel vom ZrO₂ entfernen
- 9. Sintern

- 10. Anrauen und Beschleifen der Oberflächen mit Nassschleifpapier (Körnung 180). Die Ränder wurden mit einem in ein Handstück eingespannten Stein beschliffen
- 11. Reinigung der Proben mittels Abdampfgerät
- 12. Wiederholung der Schritte 1. bis 8., wichtig dabei war es die Sinterschrumpfung v.a. im Randbereich auszugleichen
- 13. Beschleifen aller Proben, damit eine einheitliche Schichtdicke von3,00 mm erreicht wurde. Dafür wurden die Proben von Hand mitNassschleifpapier (Körnung 180) geschmirgelt
- 14. Kontrolle der Probenstärke mittels elektronischem Messschieber
- 15. Glanzbrand ohne Glasurmasse



Abbildung 15: Schlicker wird in die Form eingebracht (a); säubern der Kanten vor dem Brennprozess (b); Proben auf Brenngutträger (c); Proben nach dem Brennvorgang: 1. Dentinbrand (d) und 2. Dentinbrand (e).

5.3.5 Kerbung der Proben

Der Prozess in dem die Probekörper mit einer Kerbe versehen wurden, bestand aus zwei Teilen und wurde in Anlehnung an die ISO Norm 6872:2015 durchgeführt.

Zunächst mussten die Proben mit einer Anfangskerbe versehen werden. Dies geschah am Proxon-Gerät (Abb. 17) mit einer Diamanttrennscheibe. Das Proxon-Gerät wurde bereits von Fokas-Tsentzeratos beschrieben (46). Die Kerbe musste anschließend vertieft werden, dafür wurde eine, von der Firma Ivoclar entwickelte, pneumatische Rasierklingenmaschine verwendet. Die Rasierklinge und die Diamanttrennscheibe hatten beide, wie laut ISO-Norm gefordert, die Dicke von 0,2 mm. Um die Anfangskerbe mit der Rasierklinge zu vertiefen wurde eine Diamantpaste verwendet.

3.3.5.1 Anfangskerbe am Proxon-Gerät

Um die Probekörper nun mit der Anfangskerbe zu versehen, wurden sie mit Klebewachs auf einer Glasplatte, die auf einer Aluhalterung befestigt war, geklebt. Vorher wurde die genaue Mitte der Probe mit einem Folienstift auf der verblendeten Seite markiert. Da die Halterung in X- und Z-Achse verstellt werden konnte, wurde die Probe mittig unter der Trennscheibe platziert. Der Shiyang 168 Mikromotor mit Handstück (Südkorea) wurde in der Halterung montiert, die in Y- und Z-Achse bewegt werden kann. Im Handstück wurde nun eine Trennscheibe, REF 918B 104 180 (Komet Dental, Lemgo, Deutschland) befestigt. Ein Gewicht von 400 g, das an der Halterung des Handstücks fixiert war, bewirkte ein ruckelfreies Vor- und Zurückbewegen des Schlittens.

Die Probenhalterung wurde nun so eingestellt, dass sich der Probekörper direkt unter der Trennscheibe befand. Anschließend mussten Probenoberfläche und Trennscheibe auf Kontakt gebracht werden, wodurch der Nullpunkt bzw. der Ausgangspunkt festgelegt war. Am Proxon wurden die Parameter so eingestellt, dass eine Kerbtiefe von 0,5 mm erreicht werden konnte. Die im Handstück eingespannte Diamanttrennscheibe wurde bei 17500 U/min betrieben. Die Trennscheibe wurde unter Wasserkühlung zweimal über die Probe geführt.



- Tisch zur Aufnahme der
 Probekörper, verstellbar in Xund Z-Achse
- 2 Halterung zur Aufnahme des Handstückes, verstellbar in Yund X-Achse, außerdem beweglich in X- Richtung
- 3 Handstück zur Aufnahme der Diamanttrennscheibe
- 4 Diamanttrennscheibe
- 5 Kurbeln um Koordinatentisch einzustellen

Abbildung 16: Proxongerät (X-, Y-, Z-Koordinatentisch)

Die Tiefe der Anfangskerbe wurden anschließend für jede Probe am Photomakroskop M 400 (Wild Heerbrugg, Schweiz) gemessen und kontrolliert (Abb 18).



Abbildung 17: Die Anfangskerbe von 0,5 mm.

5.3.5.2 Rasierklingenmaschine

Die oben beschriebene Anfangskerbe musste erweitert werden, dies geschah durch die Rasierklingenmaschine (Abb.19), beschrieben von Johanning (47). In die pneumatisch betriebene Rasierklingenmaschine konnten die Proben so ausgerichtet werden, dass sie sich exakt mittig unter der Rasierklinge befanden. Der eingestellte Arbeitsdruck betrug 4 bar.

Die Rasierklinge, gesenkt und mit der Kerbe auf Kontakt gebracht, stellte die Ausgangsposition dar. In der Ausgangsposition wurde die Probe nun in der dafür vorgesehenen Halterung fixiert und der Messtaster auf Null gestellt. Das gewählte Zusatzgewicht lag bei 2 x 72,0 g. Im nächsten Schritt wurde die Diamantpaste appliziert und die Maschine eingeschaltet. Sobald die Tiefe von 0,3 mm erreicht war, was am Messtaster abgelesen werden konnte, wurde die Maschine gestoppt und die Tiefe der gesamten Kerbe anschließend für jede Probe am Photomakroskop gemessen und kontrolliert (Abb. 20).



Abbildung 18: Schematische Darstellung der pneumatisch betriebenen Rasierklingenmaschine

- 1 Messtaster
- 2 Anschlag
- 3 Führungsschiene
- 4 Druckluftzuführung
- 5 Aufhängung
- 6 Rasierklinge und Rasierklingenhalterung
- 7 Probekörperhalterung
- 8 Druckluftregler
- 9 Zusatzgewicht
- 10 Anschlagvorrichtung
- 11 Druckluft ein/aus



Abbildung 19: Fertig verblendete Probe mit V-Kerbe.

5.4 Energiefreisetzungsrate

5.4.1 Vier-Punkt-Biegeversuch

In Anlehnung an die DIN 6872 wurden die fertiggestellten Probekörper im Anschluss in einer Universalprüfmaschine Zwick 010 (Zwick GmbH Ulm, Deutschland) im Vier-Punkt-Biegeversuch (Abb. 21) belastet. Dabei wurde eine Traversen- bzw. Vorschubgeschwindigkeit von 0,01 mm/min gewählt. Im Versuchsaufbau betrug der Abstand zwischen den oberen Belastungsrollen 10 mm und zwischen den unteren Auflagerollen 20 mm. Die Proben wurden mit der Kerbe nach unten auf die Auflagerollen gelegt.

Der PC zeichnete während der Messung ein Kraft-Weg-Diagramm auf, die dafür verwendete Software war testXpert V 12.0 Master.



Abbildung 20: Schematische Darstellung des Vier-Punkt-Biegeversuchs nach DIN 6872

5.4.2 Berechnung der Energiefreisetzungsrate

Um die SER berechnen zu können mussten die aufgezeichneten Kraft-Weg-Diagramme ausgewertet werden. Dafür mussten zunächst die Daten die beim Vier-Punkt-Biegeversuch erhoben wurden in Microsoft Office Excel (2011) in ein Kraft-Dehnungs-Diagramm umgewandelt und genau interpretiert werden. In der Kurve waren zwei verschiedene Abschnitte in Form von Plateaus deutlich erkennbar. Das erste Plateau (Abb. 22) ergab sich daraus, dass die Rollen der Vier-Punkt-Biegevorrichtung nicht fixiert waren und diese sich durch die Belastung leicht bewegten, das zweite Plateau (Abb. 22), wichtig für die Ermittlung der SER, ergab sich durch die Rissausbreitung entlang der Verbundfläche. Zwischen den beiden Plateaus zeigte sich häufig ein kleiner Knick in der Kurve, der als Rissausbreitung von der V-Kerbe zur Verbundfläche Mit der Kenntnis interpretiert werden konnte. über die einzelnen Kurvenabschnitte war es nun möglich, die gemessenen Kraftwerte im zweiten Plateaubereich zu bestimmen, also die Kraftwerte während der Rissausbreitung entlang der Verbundfläche. Aus den errechneten Werten wurden dann die Mittelwerte gebildet.



Abbildung 21: Exemplarische Kraft-Weg-Kurve

Dabei wurden die Kraftwerte im Kurvenplateau während der Rissausbreitung entlang der Verbundflächen bestimmt und der Mittelwert daraus gebildet.

$$G = \frac{\eta (F^2 l^2 (1 - \mu_g^2))}{E_g b^2 h^3}$$

Formel 4: Formel der Energiefreisetzungsrate

Tabelle 6: Materialeigenschaften zur Berechnung der SER (48)

Materialeigenschaften	ZrO ₂	Verblendkeramik	
Poissonzahl (µ)	0,32	0,25	
Elastizitätsmodul (GPa)	210	70	

Geometrische	ZrO ₂	Verblendkeramik	Vier-Punkt-
Parameter (mm)			Biegeversuch
Probengeometrie:			
- Breite (b)	8		
- Gesamtdicke der			
Proben (h)	3		
- Einzelne			
Schichtdicken	1,5 (h _g)	1,5 (h _v)	
Abstand zwischen			5
innerer und äußerer			
Rolle auf einer Seite (I)			

Tabelle 7: Geometrische Parameter zur Berechnung der SER (48)

5.5 Untersuchung der Proben am Mikroskop

Jede der belasteten Proben wurden visuell im Photomakroskop und Rasterelektronenmikroskop (REM) (EVO LS 10, Zeiss, Oberkochen, Deutschland) betrachtet. Bevor die Probekörper am REM untersucht werden konnten wurden sie in Kunststoff (Palavit G, Heraeus Kulzer, Hanau, Deutschland) eingebettet, danach wurde die Oberfläche poliert (Polierschritte der Körnung: 160, 320, 600, 1200, 2000, 4000) und am Schluss mussten sie mit einer elektrisch leitfähigen Schicht versehen werden. Dies erfolgte in einem Sputter-Coater-Gerät (EMITECH K550X, Quorum Technologies Ltd, Ashford, United Kingdom) bei 25 mA und 2 min. Am Ende des Prozesses befand sich eine 19 nm dicke Goldschicht auf den Proben. Am REM wurde dann die Kontaktzone zwischen Verblend- und Gerüstkeramik beurteilt.

Außerdem wurde am Photomakroskop der Bruchlinienverlauf untersucht und die Dicke der Linerschicht an fünf Stellen vermessen.

5.6 Bruchmodus

Um den Bruchmodus beurteilen zu können wurde an n = 6 Proben pro Gruppe die Verblendkeramik manuell entfernt. Dafür wurde die Verblendung mit einem Hammer abgeschlagen. Dadurch wurde die Oberfläche des Gerüsts sichtbar und es konnte beurteilt werden, ob ein rein adhäsives, ein rein kohäsives oder gemischtes Versagen vorlag. Für die Beurteilung wurden die Proben visuell mit bloßem Auge begutachtet.

5.7 Statistische Auswertung

Bevor mit der statistischen Auswertung begonnen werden konnten, wurden die ermittelten Daten und Paramter in Microsoft Office Excel (2011) eingegeben. Die Rauheitswerte wurden dann deskriptiv über Mittelwert und Standardabweichung dargestellt.

Um die SER auswerten zu können, wurde diese auch deskriptiv über Mittelwert und Standardabweichung dargestellt und für die weiterführende statistische Auswertung eine Oneway ANOVA und ein Post Hoc Tukey Test mittels JMP5 (SAS Institute, Cary, NC, USA) durchgeführt.

6. Ergebnisse

6.1 Übersicht



Abbildung 22: Übersicht der Ergebnisse

6.2 Rauheitsmessungen

Die Ergebnisse des arithmetischen Mittenrauwertes (R_a) der Proben mit aufgesinterten Linerschichten sind für die einzelnen Gruppen in Tabelle 8 dargestellt.

Die größte Oberflächenrauheit konnte in der Glasspatel-Gruppe mit 1,15 μ m ermittelt werden, gefolgt von der Gruppe Pinsel mit 0,84 μ m. Eine geringe Differenz zeigten sich in den R_a-Werten der Gruppe Washbrand mit 0,59 μ m und der Gruppe ohne Liner mit 0,66 μ m. Die geringste gemessene Rauheit ergab sich in der Gruppe Airbrush mit 0,38 μ m.

Tabelle 8: Mittlere Oberflächenrauheit

	Pinsel	Glasspatel	Washbrand	Airbrush	Ohne
					Liner
R _a -	0,84	1,15	0,59	0,38	0,66
Mittelwert					
(µm)					
Standard-	± 0,48	± 0,68	± 0,30	± 0,09	± 0,10
abweichung					



Abbildung 23: Oberflächenrauheit der einzelnen Gruppen. Mittelwert und Standardabweichung aus jeweils n = 5 Proben.

6.3 Kraft-Weg-Kurve

6.3.1 Kurvenverlauf allgemein

Vergleicht man die Kurven der einzelnen Gruppen miteinander, so ist insgesamt ein charakteristischer, für alle Gruppen gleicher Verlauf der Kurven sichtbar (Abb. 25 bis 29). Zunächst steigen die Kurve leicht an bis das erste Plateau erscheint. Diese erste Ebene der Kurve kann auf den Versatz der Auflagerollen zurückgeführt werden. Danach ist ein stärkerer Anstieg der Kurven sichtbar bis schließlich das zweite, für die Bestimmung der SER, wichtige Plateau erscheint. Zwischen erstem und zweitem Plateau zeigt sich im Kurvenverlauf ein kleiner Knick, der als Ausbreitung des Risses von der V-Kerbe zur Verbundfläche angesehen werden kann.



Abbildung 24: Exemplarische Kurve aus der Gruppe Pinsel, der Rahmen stellt das zweite Plateau dar



Abbildung 25: Exemplarische Kurve aus der Gruppe Glasspatel, der Rahmen stellt das zweite Plateau dar



Abbildung 26: Exemplarische Kurve aus der Gruppe Washbrand, der Rahmen stellt das zweite Plateau dar



Abbildung 27: Exemplarische Kurve aus der Gruppe Airbrush, der Rahmen stellt das zweite Plateau dar


Abbildung 28: Exemplarische Kurve aus der Gruppe ohne Liner, der Rahmen stellt das zweite Plateau dar

6.3.2 Das zweite Plateau

Vergleicht man die einzelnen Kraft-Weg-Kurven miteinander ist das zweite Plateau in allen fünf Gruppen stets deutlich zu erkennen. Der Beginn des zweiten Plateaus, ist innerhalb der einzelnen Gruppen einheitlich, unterscheidet sich aber wenn man die verschiedenen Gruppen vergleicht. So zeigt sich, dass das Plateau bei der Applikations-Gruppe Pinsel und Glasspatel bei 0,10 mm Traversenweg viel früher auftritt, als bei den anderen Gruppen. Am spätesten tritt es in der Airbrush- und ohne-Liner-Gruppe bei 0,17 mm auf. In der Applikationsgruppe Washbrand tritt das zweite Plateau bei 0,16 mm auf. Die Länge der Plateaus ist in allen fünf Gruppen gleich.

6.4 Energiefreisetzungsrate

6.4.1 Kraftwerte für Energiefreisetzungsrate G

Die ermittelten mittleren Kraftwerte der einzelnen Gruppen sind in Tabelle 9 dargestellt. Bei Betrachtung der einzelnen Gruppen ergab sich in der Gruppe Glasspatel der höchste Wert mit 121,29 N, gefolgt von der Pinselgruppe mit 109,92 N. Im mittleren Bereich lagen die Gruppen Washbrand mit 104,22 N und

Airbrush mit 101,28 N und die niedrigsten Werte zeigte die Gruppe ohne Liner mit 98,76 N.

	Pinsel	Glasspatel	Airbrush	Washbrand	Ohne
					Liner
Mittlerer	109,92	121,29	101,28	104,22	98,76
Kraftwert					
(N)					

Tabelle 9: Mittlere Kraftwerte der einzelnen Gruppen

6.4.2 Ergebnisse Energiefreisetzungsrate G

Die Ergebnisse der SER G (J/m²) für die einzelnen Gruppen sind in Tabelle 10 dargestellt. Dabei liegen die Mittelwerte für G zwischen 10,8 und 7,1 J/m².

Der geringste Wert für die ermittelte SER weist die Gruppe ohne Liner mit 7,1 J/m² auf. Der höchste Wert ergibt sich in der Gruppe Applikationsform Glasspatel mit 10,8 J/m². Die Ergebnisse für G liegen in der Gruppe Pinsel, Washbrand und Airbrush zwischen den beiden oben genannten Werten. Die SER der Gruppe Pinsel liegt bei 8,8 J/m², also nahe der Glasspatel-Gruppe. Die Ergebnisse der Gruppe Washbrand befinden sich bei 8,0 J/m². Der Wert der Airbrush-Gruppe liegt bei 7,5 J/m² und somit nahe der SER der Gruppe ohne Liner.

Tabelle 10: Ergebnisse SER der einzelnen Gruppen (Gruppen mit unterschiedlichen Buchstaben sind statistisch signifikant p < 0,05).

Gruppe	Mittelwert	Minimum	Maximum	Standard-	Statistische
	G (J/m²)	G (J/m²)	G (J/m²)	abweichung	Signifikanz
Pinsel	8,8	7,4	11,2	± 1,3	A
Glasspatel	10,8	7,5	13,4	± 2,1	В
Airbrush	7,5	6,6	9,5	± 1,0	A
Washbrand	8,0	6,2	14,1	± 2,2	A
Ohne Liner	7,1	5,9	8,3	± 0,8	A



Abbildung 29: Mittlere SER und Standardabweichung; der Balken besteht aus n = 12 Proben

6.5 Mikroskopische Analyse der Frakturflächen

6.5.1 Verlauf der Bruchlinien

Der Verlauf der Bruchlinien wurde am Photomakroskop in 25-facher Vergrößerung der Proben ausgewertet. In allen Gruppen war die Extension der Bruchlinie deutlich erkennbar. Sie verlief von der Spitze der Kerbe abwärts Richtung Kontaktfläche (Interface) von Verblend- zu Gerüstkeramik, kurz vor Erreichen des Interfaces spaltete sich die Bruchlinie deltaförmig auf um sich dann entlang der Kontaktfläche weiter auszubreiten. Die Abbildungen 30 bis 34 zeigen die Bruchlinie einer exemplarisch ausgewählten Probe aus jeder Gruppe.



Abbildung 30: Bruchlinienverlauf aus der Gruppe Pinsel



Abbildung 31: Bruchlinienverlauf aus der Gruppe Glasspatel



Abbildung 32: Bruchlinienverlauf aus der Gruppe Washbrand



Abbildung 33: Bruchlinienverlauf aus der Gruppe Airbrush



Abbildung 34: Bruchlinienverlauf aus der Gruppe ohne Liner

6.5.2 REM-Aufnahmen der Kontaktzone

Bei der Untersuchung der einzelnen Probekörper am REM zeigte sich im Bereich der Kontaktzone ein differenziertes Bild, siehe Abbildungen 35 bis 44. Teilweise war eine dünne Verblendschicht erkennbar, dieser dünne Belag war jedoch manchmal unterbrochen, an diesen Stellen kam es zu einer vollständigen Ablösung der Verblendung und die blanke Gerüstoberfläche wurde sichtbar. Es zeigte sich somit ein kohäsiver Bruchmodus in den Bereichen in denen Verblendung auf dem Gerüst verblieben war, begleitet von adhäsivem Versagen im Bereich der blanken Gerüstoberfläche.



Abbildung 35: Exemplarische Probe aus der Gruppe Pinsel bei 1000-facher Vergrößerung; a = ZrO₂, b = Verblendkeramik, c = kohäsiver Bruchmodus, d = adhäsiver Bruchmodus, gestrichelte Linie = Kontaktzone (Interface)



Abbildung 36: Exemplarische Probe (siehe Abb. 35) aus der Gruppe Pinsel bei 3000-facher Vergrößerung; kohäsiver Bruch



Abbildung 37: Exemplarische Probe aus der Gruppe Glasspatel bei 1000-facher Vergrößerung; Mischbruch



Abbildung 38: Exemplarische Probe (siehe Abb. 37) aus der Gruppe Glasspatel bei 3000-facher Vergrößerung; Mischbruch



Abbildung 39: Exemplarische Probe aus der Gruppe Airbrush bei 1000-facher Vergrößerung; Mischbruch



Abbildung 40: Exemplarische Probe (siehe Abb. 39) aus der Gruppe Airbrush bei 3000-facher Vergrößerung; kohäsiver Bruch



Abbildung 41: Exemplarische Probe aus der Gruppe Washbrand bei 1000-facher Vergrößerung; adhäsiver Bruch



Abbildung 42: Exemplarische Probe (siehe Abb. 41) aus der Gruppe Washbrand bei 3000-facher Vergrößerung; adhäsiver Bruch



Abbildung 43: Exemplarische Probe aus der Gruppe ohne Liner bei 1000-facher Vergrößerung; adhäsiver Bruch



Abbildung 44: Exemplarische Probe (siehe Abb. 43) aus der Gruppe ohne Liner bei 3000-facher Vergrößerung; adhäsiver Bruch

6.5.3 Bruchmodus

Bei genauer Untersuchung der ZrO₂-Gerüste, nach manueller Entfernung der Verblendkeramik, wurde eine inhomogene, glitzernde Oberfläche sichtbar. Die blanke ZrO₂-Oberfläche war nicht vollständig sichtbar, teilweise waren mittelgroße bis große Keramikreste zu erkennen.

6.5.4 Schichtdicke des Liners

Die Schichtdicke (Tab. 11) des Liners wurde am Photomakroskop bei 32-facher Vergrößerung fünf unterschiedlichen an Stellen gemessen. Die Linerapplikationsarten zeigten signifikant unterschiedliche Schichtdicken (p < 0,05). Bei allen Applikationsmethoden wurde der Liner zweifach aufgetragen, wobei zwischen jeder Applikation ein Brennvorgang lag. Dennoch ergab sich für die Gruppe Glasspatel die dickste Linerschicht, gefolgt von der Pinselgruppe. Die Applikationsart Airbrush wies die dünnste Schichtstärke auf. Zwischen der Gruppe Washbrand und Glasspatel ergab sich kein statistisch signifikanter Unterschied (p > 0.05).



Abbildung 45: Linerschichtdicke einer exemplarischen Probe; Pfeil = Liner

Tabelle 11: Mittelwerte der Linerschichtdicken

Gruppe	Linerschichtdicke (mm)
Pinsel	0,09
Glasspatel	0,11
Airbrush	0,06
Washbrand	0,11
Ohne Liner	-

6.6 Statistische Analyse der SER

Statistisch betrachtet ergab sich ein signifikanter Einfluss sobald der Liner mit einem Glasspatel aufgetragen wurde (p < 0,05). Der Haftverbund verbesserte sich durch diese Applikationsmethode.

Keinen signifikanten Unterschied ergab sich zwischen den Gruppen Pinsel, Airbrush, Washbrand und ohne Liner (p > 0.05) (siehe Tab. 10).

7. Diskussion

In der Arbeit wurde der Applikationseinfluss von Linern auf den Haftverbund in vollkeramischen Restaurationen untersucht. Beim Verblendvorgang wurden verschiedene Methoden verwendet um den Liner auf das Gerüst aufzutragen. Gewählt wurden folgende Applikationsmethoden: Pinsel, Glasspatel und Airbrush, die dann mit einer mit Washbrand versehenen Gruppe und einer Gruppe ohne Liner verglichen werden konnten. Die hergestellten Proben wurden im Vier-Punkt-Biegeversuch belastet um dann die SER zu bestimmen.

Außerdem wurde die Rauheit der Oberflächen der einzelnen Gruppen nach dem Linerbrand bestimmt.

Die Nullhypothese dieser Studie wurde abgelehnt, da ein statistisch signifikanter Unterschied für die SER innerhalb der Gruppen gefunden wurde.

7.1 Beurteilung der SER-Prüfmethode

7.1.1 Haftverbundtests

Sobald der Haftverbund zwischen den Verbundpartnern im Vollkeramiksystem zu schwach ist, treten Komplikationen in Form von Brüchen oder Abschiefern der Verblendkeramik auf. Aus diesem Grund sind Haftverbundtests wichtig um später die Zuverlässigkeit von Restaurationen in der klinischen Anwendung zu gewährleisten (49, 50).

Damit der Haftverbund innerhalb eines Systems überprüft werden kann, ergeben sich unterschiedliche Möglichkeiten wie Scher-, Zug- und Biegeprüfungen. Allerdings sind die Methoden nicht immer optimal geeignet um ein Versagensmuster zu beurteilen. Das Problem einiger Verfahrensweisen ergibt sich daraus, dass eine gleichmäßige Kraftverteilung während der Prüfung schwer realisierbar ist, denn häufig werden die Probekörper so belastet, dass es zu katastrophalen Brüchen kommt. Ein weiteres Problem von Zug- und Schertests stellt die ungleichmäßige Verteilung der ausgeübten Belastung auf die Probekörper dar, Resultat ist ein kohäsives Versagensmuster, was den Eindruck macht, dass die Festigkeit innerhalb der Verblendkeramik geringer sein muss als der Haftverbund im gesamten System (50, 51). Dennoch zeigt die klinische Anwendung, dass es häufiger zu Versagen im Verbundbereich kommt, was dafür sprechen würde dass der Haftverbund zwischen Gerüst- und Verblendkeramik der limitierende Faktor wäre und somit das schwächere Glied im Vollkeramiksystem darstellt (52).

Um den Haftverbund im Grenzflächenbereich beurteilen zu können und somit eine Aussage über das Versagen im Vollkeramiksystem treffen zu können, eignet sich die SER (J/m²) sehr gut. Die Methode kommt aus der Bruchmechanik und ist definiert als die Energie (G), die bei schrittweise kleinen Rissverlängerungen frei wird (40). Die SER dient dabei als Beurteilungsmaßstab ob ein Riss beginnt und voranschreitet (14).

Über den Vier-Punkt-Biegeversuch, eine schonende Methode Proben zu belasten, kann die SER bestimmt werden. Die Anwendung der SER hat den Vorteil, dass es zu keiner ungleichen Stressverteilung während des Versuches kommt und sich somit ein beständiger und stabiler Riss entlang der Verbundfläche ausbreiten kann (49).

Die Proben für die Bestimmung der SER haben eine geometrisch klar definierte Form mit einer Kerbe. Durch die genauen Vorgaben wird eine Normierung gewährleistet um die Ergebnisse miteinander vergleichen zu können. Im Vier-Punkt-Biegeversuch werden die Proben einer Kraft ausgesetzt die zum Riss in der Verbundzone führt. Um G später zu berechnen benötigt man die ausgeübte Kraft, die geometrischen Parameter der Probekörper, die Elastizitätsmoduln und die Querkontraktionszahlen von Gerüst- wie auch Verblendkeramik. Ein weiterer Vorteil dieses Haftverbundtestes ist, dass er sowohl die besonderen Eigenschaften der vollkeramischen als auch der metallkeramischen Systeme berücksichtigt und somit in beiden Bereichen Anwendung findet (37) und eine Alternative zum genormten Schwickerath-Test bietet. Denn für vollkeramische Systeme gibt es bis dato noch keinen genormten Test.

7.1.2 Probenherstellung

Die Herstellung der Probekörper erfolgte in Anlehnung an die ISO-Norm 6872 (27, 53). Um klinische Relevanz zu garantieren, wurden die gefrästen Y-TZP Gerüste gemäß Herstellerangaben verarbeitet (54) und nach deren Sinterprozess über folgende konventionelle Applikationsmethoden mit Liner versehen: Pinsel, Glasspatel und Airbrush. In einer vierten Gruppe wurden die Proben mit Washbrand versehen und in der letzten, der sogenannten Kontrollgruppe wurde auf jeglichen Liner verzichtet.

Anschließend wurden alle Proben auf gleiche Art und Weise mit der passenden Verblendkeramik (Gerüst und Verblendkeramik waren aus einem System) verblendet (13). Beides, Liner und Verblendkeramik wurde in zwei Schichten aufgetragen, dazwischen lag jeweils ein Sintervorgang (22). Da die Schichtstärke der Verblendkeramik Einfluss auf die Spannungen in einem zweischichtigen Vollkeramiksystem nimmt und sich so das Spannungsmaximum von der Verblendkeramikoberfläche zur Grenzfläche verlagern kann, wurde die Verblendschicht- und Gerüstdicke im Verhältnis 1:1 gewählt (21,55). Eine Schichtstärke von 1,5 mm ist die maximal mögliche Verblendschichtstärke, die das Chippingrisiko deutlich verringert (56). Laut Herstellerangaben liegt die ideale Verblendschichtstärke im inzisalen Bereich bei 1 mm – 2 mm (57). Zwischen den beiden Sintervorgängen der Verblendkeramik und vor dem Glanzbrand, wurde die Keramikoberfläche mit Schmiergelpapier beschliffen um eine saubere und einheitliche Probengeometrie zu erhalten (58).

Für den Sinterprozess des Y-TZP-Gerüsts und den Verblendvorgang wurden stets die gleichen kalibrierten Öfen (Sinter- und Verblendofen) verwendet. verschiedene Grund hierfür dass Öfen häufig, obwohl die war, Brenntemperaturen im Programm richtig eingestellt wurden, Abweichungen von diesen Werten zeigen. Diese Abweichung der Temperaturen kann zu einer Schwächung der Materialien und somit zu einer Qualitätsminderung der Restauration führen (56). Um also zu gewährleisten, dass der verwendete Ofen die richtigen Brennparameter aufweist, kamen vorher PTCR-Sinterringe zum Einsatz um sicherzugehen, dass alle Sinterparameter den Herstellervorgaben

75

entsprachen (59). Außerdem wurden die Proben stets in gleicher Anordnung und Anzahl auf dem immer gleichen Wabenträger bzw. auf den gleichen Sinterkugeln platziert um sicher zu stellen, dass alle Proben während des Brennvorgangs der gleichen Temperatur ausgesetzt waren (60). Um die SER bestimmen zu können wurden die Proben gekerbt, dies erfolgte in Anlehnung an die SEVNB- (Single-Edge V-Notched-Beam) Methode der ISO-Norm 6872 (27, 53). Zum Vorkerben wurde ein in ein Proxon Koordinatentisch eingespanntes Handstück mit Diamanttrennscheibe unter Wasserkühlung verwendet (pro Gruppe wurde eine neue Trennscheibe verwendet, um den Werkzeug-Verschleiß gering zu halten). Anschließend wurde die Vorkerbe mit einer, in eine pneumatische Maschine eingespannte Rasierklinge und Diamantpaste in die Tiefe erweitert. Beim Auswerten der verschiedenen Literaturstellen wurde deutlich, dass das Vorgehen beim Kerben der Prüfkörper nicht einheitlich durchgeführt wird. Betrachtet man außerdem die Formel der SER wird deutlich, dass die Kerbengeometrie nicht in die Berechnung mit einfließt, wichtig sind jedoch die materialspezifischen Parameter, die Probengeometrie und die gemessene Kraft. Teilweise erfolgte die Kerbung, wie in unserer Studie, in Anlehnung an die ISO-Norm 6872 (6, 48-50, 61). In anderen Studien erfolgte das V-förmige Einschneiden in die Proben mit einer Diamantscheibe bis zur Grenzfläche entweder unter Wasser- (22, 62-66) oder Kerosinkühlung (51, 58). Teilweise wurde eine willkürliche Tiefe bis kurz vor der Berührungsfläche gewählt und trocken mit einer Diamantscheibe geschnitten (14, 15, 67-69).

Nachdem die Proben mit einer Kerbe versehen waren, wurden sie trocken gelagert, bis der Vier-Punkt-Biegeversuch angewendet wurde, ohne eine Vorschädigung durch einen sogenannten Precrack durchzuführen (6, 14, 15, 48-50, 61, 64, 69). In einigen Quellen wurde ein Precrack zusätzlich zur Kerbe eingesetzt (22, 51, 58, 62, 63, 65-68). Die Vorschädigung soll angeblich für Stabilität während der Rissausbreitung in der Grenzfläche sorgen (63). Beim Literaturvergleich zeigte sich, dass es verschiedene Lagerungsmöglichkeiten gibt. Teilweise wurden Proben in Kerosin (22, 64, 65, 69) und andere in Wasser

(65) gelagert. Die häufigste Probenlagerung erfolgte jedoch im trockenen Milieu (6, 14, 15, 48-51, 61, 62, 66-68).

7.1.3 Vier-Punkt-Biegeversuch

Um die SER bestimmen zu können, wurde ein Vier-Punkt-Biegeversuch in Anlehnung an ISO-Norm 6872 (27, 53) durchgeführt. Die über den Vier-Punkt-Biegeversuch bestimmte Kraft wurde dazu verwendet die SER zu berechnen (6, 14, 15, 22, 48-51, 58, 61, 62, 64, 65, 67-72). Die ISO-Norm 6872 schreibt eine Traversengeschwindigkeit von $1 \text{ mm/min} \pm 0.5 \text{ mm/min}$ vor (27, 53). Bei Vergleich der Literatur wurden hauptsächlich geringere Traversengeschwindigkeiten gefunden. Sie lagen zwischen 0,1 mm/min (14, 15, 51, 58, 65, 67, 68), 0,05 mm/min (22, 29, 64, 66, 69) und 0,01 mm/min (6, 48, 50, 61). Der höchste gefundene Wert für die Traversengeschwindigkeit lag bei 0,5 mm/min (72). Je schneller jedoch die Rissgeschwindigkeit ist, desto spröder verhält sich die Keramik. Grundsätzlich ist es wichtig, dass es zu einem kontrollierten und kontinuierlichen Risswachstum entlang der Verbundfläche kommt, da nur solche Ergebnisse auswertbar sind. Der katastrophale Bruch, d.h. die komplette Zerstörung des Verbundsystems, ist nur schlecht bzw. überhaupt nicht interpretierbar (37). Aus diesem Grund wurde in der hier vorgestellten Studie eine Traversengeschwindigkeit von 0,01 mm/min gewählt.

7.1.4 Berechnung der Energiefreisetzungsrate

Um den Haftverbund in einem System zu bestimmen existieren, wie oben bereits aufgeführt, verschiedene Testmöglichkeiten. Jedoch gibt die Bestimmung des Haftverbunds keine Information darüber, welche Energie benötigt wird, um Verblendung und Gerüst voneinander zu trennen. Er gibt lediglich die Belastung an, der zu einem katastrophalen Bruch führt (51). Die Kraft um Verbundflächen zwischen ZrO₂-Gerüst und Verblendkeramik voneinander zu trennen wurde für jede einzelne Probe im Vier-Punkt-Biegeversuch gemessen. Der ermittelte Wert wurde dann verwendet um die SER zu berechnen. G hat die Einheit Energie pro Flächeneinheit (J/m²). Die berechnete Energie ist die Energie, die beim Aufbrechen des Verbunds freigesetzt wird. Je höher diese ist, desto stärker ist der Haftverbund zwischen den Verbundpartnern.

Um die SER berechnen zu können werden zusätzlich zur durchschnittlichen Kraft entlang des zweiten Plateaus in jeder Kurve, was in engem Zusammenhang steht mit dem stabilen Risswachstum, weitere materialspezifische Parameter wie die Poissonzahl (auch Querkontraktionszahl) und die E-Module der Materialien benötigt (51).

Die Werte der E-Module waren die vom Hersteller angegebenen Werte. Bei der Querkontraktionszahl wurde auf Literaturwerte zurückgegriffen (27, 53, 66).

Die Berechnung der SER erfolgte nach eingehendem Vergleich der Literatur nach der auch in anderen Studien verwendeten Gleichung (14, 62, 66, 67, 69, 70). Achtung war geboten, da sich im Laufe des Vergleichs der einzelnen Literaturen ein Fehler bei der Berechnung des geometrischen Faktors in einigen Studien bemerkbar machte (48-50, 61, 64).

7.2 Diskussion der Ergebnisse

7.2.1 Energiefreisetzungsrate G im Vergleich

In Tabelle 12 sind die Ergebnisse der SER G (J/m²) dieser Studie aufgeführt und vergleichbaren Studien gegenübergestellt.

Die vorgestellte Studie zeigt, dass die Anwendung eines Liners zu einem höheren Wert der SER beiträgt, sie zeigt auch eine Zunahme des Wertes bei unterschiedlichen Applikationsmethoden. Vergleicht man nun die Werte mit der Vergleichsstudie von (Tabelle 12) sind in etwa gleiche Ergebnisse in der Gruppe ohne Liner zu verzeichnen. Die Anwendung eines Liners scheint in der Vergleichsstudie jedoch die SER zu mindern, was deutlich wird bei dem Ergebnis der Gruppe ohne Liner deren Oberfläche nicht sandgestrahlt wurde.

Bei der Untersuchung konnte festgestellt werden, dass in der Vergleichsstudie verschiedene Keramiksysteme miteinander verwendet wurden. So war z. B. das Gerüstmaterial von einem anderen Hersteller (Cercon Zirconia, Dentsply DeguDent GmbH, Hanau-Wolfgang, Deutschland) wie das Linermaterial IPS e.max Ceram (ZirLiner, Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Lichtenstein) und die Verblendkeramik IPS e.max Ceram (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Lichtenstein). Der Hersteller empfiehlt jedoch für die Verblendung des Gerüstes eine zum Gerüstmaterial passende Verblendkeramik (73). Somit kann angenommen werden, dass die einzelnen Werkstoffparameter höchstwahrscheinlich nicht optimal aufeinander abgestimmt waren. Deshalb wurde in der hier dargestellten Studie Liner-, Gerüstmaterial und Verblendkeramik eines Systems verwendet. Des Weiteren empfiehlt der Hersteller des Gerüstmaterials der Vergleichsstudie das Sandstrahlen der ZrO₂-Oberfläche nach dem Sintervorgang (110 μ m – 125 μ m, max. 3 - 4 bar, im 45° Winkel) (73). Somit scheinen die einzigen wirklich vergleichbaren Werte in der Gruppe ohne Liner und mit sandgestrahlter Oberfläche zu liegen.

Vorgestellte Studie		Vergleichsstudien (14,15)		
Gruppe	Mittelwert G	Gruppe	Mittelwert G	
	(J/m²)		(J/m²)	
Glasspatel *	10,8		7,0	
Pinsel *	8,8	mit Liner,		
Washbrand *	8,0	sandgestrahlt **		
Airbrush *	7,5	-		
		mit Liner,		
		nicht sandgestrahlt	8,0	
		**		
Ohne Liner *	7 1	ohne Liner,	7,7	
	7,1	sandgestrahlt **		
		ohne Liner,	12.2	
		nicht gestrahlt **	12,2	

Tabelle 12: Ergebnisse im Vergleich mit Resultaten aus der Literatur

* Vor der Linerapplikation wurden die Oberflächen sandgestrahlt

** In dieser Studien wurden Proben in unterschiedlichem Verhältnis von Gerüst- zu Verblendschichtdicke verwendet, die hier aufgeführten Ergebnisse stellen die SER des Dickenverhältnis 1 : 1 (Gerüst- und Verblendschichtstärke = 1,5 mm), wie in dieser Studie angewandt, dar (Gerüst- und Verblendschichtstärke = 1,5 mm)

7.2.2 Einfluss des Liners auf den Haftverbund

Die Anwendung eines Liners in dieser Studie führte zu einem höheren Wert der SER und somit zu einer Steigerung des Haftverbunds im Vollkeramiksystem. Hierzu wurde nochmal die Tabelle 13 aus der Literaturübersicht aufgegriffen, dieses Mal ergänzt mit den durchgeführten Haftverbundtests, in der dargestellt wurde ob die Lineranwendung allgemein Einfluss auf den Haftverbund nimmt oder nicht. Allerdings wurde nur in zwei Studien der Haftverbund über die SER beurteilt (14, 15), die Ergebnisse dieser Studien wurden bereits in Abschnitt 7.2.1 SER diskutiert. In den anderen Studien wurden unterschiedliche Haftverbundtests durchgeführt. Acht der zwölf Studien beschreiben, dass der Liner Einfluss auf den Haftverbund nimmt, dabei sagen vier Studien, dass er verringert wird (13-16), drei beschreiben den positiven Effekt der Linerapplikation auf den Haftverbund (17, 42, 43) und eine Literaturstelle gibt an, dass es vom Linermaterial abhängig ist ob der Haftverbund verbessert oder verschlechtert wird (29). Vier der zwölf Studien beschreiben, dass der Liner keinen Einfluss auf den Haftverbund nimmt (18-21).

Studie	Einfluss: ja oder nein	Haftverbund vermindert	Haftverbund verbessert	Haftverbund- test
Aboushelib et al. (13)	ja	ја	-	Scherversuch
Ahn et al. (17)	ја	-	ја	Scherversuch
Yoon et al. (29)	ја	Linermaterial- abhängig	Linermaterial- abhängig	Scherversuch
Lima et al. (18)	nein	-	-	Vier-Punkt- Biegeversuch
Wang et al. (14)	ја	ја	-	SER
Wang et al. (15)	ја	ја	-	SER
Kim et al. (42)	ja	-	Liner plus 2 min. ätzen der Gerüst- oberfläche	Scherversuch
Tada et al. (43)	ja	-	Liner- applikation und Wärmebe- handlung	Schwickerath- test
Lee et al. (19)	nein	-	-	Scherversuch
Kim et al. (16)	ја	ја	-	Scherversuch
Fischer et al. (20)	nein	-	-	Scherversuch
Benetti et al. (21)	nein	-	-	Drei-Punkt- Biegeversuch

Tabelle 13: Übersicht Einfluss des Liners auf den Haftverbund und verwendete Haftverbundtests

7.2.3 Einfluss der Oberflächenvorbehandlung auf den

Haftverbund

Es wird angenommen, dass der Haftverbund im Vollkeramiksystem von verschiedenen Faktoren, wie dem chemischen Verbund, den mechanischen Verzahnungen, der Benetzbarkeit und der geringstmöglichen WAK-Differenz zwischen Verblend- und Gerüstkeramik positiv beeinflusst wird (29).

Welche Bearbeitung der Oberflächen eine Verbesserung der Haftverbundwerte mit sich bringt ist allerdings noch nicht eindeutig geklärt. Das Sandstrahlen der Gerüstoberfläche, die am meisten angewandte Methode der Oberflächenbearbeitung (14), könnte nützlicher sein als die Lineranwendung selbst (16), da durch das Anrauen eine größere Oberfläche entsteht und es zu mechanischen Unterschnitten kommt, was die Oberflächenenergie erhöht und Benetzbarkeit verbessert (13), außerdem sollen Rückstände entfernt werden, was den chemischen Verbund verbessern soll (14).

Dennoch beschreiben manche Studien, dass das Abstrahlen der ZrO₂-Gerüste sich nachteilig auswirkt (20, 74), da es durch Oberflächendefekte auf der Gerüstoberfläche (16) zu einer Transformation von der tetragonalen in die monokline Phase kommen kann (14, 20, 29, 43). Die beiden verschiedenen Phasen besitzen unterschiedliche WAK-Werte (WAK monokline Phase 7,5 * 10⁻⁶/°C, tetragonale Phase 10,8 * 10⁻⁶/°C) was zu einer Erhöhung der WAK-Differenz zwischen Gerüst- und Verblendkeramik führen kann (43). Allerdings sollen die WAK-Werte von Verblend- und Gerüstkeramik annähernd gleich groß für einen guten Haftverbund sein (16). Die WAK-Differenz sollte 1 * 10⁻⁶/°C

Da es bis jetzt immer noch nicht eindeutig geklärt ist, welche Haftverbundmechanismen nun wirklich zwischen ZrO_2 -Gerüst und Liner bzw. Verblendkeramik vorliegen (16) und welchen Einfluss die Vorbehandlung der Oberfläche nimmt, sollte das Sandstrahlen, wenn vom Hersteller empfohlen, auch durchgeführt werden. Aus diesem Grund wurden die Probenoberflächen dieser Studie auch vor der Linerapplikation sandgestrahlt (54). Denn ein mildes Sandstrahlen mit 110 µm und weniger als 0,2 MPa Druck kann sogar vorteilhaft sein, da es wenig Oberflächenschäden verursacht (75). Außerdem scheint das Anrauen der Oberfläche sinnvoll, da die Applikation eines Liners auf eine glatte Oberfläche die Anfälligkeit für ein Versagen entlang der Grenzfläche erhöht und so den Haftverbund vermindert (76).

7.2.4 Mikroskopische Beurteilung der Probekörper

Ein sehr problembehaftetes Gebiet bei Restaurationen aus Vollkeramik ist der Bereich in der Kontaktzone zwischen Verblend- und Gerüstkeramik, denn die Art der Bindung und ob es zu einer chemischen Austauschdiffusion kommt ist momentan noch nicht eindeutig geklärt (77). D. h. im Klartext, was den Verbundmechanismus zwischen ZrO₂-Gerüst und Verblendkeramik wirklich ausmacht ist noch sehr umstritten. Bisher existieren nur Vorstellungen davon, wie er aussehen könnte. Es wird angenommen, dass Elemente der Gerüstsowie der Verblendkeramik jeweils über die Grenzfläche zum Verbundpartner diffundieren (16, 78). In einigen Studien wurde angenommen, dass auch das Linermaterial teilweise in die ZrO₂-Oberfläche diffundiert (4, 13). Außerdem wird angenommen, dass der Herstellungsprozess der Vollkeramikrestauration, wie z.B. beim Verblendvorgang, zu einer Transformation der tetragonalen in die monokline Phase resultiert, was die mechanische Stabilität des Endprodukts nachteilig beeinflussen könnte (79). Allerdings besteht hierüber auch keine einheitliche Meinung.

Bei der Betrachtung der Proben wurde festgestellt, dass der Riss sich von der Kerbenspitze sich in Richtung Gerüst ausbreitete und sich kurz vor dessen Erreichen deltaförmig aufsplittete um sich dann entlang der Grenzfläche auszubreiten. Dies wurde auch in anderen Studien festgestellt (15, 48, 50).

Bei der Bruchmodusanalyse (69) ergab sich in der hier dargestellten Studie eine dünne, inhomogene und glitzernde Oberfläche. Es war teilweise ZrO₂-Gerüst sichtbar, unterbrochen von großen Verblendkeramikresten. Die hier vorgefundene Bruchfläche kann jedoch nicht mit der von Ting et al (69) verglichen werden, da in dieser Studie Metallkeramiksysteme untersucht wurden. Die Resultate der hier vorgestellten Studie zeigen Ähnlichkeiten mit der Literatur zu Vollkeramiksystemen, die für eine Kombination aus adhäsivem und kohäsivem Versagen sprechen (15, 18, 48, 50, 61). In der Analogstudie von Jörn et al. (22), in der die Applikationsmethoden des Opakers im Metallkeramiksystem untersucht wurde, zeigte sich ein ähnliches Verhalten. Der Riss lief durch die Opakerschicht zur Grenzfläche hin. Teilweise waren auch Opakerreste auf dem Metallgerüst sichtbar (22).

Eine Erklärung, warum es im Kontaktzonenbereich zu adhäsivem und kohäsivem Versagensmustern kommt, könnte sein, dass sich der Riss innerhalb des Liners auch in einer spröden Art und Weise voranschreitet, so wie in der Verblendkeramik (22). Außerdem zeigen Studien häufig ein adhäsives Versagen entlang der Grenzfläche, sobald ein Liner zum Einsatz kommt (16). Das Frakturverhalten eines kohäsiven Versagens gibt Hinweise darauf, dass nach der Linerapplikation der Widerstand gegenüber einer Rissausbreitung im Bereich der Kontaktzone größer ist als der Widerstand gegenüber einer Rissausbreitung im Bereich der Verblendkeramik selbst (6). Dadurch, dass bei der Bruchmodusanalyse wenig freie Gerüstoberfläche sichtbar war, kann davon ausgegangen werden, dass die Lineranwendung den Haftverbund im Grenzflächenbereich verbessert.

Nachdem die Schichtdicke des Liners vermessen und statistisch ausgewertet wurde, ergab sich in der Gruppe Glasspatel die stabilste Linerschicht mit dem höchsten SER-Wert. Es ist davon auszugehen, dass die Schichtdicke des Liners Einfluss auf den Haftverbund nimmt, dies sollte allerdings in weiteren Studien verifiziert werden. Die Rauheit der Lineroberfläche war in der Gruppe Glasspatel außerdem auch am Höchsten. Man kann annehmen, dass nicht nur die Schichtstärke, sondern auch die Rauheit positiven Einfluss auf den Haftverbund nimmt. Auch dies sollte in weiteren Studien untersucht werden.

7.2.5 Beurteilung der SER als Testmethode zur Überprüfung des Haftverbunds

Die SER, eine Energie die nötig ist um zwei Verbundpartner voneinander zu trennen und dadurch die Stärke des Haftverbundes charakterisiert, wird aus der Kraft errechnet, die bei der kontrollierten und stabilen Rissausbreitung im Verbundbereich, während des Vier-Punkt-Biegeversuchs auftritt (6). Ein großer

Vorteil der Methode ist die Berücksichtigung des Einflusses von Variablen wie der Prüfkörpergeometrie, der Materialschichtstärken und der Materialeigenschaften der einzelnen Komponenten. Diese Tatsache führt dazu, dass genaue Aussagen zur tatsächlichen Verbundfestigkeit im Kontaktbereich getroffen werden können (6, 80).

Der Vorteil dieser brauchbaren Ergebnisse hat aber wiederum den Nachteil, dass diese Methode mit hohem Aufwand verbunden ist. Nachdem die Versuche durchgeführt und die Ergebnisse ausgewertet waren, wurde grob überschlagen, wie lange gebraucht wird um von der Probenherstellung bis zu den tatsächlichen SER-Werten zu gelangen. Ein Zeitfenster von einem Monat pro Gruppe wurde ungefähr benötigt, ohne die Berücksichtigung von Vorversuchen. Das Sintern der Gerüste und der Verblendvorgang allein benötigen viel Zeit. Danach das Beschleifen der Probekörper auf eine einheitliche Dicke von 3,00 mm, die genau eingehalten werden musste, da die Materialschichtstärke in der Formel berücksichtigt wird, muss gewissenhaft durchgeführt werden. Dann das Kerben jeder Probe und Vermessen, ob die Tiefe stimmt und später das Vertiefen der Kerbe mit der pneumatischen Rasierklingenmaschine stellt einen zeitintensiven Faktor dar. Auch das Belasten der Proben im Vier-Punkt-Biegeversuch braucht sehr viel Zeit. dadurch dass die Traversengeschwindigkeit von 0,01 mm/min gewählt wurde.

Ein weiterer, nicht zu unterschätzender Faktor stellt die Berechnung der SER-Werte dar. Die Formel, mit dem geometrischen Faktor und den unterschiedlichen Einheiten musste vor der Berechnung genau überprüft werden, ob Einheiten umgerechnet werden mussten, Klammern richtig gesetzt wurden und ob alles richtig in Excel eingefügt wurde. Dass sich leicht Fehler einschleichen, wurde bereits in Abschnitt 7.1.3 Seite 76 gezeigt.

Final kann gesagt werden, dass die Methode verlässliche Ergebnisse liefert, sie aber mit sehr viel Aufwand verbunden ist. Aufgrund dieser Tatsache ist fraglich, ob sich die SER für eine standardisierte Prüfung (ISO Normung) im Bereich Vollkeramik eignet.

7.3 Schlussfolgerung

Prinzipiell konnte gezeigt werden, dass die Applikationsmethode, wenn sie mit Glasspatel erfolgt, signifikanten Einfluss auf den Haftverbund nimmt. Dass die Rauheit der Lineroberfläche keinen Einfluss auf den Haftverbund nimmt, zeigte die Reihenfolge der Ergebnisse (absteigende Werte der Ergebnisse: Glasspatel, Pinsel, Washbrand, Airbrush, Gruppe ohne Liner) im Vergleich zur Oberflächenrauheit (absteigende Reihenfolge der Ergebnisse: Glasspatel, Pinsel, Gruppe ohne Liner, Washbrand, Airbrush).

Die Dicke der Linerschicht scheint sich jedoch positiv auf den Haftverbund auszuwirken.

Zu den Applikationsmethoden kann gesagt werden, dass die Anwendung des Glasspatels die günstigste Applikationsmethode ist um den Liner gleichmäßig deckend auf die ZrO₂-Plättchen zu applizieren. In der Praxis wird jedoch nicht an einem flachen, sondern einem anatomisch geformten Gerüst gearbeitet und dafür ist die Glasspatelmethode evtl. etwas zu grob, d.h. es könnte problematisch werden den Liner mit dem Glasspatel gleichmäßig deckend an allen Stellen aufzutragen. Für die praktische Umsetzung empfiehlt sich die Applikationsmethode mittels Pinsel, da sie einfach ist und gute Resultate damit erzielt werden können. Die Airbrushmethode stellte die Methode dar, bei der der Liner am homogensten und deckensten aufgetragen wird. Problem dieses Verfahrens ist nur, dass viel Material verbraucht wird, da durch die sprühende Methode viel Liner nicht auf der Probe appliziert wird. Außerdem besteht das Problem, dass es zum Verstopfen der Airbrushpistole kommen kann, was für das Arbeiten im zahntechnischen Labor immer eine Zeitverzögerung bedeutet. Bei der alleinigen Anwendung eines Washbrand ist es nicht sicher, ob das strahlend weiße Gerüst ausreichend abgedeckt wird, weshalb die farblichen Ergebnisse beeinflusst werden können.

Inwieweit die Applikationsmethode Einfluss auf den Haftverbund nimmt, könnte noch mit anderen Haftverbund Prüfungen untersucht werden, wie z. B. einem Schertest. Außerdem könnte eine Bauteilprüfung durchgeführt und die Frakturstabilität von Kronen und Brücken untersucht werden.

86

Desweiteren könnte die Oberflächenrauigkeit noch genauer betrachtet werden um herauszufinden, ob es evtl. einen Schwellenwert gibt, ab wann die Rauheit der Lineroberfläche Einfluss auf die SER nimmt.

8. Zusammenfassung

Der Grund des klinischen Versagens von Vollkeramikrestaurationen ist das Abplatzen der Verblendkeramik.

Das Ziel dieser Studie war es nun, herauszufinden welchen Einfluss der Liner auf den Haftverbund im Vollkeramiksystem, abhängig von seiner Applikationsmethode nimmt. Dafür wurde der Liner mit Pinsel, Glasspatel und Airbrush aufgetragen, des Weiteren kam ein Washbrand zum Einsatz. Die Kontrollgruppe war ohne Liner.

Es wurde angenommen dass die Applikationsmethode keinen Einfluss auf den Haftverbund nimmt.

Für die Beurteilung des Haftverbunds musste die SER, eines an der Grenzfläche zwischen Gerüst und Verblendkeramik verlaufenden Risses, ermittelt werden.

Für die Studie wurden n = 60 ZrO_2 Probekörper mit Liner und danach mit der passenden Verblendkeramik verblendet. Anschließend wurden die Proben gekerbt um sie hinterher im Vier-Punkt-Biegeversuch zu belasten. Mit den Ergebnissen des Biegeversuchs wurde die SER berechnet.

Die Ergebnisse zeigten für die Applikationsmethode Glasspatel die höchsten Werte der SER. In absteigender Reihenfolge der Gruppen Pinsel, Washbrand, Airbrush und dann Gruppe ohne Liner. Eine statistisch signifikante Verbesserung im Haftverbund ergab sich nur für die Glasspatel-Gruppe (p < 0,05).

Der höchste R_a-Wert (Oberflächenrauheit) nach Linerapplikation ergab sich in der Gruppe Glasspatel, in absteigender Reihenfolge die Gruppen Pinsel, Proben ohne Liner, Washbrand und Airbrush. Es wurde gezeigt, dass die Rauheit der Lineroberfläche zu keiner Beeinflussung des Haftverbundes führte. Somit wiederlegt diese Studie die Hypothese und zeigt, dass die Applikationsmethode einen Einfluss auf den Haftverbund nimmt. Inwieweit die

Linerschichtdicke einen Einfluss hat, muss noch geklärt werden.

9. Literaturverzeichnis

- Tinschert J, Natt G. Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologien Atlas f
 ür Klinik, Labortechnik und Werkstoffkunde. K
 öln: Deutscher Zahn
 ärzte Verlag; 2007. 5-58 p.
- 2. Jaksts H, Häßler C, Kroszewsky K. Zahnärztliche Werkstoffkunde ein Arbeitsbuch. Norderstedt: Books on Demand GmbH; 2006. 35-44 p.
- Kern M, Kohal RJ, Mehl A, Pospiech P, Frankenberger R, Reiss B, et al. Vollkeramik auf einen Blick. 5th ed. Ettlingen: Arbeitsgemeinschaft für Keramik in der Zahnheilkunde e.V.; 2012. 6-79 p.
- Fischer J, Strawarzyk B, Hämmerle C. Biegefestigkeit von Verblendkeramiken f
 ür Zirkoniumdioxid. Quintessenz Zahntechnik. 2008;34(9):1138–45.
- Tholey M, Thiel N, Schindler S, Rues S, Lenz J. Temperaturgradienten in Kronen mit Gerüsten aus Zirkoniumdioxid (Y-TZP). Quintessenz Zahntechnik. 2010;36(9):1184–98.
- 6. Kohorst P, Stiesch M. Verbesserung des Keramik-Legierung-Verbundes durch Applikation eines Primers. Zahntechnik Mag. 2011;15:606–11.
- Rekow D, Thompson VP. Engineering long term clinical success of advanced ceramic prostheses. J Mater Sci Mater Med. 2007;18(1):47–56.
- 8. Giordano RA. Dental ceramic restorative systems. Compend Contin Educ Dent. 1996;17(8):784–6.
- 9. Zhang Y, Sailer I, Lawn BR. Fatigue of dental ceramics. J Dent. 2013;41(12):1135–47.
- Sailer I, Alexandrovich Makarov N, Stefan Thoma D, Zwahlen M, Elvar Pjetursson B. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns. Dent Mater. 2015;31(6):603–23.
- Naenni N, Bindl A, Sax C, Hämmerle C, Sailer I. A randomized controlled clinical trial of 3-unit posterior zirconia–ceramic fixed dental prostheses. J Dent. 2015;43(11):1365–70.

- Sulaiman TA, Delgado AJ, Donovan TE. Survival rate of lithium disilicate restorations at 4 years: A retrospective study. J Prosthet Dent. 2015;114(3):364–6.
- Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Microtensile bond strength of different components of core veneered all-ceramic restorations. Part II: Zirconia veneering ceramics. Dent Mater. 2006;22(9):857–63.
- 14. Wang G, Zhang S, Bian C, Kong H. Effect of zirconia surface treatment on zirconia/veneer interfacial toughness evaluated by fracture mechanics method. J Dent. 2014;42:808–15.
- Wang G, Zhang S, Bian C, Kong H. Interface toughness of a zirconiaveneer system and the effect of a liner application. J Prosthet Dent. 2014;112(3):576–83.
- Kim H-J, Lim H-P, Park Y-J, Vang M-S. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of veneering ceramic. J Prosthet Dent. 2011;105(5):315–22.
- 17. Ahn J, Lee J. Influence of surface treatments on the shear bond strength between zirconia ceramic and zirconia veneering ceramics. J Korean Acedemy Dent Technol. 2013;35(1):19–27.
- Lima JM, Anami LC, Rippe MP, Melo RM, Bottino M a, Valera MC, et al. Surface agents' influence on the flexural strength of bilaminated ceramics. Braz Oral Res. 2013;27(4):311–7.
- 19. Lee G-Y, Min-Ho H. Effect of Pre-Sintering Surface Treatment and Liner Application on the Shear Bond Strenght of Zirconia an Veneer Ceramic. Korean J Dent Mater. 2014;41:95–103.
- Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B. Effect of zirconia surface treatments on the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. Dent Mater J. 2008;27(3):448–54.
- 21. Benetti P, Pelogia F, Valandro LF, Bottino MA, Bona A Della. The effect of porcelain thickness and surface liner application on the fracture behavior of an ceramic system. Dent Mater. 2011;27(9):948–53.
- Jörn D, Waddell JN, Swain M V. The influence of opaque application methods on the bond strength and final shade of PFM restorations. J Dent. 2010 Jan;38 Suppl 2:143–9.
- Marxkors R, Meiners H, Geis-Gerstorfer J. Taschenbuch der zahnärztlichen Werkstoffkunde. 6th ed. Köln: Deutscher Zahnärzte Verlag; 2008. 165-175 p.

- 24. Janda R. Gläser , Glaskeramiken und Keramiken Teil 1. Quintessenz Zahntechnik. 2006;32(11):1264–73.
- 25. Hohmann A, Hielscher W. Lehrbuch der Zahntechnik Band III. Berlin: Quintessenz Verlag; 2001. 372-417 p.
- 26. Hajtó J. Entscheidungsfindung bei ästhetischen Frontzahnversorgungen. Zahnmedizin up2date. 2009 Jul 30;3(4):391–408.
- 27. Beuth. DIN EN ISO 6872:2008 Zahnheilkunde keramische Werkstoffe. Berlin: Beuth Verlag; 2008. 1-26 p.
- Bünemann J, Cramer von Clausbruch S, van Loon T, Liedtke M, Heinzel I, Buquezi B, et al. Vollkeramik 2. 1. Auflage. München: Neuer Merkur GmbH; 2004. 9-18 p.
- Yoon H, Yeo I, Yi Y, Kim S, Lee J, Han J. Effect of surface treatment and liner material on the adhesion between veneering ceramic and zirconia. J Mech Behav Biomed Mater. Elsevier; 2014 Dec;40:369–74.
- 30. Verband der Keramischen Industrie e.V. Brevier Technische Keramiken. Lauf: Fahner Druck GmbH; 2003. 18-38 p.
- 31. Janda R. Gläser, Glaskeramiken und Keramiken Teil 2. Quintessenz Zahntechnik. 2007;33(2):186–94.
- 32. Cramer von Clausbruch S. Zirkoniumdioxid Die Hightech-Keramik. ZWL. 2009;3:30–3.
- 33. Strietzel R, Lahl C. CAD/CAM-Systeme in Labor und Praxis. München: Neuer Merkur GmbH; 2007. 208 p.
- 34. Fischer J. Mechanische Eigenschaften metallischer und keramischer Werkstoffe. Quintessenz Zahntechnik. 2009;35(12):1540–9.
- 35. Strietzel R. Die Werkstoffkunde der Metall-Keramik-Systeme. München: Neuer Merkur; 2005. 101-104 p.
- Janda R. Vollkeramiken : Zusammensetzung , Eigenschaften , Anwendung , Wertung. Quintessenz Zahntechnik. 2007;33(1):46–60.
- Tholey MJ, Stephan M. Haftverbundmechanismen in dentalen Schichtsystemen. Quintessenz Zahntechnik. 2007;33(2):160–8.
- Lenz J, Rues S, Haßler M, Heinrich K. Wärmespannungen in einer Vollkeramik-Prämolarenkrone. Quintessenz Zahntechnik. 2004;30(10):28–46.

- Kappert HF, Eichner K, Borchers L, Dermann K, Finger W, Gehre G, et al. Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung. 8th ed. Stuttgart: Georg Thieme Verlag KG; 2008. 254 p.
- 40. Heine B. Werkstoffprüfung : Ermittlung von Werkstoffeigenschaften. 1st ed. Leipzig: Fachbuchverlag Leipzig im Carl-Hanser-Verlag; 2003. 336 p.
- 41. Gross D, Seelig T. Bruchmechanik Mit Einer Einführung In Die Mikromechanik. 5th ed. Heidelberg: Springer; 2010. 57-132 p.
- 42. Kim H, Won H, Yun C. Optimization of Nano-Etching Treatment for Bonding Strength Between Zirconia and Veneering Porcelain. J Nanoelectron ans Optoelectron. 2014;9:76–82.
- Tada K, Sato T, Yoshinari M. Influence of surface treatment on bond strength of veneering ceramics fused to zirconia. Dent Mater J. 2012;31(2):287–96.
- 44. Strietzel R. Wie prüfe ich den Metall-Keramik-Verbund? Quintessenz Zahntechnik. 2012;38(4):471–5.
- Spintzyk S, Wölz G, Geis-gerstorfer J. Ein System zur Herstellung reproduzierbarer Probekörper. Quintessenz Zahntechnik. 2012;38(5):542–9.
- 46. Fokas-Tsentzeratos G. Influence of the surface and heat treatment on the flexural strength and reliability of Y-TZP dental ceramic. 2010.
- 47. Johanning K. Bestimmung der Bruchzähigkeit des VITA CAD-Temp Komposites mittels eines modifizierten Biegetestes, und Vergleich dieser mit Bruchzähigkeiten gängiger provisorischer Kunststoffe-Dissertation in Präparation. Universität Tübingen;
- Göstemeyer G, Jendras M, Dittmer MP, Bach F-W, Stiesch M, Kohorst P. Influence of cooling rate on zirconia/veneer interfacial adhesion. Acta Biomater. 2010 Dec;6(12):4532–8.
- 49. Kohorst P, Dittmer M, Stiesch M. Enhancement of the adhesion between cobalt-base alloys and veneer ceramic by application of an oxide dissolving primer. Dent Mater. 2013;29:1295–302.
- Göstemeyer G, Jendras M, Borchers L, Bach F-W, Stiesch M, Kohorst P. Effect of thermal expansion mismatch on the Y-TZP: veneer interfacial adhesion determined by strain energy release rate. J Prosthodont Res. 2012;56(2):93–101.
- 51. Suansuwan N, Swain M. New approach for evaluating metal-porcelain interfacial bonding. Int J Prothodont. 1999;12(6):547–52.

- 52. Aboushelib MN, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ. Bridging the gap between clinical failure and laboratory fracture strength tests using a fractographic approach. Dent Mater. 2009;25(3):383–91.
- 53. Beuth. DIN EN ISO 6872:2015 Zahnheilkunde keramische Werkstoffe. Beuth Verlag; 2015. 1-34 p.
- 54. Wieland Dental und Technik. Gebrauchsanweisung- Zenostar Zr Translucent pure, light, medium, intense [Internet]. 2014. p. 1–6. Available from: http://www.wieland-dental.de/de/service/downloadcenter/dl/zenostar/
- 55. Hsueh CH, Thompson G a, Jadaan OM, Wereszczak a a, Becher PF. Analyses of layer-thickness effects in bilayered dental ceramics subjected to thermal stresses and ring-on-ring tests. Dent Mater. 2008;24(1):9–17.
- 56. Beuer F, Stawarczyk B, Tholey MJ. Zirkonoxid-Konsens. Dent Dialogue. 2011;12(3):90–8.
- 57. Wieland Dental und Technik. Zenoflex Dimension Gebrauchsanweisung [Internet]. 2013. p. 1–52. Available from: http://www.wielanddental.de/uploads/tx_pxwldownloads/Zenoflex_dimension_de.pdf
- 58. Suansuwan N, Swain M V. Adhesion of porcelain to titanium and a titanium alloy. J Dent. 2003;31(7):509–18.
- 59. Schupp Ceramics. Handbuch: PTCR-Sinterringe [Internet]. 2012. p. 1–5. Available from: http://www.schuppceramics.com/index.php/de/brennprozesskontrolle/ptcr.html
- 60. Tholey MJ. The system Y-TZP and its porcelain The interface and firing influences of the porcelain on the "chipping." University of Otago; 2011.
- 61. Freifrau von Maltzahn N, Kleibe M, Stiesch M, Hübsch C, Kohorst P. Interfacial adhesion of zirconia/veneer bilayers with different thermal characteristics. Dent Mater. 2014;33(5):583–90.
- 62. Elsaka SE. Effect of surface pretreatments on the bonding strenght and the durability of selfadhesive resin cements to machines titanium. J Prosthet Dent. 2013;109(2):113–20.
- 63. Elsaka SE, Swain MV. Effect of surface treatments on adhesion of lowfusing porcelain to titanium as determined by strain energy release rate. Dent Mater. 2011;27:1213–20.
- 64. Tholey MJ, Waddell JN, Swain M V. Influence of the bonder on the adhesion of porcelain to machined titanium as determined by the strain energy release rate. Dent Mater. 2007 Jul;23(7):822–8.

- 65. Homann F, Waddell J, Swain M. Influence of water, loading rate and bonder on the adhesion of porcelain to titanium. J Dent. 2006;34:485–90.
- 66. Choi JE, Waddell JN, Torr B, Swain MV. Pressed ceramics onto zirconia. Part 1: Indentation fracture and influence of cooling rate on residual stresses. Dent Mater. 2011;27(11):1204–12.
- Khung R, Suansuwan N. Effect of gold sputtering on the adhesion of porcelain to cast and machined titanium. J Prosthet Dent. 2013;110(1):42–6.
- Chung H, Swain M, Mori T. Evaluation of the strain energy release rate for the fracture of titanium—porcelain interfacial bonding. Biomaterials. 1997;18:1553–7.
- 69. Ting S, Li K, Waddell J. Influence of a tungsten metal conditioner on the adhesion and residual stress of porcelain bonded to cobalt-chromium alloy. J Prosthet Dent. 2014;112(3):584–605.
- 70. Elsaka SE, Swain MV. Effect of surface treatments on adhesion of lowfusing porcelain to titanium as determined by strain energy release rate. Dent Mater. 2011;27(12):1213–20.
- Choi JE, Waddell JN, Torr B, Swain MV. Pressed ceramics onto zirconia. Part 1: Comparison of crystalline phases present, adhesion to a zirconia system and flexural strength. Dent Mater. The Academy of Dental Materials; 2011 Dec;27(12):1204–12.
- 72. Loonta P, Sukjai N, Amornkitbamrung V. The adhesion between dental porcelain and titanium coated with silica using the sol-gel dip coating technique. Khon Kaen Univ Dent J. 2010;13:71–9.
- DeguDent. Cercon Gebrauchsanweisung [Internet]. 2015. p. 1–12. Available from: http://www.degudent.de/Kommunikation_und_Service/Download/Cercon/ Cercon_base_Materialien/Cercon_Werkstofftabelle_dt.pdf?Z_highmain=5 &Z_highsub=1&Z_highsubsub=0
- 74. Elsaka SE. Influence of surface treatments on the surface properties of different zirconia cores and adhesion of zirconia-veneering ceramic systems. Dent Mater. 2013;29(10):239–51.
- 75. Chintapalli RK, Marro FG, Jimenez-Pique E, Anglada M. Phase transformation and subsurface damage in 3Y-TZP after sandblasting. Dent Mater. 2013;29(5):566–72.

- Aboushelib MN, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Effect of zirconia type on its bond strength with different veneer ceramics. J Prosthodont. 2008;17(5):401–8.
- 77. Tholey MJ, Swain M V., Thiel N. SEM observations of porcelain Y-TZP interface. Dent Mater. 2009;25(7):857–62.
- 78. Monaco C, Tucci A, Esposito L, Scotti R. Adhesion mechanisms at the interface between Y-Tzp and veneering ceramic with and without Modifier. J Dent. 2014;42:1473–9.
- 79. Durand JC, Jacquot B, Salehi H, Margerit J, Cuisinier FJ. Confocal Raman microscopy and SEM/EDS investigations of the interface between the zirconia core and veneering ceramic: the influence of a liner and regeneration firing. J Mater Sci Mater Med. 2012;23(6):1343–53.
- Charalambides PG, Lund J, Evans a. G, McMeeking RM. A Test Specimen for Determining the Fracture Resistance of Bimaterial Interfaces. J Appl Mech. 1989;56(1):77–82.
10. Anhang

10.1 Material und Materialeigenschaften

Tabelle 14: ZrO₂

Hersteller	Handels-	Materialeigenschaften		Bezeichnung
	name			
Hersteller Wieland Dental & Technik	Handels- name	Materialeigenschaf	ten > 6,0 0 1300 2000 1200 ± 200 210 5	Bezeichnung Zr Tp 37-0005-3221 Zr Tp 37-1102-281 Zr Tp 37-1107-125 Zr Tp 37-0001-0126
Dental & Technik GmbH&Co. KG, Pforzheim, Deutschland	Zenostar Zr Translucent	Bruch- zähigkeit (MPa *m ^½) WAK (25-500 °C) Zusammen- setzung (%)	5 $10,5 * 10^{-6}/K$ Zirkonoxid \geq 99 Yttriumoxid \leq 6 Hafniumoxid \leq 5 Aluoxid \leq 0,5 andere Oxide \leq 0,5	Zr Tp 37-0001-0126 Zr Tp 37-0005-9593
		Typ / Klasse	II / 6	

Tabelle 15: Liner

Hersteller	Handelsname	Indikations-	LOT
		bereich	
Wieland Dental &	Zenoflex	Abdecken von	
Technik	Dimension Core	Zirkoniumdioxid-	LOT 2/11
GmbH & Co. KG,	Liner A-Farbe	gerüsten	LOT 3/11
Pforzheim,			
Deutschland			
Wieland Dental &	Zenoflex		
Technik	Dimension Core		
GmbH & Co. KG,	Liner Liquid		LOT 39/11
Pforzheim,	Optimix		
Deutschland			
Vita Zahnfabrik,	Vita-Spray-On	Airbrush-	
Bad Säckingen,	Liquid	applikation von	LOT 33670
Deutschland		Linern	

Tabelle 16: Verblendkeramik

Hersteller	Handelsname	Indikations-	LOT
		bereichbereich	
Wieland Dental	Zenoflex	Verblenden von	
und Technik	Dimension Dentine	Zirkoniumdioxid-	
GmbH & Co. KG,	A2	gerüsten	LOT T50020
Pforzheim,			
Deutschland			
Wieland Dental	Zenoflex		
und Technik	Dimension Carving		
GmbH & Co. KG,	Liquid Standart		LOT 60/11
Pforzheim,			
Deutschland			

Tabelle 17: Strahlmittel

Aluminiumoxid	Cobra 50 µm, weiß, Artikelnr 15942220,	
Strahlmittel	Renfert,Hilzingen	
Tabelle 18: Hilfsmittel zur Linerappli	kation	
Pinsel Liner	Renfert Ceramicus Opakerpinsel No. 1716/0200	

Pinsel Washbrand	Omnident, 7 Kunsthaar 84640	
Glasspatel	Ein einfacher massiver Glasstab aus dem	
	Laborbedarf	
Airbrushpistole	Hy-Max HP-200	

Tabelle 19: Isolierung

Isoliermittel für die	Carat [®] Isolating Fluid, Hager Werke, Dusiburg,
Verblendform	Deutschland; LOT 012012

Tabelle 20: Material zur Kerbung der Probekörper

Diamanttrenn-	Komet Dental, REF: 918B 104 180	
scheibe		
Rasierklinge	Handelsübliche Rasierklingen	
Diamantpaste	Wirtz Buehler, Metadi II Diamantpaste 10 gr,	
	monokristallin, synthetische Diamanten hohe	
	Konzentration, Artikelnr. 154111	

10.2 Ofen- und Sinterparameter

* Grundsätzlich wurden die Proben nach dem Abkühlen im Ofen erst bei einer Temperatur von 515 °C wegen der Glasumwandlungstemperatur entnommen. Tabelle 21: In dieser Studie verwendete Öfen

Sinterofen für ZrO ₂	Vita ZYrcomat, Bad Säckingen, Deutschland
Ofen während	Austromat Dekema, Freilassing, Deutschland
Verblendvorgang	

Tabelle 22: Sinterringe zur Überprüfung der Ofenparameter im Sinterofen

Sintorringo	Process Temperature Controle Rings, Ferro, B.V.	
Sinteringe	Electronic Material Systems, Uden, Holland	

Tabelle 23: Sinterparameter Zenostar Zr Translucent

Vorgang	Zeit (h)	Temperatur (°C)
Aufheizen	5	
Sintern	2 (Haltezeit)	1500
Abkühlen		400

Tabelle 24: Zenoflex Washbrand und Linerbrand Ofenparameter

Vorgang	Zeit (min)	Temperatur (°C)
Trocknen	2	515
Schließen	3	515
Vorwärmen	3	575
Heizrate		45 °C/Minute
Brennen	1	930
Abkühlen		*

Tabelle 25: Ofenparameter 1. Dentinbrand

Vorgang	Zeit (min)	Temperatur (°C)
Trocknen	3	
Schließen	3	
Vorwärmen	3	575
Heizrate		45 °C/Minute
Brennvorgang	2	900
Abkühlen		*

Tabelle 26: Ofenparameter 2. Dentinbrand

Vorgang	Zeit (min)	Temperatur (°C)
Trocknen	2	
Schließen	3	
Vorwärmen	3	575
Heizrate		45 °C/Minute
Brennvorgang	1	890
Abkühlen		*

Tabelle 27: Ofenparameter Glanzbrand

Vorgang	Zeit (min)	Temperatur (°C)
Trocknen	1	
Schließen	2	
Vorwärmen	2	575
Heizrate		45 °C/Minute
Brennvorgang	1	880
Entspannungskühlung	6	
Abkühlen		*

11. Erklärung zum Eigenanteil der Dissertationsschrift

Die Arbeit wurde in der Sektion für Medizinische Werkstoffkunde und Technologie unter der Betreuung von Prof. Dr. J. Geis-Gerstorfer durchgeführt. Sämtliche Versuche wurden nach Einarbeitung durch B. Sc. ZT S. Spintzyk, wissenschaftlicher Mitarbeiter und C. Schille, physikalisch-technische Assistentin von mir alleine und teilweise mit Unterstützung beim Vier-Punkt-Biegeversuch durch C. Schille, physikalisch technische Assistentin, durchgeführt.

Die statistische Auswertung erfolgte nach Beratung durch Bc. S. ZT S. Spintzyk durch mich.

Ich versichere, das Manuskript selbstständig verfasst zu haben und keinen weiteren als die von mir angegebenen Quellen verwendet zu haben.

Tübingen, den 27.06.2016

South Eiher-

Irena D. Zeiher-Spintzyk

12. Danksagung

Mein besonderer Dank gilt Prof. Dr. J. Geis-Gerstorfer für das Überlassen des interessanten Themas, die hervorragende Betreuung bei dessen Erarbeitung und für die Unterstützung beim Verfassen meiner Arbeit.

Frau Schille danke ich herzlich für die Hilfe während der Versuchsdurchführung. Jede Phase der Arbeit wurde intensiv durch sie begleitet und durch hilfreiche Ratschläge bereichert. Vielen Dank für die Zeit und Mühe, die sie in meine Arbeit investiert haben.

Vielen Dank gilt auch Herrn Schweizer für das akribische Kapitel für Kapitel Korrekturlesen.

Anja Schmitt und Christian Schmitt danke ich für das Korrekturlesen, außerdem bedanke ich mich bei Christian Schmitt für die Aufnahmen am Rasterelektronenmikroskop.

Ich danke der Firma Wieland Dental für die freundliche Bereitstellung der Materialien, insbesondere Melanie Röschmann die mir stets ein guter Ansprechpartner von Wieland Dental war.

Ganz besonders möchte ich mich bei meinem Mann Sebastian Spintzyk bedanken. Danke für deinen unermüdlichen Einsatz, die Anregungen und die Beantwortung all meiner Fragen die zum guten Gelingen der Arbeit beigetragen haben. Von herzen danke ich dir für deine harmonische und fröhliche Stimmung und die entgegengebrachte Nachsicht die mich vom Studium und über die Promotion bis jetzt immer begleitet haben.

Mein größter Dank gilt meinen Eltern Ute und Dieter Zeiher. Eure Ruhe, eure Geduld und die unermüdliche Unterstützung von der schulischen Laufbahn bis

jetzt hat all' dies möglich gemacht. Danke dass ich mich immer auf euch verlassen kann und ihr stets für mich da seid. Euer Glaube an mich war meine größte Motivation und bedeutet mir unbeschreiblich viel. Euch gilt mein innigster Dank und meine ewige Liebe.