

Aus der  
Poliklinik für zahnärztliche Prothetik der  
Ludwig-Maximilians-Universität München

Direktor: Prof. Dr. Dr. h. c. Wolfgang Gernet

**Die Biegefestigkeit weißkörperbearbeiteten  
Yttrium-verstärkten Zirkoniumdioxids unter  
dem Einfluss künstlicher Alterung und Färbung**

Dissertation

zum Erwerb des Doktorgrades der Zahnheilkunde an der

Ludwig-Maximilians-Universität München

vorgelegt von  
Yorck Alexander Zebuhr aus München  
2010

Mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät der Universität München

Berichterstatter: Priv.-Doz. Dr. F. Beuer

Mitberichterstatter: Prof. Dr. J. Manhart

Betreuung durch den  
promovierten Mitarbeiter:

Dekan: Prof. Dr. Dr. h. c. M. Reiser

Tag der mündlichen Prüfung: 22.07.2010

Meiner lieben Familie

# Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung.....	5
2. Literaturübersicht.....	7
2.1. Keramik: Definition und Historie .....	7
2.2. Entwicklungsgeschichte der Dentalkeramik .....	13
2.3. Anforderungen an Werkstoffe für festsitzende dentale Prothetik .....	14
2.4. Herstellungsverfahren vollkeramischer Restaurationen.....	15
2.5. Der Werkstoff Zirkoniumdioxid .....	17
2.6. Prüfung dentalkeramischer Materialien .....	25
2.6.1. Einleitung.....	25
2.6.2. Messung der Biegefestigkeit von Dentalkeramik .....	27
2.7. Färben von Zirkoniumdioxid .....	31
3. Material und Methode.....	34
3.1. Übersicht.....	34
3.2. Herstellung der Prüfkörper.....	35
3.3. Künstliche Alterung der Prüfkörper.....	41
3.4. Probenvermessung .....	42
3.5. Biaxiale Biegeprüfung .....	45
3.6. Auswertung .....	48
4. Ergebnisse.....	49
4.1. Prüfkörperherstellung .....	49
4.2. Deskriptive Übersicht .....	49
4.3. Einfluss künstlicher Alterung auf die Biegefestigkeit ungefärbten Zirkoniumdioxids .....	52
4.4. Einfluss künstlicher Alterung auf die Biegefestigkeit gefärbten Zirkoniumdioxids .....	54
4.5. Einfluss des Färbens auf die Biegefestigkeit von nicht gealtertem Zirkoniumdioxid.....	55
4.6. Einfluss des Färbens auf die Biegefestigkeit von Zirkoniumdioxid nach 5-Jahresbelastung..	56
4.7. Einfluss des Färbens auf die Biegefestigkeit von Zirkoniumdioxid nach 10-Jahresbelastung.	58
5. Diskussion.....	60
5.1. Diskussion von Material und Methode .....	60
5.1.1. Diskussion der Art und Herstellung der Prüfkörper.....	60
5.1.2. Diskussion der Methode zur künstlichen Alterung der Prüfkörper.....	63
5.1.3. Diskussion der verwendeten Prüfmethode.....	65
5.2. Ergebnisdiskussion .....	66
5.3. Schlussfolgerung und Ausblick .....	69
6. Zusammenfassung .....	71
7. Literatur .....	72
8. Anhang.....	79
8.1. Tabellen .....	79
8.2. Verwendete Geräte und Materialien .....	85
8.3. Danksagung .....	86
8.4. Lebenslauf.....	87

---

## 1. Einleitung

Zirkoniumdioxidbasierte Werkstoffe haben seit den 1990er Jahren zunehmende Verwendung als Gerüstmaterial für festsitzende zahnärztlich-prothetische Restaurationen gefunden [1, 2]. Sie zeichnen sich durch eine gute Bioverträglichkeit aus [3-5], außerdem ist die Plaqueakkumulation an keramischen Oberflächen sehr gering [6-9]. Zwar sind vollkeramische Zahnrestaurationen bereits seit dem Ende des 19. Jahrhunderts bekannt [10], waren aber aufgrund ihrer geringen Zug- und Biegefestigkeit problembehaftet [11]. Zirkoniumdioxid scheint geeignet, das seit 1962 etablierte Standardverfahren der Metallkeramikkrone zu ersetzen. Die Eigenfarbe des Materials ist weiß, was der ästhetischen Gestaltung des Zahnersatzes zuträglich ist [12-18]. Es zeigt eine ausreichende Opazität, eventuelle dunkel verfärbte Zahnstümpfe oder Restaurationen wie z. B. Wurzelstifte abzudecken bei gleichzeitiger gewisser Transluzenz im Durchlicht, was für die Luminiszenz dentaler Restaurationen ästhetisch günstig ist. Die Passung von Rekonstruktionen aus Zirkoniumdioxid ist klinisch akzeptabel [12, 19-28] und mit derjenigen von Metallkeramikkrone vergleichbar [26]. Moderne Bearbeitungsmethoden erreichen ausreichende Genauigkeit, selbst 14-gliedrige Maximalkonstruktionen aus Zirkoniumdioxid herzustellen [29]. Die mechanischen Eigenschaften von Zirkoniumdioxid gestatten im Gegensatz

zu anderen Vollkeramiken die Verwendung des Materials auch im kaubelasteten Seitenzahnbereich [30-34]. Welchen Einfluss Alterungsprozesse auf Zirkoniumdioxid haben, ist derzeit noch wenig bekannt [35], so dass Langzeituntersuchungen hinsichtlich Materialermüdungseffekten gefordert wurden [35, 36]. Diese Arbeit sollte daher die mechanischen Eigenschaften von Zirkoniumdioxid unter simulierter Langzeitbelastung explorieren.

Zur weiteren Verbesserung der Ästhetik, vor allem im Zahnhalsbereich, kann Zirkoniumdioxid dentinartig eingefärbt werden [37-41]. In der vorliegenden Untersuchung sollte daher außerdem untersucht werden, ob das Färben die Festigkeit und Dauerfestigkeit des Zirkoniumdioxides verändert.

## 2. Literaturübersicht

### 2.1. Keramik: Definition und Historie

Archäologische Funde zeugen von der Herstellung keramischer Gegenstände bereits in vorgeschichtlicher Zeit. Die Verwendung als Töpferware etablierte sich wahrscheinlich unabhängig voneinander in verschiedenen Regionen der Welt.

Allgemein versteht man heute unter Keramiken Objekte, die aus anorganischen, feinkörnigen Rohstoffen und Wasser unter Raumtemperatur geformt und getrocknet, in einem Brennprozess anschließend gesintert werden, woraufhin die Härte und damit die Dauerhaftigkeit der Gegenstände zunimmt [42]. Auch Werkstoffe auf Metalloxidgrundlage werden in diese Definition eingeschlossen.

Keramiken sind also Werkstücke, die aus der Verfestigung einzelner Körner durch hohe Temperaturen entstanden sind. Dieser sogenannte Sinterprozess kann eine Schmelzphase beinhalten, muss es aber nicht.

Die Klassifikation von Keramiken kann unter verschiedensten Gesichtspunkten erfolgen, so existieren unter anderem Einteilungen nach der chemischen Zusammensetzung oder dem Anwendungsgebiet. Hier soll vor allem auf die chemisch begründete Einteilung von Strukturkeramiken eingegangen werden, die für die zahnärztliche Werkstoffkunde von besonderer Bedeutung sind [43, 44], und jeweils das typische

---

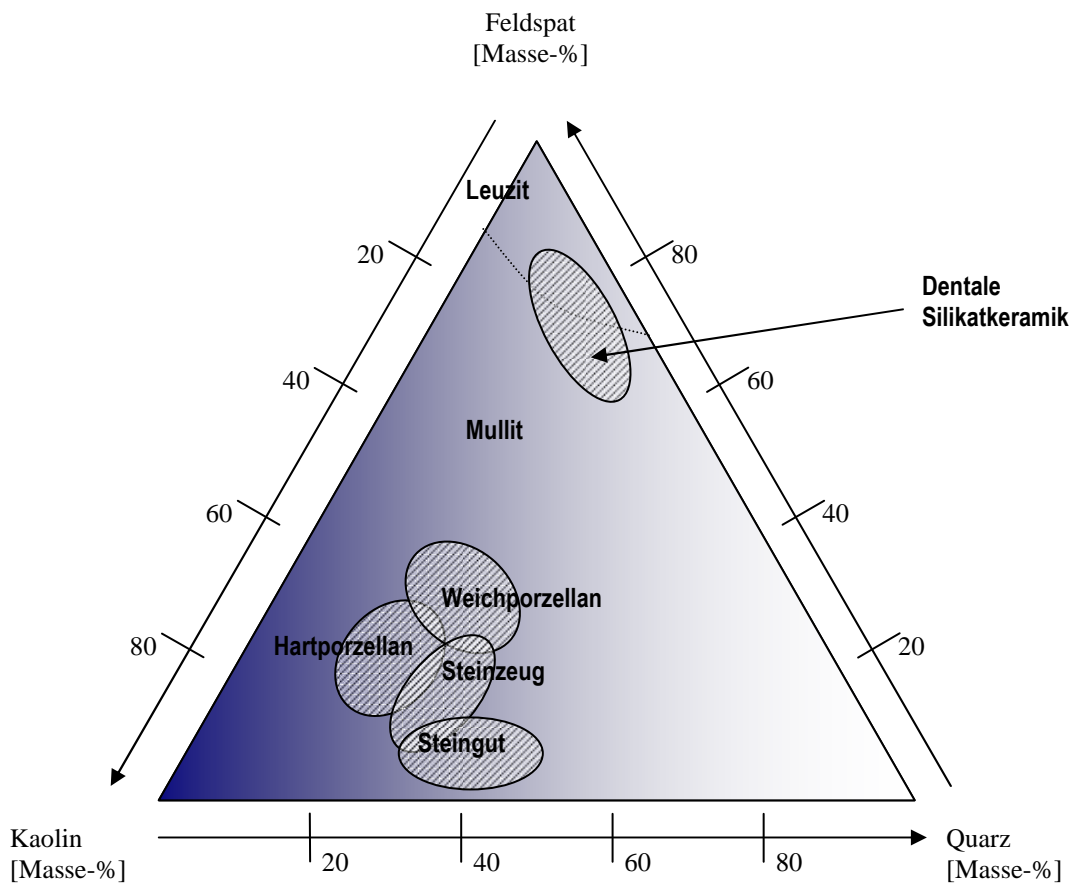
Anwendungsgebiet im Dentalbereich genannt werden. Eine solche Einteilung erscheint auch deswegen sinnvoll, weil eine orientierende Abschätzung der mechanischen Eigenschaften der Dentalkeramiken aus der chemischen Zusammensetzung möglich ist [45]. Außerdem soll der Werkstoff Zirkoniumdioxid bzw. dessen Variationen von anderen dentalen Keramiken eingeordnet und abgegrenzt werden, bevor auf die Eigenschaften dieses Materials vertieft eingegangen wird.

Strukturkeramiken lassen sich als Silikatkeramiken oder Oxidkeramiken klassifizieren (Abbildung 2). Ferner können auch Nichtoxidkeramiken mit Bor-, Stickstoff- oder Kohlenstoffanteilen unter die Strukturkeramiken fallen, diese sollen aber wegen fehlender Bedeutung in der Zahnheilkunde hier nicht diskutiert werden.

Die Silikatkeramiken entstehen auf der Grundlage von Quarz (Siliziumdioxid,  $\text{SiO}_2$ ) [46]. Sie finden sich in dem Dreistoffsystem Kaolin-Feldspat-Quarz (Abbildung 1), in welchem sich auch das klassische Porzellan abbildet [46]. Allerdings weist dieses im Gegensatz zu den Silikatdentalkeramiken einen hohen Kaolinanteil auf [46], der sich durch Umwandlung in Mullit während des Brennvorganges für die starke Weißtrübung von Porzellan verantwortlich zeigt [47]. Durch Leuzitverstärkung gewinnt Feldspatkeramik in ihren mechanischen Eigenschaften [46]. Silikatkeramiken werden standardmäßig als Verblendmaterial für Metallgerüste von Kronen und Brücken verwendet



(Beispiel: „Vita Omega®“, Fa. Vita, Bad Säckingen, D), sind aber auch als vollkeramische Systeme für Teilrestorationen wie z. B. Inlays, Onlays oder Veneers, z. B. unter der Marke „cergo ®“ (Fa. Degudent, Hanau, D) etabliert [44]. Auch CAD/CAM-Bearbeitung ist möglich (Vitablocs Mark II ® im CEREC®-System, Fa. Vita, bzw. Fa. Sirona, Bensheim, D). Die Silikatkeramiken zeigen eine glasig-amorphe Phase und relativ ausgeprägte Porenstruktur [48], bei ausgezeichneter Transluzenz [47]. Allerdings erfordert die relativ geringe Festigkeit der Silikatkeramiken die adhäsive Befestigung am Zahn und begrenzt das Indikationsspektrum auf partielle Restaurationen einzelner Zähne [44].



**Abbildung 1:** Grafische Einordnung der dentalen Silikatkeramik und allgemein gebräuchlicher Keramiken im Dreistoffsystem Kaolin-Quarz-Feldspat. Nach [46].

Oxidkeramiken sind polykristalline, einphasige Materialien, wobei die Oxide mit unedlen Metallen gebildet werden. Diese hohen Oxidationsstufen führen zu sehr stabilen Oxiden. Wichtige Beispiele sind hier die Aluminiumoxid-, Magnesiumoxid, Titanoxid- und Zirkoniumoxidkeramiken. Aluminiumoxid- und Zirkoniumoxidkeramiken werden, zumeist mittels CAD/CAM-technologischer Verarbeitung, als Gerüste in der Kronen- und Brückenprothetik benutzt. Neuerdings wurde

---

aber auch über CAD/CAM-technologisch hergestellte Verblendungen berichtet [49]. Auf die dicht gesinterten Zirkoniumdioxidkeramiken, mit denen sich die vorgelegte Arbeit beschäftigt, wird später eingegangen. Als kommerziell verfügbar seien beispielsweise LAVA ® (Fa. 3M-ESPE), In-Ceram YZ ® (Fa. Vita), Cercon ® (Fa. Degudent) oder KaVo Everest ® (KaVo Dental GmbH, D-Biberach) genannt.

Auch glasinfiltrierte Oxidkeramiken zur manuellen Schichtung von Gerüsten durch den Zahntechniker existieren auf der Basis von Aluminium-, Magnesium- und Zirkoniumoxid unter den Markennamen „In-Ceram-Alumina“, „In-Ceram-Spinell“ bzw. „In-Ceram-Zirconia“ der Firma Vita. Die manuelle Schichtung von Gerüsten hat aber im Zuge der Verbreitung der CAD/CAM-Technologie an Bedeutung verloren. Glasinfiltrierte Keramiken in Blockform für die CAD/CAM-Bearbeitung sind z. B. für das CEREC-System erhältlich. Die Evolution der dentalen Strukturkeramiken ging einher mit einer Steigerung der mechanischen Belastbarkeit. Eine Übersicht über die mechanischen Eigenschaften einiger typischer zahnärztlicher keramischer Werkstoffe gibt Abbildung 3.

Dentale Strukturkeramik			
Silikatkeramik	Oxidkeramik		
	<table border="1"> <tr> <td>Glasinfiltrierte Oxidkeramik</td> <td>Polykristalline Oxidkeramik</td> </tr> </table>	Glasinfiltrierte Oxidkeramik	Polykristalline Oxidkeramik
Glasinfiltrierte Oxidkeramik	Polykristalline Oxidkeramik		

Abbildung 2: Einteilung dentaler Strukturkeramik nach chemischer Zusammensetzung mit Hinblick auf die mechanischen Eigenschaften. Nach [45], vereinfacht

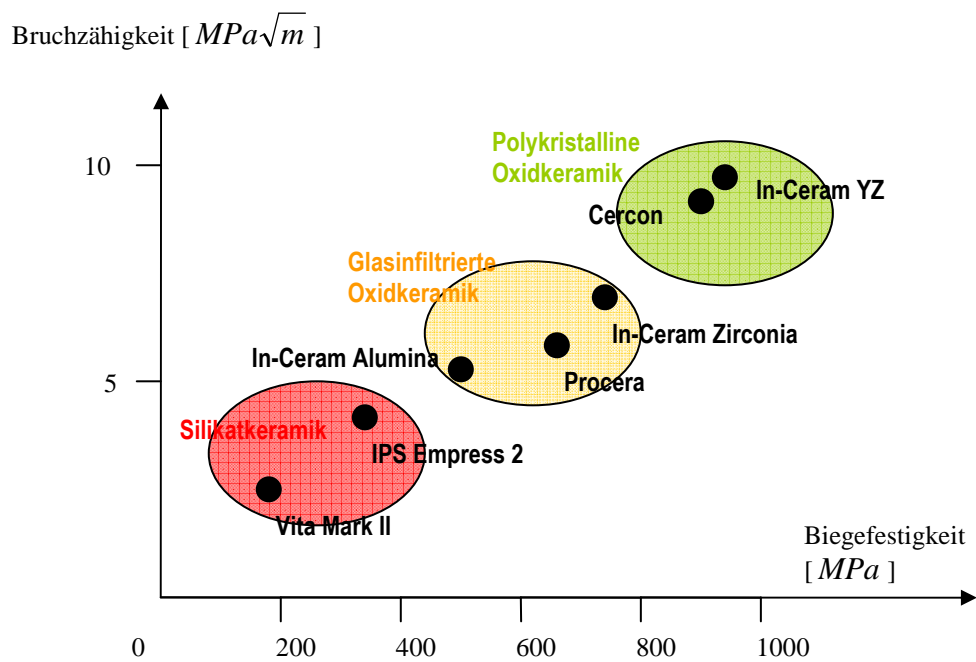


Abbildung 3: Mechanische Eigenschaften von Silikatkeramik und Oxidkeramiken, beispielhafte Produktangaben. Nach [50], vereinfacht

---

## 2.2. Entwicklungsgeschichte der Dentalkeramik

Erste Versuche, keramische Produkte in die Zahnheilkunde einzuführen, gehen auf den französischen Apotheker Duchateau zurück [42]: Er hatte sich in Zusammenarbeit mit dem Zahnarzt Dubois de Chamant 1774 in einer Geschirrmanufaktur eine Totalprothese brennen lassen. Stockton begann 1825 mit der Produktion von Keramikzähnen, die bis zur Einführung des Vulkanisierens von Kautschuk durch Goodyear 1842 noch mit Draht auf geschnitzten Prothesenbasen fixiert wurden. In Deutschland begann die Porzellan-zahnherstellung durch Wienand im Jahr 1893.

Die Verwendung von Keramik in der festsitzenden dentalen Prothetik geht auf Charles Land zurück. Mittels einer Schichtung auf eine Platinträgerfolie gelang es ihm, eine individuelle Krone zu brennen. Das Verfahren der später sogenannten „Jacketkrone“ wurde 1887 patentiert und 1903 veröffentlicht. Spätere Verbesserungen betrafen die Verringerung der Porositäten durch Brennen unter Vakuum, durch die Firma Wienand eingeführt [46], sowie die Zugabe von Aluminiumoxid zur mechanischen Verstärkung [51]. Ab den 1960er Jahren revolutionierte die Metallkeramiktechnik die festsitzende dentale Prothetik, denn es gelang nunmehr, Metallgerüste vermittelt durch Haftoxide mit Feldspatkeramiken dauerhaft zu verblenden. Dieses Verfahren wurde 1962 von Weinstein inauguriert und in Europa von der Firma Vita kommerzialisiert.

### 2.3. Anforderungen an Werkstoffe für festsitzende dentale Prothetik

Der ideale Werkstoff für die Kronen- und Brückenprothetik muss eine Reihe von Anforderungen erfüllen [52]: Das Material muss den chemischen, thermischen und mechanischen Belastungen der Mundhöhle langfristig widerstehen können. Die Oberflächen sollten glatt und porenfrei sein, die Werkstoffe geschmacksneutral und gewebefreundlich bei möglichst geringer Plaqueaggregation [9]. Eine geringe Wärmeleitfähigkeit ist zur Verhinderung von Irritationen der Pulpa erwünscht. Restaurationen natürlicher Farbe und Transluzenz sollen sich herstellen lassen. Das Material sollte einfach zu verarbeiten sein. Die maximalen Kaukräfte im menschlichen Gebiss betragen etwa 300 N [53], so dass unter Berücksichtigung von Alterungs- und Korrosionseffekten gefordert wurde, festsitzende dentale Rekonstruktionen sollten primär das Doppelte der maximalen Kaukraft aushalten [54-57]. Die ersten Restaurationen, die den Spagat der Anforderungen im Bereich der Kronen- und Brückenprothetik erfüllen konnten, waren die metallkeramischen Restaurationen auf der Basis des Weinstein-Patentes, was auch deren Erfolg und Verbreitung seit den 1960er Jahren erklärt. Aus heutiger Sicht erscheint aber die notwendige metallene Unterkonstruktion ästhetisch und aus Aspekten der Gewebeerträglichkeit

---

nicht mehr wünschenswert. Ferner ist eine metallfreie Versorgung der Wunsch vieler Patienten. Trotzdem müssen sich neue Verfahren an der Zuverlässigkeit des etablierten Metallkeramikverfahrens messen lassen, nach welchem aktuell noch der weit überwiegende Teil der festsitzenden prothetischen Restaurationen angefertigt wird [58].

#### 2.4. Herstellungsverfahren vollkeramischer Restaurationen

Neben der Einteilung nach der chemischen Zusammensetzung ist auch die Technologie der Werkstückerzeugung von besonderem Interesse, vor allem, da in der restaurativen Zahnheilkunde prinzipiell individuelle Einzelstücke gefertigt werden müssen. In der sogenannten Schichttechnik und in der Schlickertechnik werden Keramikpulvermassen manuell auf spezielle Zahnstumpfduplikate aufgebracht und auf diesen zum fertigen Werkstück gebrannt [44]. Im Gegensatz dazu wird mit der „lost-wax-technique“ ein Positiv der anzufertigenden Restauration modelliert, in eine feuerfeste Masse eingebettet und durch Austreiben des Wachses in eine Hohlform umgesetzt. Die Keramik wird dann unter Hitzeeinfluss plastisch in die Form eingepresst [44]. Beispielhaft sei das „IPS-Empress“-Verfahren (Fa. Ivoclar-Vivadent, D-Ellwangen) genannt. Auch die Technik des Kopierschleifens basiert auf einem zuvor angefertigten Modell der Restauration, die im Folgenden computerisiert oder manuell

---

(z. B. „CELAY“-Verfahren (Fa. Mikrona, CH-Spreitenbach [59] oder „Zirkonzahn“-Verfahren der Fa. Zirkonzahn, I-Gais) abgetastet wird, um aus einem Rohling das entsprechende Fertigwerkstück („CELAY“-Verfahren) oder noch zu sinternde Weißkörpermodell („Zirkonzahn“-Verfahren) herauszuarbeiten [44].

Aktuell wird die Herstellung vollkeramischer Restaurationen von einer stürmischen Entwicklung computergesteuerter Konstruktions- und Herstellungsverfahren bestimmt. Dies hat zwei wichtige Gründe: Erstens erfordern die besonderen Eigenschaften des immer mehr verwendeten Zirkoniumdioxids entweder die Bearbeitung von extrem harten Materialien oder die Herstellung von Rohkörpern mit definiertem Vergrößerungsfaktor, was mit den existierenden manuellen zahntechnischen Verfahren schwierig ist. Zweitens hat die Miniaturisierung und der Preisverfall von Computertechnik bei gleichzeitiger exponentieller Zunahme der Rechenleistung die Konstruktion von Maschinen zur Anfertigung von dentalen Individualwerkstücken ermöglicht, die sowohl von der Kostenseite betrachtet als auch vom Platzbedarf her in bestehende zahnärztliche Versorgungsstrukturen einzugliedern sind.

Bei dieser sogenannten „CAD/CAM-Technik“ werden die Restaurationen virtuell am Bildschirm konstruiert („Computer-Aided-Design“ („CAD“))



---

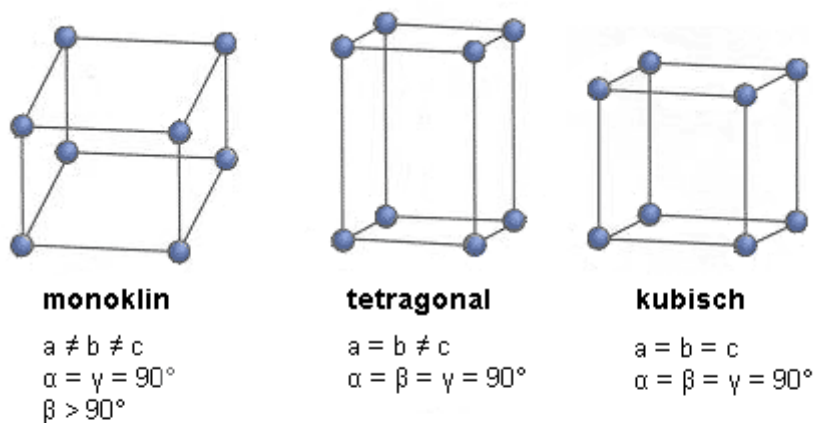
und in der Folge rechnergestützt gefertigt („Computer-Aided-Manufacturing“ („CAM“)) [44].

### 2.5. Der Werkstoff Zirkoniumdioxid

Zirkoniumdioxid (chemische Formel  $ZrO_2$ ) ist die Basis für eine hochfeste Strukturkeramik. Es handelt sich um ein kristallines Dioxid des chemischen Elementes Zirkonium mit dem Symbol Zr und der Ordnungszahl 40. Die Bezeichnung „Zirkonoxid“ oder „zirconia“ ist daher ungenau, soll aber wegen der Häufigkeit der Verwendung im Sprachgebrauch erwähnt sein. Der Terminus „Zirkon“ wird fälschlicherweise gelegentlich synonym für „Zirkoniumdioxid“ benutzt, denn „Zirkon“ bezeichnet das Silikat  $ZrSiO_4$ . Im Periodensystem der Elemente findet sich Zirkonium in der fünften Periode als zweites Element der vierten Gruppe, der sogenannten Titangruppe, der die Übergangsmetalle Titan, Zirkonium, Hafnium und Rutherfordium angehören. Zirkonium wird ferner zu den Schwermetallen gezählt, ohne dass hier die multiplen Definitionen des Begriffes „Schwermetall“ weiter diskutiert werden sollen.

Reine  $ZrO_2$ -Kristalle existieren temperaturabhängig in monokliner, tetragonaler und kubischer räumlicher Anordnung: Unter  $1173\text{ °C}$  liegt die monokline Phase vor, bei darüberliegenden Temperaturen bis zu  $2370\text{ °C}$

die tetragonale Phase. Herrschen Temperaturen über 2370 °C, ist die kubische Phase stabil (Abbildung 4). Der Schmelzpunkt von reinem Zirkoniumdioxid liegt bei 2690 °C. Die Phasenübergänge sind mit einer sprunghaften Volumenänderung behaftet, die beim Abkühlprozess im Rahmen der martensitischen, d. h. diffusionslosen Transformation von tetragonalen zu monoklinen  $\text{ZrO}_2$  (sog. „t→m-Umwandlung“) 3 % beträgt. Diese Expansion führt zu hohen Spannungen und Schereffekten mit konsekutiver extremer Rissbildung während der Abkühlung. Reines Zirkoniumdioxid zerfällt bei Raumtemperatur spontan zu Stücken. Die Verwendung von reinem Zirkoniumdioxid als Strukturkeramik ist also unmöglich.



#### **ZrO<sub>2</sub> - Kristallphasen**

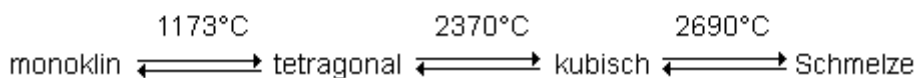
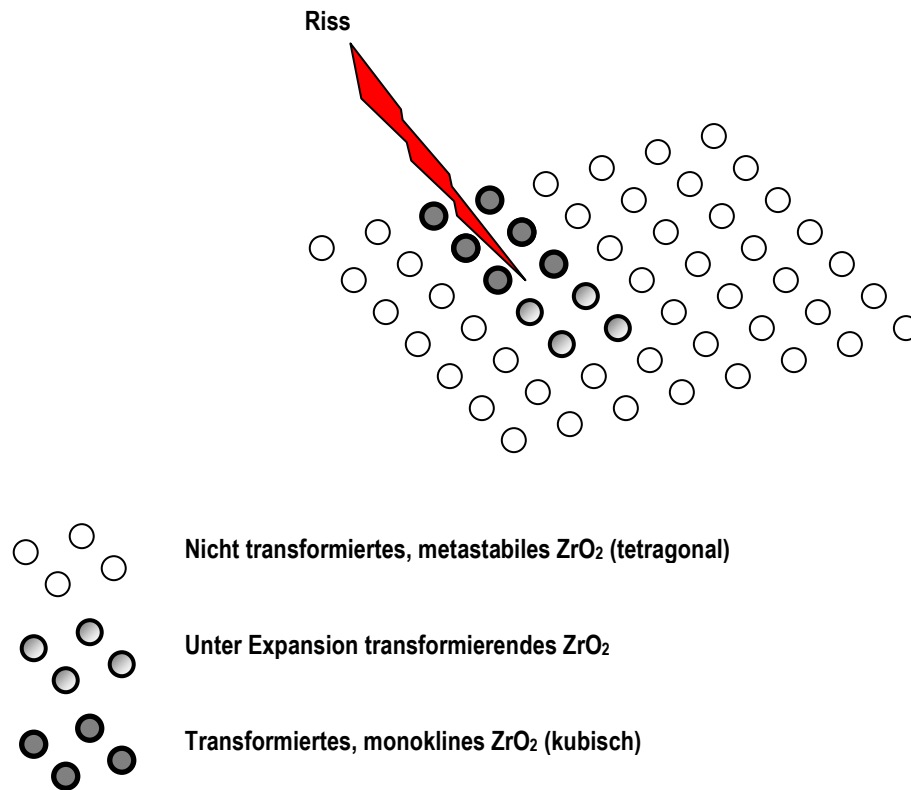


Abbildung 4: Phasenübergänge reinen Zirkoniumdioxids, vereinfacht. (aus [60])

---

Bereits 1929 gelang es Ruff und Kollegen, durch Beimengung kleiner Kalziumoxidmengen (CaO, die kubische Phase von Zirkoniumdioxid bis zur Raumtemperatur zu stabilisieren [61]. Nachdem sie zunächst die Stabilität von teilstabilisierten Zirkoniumdioxid (PSZ (partially stabilized zirconia) vgl. unten) durch homogene Feinverteilung der monoklinen Phase innerhalb einer kubischen Matrix entscheidend verbessert hatten [62], erreichten Garvie und Mitarbeiter durch Zugabe von 3 Molprozent bzw. 5,1-Gewichtsprozent Yttrium, die vorgenannte tetragonale Kristallstruktur beim Abkühlen als metastabile Phase zu erhalten [63]. Die Martensit-Umwandlungstemperatur der  $t \rightarrow m$ -Umwandlung wird durch diese Maßnahme auf eine Temperatur nahe Raumtemperatur gesenkt. So resultiert ein Material mit besonderen mechanischen Eigenschaften: Kommt es zu starken mechanischen Belastungen, resultieren Mikrorisse. Am Ende von solchen Mikrorissen entstehen Spannungsfelder, die lokal zum Phasenübergang in die monokline Phase induzieren. Weil beim Phasenübergang eine Volumenzunahme von 3 - 5 % eintritt, werden die Rissflanken komprimiert, und das Risswachstum kann sistieren (vgl. Abbildung 5). Dieses Phänomen nennt man „Umwandlungsverstärkung“ [64] bzw. „stress-induced transformation toughening process“ [65]. Die von Garvie inaugurierte Yttrium-Stabilisierung [63] stellt daher einen Meilenstein in der technischen Verwendung des Materials Zirkoniumdioxid dar [66].



**Abbildung 5: Umwandlungsverstärkungsphänomen: Schematische Darstellung der Risseindämmung durch Transformation vom metastabilen tetragonalen in den kubischen Phasenzustand des Yttrium-stabilisierten Zirkoniumdioxids (Y-TZP). Nach [65]**

Dieses Material wird als TZP (tetragonales Zirkoniumdioxidpolykristall) bzw. Y-TZP (Yttrium-stabilisiertes tetragonales Zirkoniumdioxidpolykristall) bezeichnet.

Stabilisiertes Zirkoniumdioxid ( $ZrO_2$ ) zeigt ein außergewöhnliches Profil mechanischer Eigenschaften, so dass es auch als „keramischer Stahl“ bzw. „ceramic steel“ titulierte wurde [63]. Die Stabilisierung des

Molekulargerüsten kann außer durch Zugabe von Yttriumoxid ( $Y_2O_3$ ) durch andere Metalloxide [67] wie Magnesiumoxid (MgO), Kalziumoxid (CaO) oder Ceroxid ( $CeO_2$ ) erreicht werden. Die zahnärztlich-werkstoffkundliche Forschung konzentrierte sich vor allem auf Yttriumstabilisiertes Zirkoniumdioxid (Y-TZP) [35]. Neben dem Y-TZP (Yttriumstabilisiertes tetragonales Zirkoniumdioxidpolykristall) wird aber auch Ceroxidstabilisiertes Zirkoniumdioxid sowie sogenanntes teilstabilisiertes Zirkoniumdioxid (PSZ (partially stabilized zirconia)), bei dem nur ein gewisser Volumenanteil in der stabilisierten Phase vorliegt, verwendet. Teilstabilisiertes Zirkoniumdioxid (PSZ) weist allerdings geringere Festigkeiten als Yttriumstabilisiertes Zirkoniumdioxid (Y-TZP) [66, 68]. Ferner besteht die Möglichkeit, dem Zirkoniumdioxid Oxide des Magnesiums (MgO), Kalziums (CaO) und Yttriums ( $Y_2O_3$ ) in sehr hohen Konzentrationen beizugeben, so dass eine kubische Phase bei Raumtemperatur persistiert und damit das sogenannte vollstabilisierte Zirkoniumdioxid (FSZ (fully stabilized zirconia)) resultiert. Diesem wohnt allerdings nicht mehr die Möglichkeit der Umwandlungsverstärkung inne, so dass dieses Material nicht im Dentalbereich verwendet wird. Yttriumteilstabilisiertes Zirkoniumdioxid (Y-TZP) kann aber durch Zugabe Aluminiumoxid ( $Al_2O_3$ ) weiter vergütet werden, woraufhin die Festigkeit, aber auch die Opazität und der Weißheitsgrad des Materials steigt. Mit einem Aluminiumoxidanteil von 20 bis 25 Gewichtsprozent wird dieses

sogenannte Aluminiumverstärkte Zirkoniumdioxid (ATZ (alumina-toughened zirconia)) seit einigen Jahren als Material für rotierende Dentalinstrumente verwendet. Auch den kommerziell verfügbaren dentalen Y-TZP-Keramiken ist oft ein geringerer Teil Aluminiumoxid (z. B. 0,25 Gewichtsprozent) zur Festigkeitssteigerung beigelegt, größere Anteile verbieten sich unter anderem aus ästhetischen Gründen. Gelegentlich wird auf dem Aluminiumoxidanteil mit der Bezeichnung „Y-TZP A“ hingewiesen. Einen Überblick über den Werkstoff Zirkoniumdioxid und seine Variationen wird in der Tabelle 1 gegeben:

	Abkürzung	Vorliegen bei Raumtemperatur	Verwendung	Beispiel
Reines Zirkoniumdioxid	$Y_2O_3$	monoklin	Keine dentale Anwendung	-
Yttrium-stabilisiertes polykristallines Zirkoniumdioxid	Y-TZP	Primär tetragonal, metastabil monoklin (Umwandlungsverstärkungsphänomen)	Gerüstkeramik	KaVo Everest® (hier untersucht)
Ceroxid-stabilisiertes Zirkoniumdioxid	Nicht gebräuchlich	tetragonal	Gerüstkeramik	Inceram Zirconia®
teilstabilisiertes Zirkoniumdioxid (meist MgO oder CaO)	PSZ	Teilvolumen tetragonaler Phase (vgl. Y-TZP), der Rest als kubische ZrO <sub>2</sub> -Matrix	Gerüstkeramik	Leolux®, DCS
vollstabilisiertes Zirkoniumdioxid (hoher Anteil MgO, CaO und Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	FSZ	kubisch (keine Umwandlungsverstärkung)	Keine dentale Anwendung	-
Aluminiumoxidstabilisiertes Zirkoniumdioxid (hoher Anteil Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	ATZ	Teilvolumen tetragonaler Phase (vgl. Y-TZP), der Rest als kubische ZrO <sub>2</sub> -Matrix	Rotierende Werkzeuge	Cerabur®, Komet

**Tabelle 1: Metalloxidstabilisierte Zirkoniumdioxidkeramiken**

Mehrere Faktoren prädestinieren Y-TZP für die Anwendung in der festsitzenden dentalen Prothetik: Zirkoniumdioxid zeigt hohe Biokompatibilität, denn Beschreibungen allergischer oder toxischer Reaktionen auf Zirkoniumdioxid liegen im Schrifttum nicht vor. Zellkulturen humaner Osteoblasten [69] wiesen keine zytostatischen oder

---

zytotoxischen Effekte von Aluminium- und Zirkoniumdioxidkeramik nach, auch DNA-Synthese und Zellproliferation zeigten sich ungestört. Karzinogene [70], mutagene oder genotoxische Effekte [71] konnten in vitro nicht gezeigt werden. Neuere Untersuchungen geben sogar Anlass zur Vermutung, dass Oxidkeramiken eine höhere Biokompatibilität als Feldspatkeramiken aufweisen, denn Raffaelli et al. fanden an Zirkoniumdioxidoberflächen besseres Wachstum von immortalisierten RAT-1 Fibroblasten als an herkömmlicher Keramik [72]. Zeitlich vor in-vitro-Untersuchungen haben bereits eine Reihe von in-vivo-Studien, beispielsweise durch Implantation von Zirkoniumdioxidproben im Knochen von Affen [73] oder Muskel des Hasen [74], deren gute Verträglichkeit gezeigt. Eine Übersicht über weitere Untersuchungen hinsichtlich der Biokompatibilität des Werkstoffes findet sich bei Piconi [66].

Zirkoniumdioxid ist in der Grundfarbe weiß opak. Mit Zirkoniumdioxid als Gerüstmaterial gelingt es, ästhetisch perfekte, optisch vom natürlichen Zahn kaum unterscheidbare Restaurationen anzufertigen [75].

Die mechanische Stabilität ist auch für die Verwendung im stark kaudruckbelasteten Seitenzahnbereich ausreichend, wie sich in In-vitro-Studien und klinischen Versuchen [32-34] zeigte. Wie allgemein für dentalkeramische Materialien zutreffend, zeigt auch Zirkoniumdioxid gute

---

Eigenschaften im Sinne eines Thermoisolators, was besonders für die Überkappung vitalen Dentins günstig ist [44, 47].

Die Konstruktion und Herstellung von Zirkoniumdioxidgerüsten findet heute in der überwiegenden Zahl der Fälle computergestützt statt, wobei zwei Möglichkeiten der Bearbeitung existieren: Die sogenannte Grünkörper- oder Weißkörperbearbeitung findet am offenporigen Zirkoniumdioxidblock statt. Der Grünkörperzustand bezeichnet einen Rohling aus mechanisch verdichtetem oxidkeramischem Pulver. Werden solche Blöcke bei etwa 1000 ° C teilgesintert, liegen sogenannte Weißkörper vor. Dieses Material weist eine kreideartige Festigkeit auf. Daher lassen sich schnell und mit geringem Materialaufwand und –verschleiß individuelle Formen aus dem Blockmaterial herausfräsen. Diese Rohlinge werden anschließend einem definitiven Sinterprozess unterzogen, durch welchen die beschriebene Festigkeit des Materials erreicht wird, allerdings auch ein relevanter Schrumpfung eintritt. Diese Volumenabnahme wird bei der Herstellung des Rohlings einberechnet. Die Werkstücke werden daher mit einem bestimmten Vergrößerungsfaktor hergestellt, um nach dem Sintern Formkörper korrekter Maße zu erhalten. Im Gegensatz dazu ist es auch möglich, dicht gesintertes Material zu fräsen. Dieses Verfahren wird als Hartbearbeitung bezeichnet. Vorteil ist hier die Bearbeitung des Endmaterials, so dass Volumenänderungen eines zweiten Sintervorganges, die zu Passungenauigkeiten führen könnten,



---

systembedingt nicht auftreten. Allerdings ist die Bearbeitung des hochfesten, gesinterten Zirkoniumdioxids mit hohem Material- und Zeitaufwand verbunden, so dass nur wenige kommerzielle Systeme diese umsetzen. Die Bearbeitung industriell bereitgestellter keramischer Fertigprodukte oder Teilfertigprodukte hat in beiden Fällen den Vorteil geringst möglicher Materialfehler [76, 77].

## 2.6. Prüfung dentalkeramischer Materialien

### 2.6.1. Einleitung

Keramiken sind bei Mundhöhlentemperatur nicht oder genauer gesagt nur in einem minimalen Umfang plastisch verformbar. Bei zu starker Krafteinwirkung verformen sich also keramische Bauteile im Gegensatz zu metallischen nicht, sondern brechen plötzlich. Dieses Verhalten wird oft als „spröde“ bezeichnet [77]. Die Sprödigkeit keramischer Materialien bedingt grundsätzlich eine hohe Belastbarkeit gegenüber Druckspannungen bei gleichzeitig geringer Widerstandsfähigkeit gegenüber Zugspannungen [47]. Die Widerstandsfähigkeit gegenüber Zugspannungen ist daher der mechanisch limitierende Faktor für die technische Anwendung von Keramiken, so dass sich als Methode der Werkstoffprüfung die Feststellung der Biegefestigkeit etabliert hat: Beim Biegen wird auf eine Probenseite Druck appliziert, was auf der

---

gegenüberliegenden Seite zu Zugspannungen im Material führt. Die Biegefestigkeit ist definiert als Grenze der elastischen Belastbarkeit. Wenn diese Elastizitätsgrenze überschritten wird, kommt es zum Materialbruch [77].

Auch geringe Fehlstellen können aufgrund der hohen Sprödigkeit der Keramiken im Gegensatz zu den duktilen Metallen Ausgangspunkt für progrediente Risse darstellen, besonders unter den Bedingungen der Mundhöhle mit immer wiederkehrenden mechanischen Belastungen. Messungen der Biegefestigkeit keramischer Werkstoffe zeigen daher oft hohe Schwankungen der Messwerte [78, 79], so dass sich zur Beschreibung der Materialeigenschaft der Weibull-Modul etabliert hat: Hier wird nicht der maximale mögliche Druck (Kraft auf Fläche), den ein Bauteil aushält, sondern die Wahrscheinlichkeit betrachtet, bei der eine gewisse Belastung zum Probenversagen führt. Dies berücksichtigt die Tatsache, dass es beim Versagen der schwächsten Stelle eines keramischen Bauteils zum Totalversagen kommt, ähnlich dem totalen Funktionsverlust einer Kette beim Reißen eines Kettengliedes. Die Aussagekraft des Weibull-Modul hängt von der Anzahl ( $n$ ) der Prüfkörper ab [79].

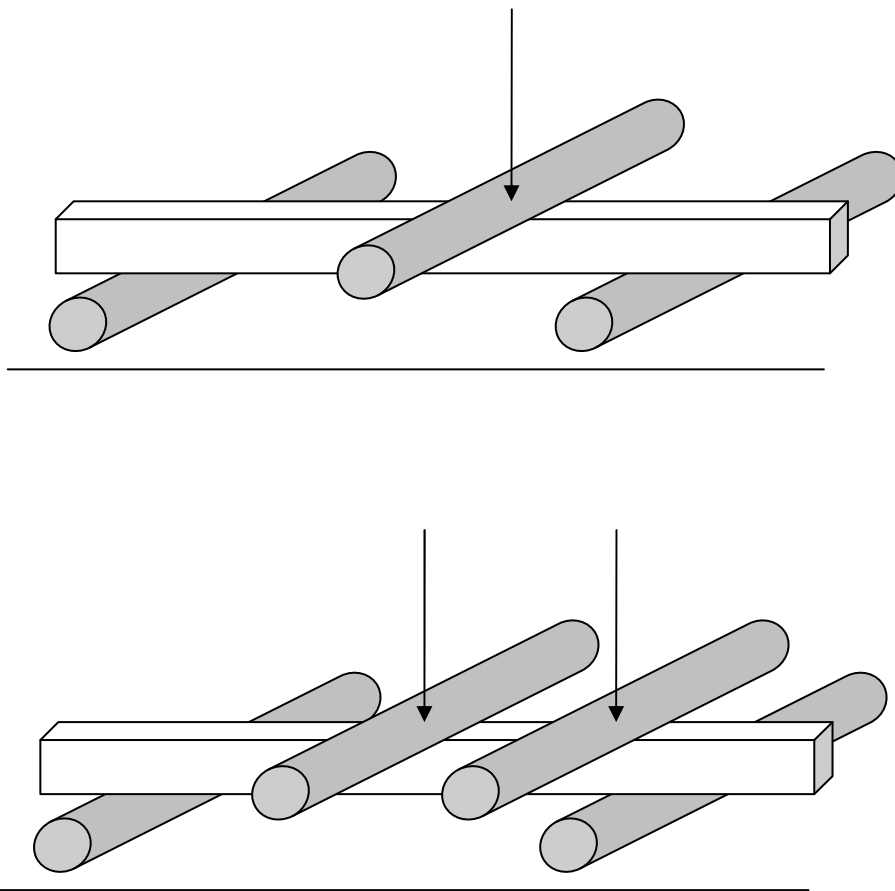
---

### 2.6.2. Messung der Biegefestigkeit von Dentalkeramik

Zur Messung der Biegefestigkeit von Dentalkeramik existieren verschiedene Verfahren: Grundsätzlich lassen sich uniaxiale Tests vom biaxialen Biegetest unterscheiden.

#### 2.6.2.1 Uniaxiale Tests

Für uniaxiale Tests werden quaderförmige Proben der Maße 3 mm x 30 mm x 5 mm (Breite x Länge x Höhe) verwendet. Diese werden auf zwei Rollen positioniert, die im Abstand von 24 mm gelagert sind. Wird nun die gegenüberliegende Fläche durch eine weitere Rolle mittig bis zum Bruch belastet, wird dies als Drei-Punkt-Biegetest bezeichnet. Alternativ kann die Krafteinleitung über zwei Stempel erfolgen, die im Abstand von 12 mm positioniert sind, dies entspricht dem sogenannten Vier-Punkt-Biegeversuch (vgl. Abbildung 6).



**Abbildung 6: Schematische Darstellung der uniaxialen Biegetests: Die quaderförmige Probe ruht auf zwei Rollen. Oben: Eine weitere Rolle belastet den Prüfkörper auf der Gegenseite (Drei-Punkt-Biegetest). Unten: Zwei weitere Rollen belasten den Prüfkörper auf der Gegenseite (Vier-Punkt-Biegetest).**

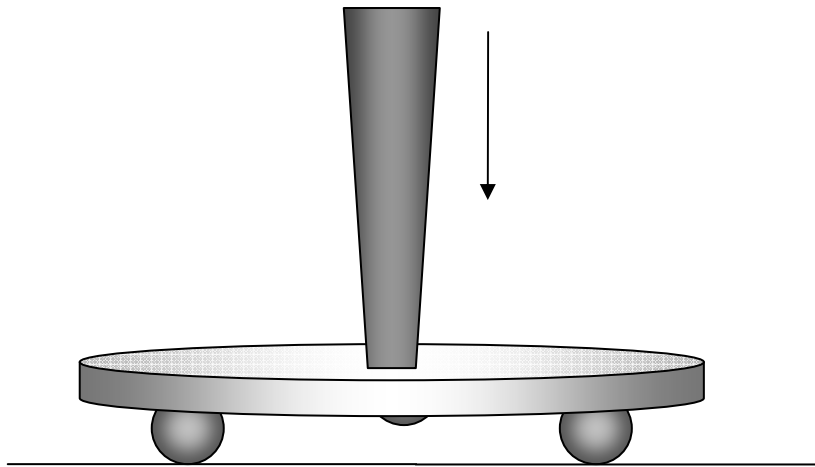
Materialfehler im Bereich der Prüfkörperkanten wirken bei uniaxialen Tests regelmäßig als „Sollbruchstellen“ und beeinflussen so die Messergebnisse stark [16, 80].

#### 2.6.2.2 Der biaxiale Biegetest

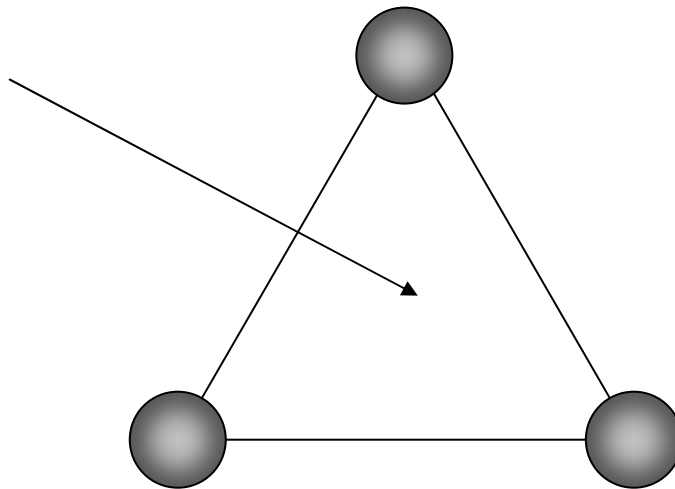
Der biaxiale Biegetest (auch „Kolben-auf-drei-Kugeln-Prüfung“ bzw. „piston-on-three-balls-test“ genannt) hat dem gegenüber den Vorteil, dass

---

Fehler und kleinere Aussprengungen an den Kanten der Prüfkörper, wie sie bei der Probenherstellung nicht zu vermeiden sind, das Messergebnis nicht wesentlich beeinflussen [16, 80]. In der EN ISO-Norm 6872 sind Parameter zur Bestimmung der Biegefestigkeit von Dentalkeramik festgeschrieben [81]. Nach dieser o. g. Norm sind Proben mit einem Durchmesser von 12 mm bis 16 mm und einer Dicke von  $1,2 \pm 0,2$  mm herzustellen und planparallel mit einer Toleranz von  $\pm 0,05$  mm zu schleifen. Die Probe ist derartig auf drei Stahlkugeln des Durchmessers  $3,2 \pm 0,5$  mm zu lagern, welche in Form eines gleichseitigen Dreiecks von 10 – 12 mm Kantenlänge anzuordnen sind, dass Mittelpunkt der kreisrunden Probe und des Dreiecks aufeinander fallen. Der in den Mittelpunkt der Probe zielende Prüfstempel soll einen Durchmesser von 1,2 bis 1,6 mm haben (vgl. Abbildung 7 und Abbildung 8). Die an den Prüfstempel angreifende Kraft im Moment des Versagens der Probe, also die Bruchlast  $P$ , wird von der Prüfmaschine bestimmt.



**Abbildung 7:** Schematische Darstellung des biaxialen Biegetests: Die scheibenförmige Probe ruht auf drei Kugeln. Auf die Gegenseite erfolgt Einleitung der Prüfkraft mittels eines Stempels.



**Abbildung 8:** Schematische Darstellung des biaxialen Biegetests: Drei Kugeln sind in Form eines gleichschenkligen Dreiecks positioniert, auf welche die Probe (nicht dargestellt) gelagert wird. Die Pfeilspitze bezeichnet den geometrischen Schwerpunkt des Dreiecks, der mit dem Mittelpunkt der Probenscheibe sowie dem Prüfstempel auf einer senkrecht zur Bildebene gelagerten Achse liegt.

Die biaxiale Biegefestigkeit  $S$  lässt sich nach der Formel

$$S = - 0,2387 P (X-Y) / d^2$$

berechnen, wobei

*S die maximale Biegefestigkeit in Megapascal [MPa]*

und

*P die Gesamtbruchlast in Newton [N]*

bezeichnet. Die Koeffizienten  $X$  und  $Y$  leiten sich aus

$$X = (1+\nu) \ln(r_2/r_3)^2 + [(1-\nu) / 2] (r_2/r_3)^2$$

$$Y = (1+\nu) [1 + \ln(r_1/r_3)^2] + (1-\nu) (r_1/r_3)^2$$

ab, wobei

*$\nu$  die Poisson-Verteilung mit dem Wert 0,25*  
 *$r_1$  der Radius der Trägerscheibe in mm*  
 *$r_2$  der Radius des belasteten Bereichs in mm*  
 *$r_3$  der Radius des Probekörpers in mm*  
 *$d$  die Dicke des Probekörpers bei Bruchbeginn in mm*

bezeichnet.

## 2.7. Färben von Zirkoniumdioxid

Gesintertes Zirkoniumdioxid ist weiß mit hohem Weißegrad. Die Verblendung mit Material zahnartiger Farbgebung ist unter anderem aus ästhetischen Gründen erforderlich. Aus anatomischen Gründen verringert sich die Schichtdicke der Verblendung vom Äquator der Restauration zum zervikalen Bereich. Auch an der Okklusalfäche kann unter klinischen

---

Bedingungen nicht in allen Fällen eine ausreichende Schichtdicke für eine Verblendung des Zirkoniumdioxiduntergerüsts geschaffen werden.

Zur weiteren Verbesserung der Ästhetik kann man Zirkoniumdioxid dentinartig einfärben [37-41]. Dies erweist sich als vorteilhaft vor allem im Zahnhalsbereich [37] und ermöglicht, die Verblendschichtstärke zu reduzieren, ohne ästhetische Einbußen zu erleiden [38, 39]. Klinisch kann so auf eine aus ästhetischer Indikation erhöhte Präparationstiefe verzichtet werden [38, 39].

Erdelt konnte zeigen, dass die Biegefestigkeit von weißkörpergefrästem Zirkoniumdioxid (Cercon smart ceramics) durch Färben auch nach künstlicher Alterung stabil bleibt oder sich sogar verbessert [37]. In der gleichen Untersuchung zeigte sich eine vergleichbare Bruchstabilität von gefärbtem gegenüber ungefärbtem weißkörpergefrästem Zirkoniumdioxids des Typs „KaVo Everest ®“ (Fa. KaVo, D-Biberach), wobei dieses Material keiner künstlichen Alterung unterzogen wurde.

In der Studie von Hjerpe hatten sich hingegen negative Effekte des Färbens auf die biaxiale Biegefestigkeit von Zirkoniumdioxid gezeigt [40], wobei längere Färbezeiten mit stärkerem Verlust an Biegefestigkeit verbunden waren. Allerdings wies auch gefärbtes Material Biegefestigkeiten auf, die als ausreichend für den klinischen Einsatz erachtet werden. Künstliche Alterung wurde in dieser Untersuchung nicht durchgeführt [40]. Herstellergefärbtes Zirkoniumdioxid zeigte in der



---

Studie von Pittayachawan jedoch auch nach künstlicher Alterung keine Veränderungen der Biegefestigkeit [41].

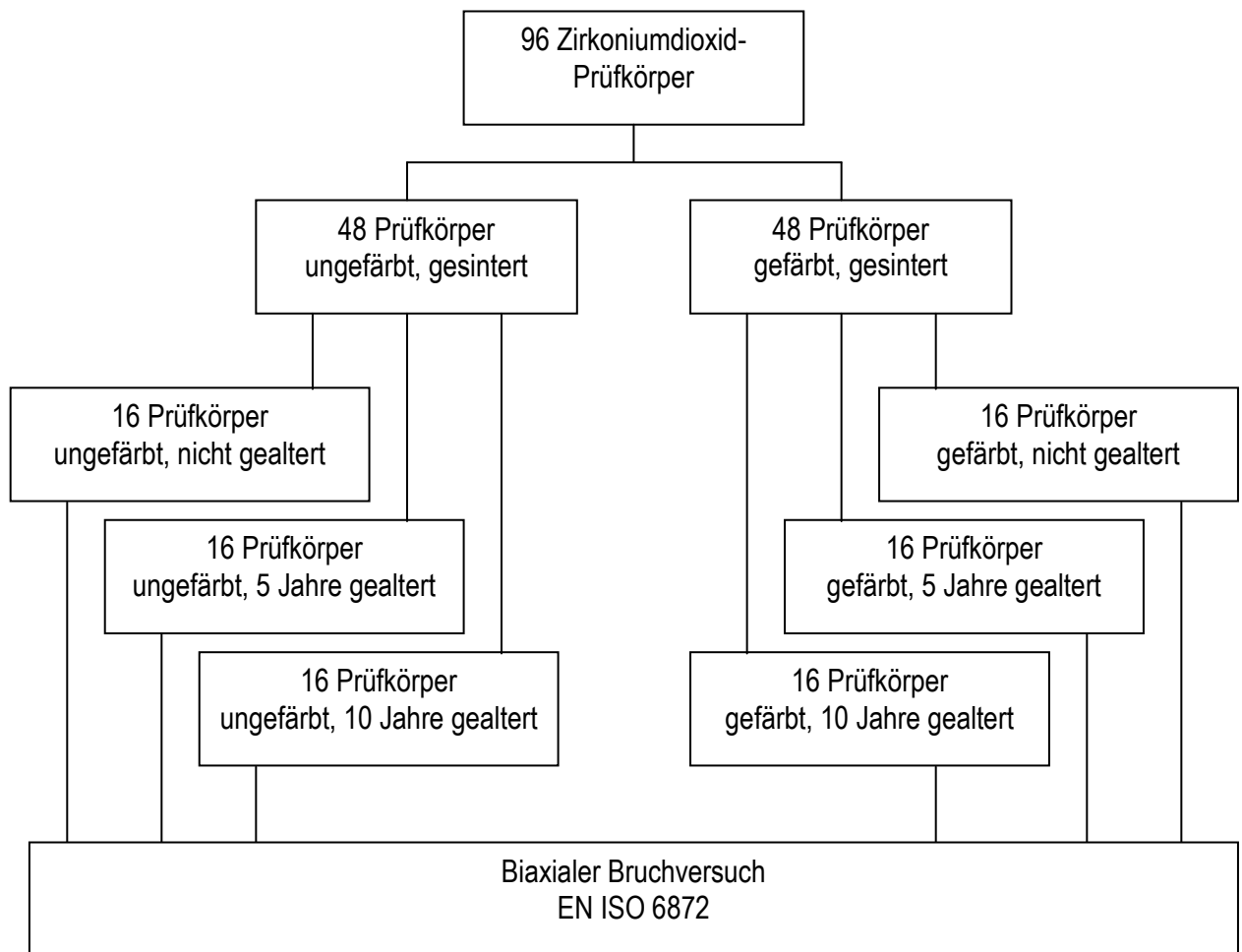
Fast alle Hersteller bieten Färbelösungen für ihre Zirkoniumdioxidweißlinge oder herstellerseitig eingefärbte Rohlinge an. Das manuelle Färben der Rohlinge bringt den Vorteil besserer Individualisierungsmöglichkeiten durch den Zahntechniker und geringere Lagerhaltungsaufwände für vorgefärbte Rohlinge. Dem gegenüber steht der Vorteil höchstmöglicher industrieller Fertigungskonstanz bei Verwendung herstellerseitig gefärbter Ausgangsmaterialien. In der zahntechnischen Praxis ist das Färben der Gerüste bereits mehr oder weniger verbreitet, obwohl nur wenige Untersuchungen hinsichtlich der Sicherheit dieser Methode vorliegen.

In der vorliegenden Untersuchung sollte daher untersucht werden, ob das Färben die Festigkeit des yttriumstabilisierten Zirkoniumdioxides Typ „KaVo Everest ®“ verändert. Außerdem sollte der Einfluss künstlicher Alterung auf die Festigkeit des vorgenannten Materials untersucht werden und ob die Alterung gefärbtes und ungefärbtes Material unterschiedlich beeinflusst.

## 3. Material und Methode

### 3.1. Übersicht

Von 96 Zirkoniumdioxidprüfkörpern wurden 48 eingefärbt. Die Probenkörper wurden anschließend gesintert sowie planparallel und auf eine definierte Dicke geschliffen. Jeweils ein Drittel (16 Stück) der ungefärbten und gefärbten Exemplare wurde mittels des Münchener Kausimulators (Fa. Willytec, Gräfelfing, D) einer künstlichen Alterung von 5 Jahren fiktiver In-vivo-Belastung, von 10 Jahren fiktiver Belastung, beziehungsweise keiner Alterung unterzogen. Die Biegefestigkeit der Prüfkörper wurde mit dem biaxialen Bruchtest untersucht. Einen grafischen Überblick über die Untersuchung gibt Abbildung 8.



**Abbildung 9: Schema zur Darstellung von Material und Methode**

### 3.2. Herstellung der Prüfkörper

Die Prüfkörper wurden entsprechend der Norm zur biaxialen Biegeprüfung von Dentalkeramik [81] aus vorgesinterten Zirkoniumdioxidweißlingen vom Typ „KaVo Everest ® ZS-Blank (20/20)“ hergestellt:

Die zylinderförmigen Rohlinge wurden mit Cyanoacrylat Typ „Renfert Liquicol Versiegelung 1732-0020“ (Fa. Renfert, D-Radolfzell) auf analog geformte Einspannhilfen aus Superhartgips geklebt (Abbildung 10). Die Einspannhilfe erlaubte, die Rohlinge sicher in der Diamantkreissäge Struers Accutom-2 (Fa. Struers, D-Willich) zu befestigen und bis auf die Anschnitte in identische, jeweils 2,0 mm dicke Scheiben zu zerteilen (Abbildung 11 und Abbildung 12). Die Dicke der Scheiben wurde mit Hilfe eines Tasterzirkels (Modell 1124, Fa. Renfert) kontrolliert. Zufällig wurden 48 Prüfkörper bestimmt und gefärbt: Mittels einer Kunststoffpinzette (Peha ® Einmalpinzette, Fa. Hartmann, D-Heidenheim) wurde jeweils ein Zirkoniumdioxidprüfkörper für 120 Sekunden in die Färbelösung „Vita Colouring Liquid LL3“ (Fa. Vita, D-Bad Säckingen) eingetaucht. Überschüssige Lösung wurde mit Zellstoff (Fa. Hartmann, D-Heidenheim) abgetupft. Die getauchten Prüfkörper trockneten bei Zimmertemperatur für eine Stunde. Um systematische Fehler durch denkbare, geringfügige Abweichungen der Sinterprozesse der Chargen zu vermeiden, erfolgte zu diesem Zeitpunkt eine erneute Randomisierung der Prüfkörper (Abbildung 13). Die Zirkoniumdioxidscheiben wurden im Ofen „KaVo Everest®Therm“ gesintert. Die Sinterparameter ergaben sich aus dem vom Hersteller vorgegebenen Programm „ZS-2“.

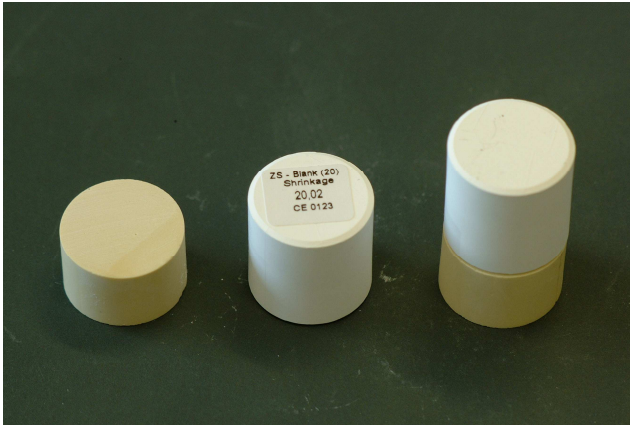


Abbildung 10: Einspannhilfe, Zirkoniumdioxidrohling und zum Schneiden vorbereiteter Rohling (v. l. n. r.)



Abbildung 11: Schneiden des Zirkoniumdioxidrohlings. Dieser ist über die Einspannhilfe befestigt.



Abbildung 12: Zirkoniumdioxidprüfkörper vor dem Färben und Sintern



Abbildung 13: Gefärbte und ungefärbte Prüfkörper, zum Sintern vorbereitet.

Die Dicke der Zirkoniumdioxidscheiben in ihrem Mittelpunkt wurde nach dem Sintern bestimmt. Die Prüfkörper wurden anschließend planparallel beschliffen. Die Dicke der Zirkoniumdioxidscheiben sollte 1,3 mm mit einer Toleranz von 0,05 mm betragen. Hierzu wurden die Prüfkörper mit Wachs (Ocon-200, Logitech, UK-Glasgow) auf dem Probenträger der Schleifmaschine Struers Abramin befestigt (Abbildung 14). Es wurde auf eine gleichmäßige Probenverteilung geachtet. Vorversuche hatten ergeben, dass eine möglichst hohe Zahl von Prüfkörpern die besten Ergebnisse hinsichtlich der Planparallelität der Proben ermöglichten. Die Abramin-Schleifmaschine drückt einen rotierenden Probenteller mit einer einzustellenden Kraft auf eine gegenläufig rotierende Schleifscheibe. Da die Mittelpunkte der sich drehenden Scheiben nicht zusammenfallen, trägt die Maschine von den Werkstücken Material durch Abrieb ab, wobei sich die Schleifrichtung, bezogen auf den Prüfkörper, laufend ändert. Es resultiert daher ein gleichmäßiger, planparalleler Abtrag. Frischwasser

entfernt den Abrieb aus dem Schleifsystem und führt die bei dem Prozess entstehende Reibungswärme ab.



**Abbildung 14: Gesinterte, gefärbte und ungefärbte Proben, auf dem Probenträger zum Planschleifen vorbereitet.**



**Abbildung 15: Planschleifen der Zirkoniumdioxidscheiben. Links im Bild der rotierende Probenträger, an dessen Unterseite die Zirkoniumdioxidscheiben befestigt sind. Der Probenträger wird hydraulisch auf die gegenläufig rotierende Schleifscheibe gepresst. Rechts im Bild die Wasserzufuhr zur Kühlung und Abfuhr des abgeriebenen Materials.**

Die Zirkoniumdioxidscheiben wurden einseitig zunächst mit Papier der Körnung  $40\ \mu\text{m}$  geschliffen, bis alle Scheiben einer Charge flächig bearbeitet waren (Abbildung 14 und Abbildung 15). Durch das Beschleifen änderte sich das Reflexionsverhalten des Zirkoniumdioxids, so dass die flächige Bearbeitung durch optische Inaugenscheinnahme sehr einfach kontrolliert werden konnte. Mit feinem Papier der Körnung  $20\ \mu\text{m}$

---

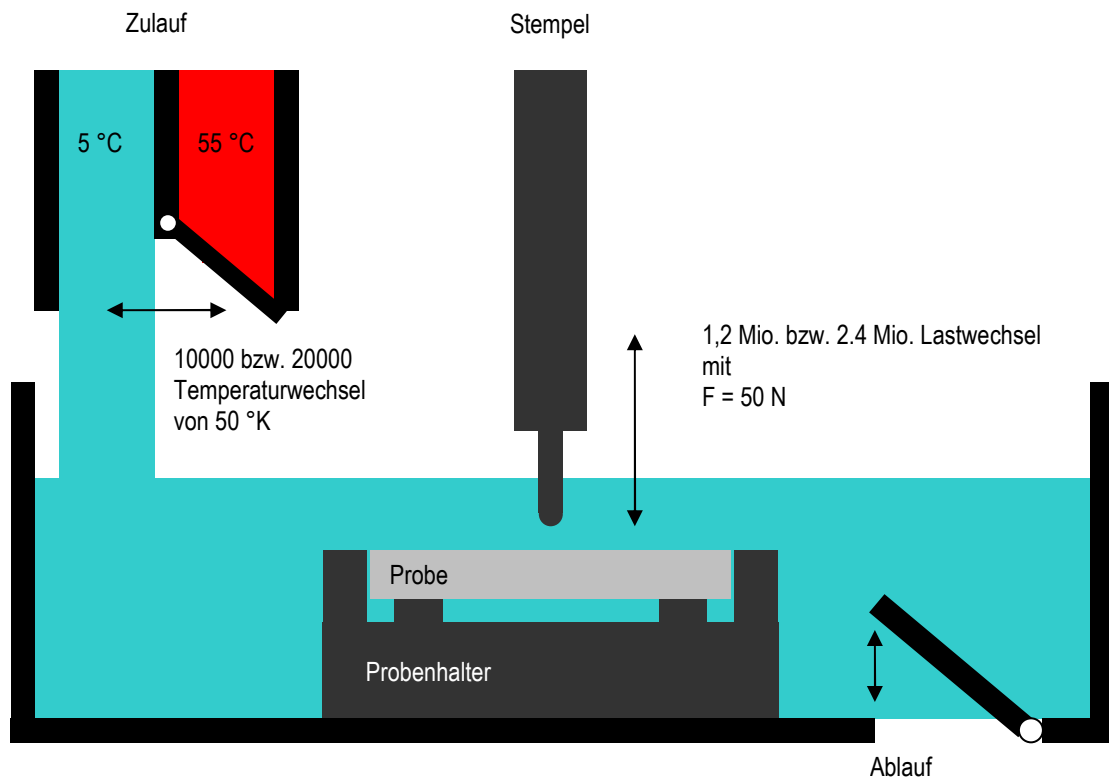
erfolgte analog eine Nachbearbeitung der Probenoberfläche. Durch Erhitzen des Probenträgers wurden die Prüfkörper vom Träger ohne die Gefahr mechanischer Schädigung abgenommen. Wachsreste wurden vom Probenträger und den Zirkoniumdioxidscheiben mit Orange Solvent (Fa. Hager und Werken, D-Duisburg) und 70%-igem Ethanol (Apotheke des Klinikums der Universität München) entfernt. Die Dicke der Zirkoniumdioxidprüfkörper wurde bestimmt und diese erneut auf dem Träger befestigt. Hierbei zeigte die bereits beschliffene Seite auf den Probenteller, so dass nunmehr der Abtrag auf der anderen, bisher unbearbeiteten Seite erfolgte. Mit dem 40 $\mu$ m-Papier wurde die Materialstärke der Prüfkörperscheiben sukzessive reduziert, um die Probenstärke dem Sollwert von 1,3 mm anzunähern. Weil sich die Programmierung der Abramin-Maschine mittels einer auf 0,01 mm geeichten Mikrometerschraube zur Vorgabe des Abtrages in Vorversuchen als zu unzuverlässig erwiesen hatte, wurden die Proben immer wieder vom Probenträger abgenommen und vermessen, bis eine Probendicke von 1,34 mm  $\pm$  0,005 mm erreicht war. Dann wurde das Papier gewechselt und die Scheiben mit dem 20 $\mu$ m-Papier feinbearbeitet. Es resultierten 96 planparallele Prüfkörper der vorgegebenen Dicke von 1,3 mm  $\pm$  0,05 mm. Der Durchmesser der Zirkoniumdioxidscheiben betrug 16 mm.



### 3.3. Künstliche Alterung der Prüfkörper

Die 48 ungefärbten Prüfkörper wurden auf drei Gruppen von je 16 Stück zufällig aufgeteilt: Eine Gruppe sollte keiner künstliche Alterung unterzogen werden, die anderen im Münchener Kausimulator mit einer fiktiven Tragedauer von 5 bzw. 10 Jahren belastet werden. Die Maschine simuliert die Materialbelastung im Mund durch wiederholtes Einleiten mechanischer Kräfte auf die Prüfkörper. Zusätzlich werden die Probenkörper abwechselnd von heißen und kalten Wasser umspült. Eine schematische Darstellung der Maschine zur artifiziellen Alterung gibt Abbildung 16. Der Münchener Kausimulator lässt sich mit 8 Proben bestücken. Die Maschine vollzog in der „5-Jahres-Gruppe“ 1,2 Millionen mechanische Lastwechsel sowie 10000 Temperaturwechsel, in der „10-Jahres-Gruppe“ das Doppelte der vorgenannten Werte [82]. Als Probenhalter dienten Hartkunststoffkörper mit einer kreisrund eingefrästen Vertiefung von 16,5 mm Durchmesser und einer ringartig eingearbeiteten Auflage von 12 mm Außendurchmesser und 2 mm Ringbreite. Die Krafteinleitung auf den Prüfkörper erfolgte in dessen Mitte mittels eines halbrunden Stempels von 6 mm Durchmesser. Der Versuchsaufbau sollte der Belastung beim späteren biaxialen Bruchversuch möglichst entsprechen. Die Belastung erfolgte mit einer Kraft von 50 N, die Temperatur der Wechselmedien wurde mit 55 °C und 5° C festgelegt. Die

künstliche Alterung folgte somit dem sogenannten „Krejci-Protokoll“ [82].



**Abbildung 16:** Schematische Darstellung der Methode zur künstlichen Probenalterung: Thermische Wechsellast wird durch zyklisches Einleiten von kaltem und heißem Wasser erreicht, mechanische Last wird zyklisch über einen Stempel appliziert.

### 3.4. Probenvermessung

Zunächst wurde der Mittelpunkt der Zirkoniumdioxidplättchen bestimmt, an welchem die Prüfkraft einwirken sollte: Jeweils eine Zirkoniumdioxidprobe wurde an einen Rechten Innenwinkel angelegt und die Winkelhalbierende auf der Probe markiert. Die Probe wurde sodann um 90 Winkelgrade gedreht und wiederum die Winkelhalbierende

markiert. Der Schnittpunkt der Winkelhalbierenden markierte damit den Mittelpunkt des Zirkoniumdioxidplättchens (vgl. Abbildung 17 und Abbildung 19). Die Prüfkörper wurden hinsichtlich ihrer Planparallelität überprüft: Dazu wurde die Dicke eines jeden Plättchens an insgesamt neun Stellen mit dem Tasterzirkel vermessen. Die Messpunkte definierten sich wie folgt (vgl. Abbildung 18): Messpunkt 1 war durch den Mittelpunkt des Plättchens vorgegeben. Durch Halbierung der Strecke vom Probenzentrum (Messpunkt 1) zum Schnittpunkt der beiden vorgenannten Linien mit der Außenkontur des Plättchens konnten vier weitere Messpunkte (Messpunkte 2-5) bestimmt werden. Die Schnittpunkte der vorgenannten Linien mit der Außenkontur der Probe wurden dann in gerader Linie verbunden und halbiert, so dass weitere vier, mehr in der Probenperipherie gelegene Meßpunkte resultierten (Meßpunkte 5-9) Alle Markierungen wurden nach dem Vermessen der Plättchendicke entfernt, die kreuzförmige Mittenmarkierung wurde erneut vorgenommen, um unmittelbar noch den Durchmesser der Probe bestimmen zu können und später ein zentriertes Einlegen des Prüfkörpers in die Prüfmaschine zu ermöglichen (s. u.). Der Durchmesser des Plättchens wurde als arithmetisches Mittel aus zwei rechtwinklig aufeinander stehenden Vermessungen der Probe mittels Schublehre angegeben. Ferner wurden die Prüfkörper visuell und durch Rollen auf exakte Rundheit geprüft.

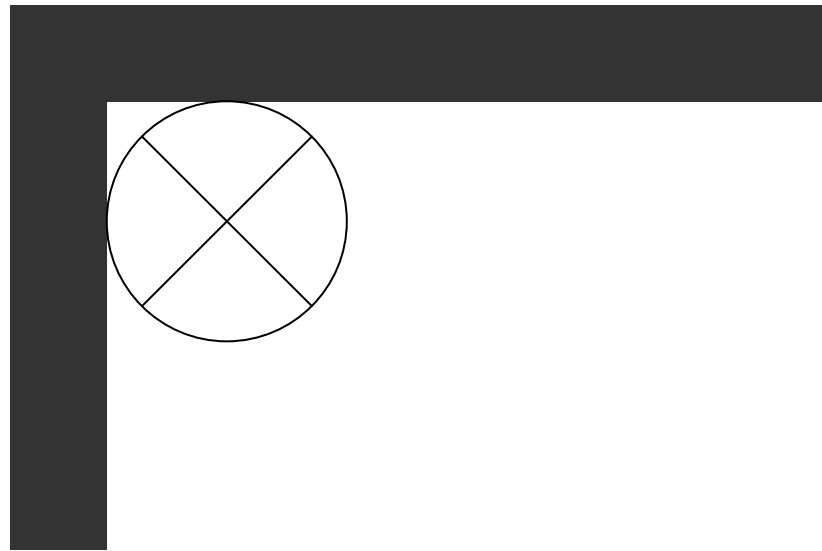


Abbildung 17: Schematische Darstellung der Konstruktion des Probenmittelpunkts: Die Probenscheibe wird an einem Rechten Innenwinkel angelegt und die Winkelhalbierende angezeichnet. Die Probe wird um  $90^\circ$  gedreht und die Winkelhalbierende erneut angezeichnet, so dass der Schnittpunkt den Probenmittelpunkt ergibt.

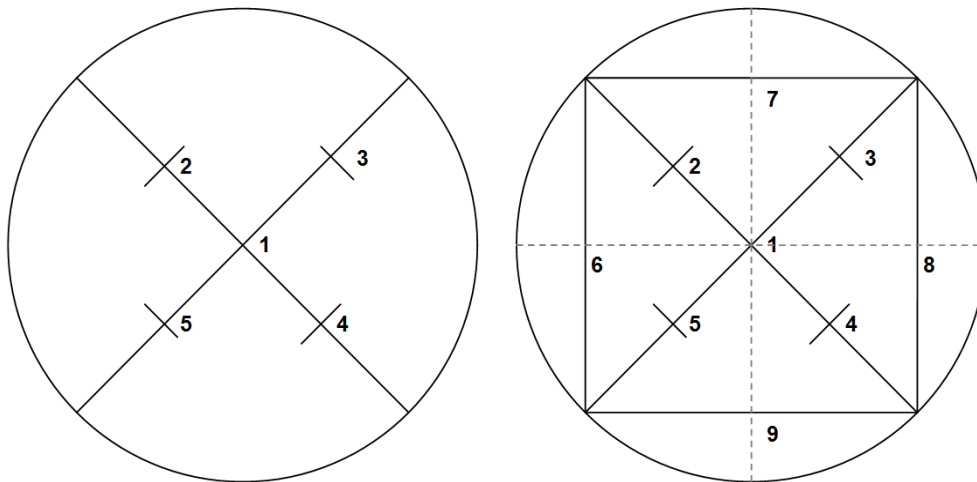
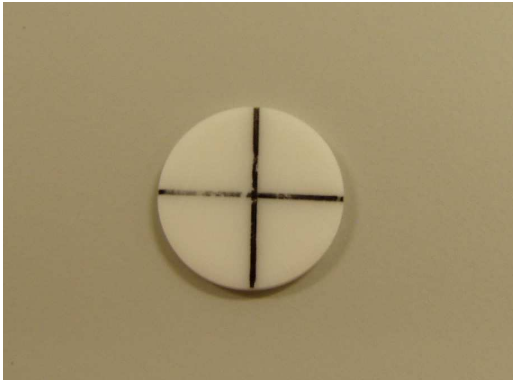


Abbildung 18: Schematische Darstellung der Messpunkt-Konstruktion: Messpunkt 1 ist der Mittelpunkt der Probe. Die Halbierung der Strecke vom Messpunkt 1 zum Schnittpunkt der rechtwinklig aufeinanderstehenden Linien mit der Außenkontur des Plättchens definiert vier weitere Messpunkte (Messpunkte 2-5). Die Schnittpunkte der vorgenannten Linien mit der Außenkontur der Probe werden dann in gerader Linie verbunden und halbiert, so dass weitere vier, mehr in der Probenperipherie gelegene Messpunkte resultieren (Messpunkte 5-9)



**Abbildung 19:** Der Probenmittelpunkt ist durch zwei senkrecht aufeinander stehende Linien markiert, die ein Kreuz bilden.

### 3.5. Biaxiale Biegeprüfung

Die Prüfkörper wurden in der Universalprüfmaschine (Fa. Zwick, D-Ulm) einer biaxialen Belastung bis zum Bruch unterzogen:

Der biaxiale Biegeversuch [81], auch Kolben-auf-drei-Kugeln-Prüfung genannt, wurde in der vorgelegten Studie folgendermaßen praktiziert: Die Zirkoniumdioxidprobe wurde konzentrisch auf drei Stahlkugeln von 3,0 mm Durchmesser platziert, welche in der Form eines gleichseitigen Dreiecks von 12 mm Kantenlänge positioniert waren (Abbildung 20). Ein Stempel von 1,6 mm Durchmesser (Abbildung 21) wurde zentral auf das Probenzentrum ausgerichtet (Abbildung 22). Dazu wurden die vorbeschriebenen Linien (vgl. Abbildung 19) als Peilhilfen benutzt, um aus zwei rechtwinklig aufeinanderstehenden Betrachtungswinkeln das exakte Fluchten des Prüfstempels mit der jeweiligen Linie einzustellen. Die Vorschubgeschwindigkeit des Stempels im Versuch betrug 0,5 mm

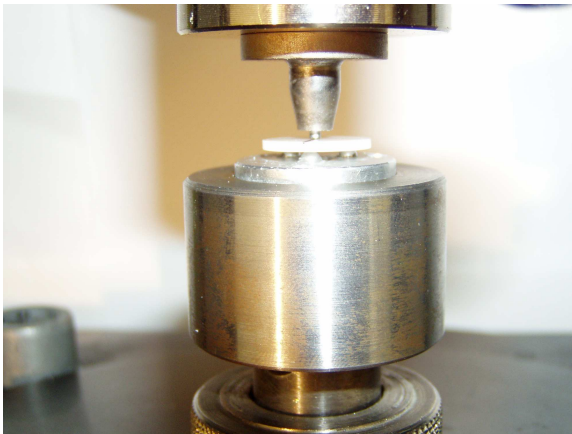
pro Minute. Es wurde darauf geachtet, dass die Prüfkörper, die der Kausimulation unterzogen worden waren, so eingelegt wurden, dass der Stempel der Prüfmaschine auf die Plättchenseite traf, die vom Stempel der Simulationsmaschine getroffen worden war, und nicht auf die Gegenseite. Die Universalprüfmaschine (Abbildung 23) ist an einen Computer angeschlossen, welcher ein Spannungsdehnungsdiagramm aufzeichnet und die Kraft, die zum Bruch führt, dokumentiert. Die Protokolle mit den Bruchlasten wurden ausgedruckt.



**Abbildung 20: Probenträger mit drei Kugeln als Auflage**



**Abbildung 21: Prüfstempel (oben) und Probenauflage (unten)**



**Abbildung 22: Versuchsaufbau unmittelbar vor der Biegeprüfung. Der Prüfstempel ist zentriert auf die Probe ausgerichtet, berührt diese aber noch nicht. Die Probe ruht auf den drei Kugeln.**



Abbildung 23: Universalprüfmaschine

### 3.6. Auswertung

Die Bestimmung der biaxialen Biegefestigkeit erfolgte gemäß der Vorgaben der EN ISO Norm zur Prüfung von Dentalkeramik [81]: Eine deskriptive Statistik wurde erstellt. Die Ergebnisse wurden in Boxplot-Diagrammen grafisch dargestellt. Mögliche Unterschiede in den Bruchmomenten bzw. Biegefestigkeiten zwischen den Gruppen wurden mit dem parameterfreien Test nach Mann-Whitney[83] untersucht. Unter Berücksichtigung der Prüfkörperzahl wurde das Signifikanzniveau für diesen Test mit 5% festgelegt. Ferner wurde der Weibull-Modul  $m$  ausgewiesen. Zur Auswertung wurde das Statistikprogramm SPSS 16.0 (Fa. SPSS Inc., USA-Chicago) benutzt.



---

## 4. Ergebnisse

### 4.1. Prüfkörperherstellung

Nach dem Schneiden der Rohlinge kam es zu keinen ungeplanten Probenausfällen: Alle präparierten Proben konnten planmäßig gesintert, plangeschliffen, und nach der thermomechanischen Wechselbelastung der zerstörenden Materialprüfung im biaxialen Biegeversuch durchgeführt werden.

### 4.2. Deskriptive Übersicht

Die aus den neun Messwerten gemittelte Dicke jedes einzelnen Prüfkörpers, die Zugehörigkeit zu den sechs Untersuchungsgruppen, sein Durchmesser, die Bruchlast beim katastrophalen Versagen der Probe sowie ihre Biegefestigkeit lassen sich den Tabellen im Anhang entnehmen. Außerdem sind dort die arithmetischen Mittelwerte der Bruchlast der Prüfkörper einer jeden Gruppe, die mittlere Festigkeit  $\sigma_0$  und der Weibull-Modul  $m$  dargestellt.

Alle Prüfkörper waren rund mit einer maximalen Abweichung von 0,05 mm. Alle Prüfkörper waren planparallel mit einer maximalen Abweichung von 0,02 mm.

Für die Bruchlast der ungefärbten, nicht gealterten Proben (0w) wurden Werte von 1179 bis 1928 N ermittelt, der Mittelwert betrug 1633 N. Die

---

Prüfkörper wiesen eine Dicke von 1,29 bis 1,32 mm und Durchmesser von 1,60 bis 1,61 cm auf. Die Biegefestigkeit betrug minimal 1133 MPa und maximal 1797 MPa, im Mittelwert 1551 MPa bei einer Standardabweichung von 187 MPa. Die mittlere Festigkeit  $\sigma_0$  der ungefärbten, nicht gealterten Prüfkörper (0w) betrug 1628 MPa, der Weibull-Modul  $m$  11,12.

Die ungefärbten Proben wiesen nach einer künstlichen Alterung entsprechend einer fünfjährigen Inkorporationsdauer (5w) Bruchlasten von 1238 N bis 1868 N auf, bei einem Mittelwert von 1605 N. Die Probendicke lag zwischen 1,29 mm und 1,32 mm, der Durchmesser zwischen 1,60 cm und 1,61 cm. Somit ergab sich eine Biegefestigkeit von 1191 MPa bis 1770 MPa, bei einem Mittelwert von 1526 MPa und einer Standardabweichung von 201 MPa. Die mittlere Festigkeit  $\sigma_0$  dieser Prüfkörper (5w) betrug 1608 MPa, der Weibull-Modul  $m$  10,11.

Die Bruchlast der ungefärbten Proben nach einer 10-Jahres-Kausimulation (10w) betrug im Mittel 1647 N, bei Extremwerten von 1489 N und 1802 N, die Probendicke 1,30 cm bis 1,32 cm und ihr Durchmesser 1,60 cm bis 1,61 cm. Für die Biegefestigkeit errechneten sich Werte von 1432 MPa bis 1681 MPa, im Mittel 1561 MPa bei einer Standardabweichung von 76 MPa. Die mittlere Festigkeit  $\sigma_0$  der nicht gefärbten Prüfkörper nach 10-Jahreskausimulation (10w) betrug 1595 MPa, der Weibull-Modul  $m$  24,59.

---

Für die Bruchlast der gefärbten, nicht gealterten Proben (0g) wurden Werte von 1113 N bis 1866 N ermittelt, der Mittelwert betrug 1504 N. Die Prüfkörper wiesen eine Dicke von 1,30 bis 1,32 mm und Durchmesser von 1,60 bis 1,61 cm auf. Die Biegefestigkeit betrug minimal 1038 MPa und maximal 1766 MPa, im Mittelwert 1419 MPa bei einer Standardabweichung von 231 MPa. Die mittlere Festigkeit  $\sigma_0$  der gefärbten, nicht gealterten Prüfkörper (0g) betrug 1513 MPa, der Weibull-Modul  $m$  7,65.

Die gefärbten Proben wiesen nach einer künstlichen Alterung entsprechend einer fünfjährigen Inkorporationsdauer (5g) Bruchlasten von 1069 N bis 1829 N auf, bei einem Mittelwert von 1536 N. Die Probendicke lag zwischen 1,30 mm und 1,32 mm, der Durchmesser zwischen 1,60 cm und 1,61 cm. Somit ergab sich eine Biegefestigkeit von 1028 MPa bis 1705 MPa, bei einem Mittelwert von 1450 MPa und einer Standardabweichung von 216 MPa. Die mittlere Festigkeit  $\sigma_0$  dieser Prüfkörper (5g) betrug 1537 MPa, der Weibull-Modul  $m$  9,08.

Die Bruchlast der gefärbten Proben nach einer 10-Jahres-Kausimulation (10g) betrug im Mittel 1612 N, bei Extremwerten von 1119 N und 1816 N, die Probendicke 1,30 cm bis 1,32 cm und ihr Durchmesser 1,60 cm bis 1,61 cm. Für die Biegefestigkeit errechneten sich Werte von 1059 MPa bis 1721 MPa, im Mittel 1530 MPa bei einer Standardabweichung von 191

MPa. Die mittlere Festigkeit  $\sigma_0$  der gefärbten Prüfkörper nach 10-Jahreskausimulation (10g) betrug 1602 MPa, der Weibull-Modul m 12,87.

Probengruppe	Biegefestigkeit in MPa					Weibull-Modul m
	Minimum	Maximum	Mittelwert	Standardabweichung	mittlere Festigkeit $\sigma_0$	
Ungefärbt, nicht gealtert (0w)	1133	1797	1551	187	1628	11,12
Ungefärbt, 5 Jahre gealtert (5w)	1191	1770	1526	201	1608	10,11
Ungefärbt, 10 Jahre gealtert (10w)	1432	1681	1561	76	1595	24,59
Gefärbt, nicht gealtert (0g)	1038	1766	1419	231	1513	7,65
Gefärbt, 5 Jahre gealtert (5g)	1028	1705	1450	216	1537	9,08
Gefärbt, 10 Jahre gealtert (10g)	1059	1721	1530	191	1602	12,87

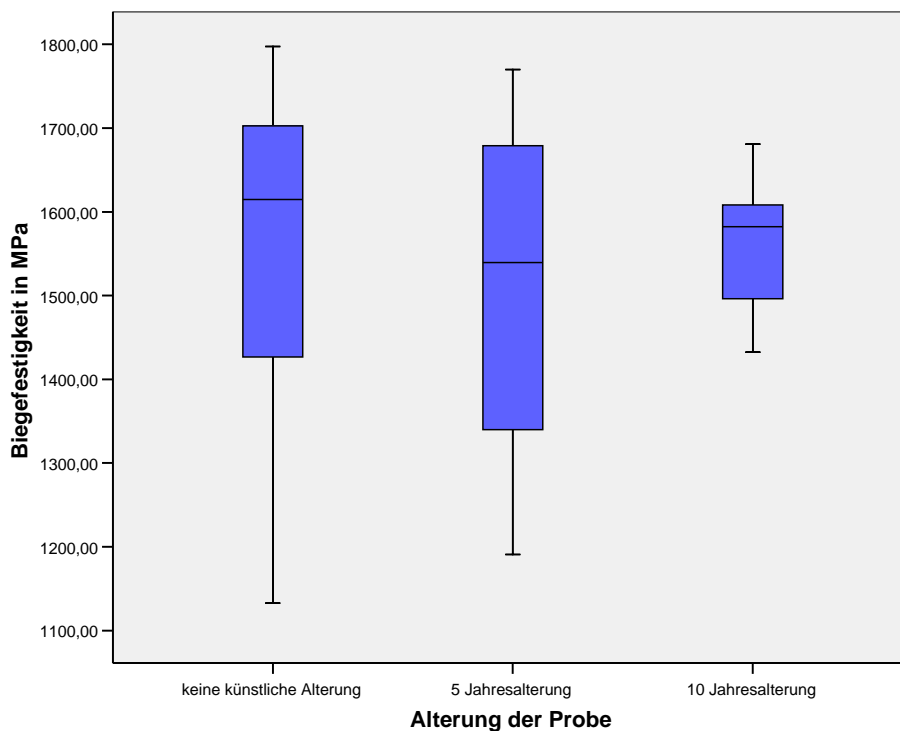
**Tabelle 2: Biegefestigkeit ungefärbter und gefärbter Zirkoniumdioxidprüfkörper ohne Alterung und künstlicher Alterung entsprechend 5- oder 10-jähriger Inkorporation.**

#### 4.3. Einfluss künstlicher Alterung auf die Biegefestigkeit ungefärbten

##### Zirkoniumdioxids

Mittels Mann-Whitney-Test wurden die Werte für die Biegefestigkeiten der verschiedenen Gruppen verglichen: Die exakte Signifikanz nach Mann-Whitney zeigte für den Vergleich ungefärbter, nicht gealterter Proben (Gruppe 0w) mit ungefärbten, 5 Jahre gealterten Proben (Gruppe 5w) einen Wert von  $p = 0,564$ , für den Test ungefärbter, nicht gealterter

Proben (Gruppe 0w) versus 10 Jahre gealterte Proben (Gruppe 10w)  $p = 0,752$ , und für den Vergleich der weißen, nicht gealterten Prüfkörper (Gruppe 0w) mit den weißen, 10 Jahre gealterten Prüfkörpern (Gruppe 10w)  $p = 0,809$ . Es konnte somit kein Nachlassen der Biegefestigkeit ungefärbten Zirkoniumdioxides durch die Kausimulation gezeigt werden. Tendenziell zeigte sich eine Abnahme der Streuung der gemessenen Bruchmomente über die Alterung nach 5 und auch nach 10 Jahren.



**Abbildung 24:** Biegefestigkeit ungefärbter Proben in MPa ohne Alterung und nach Alterung entsprechend fünf und zehn Jahren Inkorporationsdauer. Dargestellt sind Median, Extrema und eine Standardabweichung.

---

#### 4.4. Einfluss künstlicher Alterung auf die Biegefestigkeit gefärbten Zirkoniumdioxids

Im Vergleich zwischen ungealterten Proben aus gefärbten Zirkoniumdioxid (Gruppe 0g) und ebensolchen nach 5-Jahres-Belastung (Gruppe 5g) ergab sich eine exakte Signifikanz nach Mann-Whitney von  $p=0,642$ . Das Ergebnis der Testung der Gruppe 0g (gefärbt, ungealtert) mit der Gruppe 10g (gefärbt, 10 Jahre Kausimulation) war  $p=0,086$ , wobei zu beachten ist, dass der Mittelwert für die Biegefestigkeit in der kaubelasteten Gruppe höher war, als der der unbelasteten Proben. Die exakte Signifikanz im Test der gefärbten Proben nach 5-Jahres-Belastung (Gruppe 5g) und gefärbter Proben nach 10-Jahresbelastung betrug  $p=0,270$ . Ein signifikanter Einfluss der 5-Jahreskausimulation auf die Bruchstabilität gefärbten Zirkoniumdioxids konnte nicht gezeigt werden. Die Bruchstabilität der gefärbten Prüfkörper nach 10-Jahresbelastung war tendenziell höher als die der kürzer oder gar nicht belasteten Proben, diese Tendenz überschritt allerdings nicht das 5-prozentige Signifikanzniveau (0,05). Ferner zeigte sich, wie auch beim ungefärbten Material, eine Abnahme der Streuung der festgestellten Biegefestigkeiten über die Alterung nach 5 und nach 10 Jahren.

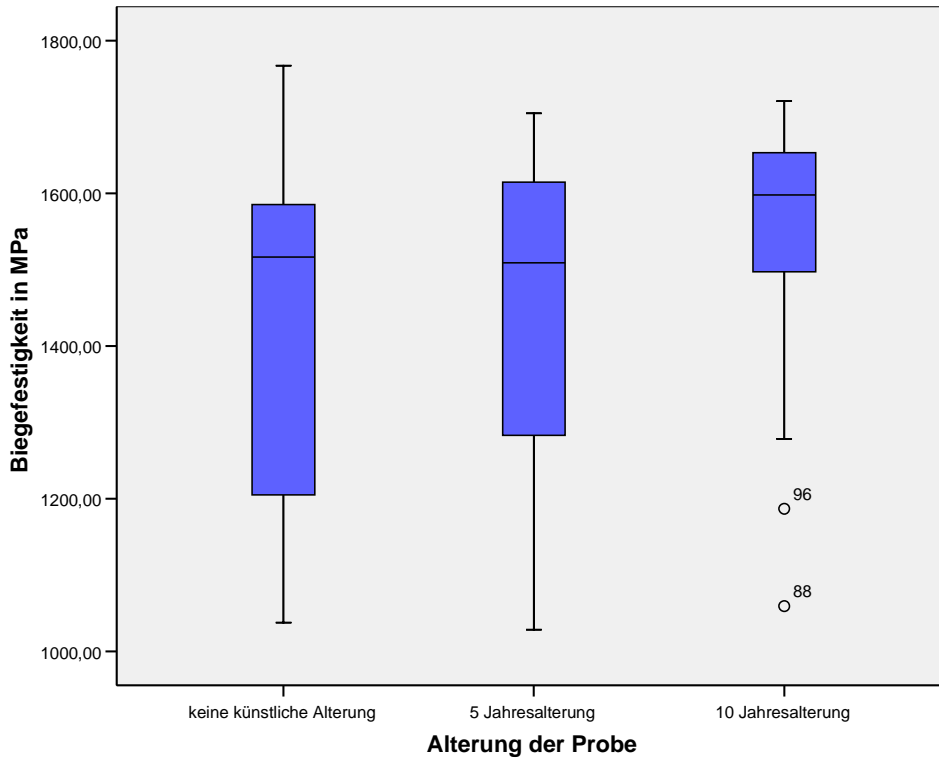


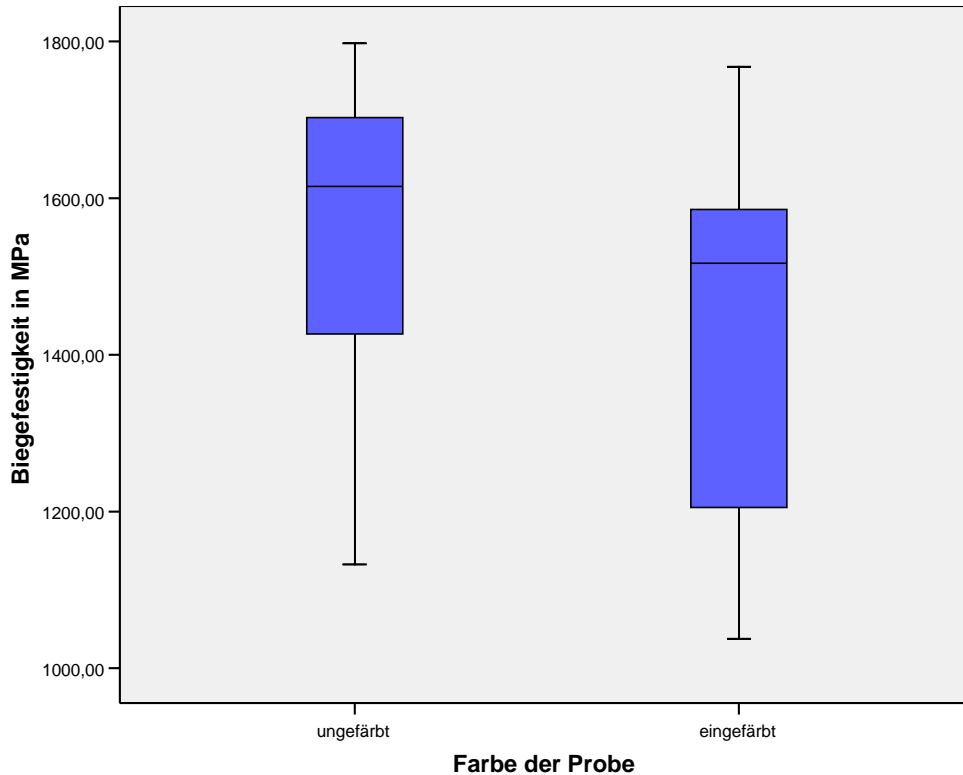
Abbildung 25: Biegefestigkeit gefärbter Proben in MPa ohne Alterung und nach Alterung entsprechend fünf und zehn Jahren Inkorporationsdauer. Dargestellt sind Median, Extrema und eine Standardabweichung.

#### 4.5. Einfluss des Färbens auf die Biegefestigkeit von nicht gealtertem

##### Zirkoniumdioxid

Der Mittelwert der Biegefestigkeit der 16 nicht gefärbten, nicht gealterten Prüfkörper (0w) betrug zwischen 1133 und 1797 MPa bei einem Mittelwert von 1551 MPa und einer Standardabweichung von 187 MPa. Die gefärbten Proben ohne Alterung (0g) wiesen Biegefestigkeiten von 1419 MPa bei Extremwerten von 1038 MPa und 1766 MPa sowie einer

Standardabweichung von 231 MPa auf. Im Mann-Whitney-Test konnte kein statistisch signifikanter Unterschied zwischen den Gruppen festgestellt werden: Tendenziell war die Bruchlast der gefärbten Proben geringer, bei einer exakten Signifikanz von  $p = 0,110$ .



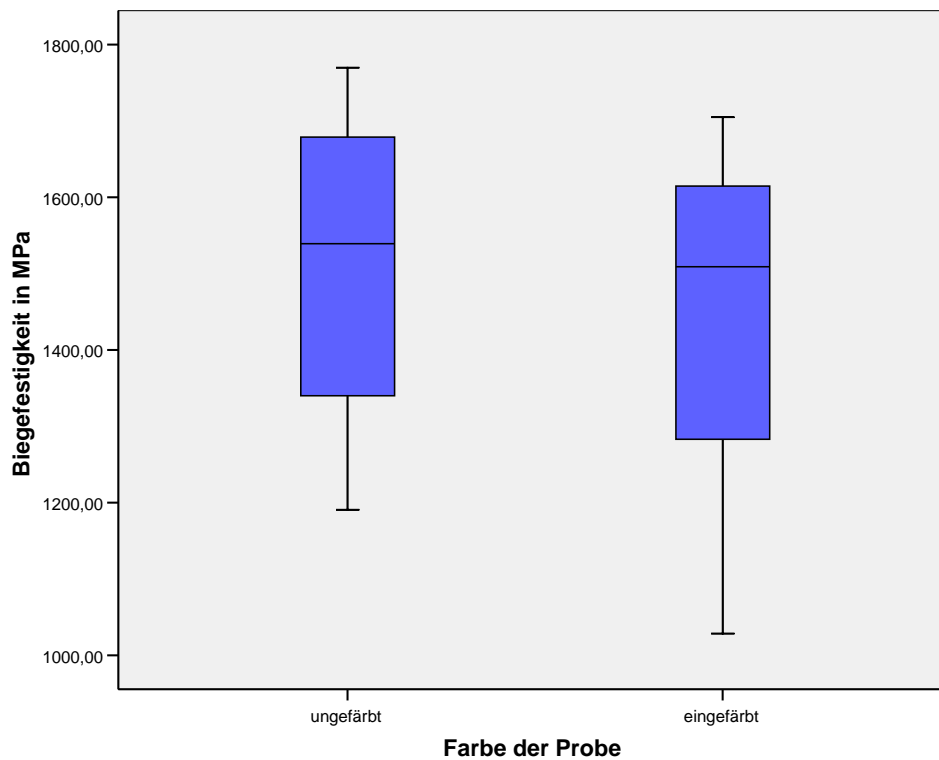
**Abbildung 26: Biegefestigkeit ungefärbter und gefärbter Proben in MPa ohne Kausimulation. Dargestellt sind Median, Extrema und eine Standardabweichung.**

#### 4.6. Einfluss des Färbens auf die Biegefestigkeit von Zirkoniumdioxid nach 5-Jahresbelastung

Ungefärbte Proben, welche der Fünf-Jahres-Kausimulation unterzogen worden waren (5w), zeigten Biegefestigkeiten von 1191 MPa bis 1770



MPa bei einem Mittelwert von 1526 MPa und einer Standardabweichung von 201 MPa. Bei gefärbten Proben nach gleicher künstlicher Alterung betrug die Biegefestigkeit zwischen 1028 MPa und 1705 MPa, im Mittel 1450 MPa bei einer Standardabweichung von 216 MPa. Im Mann-Whitney-U-Test ergab sich eine exakte Signifikanz von  $p=0,445$ . Unterschiede in der Bruchfestigkeit zwischen gefärbten und ungefärbten Zirkonprüfkörpern nach einer Fünf-Jahres-Kausimulation konnten also nicht gezeigt werden.

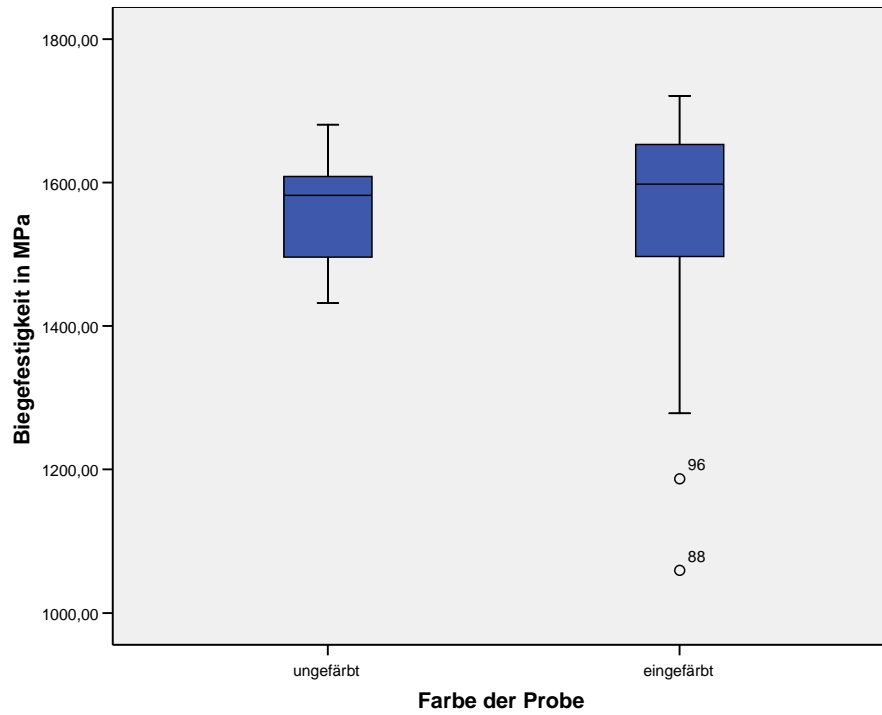


**Abbildung 27: Biegefestigkeit ungefärbter und gefärbter Proben in MPa nach einer Fünf-Jahres-Kausimulation. Dargestellt sind Median, Extrema und eine Standardabweichung.**

---

#### 4.7. Einfluss des Färbens auf die Biegefestigkeit von Zirkoniumdioxid nach 10-Jahresbelastung

Die Proben, die einer künstlichen Alterung entsprechend einer zehnjährigen Inkorporationsdauer unterzogen worden waren, wiesen eine mittlere Biegefestigkeit von 1561 MPa für ungefärbtes Zirkoniumdioxid (10w) und 1530 MPa für gefärbtes Zirkoniumdioxid (10g) auf. Die Extremwerte lagen zwischen 1432 MPa und 1681 MPa für die ungefärbten Prüfkörper (10w) bei einer Standardabweichung von 76 MPa und zwischen 1059 MPa und 1721 MPa bei einer Standardabweichung von 191 MPa für die gefärbten Prüfkörper (10g). Signifikante Unterschiede in der Biegefestigkeit 10 Jahre gealterter Prüfkörper abhängig von der Farbe zeigten sich nicht. Die exakte Signifikanz im Mann-Whitney-U-Test betrug  $p=0,590$ .



**Abbildung 28: Biegefestigkeit ungefärbter und gefärbter Proben in MPa nach einer Zehn-Jahres-Kausimulation. Dargestellt sind Median, Extrema und eine Standardabweichung.**

---

## 5. Diskussion

Ein wichtiger Faktor für den Langzeiterfolg festsitzender prothetischer Restaurationen ist neben der Paßgenauigkeit die mechanische Belastbarkeit und Dauerfestigkeit des gewählten Materials [16]. Die werkstoffkundliche in-vitro-Untersuchung ist daher wünschenswert, ehe neue Materialien in Patientenstudien getestet werden und zur breiten klinischen Anwendung gelangen. Klinische Studien erlauben gute Aussagen, ob Keramiken unter in-vivo-Bedingungen zum Zahnersatz geeignet sind [82, 84], gleichzeitig sind sie schwer standardisierbar, zeitaufwändig und damit teuer [82, 85]

### 5.1. Diskussion von Material und Methode

#### 5.1.1. Diskussion der Art und Herstellung der Prüfkörper

Die Versuche in der vorgelegten Arbeit erfolgten mit Proben dem ISO-Versuch 6872, es handelt sich also um geometrisch sehr einfach geformte Körper. Prothetische Restaurationen unter in-vivo-Bedingungen stellen hingegen komplexe geometrische Gebilde dar. Außerdem ist der Überzug von Gerüstmaterialien mit Verblendwerkstoffen üblich, so dass der weit überwiegende Teil prothetischer Kronen- und Brückenrestaurationen als Verbundsystem eingegliedert wird, was die geometrische und

---

mechanische Komplexität der Werkstücke weiter steigert: Die Festigkeit solcher Verbundsysteme ist im Allgemeinen höher als die der Einzelwerkstoffe [60]. Verblendungen auf Zirkoniumdioxidgerüsten sind allerdings mit der Problematik der Kohäsivfraktur (sog. „Chipping“) behaftet [49], wobei dies in der hier durchgeführten Studie nicht erörtert werden sollte. Für die vorgelegte Studie wurden scheibenartige Prüfkörper gefertigt, um eine fokussierte Untersuchung auf Gerüstmaterialeffekte durchzuführen. Prüfkörper mit kronenähnlicher, der klinischen Applikationsform entsprechender Geometrie entsprechen zwar eher der in-vivo-Anwendung, sind aber schwerer standardisiert herstellbar und prüfbar.

Zum präzisen Schneiden der Zirkoniumdioxidrohlinge mit der Diamantkreissäge war es notwendig, die Rohlinge ausreichend fest in der Einspannvorrichtung der Säge zu fixieren. Um Schäden am Rohling beim Einspannen möglichst zu vermeiden, wurde eine Fixationshilfe befestigt. In Einzelfällen konnte diese Maßnahme jedoch nicht verhindern, dass ein Riss, der sich beim Einspannen in der Fixationshilfe bildete, in den Rohling fortsetzte. Solche Rohlinge wurden nicht weiter bearbeitet. Es ist jedoch nicht auszuschließen, dass andere Rohlinge in ähnlicher Art und Weise beschädigt wurden, ohne dass makroskopisch sichtbare Veränderungen oder gar ein Bruch des Rohlings zu bemerken war. Dies könnte eine mögliche Erklärung für einzelne Ausreißer mit bedeutend

---

geringerer Bruchlast sein. Ein möglicher Verbesserungsansatz dieses Problems könnte darin bestehen, die Gipsschneidhilfe nochmals in einen Hartkunststoff einzubetten, der Spannungsspitzen beim Fixieren in der Schneidmaschine verringern könnte. Die Fixierung muss dennoch starr genug sein, um Vibrationseffekte beim Schneidevorgang nicht entstehen zu lassen, da sonst ein präziser Schnitt nicht mehr möglich ist und sogar eine Beschädigung der Säge droht.

Der Sinterofen ließ eine maximale Beladung mit 30 Proben zu. Das Probenkollektiv musste also auf insgesamt vier Chargen für die Sintervorgänge aufgeteilt werden. Die gefärbten und ungefärbten Prüfkörper wurden randomisiert, bevor sie dem Sinterungsprozess unterworfen wurden. So sollte verhindert werden, dass denkbare Inkonsistenzen zwischen den vier durchgeführten Sinterprozessen systematische Fehler einführen. Kritisch muss angemerkt werden, dass durch dieses Vorgehen gefärbte und ungefärbte Proben gemeinsam gesintert wurden. Es ist denkbar, dass Bestandteile der Färbelösung aus den gefärbten Prüfkörpern beim Erhitzen flüchtig wurden und Veränderungen im Gefüge der ungefärbten Prüfkörper ermöglichten.

Die ISO-Norm [81] schreibt eine Prüfkörperdicke von  $1,2 \pm 0,2$  mm mit einer Planparallelitätstoleranz von  $\pm 0,05$  mm (d. h. maximale Abweichung 0,1 mm) vor.

---

Alle Prüfkörper waren rund mit einer maximalen Abweichung von 0,05 mm im Vergleich der queren Durchmesser. Alle Prüfkörper waren planparallel mit einer maximalen Abweichung von 0,02 mm, so dass die Ansprüche der Prüfungsvorschrift sehr gut erfüllt waren.

#### 5.1.2. Diskussion der Methode zur künstlichen Alterung der Prüfkörper

Materialien zur zahnprothetischen Rehabilitation müssen sich unter den chemischen, mechanischen und thermischen Bedingungen der Mundhöhle bewähren. In-vitro-Studien zur Untersuchung dentaler Werkstoffe sind gut standardisierbar und rasch durchzuführen, können aber die Bandbreite der Einflüsse im klinischen Einsatz nicht komplett abbilden. Trotzdem sind solche Tests Mittel der Wahl, die enorale Lebensdauer dentaler Werkstoffe vor und neben der klinischen Prüfung abzuschätzen [15, 86].

Die in der vorgelegten Studie praktizierte Kausimulation setzte die Probekörper wiederkehrenden mechanischen und thermischen Belastungen sowie der Lagerung im Wasser aus.

Festsitzende dentaltechnische Werkstücke sind täglich etwa 14000 Kontakten beim Mundschluss ausgesetzt [15]. Eine mechanische Wechsellast von 50 N und 1,2 Millionen Zyklen, wie hier durchgeführt,

---

entspricht etwa den mechanischen Effekten einer fünfjährigen Inkorporationsdauer [82, 87-89].

Es ist bekannt, dass sich unter dem Einfluss von Wasser [90-92] und zyklischer Belastung [91] die Stabilität von Dentalkeramiken verringert, allerdings ist dies aufgrund der Löslichkeit der Glasphase vor allem für Silikatkeramiken zutreffend und für das hier geprüfte Oxidmaterial weniger zu erwarten. Trotzdem sollten neue Werkstoffe mit etablierten Methoden geprüft werden, unter denen bereits andere Materialien geprüft wurden, um Vergleiche ziehen zu können [93].

Restaurationsmaterialien thermisch wechselnden Bedingungen zu unterwerfen, ist als Methode zur künstlichen Beschleunigung des Alterungsprozesses zahnärztlicher Werkstoffe dem alleinigen Lagern in Wasser überlegen [94]. Außerdem ist bekannt, dass bei der Nahrungsaufnahme starke lokale Änderungen der Temperatur auftreten können [59], so dass eine thermische Wechsellast auch klinisch relevant erscheint [82, 94].

Die künstliche Alterung durch kombiniert wechselnde thermische und mechanische Last, wie sie hier durchgeführt wurde, wurde 1990 erstmals von Krejci beschrieben [82]. In der Folge wurde eine große Zahl von materialprüfenden Kausimulationen mit diesem oder ähnlichen Protokollen [89] durchgeführt (vgl. auch [95]). Die thermomechanische Wechselprüfung dentaler Werkstoffe ist trotz einer geringen Zahl



---

unmittelbar vergleichbarer Studien als beste Simulation einer klinischen Inkorporation etabliert: Sie wurde und wird breit angewendet in der Prüfung dentaler Keramiken, aber auch Wurzelstiftsysteme, Komposite oder Implantataufbauten werden dieser künstlichen Alterungsmethode unterzogen. In den durchgeführten Untersuchungen kam es bei keinem Prüfkörper zu einem Totalversagen durch Fraktur während der Kausimulation und damit zu keinem unerwarteten Ausfall einer Probe.

### 5.1.3. Diskussion der verwendeten Prüfmethode

Die Biegefestigkeit stellt eine wichtige physikalische Kenngröße keramischer Materialien dar. Im Gegensatz zu Metallen, die nach Überschreitung der Elastizitätsgrenze plastischer Verformung unterliegen, frakturieren Keramiken in diesem Falle in toto. Sowohl in vitro als auch in vivo sowie in Finite-Element-Studien zeigen sich Ausgangsstellen für Frakturen dentaler Restaurationen regelmäßig an der der Lasteinwirkung gegenüberliegenden Seite, da dort die größten Zugspannungen auftreten [96-100]. Die hier durchgeführte Biegefestigkeitsprüfung ist daher als eine sinnvolle Testmethode zur Eigenschaftsbestimmung des untersuchten Materials zu bewerten. Alternative Tests wären der Dreipunkt- oder der Vierpunktbiegeversuch, bei denen stäbchenförmige Proben über eine bzw. zwei Auflagen gebrochen werden. Diese Verfahren sind allerdings sehr

---

anfällig für kleinste Kantenfehler an den Prüfkörpern, die aufgrund des spröden Materials herstellungsbedingt nicht völlig vermeidbar sind [16, 80]. Die Interpretation der mit verschiedenen Biegeversuchsmethoden ermittelten Ergebnisse ist schwierig, da sie kaum untereinander vergleichbar sind [98, 101].

## 5.2. Ergebnisdiskussion

Die durchgeführte Studie sollte die Biegefestigkeit gefärbten und nicht gefärbten weißkörperbearbeiteten Yttrium-verstärkten Zirkoniumdioxids unter dem Einfluss künstlicher Alterung untersuchen. Dies ist von Wichtigkeit bei der Herstellung von modernem vollkeramischem festsitzendem Zahnersatz.

Um die Ergebnisse der vorgelegten Untersuchung mit anderen Studien vergleichen zu können, sollten auch die Weibullmodule berechnet werden.

Yttrium-stabilisiertes Zirkoniumdioxid ist hinsichtlich seiner Biegefestigkeit allen anderen dentalkeramischen Werkstoffen überlegen [41]. Die vorgelegte Untersuchung untermauert diese Erkenntnis: Der Mittelwert der Biegefestigkeit betrug für ungefärbte Proben mit und ohne künstliche Alterung jeweils über 1500 MPa, alle Biegefestigkeitswerte

---

lagen über 1000 MPa. Diese Werte sind mit anderen Untersuchungen vergleichbar [14, 18, 41, 50, 102] und erscheinen ausreichend für die Verwendung als Gerüstmaterial auch im stark belasteten Molarenbereich. Die erhobenen Daten konnten ferner einen denkbaren schädlichen Einfluss des Färbens auf Stabilität und Langzeitstabilität des Werkstoffes nicht belegen: Die Biegefestigkeit der Prüfkörper betrug jeweils mehr als 1000 MPa, bei Mittelwerten von über 1400 MPa.

Wie allgemein in der Werkstoffprüfung keramischer Materialien, zeigte sich auch in der vorgelegten Untersuchung eine starke Streuung der gemessenen Biegefestigkeiten. Der Weibull-Modul  $m$  kann ausgewiesen werden, um die Zuverlässigkeit eines Materials zu beschreiben: Versagen allen Materialproben eines Werkstoffes bei einer ähnlich großen Belastung, so weist dieses Material einen hohen Weibull-Modul auf. Im theoretischen Extremfall, dass die Biegefestigkeit aller Prüfkörper gleich wäre, resultierte ein unendlich großer Weibull-Modul. Ein niedriger Weibull-Modul weist aus, dass das Materialversagen einer Reihe von Prüfkörpern in einem mehr oder weniger großen Bereich gestreut liegt, das heißt, das Material ist unzuverlässig. Für keramische Werkstoffe werden Weibull-Module von 10 bis 20 angegeben.

Die zuverlässige Bestimmung des Weibull-Modul ist aber sehr von der Menge der Prüfkörper  $n$  abhängig, so dass eine Mindestprüfkörperzahl von  $n=30$  gefordert ist [103, 104]. Dies führt zu einer ausreichend hohen

---

Wahrscheinlichkeit, auch Prüfkörper mit hohem Fehleranteil und daher geringer Biegefestigkeit im Probenkollektiv zu bekommen. Die in der durchgeführten Studie vorliegende Prüfkörperzahl von 16 je Gruppe kann daher dafür verantwortlich zeichnen, dass trotz vergleichbarer Mittelwerte der Biegefestigkeiten und der mittleren Festigkeiten  $\sigma_0$  die Standardabweichungen und Weibull-Module unterschiedlich erscheinen: Dies ist besonders auffällig bei der Gruppe der ungefärbten, 10 Jahre gealterten Proben, wo sich ein Weibull-Modul von 24,59 errechnet. Bei genauerer Betrachtung der Daten fällt in dieser Gruppe auf, dass, im Gegensatz zu allen anderen fünf Gruppen, ein typischer „Ausreißer“, eine Probe mit bedeutend geringerer Biegefestigkeit, fehlt. Die Biegefestigkeiten variieren mit nur geringer Standardabweichung um einen Mittelwert, der mit denen der anderen Gruppen vergleichbar ist. Eine höhere Prüfkörperzahl  $n$  erhöht auch die Wahrscheinlichkeit eines solchen „Ausreißers“, der die Weibull-Statistik maßgeblich beeinflusst: Postuliert man einen typischen „Ausreißer“ mit einer Festigkeit von ca. 1050 MPa, erscheint auch ein mit den anderen Gruppen vergleichbares Weibull-Modul.

Interessanterweise zeigte sich sowohl für gefärbtes, als auch für ungefärbtes Material eine Abnahme der Streuung der Biegefestigkeiten in Abhängigkeit von der Dauer der Kausimulation. Als Erklärung erscheint diskutabel, dass es durch die Kausimulation zu einer relevanten  $t \rightarrow m$ -

---

Phasenverschiebung mit Veränderung der Rissgrößenverteilung kommt und so das Material einheitlicher wird, was sich rechnerisch in dem größeren Weibull-Modul  $m$  ausdrückt.

Ferner war die Bruchstabilität der gefärbten Prüfkörper nach 10-Jahresbelastung tendenziell höher als die der kürzer oder gar nicht belasteten Proben, diese Tendenz überschritt allerdings nicht das 5-prozentige Signifikanzniveau (0,05). Als mögliche Erklärung für solche Phänomene wurde vorgeschlagen, dass die Färbelösung, die zum Teil aus Metalloxiden besteht, Diffusionsgradienten in der Keramik schaffen könnte, die das Material unter Vorspannung setzen und so widerstandsfähiger machen [37]. Allerdings soll bekräftigt werden, dass die beschriebene Tendenz das präsumtive Signifikanzniveau von 5 % nicht überschritt.

### 5.3. Schlussfolgerung und Ausblick

Aus der vorgelegten Untersuchung lässt sich der Schluss ziehen, dass Zirkoniumdioxid vor und nach künstlicher Alterung eine so hohe Biegefestigkeit aufweist, dass es als Gerüstmaterial auch im stark belasteten Molarenbereich geeignet erscheint. Das Einfärben von Zirkoniumdioxid vor dem Sinterprozess zeigte keine schädlichen Einflüsse auf die Biegefestigkeit und Langzeitstabilität des Endmaterials.

Die bessere ästhetische Gestaltung von Zirkoniumdioxidrestorationen erscheint daher risikolos möglich. Das Langzeitverhalten von Yttrium-verstärktem Zirkoniumdioxid unter dem Einfluss der klinisch regelmäßig indizierten Verblendung des Materials und dem Einfluss klinisch relevanter geometrischer Formen sollte in weiteren Untersuchungen studiert werden.

## 6. Zusammenfassung

Titel: Einfärben und Langzeitkausimulation beeinträchtigt die Biegefestigkeit von Yttrium-verstärkten Zirkoniumdioxid (Y-TZP) nicht.

Fragestellung: Zirkoniumdioxid ist ein Werkstoff mit zunehmender Bedeutung in der prothetischen Zahnheilkunde. Seine Grundfarbe ist rein weiß, kann aber durch Färben der natürlichen Zahnfarbe ähnlicher gestaltet werden, was aus ästhetischen Gründen wünschenswert ist. In der vorliegenden Arbeit sollte erstens der Frage nachgegangen werden, welche Biegefestigkeit und Dauerbiegefestigkeit Zirkoniumdioxid und gefärbtes Zirkoniumdioxid unter In-vitro-Bedingungen aufweist und zweitens, ob das Färben von Zirkoniumdioxid möglicherweise einen Einfluss auf die Biegefestigkeit und Dauerbiegefestigkeit hat.

Material und Methode: 96 Gefärbte und ungefärbte Prüfkörper aus Yttrium-verstärkten Zirkoniumdioxid („KaVo Everest ® ZS-Blank“) wurden hergestellt, die entweder keiner, oder simulierter 5- oder 10-jähriger Kaubelastung im Münchner Kausimulator unterzogen wurden. Die Biegefestigkeit der Proben wurde anschließend mit dem biaxialen Bruchversuch ermittelt. Mögliche Unterschiede der Biegefestigkeit wurden mit dem Mann-Whitney-Test für Rangsummen untersucht. Ferner wurde die mittlere Festigkeit  $\sigma_0$  und der Weibull-Modul  $m$  bestimmt.

Ergebnisse: Der Mittelwert der Biegefestigkeit betrug in allen Gruppen über 1400 MPa, die minimale festgestellte Biegefestigkeit einer einzelnen Probe betrug 1028 MPa. Künstliche Alterung entsprechend 5-jähriger oder 10-jähriger oraler Inkorporation hatte keinen signifikanten Einfluss auf die Biegefestigkeit ungefärbter und gefärbter Proben. Gefärbte Proben wiesen auch nach Dauerbelastung eine gegenüber ungefärbten Proben nicht signifikant veränderte Bruchstabilität auf.

Diskussion: Die Untersuchung zeigt unter In-vitro-Bedingungen, dass Zirkoniumdioxid ein stabiler und dauerstabiler Werkstoff ist, der ohne Verlust von Biegefestigkeit und Dauerbiegefestigkeit zahnfarben gefärbt werden kann. Die festgestellten Bruchlastwerte übersteigen Angaben zum maximal möglichen Kaudruck. Weitere Untersuchungen hinsichtlich des Einflusses der klinisch regelmäßig indizierten Verblendung des Materials und des Einflusses klinisch relevanter geometrischer Formen sind erstrebenswert.

## 7. Literatur

1. Beuer, F., *Zirkonoxid – ein Werkstoff für jede zahnärztliche Praxis?* BZB, 2003. 07-08: p. 39-41.
2. Beuer, F., et al., *Biegefestigkeit von unterschiedlich bearbeitetem Zirkonoxid.* Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift, 2006. 61(3): p. 155-157.
3. Bächle, M., et al., *Behavior of CAL72 osteoblast-like cells cultured on zirconia ceramics with different surface topographies Initial osteoblast-like cell response to pure titanium and zirconia/alumina ceramics.* Clin Oral Implants Res, 2007. 18(1): p. 53-9.
4. Ko, H.C., et al., *Initial osteoblast-like cell response to pure titanium and zirconia/alumina ceramics.* Dent Mater, 2007. 23(11): p. 1349-55.
5. Warashina, H., et al., *Biological reaction to alumina, zirconia, titanium and polyethylene particles implanted onto murine calvaria.* Biomaterials, 2003. 24(21): p. 3655-61.
6. Chan, C. and H. Weber, *Plaque retention on teeth restored with full-ceramic crowns: a comparative study.* J Prosthet Dent., 1986. 56(6): p. 666-71.
7. Nyamaa, I., *Untersuchungen zur In situ-Plaquanlagerung an Füllungswerkstoffen.* 2005, Med. Diss., LMU München.
8. Hahnel, S., et al., *Surface characterization of dental ceramics and initial streptococcal adhesion in vitro.* Dent Mater, 2009. 25(8): p. 969-75.
9. Rosentritt, M., et al., *In vitro adherence of oral streptococci to zirconia core and veneering glass-ceramics.* J Biomed Mater Res B Appl Biomater, 2009.
10. Rech, H., *Keramische Prothetik.* 1927, Berlin: Meusser.
11. Claus, H., *Vita In-Ceram, ein neues Verfahren zur Herstellung oxidkeramischer Gerüste für Kronen und Brücken. Quintessenz der Zahntechnik.* 1990. 16,35.
12. Beuer, F., et al., *Marginale und innere Passung von CAM-gefrästen Zirkonoxid-Einzelkronengerüsten bei unterschiedlichen Präparationswinkeln.* Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift, 2003. 58: p. 517-521.
13. Beuer, F., et al., *Flexural Strength of Coloured and Aged Zirconia.* Abstract no. 0113, CED Istanbul 2004, 2004.
14. Filser, F., et al., *Vollkeramischer Zahnersatz im Seitenzahnbereich.* Quintessenz der Zahntechnik, 2002. 28(48).
15. Geis-Gerstorfer, J. and P. Fäßler, *Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten der Dentalkeramiken Zirkonoxid-TZP und In-Ceram.* Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift, 1999. 54: p. 692-694.



16. Geis-Gerstorfer and P. Kanjantra, *Zum Einfluß der Prüfmethode auf die Biegefestigkeit von IPS-Empress und In-Ceram*. Dtsch Zahnärztl Z, 1992. 47(9): p. 618-21.
17. Luthardt, R., et al., *Kronen aus Hochleistungskeramik. Zirkonoxid-Keramik, ein neuer Werkstoff in der Kronenprothetik*. Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift, 1998. 53: p. 280.
18. Marx, R., et al., *Rissparameter und Weibullmodule: Unterkritisches Rißwachstum und Langzeitfestigkeit vollkeramischer Materialien*. Deutsche Zahnärztliche Zeitschrift, 2001. 56: p. 90-98.
19. Tinschert, J., et al., *Marginal fit of alumina-and zirconia-based fixed partial dentures produced by a CAD/CAM system*. Oper Dent, 2001. 26(4): p. 367-74.
20. Beuer, F., et al., *Precision of fit: zirconia three-unit fixed dental prostheses*. Clin Oral Investig, 2008.
21. Vigolo, P. and F. Fonzi, *An in vitro evaluation of fit of zirconium-oxide-based ceramic four-unit fixed partial dentures, generated with three different CAD/CAM systems, before and after porcelain firing cycles and after glaze cycles*. J Prosthodont, 2008. 17(8): p. 621-6.
22. Beuer, F., et al., *Marginal and internal fits of fixed dental prostheses zirconia retainers*. Dent Mater, 2009. 25(1): p. 94-102.
23. Att, W., et al., *Marginal adaptation of three different zirconium dioxide three-unit fixed dental prostheses*. J Prosthet Dent, 2009. 101(4): p. 239-47.
24. Gonzalo, E., et al., *Marginal fit of Zirconia posterior fixed partial dentures*. Int J Prosthodont, 2008. 21(5): p. 398-9.
25. Kohorst, P., et al., *Marginal accuracy of four-unit zirconia fixed dental prostheses fabricated using different computer-aided design/computer-aided manufacturing systems*. Eur J Oral Sci, 2009. 117(3): p. 319-25.
26. Reich, S., et al., *Clinical fit of all-ceramic three-unit fixed partial dentures, generated with three different CAD/CAM systems*. Eur J Oral Sci, 2005. 113(2): p. 174-9.
27. Reich, S., et al., *Clinical fit of four-unit zirconia posterior fixed dental prostheses*. Eur J Oral Sci, 2008. 116(6): p. 579-84.
28. Wettstein, F., et al., *Clinical study of the internal gaps of zirconia and metal frameworks for fixed partial dentures*. Eur J Oral Sci, 2008. 116(3): p. 272-9.
29. Beuer, F., P. Neumeier, and M. Naumann, *Marginal fit of 14-unit zirconia fixed dental prosthesis retainers*. J Oral Rehabil, 2009. 36(2): p. 142-9.

30. Vult von Steyern, P., *All-ceramic fixed partial dentures. Studies on aluminum oxide- and zirconium dioxide-based ceramic systems.* Swed Dent J 2005. (173): p. 1-69.
31. Beuer, F., et al., *Three-year clinical prospective evaluation of zirconia-based posterior fixed dental prostheses (FDPs).* Clin Oral Investig, 2009.
32. Molin, M.K. and S.L. Karlsson, *Five-year clinical prospective evaluation of zirconia-based Denzir 3-unit FPDs.* Int J Prosthodont, 2008. 21(3): p. 223-7.
33. Sailer, I., et al., *Prospective clinical study of zirconia posterior fixed partial dentures: 3-year follow-up.* Quintessence Int 2006. 37(9): p. 685-93.
34. Sailer, I., et al., *Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures.* Int J Prosthodont, 2007. 20(4): p. 383-8.
35. Manicone, P.F., P. Rossi Iommetti, and L. Raffaelli, *An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications.* J Dent, 2007. 35(11): p. 819-26.
36. Chevalier, J., *What future for zirconia as a biomaterial?* Biomaterials, 2006. 27(4): p. 535-43.
37. Erdelt, K.-J., Beuer, F., Schweiger, J., Eichberger, M., Gernet, W., *Die Biegefestigkeit von weißkörper-gefrästem Zirkonoxid.* Quintessenz Zahntech, 2004. 30, 9: p. 942-954.
38. Devigus, A. and G. Lombardi, *Shading Vita YZ substructures: influence on value and chroma, part I.* Int J Comput Dent, 2004. 7(3): p. 293-301.
39. Devigus, A. and G. Lombardi, *Shading Vita In-ceram YZ substructures: influence on value and chroma, part II.* Int J Comput Dent, 2004. 7(4): p. 379-88.
40. Hjerpe, J., et al., *Effect of shading the zirconia framework on biaxial strength and surface microhardness.* Acta Odontol Scand, 2008. 66(5): p. 262-7.
41. Pittayachawan, P., et al., *The biaxial flexural strength and fatigue property of Lava Y-TZP dental ceramic.* Dent Mater, 2007. 23(8): p. 1018-29.
42. Caesar, H.H. and S. Ernst, *Die Nichtmetalle.* 2007: Verlag Neuer Merkur GmbH.
43. Munz D., F.T., *Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe.* 1989, Berlin: Springer- Verlag.
44. Kunzelmann K.H., K.M., Pospiech P. , Mehl A. , Frankenberger R., Reiss B., Wiedhahn K. , *Vollkeramik auf einen Blick.* 2.Auflage ed. 2006, Ettlingen: AG-Keramik.

45. Natt, G.T., J. , *Oxidkeramiken und CAD/cam-Technologien: Atlas für Klinik, Labortechnik und Werkstoffkunde*. 2007: Deutscher Ärzteverlag.
46. Eichner, K. and H.F. Kappert, *Zahnärztliche Werkstoffkunde und ihre Verarbeitung*. 1996, Heidelberg: Hüthing Verlag.
47. Marx, R. and M. Weber, *Vollkeramische Kronen- und Brückenmaterialien*. 3. ed. 2000, Aachen.
48. Tinschert J., N.G., Spiekermann H, *Aktuelle Standortbestimmung von Dentalkeramiken*. dental-praxis, 2001(9/10): p. 293-309.
49. Beuer, F., et al., *High-strength CAD/CAM-fabricated veneering material sintered to zirconia copings--a new fabrication mode for all-ceramic restorations*. Dent Mater, 2009. 25(1): p. 121-8.
50. Baltzer, A.K.-J., V. , *Die Belastbarkeiten von VITA In-Ceram*. Quintessenz Zahntech, 2003. 29: p. 1318-1342.
51. McLean, J.W. and T.H. Hughes, *The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides*. Br Dent J, 1965(119): p. 251ff.
52. Epple, M., *Biomaterialien und Biomineralisation 2003*: Vieweg+Teubner
53. Körber, K.L., K., *Maximale Kaukraft als Berechnungsfaktor zahntechnischer Konstruktionen*. dental labor, 1983. 31(55).
54. Kappert, H.F.K., H., *In-Ceram auf dem Prüfstand*. Quintessenz Zahntech, 1990(16): p. 980-1002.
55. Schwickerath, H., *Kaukraft - Kaudruck - Belastbarkeit*. Dtsch Zahnärztl Z 1976: p. 680ff.
56. Schwickerath, H., *Zur Beurteilung der Belastbarkeit von metallkeramischen Restaurationen*. Zahnärztliche Welt, 1985.
57. Schwickerath, H., *Vollkeramische Brückengerüste aus Kern- oder Hartkernmassen*. dental labor, 1988(9): p. 1081 -3.
58. Gnan, C., *Die Symbiose von Metall und Keramik*. Quintessenz Zahntech 2009. 35(8): p. 975f.
59. Rinke, S.M., G.; Jahn, L.; Hüls, A., *Qualitätsbeurteilung von kopiergefrästen vollkeramischen Kronengerüsten (Celay/In-Ceram)*. Schweiz Monatsschr Zahnmed 1994. 104: p. 1495-9.
60. Gehre, G., *Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung Band 1: Grundlagen und Verarbeitung*. 2005, Stuttgart, New York: Georg Thieme Verlag.
61. Ruff, O., F. Ebert, and E. Stephen, *Beiträge zur Keramik hochfeuerfester Stoffe II. Das System ZrO<sub>2</sub>-CaO*. Z anorg Chemie, 1929. 180(1): p. 215-224.
62. Garvie, R.C. and N.P. S., *Structure and thermodynamic properties of partially stabilized zirconia in the CaO-ZrO<sub>2</sub> system*. J AmerCeram Soc, 1972. 55: p. 152-7.

63. Garvie, R.C., R.H. Hannink, and R.T. Pascoe, *Ceramic steel?* Nature, 1975. 258: p. 703-4.
64. Rösler, J.B., Martin und Harders, Harald, *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*. 2006, Wiesbaden: B. G. Teubner Verlag / GWV Fachverlage GmbH.
65. Butler, E.P., *Transformation toughened zirconia ceramics*. Mat Sci Tech, 1985: p. 417-432.
66. Piconi, C. and G. Maccauro, *Zirconia as a ceramic biomaterial*. Biomaterials, 1999. 20(1): p. 1-25.
67. Michalowsky, L., *Neue keramische Werkstoffe*. 1994, Leipzig: Deutscher Verlag für Grundstoff-Industrie.
68. Schweiger, M., *Zirkoniumdioxid, hochfeste und bruchzähe Strukturkeramik*. Ästhetische Zahnmedizin, 2004. 5: p. 248-257.
69. Josset, Y., et al., *In vitro reactions of human osteoblasts in culture with zirconia and alumina ceramics*. J Biomed Mater Res, 1999. 47(4): p. 481-93.
70. Satoh, Y. and S. Niwa, *Tissue-biomaterial interface characteristics of zirconia ceramics*. Bioceramics, Rose-Hulman Institute of Technology Publ., ed. H.S. Hulbert JE. 1990, Terre Haute, IN, USA. 101-8.
71. Covacci, V., et al., *In vitro evaluation of the mutagenic and carcinogenic power of high purity zirconia ceramic*. Biomaterials, 1999. 20(4): p. 371-6.
72. Raffaelli, L., et al., *Growth, viability, adhesion potential, and fibronectin expression in fibroblasts cultured on zirconia or feldspatic ceramics in vitro*. J Biomed Mater Res A, 2008. 86(4): p. 959-68.
73. Helmer, J.D. and T.D. Driskell. *Research on bioceramics*. in *Symp. on use of ceramics as surgical implants*. 1969. South Carolina, USA: Clemson University.
74. Hulbert, S.F., S.J. Morrison, and J.J. Klavitter, *Tissue reaction to three ceramics of porous and non-porous structures*. J Biomed Mater Res, 1972. 6: p. 347-74.
75. Ishikawa-Nagai, S., et al., *Clinical evaluation of perceptibility of color differences between natural teeth and all-ceramic crowns*. J Dent, 2009. 37 Suppl 1: p. e57-63.
76. Tinschert J., N.G., Hassenpflug, S., Spiekermann H, *Status of current CAD/CAM technology in dental medicine*. Int J Comput Dent, 2004. 7: p. 25-45.
77. Kappert, H.F., *Zur Festigkeit von Dentalkeramiken*. Zahnärztliche Mitteilungen, 2003(7): p. 42ff.
78. Knode, H., *Verarbeitung und Indikation des In-Ceram-Keramiksysteams*, in *Universität Freiburg*. 1990.

79. Strietzel, R., *Die Werkstoffkunde der Metall-Keramik-Systeme*. 2005: Verlag Neuer Merkur GmbH.
80. Anusavice, K.J., K. Kakar, and N. Ferree, *Which mechanical and physical testing methods are relevant for predicting the clinical performance of ceramic-based dental prostheses?* Clin Oral Implants Res, 2007. 18 Suppl 3: p. 218-31.
81. ISO-Institut, *International Organization for Standardization (Internationale Organisation für Normung, ISO): Dentalkeramik (ISO 6872:1995 einschließlich Änderung 1:1997); Deutsche Fassung EN ISO 6872:1998*. 1998.
82. Krejci, I. and F. Lutz, *In-vitro-Testverfahren zur Evaluation dentaler Restaurationssysteme. Korrelation mit In-vivo-Resultaten*. Schweiz Monatsschr Zahnmed, 1990. 100(12): p. 1445-9.
83. Bortz, J., *Statistik für Human- und Sozialwissenschaftler*. 2005: Springer.
84. Roulet, J.F., *Werkstoffkundliche Parameter und ihre Auswirkungen auf die Klinik*. Dtsch Zahnärztl Z, 1988. 43(8): p. 887-92.
85. Kern, M., et al., *Qualitative Beurteilung der Randbereiche von Adhäsivbrücken über 60 Monate*. Dtsch Zahnärztl Z, 1989. 44(11): p. 888-90.
86. Schwickerath, H., *Dauerfestigkeit von Keramik*. Dtsch Zahnärztl Z, 1986. 41: p. 264-6.
87. DeLong, R., et al., *The wear of dental amalgam in an artificial mouth: a clinical correlation*. Dent Mater, 1985. 1(6): p. 238-42.
88. Sakaguchi, R.L., et al., *The wear of a posterior composite in an artificial mouth: a clinical correlation*. Dent Mater, 1986. 2(6): p. 235-40.
89. Kern, M., J.R. Strub, and X.Y. Lu, *Wear of composite resin veneering materials in a dual-axis chewing simulator*. J Oral Rehabil, 1999. 26(5): p. 372-8.
90. Kappert, H.F., H. Knode, and R. Schultheiss, *Festigkeitsverhalten der In-Ceram-Keramik bei mechanischer und thermischer Wechsellast im Kunstspeichel*. Dtsch Zahnärztl Z, 1991. 46(2): p. 129-31.
91. Ohya, T., M. Yoshinari, and Y. Oda, *Effects of cyclic loading on the strength of all-ceramic materials*. Int J Prosthodont, 1999. 12: p. 28-37.
92. Drummond, J.L., et al., *Mechanical property evaluation of pressable restorative ceramics*. Dent Mater, 2000. 16(3): p. 226-33.
93. Kohorst, P., et al., *Influence of cyclic fatigue in water on the load-bearing capacity of dental bridges made of zirconia*. Acta Biomater, 2008. 4(5): p. 1440-7.

94. Crim, G.A., M.L. Swartz, and R.W. Phillips, *Comparison of four thermocycling techniques*. J Prosthet Dent, 1985. 53(1): p. 50-3.
95. Heintze, S.D., et al., *Wear of ceramic and antagonist--a systematic evaluation of influencing factors in vitro*. Dent Mater, 2008. 24(4): p. 433-49.
96. Pospiech, P.R., P.; Unsöld, F.: , *A new design for all-ceramic resin-bonded fixed partial dentures*. Quintessence Int, 1996. 27: p. 753-8.
97. Pospiech, P.R., P.; Goldhofer, G. Gernet, W. , *All-ceramic resin-bonded bridges: A 3-dimensional finite element analysis*. Eur J Oral Sci, 1996. 104: p. 390-5.
98. Kelly, J.R.T., J. A.; Sorensen, J. A., *Failure of all-ceramic partial dentures in vitro and in vivo: analysis and modeling*. J Dent Res, 1995. 74(1253-8).
99. Kamposiora, P.P., G.; Bayen, S. C.; Felton, D. A., *Stress concentration in all-ceramic posterior fixed partial dentures*. Quintessence Int 1996. 27: p. 701-706.
100. Augerreau, D.P., L.; Barquins, M., *Relevance of the finite element method to optimize fixed partial denture design. Part I : Influence of the size of the connector on the magnitude of strain. . Clin Oral Invest, 1998. 2(1): p. 36-39.*
101. Kelly, J.R., *Clinically relevant approach to failure testing of all-ceramic restorations*. Journal of Prosthetic Dentistry, 1999. 81: p. 652-661.
102. Filser, F., et al., *Zuverlässigkeit und Festigkeit vollkeramischen Zahnersatzes hergestellt im DCM-Verfahren*. Int J Comp Dent, 2001. 4(1): p. 89-106.
103. DIN-Norm, *Deutsches Institut für Normung e. V.: DIN EN 843: Hochleistungskeramik - Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur Teil 5 Statistische Auswertung*. 2007.
104. DIN-Norm, *Deutsches Institut für Normung e. V.: DIN EN 843: Hochleistungskeramik - Mechanische Eigenschaften monolithischer Keramik bei Raumtemperatur - Berichtigung zu Teil 5 Statistische Auswertung*. 2007.

## 8. Anhang

## 8.1. Tabellen

Probennummer	Gruppe	Dicke [mm]	Bruchlast [N]	Durchmesser [cm]	Biegefestigkeit [MPa]
1	0w	1,32	1928,26	1,61	1797,45
2	0w	1,32	1521,48	1,60	1418,27
3	0w	1,32	1823,37	1,61	1699,68
4	0w	1,31	1515,82	1,61	1434,65
5	0w	1,32	1829,71	1,61	1705,59
6	0w	1,31	1808,38	1,61	1712,99
7	0w	1,29	1708,21	1,60	1667,25
8	0w	1,31	1776,16	1,61	1681,04
9	0w	1,30	1178,50	1,61	1132,62
10	0w	1,29	1677,05	1,61	1638,23
11	0w	1,31	1563,96	1,60	1481,46
12	0w	1,31	1679,83	1,60	1591,22
13	0w	1,30	1492,94	1,60	1434,81
14	0w	1,30	1324,50	1,61	1272,93
15	0w	1,31	1496,59	1,61	1416,45
16	0w	1,30	1801,12	1,61	1730,99
Mittelwert der Bruchlast [N]					
	0w		1632,87		
Mittlere Festigkeit $\sigma_0$ [MPa]					
	0w				1627,72
Weibull-Modul m					
	0w				11,12

Tabelle 3: Daten der nicht gefärbten, nicht gealterten Prüfkörper

Probennummer	Gruppe	Dicke [mm]	Bruchlast [N]	Durchmesser [cm]	Biegefestigkeit [MPa]
17	0g	1,32	1160,54	1,60	1082,73
18	0g	1,30	1618,80	1,61	1555,77
19	0g	1,32	1367,59	1,61	1274,82
20	0g	1,31	1865,73	1,61	1765,82
21	0g	1,32	1113,46	1,61	1037,93
22	0g	1,30	1667,89	1,60	1604,31
23	0g	1,32	1246,69	1,61	1162,12
24	0g	1,32	1595,80	1,61	1487,55
25	0g	1,32	1440,74	1,61	1343,00
26	0g	1,32	1339,05	1,61	1248,21
27	0g	1,31	1633,23	1,61	1545,77
28	0g	1,32	1665,46	1,61	1552,48
29	0g	1,30	1645,16	1,61	1581,11
30	0g	1,31	1679,91	1,61	1589,95
31	0g	1,31	1224,23	1,60	1159,65
32	0g	1,31	1801,83	1,60	1706,79
Mittelwert der Bruchlast [N]	0g		1504,13		
Mittlere Festigkeit $\sigma_0$ [MPa]	0g				1513,14
Weibull-Modul m	0g				7,65

**Tabelle 4: Daten der gefärbten, nicht gealterten Prüfkörper**



Probennummer	Gruppe	Dicke [mm]	Bruchlast [N]	Durchmesser [cm]	Biegefestigkeit [MPa]
33	5w	1,30	1739,57	1,60	1673,26
34	5w	1,30	1237,70	1,60	1190,52
35	5w	1,32	1721,35	1,60	1605,94
36	5w	1,29	1321,91	1,60	1291,31
37	5w	1,29	1790,25	1,60	1748,81
38	5w	1,30	1518,84	1,60	1460,94
39	5w	1,31	1868,39	1,60	1769,83
40	5w	1,31	1431,12	1,61	1354,48
41	5w	1,31	1779,50	1,61	1684,21
42	5w	1,31	1845,75	1,61	1746,91
43	5w	1,30	1407,32	1,60	1353,67
44	5w	1,32	1744,18	1,60	1627,24
45	5w	1,30	1700,51	1,61	1634,30
46	5w	1,32	1580,40	1,61	1473,19
47	5w	1,31	1269,20	1,61	1201,23
48	5w	1,32	1720,72	1,60	1605,35
Mittelwert der Bruchlast [N]	5w		1604,79		
Mittlere Festigkeit $\sigma_0$ [MPa]	5w				1608,08
Weibull-Modul m	5w				10,11

**Tabelle 5: Daten der nicht gefärbten, gealterten Prüfkörper nach 5-Jahreskausimulation**

Probennummer	Gruppe	Dicke [mm]	Bruchlast [N]	Durchmesser [cm]	Biegefestigkeit [MPa]
49	5g	1,31	1598,75	1,60	1514,42
50	5g	1,30	1069,04	1,60	1028,29
51	5g	1,30	1722,05	1,61	1655,00
52	5g	1,30	1762,53	1,61	1693,91
53	5g	1,32	1828,95	1,61	1704,88
54	5g	1,30	1669,45	1,60	1605,81
55	5g	1,31	1566,73	1,60	1484,09
56	5g	1,30	1249,12	1,61	1200,49
57	5g	1,31	1713,37	1,60	1622,99
58	5g	1,32	1339,41	1,61	1248,55
59	5g	1,32	1683,53	1,61	1569,32
60	5g	1,32	1706,15	1,61	1590,41
61	5g	1,32	1613,43	1,61	1503,98
62	5g	1,32	1165,35	1,60	1087,22
63	5g	1,32	1480,57	1,61	1380,13
64	5g	1,32	1413,93	1,61	1318,01
Mittelwert der Bruchlast [N]	5g		1536,40		
Mittlere Festigkeit $\sigma_0$ [MPa]	5g				1537,13
Weibull-Modul m	5g				9,08

**Tabelle 6: Daten der gefärbten, gealterten Prüfkörper nach 5-Jahreskausimulation**

Probennummer	Gruppe	Dicke [mm]	Bruchlast [N]	Durchmesser [cm]	Biegefestigkeit [MPa]
65	10w	1,30	1610,34	1,61	1547,64
66	10w	1,32	1801,66	1,60	1680,86
67	10w	1,31	1758,27	1,60	1665,52
68	10w	1,32	1595,89	1,60	1488,89
69	10w	1,31	1658,90	1,60	1571,39
70	10w	1,32	1748,68	1,61	1630,06
71	10w	1,32	1592,24	1,61	1484,23
72	10w	1,31	1598,82	1,60	1514,48
73	10w	1,30	1489,04	1,60	1432,28
74	10w	1,30	1657,76	1,60	1594,57
75	10w	1,31	1693,36	1,60	1604,04
76	10w	1,32	1724,23	1,60	1608,63
77	10w	1,30	1499,63	1,60	1442,46
78	10w	1,31	1588,60	1,61	1503,53
79	10w	1,30	1657,40	1,60	1594,22
80	10w	1,30	1671,42	1,60	1607,71
Mittelwert der Bruchlast [N]	10w		1646,64		
Mittlere Festigkeit $\sigma_0$ [MPa]	10w				1595,03
Weibull-Modul m	10w				24,59

**Tabelle 7: Daten der nicht gefärbten, gealterten Prüfkörper nach 10-Jahreskausimulation**

Probennummer	Gruppe	Dicke [mm]	Bruchlast [N]	Durchmesser [cm]	Biegefestigkeit [MPa]
81	10g	1,30	1709,66	1,61	1643,10
82	10g	1,30	1549,04	1,61	1488,73
83	10g	1,30	1663,84	1,60	1600,41
84	10g	1,31	1655,72	1,60	1568,38
85	10g	1,32	1782,6	1,60	1663,08
86	10g	1,32	1615,22	1,61	1505,65
87	10g	1,31	1660,8	1,61	1571,86
88	10g	1,31	1119,21	1,61	1059,28
89	10g	1,30	1745,08	1,60	1678,56
90	10g	1,30	1330,19	1,61	1278,40
91	10g	1,30	1671,83	1,60	1608,10
92	10g	1,31	1785,01	1,60	1690,85
93	10g	1,31	1686,51	1,61	1596,20
94	10g	1,32	1734,86	1,60	1618,54
95	10g	1,31	1816,64	1,60	1720,81
96	10g	1,32	1272,13	1,60	1186,84
Mittelwert der Bruchlast [N]	10g		1612,40		
Mittlere Festigkeit $\sigma_0$ [MPa]	10g				1601,52
Weibull-Modul m	10g				12,87

**Tabelle 8: Daten der gefärbten, gealterten Prüfkörper nach 10-Jahreskausimulation**

## 8.2. Verwendete Geräte und Materialien

Die verwendeten Geräte und Materialien sind hier in alphabetischer Reihenfolge aufgezählt:

- Cyanoacrylat Typ „Renfert Liquicol Versiegelung 1732-0020“ (Fa. Renfert, D-Radolfzell)
- Diamantkreissäge Struers Accutom-2 (Fa. Struers, D-Willich)
- Einmalpinzette Peha ®, (Fa. Hartmann, D-Heidenheim)
- Ethanol 70%-ig, vergällt (Apotheke des Klinikums der Universität München)
- Färbelösung „Vita Colouring Liquid LL3“ (Fa. Vita, D-Bad Säckingen)
- Kausimulationsmaschine „Münchener Kausimulator“ (Fa. Willytec, D-Gräfelfing)
- Klebewachs (Ocon-200, Logitech, UK-Glasgow)
- Lösungsmittel Orange Solvent (Fa. Hager und Werken, D-Duisburg)
- Superhartgips Fujirock-EP (Fa. GC, Alsip, USA)
- Schleifmaschine Struers Abramin mit dazugehörigem Schleifpapier der Körnung 40 µm und 20 µm
- Statistikprogramm SPSS 16.0 (Fa. SPSS Inc., USA-Chicago)
- Tasterzirkel (Modell 1124, Fa. Renfert)
- Universalprüfmaschine (Fa. Zwick, D-Ulm)
- Zellstoff (Fa. Hartmann, D-Heidenheim)
- Zirkoniumdioxidweißlinge Typ „KaVo Everest ® ZS-Blank (20/20)“ (Fa. KaVo, D-Biberach)
- Zirkoniumdioxidsinterofen „KaVo Everest®Therm“

### 8.3. Danksagung

Herrn Prof. Dr. Dr. h. c. Wolfgang Gernet danke ich für die Überlassung des Themas und die Möglichkeit, diese Arbeit an der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik und Werkstoffkunde der Ludwig-Maximilians-Universität München durchführen zu können.

Mein besonderer Dank gilt meinem lieben Freund und Betreuer dieser Arbeit, Herrn Priv.-Doz. Dr. Florian Beuer für die wertvolle Unterstützung bei der Erstellung dieser Arbeit. Ohne seine Offenheit, seine fachkundigen Kommentare und seine Geduld wäre diese Untersuchung nicht möglich gewesen.

Allen Mitarbeitern der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik und Werkstoffkunde danke ich für ihre freundliche Unterstützung. Besonders hervorzuheben sind hier Frau ZT Marlies Eichberger und Herr ZTM Josef Schweiger für die unverzichtbare Einarbeitung im Forschungslabor und ihre stete Hilfsbereitschaft bei technischen Problemen, sowie Herr Dr. Kurt Erdelt für die Einweisung an der Universalprüfmaschine und am Kausimulator. Herrn Dr. Kurt Erdelt möchte ich außerdem für seine vielen Kontrollgänge zum Kausimulator danken.

Dem Praxisteam in Zolling, allen voran Frau Christine Wöhl, gebührt Dank für das geduldige Management immer neuer terminlicher Änderungen. So wurde mir die Durchführung der Experimente zeitlich erst möglich.

Der zügige Abschluss dieser Arbeit gelang dank der Flexibilität, die mir mein Arbeitgeber, das Klinikum Wels-Grieskirchen, einräumte und dank der Unterstützung meines Chefs, Herrn Prof. Dr. Dr. G. Santler und meiner Kollegen.

Meiner Familie danke ich für ihre Liebe, stetige Motivation und Hilfe.

#### 8.4. Lebenslauf

Der Lebenslauf ist in der elektronischen Version der Dissertation nicht veröffentlicht.