

Aus der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik der
Ludwig-Maximilians-Universität München
Direktor: Prof. Dr. med. dent. Daniel Edelhoff

**Mechanische und optische Eigenschaften von
monolithischem Zirkonoxid der dritten Generation**

Eine *In-Vitro*-Studie

Dissertation
zum Erwerb des Doktorgrades der Zahnmedizin
an der Medizinischen Fakultät der
Ludwig-Maximilians-Universität zu München

vorgelegt von
Parissa Nassary Zadeh
aus München
2019

Mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät
der Universität München

Berichterstatterin: PD Dr. Dipl. Ing. Bogna Stawarczyk

Mitberichterstatter: Prof. Dr. med. dent. Jürgen Manhart
Prof. Dr. Dirk Johrendt

Dekan: Prof. Dr. med. dent. Reinhard Hickel

Tag der mündlichen Prüfung: 22.10.2019

Hinweis

Die im nachfolgenden Text genannten Handelsnamen, Warenbezeichnungen und Gebrauchsbezeichnungen sind teilweise patent- und urheberrechtlich geschützt. Aus dem Fehlen eines besonderen Hinweises beziehungsweise des Zeichens ® darf nicht geschlossen werden, dass es sich um einen freien Warennamen handelt.

Meinen geliebten Eltern gewidmet, in tiefster Dankbarkeit.

Inhaltsverzeichnis

1	VORWORT	1
2	EINLEITUNG	2
3	LITERATURÜBERSICHT	4
3.1	Dentale Keramiken für monolithische Restaurationen.....	4
3.1.1	Restaurationen aus Zirkonoxid	4
3.1.2	Restaurationen aus Lithiumdisilikat.....	12
3.2	Werkstoffkundliche Parameter von Keramiken	13
3.2.1	Mechanische Parameter von Keramiken.....	13
3.2.2	Optische Parameter von Keramiken	30
4	ZIEL DER ARBEIT	35
5	MATERIALIEN UND METHODEN	36
5.1	Materialien und Studiendesign.....	36
5.2	Herstellung der Prüfkörper.....	38
5.2.1	Prüfkörper aus Zirkonoxid.....	38
5.2.2	Prüfkörper aus Lithiumdisilikat	44
5.3	Methoden	48
5.3.1	Bestimmung der Vier-Punkt-Biegefestigkeit	48
5.3.2	Bestimmung der Vier-Punkt-Bruchzähigkeit.....	49
5.3.3	Bestimmung der Lichttransmission	54
5.3.4	Bestimmung der Korngröße.....	56
6	STATISTISCHE AUSWERTUNG	58
7	ERGEBNISSE	59
8	DISKUSSION	68
9	AUSBLICK	77
10	SCHLUSSFOLGERUNGEN	78
11	ZUSAMMENFASSUNG	79
	LITERATURVERZEICHNIS	81
	TABELLENVERZEICHNIS	87
	ABBILDUNGSVERZEICHNIS	88

DANKSAGUNG	90
EIDESSTATTLICHE VERSICHERUNG	91

1 Vorwort

Die Ergebnisse dieser Dissertation wurden **bereits publiziert**:

Nassary Zadeh P, Lümke mann N, Sener B, Eichberger M, Stawarczyk B.: Flexural strength, fracture toughness and translucency of new cubic/tetragonal zirconia materials. Journal of Prosthetic Dentistry, May 2018, 119(5) (Impact factor: 2.095).

Auf Querverweise zu der Publikation wird im Rahmen dieser Arbeit verzichtet.

2 Einleitung

Wenn es um die Zahnästhetik geht, steigt der Anspruch der Patienten heutzutage immer mehr. Vom Zahnarzt und vom Zahntechniker wird in Bezug auf die prothetische Versorgung eine perfekte ästhetische Wiederherstellung erwartet. Diese hängt in großem Maße vom verwendeten Material ab. Waren es früher noch metallische Werkstoffe, die bevorzugt in den zahnärztlichen Praxen verwendet wurden, so rücken gegenwärtig zahnfarbige und metallfreie vollkeramische Restaurationen in den Vordergrund. Neben der Tatsache, dass damit bessere ästhetische Ergebnisse möglich sind [1], kommen weitere Vorteile dieser Dentalkeramiken wie die hohe Biokompatibilität [1-4] sowie die exzellenten mechanischen Eigenschaften [5-7] hinzu. Durch die pausenlos progressive Entwicklung im Bereich der CAD/CAM-Fertigung von Zahnersatz und der damit verbundenen Optimierung von keramischen Werkstoffen wie zirkonoxidbasierten Keramiken stehen dem Patienten und dem Zahnarzt zudem eine hochwertige wirtschaftlichere Alternative zu edelmetallhaltigem und handgearbeitetem Zahnersatz zur Verfügung [8]. Seit nun mehr als fünfzehn Jahren gibt es klinische Anwendungen mit Kronen und Brücken aus Zirkonoxid, dem „weißen Metall“ [9, 10]. Aus den USA kommend hat sich nun in Europa der Trend zu monolithischen, vollanatomisch geformten und somit verblendfreien Zirkonoxidrestaurationen etabliert [11]. Der Problematik des Abplatzens keramischer Verblendungen, des sogenannten Chippings, versuchte man hierdurch entgegen zu wirken [12, 13]. Bisher wurde im Seitenzahnbereich auf das hochstabile monolithische Zirkonoxid zurückgegriffen (zweite Generation) während im Frontzahnbereich hauptsächlich Lithiumdisilikat zum Einsatz kam. Durch die Einführung von hochästhetischem und hochtransluzentem kubisch-tetragonalem Zirkonoxid (dritte Generation) soll sich das grundlegend verändern und würde einen einfachen,

Einleitung

effizienten Herstellungsprozess bei gleichzeitig erhöhter Stabilität der Restauration gegenüber Lithiumdisilikat bedeuten [14-17]. Folglich ist Zirkonoxid als eine Materialgruppe anzunehmen, die sowohl für Seitenzahnbrücken als auch für Frontzahnrestorationen einzusetzen ist.

In dieser Arbeit sollen Dentalkeramiken für monolithische Restaurationen aus Zirkonoxid der dritten Generation im Hinblick auf ihre mechanischen und optischen Eigenschaften im Sinne von Biegefestigkeit, Bruchzähigkeit und Transluzenz geprüft und mit einer Lithiumdisilikatkeramik verglichen werden. Dabei lautet die Nullhypothese dieser Dissertation, dass die Zirkonoxide der dritten Generation vergleichbare mechanische und optische Eigenschaften mit denen der Lithiumdisilikatkeramik zeigen.

3 Literaturübersicht

3.1 Dentale Keramiken für monolithische Restaurationen

Die Einteilung der dentalkeramischen Systeme unterscheidet zwischen Glaskeramiken und Oxidkeramiken. Vor dem Hintergrund der gegenwärtig verfügbaren monolithischen vollkeramischen Restaurationsmaterialien wurde in dieser Doktorarbeit die Zirkonoxidkeramik der dritten Generation, welche den polykristallinen Oxidkeramiken angehört sowie als Kontrollgruppe die Lithiumdisilikatpresskeramik, die zu den kristallverstärkten Glaskeramiken zählt, untersucht. Im Folgenden sollen diese beiden Keramikklassen näher beschrieben werden.

3.1.1 Restaurationen aus Zirkonoxid

Übersicht

Zirkonoxid (ZrO_2), die Kurzform von Zirkoniumdioxid und das Oxid des Rohmaterials Zirkonium (Zr) wurde erstmals im Jahre 1789 von dem deutschen Chemiker Martin Heinrich Klaproth als Reaktionsprodukt nach Erhitzen von Edelsteinen beschrieben [2]. Zirkonium ist ein relativ weiches, biegsames und silbrig glänzendes Metall aus der Titangruppe des Periodensystems der Elemente [14]. Das in zahnmedizinischen Bereichen eingesetzte Oxid dieses Materials, das Zirkonoxid, ist als Hochleistungskeramik ein nichtmetallischer anorganischer Werkstoff, dessen Gewinnung auf verschiedenen Wegen erfolgen kann. Das heutzutage im technischen oder medizinischen Bereich verwendete Zirkonoxid wird meist aus dem Mineral Zirkonsand ($ZrSiO_4$) in einem aufwändigen und kostenintensiven Prozess synthetisch hergestellt. Nach Wasch-, Reinigungs- und Kalzinierungsprozessen wird er von

Literaturübersicht

Verunreinigungen getrennt und in Zirkonoxidpulver überführt [18, 19]. Dieses weiße, hochschmelzende und kristalline Pulver [20] steht durch anschließende Pressformgebung und Vorsinterung der Herstellung von Zahnersatz zur Verfügung. Abbildung 1 gibt eine Übersicht des Herstellungsprozesses der in der Zahnmedizin verwendeten Zirkonoxidkeramik.

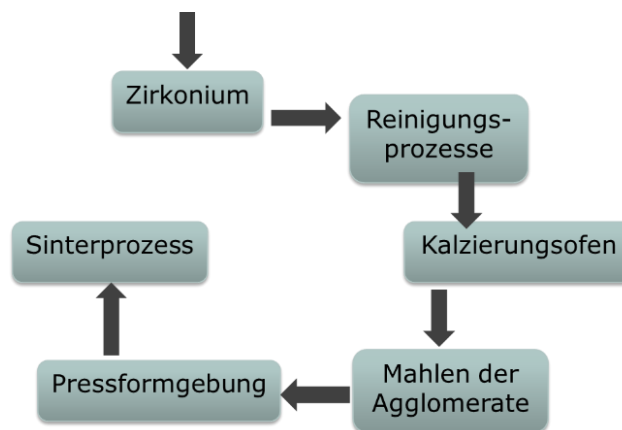


Abbildung 1 Herstellung von Zirkonoxid. (modifiziert nach [21])

Eigenschaften und Struktur

Zirkonoxid als Werkstoff zeichnet sich im Vergleich zu anderen dentalen Keramiken durch höchste Biegefestigkeit, höchste Bruchzähigkeit, hohe Abrasionsbeständigkeit, hohe Biokompatibilität, Korrosionsbeständigkeit und niedrige Wärmeleitfähigkeit aus [1, 2, 5, 6, 14, 22] und wird aufgrund des stahlähnlichen E-Moduls auch als „keramischer Stahl“ bezeichnet [18]. Unter allen Dentalkeramiken gilt die Zirkonoxidkeramik als härtester Werkstoff. Die besonderen Materialeigenschaften sind in seiner Polymorphie begründet. Aus kristallographischer Sicht tritt reines Zirkonoxid je nach Temperatur in drei unterschiedlichen Modifikationen auf (siehe Abbildung 2). Bei Temperaturen bis 1170 °C ist die monokline (*m*) Gitterstruktur stabil, oberhalb von 1170 °C wandelt sich diese in eine tetragonale (*t*) Struktur um in der sie

bis zu einer Temperatur von etwa 2360 °C bestehen bleibt und oberhalb von etwa 2360 °C bis hin zum Schmelzpunkt (2680 °C) liegt die kubische (*k*) Struktur vor [14, 19, 23].

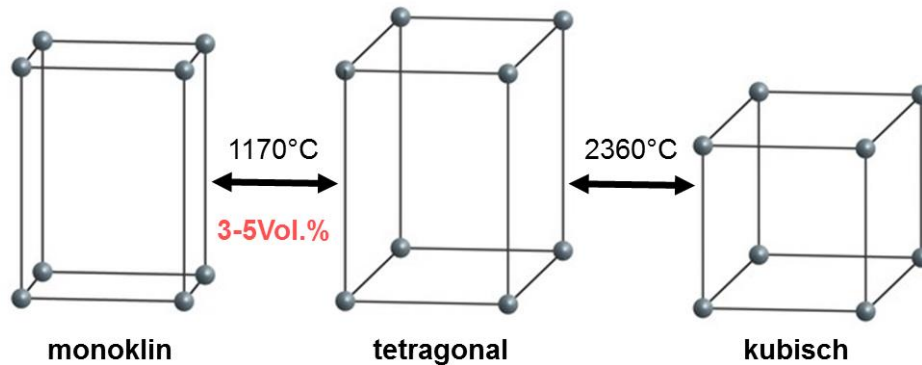


Abbildung 2 Die drei Modifikationen des reinen Zirkonoxids. (modifiziert nach [21])

Während der Abkühlung des reinen Zirkonoxids ist die Umwandlung von der tetragonalen in die monokline Phase durch eine sprunghafte Volumenzunahme von etwa 3 -5 % gekennzeichnet [2, 24] (siehe Abbildung 3). Diese sogenannte *t/m-Phasenumwandlung*, auch *martensitische Umwandlung* genannt, die stets zu hohen Spannungen und unerwünschten Rissbildungen im Keramikgefüge führt und die Herstellung von Sinterkeramiken aus reinem Zirkonoxid unmöglich macht, kann durch Beimengung von Stabilisierungsoxid verhindert werden [14]. Sie kann darüber hinaus auch positiv zur Verbesserung der Bruchzähigkeit von keramischen Werkstoffen genutzt werden [19]. Grundlage dieses sogenannten Konzepts der Phasentransformation ist die Löslichkeit einiger oxidischer Verbindungen in Zirkonoxid, die zu einer Stabilisierung der tetragonalen beziehungsweise für die dritte Generation des Zirkonoxids der kubisch-tetragonalen Kristallphase auch bei Raumtemperatur führt [19]. Für einen praktischen Einsatz muss deshalb wie genannt

Literaturübersicht

die kritische t/m-Umwandlung mit dem Einbau anderer stabilisierender Oxide wie Calciumoxid (CaO), Magnesiumoxid (MgO), Yttriumoxid (Y₂O₃) oder Cerdioxid (CeO₂) im Kristallgitter des Zirkonoxids unterdrückt werden [19, 25]. Das gängigste im zahnmedizinischen Bereich eingesetzte Stabilisierungsoxid ist das Yttriumoxid [14, 20, 26].

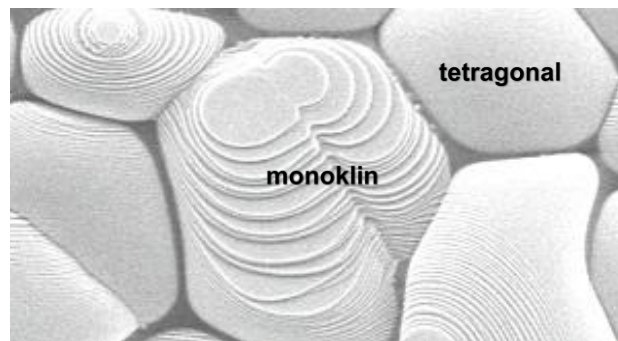


Abbildung 3 Rasterelektronenmikroskop des Zirkonoxids – vergrößertes monoklines Teilchen neben metastabilen tetragonalen Teilchen. (modifiziert nach [27])

Einteilung der Zirkonoxidkeramiken

Man unterscheidet je nach Art und Gehalt an zugegebenen stabilisierenden oxidischen Verbindungen zwischen vollstabilisiertem Zirkonoxid *FSZ* (Fully Stabilized Zirconia) und teilstabilisiertem Zirkonoxid *PSZ* (Partially Stabilized Zirconia). Bei vollstabilisiertem Zirkonoxid wird ein höherer Anteil an Stabilisierungsoxiden (etwa 8 mol-% Yttriumoxid) beigefügt und damit die kubische Form des Zirkonoxids bis auf Raumtemperatur stabilisiert. Die martensitische Umwandlung wird damit umgangen. Hingegen besteht das teilstabilisierte Zirkonoxid, bei der die Menge an Stabilisierungsoxiden verringert ist, bei Raumtemperatur aus allen drei Kristallphasen - einer kubischen Hauptphase neben der tetragonalen und monoklinen Phase. Hier kann sich bei Rissbildung die tetragonale Phase spontan in die monokline Phase

Literaturübersicht

umwandeln, woraus die besondere Festigkeit des Materials beruht. Weiterhin zeigte sich bei Yttrium-dotiertem Zirkonoxid, dass die mechanischen Eigenschaften dieser Keramiken linear mit dem Gehalt an verbleibender tetragonaler Gitterstruktur gesteigert werden können, was zu der Entwicklung einer Zirkonoxidkeramik mit etwa 3 mol-% Yttriumoxid führte, welche gänzlich aus tetragonaler Gitterstruktur besteht: das mit Yttriumoxid in der tetragonalen Phase stabilisierte polykristalline Zirkonoxid *Y-TZP* (Yttria-Tetragonal Zirconia Polycrystal) oder allgemein *TZP* (Tetragonal Zirconia Polycrystal). Für den zahnmedizinischen Bereich wird weiterhin noch ein Aluminiumoxidzusatz von weniger als einem Gewichtsprozent hinzugegeben, welches die Korrosionsbeständigkeit des Werkstoffs in einer feuchten Umgebung erhöht [19].

Konzept der Phasentransformation

Wie oben angeführt kann die sprunghafte t/m-Phasenumwandlung auch positiv zur Verbesserung der Bruchzähigkeit von keramischen Werkstoffen genutzt werden [14, 19]. Dieses sogenannte Konzept der Phasentransformation beruht auf der Verstärkung des Keramikgefüges durch die Einlagerung von metastabilen tetragonalen Zirkonoxidteilchen, insbesondere bei TZP. Prinzipiell lässt sich das Konzept neben der hohen Eigenfestigkeit des Werkstoffs auf zwei Mechanismen zurückführen. Einerseits kann eine lokale spontane t/m-Umwandlung der Teilchen die Bildung feiner Mikrorisse in der Keramik hervorrufen, welche durch die Volumenzunahme bedingt ist und ein entstandener Riss läuft sich dann entweder in den Mikrorissen tot oder er wird an den Zirkonoxidteilchen abgelenkt [14]. Andererseits kann diese Umwandlung nicht nur spontan sondern auch durch hohe Zugspannungen ausgelöst werden, die an jeder Spitze eines sich ausbreitenden

Literaturübersicht

Risses vorherrschen - und zwar dadurch, dass diese Zugspannungen den Druck der Matrix auf die umliegenden Zirkonoxidteilchen vermindern und damit die t/m-Umwandlung begünstigt wird. Anschließend führt die Volumenzunahme zu lokalen Druckspannungen im Bereich der Rissspitzen, die durch das Zusammendrängen der Rissflanken das weitere Risswachstum erschweren. [14, 19, 21]. Abbildung 4 zeigt das Prinzip der Phasentransformation, in welcher es im Bereich der Rissspitze zu einer Umwandlung der metastabilen tetragonalen Körner in die monokline Kristallmodifikation kommt. Hier verschließt die Volumenzunahme den Riss und stoppt die Rissbildung.

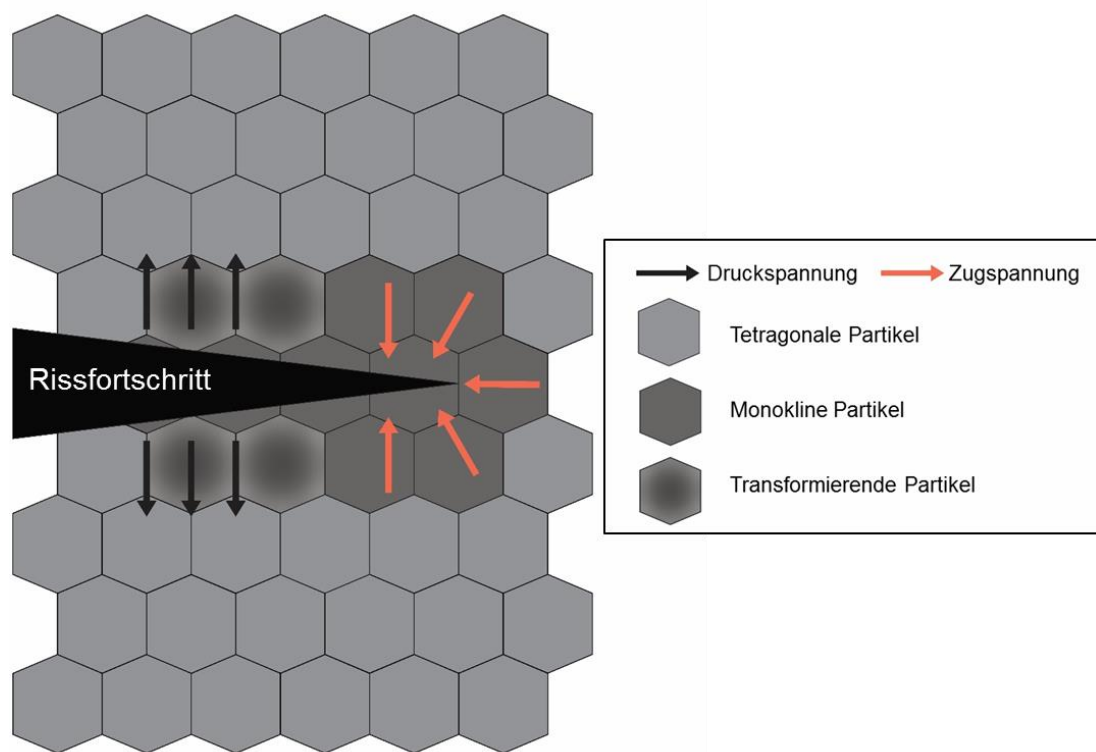


Abbildung 4 Schema der Phasentransformationsfestigung von Zirkonoxid. (modifiziert nach [28])

In der neuen und dritten Generation des Zirkonoxids, in welcher der Yttrium-Anteil mit etwa 9,3 Gewichts-Prozent beziehungsweise 5 Mol-Prozent erhöht ist (5Y-TZP),

kommt es nicht nur zur Bildung der metastabilen tetragonalen Phase, sondern zur Bildung eines Mischgefüges mit zeitgleich auch kubischen Anteilen, einem vollstabilisierten Zirkonoxid. Den Angaben der Pulverhersteller zufolge finden hier im Gegensatz zu den ersten beiden Generationen bei induzierten Spannungen keine Transformationen der Gefügephasen statt [29] [14].

Die Generationen des Zirkonoxids

Zur besseren Übersicht der Zirkonoxidgenerationen soll im Folgenden deren historische Entwicklung zusammengefasst werden.

Das tetragonal teilstabilisierte Zirkonoxid (PSZ), auch bekannt als das konventionelle Zirkonoxid mit etwa 3 Mol-Prozent Y_2O_3 und etwa 0,25 Gewichts-Prozent Al_2O_3 , welches durch eine hohe Biegefestigkeit sowie geringe Transluzenz gekennzeichnet ist, wurde bereits vor ungefähr zwanzig Jahren entwickelt [14]. Dessen unzureichende Ästhetik machte den Einsatz für monolithische Restaurationen unmöglich. Es diente jedoch als Gerüstmaterial, welches mit geeigneten ästhetischen Glaskeramiken verblendet werden konnte [30]. Aufgrund der unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der Keramiken begegnete man hier aber der Problematik des sogenannten Chippings [31], dem Abplatzen keramischer Verblendungen. Zur Umgehung dieses Problems sowie zur Vermeidung hoher Kosten für keramische Verblendungen, welche zudem einen erhöhten Zahnschmelzabtrag erfordern, wird neuerdings auf die Verblendkeramik verzichtet und das Material monolithisch, aus einer Einheit bestehend, verwendet [14].

Mit dem Ziel, den ästhetischen Ansprüchen gerecht zu werden, wurden daraufhin weitere Untersuchungen zur Verbesserung der Transluzenz des konventionellen Zirkonoxids durchgeführt und es kam zur Entstehung der *ersten Zirkonoxidgeneration*

Literaturübersicht

für monolithische Restaurationen (3Y-TZP). Dabei führte die Erhöhung der Sinterendtemperatur zu höherer Transluzenz [32]. In-vitro-Untersuchungen zeigen, dass auch die Dauer der Haltezeit, der Temperaturanstieg sowie die Abkühlung während der Sinterung die Transluzenz beeinflussen [14, 32-34]. Die Transluzenz ist dabei umso höher, je größer die Fläche (das Integral) unter der Sinterkurve (Temperatur → Zeit) ist. Man stellte jedoch fest, dass Sintertemperaturen ab 1600 °C zu einer Abnahme der Festigkeit führten [32], was womöglich unter anderem der Grund dafür war, dass sich die erste monolithische Zirkonoxidgeneration nicht durchgesetzt hat [14].

Das Zirkonoxid der *zweiten Generation* wurde in den Jahren 2012 bis 2013 vorgestellt. Hier wurden die Anzahl und die Korngröße der Aluminiumoxidkörner reduziert (etwa 0,05 Gewichts-Prozent Al_2O_3) und es fand deren Umplatzierung im Zirkonoxidgefüge auf die Korngrenzen des Zirkonoxids statt (ebenfalls 3Y-TZP) [14]. Das Ergebnis war eine erhöhte Transluzenz bei guter Langzeitstabilität und zeitgleich hohen Materialfestigkeiten [14, 35]. Dennoch war das Zirkonoxid der zweiten Generation der Lithiumdisilikatkeramik hinsichtlich der optischen Gesichtspunkte weiterhin unterlegen und daraus ergab sich der Wunsch nach einer Zirkonoxidkeramik mit noch höherer transluzenter Eigenschaft [14].

Entsprechend wurde im Jahre 2015 die hochtransluzente Zirkonoxidkeramik der *dritten Generation* auf dem Markt vorgestellt. Diese entstand durch Modifikation des Kristallgefüges des Zirkonoxids (5Y-TZP). Im Gegensatz zu der ersten und der zweiten Generation ist diese neue Generation wie oben genannt ein vollstabilisiertes Zirkonoxid mit einem kubisch-tetragonalen Mischgefüge (FSZ) und der Anteil der kubischen Phase mit etwa 50 % wurde durch die höhere Zugabe von Stabilisierungsoxiden (etwa 5 Mol-Prozent Y_2O_3) erreicht. Begünstigt durch das

größere Volumen der kubischen Kristalle sowie deren isotroperen Kristallstrukturen wurde eine höhere Transluzenz des Materials mit zeitgleich hohen Festigkeitswerten erzielt [14, 29]. Zumal die dritte Generation des Zirkonoxids gegenwärtig nicht ausreichend erforscht wurde, sollen im Rahmen dieser Dissertation die mechanischen und optischen Eigenschaften des Werkstoffs sehr genau untersucht werden.

In einem aktuellen Beitrag von Stawarczyk et al. [36] wird auch bereits von einer optimierten *vierten Generation* des monolithischen Zirkonoxids berichtet (4Y-TZP). Diese wurde schon im Frühjahr 2017 von wenigen Zirkonoxidherstellern vorgestellt und stellt ebenfalls ein vollstabilisiertes Zirkonoxid mit einem kubisch-tetragonalen Mischgefüge dar, bei dem die kubischen Anteile gesenkt und die tetragonalen Anteile wieder erhöht wurden. Hier wurden im Vergleich zu den ersten beiden Generationen die kubischen Anteile durch eine höhere Zudosierung von Yttriumoxid erreicht (etwa 7 Gewichts-Prozent beziehungsweise 4 Mol-Prozent), jedoch gegenüber der dritten Generation ist der Yttrium-Anteil leicht verringert. Im Vergleich zur dritten Generation wurden dadurch bei minimal geringerer Transluzenz verbesserte mechanische Eigenschaften erzielt [36].

3.1.2 Restaurationen aus Lithiumdisilikat

Die Lithiumdisilikatglaskeramik (LiSi_2) diente im Zusammenhang mit dieser Dissertation als Kontrollgruppe und wird im Folgenden allgemein beschrieben.

Lithiumdisilikat ist ein überwiegend heterogener Werkstoff und gehört zu der Gruppe der Glaskeramiken. Hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften befindet sich diese Keramik aufgrund ihrer höheren Biegefestigkeit und Bruchzähigkeit zwischen den Feldspat- beziehungsweise Leuzitkeramiken und den Oxidkeramiken. Da ihr Ursprungsmaterial aus Feldspat, Quarz und Kaolin besteht [37], besitzt die Keramik

zunächst eine überwiegend amorphe Phase, welche durch einen gesteuerten sekundären Kristallisationseffekt reduziert und durch hohe kristalline Anteile wie Lithiumdisilikatkristalle (etwa 70 %) ersetzt wird [38, 39]. Dabei handelt es sich um stäbchenförmige Kristalle mit starker Vernetzung und einer Länge von etwa 3 bis 6 μm [40]. Aufgrund ihrer hohen Transluzenz, der guten Einfärbbarkeit und Farbstabilität wird diese Keramik häufig für ästhetischen Zahnersatz verwendet. Neben deren möglicher Herstellung mittels CAD/CAM-Technologie wurden alle Lithiumdisilikatprüfkörper dieser Dissertation mittels Presstechnologie aus industriell vorgefertigten Keramikrohlingen hergestellt. Dafür wurde die IPS e.max Press Glaskeramik verwendet, welche mit einer Biegefestigkeit von etwa 400 MPa [41] nicht nur die Herstellung von Einzelkronen sondern auch von kleineren Frontzahnbrücken ermöglicht [42].

3.2 Werkstoffkundliche Parameter von Keramiken

Das Einsatzgebiet dentaler Keramiken wird bedeutend von deren mechanischen und optischen Eigenschaften bestimmt. Zur Ermittlung dieser gibt es eine Vielzahl an Prüfmethoden. Die im Rahmen dieser Dissertation untersuchten werkstoffkundlichen Parameter und die zugehörig vorhandenen und verwendeten Prüfmethoden werden nachstehend beschrieben.

3.2.1 Mechanische Parameter von Keramiken

Dentale Keramiken, welche unter anderem durch hohe Festigkeiten gekennzeichnet sind, weisen aufgrund ihrer Eigenschaft, ohne vorausgehende plastische Verformung zu versagen, ein sprödes Materialverhalten auf [22]. Das unterscheidet Keramiken

von metallischen und polymeren Werkstoffen. Mechanische Parameter wie die Biegefestigkeit und Bruchzähigkeit dienen dabei der Charakterisierung der Keramiken und werden im Folgenden beschrieben.

3.2.1.1 Biegefestigkeit von Keramiken

Die Biegefestigkeit σ ist ein Maß für die spontane Belastbarkeit eines Werkstoffes bei einmaliger und steigender Kraftereinleitung bis zum Bruch und wird in Abhängigkeit von den Prüfkörperdimensionen sowie den Prüfeinstellungsparametern in der Einheit MPa beziehungsweise N/mm^2 berechnet [42]. Als wichtige Materialkenngröße dient sie der Abschätzung der Festigkeit eines Materials und damit der Dimensionierung von Restaurationen. In Anwendung befindliche Dentalkeramiken können je nach Zusammensetzung Biegefestigkeitswerte zwischen 50 MPa für Feldspatkeramiken und etwa 1000 MPa für reines Zirkonoxid aufweisen [42].

Zur Ermittlung der Biegefestigkeit können folgende in DIN EN ISO 6872:2015 definierten Festigkeitsverfahren eingesetzt werden:

- die Drei-Punkt-Biegung (uniaxial),
- die Vier-Punkt-Biegung (uniaxial)
- und die biaxiale Biegung (biaxial) [43].

Bei diesen Druckversuchen liegt die Hauptbelastung während der Durchbiegung der Keramikprüfkörper in der Zugzone auf der konvexen Seite, weshalb die Oberflächenqualität dieser Fläche für das Messergebnis entscheidend sein kann [42, 44].

Drei-Punkt-Biegung

Beim Drei-Punkt-Biegeversuch wird ein quaderförmiger Prüfkörper mit der entsprechend zugelassenen Geometrie (siehe [43]) mittig auf zwei Stahl-Auflagerrollen der Prüfvorrichtung platziert und mit einem zentral zwischen den beiden Trägern einwirkenden Prüfstempel in einer Universalprüfmaschine bis zum Bruch belastet (siehe Abbildung 5).

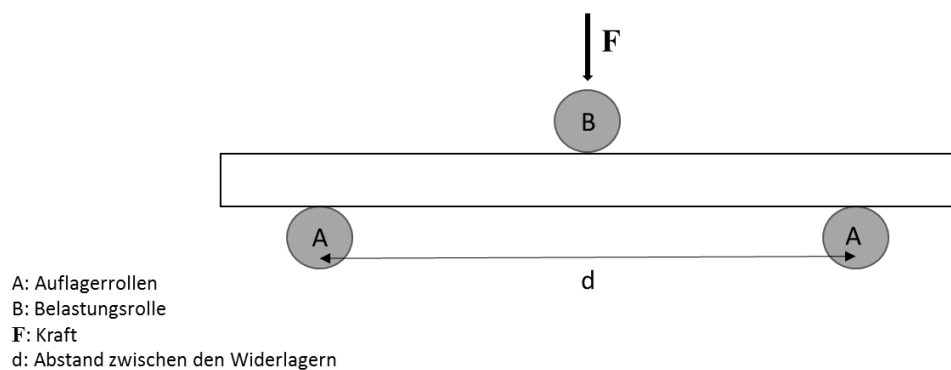


Abbildung 5 Vereinfachte schematische Darstellung des Drei-Punkt-Biegeversuchs - Kraftangriff bei $\frac{1}{2}$ der Spannweite. (modifiziert nach [43])

Dieses einfach durchzuführende Verfahren hat den Nachteil, dass die Kraftbelastung ungleichmäßig über den Prüfkörper erfolgt, da der Bereich unterhalb des Prüfstempels, welcher der größten Belastung ausgesetzt ist, ein geringes Volumen besitzt [45, 46]. Dies hat zur Folge, dass oberflächliche Mikrorisse in diesem Bereich zum frühzeitigen Bruch des Materials führen können [47], da Spannungsspitzen in der Keramik nicht durch plastische Verformung abgebaut werden können [22]. Ebenso können geringste Ausrichtungsabweichungen der Prüfkörper und der Prüfvorrichtung zu einer größeren Streuung bei der Messung führen. Die nachstehende Formel dient der Berechnung der Drei-Punkt-Biegefestigkeit:

$$\sigma = \frac{3Fd}{2bh^2}$$

Dabei ist:

σ = Biegefestigkeit (MPa),

F = Bruchkraft (N),

d = Abstand zwischen den Widerlagern (mm),

b = Breite des Prüfkörpers (mm),

h = Höhe des Prüfkörpers (mm).

Vier-Punkt-Biegung

Beim Vier-Punkt-Biegeversuch wird der Prüfkörper zunächst ebenso auf zwei Auflagerrollen aus Stahl platziert. Hier erfolgt jedoch im Gegensatz zum Drei-Punkt-Biegeversuch die Belastung des Prüfkörpers mit einem Prüfstempel, der mit zwei Druckpunkten/Belastungsrollen versehen ist. Die zwei Belastungsrollen müssen dabei so angeordnet sein, dass der Kraftangriff bei einem Viertel der gesamten Spannweite erfolgt [43] (siehe Abbildung 6). Dadurch besitzt der Bereich unterhalb des Prüfstempels, welcher der größten Belastung ausgesetzt ist, ein größeres Volumen als bei der Drei-Punkt-Biegung und der Prüfkörper bricht beim Vier-Punkt-Biegeversuch bei geringerer Belastung [45]. Ursache ist, dass in einem größeren Volumen das Spannungsfeld erhöht ist, was das Vorhandensein eines Gefügefehlers wahrscheinlicher macht [45, 48]. Somit umgeht aber der Vier-Punkt-Biegeversuch das oben genannte Risiko des verfrühten Versagens des Prüfkörpers durch Mikrorisse [47].

Literaturübersicht

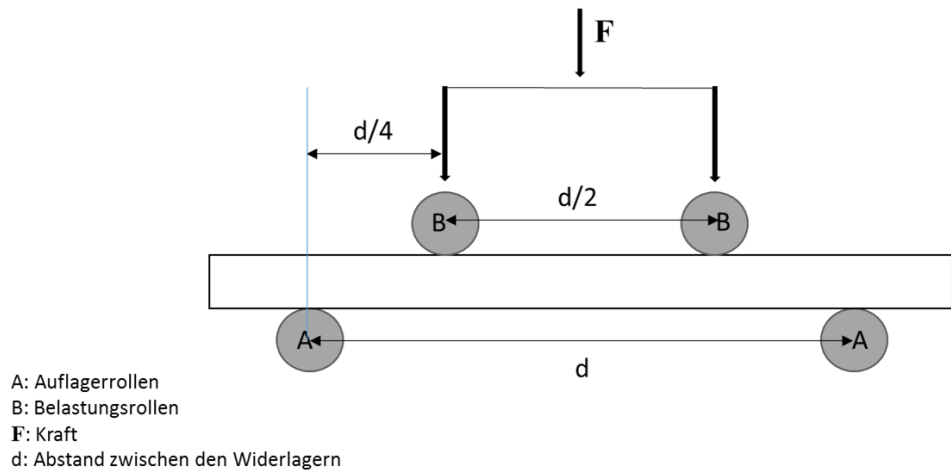


Abbildung 6 Vereinfachte schematische Darstellung des Vier-Punkt-Biegeversuchs - Kraftangriff bei 1/4 der Spannweite. (modifiziert nach [43])

Zur Berechnung der Vier-Punkt-Biegefestigkeit dient folgende Formel:

$$\sigma = \frac{3Fd}{4bh^2}$$

Dabei ist:

σ = Biegefestigkeit (MPa),

F = Bruchkraft (N),

d = Abstand zwischen den Widerlagern (mm),

b = Breite des Prüfkörpers (mm),

h = Höhe des Prüfkörpers (mm).

Biaxiale Biegung

Zur Prüfung der biaxialen Biegung wird ein scheibenförmiger Prüfkörper benötigt, welcher konzentrisch auf drei Auflagekugeln aus Stahl positioniert wird. Die Auflagekugeln sind dabei im Abstand von 120 ° voneinander auf einem Kreis angeordnet. In der Mitte des Prüfkörpers wird über einen zylindrischen Prüfstempel Kraft ausgeübt, bis der Prüfkörper bricht [43]. Beim biaxialen Biegeversuch können im

Literaturübersicht

Vergleich zu den uniaxialen Biegeversuchen Kantenfehler vernachlässigt werden, da Mikrorisse hier nicht von Kanten aus entstehen können. Der frühzeitige Bruch des Materials durch oberflächliche Mikrorisse kann somit auch bei diesem Biegeversuch ausgeschlossen werden [49]. Eine schematische Darstellung des biaxialen Biegeversuchs liefert Abbildung 7.

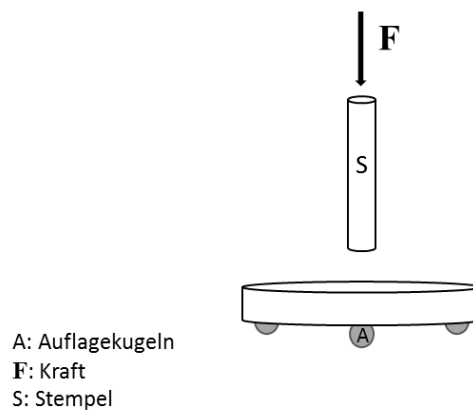


Abbildung 7 Vereinfachte schematische Darstellung des biaxialen Biegeversuchs. (modifiziert nach [47])

Folgende Gleichung dient der Berechnung der biaxialen Biegefestigkeit:

$$\sigma = -0,2387F(X-Y)/h^2$$

Dabei ist:

σ = Biegefestigkeit (MPa),

F = gesamte Bruchkraft (N),

h = Höhe des Prüfkörpers bei Bruchbeginn (mm),

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

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

mit

ν = Poisson'sche Querkontraktionszahl mit dem Wert 0,25 (wenn nicht angegeben),

Literaturübersicht

r_1 = Radius der Trägerscheibe (mm),

r_2 = Radius des belasteten Bereichs (mm),

r_3 = Radius des Prüfkörpers (mm).

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass bei der Ermittlung der Biegefestigkeit die Messergebnisse der Materialien nur innerhalb des jeweiligen Biegeversuches miteinander vergleichbar sind. Generell fallen die Messwerte des Drei-Punkt-Biegeversuchs höher aus als die des Vier-Punkt-Biegeversuchs.

3.2.1.2 Weibullstatistik

Bei der Ermittlung der Festigkeitswerte von Keramiken wird generell eine große Streuung der Messwerte beobachtet. Sowohl die Fertigungsbedingungen und Herstellungsverfahren als auch die Zusammensetzung des Grundwerkstoffes und die Korngrößen der Ausgangs- und Zusatzmaterialien haben einen wesentlichen Einfluss auf dieses Streuverhalten [50], was wiederum eine große Herausforderung für deren statistische Evaluation darstellt. Waloddi Weibull entwickelte im Jahre 1937 eine Theorie beziehungsweise eine statistische Schätzmethode, mit welcher die Versagenswahrscheinlichkeit spröder Keramiken und das Streuverhalten deren Festigkeiten vorhersehbar sind [50]. Anhand dieser sogenannten Weibullverteilung, welche besagt, dass der größte Fehler in einem Werkstück bestimmend für dessen Festigkeit ist – das sogenannte Konzept des schwächsten Gliedes [51] – kann der Zusammenhang zwischen Größe, Geometrie, Belastungsart, statistischer Fehlerverteilung und der Bruchwahrscheinlichkeit der einzelnen Volumenelemente eines keramischen Werkstoffes beschrieben werden [45]. Die Weibullverteilung lässt sich als verallgemeinerte Exponentialverteilung verstehen und kann unterschiedliche

Kurvenformen annehmen. Dabei stellt sie die unsymmetrisch verteilte Menge der größeren Schwachstellen dar (siehe Abbildung 8). Diese sind verantwortlich für das Versagen des keramischen Werkstoffes. Die Gesamtverteilung der Schwachstellen folgt hingegen einer Normalverteilung – der sogenannten *Gauß'schen Verteilung*.

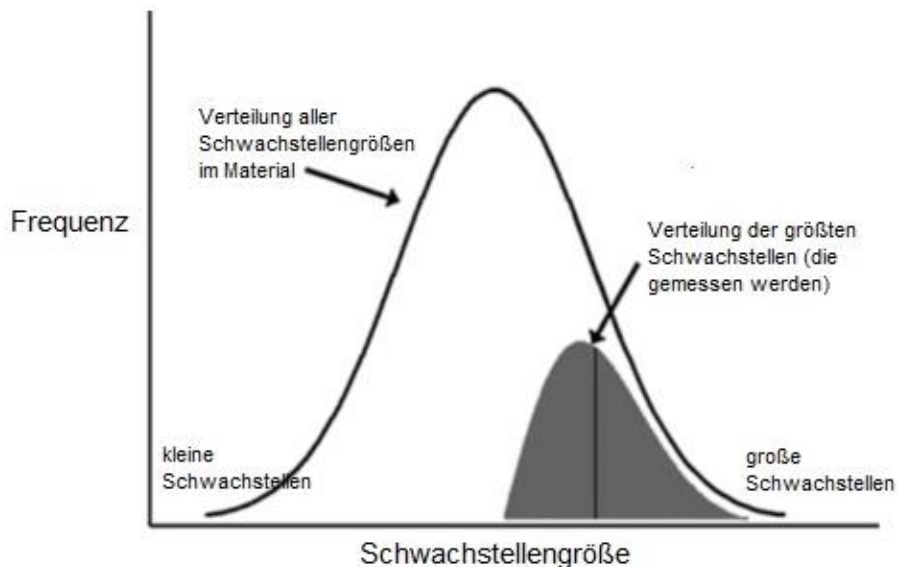


Abbildung 8 Schwachstellenverteilung in einem Material (Kurvenlinie) und Verteilung der bei der Messung relevanten Schwachstellen (schattierter Bereich). (modifiziert nach [52])

Weibullmodul

Der Weibullmodul m wird aus den Werten der Biegefestigkeitsprüfung errechnet und ist ein Maß für die Streuung der Festigkeitswerte von Keramiken [45, 53]. Durch die Berechnung des Weibullmoduls können sowohl Aussagen über die Werkstoffqualität als auch Aussagen über die Genauigkeit, mit der die Untersuchungen durchgeführt wurde, gemacht werden. Dabei gilt: Je größer der Weibullmodul desto geringer die Streuung der Werte und desto genauer kann man eine Vorhersage über die Belastung treffen, bei welchem ein Werkstück der gleichen Machart versagen wird [45, 53]. Ein

keramischer Werkstoff mit großem Weibullmodul kennzeichnet eine schmalere Verteilung und spricht folglich für dessen homogenes Gefüge sowie für eine fachgemäße Durchführung der Untersuchungen – man spricht dann von der sogenannten „Zuverlässigkeit“ - einer zuverlässigen Vorhersage der Festigkeitswerte [53]. Gute Weibullmodulwerte für Dentalkeramiken liegen zwischen 5 und 15 [45].

Charakteristische Weibullfestigkeit

Die charakteristische Weibullfestigkeit σ_0 beschreibt diejenige Festigkeit, bei der mit einer Wahrscheinlichkeit von 63,2 % alle untersuchten Prüfkörper einer Versuchsreihe versagen [43, 53]. Sie beschreibt die x-achsenbezogene approximierete Örtlichkeit der Verteilung, an welcher voraussichtlich die kritische Spannungsintensität K_{IC} vorliegt.

Grundsätzlich sollte zur Beurteilung der Festigkeitswerte mittels Weibullstatistik für jede Messreihe einer Untersuchung eine Prüfkörperanzahl von mindestens 15, vorzugsweise sogar 30 bestehen [43]. Je größer die Anzahl der Prüfkörper, desto genauer sind die Schätzungen der tatsächlichen Festigkeit.

3.2.1.3 Bruchzähigkeit von Keramiken

Keramische Werkstoffe besitzen eine extrem geringe Nachgiebigkeit und brechen spröde [8] – einmal zerstörte kovalente und ionische Bindungen bleiben hier getrennt. Deren Sprödigkeit hat ihre Ursache in dem geringen Widerstand gegenüber der Ausbreitung von Rissen und die Fehlerfreiheit der Gefüge ist somit wie bereits erläutert maßgebend für die Biegefestigkeit. Zumal in einer prothetischen Versorgung aber rein praktisch immer kleine Fehler vorhanden sind, welche zu dessen Versagen führen können, stellt sich die Frage wie widerstandsfähig eine Keramik gegen ein

Literaturübersicht

Risswachstum ist. Zur Einschätzung dieses Verhaltens spröder Werkstoffe kann der *Spannungsintensitätsfaktor* K_I herangezogen werden. Der Faktor beschreibt die Spannungsintensität, welche an einer Risspitze anliegt und hängt von der Belastungsstärke, der Rissgröße sowie der Prüfkörpergeometrie ab. [45]. Mit zunehmender Belastung nimmt der Spannungsintensitätsfaktor zu bis er einen *kritischen Wert* K_{IC} mit einer instabilen Rissausbreitung erreicht. Dann kommt es zum Versagen des Werkstoffs. Dieser *kritische Spannungsintensitätsfaktor* K_{IC} beschreibt den Widerstand, den ein Werkstoff an einer Risspitze aufbringen kann, um ein weiteres Fortschreiten des Risses zu verhindern [42] und quantifiziert somit die sogenannte Bruchzähigkeit. Sie wird in der Messeinheit $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ angegeben. Die Bruchzähigkeit ist eine wichtige Eigenschaft von Dentalkeramiken, weil sie dazu verwendet werden kann, deren andere Eigenschaften, die gegenüber der Fehlergröße empfindlich reagieren – wie die Festigkeit - vorauszusagen [43]. Das Langzeitverhalten im Werkstoff ist umso sicherer, je größer der K_{IC} und damit der Widerstand gegen eine Rissausbreitung ist. Ausgangspunkt für Rissbildungen sind Fehlstellen im Gefüge in Form von Poren, Rissen oder Einschlüssen, die beispielsweise während der Verarbeitung oder Bearbeitung des Werkstoffs entstehen [22]. Zudem können Risse auch durch den Gebrauch der Keramik entstehen - bedingt durch mechanische, thermische oder korrosive Belastungen (Ermüdung) [54].

Für die Untersuchung der Bruchzähigkeit gibt es verschiedene Prüfverfahren mit komplexen Auswerteverfahren [43]. Dabei wird allgemein zwischen Mikroverfahren mit lediglich kleinen Rissen durch Härteeindrücke und Makroverfahren, bei denen große Risse/Kerben im Prüfkörper produziert werden, unterschieden [54].

Zur Bestimmung der Bruchzähigkeit werden die Prüfkörper anschließend der Drei-Punkt- oder Vier-Punkt-Biegefestigkeitsprüfung unterzogen [55]. Aus den ermittelten

Werten kann die Bruchzähigkeit K_{IC} berechnet werden. Hohe Bruchzähigkeitswerte werden bei metallischen Werkstoffen beobachtet, wohingegen keramische Werkstoffe niedrigere Werte aufweisen. Die Werte der Metalle liegen zum Beispiel für Chrom-Nickel-Stähle bei 50 bis 90 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ [56] und für den keramischen Werkstoff Lithiumdisilikat (IPS e.max Press) bei etwa 2,5 bis 3 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ [40].

Folgende genormte Methoden finden häufige Anwendung und werden im Rahmen dieser Dissertation beschrieben:

- das *SEVNB – Single-Edge-V-Notch-Beam-Verfahren*,
- das *SEPB – Single-Edge-Precracked-Beam-Verfahren*,
- das *CNB – Chevron-Notched-Beam-Verfahren*
- sowie das *SCF – Surface-Crack-in-Flexure-Verfahren*.

SEVNB – Single-Edge-V-Notch-Beam-Verfahren

Für das in dieser Studie verwendete SEVNB-Verfahren nach DIN EN ISO 6872:201 werden Prüfkörper in Form von einseitig an der zugbelasteten Seite V-gekerbten Quadern (Querschnitt: $4 \pm 0,2 \text{ mm} \times 3 \pm 0,2 \text{ mm}$) (siehe Abbildung 9) mit einer Gesamtkerbtiefe von 0,8 mm bis 1,2 mm benötigt. Hierfür wird im ersten Schritt eine Anfangskerbe benötigt, welche zum Beispiel anhand einer Diamantsäge produziert wird. Im zweiten Schritt wird der Kerbgrund mit einer Rasierklinge poliert. Zu beachten ist, dass der Kerbgrundradius weitgehend der mittleren Werkstoffkorngröße entspricht [54]. Ein überdimensionierter Radius kann eine Überbewertung des kritischen Spannungsintensitätsfaktors K_{IC} mit sich ziehen [57-60]. Zur anschließenden Biegeprüfung kann sowohl der Drei-Punkt- als auch der Vier-Punkt-Biegeversuch gewählt werden. Nach Vermessung der Geometrie wird der Prüfkörper mit der Kerbseite nach unten gerichtet und auf zwei Auflagerrollen platziert. Mit einem von

Literaturübersicht

oben zentral einwirkenden Prüfstempel der Universalprüfmaschine wird der Prüfkörper danach mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 0,5 mm/min bis zum Bruch belastet. Anhand der mikroskopischen Ermittlung der Kerbtiefe an der Bruchfläche kann schließlich die Bruchzähigkeit des Prüfkörpers ermittelt werden. Sie lässt sich aus der maximalen Bruchkraft, der Kerbtiefe, der Prüfkörpergeometrie sowie aus Parametern der Versuchsdurchführung mit folgender Formel berechnen:

$$K_{Ic} = \frac{F}{b\sqrt{w}} \cdot \frac{s_1 - s_2}{w} \cdot \frac{3\sqrt{a}}{2(1 - \alpha)^{1,5}} Y$$

Dabei ist:

K_{Ic} = Bruchzähigkeit (MPa \sqrt{m}),

F = Bruchkraft (MN),

b = Dicke des Prüfkörpers (m),

w = Breite des Prüfkörpers (m),

s_1 = Auflager-Spannweite (m): 0,04 für Zirkonoxid, 0,01 für Lithiumdisilikat,

s_2 = innere Spannweite (m): 0,02 für Zirkonoxid, 0,005 für Lithiumdisilikat,

α = relative Tiefe der V-Kerbe,

Y = Formfaktor der Beanspruchungsintensität.

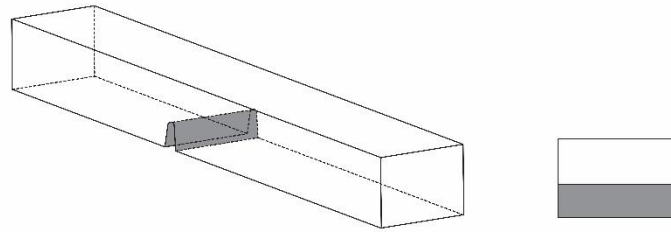


Abbildung 9 Prüfkörpergeometrie - SEVNB-Methode. (modifiziert nach [54])

Dieses Verfahren hat sich in einer internationalen Bewertung als benutzerfreundlich, leicht durchführbar, zuverlässig und genau erwiesen [43].

SEP_B – Single-Edge-Precracked-Beam-Verfahren

Das SEP_B-Verfahren wird in DIN EN ISO 15732 oder ASTM C1421 definiert. Diese Methode wird für Keramiken mit niedriger mittlerer Korngröße unter 1 µm und für polykristallines Zirkonoxid herangezogen, bei denen sich die V-Kerbung durch das SEVNB-Verfahren umständlich erweist. Studien haben gezeigt, dass das SEVNB-Verfahren bei feinkörnigen Werkstoffen unzureichend spitze Kerben erreichte, was zu einer Überbewertung der Bruchzähigkeitswerte führte. Grundlage der SEP_B-Methode ist ein mittiger Anriss/Ursprungsriss (Precrack) auf der schmalen und zugbelasteten Seite des quaderförmigen Prüfkörpers (3 mm x 4 mm) (siehe Abbildung 10), welcher mittels Härteeindruck (Vickers- oder Knoop-Eindruck) oder Sägeschnitt (Diamantscheibe) erzeugt wird, bevor dieser Oberflächenriss mithilfe einer Brücken-Amboss-Apparatur geradlinig erweitert wird. Die Risttiefe wird vor dem Versuch gemessen, bevor der Prüfkörper im Drei-Punkt- oder Vier-Punkt-Biegeversuch bis

zum Bruch belastet wird. Die Bruchzähigkeit lässt sich mit derselben Formel wie für das SEVNB-Verfahren berechnen.

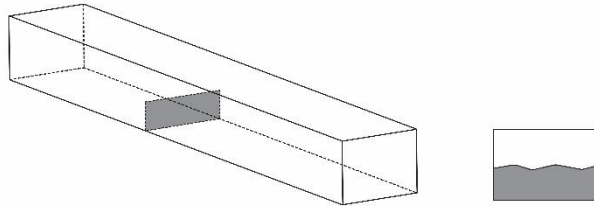


Abbildung 10 Prüfkörpergeometrie - SEP-B-Methode. (modifiziert nach [54])

CNB – Chevron-Notched-Beam-Verfahren

Zur Bestimmung der Bruchzähigkeit durch das CNB-Verfahren wird DIN EN ISO 24370 oder ASTM C1421 herangezogen. Dieses Verfahren kann als Vorgänger der SEVNB-Methode betrachtet werden. Ausgangspunkt ist hier eine dreieckige Chevron-Kerbe, die durch zwei Sägeschnitte im quaderförmigen Prüfkörper (3 mm x 4 mm) mittels einer diamantierten Trennscheibe erzeugt wird (siehe Abbildung 11). Hierbei entsteht im Querschnitt eine Spitze, von der der Riss wegläuft [54]. Es folgt die Belastung des Prüfkörpers mit Hilfe des Vier-Punkt-Biegeversuchs mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 0,0003 mm/s bis 0,005 mm/s bis zum Bruch. Im Anschluss daran kann die Bruchzähigkeit ebenfalls mit oben genannter Formel (SEVNB-Verfahren) berechnet werden. [61]. Dabei zeigt die Chevron-Spitze in Richtung der unter Zugspannung gesetzten Seite. Der Fokus der CNB-Methode liegt auf der Untersuchung der Unterschiede der Bruchzähigkeitswerte zwischen

dreieckigen Kerben und geraden Anrissen [62]. Entsprechend dem SEPB-Verfahren ist auch dieses Verfahren für feinkörnige Werkstoffe unter $1\ \mu\text{m}$ und für polykristallines Zirkonoxid geeignet.

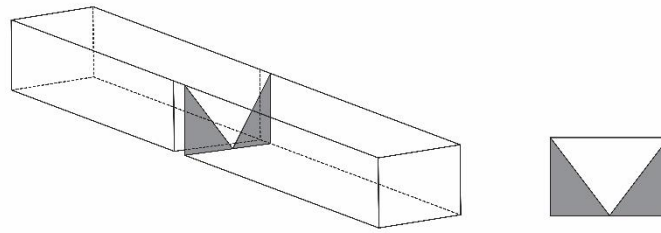


Abbildung 11 Prüfkörpergeometrie - CNB-Methode. (modifiziert nach [54])

SCF – Surface-Crack-in-Flexure-Verfahren

Das SCF-Verfahren wird in DIN EN ISO 18756 oder ASTM C1421 beschrieben und eignet sich ebenfalls sowohl für feinkörnige Werkstoffe mit Korngrößen unter $1\ \mu\text{m}$ als auch für härteres polykristallines Zirkonoxid. Dieses Verfahren wurde bereits in den frühen 70er Jahren entwickelt [63]. Einem ebenso quaderförmigen Prüfkörper ($3 \times 4\ \text{mm}$) werden auf der zugbelasteten Seite zentrale Knoop-Härteeindrücke zugeführt, wobei ein semielliptischer Oberflächenriss entsteht (siehe Abbildung 12). Danach werden die Eindrücke wieder wegpoliert, während sichergestellt werden muss, dass der gesetzte Riss im Material vorhanden bleibt [54]. Anschließend lässt sich anhand des Vier-Punkt-Biegeversuchs die Bruchzähigkeit des Materials mit folgender Formel berechnen [64]:

Literaturübersicht

$$K_{Ic} = \sigma \sqrt{\frac{\pi a}{Q}} F\left(\frac{a}{c}, \frac{a}{t}, \frac{c}{b}, \Phi\right)$$

Dabei ist:

σ = Bruchkraft,

a = Risstiefe,

Q = Faktor zur Beschreibung der Rissgeometrie,

F = Korrelationsfaktor,

t = Probendicke,

c = halbe Eindrucksbreite,

b = halbe Prüfkörperbreite,

Φ = Winkel zwischen Riss und Prüfkörperoberfläche.[65].

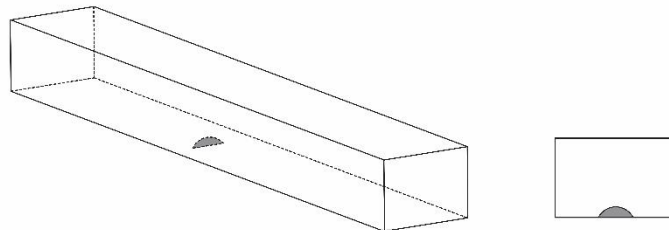


Abbildung 12 Prüfkörpergeometrie - SCF-Methode. (modifiziert nach [54])

Diese unterschiedlichen genormten Verfahren zur Ermittlung der Bruchzähigkeit haben alle ihre Vor- und Nachteile (siehe Tabelle 1) [66] und lassen sich nur schwer miteinander vergleichen. Ein gewisses Maß an Erfahrung wird bei ihrer Wahl benötigt, um gute und präzise Resultate zu erhalten [67].

Literaturübersicht

Tabelle 1 Vor- und Nachteile genormter Bruchzähigkeitsprüfmethoden.

Methode	Vorteile	Nachteile
SEVNB	<ul style="list-style-type: none"> ➤ benutzerfreundlich ➤ leicht durchführbar ➤ zuverlässig ➤ genau ➤ kostengünstig 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ nicht für feinkörnige Werkstoffe mit Korngrößen $< 1\mu\text{m}$ geeignet ➤ für gültige Prüfergebnisse muss die Kerbe die Kriterien der Norm erfüllen ➤ Kerbradius hat Beeinflussung auf K_{Ic}
SEPB	<ul style="list-style-type: none"> ➤ natürlicher Riss bereits vor Prüfung vorhanden ➤ Risse sind relativ gut messbar ➤ für feinkörnige Werkstoffe mit Korngrößen $< 1\mu\text{m}$ geeignet ➤ für polykristallines ZrO_2 geeignet 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ kostspielige Apparatur ➤ große Kompressionskraft erforderlich ➤ Gefahr der Risserweiterung ➤ schwierig herzustellender Anriss
CNB	<ul style="list-style-type: none"> ➤ natürlicher Riss der erst bei Prüfung entsteht ➤ für feinkörnige Werkstoffe mit Korngrößen $< 1\mu\text{m}$ geeignet ➤ für polykristallines ZrO_2 geeignet 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ spezielle Maschine für Rissproduktion notwendig ➤ Qualität und Dimension der Kerbe hat Einfluss auf K_{Ic} ➤ stabile Rissausbreitung in der Kerbe erforderlich
SCF	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Riss bereits vor Prüfung vorhanden ➤ für feinkörnige Werkstoffe mit Korngrößen $< 1\mu\text{m}$ geeignet ➤ für polykristallines ZrO_2 geeignet 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ aufwendiges Verfahren (viele Schritte) → erhöhte Messfehlergefahr ➤ Riss kann versehentlich wegpoliert werden ➤ Messungen sind vom Material und der Erfahrung des Anwenders abhängig

3.2.2 Optische Parameter von Keramiken

Neben dem funktionellen Aspekt rückt bei der Beurteilung restaurativer Versorgungen auch immer mehr die ästhetische Komponente in den Vordergrund. Deshalb ist es gerade bei monolithischem Zahnersatz sehr wichtig, das geeignete Material so auszuwählen, dass die Versorgung optimal an die natürlichen Zähne angepasst wird [68], was wiederum eine der größten Herausforderungen für die restaurative Zahnheilkunde darstellt. Dementsprechend ist das Wissen über die lichtoptischen Eigenschaften von Zahn und Material von immenser Bedeutung. Das ästhetische Erscheinungsbild des Zahnes hängt neben der Form und der Farbe ferner von der *Opaleszenz* (durch diffuse Streuung des Lichtes hervorgerufenes „Schillern“ des Zahnschmelzes), der *Fluoreszenz* (spontane Emission von Licht beim Übergang eines elektronisch angeregten Systems in einen Zustand niedrigerer Energie) und der *Transluzenz* (partielle Lichtdurchlässigkeit) ab [68]. Das lichtoptische Verhalten eines Mediums wiederum ist abhängig von der *Lichtbrechung*, der *Lichtstreuung*, der *Lichttransmission* sowie der *Lichtabsorption*. Trifft beispielsweise Licht auf einen keramischen Körper, kann je nach chemischer Beschaffenheit, Kristallgehalt und Korngröße der Keramik jede einzelne Wellenlänge des Lichtbündels entweder reflektiert, gestreut, transmittiert und/oder absorbiert werden. Grundsätzlich lassen sich die Medien in drei Kategorien einordnen - in transparente (völlig lichtdurchlässige), transluzente (partiell lichtdurchlässige) und opake (völlig lichtundurchlässige) Körper. Transparente Körper absorbieren nur eine geringe Menge des einfallenden Lichts und erlauben durch das Fehlen von diffuser Streuung das Durchdringen von Licht. Hier handelt es sich um die sogenannte *ideale Transmission*. Wird zudem ein Teil der einfallenden Strahlung diffus abgelenkt, spricht man von einer *diffusen Transmission*, der *Transluzenz*. Hingegen opake Körper

Literaturübersicht

absorbieren und/oder reflektieren das auftreffende Licht, sodass Transmission und Streuung hier nicht stattfinden. [69] Zur Veranschaulichung der spektralen Eigenschaften Transmission, Reflexion und Absorption dient Abbildung 13:

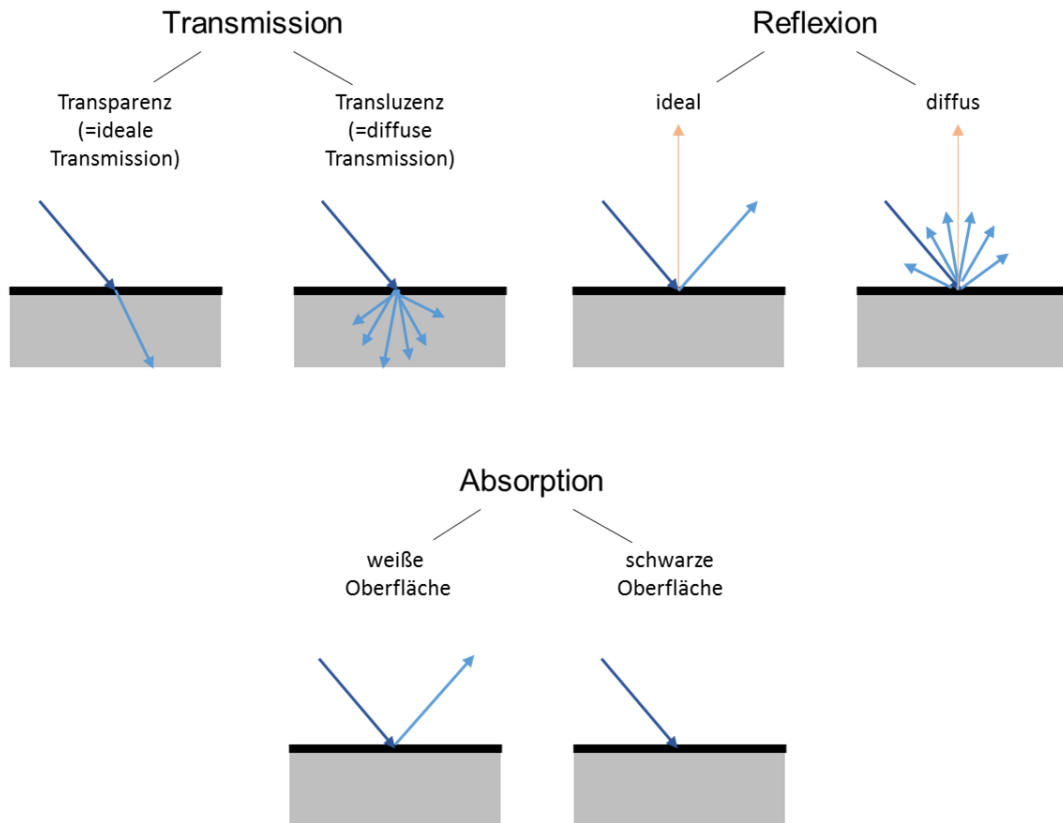


Abbildung 13 Schematische Darstellung von Transmission, Reflexion und Absorption.

Eines der wichtigsten Kriterien zur Erzielung einer realitätsgetreuen und ästhetischen Restauration ist die korrekte Nachbildung der Transluzenzgrade natürlicher Zähne [70-72]. Die Transluzenz eines Materials hängt unter anderem von dessen Farbe, Materialstärke und Oberflächenbeschaffenheit ab [73-75]. Verschiedene Studien zeigen, dass es innerhalb der vollkeramischen Materialien große Abweichungen hinsichtlich der Transluzenz gibt [76, 77]. Im Folgenden wird dieser optische Parameter näher beschrieben.

3.2.2.1 Transluzenz

Die Transluzenz als „ästhetische Messgröße“ ist physikalisch betrachtet der relative Anteil von partieller Lichtdurchlässigkeit (Transmission) oder diffuser Reflexion von einer Trägeroberfläche durch ein trübes Medium [72, 78, 79]. Die in dieser Studie herangezogene spektrale Eigenschaft „Transmission“ beschreibt das Verhältnis von einfallender zu durchgelassener Lichtintensität [74]. Während der Begriff „Transluzenz“ der Beschreibung der optischen Eigenschaft eines Körpers dient, handelt es sich beim entsprechenden Begriff „Transmission“ um die physikalische Eigenschaft, welche die Fähigkeit des Mediums darstellt, Licht hindurchzulassen [72, 78, 80]. Die verschiedenen Dentalkeramiken verfügen über unterschiedliche Transluzenzwerte. Glasbasierte Keramiken können aufgrund ihrer Glasphase sehr hohe Transluzenzwerte aufweisen, welche in Richtung Transparenz neigen. Zur Anpassung der Transluzenz dieser Keramiken an die natürlichen Zähne können hier gezielt Kristalle in die Matrix eingebaut werden. Demgegenüber fallen die Transluzenzwerte von Zirkonoxid geringer aus. Hier fehlt die Glasphase und der gesamte Gefügebau besteht bereits aus Kristallen, weshalb diese Keramik viele Streuzentren aufweist und opaker erscheint. [75]. Generell basiert die Beschränkung der Lichtdurchlässigkeit keramischer Schichten auf der diffusen Streuung des natürlichen Lichtes durch Reflexion und Brechung an Einschlüssen in der Matrix [37].

Dabei gilt:

- kurzwelliges Licht wird stärker gestreut als langwelliges Licht,
- je mehr und je kleiner die Streuzentren sind, desto geringer ist die Transluzenz und desto höher ist folglich die Opazität,

- je größer die Schichtstärke eines Materials ist, desto geringer der Anteil I des durchgelassenen Lichtes [72, 81]. [37, 74]

Transluzenzmessungen

Zur Bestimmung der Transluzenz dient unter anderem das in dieser Arbeit verwendete spektralphotometrische Messverfahren via Spektralphotometer, welches die Intensitäten der einzelnen Wellenlängen des transmittierten oder des reflektierten Lichtes eines Materials misst und durch deren anschließende Auswertung in Messwerte (via Computer) den Vergleich mit anderen Materialien zulässt. Eine Materialschicht besitzt dann eine hohe Transluzenz ($=I/I_0$) und dementsprechend eine niedrige Opazität ($=I_0/I$), wenn sie einen großen Anteil I der einfallenden Lichtintensität I_0 hindurchlässt [37]. Stawarczyk et al. [20] untersuchten 2016 im Rahmen einer *In-vitro*-Studie die Transluzenz unterschiedlicher monolithischer Keramiken (Zirkonoxidkeramiken der ersten drei Generationen) sowie Lithiumdisilikatkeramiken mittels Transmissions- und Reflexionsmessungen. Zur Sicherung der Vergleichbarkeit der Prüfmethode wurden hier die Transluzenzen der zu untersuchenden Prüfkörper einmal über eine Transmissionsmessung via Spektralphotometer (Lambda 35, Perkin Elmer Inc., Waltham; MA, USA) und zusätzlich über eine Opazitätsmessung mit einem Reflexionsspektralphotometer (CM-600d, Konica Minolta Business Solutions, Berlin, Deutschland) bestimmt. Zur Messung der Transmission wurde das Spektralphotometer zunächst kalibriert und der Wert von 100 % Transmission (I_0) definiert. Die Menge des durch den Prüfkörper reflektierten und gestreuten Lichtes auf den Detektor erfolgte anhand des Bariumsulfatstandards der Ulbrichtkugel. Diese Lichtintensität (I) diente der Berechnung der Transmission mithilfe folgender Formel: Transmission [%] = $I/I_0 \cdot 100$. Zur Messung der Reflektion erfolgte zuerst die

Kalibrierung des Reflexionsspektralphotometers mit zu Hilfenahme einer schwarzen und lichtdichten Blendenabdeckung sowie einer weißen Kalibrierungsprobe, bevor die Opazitätswerte der Prüfkörper über die Helligkeitswerte der vermessenen Prüfkörper mit schwarzer Abdeckung (I_{schwarz}) und mit weißem Kalibrierungsprüfkörper ($I_{\text{weiß}}$) mit folgender Formel berechnet werden konnten: $\text{Opazität [\%]} = I_{\text{schwarz}}/I_{\text{weiß}} * 100$.

4 Ziel der Arbeit

Das Untersuchungsziel dieser In-Vitro-Studie war es, unterschiedliche Zirkonoxidmaterialien der dritten Generation für monolithische Restaurationen hinsichtlich ihrer mechanischen und optischen Eigenschaften zu untersuchen und mit denen einer Lithiumdisilikatkontrollgruppe zu vergleichen. Dabei wurden die Keramiken auf ihre Vier-Punkt-Biegefestigkeit, Vier-Punkt-Bruchzähigkeit sowie Lichttransmission untersucht. Weiterhin wurden rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen an den Lichttransmissionsprüfkörpern zur Beurteilung der Korngrößen durchgeführt. Hierdurch sollte eine zusätzliche Evaluierung der für die untersuchte Transluzenz zugrunde liegenden Phänomene ermittelt werden.

Die zu untersuchende Hypothese dieser Dissertation lautete, dass die Zirkonoxide der dritten Generation vergleichbare mechanische und optische Eigenschaften mit denen der Lithiumdisilikatkeramik zeigen.

5 Materialien und Methoden

Im Folgenden werden alle untersuchten Materialien und die entsprechenden Prüfmethode zur Bestimmung dessen mechanischen und optischen Eigenschaften dargestellt.

5.1 Materialien und Studiendesign

In dieser Dissertation wurden sechs verschiedene, uneingefärbte Zirkonoxidmaterialien der dritten Generation für monolithische Restaurationen im Hinblick auf ihre mechanischen und optischen Eigenschaften, d.h. in Bezug auf ihre Biegefestigkeit, Bruchzähigkeit, Transluzenz und Korngröße, analysiert: Ceramill Zolid FX (Amann Girrbach), CopraSmile (Whitepeaks), DD cubeX² (DentalDirekt), NOVAZIR MaxT (Novadent), priti multidisc ZrO₂ (Pritidenta) und StarCeram Z-Smile (H.C.Starck). Eine Lithiumdisilikatkeramik stellte die Vergleichsgruppe dar: IPS e.max Press LT (low translucency) A2 (Ivoclar Vivadent). Tabelle 2 liefert eine detaillierte Übersicht über die verwendeten und geprüften Materialien.

Materialien und Methoden

Tabelle 2 Übersicht der verwendeten Materialien mit LOT Nummern.

Material		Abkürzung	Hersteller	LOT Nummer
Zirkonoxid 3. Generation	Ceramill Zolid FX	CZ	Amann Girrbach, Koblach, Österreich	1512004-114
	CopraSmile	CS	Whitepeaks Dental Solutions, Wesel, Deutschland	IS2114
	DD cubeX ²	DD	Dental Direkt, Spenge, Deutschland	8041632001
	NOVAZIR MaxT	NZ	Novadent Dentaltechnik, Hamburg/Dresden, Deutschland	L2251030007-6
	priti multidisc ZrO ₂	PD	Pritidenta, Leinfelden- Echterdingen, Deutschland	Y65 16HT
	StarCeram Z-Smile	SC	H.C.Starck, München, Deutschland	50586461
Lithiumdisilikat Kontrollgruppe	IPS e.max Press LT		Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	U04298

Insgesamt wurden 280 Prüfkörper hergestellt. Diese Zahl entspricht 40 Prüfkörpern pro Zirkonoxidgruppe sowie 40 Prüfkörpern der Lithiumdisilikatvergleichsgruppe. Dabei wurden jeweils 15 quaderförmige Prüfkörper für die Untersuchung der 4-Punkt-Biegefestigkeit, ebenso 15 quaderförmige Prüfkörper für die Untersuchung der 4-Punkt-Bruchzähigkeit sowie 10 scheibenförmige Prüfkörper für die Transmissionsmessungen hergestellt - unter Einbeziehung dreier scheibenförmiger Prüfkörper pro Zirkonoxidgruppe für die Bestimmung der Korngröße. Bei den Zirkonoxidmaterialien handelte es sich um Quader der Abmessungen:

45,0 mm (Länge) x 4,0 (±0,2) mm (Breite) x 3,0 (±0,2) mm (Dicke) im Gegensatz zur Lithiumdisilikatvergleichsgruppe mit den Abmessungen:

30,0 mm (Länge) x 4,0 (±0,2) mm (Breite) x 3,0 (±0,2) mm (Dicke).

Die Endmaße der Transmissionsplättchen betragen:

16,0 mm (Durchmesser) x 1,0 (±0,05) mm (Dicke).

Eine schematische Übersicht der Versuchsreihen gibt Abbildung 14.

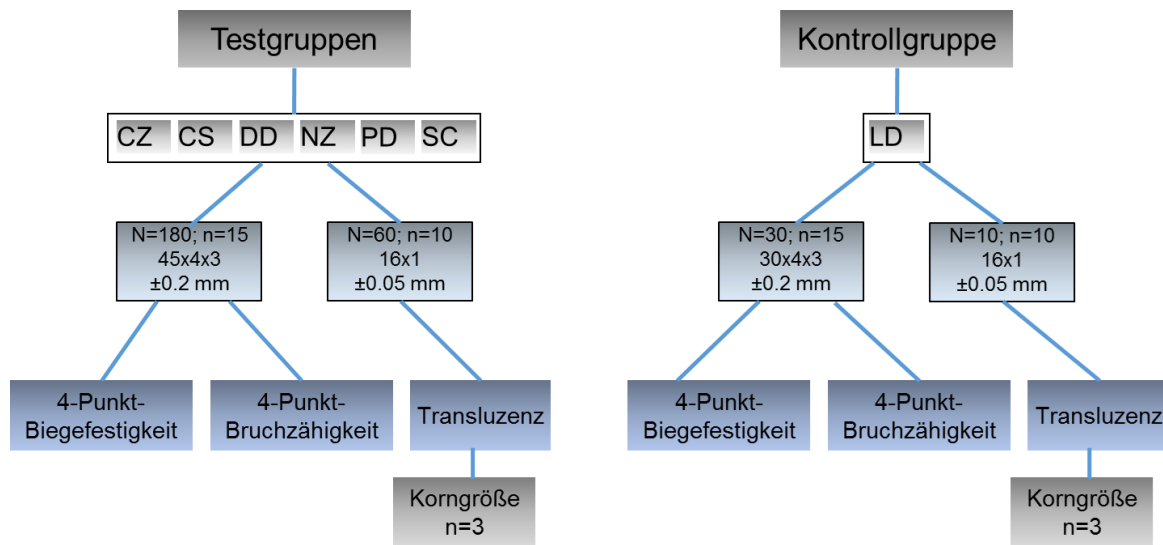


Abbildung 14 Schematische Übersicht der Versuchsreihen.

5.2 Herstellung der Prüfkörper

Die Prüfkörperherstellung der unterschiedlichen Zirkonoxidkeramiken unterscheidet sich von der der Lithiumdisilikatkontrollgruppe.

5.2.1 Prüfkörper aus Zirkonoxid

Die sechs zu untersuchenden Materialien aus Zirkonoxid sind dentale CAD/CAM-Keramiken, sodass die benötigten Prüfkörperformen zuerst anhand einer Fräsmaschine (Ceramill motion 2, Amann Girrbach AG, Koblach, Österreich) (siehe Abbildung 15) aus vorgesinterten Zirkonoxidrohlingen (\varnothing : 98 mm x 16 mm) via CAD/CAM Technologie und dem passenden NC-Datensatz gefräst wurden.

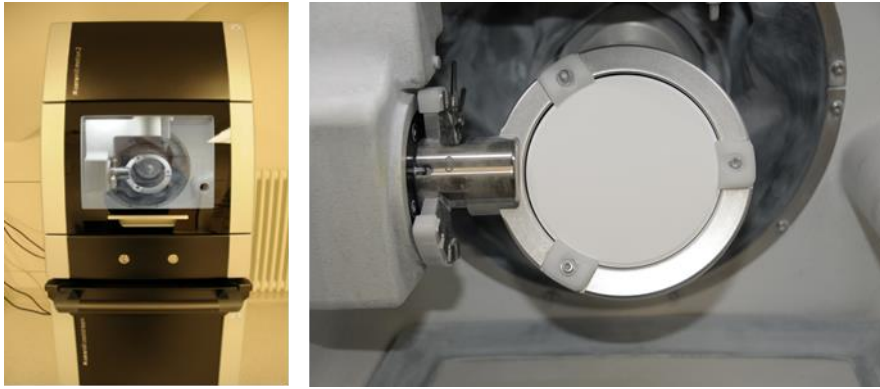


Abbildung 15 links: Fräsmaschine - Ceramill motion 2 (Amann Girrbach), rechts: Zirkonoxidrohling in Fräsmaschine.

Nach Einbringen und Fixieren des Rohlings in die vorgesehene Halterung der Fräsmaschine wurde das entsprechende Fräsprogramm (ceramill motion – EST 1274-47.10) mithilfe des NC-Datensatzes gestartet. Pro Rohling wurden dabei zwölf Quader beziehungsweise sieben Plättchen gefräst (siehe Abbildung 16). Da bei dem sich anschließenden definitiven Sinterprozess, bei dem die endgültige Festigkeit erreicht wird, mit einer Sinterschrumpfung von etwa 23 % gerechnet werden muss, wurden dabei zum Ausgleich überdimensionierte Prüfkörper hergestellt. In dem sogenannten Weißzustand besaßen die Quader folgende Geometrien: Länge = 55 mm, Breite ≥ 5 mm, Höhe $\geq 3,8$ mm. Die Dicke der Transluzenzplättchen betrug dabei etwa 1,2 mm.



Abbildung 16 Zirkonoxidrohlinge (Weißzustand) – links: gefräste Quader für die Prüfung der Biegefestigkeit/Bruchzähigkeit (etwa 55,0 x 5,0 x 3,8 mm), rechts: gefräste Plättchen für die Transmissionsmessung (etwa 19,0 x 1,2 mm).

Nach anschließend vorsichtigem Abtrennen und Schmirgeln der einzelnen Prüfkörper auf die gewünschten Maße mithilfe einer Trennscheibe (Komet Dental/Gebr. Brasseler, Lemgo, Deutschland) und SiC Schleifpapier P1200 und P2500 (Buehler, Düsseldorf, Deutschland) wurden die Geometrien aller Zirkonoxidprüfkörper einschließlich der Parallelität der Quader via digitaler Bügelmessschraube (Mitutoyo, Andover, England) (siehe Abbildung 17) kontrolliert. Hierbei sollten die vorgesinterten Quader eine gleichmäßige Dicke von etwa 3,8 mm sowie eine gleichmäßige Breite von etwa 5,0 mm haben. Zum Dichtsintern wurden diese vorgesinterten Prüfkörper anschließend gleichmäßig in die Schale des Sinterofens (LHT 02/16, Nabertherm GmbH, Lilienthal/Bremen, Deutschland) gelegt - jeweils fünf Plättchen oder jeweils sieben beziehungsweise acht Quader (siehe Abbildung 18).

Materialien und Methoden



Abbildung 17 digitale Bügelmessschraube (Mitutoyo).

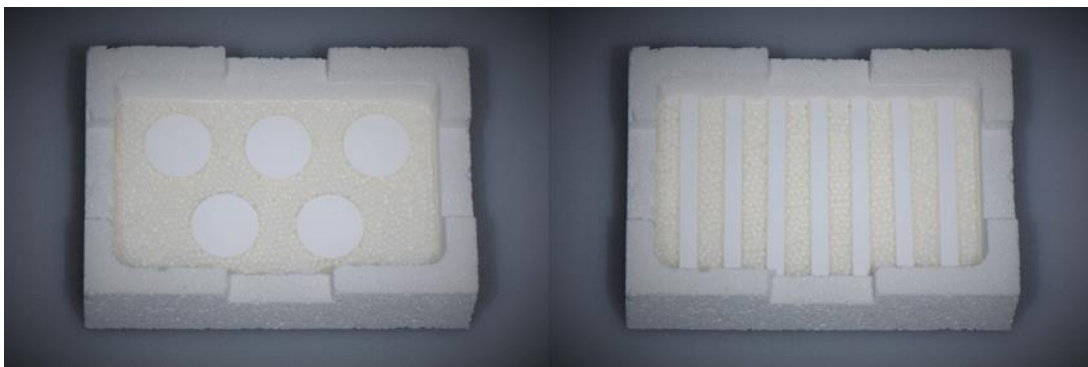


Abbildung 18 Sinterschalen mit Sinterkugeln – links: fünf vorgesinterte Zirkonoxidplättchen, rechts: sieben vorgesinterte Zirkonoxidquader.

Die Sinterschale wurde anschließend zentrisch im Sinterofen platziert, welcher nach Eingabe der von allen Herstellern erfragten jeweiligen Sinterparameter (siehe Tabelle 3) gestartet wurde.

Materialien und Methoden

Tabelle 3 Verwendete Sinterparameter der geprüften Zirkonoxidmaterialien, nach Herstellerangaben.

Gruppe	Heizrate (°C/min)	Halte- zeit (min)	Heizrate (°C/min)	Halte- zeit (min)	Heizrate (°C/min)	End- Temperatur (°C)	Halte- Zeit (min)	Abkühlrate auf 25°C (°C/min)
CZ	8	-	-	-	-	1450	120	15
CS	10 auf 950°C	-	6	-	-	1500	90	Unkontrolliert (geschlossener Ofen)
DD	8 auf 900°C	30	3	-	-	1450	120	10
NZ	4 auf 500°C	-	8 auf 1150°C	30	2 auf 1300°C, dann 4	1450	120	8 auf 800°C, dann unkontrolliert
PD	10	-	-	-	-	1450	120	10
SC	5 auf 900°C	30	2,5	-	-	1450	120	5 auf 900°C, dann unkontrolliert

Es folgte die Politur der Zirkonoxidplättchen mithilfe einer wassergekühlten Schleif- und Poliermaschine (Abramin, Struers, Ballerup, Dänemark) (siehe Abbildung 19). Hierfür wurden die zehn Plättchen einer Zirkonoxidgruppe, deren Dicke vorher mithilfe der digitalen Bügelmessschraube (Mitutoyo, Andover, England) gemessen und notiert wurde, gleichmäßig via Wachs auf eine entsprechende runde Trägerplatte aus Hartmetall fixiert (siehe Abbildung 20). Diese Trägerplatte wurde schließlich in die Schleif- und Poliermaschine eingespannt, in welcher die Politur stattfand (siehe Abbildung 19). Als Hilfsmittel dienten Diamantschleifscheiben der Körnung 40 µm und 20 µm, Magnetic Disc Schleifscheiben der Körnung 9 µm und 3 µm sowie eine Polierscheibe mit 1 µm inklusive entsprechender DiaPro Diamant- und Poliersuspensionen (Struers, Ballerup, Dänemark). Nach Ablösen und Reinigen der Plättchen mit Reinigungslösung (Solvitan, Voco, Cuxhaven, Deutschland) und 80% Ethanol (Alkopharm 80, Brüggemann Alkohol, Heilbronn, Deutschland) wurde

wiederholt die Plättchendicke notiert und anschließend die zweite Seite der Plättchen entsprechend auf die gewünschte Dicke poliert.



Abbildung 19 Schleif- und Poliermaschine (Abramin, Struers) - Politur der Transmissionsplättchen.



Abbildung 20 Zirkonoxidplättchen fixiert auf Trägerplatte.

Die Dimension der Plättchen nach Sinterung und Politur betrug:

16,0 mm (Durchmesser) x 1,0 ($\pm 0,05$) mm (Dicke).

Die Dimension der Quader betrug nach Sinterung:

45,0 mm (Länge) x 4,0 ($\pm 0,2$) mm (Breite) x 3,0 ($\pm 0,2$) mm (Dicke).

5.2.2 Prüfkörper aus Lithiumdisilikat

Die zu prüfende Lithiumdisilikatkeramik IPS e.max Press LT A2 (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) ist eine dentale Presskeramik, weshalb die erforderliche Prüfkörperform vor dem Pressverfahren [82] zunächst in Wachs modelliert werden musste. Mithilfe der Fräsmaschine (Ceramill motion 2, Amann Girrbach, Koblach, Österreich) wurden hierfür im ersten Schritt einheitliche Modellationen aus Wachsrohlingen (Ceramill WAX white 98x 14, Amann Girrbach, LOT Nr.: D20368-1) gefräst. Aus einem Rohling wurden 22 Wachsquader beziehungsweise zwölf Wachsplättchen gefräst (siehe Abbildung 21).

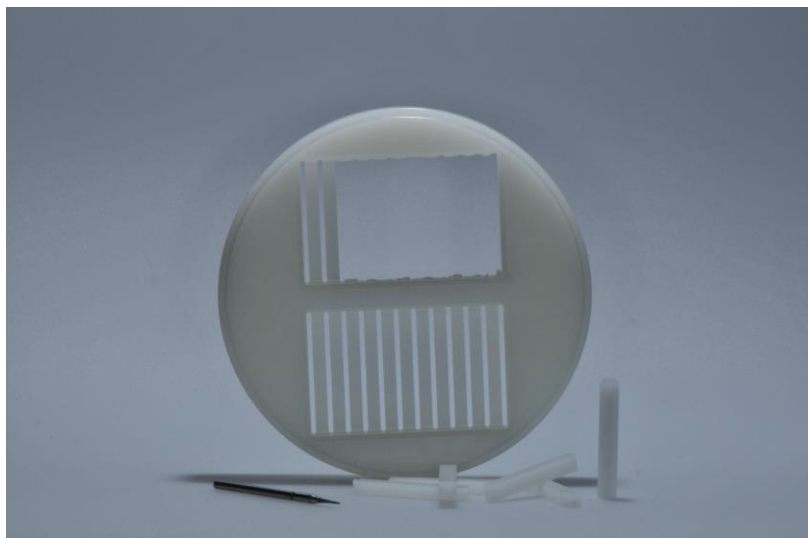


Abbildung 21 Wachsrohling – gefräste Wachsstäbchen (30,0 x 4,4 x 3,4) für die Prüfung der Biegefestigkeit/Bruchzähigkeit.

Materialien und Methoden

Im Gegensatz zum Zirkonoxid hatten hier die Wachsquader eine Länge von 30 mm, welche dadurch in das später verwendete 200 g-IPS-Muffelsystem (Ivoclar Vivadent) passten. Die Wachsmodellationen wurden anschließend aus dem Rohling abgetrennt sowie deren Wachsgewicht und somit auch die Menge des zu verwendenden Lithiumdisilikatmaterials bestimmt. Es folgte die Anstiftung von jeweils drei Modellationen auf die entsprechende Muffelbasis (siehe Abbildung 22 links) und anschließende Einbettung mit phosphatgebundener Speed-Einbettmasse (IPS PressVEST Speed, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein, LOT Nr.: UL 1581) (siehe Abbildung 22 rechts). Pro Muffel wurden zwei Packungen Einbettmasse à 100 g mit dem Verhältnis von 27 ml Konzentrat (LOT Nr.: SL 3102) zu 27 ml destilliertem Wasser unter Vakuum mit dem entsprechenden Programm für IPS e.max Press circa 80 s angerührt (Multivac compact, DeguDent, Hanau-Wolfgang, Deutschland). Bei der Herstellung wurden alle Herstellerangaben eingehalten.



Abbildung 22 links: angestiftete Modellation, rechts: IPS Muffelsystem - eingebettete Prüfkörper.

Nach angegebener Mindestabbindezeit von 30 min wurden die Muffelbasis, die Muffellehre sowie der Silikonring entfernt und die Muffel in einen Vorwärmeofen (EWL 5635, KaVo Dental, Biberach/Riß, Deutschland) mit 850 °C platziert. Dieser Vorgang nutzt dem Ausbrennen des Wachses und dauert mindestens 60 min. Danach wurde

Materialien und Methoden

die Muffel aus dem Vorwärmeofen entnommen und Lithiumdisilikatrohlinge in Form von Pellets sowie ein Aluminiumoxidkolben wurden in die entstandene zylinderförmige Hohlform an der Unterseite der Muffel eingebracht. Diese Muffel wurde unmittelbar danach in den speziellen Keramikpressofen (Austromat 654 press-i-dent, Dekema Dental-Keramiköfen, Freilassing, Deutschland) platziert, in welchem der Pressvorgang durchgeführt wurde. Die Pressparameter für das adäquate Pressprogramm E.MAX PRESS 200 G LT HO MO waren folgende: Starttemperatur: 700 °C, Endtemperatur: 930 °C, Aufheizrate: 60 °C/min, Haltezeit: 25 min, Presszeit auto 1, Presslevel: 6. Zum Abkühlen auf Raumtemperatur wurde die Muffel (siehe Abbildung 23 links) danach auf einem Gitter abgestellt. Im nächsten Schritt wurden die Prüfkörper mit Hilfe eines Sandstrahlgerätes (FG 3-92, Sandmaster, Zofingen, Schweiz) sowie einer dünnen Diamanttrennscheibe (Komet Dental/Gebr. Brasseler, Lemgo, Deutschland, LOT Nr.: 920654) ausgebettet (siehe Abbildung 23 rechts) und abgetrennt. Für die Ausbettung kamen bei einem Druck von 2 bar Glanzstrahlmittel der Korngröße 50 µm zur Verwendung sowie Aluminiumoxid der Korngröße 50 µm zum anschließenden Entfernen der Reaktionsschicht. Ein Diamantfinierer (Komet Dental/Gebr. Brasseler) diente danach dem Glätten der Schleifstellen, wobei hier eine Kühlmittelzufuhr gegen Überhitzung durchzuführen ist. Im nächsten Schritt erfolgte die Politur der Prüfkörper auf die gewünschten Dimensionen der Stäbchen von 30,0 mm (Länge) x 4,0 (±0,2) mm (Breite) x 3,0 (±0,2) mm (Dicke) und der Plättchen von 16,0 mm (Durchmesser) x 1,0 (±0,05) mm (Dicke). Die Plättchen wurden analog zu den Zirkonoxidplättchen poliert. Für die Politur der Quader kamen hier SiC Foil klebendes Nassschleifpapier von P500, P1200, P2000 sowie P4000 (Struers, Ballerup, Dänemark) zur Verwendung. Jeweils fünf Quader wurden mithilfe von Klebewachs auf plane Hartmetallblöcke fixiert (siehe Abbildung 24) und manuell mit

der wassergekühlten Schleif- und Poliermaschine (Abramin, Struers, Ballerup, Dänemark) auf die gewünschten Dimensionen poliert.



Abbildung 23 Lithiumdisilikat - links: abgekühlte Muffel nach Pressung, rechts: ausgebettete Prüfkörper (Quader).



Abbildung 24 Lithiumdisilikat - fixierte Prüfkörper (Quader) auf Hartmetallblock.

Schließlich erfolgte die Kontrolle der Geometrien aller Lithiumdisilikatprüfkörper einschließlich der Parallelität der Quader via digitaler Bügelmessschraube (Mitutoyo, Andover, England).

5.3 Methoden

Die im Rahmen dieser Dissertation verwendeten Methoden zur Bestimmung der Vier-Punkt-Biegefestigkeit, der Vier-Punkt-Bruchzähigkeit, der Transluzenz sowie der Korngrößen werden nachstehend beschrieben.

5.3.1 Bestimmung der Vier-Punkt-Biegefestigkeit

Die Vier-Punkt-Biegefestigkeit (N=105, n=15 pro Gruppe) wurde in Anlehnung an ISO 6872:2015 ermittelt. Zur erneuten Kontrolle der Maße und der Parallelität der Quader wurden zunächst deren Dimensionen mittels digitaler Bügelmessschraube (Mitutoyo, Andover, England) mit einer Genauigkeit von 0,01 mm an drei Stellen – oberes Ende, Mitte, unteres Ende – gemessen. Die Prüfkörper wurden mit ihrer breiten Seite (4,0 ($\pm 0,2$) mm) nach unten gerichtet und einzeln in einen passenden Probenhalter mit zwei Stahl-Auflagerrollen, welche einen Abstand von 40 mm zueinander hatten, platziert. In der Universalprüfmaschine (1445 Zwick/Roell, Zwick, Ulm, Deutschland) erfolgte anschließend mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 1 mm/min deren Belastung bis zum vollständigen Bruch (Messdose: 10kN). Der Prüfstempel mit ebenfalls zwei Stahl-Belastungsrollen, welche einen Abstand von 20 mm zueinander hatten, sorgte hierbei für die Kraftausübung. Für die kleineren Prüfkörper aus Lithiumdisilikat wurde ein geeigneter Probenhalter mit passendem Prüfstempel verwendet. Hier hatten die Auflagerrollen des Probenhalters einen Abstand von 10 mm und die Belastungsrollen des Prüfstempels einen Abstand von 5 mm zueinander. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 25 dargestellt. Die Versuche wurden bei Raumtemperatur in trockener Umgebung durchgeführt. Folgende Formel wurde nach Ermittlung der Bruchkraft für die Berechnung der Vier-Punkt-Biegefestigkeit verwendet:

$$\sigma = \frac{3Fd}{4bh^2}$$

σ = Biegefestigkeit (MPa),

F = Bruchkraft (N),

d = Abstand zwischen den Widerlagern (mm),

b = Breite des Prüfkörpers (mm),

h = Höhe des Prüfkörpers (mm).

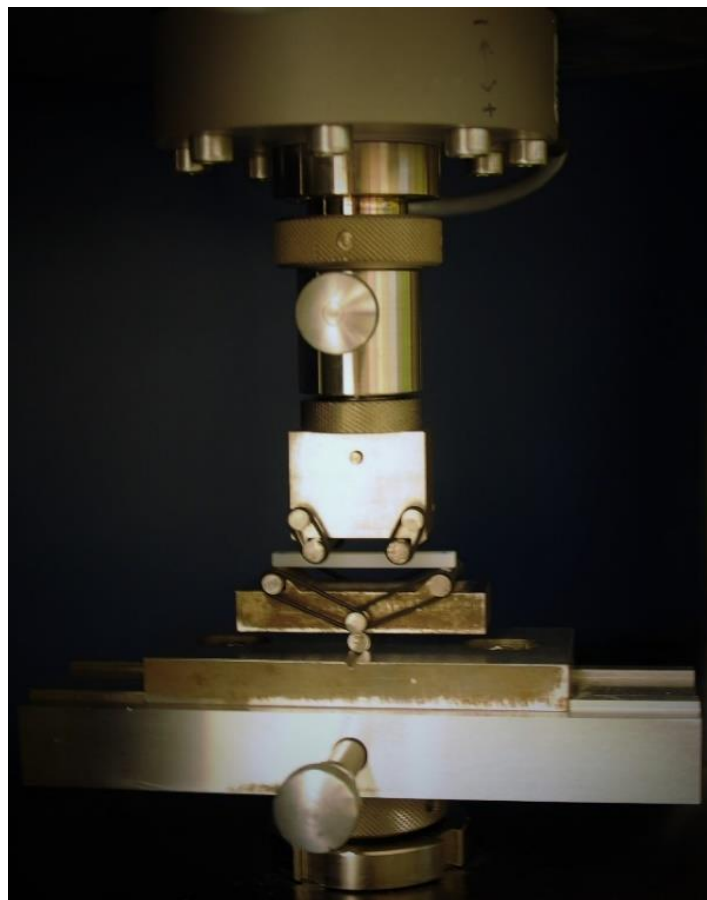


Abbildung 25 Universalprüfmaschine - Versuchsaufbau für Vier-Punkt-Biegefestigkeit und Vier-Punkt Bruchzähigkeit.

5.3.2 Bestimmung der Vier-Punkt-Bruchzähigkeit

Die Vier-Punkt-Bruchzähigkeit (N=105, n=15 pro Gruppe) wird ebenfalls in Anlehnung an ISO 6872:2015 ermittelt – via Single-Edge-V-Notch-Beam (SEVNB) - Methode

[57]. Auch hier wurden zunächst die Dimensionen und die Parallelität der gesinterten oder polierten Prüfkörper mittels digitaler Bügelmessschraube (Mitutoyo, Andover, England) mit einer Genauigkeit von 0,01 mm an drei Stellen gemessen. Daraufhin wurden jeweils fünf Stäbchen derselben Materialgruppe mit ihrer schmalen Seite (3,0 ($\pm 0,2$) mm) nach unten gerichtet und mit Hilfe von Registriermaterial (Futar D-Fast, Kettenbach, Eschenburg, Deutschland, LOT Nr.: 161001) zentriert und nebeneinander in einem entsprechenden Probenhalter fixiert (siehe Abbildung 26). Im nächsten Schritt erfolgte der mittige und gleichmäßige Sägeschnitt (Anfangskerbe) anhand einer Universalschneidemaschine (Secotom-50, Struers, Ballerup, Dänemark) (siehe Abbildung 27) unter Zuhilfenahme einer diamantbeschichteten Trennscheibe der Größe 127 mm dia. x 0,4 mm (M1D13, Struers, Ballerup, Dänemark) und folgenden Einstellungen (Meth. A): Trennscheibe: M1D13, Scheibengeschwindigkeit: 2500 U/m, Vorschub: 0,050 mm/s, Trennlänge: 40,0 mm, Rückkehrposition: Bleibe, Trennmodus: Direkter Schnitt, Serienschritte: Aus, Probenzahl: N/A, Probendicke: N/A. Die Tiefe des Sägeschnitts betrug dabei dem Richtwert entsprechend mehr als 0,5 mm. Nach Abwaschen der fixierten Prüfkörper wurden jeweils zwei Probenhalter in eine speziell angefertigte Kerbmaschine (SD Mechatronik, Feldkirchen-Westerham, Deutschland) geladen. Hier erfolgte die scharfe V-Kerbung der Prüfkörper mithilfe einer Rasierklinge der Stärke 0,3 mm (0,3 mm blades, David combi & finisher, Niederlande), welche in die Anfangskerbe gelegt wurde, sowie Polierpaste von 9 μm und 3 μm (MetaDi Diamantpaste, Buehler, Düsseldorf, Deutschland) (siehe Abbildung 28 und Abbildung 29).

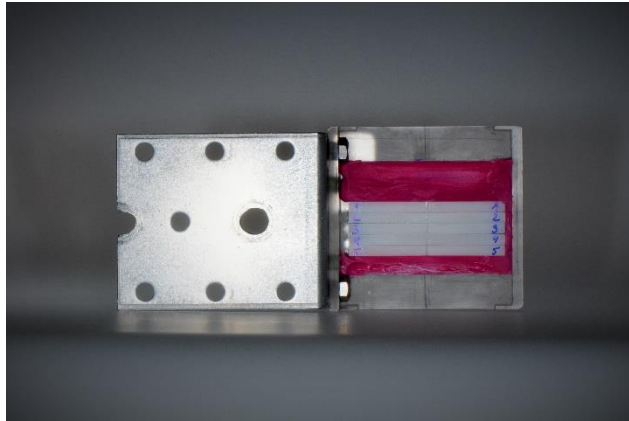


Abbildung 26 Probenhalter befüllt mit fünf Zirkonoxidquadern – hier: mittiger Sägeschnitt.



Abbildung 27 Universalschneidemaschine - Secotom-50 (Struers).

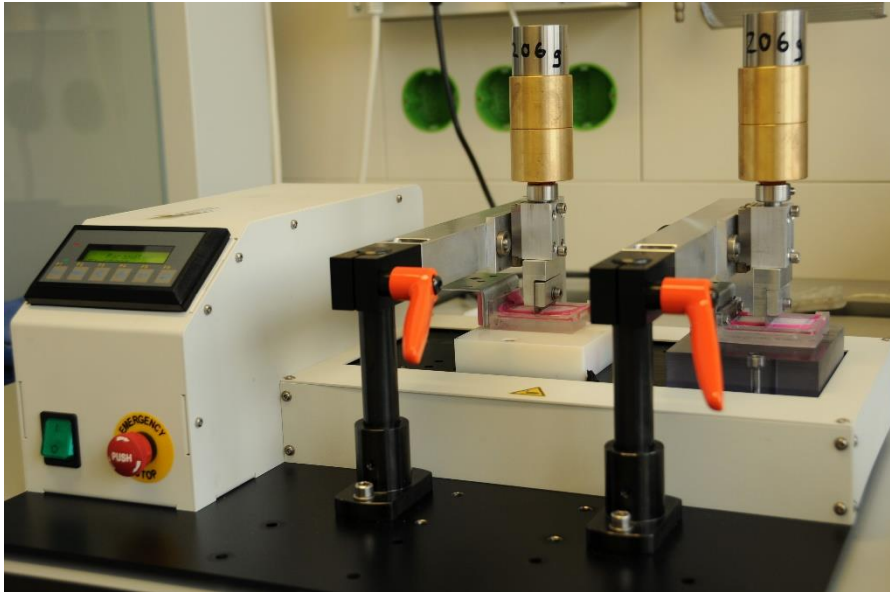


Abbildung 28 Kerbmachine (SD Mechatronik) - Kerbung von fünf Quadern x 2.

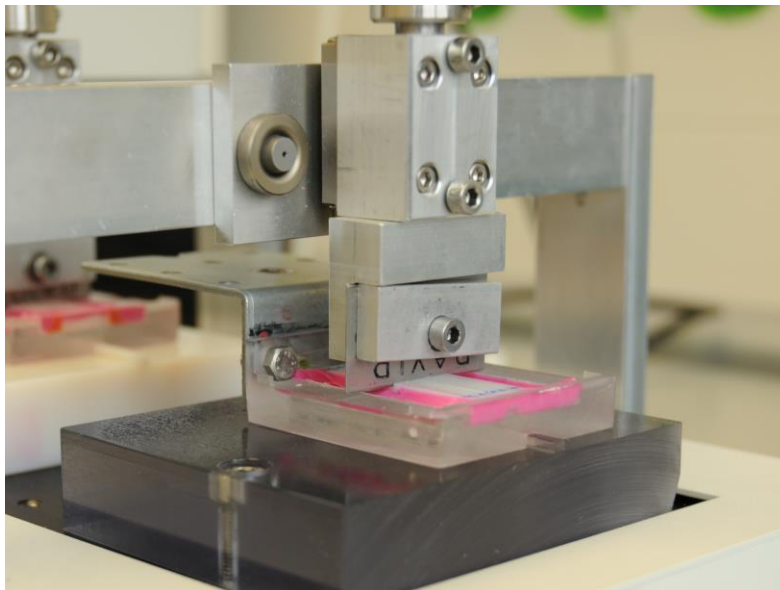


Abbildung 29 Nahaufnahme: Kerbung von fünf Quadern.

Gemäß des Richtwertes betrug die gesamte Kerbtiefe (Anfangskerbe und V-Kerbe) zwischen 0,8 mm und 1,2 mm. Um eine Überbewertung der Bruchzähigkeit zu vermeiden, war ebenfalls von großer Bedeutung, dass der Kerbgrundradius möglichst der mittleren Korngröße der Keramik entspricht. Hierfür konnten die Zyklen sowie die

Anpresskraft der Maschine variiert werden, letzteres mit Hilfe von Gewichten (206 g, 300 g). Bevor im nächsten Schritt die Kerbungen unter dem Mikroskop beurteilt werden konnten, erfolgte das Herauslösen der einzelnen Prüfkörper aus der speziellen Halterung. Zur Reinigung wurden das Ultraschallbad (Sonorex RK102H, Bandelin electronic Berlin, Deutschland) mit Ethanol (Alkopharm 80, Brüggemann Alkohol, Heilbronn, Deutschland) sowie das Dampfstrahlgerät (D-S 100A, Harnisch+Rieth, Winterbach, Deutschland) verwendet. Anschließend konnten alle Kerbungen beziehungsweise Kerbtiefen mikroskopisch (Zwick/Roell Z 2,5; Zwick) zur Fotodokumentation vermessen werden (siehe Abbildung 30).

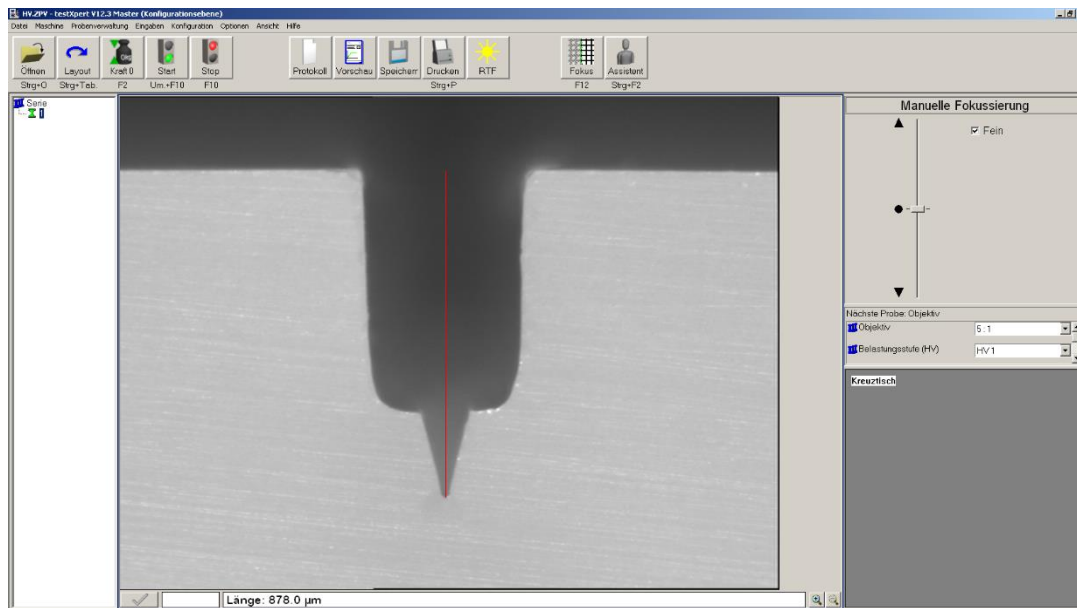


Abbildung 30 Screenshot: Mikroskopische Vermessung (Vergrößerung x 5) eines gekerbten Prüfkörpers aus Zirkonoxid – SEVNB-Methode.

Schließlich wurden die Prüfkörper entsprechend der Biegefestigkeitsprüfung, jedoch mit der schmalen gekerbten Seitenfläche ($3,0 (\pm 0,2)$ mm) nach unten gerichtet, einzeln in den passenden Versuchsprüfhalter platziert. Im letzten Schritt erfolgte deren Belastung in der Universalprüfmaschine (1445 Zwick/Roell, Zwick, Ulm,

Deutschland) (siehe Abbildung 25) mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 0,5 mm/min bis zum vollständigen Bruch. Die Tiefen der Kerben nach Bruch sollten dann an drei Stellen mikroskopisch vermessen werden, bevor alle Messungen tabellarisch ausgewertet werden konnten. Folgende Formel wurde für die Berechnung der Vier-Punkt-Bruchzähigkeit verwendet - sie beschreibt den mathematischen Zusammenhang des kritischen Spannungsintensitätsfaktors mit den bei der Messung erhobenen geometrischen und bruchmechanischen Daten:

$$K_{Ic} = \frac{F}{b\sqrt{w}} \cdot \frac{s_1 - s_2}{w} \cdot \frac{3\sqrt{a}}{2(1 - \alpha)^{1,5}} Y$$

K_{Ic} = Bruchzähigkeit (MPa \sqrt{m}),

F = Bruchkraft (MN),

b = Dicke des Prüfkörpers (m),

w = Breite des Prüfkörpers (m),

s_1 = Auflager-Spannweite (m): 0,04 für Zirkonoxid, 0,01 für Lithiumdisilikat,

s_2 = innere Spannweite (m): 0,02 für Zirkonoxid, 0,005 für Lithiumdisilikat,

α = relative Tiefe der V-Kerbe,

Y = Formfaktor der Beanspruchungsintensität.

5.3.3 Bestimmung der Lichttransmission

Die Transmission (N=70, n=10 pro Gruppe) der polierten und nicht eingefärbten Zirkonoxid- sowie der gefärbten (A2) Lithiumdisilikatplättchen wurde mithilfe eines UV/Vis Spektralphotometers (Lambda 35, PerkinElmer LAS, Rodgau, Deutschland) mit einer integrierten Ulbrichtkugel mit Bariumsulfatstandard bestimmt. Alle Prüfungen wurden bei Raumtemperatur in trockener und gedimmter Umgebung durchgeführt. Zunächst wurde die Dicke der Prüfkörper mittels digitaler Bügelmessschraube in der

Mitte der Plättchen gemessen. Alle Prüfkörper wurden mit 80% Ethanol (Alkopharm 80, Brüggemann Alkohol, Heilbronn, Deutschland) gereinigt, bevor sie dann mithilfe einer Modelliermasse aus Bariumsulfat einzeln in einen entsprechenden Probenhalter eingebracht wurden. Für Transmissionsmessungen wurden sie nach der Kalibrierung des Spektralphotometers entsprechend im einfallenden Lichtstrahl desselben platziert und folgende Parameter für die Messung der Lichttransmission ($T\%$) in das Programm (PerkinElmer UV WinLab) eingegeben:

- Start: 700 nm, End: 400 nm, Ordinate mode: %T, slit width: 2 nm, scan speed: 480, Data interval: 1 nm, number of cycles: 1, Lamp change at: 326.

Die definitive Lichttransmission durch jeden Prüfkörper wurde untersucht, um quantitative Messungen für die Transluzenz realisieren zu können. Hierfür wurde zunächst die Intensität des monochromatischen Lichts I_0 und das Licht I , welches vom Prüfkörper durchgelassen wurde, in 1 nm Intervallen bei sichtbarem Licht der Wellenlänge (λ) 400 nm bis 700 nm gemessen. Der Übertragungskoeffizient t_c [%] wurde mithilfe der Software des Spektralphotometers für jede Wellenlänge mit folgender Gleichung ermittelt: $I/I_0 = t_c^x$. Die gesamte Lichttransmission (%T) für jedes Material wurde aus der Integration ($t_c(\lambda) d\lambda [10^{-5}]$) aller t_c -Werte errechnet. Um die Lichttransmission in (%) auswerten zu können, wurden die gesamten Transmissionswerte jedes Materials durch den T-Ausgangswert (ohne Prüfkörper im Spektralphotometer) dividiert. Dadurch konnte die Lichttransmission in % bestimmt werden – von 100 % (transparent) bis 0 % (opak). Alle Werte wurden anschließend mit dem entsprechenden Programm (PerkinElmer UV WinLab) graphisch beschrieben (siehe Abbildung 31 und Abbildung 32) sowie in eine Excel Datei übertragen. Unter Verwendung von SPSS folgte schließlich deren statistische Aufbereitung.

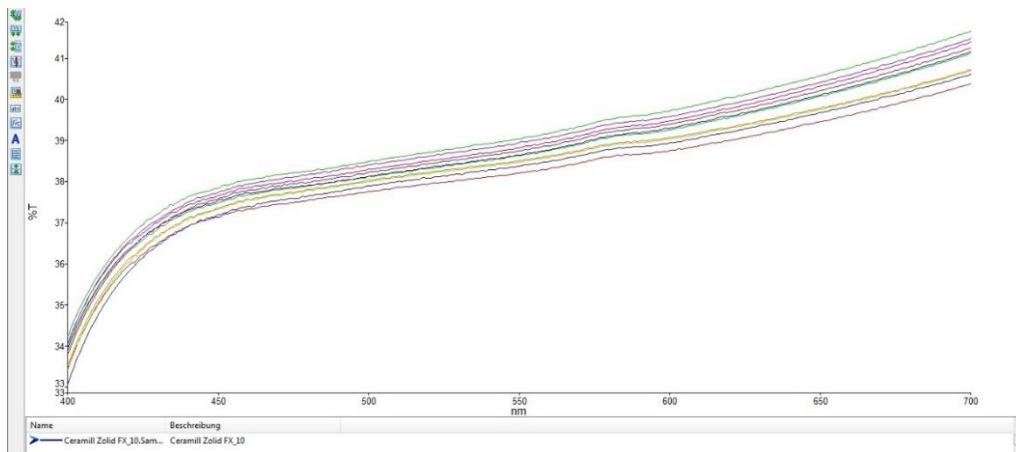


Abbildung 31 Lichttransmission: Graphische Darstellung (PerkinElmer UV WinLab) –
Ceramill Zolid FX x 10.

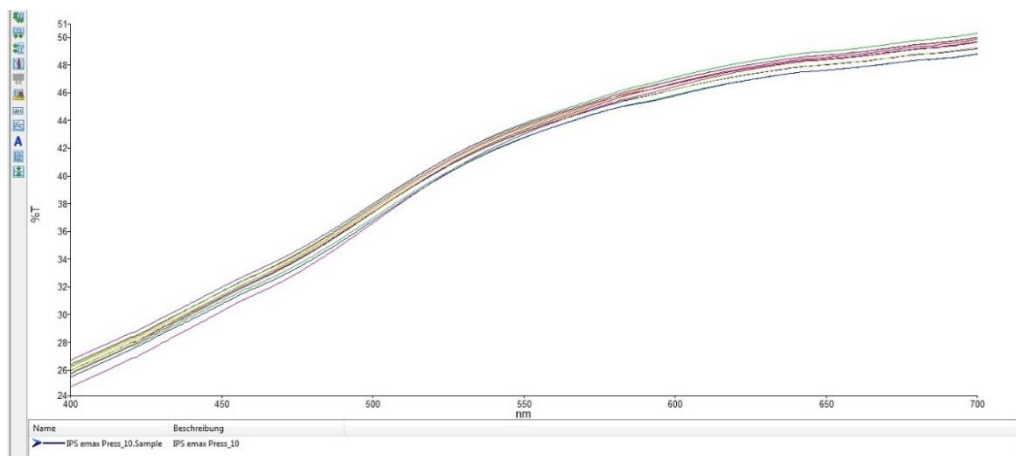


Abbildung 32 Lichttransmission: Graphische Darstellung (PerkinElmer UV WinLab) –
Lithiumdisilikat-Vergleichsgruppe x 10.

5.3.4 Bestimmung der Korngröße

Die Korngrößen (N=6, n=1 per Gruppe) der polierten, nicht eingefärbten Zirkonoxidplättchen wurden mithilfe rasterelektronenmikroskopischer Aufnahmen (siehe Abbildung 36) bestimmt. Die Prüfkörpervorbereitung beinhaltete die thermische Ätzung jeweils eines polierten Plättchens der einzelnen Zirkonoxidgruppen, welche

mit folgenden Parametern im Sinterofen (LHT 02/16, Nabertherm, Lilienthal/Bremen, Deutschland) durchgeführt wurde:

- Heizrate: 8 °C/min, Endtemperatur: 1450 °C, Haltezeit: 30 min.

Anschließend wurden alle sechs Materialplättchen mit 80 % Ethanol (Alkopharm 80, Brüggemann Alkohol, Heilbronn, Deutschland) gereinigt, getrocknet, auf jeweilige Träger geklebt und staubfrei aufbewahrt. Die Aufnahmen des Rasterelektronenmikroskops (SEM, Carl Zeiss Supra V50, Kathode: Feldemission, Carl Zeiss Mikroskopie GmbH, Oberkochen, Deutschland) der Prüfkörper wurden an der Universität Zürich am Zentrum für Zahnmedizin in der Materialforschung der Klinik für Kronen- und Brückenprothetik, Teilprothetik und Materialkunde angefertigt. Dort wurde vorher jeder Prüfkörper 45 s lang mit Gold gesputtert (Schichtdicke: 2 nm, Sputter-Beschichter, Safematic CCU-010, Safematic GmbH, Bad Ragaz, Schweiz). Das Rasterelektronenmikroskop wurde mit einer Beschleunigungsspannung von 5 kV und einem Arbeitsabstand von 8,4 mm bis 10,0 mm betrieben. Die Anfertigung rasterelektronenmikroskopischer Aufnahmen erfolgte für jedes Zirkonoxidplättchen an drei unterschiedlichen Stellen, sodass anschließend die Korngrößen der Zirkonoxide für jedes Material bestimmt werden konnten - manuell anhand eines Din A4-Ausdruckes. Der Maßstab des Bildes betrug dabei 200 µm, was bei einer Bildgröße von 21,0 cm x 28,4 cm, 1,2 cm entspricht. Die Körner wurden auf dem jeweiligen Ausdruck ausgezählt und die Korngröße beziehungsweise Kornfläche anhand Division der Fläche des Bildes durch die Körnerzahl berechnet.

6 Statistische Auswertung

Die erhobenen Daten für Biegefestigkeit, Bruchzähigkeit, Transluzenz und Korngröße wurden in Excel 2010 (Microsoft Corporation, Redmond, WA, USA) kodiert und die statistische Analyse wurde unter Verwendung von SPSS Version 24.0 (IBM, SPSS, Statistics, Armonk, New York, U.S.) durchgeführt. Parametrische sowie nichtparametrische deskriptive Statistiken mit *Mittelwert*, *Standardabweichung* (SD), *95 % Konfidenzintervall* (95 % CI), *Minimum* (Min), *Median* (Median) und *Maximum* (Max) wurden berechnet. Zur Erfassung der quantitativen Variablen wurde die Normalverteilung mit dem *Kolmogorov-Smirnov-Test* geprüft. Außerdem wurde die multivariate statistische Analyse mittels dem *Allgemeinen linearen Modell* durchgeführt. Mit Hilfe der *einfaktoriellen ANOVA* („analysis of variance“) konnte für die Biegefestigkeits- und Korngrößendaten festgestellt werden, ob es zwischen den Gruppen signifikante Unterschiede gab. Zur genaueren Interpretation wurde als *Post-Hoc-Test* die *Scheffé-Prozedur* herangezogen. Nichtparametrische Tests wie *Kruskal-Wallis T* und *Mann Whitney U Tests* dienten der Prüfung der Transluzenz- und Bruchzähigkeitsdaten. Beurteilt wurde zusätzlich das Effektstärkemaß *partielles Eta-Quadrat* η_p^2 . Die statistischen Analysen wurden einmal für alle Materialien zusammen durchgeführt, wobei die Zirkonoxidmaterialien auch zusätzlich noch separat geprüft wurden. Die Berechnung der Weibullverteilungsparameter *Weibullmodul* und *charakteristische Festigkeit* für die Biegefestigkeitsdaten erfolgte mittels der parametrischen *maximalen Wahrscheinlichkeitsabschätzung* (Maximum-Likelihood-Verfahren = MLE) mit einem Zuverlässigkeitswert von 95 % [83]. Das Signifikanzniveau wurde auf $p < 0,05$ festgesetzt.

7 Ergebnisse

Alle untersuchten Kenngrößen Biegefestigkeit, Bruchzähigkeit, Transluzenz und Korngröße zeigten in den multifaktoriellen Analysen eine Abhängigkeit von der Wahl des geprüften Materials. Den höchsten Einfluss auf die untersuchten Materialien zeigte die Transluzenz (partielles Eta-Quadrat $\eta_p^2 = 0,979$, $p < 0,001$), gefolgt von der Biegefestigkeit ($\eta_p^2 = 0,524$, $p < 0,001$), der Bruchzähigkeit ($\eta_p^2 = 0,430$, $p < 0,001$) und der Korngröße ($\eta_p^2 = 0,383$, $p < 0,001$). Der Kolmogorov-Smirnov Test ermittelte, dass 28 % der Gruppen innerhalb der Transluzenzwerte sowie 14 % der Gruppen innerhalb der Bruchzähigkeitswerte nicht normalverteilt und die Biegefestigkeitsresultate normalverteilt waren (siehe Tabelle 4, Tabelle 6 und Tabelle 7). Eine Abweichung von der Normalverteilung ließ sich auf Vergrößerungen durch Messzahlenrundungen zurückführen, insbesondere da keine Ausreißer beobachtet werden konnten. Hieraus folgte eine nichtparametrische Auswertung der Transluzenz- und Bruchzähigkeitswerte und eine parametrische der Biegefestigkeits- und Korngrößenwerte.

Die *Biegefestigkeit* von Ceramill Zolid FX zeigte die höchsten Werte (557 ± 88 MPa). Die niedrigsten Werte fanden sich bei DD cubeX² (490 ± 83 MPa). Die Kontrollgruppe IPS e.max Press resultierte mit 296 ± 39 MPa in den niedrigsten Werten, diese waren im Gruppenvergleich auch statistisch signifikant niedriger als alle Zirkonoxidgruppen. Die Zirkonoxidgruppen untereinander zeigten keine statistisch signifikanten Unterschiede. (siehe Tabelle 4 und Abbildung 33).

Ergebnisse

Tabelle 4 Parametrische und nichtparametrische deskriptive Statistiken für alle generierten Biegefestigkeitswerte.

		Parametrische Analyse		Nichtparametrische Analyse		
Material-Gruppe	Material	Mittelwert SD	± 95% KI	Min	Median	Max
Biegefestigkeit [MPa]						
Zirkonoxid	Ceramill Zolid FX	557 ± 88 ^b	507;606	361	564	673
	CopraSmile	507 ± 69 ^b	467;545	383	508	630
	DD cubeX ²	490 ± 83 ^b	443;536	357	495	654
	NOVAZIR MaxT	540 ± 86 ^b	491;588	317	551	658
	pritti multidisc ZrO ₂	493 ± 119 ^b	425;559	208	481	731
	StarCeram Z-Smile	498 ± 104 ^b	439;556	260	504	629
LiSi (CG)	IPS e.max Press	296 ± 39 ^a	274;318	229	294	361

^{ab} unterschiedliche Buchstaben stellen Untergruppen dar. Die in einer Untergruppe zusammengefassten Materialien unterscheiden sich nicht signifikant voneinander. Materialien unterschiedlicher Untergruppen zeigen signifikante Unterschiede.

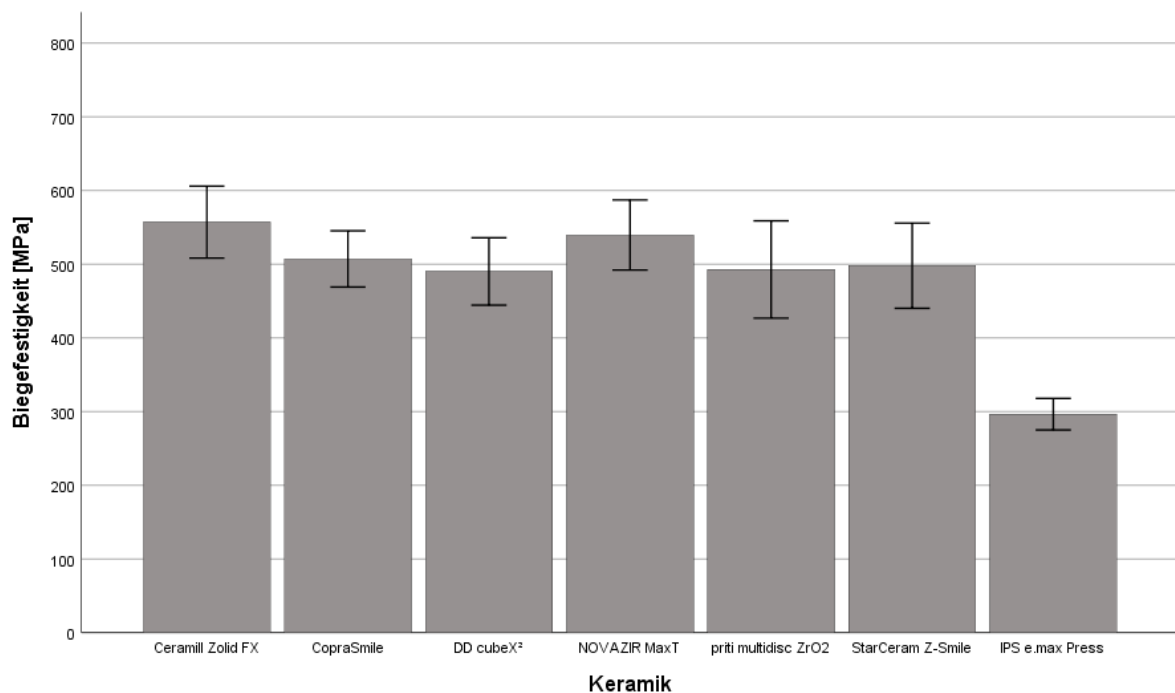


Abbildung 33 Graphische Darstellung der Biegefestigkeitswerte aller verwendeten Materialien (in MPa).

Ergebnisse

IPS e.max Press (m=8,8) und Copra Smile (m=8,4) zeigten einen signifikant höheren Weibullmodul als StarCeram Z-Smile (m=4,9) und priti multidisc ZrO₂ (m=4,4) (siehe Tabelle 5). Innerhalb der Zirkonoxidmaterialien wurde für CopraSmile (m=8,4) im Vergleich zu priti multidisc ZrO₂ (m=4,4) und StarCeram Z-Smile (m=4,9) ein signifikant höherer Weibullmodul ermittelt. Die charakteristische Festigkeit ist der Wert, bei dem 63.2 % aller Prüfkörper einer Messreihe versagen. Die höchste charakteristische Festigkeit zeigte Ceramill Zolid FX ($\sigma=594$), gefolgt von NOVAZIR MaxT ($\sigma=577$) und StarCeram Z-Smile ($\sigma=542$). Die niedrigste charakteristische Festigkeit hatte die Kontrollgruppe ($\sigma=313$).

Tabelle 5 Weibullstatistiken für Biegefestigkeitswerte.

Material-gruppe	Material	charakteristische Festigkeit (σ)	95% KI	Weibull-modul (m)	95 %KI
Biegefestigkeit [MPa]					
Zirkonoxid	Ceramill Zolid FX	594	548;644	6.9	3,9;11,8
	CopraSmile	536	501;572	8.4	4,8;11,4
	DD cubeX ²	523	481;567	6.9	3,9;11,7
	NOVAZIR MaxT	577	530;626	6.7	3,8;11,4
	priti multidisc ZrO ₂	538	474;610	4.4	2,5;7,6
	StarCeram Z-Smile	542	483;607	4.9	2,7;8,3
LiSi (CG)	IPS e.max Press	313	292;332	8.8	5,0;15,0

In Bezug auf die *Bruchzähigkeit* zeigte StarCeram Z-Smile die höchsten Werte ($3,77 \pm 0,72 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) unter den Zirkonoxidmaterialien. Die niedrigsten Werte fanden sich bei CopraSmile ($3,34 \pm 0,56 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$). Die Kontrollgruppe IPS e.max Press hatte mit $2,10 \pm 0,14 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ die insgesamt niedrigsten Werte, diese waren im Gruppenvergleich auch statistisch signifikant niedriger als alle Zirkonoxidgruppen. Im

Ergebnisse

Vergleich aller Zirkonoxidgruppen untereinander zeigten sich keine statistisch signifikanten Unterschiede. (siehe Tabelle 6 und Abbildung 34).

Tabelle 6 Parametrische und nichtparametrische deskriptive Statistiken für alle generierten Bruchzähigkeitswerte.

		Parametrische Analyse		Nichtparametrische Analyse		
Material-Gruppe	Material	Mittelwert SD	\pm 95% KI	Min	Median	Max
Bruchzähigkeit [MPa*m ^{1/2}]						
Zirkonoxid	Ceramill Zolid FX	3,56 \pm 0,47 ^b	3,1;3,9	3,00	3,38	4,50
	CopraSmile	3,34 \pm 0,56 ^{*b}	2,9;3,7	2,25	3,32	4,62
	DD cubeX ²	3,64 \pm 0,71 ^b	3,1;4,1	2,87	3,52	5,39
	NOVAZIR MaxT	3,69 \pm 0,88 ^b	3,1;4,2	2,64	3,41	5,31
	pritti multidisc ZrO ₂	3,34 \pm 0,72 ^{*b}	2,8;3,8	2,73	3,10	5,01
	StarCeram Z-Smile	3,77 \pm 0,72 ^b	3,2;4,2	2,86	3,57	5,11
LiSi (CG)	IPS e.max Press	2,10 \pm 0,14 ^a	1,9;2,2	1,85	2,09	2,47

*nicht normalverteilt, ^{ab} unterschiedliche Buchstaben stellen Untergruppen dar. Die in einer Untergruppe zusammengefassten Materialien unterscheiden sich nicht signifikant voneinander. Materialien unterschiedlicher Untergruppen zeigen signifikante Unterschiede.

Ergebnisse

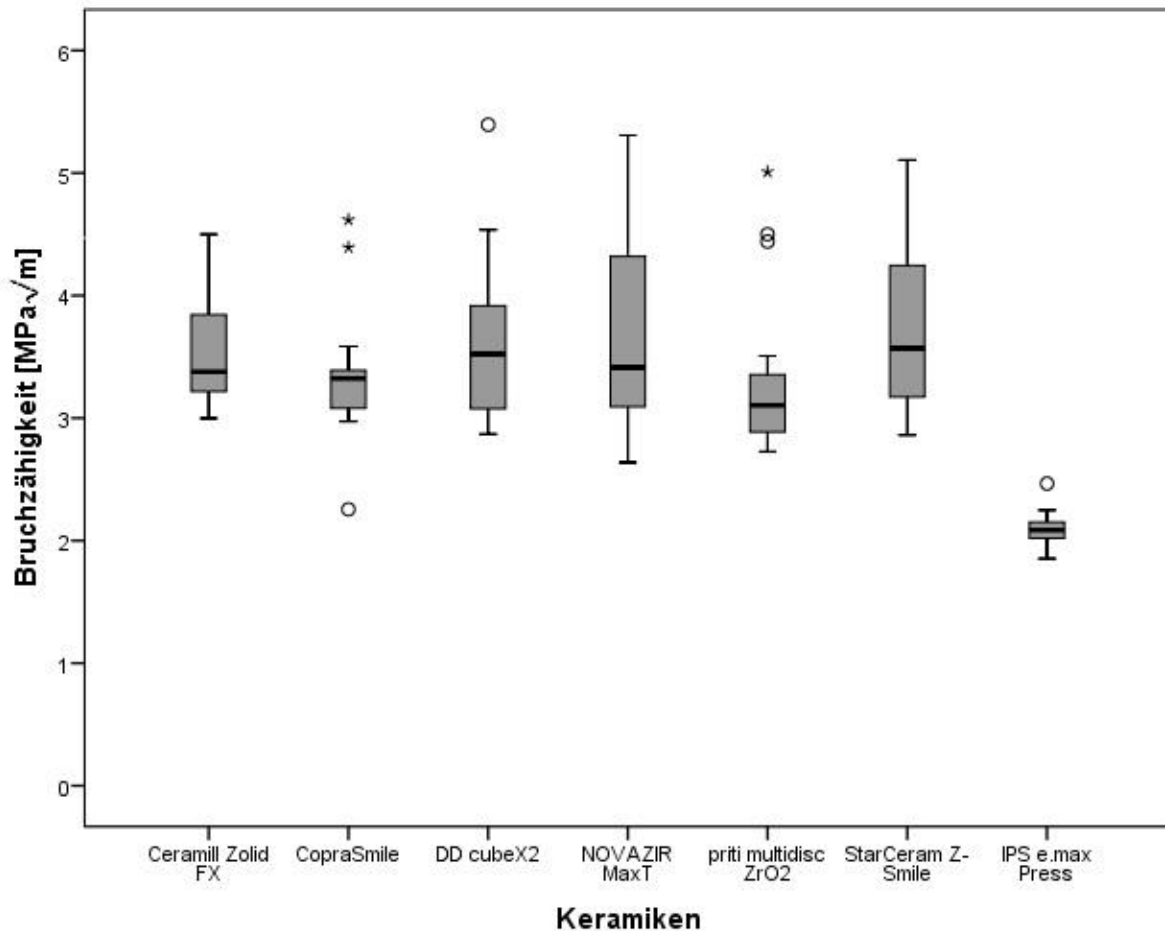


Abbildung 34 Boxplotdarstellung der Bruchzähigkeitswerte aller verwendeten Materialien (in $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Die *Transluzenz*messungen führten zu den höchsten Werten bei der Kontrollgruppe IPS e.max Press ($40,4 \pm 0,4 \%$). Diese waren signifikant höher als alle Zirkonoxidgruppen. Unter den Zirkonoxidmaterialien wurden für Ceramill Zolid FX ($38,3 \pm 0,3 \%$) die signifikant höchsten Zirkonoxidwerte beobachtet. Die Zirkonoxidmaterialien CopraSmile ($37,1 \pm 0,3 \%$), DD cubeX² ($37,7 \pm 0,3 \%$) und priti multidisc ZrO₂ ($37,6 \pm 0,5 \%$) wiesen untereinander keine statistisch signifikanten Unterschiede auf, zeigten allerdings eine signifikant höhere Transluzenz als NOVAZIR MaxT ($33,1 \pm 0,5 \%$) und StarCeram Z-Smile ($33,6 \pm 0,2 \%$). Somit wurden für NOVAZIR MaxT und StarCeram Z-Smile die niedrigsten Werte gemessen, gefolgt von CopraSmile, DD cubeX² und priti multidisc ZrO₂ ($p < 0,001$). Ceramill Zolid FX

Ergebnisse

resultierte in den höchsten Transluzenzwerte ($p < 0,001$) (siehe Tabelle 7 und Abbildung 35).

Tabelle 7 Parametrische und nichtparametrische deskriptive Statistiken für alle generierten Transluzenzwerte.

		Parametrische Analyse		Nichtparametrische Analyse		
Material-Gruppe	Material	Mittelwert ± SD	95% KI	Min	Median	Max
Transluzenz [%]						
Zirkonoxid	Ceramill Zolid FX	38,3 ± 0,3 ^b	37;39	37,8	38,3	38,7
	CopraSmile	37,1 ± 0,3 ^c	35;38	36,4	37,2	37,5
	DD cubeX ²	37,3 ± 0,3 ^c	36;38	36,7	37,3	37,6
	NOVAZIR MaxT	33,1 ± 0,5 ^d	31;34	32,3	33,3	33,5
	pritti multidisc ZrO ₂	37,6 ± 0,5 ^{*c}	36;38	36,3	37,6	38,2
	StarCeram Z-Smile	33,6 ± 0,2 ^d	32;34	33,4	33,6	34,0
LiSi (CG)	IPS e.max Press	40,4 ± 0,4 ^a	39;41	39,9	40,5	41,0

*nicht normalverteilt, ^{abcd} unterschiedliche Buchstaben stellen Untergruppen dar. Die in einer Untergruppe zusammengefassten Materialien unterscheiden sich nicht signifikant voneinander. Materialien unterschiedlicher Untergruppen zeigen signifikante Unterschiede.

Ergebnisse

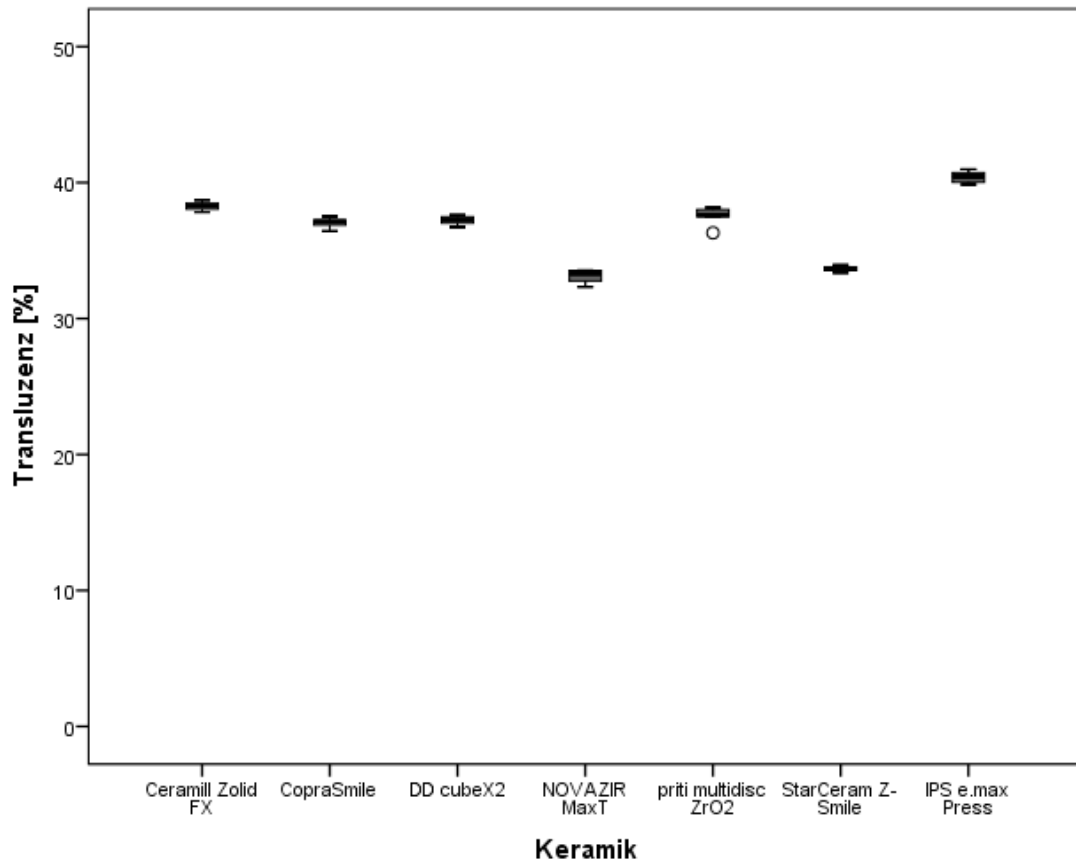


Abbildung 35 Boxplotdarstellung der Transluzenzwerte aller verwendeten Materialien (in %).

Zur Ermittlung der *Korngrößen* der unterschiedlichen Zirkonoxidmaterialien wurden die in Abbildung 36 dargestellten rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen herangezogen. Die niedrigste mittlere Korngröße wurde für NOVAZIR MaxT, DD cubeX² und StarCeram Z-Smile ($p < 0,001$) ermittelt. Der signifikant größte Wert wurde hier für CopraSmile gemessen ($p < 0,001$) (siehe Tabelle 8). Die Aufnahmen demonstrieren für alle Materialien Defektstellen- und Fremdeinschlussfreiheit.

Ergebnisse

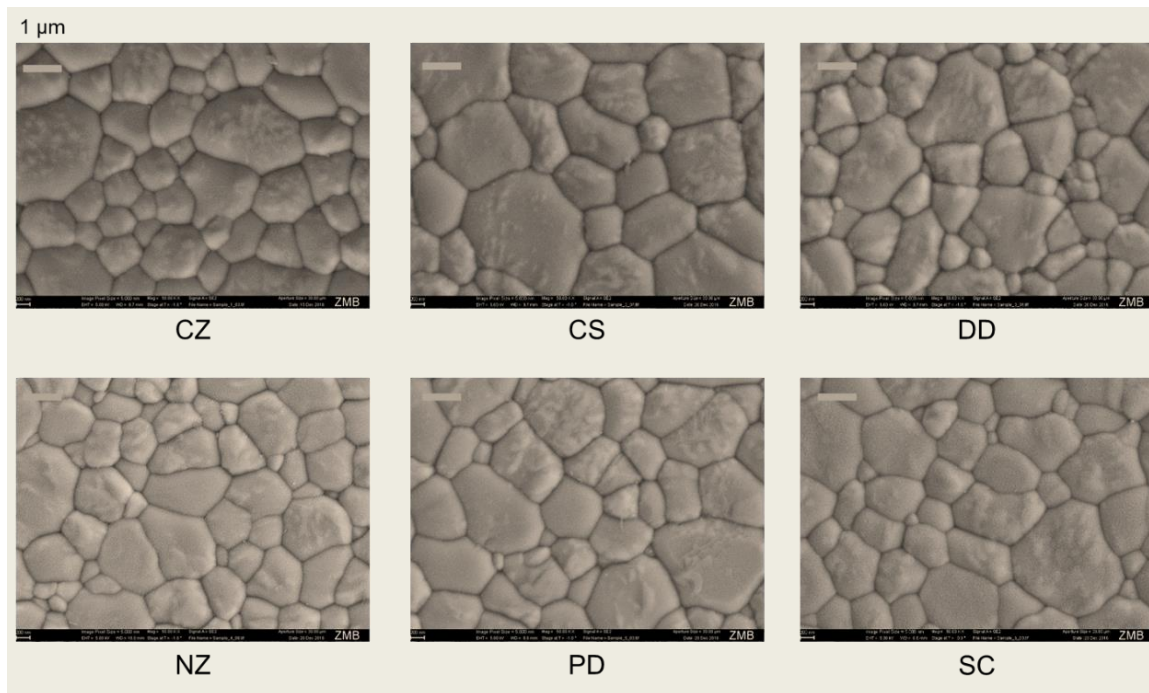


Abbildung 36 REM-Aufnahmen: Korngrößen der polierten Zirkonoxidplättchen – sechs Materialien (Vergrößerung 50.000x).

Tabelle 8 generierte Korngrößen aller Zirkonoxidmaterialien.

Material	Anzahl der Körner	Korngröße/-fläche in μm^2
Ceramill Zolid FX (AmannGirrbach)	36	0,46
CopraSmile (Whitepeaks)	19	0,872
DD cubeX ² (DentalDirekt)	41	0,404
NOVAZIR MaxT (Novadent)	47	0,352
Priti multidisc ZrO ₂ (Pritidenta)	31	0,534
StarCeram Z-Smile (H.C.Starck)	35	0,473

Zusammengefasst kann festgehalten werden, dass IPS e.max Press als Kontrollgruppe im Vergleich zu den untersuchten Zirkonoxidmaterialien die signifikant geringsten Biegefestigkeits- ($p < 0,001$) und Bruchzähigkeitswerte ($p < 0,001$), jedoch die signifikant höchsten Transluzenzwerte ($p < 0,001$) aufwies. Zwischen allen

Ergebnisse

untersuchten Zirkonoxidmaterialien wurden keine signifikanten Biegefestigkeit- ($p=0,259$) und Bruchzähigkeitsunterschiede ($p=0,408$) festgestellt.

8 Diskussion

Basierend auf den Ergebnissen der vorliegenden Dissertation wird die Hypothese, dass die kubisch-tetragonalen Zirkonoxide der dritten Generation vergleichbare mechanische und optische Eigenschaften mit denen der Lithiumdisilikatkeramik zeigen, widerlegt.

In Bezug auf die Vier-Punkt-Biegefestigkeit schwankten die Zirkonoxidwerte je nach Material zwischen 490 MPa (DD cubeX²) und 557 MPa (Ceramill Zolid). Vergleichbare Ergebnisse der Biegefestigkeit kamen bereits in einer vorangegangenen Studie von Carrabba et al. [84] von 2017 vor, in dem der Einfluss der unterschiedlichen Zirkonoxidzusammensetzungen auf die Biegefestigkeit untersucht wurde. Hinsichtlich der Lithiumdisilikatkeramik (IPS e.max Press) wurden in dieser Dissertation geringere Biegefestigkeitswerte von durchschnittlich 296 MPa gemessen. Die Analyse aller Biegefestigkeitswerte fand mithilfe der Weibullverteilung statt, welche bei jedem Spannungsniveau die Ausfallwahrscheinlichkeit vorausberechnet. Damit konnte die Zuverlässigkeit der Keramiken verglichen werden. Die Weibullmoduln der Zirkonoxide unterschieden sich hier sehr stark, was mit den unterschiedlichen Sinterangaben der Hersteller zusammenhängen könnte. So wurde die Sinterung von CopraSmile (dritte Generation), welches den signifikant höchsten Weibullmodul und damit die höchste Zuverlässigkeit aufzeigte, mit einer Endtemperatur von 1500 °C durchgeführt. Demgegenüber wiesen die restlichen untersuchten Zirkonoxide der dritten Generation, die alle mit einer Endtemperatur von 1450 °C gesintert wurden, signifikant geringere Weibullmoduln auf. Entsprechend der höheren Endtemperatur von 1500 °C zeigte CopraSmile außerdem die größte durchschnittliche Korngröße. In vorangegangenen Studien, welche die erste Generation des Zirkonoxids

Diskussion

untersuchten, konnte ein Zusammenhang zwischen der Korngröße und der Transluzenz sowie der Biegefestigkeit festgestellt werden [32]. Der Weibullmodul der Lithiumdisilikatkeramik war in dieser Dissertation vergleichbar mit dem des CopraSmile. Damit wurden im Vergleich zu anderen Studien fast doppelt so hohe Weibullmodulwerte für die Kontrollgruppe erreicht. Grund dafür könnte die Messmethode sein [82], denn die aktuellen Messungen basieren auf denen der Vier-Punkt-Biegefestigkeit, wohingegen in den vorangegangenen Studien die Drei-Punkt-Biegefestigkeit untersucht wurde. Grundsätzlich fallen aber die Messwerte des Drei-Punkt-Biegeversuchs und des biaxialen Biegeversuchs höher aus als die des Vier-Punkt-Biegeversuchs [85]. Dies zeigten die Ergebnisse einer Studie von Schatz et al. [85], in welcher der Einfluss dieser drei Biegeversuche anhand unterschiedlicher monolithischer Zirkonoxide getestet wurde. Der biaxiale Biegeversuch lieferte dabei die höchsten Biegefestigkeitswerte, gefolgt vom Drei-Punkt-Biegeversuch. Der Vier-Punkt-Biegeversuch hatte für alle Materialien die niedrigsten Werte. Ursache dafür sind einerseits die für den Drei-Punkt- und Vier-Punkt Biegeversuch unterschiedlich großen Zugspannungen an der Unterseite der Prüfkörper und andererseits das für den Vier-Punkt-Biegeversuch größere Prüfkörpervolumen für den Bereich unterhalb des Prüfstempels, welcher der größten Belastung ausgesetzt ist [85, 86]. Ein größeres Volumen geht statistisch gesehen häufiger mit Gefügefehlern (Mikrorissen, Poren) einher, da hier das Spannungsfeld erhöht ist und somit bricht der Prüfkörper bei geringerer Belastung [45, 48]. Die hohen Messergebnisse des biaxialen Biegeversuchs können damit zusammenhängen, dass hier im Gegensatz zu den uniaxialen Biegeversuchen Kantenfehler der Prüfkörper (Mikrorisse) keinen wesentlichen Einfluss auf das Messergebnis haben [85, 87, 88]. Ein Nachteil des biaxialen Biegeversuchs ist allerdings die unsichere und schwierige Gestaltung der

Diskussion

gleichmäßigen Lastverteilung unter dem Kolben [46]. Am besten ist dieser Versuch für Qualitätskontrollen geeignet, bei denen die genaue Kenntnis der Bruchbelastung nicht maßgeblich ist [46, 89]. Generell wird dem Vier-Punkt-Biegeversuch aufgrund des größeren Messbereichs mit konstantem Biegemoment der Vorzug gegeben [22]. Hinsichtlich der durchgeführten Vier-Punkt-Biegefestigkeitstests dieser Dissertation ist außerdem anzumerken, dass der Abstand der beiden Stahlzylinder des Druckstempels der Prüfvorrichtung je nach Prüfkörpergeometrie variierte. So wurde für die kleiner gewählten Lithiumdisilikatprüfkörper – welche dadurch in die Muffelform passten - ein geringerer Abstand zwischen den beiden Stahlzylindern der Druckstempelvorrichtung als für die größeren CAD/CAM-gefrästen Zirkonoxidprüfkörper verwendet. Aufgrund der entsprechend unterschiedlichen Spannungsverteilungen könnte das die Ergebnisse dahingehend beeinflusst haben, dass eine Überbewertung der Biegefestigkeitswerte der Lithiumdisilikatkeramik stattfand. Dies sollte bei zukünftigen Untersuchungen berücksichtigt werden. Des Weiteren ist in Bezug auf die Prüfkörperherstellung anzumerken, dass die Oberflächenbearbeitung und Politur einen entscheidenden Einfluss auf die Biegefestigkeitswerte hat. Eine gute Oberflächenqualität mit möglichst wenigen Mikrorissen führt zu hohen Messergebnissen und deshalb wurde im Rahmen dieser Studie streng auf die Angaben der Hersteller bezüglich Verarbeitung und Oberflächenbehandlung der Keramiken geachtet. Die Zirkonoxidmaterialien wurden nach dem CAD/CAM-Fräsen bereits im vorgesinterten Zustand vorsichtig bearbeitet, da die sehr aufwendige Hartbearbeitung von Zirkonoxid nach Dichtsinterung die Mikrostruktur zerstört. In einem Artikel von Fischer et al. [90] von 1999 wurde bereits auf die Probleme der Nachbearbeitung von Vollkeramik hingewiesen. Die Autoren sprachen dabei von der Entstehung von Mikrorissen, welche durch unterkritisches

Diskussion

Risswachstum bis zu einer kritischen Größe heranwachsen können und folglich zum Bruch der Keramik führen. Es ist ebenfalls anzumerken, dass die Biegefestigkeitswerte der Lithiumdisilikatpresskeramik vom verwendeten Vorwärm- sowie Pressofen beeinflusst werden können. Zumal die Vorwärmöfen nach einigen Jahren ihre Heizleistung verlieren können, kann sich der anschließende Pressvorgang durch vorher unzureichende Erhitzung der Muffel verlängern. Dies kann das Gefüge der Keramik so beeinflussen, dass geringere Biegefestigkeitswerte resultieren. Deshalb sollten alle Öfen vor der Keramikpressung kalibriert und kontrolliert werden.

Zur Bestimmung der Vier-Punkt-Bruchzähigkeit gibt es eine Vielzahl an genormten als auch ungenormten Prüfmethoden. SEVNB (*Single-Edge-V-Notch-Beam*), SEPB (*Single-Edge-Precracked-Beam*), CNB (*Chevron-Notched-Beam*) und SCF (*Surface-Crack-in-Flexure*) zählen zu den genormten Verfahren. Hingegen spricht man zum Beispiel bei der IF (*Indentation-Fracture*)- und der IS (*Indentation Strength*)-Methode von ungenormten Verfahren. All diese haben wie in Kapitel 3.2.1.3 erläutert ihre Vor- und Nachteile und sind damit mehr oder weniger gut für die unterschiedlichen Werkstoffe geeignet. An dieser Stelle muss allerdings betont werden, dass die ungenormten Verfahren (IF, IS) auf dessen Vor- und Nachteile in dieser Studie nicht näher eingegangen worden ist, aufgrund ihrer einfachen Durchführbarkeit zwar gerne und oft verwendet werden, sie allerdings der Norm zufolge nicht zur Bruchzähigkeitsbestimmung geeignet sind. Um gute und präzise Resultate zu erhalten, sollte das Verfahren grundsätzlich unter Berücksichtigung der Anwendung ausgewählt werden, was ein gewisses Maß an Erfahrung benötigt [54]. In dieser Studie war die Vier-Punkt-SEVNB-Methode die Methode der Wahl. Dieses Verfahren ist laut DIN EN ISO 6872:2015 das empfohlene Verfahren zur Bestimmung der

Diskussion

Bruchzähigkeit. Es hat sich in einer internationalen Bewertung als benutzerfreundlich, leicht durchführbar, zuverlässig und genau erwiesen [43]. Jedoch fordert die Norm hier einen bestimmten scharfen Kerbgrundradius, was in Bezug auf die feinkörnige Mikrostruktur der Zirkonoxidmaterialien schwer umzusetzen war [91]. Frühere Studien wiesen darauf hin, dass bei der Nutzung dieser Methode zur Bruchzähigkeitsbestimmung die Ergebnisse zu hoch eingeschätzt werden könnten, wenn der Kerbgrundradius über einem kritischen Wert von etwa eineinhalb- bis dreifachen der Korngröße liegen würde [57, 91]. Die durchschnittliche Korngröße des Zirkonoxids lag zwischen 594 nm und 903 nm. Demnach wurde zur korrekten Messung der Bruchzähigkeit ein maximaler Kerbgrundradius von 1 bis 2 μm benötigt. Diese Voraussetzung war jedoch für die untersuchten Zirkonoxidmaterialien nicht gegeben und folglich könnten deren Bruchzähigkeitswerte überbewertet sein. Entsprechende Ergebnisse wurden aber bereits in einer vorherigen Studie aufgezeigt [91], in welcher die durchschnittliche Korngröße fünf unterschiedlicher Zirkonoxidmaterialien zwischen 250 nm und 700 nm variierte. Dabei betrug der maximale Grundradius 1 bis 2 μm , während der Kerbgrundradius 5 bis 10 μm betrug. Die Vergleichbarkeit innerhalb der geprüften Materialien dieser Dissertation ist somit gegeben. Insgesamt ergaben sich für die Zirkonoxidmaterialien signifikant höhere Bruchzähigkeitswerte als für die Lithiumdisilikat-Keramik IPS e.max Press. Alle Zirkonoxidmaterialien lagen hier innerhalb desselben Wertebereichs von 3,34 bis 3,77 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. Hingegen die Werte des IPS e.max Press lagen bei 2,10 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Die Wahl der Prüfkörperanzahl für die Biegefestigkeits- und die Bruchzähigkeitstests dieser Studie fiel entsprechend der Erfahrung aus einer vorangegangenen Studie [35] auf 15. Zur Bestimmung der Transluzenz wurden zehn Prüfkörper und für die Bestimmung der Korngrößen drei Prüfkörper gewählt [32, 34]. Im Allgemeinen sollte

Diskussion

zur Beurteilung der Biegefestigkeitswerte mithilfe der Weibullstatistik für jede Messreihe einer Untersuchung eine Prüfkörperanzahl von mindestens 15 gewählt werden - nach Möglichkeit sogar 30 [45]. Die Schätzungen der tatsächlichen Festigkeit sind dabei umso genauer, je größer die Prüfkörperanzahl ist.

In Bezug auf die Transluzenz erreichte die Lithiumdisilikatkeramik höhere Werte als die Zirkonoxidkeramiken. Korrespondierende Ergebnisse ergab eine Studie von Harada et al. aus dem Jahre 2016 [76], in welcher ebenfalls monolithische Restaurationen untersucht wurden. Hier ergaben die Untersuchungen höhere Transluzenzwerte für das IPS e.max CAD LT als für unterschiedliche Zirkonoxidmaterialien. In dieser Dissertation wurden zwischen allen getesteten Materialien statistische Abweichungen festgestellt, wobei Ceramill Zolid die höchsten Transluzenzwerte erreichte. Abweichungen der Transluzenz sind grundsätzlich auf unterschiedliche chemische Zusammensetzungen, unterschiedliche Materialschichtstärken sowie unterschiedliche Verarbeitungsmethoden und Oberflächenqualitäten zurückzuführen [74]. Je dicker der Prüfkörper ist, desto weniger Licht gelangt durch den Prüfkörper und je rauer dessen Oberfläche ist, desto mehr Licht wird gestreut, weshalb jeweils die Lichtdurchlässigkeit sinkt [74]. Dadurch können Prüfkörper in Abhängigkeit von der Materialstärke und der Oberflächenbeschaffenheit unterschiedliche Messwerte aufzeigen, was einen objektiven Vergleich der Messwerte verschiedener Hersteller sehr schwer macht [74]. Was die transluzenzbeeinflussenden Komponenten angeht, wurden bei der Herstellung der scheibenförmigen Prüfkörper dieser Studie alle Herstellerangaben genauestens eingehalten. Auch die Schichtstärken der Transmissionsplättchen aller Keramiken wurden einheitlich auf 1,0 ($\pm 0,05$) mm Dicke angefertigt. Jedoch

Diskussion

beeinflusst nicht nur die Schichtstärke oder der Kristallgehalt einer Keramik deren Transluzenzwerte, sondern wie Stawarczyk et al. [32] in einer Untersuchung von 2013 bereits belegten, haben auch uneinheitliche Sintertemperaturen einen Einfluss darauf. So führten höhere Temperaturen zur Steigerung der Transluzenz. Entsprechend der Herstellerangaben wurden die untersuchten Materialien dieser Dissertation mit unterschiedlichen Parametern für die Heizrate, Haltezeit und Abkühlrate gesintert (siehe Tabelle 3). Somit ist zu vermuten, dass die unterschiedlichen Sinterparameter einen Einfluss auf die Transluzenz haben könnten. Hinsichtlich der durchgeführten Transluzenzmessungen ist außerdem hervorzuheben, dass alle Prüfkörper dieser Studie zwar mit derselben Schichtstärke von $1,0 \pm 0,05$ mm untersucht wurden - da jedoch bei Restaurationen aus Lithiumdisilikat eine okklusale Mindestschichtstärke von 1,5 mm bis 2,0 mm erforderlich ist, um den mechanischen Belastungen in der Mundhöhle standhalten zu können [14, 92-94] - könnte für kubisch-tetragonales Zirkonoxid folglich behauptet werden, dass monolithische Zahnrestaurationen mit einer geringeren okklusalen Schichtstärke und somit geringerem okklusalen Zahnschmelzabtrag klinisch erfolgreich verwendet werden dürfen [16, 17, 76]. Es sei noch zu erwähnen, dass der Versuchsaufbau mittels planer scheibenförmiger Prüfkörper zwar eine gute Vergleichbarkeit unterschiedlicher Materialien zulässt, er allerdings nicht der realistischen klinischen Situation im Patientenmund entspricht. Ferner bestehen klinische Restaurationen aus komplexen dreidimensionalen Formen mit unterschiedlichen Schichtstärken, die das einfallende Licht anders reflektieren als plane Oberflächen.

Um auf den Einfluss unterschiedlicher Sinterparameter zurück zu kommen, haben bereits zahlreiche Untersuchungen belegt, dass sowohl Transluzenz als auch

Diskussion

Korngröße, Biegefestigkeit und Bruchzähigkeit von Zeit und Temperatur der Sinterung beeinflusst werden. Obwohl in dieser Studie die Endtemperaturen und die Sinterzeiten für alle Zirkonoxidmaterialien bis auf Copra Smile nahezu ähnlich waren, unterschieden sich deren Korngrößen dennoch. Copra Smile, welches bei der höchsten Temperatur von 1500 °C und aufgrund der undefinierten Herstellerangaben bezüglich des Abkühlprozesses vermutlich mit einer langen Abkühlzeit gesintert wurde, wies die größten Korngrößen auf. Für die anderen Materialien lag kein solcher Zusammenhang vor.

Auf Grundlage bisheriger Studien konnte bewiesen werden, dass die höhere Zugabe stabilisierender Oxide die Umsetzung der nahezu 50 % der kubischen Phase der dritten Generation ermöglichte [91]. Eine Studie von Zhang et al. [91] zeigte, dass bereits geringfügige Änderungen der Zirkonoxidzusammensetzung zu erheblich unterschiedlichen Transluzenzwerten, mechanischen Eigenschaften sowie hydrothermalen Stabilitäten führten. Durch Verringerung des Aluminiumoxid (Al_2O_3)- sowie Erhöhung des Yttriumoxids (Y_2O_3)-Anteils erreichte damit das Zirkonoxid eine höhere Transluzenz, wenngleich zuungunsten der Biegefestigkeit und der Bruchzähigkeit. Das hängt damit zusammen, dass kubische Kristalle ein größeres Volumen aufweisen, die einerseits aufgrund reduzierter Restporosität eine höhere Lichtstreuung an den Korngrenzen aufweisen aber andererseits mit einer geringeren Festigkeit verbunden sind. Außerdem sind die kubischen Kristalle isotroper als die tetragonalen und dadurch wird das einfallende Licht regelmäßiger in alle Raumrichtungen abgestrahlt [20].

Diskussion

Hinsichtlich des Zirkonoxids der dritten Generation wiesen Gehrt et al. [93] im Jahre 2013 auch darauf hin, dass sie durch deren höhere Korngröße und dem reduzierten Gehalt an Aluminiumoxidpartikeln zugunsten von Yttriumoxid anfälliger für die Alterung sein könnten [14, 95-97]. Auch sprachen die Autoren damals bereits an, dass Aluminiumoxidpartikel zu einer Steigerung der mechanischen Eigenschaften des Zirkonoxids führen würden [14, 96, 98-100]. Im Rahmen dieser Dissertation kann dies für das Zirkonoxid der dritten Generation, in welchem der Anteil der Aluminiumoxidpartikel deutlich reduziert ist, anhand geringerer Biegefestigkeits- und Bruchzähigkeitswerte bestätigt werden.

9 Ausblick

Da Labortests lediglich die Schätzung komplexer klinischer Situationen zulassen, sind klinische Studien notwendig, um die mechanischen und optischen Eigenschaften des kubisch-tetragonalem Zirkonoxids für monolithische Restaurationen beurteilen zu können. Auch hinsichtlich der thermodynamischen Stabilität wurde diese neue Generation des Zirkonoxids bisher nicht ausreichend getestet, was ebenso Anlass für zusätzliche Untersuchungen gibt.

Grundsätzlich ist die Entwicklung des Zirkonoxids als dentaler Werkstoff extrem rasant. So berichten Stawarczyk et al. [36] in einem aktuellen Beitrag bereits von einer optimierten vierten Generation des monolithischen Zirkonoxids, welche schon im Frühjahr 2017 von wenigen Zirkonoxidherstellern vorgestellt wurde und welche ebenfalls ein vollstabilisiertes Zirkonoxid mit einem kubisch-tetragonalen Mischgefüge darstellt. Die vierte Generation sei gegenüber der dritten Generation insofern optimiert, als dass die kubischen Anteile gesenkt und die tetragonalen Anteile wieder erhöht seien. Somit seien bei minimal geringerer Transluzenz verbesserte mechanische Eigenschaften erzielt worden. [36]

Insgesamt ist das Wissen über die Generation des Zirkonoxids mit einer kubischen-tetragonalen Phase nicht ausreichend und sollte weiter erforscht werden.

10 Schlussfolgerungen

Basierend auf den Ergebnissen dieser Dissertation konnte festgestellt werden, dass die dritte Generation von Zirkonoxid die Lithiumdisilikatkeramik in ihrer klinischen Anwendung hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften ersetzen kann. Was jedoch den ästhetischen Aspekt angeht, so zeigt das neue Zirkonoxid zwar höhere Transluzenzwerte als die vorherigen Generationen, dennoch ist die Glaskeramik der Oxidkeramik diesbezüglich überlegen. Grundsätzlich hängt die Materialwahl immer von der Restauraionsart ab. Während bei Einzelzahnkronen sicherlich die Ästhetik im Vordergrund steht, hat bei großen Brückenkonstruktionen vor allem die Stabilität Vorrang. Zudem kann eine Erhöhung der Transluzenz nicht immer nur als positiv bewertet werden, denn im Falle von verfärbten Zahnstümpfen oder Metallgerüsten kann dessen Durchschimmern durch die Rekonstruktion unvorteilhaft sein. Hinsichtlich der Beurteilung der Zuverlässigkeit der Materialien konnte nur ein Zirkonoxidmaterial die Werte des Lithiumdisilikats erreichen. Nichtsdestotrotz liegt mit dem Zirkonoxid der dritten Generation ein Werkstoff vor, welcher bei korrektem Einsatz die sichere Verwendung vollkeramischer Restaurationen in vielen Indikationsbereichen zulässt und dem Patienten somit metallfreien und ästhetischen Zahnersatz mit hoher Wirtschaftlichkeit zur Verfügung stellt.

11 Zusammenfassung

Problemstellung: Die Entwicklung der Zirkonoxidmaterialien ist pausenlos, und Studien, welche die mechanischen und optischen Eigenschaften des neuen ästhetischen Zirkonoxids der dritten Generation untersuchen sowie mit einer Lithiumdisilikatkeramik vergleichen, sind begrenzt. Dies führt zur Notwendigkeit regelmäßiger wissenschaftlicher Updates und Fachkenntnis. **Untersuchungsziel:** In dieser Studie wurden Dentalkeramiken für monolithische Restaurationen aus Zirkonoxid der dritten Generation im Hinblick auf ihre mechanischen und optischen Eigenschaften im Sinne von Biegefestigkeit, Bruchzähigkeit und Transluzenz geprüft und mit einer Lithiumdisilikatkeramik verglichen. **Material und Methode:** Es wurden Prüfkörper aus sechs unterschiedlichen, nicht eingefärbten Zirkonoxidmaterialien hergestellt: Ceramill Zolid FX (CZ), CopraSmile (CS), DD cubeX² (DD), NOVAZIR MaxT (NZ), priti multidisc ZrO₂ (PD) und StarCeram Z-Smile (SC). Eine Lithiumdisilikatkeramik diente als Kontrollgruppe: IPS e.max Press LT A2 (KG). Die Vier-Punkt-Biegefestigkeit (N=105/n=15) sowie die Vier-Punkt-Bruchzähigkeit (N=105/n=15) wurden in Anlehnung an DIN EN ISO 6872:2015 mit der SEVNB-Methode untersucht. Die Transluzenz (N=70/n=10) wurde mithilfe eines UV/Vis Spektralphotometers bewertet. Die Korngröße (N=6/n=3) der Zirkonoxidmaterialien wurde anhand eines Elektronenmikroskops untersucht. Die statistische Analyse erfolgte anhand von Kolmogorov-Smirnov-Test, multivariater statistischer Analyse, einfaktorierter ANOVA mit anschließendem post-hoc-Scheffé-Test, Kruskal-Wallis T, Mann Whitney U Test und Weibullanalyse unter Verwendung der Maximalwahrscheinlichkeits-Schätzungsmethode (Maximum-Likelihood-Methode) mit einem Zuverlässigkeitswert von 95 % (p<0,05). **Ergebnisse:** Im Vergleich zur Kontrollgruppe hatten die Zirkonoxidmaterialien höhere mechanische und niedrigere

Zusammenfassung

optische Eigenschaften ($p < 0,001$). Zwischen allen geprüften Zirkonoxidmaterialien wurden keine Unterschiede hinsichtlich der Biegefestigkeit ($p = 0,259$) und Bruchzähigkeit ($p = 0,408$) festgestellt. Die Lithiumdisilikatkeramik sowie CS zeigten einen signifikant höheren Weibullmodul als SC und PD auf. Die geringsten Transluzenzwerte wurden für NZ und SC gemessen gefolgt von CS, DD und PD ($p < 0,001$). Für CZ wurden die höchsten Transluzenzwerte gemessen ($p < 0,001$). NZ, DD und SC hatten die geringsten Korngrößen, hingegen CS die höchsten ($p < 0,001$).

Schlussfolgerung: Die zu testende Hypothese dieser Studie wurde nicht bestätigt. Kubisch-tetragonales Zirkonoxid wies zwar höhere mechanische Eigenschaften als Lithiumdisilikat auf, dennoch waren die optischen Eigenschaften des Zirkonoxids geringer als die der Lithiumdisilikatkeramik.

Literaturverzeichnis

1. Hämmerle C, Sailer I, Thoma A, Hälg G, Suter A, Ramel C: **Dentale Keramiken.** *Quintessenz* 2008:81-87.
2. Piconi C, Maccauro G: **Zirconia as a ceramic biomaterial.** *Biomaterials* 1999, **20**:1-25.
3. Ariaans K, Heussen N, Schiffer H, Wienert AL, Plümäkers B, Rink L, Wolfart S: **Use of molecular indicators of inflammation to assess the biocompatibility of all-ceramic restorations.** *J Clin Periodontol* 2016, **43**:173-179.
4. Pjetursson B, Sailer I, Makarov N, Zwahlen M, Thoma D: **All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses. A systematic review of the survival and complication rates. Part II.** *Dental Materials* 2015, **31**:624-639.
5. Filser F, Kocher P, Weibel F, Lüthy H, Schärer P, Gauckler LJ: **Reliability and strength of all-ceramic dental restorations fabricated by direct ceramic machining (DCM).** *Int J Comput Dent* 2001, **4**:89-106.
6. Stawarczyk B, Özcan M, Trottmann A, Hämmerle C, Roos M: **Evaluation of flexural strength of hippped and presintered zirconia using different estimation methods of Weibull statistics.** *J Mech Behav Biomed Mater* 2012, **10**:227-234.
7. Takeichi T, Miura S, Kasahara S, Egusa H, Hara M, Sato T, Yoshinari M, Odatsu T, Watanabe I, Sawase T: **Update zirconia restorations.** *J Prosthodont Res* 2015, **59**(2):81-83.
8. Taschner M, Lohbauer U: **Keramikwerkstoffe in der restaurativen Zahnmedizin.** In: *Zahnmedizin up2date. Volume 3*, edn. Stuttgart: Georg Thieme Verlag KG; 2016: 233-249.
9. Migonney V: **Biomaterials**; 2014.
10. Kani A: **Weiterentwickeltes Zirkonoxid mit moderner CAD/CAM- und konventioneller Technik bearbeiten.** *Quintessenz Zahntech* 2015, **41**:730-745.
11. Kern M: **ZrO₂-Monolithen – Lösung mit Zukunft?** 2014:19-22.
12. Heintze SD, Rousson V: **Survival of zirconia- and metal-supported fixed dental prostheses: a systematic review.** *Int J Prosthodont* 2010, **23**:493-502.
13. Rinke S, Gersdorff N, Lange K, Roediger M: **Prospective evaluation of zirconia posterior fixed partial dentures: 7-year clinical results.** *Int J Prosthodont* 2013, **26**:164-171.
14. Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümekemann N: **Three generations of zirconia: From veneered to monolithic. Part I.** *Quintessenz Int* 2017, **48**(5):369-380.
15. Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümekemann N: **Three generations of zirconia - from veneered to monolithic - Part II.** *Quintessenz Int* 2017, **48**:369-380.
16. Nordahl N, Vult von Steyern P, Larsson C: **Fracture strength of ceramic monolithic crown systems of different thickness.** *J Oral Sci* 2015, **57**(3):255-261.
17. Gerth M, Wolfart S, Rafai N, Reich S, Edelhoff D: **Clinical resultsof lithium-disilicate crowns after up to 9 years of service.** *Clin Oral Investig* 2013, **17**:275-284.
18. von Clausbruch C: **Vollkeramik**, vol. 2: Verlag Neuer Merkur GmbH; 2004.

19. Tinschert J: **Oxidkeramiken und CAD/CAM-Technologien: Atlas für Klinik, Labortechnik und Werkstoffkunde**: Deutscher Ärzteverlag; 2007.
20. Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümke mann N: **Zirkonoxid Keramik_Gegenwart und Zukunft**. *Quintessenz Zahntech* 2016, **42**:740-765.
21. Stawarczyk B, Keul C EM, Figge D, Edelhoff D, Lümke mann N: **Werkstoffkunde-Update: Zirkonoxid und seine Generationen - von verblendet bis monolithisch**. *Quintessenz Zahntech* 2016, **42**(6):740-765.
22. Munz D, Fett T: **Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe - Versagensablauf, Werkstoffauswahl, Dimensionierung**. Berlin: Springer Verlag; 1989.
23. Chevalier J, Gremillard L: **Zirconia ceramics**. 2008:243-265.
24. Evans AG, Cannon RM: **Toughening of brittle solids by martensitic transformations** *Acta Metall* 1986, **34**:761-800.
25. Weißbach W: **Werkstoffkunde: Strukturen, Eigenschaften, Prüfung**; 2007.
26. Denry I, Kelly JR: **State of the art of zirconia for dental applications**. *Dent Mater* 2008, **24**(3):299-307.
27. **Arbeitsgruppe Vollkeramik München**
28. Sulaiman TA: **Monolithic zirconium dioxide as a full contour restorative material: With special emphasis on the optical and mechanical properties**. Turku: University of Turku; 2015.
29. **Herstellerangaben von eigenen Untersuchungen der Gefügeumwandlung in monokline Phase**. In. Edited by Corporation T. Japan; 2014.
30. Pecho OE, Ghinea R, Ionescu AM, Cardona Jde L, Paravina RD, Perez Mdel M: **Color and translucency of zirconia ceramics, human dentine and bovine dentine**. *J Dent* 2012, **40 Suppl 2**:e34-40.
31. Pospiech P: **Chipping - systemimmanente oder verarbeitungsbedingte Probleme?** *Quintessenz* 2010, **61**:173-181.
32. Stawarczyk B, Ozcan M, Hallmann L, Ender A, Mehl A, Hammerlet CH: **The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio**. *Clin Oral Investig* 2013, **17**(1):269-274.
33. Janney MA, Calhoun CL, Kimrey HD: **Microwave sintering of solid oxide fuel-cell materials. 1. zirconia 8-mol percent Ytria**. *J Am Ceram Soc* 1992, **75**:341-346.
34. Stawarczyk B, Emslander A, Roos M, Sener B, Noack F, Keul C: **Zirconia ceramics, their contrast ratio and grain size depending on sintering parameters**. *Dental Materials Journal* 2014, **33**(5):591-598.
35. Stawarczyk B, Frevert K, Ender A, Roos M, Sener B, Wimmer T: **Comparison of four monolithic zirconia materials with conventional ones: Contrast ratio, grain size, four-point flexural strength and two-body wear**. *J Mech Behav Biomed Mater* 2016, **59**:128-138.
36. Stawarczyk B, Lümke mann N, Eichberger M, Edelhoff D: **Werkstoffkunde Update: monolithisches Zirkonoxid**. *Quintessenz Zahntech* 2017, **43**:980-991.
37. Marxkors R, Meiners H, Geis-Gerstorfer J: **Taschenbuch der zahnärztlichen Werkstoffkunde**: Deutscher Zahnärzte Verlag; 2008.
38. Marxkors R, Meiners H, Geis-Gerstorfer J: **Vom Defekt zur Resatauration** Köln; 2008.

39. Kern M, Kohal RJ, Mehl A, Pospiech P, Frankenberger R, Reiss B, Wiedhahn K, Kunzelmann KH: **Vollkeramik auf einen Blick**. *Arbeitsgemeinschaft für Keramik in der Zahnheilkunde eV* 2012, **5**.
40. Bühler-Zemp P, Völkel T, Fischer K: **IPS e.max Press - Wissenschaftliche Dokumentation**. In., vol. 2. Liechtenstein: Ivoclar Vivadent AG; 2011: 40.
41. **IPS e.max Press - Gepresste Lithium-Disilikat-Vollkeramik-Restaurationen aus ihrem Labor**. In. Edited by Vivadent I. Schaan, Liechtenstein.
42. Strub JR, Kern M, Türp JC, Witkowski S, Heydecke G, Wolfart S: **Curriculum Prothetik**, vol. 4: Quintessenz Verlag; 2011.
43. Standardization IOF: **Denistry-ceramic materials**. In., vol. ISO 6872:2015. Switzerland; 2015.
44. Dorsch P, Pfeiffer TH: **Wirkung verschiedener Einflussgrößen auf die biaxiale Festigkeit von Dentalkeramiken**. *Quintessenz zahntechnik* 22 1996, **7**.
45. Gernet W, Biffar R, Beuer F, Schwenzer N, Ehrenfeld M: **Zahnärztliche Prothetik**, vol. 5. Auflage: Georg Thieme Verlag KG; 2017.
46. Zeng K, Oden A, Rowcliffe D: **Flexure tests on dental ceramics**. *Int J Prosthodont* 1996, **9**:434-439.
47. Fischer J, Stawarczyk B, Hämmerle H: **Biegefestigkeit von Verblendkeramiken für Zirkoniumdioxid** *quintessenz zahntechnik* 2008, **34**:1138-1145.
48. Lund JR, Byrne JP: **Leonardo Da Vinci's tensile strength test: implications for the discovery of engineering mechanics**. *Civil Engineering Systems* 2001, **18**:243-250.
49. Xu Y, Han J, Lin H, An L: **Comparative study of flexural strength test methods on CAD/CAM Y-TZP dental ceramics**. *Regen Biomater* 2015, **2**(4):239-244.
50. Pospiech P, Tinschert J, Natt G: **Ein Kompendium für die keramikgerechte Anwendung vollkeramischer Systeme in der Zahnmedizin, in Keramik-Vollkeramik**. *3M ESPE* 2004:76.
51. Weibull W: **A statistical distribution function of wide applicability**. *Journal of Applied Mechanics* 1951:293-297.
52. Quinn JB, Quinn GD: **A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials**. *Dent Mater* 2010, **26**(2):135-147.
53. Kübler J: **Materialwissenschaft I - Keramik-Kapitel 6**. In. Edited by Zurich NIM-SFIoT. Zürich, Schweiz; 2007: 52.
54. Hampe R, Lümke N, Stawarczyk B: **Messen und Bestimmen der Bruchzähigkeit dentaler Werkstoffe**. *Quintessenz Zahntech* 2017, **43**:1110-1121.
55. Albakry M, Guzzato M, Swain MV: **Fracture toughness and hardness evaluation of three pressable all-ceramic dental materials**. *J Dent* 2003, **3**.
56. Rösler J, Harders H, Bäker M: **Mechanisches Verhalten der Werkstoffe**, vol. 5. Auflage. Wiesbaden, Deutschland: Springer Vieweg; 2016.
57. Fischer H, Waindich A, Telle R: **Influence of preparation of ceramic SEVNB specimens on fracture toughness testing results**. *Dent Mater* 2008, **24**(5):618-622.
58. Nishida T, Hanaki Y, Pezzotti G: **Effect of notch-root radius on the fracture toughness of a fine-grained alumina**. *Journal of the American Ceramic Society* 1994, **77**:606-608.

59. Damani R, Gstrein R, Danzer R: **Critical notch-root radius effect in SENB-S fracture toughness testing** *Journal of the European Ceramic Society* 1996, **16**:695-702.
60. Damani RJ, Schuster C, Danzer R: **Polished notch modification of SENB-S fracture toughness testing.** *Journal of the European Ceramic Society* 1997, **17**:1685-1689.
61. C1421-09 A: **Standard Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature.** In.; 2009.
62. Munz D, Shannon J, Bubsey R: **Fracture toughness calculation for maximum load in four point bend tests of chevron notch specimens.** *Int J Fract* 1980, **16**.
63. Quinn GD, Kübler JJ, Gettings RJ: **Fracture toughness of advanced ceramics by the surface crack in flexure (SCF) method: A VAMAS round robin.** In.; 1994.
64. Yoshimura H: **Fracture toughness of dental porcelains evaluated by IF, SCF an SEPB methods.** *JamCeramSoc* 2005:1680-1683.
65. Buresch FE, Pabst R: **Bestimmung von Festigkeitseigenschaften keramischer Stoffe unter Verwendung bruchmechanischer Methoden.** *SciCeram* 1973, **6**:3-17.
66. Cesar PF, Della Bona A, Scherrer SS, Tholey M, van Noort R, Vichi A, Kelly R, Lohbauer U: **ADM guidance-ceramics: Fracture toughness testing and method sektion** *Dental Materials* 2017, **33**:575-584.
67. Scherrer SS, Denry IL, Wiskott HW: **Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic.** *Dent Mater* 1998, **14**:246-255.
68. Villarroel M, Fahl N, De Sousa AM, De Oliveira OB, Jr.: **Direct esthetic restorations based on translucency and opacity of composite resins.** *J Esthet Restor Dent* 2011, **23**(2):73-87.
69. Witzel T: **Klinische Untersuchung computergestützter Zahnfarbbestimmung im Vergleich zu visueller Abmusterung durch das menschliche Auge.** *Inaugural-Dissertation.* Würzburg, Deutschland: Bayerische Julius-Maximilians-Universität Würzburg; 2004.
70. Yu B, Ahn JS, Lee YK: **Measurement of translucency of tooth enamel and dentin.** *Acta Odontol Sand* 2009, **67**:57-64.
71. Pires-de-Souza FCP, Casemiro LA, Garcia LFR, Cruvinel DR: **Color stability of dental ceramics submitted to artificial accelerated aging after repeated firings.** *J Prosthet Dent* 2009, **101**:13-18.
72. Lee YK: **Translucency of dental ceramic, post and bracket.** *Materials (Basel)* 2015, **8**(11):7241-7249.
73. Ueda K, Güth JF, Erdelt K, Stimmelmayr M, Kappert H, Beuer F: **Light transmittance by a multi-coloured zirconia material.** *Dent Mater J* 2015, **34**(3):310-314.
74. Hoffmann R, Reichert A, Noack F: **Zirkonoxid 2016 - Automatisch, vollanatomisch, ästhetisch.** *Quintessenz Zahntech* 2016, **42**:796-810.
75. Noack F: **Was steckt hinter der Transluzenz von Zirkonoxid?** *Quintessenz Zahntech* 2014, **40**:768-777.
76. Harada K, Raigrodski AJ, Chung KH, Flinn BD, Dogan S, Mancl LA: **A comparative evaluation of the translucency of zirconias and lithium disilicate for monolithic restorations.** *J Prosthet Dent* 2016, **116**(2):257-263.

77. Kurtulmus-Yilmaz S, Ulusoy M: **Comparison of the translucency of shaded zirconia all-ceramic systems.** *J Adv Prosthodont* 2014, **6**(5):415-422.
78. Lee YK: **Translucency of human teeth and dental restorative materials and its clinical relevance.** *J Biomed Opt* 2015, **20**.
79. Brobelt RH, O'Brien WJ, Fan PL: **Translucency of dental porcelains** *J Dent Res* 1980, **59**:70-75.
80. Xiong F, Chao Y, Zhu Z: **Translucency of newly extracted maxillary central incisors at nine locations** *J Prosthet Dent* 2008, **100**:11-17.
81. Ilie N, Stawarczyk B: **Quantification of the amount of light passing through zirconia: The effect of material shade, thickness, and curing conditions** *Elsevier* 2014:7.
82. Emslander A, Reise M, Eichberger M, Uhrenbacher J, Edelhoff D, Stawarczyk B: **Impact of surface treatment of different reinforced glass-ceramic anterior crowns on load bearing capacity.** *Dent Mater J* 2015, **34**(5):595-604.
83. Butikofer L, Stawarczyk B, Roos M: **Two regression methods for estimation of a two-parameter Weibull distribution for reliability of dental materials.** *Dent Mater* 2015, **31**(2):e33-50.
84. Carrabba M, Keeling AJ, Aziz A, Vichi A, Fabian Fonzar R, Wood D, Ferrari M: **Translucent zirconia in the ceramic scenario for monolithic restorations: A flexural strength and translucency comparison test.** *J Dent* 2017, **60**:70-76.
85. Schatz C, Strickstock M, Roos M, Edelhoff D, Eichberger M, Zylla IM, Stawarczyk B: **Influence of specimen preparation and test methods on the flexural strength results of monolithic zirconia materials.** *Materials* 2016, **9**(3):180.
86. Quinn GD, Morrell R: **Design data for engineering ceramics: A review of the flexure test.** *J Am Ceram Soc* 1991, **74**:2037-2066.
87. Anusavice KJ, Kakar K, Ferree N: **Which mechanical and physical testing methods are relevant for predicting the clinical performance of ceramic-based dental prostheses?** *Clin Oral Implants Res*, 2007, **18**:218-231.
88. Ban S, Anusavice KJ: **Influence of test method on failure stress of brittle dental materials.** *J Dent Res* 1990, **69**:1791-1799.
89. Shetty DK, Rosenfield AR, McGuire P, Bansal GK, Duckworth WH: **Biaxial flexure tests for ceramics.** *Am Ceram Soc Bull* 1980, **59**:1193-1197.
90. Fischer H, Weinzierl P, Weber M, Marx R: **Bearbeitungsindizierte Schädigungen von Dentalkeramik.** In: *Dtsch Zahnärztl Z.* vol. 53; 1999: 484-488.
91. Zhang F, Inokoshi M, Batuk M, Hadermann J, Naert I, Van Meerbeek B, Vleugels J: **Strength, toughness and aging stability of highly-translucent Y-TZP ceramics for dental restorations.** *Dent Mater* 2016, **32**(12):e327-e337.
92. Cortellini D, Canale A: **Bonding lithium disilicate ceramic to feather-edge tooth preparation: a minimally invasive treatment concept.** *J Adhes Dent* 2012, **14**:7-10.
93. Gehrt M, Wolfart S, Rafai N, Reich S, Edelhoff D: **Clinical results of lithiumdisilicate crowns after up to 9 years of service.** *Clin Oral Investig* 2013, **17**:275-284.
94. Reich S, Schierz O: **Chair-side generated posterior lithium disilicate crowns after 4 years.** *Clin Oral Investig* 2013, **17**:1765-1772.

95. Deville S, Chevalier J, Fantozzi G, Bartolome JF, Requena J, Moya JS, Torrecillas R, Diaz LA: **Low-temperature ageing of zirconia-toughened alumina ceramics and its implication in biomedical implants.** *J Eur Ceram Soc* 2003, **23**:2975-2982.
96. Tsubakino H: **Isothermal tetragonal-to-monoclinic phase transformation in a zirconia yttria system.** *Mater Trans* 2005, **46**:1443-1451.
97. Nogiwa-Valdez AA, Rainforth WM, Zeng P, Ross IM: **Deceleration of hydrothermal degradation of 3Y-TZP by alumina and lanthana co-doping.** *Acta Biomater* 2013, **9**:6226-6235.
98. Takaki M: **Mechanical properties of Y2O3-stabilized tetragonal ZrO2 polycrystals after ageing at high temperature** *J Am Ceram Soc* 1986, **69**:519-522.
99. Takaki M: **Mechanical properties of toughened ZrO2-Y2O3-ceramics.** *J Am Ceram Soc* 1986, **69**:638-640.
100. De Aza AH, Chevalier J, Fantozzi G, Schehl M, Torrecillas R: **Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses.** *Biomaterials* 2002, **23**:937-945.

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1 Vor- und Nachteile genormter Bruchzähigkeitsprüfmethoden.	29
Tabelle 2 Übersicht der verwendeten Materialien mit LOT Nummern.	37
Tabelle 3 Verwendete Sinterparameter der geprüften Zirkonoxidmaterialien, nach Herstellerangaben.	42
Tabelle 4 Parametrische und nichtparametrische deskriptive Statistiken für alle generierten Biegefestigkeitswerte.	60
Tabelle 5 Weibullstatistiken für Biegefestigkeitswerte.	61
Tabelle 6 Parametrische und nichtparametrische deskriptive Statistiken für alle generierten Bruchzähigkeitswerte.	62
Tabelle 7 Parametrische und nichtparametrische deskriptive Statistiken für alle generierten Transluzenzwerte.	64
Tabelle 8 generierte Korngrößen aller Zirkonoxidmaterialien.	66

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1 Herstellung von Zirkonoxid. (modifiziert nach [21]).....	5
Abbildung 2 Die drei Modifikationen des reinen Zirkonoxids. (modifiziert nach [21])..	6
Abbildung 3 Rasterelektronenmikroskop des Zirkonoxids – vergrößertes monoklines Teilchen neben metastabilen tetragonalen Teilchen. (modifiziert nach [27]).....	7
Abbildung 4 Schema der Phasentransformationsfestigung von Zirkonoxid. (modifiziert nach [28])	9
Abbildung 5 Vereinfachte schematische Darstellung des Drei-Punkt-Biegeversuchs - Kraftangriff bei $\frac{1}{2}$ der Spannweite. (modifiziert nach [43]).....	15
Abbildung 6 Vereinfachte schematische Darstellung des Vier-Punkt-Biegeversuchs - Kraftangriff bei $\frac{1}{4}$ der Spannweite. (modifiziert nach [43]).....	17
Abbildung 7 Vereinfachte schematische Darstellung des biaxialen Biegeversuchs. (modifiziert nach [47]).....	18
Abbildung 8 Schwachstellenverteilung in einem Material (Kurvenlinie) und Verteilung der bei der Messung relevanten Schwachstellen (schattierter Bereich). (modifiziert nach [52]).....	20
Abbildung 9 Prüfkörpergeometrie - SEVNB-Methode. (modifiziert nach [54])	25
Abbildung 10 Prüfkörpergeometrie - SEP-B-Methode. (modifiziert nach [54]).....	26
Abbildung 11 Prüfkörpergeometrie - CNB-Methode. (modifiziert nach [54]).....	27
Abbildung 12 Prüfkörpergeometrie - SCF-Methode. (modifiziert nach [54])	28
Abbildung 13 Schematische Darstellung von Transmission, Reflexion und Absorption.	31
Abbildung 14 Schematische Übersicht der Versuchsreihen.....	38
Abbildung 15 links: Fräsmaschine - Ceramill motion 2 (Amann Girrbach), rechts: Zirkonoxidrohling in Fräsmaschine.....	39
Abbildung 16 Zirkonoxidrohlinge (Weißzustand) – links: gefräste Quader für die Prüfung der Biegefestigkeit/Bruchzähigkeit (etwa 55,0 x 5,0 x 3,8 mm), rechts: gefräste Plättchen für die Transmissionsmessung (etwa 19,0 x 1,2 mm).	40
Abbildung 17 digitale Bügelmessschraube (Mitutoyo).....	41
Abbildung 18 Sinterschalen mit Sinterkügelchen – links: fünf vorgesinterte Zirkonoxidplättchen, rechts: sieben vorgesinterte Zirkonoxidquader.....	41

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 19 Schleif- und Poliermaschine (Abramin, Struers) - Politur der Transmissionsplättchen.	43
Abbildung 20 Zirkonoxidplättchen fixiert auf Trägerplatte.....	43
Abbildung 21 Wachsrohling – gefräste Wachsstäbchen (30,0 x 4,4 x 3,4) für die Prüfung der Biegefestigkeit/Bruchzähigkeit.....	44
Abbildung 22 links: angestiftete Modellation, rechts: IPS Muffelsystem - eingebettete Prüfkörper.	45
Abbildung 23 Lithiumdisilikat - links: abgekühlte Muffel nach Pressung, rechts: ausgebettete Prüfkörper (Quader).	47
Abbildung 24 Lithiumdisilikat - fixierte Prüfkörper (Quader) auf Hartmetallblock.....	47
Abbildung 25 Universalprüfmaschine - Versuchsaufbau für Vier-Punkt-Biegefestigkeit und Vier-Punkt Bruchzähigkeit.....	49
Abbildung 26 Probenhalter befüllt mit fünf Zirkonoxidquadern – hier: mittiger Sägeschnitt.	51
Abbildung 27 Universalschneidemaschine - Secotom-50 (Struers).	51
Abbildung 28 Kerbmaschine (SD Mechatronik) - Kerbung von fünf Quadern x 2.....	52
Abbildung 29 Nahaufnahme: Kerbung von fünf Quadern.....	52
Abbildung 30 Screenshot: Mikroskopische Vermessung (Vergrößerung x 5) eines gekerbten Prüfkörpers aus Zirkonoxid – SEVNB-Methode.	53
Abbildung 31 Lichttransmission: Graphische Darstellung (PerkinElmer UV WinLab) –	56
Abbildung 32 Lichttransmission: Graphische Darstellung (PerkinElmer UV WinLab) –	56
Abbildung 33 Graphische Darstellung der Biegefestigkeitswerte aller verwendeten Materialien (in MPa).	60
Abbildung 34 Boxplotdarstellung der Bruchzähigkeitswerte aller verwendeten Materialien (in $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$).	63
Abbildung 35 Boxplotdarstellung der Transluzenzwerte aller verwendeten Materialien (in %).	65
Abbildung 36 REM-Aufnahmen: Korngrößen der polierten Zirkonoxidplättchen – sechs Materialien (Vergrößerung 50.000x).	66

Danksagung

Herrn Professor Dr. Daniel Edelhoff, Direktor der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik der Ludwig-Maximilians-Universität München, danke ich herzlich für die Möglichkeit meine Dissertation in seiner Abteilung erstellt haben zu dürfen sowie für die Bereitstellung aller Räumlichkeiten.

Mein ausdrücklicher Dank gilt meiner Doktormutter, Frau PD Dr. Bogna Stawarczyk für die Überlassung dieses interessanten Themas, ihre umfassende hervorragende Betreuung und Unterstützung sowie die vielen wertvollen Anregungen für diese Dissertation. Ich hätte mir keine bessere wissenschaftliche als auch zwischenmenschliche Betreuung wünschen können.

Mein größter Dank geht an meine wundervollen Eltern und Schwestern, dafür, dass sie mich allzeit und in jederlei Hinsicht unterstützt und ermutigt haben. Danke, dass es euch gibt und danke, dass ihr immer für mich da seid!

Außerdem möchte ich dem gesamten Forschungsteam der Werkstoffkunde der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik danken. Danke an Marlis Eichberger, Nina Lümekemann und Jan Jansen für die stetige Unterstützung. Die Arbeit mit Euch hat mir sehr viel Spaß gemacht. Danke an Axel Schurig für die tolle Betreuung zu Beginn.

Ein großes Dankeschön auch an Beatrice Sener, Leiterin des wissenschaftlichen Labors der Universität Zürich am Zentrum für Zahnmedizin, für die Anfertigung der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen zur Bestimmung der Zirkonoxidkorngrößen.

Eidesstattliche Versicherung

Nassary Zadeh, Parissa

Ich erkläre hiermit an Eides statt,
dass ich die vorliegende Dissertation mit dem Thema

Mechanische und optische Eigenschaften von monolithischem Zirkonoxid der dritten Generation

selbständig verfasst, mich außer der angegebenen keiner weiteren Hilfsmittel bedient und alle Erkenntnisse, die aus dem Schrifttum ganz oder annähernd übernommen sind, als solche kenntlich gemacht und nach ihrer Herkunft unter Bezeichnung der Fundstelle einzeln nachgewiesen habe.

Ich erkläre des Weiteren, dass die hier vorgelegte Dissertation nicht in gleicher oder in ähnlicher Form bei einer anderen Stelle zur Erlangung eines akademischen Grades eingereicht wurde.

München, 22.10.2019

Parissa Nassary Zadeh