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



# Einfluss des Pressverfahrens auf die mechanischen Eigenschaften und Oberflächenbeschaffenheiten von zwei Lithiumdisilikatkeramiken

Dissertation

zum Erwerb des Doktorgrades der Zahnmedizin

an der Medizinischen Fakultät der

Ludwig-Maximilians-Universität zu München

vorgelegt von
Hubertus Povel
aus Frankfurt am Main
2022

# Mit Genehmigung der Medizinischen Fakultät der Universität München

Prof. Dr. rer. biol. hum. Dipl.-Ing. (FH)

Bogna Stawarczyk, M.Sc.

Mitberichterstatter: Prof. Dr. Karin C. Huth, MME

Mitbetreuung durch den

Dekan: Prof. Dr. med. Thomas Gudermann

Tag der mündlichen Prüfung: 17.10.2022

Berichterstatter:

promovierten Mitarbeiter:

# **Vorwort**

Teile der vorliegenden Dissertation wurden bereits in dem folgenden Paper publiziert: Stawarczyk, B., Liebermann, A., Rosentritt, M., Povel, H., Eichberger, M., & Lumkemann, N. (2019). Flexural strength and fracture toughness of two different lithium disilicate ceramics. Dental Materials Journal 2020 Mar 31;39(2):302-308.

In der vorliegenden Dissertation verwendete Handelsnamen, Warenbezeichnungen und Gebrauchsbezeichnungen sind urheberrechtlich geschützt. Aus Rücksicht auf die Lesbarkeit, wurde auf die gesonderte Kenntlichmachung ® und ™ verzichtet. Es handelt sich hierbei nicht um freie Warennamen.

# Inhaltsverzeichnis

| V  | orwort . |   | II |
|----|----------|---|----|
| Αł | okürzur  | ngsverzeichnis                              | V  |
| 1  | Einle    | eitung                                      | 1  |
| 2  | Liter    | raturübersicht                              | 3  |
|    | 2.1      | Vollkeramische Systeme in der Zahnheilkunde | 3  |
|    | 2.1.1    | 1 Silikatkeramiken                          | 3  |
|    | 2.1.2    | 2 CAD/CAM Verfahren                         | 6  |
|    | 2.1.3    | 3 Pressverfahren (lost wax)                 | 7  |
|    | 2.1.4    | Pressöfen für Lithiumdisilikatkeramiken     | 9  |
|    | 2.2      | Mechanische Eigenschaften von Keramiken     | 20 |
|    | 2.2.1    | 1 Biegefestigkeit                           | 20 |
|    | 2.2.2    | 2 Weibullstatistik                          | 27 |
|    | 2.2.3    | Bruchzähigkeit                              | 29 |
|    | 2.3      | Oberflächenbeschaffenheiten                 | 41 |
| 3  | Ziel     | der Arbeit                                  | 43 |
| 4  | Mate     | erial und Methoden                          | 44 |
|    | 4.1      | Verwendete Lithiumdisilikatkeramiken        | 44 |
|    | 4.2      | Verwendete Pressöfen                        | 45 |
|    | 4.3      | Übersicht der Versuchsgruppen               | 46 |
|    | 4.4      | Prüfkörperherstellung                       | 46 |
|    | 4.4.1    | 1 Pressverfahren                            | 47 |
|    | 4.4.2    | 2 Politur                                   | 51 |

|                        | 4.4.3                          | Spezielle Weiterverarbeitung für Bruchzähigkeit        | 51   |  |  |  |  |
|------------------------|--------------------------------|--|------|--|--|--|--|
|                        | 4.5                            | Prüfverfahren  | . 54 |  |  |  |  |
|                        | 4.5.1                          | Biegefestigkeit  | 54   |  |  |  |  |
|                        | 4.5.2                          | Bruchzähigkeit   | 55   |  |  |  |  |
|                        | 4.5.3                          | Oberflächenbeschaffenheit                              | 58   |  |  |  |  |
|                        | 4.6                            | Statistische Methoden                                  | . 59 |  |  |  |  |
| 5                      | Erge                           | bnisse   | . 60 |  |  |  |  |
|                        | 5.1                            | Biegefestigkeit mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch        | . 60 |  |  |  |  |
|                        | 5.2                            | Weibullverteilung der Biegefestigkeit                  | . 62 |  |  |  |  |
|                        | 5.3                            | Bruchzähigkeit (SEVNB) mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch | . 63 |  |  |  |  |
|                        | 5.4                            | Oberflächenbeschaffenheit                              | . 65 |  |  |  |  |
| 6                      | Disk                           | ussion   | . 67 |  |  |  |  |
|                        | 6.1                            | Biegefestigkeit  | . 67 |  |  |  |  |
|                        | 6.2                            | Bruchzähigkeit und Oberflächenbeschaffenheit           | . 72 |  |  |  |  |
| 7                      | Aust                           | olick  | . 78 |  |  |  |  |
| 8                      | Schl                           | ussfolgerungen   | . 79 |  |  |  |  |
| 9                      | Zusa                           | ammenfassung   | . 80 |  |  |  |  |
| Literaturverzeichnis82 |                                |  |      |  |  |  |  |
| Tabellenverzeichnis 9  |                                |  |      |  |  |  |  |
| Αŀ                     | Abbildungsverzeichnis9         |  |      |  |  |  |  |
| Αı                     | nhang9                         |  |      |  |  |  |  |
| Da                     | Danksagung96                   |  |      |  |  |  |  |
| Fi                     | idesstattliche Versicherung 97 |  |      |  |  |  |  |

# Abkürzungsverzeichnis

Adv.-Press Advanced Press<sup>TM</sup>

ASTM Internationale Standardisierungsorganisation

(Ursprünglich: American Society for Testing and Materials)

AUS Austromat 654 press-i-dent

CAD Computer Aided Design

CAM Computer Aided Manufacturing

CNB Chevron Notched Beam

DIN Deutsches Institut für Normung

EN Europäische Norm

IF Indentation Fracture

IPF Intelligent Press Function

IQA Interquartilbereich

IS Indentation strength

ISO Internationale Organisation für Normung (Standardisierung)

KI Konfidenzintervall

K<sub>Ic</sub> Spannungsintensitätsfaktor

Li<sub>2</sub>O Lithiumoxid

Li<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Lithiumdisilikat

Li<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> Lithiummetasilikat

LS<sub>2</sub> Lithiumdisilikat

m Weibullmodul (shape)

Max Maximum

Med Medianwert

Min Minimum

MW Mittelwert

n Größe der Stichprobe

N Größe der Grundgesamtheit

p p-Wert (Wahrscheinlichkeitswert)

PRO Programat EP 5000

REM Rasterelektronenmikroskop

SCF Surface Crack in Flexure

SD Standardabweichung

SEPB Single Edge Precracked Beam

SEVNB Single Edge V-Notch Beam

SiO<sub>2</sub> Siliciumdioxid

VAR Vario Press 300.e

σ Biegefestigkeit (in MPa)

 $\sigma_0$  / s charakteristischen Festigkeit (scale)

 $\eta_{\text{p}}^{\,2} \qquad \qquad \text{partielles Eta-Quadrat}$ 

# 1 Einleitung

In der Zahnheilkunde eignen sich Lithiumdisilikatkeramiken aufgrund ihrer mechanischen und optischen Eigenschaften zur Versorgung von Front- und Seitenzähnen mit festsitzendem Zahnersatz [1]. Laut einer Studie aus dem Jahr 2021 nutzen bis zu 46% der in Deutschland befragten Zahnärzte Lithiumdisilikatkeramiken für Einzelzahnrestaurationen im Frontzahnbereich und bis zu 30% wenden sie im Seitenzahnbereich an [2]. Hinsichtlich der verschiedenen Einsatzmöglichkeiten von Lithiumdisilikatkeramiken müssen bei der Auswahl des Restaurationsmaterials durch den Zahnarzt neben den optischen vor allem die mechanischen Eigenschaften beachtet werden [3-5]. Die mechanischen Eigenschaften von Lithiumdisilikatkeramiken werden durch deren chemische Zusammensetzung, Mikrostruktur und Herstellungsverfahren beeinflusst [6]. Für Letzteres wird unter anderem zwischen dem Computer Aided Design/Computer Aided Manufacturing (CAD/CAM) und dem in der vorliegenden Dissertation verwendeten Pressverfahren unterschieden [7].

Für das Pressverfahren werden Pressöfen, verschiedener Hersteller vermarktet. Nicht jeder Hersteller vertreibt zu seinem Ofen eine entsprechende Keramik. Seit Ablauf einiger Patente der Lithiumdisilikatkeramik IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent) ca. im Jahr 2014 erschienen neue Lithiumdisilikatkeramiken auf dem Markt [8]. Dadurch ergeben sich für den Zahnarzt und den Zahntechniker zahlreiche mögliche Kombinationen aus Öfen und Keramiken.

Während IPS e.max Press bereits umfangreich hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften analysiert wurde, existieren derzeit wenige Untersuchungen zu den neuen Keramiken wie beispielsweise der experimentellen Keramik HS10PC (esthetic Ceram) [9-16]. Zusätzlich finden sich kaum Untersuchungen, die aufzeigen, inwiefern

#### Einleitung

sich unterschiedliche Pressöfen auf die mechanischen Eigenschaften der Keramiken auswirken. Um die, von den Herstellern angegebenen, mechanischen Eigenschaften neuer Lithiumdisilikatkeramiken gegenüber den Patienten gewährleisten zu können, bedarf es somit eine unabhängige Untersuchung in von Zahntechnikern häufig verwendeten Pressöfen.

In der vorliegenden Dissertation wird die Biegefestigkeit, die Bruchzähigkeit und die Oberflächenbeschaffenheit der experimentellen Lithiumdisilikatkeramik HS10PC (esthetic Ceram) und der Lithiumdisilikatkeramik IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent) geprüft und verglichen. Die beiden Keramiken werden mit den Öfen Austromat 654 press-i-dent (Dekema), Programat EP 5000 (Ivoclar Vivadent) und Vario Press 300.e (Zubler) verpresst. Als weiteres Ziel wird überprüft, ob die Pressöfen einen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Biegefestigkeit, der Bruchzähigkeit und der Oberflächenbeschaffenheit der jeweiligen Keramik aufweisen.

Mit der Literaturübersicht wird die aktuelle Datenlage von Lithiumdisilikatkeramiken, Pressverfahren, Pressöfen, mechanischen Eigenschaften der Biegefestigkeit und der Bruchzähigkeit sowie der Oberflächenbeschaffenheit beschrieben.

# 2.1 Vollkeramische Systeme in der Zahnheilkunde

Dentalkeramiken können nach Art ihrer Herstellung in Schicht-, Press- oder CAD/CAM-Keramiken unterteilt werden [7]. Im Gegensatz zu Verbund-Metall-Keramiken, bei denen ein Metall-Gerüst mit Keramik im Schichtverfahren verblendet wird, bestehen Vollkeramiken ausschließlich aus Keramik und werden für Gerüste oder monolithische Restaurationen verwendet. Je nach Vollkeramik können sie mit dem Press- und/oder CAD/CAM-Verfahren hergestellt werden [7].

Darüber hinaus können die dentalen Vollkeramiken in die Materialklassen Silikat- und Oxidkeramik unterteilt werden [17]. Silikatkeramiken besitzen eine Glasphase und eine kristalline Phase, wohingegen Oxidkeramiken keine Glasphase aufweisen und überwiegend kristallin sind [4]. Die in der vorliegenden Dissertation verwendeten Lithiumdisilikatkeramiken gehören zur Gruppe der verstärkten Silikatkeramiken und werden in Kapitel 2.1.1.1 näher beschrieben.

#### 2.1.1 Silikatkeramiken

Silikatkeramiken bestehen aus einer amorphen, transluzenten Glasphase mit eingelagerten Kristallen, bei denen es sich beispielsweise um Leuzit-, Lithiumoxid- oder Lithiumaluminasilikatkristalle handelt [14, 17]. Durch externe Wärmezufuhr wird in der Glasphase eine Keimbildung induziert und das Wachstum der Kristalle gezielt gesteuert, siehe Abbildung 1 [18, 19]. Die Größe und Anzahl der Kristalle wird von der Temperatur

und der Haltezeit während der Kristallisation bestimmt und ist dabei abhängig von der chemischen Zusammensetzung [7, 20-22].

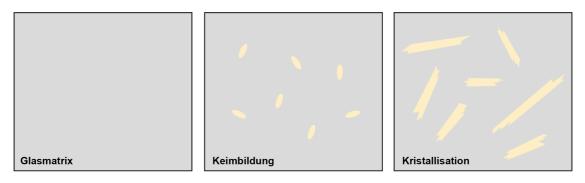


Abbildung 1: Schematische Darstellung des Kristallwachstums

Die Kristalle brechen in die Keramik einfallendes Licht und trüben damit die Glasphase.

Dadurch ist es möglich eine dem Zahn ähnliche Transluzenz und Farbe zu erreichen.

Folglich eignet sich die Silikatkeramik besonders in der ästhetischen Zone. [7]

Zusätzlich können Kristalle auch natürlich im Gefüge vorkommende Risse beim Ausbreiten aufhalten oder umleiten, siehe Abbildung 2 [4, 7]. Die Kristallstruktur bestimmt somit die optischen und mechanischen Eigenschaften einer Silikatkeramik. Dabei gilt, je kleiner die Kristalle und je höher der Kristallgehalt, desto besser die mechanischen Eigenschaften. Jedoch trübt ein hoher Kristallgehalt das Glas und fällt zu Lasten der Ästhetik [22-24].

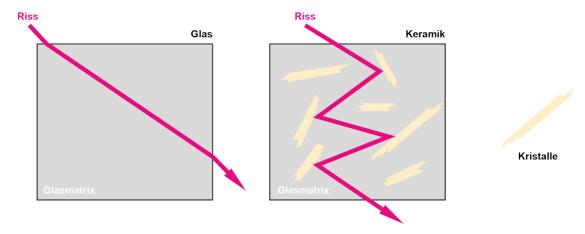


Abbildung 2: Schematische Darstellung eines Risses durch Glas (links) und Umleitung des Risses an Kristallen (rechts) [7]

#### 2.1.1.1 Lithium-Silikatkeramiken

Bei Lithium-Silikatkeramiken besteht die Glasphase aus Siliziumdioxid (SiO<sub>2</sub>) und die Kristalle aus Lithiumoxid (Li<sub>2</sub>O). Das molare Verhältnis ist ausschlaggebend für die Entstehung von Lithiummetasilikat- (Li<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) oder Lithiumdisilikatkristallen (Li<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub>). Für Lithiumaluminosilikatkristalle wird eine Co-Kristallisation von Lithiumdisilikat und Lithiumaluminasilikat benötigt [7]. Eine Erhöhung der genannten Kristalle auf bis zu 60-70 Volumenprozent, führt zu einer zwei bis drei Mal höheren Biegefestigkeit gegenüber Leuzit verstärkten Silikatkeramiken [14, 25-27]. Derzeit auf dem Markt erhältliche, pressbare, verstärkte Silikatkeramiken gehören ausschließlich zur Gruppe der Lithiumdisilikatkeramiken [14].

Die in dieser Dissertation verwendeten Lithium-Silikatkeramiken sind mit Li<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>5</sub> verstärkte Silikatkeramiken. Die Keramik HS10PC ist eine experimentelle Lithiumdisilikatkeramik der esthetic ceram ag (Triesen, Liechtenstein), die mit der Keramik IPS e.max Press von Ivoclar Vivadent (Schaan, Liechtenstein) verglichen wird. Bis zum Ablauf einiger Patente ca. im Jahr 2014 genoss IPS e.max Press Monopolstellung und wurde daher als Vergleichskeramik gewählt [8, 17]. Beide Keramiken haben stäbchenförmige ca. 3 μm bis 6 μm große Lithiumdisilikatkristalle [23, 24, 28] mit einem kristallinen Anteil von bis zu 60-70 %. Der hohe Kristallanteil führt zu einer zwei bis drei Mal höheren Bruch- und Biegefestigkeit gegenüber nicht verstärkten Silikatkeramiken, den Leuzitkeramiken [8, 29]. Die in der Literatur angegebenen Biegefestigkeiten für Lithiumdisilikatkeramiken differieren zwischen 250 MPa und 420 MPa. Dadurch eignen sie sich sowohl für die Herstellung von Einzelzahnrestaurationen als auch für Brücken im Front- und Seitenzahnbereich bis zum zweiten Prämolaren als endständigem Pfeiler [28, 30].

#### 2.1.2 CAD/CAM Verfahren

Die Lithiumdisilikatkeramiken können mittels Press- oder CAD/CAM-Technologie hergestellt werden [7]. Beim CAD/CAM-Verfahren handelt es sich derzeit um eine subtraktive Methode. Das bedeutet, dass eine Präparationsform eingescannt, die Restauration mit einem Computer modelliert und durch eine Schleifmaschine aus vollständig oder teilweise kristallisierten Keramikblöcken geschliffen wird [1, 24]. Während eine vollkristallisierte Lithiumdisilikatkeramik wie beispielsweise Initial LiSi Block (GC Corporation, Leuven, Belgien) mit ca. 300 MPa Biegefestigkeit [31] direkt nach dem Schleifprozess als Restauration eingegliedert werden kann, bedarf eine vorkristallisierte Lithiumdisilikatkeramik einen weiteren Kristallisationsbrand. So wird IPS e.max CAD (Ivoclar Vivadent) mit ca. 40 Vol.-% Lithiummetasilikat-Kristallen und einer Biegefestigkeit von ca. 130-150 MPa im vorkristallinen Zustand geschliffen. Im anschließenden Kristallisationsbrand wandeln sich die Lithiummetasilikat-Kristalle in ca. 70 Vol.-% Lithiumdisilikat-Kristalle um. Dadurch wird die Biegefestigkeit auf ca. 360 MPa gesteigert und die endgültige Farbe und Transluzenz der Restauration erreicht [1, 24, 32]. Im Vergleich dazu findet laut Hersteller Angaben bei Amber Mill (Hassbio, Gangwon-Südkorea) keine Umwandlung der Lithiumdisilikatkristalle do, Kristallisationsbrand steigert die Biegefestigkeit auf ca. 300 MPa und stellt anhand der Temperatur und Haltezeit die gewünschte Transluzenz der Keramik ein [33-35].

Für das klassische Pressverfahren, siehe Kapitel 2.1.3 kann das subtraktive oder additive CAD/CAM-Verfahren auch für die Wachsmodellation und somit zur Vorbereitung des Pressvorgangs angewandt werden [36]. Um in dieser Dissertation die Dimensionen der Pressobjekte zu vereinheitlichen, wurden Stäbchen aus Wachsblöcken mittels subtraktivem CAD/CAM-Verfahren herausgefräst [37].

#### 2.1.3 Pressverfahren (lost wax)

Auf einem Präparationsmodell wird vom Zahntechniker eine Restauration aus Wachs modelliert. Neben der klassischen manuellen Modellation besteht mittlerweile auch die Möglichkeit einer maschinellen Wachsmodellation [36]. Das Wachsobjekt wird angestiftet, in eine feuerfeste Muffel eingebettet und in einem Vorwärmofen rückstandslos ausgebrannt [38]. Dieses Verfahren nennt sich Lost-Wax-Technik [39]. Anschließend wird die heiße Muffel mit industriell vorgefertigten Keramikpellets und einem Presskolben bestückt, siehe Abbildung 3 [19].

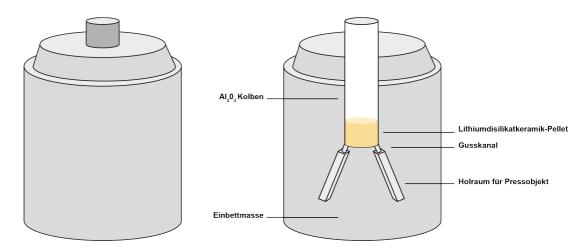


Abbildung 3: Schematische Darstellung einer Pressmuffel mit Pressobjekt, Keramikpellet und Presskolben [38]

Bei den genannten Keramikpellets handelt es sich um bereits vollständig durchgesinterte Keramikrohlinge [1]. Entsprechend der gewünschten Farbe und Opazität werden ihre Hauptbestandteile in Pulverform vermengt und bei ca. 1.500°C zu einem Glasrohling geschmolzen [38]. Nach dem Auskühlen erfolgt eine sekundäre Temperaturbehandlung mit zweistufigem Kristallisationsprozess. In der ersten Stufe werden bei 500°C – 600°C Keime gebildet aus denen die Kristalle in der zweiten Stufe bis zu einer Temperatur von 850°C wachsen, siehe Abbildung 4 [18, 19]. Lithiumdisilikatkristalle sind nach der zweistufigen Sinterung nahezu vollständig auskristallisiert. Während des Pressvorgangs

nehmen sie jedoch noch geringfügig an Größe zu und formieren und orientieren sich um [38, 40-43].

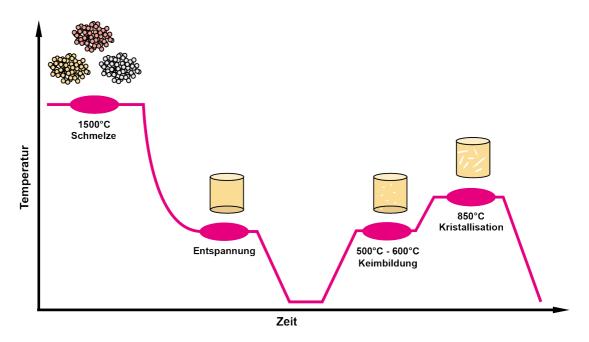


Abbildung 4: Graphische Darstellung des Temperaturverlaufs bei der Herstellung der Keramikpellets und anschließendem zweistufigen Kristallisationsprozess [18]

Die mit Keramikpellets bestückte Muffel wird in einen auf 700°C vorgewärmten Pressofen gestellt. Der Keramik entsprechend werden die Pellets auf 880°C – 1.200°C aufgeheizt und zu einer viskösen Masse geschmolzen [19, 38]. Nach Ablauf der Haltezeit wird die visköse Keramikmasse mit zunehmendem Druck langsam in den ausgebrannten Hohlraum gepresst [44]. Dieser Vorgang erfolgt unter Vakuum [45-47]. Nach Abschluss der Nachpresszeit wird das Vakuum aufgelöst und die Muffel zum Abkühlen aus dem Ofen entnommen. In Abbildung 5 ist der Temperaturverlauf während der Pressphasen graphisch dargestellt.

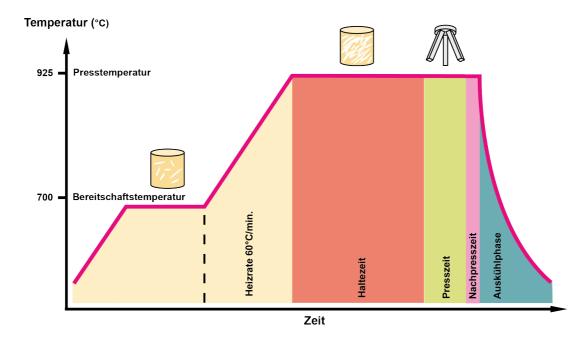


Abbildung 5: Graphische Darstellung des Temperaturverlaufs während der Pressphasen

Beim Auskühlen der Muffel kann es zu starken Sinterschrumpfungen kommen. Dies tritt häufig bei großen verwinkelten Brücken, Prüfkörperstäbchen oder Veneers mit dünn auslaufendem, feinem Rand auf [48, 49]. Um den Prozess zu minimieren ist es wichtig, die Muffel langsam abkühlen zu lassen. Anschließend wird die Keramik ausgebettet, vom Presskanal abgetrennt und weiterverarbeitet [50, 51].

Im Vergleich zum Schicht- oder CAD/CAM-Verfahren kombiniert das Pressverfahren mittels Lost-Wax-Technik eine bessere Randpassung [52], eine akkuratere okklusale Dimensionsstabilität, eine geringe Sinterschrumpfung aufgrund seiner vorkristallisierten Keramikpellets, eine geringe Porosität sowie gute mechanische Eigenschaften [26, 27, 40, 53]. Folglich ist die Technik im Vergleich zum CAD/CAM-Verfahren das präzisere Verfahren [24, 54].

#### 2.1.4 Pressöfen für Lithiumdisilikatkeramiken

Bei den beschriebenen dentalen Presskeramiköfen handelt es sich um bei Zahntechnikern etablierte Modelle. Kombiöfen können sowohl für das Pressverfahren

als auch für Sinterbrände verwendet werden [45, 47, 55]. Während Ivoclar Vivadent zusätzlich zu seinem Pressofen eine ganze Produktlinie von Dentalkeramiken anbietet, sind die Hersteller Dekema und Zubler vorwiegend auf den Bau von Dentalkeramiköfen spezialisiert [51]. Alle drei Öfen verfügen über eine vakuum-abdichtende Brennkammer mit Thermofühler und einer zirkulär um das Pressobjekt verlaufenden Heizspirale, siehe Abbildung 6. Der Thermofühler misst die Temperatur im Inneren der Brennkammer, die um den äußeren Bereich der Muffel herrscht und befindet sich vorzugsweise so nah wie möglich an der Muffel.

Voraussetzung für eine gute Pressung ist eine homogene durchwärmte Muffel und eine möglichst homogene Temperatur in allen Bereichen der Brennkammer sowie ein geringer Temperaturabfall vom Äußeren zum Inneren der Muffel [56, 57]. Da in die Muffel-Auflageplatte selten Heizelemente integriert sind, kann die Muffeltemperatur zum Boden hin abnehmen. Dies führt bei großen Restaurationen wie Brücken zu einer Abnahme der keramischen Fließfähigkeit in Richtung des kälteren Muffelbodens [58]. Um diesen Effekt zu vermeiden, haben Dekema und Zubler in ihre Pressöfen ein dreibeiniges Auflage-Insert implementiert, durch das der größte und zentrale Teil des Muffelbodens keinen Kontakt zum Auflageboden hat, siehe Abbildung 6. Die Wärme kann somit auch am Boden der Muffel zirkulieren, um diese homogen zu durchwärmen [47, 55].

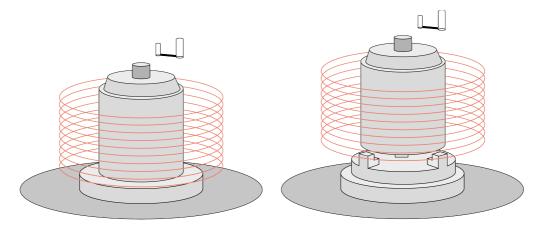


Abbildung 6: Schematische Darstellung einer Pressofenkammer mit Thermofühler, Heizspirale und Pressmuffel. Flaches Auflageinsert (links), Dreibeiniges Auflageinsert (rechts)

Bei Lithiumdisilikatkeramiken ist der Pressvorgang abhängig von der Presstemperatur und der Haltezeit. Zu niedrige Presstemperaturen sorgen für eine zu visköse Keramikmasse, die das vollständige Auspressen besonders in dünn auslaufenden Randbereichen des Muffelhohlraums verhindern. Zu kurze Haltezeiten hindern das Wachstum der Kristalle und senken dadurch die mechanischen Eigenschaften der Keramik. [38] Abbildung 7 zeigt einen Sagittalschnitt einer Pressmuffel mit unvollständig ausgepresstem Keramikobjekt.

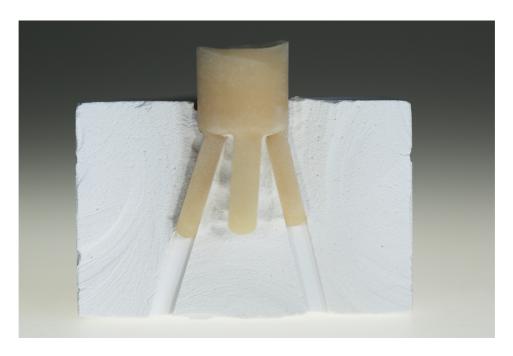


Abbildung 7: Sagittalschnitt einer Muffel mit unvollständig ausgepresstem Keramikobjekt

Hohe Presstemperaturen sorgen zwar für eine fließfähigere Keramik, verstärken jedoch zusammen mit langen Haltezeiten die Reaktionsschicht mit den Einbettmassen [55-57]. Um dimensionsstabile Restaurationen besonders im Randbereich zu gewährleisten und um den Arbeitsablauf zu beschleunigen, wird bei Zahntechnikern stets eine geringe Reaktionsschicht angestrebt [56]. Bei zu hohen Presstemperaturen wird angenommen, dass sich die Glasphase bereits während der Haltezeit verflüssigt und in Teile des Muffelholraums fließt. Durch den fehlenden Pressdruck während der Haltezeit und durch eine verlängerte Reaktion mit der Einbettmasse entstehen größere Poren im

Keramikgefüge, die die mechanischen Eigenschaften der Keramik negativ beeinflussen [38, 57].

Lithiumdisilikatkeramiken besitzen folglich einen bevorzugten Temperaturbereich und eine optimale Haltezeit, bei der sie sich dimensionsstabil mit optimalen mechanischen Eigenschaften pressen lassen. Große Abweichungen von den materialspezifisch optimalen Pressparametern führen daher zu einer morphologisch veränderten Mikrostruktur mit negativer Beeinträchtigung ihrer mechanischen Eigenschaften und zu verstärkten Reaktionsschichten [22, 38, 57]. Diese Pressparameter können je nach Größe der Muffel, Art der Einbettmasse und Größe des Pressobjekts variieren und sind zusätzlich abhängig vom jeweiligen Pressofen [57]. Dies ist damit zu begründen, dass beim Aufheizen des Ofens die Wärmeenergie, die von außen auf die Muffel einwirkt, teilweise durch die Wärmeleitfähigkeit der Einbettmasse absorbiert wird. Dadurch entsteht ein thermischer Wärmeverlust von der Brennkammer zum Inneren der Muffel, der sich bei Zunahme der Muffelgröße verstärkt [57]. Um dieses Gefälle auszugleichen, muss die eingestellte Presstemperatur am Pressofen höher sein als die zum Pressen gewünschte Kerntemperatur der Lithiumdisilikatkeramik im Inneren der Muffel. Laut Zubler Gerätebau GmbH kann dieser Temperaturunterschied bei kleinen 100 g Muffeln ca. 30°C und bei großen 300 g Muffel bis ca. 60°C betragen [56, 57]. Während der Haltezeit soll sich der Temperaturunterschied ausgleichen. Da die Wärmekapazität von Keramiken und die Wärmeleitfähigkeit der Einbettmasse sehr gering ist, würde eine homogen durchwärmte Muffel eine sehr lange Haltezeit auf Höhe der gewünschten Presstemperatur erfordern [57]. Um die Reaktionsschicht von Lithiumdisilikatkeramik und der Einbettmasse jedoch möglichst gering zu halten, ist es erstrebenswert, die Presstemperatur möglichst klein und die Haltezeit möglichst kurz zu halten [57].

Neben den standardisierten Pressparametern für gängige Keramiken können die Parameter der drei zu vergleichenden Pressöfen angepasst, umgestellt oder neu programmiert werden. Für optimierte Pressvorgänge mit Lithiumdisilikatkeramiken haben alle Hersteller zusätzlich individuelle Pressprogramme integriert. Nachfolgend werden die drei Pressöfen einzeln beschrieben.

# Austromat 654 press-i-dent (Dekema) mit externer Vakuumpumpe:

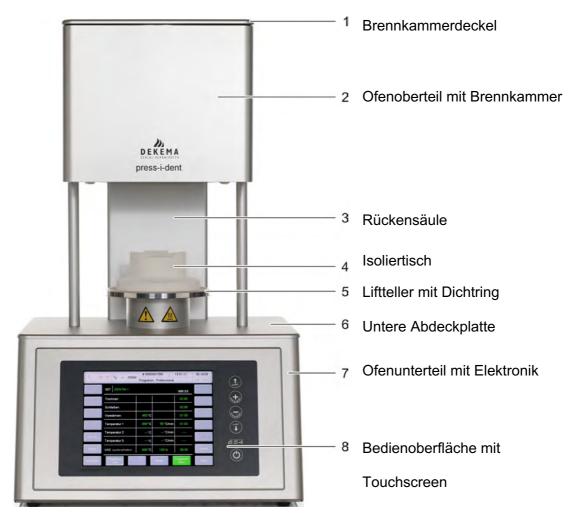


Abbildung 8: Frontalansicht des Pressofen Austromat 654 press-i-dent [47]

Im Austromat 654 press-i-dent (Dekema) befindet sich, wie in Abbildung 8 dargestellt, die Brennkammer im oberen Teil des Brennofens. Im Brennkammerdeckel sind die Lüftungsschlitze zum Kühlen des Brennofens platziert. Die Elektronik und die Mechanik zum Bewegen des Liftsystems befinden im unteren Teil des Brennofens. Die vorgewärmte Muffel wird auf einen Lift mit Isoliertisch platziert. Der Lift fährt den Isoliertisch von unten in die Brennkammer und schließt mit einem Dichtungsring, der die gesamte Brennkammer durch eine externe Vakuumpumpe Vakuum zieht. Nach dem

Erreichen der Presstemperatur und Ablauf der Haltezeit wird der Isoliertisch elektromechanisch weiter angehoben, sodass der Pressstempel an das Brennkammerdach stößt und in die Muffel hineingepresst wird. Nach Ablauf der Pressund Nachpresszeit senkt sich der Lift langsam ab und die Muffel kann entnommen werden [47]. In Abbildung 9 ist die Brennkammer des Austromat 654 press-i-dent schematisch dargestellt.

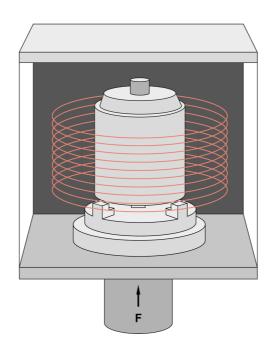


Abbildung 9: Schematische Darstellung der Brennkammer des Austromat 654 press-i-dent

Neben den Standardprogrammen bietet Dekema im Austromat 654 press-i-dent mit der "Automatischen Presszeitverkürzung" eine Zusatzfunktion an. Anders als bei einer Keramikpressung mit festgelegter Presszeit wird hier der Pressvorgang abgebrochen, sobald sich der langsam steigende Pressdruck vom Presskolben auf die Keramik nicht mehr nachreguliert. Diese Zusatzfunktion kann je nach Bedarf aktiviert oder abgestellt werden. Es dient zur Verkürzung der Presszeit und soll zu einer verminderten Reaktion mit der Einbettmasse führen [47].

Der Austromat 654 press-i-dent erreicht eine maximale Temperatur von 1200°C. Die Presskraft ist in 10 Stufen regulierbar (30-350 N). Die Raumtemperatur sollte zwischen 15°C und 35°C bei einer maximalen Luftfeuchtigkeit von 60% liegen. Der Pressofen bietet neben einem Vakuumabdichtungstest, Trocknungs-, Vorwärmungs- und Temperaturkalibrierungsprogramme sowie ein Check-Programm, das den Heizkörperverschleiß überprüft [47].

#### Programat EP 5000 (Ivoclar Vivadent) mit externer Vakuumpumpe:



Abbildung 10: Pressofen Programat EP 5000 (Ivoclar Vivadent) [45]

Im Programat EP 5000 (Ivoclar Vivadent) befindet sich die Brennkammer im oberen Teil des Brennofens. Im Gehäuse sind die Lüftungsschlitze zum Kühlen der Brennkammer platziert. Die Mechanik des Presskolbens ist im oberen Teil des Pressofens über der

Brennkammer. Die vorgewärmte Muffel wird auf die Aufnahmeplatte gestellt und die Brennkammer schließt muschelartig über ihr. Durch eine externe Vakuumpumpe wird in der Brennkammer Vakuum gezogen. Nach Erreichen der Presstemperatur und Ablauf der Haltezeit wird der Presskolben mit elektrischem Abwärts-press-System auf den Pressstempel abgesenkt und mit Druck in die Muffel gepresst [45]. Abbildung 11 stellt die Brennkammer des Programat EP 5000 schematisch dar.

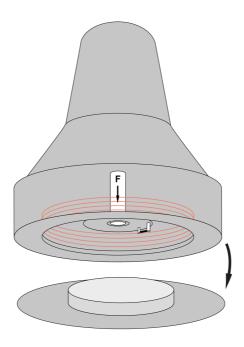


Abbildung 11: Schematische Darstellung der Brennkammer des Programat EP 5000

Ivoclar Vivadent hat Pressprogramme für seine eigenen Keramik-Produktlinien im Ofen integriert. Neben den Standardprogrammen wird dabei auch die "Intelligent Press Function" (IPF) angeboten. Mit dieser Funktion soll der Pressvorgang automatisch ausgelöst werden, sobald die Muffel auf die erforderliche Presstemperatur gebracht wurde. Dies soll eine Zeitersparnis um 25% und eine homogene Temperatur in der Muffel erzielen. Die IPF soll dabei die Netzspannung und mögliche Alterung des Heizelementes berücksichtigen und die Temperatur entsprechend anpassen [45].

Der Programat EP 5000 (Ivoclar Vivadent) erreicht eine maximale Temperatur von 1200°C. Die Presskraft ist in 10 Stufen (30-350 N) regulierbar. Die Raumtemperatur sollte zwischen 5°C und 40°C bei einer maximalen Luftfeuchtigkeit von 80% (nicht kondensierend) liegen. Der Pressofen bietet ebenfalls Diagnostikprogramme zur Prüfung der Temperatur und des Pressdrucks [45].

# Vario Press 300.e (Zubler) mit externer Vakuumpumpe:



Abbildung 12: Pressofen Vario Press 300.e (Zubler) [55]

Im Vario Press 300.e (Zubler) befindet sich die Brennkammer im oberen Teil des Brennofens. Im unteren Teil ist die Elektronik verbaut. Die Mechanik für das Liftsystem ist in das Verbindungsteil integriert. Lüftungsschlitze sind in der Brennkammerverkleidung platziert. Die vorgewärmte Muffel wird auf den Lift mit Isoliertisch platziert. Der Lift fährt von unten in die Brennkammer und schließt durch

einen Dichtungsring. Das Vakuum wird durch eine externe Vakuumpumpe in der Brennkammer erzeugt. Nach Erreichen der Presstemperatur und Ablauf der Haltezeit wird durch Druckluft ein sich über der Muffel befindender Presskolben abgesenkt und drückt den Pressstempel in die Muffel. Der Pressdruck ist in zwei Stufen wählbar. Der tiefe Pressdruck von 3 bar eignet sich für kleine Muffeln, die mit 2 g Pellets bestückt werden. Der hohe Pressdruck von 4,5 bar gilt für große 300 g Muffeln die mit 5 g Pellets bestückt werden [46]. Abbildung 13 stellt die Brennkammer des Vario Press 300.e schematisch dar.

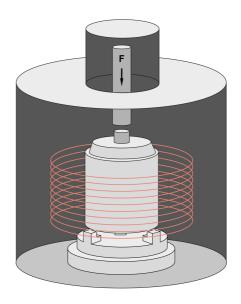


Abbildung 13: Schematische Darstellung der Brennkammer des Vario Press 300.e

Zubler wirbt mit dem "Advanced Press" Verfahren (Adv. Press). Gegenüber einem Standard Pressverfahren, bei dem ein Temperaturunterschied von ca. 40°C zwischen der eingestellten Temperatur im Pressofen und dem Inneren der Muffel herrschen soll, könne der Temperaturunterschied beim Adv. Press Verfahren bis auf ca. 4°C gesenkt werden. Durch eine kurzzeitig erhöhte Zufuhr von Wärmeenergie soll sich die Außenwand der Muffel stärker aufheizen, um schneller Wärmeenergie nach innen zu leiten. Wie aus einer Patentschrift von Zubler aus dem Jahr 2007 ersichtlich, beträgt die Überhitzung im Vergleich zur gewünschten Presstemperatur beispielsweise für eine 100 g Muffel 160°C, für eine 200 g Muffel 180°C und für eine 300 g Muffel 200°C [57]. Die

Zufuhr der Wärmeenergie wird an dem Punkt gestoppt, an dem die Weiterleitung der restlichen Wärmeenergie ausreicht, um die Lithiumdisilikatkeramik auf ihre optimale Presstemperatur zu erwärmen. Nach Abfallen der Temperatur in der Brennkammer und im äußeren Teil der Muffel schalten sich die Heizelemente erneut ein. Dadurch wird die Temperatur während der Presszeit in möglichst der gesamten Brennkammer und Muffel konstant gehalten. Dies soll die Haltezeit verkürzen und folglich die Gesamtdauer des Pressvorgangs um mehr als 40 % senken. Infolgedessen verspricht Zubler eine geringere Reaktionsschicht zwischen der Keramik und der phosphatgebundenen Einbettmasse [55-57].

Der Vario Press 300.e (Zubler) erreicht eine maximale Temperatur von 1200°C. Die Raumtemperatur sollte zwischen 18°C und 30°C liegen. Der Pressofen bietet Serviceprogramme zum Überprüfen des Vakuums und des Drucks sowie ein Reinigungsprogramm durch das Verunreinigungen bei 1150°C ausgebrannt werden [46].

#### Wartung der Pressöfen

Bei allen Herstellern gilt, dass die Öfen in regelmäßigen Abständen kalibriert werden müssen. Die Silberschmelzprobe ist dabei eine gängige Methode für Presskeramiköfen und fand auch in dieser Doktorarbeit regelmäßig Anwendung. Hierbei wird ein Silberdraht in der Brennkammer auf die Schmelztemperatur von Silber (962°C) erhitzt. Nach Abkühlen der Brennkammer wird anhand des geschmolzenen Silberdrahts überprüft, ob der Ofen die voreingestellte Temperatur erreicht hat. In Abbildung 14 wird anhand der Silberschmelzprobe des Austromat 654 press-i-dent (Dekema) erklärt, wie eine Silberschmelzprobe gedeutet werden kann [47].

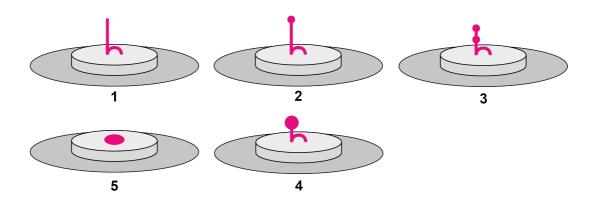


Abbildung 14: Schematische Darstellung einer Silberschmelzprobe, (1) Temperatur zu niedrig, (2) Temperatur ok, (3,4) Temperatur etwas zu hoch, (5) Temperatur zu hoch [47]

## 2.2 Mechanische Eigenschaften von Keramiken

Dentalkeramiken besitzen hohe Festigkeiten und sind sehr druckstabil. Durch Zugspannung zerbrechen sie jedoch bereits bei nur gering vorausgegangener plastischer Verformung. Dieses Verhalten wird als spröde bezeichnet.

Neben den optischen- bestimmen maßgeblich die mechanischen Eigenschaften einer Dentalkeramik über das Einsatzgebiet, die Restaurationsgröße sowie die Befestigungsweise [3-5]. Bei der Auswahl eines geeigneten Restaurationswerkstoffs durch den Zahnarzt und den Zahntechniker haben vor allem die Biegefestigkeit und die Bruchzähigkeit eine hohe Relevanz und werden daher in den folgenden Kapiteln näher beschrieben.

#### 2.2.1 Biegefestigkeit

Die Biegefestigkeit  $\sigma$  ist ein Maß für die Belastbarkeit eines Werkstoffs und beschreibt den Wert, bei dem sich ein Werkstoff unter Krafteinwirkung plastisch irreversibel verformt oder zerbricht [3]. Die Biegefestigkeit ist abhängig von der Prüfkörperdimension, der Prüfmethode und den Prüfparametern und wird in der Einheit MPa bzw. N / mm² angegeben.

Die Biegefestigkeit gibt Auskunft darüber, wie fest eine Zahnrestauration ist. Sie ist entscheidend für den Anwendungsbereich und die Art der Befestigung auf dem Zahnstumpf. So müssen vollkeramische Restaurationen mit einer Biegefestigkeit von < 350 MPa adhäsiv eingesetzt werden [5]. Durch den adhäsiven Verbund von Zahn und Restauration wird die Gesamtstabilität gesteigert, sodass die Restauration den Kräften im Mundraum standhält. Bei Biegefestigkeiten > 350 MPa ist es auch möglich die Restauration konventionell zu zementieren [5, 7, 59].

Nach Europäischem Standard DIN EN ISO 6872:2019 sind drei Prüfverfahren zur Ermittlung der Biegefestigkeit zulässig: der Drei-Punkt-Biegeversuch (uniaxial), der Vier-Punkt-Biegeversuch (uniaxial) und der Biaxiale Biegeversuch (biaxial), siehe Abbildung 15 [60].

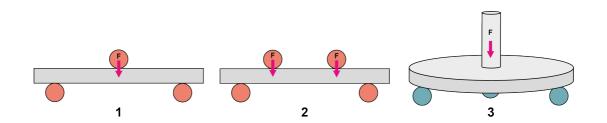


Abbildung 15: Schematische Darstellung des (1) Drei-Punkt-Biegeversuch, (2) Vier-Punkt-Biegeversuch, (3) Biaxiale Biegeversuch

Je nach Prüfmethode fallen die Festigkeitswerte gleicher Materialklassen unterschiedlich aus. Bei den Herstellerangaben eines Werkstoffs sollte daher stets Augenmerk auf die verwendete Prüfmethode gelegt werden [61-64]. In den anschließenden Kapiteln 2.2.1.1, 2.2.1.2 und 2.2.1.3 werden die Prüfmethoden zur Ermittlung der Biegefestigkeit beschrieben und verglichen.

#### 2.2.1.1 Drei-Punkt-Biegeversuch (uniaxial)

Im Drei-Punkt-Biegeversuch wird ein stäbchenförmiger Prüfkörper mit rechteckigem Querschnitt auf zwei bewegliche Auflagerollen positioniert und mit einer dritten Rolle senkrecht und zentral der Auflagepunkte bis zum vollständigen Bruch des Prüfkörpers belastet [65]. Auf der Belastungsseite entsteht eine Druckspannung, an der lastabgewandten Seite eine Zugspannung, siehe Abbildung 16 [3, 64, 66, 67].

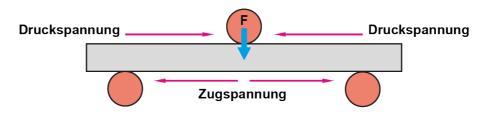


Abbildung 16: Schematische Darstellung der Druck- und Zugspannung

Die Anordnung und Einstellungen der Prüfvorrichtung, die Maße der Prüfkörper sowie die Voraussetzungen der Materialeigenschaften sind nach internationalem Standard genormt und der DIN EN ISO 6872:2019 zu entnehmen. Abbildung 17 stellt sie schematisch dar [60].

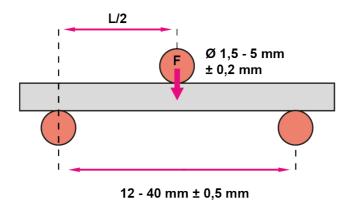


Abbildung 17: Schematische Darstellung des Drei-Punkt-Biegeversuchs

Die Biegefestigkeit mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch wird mit folgender Formel berechnet:

Formel 1: Berechnung der Biegefestigkeit mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch

$$\sigma = \frac{3Fl}{2wh^2}$$

 $\sigma$  = die Biegefestigkeit (MPa)

F = Bruchkraft (N)

I = die Prüfstützweite (mm)

w = die Breite des Prüfkörpers (mm) Seitenmaß, rechtwinklig zur belastenden

Kraft

h = die Dicke des Prüfkörpers (mm) Seitenmaß, parallel zur belastenden Kraft

Diese Testmethode ist aufgrund ihres simplen Versuchsaufbaus schnell durchzuführen und findet in zahlreichen Veröffentlichungen Anwendung [63]. Allerdings ist beim Drei-Punkt-Biegeversuch die Zugspannung nicht homogen über den Prüfkörper verteilt. Der Bereich unter der belastenden Kraft ist der größten Spannung ausgesetzt. Sich hier an der Oberfläche befindende Mikrorisse können zu einem Frühversagen der Keramik führen und somit die Aussagekraft der Biegefestigkeit verfälschen [63, 64, 67].

#### 2.2.1.2 Vier-Punkt-Biegeversuch (uniaxial)

Im Unterschied zum Drei-Punkt-Biegeversuch hat der Vier-Punkt-Biegeversuch zwei druckapplizierende Rollen [63]. Die Rollen werden so angeordnet, dass sie beidseitig mit gleicher Kraft bei jeweils einem Viertel der Prüfstützweite (I) einwirken. Dadurch wird ein größeres Volumen bzw. eine größere Anzahl an Gefügefehlern unter Spannung gesetzt, siehe Abbildung 18 [62, 63, 66, 68]. Unter der Annahme, dass das schwächste Glied den Bruch auslöst, fällt somit die Biegefestigkeit im Vier-Punkt-Biegeversuch in der Regel niedriger aus als im Drei-Punkt-Biegeversuch [61, 64, 68]. Die Streuung der Messwerte bleibt jedoch gleich [68].

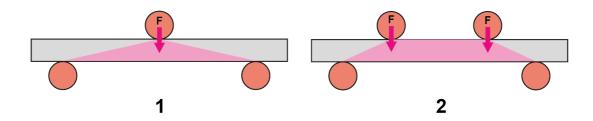


Abbildung 18: Schematische Darstellung der Spannungsareale des (1) Drei-Punkt-Biegeversuchs und des (2) Vier-Punkt-Biegeversuchs

Um Torsionsbewegungen und ein damit verbundenes Frühversagen des Prüfkörpers zu vermeiden, müssen alle Rollen eine geringfügige Beweglichkeit haben [60, 68, 69]. Informationen zur Anordnung und Einstellungen der Prüfvorrichtung, die Maße der Prüfkörper sowie die Voraussetzungen der Materialeigenschaften sind ebenfalls nach internationalem Standard genormt und in der DIN EN ISO 6872:2019 zu finden [60]. Abbildung 19 stellt die Versuchsanordnung schematisch dar.

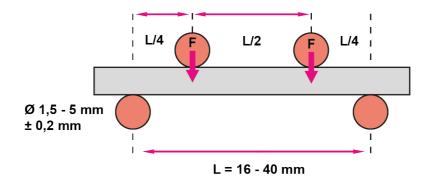


Abbildung 19: Schematische Darstellung des Vier-Punkt-Biegeversuchs

Die Biegefestigkeit mit dem Vier-Punkt-Biegeversuch wird wie folgt berechnet.

Formel 2: Berechnung der Biegefestigkeit mit dem Vier-Punkt-Biegeversuch

$$\sigma = \frac{3Fl}{4wh^2}$$

 $\sigma$  = die Biegefestigkeit (MPa)

F = Bruchkraft (N)

I = die Prüfstützweite (mm)

w = die Breite des Prüfkörpers (mm) Seitenmaß, rechtwinklig zur belastenden
 Kraft

h = die Dicke des Prüfkörpers (mm) Seitenmaß, parallel zur belastenden Kraft

Für beide uniaxialen Versuche gilt, dass sich die ermittelte Biegefestigkeit in Abhängigkeit des unter Spannung gesetzten Volumens verändern kann. So wird beobachtet, dass kleinere Prüfkörpergrößen oder kleinere Prüfstützweiten häufig zu einer Überbewertung der Biegefestigkeit führen. Bei geringem unter Spannung gesetzten Volumen sinkt somit die Wahrscheinlichkeit, dass der tatsächlich größte Gefügefehler Auslöser des Bruchs der Keramik ist [68, 70].

#### 2.2.1.3 Biaxiale Biegeversuch (Stempel-auf-drei-Kugeln)

Im biaxialen Biegeversuch wird eine Prüfkörperscheibe mittig auf drei kugelförmige Auflagen ausgerichtet. Diese Kugeln befinden sich in einem Winkel von 120° zueinander auf einem Kreis. Mit einem flachen Stempel wird der Prüfkörper zentral bis zu seinem Bruch belastet. Die Anordnung und Einstellungen der Prüfvorrichtung, die Maße der Prüfkörper sowie die Voraussetzungen der Materialeigenschaften lassen sich, nach internationalem Standard genormt, in der DIN EN ISO 6872:2019 einsehen [60]. In Abbildung 20 ist die Versuchsanordnung schematisch dargestellt.

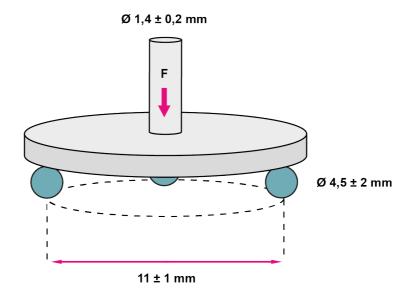


Abbildung 20: Schematische Darstellung des Biaxialen Biegeversuchs

Die Biegefestigkeit mit dem biaxialen Biegeversuch (Stempel-auf-drei-Kugeln) wird mit folgender Formel berechnet:

Formel 3: Berechnung der Biegefestigkeit mit dem biaxialen Biegeversuch

$$\sigma = -0.2387 \, \text{F} \, (X - Y)/h^2$$

 $\sigma$  = die Biegefestigkeit (MPa)

F = die beim Bruch gemessene Gesamtkraft (N)

h = die Höhe des Prüfkörpers bei Bruchursprung (mm)

X = 
$$(1+v)In\left(\frac{r_2}{r_3}\right)^2 + [(1-v)/2]\left(\frac{r_2}{r_3}\right)^2$$

Y = 
$$(1+v)\left[1+\ln\left(\frac{r_1}{r_3}\right)^2\right]+(1-v)\left(\frac{r_1}{r_3}\right)^2$$

#### Dabei ist

v = Poisson'sche Querkontraktionszahl (falls nicht angeben dann v =0,25)

r<sub>1</sub> = Radius des Unterstützungskreises (mm)

- r<sub>2</sub> = Radius des Belastungsbereichs (mm)
- r<sub>3</sub> = Radius des Prüfkörpers (mm)

Die Biegefestigkeitswerte verschiedener Prüfmethoden lassen sich aufgrund ihrer unterschiedlich ausfallenden Ergebnisse nur bedingt miteinander vergleichen [61-64]. Für Vollkeramiken existieren viele Publikationen, die belegen, dass die gemessenen Werte der biaxialen Prüfmethode höher sind als die der uniaxialen [62, 63, 71].

In der Versuchsdurchführung, der Prüfkörperherstellung sowie der Prüfkörperpräparation erweist sich der biaxiale Biegeversuch als vorteilhaft gegenüber den uniaxialen [63]. Zusätzlich bietet er eine zuverlässige Alternative für CAD/CAM Keramikprüfkörper, deren Länge für die uniaxialen Biegeversuche oft unzureichend ist [72]. Mögliche Einflussfaktoren können hier zum Beispiel sein, dass bei dünnen Prüfkörperscheiben des biaxialen Biegeversuchs ein kleineres Materialvolumen unter Zugspannung gesetzt wird. Dadurch sinkt die Anzahl und die Wahrscheinlichkeit, dass ein Gefügefehler bzw. ein an der Oberfläche gelegener Mikroriss zum Frühversagen des Prüfköpers führt [64, 73]. Außerdem liegen Kantenunebenheiten im biaxialen Biegeversuch außerhalb der Auflagekugeln und nicht im Zentrum Zugspannungszone. Ihr Einfluss auf die Bruchzähigkeit ist daher als gering zu betrachten [63, 64, 67].

#### 2.2.2 Weibullstatistik

Aufgrund ihrer spröden Eigenschaften unterliegen die Festigkeitswerte von Keramiken einer breiten Streuung. Die gemessenen Werte variieren trotz identischer Keramikbestandteile, Herstellungsverfahren, Prüfkörperdimensionen und Versuchsdurchführung teilweise erheblich voneinander [68]. Dies ist damit zu begründen, dass der Bruch vom größten unter Spannung gesetzten Fehler im Keramikgefüge ausgeht [68]. Gefügefehler in Form von mikroskopisch kleinen Rissen

und Poren können während der Herstellung durch Spannungen beim Sinterprozess, durch die Reaktion mit der Einbettmasse oder nachträglich durch die mechanische Weiterverarbeitung der Keramik entstehen. In zahlreichen Studien wurde festgestellt, dass ein großer Zusammenhang zwischen der Fehlergröße und der Biegefestigkeit einer Keramik besteht [64, 68, 74]. 1937 entwickelte Waloddi Weibull eine statistische Methode, um die Wahrscheinlichkeit eines Bruchversagens spröder Werkstoffe abschätzen zu können [74].

Die Weibullverteilung besteht aus dem Weibullmodul m und der charakteristischen Festigkeit  $\sigma_0$  [75]. Im Gegensatz zu Metallen liegen die Festigkeitswerte spröder Keramiken asymmetrisch um den Mittelwert verteilt vor. Sie folgen also nicht einer Gauß'schen Normalverteilung [68]. Bei der Auswahl eines keramischen Restaurationsmaterials und bei der Entscheidung über die Art der Befestigung muss daher auf eine hohe Zuverlässigkeit geachtet werden [66].

Das Weibullmodul m beschreibt das Streuverhalten der Festigkeitswerte einer Keramik. Je höher das Weibullmodul m, desto geringer ist die Streuung der Festigkeitswerte und folglich zuverlässiger ist die Aussage der Festigkeit [66, 68, 75]. Aus dem Weibullmodul lässt sich ebenfalls ableiten, wie homogen ein Keramikgefüge ist. Dabei gilt, je homogener das Gefüge, desto höher ist das Weibullmodul.

Die charakteristische Festigkeit  $\sigma_0$  beschreibt die Belastungskraft, bei der mit einer Wahrscheinlichkeit von 63,2 % ein Prüfkörper einer Versuchsreihe versagt [9, 61, 68]. Sie ist abhängig von der Prüfkörperdimension und der Prüfkonfiguration bzw. dem unter Spannung gesetzten Materialvolumen. Die charakteristische Festigkeit  $\sigma_0$  nimmt zu, wenn die Prüfkörper bzw. das unter Spannung gesetzte Materialvolumen abnimmt [68].

Zur Ermittlung der Festigkeit durch die Weibullstatistik sollte eine Mindestzahl von n = 15 vorzugsweise n = 30 Prüfkörper herangezogen werden [60]. Um in der dentalen Werkstoffkunde auch kleinere Messreihen zu ermöglichen, wurde 2015 ein Verfahren entwickelt, welches auch n < 30 Prüfkörper adäquat analysiert [75].

#### 2.2.3 Bruchzähigkeit

Die Bruchzähigkeit beschreibt den Widerstand, den ein Werkstoff unter Krafteinwirkung aufbringt, um einem inneren Risswachstum entgegenzuwirken [24, 76, 77]. Im Gegensatz zu Metallen, deren Atome sich bei einer Biegebelastung auseinanderzerren lassen bzw. bei irreversibler Verformung neue kovalente Verbindungen eingehen können, gilt für Keramiken bei Mundtemperatur, dass einmal getrennte kovalente oder ionische Bindungen sich nicht erneut verbinden [14]. Folglich breiten sich bei Zugspannung Mikrorisse im Keramikgefüge langsam weiter aus, bis die Keramik zerbricht [64, 78]. Aufgrund dieser spröden Eigenschaften verformen sich Keramiken dabei nur minimal bevor sie zerbrechen [3]. Im Vergleich zu Metallen besitzen Keramiken so eine deutlich geringere Widerstandskraft gegen ein Zerreißen ihrer Gefüge. Es gilt, je größer die Bruchzähigkeit einer Keramik, desto größer ist die Widerstandskraft an den im Gefüge befindlichen Rissspitzen gegen eine Rissausbreitung. Eine hohe Bruchzähigkeit steigert somit die Überlebenswahrscheinlichkeit einer Zahnrestauration unter Kaubelastung. Zusätzlich gibt die Bruchzähigkeit Auskunft über innere natürliche Eigenschaften [77, 79]. Aus der Bruchzähigkeit lässt sich unter anderem die Festigkeit ableiten [60, 80]. Die Bruchzähigkeit gilt als Auswahlkriterium eines geeigneten Gerüstwerkstoffes beispielsweise bei Brückenversorgungen [60].

Im Patientenmund muss jedoch beachtet werden, dass sich Risse bei wiederholender Kaubelastung sowie unter chemischen oder physikalischen Einflussfaktoren langsam ausbreiten können. Folglich sinkt die Bruchzähigkeit mit der Zeit. Diese Eigenschaft

#### Literaturübersicht

definiert die Literatur als unterkritisches Risswachstum [24, 81, 82]. Bei der Auswahl einer Keramik sollte auf ausreichend Puffer der Bruchzähigkeit geachtet werden.

Als Maß der Bruchzähigkeit dient der Spannungsintensitätsfaktor K<sub>Ic</sub> [76]. Er wird mit der Einheit MPa√m angegeben und beschreibt die kritische maximale Belastung nach deren überschreiten sich ein Riss unaufhaltbar ausdehnt [83]. Zur Ermittlung der Bruchzähigkeit von Keramiken gibt es zahlreiche Versuchsmethoden [79, 83-85]. Jede Methode bedarf einer individuellen Prüfkörperpräparation sowie einer dazugehörige Formel zur Berechnung des K<sub>Ic</sub> [60]. Wie bereits für die Biegefestigkeit erläutert, ist auch der Wert der Bruchzähigkeit einer Dentalkeramik abhängig von der verwendeten Versuchsmethode [86-88]. Bei Vergleichen von Restaurationsmaterialien sollte daher ebenfalls auf die von Herstellern verwendeten Prüfverfahren geachtet werden [79, 88].

Grundlegend gilt für jede Methode, dass zu Beginn ein künstlicher Riss oder eine geometrische Form, die zu einem Riss führt, in einen stäbchenförmigen Prüfkörper präpariert wird. Dabei ist zwischen Makroriss-Techniken (SEPB, CNB, SEVNB) und Mikroriss-Techniken ("Intendertechniken" SCF, IF, IS) zu unterschieden [76, 79]. Der Riss simuliert den "größten Gefügefehler" und dient folglich als Ursprung des zum Bruch führenden Risses [89]. Anschließend wird mit einem uniaxialen Biegeversuch die zum Bruch führende Kraft gemessen und der K<sub>Ic</sub> berechnet.

Aufgrund mikrostruktureller Voraussetzungen eignet sich nicht jedes Verfahren für den zu prüfenden Werkstoff [60, 89]. Beispielsweise wurde durch eine Studie bei einem Ringversuch festgestellt, dass es aufgrund technischer Schwierigkeiten bei der Risspräparation feinkörniger Keramiken zu einer Überbewertung der Bruchzähigkeit kommen kann [89-92].

#### Literaturübersicht

Es zeigt sich also, dass die Bruchzähigkeitswerte von Dentalkeramiken unter Einfluss vieler Faktoren stehen. Daher ist es vor jeder wissenschaftlichen Prüfung empfehlenswert, sich detailliert mit den Vor- und Nachteilen verschiedener Prüfmethoden vertraut zu machen, um das materialspezifisch am besten geeignete Verfahren auszuwählen [79, 86, 93, 94].

#### 2.2.3.1 Single edge precracked beam (SEPB)

Für die Bruchzähigkeitsmessung mit der SEPB Methode dienen die ASTMC1421 oder die DIN EN ISO 15732 als Standards [95, 96]. Aus der SEPB wurde die spätere Single Edge V-Notch Beam (SEVNB) Methode entwickelt. SEVNB erweist sich gegenüber des SEPB zwar als reproduzierbarer, bei Keramiken mit Korngrößen < 1 μm führt es jedoch aufgrund des unzureichend zu präparierenden Kerbgrundradius oft zur Überbewertung des K<sub>Ic</sub> [97]. Das SEPB-Verfahren ist daher ein geeignetes Verfahren zur Bestimmung des K<sub>Ic</sub> von polykristallinem Zirkonoxid [93].

Durch mehrere Vickers- oder Knoop-Eindrücke auf einer Linie oder optional durch eine Sägekerbe werden stäbchenförmige Prüfkörper der Maße 3 mm x 4 mm mit einem Anriss präpariert [98, 99]. Der Anriss wird zwischen einer Brücken-Amboss-Apparatur mit ausgesparter Nut und einer druckausübenden, ebenen Fläche platziert [98, 99]. Der Anriss wird bis zu einem akustisch hörbaren Riss erweitert und vermessen. Abbildung 21 zeigt die schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die SEPB Methode. Anschließend wird der Prüfkörper mit dem Drei-Punkt- oder dem Vier-Punkt-Biegeversuch bis zu seinem Bruch belastet [99]. Zur Berechnung der Bruchzähigkeit eignet sich die gleiche Formel wie in Kapitel 2.2.3.3 SEVNB beschrieben.

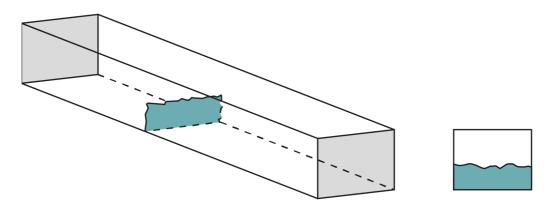


Abbildung 21: Schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die SEPB Methode

## 2.2.3.2 Chevron notched beam (CNB)

Derzeit gängige Normen für die CNB Methode sind die DIN EN ISO 24370:2005 [100], die DIN EN 14425-3 [101] und die ASTM C1421 [95]. Die Verwendung der Normen ist dabei abhängig von den Materialeigenschaften der zu testenden Dentalkeramik. Bei der CNB Methode wird mit einer Diamant-Säge eine Dreieckige "Chevron Kerbe" in einen stäbchenförmigen Prüfkörper präpariert. Hier wird kein künstlicher An- oder Ursprungsriss benötigt [86, 93, 97]. Abbildung 22 zeigt die schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die CNB Methode. Der Prüfkörper wird im Vier-Punkt-Biegeversuch mit konstanter Vorschubgeschwindigkeit belastet. Aus der Spitze der Chevron Kerbe entsteht ein natürlicher Riss, der zum Bruch des Prüfkörpers führt [86, 97]. Die Spitze zeigt dabei in Richtung der Zugspannungsseite. Anschließend wird der K<sub>IC</sub> berechnet.

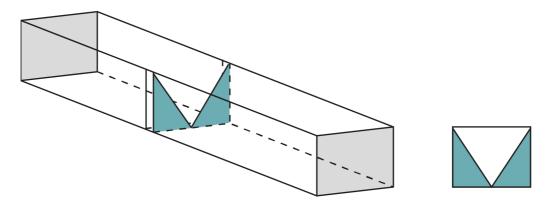


Abbildung 22: Schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die CNB Methode

#### Literaturübersicht

Wie in der Literatur beschrieben, stellt sich die Präparation der Chevron Kerbe als schwer dar. Bei Vorhandensein einer geeigneten Apparatur ist das CNB Verfahren allerdings eine schnelle und kostengünstige Methode [86, 97]. Es bietet reproduzierbare Ergebnisse mit geringer Streuung und ist daher auch für Keramiken kleiner Korngrößen < 1 μm geeignet [88, 97, 102]. Im Vergleich zur im Folgenden dargestellten SEVNB Methode benötigt das CNB Verfahren keinen polierten Kerbgrundradius, der bei der SEVNB Methode bzw. bei Korngrößen < 1 μm zur Überbewertung des K<sub>IC</sub> führen kann. Die Präparation der "Chevron Kerbe" hat daher nur einen geringen Einfluss auf den K<sub>IC</sub> [24, 86, 88, 97]. Die Vorschubgeschwindigkeit beeinflusst den K<sub>IC</sub>, wobei höhere Vorschubgeschwindigkeiten zu einem gesteigerten K<sub>IC</sub> führen [97].

# 2.2.3.3 Single edge V-notch beam (SEVNB)

Für die Bruchzähigkeitsprüfung mit der SEVNB Methode werden die ISO 23146 oder die DIN EN ISO 6872:2019 angewendet [60, 103]. In der vorliegenden Studie wird eine vereinfachte Methode nach DIN EN ISO 6872:2019 eingesetzt.

Für die SEVNB Methode nach ISO 6872:2019 werden stäbchenförmige Keramikprüfkörper der Maße  $4,0\pm0,2$  mm x  $3,0\pm0,2$  mm benötigt. An ihrer Zugspannungsseite wird eine 0,8-1,2 mm tiefe Kerbe mit einem V-förmigem Kerbgrund präpariert. Die Kerbe verläuft über die  $3,0\pm0,2$  mm dicke Seite des Prüfkörpers [60]. Abbildung 23 zeigt die schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die SEVNB Methode.

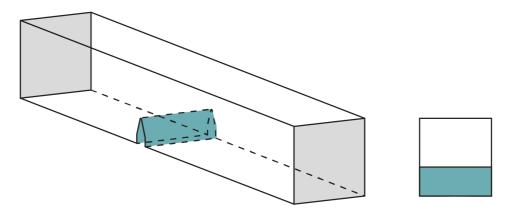


Abbildung 23: Schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die SEVNB Methode

Um den Kerbprozess zu beschleunigen kann eine Vorpräparation mit einer Diamantsäge vorgenommen werden [60]. Die V-förmige Kerbe wird mit einer Rasierklinge unter zusätzlicher Verwendung von diamantierter Poliersuspension poliert und anschließend vermessen [97]. Da ein vergrößerter Kerbgrundradius zu einer Überbewertung des K<sub>IC</sub> führen kann, soll der Kerbgrundradius möglichst der mittleren Korngröße der Keramikkristalle entsprechen, siehe Abbildung 24 [89-92, 94, 104, 105]. In der vorliegenden Studie betragen die Kristallgrößen der Lithiumdisilikatkeramiken beispielsweise ca. 3 μm bis 6 μm [24].

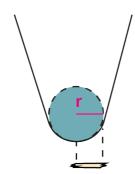


Abbildung 24: Schematische Darstellung des Kerbgrundradius im Verhältnis zu einem Lithiumdisilikatkristall

Nach der Prüfkörperpräparation wird mit Drei-Punkt- oder Vier-Punkt-Biegeversuch getestet. Die gekerbte unter Zugspannung gesetzte Seite soll dabei der belastenden Kraft abgewandt mittig auf die Auflagerollen positioniert werden. Mit einer

#### Literaturübersicht

Transversalgeschwindigkeit von 0,5 mm/min wird bis zum Bruch belastet [106]. Die Bruchflächen werden mit einem Mikroskop begutachtet, die mittlere Kerbtiefe vermessen und daraus die relative Kerbtiefe berechnet, siehe Abbildung 25. Die Prüfkörper, bei denen der Riss nicht vom Kerbgrund ausgeht bzw. sich nicht über die ganze Bruchfläche ausdehnt, werden ausgeschlossen. In der Regel wird der Prüfkörper bei Luft und Raumtemperatur getestet [60].

Die Bruchzähigkeit K<sub>Ic</sub> wird in MPa√m für jeden Prüfkörper mit folgender Formel berechnet:

Formel 4: Berechnung der Bruchzähigkeit K<sub>Ic</sub> mit dem SEVNB Verfahren

$$K_{Ic} = \frac{F}{h\sqrt{w}} * \frac{S_1 - S_2}{w} * \frac{3\sqrt{\alpha}}{2(1-\alpha)^{1.5}} * Y$$

Anmerkung:  $S_2 = 0$  bei der Drei-Punkt-Biegeprüfung

K<sub>lc</sub> = Bruchzähigkeit (MPa√m)

F = Bruchkraft (MN)

h = Dicke des Prüfkörpers (m)

w = Breite des Prüfkörpers (m)

 $S_1$  = Aufleger Spannweite (m)

 $S_2$  = innere Spannweite (m):  $S_2$  = 0 bei der Drei-Punkt-Biegeprüfung

 $\alpha$  = relative Tiefe der V-Kerbe

Y = Formfaktor der Beanspruchungsintensität

Der Formfaktor der Beanspruchungsintensität (Y) wird durch das Verhältnis der Spannweite  $S_1$  zur Probendicke bestimmt.

Für S<sub>1</sub>/w = 5: Y=1,9109 - 5,1552 $\alpha$  + 12,6880 $\alpha$ <sup>2</sup> - 19,5736 $\alpha$ <sup>3</sup> + 15,9377 $\alpha$ <sup>4</sup> - 5,1454 $\alpha$ <sup>5</sup>

Mit den Messungen der V-Kerbtiefen wird die mittlere Tiefe "a"

$$a = \frac{(a1 + a2 + a3)}{3}$$

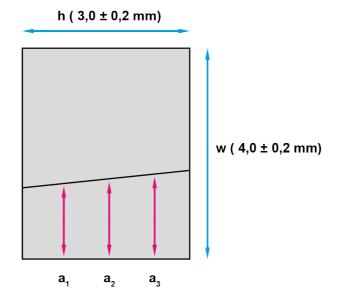


Abbildung 25: Schematische Darstellung des Querschnitts eines Prüfkörpers, Messung der V-Kerbtiefen a<sub>1</sub>, a<sub>2</sub>, a<sub>3</sub>

sowie deren relative Kerbtiefe "a" berechnet.

$$\alpha = \frac{a}{w}$$

Dabei muss die relative Kerbtiefe zwischen 0,2 und 0,3 liegen und die folgende Gleichung erfüllen.

$$\frac{(a_{max} - a_{\min})}{a} \le 0.1$$

a = die mittlere Kerbtiefe (m)

 $a_{max}$  = der Maximalwert unter  $a_1$ ,  $a_2$  und  $a_3$  (m)

 $a_{min}$  = der Minimalwert unter  $a_1$ ,  $a_2$  und  $a_3$  (m)

 $\alpha$  = die relative V-Kerb-Tiefe

w = die Breite des Prüfkörpers (4,0 mm ± 0,2 mm)

Das SEVNB-Verfahren wird zur Bestimmung der Bruchfestigkeit von Dentalkeramiken als Standardverfahren empfohlen. Bedingt durch seine praktikable, zuverlässige und akkurate Durchführung ist es besonders benutzerfreundlich und sorgt für reproduzierbare Ergebnisse [90, 97, 107].

## 2.2.3.4 Surface crack in flexure (SCF)

Die Bruchzähigkeit der SCF Methode wird gemäß DIN EN ISO 18756 [108] oder der ASTM C1421 [95] durchgeführt. Mittels Knoop-Härteeindruck wird in einen stäbchenförmigen Prüfkörper ein semielliptischer Oberflächenriss präpariert und vermessen. Die Kraft und Dauer des Eindrucks ist abhängig von der Materialklasse. Anschließend wird der plastische Anteil des Knoop-Eindrucks durch Politur entfernt. Ein Ursprungsriss muss dabei im Prüfkörper bestehen bleiben. Eine zu geringe Krafteinwirkung bzw. Einwirkdauer oder eine zu starke Politur des Ursprungsrisses können das Messergebnis verfälschen [79]. Abbildung 26 zeigt die schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die SCF Methode. Mit dem Vier-Punkt-Biegeversuch wird der Prüfkörper bis zu seinem Bruch belastet. Dabei befindet sich der Knoop-Eindruck auf der Zugspannungsseite.

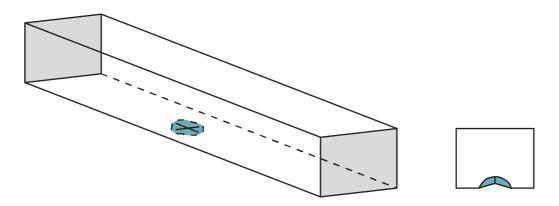


Abbildung 26: Schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die SCF Methode

Die Bruchflächen werden fraktographisch vermessen und die Bruchzähigkeit mit folgender Formel berechnet:

Formel 5: Berechnung der Bruchzähigkeit K<sub>IC</sub> mit dem SCF Verfahren

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

 $\sigma$  = Bruchkraft

A = Risstiefe

Q = Faktor zur Beschreibung der Rissgeometrie

F = Korrelationsfaktor

T = Dicke des Prüfkörpers

c = halbe Breite des Eindrucks

b = halbe Breite des Prüfkörpers

∅ = Winkel zwischen Riss und Oberfläche es Prüfkörpers

Beim Knoop Eindruck handelt es sich um einen natürlichen Riss, der das SCF Verfahren als geeignet für Keramiken mit Korngrößen < 1  $\mu$ m ermöglicht [82]. Die aufwendige Versuchsdurchführung führt häufig zu Messfehlern. Eine zu geringe Krafteinwirkung bzw. Einwirkdauer oder eine zu starke Politur des Ursprungsrisses wirkt sich negativ auf das Messergebnis aus.

## 2.2.3.5 Indentation fracture (IF)

Die IF Methode ist ein nichtstandardisiertes Prüfverfahren. Es dient zur Qualitätskontrolle oder einer schnellen, kostengünstigen und groben Vorausbestimmung eines neuen Werkstoffs [79, 94]. Gegenüber den genormten Prüfverfahren kann es auch bei kleinen Prüfkörpern deren Geometrien nicht denen der genormten Methoden entsprechen angewandt werden [109]. Voraussetzung ist eine auf Hochglanz polierte ebene Fläche ohne Riss in einem Werkstoff. Ein pyramidenförmiger Vickers-Härte Eindruckstempel wird in die Keramik gedrückt. An den Ecken des Eindruckstempels

#### Literaturübersicht

entstehen Risse, die fraktographisch untersucht und deren Länge gemessen werden. Abbildung 27 zeigt die schematische Darstellung des Pyramidenförmigen Vickers-Härte-Eindrucks. Es gibt zahlreiche Gleichungen zur Berechnung des K<sub>Ic</sub>, die abhängig von der Risslänge, des Elastizitätsmoduls und der Eindruckskraft des Vickers-Härtestempel sind. [94, 98] Hierbei stellt die Risslänge eine nicht reproduzierbare Größe dar, deren Interpretation Anwender abhängig ist [79, 93, 98]. Die IF Methode eignet sich nicht für Keramiken mit poröser Gefügestruktur oder Kristallen > 30 μm [94]. In der Regel führt die IF Methode zu einer Überbewertung des K<sub>Ic</sub> und eignet sich somit nicht zur zuverlässigen Bestimmung der Bruchzähigkeit [79, 93, 94, 98].



Abbildung 27: Schematische Darstellung eines Pyramidenförmigen Vickers-Härte-Eindruck mit entstandenen Rissen

# 2.2.3.6 Indentation strength (IS)

Die IS Methode ist ein nichtstandardisiertes Prüfverfahren [98]. Anfänglich wird die Vickers-Härte der Prüfkörper mit einem Vickers-Eindruck bestimmt und mit folgender Formel berechnet:

Formel 6: Berechnung der Vickershärte

$$HV = 0.189 * \frac{F}{d^2}$$

HV = Vickers-Härte (MPa)

F = Eindruckskraft (N)

d = Eindrucksdiagonalen (mm)

Durch den Vickers-Eindruck entsteht ein Ursprungsriss. Abbildung 28 zeigt die schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die IS Methode.

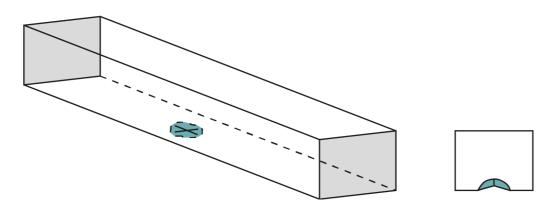


Abbildung 28: Schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die IS Methode

Anschließend wird die Bruchzähigkeit mit einem uniaxialen Biegeversuch ermittelt und mit folgender Formel berechnet [77, 83, 98, 106]:

Formel 7: Berechnung der Bruchzähigkeit mit dem IF Verfahren

$$K_{Ic,IS} = 0.59 \left(\frac{E}{HV}\right)^{\frac{1}{8}} \left(\sigma_f P^{\frac{1}{3}}\right)^{\frac{3}{4}}$$

 $K_{lc, IS}$  = Bruchzähigkeit mittels IS-Verfahren (MPa\*m<sup>1/2</sup>)

E = Elastizitätsmodul (MPa)

HV = Vickers-Härte (MPa)

P = Prüfkraft (N)

σ<sub>f</sub> = Biegefestigkeit nach 3-Punkt-Biegeprüfung oder 4-Punkt-Biegeprüfung

Die Vorschubgeschwindigkeit hat einen großen Einfluss auf den  $K_{lc}$  [79, 106]. Ebenso wie die IF Methode, eignet sich die IS Methode nicht für Keramiken mit poröser Gefügestruktur oder Kristallen > 30  $\mu$ m [94]. Die IS Methode ist ein

anwenderfreundliches und schnell durchzuführendes Verfahren [84, 94, 98]. Da die Bestimmung der Bruchzähigkeit zu ungenau ist, dient das Verfahren ebenso wie die IF Methode lediglich zur groben Orientierung oder Qualitätskontrolle [79].

## 2.3 Oberflächenbeschaffenheiten

Die Oberflächenbeschaffenheit beschreibt die Art, Form, Zustand bzw. Güte der Oberfläche eines Werkstoffs. Man unterscheidet zwischen qualitativen und quantitativen Untersuchungsmethoden. Zur qualitativen Untersuchung dentaler Werkstoffe, dient in der Regel das Licht- oder das Rasterelektronenmikroskop (REM). Während die qualitative Untersuchung abhängig vom subjektiven optischen Empfinden eines Betrachters ist, wird bei der quantitativen Untersuchung die Oberfläche objektiv durch mechanische Geräte beurteilt. Zusammen ergeben beide Methoden eine umfangreiche Aussage über die Oberflächenbeschaffenheit eines Werkstoffs.

Die mechanischen Eigenschaften von Lithiumdisilikatkeramiken sind abgängig von ihrer Mikrostruktur [26]. So wurde durch Studien belegt, dass Lithiumdisilikatkristalle bei einer erneuten Temperaturbehandlung durch das Pressverfahren geringfügig wachsen, sich in Pressrichtung parallel zur Stäbchenwand orientieren, verdichten und mehr ineinander greifen [38, 41-43]. Dies führt zu einer Steigerung der Biegefestigkeit und der Bruchzähigkeit, wohingegen es beispielsweise bei leuzitverstärkten Silikatkeramiken zu keiner Steigerung kommt [38, 41, 43]. Der Einfluss des Pressverfahrens auf die Mikrostruktur und der mechanischen Eigenschaften ist folglich abhängig von der Materialklasse.

Im Rahmen dieser Studie erfolgten mikrostrukturelle Untersuchungen der keramischen Oberflächen nach qualitativer Methode. Dabei wurden Merkmale und Unterschiede der

#### Literaturübersicht

Kristallstruktur, -dichte, und -orientierung subjektiv ermittelt, miteinander und in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften verglichen und bewertet.

# REM-Mikroskopie mittels Sekundärelektronenemission:

Bei der Sekundärelektronenemission (SE) werden in einer Vakuumkammer Elektronen beschleunigt und auf die Oberfläche einer Probe geschossen. Es entsteht eine Wechselwirkung der auf die Probe geschossenen Elektronen mit den Probenelektronen der oberflächlichen Atomschichten. Die Stoßenergie führt oft zur Entfernung eines sich um das Atom befindenden Elektrons. Dieses frei gewordene Sekundärelektron wird durch einen SE-Detektor mit positiver Spannung detektiert. Durch schrittweises Abtasten des Elektronenstrahls auf der Probe wird ein Bild aufgenommen. Dabei zeigt ein hohes SE-Signal Erhebungen und stellt sie hell dar wohingegen ein niedrigeres SE-Signal Vertiefungen zeigt und sie als dunkel darstellt [110, 111].

#### Ziel der Arbeit

# 3 Ziel der Arbeit

Das Ziel dieser Studie ist es, den Einfluss der verschiedenen Pressöfen auf die mechanischen Eigenschaften der Biegefestigkeit, Bruchzähigkeit und Oberflächenbeschaffenheit von zwei mittels Pressverfahren hergestellten Lithiumdisilikatkeramiken zu analysieren und zu vergleichen.

Die zu prüfenden Nullhypothesen lauten:

- 1. Der Pressofen zeigt keinen Einfluss auf die Biegefestigkeit von den Lithiumdisilikatkeramiken.
- 2. Der Pressofen zeigt keinen Einfluss auf die Bruchzähigkeit von den Lithiumdisilikatkeramiken.
- 3. Der Pressofen zeigt keinen Einfluss auf die Oberflächenbeschaffenheit von den Lithiumdisilikatkeramiken.
- 4. Es gibt keine Unterschiede zwischen den beiden Keramiken in Bezug auf die Biegefestigkeit, Bruchzähigkeit und Oberflächenbeschaffenheit.

Dieses Kapitel dient zur Beschreibung und Veranschaulichung des Experimentellen Forschungsabschnitts dieser Studie. Es beinhaltet die Herstellung der Prüfkörper, die verwendeten Materialien, Versuchsdurchführung, Messung, Berechnung und statistische Auswertung der Biegefestigkeit, Bruchzähigkeit und Oberflächenbeschaffenheit.

## 4.1 Verwendete Lithiumdisilikatkeramiken

Die Dissertation beinhaltet die Lithiumdisilikatkeramiken HS10PC und IPS e.max Press.

Diese wurden mit dem Pressverfahren hergestellt. Die chemischen Zusammensetzungen sind der Tabelle 1 zu entnehmen.

Tabelle 1: Übersicht und Bestandteile verwendeter Lithiumdisilikatkeramiken [28]

| Keramik         | Bestandteile  | Hersteller                                  | Lot-Nr.       |
|-----------------|---|---|---------------|
| HS10PC          | SiO <sub>2</sub> 65-80%<br>Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 0-11%<br>Li <sub>2</sub> O 11-19%<br>K <sub>2</sub> O 0-7%<br>Na <sub>2</sub> O 0-5%<br>CaO 0-10%<br>P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 1,5-7%<br>ZnO 0-7%<br>others 0-15% | estetic ceram AG,<br>Triesen, Liechtenstein | LOT-NR.820615 |
| IPS e.max Press | $SiO_2$ 57-80%<br>$Li_2O$ 11-19%<br>$K_2O$ 0-13%<br>$P_2O_5$ 0-11%<br>$ZrO_2$ 0-8%<br>ZnO 0-8%<br>andere Oxide<br>und keramische<br>Pigmente 0-10%  | Ivoclar Vivadent,<br>Schaan, Liechtenstein  | LOT-NR T38832 |

## 4.2 Verwendete Pressöfen

Zur Herstellung der Keramikprüfkörper wurden die Pressöfen Austromat 654 press-ident (AUS), Programat EP 5000 (PRO) und Vario Press 300.e (VAR) verwendet.

Pressofen 1: Austromat 654 press-i-dent

(DEKEMA Dental-Keramiköfen GmbH, Freilassing, Deutschland)

Verwendete Abkürzung: AUS

Pressofen 2: Programat EP 5000

(Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein)

Verwendete Abkürzung: PRO

Pressofen 3: Vario Press 300.e

(Zubler Gerätebau GmbH, Ulm, Deutschland)

Verwendete Abkürzung: VAR



Abbildung 29: Austromat 654 press-i-dent (links), Vario Press 300.e (mitte),

Programat EP 5000 (rechts)

# 4.3 Übersicht der Versuchsgruppen

Von den Keramiken *HS10PC* und *IPS e.max Press* wurden jeweils 189 Prüfkörper hergestellt. Es wurden jeweils 63 im AUS, 63 im PRO und 63 im VAR gepresst. Davon entfielen jeweils 30 Prüfkörper für die Biegefestigkeit, 30 Prüfkörper für die Bruchzähigkeit und 3 Prüfkörper für die Oberflächenbeschaffenheit.

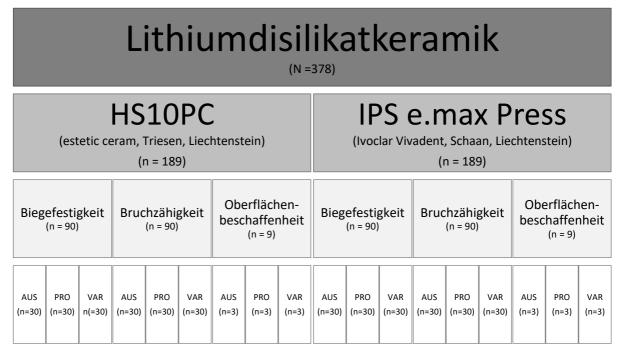


Abbildung 30: Übersicht der Versuchsgruppen

### 4.4 Prüfkörperherstellung

Aus den in Tabelle 1 genannten Keramiken, wurden stäbchenförmige Prüfkörper für die Versuche der Biegefestigkeit und Bruchzähigkeit sowie zur Beurteilung ihrer Oberflächeneigenschaften in similärem Verfahren hergestellt. Tabelle 2 und Abbildung 31 zeigen die geforderten Maße der Prüfkörper.

Tabelle 2: Maße der Prüfkörper

| Länge (I)  | ca. 30 mm       |  |  |
|------------|-----------------|--|--|
| Breite (w) | 4,0 mm ± 0,2 mm |  |  |
| Dicke (h)  | 3,0 mm ± 0,2 mm |  |  |

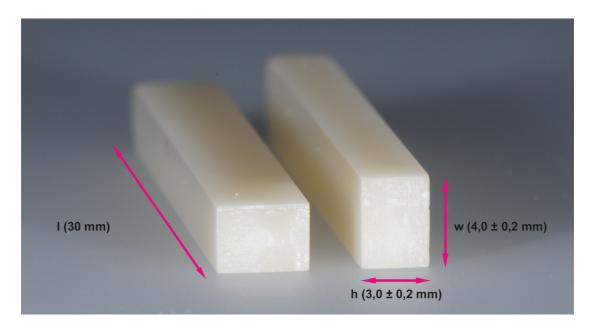


Abbildung 31: Maße der Prüfkörper

Im Anschluss erfolgte die randomisierte Aufteilung auf die in Abbildung 30 dargestellten Versuchsgruppen.

#### 4.4.1 Pressverfahren

Aus Wachsblanks (Dental Concept Systems, DC Milling Wax Press+Cast grey, Ulm-Jungingen, Deutschland) wurden mittels CAD/CAM Technologie Rohlinge der Dimension 3 x 4 x 30 mm gefräst. Je Muffel wurden drei Rohlinge angestiftet. Die 4 mm breiten Seiten zeigten nach außen. Der Mindestabstand vom Wachsobjekt zum Muffelrand betrug 10 mm. Den Herstellerangaben entsprechend erfolgte die Einbettung. Für HS10PC diente die "Verarbeitungsanleitung HS10PC Einbettmasse & Liquid, Ausgabe 2015" (estetic ceram ag, Triesen, Liechtenstein), für IPS e.max Press die "Verarbeitungsanleitung IPS PressVest Speed, Ausgabe 2013" (Ivoclar Vivadent). Es wurden die empfohlenen Muffelsysteme und Einbettmassen verwendet, sowie die Herstellerparameter eingehalten, siehe Tabelle 3. Die Keramik HS10PC wurde mit der Einbettmasse Zubler HS-PC (Zubler Gerätebau GmbH, Ulm, Deutschland), IPS e.max Press mit der Einbettmasse IPS PressVest Speed (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) eingebettet. Nach Ablauf der Abbindezeit wurde die Muffel im

Vorwärmofen (KaVo EWL, Type 5636, Bieberach, Deutschland) auf 850°C für mindestens 60 min vorgewärmt. Erfolgten mehrere Speed Einbettungen hintereinander, wurde zeitversetzt mit einem Intervall von mindestens 20 min eingebettet. Je vier Prüfkörper, wurden die Muffeln mit zwei Keramikingots sowie einem nicht vorgewärmten Pressstempel bestückt. Für HS10PC, Zubler-Einwegpressstempel (Zubler Gerätebau GmbH), für IPS e.max Press, IPS Alox-Kolben (Ivoclar Vivadent). Der Pressvorgang erfolgte in den zu testenden Pressöfen (siehe 4.2) unter Verwendung der in Tabelle 3 aufgelisteten Pressparameter.

Tabelle 3: Verwendete Pressparameter der Lithiumdisilikatkeramiken mit entsprechenden Pressöfen

| riessolen       |     |      |          |      |           |               |
|-----------------|-----|------|----------|------|-----------|---------------|
| HS10PC          |     | В    | t        | T    | Н         | Р             |
| 200g Muffel     |     | (°C) | (°C/min) | (°C) | (min)     |               |
|                 | AUS | 700  | 60       | 938  | 15        | Presslevel= 7 |
|                 | PRO | 700  | 60       | 910  | 20        | Keine         |
|                 |     |      |          |      |           | Angabe        |
|                 | VAR | 700  | 60       | 880  | Adv.press | nieder        |
|                 |     |      |          |      | 200/6*    | (3 bar)       |
| IPS e.max Press |     |      |          |      |           |               |
| 200g Muffel     |     |      |          |      |           |               |
|                 | AUS | 700  | 60       | 930  | 25        | Presslevel=6  |
|                 | PRO | 700  | 60       | 917  | 25        | Keine         |
|                 |     |      |          |      |           | Angabe        |
|                 | VAR | 700  | 60       | 920  | 25        | nieder        |
|                 |     |      |          |      |           | (3 bar)       |

B=Bereitschaftstemperatur t=Aufheizrate T=Endtemperatur H=Haltezeit P=Druck

Nach Abschluss des Pressprogramms wurde die heiße Muffel bis zur vollständigen Abkühlung auf ein Metallgitter gestellt. Den Herstellerangaben entsprechend erfolgte die Ausbettung mit dem Feinstrahlgerät (Sandmaster FG 3-92, Zofingen, Schweiz). Bei *HS10PC*, wurde mit Aluminiumoxid 125 µm bei 4 bar vorgestrahlt. Die Feinausarbeitung und Entfernung der Reaktionsschicht erfolgte mit Aluminiumoxid 50 µm bei 2 bar, siehe Abbildung 32. Bei IPS e.max Press wurde Glanzstrahlmittel 125 µm bei 4 bar zur Grobausbettung, sowie Glanzstrahlmittel 50 µm bei 2 bar zur Feinausarbeitung

verwendet. Die Entfernung der übrigen Reaktionsschicht von *IPS e.max Press* erfolgte mit IPS e.max Press Invex Liquid (Ivoclar Vivadent) im Ultraschallbad für ca. 10 - 30 min und nachfolgend erneutem Abstrahlen mit Glanzstrahlmittel 50 µm bei 2 bar, siehe Abbildung 33. Für HS10PC wurde neben dem feinen Glanzstrahlmittel keine zusätzliche Säurebehandlung zur Entfernung der Reaktionsschicht benötigt.



Abbildung 32: HS10PC nach Sandstrahlen mit 50 µm



Abbildung 33: IPS e.max Press, nach Säurebehandlung mit Invex-Liquid (links), nach grobem Sandstrahlen mit 125 µm (mitte), nach feinem Sandstrahlen mit 50 µm (rechts)

Mit einer diamantierten Trennscheibe wurden die Prüfkörper vom Presskanal abgetrennt und scharfe Kanten mit einem Diamantbohrer geglättet (Komet Dental, Gebr. Brasseler GmbH & Co. KG, Lemgo, Deutschland). Um Hitze zu vermeiden, wurde das Pressobjekt durchgehend mit Wasser befeuchtet.

Tabelle 4: Ablaufplan der Prüfkörperherstellung

| Tabelle 4: Ablautplan d | er Prüfkörperherstellung  |   |  |  |  |  |  |
|-------------------------|---|---|--|--|--|--|--|
|                         | HS10PC  | IPS e.max Press   |  |  |  |  |  |
| Wachsrohling            | DC Milling Wax Press+Cast (grey) Wachsblank 98,5 x 20 mm  |   |  |  |  |  |  |
|                         | DENTAL Concept System   |   |  |  |  |  |  |
| Muffelsystem            | Authentic Flex Ring System  | Authentic Flex Ring System  |  |  |  |  |  |
|                         | Zubler Gerätebau GmbH, Ulm, DE  | Zubler Gerätebau GmbH, Ulm,<br>DE   |  |  |  |  |  |
| Einbettmasse            | Zubler- HS-PC   | IPS PressVEST Speed Powder  |  |  |  |  |  |
|                         | Zubler Gerätebau GmbH, Ulm, DE  | Ivoclar Vivadent, Schaan, LIE   |  |  |  |  |  |
|                         | Bestandteile: SiO <sub>2</sub> , MgO,<br>NH <sub>4</sub> H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub>   | Bestandteile: SiO <sub>2</sub> , MgO,<br>NH <sub>4</sub> H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> |  |  |  |  |  |
|                         | Lot-nr: 4-46956-59  | Lot-nr: TL3092  |  |  |  |  |  |
| Liquid                  | Zubler-Liquid   | IPS PressVest Speed Liquid  |  |  |  |  |  |
|                         | Zubler Gerätebau GmbH, Ulm, DE  | Ivoclar Vivadent, Schaan, LIE   |  |  |  |  |  |
|                         | Bestandteile: Wasser, kolloidale<br>Kieselsäure   | Bestandteile: Wasser 70%, kolloidale Kieselsäure 30%                                    |  |  |  |  |  |
| Abbindezeit             | 21 min  | mind. 30 min – max. 45 min  |  |  |  |  |  |
| Vorwärmofen             | KaVo EWL,   | Type 5636   |  |  |  |  |  |
|                         | KaVo, Bibe  |   |  |  |  |  |  |
| Endtemperatur /         | 850°C für 60 min  |   |  |  |  |  |  |
| Haltezeit               | (200g N   | Auffel)   |  |  |  |  |  |
| Pressstempel            | Zubler-Einwegpressstempel   | IPS Alox-Kolben   |  |  |  |  |  |
|                         | Zubler Gerätebau GmbH, Ulm, DE  | Ivoclar Vivadent, Schaan, LIE   |  |  |  |  |  |
|                         | Bestandteile: Quarz- und<br>Cristobalitmehl,<br>Ammoniumphosphat und<br>Magnesiumoxid   | Mit Alox Kolben Seperator<br>vorbehandeln   |  |  |  |  |  |
| Pressöfen               | AUS, PRO, VAR   |   |  |  |  |  |  |
| Ausbetten               | Sandmaster FG 3-9   | 92, Zofingen, CHE   |  |  |  |  |  |
| grob<br>fein            | Aluminiumoxid 125 µm / 4 bar<br>Aluminiumoxid 50 µm / 2 bar   | Aluminiumoxid 125 µm / 4 bar<br>Aluminiumoxid 50 µm / 2 bar                             |  |  |  |  |  |
| Reaktionsschicht        | <u>-</u>  | IPS e.max Press Invex Liquid<br>(mind. 10 min – max. 30 min in<br>Ultraschall)          |  |  |  |  |  |
|                         |   | Ivoclar Vivadent, Schaan, LIE   |  |  |  |  |  |
| Aldress                 | ماند مسالم  | Bestandteile: Schwefelsäure 1- < 2,5 %, Fluorwasserstoffsäure 0,3-<1%                   |  |  |  |  |  |
| Abtrennen               | diamantierte Trennscheibe  Größe= 220 1/10 mm, L= 0,30 mm  Komet Dental, Gebr. Brasseler GmbH & Co. KG, Lemgo, DE  Lot-nr: 641864 |   |  |  |  |  |  |
|                         |   |   |  |  |  |  |  |
|                         |   |   |  |  |  |  |  |
|                         |   |   |  |  |  |  |  |

#### 4.4.2 Politur

Die Prüfkörper wurden auf allen Seiten manuell mit einer Poliermaschine (Abramin, Sturers GmbH, Willich, Deutschland) mit 150 rpm auf SIC PAPIER poliert (Struers GmbH, Ballerup, Dänemark). Das Schleifpapier wurde durchgehend mit Wasser gekühlt. Die Politur erfolgte in folgender Reihenfolge bis auf Hochglanz: SIC PAPIER P500 (ca. 15 s pro Seite), SIC PAPIER P2000 (ca. 15 s pro Seite), SIC PAPIER P4000 (ca. 30 s pro Seite). Um eine Parallelitätstoleranz von 0,05 mm nicht zu unterschreiten, wurden die Dimensionen fortlaufend mit einer digitalen Bügelmessschraube IP65 (Mitutoyo Deutschland GmbH, Neuss, Deutschland) überprüft, siehe Abbildung 34.



Abbildung 34: Bügelmessschraube Mitutoyo

#### 4.4.3 Spezielle Weiterverarbeitung für Bruchzähigkeit

Zur Bestimmung der Bruchzähigkeit mit der SEVNB Methode wurden die Prüfkörper in Anlehnung an die DIN EN ISO 6872 gekerbt [60]. Jeweils drei Prüfkörper wurden in einer Prüfkörperhalterung fixiert. Mit einer Schneidemaschine (Secotom-50, Struers GmbH) und einer diamantierten Trennscheibe (Diamond Cut-off Wheel M1D10, 102 mm dia. x 0,3 mm x 12,7 mm dia) wurde eine ca. 0,5 mm tiefe und ca. 0,4 mm breite Anfangskerbe senkrecht zur Längsachse angefertigt. Der Schnitt erfolgte unter ständiger Wasserkühlung und verlief über eine 3 mm Seite (Dicke (h)) der Prüfkörper. Dabei wurden folgende Parameter an der Schneidemaschine eingestellt:

Scheibengeschwindigkeit: 4400 U / min; Vorschubgeschwindigkeit: 0,060 mm / s; Trennlänge 29,0 mm: Trennmodus: direkter Schnitt.

In den Grund der Anfangskerbe wurde eine V-Kerbe poliert. Dabei wurde eine speziell für den Versuch hergestellte Maschine (SD Mechatronik, Feldkirchen-Westerham, Deutschland), eine Rasierklinge (0,3 mm blades, David combi & finisher, Niederlande) und die Diamantpolierpasten DP-Suspension M (Struers GmbH) der Körnung 6 µm verwendet, siehe Abbildung 35. Nach grober Vorpolitur erfolgte eine Feinpolitur mit der Diamantpolierpaste DiaPro Nap R1 (Struers GmbH) der Körnung 1 µm.



Abbildung 35: V-Kerbe Poliermaschine, SD Mechatronik (links), Poliersuspension 6 μm und 1 μm (rechts)

Der geforderte Kerbgrundradius von < 12 μm (siehe Abbildung 36) und die Tiefe der V-Kerbe von 0,8 – 1,2 mm (siehe Abbildung 37) wurden beidseitig mit einem Lichtmikroskop (Zwick/Roell Z 2,5, Ulm, Deutschland) kontrolliert. Waren diese Kriterien nicht erfüllt, wurden die Poliervorgänge wiederholt, oder der jeweilige Prüfkörper aussortiert.

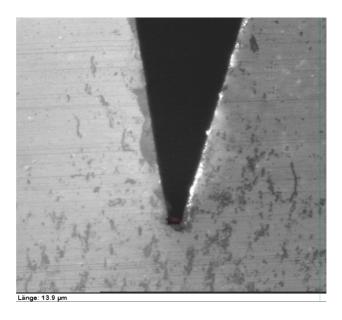


Abbildung 36: Messung des Kerbgrundradius (1/2 Durchmesser)

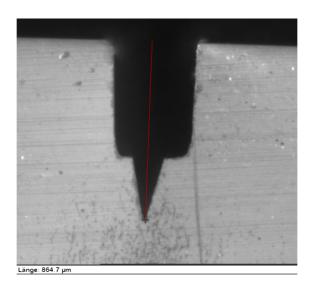


Abbildung 37: Messung der mittleren Kerbtiefe (a)

Anschließend erfolgte eine Reinigung der Prüfkörper in einem Ultraschallbad mit 80 % Ethanol (Brüggemann Alkohol, Heilbronn GmbH, Heilbronn, Deutschland) für 10 min, sowie eine Trocknung über 24 Stunden bei Raumtemperatur.

## 4.5 Prüfverfahren

## 4.5.1 Biegefestigkeit

Die Biegefestigkeit wurde mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch nach DIN EN ISO 6872:2019 ermittelt [60].

## 4.5.1.1 Maße der Prüfkörper für die Biegefestigkeit

Die Prüfkörper verfügten über einen rechteckigen Querschnitt der mittels einer digitalen Bügelmessschraube IP 65 (Mitutoyo Deutschland GmbH) mit einer Genauigkeit von ± 0,01 mm vermessen wurde, siehe Abbildung 34.

Die Breite (w) (4,0 mm ± 0,2 mm), das Seitenmaß, welches im rechten Winkel zur belastenden Kraft und die Dicke (h) (3,0 mm ± 0,2 mm), das Seitenmaß, welches parallel zur belastenden Kraft stand, wurden notiert, siehe Abbildung 31. Die Länge von ca. 30 mm wurde gewählt, weil der Prüfkörper mindestens 2 mm länger als die Prüfstützweite (l) sein sollte. Der übrige Puffer diente dazu den Prüfkörper zu verschieben. Dadurch konnten Unebenheiten der Keramikoberfläche aus der Prüfstützweite heraus bewegt werden.

### 4.5.1.2 Versuchsaufbau Biegefestigkeit mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch

Der Biegeversuch erfolgte mittels einer Universalprüfmaschine Zwick Roell 1445 (Zwick, Ulm, Deutschland) in Luft bei Raumtemperatur. Die Auflagerollen hatten einen Durchmesser von 2 mm. Die Prüfstützweite (I) betrug 14 mm. Der zu brechende Prüfkörper wurde mit seiner breiten Seite Breite (w), rechtwinklig zur belastenden Kraft), auf den Auflagerollen positioniert, siehe Abbildung 38.

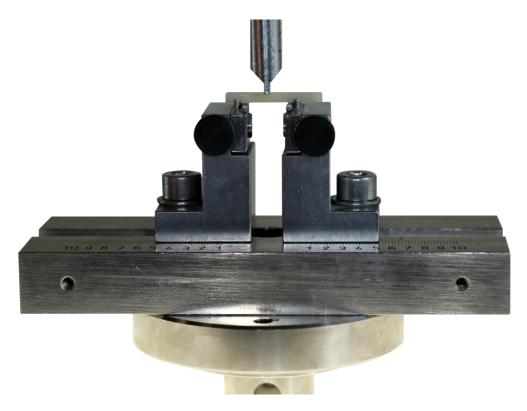


Abbildung 38: Versuchsaufbau Biegefestigkeit mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch

Nach Starten der Prüfmaschine, wirkte eine aufgebrachte Kraft zentral zwischen den beiden Wiederlagern über eine dritte Rolle mit Durchmesser von 2 mm ein. Mit einer Traversengeschwindigkeit von 1 mm pro Minute stieg die Belastung stetig an bis der Prüfkörper zerbrach.

## 4.5.1.3 Berechnung der Biegefestigkeit mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch

Die zum Bruch führende Kraft wurde gemessen und die Biegefestigkeit "σ" in Megapascal für jeden Prüfkörper mit der Formel 1 berechnet (siehe Kapitel 2.2.1.1).

## 4.5.2 Bruchzähigkeit

Die Bruchzähigkeit wurde mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch nach DIN EN ISO 6872:2019 ermittelt [60].

## 4.5.2.1 Maße der Prüfkörper für die Bruchzähigkeit

Die Breite (w) (4,0 mm ± 0,2 mm), das Seitenmaß, welches parallel zur belastenden Kraft und die Dicke (h) (3,0 mm ± 0,2 mm), das Seitenmaß, welches im rechten Winkel zur belastenden Kraft stand, wurden vermessen und notiert, siehe Abbildung 31. Die Messung erfolgte im Bereich der Kerbe mit einer Bügelmessschraube IP 65 (Mitutoyo Deutschland GmbH), siehe Abbildung 34. Die Werte wurden in Millimeter auf zwei Dezimalstellen notiert.

Unter 20-facher Vergrößerung wurde beidseitig der Kerbgrundradius (S) und die mittlere Kerbtiefe (a) eines jeden Prüfkörpers vermessen, fotografiert und notiert, siehe Abbildung 36 und Abbildung 37.

### 4.5.2.2 Versuchsaufbau Bruchzähigkeit mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch

Der Biegeversuch erfolgte mit der Universalprüfmaschine Zwick Roell 1445 in Luft bei Raumtemperatur. Die Auflagerollen des Probenträgers hatten einen Durchmesser von 2 mm. Die Prüfstützweite (I) betrug 20 mm. Der zu brechende Prüfkörper wurde mit seiner dicken Seite (h), welche im rechten Winkel zu der im Test belastenden Kraft stand, auf den Träger positioniert, siehe Abbildung 39. Dabei zeigte die den V-Kerb enthaltene Seite nach unten. Die V-Kerbe wurde mit einer Abweichung von maximal ± 0,1 mm unmittelbar unter der Belastungsrolle ausgerichtet. Nach Starten des Versuchs, wirkte die aufgebrachte Kraft zentral zwischen den beiden Wiederlagern über die Belastungsrolle mit Durchmesser von 2 mm ein. Mit einer Traversengeschwindigkeit von 0,5 mm pro Minute stieg die Belastung bis zum Bruch des Prüfkörpers an. Abbildung 40 (unten) zeigt die Bruchfragmente einer Lithiumdisilikatkeramik nach SEVNB mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch.

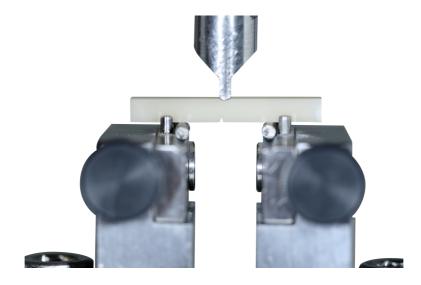


Abbildung 39: Versuchsaufbau Bruchzähigkeit mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch



Abbildung 40: Von oben nach unten, Polierter Prüfkörper, Vorkerbung, Politur der V-Kerbe und Bruchfragmente einer Lithiumdisilikatkeramik mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch nach SEVNB

# 4.5.2.3 Messung der Kerbtiefe

Bei Betrachtung der Bruchflächen mit einem Lichtmikroskop unter 20-facher Vergrößerung, wurden beidseitig die Tiefen der V-Kerben gemessen. Dabei wurden die Tiefenwerte a<sub>1</sub>, a<sub>2</sub> und a<sub>3</sub> auf drei signifikante Stellen abgelesen, siehe Abbildung 37. Zusätzlich wurde überprüft, ob der Bruch über die gesamte Länge vom Grund des V-

Kerbs ausging. War dieses Kriterium nicht erfüllt, wurde die Probe als ungültig befunden. Abbildung 41 zeigt den Querschnitt eines Prüfkörpers mit einem vom Kerbgrund ausgehenden Riss.

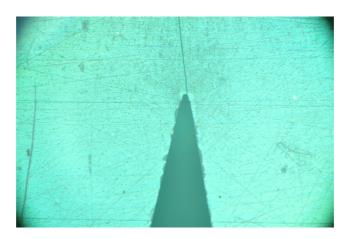


Abbildung 41: Bruchfläche V-Kerbe

## 4.5.2.4 Berechnung der Bruchzähigkeit mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch

Die zum Bruch führende Kraft wurde gemessen und die Bruchzähigkeit "K<sub>Ic</sub>" in MPa√m für jeden Prüfkörper mit der Formel 4 berechnet (siehe Kapitel 2.2.3.3).

## 4.5.3 Oberflächenbeschaffenheit

Zur Untersuchung der Lithiumdisilikatkeramiken, wurden Aufnahmen der polierten Oberflächen von jeweils drei Prüfstäbchen aller Versuchsgruppen mit einem Tischelektronenmikroskop (Phenom, FEI Company, Hillsboro, OR, USA) an der Poliklinik für Prothetik der Universität Regensburg angefertigt. Die Aufnahmen erfolgten durch Sekundärelektronenemission (siehe Kapitel 2.3) mit x 10.000 Vergrößerung in einem Arbeitsabstand 11.1 in Vakuum 10.0 kV von mm und Beschleunigungsenergiespannung. Es wurden Merkmale und Unterschiede der Kristall -struktur, -dichte, und -orientierung subjektiv ermittelt, verglichen und bewertet.

# 4.6 Statistische Methoden

Die Werte der Biegefestigkeit und Bruchzähigkeit wurden in Excel (Microsoft Corp., Redmond, WA, USA) kodiert und mit SPSS-Statistics Version 23 (IBM SPSS Statistics, IBM Corp., NY, USA) ausgewertet. Die deskriptive Statistik wurde mit Mittelwert (MW), Standardabweichungen (SD), 95 % Konfidenzintervall (95 % KI), Medianwert (Median) und Interquartilbereich (IQA) bestimmt. Die Normalverteilung wurde mit dem Kolmogorov-Smirnov- und dem Shapiro-Wilk-Test überprüft. Das Effektstärkenmaß wurde mit dem partiellem Eta-Quadrat  $\eta_p^2$  berechnet. Die Auswertung erfolgte mittels nichtparametrischer Tests. Dabei wurden mit dem Kruskal-Wallis-Test alle Gruppen, sowie mit einem Bonferroni korrigierten post-hoc-Mann-Whitney-U Test jeweils zwei Gruppen miteinander verglichen. Innerhalb der Öfen wurden die Werkstoffe mittels Mann-Whitney-U Test verglichen. Zur Überprüfung des Zusammenhangs zwischen Biegefestigkeit und Bruchzähigkeit wurde die Spearman-Rho Korrelation angewendet. Dabei wurde das Signifikanzniveau auf 5 % (p=0,05) festgelegt. Statistische Ergebnisse von p < 0,05 wurden als statistisch signifikant gewertet. Die Weibullanalyse mit den Werten der Biegefestigkeit wurde mit Minitab14 (Minitab Ltd., Großbritannien) durchgeführt. Das Weibullmodul (m) und die charakteristische Festigkeit (s) wurden mit der Maximum Likelihood-Methode und einem Konfidenzintervall von 95 % (95% KI) bestimmt [75].

# 5 Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Biegefestigkeit, Bruchzähigkeit und Oberflächenbeschaffenheit von insgesamt N = 378 Prüfkörpern gegenübergestellt und verglichen. Die Verteilung auf die Versuchsgruppen ist in Kapitel 4.3 veranschaulicht.

# 5.1 Biegefestigkeit mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch

Der Kolmogorov-Smirnov- sowie Shapiro-Wilk-Test ergab übereinstimmend, dass 33 % der geprüften Gruppen (IPS e.max Press gepresst im PIA und VP3), von der Normalverteilung abweichen (p < 0,014). Daher wurden die Daten nichtparametrisch ausgewertet. Die in den Öfen Austromat 654 press i-dent (AUS), Programat EP 5000 (PRO) und Vario Press 300.e (VAR) ermittelten Biegefestigkeiten der Keramiken HS10PC und IPS e.max Press sind in der Abbildung 42 graphisch dargestellt. Die Tabelle 5 zeigt die nichtparametrische deskriptive Statistik mit Mittelwert (MW), Standardabweichungen (SD), 95 % Konfidenzintervall (95 % KI), Minimumwert (Min), Medianwert (Med), Maximumwert (Max) und Interguartilbereich (IQA).

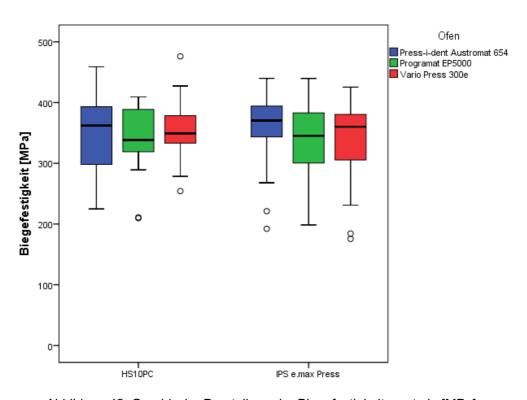


Abbildung 42: Graphische Darstellung der Biegefestigkeitswerte in [MPa]

Tabelle 5: Biegefestigkeit der nichtparametrischen deskriptiven Statistik

| Keramik   | Pressofen | Parametrisc             | Nichtparametrische Analyse |     |     |     |     |
|-----------|-----------|-------------------------|----------------------------|-----|-----|-----|-----|
|           |           | MW ± SD                 | 95 % KI                    | Min | Med | Max | IQA |
|           |           | Biege                   | festigkeit [MP             | a]  |     |     |     |
| HS10PC    | AUS       | 350 ± 61 <sup>a,A</sup> | 325 ; 373                  | 225 | 362 | 459 | 97  |
|           | PRO       | 340 ± 50 a,A            | 320 ; 359                  | 210 | 338 | 409 | 71  |
|           | VAR       | 354 ± 45 <sup>a,A</sup> | 336 ; 371                  | 254 | 349 | 476 | 48  |
| IPS e.max | AUS       | 360 ± 54*               | 338 ; 380                  | 192 | 370 | 440 | 52  |
| Press     |           | a,A                     |                            |     |     |     |     |
|           | PRO       | 344 ± 56 <sup>a,A</sup> | 321 ; 365                  | 198 | 345 | 440 | 84  |
|           | VAR       | 336 ± 64*               | 310 ; 360                  | 176 | 360 | 426 | 78  |
|           |           | a,A                     |                            |     |     |     |     |

<sup>\*</sup> nicht normalverteilt

## Einfluss des Pressofens auf die Biegefestigkeit

Die Lithiumdisilikatkeramik HS10PC erreichte Biegefestigkeiten von  $340 \pm 49,7$  MPa bis  $354 \pm 44,9$  MPa. Die Lithiumdisilikatkeramik IPS e.max Press erreichte Biegefestigkeiten von  $336 \pm 64,2$  MPa bis  $360 \pm 54,5$  MPa. Die Werte der Biegefestigkeiten lagen in einem Wertebereich. Es zeigt sich kein signifikanter Einfluss der Pressöfen auf die Biegefestigkeit der Lithiumdisilikatkeramiken (p = 0,428).

# Vergleich der Lithiumdisilikatkeramiken innerhalb eines Pressofens

Innerhalb der Pressöfen lagen die Biegefestigkeiten beider Lithiumdisilikatkeramiken in einem Wertebereich. Es zeigt sich kein signifikanter Unterschied zwischen den Biegefestigkeiten der Lithiumdisilikatkeramiken (p = 0,844).

<sup>&</sup>lt;sup>ab</sup> Unterschiedliche Buchstaben zeigen signifikante Unterschiede zwischen den Pressöfen innerhalb einer Lithiumdisilikatkeramik.

<sup>&</sup>lt;sup>AB</sup> Unterschiedliche Buchstaben zeigen signifikante Unterschiede zwischen den Lithiumdisilikatkeramiken innerhalb des gleichen Pressofens.

# 5.2 Weibullverteilung der Biegefestigkeit

In der Tabelle 6 ist die Weibullverteilung der Biegefestigkeit aufgeführt. Diese beinhaltet das Weibullmodul (m), die charakteristische Festigkeit (s) und das 95% Konfidenzintervall (95% KI). Sie wurde mittels Maximum-Likelihood-Methode ermittelt.

Tabelle 6: Weibullverteilung der Biegefestigkeitswerte

| Tabelle 6. Welbullvertellung der biegerestigkeitswerte |      |       |           |                     |            |  |  |  |
|--|------|-------|-----------|---------------------|------------|--|--|--|
| Keramik  | Ofen | S     | 95 % KI   | m                   | 95 % KI    |  |  |  |
| Biegefestigkeit [MPa]                                  |      |       |           |                     |            |  |  |  |
| HS10PC   | AUS  | 375 ª | 353 ; 397 | 6,6 <sup>a,AB</sup> | 4,4 ; 9,7  |  |  |  |
| SL A3  | PRO  | 360 ª | 344 ; 376 | 7,7 <sup>a,AB</sup> | 5,1 ; 11,2 |  |  |  |
|  | VAR  | 374 ª | 355 ; 392 | 9,7 <sup>a,A</sup>  | 6,5 ; 14,1 |  |  |  |
| IPS e.max  | AUS  | 380 ª | 364 ; 396 | 7,1 <sup>a,AB</sup> | 4,7 ; 10,4 |  |  |  |
| Press LT A2  | PRO  | 366 ª | 347 ; 386 | 6,9 <sup>a,AB</sup> | 4,6 ; 10,1 |  |  |  |
|  | VAR  | 360 ª | 340 ; 380 | 5,5 <sup>a,B</sup>  | 3,7 ; 8,1  |  |  |  |

<sup>&</sup>lt;sup>ab</sup> verschiedene Buchstaben zeigen signifikante Unterschiede zwischen den Pressöfen innerhalb einer Lithiumdisilikatkeramik.

## Einfluss des Pressofens auf den Weibullmodul der Biegefestigkeit

Bei der charakteristischen Festigkeit sowie beim Weibullmodul wurden mittels Maximum-Likelihood-Methode keine Unterschiede festgestellt.

# Vergleich der Weibullmodule beider Lithiumdisilikatkeramiken

Im Vergleich beider Keramiken innerhalb des Pressofens VAR, zeigt HS10PC (m = 9,7; 95 % KI = 6,5;14,1) ein höheres Weibullmodul der Biegefestigkeit als IPS e.max Press (m = 5,5; 95 % KI = 3,7;8,1).

<sup>&</sup>lt;sup>AB</sup> verschiedene Buchstaben zeigen signifikante Unterschiede zwischen den Lithiumdisilikatkeramiken innerhalb des gleichen Pressofens.

# 5.3 Bruchzähigkeit (SEVNB) mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch

Der Kolmogorov-Smirnov- sowie Shapiro-Wilk-Test ergab übereinstimmend, dass 17 % der geprüften Gruppen (HS10PC gepresst im VAR) von der Normalverteilung abweichen (p < 0,001). Die globale univariate Varianzanalyse zeigt einen signifikanten Einfluss der Keramik auf die Bruchzähigkeit (p = 0,047) sowie eine starke Interaktion zwischen der Keramik und dem Pressofen (p = 0,015). Da der Effekt der Interaktion zwischen der Keramik und dem Pressofen (partielles Eta-Quadrat  $\eta_p^2$  = 0,047) höher ist als der Effekt der Keramik ( $\eta_p^2$  = 0,022) müssen die Werte nach den Arbeitshypothesen aufgeteilt und ausgewertet werden.

Die in den Pressöfen AUS, PRO und VAR ermittelten Bruchzähigkeiten der Keramiken HS10PC und IPS e.max Press sind in der Abbildung 43 graphisch dargestellt. Die Tabelle 7 zeigt die nichtparametrische deskriptive Statistik mit Mittelwert (MW), Standardabweichungen (SD), 95 % Konfidenzintervall (95 % KI), Minimumwert (Min), Medianwert (Med), Maximumwert (Max) und Interquartilbereich (IQA).

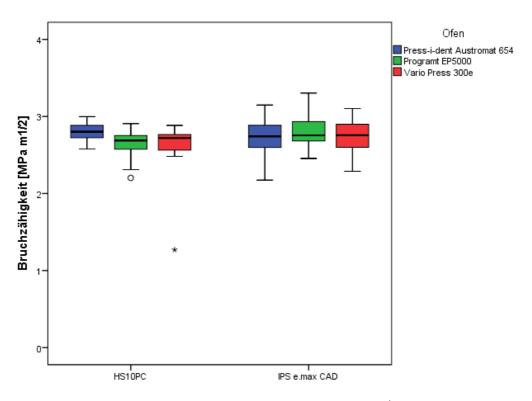


Abbildung 43: Bruchzähigkeitswerte in [MPa√m]

Tabelle 7: Bruchzähigkeit der nichtparametrischen deskriptiven Statistik

| Keramik              | Pressofen              | Parametrisc        | Nichtparametrische Analyse |      |       |      |      |  |
|----------------------|------------------------|--------------------|----------------------------|------|-------|------|------|--|
|                      |                        | MW ± SD            | 95 % KI                    | Min  | Med   | Max  | IQA  |  |
|                      | Bruchzähigkeit [MPa√m] |                    |                            |      |       |      |      |  |
| HS10PC               | AUS                    | 2,79 ± 0,12        | 2,74 ; 2,84                | 2,58 | 2,80  | 3,00 | 0,16 |  |
|                      | PRO                    | 2,65 ± 0,16        | 2,58 ; 2,72                | 2,20 | 2,69  | 2,91 | 0,18 |  |
|                      | VAR                    | 2,65 ± 0,28        | 2,52 ; 2,76                | 1,27 | 2,72* | 2,89 | 0,21 |  |
| IPS e.max<br>Press2, | AUS                    | 2,73 ± 0,26        | 2,62 ; 2,83                | 2,17 | 2,74  | 3,15 | 0,31 |  |
|                      | PRO                    | 2,81 ± 0,22<br>a,B | 2,71 ; 2,90                | 2,45 | 2,75  | 3,30 | 0,26 |  |
|                      | VAR                    | 2,75 ± 0,21        | 2,65 ; 2,83                | 2,29 | 2,76  | 3,10 | 0,31 |  |

<sup>\*</sup> nicht normalverteilt

#### Einfluss des Pressofens auf die Bruchzähigkeit

Der Pressofen AUS (MW = 2,79  $\pm$  0,12 MPa $\sqrt{m}$ ) zeigt bei HS10PC signifikant höhere Bruchzähigkeit im Vergleich zu den beiden anderen Öfen PRO (MW = 2,65  $\pm$  0,16 MPa $\sqrt{m}$ ) und VAR (MW = 2,65  $\pm$  0,28 MPa $\sqrt{m}$ ) (p = 0,001). Die Pressöfen PRO (MW = 2,65  $\pm$  0,16 MPa $\sqrt{m}$ ) und VAR (MW = 2,65  $\pm$  0,28 MPa $\sqrt{m}$ ) liegen im gleichen Wertebereich und unterscheiden sich in Bezug auf die Bruchzähigkeit von HS10PC nicht signifikant voneinander (p = 0,595).

Für IPS e.max Press lagen die Bruchzähigkeitswerte in allen Pressöfen in einem Wertebereich. Es konnte kein signifikanter Einfluss des Pressofens in Bezug auf die Bruchzähigkeit von IPS e.max Press festgestellt werden (p = 0,595).

<sup>&</sup>lt;sup>ab</sup> verschiedene Buchstaben zeigen signifikante Unterschiede zwischen den Pressöfen innerhalb einer Lithiumdisilikatkeramik.

<sup>&</sup>lt;sup>AB</sup> verschiedene Buchstaben zeigen signifikante Unterschiede zwischen den Lithiumdisilikatkeramiken innerhalb des gleichen Pressofens.

#### Ergebnisse

## Vergleich der Lithiumdisilikatkeramiken innerhalb eines Pressofens

Im Pressofen AUS lagen die Bruchzähigkeitswerte von HS10PC (MW = 2,79  $\pm$  0,12 MPa $\sqrt{m}$ ) und IPS e.max Press (MW = 2,73  $\pm$  0,26 MPa $\sqrt{m}$ ) in einem Wertebereich und unterschieden sich nicht signifikant voneinander (p = 0,294).

Innerhalb des Pressofens PRO, zeigt die Keramik IPS e.max Press mit MW = 2,81  $\pm$  0,22 MPa $\sqrt{m}$  eine signifikant höhere Bruchzähigkeit als HS10PC (MW = 2,65  $\pm$  0,16 MPa $\sqrt{m}$ ) (p = 0,009).

Im Pressofen VAR lagen die Bruchzähigkeitswerte von IPS e.max Press (MW = 2,75  $\pm$  0,21 MPa $\sqrt{m}$ ) und HS10PC (MW = 2,65  $\pm$  0,28 MPa $\sqrt{m}$ ) in einem Wertebereich und unterschieden sich nicht signifikant voneinander (p = 0,114).

#### 5.4 Oberflächenbeschaffenheit

Die Bilder des Rasterelektronenmikroskops (REM) der in den Pressöfen AUS, PRO und VAR hergestellten Keramiken HS10PC und IPS e.max Press, befinden sich in Abbildung 44.

# Einfluss des Pressofens auf die Oberflächenbeschaffenheit:

Im AUS sind die Kristalle der Keramik HS10PC regelmäßiger, dichter und paralleler ausgerichtet im Vergleich zu den Pressöfen PRO und VAR.

Die Kristalle der Keramik IPS e.max Press ordnen sich unregelmäßiger an und erscheinen größer, wenn im VAR gepresst wird.

### Vergleich der Keramiken innerhalb eines Pressofens:

Im Vergleich der Keramiken innerhalb des Pressofens PRO, sind die Kristalle der Keramik IPS e.max Press regelmäßiger, klarer und dichter angeordnet als die der Keramik HS10PC.

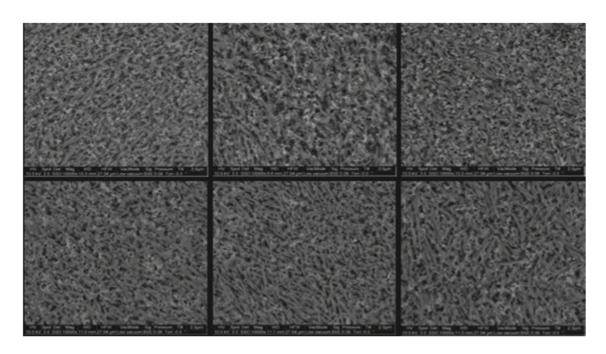


Abbildung 44: REM Aufnahme von HS10PC (oben) und IPS e.max Press (unten) in den Pressöfen AUS (links), PRO (mitte) und VAR (rechts)

## Bruchfragmente der Lithiumdisilikatkeramiken

Sämtliche Prüfkörper der Keramiken HS10PC und IPS e.max Press zerbrachen im Drei-Punkt-Biegeversuch in zwei Bruchfragmente, siehe Abbildung 40 (unten). Dies galt sowohl für die Prüfkörper der Biegefestigkeit als auch für die Prüfkörper der Bruchzähigkeit. Verschiedene Bruchtypen konnten nicht festgestellt werden.

## 6 Diskussion

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse aus der Literatur mit denen der vorliegenden experimentellen in vitro Untersuchung verglichen, analysiert und bewertet. Dabei wird der Frage nachgegangen, ob die Auswahl des Pressofens Einfluss auf die Biegefestigkeit, Bruchzähigkeit und Oberflächenbeschaffenheit hat. Außerdem werden die beiden Keramiken HS10PC und IPS e.max Press in Bezug auf die Biegefestigkeit, die Bruchzähigkeit und die Oberflächenbeschaffenheit miteinander verglichen und unterschiede herausgearbeitet.

Es muss darauf hingewiesen werden, dass in der derzeitigen Literatur keine dem Autor bekannten vergleichbaren Untersuchungen vorliegen, in denen Pressöfen miteinander verglichen werden. Folglich können nur die Ergebnisse der Biegefestigkeit und der Bruchzähigkeit einzelner Lithiumdisilikatkeramiken bzw. einzelne Pressöfen mit anderen Untersuchungen verglichen werden. Während die Keramik IPS e.max Press bereits Teil zahlreicher Untersuchungen war, können in Bezug auf die Keramik HS10PC nur wenige Untersuchungen zum Vergleich herangezogen werden. Die Diskussion erfolgt in Reihenfolge der verwendeten Versuche.

## 6.1 Biegefestigkeit

Im Vergleich der Pressöfen liegen die Biegefestigkeiten von HS10PC zwischen 340 MPa im PRO und 354 MPa im VAR. Für IPS e.max Press liegen sie zwischen 336 MPa im VAR und 360 MPa im AUS. Diese Werte befinden sich in einem Wertebereich und unterscheiden sich nicht signifikant voneinander. Auch in der Literatur wurden für Lithiumdisilikatkeramiken ähnliche Biegefestigkeiten beschrieben [15, 16, 50, 112, 113]. In einer Untersuchung wurde eine Korrelation zwischen der Anzahl der Bruchfragmente und der Höhe der Biegefestigkeit beschrieben [64]. So steigt beispielsweise die Biegefestigkeit bei Zirkonoxidkeramiken mit der Anzahl der Bruchfragmente. In der vorliegenden Dissertation wurde beobachtet, dass sämtliche Prüfstäbchen in zwei

Bruchfragmente zerbrachen, siehe Abbildung 40. Insofern die Beobachtungen von Zirkonoxidkeramiken auf Lithiumdisilikatkeramiken übertragbar sind, kann dies als ein Indikator für eine homogene Biegefestigkeit der verschiedenen Prüfgruppen erachtet werden.

Wie bereits in Kapitel 2.2.1 ausführlich beschrieben, führen Unterschiede der Prüfkörpergeometrie, der Versuchsaufbau und die Versuchsdurchführung zu zahlreichen Einflussfaktoren auf die Biegefestigkeit [63, 64, 67]. Daher fallen die Messwerte je nach Versuchsmethode unterschiedlich aus [61-64]. So zeigte eine Forschungsarbeit mit IPS e.max Press gepresst im AUS im Vier-Punkt-Biegeversuch eine niedrigere Biegefestigkeit von 296 ± 39 MPa im Vergleich zur gegenwärtigen Forschung [13]. Eine weitere Untersuchung testete IPS e.max Press im biaxialen Biegeversuch und zeigte eine höhere Biegefestigkeit von 446 MPa [10]. In einer dritten Untersuchung wurde eine vergleichbare Biegefestigkeit von 384 ± 33 MPa für IPS e.max Press mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch erforscht [16]. Dieser Vergleich zeigt, dass die Biegefestigkeit stark von der verwendeten Versuchsmethode abhängt [61-64]. Wie bereits beschrieben, können hier aufgrund von fehlenden Vergleichsstudien zum Einfluss des Pressofens lediglich die Ergebnisse der vorliegenden Studie interpretiert werden. So konnte kein Einfluss der Pressöfen auf die Biegefestigkeit von HS10PC und IPS e.max Press festgestellt werden. Die Nullhypothese, dass der Pressofen keinen Einfluss auf die Biegefestigkeit der Lithiumdisilikatkeramiken zeigt, wird daher bestätigt.

Im Vergleich der Keramiken innerhalb eines Pressofens lagen die Biegefestigkeiten im AUS zwischen 350 MPa für HS10PC und 360 MPa für IPS e.max Press, im PRO zwischen 340 MPa für HS10PC und 344 MPa für IPS e.max Press und im VAR zwischen 336 MPa für IPS e.max Press und 354 MPa für HS10PC. Die Biegefestigkeiten beider Lithiumdisilikatkeramiken innerhalb eines Pressofens unterschieden sich nicht signifikant voneinander. Daher kann auch die Nullhypothese bestätigt werden, dass die

Lithiumdisilikatkeramiken sich in Bezug auf ihre Biegefestigkeit nicht unterscheiden. Dies wird durch eine weitere Untersuchung bestärkt, die eine ähnliche Biegefestigkeit für IPS e.max Press mit 362 MPa und für HS10PC mit 411 MPa aufweist [12]. In besagter Untersuchung wurden ebenfalls verschiedene Pressöfen zur Herstellung der Lithiumdisilikatkeramiken verwendet. Jedoch unterscheidet sich zur vorliegenden Studie, dass IPS e.max Press ausschließlich im PRO und HS10PC ausschließlich im VAR gepresst wurden. Dabei wählte man für IPS e.max Press eine minimal höhere Presstemperatur von 920°C statt 917°C und eine kürzere Haltezeit von 10 min statt 25 min. Trotz dieser Abweichungen konnten ähnliche Biegefestigkeitswerte erreicht werden. Die Pressparameter von HS10PC mit einer nur 5°C höheren Presstemperatur zeigten eine geringfügig höhere Biegefestigkeit auf.

Wie bereits Kapitel 2.1.4 beschrieben, Pressresultat ist das Lithiumdisilikatkeramiken abhängig von der Presstemperatur und der Haltezeit [38, 44]. Daher geben viele Hersteller von Pressöfen für bereits gut etablierte Lithiumdisilikatkeramiken, wie beispielsweise für IPS e.max Press, Pressprogramme oder Pressparameter in ihren Gebrauchsanweisungen an [45-47]. Da sich die Parameter auf normale ein- bis dreigliedrige Restaurationen beziehen, die sich nach der Einbettung im Zentrum der Muffel befinden sollen, können für besonders große Pressobjekte oder Pressobjekte mit schwierigen Geometrien individuelle Anpassungen dieser Parameter erforderlich sein. So wird beispielsweise die Presstemperatur erhöht und die Haltezeit verlängert, um bei größeren Muffeln die geringere Wärmeweiterleitung der dickwandigen Einbettmasse auszugleichen [50, 57]. Zusätzlich kann eine Erhöhung des Pressdrucks auf die visköse Lithiumdisilikatkeramik für mehr Randgenauigkeit bei dünn auslaufenden Rändern oder bei den in dieser Studie verwendeten Keramikstäbchen sorgen. Um die Reaktionsschicht der Einbettmasse und der Lithiumdisilikatkeramik gering zu halten und zusätzlich die mechanischen Eigenschaften nicht zu schwächen, ist die Presstemperatur und Haltezeit möglichst gering zu halten (siehe Kapitel 2.1.4) [44, 56]. Daher wurden im Rahmen von Vorversuchen individuelle Pressparameter für alle Pressofen-Keramikkombinationen erforscht und für die gegenwärtige Studie herangezogen, siehe Anhang Tabelle 8. Die Vorversuche erfolgten in Anlehnung an eine Studie, in der der Effekt verschiedener Presstemperaturen und Haltezeiten auf die Drei-Punkt-Biegefestigkeit und Mikrostruktur einer Experimentellen Lithiumdisilikatkeramik erforscht wurde [38]. Es wurde festgestellt, dass die Prüfkörper, die mit der niedrigsten Temperatur noch vollständig ausgepresst wurden, die mit der höchsten Biegefestigkeit waren. Eine Verlängerung der Haltezeit führte im niedrigen Temperaturbereich zwar zu einer Steigerung der Biegefestigkeit, jedoch drehte sich dieser Effekt bei hohen Presstemperaturen wieder um. Daher ist anzunehmen, dass eine Korrelation zwischen der Presstemperatur und der Haltezeit besteht. Diese Abhängigkeit in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften von Lithiumdisilikatkeramiken sollte im Rahmen weiterer Studien erforscht werden. Da sich die Biegefestigkeit von HS10PC und IPS e.max Press sowohl im Vergleich der Pressöfen als auch im Vergleich der Lithiumdisilikatkeramiken nicht signifikant unterschied, kann angenommen werden, dass die Pressparameter optimal gewählt wurden.

Wie bereits in Kapitel 2.2.2 beschrieben, gibt das Weibullmodul m an, wie zuverlässig die Biegefestigkeit einer Keramik ist. Für Dentalkeramiken wird ein Weibullmodul zwischen 5 und 15 angestrebt [114]. Im Vergleich der Pressöfen untereinander lagen die Weibullmodule von HS10PC zwischen 6,6 im AUS und 9,7 im VAR und von IPS e.max Press zwischen 5,5 im VAR und 7,1 im AUS. Die Werte lagen in einem homogenen Wertebereich. Der Pressofen zeigte keinen signifikanten Einfluss auf das Weibullmodul der Biegefestigkeit. Im Vergleich der Keramiken innerhalb eines Pressofens wurden Weibullmodule im AUS von 6,6 für HS10PC bis 7,1 für IPS e.max Press, im PRO von 6,9 für IPS e.max Press bis 7,7 für HS10PC ermittelt. Im VAR zeigte HS10PC mit 9,7 ein höheres Weibullmodul als IPS e.max Press mit 5,5. Diesem Verhalten sollte in weiteren Untersuchungen nachgegangen werden. Die ermittelten Weibullmodule von

IPS e.max Press und von HS10PC sind vergleichbar mit den Werten aus der Literatur. So zeigte eine Untersuchung von IPS e.max Press ein Biegefestigkeit Weibullmodul von 6,8 [14]. In dieser Untersuchung wurde ebenfalls der Pressofen AUS verwendet. Jedoch wurde die Presstemperatur 5°C niedriger gewählt und mit dem Vier-Punkt-Biegeversuch getestet. Wie bereits in Kapitel 2.2.1.2 beschrieben, sorgt das größere unter Spannung gesetzte Volumen gegenüber dem Drei-Punkt-Biegeversuch zwar für eine geringere Biegefestigkeit [61, 64, 68], das Weibullmodul bleibt jedoch gleich [68].

Zusammenfassend kann die experimentelle Keramik HS10PC in Bezug auf die Biegefestigkeit und das Weibullmodul der Biegefestigkeit mit der Keramik IPS e.max Press als gleichwertig angesehen werden und dadurch als Alternative Anwendung finden. Zusätzlich scheint es für Zahntechniker in Bezug auf die Biegefestigkeit von Lithiumdisilikatkeramiken nicht entscheidend mit welchem Pressofen gepresst wird. Die Biegefestigkeitswerte der vorliegenden Studie schneiden teilweise die Grenze von 350 MPa. Der Grenzwert entscheidet, ob eine Keramik alternativ zur adhäsiven Befestigung auch zementiert werden darf [5, 7, 59]. Auf Basis der Ergebnisse der vorliegenden Studie sollten daher vollanatomische Kronen aus HS10PC und IPS e.max Press adhäsiv befestigt werden. Es sollte hierbei erwähnt werden, dass die Prüfkörperdimensionen, trotz Berücksichtigung in der Formel, Einfluss auf die Berechnung der Biegefestigkeit nehmen. So erreichen Prüfkörper mit kleinerem Volumen eine höhere Biegefestigkeit als Prüfkörper mit größerem Volumen [115]. Vollanatomisch zementierte IPS e.max Press Kronen mit Schichtstärken von 1,0 bis 1,5 mm haben sich bereits in klinischen Langzeitstudien bewährt [116-118]. So zeigte eine Langzeitstudie mit 104 IPS e.max Press Einzelzahnkronen im Front- und Seitenzahnbereich Überlebensraten von 97.4% nach fünf und 94.8% nach acht Jahren. Die oben genannten Schichtstärken wurden eingehalten und die Befestigungsweise adhäsiv oder zementiert nahm keinen statistisch signifikanten Einfluss auf die Überlebensdauer der Restauration [117]. Eine weitere Langzeitstudie über n=1410 adhäsiv befestigte monolithische IPS e.max Press Einzelzahnrestaurationen ergab ähnliche Langzeiterfolge. So überlebten 96.5% der

Restaurationen 10.4 Jahre [119]. Im Vergleich zu der oben genannten Untersuchung handelte es sich hier um 1410 Kronen eines einzelnen Behandlers.

## 6.2 Bruchzähigkeit und Oberflächenbeschaffenheit

Wie bereits in Kapitel 2.2.3 erläutert beschreibt die Bruchzähigkeit die intrinsische Materialeigenschaft einer Keramik, mit der sie sich gegen ein inneres Risswachstum widersetzt [24, 76, 77]. Sie dient als Kennwert, um die Überlebenswahrscheinlichkeit einer Restauration zu prognostizieren. In der vorliegenden Studie wurden Stäbchen aus Lithiumdisilikatkeramik der Maße 3 x 4 x 30 mm mit der dafür gängigen ISO genormten SEVNB Methode im Drei-Punkt-Biegeversuch geprüft. Die Kerbgrundradi der Prüfkörper lagen zwischen 3  $\mu$ m und 10  $\mu$ m mit einem Mittelwert von 8,5  $\mu$ m und entsprachen den Vorgaben der DIN EN ISO Norm 6872:2019 [60]. IPS e.max Press erreichte Bruchzähigkeitswerte zwischen 2.73 MPa√m im AUS und 2.81 MPa√m im PRO. Die Werte lagen in einem vergleichbaren Wertebereich und unterschieden sich nicht signifikant voneinander. Die Bruchzähigkeitswerte von IPS e.max Press stimmen mit den Angaben des Herstellers Ivoclar Vivadent (2,75 MPa√m) überein und liegen in einem vergleichbaren Wertebereich zu weiteren Studien [51]. So zeigten drei Untersuchungen von IPS e.max Press Bruchzähigkeiten von 2.10 MPa√m, 2.50 MPa√m und 2.76 MPa√m [13, 14, 24]. Zum Vergleich dieser Untersuchungen mit der Gegenwärtigen, muss wie bereits in Kapitel 2.2.1 und Kapitel 2.2.3 beschrieben, auf die unterschiedlich ausfallenden Messergebnisse in Abhängigkeit der gewählten Bruchzähigkeitsmethode, Biegeprüfverfahren, Prüfkörperdimension und Prüfkörperpräparation geachtet werden [28]. Für HS10PC lagen die Bruchzähigkeitswerte zwischen 2,65 MPa√m im PRO und VAR und 2,79 ± 0,12 MPa√m im AUS. Derzeit liegen keine Studien mit Vergleichswerten der Bruchzähigkeit von HS10PC vor. Nach DIN EN ISO Norm 6872:2019 lag die Bruchzähigkeit in der vorliegenden Arbeit von IPS e.max Press und HS10PC mit ca. 2,6 bis ca. 2,8 MPa√m in einem üblichen Wertebereich für Lithiumdisilikatkeramiken [60].

Sie gehören dadurch der Materialklasse drei an (Bruchzähigkeitswert ≥ 2 MPa√m und < 3,5 MPa√m) und sind zulässig für Einzelzahnkronen und bis zu dreigliedrigen Brücken mit Beteiligung des zweiten Prämolaren als Endständigem Pfeiler. Sie können sowohl adhäsiv als auch zementiert befestigt werden [51, 60].

Im Vergleich der Lithiumdisilikatkeramiken innerhalb eines Pressofens wurden sowohl im AUS als auch im VAR keine signifikanten Unterschiede in Bezug auf die Bruchzähigkeit von HS10PC und IPS e.max Press festgestellt. Im PRO hingegen bestand ein signifikanter Unterschied. Dort erreichte IPS e.max Press mit 2.81 MPa√m eine signifikant höhere Bruchzähigkeit als HS10PC mit 2,65 MPa√m. Folglich kann die Nullhypothese, dass es keine Unterschiede zwischen den Lithiumdisilikatkeramiken in Bezug auf die Bruchzähigkeit gibt, widerlegt werden. Wie in Kapitel 2.3 beschrieben sind die mechanischen Eigenschaften von Lithiumdisilikatkeramiken abhängig von ihrer chemischen Zusammensetzung und Mikrostruktur [26]. Während des Pressvorgangs wachsen Lithiumdisilikat-Kristalle durch die erneute Temperaturbehandlung geringfügig, orientieren sich entsprechend der Fließrichtung parallel zur Stäbchenwand, verdichten sich und greifen mehr ineinander [23, 38, 41-43]. Ein hoher Kristallgehalt kleinerer Kristalle führt dabei zu einer Verbesserung der mechanischen Eigenschaften [22-24]. Bei Betrachtung der Oberflächen mittels REM zeigten die Keramiken mikrostrukturelle Unterschiede ihrer Kristallstrukturen. So wurde im PRO bei der Keramik mit der höheren Bruchzähigkeit, in der vorliegenden Arbeit war dies die Keramik IPS e.max Press, eine regelmäßigere, klarere und dichtere Anordnung der Kristalle im Vergleich zur Keramik HS10PC beobachtet. Eine Forschungsarbeit zeigte, dass das molare Verhältnis von Kristall- und Glasphase in Lithiumdisilikatkeramiken die mechanischen Eigenschaften beeinflusst [23]. So steigt die Bruchzähigkeit mit zunehmendem Kristallanteil. Zusätzlich wurde beobachtet, dass die Bruchzähigkeit von IPS e.max Press in Abhängigkeit der Kristallgröße mit aufsteigender Richtung von 0,5 µm bis 5 µm zunimmt. Zu große Kristalle kehren diesen Effekt aufgrund des steigenden internen Stresses wieder um und können zu einem Spontanversagen führen [23]. Im Vergleich der Keramiken im PRO

muss erwähnt werden, dass sowohl die Keramik IPS e.max Press als auch der Pressofen PRO den gleichen Hersteller Ivoclar Vivadent haben. Es ist davon auszugehen, dass der Pressofen und die chemische Zusammensetzung von IPS e.max Press durch die jahrelange Erfahrung von Ivoclar Vivadent ideal aufeinander abgestimmt wurden. Aufgrund der unterschiedlichen Kristallstrukturen von HS10PC und IPS e.max Press im Pressofen PRO wird die Nullhypothese widerlegt, dass sich die Keramiken nicht in Bezug auf die Oberflächenbeschaffenheit unterscheiden.

Im Vergleich der Pressöfen zeigte IPS e.max Press eine Bruchzähigkeit von 2,73 ± 0,26 MPa√m im AUS bis 2,81 ± 0,22 MPa√m im PRO. Hier konnte kein signifikanter Unterschied zwischen den Pressöfen festgestellt werden. In der bereits beschriebenen Untersuchung erreichte IPS e.max Press gepresst im PRO ebenfalls eine vergleichbare Bruchzähigkeit von 2,75 MPa√m [23]. Dabei wurde mit der nicht genormten IF-Methode getestet. Deren Werte lediglich zur groben und schnellen Bestimmung der Bruchzähigkeit dienen (siehe Kapitel 2.2.3.5) [93, 94, 98]. Die Auswahl des Pressofens für IPS e.max Press zeigte keinen Einfluss auf die Biegefestigkeit noch auf die Bruchzähigkeit. Einige Hersteller von Pressöfen haben bereits material- und pressofenspezifische Parameter für IPS e.max Press entwickelt, sodass homogene Bruchzähigkeitswerte erreicht werden können [45-47]. Die Nullhypothese, dass der Pressofen keinen Einfluss auf die Bruchzähigkeit zeigt, kann daher für IPS e.max Press, bestätigt werden.

HS10PC zeigte im AUS mit 2,79 ± 0,12 MPa√m die signifikant höchste Bruchzähigkeit. In den beiden anderen Pressöfen erreichte HS10PC eine signifikant niedrigere Bruchzähigkeit von 2,65 MPa√m. Die Pressöfen PRO und VAR unterschieden sich dabei in Bezug auf die Bruchzähigkeit von HS10PC nicht signifikant voneinander. In der vorliegenden Untersuchung wurde beobachtet, dass die Presstemperaturen für HS10PC mit 910°C im PRO und 938°C im AUS um ca. 28°C schwankt. Im Gegensatz dazu

beträgt der Temperaturunterschied bei IPS e.max Press zwischen den Pressöfen nur 13°C (917°C im PRO und 930°C im AUS). Aufgrund der dynamischen Presstemperaturanpassung während des "Adv.-Press Verfahrens", kann der VAR für HS10PC mit einer Presstemperatur von 880°C nicht als Vergleich herangezogen werden (siehe Kapitel 2.1.4). Vergleicht man die Temperaturspannen der verschiedenen Pressöfen für HS10PC und IPS e.max Press miteinander, so fällt auf, dass für HS10PC mit ca. 28°C eine mehr als doppelt so große Temperaturspanne im Vergleich zu IPS e.max Press mit ca. 13°C gewählt wurde. Wie bereits beschrieben können sich unterschiedliche Presstemperaturen auf die Kristallstruktur und auf die mechanischen Eigenschaften auswirken. So zeigte HS10PC im Pressofen mit der höchsten Presstemperatur (AUS) eine regelmäßigere, dichter und paralleler ausgerichtete Kristallstruktur im Vergleich zu den Pressöfen PRO und VAR. Im AUS erreichte HS10PC die höchste Bruchzähigkeit. Für IPS e.max Press wurde eine unregelmäßigere Anordnung größerer Kristalle im VAR beobachtet. Die Bruchzähigkeit lag jedoch in allen drei Pressöfen für IPS e.max Press in einem homogenen Wertebereich und unterschied sich nicht signifikant voneinander. Folglich konnte nur ein Einfluss des Pressofens auf die Bruchzähigkeit von HS10PC festgestellt werden. Aufgrund fehlender Vergleichsstudien kann auf Basis der ermittelten Ergebnisse, die Nullhypothese, dass der Pressofen keinen Einfluss auf die Bruchzähigkeit von HS10PC zeigt, widerlegt werden.

Wie bereits in Kapitel 2.1.4 beschrieben, unterscheiden sich die drei Pressöfen hinsichtlich ihrer Öffnungs-, Schließ- und Pressmechanismen. Während im AUS und VAR die vorgewärmte Muffel auf einen Lift mit Isoliertisch gestellt wird und von unten in die Brennkammer fährt, schließt sich die Brennkammer bei PRO muschelartig über der Muffel. In allen Öfen werden die Muffeln mit dem Pressstempel nach oben zeigend platziert und der Schwerkraft entsprechend nach unten gepresst. Der Pressofen AUS ist der einzige Pressofen mit einem Aufwärtspresssystem und elektrischem Vorschub. Hier

wird die Muffel an das Brennkammerdach gehoben, sodass der Pressstempel in die Muffel gepresst wird [47, 55]. Die Pressöfen PRO und VAR verfügen über ein Abwärtspresssystem indem sie den Pressstempel mit einem Presskolben abwärts in die Muffel hineinpressen [44-46]. Der Pressofen VAR verwendet als einziger Pressofen Druckluft wohingegen die beiden anderen Pressöfen elektrisch pressen [44-47]. Analog wird während des Pressvorgangs beim VAR der Druck des Pressstempels auf die Muffel gemessen. Die Pressöfen mit elektrischem Vorschub messen hingegen die Distanz des Pressstempels pro Zeit [44-47, 57].

Die Pressöfen verfügen über standardisierte und spezielle Pressprogramme (siehe Kapitel 2.1.4). Während AUS und PRO die Temperatur in der Brennkammer linear steigern und auf der Höhe der Presstemperatur halten, kann im VAR zusätzlich zu den Standardprogrammen, auch mit dem Adv.-Press Verfahren gepresst werden. Hier wird die Temperatur dynamisch angehoben und wieder abgesenkt, sodass während des Pressvorgangs eine möglichst homogene Temperatur innerhalb und außerhalb der Muffel erreicht wird [46, 57]. In der vorliegenden Arbeit wurde berücksichtigt, dass das Adv. Press Verfahren zu einer deutlichen Verkürzung der Presszeit führte. Im Vergleich zu den Pressöfen AUS und PRO konnte bei HS10PC keine geringere Reaktionsschicht oder signifikant höhere Biegefestigkeit und Bruchzähigkeit festgestellt. Es wurde des Weiteren beobachtet, dass HS10PC kaum mit der phosphatgebundenen Einbettmasse reagierte. So lässt sich die Reaktionsschicht vollständig durch Sandstrahlen entfernen [11]. Zur Fertigstellung einer Zahnrestauration muss die Keramik lediglich poliert oder glasiert werden [50]. Die Keramik IPS e.max Press reagiert hingegen deutlich stärker mit der phosphatgebundenen Einbettmasse. So wird ein zusätzliches Einlegen in eine niedrig konzentrierte Säure "Invex-Liquid" benötigt, um die Oberfläche gänzlich von der Einbettmasse zu befreien [51]. Die Datenlage zum Einfluss niedrig konzentrierter Säuren wie Invex-Liquid auf die mechanischen Eigenschaften von Lithiumdisilikatkeramiken ist sehr begrenzt. Eine Studie untersuchte den Einfluss von Invex-Liquid auf die Verbundfestigkeit zwischen IPS e.max Press und IPS e.max Ceram mittels

Scherhaftungsversuch [120]. Dabei wurde kein signifikanter Einfluss festgestellt. Eine weitere Studie untersuchte die Bruchlast von IPS e.max Press und HS10PC [11]. Sie verwendeten ebenfalls die Pressöfen PRO für IPS e.max Press und VAR für HS10PC. Es konnte kein signifikanter Einfluss von Invex-Liquid auf die Bruchlast von IPS e.max Press in der Gruppe der ausschließlich polierten Kronen festgestellt werden. In einer anderen Untersuchung wurde der Einfluss von Flusssäure der Konzentrationen 1 % -10 % mit einer Einwirkzeit von 20 Sekunden auf die Biegefestigkeit von IPS e.max CAD untersucht. Es konnte ebenfalls kein signifikanter Einfluss gefunden werden [113]. Die Erkenntnisse deckten sich mit einer weiteren Untersuchung, bei der Flusssäurekonzentrationen von 5% und 9,5% mit Einwirkzeiten von 20 und 120 Sekunden getestet wurden. Es wurde kein Einfluss auf die Drei-Punkt-Biegefestigkeit von IPS e.max CAD gefunden. Bei 9,5 % Flusssäurekonzentrationen wurde eine Tendenz zu schwächeren Biegefestigkeitswerten beobachtet, die nahezu signifikant war [121]. Eine weitere Untersuchung behandelte Keramikstäbchen aus IPS e.max CAD mit 4,9 % Flusssäure für 20 s, 60 s, 90 s, oder 180 s vor und testete mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch. Hierbei nahm die Biegefestigkeit mit verlängerter Einwirkzeit der Flusssäure ab [122]. Zu beachten ist, dass in den genannten Untersuchungen deutlich höhere Flusssäurekonzentration von 1 bis 10 % verwendet wurden. Das in der vorliegenden Untersuchung verwendete Invex-Liquid hat eine Flusssäurekonzentration von 0,3 - < 1 % [123]. Übereinstimmend mit den Ergebnissen kann davon ausgegangen werden, dass sich die zusätzliche Behandlung der Keramik IPS e.max Press mit Invex-Liquid nicht negativ auf die mechanischen Eigenschaften auswirkt. Des Weiteren wurden die mit Säure behandelten Keramikoberflächen durch anschließendes Polieren abgetragen. Ferner bleibt zu betrachten, inwiefern der manuell erfolgte Anpressdruck der Politurvorrichtung als mögliche Fehlerquelle Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Lithiumdisilikatkeramiken genommen hat unterschiedlichen von den Herstellern empfohlenen Einbettmassen Einfluss genommen haben.

## 7 Ausblick

In der vorliegenden, experimentellen Dissertation wurden Presskeramiken aus Lithiumdisilikatkeramik mit standardisierten Testverfahren nach ISO-Norm auf ihre mechanischen Eigenschaften geprüft. Hierbei ist zu beachten, dass es sich um eine Werkstoffprüfung unter in-vitro Bedingungen handelte. Die Ergebnisse dienen lediglich als Prognose für den Einsatzbereich und die Versagenswahrscheinlichkeit des Werkstoffes. In der vorliegenden Untersuchung wurde herausgefunden, dass sich die experimentelle Keramik HS10PC und die Keramik IPS e.max Press nicht in Bezug auf ihre Biegefestigkeit unterscheiden. Den Ergebnissen zufolge sollten Kronen aus HS10PC und IPS e.max Press adhäsiv befestigt werden [5, 7, 59]. IPS e.max Press Kronen haben sich bereits mit zementierter Befestigung in klinischen Langzeitstudien bewährt [116-118]. Die Keramiken unterscheiden sich in Bezug auf ihre Bruchzähigkeit. Der DIN-Norm 6872 zufolge gehören beide Lithiumdisilikatkeramiken trotz signifikanter Unterschiede ihrer Bruchzähigkeit der Materialklasse drei an [60]. Sie sind zugelassen für Einzelzahnkronen und bis zu dreigliedrigen Brücken mit Beteiligung des zweiten Prämolaren als Endständigem Pfeiler. Sie können sowohl adhäsiv als auch zementiert befestigt werden [51, 60]. Der Pressofen nimmt Einfluss auf die Bruchzähigkeit der Keramik. Um den Einfluss der Temperatur und Haltezeit des Pressofens in Bezug auf die Bruchzähigkeit der Keramik HS10PC zu ermitteln, bedarf es weiterer in-vitro Untersuchungen. Anschließend können klinische Studien zur Prüfung des Langzeiterfolgs von HS10PC unter in-vivo Bedingungen erfolgen.

# 8 Schlussfolgerungen

Aus den Ergebnissen dieser Dissertation resultieren folgende Schlussfolgerungen:

Beide Lithiumdisilikatkeramiken HS10PC und IPS e.max Press zeigen vergleichbare Biegefestigkeiten. Der Pressofen zeigt keinen Einfluss auf die Biegefestigkeit der Lithiumdisilikatkeramiken. Die Bruchzähigkeit variiert sowohl im Vergleich der Lithiumdisilikatkeramiken als auch in Abhängigkeit des verwendeten Pressofens. Die Lithiumdisilikatkeramiken unterschieden in auf ihre sich Bezug Oberflächenbeschaffenheit. Der Pressofen nimmt **Einfluss** auf die Oberflächenbeschaffenheit der Lithiumdisilikatkeramiken. Es scheint empfehlenswert Lithiumdisilikatkeramiken und Pressofen des gleichen Herstellers zu verwenden. Ein aufeinander abgestimmtes System erleichtert die Arbeit, minimiert potenzielle Fehlerquellen bei der Herstellung einer Zahnrestauration und erhöht die mechanische Eigenschaft der Bruchzähigkeit einer Lithiumdisilikatkeramik.

# 9 Zusammenfassung

Problemstellung: Um die von den Herstellern angegebenen mechanischen Eigenschaften neu in den Markt eingeführter Lithiumdisilikatkeramiken gegenüber den Patienten gewährleisten zu können, wurden in der vorliegenden Studie die Lithiumdisilikatkeramiken HS10PC (esthetic ceram) und IPS e.max Press (Ivoclar Vivadent) in den Presskeramiköfen Austromat 654 press-i-dent (Dekema), Programat EP 5000 (Ivoclar Vivadent) und Vario Press 300.e (Zubler) gepresst und ihre mechanischen Eigenschaften miteinander verglichen. Untersuchungsziel: Es wurde der Einfluss der Presskeramiköfen Austromat 654 press-i-dent, Programat EP 5000 und Vario Press 300.e auf die mechanischen Eigenschaften der Biegefestigkeit, der Bruchzähigkeit und der Oberflächenbeschaffenheit der Lithiumdisilikatkeramiken HS10PC und IPS e.max Press geprüft. Zusätzlich wurden die Lithiumdisilikatkeramiken in Bezug auf ihre Biegefestigkeit, Bruchzähigkeit und Oberflächenbeschaffenheit miteinander verglichen. Material und Methode: Es wurden Prüfkörper aus den zwei verschiedenen Lithiumdisilikatkeramiken HS10PC und IPS e.max Press hergestellt. Die Keramiken wurden zu gleichen Stückzahlen mittels der Presskeramiköfen Austromat 654 press-i-dent, Programat EP 5000 und Vario Press 300.e hergestellt. Die mechanischen Eigenschaften der Biegefestigkeit (N = 180 / n = 30) und Bruchzähigkeit (N = 180 / n = 30) wurden mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch nach DIN EN ISO 6872:2019 untersucht. Für die Bruchzähigkeit diente die SEVNB-Methode. Die Ergebnisse aus der Biegefestigkeit und Bruchzähigkeit wurden ausgewertet und statistisch analysiert. Die Oberflächenbeschaffenheit (N = 9 / n = 3) wurde mit einem Rasterelektronenmikroskop qualitativ untersucht und subjektiv bewertet. Ergebnisse: Einfluss des Pressofens: Keiner der Pressöfen zeigt einen signifikanten Einfluss auf die Biegefestigkeit (p = 0,428) und auf das Weibullmodul der Lithiumdisilikatkeramiken. Während die Wahl des Pressofens bei IPS e.max Press keinen signifikanten Einfluss auf die Bruchzähigkeit (p = 0,595) zeigt, erzielt HS10PC die signifikant höchste

### Zusammenfassung

Bruchzähigkeit im Pressofen Austromat 654 press-i-dent (p = 0,001). Einfluss der Keramik: Die Lithiumdisilikatkeramiken zeigen vergleichbare Biegefestigkeiten (p=0,844). Im VAR zeigt HS10PC ein höheres Weibullmodul als IPS e.max Press. Beide Keramiken zeigen vergleichbare Bruchzähigkeitswerte in den Pressöfen Austromat 654 press-i-dent (p = 0,294) und Vario Press 300.e (p = 0,114). Im Vergleich zu HS10PC, zeigt IPS e.max Press eine signifikant höhere Bruchzähigkeit im eigenen Pressofen Programat EP 5000 (p = 0,009). REM Images: Die Anordnung der Kristalle von HS10PC sind regelmäßiger paralleler und dichter, wenn im Austromat 654 press-i-dent gepresst wird. Für IPS e.max Press gilt eine unregelmäßigere Anordnung größerer Kristalle, wenn im Vario Press 300.e gepresst wird. Vergleicht man die Keramiken innerhalb eines Pressofens fällt auf, dass sich die Kristalle der Keramik IPS e.max Press durch die Pressung im Programat EP 5000 regelmäßiger, klarer und dichter anordnen als die von HS10PC. Schlussfolgerung: Die Pressöfen nahmen keinen signifikanten Einfluss auf die mechanische Eigenschaft der Biegefestigkeit der Lithiumdisilikatkeramiken. Die Lithiumdisilikatkeramiken unterscheiden sich nicht in Bezug auf ihre Biegefestigkeit. Die Bruchzähigkeit und Oberflächenbeschaffenheit ist sowohl abhängig vom Pressofen als auch von der verwendeten Lithiumdisilikatkeramik. Es ist empfehlenswert, die Lithiumdisilikatkeramik und den Pressofen des gleichen Herstellers zu verwenden. Ein aufeinander abgestimmtes System erleichtert die Arbeit, minimiert potenzielle Fehlerquellen bei der Herstellung einer Zahnrestauration und erhöht die mechanische Eigenschaft der Bruchzähigkeit einer Lithiumdisilikatkeramik.

- [1] Al-Thobity AM, Alsalman A. Flexural properties of three lithium disilicate materials: An in vitro evaluation. The Saudi Dental Journal. 2021;33:620-7.
- [2] Rauch A, Schrock A, Schierz O, Hahnel S. Material selection for tooth-supported single crowns—a survey among dentists in Germany. Clinical oral investigations. 2021;25:283-93.
- [3] Kappert HF, Krah M. Keramiken-eine Ubersicht. Quintessenz Zahntechnik. 2001;27:668-704.
- [4] Kern M, Kohal RJ, Mehl A, Pospiech P, Frankenberger R, Reiss B, et al. Vollkeramik auf einen Blick. 5. deutsche erweiterte Auflage, 2012. Arbeitsgemeinschaft für Keramik in der Zahnheilkunde e.V.: ISBN 3-00-017195-9; 2012.
- [5] Kieschnick A SB, Rosentritt M. Zahnfarbene Werkstoffe im Vergleich Kleine Werkstoffkunde für Zahnärzte Teil 4. Zahnärztliche Mitteilungen. 2019;06.
- [6] Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Effect of sandblasting, grinding, polishing and glazing on the flexural strength of two pressable all-ceramic dental materials. J Dent. 2004;32:91-9.
- [7] Kieschnick A SB, Rosentritt M. Dentale Glaskeramiken Kleine Werkstoffkunde für Zahnärzte Teil 2. Zahnärztliche Mitteilungen. 2019;04.
- [8] Eichberger M, Keul C., Stawarczyk B. Lithium-Disilikat x 2. Dental dialogue. 3/2014;15:46-55.
- [9] Ivoclar Vivadent L. IPS e.max Scientific Report Vol. 03 / 2001-2017. 2018.
- [10] Hallmann L, Ulmer P, Gerngross MD, Jetter J, Mintrone M, Lehmann F, et al. Properties of hot-pressed lithium silicate glass-ceramics. Dent Mater. 2019;35:713-29.
- [11] 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. Dental materials journal. 2015;34:595-604.
- [12] Mayinger F, Lümkemann N, Musik M, Eichberger M, Stawarczyk B. Comparison of mechanical properties of different reinforced glass-ceramics. J Prosthet Dent. 2020.
- [13] Nassary Zadeh P, Lümkemann N, Sener B, Eichberger M, Stawarczyk B. Flexural strength, fracture toughness, and translucency of cubic/tetragonal zirconia materials. J Prosthet Dent. 2018;120:948-54.
- [14] Stawarczyk B, Dinse L, Eichberger M, Jungbauer R, Liebermann A. Flexural strength, fracture toughness, three-body wear, and Martens parameters of pressable lithium-X-silicate ceramics. Dental Materials. 2020;36:420-30.
- [15] Tang X, Tang C, Su H, Luo H, Nakamura T, Yatani H. The effects of repeated heat-pressing on the mechanical properties and microstructure of IPS e.max Press. J Mech Behav Biomed Mater. 2014;40:390-6.

- [16] Xiaoping L, Dongfeng R, Silikas N. Effect of etching time and resin bond on the flexural strength of IPS e.max Press glass ceramic. Dent Mater. 2014;30:e330-6.
- [17] Stawarczyk B, Rosentritt, M., Kieschnick, A. Verstärkte Silikatkeramiken im Überblick. 2020.
- [18] Kappert H. F., Eichner K. Zahnärztliche Werkstoffe und ihre Verarbeitung, Band 2 Werkstoffe unter klinischen Aspekten. Georg Thieme Verlag KG, Stuttgart, Deutschland, 6. vollständig überarbeitete und erweiterte Auflage2008.
- [19] Tang X, Tang C, Su H, Luo H, Nakamura T, Yatani H. The effects of repeated heat-pressing on the mechanical properties and microstructure of IPS e.max Press. J Mech Behav Biomed Mater. 2014;40:390-6.
- [20] Sun Y, Ma L, Cui J, Feng L, Zhang Z, Yang Y, et al. Effects of heat-treatment temperature and holding time on the microstructure and mechanical properties of lithium disilicate glass-ceramics. Journal of Non-Crystalline Solids. 2020;553:120502.
- [21] Simba B, Ribeiro M, R.P.Alves M, Amarante JE, Strecker K, Santos C. Effect of the temperature on the mechanical properties and translucency of lithium silicate dental glass-ceramic. Ceramics International. 2021;47:9933-40.
- [22] Lien W, Roberts HW, Platt JA, Vandewalle KS, Hill TJ, Chu T-MG. Microstructural evolution and physical behavior of a lithium disilicate glass—ceramic. Dental Materials. 2015;31:928-40.
- [23] Villas-Boas MOC, Serbena FC, Soares VO, Mathias I, Zanotto ED. Residual stress effect on the fracture toughness of lithium disilicate glass-ceramics. Journal of the American Ceramic Society. 2020;103:465-79.
- [24] Alkadi L, Ruse ND. Fracture toughness of two lithium disilicate dental glass ceramics. J Prosthet Dent. 2016.
- [25] Sadowsky SJ. An overview of treatment considerations for esthetic restorations: a review of the literature. J Prosthet Dent. 2006;96:433-42.
- [26] Conrad HJ, Seong WJ, Pesun IJ. Current ceramic materials and systems with clinical recommendations: a systematic review. J Prosthet Dent. 2007;98:389-404.
- [27] Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Biaxial flexural strength, elastic moduli, and x-ray diffraction characterization of three pressable all-ceramic materials. J Prosthet Dent. 2003;89:374-80.
- [28] Bühler-Zemp P, Völkel T, Fischer K. IPS e.max Press Wissenschaftliche Dokumentation. Ivoclar Vivadent AG, Forschung und Entwicklung, Wissenschaftlicher Dienst, Schaan, Liechtenstein. März 2011.
- [29] Drummond JL, King TJ, Bapna MS, Koperski RD. Mechanical property evaluation of pressable restorative ceramics. Dent Mater. 2000;16:226-33.
- [30] Wolfart S, Eschbach S, Scherrer S, Kern M. Clinical outcome of three-unit lithium-disilicate glass-ceramic fixed dental prostheses: up to 8 years results. Dent Mater. 2009;25:e63-71.

- [31] Kieschnick A. RM, Stawarczyk B. Verstärkte Silikatkeramiken, Dentale CAD/CAM-Werkstoffkunde zum Anfassen, Teil 2. Dental dialogue. 2022;2/22.
- [32] Bühler-Zemp P, Völkel T, Fischer K. IPS e.max CAD Wissenschaftliche Dokumentation. Ivoclar Vivadent AG, Forschung und Entwicklung, Wissenschaftlicher Dienst, Schaan, Liechtenstein. Februar 2011.
- [33] Stawarczyk B, Mandl A, Liebermann A. Modern CAD/CAM silicate ceramics, their translucency level and impact of hydrothermal aging on translucency, Martens hardness, biaxial flexural strength and their reliability. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. 2021;118:104456.
- [34] Corporation H. AmberMill\_Brochure\_English. Hass Corporation,77-14, Gwahakdanji-ro, Gangneung-si, Gangwon-do, KOREA 25452.
- [35] Corporation H. Amber Mill User's Manual. Hass Corporation, 77-14, Gwahakdanjiro, Gangneung-si, Gangwon-do, KOREA 25452.
- [36] DEKEMA trixTM print, DEKEMA Dental-Keramiköfen GmbH, Industriestr. 22, 83395 Freilassing.
- [37] Dental Concept Systems GmbH Gieselwerder Str. 2
- D 34399 Wesertal, Bredent group CAD/CAM TECHNOLOGIE Produktübersicht Blanks.
- [38] Wang F, Chai Z, Deng Z, Gao J, Wang H, Chen J. Effect of heat-pressing temperature and holding time on the microstructure and flexural strength of lithium disilicate glass-ceramics. PLoS One. 2015;10:e0126896.
- [39] Wildgoose DG, Johnson A, Winstanley RB. Glass/ceramic/refractory techniques, their development and introduction into dentistry: a historical literature review. The Journal of Prosthetic Dentistry. 2004;91:136-43.
- [40] Gorman CM, McDevitt WE, Hill RG. Comparison of two heat-pressed all-ceramic dental materials. Dent Mater. 2000;16:389-95.
- [41] Albakry M, Guazzato M, Swain MV. Influence of hot pressing on the microstructure and fracture toughness of two pressable dental glass-ceramics. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2004;71:99-107.
- [42] Höland W, Apel E, van 't Hoen C, Rheinberger V. Studies of crystal phase formations in high-strength lithium disilicate glass—ceramics. Journal of Non-Crystalline Solids. 2006;352:4041-50.
- [43] CHUNG K-H, LIAO J-H, DUH J-G, CHAN DC-N. The effects of repeated heat-pressing on properties of pressable glass-ceramics. Journal of Oral Rehabilitation. 2009;36:132-41.
- [44] Foser HP. HW, Lorünser J., Rohner G., Schweiger M., Ulbricht H., Ivoclar Vivadent AG, 9494 Schaan Liechtenstein. EP 1038507B1, Verfahhren zum Steuern eines Ofens. Europäische Patentschrift. 14.06.2006.
- [45] Programat EP5000 Bedienungsanleitung, Ausgabe: 1 Ausgabedatum: 03/2011, Ivoclar Vivadent, Bendererstrasse 2, 9494 Schaan Principality of Liechtenstein.

- [46] Zubler Gerätebau GmbH B, 89081 Ulm-Jungingen. Vario Press 300, Vario 300, Vario 300S Bedienungsanleitung. 12/2009.
- [47] BETRIEBSANLEITUNG AUSTROMAT® 654 press-i-dent® KOMBIOFEN FÜR DENTALLABORE Version 06/2016, DEKEMA Dental-Keramiköfen GmbH Industriestrasse 22, D-83395 Freilassing.
- [48] Zubler Vario SC Surface Conditioner Broschüre, Zubler Gerätebau GmbH Buchbrunnenweg 26, D 89081 Ulm-Jungingen.
- [49] DE 20 2017 001 371 U1 2018.04.26, Deutsches Patent- und Markenamt, Zubler Gerätebau GmbH, 89081 Ulm 21.03.2018.
- [50] Gebrauchsanweisung HS10PC estetic ceram ag CE 0483 Ausgabe September 2019, estetic ceram ag Landstrasse 109 FL-9495 Triesen.
- [51] IPS e.max Press Verarbeitungsanleitung 04/2007 Ivoclar Vivadent AG Schaan Liechtenstein.
- [52] Christgau M, Friedl KH, Schmalz G, Resch U. Marginal adaptation of heat-pressed glass-ceramic veneers to dentin in vitro. Oper Dent. 1999;24:137-46.
- [53] Goldin EB, Boyd NW, 3rd, Goldstein GR, Hittelman EL, Thompson VP. Marginal fit of leucite-glass pressable ceramic restorations and ceramic-pressed-to-metal restorations. J Prosthet Dent. 2005;93:143-7.
- [54] Gerogianni P, Lien W, Bompolaki D, Verrett R, Haney S, Mattie P, et al. Fracture Resistance of Pressed and Milled Lithium Disilicate Anterior Complete Coverage Restorations Following Endodontic Access Preparation. Journal of Prosthodontics. 2019;28:163-70.
- [55] Zubler Presskeramikofen Vario Press 300/300.e/300.eZR Broschüre, Zubler Gerätebau GmbH Buchbrunnenweg 26, D 89081 Ulm-Jungingen.
- [56] Zubler Gerätebau GmbH B, 89081 Ulm-Jungingen. ADCANCED PRESS Patentiertes Pressverfahren für Lithium Disilikat Keramiken im Vario Press 300.e.
- [57] Zubler K. Patent WO 2008/014989 A1, Verfahren zum Aufheizen einer für Dentalkeramik verwendeten, vorgewärmten Pressmuffel in einem Pressofen sowie Steuervorrichtung und diese enthaltender Ofen. Weltorganisation für geistiges Eigentum. 07.02.2008.
- [58] PCT Internationale Veröffentlichungsnummer WO 03/011168 A1, 13.02.2003, Zubler Gerätebau GmbH.
- [59] Rosentritt M KA, Hahnel S, Stawarczyk B. Werkstoffkunde- Kompendium Dentale Keramiken2018. Werkstoffkunde- Kompendium Dentale Keramiken. 2018.
- [60] ISO 6872:2019. Dentistry-ceramic materials. International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland. 2019.
- [61] Schatz C, Strickstrock M, Roos M, Edelhoff D, Eichberger M, Zylla IM, et al. Influence of Specimen Preparation and Test Methods on the Flexural Strength Results of Monolithic Zirconia Materials. Materials (Basel). 2016;9.

- [62] Zeng K, Oden A, Rowcliffe D. Flexure tests on dental ceramics. Int J Prosthodont. 1996;9:434-9.
- [63] Mijoska A, Popovska M. Evaluation of different in vitro testing methods for mechanical properties of veneer ceramics. Prilozi (Makedonska akademija na naukite i umetnostite Oddelenie za medicinski nauki). 2015;36:225-30.
- [64] Xu Y, Han J, Lin H, An L. Comparative study of flexural strength test methods on CAD/CAM Y-TZP dental ceramics. Regenerative biomaterials. 2015;2:239-44.
- [65] Fischer J, Stawarczyk B, Hammerle CH. Flexural strength of veneering ceramics for zirconia. J Dent. 2008;36:316-21.
- [66] Fischer J. Mechanische Eigenschaften metallischer und keramischer Werkstoffe. Quintessenz Zahntech. 2009;35:1540-9.
- [67] Al-Makramani BM, Razak AA, Abu-Hassan MI. Biaxial flexural strength of Turkom-Cera core compared to two other all-ceramic systems. J Appl Oral Sci. 2010;18:607-12.
- [68] Quinn JB, Quinn GD. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials. Dent Mater. 2010;26:135-47.
- [69] Quinn GD, Morrell R. Design Data for Engineering Ceramics: A Review of the Flexure Test. Journal of the American Ceramic Society. 1991;74:2037-66.
- [70] Lund J, Byrne J. Leonardo Da Vinci's tensile strength tests: Implications for the discovery of engineering mechanics. Civil Engineering and Environmental Systems. 2001;00.
- [71] Guazzato M, Albakry M, Ringer SP, Swain MV. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part I. Pressable and alumina glass-infiltrated ceramics. Dent Mater. 2004;20:441-8.
- [72] Wendler M, Belli R, Petschelt A, Mevec D, Harrer W, Lube T, et al. Chairside CAD/CAM materials. Part 2: Flexural strength testing. Dent Mater. 2017;33:99-109.
- [73] Abu-Hassan MI, Abu-Hammad OA, Harrison A. Strains and tensile stress distribution in loaded disc-shaped ceramic specimens. An FEA study. J Oral Rehabil. 1998;25:490-5.
- [74] Weibull W. A Statistical Distribution Function of Wide Applicability. Journal of Applied Mechanics. 1951;18:293-7.
- [75] 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:e33-50.
- [76] Mecholsky JJ, Jr. Fracture mechanics principles. Dent Mater. 1995;11:111-2.
- [77] Wang H, Pallav P, Isgrò G, Feilzer AJ. Fracture toughness comparison of three test methods with four dental porcelains. Dental Materials. 2007;23:905-10.
- [78] Lawn BR, Deng Y, Thompson VP. Use of contact testing in the characterization and design of all-ceramic crownlike layer structures: a review. J Prosthet Dent. 2001;86:495-510.

- [79] Sinavarat P, Anunmana C, Muanjit T. Simplified method for determining fracture toughness of two dental ceramics. Dental materials journal. 2016;35:76-81.
- [80] Cesar PF, Yoshimura HN, Miranda WG, Jr., Miyazaki CL, Muta LM, Rodrigues Filho LE. Relationship between fracture toughness and flexural strength in dental porcelains. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2006;78:265-73.
- [81] Hampe R, Lümkemann N, Sener B, Stawarczyk B. The effect of artificial aging on Martens hardness and indentation modulus of different dental CAD/CAM restorative materials. J Mech Behav Biomed Mater. 2018;86:191-8.
- [82] Scherrer SS, Kelly JR, Quinn GD, Xu K. Fracture toughness (Klc) of a dental porcelain determined by fractographic analysis. Dent Mater. 1999;15:342-8.
- [83] Chantikul P, Anstis GR, Lawn BR, Marshall DB. A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II, Strength Method. Journal of the American Ceramic Society. 1981;64:539-43.
- [84] Anstis GR, Chantikul P, Lawn BR, Marshall DB. A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements. Journal of the American Ceramic Society. 1981;64:533-8.
- [85] Gogotsi GA. Fracture toughness of ceramics and ceramic composites. Ceramics International. 2003;29:777-84.
- [86] Belli R, Wendler M, Zorzin JI, Lohbauer U. Practical and theoretical considerations on the fracture toughness testing of dental restorative materials. Dent Mater. 2018;34:97-119.
- [87] Maehara S, Fujishima A, Hotta Y, Miyazaki T. Fracture toughness measurement of dental ceramics using the indentation fracture method with different formulas. Dental materials journal. 2005;24:328-34.
- [88] Jansen JU, Lümkemann N, Sener B, Stawarczyk B. Comparison of fracture toughness measurements for zirconia materials using two test methods. Dental materials journal. 2019;38:806-12.
- [89] 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.
- [90] Kübler J. Fracture Toughness of Ceramics using the SEVNB Method; Round Robin. VAMAS-Report No 37, EMPA, Dübendorf. 1999.
- [91] 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;77:606-8.
- [92] Damani RJ, Schuster C, Danzer R. Polished notch modification of SENB-S fracture toughness testing. Journal of the European Ceramic Society. 1997;17:1685-9.
- [93] Cesar PF, Della Bona A, Scherrer SS, Tholey M, van Noort R, Vichi A, et al. ADM guidance-Ceramics: Fracture toughness testing and method selection. Dent Mater. 2017;33:575-84.

- [94] Scherrer SS, Denry IL, Wiskott HW. Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic. Dent Mater. 1998;14:246-55.
- [95] ASTM C1421-09. Standard Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature. 2009.
- [96] DIN EN ISO 15732 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) Test method for fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by single edge precracked beam (SEPB) method (ISO 15732:2003); German version EN ISO 15732:2005.
- [97] Kailer A, Stephan M. On the feasibility of the Chevron Notch Beam method to measure fracture toughness of fine-grained zirconia ceramics. Dental Materials. 2016;32:1256-62.
- [98] Quinn GD, Salem J, Bar-On I, Cho K, Foley M, Fang H. Fracture toughness of advanced ceramics at room temperature. Journal of research of the National Institute of Standards and Technology. 1992;97:579-607.
- [99] Nose T, Fujii T. Evaluation of Fracture Toughness for Ceramic Materials by a Single-Edge-Precracked-Beam Method. Journal of the American Ceramic Society. 1988;71:328-33.
- [100] ISO24370:2005 Fineceramics(advancedceramics,advanced technical ceramics)—test method for fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by chevron-notched beam (CNB) method. 2005.
- [101] D IN EN 14425-3, Advanced technical ceramics—test methods for determination of fracture toughness of monolithic ceramics—Part 3: chevron notched beam (CNB) method.
- [102] Boccaccini AR, Rawlings RD, Dlouhý I. Reliability of the chevron-notch technique for fracture toughness determination in glass. Materials Science and Engineering: A. 2003;347:102-8.
- [103] ISO 23146, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) Test methods for fracture toughness of monolithic ceramics Single-edge V-notch beam (SEVNB) method.
- [104] Fischer H, Marx R. Fracture toughness of dental ceramics: comparison of bending and indentation method. Dent Mater. 2002;18:12-9.
- [105] Fischer H, Waindich A, Telle R. Influence of preparation of ceramic SEVNB specimens on fracture toughness testing results. Dent Mater. 2008;24:618-22.
- [106] Wang H, Isgrò G, Pallav P, Feilzer AJ. Fracture toughness determination of two dental porcelains with the indentation strength in bending method. Dental Materials. 2007;23:755-9.
- [107] Quinn GD, Salem J, Bar-On I, Cho K, Foley M, Fang H. Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Room Temperature. J Res Natl Inst Stand Technol. 1992;97:579-607.

- [108] DIN EN ISO 18756 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) Determination of fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by the surface crack in flexure (SCF) method.
- [109] Relias C ND. Indentation fracture toughness: A review and application. AMERICAN CERAMIC SOCIETY. 2018;97:34–7.
- [110] Materialforschung O-S-If. Grundlagen der Rasterelektronenmikroskopie (REM) und Energiedispersive Röntgenanalyse (EDX), Praktikum: Grundlagen der Werkstoffwissenschaft Versuch: GW6. https://www.osim.uni-jena.de
- [111] Universität Rostock M-NFt, Institut für Physik, AG Elektronenstreuung Isolatorphysik. Laborpraktikum
- Rasterelektronenmikroskopie und energiedispersive Röntgenanalyse REM/EDX –. Oktober 2004.
- [112] Fabian Fonzar R, Carrabba M, Sedda M, Ferrari M, Goracci C, Vichi A. Flexural resistance of heat-pressed and CAD-CAM lithium disilicate with different translucencies. Dent Mater. 2017;33:63-70.
- [113] Prochnow C, Venturini AB, Grasel R, Bottino MC, Valandro LF. Effect of etching with distinct hydrofluoric acid concentrations on the flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2017;105:885-91.
- [114] Gernet W BR, Beuer F, Schwenzer N, Ehrenfeld M. Zahnärztliche Prothetik. Georg Thieme Verlag, ISBN 9783132415171. 2017.
- [115] Ritter JE. Predicting lifetimes of materials and material structures. Dent Mater. 1995;11:142-6.
- [116] Cortellini D, Canale A. Bonding lithium disilicate ceramic to feather-edge tooth preparations: a minimally invasive treatment concept. J Adhes Dent. 2012;14:7-10.
- [117] Gehrt M, Wolfart S, Rafai N, Reich S, Edelhoff D. Clinical results of lithium-disilicate crowns after up to 9 years of service. Clinical oral investigations. 2013;17:275-84.
- [118] Reich S, Schierz O. Chair-side generated posterior lithium disilicate crowns after 4 years. Clinical oral investigations. 2013;17:1765-72.
- [119] Malament KA, Natto ZS, Thompson V, Rekow D, Eckert S, Weber HP. Ten-year survival of pressed, acid-etched e.max lithium disilicate monolithic and bilayered complete-coverage restorations: Performance and outcomes as a function of tooth position and age. J Prosthet Dent. 2019;121:782-90.
- [120] Vidotti HA, Garcia RP, Conti PC, Pereira JR, Valle AL. Influence of low concentration acid treatment on lithium disilicate core/veneer ceramic bond strength. Journal of clinical and experimental dentistry. 2013;5:e157-e62.
- [121] Menees TS, Lawson NC, Beck PR, Burgess JO. Influence of particle abrasion or hydrofluoric acid etching on lithium disilicate flexural strength. J Prosthet Dent. 2014;112:1164-70.
- [122] Zogheib LV, Bona AD, Kimpara ET, Mccabe JF. Effect of hydrofluoric acid etching duration on the roughness and flexural strength of a lithium disilicate-based glass ceramic. Brazilian dental journal. 2011;22:45-50.

[123] Sicherheitsdatenblatt IPS e.max Press Invex Liquid, Versionsnummer 9, Ivoclar Vivadent AG, Bendererstrasse 2, Schaan Liechtenstein. 2018.

# Tabellenverzeichnis

# **Tabellenverzeichnis**

| Tabelle 1: U | bersicht und Be   | estandteile verwend  | eter Lit | hiumdisilikatkeramiken [28] | 44  |
|--------------|-------------------|----------------------|----------|-----------------------------|-----|
| Tabelle 2: M | laße der Prüfkö   | rper                 |          |                             | 46  |
| Tabelle 3:   | Verwendete        | Pressparameter       | der      | Lithiumdisilikatkeramiken   | mit |
| entsprecher  | nden Pressöfen    |                      |          |                             | 48  |
| Tabelle 4: A | blaufplan der P   | rüfkörperherstellung | )        |                             | 50  |
| Tabelle 5: B | iegefestigkeit d  | er nichtparametrisch | nen des  | skriptiven Statistik        | 61  |
| Tabelle 6: W | Veibullverteilung | der Biegefestigkeit  | swerte   |                             | 62  |
| Tabelle 7: B | ruchzähigkeit d   | er nichtparametriscl | hen des  | skriptiven Statistik        | 64  |
| Tabelle 8: V | oruntersuchung    | ıen zur Parametrierı | una der  | · Pressöfen                 | 95  |

# Abbildungsverzeichnis

# Abbildungsverzeichnis

| Abbildung 1: Schematische Darstellung des Kristallwachstums4                            |
|---|
| Abbildung 2: Schematische Darstellung eines Risses durch Glas (links) und Umleitung     |
| des Risses an Kristallen (rechts) [7]4  |
| Abbildung 3: Scheamtische Darstellung einer Pressmuffel mit Pressobjekt,                |
| Keramikpellet und Presskolben [38]7   |
| Abbildung 4: Graphische Darstellung des Temperaturverlaufs bei der Herstellung der      |
| Keramikpellets und anschließendem zweistufigen Kristallisationsprozess [18]8            |
| Abbildung 5: Graphische Darstellung des Temperaturverlaufs während der Pressphasen      |
| 9   |
| Abbildung 6: Schematische Darstellung einer Pressofenkammer mit Thermofühler,           |
| Heizspirale und Pressmuffel. Flaches Auflageinsert (links), Dreibeiniges Auflageinsert  |
| (rechts)10  |
| Abbildung 7: Sagittalschnitt einer Muffel mit unvollständig ausgepresstem Keramikobjekt |
| 11  |
| Abbildung 8: Frontalansicht des Pressofen Austromat 654 press-i-dent [47]13             |
| Abbildung 9: Schematische Darstellung der Brennkammer des Austromat 654 press-i-        |
| dent14  |
| Abbildung 10: Pressofen Programat EP 5000 (Ivoclar Vivadent) [45]15                     |
| Abbildung 11: Schematische Darstellung der Brennkammer des Programat EP 5000 16         |
| Abbildung 12: Pressofen Vario Press 300.e (Zubler) [55]                                 |
| Abbildung 13: Schematische Darstellung der Brennkammer des Vario Press 300.e 18         |
| Abbildung 14: Schematische Darstellung einer Silberschmelzprobe, (1) Temperatur zu      |
| niedrig, (2) Temperatur ok, (3,4) Temperatur etwas zu hoch, (5) Temperatur zu hoch [47] |
| 20  |
| Abbildung 15: Schematische Darstellung des (1) Drei-Punkt-Biegeversuch, (2) Vier-       |
| Punkt-Biegeversuch, (3) Biaxiale Biegeversuch21   |

# Abbildungsverzeichnis

| Abbildung 16: Schematische Darstellung der Druck- und Zugspannung                   |
|---|
| Abbildung 17: Schematische Darstellung des Drei-Punkt-Biegeversuchs22               |
| Abbildung 18: Schematische Darstellung der Spannungsareale des (1) Drei-Punkt-      |
| Biegeversuchs und des (2) Vier-Punkt-Biegeversuchs                                  |
| Abbildung 19: Schematische Darstellung des Vier-Punkt-Biegeversuchs24               |
| Abbildung 20: Schematische Darstellung des Biaxialen Biegeversuchs26                |
| Abbildung 21: Schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die SEPB Methode 32    |
| Abbildung 22: Schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die CNB Methode 32     |
| Abbildung 23: Schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die SEVNB Methode. 34  |
| Abbildung 24: Schematische Darstellung des Kerbgrundradius im Verhältnis zu einem   |
| Lithiumdisilikatkristall  |
| Abbildung 25: Schematische Darstellung des Querschnitts eines Prüfkörpers, Messung  |
| der V-Kerbtiefen a <sub>1</sub> , a <sub>2</sub> , a <sub>3</sub>                   |
| Abbildung 26: Schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die SCF Methode 37     |
| Abbildung 27: Schematische Darstellung eines Pyramidenförmigen Vickers-Härte-       |
| Eindruck mit entstandenen Rissen  |
| Abbildung 28: Schematische Darstellung eines Prüfkörpers für die IS Methode 40      |
| Abbildung 29: Austromat 654 press-i-dent (links), Programat EP 5000 (mitte), Vario  |
| Press 300.e (rechts)  |
| Abbildung 30: Übersicht der Versuchsgruppen   |
| Abbildung 31: Maße der Prüfkörper47   |
| Abbildung 32: HS10PC nach Sandstrahlen mit 50 µm49                                  |
| Abbildung 33: IPS e.max Press, nach Säurebehandlung mit Invex-Liquid (links), nach  |
| grobem Sandstrahlen mit 125 μm (mitte), nach feinem Sandstrahlen mit 50 μm (rechts) |
| 49  |
| Abbildung 34: Bügelmessschraube Mitutoyo  |
| Abbildung 35: V-Kerbe Poliermaschine, SD Mechatronik (links), Poliersuspension 6 μm |
| und 1 μm (rechts)52   |

| Abbildung 36: Messung des Kerbgrundradius (1/2 Durchmesser)53                      |
|--|
| Abbildung 37: Messung der mittleren Kerbtiefe (a)53                                |
| Abbildung 38: Versuchsaufbau Biegefestigkeit mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch 55    |
| Abbildung 39: Versuchsaufbau Bruchzähigkeit mit dem Drei-Punkt-Biegeversuch 57     |
| Abbildung 40: Von oben nach unten, Polierter Prüfkörper, Vorkerbung, Politur der V |
| Kerbe und Bruchfragmente einer Lithiumdisilikatkeramik mit dem Drei-Punkt          |
| Biegeversuch nach SEVNB57  |
| Abbildung 41: Bruchfläche V-Kerbe58  |
| Abbildung 42: Graphische Darstellung der Biegefestigkeitswerte in [MPa]60          |
| Abbildung 43: Bruchzähigkeitswerte in [MPa√m]63                                    |
| Abbildung 44: REM Aufnahme von HS10PC (oben) und IPS e.max Press (unten) 66        |

# **A**nhang

Tabelle 8: Voruntersuchungen zur Parametrierung der Pressöfen

| Keramik                | Pressofen | chungen zur Parameti<br>Start Temperatur<br>(°C) | Heizrate<br>(°C/min) | Presstemperatur<br>(°C) | Haltezeit<br>(min) | Stäbchen<br>gepresst in<br>(%) |
|------------------------|-----------|--|----------------------|-------------------------|--------------------|--------------------------------|
| HS10PC                 | AUS       | 700  | 60                   | 915                     | 25                 | 50                             |
|                        |           | 700  | 60                   | 915                     | 20                 | 40                             |
|                        |           | 700  | 60                   | 920                     | 15                 | 50                             |
|                        |           | 700  | 60                   | 925                     | 15                 | 70                             |
|                        |           | 700  | 60                   | 930                     | 15                 | 90                             |
|                        |           | 700  | 60                   | 935                     | 15                 | 95                             |
|                        |           | 700  | 60                   | 938                     | 15                 | 100                            |
|                        |           | 700  | 60                   | 940                     | 15                 | 100                            |
|                        |           | 700  | 60                   | 945                     | 15                 | 100                            |
|                        | PRO       | 700  | 60                   | 900                     | 20                 | 70                             |
|                        |           | 700  | 60                   | 905                     | 20                 | 90                             |
|                        |           | 700  | 60                   | 910                     | 15                 | 90                             |
|                        |           | 700  | 60                   | 910                     | 20                 | 100                            |
|                        |           | 700  | 60                   | 915                     | 20                 | 100                            |
|                        |           | 700  | 60                   | 920                     | 20                 | 100                            |
|                        |           | 700  | 60                   | 925                     | 20                 | 100                            |
|                        | VAR       | 700  | 60                   | 875                     | Adv. Press         | 90                             |
|                        |           | 700  | 60                   | 880                     | Adv. Press         | 100                            |
|                        |           | 700  | 60                   | 885                     | Adv. Press         | 100                            |
|                        |           | 700  | 60                   | 890                     | Adv. Press         | 100                            |
| IPS-<br>e.max<br>Press | AUS       | 700  | 60                   | 925                     | 25                 | 90                             |
|                        |           | 700  | 60                   | 930                     | 25                 | 100                            |
|                        |           | 700  | 60                   | 935                     | 25                 | 100                            |
|                        |           | 700  | 60                   | 940                     | 25                 | 100                            |
|                        | PRO       | 700  | 60                   | 915                     | 25                 | 90                             |
|                        |           | 700  | 60                   | 917                     | 25                 | 100                            |
|                        |           | 700  | 60                   | 920                     | 25                 | 100                            |
|                        |           | 700  | 60                   | 925                     | 25                 | 100                            |
|                        | VAR       | 700  | 60                   | 915                     | 25                 | 95                             |
|                        |           | 700  | 60                   | 920                     | 25                 | 100                            |
|                        |           | 700  | 60                   | 925                     | 25                 | 100                            |

### Danksagung

# **Danksagung**

Herrn Professor Dr. Daniel Edelhoff, Direktor der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik der Ludwig-Maximilians-Universität München, möchte ich für die Möglichkeit der experimentellen Forschung in seiner Abteilung danken.

Mein größter Dank gilt meiner Doktormutter, Frau Prof. Dr. Bogna Stawarczyk – ich möchte mich herzlich für das Thema der Dissertation bedanken, für die gute Betreuung und Beratung und besonders dafür, dass sie stets an mich geglaubt haben.

Herzlichen Dank an das gesamte Forschungsteam der Werkstoffkunde der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik. Besonders Frau Marlis Eichberger für die Einweisung im Forschungslabor und die tatkräftige zahntechnische Unterstützung während der Vorversuche, sowie Frau PD Dr. Malgorzata Roos für die Unterstützung bei der statistischen Auswertung.

Außerdem möchte ich mich bei estetic ceram ag, Zubler Gerätebau GmbH und Dekema Dental-Keramiköfen GmbH für das Ermöglichen dieser Studie bedanken. Diese Studie erhielt keine spezielle Finanzierung durch Geldgeber aus dem öffentlichen, kommerziellen oder gemeinnützigen Sektor.

Eidesstattliche Versicherung

**Eidesstattliche Versicherung** 

Povel, Hubertus Anton Otto

Name, Vorname

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

Einfluss des Pressverfahrens auf die mechanischen Eigenschaften und

Oberflächenbeschaffenheiten von zwei Lithiumdisilikatkeramiken

selbstständig 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, 18.10.2022

**Hubertus Povel** 

Ort, Datum

Unterschrift des Doktoranden