

Aus der Universitätsklinik für Thorax-, Herz- und Gefäßchirurgie
Tübingen

**Einfluss von Temperaturüberschreitungen bei
Glasurbränden auf mechanische und optische
Eigenschaften vollständig vorkristallisierter
Zirkoniumdioxid-verstärkter Lithiumsilikat-Keramik**

Inaugural-Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Zahnheilkunde

der Medizinischen Fakultät
der Eberhard Karls Universität
zu Tübingen

vorgelegt von

Schweitzer, Florian Norbert

2020

Dekan:

Professor Dr. B. Pichler

1. Berichterstatter:

Professor Dr. J. Geis-Gerstorfer

2. Berichterstatter:

Privatdozent Dr. C. Meller

Tag der Disputation:

27.05.2020

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG	7
1.1	EINZELZAHNKRONEN	7
1.2	KERAMISCHE MATERIALIEN FÜR KRONEN UND DEREN LETZTE ENTWICKLUNG	8
1.2.1	Yttrium-stabilisiertes Zirkonoxid (ZrO_2)	9
1.2.2	Lithiumdisilikat (LDS)	10
1.2.3	Zirkon-infiltriertes Lithiumsilikat (ZLS)	11
1.3	PROBLEMANALYSE BEI DER VERARBEITUNG VON ZLS-KERAMIK	12
1.3.1	Keramikbrand im zahntechnischen Ofen	13
1.3.2	Brandführung für LDS-Keramik	14
1.3.3	Brandführung für ZLS-Keramik	14
1.4	ZIEL, FORSCHUNGSFRAGEN UND HYPOTHESEN DER STUDIE:	15
1.4.1	Ziel der Studie	15
1.4.2	Forschungsfragen und Hypothesen	16
2	MATERIAL UND METHODEN	17
2.1	ÜBERBLICK ZUR VERSUCHSDURCHFÜHRUNG	17
2.2	PRÜFKÖRPERHERSTELLUNG UND NACHVERFOLGUNG	19
2.2.1	Anfertigung der Prüfkörper aus einem CAD Datensatz mittels CAM.	19
2.2.2	Rückverfolgbarkeit der Prüfkörper	23
2.3	BRENNOFEN: KALIBRIERUNG UND AUFZEICHNUNG DER TEMPERATURFÜHRUNG	25
2.4	PROGRAMMIERUNG DES OFENS FÜR DIE BRENNEXPERIMENTE	28
2.4.1	Brennprogramme für ZLS (Celtra Duo)	28
2.4.2	Brennprogramm für LDS (e.max CAD)	31
2.5	PROBENANORDNUNG BEIM BRENNEXPERIMENT UND VERLAUFSKONTROLLE	31
2.6	FARBMESSUNG DER PROBEKÖRPER	32
2.6.1	Durchführung der Messung	32
2.6.2	Verrechnung der Messwerte	33
2.7	GEOMETRISCHE MESSUNG	35
2.8	MECHANISCHE PRÜFUNG	36
2.8.1	Durchführung des Drei-Punkt-Biegeversuch	36
2.8.2	Berechnung der Festigkeitswerte aus dem Drei-Punkt-Biegeversuch	36
2.8.3	Weibull-Statistik, Weibullmodul und charakteristische Festigkeit	38
2.9	QUALITATIVE ANALYSE MITTELS REM	39
2.9.1	Untersuchung des Schleiferverschleiß der CAM Einheit	39
2.10	STATISTISCHE METHODEN	39
3	ERGEBNISSE	40
3.1	VERLAUFSKONTROLLE DER TEMPERATURFÜHRUNG	40
3.2	FARBSTABILITÄT	41
3.2.1	L^*a^*b Werte	41
3.2.2	Delta E (ΔE)	44
3.3	VOLUMENSTABILITÄT	46
3.3.1	Längenänderung	46
3.3.2	Dickenänderung	47
3.3.3	Breitenänderung	48
3.3.4	Volumenänderung	50
3.4	FESTIGKEITSPRÜFUNG	51
3.4.1	Drei-Punkt-Biegeversuch	51
3.4.2	Weibull-Statistik	54
3.5	ERGEBNISSE DER REM ANALYSE	61

3.5.1	<i>Verschleiß der CAM Schleifer</i>	61
4	DISKUSSION	65
4.1	MATERIAL UND METHODENKRITIK	65
4.1.1	<i>Prüfkörperherstellung</i>	65
4.1.2	<i>Werkzeugverschleiß und REM Analyse</i>	67
4.1.3	<i>Kalibrierung des Keramikofens</i>	68
4.1.4	<i>Anordnung der Thermoelemente und Brandführung</i>	69
4.2	DISKUSSION DER ERGEBNISSE	71
4.2.1	<i>Einfluss der Brenntemperatur auf die Farbstabilität</i>	71
4.2.2	<i>L*a*b* Werte</i>	72
4.2.3	<i>Beurteilung anhand des Delta E (ΔE) Werts</i>	74
4.2.4	<i>Geometrische Messungen</i>	76
4.2.5	<i>Festigkeitsprüfung</i>	78
4.2.6	<i>Weibullmodul- und charakteristische Weibullfestigkeit</i>	81
5	ZUSAMMENFASSUNG	85
5.1.1	<i>Schlussfolgerung und praktische Implikationen</i>	87
5.1.2	<i>Weiterer Forschungsbedarf</i>	89
6	LITERATURVERZEICHNIS	90
7	ERKLÄRUNG ZUM EIGENANTEIL	98
8	DANKSAGUNG	99

Abkürzungen

°C	Grad Celsius
CAD/CAM	Computer Aided Design / Computer Aided Manufacturing
DIN	Deutsches Institut für Normung
FC	Fully Crystallized
ISO	Internationale Organisation für Normung
LDS	Lithium Di-Silikat
MPa	MegaPascal (Biegefestigkeit N/mm ²)
REM	Rasterelektronenmikroskopie
USB	Universal Serial Bus
VMK	Vita Metall Keramik
ZLS	Zirkoniumdioxid-verstärktes Lithiumsilikat
ZrO ₂	Zirkoniumdioxid

1 Einleitung

1.1 Einzelzahnkronen

Einzelzahnversorgungen aus Vollkeramik dienen dem Ersatz verlorengegangener Zahnhartsubstanz. Die ständigen Weiterentwicklungen dieser dentalen Vollkeramikmaterialien haben auch zu einer erweiterten Indikation geführt. Die S3-Leitlinie der Deutschen Gesellschaft für Prothetik nennt als mögliche Anwendungsbereiche den Ersatz von Zahnhartsubstanzdefekten (durch z.B. Trauma, Karies, Attrition, Abrasion, Erosion oder angeborenen Hypoplasien) sowie formverändernde Maßnahmen aufgrund phonetischer, ästhetischer oder funktioneller Notwendigkeit [18].

Grundsätzlich gibt es bei vollkeramischen Einzelzahnversorgungen die Möglichkeiten einer „bilayer“ oder einer „monolithischen“ Restauration. Als „Bilayer-Krone“ wird die klassische Verblendkrone bezeichnet. Dabei besteht die angefertigte Restauration aus zwei Schichten, dem Gerüst als Basis und der Feldspatkeramik als Verblendung darüber [31]. Die VMK[®] Krone (Vita-Metall-Keramik) ist seit den 1960er Jahren am Markt, die Basis stellt hier ein Metallgerüst dar. Durch die rasante Weiterentwicklung am Dentalkeramischen Markt ist mittlerweile das Zirkonoxid als Gerüstmaterial etabliert. Klinische Studien haben bereits gezeigt, dass die Überlebensraten dieser Restaurationen vergleichbar mit denen auf Basis von Legierungen sind [64]. Hinsichtlich der Ästhetik (kein Metallrand) und Biokompatibilität [22], stellen Kronen- und Brückengerüste aus Zirkonoxid eine Verbesserung gegenüber der Metallkeramik dar.

Als monolithische Krone wird eine Restauration bezeichnet, die vollanatomisch aus einem Block geschliffen (CAD/CAM), oder im Presskeramikverfahren hergestellt wurde. Historisch finden diese Restaurationen bei der „Jacketkrone“ ihren Ausgang. Dabei wurde die Keramik direkt auf eine Platinfolie geschichtet bzw. geschlickert. Charles Henry Land meldete 1889 für

diese „erste Vollkeramikkrone“ Patent an [23]. Aufgrund der mangelnden Stabilität dieser Konstruktion bestand eine hohe Bruchgefahr der Restauration sowie – bedingt durch den Substanzabtrag – auch des Pfeilerzahnes. Daher erlebten monolithische Vollkeramikrestaurationen erst mit Einführung der optimierten Silikatkeramiken (Leuzitverstärkte- und Lithium-Disilikat-Keramiken) und in Kombination mit der Adhäsivtechnik Anfang der 1990er Jahre ihren Einzug in die breite Versorgung für einzelne Zähne – bis heute [31].

1.2 Keramische Materialien für Kronen und deren letzte Entwicklung

In den vergangenen zwei Jahrzehnten wurden zahlreiche Vollkeramiksysteme entwickelt und optimiert. Dabei ist es in der Regel eine Frage der Indikation, welche Art der Vollkeramik im individuellen Patientenfall zum Einsatz kommen soll [18, 43, 54]

Vollkeramiken können gemäß ihrer werkstoffkundlichen Eigenschaften in Silikatkeramiken und Oxidkeramiken unterteilt werden. Zu den Silikatkeramiken zählen die klassischen Feldspatkeramiken (Verblendtechnik) und die Glaskeramiken.

Sowohl Silikatkeramiken als auch Oxidkeramiken werden weltweit für die Anfertigung dentaler, vollkeramischer Restaurationen verwendet [2, 43, 53] .

Dabei hat der Anwender im Falle der Silikatkeramiken die Wahl zwischen der Herstellung einer Restauration mittels Pressverfahren (z.B. Empress, Ivoclar Vivadent) oder dem computergestützten Schleifen durch CAD/CAM Technologien.

Beim Pressverfahren wird üblicherweise eine durch den Zahntechniker hergestellte Wachsmodellation in eine Hohlform (Muffel) eingebettet, ausgebrannt und im Anschluss die zur Fließfähigkeit erhitzte Keramik unter Druck in die Hohlform gepresst.

Das CAD/CAM Verfahren ermöglicht hingegen eine volldigitale Herstellung der Restauration. Es besteht die Möglichkeit den Datensatz des Patienten durch einscannen der Modellsituation oder durch intraorale Datenerfassung [70] (z.B. Trios-Scanner) in die CAD Software zu übertragen. Anschließend wird die

Restauration am Computer entweder vollanatomisch (monolithisch) oder anatomisch reduziert designed und aus einem CAD/CAM Block durch eine Schleifeinheit subtraktiv geformt.

Der Überlegenheit in den ästhetischen Eigenschaften der Glaskeramiken, stehen die vergleichsweise „besseren“ mechanischen Eigenschaften der Oxidkeramiken gegenüber. So ergeben sich materialspezifische Indikationen, die entweder zu Einbußen bei der Langzeitfestigkeit oder der Ästhetik führen können [18, 40, 43, 68].

1.2.1 Yttrium-stabilisiertes Zirkonoxid (ZrO_2)

Weißer/ weißliche Oxidkeramiken wurden bis zum Jahr 2010 eingesetzt als Gerüstmaterialien zum Ersatz des herkömmlichen Metallgerüsts (s. auch Kap. 1.1). Nach Aluminiumoxid positionierte sich das schrittweise verbesserte Zirkoniumdioxid (ZrO_2) als das Material der Wahl. Hohen Festigkeitswerten (in der Regel über 1000 MPa Biegefestigkeit) stand bisher jedoch eine klinisch nicht akzeptable Optik („Dead White“) zum Einsatz als monolithische (also unverblendete) Einzelzahnrestorationen gegenüber. Die gängige Praxis bestand und besteht, analog zur klassischen Metallkeramik, in der Anfertigung eines anatomisch reduzierten ZrO_2 Gerüsts mit anschließender Verblendung durch eine Feldspatkeramik oder Überpressen mit einer Glaskeramik [43, 67, 68]. Dabei besteht durch die Schwachstelle des Verbunds zwischen Verblend- und Gerüstmaterial ein Risiko für den Langzeiterfolg der prothetischen Versorgung durch Abplatzen von silikatkeramischer Verblendmasse [27, 33, 67]

Modifikationen des Zirkonoxids mittels Yttrium-Zumengung erlaubten - unter dem Grundprinzip der Umwandlungsverstärkung – transparente und zahnfarbene Ergebnisse [78]. Seither sind monolithische Restaurationen aus ZrO_2 (Kronen und dreigliedrige Brücken) im Praxisalltag möglich und praktikabel [19]; deren Indikation beschränkt sich allerdings, auf Grund der limitierten ästhetischen Individualisierungs- und Angleichungsmöglichkeiten an bestehende Restaurationen, eher auf das Seitenzahnggebiet [37]. Dabei ist gemessen am Abrasionsverhalten von Mikrorauigkeiten dieses deutlich

„härteren“ Material, mittlerweile durch Studien belegt, dass monolithische Kronen aus ZrO_2 zu keiner signifikant erhöhten Abrasion natürlicher Antagonisten führen [73, 74].

Nicht vollständig geklärt ist die Bedeutung von monolithischen ZrO_2 Restaurationen bei Patienten, die zu Bruxismus neigen oder myofunktionelle Beschwerden haben. Hier scheint allerdings ein Zusammenhang zwischen dem Einsatz von monolithischen Kronen aus ZrO_2 und gesteigerter nächtlicher Muskelaktivität zu bestehen [66]. Daher ist die Indikation bei entsprechenden Risikopatienten sehr eng zu stellen.

1.2.2 Lithiumdisilikat (LDS)

Hinsichtlich der klinischen Performanz von Vollkeramiken, basierend auf Langzeitstudien, gilt nach wie vor Lithium-Disilikat als Goldstandard für monolithische Restaurationen in Front- und Seitenzahnbereich wie auch zur gesamten Rehabilitation [32, 39, 79].

Lithium-Disilikat wird zur Verarbeitung im Dentallabor als Presskeramik und CAD/CAM Block angeboten. Erfolgt die Verarbeitung mittels CAD/CAM, ist ein Kristallisationsbrand obligatorisch um zum einen die erforderliche Festigkeit als auch die gewünschte Ästhetik zu erreichen. (siehe 1.3.2 Seite 14)

Lithium-Disilikat-Keramiken sind bereits seit Ende der 1990er Jahre am Markt etabliert und weitreichend in-vitro sowie in-vivo untersucht worden. Durch die damalige Entwicklung der Lithium-Disilikat-Keramiken durch die Firma Ivoclar-Vivadent (IPS Empress[®] System – später: IPS e.max[®]) und der damals patentrechtlich geschützten Zusammensetzung, waren konkurrierende Hersteller zu alternativen Materialentwicklungen gezwungen um die Nachfrage nach einer ästhetisch und mechanisch optimierten Vollkeramik zu bedienen.

1.2.3 Zirkon-infiltriertes Lithiumsilikat (ZLS)

Das Resultat dieser Entwicklung ist die mittlerweile auf dem Markt erhältliche Zirkoniumdioxid-verstärkte Lithiumsilikatkeramik (ZLS). Bei diesem Material handelt es sich um eine gemeinsame Entwicklung der DeguDent GmbH, der Vita Zahnfabrik und des Fraunhofer-Instituts für Silicatforschung ISC. Die Basis ist eine Glaskeramik welche mit ca. 10% Zirkoniumdioxid angereichert wurde, um die Vorteile beider Keramiken zu kombinieren und dadurch hochfeste und ästhetische Einzelzahnrestorationen ermöglichen.

Die Firma Dentsply Sirona (vormals: DeguDent, Hanau, Deutschland) vertreibt diese ZLS-Keramik unter dem Handelsnamen Celtra[®] Duo, Celtra[®] Press sowie Celtra[®] CAD-FC und die Vita Zahnfabrik (Bad Säckingen) als Vita Suprinity[®]. Als Neuentwicklung seit 2015 auf dem Markt erhältlich, sind diese ZLS trotz erster Daten in der Literatur noch nicht hinreichend unabhängig und wissenschaftlich zu Verarbeitungsverhalten im Labor und im klinischen Einsatz untersucht worden [1, 5, 25, 48, 49, 57-59, 61, 63, 65, 72, 76, 81].

Die Hersteller der ZLS werben mit einer „außergewöhnlichen Ästhetik und herausragender Festigkeit“ bei „minimiertem Zeitaufwand und maximierter Bruchfestigkeit“ [13]. Im Falle von Celtra[®] Duo und CAD-FC muss hervorgehoben werden, dass es dem Anwender freigestellt ist, ob die CAD/CAM gefertigte Restauration:

- 1) nur poliert,
- 2) zur Festigkeitssteigerung einem Vergütungs- und Glanzbrand, und
- 3) zusätzlich zu Punkt 2 - noch weiteren Glanz- und Farbbränden zugeführt wird.

Diese Auswahl soll marktstrategisch eine chair-side Fertigung in der Zahnarztpraxis ermöglichen, was beim Konkurrenz-Produkt e.max press durch die Vorkristalline Stufe (violett) nicht möglich ist. Allerdings gehen diese Stufen mit unterschiedlichen Endfestigkeiten einher, die der Hersteller wie in Abbildung 1 angibt.



Abbildung 1: Biegefestigkeit von Celtra Duo ohne (nur poliert) und mit erfolgter Brandführung (gebrannt bei 820°C), Quelle/ Bildnachweis: Herstellerinformation Celtra Duo® [13]

Hier ist, laut Hersteller, durch den optionalen Festigkeitsbrand eine Steigerung von ursprünglich 210 MPa (nur poliert) auf 370 MPa (gebrannt bei 820°C) möglich. Für die optionalen Brände gibt der Hersteller in seinem Leitfaden konkrete Angaben [12] (s. Kapitel 1.3.3 auf Seite 14 1.3.3). Diese erweiterten Verarbeitungsmöglichkeiten erhöhen zwar die Freiheit des Anwenders, könnten dadurch aber zusätzliche potenzielle Fehlerquellen bei der Verarbeitung im zahntechnischen Labor darstellen (siehe 1.3.1 auf Seite 13).

1.3 Problemanalyse bei der Verarbeitung von ZLS-Keramik

Diese neu entwickelten ZLS werden in einem vom Hersteller definierten Temperaturbereich 770 - 820°C kristallisiert bzw. glasiert [12]. Um diesen Temperatur-Bereich zu gewährleisten, muss der verwendete Keramikofen eine verlässliche Temperaturführung liefern.

Hier konnten Studien in der Vergangenheit bereits darlegen, dass zum einen die Temperaturregelmechanik von einigen Dentalkeramiköfen zu „unpräzise und träge“ reagiert und zum anderen die angezeigten Temperaturen auf dem Ofendisplay häufig nicht der realen Temperaturen in der Brennkammer bzw. am Brenngut entsprechen [29, 46].

Daher ist eine regelmäßige Kalibrierung des Dentalkeramikofens obligatorisch, um ein verlässliches Brennergebnis zu erhalten. Dazu hat das Deutsche Institut für Normung ein standardisiertes Prüfverfahren entwickelt um einen Brennofen mittels Brenngradbestimmung zu kalibrieren [16]. Um die verschiedenen Einflussfaktoren zu berücksichtigen, wurde eine Temperaturschwankung von +15 °C bei nicht kalibrierten Keramiköfen oder einem Übersteuern des Ofens während der Aufheizphase als realistischer und praxisnaher Wert angenommen .

1.3.1 Keramikbrand im zahntechnischen Ofen

Der Brennvorgang einer Dentalkeramik erfolgt in einem speziellen Dentalkeramikofen, welcher die Möglichkeit bietet, alle relevanten und vom Hersteller angewiesenen Brennparameter zu verändern. Die Änderungen im Brennprogramm können dann gespeichert werden, um diese aus der Programmliste für spätere Brände unterschiedlicher Keramiken wieder auszuwählen. Die Einstellbarkeit aller Brennparameter ist dabei also dem ausführenden Zahntechniker überlassen. Es kann zum einen die Brenntemperatur und Haltezeit, sowie die entsprechende Aufheiz-/Abkühlrate verändert werden. Da Dentalkeramiken hersteller- und materialspezifisch in unterschiedlichen Temperaturbereichen kristallisiert werden, liegt hier ein gesteigertes Risikopotential für die Endqualität des Brennergebnisses vor [30, 41, 77].

Der Brennofen hat als Fehlerquelle im zahntechnischen Labor eine besondere Bedeutung, da durch Manipulation der Brennparameter durch den Anwender eine direkte Einflussnahme auf das Brennergebnis möglich ist. Es gilt als

gängige Praxis die Endtemperatur oder Haltezeit, je nach gewünschtem optischem Ergebnis, entsprechend anzupassen. Nicht nur das unmittelbar ersichtliche Resultat nach dem Brennvorgang spielt dabei eine Rolle. Es ist durch zahlreiche Untersuchungen bereits belegt, dass durch Manipulation eben dieser o.g. Parameter auch ein Zusammenhang hinsichtlich der Langzeitüberlebensrate der hergestellten Restaurationen besteht [41].

Dabei spielt es eine Rolle, in welcher Hinsicht die Brennparameter geändert werden. Neben der Brenntemperatur hat vor allem die Haltezeit einen Einfluss auf das Brennergebnis [3]. So haben Studien sowohl bei Feldspatkeramiken als auch bei hochfesten Glaskeramiken eine Beeinflussung der Farbwirkung, Kantengeometrie und Festigkeit belegt [3, 4, 41].

1.3.2 Brandführung für LDS-Keramik

Die Brandführung der LDS-Keramik findet bei einer Zieltemperatur von 840°C statt. Bei dem hier verwendeten IPS e.max® CAD ist der Kristallisationsbrand obligatorisch. Im ungebrannten Zustand ist die Restauration violett und wird erst durch die Brandführung zahnfarben [35]. Dabei handelt es sich laut Produktbroschüre um einen „Kombinationsbrand“ aus Kristallisations- und Glanzbrand, weshalb die Brandführung zweistufig bei 820°C (Kristallisation) und 840°C (Glanz) stattfindet. Vor dem Brennvorgang erfolgt die optionale Charakterisierung und Glasur durch Malfarben [35].

Die detaillierte Auflistung der Brennparameter des Dentalkeramikofens ist auf Seite 30 in Tabelle 3 dargestellt.

1.3.3 Brandführung für ZLS-Keramik

Die Brandführung der ZLS-Keramik erfolgt bis zu einer Zieltemperatur von 820°C. Der Hersteller gibt klare Vorgaben zur Aufheizrate und Haltezeit, welche in Tabelle 3 auf Seite 30 dargestellt sind. Eventuelle Korrektur- oder Charakterisierungsbrände sollen bei 770°C erfolgen. Der Hersteller weist in

seiner Produktbroschüre auf die Problematik unterschiedlicher Leistungen und Softwareprogrammierung der Ofenhersteller hin. In keinem Fall dürfe die „finale Brenntemperatur von 820°C (auch im Rahmen von Aufheizschwankungen) überschritten werden“ [12].

Eigene Beobachtungen in Zahntechnik und klinischer Routine lieferten Anhalt dazu, dass sich möglicherweise irreguläre Temperaturschwankungen beim Brennen erheblich auf Farbe und Frakturanfälligkeit der Restaurationen auswirken.

Deshalb soll in dieser Studie der Einfluss von Temperaturschwankungen, im Sinne einer zu „hohen Endtemperatur“ (über 820°C), auf die mechanischen und optischen Eigenschaften der ZLS Keramik untersucht werden.

1.4 Ziel, Forschungsfragen und Hypothesen der Studie:

1.4.1 Ziel der Studie

Die vorliegende Untersuchung soll Aussagen über die Auswirkung von Temperaturschwankungen auf die Werkstoffeigenschaften von ZLS am Beispiel von Celtra Duo® (DeguDent GmbH, Hanau) bei den Brennvorgängen aufklären und mit Goldstandard Lithiumdisilikat (IPS e.max CAD® Ivoclar Vivadent, Schaan, Fürstentum Liechtenstein) in Standardherstellung vergleichen.

Aus den Ergebnissen soll die praktische Relevanz der Brennführung im zahntechnischen Labor abgeleitet werden.

Dazu werden folgende Forschungsfragen und Hypothesen aufgestellt:

1.4.2 Forschungsfragen und Hypothesen

Führen kontrollierte Temperaturschwankung von +15°C in einer oder beiden Brennstufen bei ZLS zu

- Veränderung des Volumens?
- Veränderungen der Farbe und Transparenz?
- Veränderungen der Biegefestigkeit?

Es werden für die Prüfung folgende Nullhypothesen formuliert:

Hypothese 1:

Das Brennen unter Standardbedingungen hat keinen Einfluss auf Volumen, Farbe und Transparenz von ZLS und LDS.

Hypothese 2:

Das Brennen mit erhöhter Temperatur in einer oder beiden Bränden hat keinen Einfluss auf Volumen, Farbe/ Transparenz sowie Biegefestigkeit von ZLS im Vergleich zu Standardbedingungen.

Hypothese 3:

ZLS und LDS erreichen mit einem Toleranzbereich von 25% unter Standardbedingungen des Brandes im Drei-Punkt-Biegeversuch die vom Hersteller angegebenen Biegefestigkeiten.

2 Material und Methoden

2.1 Überblick zur Versuchsdurchführung

Aus Celtra Duo® Blöcken der Zahnfarbe A3 LT wurden in Anlehnung an die DIN ISO 6872 [15] Prüfkörper mit definiertem Maß (17mm x 4mm x 1mm) mit Hilfe eines Standarddatensatzes (CAD) und einer Cerec MCXL (Fa. Sirona Bensheim, Deutschland) CAM geschliffen (s. Kapitel 2.2).

Alle verwendeten Blöcke des ZLS Materials stammten aus der gleichen Charge des Herstellers (LOT 18020580).

Es wurden fünf Celtra Duo® Prüfgruppen (Poliert, Normbrand, B1+B2-; B1-B2+ und B1+B2+) definiert (s. Tabelle 1). Für jede Prüfgruppe wurden 30 Prüfkörper standardisiert angefertigt und mit den Interventionen der Prüfgruppe behandelt. In einer sechsten Prüfgruppe „e.max“ wurden 30 IPS e.max CAD® Prüfkörper als Kontrollgruppe in derselben CAM Einheit angefertigt.

Es lagen demnach insgesamt 180 Prüfkörper vor (150 Celtra Duo® Prüfkörper und 30 IPS e.max CAD® Prüfkörper)

Zur Kontrolle der Brenntemperatur, wurde in einem modifizierten Dentalkeramik-Brennofen (Austromat 624, DEKEMA), die Kammertemperatur mittels Thermoelementen (K-Typ) im Verlauf des gesamten Brennvorganges gemessen (K204 Datalogger, VOLTCRAFT) und aufgezeichnet (s. Kap. 2.5).

Alle Prüfkörper wurden hinsichtlich ihrer geometrischen (s. Kap. 2.7), optischen (s. Kap. 2.6) und mechanischen Eigenschaften (s. Kap. 2.8) untersucht und statistisch ausgewertet (s. Kap. 2.10)

Tabelle 1: Übersicht zur Untersuchung: Erste Spalte führt die Untersuchungsgruppen und deren Kurzbezeichnung in Klammern[]; die Interventionen der jeweiligen Gruppe zeigt Spalte 2 gefolgt von den Messungen (X=durchgeführt sowie davor notiert wie häufig) und Anzahl dieser (Anzahl Probekörper).

Gruppenname: Material, Experiment	Verarbeitungszyklus der Probe	Farbe	Geometrie	Biegefestigkeit
[Poliert]: ZLS, standardisierte Politur	CAD/CAM geschliffen → Politur	1X (N=30)	1X (N=30)	1X (N=30)
[Normbrand]: ZLS, 2 Brände gem. Herstellerangaben	CAD/CAM geschliffen und Politur → Festigungsbrand (gem. Hersteller) → Glanzbrand (gem. Hersteller)	2X (N=30)	2X (N=30)	1X (N=30)
[B1+B2-] : ZLS, Erster Brand 15°C übersteuert, zweiter Brand gem. Herstellerangaben	CAD/CAM geschliffen und Politur → Festigungsbrand (+15 °C) → Glanzbrand (gem. Hersteller)	2X (N=30)	2X (N=30)	1X (N=30)
[B1-B2+]: ZLS, Erster Brand gem. Herstellerangaben, zweiter Brand 15°C übersteuert	CAD/CAM geschliffen und Politur → Festigungsbrand (gem. Hersteller) + Glanzbrand 2 (+15 °C)	2X (N=30)	2X (N=30)	1X (N=30)
[B1+B2+]: ZLS, Beide Brände 15°C übersteuert	CAD/CAM geschliffen und Politur → Festigungsbrand (+15 °C) Glanzbrand (+15 °C)	2X (N=30)	2X (N=30)	1X (N=30)
[e.max]: LDS, IPS e.max CAD gem. Herstellerangaben verarbeitet	CAD/CAM geschliffen und Politur → Kristallisationsbrand (gem. Hersteller)	0X (N=30)	0X (N=30)	1X (N=30)

2.2 Prüfkörperherstellung und Nachverfolgung

In Anlehnung an die DIN ISO 6872 [15] wurden mit Hilfe der Cerec MCXL (Fa. Sirona Bensheim, Deutschland) Prüfkörper mit fest definiertem Maß (s. Kap. 2.1) geschliffen und deren Position im jeweiligen Block (Rohling) sowie der Zustand der Schleifer bei der Herstellung rückverfolgbar dokumentiert.

2.2.1 Anfertigung der Prüfkörper aus einem CAD Datensatz mittels CAM.

Aus einem Keramikblock (s. **Abbildung 2**) konnten somit 5 Prüfkörper (s. **Abbildung 4**) hergestellt werden.

Es wurden zum einen Celtra Duo Blöcke LT A3 (LOT 18020580) gefräst, zum anderen als Referenz IPS e.max CAD LT A3 (LOT T25245) der Firma Ivoclar Vivadent (Schaan, Fürstentum Liechtenstein).

Die verwendeten Schleifer der MCXL Schleifeinheit, Step Bur 12S (Artikelnummer: E12754) und Pointed Bur 12S (Artikelnummer: E73383), wurden nach jeweils 10 Keramikblöcken gegen ein neues Set ausgetauscht. Die verwendeten Schleifer wurden zur weiteren Analyse aufbewahrt, um ggf. später Zusammenhänge mit deren finalen Güte aufklären zu können.



Abbildung 2: Celtra Duo Block – unbeschliffen

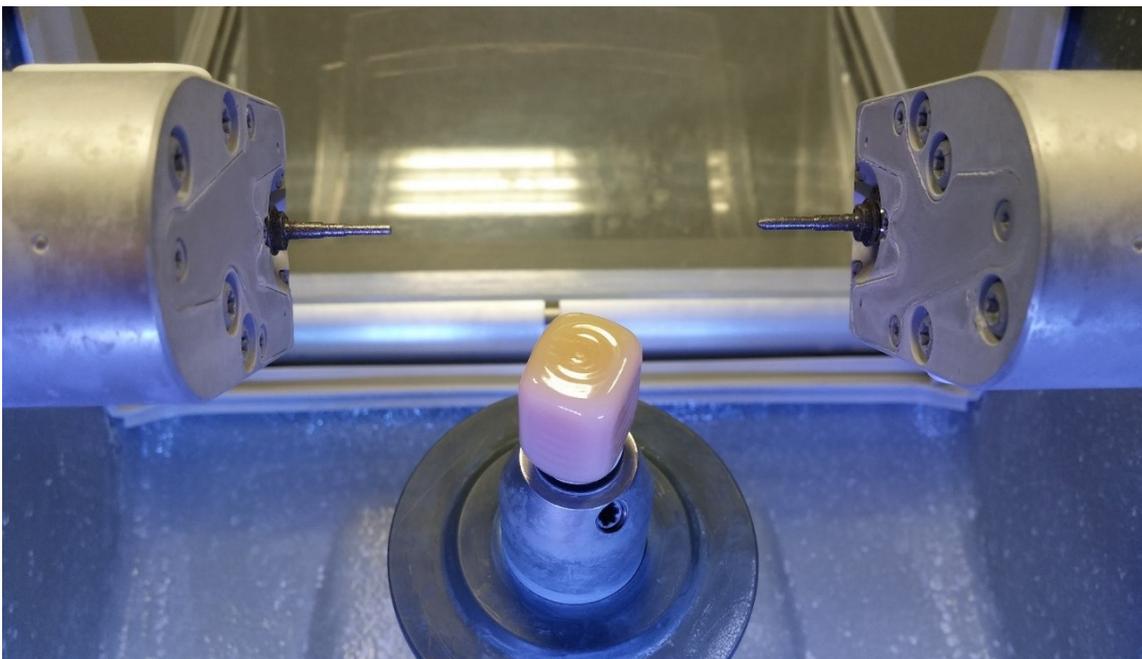


Abbildung 3: Celtra Duo Block in Cerec MCXL Schleifeinheit - unbeschliffen



Abbildung 4: Celtra Duo Block - unmittelbar nach dem Fräsvorgang. Es stehen fünf Prüfkörper aus jedem Block zur Verfügung, die vom Sockel abgetrennt werden.

Die fünf Prüfkörper wurden mit einer automatisierten Präzisionskreissäge Accutom (Fa. Struers, Willich, Deutschland) vom Schleifblock abgetrennt.

Die abgetrennten Prüfkörper wurden per Hand an den Sägekanten entgratet (s. **Abbildung 6**). Dies erfolgte an einer rotierenden Poliermaschine des Typs Metaserv Motopol 12 (Fa. Buehler, Esslingen am Neckar, Deutschland).

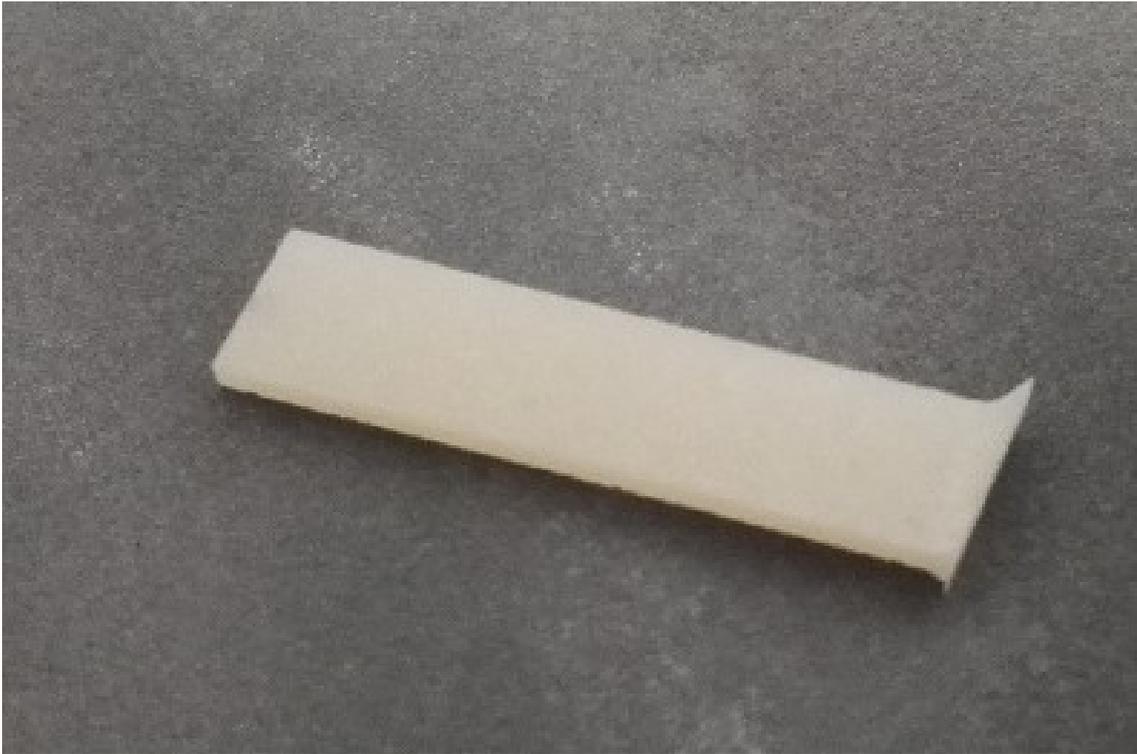


Abbildung 5: Celtra Duo Prüfkörper mit sichtbarer Bruchfahne an der Verbindungsstelle zum Sockel. Derartige Abbrüche ereigneten sich in der Regel in der Endphase des Sägevorgangs. Eine Begradigung erfolgte durch manuelle Politur / Schleifen an der Polierscheibe (s. Abbildung 6).

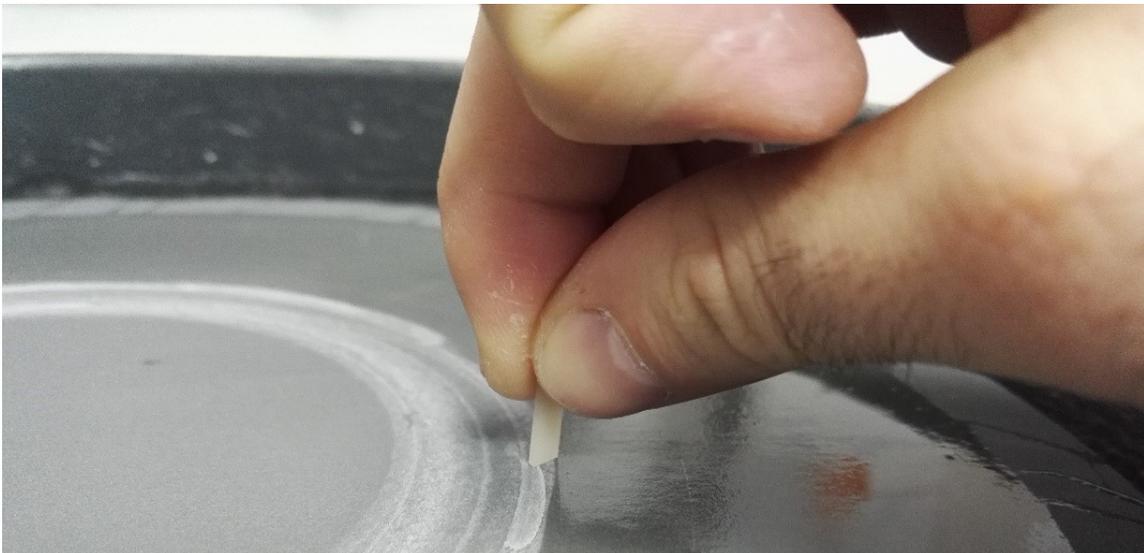


Abbildung 6: Entgratung eines Prüfkörpers per Hand auf einer rotierenden Polierscheibe unter Wasserkühlung (Metaserv Motopol 12).

Um ein gleichbleibendes Ergebnis zu erzielen, wurde dieser Vorgang stets von der gleichen Person und unter gleichbleibender Krafteinwirkung ausgeführt.

Anschließend wurden alle Prüfkörper auf ihrer flachen Ober- und Unterseite gem. Herstellerempfehlung durch eine Glanzpolitur vergütet.

2.2.2 Rückverfolgbarkeit der Prüfkörper

Die Prüfkörper wurden auf die Prüfgruppen verteilt und zum Zwecke der Nachverfolgbarkeit wie in Tabelle 2 zugeordnet, beschriftet. Diese Beschriftung gibt Aufschluss über die Zuordnung der Prüfkörper zur jeweiligen Prüfgruppe. Zusätzlich erschließt sich das „Alter“ des verwendeten Fräserpaares der Cerec MCXL-Schleifeinheit.

Material & Methoden

Tabelle 2: Verteilung der Prüfkörper auf die Prüfgruppen. Die Bezeichnung "Px" beschreibt jeweils die Position des Prüfkörpers innerhalb des CAD/CAM Blocks. Jede Prüfgruppe hat demzufolge 30 Prüfkörper: dabei sind jeweils 6 aus jeder Position (P1-P5) aus jedem Block (B) gleich verteilt und das verwendete Schleiferpaar maximal 10 Schleifgänge alt.

Prüfgruppe	Block 1	Block 2	Block 3	Block 4	Block 5	Block 6	Block 7	Block 8	Block 9	Block 10	Fräseset
Poliert	P1	P5	P4	P3	P2	P1	P5	P4	P3	P2	1
B1-/B2-	P2	P1	P5	P4	P3	P2	P1	P5	P4	P3	1
B1+	P3	P2	P1	P5	P4	P3	P2	P1	P5	P4	1
B2+	P4	P3	P2	P1	P5	P4	P3	P2	P1	P5	1
B1+/B2+	P5	P4	P3	P2	P1	P5	P4	P3	P2	P1	1
	Block 11	Block 12	Block 13	Block 14	Block 15	Block 16	Block 17	Block 18	Block 19	Block 20	
Poliert	P1	P5	P4	P3	P2	P1	P5	P4	P3	P2	2
B1-/B2-	P2	P1	P5	P4	P3	P2	P1	P5	P4	P3	2
B1+	P3	P2	P1	P5	P4	P3	P2	P1	P5	P4	2
B2+	P4	P3	P2	P1	P5	P4	P3	P2	P1	P5	2
B1+/B2+	P5	P4	P3	P2	P1	P5	P4	P3	P2	P1	2
	Block 21	Block 22	Block 23	Block 24	Block 25	Block 26	Block 27	Block 28	Block 29	Block 30	
Poliert	P1	P5	P4	P3	P2	P1	P5	P4	P3	P2	3
B1-/B2-	P2	P1	P5	P4	P3	P2	P1	P5	P4	P3	3
B1+	P3	P2	P1	P5	P4	P3	P2	P1	P5	P4	3
B2+	P4	P3	P2	P1	P5	P4	P3	P2	P1	P5	3
B1+/B2+	P5	P4	P3	P2	P1	P5	P4	P3	P2	P1	3

Da die Prüfkörper im weiteren Untersuchungsverlauf einem Drei-Punkt-Biegeversuch unterzogen wurden, musste auch danach eine einwandfreie Zuordnung der Fragmente gewährleistet sein. Deshalb erhielten die Prüfkörper fortwährend (nach Politur, nach Farbmessung, nach Brand etc.) jeweils an ihren Enden per Hand eine Notation auf der Vorderseite die den Block (B1-B30) und auf der Rückseite die Position (P1-P5) angibt. Somit war ein Vertauschen während der Prüfungen/ Bearbeitungen sowie nach Fraktur vermieden worden.

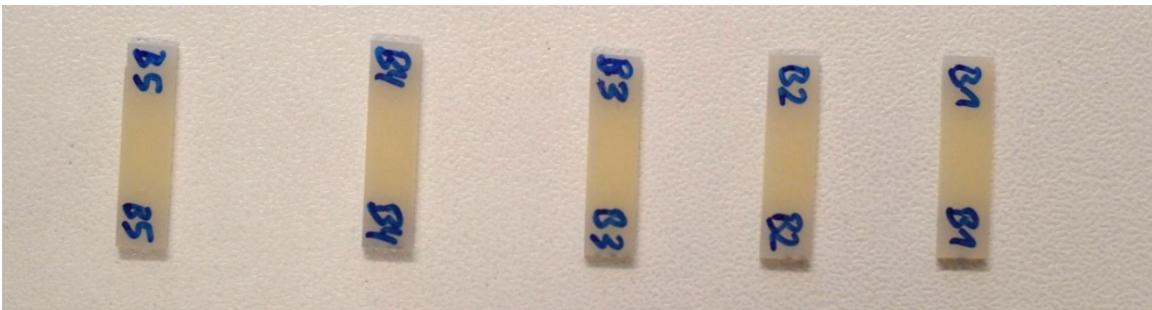


Abbildung 7: Beschriftung der Prüfkörper (aus Block 1 bis 5) zur einwandfreien Zuordnung nach erfolgtem Bruchversuch. Auf der Rückseite wurde die Position aus dem Block (P1-P5) notiert.

2.3 Brennofen: Kalibrierung und Aufzeichnung der Temperaturführung

Um die Temperaturentwicklung zu beobachten und die relevanten Brennparameter erfassen zu können, wurden in der Brennkammer vier Thermoelemente (K-Typ) angebracht. Die Platzierung der Sonden erfolgte in Anlehnung an die DIN Norm 13905-2 an drei Stellen in der Brennkammer (s. **Abbildung 8**). Ein Thermoelement (T2, s. **Abbildung 10**) wurde direkt unter dem Prüfkörper, auf dem Niveau des Brennkammerbodens montiert, um die Temperaturentwicklung direkt am Prüfkörper aufzeichnen zu können.

Während des gesamten Brennvorgangs wurde mit einem VOLTcraft K204 Datalogger (Fa. Conrad Electronic SE, Wernberg-Köblitz, Deutschland) das Temperaturprofil aller vier Messsonden (s. T1, T2, T3 und T4 in **Abbildung 10**) aufgezeichnet.

Als Brenngutträger wurde gem. Herstellerangabe Brennwatte (Ref: 53 6590 1205, Fa. DeguDent) verwendet. Pro Durchgang konnten 5 Prüfkörper dem Brennvorgang zugeführt werden.

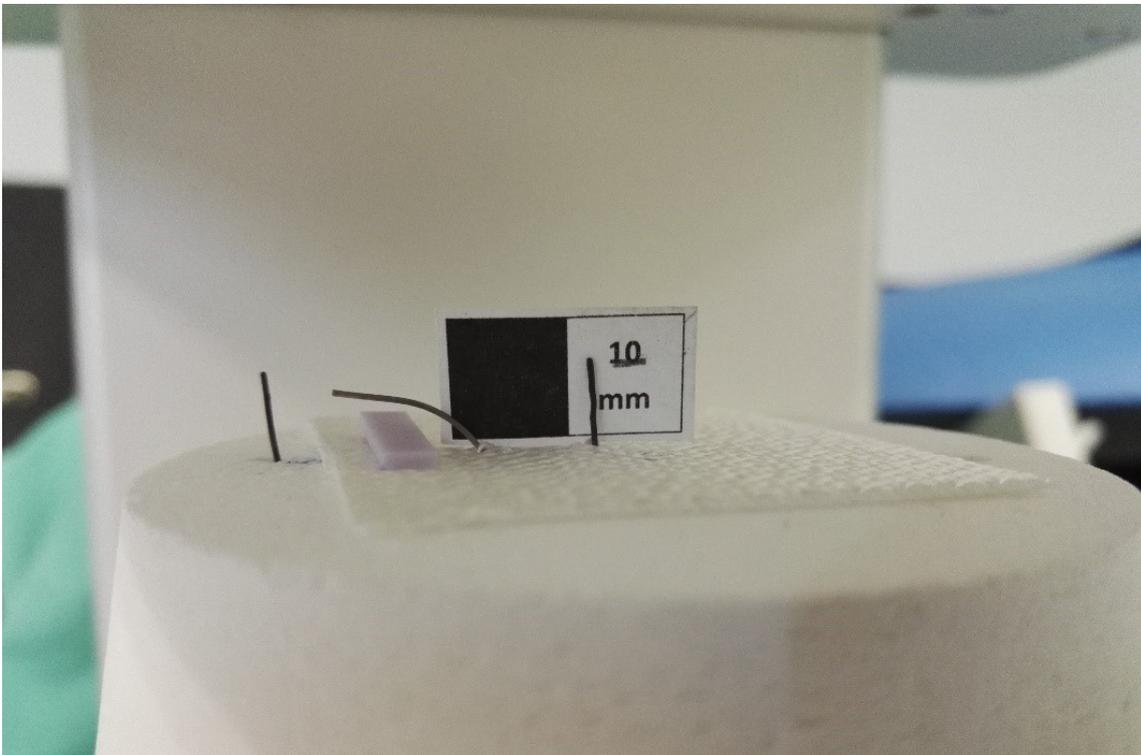


Abbildung 8: Anordnung der Thermoelemente. 4 Thermosonden die an unterschiedlichen Stellen die Temperatur in der Brennkammer messen. Hier beispielhaft mit einem Prüfkörper e.max CAD® auf Brennvlies.

Die Kalibrierung des Brennofens (Austromat 624 DEKEMA) erfolgte gemäß den Herstelleranweisungen durch eine Silberprobe. Hierbei wird die Feinabstimmung der Temperaturführung mit einem Teststäbchen aus Silber durchgeführt. Es wurden mehrere Kalibrierungsbrände durchgeführt und die

Temperaturführung entsprechend korrigiert. Dabei wurden die einzelnen Silberstäbchen nach dem Brand optisch bewertet und mit dem gewünschten Ergebnis verglichen (Abbildung 9). Anschließend erfolgte, nach den Anweisungen in der Betriebsanleitung des Brennofens (Austromat 624 DEKEMA), die Anpassung der Brenntemperatur in den Einstellungen der Ofensoftware.

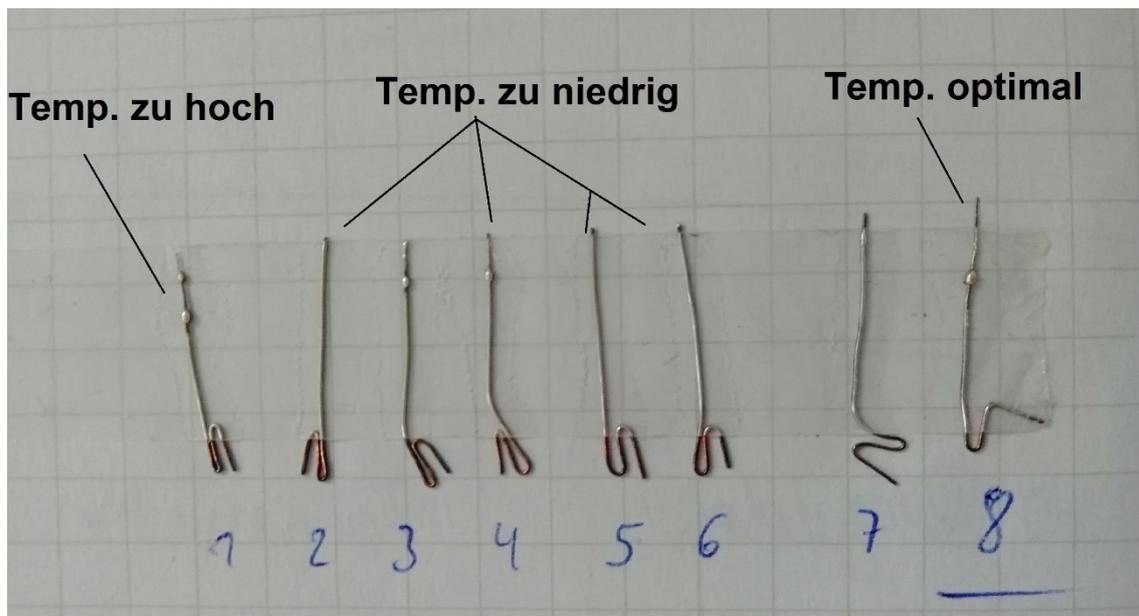


Abbildung 9: Aufreihung der durchgeführten Silberproben 1-8. Probe 1 zeigt eine zu hohe Ofentemperatur (2 Schmelztropfen), die Proben 2, 5 und 6 eine zu niedrige Temperatur (Schmelztropfen nur an der Spitze). Die Probe 8 zeigt das Silberstäbchen bei optimaler Temperaturkalibrierung (1 Schmelztropfen ca. 5 mm von der Spitze entfernt).

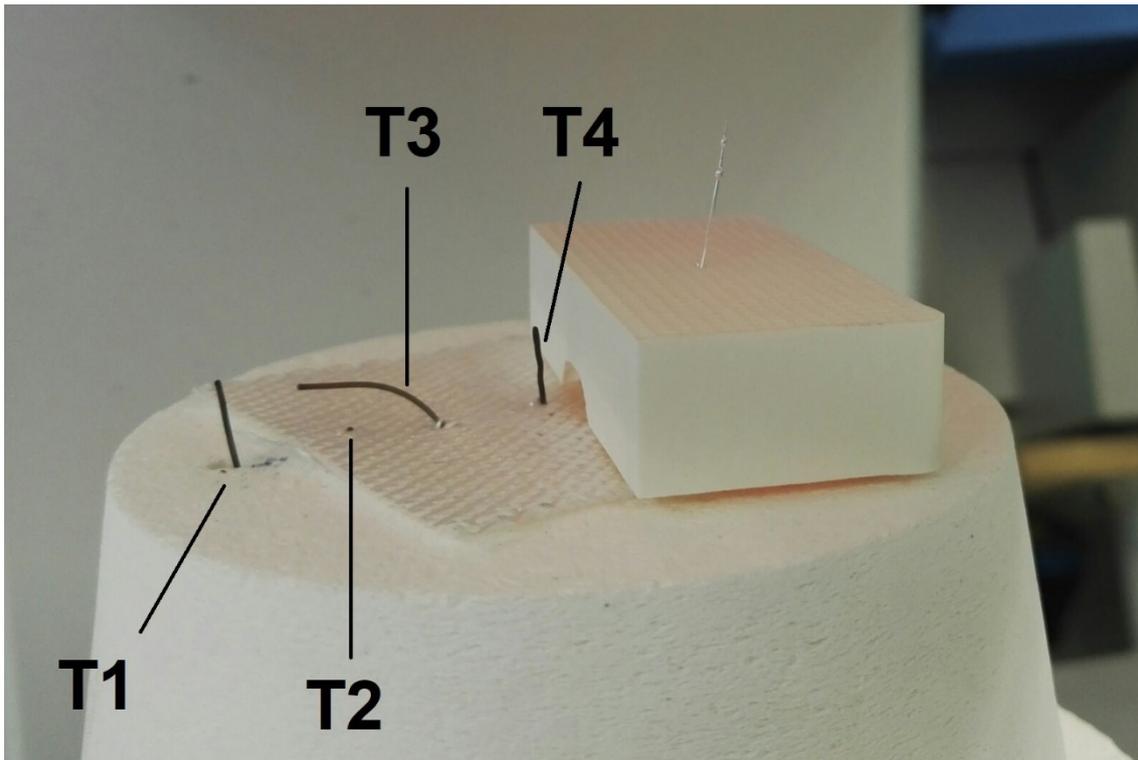


Abbildung 10: Anordnung und Bezeichnung der vier Thermoelemente und Kalibrierung des Brennofens mit Silberprobe. Diese wird mit einem Silberstäbchen durchgeführt, welches nach dem Brennvorgang bewertet wird hinsichtlich der Oberfläche und der Position geschmolzener Anteile des Stäbchens (s.a. Abbildung 9).

2.4 Programmierung des Ofens für die Brennxperimente

2.4.1 Brennprogramme für ZLS (Celtra Duo)

Zur Durchführung der Brennvorgänge im Brennofen (Austromat 624 DEKEMA) wurden vier Brennprogramme definiert und eingespeichert. Dabei stimmten die Parameter mit den Norm-Programmen laut Datenblatt [12] des Herstellers überein. Hierbei handelt es sich um die beiden optionalen Brände, zur Steigerung der Festigkeit (ZLS B1-) sowie für das nachträgliche optionale Aufbrennen von Korrektur- oder Glanzmassen (ZLS B2-), welche vom Hersteller empfohlen werden.

Der erste Brand, hier als „ZLS B1-“ bezeichnet, wird bei einer maximalen Brenntemperatur von 820 Grad Celsius durchgeführt. Der zweite Brand, bezeichnet als „ZLS B2-“, bei einer Brenntemperatur von 770 Grad Celsius.

Es fand eine Erhöhung der jeweiligen maximalen Brenntemperatur um 15 Grad Celsius statt (siehe 1.3.1 auf Seite 13). Im Falle des Brennprogramms „ZLS B1+“ auf 835 Grad Celsius und im Falle des „ZLS B2+“ auf 785 Grad Celsius.

Aus den verschiedenen Brandführungen sind experimentell verschiedene Kombinationen möglich. Bei der Programmabfolge „ZLS B1-“ mit anschließendem „ZLS B2-“ handelt es sich um den vom Hersteller empfohlenen „Normbrand“.

Die experimentell übersteuerten Brandführungen setzen sich zusammen aus der Abfolge „ZLS B1+“ gefolgt von „ZLS B2-“, sowie der Abfolge „ZLS B1-“ mit übersteuertem Brand „ZLS B2+“. Der dritte experimentelle Brand stellt eine Übersteuerung beider Brände dar, beginnend mit „ZLS B1+“ und sich daran anschließend „ZLS B2+“.

Die Brennparameter für die Brandführung sind in Tabelle 3 auf Seite 30 aufgelistet.

Tabelle 3: Übersicht der Brennparameter der einzelnen Brennprogramme. B1- und B2- sowie e.max entsprechen der vom Hersteller empfohlenen Brandführung. B1+ und B2+ sind experimentell „übersteuerte“ Brände in der ZLS Gruppe.
 *Die Brandführung von e.max ist zweistufig: erst auf 820 °C mit 10 Sekunden Haltezeit – danach auf 840 °C mit 3 Minuten Haltezeit unter Vacuum.

Brandführung; Gruppe	Trocknen (min)	Schließen (min)	Vorwärmtemperatur und –zeit (°C; min)	Zieltemperatur(°C)	Steigerung (°C / min)	Haltezeit (min)	Vacuum
ZLS B1-	2:00	7:00	500°C für 2:00	820	55°C / min.	1:30	-
ZLS B2-	2:00	7:00	500°C für 2:00	770	55	1:30	-
ZLS B1+	2:00	7:00	500°C für 2:00	835	55	1:30	-
ZLS B2+	2:00	7:00	500°C für 2:00	785	55	1:30	-
e.max*	-	6:00	403°C	820 840	90 30	0:10 7:00	+

2.4.2 Brennprogramm für LDS (e.max CAD)

Die Brennparameter für den Brennvorgang des LDS e.max CAD sind Tabelle 3 zu entnehmen.

2.5 Probenanordnung beim Brennexperiment und Verlaufskontrolle

Die Anordnung der Prüfkörper auf die fünf Positionen in der Brennkammer wurde in Anlehnung an die DIN Norm 13905-2 gewählt.



Abbildung 11: Anordnung der Prüfkörper auf dem Brennvlies. Die Prüfkörper werden sternförmig und im Uhrzeigersinn angeordnet.

Mit dieser Anordnung konnte bei der Durchführung gewährleistet werden, dass im weiteren Verlauf der Untersuchung, jeder Prüfkörper aus den verschiedenen Prüfgruppen, jede Position in der Kammer bzw. auf der Brennwatte durchläuft.

Während der Durchführung der Brennxperimente wurden über die gesamte Länge des Programmablaufs die Temperaturveränderung in der Brennkammer mit dem K204 Datalogger über die 4 Temperatursonden, wie in **Abbildung 10** auf Seite 28 gezeigt, aufgezeichnet. Exemplarische Temperaturverläufe sind im Ergebnisteil dargestellt (s. 3.1 auf Seite 40).

2.6 Farbmessung der Probekörper

Zur Farbmessung wurde das Farbmessgerät Shadepilot (Typ: 71.3000/SN: DSP2457, DeguDent GmbH, Hanau-Wolfgang) angewendet. Es bietet die Möglichkeit mittels Aufnahme eines digitalen Bildes, Farbwerte eines Prüfkörpers zu erhalten. Konkret handelt es sich um die sog. „L*a*b* Werte“ [14]. L* gibt dabei Auskunft über die Luminanz, a* über die Grün- und Rotanteile und b* Informationen zu den Blau- und Gelbanteilen einer Farbe.

2.6.1 Durchführung der Messung



Abbildung 12: Shadepilot[®], DeguDent GmbH zur Zahnfarbenbestimmung.

Bevor die Farbmessung mit dem Shadeplot begonnen werden kann, ist eine Kalibrierung des Gerätes notwendig. Dies erfolgt durch eine Kalibrierungsmessung an zwei kleinen Farbfeldern am Standfuß des Gerätes. Hierbei wird sowohl ein Weiß- wie auch ein Grünabgleich automatisiert durchgeführt.

Im Nachgang erfolgte die Messung aller Prüfkörper vor- und nach Brandführung jeweils auf einem weißen als auch einem schwarzen Hintergrund. Die L^*a^*b Werte beider Messungen wurden für jeden Prüfkörper notiert. Im Anschluss an die digitale Messung eines Prüfkörpers wurden die L^*a^*b Werte im Unterpunkt „Farbe“ des Shadeplot angezeigt und dokumentiert.

2.6.2 Verrechnung der Messwerte

Der ΔE Wert beschreibt den empfundenen Farbabstand zwischen zwei Farbtönen. Hiermit lässt sich beschreiben ab wann das menschliche Auge fähig ist eine Unterscheidung wahrzunehmen [14]. Durch die Ermittlung von ΔE lässt sich demnach die Summe aller Farbveränderungen des Prüfkörpers darstellen. Dabei ist ebenfalls von Bedeutung, ob ein Schwellenwert überschritten wird damit die Unterscheidung durch das menschliche Auge bemerkbar wäre. Von einer bemerkenswerten Relevanz wird ab einem ΔE Wert im Bereich zwischen 0,5-1,0 und darüber hinaus gesprochen. Tabelle 4 verschafft hier einen Überblick. Da in der Literatur Schwellenwerte zwischen 1,0 und 2,0 zu finden sind, wurde für diese Studie ein ΔE Wert $>1,5$ als Schwellenwert festgelegt [36, 51]. Errechnet wurde der ΔE Wert mit folgender Formel und anhand der vorliegenden $L^*a^*b^*$ Parameter

$$\Delta E = \sqrt{(L_p - L_v)^2 + (a_p - a_v)^2 + (b_p - b_v)^2}$$

Notation: $_p$ = nach Experiment, $_v$ = vor Experiment

Tabelle 4: Bewertung und Gewichtung der Delta E Unterschiede [14]

ΔE	Bewertung
0,0 – 0,5	unmerklicher Unterschied
0,5 – 1,0	für das geübte Auge bemerkbar
1,0 – 2,0	merklicher Unterschied
2,0 – 4,0	deutlicher Unterschied
4,0 – 5,0	nicht tolerierbarer Unterschied
> 5,0	andere Farbe



Abbildung 13: Ermittlung der L*a*b Werte eines Prüfkörpers mittels „ShadePilot“ (Fa. DeguDent)

2.7 Geometrische Messung

Die Länge, Breite und Dicke der Prüfkörper wurde vor und nach Brandführung mit einer digitalen Bügelmessschraube Typ Micromar (Fa. Mahr, Göttingen, Deutschland) vermessen. Die Aufzeichnung der Messdaten erfolgte direkt am PC mittels USB-Verbindung der Bügelmessschraube. Gemessen wurde an jeweils 3 Stellen der Probe und anschließend daraus jeweils der Mittelwert für Dicke, Breite und Länge gebildet. Der Standardfehler der Messung wurde durch eine Reihe von Messwiederholungen auf 0,005 mm berechnet [17] und berücksichtigt die Fehlergrenze ($2\ \mu\text{m}$) sowie Einheitsabweichung ($0,6\ \mu\text{m}$) der Bügelmessschraube mit. So konnten pro Prüfkörper jeweils ein Mittelwert für die Breite, die Dicke und die Länge ermittelt werden, vor und nach Brandführung.

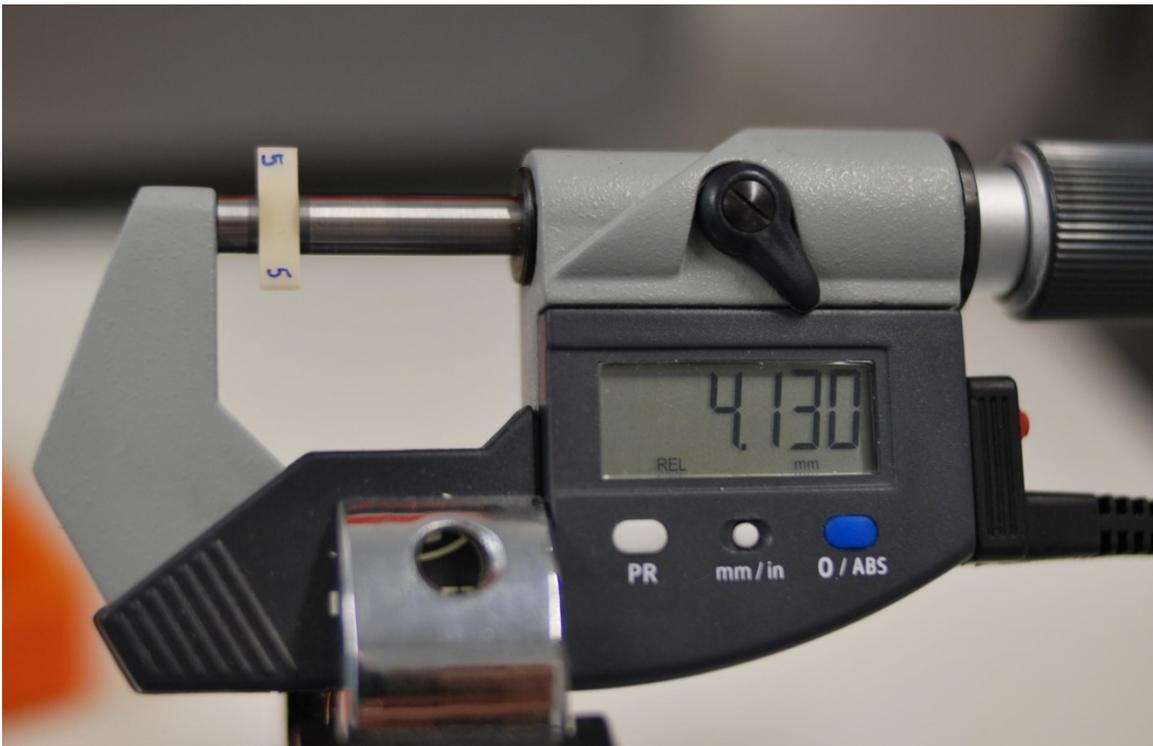


Abbildung 14: Prüfkörpermessung (hier: Breitenmessung) in der digitalen Bügelmessschraube. Die ermittelten Messdaten werden durch Druck auf den Knopf „PR“ direkt per USB an den PC übermittelt und in eine Excel-Tabelle eingetragen

2.8 Mechanische Prüfung

2.8.1 Durchführung des Drei-Punkt-Biegeversuch

Der Drei-Punkt-Biegeversuch nach DIN 6872 stellte die abschließende Untersuchung jeder Prüfgruppe dar.

Die Messung erfolgte mit der Universalprüfmaschine Z010 (Zwick GmbH & Co. KG, Ulm) mit einer Traversengeschwindigkeit von 0,5 mm/min. Der Drei-Punkt-Biegeversuch ermittelt die Kraft bis zum Bruch des Prüfkörpers bei gleichzeitiger Aufzeichnung der Verwindung bzw. Verbiegung desselben.

Die einwandfreie Zuordnung der Fragmente der Prüfkörper war durch die Beschriftung, wie in Kapitel 2.2.2 auf Seite 23 erläutert (Abbildung 7), gewährleistet.

Der Versuchsaufbau ist in **Abbildung 15** dargestellt. Der jeweilige Prüfkörper wird dabei auf zwei Auflagerollen positioniert. Der Auflageabstand betrug im vorliegenden Versuchsaufbau 11mm. Die aufzubringende Kraft wird über einen Stempel in der Mitte der Auflagerollen erzeugt. Hierbei wird der Prüfkörper bis zum Bruch belastet und die gemessene Kraft F_{max} dokumentiert.

2.8.2 Berechnung der Festigkeitswerte aus dem Drei-Punkt-Biegeversuch

Die Biegefestigkeit σ wird anhand der ermittelten Kraftwerte F_{max} in MPa errechnet. Daraus können im Weiteren dann die Mittelwerte und Standardabweichungen der Biegefestigkeit angegeben werden. Nach ISO 6872:2015 wurde folgende Formel zur Berechnung der Biegefestigkeit angewandt:

$$\sigma = \frac{3 Pl}{2 wb^2}$$

P beschreibt dabei die Bruchkraft (N), l die Prüfspannweite (mm), w die Breite (mm) und b die Dicke (mm) des Prüfkörpers.

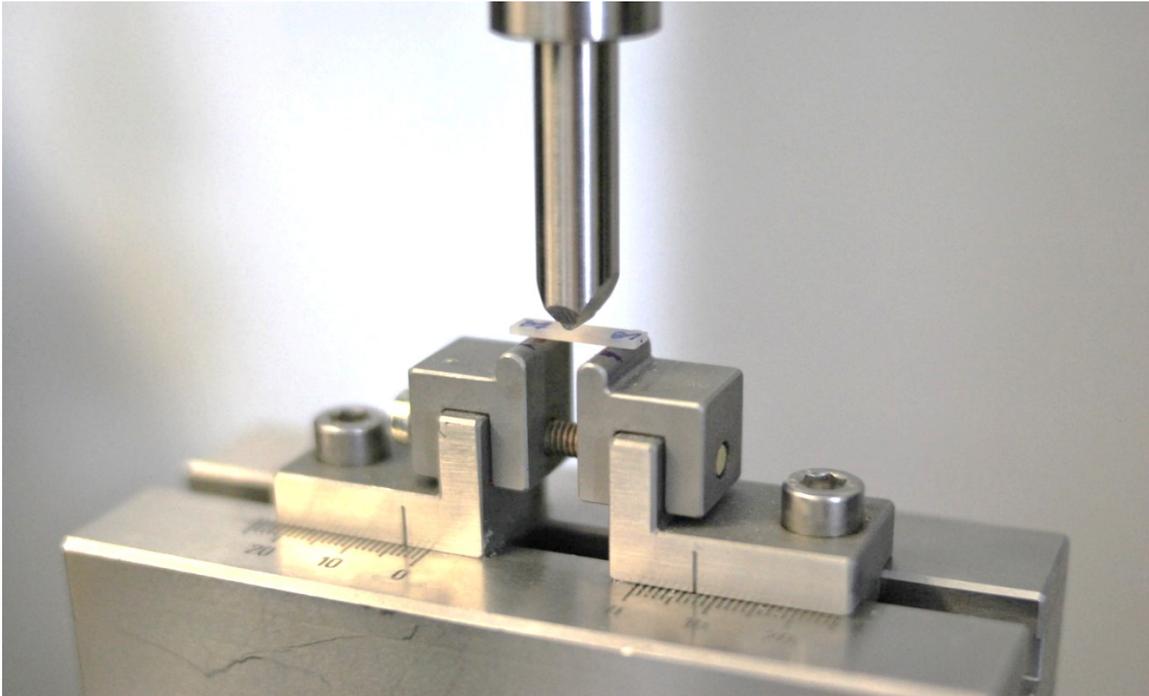


Abbildung 15: *Drei-Punkt-Biegeversuch, Universalprüfmaschine Z010. Ein Prüfkörper befindet sich auf der Auflage.*

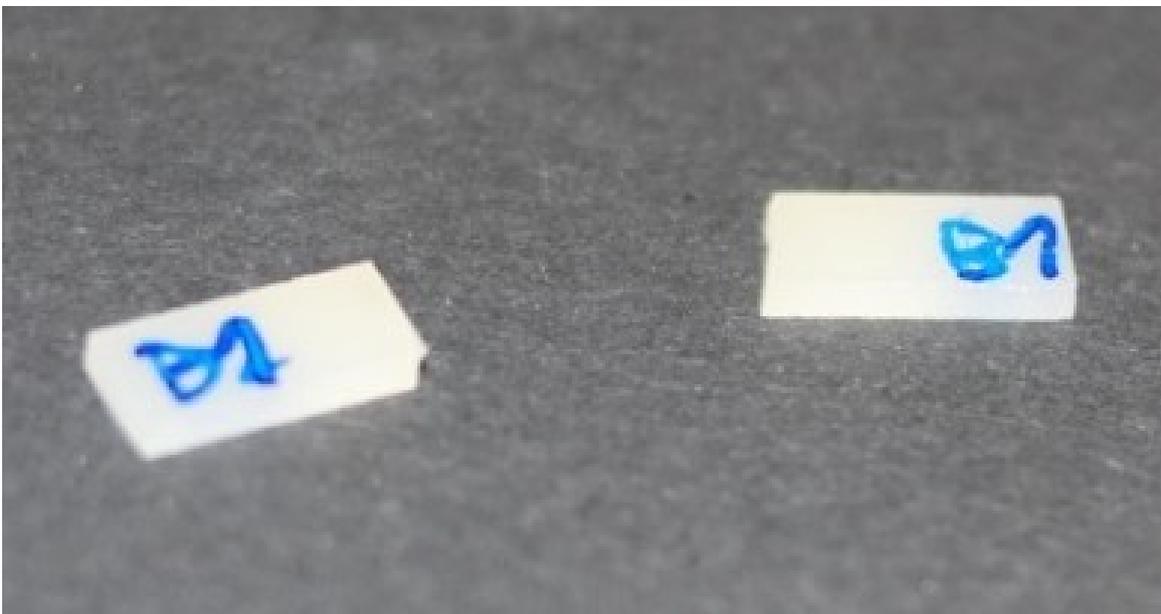


Abbildung 16: *Zerbrochener Prüfkörper und eindeutige Zuordnung durch Beschriftung.*

2.8.3 Weibull-Statistik, Weibullmodul und charakteristische Festigkeit

Da in jeder Prüfgruppe 30 Prüfkörper hergestellt und geprüft wurden, lässt sich in Anlehnung an die EN ISO 6782 eine Weibull-Statistik erstellen. Daraus lässt sich mittels Weibullverteilung die charakteristische Weibullfestigkeit und der Weibullmodul bestimmen [15, 55].

Der Weibullmodul m ist ein Parameter, welcher die Streuung der Festigkeitswerte angibt. Ein kleiner Weibullmodul steht hierbei für eine große Streuung der Daten, ein großer Weibullmodul für eine entsprechend geringe Streuung. Je größer diese Streuung ist, umso inhomogener ist der untersuchte Werkstoff.

Die Charakteristische Weibullfestigkeit σ_0 gibt die Festigkeit an, bei der eine Versagenswahrscheinlichkeit P_f von 63,2 % bei einer bestimmten Belastungskonfiguration besteht.

Die Weibullverteilung veranschaulicht die Streuung der ermittelten Daten in einem kartesischen Koordinatensystem. Die Biegefestigkeit in MPa wird als natürlicher Logarithmus \ln auf der Abszissenachse dargestellt und die Versagenswahrscheinlichkeit P_f als natürlicher Doppellogarithmus $\ln \ln$ auf der Ordinatenachse. Die Steigung der ermittelten Trendlinie y gibt dann den Weibullmodul m an. Um die charakteristische Weibullfestigkeit σ_0 zu errechnen muss die lineare Funktion dieser Trendlinie ($y = mx + b$) gleich null gesetzt und x bestimmt werden. Der x -Wert ist bei $y=0$ der natürliche Logarithmus \ln der charakteristischen Festigkeit.

$$\sigma_0 = e^x \text{ (bei } \sigma = \sigma_0, P_f = 63,2 \text{ \%)}$$

Notation: σ_0 = Charakteristische Weibullfestigkeit.

2.9 Qualitative Analyse mittels REM

2.9.1 Untersuchung des Schleiferverschleiß der CAM Einheit

Um den Zustand der Diamantschleifer zur Herstellung der Prüfkörper zu beurteilen wurde vor der ersten Verwendung und nach Herstellung von fünfzig Probekörpern (aus in Summe zehn Keramikblöcken), Aufnahmen der Oberflächen der Diamantschleifer im Raster-Elektronen-Mikroskop in den Vergrößerungen (350x, 1000x) durchgeführt.

Dabei wurden die Oberflächen hinsichtlich Defekten vergleichend (vor versus nach Anwendung) beurteilt.

2.10 Statistische Methoden

Neben der deskriptiven Datenanalyse basierten die Vergleiche zwischen den Ergebnissen der Experimente auf der Annahme der Nullhypothese (s. Kapitel 1.4.2, Seite 16). Daher wurden die Daten der Farbverteilungen und Biegefestigkeitsmessungen nach Experimenten gruppiert und mit dem Shapiro-Wilk-Test auf Normalität getestet [62]. Im Falle einer nicht-normalen Verteilung innerhalb einer Reihe von zu vergleichenden Experimenten, wurde der Wilcoxon-Rangsummentest für zwei Paare angewandt, um statistische Unterschiede zu bewerten ($\alpha = 0,05$); Andernfalls wurde eine Analysis of Variance (ANOVA), gefolgt von einem Tukey-Kramer-Post-hoc-Test, auf demselben alpha-Level durchgeführt. Dimensionsänderungen wurden in einem Matched-Pair-Ansatz unter Verwendung der Differenz von Messung sowie des Produkts der drei Abmessungen (Volumen) zwischen T0 und T1 analysiert. Zur Vergleichbarkeit über die Gruppen wurden dazu die Differenzen in prozentuale Änderungen, bezogen auf den Anfangswert (T0) verwendet. Die Datenanalyse wurde mit dem Softwarepaket JMP 13.1 (SAS Corp., Heidelberg, Deutschland) durchgeführt.

3 Ergebnisse

3.1 Verlaufskontrolle der Temperaturführung

Die Validierung der Brennverläufe zeigte eine Übereinstimmung der Temperaturführung mit den Programmierungen des Ofens für die durchzuführenden Experimente. Es bleibt an dieser Stelle hervorzuheben, dass die Sonde unter dem Prüfkörper (T2) in der Aufheizphase ca. 50°C unter - und in der Abkühlphase bis zu 200 °C über - der an den anderen 3 Sonden gemessenen Temperaturen liegt. (s. Abbildung 17 u. Abbildung 18)

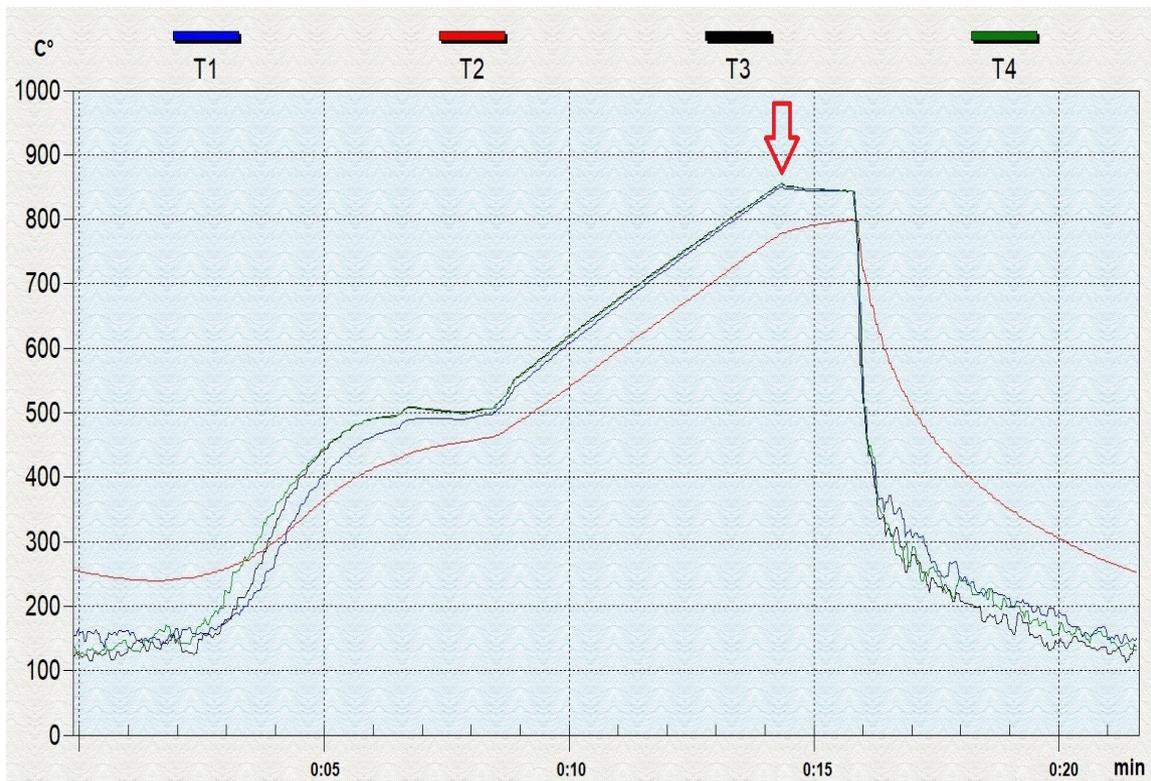


Abbildung 17: Temperaturverlauf innerhalb der Ofenkammer während des Experiments "B1+". Dargestellt die Aufheizphase bis zu einer Brenntemperatur von 835 C°. Beim Erreichen der maximalen Brenntemperatur ist ein kurze Hitzespitze bis in den Temperaturbereich um etwa 850 C° zu sehen (roter Pfeil), die von der eingreifenden Regelektronik im Verlauf des Plateaus korrigiert wird.

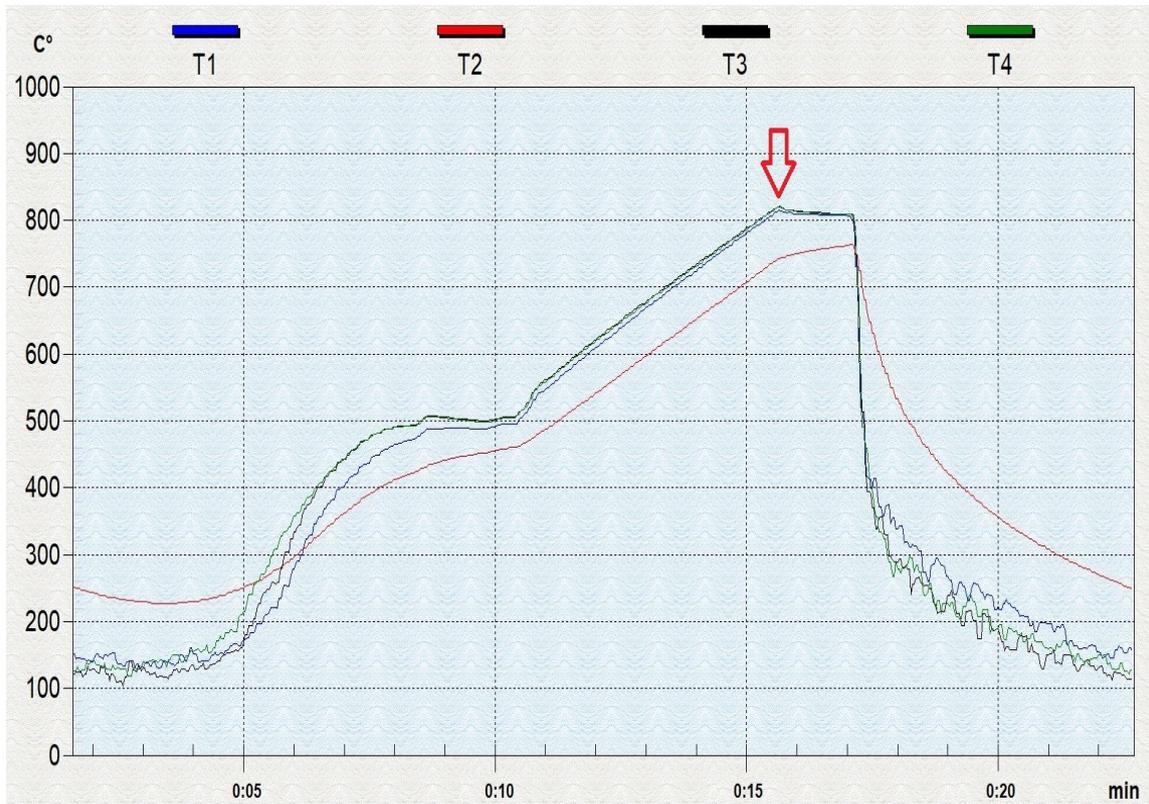


Abbildung 18: Temperaturverlauf innerhalb der Ofenkammer während des Experiments "Normbrand". Dargestellt die Aufheizphase bis zu einer Brenntemperatur von 820 C°. Beim Erreichen der maximalen Brenntemperatur ist eine kurze Hitzespitze bis in den Temperaturbereich um etwa 830 C° zu sehen (roter Pfeil), die von der eingreifenden Regelelektronik im Verlauf des Plateaus korrigiert wird. Außerdem ist ein Unterschied zwischen den Temperatursonden sichtbar.

3.2 Farbstabilität

3.2.1 L*a*b Werte

Die bei der Farbmessung ermittelten L*a*b*-Werte sind in Tabelle 5 aufgeführt. Dabei handelt es sich um die jeweils aus zwei konsekutiven Messungen gemittelten Messwerte der Farbuntersuchung mittels Shadepilot (DeguDent GmbH, Hanau-Wolfgang). Die Differenzwerte vor und nach dem Brand sind in Tabelle 5 aufgelistet.

Tabelle 5: Mittelwerte $L^*a^*b^*$ vor- (v) und nach (p) dem Brand. ΔL , Δa , Δb stellen die Differenzbeträge der Mittelwerte vor- und nach der experimentellen Brandführung dar. Darüberhinaus sind die p-Werte des Wilcoxon Rangsummen-Test zur statistischen Unterscheidung einer Differenz von 0 angegeben.

Prüfgruppe ZLS	L_v	a_v	b_v	L_p	a_p	b_p	ΔL	Δa	Δb
	Ausgangszustand (poliert)			nach Experiment			Sig.	Sig.	Sig.
Poliert	80,0	1,4	22,6						
Normbrand	76,9	2,0	20,1	77,6	2,1	20,3	+0,7 p=0,0001*	+0,1 p=0,70	+0,2 p=0,06
B1+B2-	77,0	2,0	20,0	77,4	2,3	20,7	+0,4 p=0,0001*	+0,3 p=0,0034*	+0,7 p<0,0001*
B1-B2+	77,0	2,0	20,0	77,5	1,4	20,0	+0,5 p=0,0001*	-0,6 p=0,0001*	0 p=0,87
B1+B2+	77,0	2,1	20,2	77,3	1,7	20,6	+0,3 p=0,0001*	-0,4 p=0,0001*	+0,4 p=0,008*

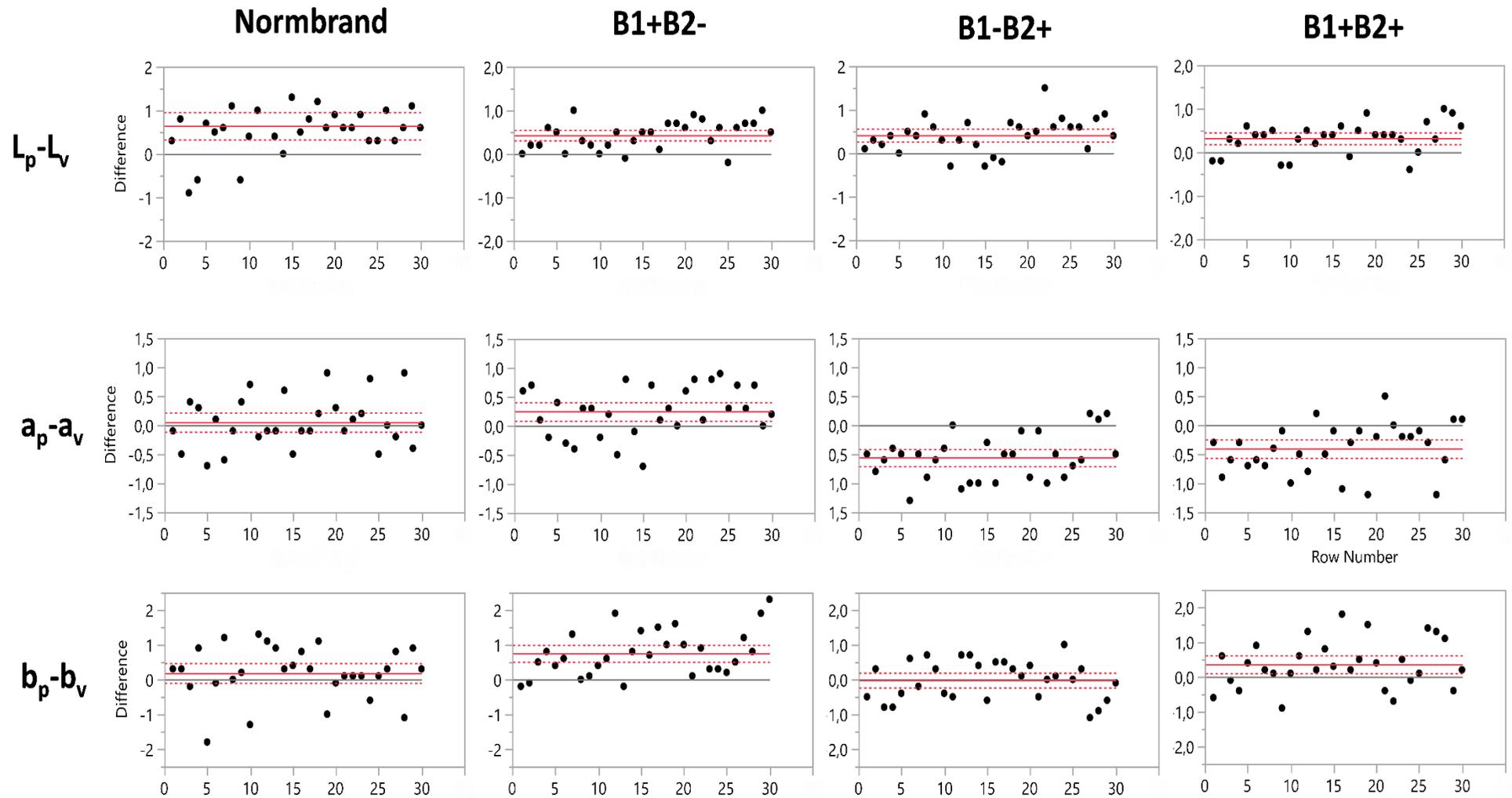


Abbildung 19: Differenz der einzelnen $L^*a^*b^*$ Werte. Die X-Achse bezeichnet jeden einzelnen Prüfkörper. Auf der Y-Achse ist die Differenz der Messwerte vor- und nach dem Brandexperiment aufgetragen. Die rote Linie bezeichnet den Mittelwert aller Differenzen zzgl. 95% Konfidenzintervall.

3.2.2 Delta E (ΔE)

In der nachfolgenden Abbildung sind die Verteilungen der Delta E Werte im Box-Plot-Diagramm grafisch dargestellt. In Tabelle 6 sind die errechneten Delta Werte aufgelistet.

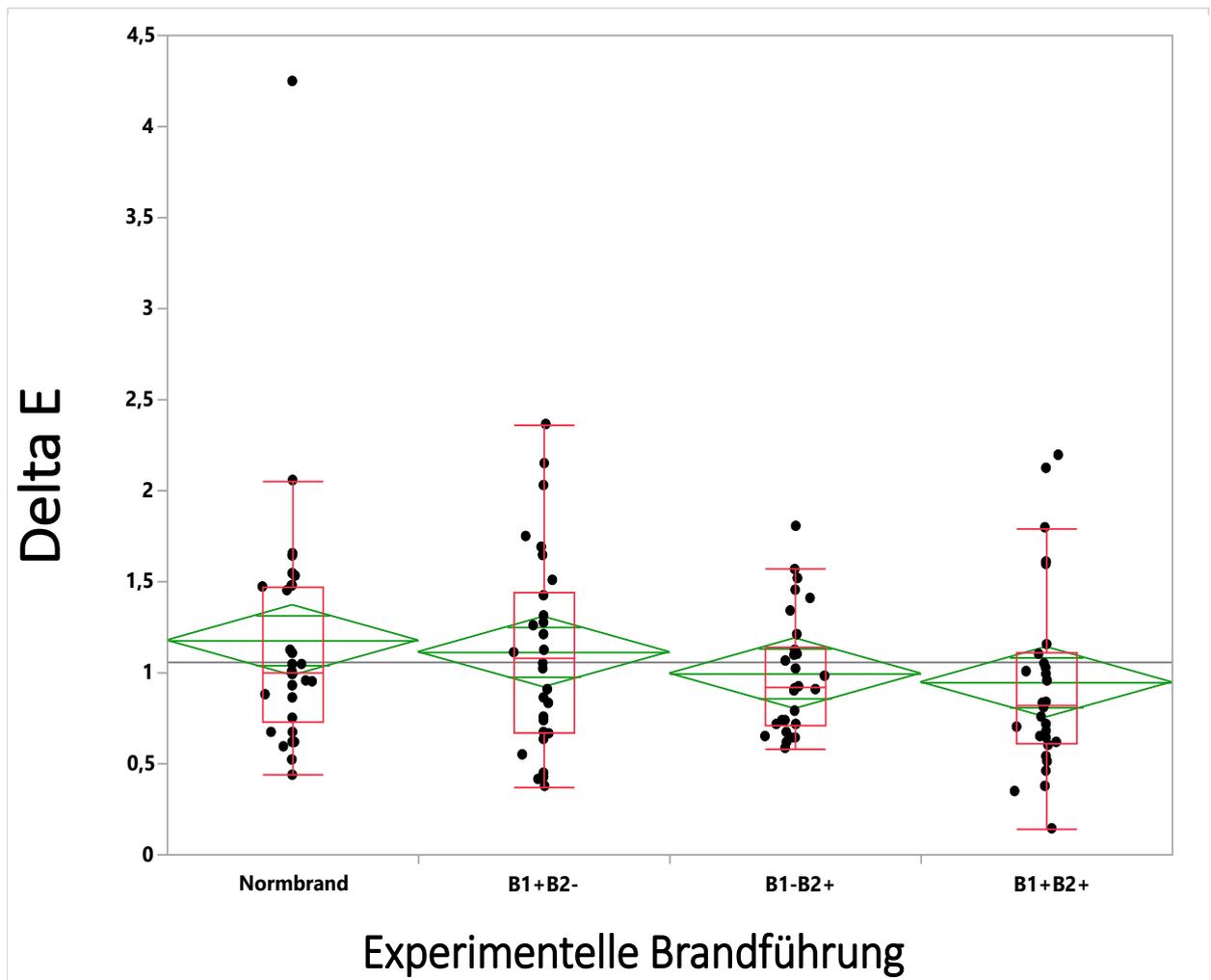


Abbildung 20: Delta E Werte nach Brandführung. Auf der x-Achse sind die Prüfgruppen, auf der y-Achse die Delta E Werte angegeben. Die horizontale Linie zeigt den gemeinsamen Mittelwert aller abgebildeten Verteilungen. Jeder Punkt stellt einen Messwert dar. Die Mittelwertdiamanten zeigen den Gruppenmittelwert und die 95% Konfidenzintervalle (Spitzen) inkl. Überlappungsmarkierung (horizontale Teiler). Die Box-Plots zeigen neben den 25 und 75% Quartilen den Median (horizontale Teilung) der Verteilung in der Prüfgruppe.

Ergebnisse

Tabelle 6: Delta E Werte nach Prüfgruppen sortiert. In der letzten Spalte ist die Anzahl der Prüfkörper angegeben, welche den Schwellenwert ($\Delta E \geq 1.5$) erreicht oder überschritten haben.

Status	Delta E (ΔE)				
	N	Mittelwert	Std. Abw.	Min Max	$\Delta E \geq 1.5$
Normbrand	30	1,18	0,70	0,44 4,25	6
B1+B2-	30	1,11	0,53	0,37 2,36	7
B1-B2+	30	0,99	0,32	0,58 1,80	3
B1+B2+	30	0,95	0,51	0,14 2,19	6

Tabelle 7: Ergebnis des Statistischen Vergleichs der Änderungen des Delta E (ΔE) Wertes zwischen den Prüfgruppen. *=statistisch signifikanter Unterschied im nicht-parametrischen Rangsummentest (Wilcoxon).

Prüfgruppenpaare Delta E (ΔE) Änderungen		p-Wert
Normbrand	B1+B2-	0,9705
Normbrand	B1-B2+	0,4077
Normbrand	B1+B2+	0,1494
B1+B2+	B1-B2+	0,2871
B1-B2+	B1+B2-	0,5106
B1+B2+	B1+B2-	0,1580

3.3 Volumenstabilität

Die im Folgenden aufgeführten Werte beziehen sich auf die Abmessungen des CAD Standarddatensatzes (Länge = 16,8 mm, Breite = 4,1 mm, Dicke = 1,1 mm). Die Fertigungsgenauigkeit erreichte durch manuelle Nachbearbeitung zum Zeitpunkt T₀ die in Tabelle 8 aufgeführten Dimensionen.

Tabelle 8: Prüfkörperdimensionen der ZLS Prüfkörper zum Zeitpunkt T₀ nach manueller Bearbeitung (Angaben in mm bzw. mm³).

T ₀ , N=150	Länge	Breite	Dicke	Volumen
Mittelwert	16,883	4,155	1,183	83,065
Standardabweichung	0,251	0,105	0,041	5,060

3.3.1 Längenänderung

Tabelle 9: Differenz der Längenmessungen „nach Brand“ zu der Längenmessung „vor Brand“ (T₁-T₀) von jeweils 30 Prüfkörpern je Prüfgruppe. Werte in mm.

Prüfgruppe	N	Mittlere Differenz zu T ₀	Mittelwert T ₁
Normbrand	30	-0,001	16,868
B1+B2-	30	-0,004	16,877
B1-B2+	30	0,0121	16,916
B1+B2+	30	0,0076	16,877

Tabelle 10: Ergebnis des Statistischen Vergleichs der der prozentualen Änderungen in der Länge zwischen den Prüfgruppen. *=statistisch signifikanter Unterschied im nicht-parametrischen Rangsummentest (Wilcoxon).

Prüfgruppenpaare % Längenänderung		p-Wert
Normbrand	B1+B2-	0,2905
Normbrand	B1-B2+	0,3790
Normbrand	B1+B2+	0,1537
B1+B2+	B1-B2+	0,9117
B1-B2+	B1+B2-	0,0635
B1+B2+	B1+B2-	0,0019*

3.3.2 Dickenänderung

Tabelle 11: Differenzen der Dickenmessungen „nach Brand“ zu der Dickenmessung „vor Brand“ ($T_1 - T_0$) von jeweils 30 Prüfkörpern je Prüfgruppe. Werte in mm.

Prüfgruppe	N	Mittlere Differenz zu T_0	Mittelwert T_1
Normbrand	30	0,0088	1,1869
B1+B2-	30	0,0041	1,1884
B1-B2+	30	0,0045	1,1849
B1+B2+	30	-0,001	1,1813

Table 12: Ergebnis des Statistischen Vergleichs der der prozentualen Änderungen in der Dicke zwischen den Prüfgruppen. *=statistisch signifikanter Unterschied im nicht-parametrischen Rangsummentest (Wilcoxon).

Prüfgruppenpaare % Dickenänderung		p-Wert
Normbrand	B1+B2+	<0,0001*
Normbrand	B1+B2-	<0,0001*
Normbrand	B1-B2+	<0,0001*
B1+B2+	B1-B2+	<0,0001*
B1+B2+	B1+B2-	<0,0001*
B1-B2+	B1+B2-	0,1278

3.3.3 Breitenänderung

Table 13: Ergebnisse der Breitenmessungen „nach Brand“ zu der Breitenmessung „vor Brand“ ($T_1 - T_0$) von jeweils 30 Prüfkörpern je Prüfgruppe. Werte in mm.

Prüfgruppe	N	Mittlere Differenz zu T_0	Mittelwert T_1
Normbrand	30	-0,007	4,1578
B1+B2-	30	0,0149	4,1546
B1-B2+	30	0,0056	4,161
B1+B2+	30	0,0122	4,1598

Tabelle 14: Ergebnis des statistischen Vergleichs der der prozentualen Änderungen in der Breite zwischen den Prüfgruppen. *=statistisch signifikanter Unterschied im nicht-parametrischen Rangsummentest (Wilcoxon).

Prüfgruppenpaare % Breitenänderung		p-Wert
Normbrand	B1-B2+	0,3077
Normbrand	B1+B2+	0,1120
Normbrand	B1+B2-	0,0005*
B1+B2+	B1+B2-	0,0993
B1-B2+	B1+B2-	0,1474
B1+B2+	B1-B2+	0,3994

3.3.4 Volumenänderung

Tabelle 15: Zusammenfassung der Ergebnisse der Längen-, Breiten-, Dicken- und Volumenänderung der Prüfkörper (N=30) auf die jeweiligen Prüfgruppen verteilt (in Prozent). In der letzten Spalte ist zusätzlich die Prüfkörperanzahl (N) angegeben, welche eine Volumenänderung von $\pm 0.5\%$ nach der experimentellen Brandführung aufwies oder unter-/überschritt. Gleiche Buchstaben der Signifikanzgruppe zeigen an, dass sich eine Prüfgruppe nicht statistisch signifikant von einer anderen unterscheidet ($p > 0.05$). Im Vergleich zu den Prüfkörpern des Normbrandes, zeigte nur die Prüfgruppe B1+B2+ eine statistisch signifikante Volumenveränderung*.

Prüfgruppe (N= 30)	Längenänderung (in %)	Breitenänderung (in %)	Dickenänderung (in %)	Volumenänderung (in %)	Anzahl der Prüfkörper mit Volumenänderung von $\pm 0.5\%$
	Mittelwert Std. Abw.	Mittelwert Std. Abw.	Mittelwert Std. Abw.	Mittelwert / Std. Abw. Signifikanz-Gruppe	
Normbrand	-0,003 0,65	0,15 0,7	-0,77 2,39	-0,61 / 2,31 A	24
B1+B2-	-0,02 0,09	-0,36 0,72	-0,35 0,51	-0,69 / 1,02 A	17
B1-B2+	-0,07 0,77	-0,13 0,46	-0,38 0,63	-0,59 / 1,18 A	19
B1+B2+	-0,04 0,07	-0,3 0,86	0,08 0,21	-0,26 / 0,88 B *p=0,0091	10

3.4 Festigkeitsprüfung

3.4.1 Drei-Punkt-Biegeversuch

Der Drei-Punkt-Biegeversuch wurde wie in 2.8.1 beschrieben durchgeführt.

Die Verteilung der Festigkeitswerte und die Streuung der Daten sind in Tabelle 16 und Abbildung 21 dargestellt.

Bei Untersuchung auf Normalverteilung für die Werte von B1+B2- ($p=0.04$) sowie B1+B2+ ($p=0.02$) wurde die Nullhypothese des Shapiro-Wilk-Tests auf Normalverteilung abgelehnt. Deswegen wurden nicht-parametrische Tests angewendet.

Tabelle 16: Ergebnisse der Festigkeitsprüfung mittels Drei-Punkt-Biegeversuch. Je Prüfgruppe (N=30) sind der Mittelwert sowie die Standardabweichung in MPa angegeben.

Prüfgruppe (N=30)	Biegefestigkeit (σ in MPa) Mittelwert \pm Standardabweichung
Normbrand	252.86 \pm 53.78
B1+B2-	259.94 \pm 56.73
B1-B2+	273.12 \pm 46.91
B1+B2+	249.91 \pm 90.12
e.max	344.82 \pm 51.45

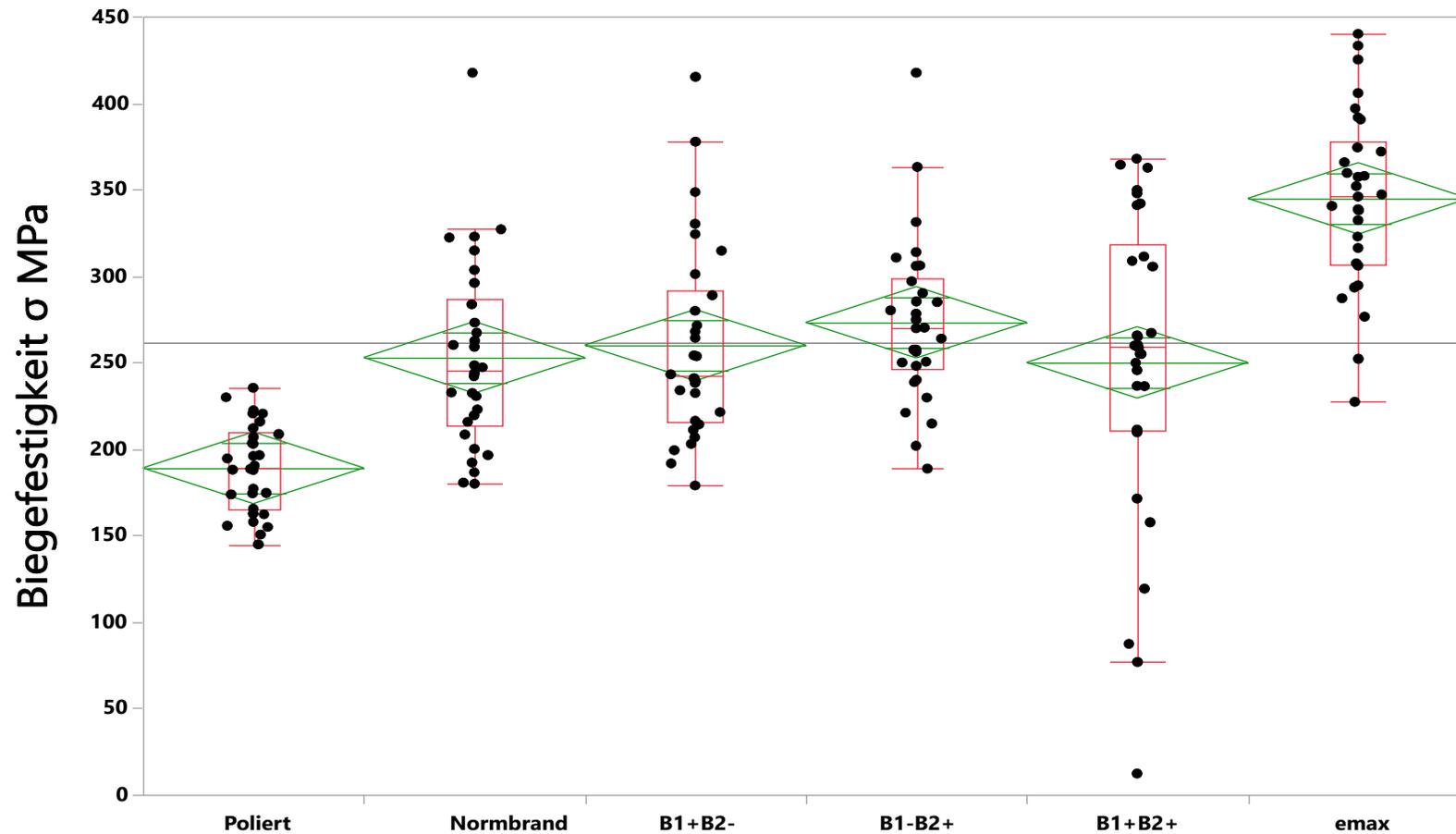


Abbildung 21: Biegefestigkeit im Drei-Punkt-Biegeversuch. Auf der x-Achse sind die Prüfgruppen, auf der y-Achse die Biegefestigkeit in MPa angegeben. Die horizontale Linie zeigt den gemeinsamen Mittelwert aller abgebildeten Verteilungen. Jeder Punkt stellt einen Messwert dar. Die Mittelwertdiamanten zeigen den Gruppenmittelwert und die 95% Konfidenzintervalle (Spitzen) inkl. Überlappungsmarkierung (horizontale Teiler). Die Box-Plots zeigen neben den 25 und 75% Quartilen den Median (horizontale Teilung) der Verteilung in der Prüfgruppe.

Ergebnisse

Den nicht-parametrischen statistischen Vergleich zeigen die in Tabelle 17 aufgeführten Ergebnisse, sowie die Mittelwerte der Biegefestigkeiten in Tabelle 16.

Tabelle 17: Nicht-parametrischer statistischer Vergleich der Prüfgruppen und Konfidenzintervalle der Verteilungen.. Prüfgruppen mit dem selben Buchstaben in der Signifikanzgruppe zeigen keine statistisch signifikanten Unterschiede. Alle Unterschiede zwischen den Signifikanzgruppen A,B und C waren $p < 0,0001$. Der Unterschied zwischen B1-B2+ zum Normbrand wurde mit $p = 0,076$; alle anderen mit $p > 0,1$ errechnet.

Prüfgruppe (N=30)	Signifikanzgruppe	Untere Grenze d. 95% Konfidenzintervalls	Obere Grenze d. 95% Konfidenzintervalls
poliert	A	168,36	209,68
Normbrand	B	232,20	273,52
B1+B2-	B	239,28	280,60
B1-B2+	B	252,46	293,79
B1+B2+	B	229,25	270,57
Ref.: e.max	C	324,16	365,48

3.4.2 Weibull-Statistik

Für jede Prüfgruppe wurde die Festigkeit mittels Weibull-Statistik untersucht, um im Weiteren die charakteristische Weibullfestigkeit σ_0 und den Weibullmodul m zu bestimmen.

Weibullverteilung

Im Folgenden sind die Weibullverteilungen der Experimente grafisch in **Abbildung 22** bis **Abbildung 27** dargestellt.

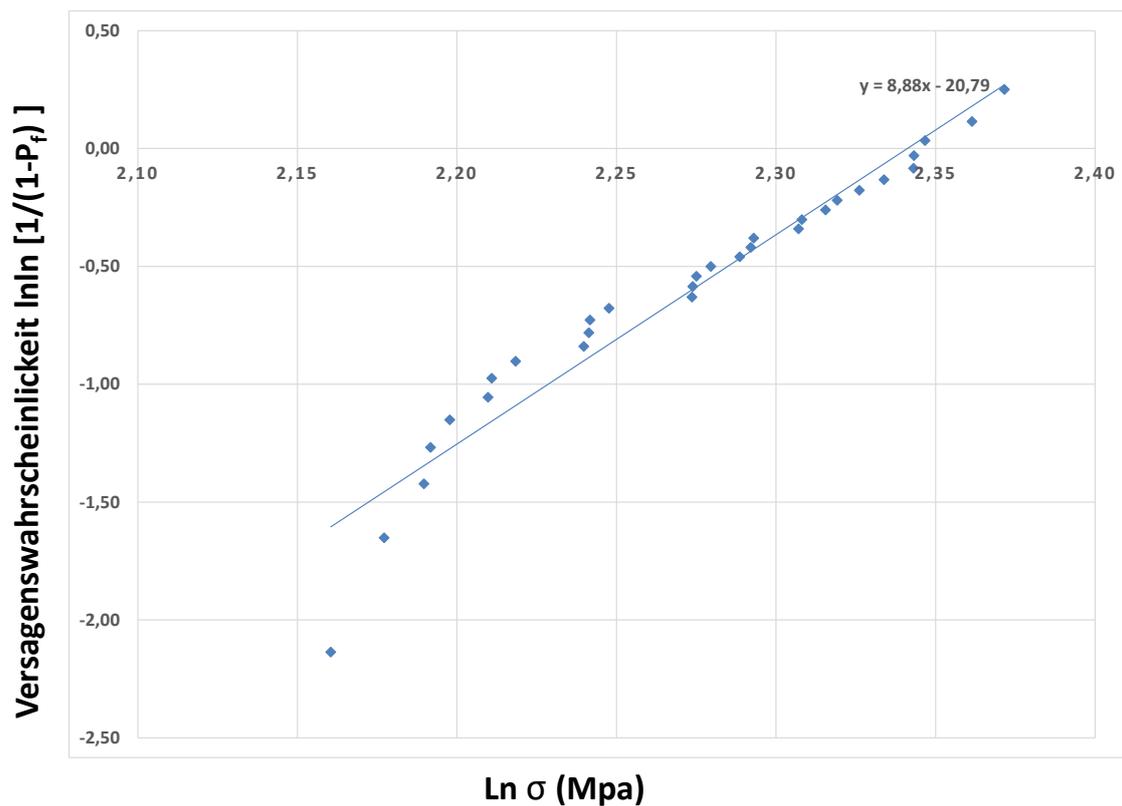


Abbildung 22: Weibullverteilung der Prüfgruppe „Poliert“ (N=30); Versagenswahrscheinlichkeit als Doppelter natürlicher Logarithmus von $1/(1-P_f)$ auf der y-Achse und natürlicher Logarithmus von σ (Mpa) auf der x-Achse. Die Steigung der ermittelten Trendlinie y gibt den Weibullmodul m an (s. 2.8.3)

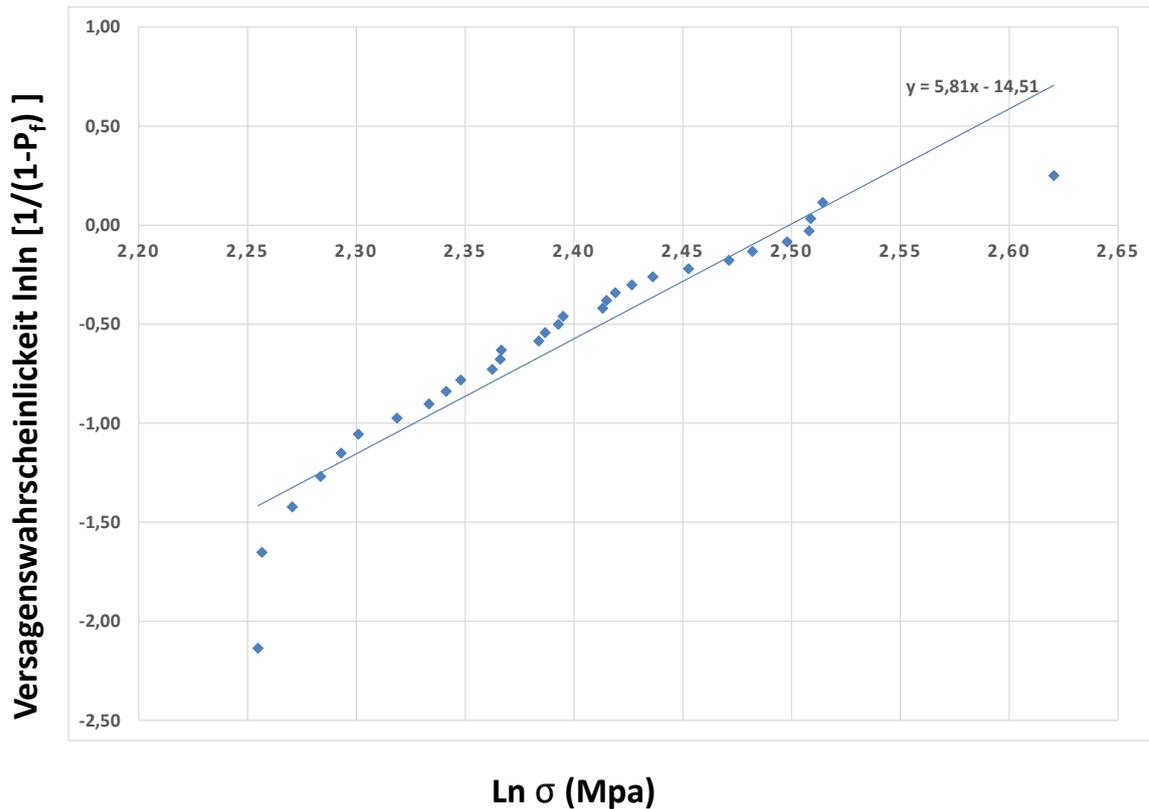


Abbildung 23: Weibullverteilung Prüfgruppe „Normbrand“ (N=30); Versagenswahrscheinlichkeit als Doppelter natürlicher Logarithmus von $1/(1-P_f)$ auf der y-Achse und natürlicher Logarithmus von σ (Mpa) auf der x-Achse. Die Steigung der ermittelten Trendlinie y gibt den Weibullmodul m an (s. 2.8.3)

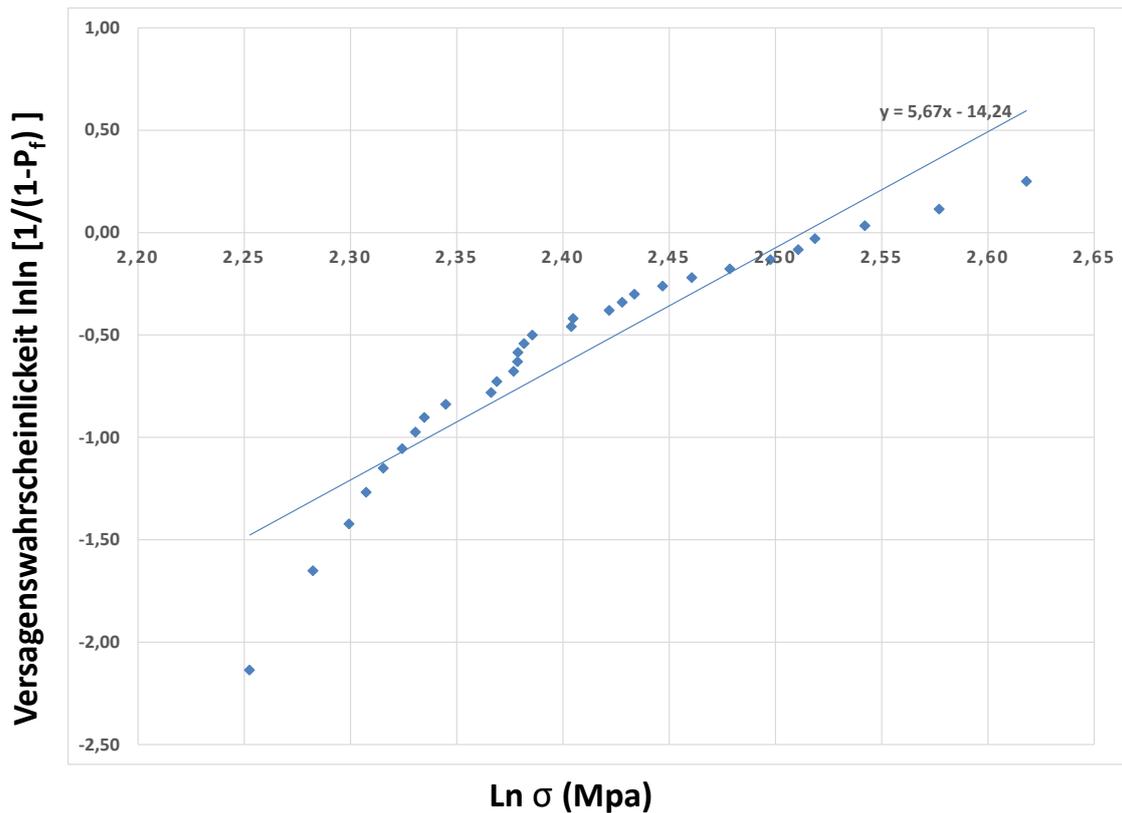


Abbildung 24: Weibullverteilung Prüfgruppe "B1+B2-" (N=30); Versagenswahrscheinlichkeit als Doppelter natürlicher Logarithmus von $1/(1-P_f)$ auf der y-Achse und natürlicher Logarithmus von σ (Mpa) auf der x-Achse. Die Steigung der ermittelten Trendlinie y gibt den Weibullmodul m an (s. 2.8.3)

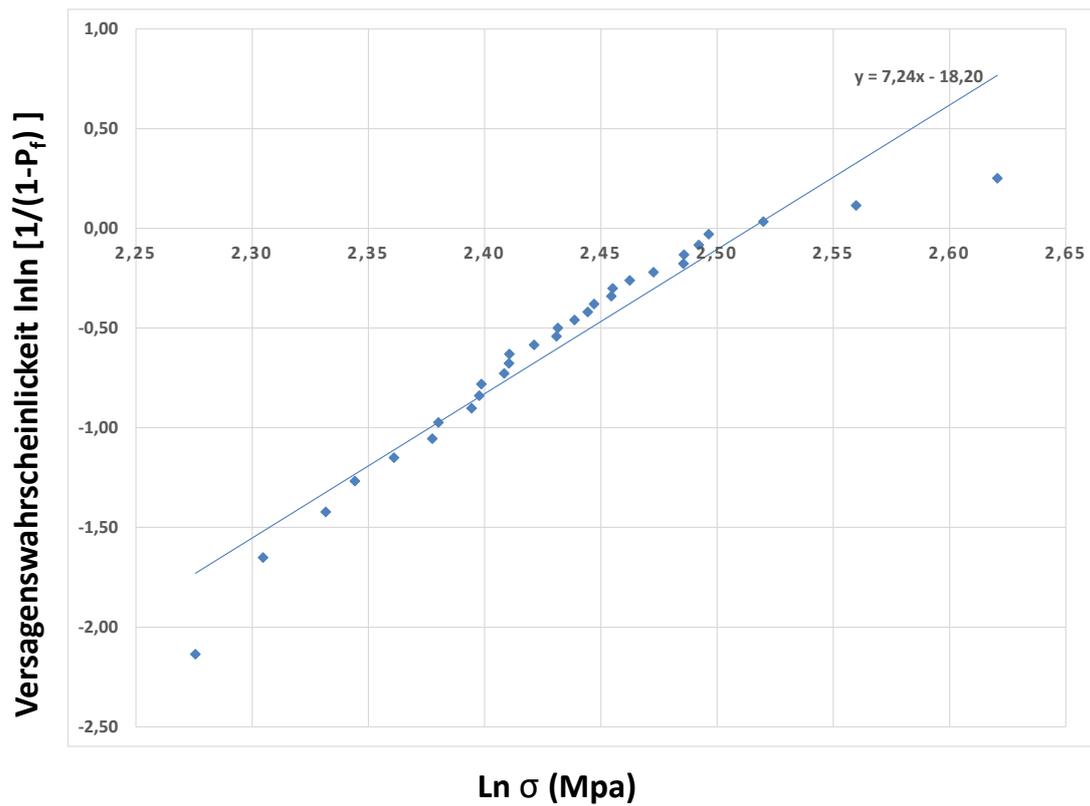


Abbildung 25: Weibullverteilung Prüfgruppe "B1-B2+" (N=30); Versagenswahrscheinlichkeit als Doppelter natürlicher Logarithmus von $1/(1-P_f)$ auf der y-Achse und natürlicher Logarithmus von σ (Mpa) auf der x-Achse. Die Steigung der ermittelten Trendlinie y gibt den Weibullmodul m an (s. 2.8.3)

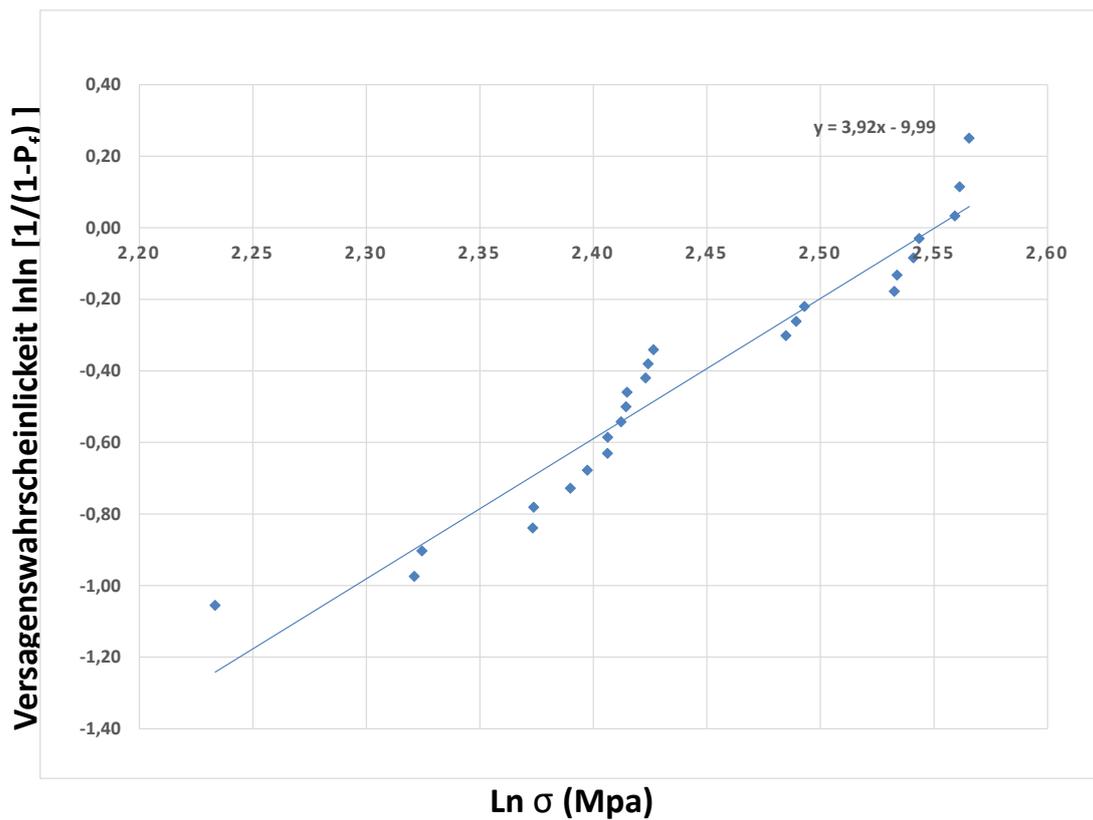


Abbildung 26: Weibullverteilung Prüfgruppe "B1+ B2+" (N=30); Versagenswahrscheinlichkeit als Doppelter natürlicher Logarithmus von $1/(1-P_f)$ auf der y-Achse und natürlicher Logarithmus von σ (Mpa) auf der x-Achse. Die Steigung der ermittelten Trendlinie y gibt den Weibullmodul m an (s. 2.8.3)

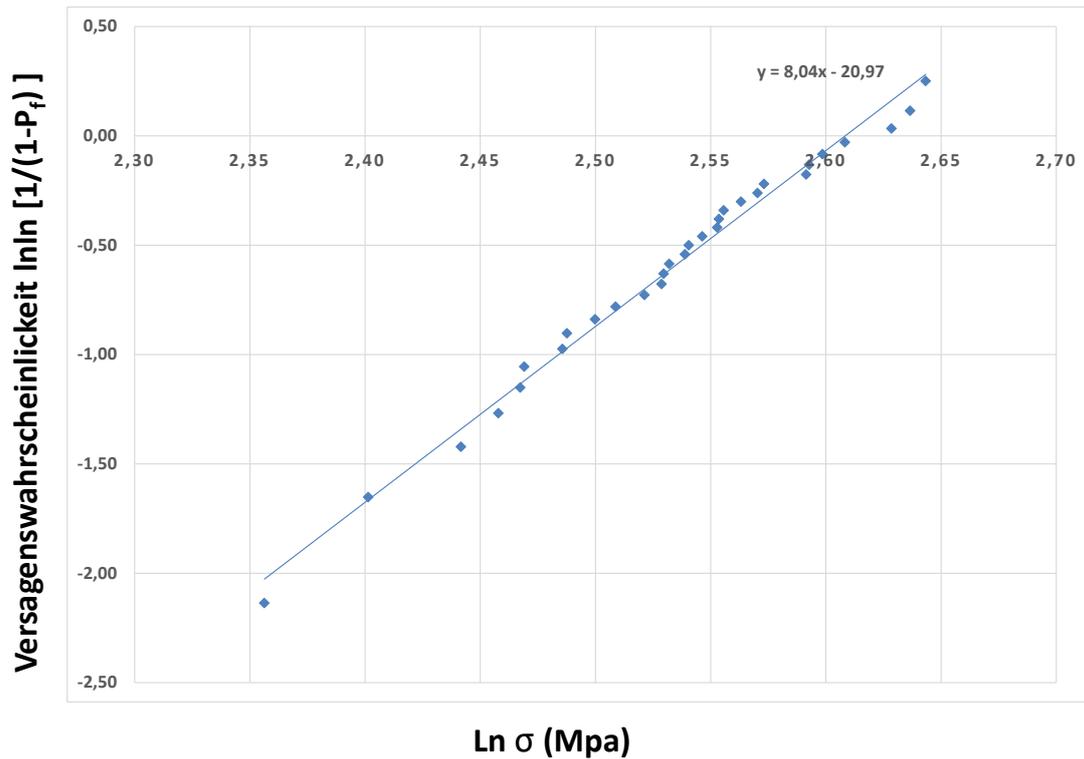


Abbildung 27: Weibullverteilung Prüfgruppe "e.max" (N=30); Versagenswahrscheinlichkeit als Doppelter natürlicher Logarithmus von $1/(1-P_f)$ auf der y-Achse und natürlicher Logarithmus von σ (Mpa) auf der x-Achse. Die Steigung der ermittelten Trendlinie y gibt den Weibullmodul m an (s. 2.8.3)

Ergebnisse

Weibullmodul und Weibullfestigkeit

In Anlehnung an die DIN EN ISO 6872 wurde der Weibullmodul m und die charakteristische Weibullfestigkeit σ_0 in MPa aus der Weibullverteilung ermittelt.

Die Ergebnisse sind in Tabelle 18 dargestellt.

Tabelle 18: Weibullmodul (m) und charakteristische Weibullfestigkeit σ_0 in MPa tabellarisch nach Prüfgruppen ($N=30$) sortiert.

Prüfgruppe	Weibullmodul m	Weibullfestigkeit σ_0 (MPa)
Poliert	8,9	219,3
Normbrand	5,8	314,3
B1+B2-	5,7	324,7
B1-B2+	7,2	326,4
B1+B2+	3,9	346,7
e.max	8,0	405,7

Der größte Weibullmodul wurde in der Prüfgruppe „Poliert“ mit 8,9 ermittelt. Der geringste Wert stellt sich mit 3,9 in der Prüfgruppe „B1+B2+“ dar. Die Kontrollgruppe e.max zeigte einen Wert von 8,0.

Die größte ermittelte Weibullfestigkeit σ_0 konnte in Gruppe „B1+B2+“ ermittelt werden, die geringste erwartungsgemäß in der Prüfgruppe, welche lediglich dem Poliervorgang unterzogen wurde.

3.5 Ergebnisse der REM Analyse

3.5.1 Verschleiß der CAM Schleifer

Die Untersuchungen im REM zeigten Abnutzungseffekte an der Oberfläche der Diamantschleifer. Diese sind in **Abbildung 29** und **Abbildung 31** beispielhaft dargestellt. Es sind zwar übliche Verschleißerscheinungen jedoch keine deutlichen Oberflächendefekte erkennbar. Hinsichtlich der Diamantpartikel sind keine merklichen Kantenfrakturen sichtbar. In **Abbildung 29** sind vereinzelte Herauslösungen von Diamantpartikeln erkennbar. **Abbildung 31** zeigt vereinzelte Absplitterungen an den Diamantpartikelkanten. Die Gesamtheit der Oberfläche zeigt sich nach zehn Fräsdurchgängen weitgehend in Takt.

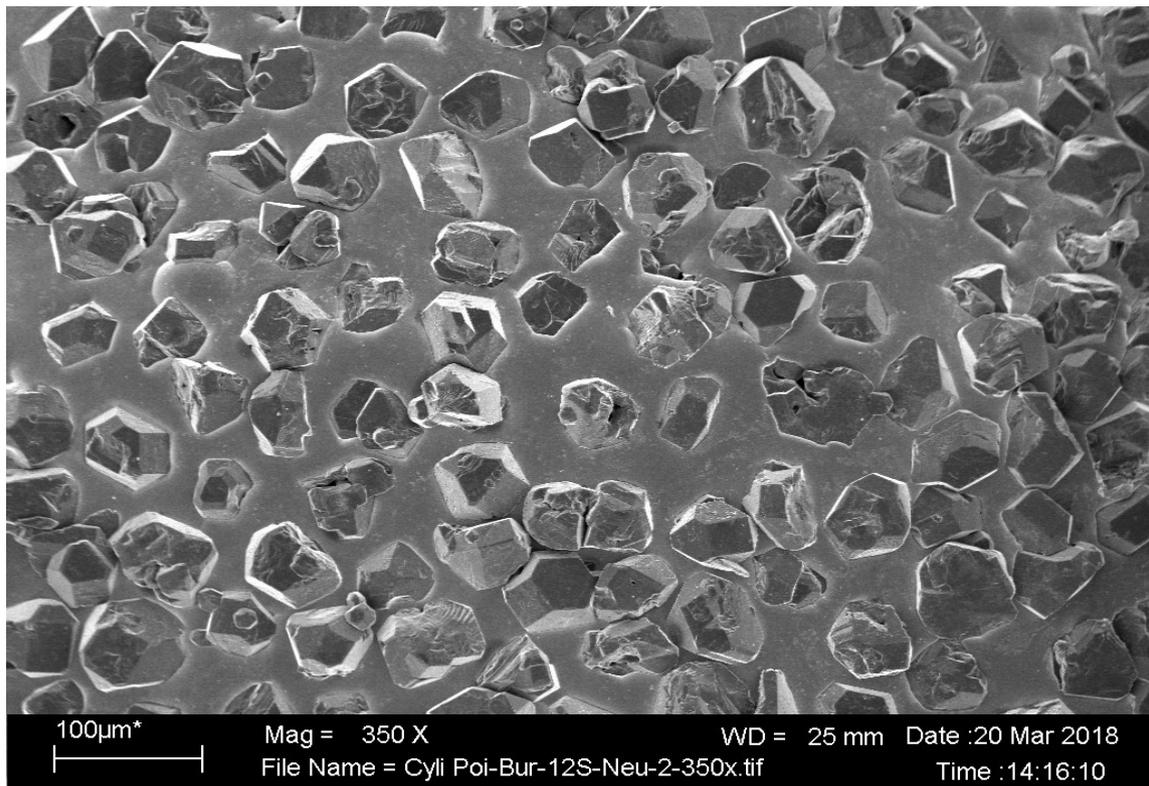


Abbildung 28: REM Aufnahme des Diamantschleifers, 350x Vergrößerung der Oberfläche im Neuzustand. Die Diamantkristalle zeigen scharf verlaufende Kantengeometrie

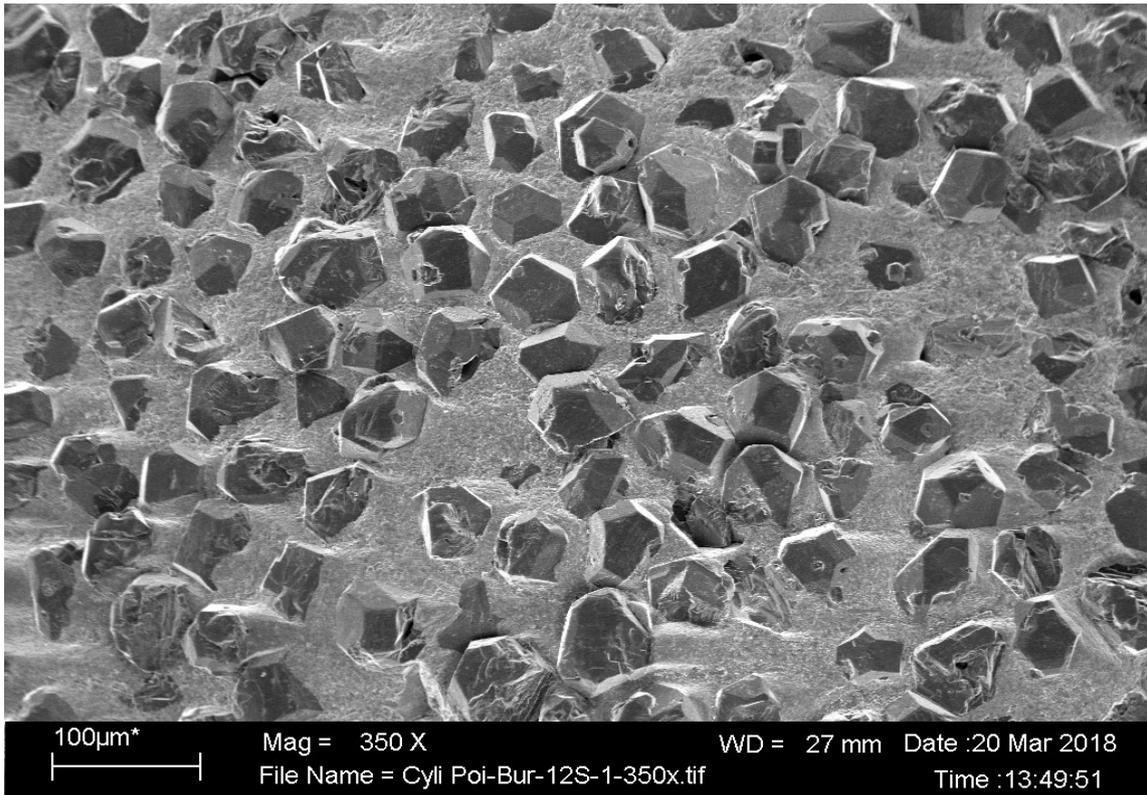


Abbildung 29: REM Aufnahme des Diamantschleifers, 350x Vergrößerung
Oberfläche nach 10 Schleifdurchgängen in der MCXL Schleifeinheit. Die
Diamantengeometrie stellt sich im Vergleich zu **Abbildung 28** nur dezent
verrundet dar.

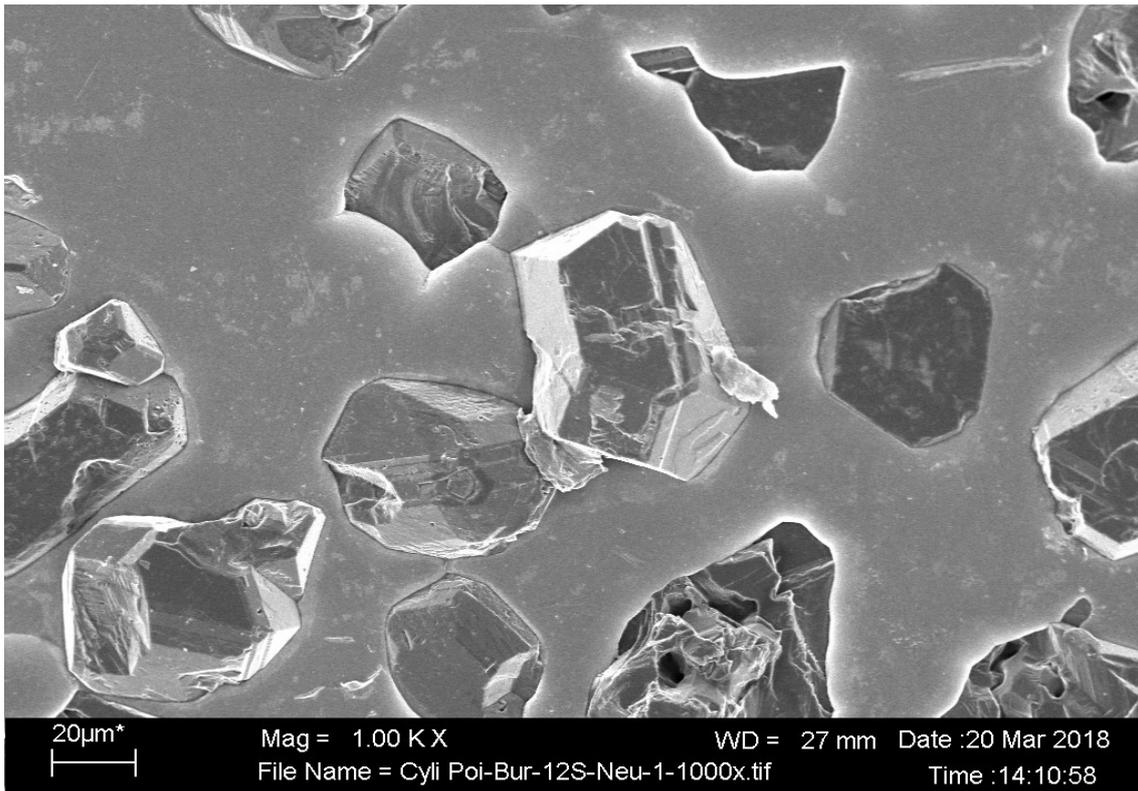


Abbildung 30: REM Aufnahme des Diamantschleifers, 1000x Vergrößerung der Oberfläche im Neuzustand.

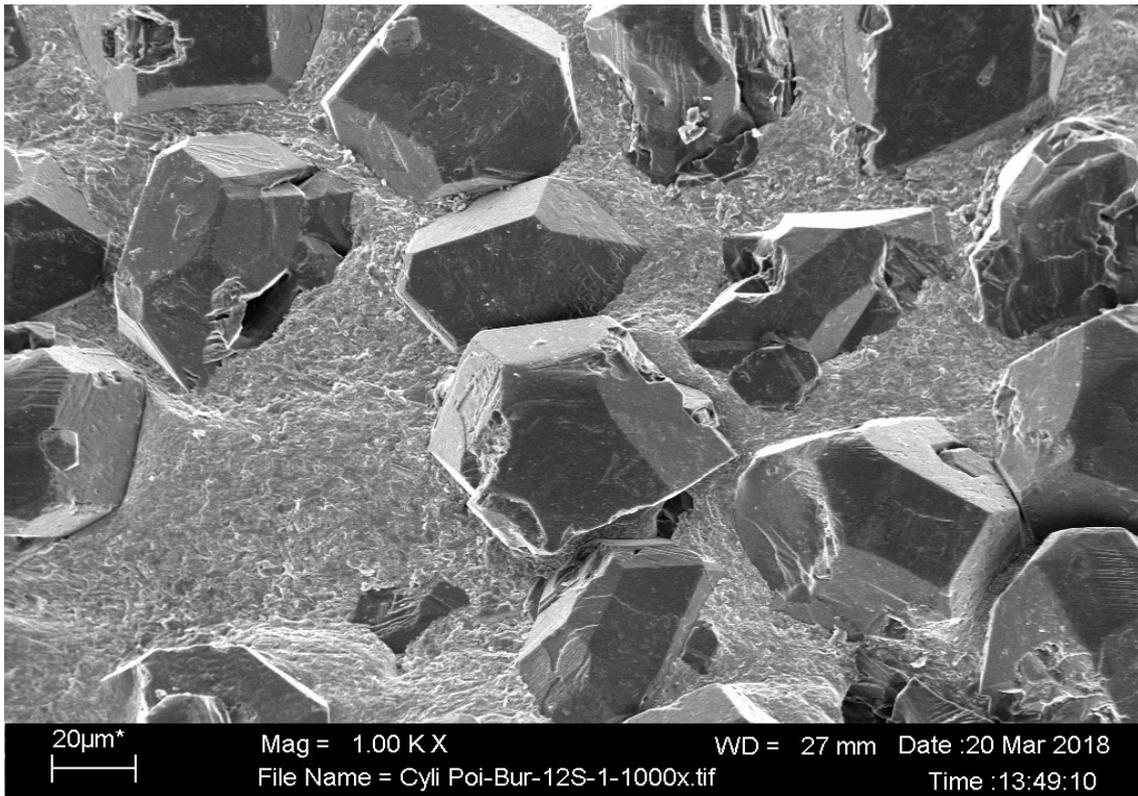


Abbildung 31: REM Aufnahme des Diamantschleifers, 1000x Vergrößerung der Oberfläche nach 10 Schleifdurchgängen in der MCXL Schleifeinheit. Die überwiegende Anzahl der Kristallkanten ist noch scharf gewinkelt.

4 Diskussion

4.1 Material und Methodenkritik

4.1.1 Prüfkörperherstellung

Die Prüfkörperherstellung erfolgte wie im Kapitel 2.2 (Seite 19) beschrieben in Anlehnung an die DIN ISO 6872 [15]. Die Abmessungen der Prüfkörper liegen innerhalb der Richtwerte der ISO Norm ($l + 2 \times 4 (\pm 0,2) \times 2,1 (\pm 1,1)$ mm).

Dabei muss das Verhältnis von Dicke zur Länge $\leq 0,1$ sein; was mit vorliegenden 0,07 gegeben ist. Ebenso liegt die Länge der Prüfkörper mit 17 mm über der geforderten Mindestlänge von Spannweite L (für den 3-Punkt-Biegeversuch) plus 2 mm.

Aufgrund der effizienteren Fräsbarkeit und reduzierten Nachbearbeitung, wurde auf Fasen¹ an den Kanten der Prüfkörper verzichtet. Die ISO Norm empfiehlt das Anlegen dieser Fasen, um Absplitterungen oder Schleifschäden zu minimieren, es handelt sich hierbei aber lediglich um eine Empfehlung [15].

Um die Prüfkörper herzustellen kam die Schleifeinheit Cerec MCXL (Fa. Sirona Bensheim, Deutschland) zum Einsatz.

Dieses Vorgehen bei der Prüfkörperherstellung gewährleistet, dass die Bearbeitung des Keramikrohlings mit Schleifinstrumenten nahe an der „Realität der Fertigung von ZLS-basierten Restaurationen“ im Dentallabor ist. Folge dieses Vorgehens sind jedoch geringfügige Variationen in den Probenabmessungen [80].

Nachdem, wie in Kapitel 2.2 beschrieben, 5 Prüfkörper je Rohling nach dem Fräsvorgang vorlagen, wurden diese mit einer Präzisionssäge abgetrennt. Hierbei kann erwartet werden, dass eine ausreichend reproduzierbare Qualität der Schnittkanten entsteht.

¹ „Die Fase ist eine abgeschrägte Fläche an einer Werkstückkante“ (Quelle: Wikipedia deutsch)

In der praktischen Ausführung zeigte sich allerdings, dass für die einzelnen Positionen der Prüfkörper auf dem CAD/CAM Sockel unterschiedliche Bruchkanten beobachtet werden konnten. So konnte festgestellt werden, dass häufig die Prüfkörper auf den äußeren Blockpositionen stärkere „Restverbinder“ zur Basis des CAD/CAM Sockels aufwiesen (außerhalb der 3-Punkt-Biegeauflage). Daraus resultierte dann ein erhöhter zeitlicher Aufwand beim Entgraten der Schnittfläche, was durchaus Einfluss auf die Qualität der Politur und im Weiteren auch auf die mechanischen Eigenschaften des Prüfkörpers haben könnte [10].

Der Hersteller gibt in seinen Anweisungen zur Verarbeitung an, dass eine Politur der Restauration zwingend erforderlich ist. Bei der Bearbeitung keramischer Restaurationen in einer CAD/CAM Schleifeinheit entstehen durch die eingesetzten Diamantschleifer unweigerlich mechanische Defekte und erhöhte Rauigkeiten auf der Oberfläche der Keramik [7]. Untersuchungen haben gezeigt, dass es dadurch auch zu einer signifikanten Reduzierung der Biegefestigkeit des keramischen Werkstoffs kommt [21].

Bei Glaskeramiken scheint die Politur nach dem Fräsvorgang von höherer Bedeutung zu sein, da mit steigender Festigkeit der Keramik, auch größere Oberflächenschäden nach Bearbeitung mit Diamantschleifern beobachtet werden [10].

Da die Bearbeitung der Prüfkörper an der Polierscheibe manuell durchgeführt wurde, ist eine gewisse Varianz hinsichtlich des Anpressdrucks des Anwenders wahrscheinlich. Um diese Abweichung so gering wie möglich ausfallen zu lassen, wurde dieser Vorgang vom selben Anwender für die gesamte Anzahl der Proben durchgeführt. So konnte eine ausreichende Reproduzierbarkeit hinsichtlich der Polierergebnisse angenommen werden.

4.1.2 Werkzeugverschleiß und REM Analyse

Um auszuschließen, dass eine erhöhte Abnutzung der Schleifinstrumente die Ergebnisse hinsichtlich der Reproduzierbarkeit negativ beeinflusst, wurden die verwendeten Bohrer der MCXL Schleifeinheit nach jeweils zehn Fräsdurchgängen gegen neue Schleifinstrumente ausgetauscht.

Außerdem wurde bei der Verteilung der Prüfkörper auf die unterschiedlichen Prüfgruppen darauf geachtet, dass die Prüfkörper innerhalb einer Gruppe von unterschiedlichen „Abnutzungsgraden“ der Schleifinstrumente stammen. So kann ausgeschlossen werden, dass sich die Qualität des Schleifergebnisses innerhalb einer Prüfgruppe zu einseitig darstellt.

Oberflächendefekte an den Diamantschleifern der Schleifeinheit treten in Abhängigkeit der Härte des bearbeiteten Materials und der Einsatzdauer nachweisbar auf [44].

Die Analyse der Schleiferoberfläche im REM sollte hier Klarheit bringen, ob es zu signifikanten Defekten nach den zehn durchgeführten Schleifvorgängen gekommen ist. Wie im Ergebnisteil bereits aufgeführt, sind beginnende Abnutzungserscheinungen erkennbar, jedoch konnten keine bedeutenden Defekte auf Grund von Verschleiß wahrgenommen werden. Dies wird darauf zurückzuführen sein, dass die Einsatzdauer der verwendeten Schleifer als verhältnismäßig kurz anzusehen ist.

Die Verwendung der Schleifer über den gewählten Zeitraum von zehn Schleifdurchgängen kann als ausreichend kurz bemessen angenommen werden, um qualitätsmindernde Schäden an den Schleifern weitestgehend auszuschließen. Je länger ein Schleifinstrument im Einsatz ist, desto wahrscheinlicher sind mechanische Schäden an den Restaurationen durch Herauslösen der Diamantpartikel aus der Oberfläche des Diamantbohrers, was im weiteren zur Abstumpfung und Minderung der Schleifleistung führt [7].

Die Qualität, die Position und der Zustand der Schleifinstrumente hat demnach einen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften eines keramischen Werkstoffs [9]. Daher ist ein regelmäßiger und geplanter Wechsel

der Schleifer in einem definierten Zeitraum als sinnvoll anzusehen. Eine Studie aus dem Jahre 2015 gibt als Empfehlung zur Verwendungsdauer eines Schleifkörpers an, nicht die Anzahl der CAD/CAM Blöcke, sondern das geschliffene Volumen heranzuziehen [44].

Da in der vorliegenden Studie das geschliffene Volumen gemessen an der Blockanzahl immer gleichbleibend war, war jeder Diamantschleifer der gleichen Belastung ausgesetzt. Somit liegt auch eine hinreichende Vergleichbarkeit der Abnutzungsgrade vor.

4.1.3 Kalibrierung des Keramikofens

Die tatsächliche Temperatur im inneren der Brennkammer eines Dentalkeramikofens weicht nachweisbar immer von der im Ofenprogramm eingestellten Brenntemperatur ab: So kann es beispielsweise in der Aufheizphase eines Keramikofens zum Überschreiten der Solltemperatur um mehrere Zehnergrade kommen. Dies geht aus einer Studie des Universitätsklinikums Tübingen hervor [46]. Des Weiteren sind in der Literatur Studien zu finden, die eine Abweichung der Brennkammertemperatur von mindestens 10,9 bis 48,4 Grad Celsius angeben [28]. Dies entspricht einer Abweichung der angezeigten Temperatur von 5,3 %.

Dabei handelt es sich um eine Abweichung, die im praktischen Arbeitsalltag im Dentallabor eine deutliche Relevanz für den Zahntechniker hat bzw. haben kann. So konnte in einer weiteren Studie aus Schweden ebenfalls gezeigt werden, dass es gravierende Unterschiede zwischen den verschiedenen Herstellern von Keramiköfen gibt. Aus 68 untersuchten Keramikbrennöfen war allen die Eigenschaft gemein, dass die angezeigte Temperatur von den tatsächlich durch Thermoelemente gemessenen Temperaturen abweicht [29]. Auch bei dem für diese Studie verwendeten Dentalkeramikofen Austromat 624 der Firma Dekema konnte eine Abweichung der gemessenen zur angezeigten Temperatur auf dem Display des Ofens gemessen werden. Daher ist eine Kalibrierung vor der Versuchsdurchführung angezeigt.

Außerdem ist es hinsichtlich der Reproduzierbarkeit der Brennergebnisse unerlässlich sicherzustellen, dass die Endtemperatur im verwendeten Keramikofen mit der Soll-Temperaturangabe gemäß Herstelleranforderungen übereinstimmt.

Zur Kalibrierung wurde wie bereits beschreiben eine Silberprobe durchgeführt. Dies fand nach Herstellerangaben und erfolgter Rücksprache mit der Firma Dekema statt. Somit konnte im weiteren Verlauf davon ausgegangen werden, dass die Temperaturangaben auf dem Ofendisplay annähernd die korrekte Brenntemperatur darstellten. Eine zeitliche Abweichung in der Temperaturanzeige konnte im weiteren Verlauf mittels Thermoelementen in der Brennkammer festgestellt werden (s. z.B. Abbildung 17 auf Seite 40), welche auf die Trägheit der Regelcharakteristik des Ofens zurückzuführen ist [46].

4.1.4 Anordnung der Thermoelemente und Brandführung

Die Anordnung der für die Temperaturüberwachung verwendeten Thermoelemente vom K-Typ erfolgte in Anlehnung an die Empfehlung der DIN Norm 13905-2. Es ist hinreichend bekannt, dass innerhalb der Brennkammer ein inhomogenes Temperaturgefälle vorherrscht [46]. Die Temperatur ist demnach an verschiedenen Stellen bzw. unterschiedlichen Höhenlagen sehr unterschiedlich. Allerdings hat zudem das Sinterobjekt selbst, sowie dessen Platzierung im Ofen und die Beladung der Kammer einen signifikanten Einfluss auf den Temperaturverlauf innerhalb der Brennkammer [41]. So wurde bereits in mehreren Untersuchungen festgestellt, dass auch der Abstand des Sinterobjekts zum Boden der Brennkammer Einfluss auf die Wärmespannungen im Sinterobjekt hat, was die Hypothese eines Temperaturgefälles innerhalb der Brennkammer stützt [75].

Um diesen Faktoren gerecht zu werden, wurde die Anordnung der Thermoelemente sowie die Platzierung der Prüfkörper wie in Kapitel 2.3 beschrieben vorgenommen.

Die Prüfkörper selbst wurden auf einem Brennvlies platziert, welches der Hersteller zur Verwendung mit Celtra Duo empfiehlt. Die Auswahl des Brenngutträgers ist keineswegs unkritisch, da je nach Brennunterlage ein signifikanter Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Keramik nachgewiesen wurde [71]. Der Hersteller spricht dem Brennvlies laut Gebrauchsanweisung die Eigenschaft zu, die Temperatur sehr gleichmäßig auf das Sinterobjekt zu übertragen. Untersuchungen zeigen, dass bei Verwendung klassischer Brennwatte eine Temperaturdifferenz am Brennobjekt von bis zu 30 Grad Celsius festgestellt werden kann [6]. Im Unterschied zur herkömmlichen Brennwatte ist das Brennvlies deutlich dünner und sollte daher keinen relevanten Einfluss auf die Wärmespeicherung- oder Verteilung in der Brennkammer haben. Dennoch wäre es im Hinblick auf zukünftige Untersuchungen interessant zu klären, ob die Verwendung eines Brennvlies andere Ergebnisse liefert, als die herkömmliche Lagerung des Sinterobjekts auf einem Pin.

Für eine reproduzierbare Brandführung wurden feste Brennprogramme mit unterschiedlichen Brennparametern in der Software des Keramikofens eingespeichert. Jedes Brennprogramm wurde mit einem, die relevanten Parameter betreffenden, Programmnamen bezeichnet. Somit konnte sichergestellt werden, dass jedes Programm eindeutig und reproduzierbar angewählt und ausgeführt werden konnte. Verändert wurde in den entsprechenden Programmen lediglich der Parameter der Endtemperatur. Die Haltezeiten, Aufheizraten und Abkühlzeiten blieben unverändert. Die jeweiligen Endtemperaturen der beiden aufeinander folgenden Festigkeits- und Glanzbrände (820 °C und 770 °C) wurden in den darauffolgenden simulierten Brennfehlern um jeweils 15 °Grad überschritten. Diese 15 °C stellen einen realistischen Wert bei nicht kalibrierten Keramiköfen oder bei einem häufig zu beobachtenden Übersteuern des Ofens während der Aufheizphase dar [46]. Des Weiteren wird dadurch der gängigen Praxis im zahntechnischen Labor Rechnung getragen, je nach gewünschter Oberflächenbeschaffenheit die Soll-Temperaturen des Ofens zu modifizieren bzw. anzupassen. Hierbei wird häufig die Soll-Temperatur des Brennofens leicht angehoben um glattere, weichere

Konturen und Formen zu erhalten. Studien belegen jedoch, dass diese Abweichung von den Herstellerangaben einen deutlichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Keramik und im weiteren klinischen Verlauf auf die Wahrscheinlichkeit des Auftretens von Chipping hat [41].

4.2 Diskussion der Ergebnisse

4.2.1 Einfluss der Brenntemperatur auf die Farbstabilität

Die Bestimmung des Grundfarbtons der Prüfkörper wurde wie beschrieben mit dem Shadepilot der Firma DeguDent durchgeführt.

Da die Grundtonfarbe der CAD/CAM Blöcke A3 LT bekannt war, konnte dies auf Grund der industriellen Fertigung als verlässlich angesehen werden. Eine Abweichung des Farbtons nach erfolgter Brandführung sollte also durch die digitale Spektrophotometrie ermittelbar sein. Die Zuverlässigkeit und Genauigkeit von klinisch einsetzbaren Spektrophotometern wurde in einer Studie von Klotz et. al kürzlich quantifiziert [42].

Trotz der industriellen Normfarbe des Rohlings, wurden alle Celtra Duo Prüfkörper vor dem Brand mit dem Messgerät vermessen, um für jeden Prüfkörper die jeweilige Abweichung bestimmen zu können. Da die Messungen auf einem weißen Untergrund stattfanden, waren die Ausgangswerte der L*a*b* Messungen heller als es normalerweise für den Farbraum A3 üblich ist. Daher lag der Fokus nicht auf dem Referenzbereich der Farbe selbst, sondern in dem ermittelten Farbunterschied (ΔE) der Prüfkörper vor- und nach dem Brand. Außerdem wurde im Hinblick auf die Änderung der L*a*b* Parameter bewertet in welche Richtung innerhalb des Farbspektrums ein Prüfkörper nach dem Brand tendiert.

4.2.2 L*a*b* Werte

Änderungen im Bereich der Luminanz (L^*) stellen in der Regel eine wahrnehmbare Verdunkelung (negative Änderung) oder eine Steigerung der Helligkeit (positive Änderung) dar. Da die Prüfkörper, welche nach Herstellerangaben gebrannt wurden eine Steigerung des L^* -Wertes im Mittel um 0,7 aufwiesen, kann dies als gewünschte Steigerung der Helligkeit im Hinblick auf die „Entwicklung“ des Farbtons durch den Brennvorgang betrachtet werden. Legen wir diesen Wert zu Grunde, so fällt auf, dass alle Prüfkörper, die im weiteren Verlauf überbrannt wurden, einen geringeren L^* -Wert aufweisen. Dies bedeutet, dass diese Prüfkörper weniger in Richtung „weiß“ tendieren, als es beim Normbrand vorgesehen ist. Daraus kann geschlossen werden, dass ein Überbrennen im Bereich von 15°C über Norm bereits ausreicht, um die Helligkeit einer Restauration wahrnehmbar zu beeinflussen, sie also abzudunkeln. Im Mittel liegen die L^* -Werte aller überbrannten Prüfkörper nah beieinander, wobei mit einer Differenz von 0,3 die geringste Änderung des Messwertes bei den Prüfkörpern eingetreten ist, welche sowohl im ersten als auch im zweiten Brenndurchgang überbrannt wurden. Es kann also davon ausgegangen werden, dass ein erneutes Überbrennen des Prüfkörpers zu einer Steigerung des Effekts führt.

Die gemessenen a^* -Werte (Rotanteil) sind in der Prüfgruppe „Normbrand“ nach dem Brennvorgang mit 0,1 im Mittel am geringsten verändert. Die Prüfkörper, welche beim ersten Brand noch nach Herstellervorgaben gebrannt wurden und erst beim zweiten Brennvorgang überbrannt wurden, weisen bei den Messungen die größte Abweichung mit 0,6 auf. Dies bedeutet, dass sich der Rotanteil des Farbtons deutlich erhöht, was im optischen Eindruck eine Änderung der gesamten Farbe bedeuten kann. Im Hinblick auf die Reihenfolge der Brandführung (Normbrand – Überbrand) liegt die Vermutung nahe, dass die geprüfte ZLS Keramik nach dem ersten Brand nach Herstellerangaben, anfälliger für Brennfehler hinsichtlich der Farbentwicklung im Rotanteil ist.

Der Gelbanteil (b^*) ist in der Gruppe von Prüfkörpern, welche im ersten Durchgang überbrannt wurden am stärksten angestiegen. Hier besteht mit einer

gemessenen Differenz von 0,5 zum Normbrand eine deutliche Änderung in Richtung Gelb.

Vergleicht man die Gesamtheit der Differenzwerte der einzelnen Gruppen untereinander, so zeigt sich die größte Abweichung der $L^*a^*b^*$ -Werte bei den Prüfkörpern, welche bereits im ersten Durchgang überbrannt wurden. Die gemittelten Messwerte weichen demnach bei Brennfehlern im ersten Brennvorgang am deutlichsten ab (s. Tabelle 5 auf Seite 42). Die geringste Abweichung zeigt sich wie erwartet bei den Prüfkörpern des Normbrandes.

Eine signifikante Änderung der Farbe, im Besonderen der L^* und a^* Parameter, konnten auch Aurélio et al. in einer aktuellen Studie aufzeigen, in der verschiedene Keramiksysteme unter anderem hinsichtlich der optischen Eigenschaften untersucht und verglichen wurden. Hier werden besonders die ZLS Keramiken als instabil hinsichtlich der Farbe bezeichnet [3]. Diese Erkenntnis scheint laut der Autoren sowohl bei Lithium-Disilikat-Keramiken als auch bei ZLS Keramiken zutreffend zu sein, wenn auch dieser Effekt bei den ZLS Keramiken klinisch signifikanter zu sein scheint. Die Ursache dafür sehen die Autoren in dem geringeren Glasanteil und dem höheren Anteil an Füllstoffen, wie Metalloxiden [3].

Die Ursachen für die Veränderungen innerhalb des $L^*a^*b^*$ Farbraums sind vielfältig. Verschiedene Studien belegen Zusammenhänge sowohl bei den Abmessungen/Durchmessern der Prüfkörper als auch der Anzahl von durchgeführten Bränden [50]. Da die Abmessungen der Prüfkörper in dieser Studie standardisiert wurde, kann hier kein Zusammenhang bestehen. Die Anzahl der Brände zeigt jedoch im vorliegenden Fall einen deutlichen Einfluss auf die Entwicklung der Farbe bzw. der gemessenen Werte. Insgesamt decken sich die Ergebnisse der vorliegenden Farbmessungen mit den Erkenntnissen einer Studie der Universität von Sao Paulo. Diese konnte darstellen, dass mit steigender Anzahl von Bränden im Keramikofen die Keramik sowohl „dunkler“, als auch deutlich „rötlicher“ (gesteigerter a^* -Wert) und „gelblicher“ (gesteigerter b^* -Wert) erscheint [52]. Diese Erkenntnis kann also auf die untersuchte ZLS Keramik Celtra Duo weitestgehend übertragen werden.

4.2.3 Beurteilung anhand des Delta E (ΔE) Werts

Um den tatsächlichen Farbunterschied und dessen Wahrnehmbarkeit durch den Betrachter darzustellen, wurde ΔE aus den gemessenen $L^*a^*b^*$ Werten errechnet.

Die Interpretation und Bewertung eines Farbunterschiedes ist durch eine Skala von 0-5 möglich (s. Tabelle 4 auf Seite 34) und findet breite Anwendung etwa in der Industrie [14].

Der Farbunterschied bezieht sich auf die mittels Spektrophotometrie gemessenen Ausgangswerte der Prüfkörper im polierten Zustand.

Ab einem ΔE von 1,0 geht man davon aus, dass ein Laie den Farbunterschied bemerkt („merklicher Farbunterschied“).

Der Schwellenwert des Farbunterschieds wurde in der vorliegenden Studie auf $\Delta E > 1,5$ festgelegt, um die Prävalenz einer relevanten Veränderung in der Grundgesamtheit an Prüfkörper einer Prüfgruppe zu berechnen. Der gewählte Schwellenwert stellt einen „Kompromiss“ zwischen den in der Literatur am häufigsten verwendeten Schwellenwerten zwischen 1,0 und 2,0 dar [36, 51].

Bei der Betrachtung der Ergebnisse fällt auf, dass der größte errechnete Unterschied ΔE bei der Prüfgruppe auftritt, welche im ersten Brandvorgang überbrannt wurde (B1+B2-). Der Farbunterschied liegt hier mit dem höchsten ΔE Wert innerhalb seiner Prüfgruppe mit ΔE 2,3 bereits über der Grenze des „deutlichen Farbunterschieds“ ($>2,0$). Da sich in allen Prüfgruppen die ΔE Werte im Wesentlichen zwischen 0,5 und 1,5 bewegen, kann hier durchgehend von einem relevanten Unterschied ausgegangen werden. Insgesamt finden die Änderungen des wahrnehmbaren Farbunterschieds damit in einem Rahmen statt, der in manchen Fällen nur dem geschulten Auge bzw. Anwender (Zahnarzt/Zahntechniker) auffallen dürfte, in anderen Fällen wiederum auch dem Laien nicht entgehen wird.

Die Streuung der ΔE Werte ist innerhalb der Prüfgruppen dabei sehr unterschiedlich. Die geringste Streuung fällt in der Prüfgruppe auf, welche im ersten Brand nach Norm und im zweiten überbrannt wurde. Nur 10% der

Prüfkörper in dieser Gruppe liegen über dem Schwellenwert von $\Delta E > 1,5$. Alle anderen Prüfgruppen welche experimentell überbrannt wurden weisen hier bei mindestens 20% der Prüfkörper eine Abweichung von $\Delta E > 1,5$ auf. Hier liegt also der Schluss nahe, dass im zweiten Brennvorgang das ZLS weniger anfällig hinsichtlich des Einflusses auf die Farbentwicklung ist. Bemerkenswert ist, dass gemessen an den ΔE Werten, ein erneutes Überbrennen im zweiten Brennvorgang (Prüfgruppe B1+B2+), in gewisser Weise den merklichen Farbunterschied wieder „korrigiert“ in Richtung der weniger wahrnehmbaren Bereiche (s. Abbildung 20 auf Seite 44). Dies könnte als Erklärung herangezogen werden, warum ein konstantes Überbrennen einer Restauration, beispielsweise durch einen unzureichend kalibrierten Brennofen, im praktischen Laboralltag eventuell nicht auffallen könnte.

Bei Lithium-Disilikat Keramiken belegen Studien eine steigende Festigkeit beim Überbrennen mit klinisch noch akzeptablen Farbveränderungen [3]. Hier scheint demnach die Bedeutung der verbesserten Rissreparaturen, bei steigender Brenntemperatur, innerhalb des Keramikgefüges eine große Rolle zu spielen. Die zitierte Studie konnte aber ebenfalls zeigen, dass für die in dieser Studie untersuchten ZLS Keramiken, die Veränderungen der Farbe durch das Überbrennen nicht mehr im klinisch akzeptablen Bereich liegen [3]: Die ermittelten ΔE Werte lagen in ΔE Bereichen über 3. Im Unterschied zur vorliegenden Studie, haben die Autoren beim Brennvorgang der untersuchten Keramiken allerdings nicht die Brenntemperatur angehoben, sondern die Haltezeit der Endtemperatur deutlich erhöht (von 1 min auf 15 min). Dies lässt den Schluss zu, dass die Haltezeit der Endtemperatur nochmals einen signifikant größeren Einfluss auf die farbliche Veränderung der ZLS Keramiken hat, als die Endtemperatur selbst. Diese These deckt sich mit den Ergebnissen einer Studie aus dem Jahr 2000: die Halte-, Vorwärmzeit und Aufheizrate haben, den Autoren zur Folge, einen größeren Effekt auf die Sintergüte einer Verblendkeramik als die Endtemperatur [41].

Allerdings wurde wiederum nachgewiesen, dass höhere Temperaturen einen stärkeren Effekt auf die Reduzierung der Oberflächenrauigkeit haben, als eine längere Haltezeit [8]. Eine Reduzierung der Porosität bedeutet auch eine

veränderte Transluzenz und Reflektion, die sich je nach Ausprägung in einer wahrnehmbaren Farbveränderung niederschlagen könnte.

Die vorliegenden Ergebnisse legen den Schluss nahe, dass die hier untersuchte ZLS Celtra Duo® auf erhöhte Brenntemperaturen sensibler zu reagieren scheint als Lithium-Disilikat, zumindest im Hinblick auf farbliche Änderungen [3]. Ein statistisch signifikanter Unterschied der überbrannten Prüfgruppen zum Normbrand besteht hinsichtlich des Delta E Wertes nicht (s. Tabelle 7, Seite 45).

Da allerdings auch in der Normbrandgruppe der Schwellenwert $\Delta E > 1,5$ von 20% der Prüfkörper überschritten wurde, muss der Farbunterschied zwischen poliert und gebrannt bis zu einem gewissen Grad als gewünscht oder zumindest tolerierbar angenommen werden. Dieser Umstand sollte vom Hersteller weiter untersucht werden, um ein vorhersagbares Farbergebnis beim klinischen Einsatz des Werkstoffs zu gewährleisten, da das Material sowohl "poliert" als auch "gebrannt" klinisch als Restauration befestigt werden kann.

Ab welchem Ausmaß der Temperaturerhöhung signifikante Unterschiede im Bereich der Farbwahrnehmung ($\Delta E > 1,0$) messbar sind, wäre für weiterführende Untersuchungen ein interessanter Ansatzpunkt.

4.2.4 Geometrische Messungen

Veränderung in der Geometrie hinsichtlich der Probendicke und Probenbreite wurden vor und nach der Brandführung mit der Schieblehre überprüft. Da die Geometrie der Prüfkörper CAD gestützt erstellt wurde, darf bei jedem Prüfkörper hinsichtlich der Abmessungen eine verlässliche Reproduzierbarkeit erwartet werden.

Durch die manuelle Messung per Schieblehre ist ein Messfehler bei der Durchführung zu berücksichtigen. Zwar wurde die Messung konstant durch dieselbe Person mit einer digitalen Schieblehre an den Prüfkörpern durchgeführt, eine potenzielle Fehlerquelle stellt dies dennoch dar. Deshalb wurde die Reproduzierbarkeit der Messung gemäß den Empfehlungen der ISO-

Norm für Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien sichergestellt [17]. Die Wiederholgenauigkeit innerhalb aller Prüfgruppen lag bei 0,005 mm, was eine ausreichend hohe Reproduzierbarkeit gewährleistete.

Die gemessenen Differenzen zwischen den Mittelwerten von 0,01 mm (etwa zwischen Normbrand und B1-B2+) beeinhalteten somit die Streuung der Messungenauigkeit. Deshalb ist zum Einen die Betrachtung der prozentualen Abweichungen und zum Anderen auch die Beurteilung des Volumens (als Potenz der drei Messwerte) hilfreicher.

Die Ergebnisse zeigen eine Abnahme des Volumens bei allen Prüfgruppen nach dem Brennvorgang, im Vergleich zum vorherigen „polierten Zustand“ nach CAM Fertigung.

Grundsätzlich reagieren keramische Werkstoffe mit einer zunehmenden Kontraktion auf das mehrfache Brennen im Ofen. Dies zeigt eine Studie aus Amsterdam [34]. Allerdings wurde in selbiger Studie auch gezeigt, dass moderne CAD/CAM Glaskeramiken, im Gegensatz zu klassischen Feldspatkeramiken, eine erhöhte Stabilität gegen thermische Kontraktionen aufweisen [34].

Riquieri et al. erklären diesen Umstand durch die Verdichtung der keramischen Mikrostruktur während des Brennvorgangs von ZLS, da ZrO_2 in der Glasphase verteilt wird und in der Größe abnimmt [59]. Daher kann das abnehmende Volumen als ein Effekt des Brennvorgangs betrachtet werden. Nach aktueller Kenntnis der Studienlage (2019) wurde das Dimensionsverhalten von ZLS noch nicht wissenschaftlich untersucht. Für das Referenzmaterial Lithiumdisilikat (e.max CAD) liegen hingegen zahlreiche wissenschaftliche Daten vor. Hier wurde die während des Brennens auftretende Schrumpfung im Bereich von 0,2 bis 0,3% beschrieben [24, 38]. Kim et al. zeigten, dass die für e.max CAD gefundene Schrumpfung innerhalb des klinisch akzeptablen Bereichs liegt und keinen großen Einfluss auf die Passform hat [27].

Infolgedessen wurde ein Schwellenwert von 0,5% für die Volumenänderung als potenziell klinisch relevant angenommen. Die Prüfkörper der „Normbrand“- und „B1-B2+ Prüfgruppe“ zeigten die höchste Anzahl von Prüfkörpern, deren Volumenveränderung $\pm 0,5\%$ überstieg, B1+B2- und B1+B2+ die niedrigste. Das alleinige Überbrennen des zweiten Glasurbrandes (B1-B2+) scheint also den größten Einfluss auf das Volumen der Prüfkörper zu haben. Der größte statistische signifikante Unterschied der Volumenschrumpfung gegenüber dem Normbrand konnte in der Prüfgruppe B1+B2+ ermittelt werden ($p=0,0091$). Die klinische Relevanz der Volumenschrumpfung und die Auswirkung auf die Passgenauigkeit von ZLS-Restaurationen, sollte eine interessante Fragestellung für weiterführende Studien darstellen. Eine Erhöhung der Brenntemperatur stellt sich optisch in der Regel in einer glatteren Oberfläche und weicheren Kanten der Keramik dar, was auf eine homogenere Kristallstruktur und eine Reduzierung der Porosität zurückzuführen ist [77]. Im zahntechnischen Alltag wird diese Eigenschaft bewusst genutzt, um das Brennergebnis einer Restauration zu beeinflussen. Dieser Umstand unterstreicht die klinische Bedeutung und die Notwendigkeit weiterführender Untersuchungen. Auf Basis der vorliegenden Ergebnisse kann von einer Erhöhung der Brenntemperatur bei der Verarbeitung von ZLS Keramik hinsichtlich der Volumenveränderung nur abgeraten werden.

4.2.5 Festigkeitsprüfung

Der Drei-Punkt-Biegeversuch wurde nach ISO DIN 6872 durchgeführt. In Tabelle 5 sind die gemessenen Festigkeitswerte im Säulendiagramm zur Übersicht dargestellt. Für alle untersuchten Gruppen wurden die jeweiligen Mittelwerte in MPa angegeben. Wie erwartet unterscheiden sich die gemessenen Festigkeitswerte zwischen den Gruppen deutlich. Wie zu erwarten war, weist die Gruppe welche nur poliert wurde, die geringste Festigkeit mit 189 MPa im Mittel auf. Damit liegt der gemessene Wert im Mittel unter der Herstellerangabe von 210 MPa, aber dennoch in einem Bereich, der die klinische Einsetzbarkeit am Patienten nicht beeinträchtigt. Innerhalb der

Prüfgruppe gibt es durchaus Proben die den Herstellerwert erreichen, allerdings auch solche die deutlich weiter unter dem Mittelwert liegen.

Kleinere Prüfkörper sind anfälliger für Beschädigungen während der Herstellung sowie für Abweichungen bei der Positionierung für den Biegeversuch. Um die Auswirkungen dieser Risiken zu reduzieren, wurde eine größere Anzahl von Proben verwendet (N = 30 pro Gruppe) [80].

Insgesamt ist eine ausgeprägte Streuung der Festigkeitswerte innerhalb der Prüfgruppen festzustellen. Zwar kann die Breite der Streuung auf die weitere Verarbeitung nach dem Schleifvorgang zurückgeführt werden, jedoch ist auch die nach Herstelleranweisung bearbeitete Prüfgruppe „Normbrand“ nicht wesentlich homogener in Bezug auf die Festigkeitswerte. Die Ursache dieser Streuung kann zum einen in der Materialzusammensetzung der ZLS selbst gesucht werden, zum anderen in den potenziellen Fehlerquellen bei der Prüfkörperherstellung [59]. Ein weiterer Einflussfaktor könnte die potenziell ungleiche Hitzeverteilung innerhalb der Brennkammer sein, welche abhängig von der Positionierung der Prüfkörper auf der Brennunterlage, zu einer unterschiedlichen Temperaturlast auf die Prüfkörper führen könnte (s. 4.1.4 auf Seite 69) [29, 46].

Eine Studie aus dem Jahre 2016 der Universität Erlangen-Nürnberg sieht die Ursache für die große Streuung bei Festigkeitsmessungen von ZLS Keramiken in der thermischen Inkompatibilität zwischen den kristallinen Phasen innerhalb der Keramik, welche bei der Abkühlphase zu großen Spannungen und Stress im Gefüge führt. Diese Spannungen entladen sich laut der Autoren dann beim Abkühlen in Form von Mikrorissen („Cracks“) in der Keramik [80].

Als weitere Ursache kann die Prüfkörperherstellung selbst in Betracht gezogen werden. Die ISO DIN 6872 beschreibt bei der Prüfkörperherstellung die Möglichkeit der Kantenglättung bzw. Abschrägung der Kanten [15]. Darauf wurde in der vorliegenden Studie verzichtet, lediglich die Sägeschnittkante wurde leicht verschliffen. Das Abschrägen der Kanten soll laut ISO DIN 6872 das Auftreten von Sprüngen an den Schnittkanten der Prüfkörper minimieren

[15]. Daher hätte durch eine Kantenglättung eventuell die Streuung etwas minimiert werden können, da diese durch Materialversagen auf Grund von Chipping bei einzelnen Prüfkörpern natürlich verstärkt wird. Ob die Reduzierung der Streuung tatsächlich statistisch relevant gewesen wäre, bleibt aber zu diesem Zeitpunkt reine Spekulation.

Wenn man die anderen Prüfgruppen betrachtet so fällt auf, dass sich die Festigkeitswerte bereits nach der ersten Brandführung nach Herstellerangaben auf etwa 252 MPa im Mittel erhöhen. Die ermittelte Festigkeit deckt sich mit den Ergebnissen einer Studie der Universität Sao Paulo aus dem Jahre 2018, welche die Auswirkungen der einfachen Brandführungen auf die Festigkeit von Celtra Duo und Vita Suprinity untersuchte [59]. Ein Überbrennen im ersten Durchgang schlägt sich auf den ersten Blick nur geringfügig in einer Festigkeitssteigerung auf 260 MPa nieder. Das Überbrennen im zweiten Durchgang erhöht den Festigkeitswert weiter auf 273 MPa. Daher scheint ein Überbrennen im zweiten Durchgang einen größeren Einfluss auf die Festigkeit zu nehmen, als es das Überbrennen im ersten Durchgang hatte. Insgesamt lässt sich festhalten, dass ein Überbrennen um 15 Grad demnach eine Steigerung der Festigkeit zur Folge hat. Dies deckt sich auch mit der Erkenntnis von Aurelio et al. die zeigen konnten, dass gezieltes Überbrennen von Lithium-Disilikat oder ZLS zu einer signifikanten Steigerung der Festigkeit sowie einer reduzierten Oberflächenrauigkeit führt [4].

In dieser Studie wurde als Referenz die Lithium-Disilikatkeramik (e.max-Gruppe) im Brand gem. Herstellerangaben untersucht, um einen Vergleich mit einem „Goldstandard“ zu ermöglichen. Dabei zeigten unsere Ergebnisse etwas höhere, aber nicht signifikant abweichende, Werte gegenüber den Angaben des Herstellers und den in der Literatur zu findenden [20, 45, 80].

Im Vergleich zur Kontrollgruppe der Lithium-Disilikatkeramik e.max CAD fällt auf, dass die Festigkeitswerte von Celtra Duo im Mittel deutlich unter denen von e.max CAD liegen. Hier beträgt die Differenz zwischen der Celtra Duo Normbrandgruppe und der e.max CAD Prüfgruppe fast 100 MPa. Für Celtra Duo gibt der Hersteller im Drei-Punkt-Biegeversuch Festigkeitswerte von 370

MPa an, für e.max CAD 360 MPa. Zumindest für Celtra Duo können diese Festigkeitswerte in der vorliegenden Studie nicht erreicht werden; zumal die Tendenz zu „höheren Festigkeitswerten“ dann auch in allen Prüfgruppen vermutet werden muss. Die Ermittlung der charakteristischen Weibullfestigkeit kann hier annähernd die erwünschten Festigkeitswerte erreichen. Dies wird im folgenden Kapitel näher betrachtet werden. In einer Studie aus dem Jahre 2016 der Universität Mansoura wurden im Vergleich zwischen e.max CAD und einer ZLS Keramik höhere Festigkeitswerte auf Seiten des ZLS ermittelt [20]. Dieses Ergebnis kann in der vorliegenden Studie nicht bestätigt werden, da die Festigkeit des ZLS unter der des LDS liegen. Dieses Ergebnis deckt sich mit einer Studie, ebenfalls aus dem Jahre 2016, welche ebenfalls keine Verbesserung der Festigkeitswerte von ZLS gegenüber LDS feststellen konnte [56]. Dies kann zum einen auf unterschiedliche Methodiken hinsichtlich der Prüfverfahren, als auch auf Herstellerspezifische Unterschiede zurückgeführt werden.

4.2.6 Weibullmodul- und charakteristische Weibullfestigkeit

Zur besseren Vergleichbarkeit innerhalb der Prüfgruppen und um die Homogenität des ZLS zu bestimmen wurde sowohl die charakteristische Weibullfestigkeit als auch der Weibullmodul errechnet. Weibullstatistiken erfordern eine Mindestanzahl an Prüfkörpern, um im Rahmen der Weibullanalyse valide Ergebnisse zu erhalten: Die Literatur fordert mindestens 30 Prüfkörper [55]. Da in der vorliegenden Studie insgesamt 150 Prüfkörper hergestellt und gemessen wurden, kann von einer ausreichenden Probenmenge ausgegangen werden. Wie bereits im vorherigen Kapitel ersichtlich wurde, weichen die gemessenen Festigkeitswerte je nach Methode der Festigkeitsprüfung stark voneinander ab, so dass hinsichtlich der Vergleichbarkeit keine verlässliche Bewertung möglich ist. Hier ist die charakteristische Weibullfestigkeit eine geeignete Möglichkeit Festigkeitswerte in verschiedenen Studien mit unterschiedlichen Prüfmethoden zu vergleichen, weil hier eine standardisierte Errechnung der Festigkeit aus den ermittelten

Messwerten erfolgt [11]. Zudem kann eine prospektive Aussage zur Versagenswahrscheinlichkeit der Keramik getroffen werden und gleichermaßen, gemessen an der Streuung der Messwerte, auf die Homogenität der Keramik geschlossen werden. Des Weiteren gilt die Weibullstatistik als Überlegenes Standardverfahren bei Dentalkeramischen Studien im Vergleich zu anderen statistischen Verteilungen [47].

In Tabelle 5 auf Seite 42 sind die charakteristische Weibullfestigkeit σ_0 und der Weibullmodul m dargestellt. Es fällt auf, dass mit 219 MPa der Festigkeitswert in der Prüfgruppe „poliert“ nahe am Standardwert des Herstellers von 210 MPa liegt. Insgesamt kann beobachtet werden, dass die charakteristische Festigkeit aller Prüfgruppen deutlich größer ist, als die im Drei-Punkt-Biegeversuch durch die Kraft F_{max} errechnete. Alle Prüfgruppen, die im Ofen gebrannt wurden, liegen mit den charakteristischen Festigkeitswerten über 300 MPa.

Ganz deutlich zu erkennen ist die Steigerung der charakteristischen Weibullfestigkeit durch das Überbrennen der Prüfkörper auf bis zu 346 MPa. Diese Festigkeitssteigerung ist in der Literatur sowohl bei Feldspatkeramiken [77] als auch bei modernen Lithium-Disilikat- und den ZLS- Keramiken [4, 69] bereits beschrieben. Diese Erkenntnisse sind, auf das in dieser Studie untersuchte ZLS Celtra Duo, also gleichermaßen anwendbar und spiegeln eine Bestätigung dieser Erkenntnisse wider.

Die Ermittlung des Weibullmoduls lässt weitere Rückschlüsse zu: So lässt sich ein signifikanter Unterschied hinsichtlich der Streuung der Messwerte innerhalb der Prüfgruppen feststellen. Wie aus Tabelle 5 auf Seite 42 entnehmbar, zeigte sich in der Prüfgruppe „Poliert“ ein Weibullmodul von 8,9. Damit liegt dieser Wert nahe der Kontrollgruppe des e.max CAD mit 8,0. Nimmt man diesen Wert als Ausgangswert für die Beurteilung aller weiteren Streuungen der Daten, so kann festgestellt werden, dass schon beim „Normbrand“ die Streuung der Festigkeitswerte mit einem Weibullmodul von 5,8 deutlich erhöht ist. Den kleinsten Weibullmodul mit 3,9 und damit die größte Streuung der Daten liegt bei den Prüfkörpern vor, welche im ersten und dem darauffolgenden zweiten Glanzbrand überbrannt wurden. Mit der hypothetisch möglichen Vorschädigung

durch den Herstellungsprozess [21, 80] wurden vier Prüfkörper aus der Prüfgruppe B1+B2+ aus der Weibull-Statistik ausgeschlossen ($\sigma_0 < 120$ MPa). Dennoch war der Weibullmodul m in dieser Prüfgruppe niedriger als in allen anderen Gruppen.

Daraus lässt sich schlussfolgern, dass zwar die charakteristische Festigkeit beim Überbrennen der Keramik steigt, jedoch die Homogenität des Materials abnimmt. Bei genauerer Betrachtung der einzelnen Festigkeitswerte innerhalb der Prüfgruppen ist zu erkennen, dass es Prüfkörper gibt, welche mit über 400 MPa Festigkeitswerte weit über der Herstellerangabe aufweisen. Allerdings liegen auch einige Prüfkörper vor, welche trotz erfolgter Brandführung hinsichtlich des Festigkeitswertes als nicht ausreichend zu bezeichnen sind (< 200 MPa), da sich diese nicht wesentlich von der Festigkeit des polierten Ausgangszustands unterscheiden. Bemerkenswert ist die Tatsache, dass die Prüfgruppe, welche lediglich im zweiten Brennvorgang überbrannt wurde (bei Normbrand im ersten Durchgang) hier eine Ausnahme darstellt. Hier liegt die charakteristische Weibullfestigkeit mit 326 MPa bei einem im Vergleich zum Referenzwert akzeptablen Weibullmodul von 7,2. Es liegt demnach eine gesteigerte Festigkeit bei normaler Homogenität vor. Dies lässt sich am ehesten durch die gesteigerte Sintergüte, bedingt durch die höhere Sintertemperatur erklären, welche in zahlreichen Studien bereits belegt wurde [3, 8, 41].

Laut einer aktuellen Studie scheint, bei den hier diskutierten ZLS Keramiken, einen besonderen Stellenwert dabei das ZrO_2 zu haben, welches durch den Brennprozess in die Glasphase gelöst wird und dadurch die Mikrostruktur der Keramik verdichtet und verfeinert. Dies erhöht sowohl die Festigkeit als auch die Härte, setzt dabei aber auch die Polierbarkeit herab [60].

In einer jüngeren Studie von Aurelio et al konnte eine deutlich verbesserte Rissreparatur durch Überbrennen sowohl innerhalb des ZLS, als auch des LS_2 festgestellt werden. Dies lässt sich werkstoffkundlich erklären durch die erhöhte Eigenspannung in der Keramik. Diese hat eine komprimierende Wirkung auf das Rissareal, was wiederum die Rissausbreitung bremst und elektronenmikroskopisch durch eine Verkleinerung des Risses imponiert [3]. Ein

weiterer Erklärungsansatz liegt in der chemischen Zusammensetzung moderner Keramiksysteme, wie dem hier untersuchten ZLS oder LS_2 . So sieht eine Studie der Universität Erlangen-Nürnberg die Ursache der verbesserten Rissreparatur im Siliziumanteil der ZLS Keramik. Silizium oxidiert während des Brennvorgangs und scheint dabei einen versiegelnden Effekt auf den Rissbereich zu haben, in dem es diesen fast vollständig auffüllt [26]. Da die Festigkeit des in dieser Studie untersuchten ZLS über alle Prüfgruppen generalisiert angestiegen ist, kann die Annahme einer verbesserten Rissreparatur von ZLS Keramik durch erhöhte Brenntemperaturen, hier als bestätigt angesehen werden.

5 Zusammenfassung

Die vorliegende werkstoffkundliche Studie sollte herausfinden, ob eine erhöhte Brenntemperatur bei der Verarbeitung vorkristallisierter ZLS Keramik (hier: Celtra Duo[®]) deren mechanische, optische und geometrische Eigenschaften verändert.

Aus handelsüblichen CAD/CAM-Blöcken wurden je 5 stabförmige Prüfkörper gemäß DIN 6872 (in der Summe N=150) hergestellt und standardisiert poliert.

Davon wurden 30 Prüfkörper entsprechend der Herstellerangaben keramisch gebrannt (Normbrand) und deren Geometrie mittels Schieblehre und Farbwerte mittels ShadePilot vor und nach dem Brand erhoben. Das Brennen gemäß Herstellerangaben umfasst zwei aufeinanderfolgende Ofengänge mit einer maximalen Temperatur von 820°C.

90 weitere Prüfkörper verteilten sich auf drei experimentelle Brandführungen, bei der der erste, zweite sowie beide Ofengänge um +15°C bei der maximalen Temperatur für die Dauer der Haltezeit erhöht wurden. Diese Prüfgruppen wurden als B1+B2-, B1-B2+ und B1+B2+ bezeichnet.

Die Geometrie und Farbwerte vor und nach dem Brand wurden ebenfalls untersucht.

Abschließend wurden diese 120 Prüfkörper sowie 30 ausschließlich polierte Prüfkörper einem 3-Punkt-Biegeversuch zugeführt um die Biegefestigkeit sowie den Weibull-Modul zu ermitteln. Hinzu kam als Referenzmessung der 3-Punkt-Biegeversuch von dimensionsgleichen Prüfkörpern aus CAD/CAM - gemäß Herstellerangaben - gefertigtem Lithiumdisilikat (e.max CAD), welche als Goldstandardkeramik angesehen werden kann.

Zusammenfassend konnte die vorliegende Studie unter Berücksichtigung der Limitationen von Laborversuchen somit folgende Erkenntnisse liefern:

- 1) Hinsichtlich der Farbentwicklung ($L^*a^*b^*$) und Farbunterschiede (ΔE , ΔE) führt keramisches Brennen
 - a. Im Mittelwert zu einer für das geübte Auge erkennbaren Farbänderung gegenüber dem polierten Ausgangszustand. Der klinisch relevante, merkliche Farbunterschied von $\Delta E > 1,5$ wurde von Prüfkörpern in allen Gruppen erreicht oder überschritten. Dabei war die Anzahl dieser Prüfkörper in der Gruppe B1+B2- am größten mit 7 und am geringsten in der Gruppe B1-B2+ mit 3 Prüfkörpern. Im Normbrand überschritten 6 Prüfkörper den Schwellenwert.
 - b. bei einem Überschreiten der Brenntemperatur um $+15^\circ\text{C}$ zu keinen statistisch signifikanten Änderungen bzw. Steigerungen der ΔE Werte im Vergleich zum Normbrand.

- 2) Das keramische Brennen der Prüfkörper verursachte in allen Gruppen Volumenänderungen.
 - a. Es wurden bei allen Prüfgruppen Volumenschrumpfungen beobachtet. Im Mittel zwischen $-0,3$ und $-0,7\%$
 - b. Beim Brennen gem. Herstellerangaben ist die Anzahl der Prüfkörper welche eine Volumenänderung von $\pm 0,5\%$ aufweisen am höchsten mit 24 von 30 – und am niedrigsten in der Prüfgruppe B1+B2+ mit 10 von 30.
 - c. Im Vergleich zum Normbrand findet sich ein statistisch signifikanter Unterschied hinsichtlich der Volumenänderung nur bei der Prüfgruppe B1+B2+ ($p=0,0091$), die im Mittel mit $-0,26\%$ die niedrigsten Volumenschrumpfungen aufwies.

3) Hinsichtlich der Festigkeit führt ein Überschreiten der Brenntemperatur um +15°C während der vorgegebenen Haltezeit zu folgenden Erkenntnissen:

- a. Es kommt zu einer Steigerung der Festigkeitswerte (3-Punkt-Biegeversuch) gegenüber einer „normalen“ Brandführung. Dabei steigen die Bruchfestigkeitswerte bei doppeltem „Überbrennen“ weiter an.
- b. Ein statistischer signifikanter Unterschied der Festigkeitswerte innerhalb der ZLS Prüfgruppen besteht nicht.
- c. Abweichungen von der „normalen“ Brandführung bedingen jedoch die Abnahme der Homogenität (Surrogatparameter²: Weibullmodul m) des Werkstoffs ZLS. Dadurch steigt dessen Versagenswahrscheinlichkeit.
- d. Die Referenzgruppe (e.max, LDS) hebt sich hinsichtlich der Festigkeit statistisch signifikant von den ZLS Prüfkörpern ab. Die Homogenität des LDS ist der ZLS nach dem Brennvorgang überlegen.

5.1.1 Schlussfolgerung und praktische Implikationen

Signifikanten Einfluss hat das Überbrennen des ZLS unter anderem auf die gemessenen Festigkeitswerte. Hier konnte durchgehend eine Steigerung verzeichnet werden, welche sich bei konsekutiven Bränden weiter erhöhte. Da allerdings auch die Homogenität des Materials durch dieses Vorgehen mit jedem Überbrennen deutlich abzunehmen scheint, muss klinisch von einer erhöhten Versagenswahrscheinlichkeit einer solchen Restauration ausgegangen werden. Wenn klinisch einzig und allein eine abschließende Festigkeitssteigerung der Keramik gewünscht ist, so ist ein „Überbrennen“ beim zweiten Glanzbrand nach normgerechtem ersten Festigkeitsbrand als eher unkritisch zu beurteilen. Hier scheint der Effekt der Rissreparatur von größerer

² Messwert mit statistisch signifikantem Zusammenhang zur klinischen Relevanz

Bedeutung zu sein, da die Homogenität (gemessen am Weibullmodul m) ansteigt, bei ebenfalls erhöhten Festigkeitswerten und den aus allen Prüfgruppen geringsten Einflüssen auf die Farbe.

Allerdings sollte die Kalibrierung des Dentalkeramikofens im Dentallabor routinemäßig durchgeführt werden. Hier bestand auch bei dem für diese Studie verwendeten Keramikofen (Austromat 624 DEKEMA) bei Auslieferung ein Kalibrierungsbedarf. Auf Grund einer gemessenen Diskrepanz zwischen tatsächlicher und programmierter Brenntemperatur musste daher vor Versuchsdurchführung eine Brenngradbestimmung und Kalibrierung durchgeführt werden. Das bestehende Problem der „ungenauen“ bzw. trägen Regelelektronik mancher Öfen lässt hier nach wie vor Besserungsbedarf seitens der Hersteller erkennen. Es besteht im praktischen Laboralltag die Gefahr, unbewusst/ ungewollt einen Brennfehler durch „Überbrennen“ der Keramik zu provozieren, obwohl der Anwender dem Anschein nach den Ofen korrekt programmiert hat. Hier kann nur bei visuell unbefriedigenden Brennergebnissen angenommen werden, dass eine fehlerhafte Kalibrierung des Dentalkeramikofens vorliegt. Andernfalls – insbesondere für den hier gezeigten Fall der Reduktion der Homogenität – bleibt dies im Alltag verborgen, weshalb für ZLS dringend eine regelmäßige Kalibrierung des Keramikofens sowie jegliche Schritte der Qualitätssicherung zur Vermeidung von Temperaturspitzen angezeigt sind. Dies sollte im Dentallabor als Standard angenommen werden.

Letztlich sollten prospektive kontrollierte klinische Untersuchungen besonderen Wert auf die Kontrolle / Kalibrierung der Brennparameter bzw. Standardisierung der Laborfertigung der Restaurationen legen. Die Beurteilung vorliegender klinischer Daten ohne kontrollierte Laborbedingungen sollte die aufgezeigten Ergebnisse dieser Untersuchung in der Beurteilung und Bewertung mit berücksichtigen.

5.1.2 Weiterer Forschungsbedarf

Die Ergebnisse der vorliegenden Studie geben Anlass dazu, die Relevanz für die Krankenversorgung kritisch zu hinterfragen. Dazu sind kontrollierte in-vitro Studien zum Frakturverhalten verschiedener Einzelzahnrestaurationen zu erwägen wie auch Feldversuche mit Fertigung von Restaurationen aus unterschiedlichen Laboratorien. Dabei sollte auch die v.a. mit Volumenänderung einhergehenden Surrogatparameter wie Randspalt und Approximalkontaktpassung sowie Bedarf an okklusalen Korrekturen berücksichtigt werden. Dies kann auch die Korrektur von Schleifparametern für die CAM Fertigung betreffen. Eine bessere Aufklärung der werkstoffwissenschaftlichen Hintergründe für die vorliegenden Beobachtungen/ Ergebnisse, insbesondere im Kristallgitter der ZLS-Keramik, kann Ansätze zur Problembhebung mit Farb-, Volumen- und Festigkeitswerten geben.

6 Literaturverzeichnis

1. Al-Thagafi, R., W. Al-Zordk, and S. Saker, *Influence of Surface Conditioning Protocols on Reparability of CAD/CAM Zirconia-reinforced Lithium Silicate Ceramic*. J Adhes Dent, 2016. **18**(2): p. 135-41.
2. Anusavice, K.J., *Recent developments in restorative dental ceramics*. J Am Dent Assoc, 1993. **124**(2): p. 72-4, 76-8, 80-4.
3. Aurelio, I.L., L.S. Dorneles, and L.G. May, *Extended glaze firing on ceramics for hard machining: Crack healing, residual stresses, optical and microstructural aspects*. Dent Mater, 2017. **33**(2): p. 226-240.
4. Aurelio, I.L., S. Fraga, L.S. Dorneles, M.A. Bottino, and L.G. May, *Extended glaze firing improves flexural strength of a glass ceramic*. Dent Mater, 2015. **31**(12): p. e316-24.
5. Belli, R., M. Wendler, D. de Ligny, M.R. Cicconi, A. Petschelt, H. Peterlik, and U. Lohbauer, *Chairside CAD/CAM materials. Part 1: Measurement of elastic constants and microstructural characterization*. Dent Mater, 2017. **33**(1): p. 84-98.
6. Buchheimer, A. and M. Tholey, *Schwarz oder weiß? - Brennträger und ihr Einfluss auf das Brennergebnis*. Dent Labor 2011. **59**: p. 88-91.
7. Chavali, R., A.H. Nejat, and N.C. Lawson, *Machinability of CAD-CAM materials*. J Prosthet Dent, 2017. **118**(2): p. 194-199.
8. Cheung, K.C. and B.W. Darvell, *Sintering of dental porcelain: effect of time and temperature on appearance and porosity*. Dent Mater, 2002. **18**(2): p. 163-73.
9. Coldea, A., J. Fischer, M.V. Swain, and N. Thiel, *Damage tolerance of indirect restorative materials (including PICN) after simulated bur adjustments*. Dent Mater, 2015. **31**(6): p. 684-94.
10. Curran, P., M. Cattani-Lorente, H.W. Anselm Wiskott, S. Durual, and S.S. Scherrer, *Grinding damage assessment for CAD-CAM restorative materials*. Dent Mater, 2017. **33**(3): p. 294-308.
11. Danzer, R., *Some notes on the correlation between fracture and defect statistics: Are Weibull statistics valid for very small specimens?* Journal of the European Ceramic Society, 2006. **26**: p. 3043-3049.

12. Dentsply Sirona Inc. *Celtra Duo - Allgemeine Brenneempfehlung*. [Letzter Zugriff: 17.04.2020]; REV 2016-12. Available from: https://www.celtra-dentsplysirona.de/doc/Download/Celtra_Duo/CELTRA_DUO_Firing_Singlepages_DE.pdf
13. Dentsply Sirona Inc. *Celtra Duo - Informationen für das zahntechnische Labor*. [Letzter Zugriff: 17.04.2020]; 22283/REV 2018-04. Available from: https://www.celtra-dentsplysirona.de/doc/Download/Celtra_Duo/PR_Celtra_Duo_System_Lab_dt.pdf
14. Deutsches Institut für Normung. *DIN 5033-1:2017-10: Farbmessung - Teil 1: Grundbegriffe der Farbmessung* 2017 [Available from: <https://www.beuth.de/de/norm/din-5033-1/277160102>]
15. Deutsches Institut für Normung. *DIN EN ISO 6872: Zahnheilkunde - Keramische Werkstoffe*. 2015 [Available from: <https://www.beuth.de/de/norm/din-en-iso-6872/227226031>]
16. Deutsches Institut für Normung. *DIN EN ISO 13078-2: Zahnheilkunde - Brennofen - Teil 2: Prüfverfahren zur Bewertung des Brennprogrammes mittels Brenngradbestimmung*. 2016 [Available from: <https://www.beuth.de/de/norm/din-en-iso-13078-2/259225184>]
17. Deutsches Institut für Normung. *DIN EN ISO/IEC 17025: Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*. 2018 [Available from: <https://www.beuth.de/de/norm/din-en-iso-iec-17025/278030106>]
18. DGPro. *S3 Leitlinie: Vollkeramische Kronen und Brücken*. 2014 [Available from: https://www.dgzmk.de/uploads/tx_szdgzmkdocuments/083-0121_S3_Vollkeram_K_und_B_2015-03-30.pdf]
19. Elsaka, S.E., *Optical and Mechanical Properties of Newly Developed Monolithic Multilayer Zirconia*. J Prosthodont, 2017.
20. Elsaka, S.E. and A.M. Elnaghy, *Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic*. Dent Mater, 2016. **32**(7): p. 908-14.
21. Fraga, S., M. Amaral, M.A. Bottino, L.F. Valandro, C.J. Kleverlaan, and L.G. May, *Impact of machining on the flexural fatigue strength of glass and polycrystalline CAD/CAM ceramics*. Dent Mater, 2017. **33**(11): p. 1286-1297.

22. Gautam, C., J. Joyner, A. Gautam, J. Rao, and R. Vajtai, *Zirconia based dental ceramics: structure, mechanical properties, biocompatibility and applications*. Dalton Trans, 2016. **45**(48): p. 19194-19215.
23. Gernet, W., R. Biffar, N. Schwenzer, and M. Ehrenfeld, *Zahnärztliche Prothetik*. 2011, Stuttgart: Georg Thieme.
24. Gold, S.A., J.L. Ferracane, and J. da Costa, *Effect of Crystallization Firing on Marginal Gap of CAD/CAM Fabricated Lithium Disilicate Crowns*. J Prosthodont, 2018. **27**(1): p. 63-66.
25. Gomes, R.S., C.M.C. Souza, E.T.P. Bergamo, D. Bordin, and A.A. Del Bel Cury, *Misfit and fracture load of implant-supported monolithic crowns in zirconia-reinforced lithium silicate*. J Appl Oral Sci, 2017. **25**(3): p. 282-289.
26. Greil, P., *Generic principles of crack-healing ceramics*. Journal of Advanced Ceramics, 2012. **1**(4): p. 249-267.
27. Groten, M. and F. Huttig, *The performance of zirconium dioxide crowns: a clinical follow-up*. Int J Prosthodont, 2010. **23**(5): p. 429-31.
28. Haag, P., *Porcelain veneering of titanium--clinical and technical aspects*. Swed Dent J Suppl, 2011(217): p. 11-75.
29. Haag, P., E. Ciber, and T. Derand, *Firing temperature accuracy of four dental furnaces*. Swed Dent J, 2011. **35**(1): p. 25-31.
30. Huang, S., P. Cao, C. Wang, Z. Huang, and W. Gao, *Fabrication of a high-strength lithium disilicate glass-ceramic in a complex glass system*. Journal of Asian Ceramic Societies, 2013. **1**: p. 46-52.
31. Huettig, F., *Klinische Untersuchungen zum Einfluss des Restaurationssystems auf Überleben und Erfolg vollkeramischer Einzelzahnkronen*. 2018, Eberhard Karls Universität Tübingen: Habilitationsschrift. p. VI, 104.
32. Huettig, F. and U.P. Gehrke, *Early complications and performance of 327 heat-pressed lithium disilicate crowns up to five years*. J Adv Prosthodont, 2016. **8**(3): p. 194-200.
33. Huttig, F., J.P. Keitel, A. Prutscher, S. Spintzyk, and A. Klink, *Fixed Dental Prosthesis and Single-Tooth Crowns Based on Ceria-Stabilized Tetragonal Zirconia/Alumina Nanocomposite Frameworks: Outcome After 2 Years in a Clinical Trial*. Int J Prosthodont, 2017. **30**(5): p. 461-464.

34. Isgro, G., C.J. Kleverlaan, H. Wang, and A.J. Feilzer, *The influence of multiple firing on thermal contraction of ceramic materials used for the fabrication of layered all-ceramic dental restorations*. Dent Mater, 2005. **21**(6): p. 557-64.
35. Ivoclar Vivadent AG. *IPS e.max® CAD Produktinformation*. [Letzter Zugriff: 17.04.2020]; 2013-04-11, REV 0 662639/de Available from: <https://www.ivoclarvivadent.ch/de-ch/zahntechniker/ips-emax-cad-monolithic-solutions>
36. Khashayar, G., P.A. Bain, S. Salari, A. Dozic, C.J. Kleverlaan, and A.J. Feilzer, *Perceptibility and acceptability thresholds for colour differences in dentistry*. J Dent, 2014. **42**(6): p. 637-44.
37. Kim, H.K. and S.H. Kim, *Optical properties of pre-colored dental monolithic zirconia ceramics*. J Dent, 2016. **55**: p. 75-81.
38. Kim, J.H., S. Oh, and S.H. Uhm, *Effect of the Crystallization Process on the Marginal and Internal Gaps of Lithium Disilicate CAD/CAM Crowns*. Biomed Res Int, 2016. **2016**: p. 8635483.
39. Klink, A., M. Groten, and F. Huettig, *Complete rehabilitation of compromised full dentitions with adhesively bonded all-ceramic single-tooth restorations: Long-term outcome in patients with and without amelogenesis imperfecta*. J Dent, 2018. **70**: p. 51-58.
40. Klink, A. and F. Huettig, *Complication and survival of Mark II restorations: 4-year clinical follow-up*. Int J Prosthodont, 2013. **26**(3): p. 272-6.
41. Klinke, T. and R. Biffar, *Einfluss von Sinterbedingungen auf die Sintergüte von Verblendkeramik*. Quintessenz Zahntechnik, 2000. **26**(12): p. 1317-1330.
42. Klotz, A.L., Y. Habibi, N. Corcodel, P. Rammelsberg, A.J. Hassel, and A. Zenthofer, *Laboratory and clinical reliability of two spectrophotometers*. J Esthet Restor Dent, 2018.
43. Land, M.F. and C.D. Hopp, *Survival rates of all-ceramic systems differ by clinical indication and fabrication method*. J Evid Based Dent Pract, 2010. **10**(1): p. 37-8.
44. Lebon, N., L. Tapie, E. Vennat, and B. Mawussi, *Influence of CAD/CAM tool and material on tool wear and roughness of dental prostheses after milling*. J Prosthet Dent, 2015. **114**(2): p. 236-47.

45. Lien, W., H.W. Roberts, J.A. Platt, K.S. Vandewalle, T.J. Hill, and T.-M.G. Chu, *Microstructural evolution and physical behavior of a lithium disilicate glass-ceramic*. Dental Materials, 2015(31): p. 928-940.
46. Lindemann, W., *Das Temperaturprofil in Keramik-Brennöfen*. ZAHNTECH MAG 2001. **5**: p. 620-624.
47. Lu, C., R. Danzer, and F.D. Fischer, *Fracture statistics of brittle materials: Weibull or normal distribution*. Phys Rev E Stat Nonlin Soft Matter Phys, 2002. **65**(6 Pt 2): p. 067102.
48. Monteiro, J.B., M.G. Oliani, L.F. Guilardi, C. Prochnow, G.K. Rocha Pereira, M.A. Bottino, R.M. de Melo, and L.F. Valandro, *Fatigue failure load of zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic cemented to a dentin analogue: Effect of etching time and hydrofluoric acid concentration*. J Mech Behav Biomed Mater, 2018. **77**: p. 375-382.
49. Monteiro, J.B., H. Riquieri, C. Prochnow, L.F. Guilardi, G.K.R. Pereira, A.L.S. Borges, R.M. de Melo, and L.F. Valandro, *Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics: Effect of ceramic thickness*. Dent Mater, 2018. **34**(6): p. 891-900.
50. Ozturk, O., B. Uludag, A. Usumez, V. Sahin, and G. Celik, *The effect of ceramic thickness and number of firings on the color of two all-ceramic systems*. J Prosthet Dent, 2008. **100**(2): p. 99-106.
51. Paravina, R.D., R. Ghinea, L.J. Herrera, A.D. Bona, C. Igiel, M. Linninger, M. Sakai, H. Takahashi, E. Tashkandi, and M. Perez Mdel, *Color difference thresholds in dentistry*. J Esthet Restor Dent, 2015. **27 Suppl 1**: p. S1-9.
52. Pires-de-Souza Fde, C., L.A. Casemiro, F. Garcia Lda, and D.R. Cruvinel, *Color stability of dental ceramics submitted to artificial accelerated aging after repeated firings*. J Prosthet Dent, 2009. **101**(1): p. 13-8.
53. Pjetursson, B.E., I. Sailer, M. Zwahlen, and C.H. Hammerle, *A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part I: Single crowns*. Clin Oral Implants Res, 2007. **18 Suppl 3**: p. 73-85.
54. Probst, L., J. Geis-Gerstorfer, E. Kirchner, and P. Kanjantra, *In vitro evaluation of a glass-ceramic restorative material*. J Oral Rehabil, 1997. **24**(9): p. 636-45.
55. Quinn, J.B. and G.D. Quinn, *A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials*. Dent Mater, 2010. **26**(2): p. 135-47.

56. Ramos Nde, C., T.M. Campos, I.S. Paz, J.P. Machado, M.A. Bottino, P.F. Cesar, and R.M. Melo, *Microstructure characterization and SCG of newly engineered dental ceramics*. Dent Mater, 2016. **32**(7): p. 870-8.
57. Rinke, S., A.K. Pabel, M. Rodiger, and D. Ziebolz, *Chairside Fabrication of an All-Ceramic Partial Crown Using a Zirconia-Reinforced Lithium Silicate Ceramic*. Case Rep Dent, 2016. **2016**: p. 1354186.
58. Rinke, S., M. Rodiger, D. Ziebolz, and A.K. Schmidt, *Fabrication of Zirconia-Reinforced Lithium Silicate Ceramic Restorations Using a Complete Digital Workflow*. Case Rep Dent, 2015. **2015**: p. 162178.
59. Riquieri, H., J.B. Monteiro, D.C. Viegas, T.M.B. Campos, R.M. de Melo, and G. de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra, *Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics*. Dent Mater, 2018. **34**(10): p. 1483-1491.
60. Riquieri, H., J.B. Monteiro, D.C. Viegas, T.M.B. Campos, R.M. de Melo, and G. de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra, *Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics*. Dent Mater, 2018.
61. Rizo-Gorrita, M., I. Luna-Oliva, M.A. Serrera-Figallo, J.L. Gutierrez-Perez, and D. Torres-Lagares, *Comparison of Cytomorphometry and Early Cell Response of Human Gingival Fibroblast (HGFs) between Zirconium and New Zirconia-Reinforced Lithium Silicate Ceramics (ZLS)*. Int J Mol Sci, 2018. **19**(9).
62. S. Shapiro, S. and M. B. Wilk, *An Analysis of Variance Test for Normality*. Vol. 52. 1965. 591.
63. Saavedra, G., F.P. Rodrigues, and M.A. Bottino, *Zirconia-Reinforced Lithium Silicate Ceramic - A 2-Year Follow-up of a Clinical Experience with Anterior Crowns*. Eur J Prosthodont Restor Dent, 2017. **25**(1): p. 57-63.
64. Sailer, I., J. Gottnerb, S. Kanelb, and C.H. Hammerle, *Randomized controlled clinical trial of zirconia-ceramic and metal-ceramic posterior fixed dental prostheses: a 3-year follow-up*. Int J Prosthodont, 2009. **22**(6): p. 553-60.
65. Sato, T.P., L.C. Anami, R.M. Melo, L.F. Valandro, and M.A. Bottino, *Effects of Surface Treatments on the Bond Strength Between Resin Cement and a New Zirconia-reinforced Lithium Silicate Ceramic*. Oper Dent, 2016. **41**(3): p. 284-92.
66. Schmitter, M., W. Boemicke, and T. Stober, *Bruxism in prospective studies of veneered zirconia restorations-a systematic review*. Int J Prosthodont, 2014. **27**(2): p. 127-33.

67. Schmitter, M., D. Mueller, and S. Rues, *In vitro chipping behaviour of all-ceramic crowns with a zirconia framework and feldspathic veneering: comparison of CAD/CAM-produced veneer with manually layered veneer*. J Oral Rehabil, 2013. **40**(7): p. 519-25.
68. Schultheis, S., J.R. Strub, T.A. Gerds, and P.C. Guess, *Monolithic and bi-layer CAD/CAM lithium-disilicate versus metal-ceramic fixed dental prostheses: comparison of fracture loads and failure modes after fatigue*. Clin Oral Investig, 2013. **17**(5): p. 1407-13.
69. Schwindling, F.S., S. Rues, and M. Schmitter, *Fracture resistance of glazed, full-contour ZLS incisor crowns*. J Prosthodont Res, 2017. **61**(3): p. 344-349.
70. Shimizu, S., A. Shinya, S. Kuroda, and H. Gomi, *The accuracy of the CAD system using intraoral and extraoral scanners for designing of fixed dental prostheses*. Dent Mater J, 2017. **36**(4): p. 402-407.
71. Spintzyk, S., C. Rapp, C. Schille, G. Wölz, and J. Geis-Gerstorfer, *Einfluss der Brennunterlage auf die biaxiale Biegefestigkeit von Verblendkeramiken*. Quintessenz Zahntech, 2013. **39**(6): p. 806-813.
72. Springall, G.A.C. and L. Yin, *Nano-scale mechanical behavior of pre-crystallized CAD/CAM zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic*. J Mech Behav Biomed Mater, 2018. **82**: p. 35-44.
73. Sripetchdanond, J. and C. Leevailoj, *Wear of human enamel opposing monolithic zirconia, glass ceramic, and composite resin: an in vitro study*. J Prosthet Dent, 2014. **112**(5): p. 1141-50.
74. Stober, T., J.L. Bermejo, F.S. Schwindling, and M. Schmitter, *Clinical assessment of enamel wear caused by monolithic zirconia crowns*. J Oral Rehabil, 2016. **43**(8): p. 621-9.
75. Tholey, M., N. Thiel, S. Schindler, S. Rues, and J. Lenz, *Temperaturgradienten in Kronen mit Gerüsten aus Zirkoniumdioxid (Y-TZP)*. Quintessenz Zahntech, 2010. **36**(9): p. 1184-1198.
76. Traini, T., B. Sinjari, R. Pascetta, N. Serafini, G. Perfetti, P. Trisi, and S. Caputi, *The zirconia-reinforced lithium silicate ceramic: lights and shadows of a new material*. Dent Mater J, 2016. **35**(5): p. 748-755.
77. Tripathi, A., S. Bagchi, J. Singh, V. Gaurav, and M. Pal Singh Negi, *Effect of Different Firing Temperatures on Structural Changes in Porcelain*. J Prosthodont, 2016.

78. Ueda, K., J.F. Guth, K. Erdelt, M. Stimmelmayer, H. Kappert, and F. Beuer, *Light transmittance by a multi-coloured zirconia material*. Dent Mater J, 2015. **34**(3): p. 310-4.
79. van den Breemer, C.R., C. Vinkenborg, H. van Pelt, D. Edelhoff, and M.S. Cune, *The Clinical Performance of Monolithic Lithium Disilicate Posterior Restorations After 5, 10, and 15 Years: A Retrospective Case Series*. Int J Prosthodont, 2017. **30**(1): p. 62-65.
80. Wendler, M., R. Belli, A. Petschelt, D. Mevec, W. Harrer, T. Lube, R. Danzer, and U. Lohbauer, *Chairside CAD/CAM materials. Part 2: Flexural strength testing*. Dent Mater, 2017. **33**(1): p. 99-109.
81. Zimmermann, M., C. Koller, A. Mehl, and R. Hickel, *Indirect zirconia-reinforced lithium silicate ceramic CAD/CAM restorations: Preliminary clinical results after 12 months*. Quintessence Int, 2017. **48**(1): p. 19-25.

7 Erklärung zum Eigenanteil

Die vorliegende Arbeit wurde in der Sektion für Medizinische Werkstoffkunde und Technologie der Universitätsklinik für Herz-, Thorax- und Gefäßchirurgie des Universitätsklinikums Tübingen, unter Betreuung vom Leiter der Sektion, Herrn Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Dipl.-Ing. Jürgen Geis-Gerstorfer, angefertigt.

Bei meiner wissenschaftlichen Arbeit wurde ich fachlich unterstützt von Herrn Priv.-Doz. Dr. Fabian Hüttig, Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik mit Propädeutik der Universitätszahnklinik Tübingen. Die Konzeption der Studie (Prüfplan) erfolgte durch mich, Priv.-Doz. Dr. Hüttig und Herrn Sebastian Spintzyk, MSc.

Die Herstellung der Prüfkörper, Durchführung der Experimente, Datenerfassung und Datenauswertung erfolgten vollumfänglich durch mich.

Die Bedienung der Prüfmaschine für die Festigkeitsprüfung erfolgte durch Frau Christine Schille. Die REM Aufnahmen wurden durch Herrn Ernst Schweizer angefertigt.

Ich versichere, das vorliegende Manuskript selbstständig verfasst zu haben und keine weiteren als die aufgeführten Quellen verwendet zu haben.

Die Anfertigung der englischsprachigen Publikation erfolgte in gemeinsamer Autorenschaft mit dem o.g. Betreuern/ Mentoren, unter Verwendung meiner erhobenen Daten.

Tübingen, den 10.09.19

8 Danksagung

An erster Stelle möchte ich Herrn Professor Dr. Jürgen Geis-Gerstorfer danken, für die Überlassung des Dissertationsthemas und das damit verbundene Vertrauen. Im Besonderen dafür, dass ich die Ressourcen und Gerätschaften seiner Sektion nutzen durfte, um die Versuche für diese Studie durchführen zu können. Daher gilt mein Dank selbstverständlich auch allen Mitarbeitern seiner Abteilung, die mich immer bei Fragen und Problemstellungen unterstützt haben. Allen voran möchte ich Herrn Sebastian Spintzyk danken, für seine freundschaftliche und überaus motivierende Betreuung im Verlauf dieser Studie. Außerdem sei hier Fr. C. Schille erwähnt, die mich mit Ihrer Expertise bei den Festigkeitsprüfungen unterstützt hat und Hr. E. Schweizer der mir schnell und unkompliziert Aufnahmen mit dem Raster-Elektronen-Mikroskop zur Verfügung stellte. Des Weiteren möchte ich Hr. ZTM E. Kröwerath danken, der als Laborleiter des Zahntechnischen Dentallabors der Zahnklinik Tübingen, mit seiner Berufserfahrung beratend bei technischen Fragen zur Seite stand.

Mein Besonderer Dank gilt meinem lieben Freund und Leitenden Oberarzt PD Dr. Hüttig, der mir stets geduldig und überaus engagiert bei Fragen und Problemstellungen zur Seite gestanden hat. Durch die gemeinsame Zusammenarbeit in der Abteilung, war er zu jeder Zeit für mich erreichbar, was für mich ein außerordentlich motivierendes und beispielloses Arbeits- und Betreuungsklima dargestellt hat.

Abschließend möchte ich meinen lieben Eltern und meiner Familie danken, die mich auf meinem Lebensweg immer unterstützt haben, mir mein Studium ermöglichten und immer an meiner Seite waren.

Vielen Dank für Alles!