Aus der Poliklinik für Prothetik und Werkstoffkunde

(Direktor Prof. Dr. med. dent. R. Biffar)

im Zentrum für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde

der Medizinischen Fakultät der Ernst – Moritz – Arndt – Universität

Greifswald

Der Einfluss der Schichtstärken und Sinterparameter auf die optischen Eigenschaften von dentalkeramischen Verblendmassen

Inaugural – Dissertation

zur

Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Zahnmedizin

(Dr. med. dent.)

der Medizinischen Fakultät der

Ernst – Moritz – Arndt – Universität

Greifswald

vorgelegt von:

Heide Bölter

geb. am. 21. 10. 1974

in Rostock

Dekan: Prof. Dr. rer. nat. Heyo. K. Kroemer

1. Gutachter: Prof. Dr. R. Biffar
2. Gutachter: Prof. Dr. B. Reitemeier

Tag des Rigorosums: 14. 07. 2010 Greifswald

Für meine Eltern

Inhalt

Einleitung ***6***

1. Werkstoffkundliche Aspekte der Dentalkeramik ***8***

1.1. Definition Verblendkeramik **8**

1.2. Zusammensetzung dentalkeramischer Massen **10**

1.3. Wärmeausdehnungskoeffizient und der Einfluss des Leuzits **12**

1.4. Bedeutung des Wärmeausdehnungskoeffizienten für den Herstellungsprozess **14**

1.5. Einteilung der Dentalkeramik **15**

2. Brennverhalten dentalkeramischer Massen ***17***

2.1. Sintervorgang **17**

2.2. Sinterschrumpfung **21**

2.3. Sintergüte **22**

3. Ästhetische Aspekte ***23***

3.1. Optische Eigenschaften **23**

3.2. Transparenz und Transluzenz **24**

3.3. Opaleszenz **28**

3. Fragestellung ***30***

4. Material und Methode ***31***

4.1. Versuchsanordnung **31**

4.1.1. Sinterofen 31

4.1.2. Thermoelemente 33

4.1.3. Dentalkeramische Massen 33

4.2. Labortechnische Arbeitsgänge **34**

4.2.1. Ofentemperaturkalibrierung 34

4.2.2. Herstellung der Sinterproben 35

4.2.2.1. Anmischen der Keramikmasse 35

4.2.2.2. Herstellung der Prüfkörper 37

4.2.3. Sinterung 39

4.2.3.1. Sintervorgang 40

4.2.4. Ausmessen der Sinterproben 40

4.3. Vorversuche Sinterschrumpfung **41**

4.4. Transparenzmessung **42**

4.5. Beurteilung der Oberflächengüte **44**

4.6. Statistische Methoden 47
4.6.1. Erfassung der Messdaten 47
4.6.2. Temperaturprotokoll/ Thermoelementprotokoll 48
4.6.3. Transparenz und Sinterschrumpfung 48

5. Ergebnisse ***49***

5.1. Transparenz 49
5.1.1. Keramik A 49
5.1.2. Keramik B 53
5.1.3. Keramik C 57
5.1.4. Keramik D 60

5.2. Zusammenfassende Ergebnisse Transparenz 63

5.3. Ergebnisse Vorversuche Sinterschrumpfung 66

5.4. Ergebnisse Hauptversuche Sinterschrumpfung 68
5.4.1. Keramik A (herstellerspezifische Sintertemperatur 910 °C) 70
5.4.1.1. Dunkelfeld-und Interferenzaufnahmen 76
5.4.2. Keramik B (herstellerspezifische Sintertemperatur 930 °C) 78
5.4.2.1. Dunkelfeld-und Interferenzaufnahmen 82
5.4.3. Keramik C (herstellerspezifische Sintertemperatur 900 °C) 84
5.4.3.1. Dunkelfeld-und Interferenzaufnahmen 88
5.4.4. Keramik D (herstellerspezifische Sintertemperatur 810 °C) 90
5.4.4.1. Dunkelfeld-und Interferenzaufnahmen 94

5.5. Zusammenfassende Ergebnisdarstellung der Sinterschrumpfungen 96

5.6. Fehlerbetrachtung bei der Probenherstellung und Methodik 98

6. Diskussion ***99***

6.1. Transparenz 99

6.2. Sinterschrumpfung 103

7. Zusammenfassung ***106***

8. Literaturverzeichnis ***108***

9. Anhang A ***113***

9.1. Eidesstattliche Erklärung 113

9.2. Lebenslauf 114

9.3. Danksagung 116

10. Anhang B – F (CD - ROM) ***116***

Einleitung

Neben der Wiederherstellung der mastikatorischen und phonetischen Funktion ist die Imitation des natürlichen Aussehens der Zähne eine ständige Herausforderung für das Team Zahnarzt und Zahntechniker.
Seit Einführung dentalkeramischer Werkstoffe in der ersten Hälfte des 18. Jahrhunderts durch *GUILLEMEAU* [75] und *FAUCHARD*, haben sie einen hohen Stellenwert in der zahnärztlichen Praxis erhalten [47, 75, 85].
Die Aufbrennverblendkeramiken konnten sich auch unter ständigen Weiterentwicklungen und des derzeit hohen Marktanteils von vollkeramischen Systemen [44, 86] langfristig behaupten [29, 42, 44, 86].
Die Einhaltung der materialspezifischen und technologischen Parameter während des Sinterungsprozesses sowie die Beachtung klinischer Richtlinien durch den Zahnarzt sind von großer Bedeutung [42]. Variierende Schichtstärken der Keramik, aus Platzgründen oder zu Gunsten ästhetischer Anforderungen stellen für den Zahntechniker eine große Herausforderung dar.
Eine Nichtbeachtung der Verarbeitungsvorschriften führt zu weiteren Sinterbränden, mit erneuten Schwindungen, damit zu einem Verlust der Kantenstabilität, sowie zu einer zunehmenden Opazität.

Neben der Nachbildung von Zahnform und -farbe stellt die Transparenz einen wichtigen Aspekt bei der zahntechnischen Herstellung von keramischen Verblendungen dar. Durch die Transparenz keramisch verblendeter Kronen können Lichteffekte von natürlichen Zähnen imitiert werden, um ein individuelles, natürliches Aussehen innerhalb der Verblendscherbe zu erzielen.

Ziel dieser Arbeit war es, Zusammenhänge zwischen unterschiedlichen Schichtstärken und Sinterparametern auf die Transparenz und die Sinterschrumpfung zu klären.

Auf der Basis der von mir hergestellten Prüfkörper und den durchgeführten Sinterbränden sollten folgende Fragen beantwortet werden:

1. Inwieweit wirken sich unterschiedliche Schichtstärken und Sinterparameter auf die mittlere Transparenz und Oberflächenqualität aus;
2. welche Zusammenhänge bestehen zwischen unterschiedlichen Schichtstärken und Sinterparametern in Bezug auf die Sinterschrumpfung.

Das Literaturstudium hat gezeigt, dass die von mir zu bearbeitende Thematik bisher unterschiedliche Ergebnisse gebracht hat.
JORGENSON et al (1979) sowie *ANTONSON* et al (2001) konnten einen Anstieg der Transparenz bei Erhöhung der Probenschichtstärke nachweisen [1, 41]. Demgegenüber zeigten folgende Autoren, *HEFFERNAN* et al, *BRODBELT* et al, *ULUDAG* et al und *PEIXOTO et al*, dass die Lichtdurchlässigkeit bei Anstieg der keramischen Schichtstärke reduziert wird [8, 32, 68, 95]. Zur Problematik der Sinterschrumpfung war für mich trotz intensiver Literaturrecherche nichts aufzufinden.

Die von mir aufgeführten Autoren haben eine andere, als von mir angedachte Messtechnik angewendet sowie andere Schichtstärken favorisiert. Nach dem bisherigen Literaturstudium, gehe ich von der Hypothese aus, dass die Keramik C für diese Fragestellung von Vorteil ist.

1. Werkstoffkundliche Aspekte der Dentalkeramik

1.1. Definition Verblendkeramik

Dentalkeramik gehört zur Gruppe der Glaskeramik, sie besteht aus einer Glasphase (Quarzglas als Netzwerkbildner) mit Kristalleinlagerungen (Leuzit).

Die chemische Zusammensetzung der ersten Generation von Verblendkeramiken (Abb.1) basiert auf dem Weinstein Patent.

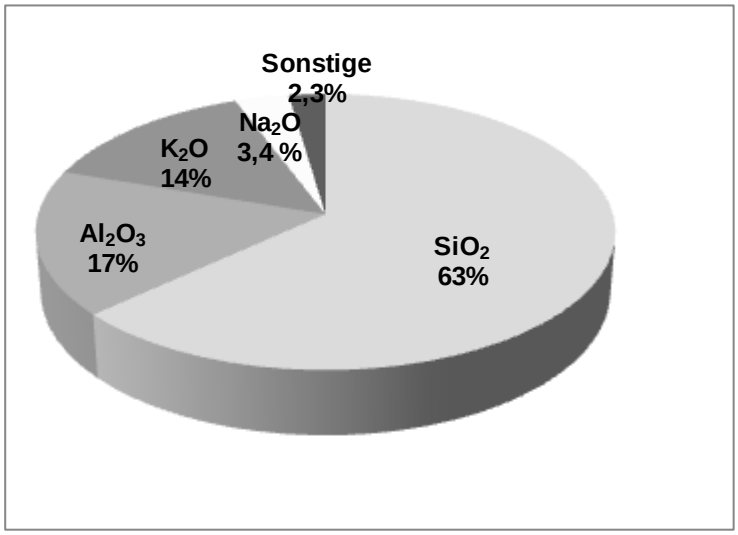


Abbildung 1: Zusammensetzung der metallkeramischen Verblendmassen nach dem Weinstein – Patent [97]

Keramik bezeichnet eine Werkstoffgruppe, bestehend aus einem nichtmetallisch, anorganischen Pulver das durch einen thermozyklischen Sintervorgang verfestigt wird [12, 56]. Das Sinterprodukt besteht aus einer Glasmatrix in die feine Kristalle eingelagert sind [12].

Ihr Mindestgehalt an kristallinen Strukturen beträgt bis zu 30 % [5]. Poren durch die Herstellungsmethodik bilden Artefakte [12].

Die Glasphase in Keramiken ist von amorpher Struktur [12, 14, 27]. Neben der Glasphase liegt ein unterschiedlich hoher Anteil an Leuzitkristallen vor [12, 13, 48].

Grundbaustein der Glasphase in Verblendkeramiken ist Siliziumdioxid, es stellt den Netzwerkbildner dar. Durch Zusatz von Netzwerkwandlern entsteht modifiziertes Silikatglas. Die Glaskeramik ist ein zweiphasiger, feinkristalliner Werkstoff [24, 38].

Einwertige Alkalioxide (LiO_2, Na_2O, K_2O) sowie zweiwertige Erdalkalioxide (CaO, MgO, BaO und ZnO) dienen als Netzwerkwandler und können die glasartig amorphe Struktur des Glases aufbrechen und die Sintertemperatur senken [45]. Je höher die Konzentration dieser basischen Oxide ist, umso mehr wird das dreidimensionale Netzwerk gestört. Einwertige Alkalioxide bewirken dabei eine stärkere Erniedrigung des Schmelzintervalls als zweiwertige Erdalkalioxide [38]. Weitere Eigenschaft der Netzwerkwandler ist die Reduktion der Korrosionsfestigkeit bei gleichzeitiger Anhebung des Wärmeausdehnungskoeffizienten [45].

Verblendkeramiken gehören werkstoffkundlich zu der Gruppe der Glaskeramiken. Es sind spröde Werkstoffe, die auf Zugspannungen empfindlich reagieren, ihre Druckfestigkeit ist hingegen deutlich höher [73].

Um einen sicheren Verbund zwischen Gerüstmaterial und Keramik zu gewährleisten, muss der Wärmeausdehnungskoeffizient (WAK) beider Werkstoffe angepasst werden [12, 26]. Diese reduziert Spannungen innerhalb des Verbundsystems [25, 98]. In Tab. 1 sind die werkstoff-kundlichen Kenngrößen, wie z.B. unterschiedliche WAK für dentale Keramiken zusammengefasst [51].

Tab. 1: Werkstoffkundliche Kenngrößen für dentale Keramiken [51]

Werkstoff	E - Modul Gpa (*1000Mpa)	WAK $*10^{-6}*K^{-1}$	Wärmeleit-fähigkeit w/ mk
Dentalkeramik	60 – 130	8 - 16	1
Aluminiumoxid	350	5,5 – 8,2	20-24
Zirkoniumdioxid	205	10	2

1.2. Zusammensetzung dentalkeramischer Massen

Die beim Herstellungsprozess dentalkeramischer Massen produzierte Rohfritte trägt alle physikalischen Eigenschaften der Verblendkeramik [56].

Im Vergleich zum Porzellan, dass aus Quarz, Kaolin und Feldspat besteht, enthalten dentalkeramische Massen 70 – 80 % Feldspat und 10 – 30 % Quarz [13, 27, 56, 75] und sind den Glaskeramiken zuzuordnen siehe 1. 2..

Feldspat dient als Flussmittel in der dentalkeramischen Masse und ist bedeutend für die Transparenz [73, 75, 98].

Wie *CLAUS* 1990 in seinen Untersuchungen mit dem Erhitzungsmikroskop belegen konnte, erhöht Quarz beim Sintern die Viskosität der Dentalkeramik und verbessert dadurch die Standfestigkeit und Kantenstabilität [16].
Weiterhin beeinflusst der Quarzgehalt die Festigkeit, Wärmedehnung, Trübung und Temperaturwechselbeständigkeit [27, 28, 75].
Anfänglich diente Kaolin in geringen Konzentrationen der Steigerung der Festigkeit der Dentalkeramik [27, 75]. Das aus Feldspat und Kaolin entstehende Mullit beim Sintervorgang, verursachte eine Weißtrübung mit

ästhetischen Nachteilen [21, 27]. Durch den Verzicht von Kaolin konnten die optischen Eigenschaften verbessert werden [27].

Für dentalkeramische Massen ist Feldspat der wichtigste Bestandteil. Man unterscheidet drei Haupttypen von Feldspat:

- Kalifeldspat (Orthoklas) $K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6Si\ O_2$
- Natronfeldspat (Albit) $Na_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6Si\ O_2$
- Kalkfeldspat (Anorthit) $CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 6Si\ O_2$

Kalifeldspat wird für dentalkeramische Massen bevorzugt, es liefert beim Schmelzen Leuzit und Quarzschmelze [12, 27].

$K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$	→	$K_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$	+ $2SiO_2$
Kalifeldspat	→	Leuzit	+ Quarzschmelze

Aufgrund der Zusammensetzung (siehe Abb. 2), lässt sich die Metallkeramik in dem Dreistoffsystem Tonerdemineralsubstanz – Feldspat – Quarz im Ausscheidungsbereich der Kristallphase Leuzit einordnen [13, 51].

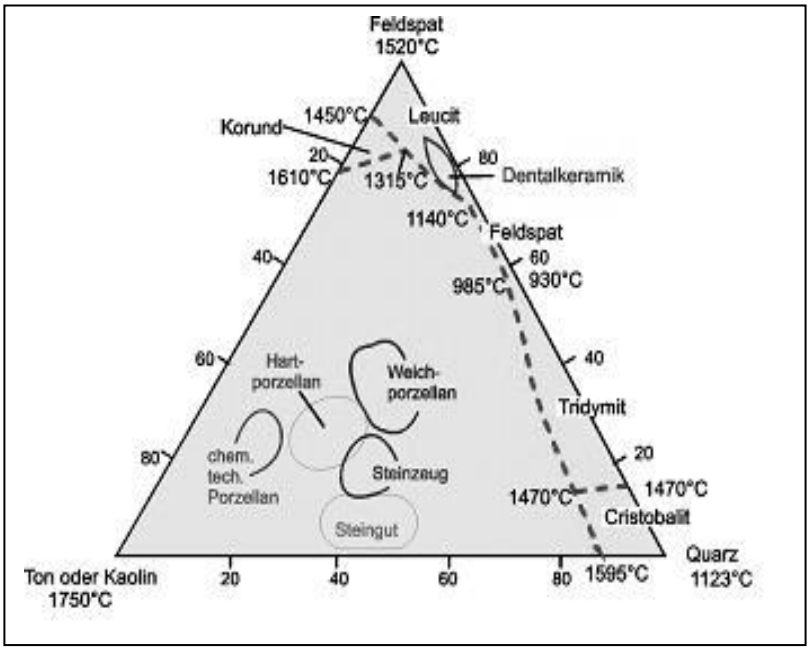


Abbildung 2: Phasendiagramm, Zusammensetzung der Keramik [21]

Flussmittel wie Soda, Calzit oder Borsäure können zum Herabsetzen der Schmelztemperatur hinzugefügt werden. Zur Einfärbung dentalkeramischer Massen werden brennfeste Oxide, sowie Anteile trübender Substanzen hinzugefügt [27, 42].

1.3. Wärmeausdehnungskoeffizient und der Einfluss des Leuzits

1983 konnte *LINDEMANN* mit Hilfe der Röntgenbeugungsanalyse Leuzit in dentalkeramischen Massen nachweisen [50].
Leuzit sind Kristalle des Kalifeldspates [69], er kann in kubischer und tetragonaler [12], grobkristallin dendritisch oder feinkristallin und in fein verteilter Kristallmodifikation vorliegen [43]. Die Kristallisation von Leuzit setzt unabhängig von der Sinterführung an der Oberfläche der zusammengesinterten Glaspartikel ein [83].
Die Leuzitbildung ist entscheidend für die Einstellung der Wärme-ausdehnungskoeffizienten (WAK) [54].
Der Anteil an Leuzit bestimmt die Standfestigkeit beim Sintern und erhöht die Festigkeit der Keramik [24, 27, 28, 43, 48], als Folge des dendritischen Wachstums des Leuzits [49].
Beim Abkühlen der dentalkeramischen Masse wird die kubische Struktur des Leuzits in eine tetragonale Modifikation umgewandelt [81]. Eine vollständige Umwandlung in den Tieftemperaturleuzit bei etwa 620 °C ist erwünscht, da der WAK mit (α_{25-600} = 20 – 25 µm/m x K) größer ist, als bei dem kubischen Hochtemperaturleuzit ($\alpha_{700-900}$ ~ 10 – 15 µm/m x K [35, 48, 79, 80].
Der WAK ist von dem prozentualen Anteil des kristallisierten Anteils in der Keramik abhängig [48, 49, 83].
Die Leuzitkristallbildung in der Glasphase dentalkeramischer Massen wird gezielt durch das Tempern hervorgerufen [97]. Es wird ein zusätzliches Kristallwachstum bis zu 30% erreicht [27].
Diese Vorgehensweise geht auf ein Patent von *WEINSTEIN* zurück [97].

Die Differenz der Wärmeausdehnungskoeffizienten zwischen der Leuzitphase 20 - 25 x 10^{-6} K^{-1} und Glas 8,4 x 10^{-6} K^{-1} [30, 53], führen bereits bei geringen Leuzitzunahmen zu einem Anstieg des WAK der Keramik [83].

Die Ausscheidung der Leuzitkristalle bietet die Möglichkeit, die Wärmedehnung der ursprünglich zum größten Teil als Glasphase vorliegenden Keramik anzuheben und somit der Legierung anzugleichen [48]. Wie Untersuchungen von *SCHÄFER* gezeigt haben, ist zur Anpassung des WAK der Keramik an den der Legierung, der Temperbrand dem Kühlbrand vorzuziehen [48, 83].

Wird die Keramik beim Brennen bei ihrer Schmelztemperatur gehalten und anschließend langsam abgekühlt, nehmen die Leuzitkristalle an Zahl und Größe zu [13, 49, 83, 98].

Mehrfachsinterungen können nach *MCLEAN* zu einer instabilen Leuzitphase führen, wodurch sich der Leuzit neu bilden oder in der Glasmatrix lösen kann [59].

Die daraus resultierende Veränderung des WAK, die mit der thermischen Inkompatibilität von Verblendwerkstoff und Gerüst einhergeht, führt zu Sprüngen oder Abplatzungen in der Verblendscherbe [59].

Die optimale Abstimmung der thermischen Ausdehnungskoeffizienten und die Brandführung von Dentalkeramik und Legierung ist Voraussetzung für einen dauerhaften Verbund der Verblendkeramik [12, 26].

Die Differenz zwischen WAK der beiden Werkstoffe darf eine Differenz von 10% nicht überschreiten. Bei größerer Differenz wären Chippings und Risse in der Verblendscherbe die Folge [25, 58, 98].

Alle Werkstoffe haben bei Erwärmung eine unterschiedliche Wärmeausdehnung. Ein Maß für die Wärmedehnung ist der Wärmeausdehnungskoeffizient [25, 98].

Über die wesentliche Bedeutung der Wärmeausdehnungskoeffizienten der Werkstoffe Keramik und Legierung berichteten *CLAUS* [12, 14] und *SCHWICKERATH* [88].

Nach *CLAUS* ist die ideale Abstimmung der WAK, Voraussetzung für eine dauerhafte Bindung. Eine ideale Haftung liegt vor, wenn der WAK der Legierung etwas höher ist, als der der Dentalkeramik um eine Druckspannung in der Keramik zu erzeugen. Nach *SCHWICKERATH* und *CLAUS* führen Differenzen der WAK zu Wärmevorspannungen die zu Sprüngen oder Abplatzungen führen können [12, 14, 88].

Sinter-, Glas- und Kristallphase haben nicht nur Bedeutung für die Transparenz und Farbbrillanz sondern beeinflussen auch den linearen WAK, die Festigkeitseigenschaften und den chemischen Verbund mit den Aufbrennlegierungen [16].

Eine Angleichung des WAK der keramischen Masse an den WAK der Legierung ist nach *FREESMEYER* und *LINDEMANN* durch Veränderung des prozentualen Anteils zwischen Glas- und Leuzitphase möglich [26].

In den herkömmlichen metallkeramischen Systemen ist der WAK der Keramik kleiner als der der Legierung. Demzufolge kann sich in der Keramik eine Druckspannung aufbauen, die die Dauerfestigkeit des Systems erhöht [13, 20, 26, 83, 98].

Dentalkeramiken können Druckbelastungen von 150 mPa aufnehmen, ihre Zugfestigkeit liegt bei 30 mPa [13, 20, 69, 75, 96].

1.4. Bedeutung des Wärmeausdehnungskoeffizienten für den Herstellungsprozess

Essentiell für die Verarbeitung dentalkeramischer Massen ist die Änderung des WAK während des Sinterprozesses [48].

Das Keramiken eine Änderung der Wärmeausdehnung nach vermehrten Sinterbränden erfahren, stellten *CLAUS*, *DORSCH*, *FAIRHURST* et al, *SCHWICKERATH*, *YAMAMOTO* und *PRASAD* et al fest [13, 17-20, 22, 70, 87, 98].

DORSCH (1981), *YAMAMOTO* und *SCHWICKERATH* belegten 1983 und 1986 in ihren Untersuchungen, dass der WAK von Dentalkeramiken von der Anzahl der Sinterprozesse und den anschließenden Abkühlungsbedingungen abhängig ist. Die Studien belegten einen Anstieg des WAK der Keramiken bei vermehrten Sinterbränden und langsam abgekühlten Prüfobjekten [17-20, 87, 98]. Nach *FREESMEYER, LINDEMANN* und *YAMAMOTO* erfahren die Leuzitkristalle beim Mehrfachsintern und langsamer Abkühlung eine Volumenzunahme [26, 50, 98].

Nach *YAMAMOTO* führt dies zu einer Aufhebung der Druckspannung innerhalb der Keramik mit der Entstehung einer Zugspannung, die in der Folge von Sprüngen begleitet ist [98].
BRINKHAUS berichtet 1984 in seiner Untersuchung von einer reduzierten Spannung im metallkeramischen Verbundsystem unter Anstieg des WAK der Keramik bei einer verlängerten Abkühlungszeit [7].

Während der WAK der Legierung unveränderlich ist, ist nach *PRASAD* et al (1988) [70] der Abkühlungskontraktionskoeffizient der Keramik von der Abkühlungsgeschwindigkeit, Anzahl der Brennzyklen und der chemischen Zusammensetzung des Materials abhängig. Dabei ist nach *PRASAD* et al die Abkühlungskontraktion umso größer, je langsamer das Material vom flüssigen Zustand auf ca. 700 °C abgekühlt wird.
Die Abkühlungsgeschwindigkeit bis 700 °C bestimmt, wie stark das Keramikmaterial unterhalb der Glasübergangstemperatur kontrahiert. Um zusätzliche Spannungen zu vermeiden, sollte das Material unterhalb von 700 °C langsam abgekühlt werden [70]. Neue Keramikentwicklungen können jedoch hiervon abweichen.

1.5. Einteilung der Dentalkeramik

Entsprechend ihrer Zusammensetzung unterscheidet man die Dentalkeramiken in Silikatkeramiken und Oxidkeramiken [69, 71].

Zu den vollkeramischen Systemen gehören mehrphasige Silikatkeramiken mit einem hohen Glasanteil. Diese Gruppe beinhaltet die Feldspat – und Glaskeramiken [69].

Oxidkeramiken bestehen aus einer kristallinen Phase, neben einem geringen oder gar keinem Anteil an Glasphase [40, 69].

Oxidkeramiken können glasinfiltriert oder polykristalliner Herkunft sein [69].

Hinsichtlich ihrer Anwendung, lassen sich Dentalkeramiken in Verblendkeramiken und Gerüstkeramiken unterteilen. Sie können im Press-, Fräs- und Infiltrationsverfahren verarbeitet werden [43].

Weiterhin unterscheidet man die Keramiksysteme bezüglich ihrer Sintertemperatur (siehe Tab. 2) [45].

Tab. 2: Einteilung der Keramiksysteme hinsichtlich der Sintertemperatur

Hochbrennende Keramiken	940 °C – 901 °C
Mittelbrennende Keramiken	900 °C – 801 °C,
Niedrigrennende Keramiken	< 800 °C

Die Einführung hydrothermaler Netzwerkwandler auf Wasserbasis ermöglichte das Herabsetzen der Sintertemperatur, bei gleichzeitiger Steigerung der mechanischen Festigkeit, mit dem Ziel eine hydrothermale Keramik zu erhalten [5, 45].

Charakteristisch für diese Dentalkeramiken ist die Substitution der normalen Glasphase durch eine hydrothermale Glasphase [57].

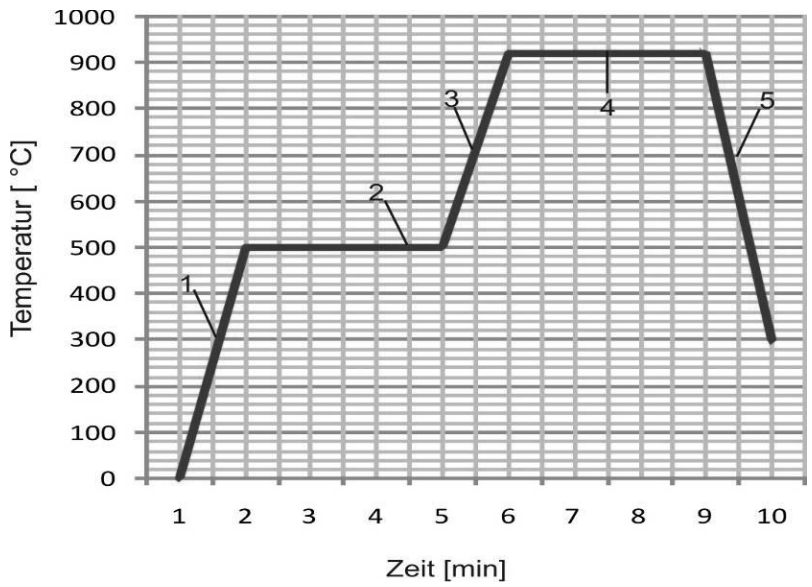
Eine Zugabe von hochdispersem Leuzit ermöglicht eine Angleichung des niedrigen WAK der hydrothermalen Glasmatrix an den WAK einer niedrigschmelzenden hochgoldhaltigen Legierung, bei gleichzeitig hoher Transluzenz der Verblendung [5, 57].

2. Brennverhalten dentalkeramischer Massen

2.1. Sintervorgang

Der Sinterprozess soll unter definierten Temperatur-, Druck-, Zeit-, und atmosphärischen Bedingungen ablaufen, die vom Hersteller für jede Keramik charakterisiert werden [33].

In der nachfolgenden Abbildung 3, ist schematisch ein Sintervorgang dargestellt.



1 Aufheizen auf Starttemperatur

2 Vortrockenphase

3 Aufheizrate

4 Haltezeit

5 Abkühlphase

Abbildung 3: Sinterkurve

Der Sinterzyklus kann in bestimmte zeitliche Phasen nach Programmstart unterteilt werden. Diese Sinterphasen können folgendermaßen unterschieden werden, so dass jeder Phase eine definierte für den Sinterzyklus charakteristische Temperatur und Zeitdauer zugeordnet werden kann. Dabei ist die Höhe der Temperatur von den werkstoffkundlichen Kenndaten der Glaskeramik abhängig.

Ein Sinterzyklus beginnt mit der Vortrockenphase [16], wobei der aufgeschichtete Grünling auf die entsprechende Vortrockentemperatur erwärmt wird. Die verwendete Modellierflüssigkeit und zugesetzte Färbemittel verdampfen restlos [46].

Es schließt sich die Aufheizphase an. Während der Aufheizrate wird der Grünling bis über die Glastemperatur mit dem Aufheizquotienten erwärmt. Der Aufheizquotient (oder Aufheizrate) gibt Auskunft über den Temperaturanstieg pro Zeiteinheit [K/min]. Nach vorgegebener Zeit wird eine festgelegte maximale Temperaturhöhe erreicht. Hierbei findet eine Sinterung der Dentinmasse statt, eckige, schafkantige Körner runden sich ab [16]. Um Porositäten innerhalb der Verblendscherbe zu reduzieren findet dieser Vorgang der Sinterung im Unterdruck statt. Mit Beginn der Haltephase wird das Vakuum entzogen und der aufgeschichtete Grünling bei Sinterendtemperatur gehalten. Nachfolgend schließt sich die Abkühlphase an [15, 34, 55]. Eine homogene Verdichtung des Materials ist Ziel des Sinterprozesses. Er ist die Voraussetzung für eine mechanisch stabile keramische Verblendung [23]. Die Abbildung 4 stellt schematisch einen Sintervorgang mit Variation der Haltephase und Sintertemperatur dar.

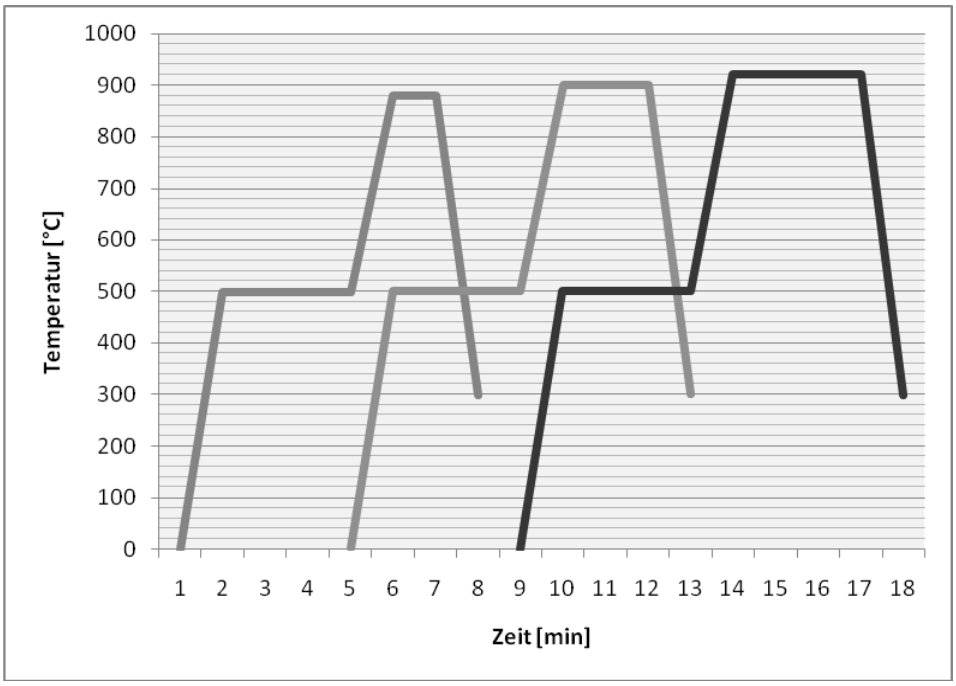


Abbildung 4: Sinterkurve mit Variation der Haltezeit und Sintertemperatur

Den dentalkeramischen Sinterprozess bezeichnet man auch als Flüssigphasen Sintern. Durch oberflächliches Aufschmelzen entstehen Sinterhälse an den Korngrenzen der Pulverpartikel [51].

Bei dem Schmelzprozess (in der Vorwärmphase) bilden sich Stoffbrücken zu benachbarten Partikeln aus [15, 16]. Eine Temperaturerhöhung bewirkt, dass eine der Phasen eines Pulverhaufwerkes verflüssigt wird und die feste Phase allseitig umschlossen wird. Der Glasanteil schmilzt und schließt nicht geschmolzene kristalline Bestandteile ein [51]. Der Sinterprozess verläuft in einen Schmelzprozess [15, 16, 78]. Nicht vollständig aufgeschmolzene Bestandteile liegen als weitere Phase vor [51].

Die treibende Kraft bezieht der Sintervorgang aus der Verringerung der Oberfläche mit der damit verbundenen Abnahme der Oberflächenspannung [33, 51, 56].

Eine exakte Sinterführung ist die entscheidende Voraussetzung für die Qualität des Brennergebnisses [16, 28, 82].

Nach *CHEUNG* und *DARVELL* wird durch Sinterung mit einer Reduktion der Porositäten die höchste Homogenität in keramischen Massen erreicht [11].

Die Modellbetrachtung in Abbildung 5 soll den Vorgang des Sinterns veranschaulichen. Im Ausgangszustand ist eine Packung von gleich großen Materialpartikeln dargestellt. Zwei Varianten der Sinterung sind möglich.

1. Bei der Festphasensinterung wird durch Hitzeeinwirkung eine atomare Diffusion ausgelöst. Treibende Kraft ist die Oberflächenenergie der Pulverpartikel. Zu keinem Zeitpunkt ist eine der Phasen in einem flüssigen Aggregatzustand [51].
2. Bei der Flüssigphasensinterung, wie bei Glaskeramiken liegt eine nach außen messbare Schwindung vor.

Mit zunehmender Temperatur verschmelzen die vier Partikel miteinander.

In der Schmelzphase bewirken die auf der Oberfläche einseitig nach innen gerichteten Kohäsionskräfte, dass sich die Oberfläche zu einer Kugelform verkleinert. Es werden Sintertemperaturen erreicht, die die Phasen vollständig verflüssigen und die Schmelzphase erreichen [15].

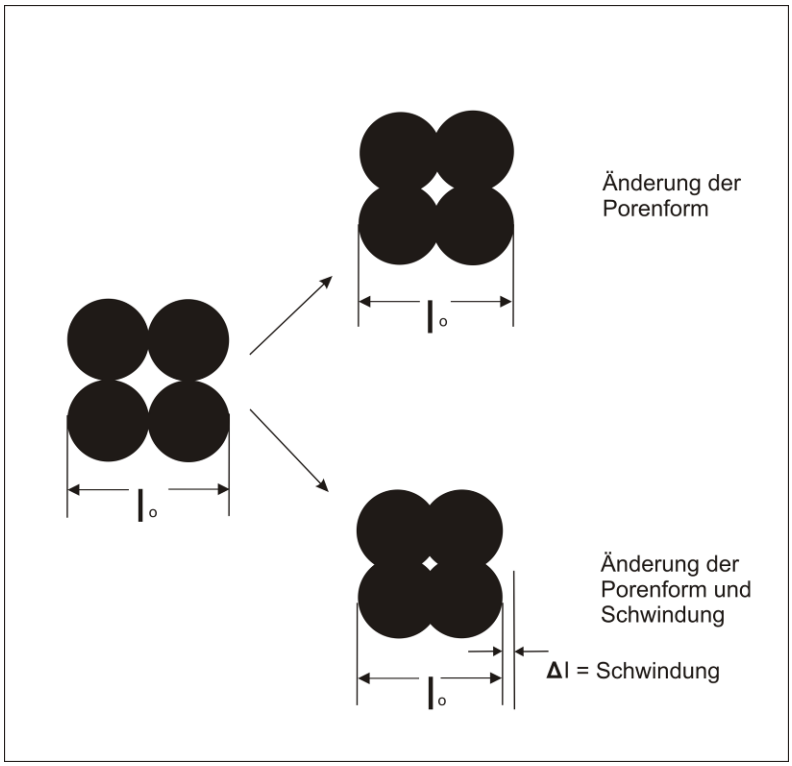


Abbildung 5: Modellbetrachtung zur Sinterung [15]

2.2. Sinterschrumpfung

Während des Sinterns werden die Zwischenräume innerhalb der Partikel minimiert [51, 56]. Es resultiert die Sinterschrumpfung, die durch eine deutliche Reduzierung des Massevolumens gekennzeichnet ist [16, 51, 82]. Sie beträgt 30–40 % linear [33, 75, 98]. Ihr Ausmaß ist abhängig von dem Gesamtvolumen des freien Raums und von der Verteilung der Partikel in der Masse [98].

Die Verdichtung der keramischen Masse nach dem Auftrag beeinflusst die Schrumpfung maßgeblich [42, 43].

Durch das Verdichten wird der Abstand zwischen den Masseteilchen reduziert, wodurch eine Reduktion der Porositäten der gesamten Masse erreicht wird [98].

Die Sinterschrumpfung ändert sich kontinuierlich mit der Sinterführung. Ausgehend der Gedanken von *REULING* et al und *YAMAMOTO* führt eine Reduktion der Partikelabstände zu einer verminderten Sinterschrumpfung

im Temperaturbereich der Glastemperatur [75, 98]. Dies erreicht der Zahntechniker durch Riffeln der geschichteten keramischen Masse.
SKINNER berichtet von einer Sinterschrumpfung (Volumenkontraktion in %) ohne Verdichtung von 41,5 %, mit Hilfe von Vibration beträgt sie 38,1 % [89] Dabei führen Verdichtungstechniken wie Rütteln oder Pressen zu homogenen Keramiken mit geringer Porosität [15, 33, 98]. Durch Rütteln wird das Wasser aus den Zwischenräumen der Keramikpartikel getrieben. Dabei an die Oberfläche austretendes Wasser kann mit Hilfe eines Zellstofftuches abgesaugt werden. Nach *YAMAMOTO* hat dieses einen Verstärkungseffekt zur Folge [98].
Eine homogene Keramikmasse durch Reduktion der Porositäten, ist entscheidend für die Transparenz, Ästhetik und Festigkeit der gebrannten Keramik [5, 16, 91, 98].

2.3. Sintergüte

Die Sinterqualität dentalkeramischer Massen ist von den gewählten Sinterbedingungen abhängig. Sie wird durch die Verteilung von Sinter- und Glasphase bestimmt [16]. Ansteigende Sintertemperaturen, Halte- und Aufheizphasen verringern den Anteil der Sinterphase zugunsten der Glasphase [16, 78]. Je höher der Anteil an Glasphase ist, desto transparenter und farbintensiver ist die Verblendscherbe.
Der Brenngrad einer dentalen Keramik lässt sich nicht nur über die maximale Brenntemperatur, sondern auch über die Trockenzeit, Aufheizzeit und Haltezeit beeinflussen [16].
CLAUS stellt in seinen Untersuchungen eine Abhängigkeit zwischen Temperatur und Aufheizzeit fest.
Dabei werden bei höheren Temperaturen und kürzeren Aufheizraten identische Sinterergebnisse erzielt, wie bei niedrigen Temperaturen und längeren Aufheizraten [16].

Vergleichbare Ergebnisse liegen bei den Parametern von Temperatur und Haltezeit vor. Hohe Sintertemperaturen und kurze Haltephasen bewirken identische Effekte wie niedrige Temperaturen und lange Haltezeiten [16].

3. Ästhetische Aspekte

3.1. Optische Eigenschaften

Ein natürlicher Zahn reflektiert, streut und überträgt das Licht durch Schmelz und Dentin. Dadurch entsteht seine Tiefenwirkung und Lebendigkeit. Die Dentalkeramik ist auf Grund der Transluzenz sowie ihrer anderen optischen Eigenschaften ein ideales Material zur Wiedergabe der Farbnuancen, der Oberflächenstruktur und Form von natürlicher Zahnsubstanz [60, 65].

Die Verblendung von Metall- und Keramikgerüsten dient der ästhetischen und funktionellen Gestaltung von Zahnersatz. Neben der Zahnstellung und Zahnform ist die Farbgebung die den ästhetischen Eindruck nachhaltig bestimmt. Ziel ist eine Imitierung des natürlichen Zahnes um die gewünschten Lichteffekte innerhalb der Verblendscherbe hervorzurufen.

Optische Effekte sind wesentliches Hauptmerkmal aller Verblend-keramiken. Dazu gehören die Eigenschaften wie Transparenz und Opazität, Fluoreszenz und Phosphoreszenz [39].

Der natürliche Zahn erlaubt die Transmission, die Absorption und auch die Reflexion von Licht [6]. Reflektion oder Refraktion entsteht, wenn Licht in einer transparenten Substanz auf unterschiedliche Brechungsindices trifft [92].

Die Zahnfarbe des natürlichen Zahnes wird durch eine Volumenreflexion erzeugt. *HAJTO´* berichtet, dass auftreffendes Licht nach Eindringen in den Zahn innerhalb des Zahnkörpers wieder zurückgeworfen oder zum Teil hindurch gelassen wird [31].

Optimale Verdichtung sowie materialgerechte Temperatursteuerung sind maßgebende Faktoren für natürlich wirkende verblendkeramische Restaurationen [78].
Wesentlich beeinflusst die Keramikschichtstärke die Festigkeit und das optische Verhalten der Verblendkeramik [36].

3.2. Transparenz und Transluzenz

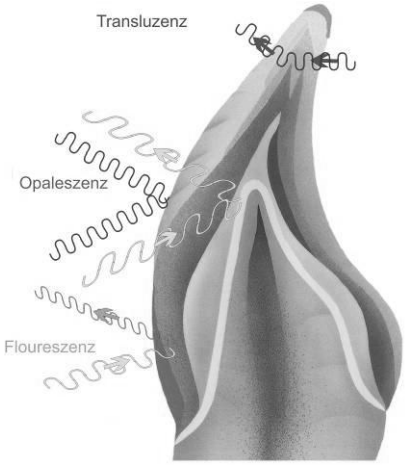


Abbildung 6: optische Eigenschaften im dentalkeramischen Verbundsystem [45]

Die Transparenz ist der relative Betrag von Lichttransmission und diffuser Reflektion von der Oberfläche eines Substrates durch ein trübes Medium [21].
Im dentalkeramischen System auftretende Lichteffekte sind in Abb. 6 ersichtlich.
Bei besten Sinterergebnissen, können durch Transparenz, Opaleszenz und Fluoressenz Effekte entsprechend den natürlichen Zähnen erzielt werden. Vermehrte Vakuumbrände erzeugen eine niedrige, aber unnatürlich aussehende Transparenz. Dies wird durch eine hohe Zahl von Bläschen, bedingt durch verdampftes Wasser, hervorgerufen [90].

Durch die Blasen wird das eintretende Licht stark gestreut. In der Folge entsteht ein trüber Körper. Bei der Sinterung im Unterdruck wird das Entstehen von Porositäten reduziert, es entsteht ein annähernd homogener, klarer Körper [90].

Eine natürliche Tiefenwirkung innerhalb der Verblendscherbe wird erreicht, wenn das Licht tief in die Verblendkeramik eindringen oder diese durchdringen kann [92].

Nach *YAMAMOTO* ist die Transluzenz abhängig von der Streuung des Lichtes. Die Streuung des Lichts in einer transparenten Substanz wird durch Teilchen verursacht, die das Licht reflektieren oder brechen [98].

Die Lichtstreuung wird von den unterschiedlichen Brechungsindizes der Matrix und der Partikel, der Größe der Leuzitpartikel, vom Volumenanteil der Partikel [98] sowie Artefakten beeinflusst [64].

Bei starker Streuung wird das Licht unmittelbar nach dem Eintritt in das Material gestreut, also direkt unter der Oberfläche. Die Lichtstreuung bestimmt die Tiefe der Transluzenz. Nach *YAMAMOTO* erreicht sie ihr Maximum bei zunehmendem Volumenanteil der Partikel und wenn der Radius der Partikel identisch mit der Wellenlänge des einfallenden Lichts ist. Sind die Partikel kleiner als die Wellenlänge des einfallenden Lichts, entsteht eine tiefe Transluzenz und Opaleszenz [98].

Auch die unterschiedliche Zusammensetzung der Keramiken hat entscheidenden Einfluss auf die optischen Eigenschaften.

Die Transparenz und Farbintensität ist nach *CLAUS* von der im Gefüge vorliegenden Glasphase abhängig. Je höher dieser Anteil ist, desto transparenter und farbintensiver wird die dentalkeramische Masse [16].

CLAUS und *RINN* stellten fest, dass sich durch den bewusst gesteuerten Sinterprozess in Form einer Langzeitaufheizung die Transparenz und Brillianz intensivieren lässt [16, 78].

Verlaufen die Sinterzyklen zu kurz oder zu rasch, bleibt die gewünschte Farbwirkung aus [16, 78].

Für die Transparenz und Farbintensität ist in hohem Maße Leuzit verantwortlich [15, 16, 78].
Leuzitkristalle reflektieren das einfallende Licht und erzeugen aus transparentem Glas transluzente Keramik [43]. *MCLAREN* und *MCLEAN* berichten von Problemen älterer Keramiken, die durch Mehrfachbrände einen Anstieg der kristallinen Phase oder ein Auflösen in der Glasmatrix erfuhren mit dem Resultat einer opaken Keramik [59, 62]. Um die Kristallphase stabil zu halten, wird heute versucht dem Basisglas eine sekundäre Glasphase hinzuzufügen, um ein Material aus zwei Glasphasen zu erzielen [58].

Viele dentale Keramiken beinhalten Oxide, wie Zinnoxid als Streuungszentrum, um durch diffuse Transmission und Streuung ein transluzentes Erscheinen zu erzeugen [66].
Ein Zusatz von Aluminiumoxid führt zu einer Steigerung der Druck-, Zug- und Biegefestigkeit sowie des Elastizitätsmoduls, geht aber mit einer verminderten Transluzenz einher [61, 84].

Die keramische Transparenz kann von der Schichtstärke [1, 32], der Mikrostruktur [76] und Anzahl der Sinterbrände beeinflusst werden [63].
Nach *REISE* kann die Farbe in den L*a*b* Werten (rot – a*, gelb – b* und Helligkeit L*) angegeben werden [74]. *ULUDAG* stellte in seiner Untersuchung 2007 fest, dass die L*a*b* Werte der untersuchten Keramiksysteme (In–Ceram und IPS Empress) von der Anzahl der Sinterbrände (3, 5 oder 7) und von der Keramikschichtstärke (0,5 mm;
1 mm oder 1,5 mm) beeinflusst werden [95].

ULUDAG konnte nachweisen, dass ein Anstieg der Sinterbrände zu verminderten Helligkeitswerten führte, was zu dunkleren Proben in beiden Keramiksystemen geführt hat.
Die a* und b* Farbwerte stiegen nach wiederholten Sinterbränden, die untersuchten Proben zeigten eine rötliche und mehr gelbliche Farbe [95].

Ein zusätzlicher Aspekt ist die Homogenität der Verblendscherbe, nach dem Sinterbrand, denn eine homogene Scherbe wird die farbliche Wiedergabe verbessern (siehe Kap 2.3).

BARGHI, JORGENSON et al. und *ULUDAG* stellten in ihren Untersuchungen fest, dass die Kondensationstechnik keinen Einfluss auf die Transparenz hatte [2, 3, 41, 95].

Weiterhin bestätigten die Untersuchungen von *PEIXOTO* et al. [68], dass bei den meisten untersuchten Farbtönen eine signifikante prozentuale Reduktion der Lichtdurchlässigkeit bei ansteigender Schichtstärke der Proben zu verzeichnen war. Die Autoren konnten beweisen, dass bei höheren Probenschichtstärken, die Anzahl der Kontraste größer waren, die statistisch prozentual der Lichtdurchlässigkeit entsprachen. Als Resultat ist die Lichtdurchlässigkeit von der Probenstärke abhängig [68].

1979 zeigten *JORGENSON et* al., dass wiederholte Sinterbrände die Farbstabilität von jedem der getesteten Farbtöne nicht beeinflussten. Jedoch beeinflusst die Schichtstärke signifikant die Farbe der gegebenen Keramikprobe, dabei zeigten dickere Probenschichtstärken bessere Farbresultate [41].

Nach *BRODBELT* et al. ist die Transmission von Licht in dental-keramischen Massen abhängig von deren Schichtstärke.

Sie ermittelten 1980 die Transparenz, mit Hilfe der direkten Transmission und der totalen Transmission (inklusive die Streuung). Für die Messung der totalen Transmission wurde eine Ulbrichtkugel verwendet [8].

Die Ulbrichtkugel wurde durch standardmäßig verwendetes reflektierendes Bariumsulfat vervollständigt [8]. Für beide Messungen, wurde die Strahlenintensität, bei Wellenlängen von 700 nm und 400 nm aufgezeichnet. Die Messungen erfolgten bei Probenschichtstärken von 0,8 mm; 1,0 mm; und 1,4 mm und einer Breite von 4 mm.

Die Intensität der direkten Transmission wurde in einem zwei Strahl Spektrophotometer (Beckman Acta C III UV – gängig) gemessen [8].

Für die Messungen der totalen Transmission wurde ein zwei Strahl Spektrophotometer mit einem integrierten Kugelsystem (Spektrophotometer Beckmann Acta C III) verwendet. Hierbei war die Lichtübertragung 200 x höher als durch direkte Transmission. *BRODBELT* et al. stellten fest, dass der Hauptfaktor der Transluzenz durch mehrfache Streuung hervorgerufen wird [8].

3.3. Opaleszenz

Opaleszenz ist die Streuung von Licht in einer trüben Substanz. Die Streuung erfolgt an Partikeln, die eine identische Größe besitzen, wie die Wellenlänge des gestreuten Lichtes. Trübungsmittel sollen den Effekt der natürlichen Zahnhartsubstanz imitieren [90, 91].
Opaleszenz ist die Erscheinung der Doppelfärbung eines hochdispersen Glases, das fast keine sichtbare Trübung mehr zeigt.
Es erscheint in der Durchsicht gelbrötlich bis bräunlich und in der Aufsicht violett bis bläulich. Die Zweifarbigkeit entsteht dadurch, dass in der Aufsicht ein überwiegend gestreutes blaues Licht vom Auge gesehen wird. In der Durchsicht wird das durchgehende Licht als gelblich rötlich wahrgenommen. Ein hochdisperses System mit Trübungseffekt entsteht, wenn eine zweite sehr fein verteilte Phase in dem Glas vorhanden ist. Dabei besitzen die disperse Phase und das Dispersionsmittel (Glas) unterschiedliche Brechungsindices, die für keine Wellenlänge Übereinstimmung zeigen. Es ist unabhängig, ob die fein verteilte disperse Phase glasig-amorph oder kristallin ist [39].
Beim gleichzeitigen Durchgang durch ein solches Glas und ein dispergiertes Teilchen wird der Lichtstrahl beim Ein- und Austritt gebrochen und seitlich abgelenkt. Ist die Teilchengröße des dispergierten Teilchens kleiner als die Wellenlänge des eingestrahlten Lichtes, so entsteht Opaleszenz [39].

Heutige Schmelzmassen haben Kristallgrößen von 0,7 µm und entsprechen somit den natürlichen Schmelzprismen. Dadurch wird es möglich, dass kürzere Wellenlängen reflektiert und die längeren Wellenlängen hindurch gelassen werden [58].

Die Studie von *HEFFERNAN* et al. konnte nahelegen, dass bei offensichtlich identischen Materialien (Empress und Empress 2) die Transparenz durch die Schichtstärke beeinflusst wird. Dabei wurden Schichtstärken von 0,5 mm und 0,8 mm untersucht. Dünne Schichtstärken zeigten eine stärkere Transparenz, eine Zunahme der Schichtstärke führte zu einem Anstieg der Opazität [32].

3. Fragestellung

Ziel der vorliegenden Untersuchung war es, zu klären

1. ob sich unterschiedliche Schichtstärken und Sinterparameter auf die mittlere Transparenz und Oberflächenqualität auswirken.

Dabei sollte ebenfalls aufgezeigt werden

2. mit welcher Sinterschrumpfung bei unterschiedlichen Probenkörper unterschiedlicher Schichtstärke zu rechnen ist, und
3. welchen Einfluss unterschiedliche Sinterparameter auf die Sinterschrumpfung haben.

4. Material und Methode

4.1. Versuchsanordnung

4.1.1. Sinterofen

Abbildung 7: Sinterofen 3001 (Dekema, Freilassing, Deutschland)

Für die Untersuchung stand als Keramikofen der Austromat 3001 (siehe Abb. 7) vom Hersteller der Fa. Dekema, Freilassingen, Baujahr 1997 zur Verfügung.

Vor dem Versuch ist der Brennteller mit einer Bohrung versehen worden. Diese ermöglichte das Einbringen eines externen, unabhängigen Thermoelementes (Pt/PtRh). Die Abdichtung erfolgte mit einer Silikonmanschette. Unter dem ofeneigenen Brenntellern wurde eine Leiterplatte mit den Abmaßen 35 x 55 mm fixiert. Das externe Thermoelement wurde über diese Leiterplatte mit dem Flachbandkabel über Schraub- und Steckverbindungen fixiert. Dieses Thermoelement befand sich in einem Abstand von ca. 10 mm, zentral mittig über dem Brennteller.

Ein internes Thermoelement ist zentral 5 mm unterhalb der Brennkammer-decke mittig befestigt. Mit Hilfe einer Pt/PtRh – Thermosonde (Pt 100), die als internes Thermoelement verwendet wurde, konnte unabhängig vom Thermoelement des Ofens die Temperatur innerhalb der Sinterkammer protokolliert werden.

Die Sinterkammer hat einen Durchmesser von 80 mm und eine Höhe von 60 mm. Sie wird über ein Liftsystem (Hublift) verschlossen, die Isolation erfolgt über eine Schamotte.

Vor Versuchsbeginn wird der Ofen in den unteren Temperaturbereichen (bis 961 °C) einer Kalibrierung unterzogen, wie es in der DIN 13905-1 vorgeschlagen wurde.

Der Keramikofen verfügt über eine serielle Schnittstelle zur Aufzeichnung des Sinterprotokolls (siehe Abb. 11), die für die Protokollierung verwendet wurde. Als Dokumentation diente eine kontinuierliche Temperatur- und Programmanzeige, eine Datenerfassung erfolgte über MS – DOS Programm mit QM – Software (DSP 1.0 mit integriertem Protokollprogramm Term 4.0, Fa. Dekema -Freilassing) und integrierter RS 232 Schnittstelle. Die Abtastrate betrug 10 Hz.

Während des Brennzyklus wurde die Temperatur mit der computergestützten Software „Catman“ in Verbindung mit zwei „Spiderman 8“ (Fa. Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH – Darmstadt Deutschland), der als AD- Wandler fungiert protokolliert (Abb. 8). Ein Unterdruck während des Dentinbrandes wurde durch eine externe Vakuumpumpe sichergestellt.

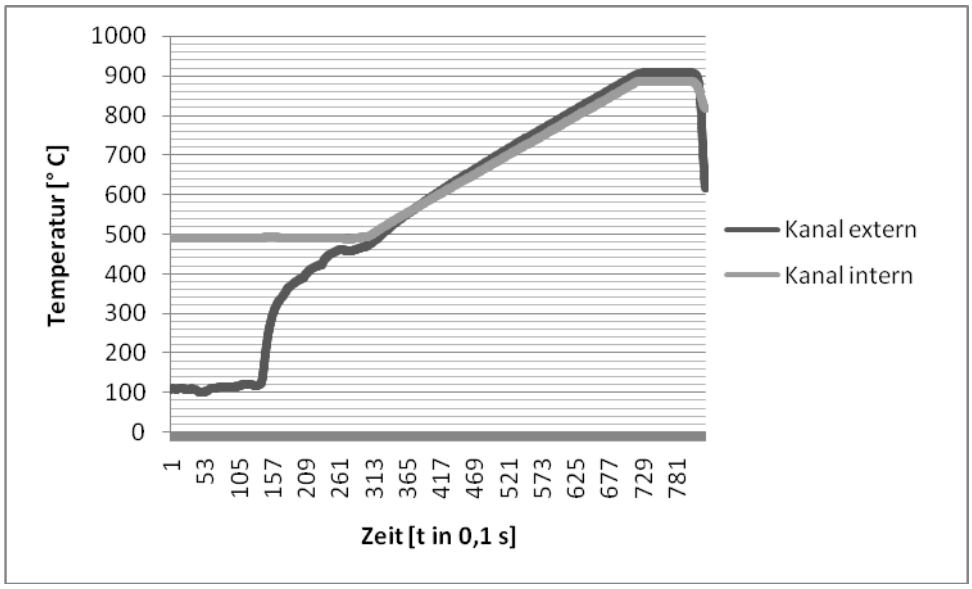


Abbildung 8: Beispiel eines Messprotokolls mit internem und externem Thermoelement bei einer Abtastrate von 10 Hz

4.1.2. Thermoelemente

Für die Untersuchung wurden Thermoelemente des Typs S in einer Pt/PtRh Kombination verwendet. Die Länge der Thermoschenkel betrug 250 mm bei einem Durchmesser von 0,2 mm.
Bilumierte Röhrchen aus Aluminiumoxid der (Fa. Haldenwanger – Wald Kraiburg Deutschland), Pythagoras – Rohre Typ 610 nach DIN VDE 0335, 2,1 mm x 0, 6mm) fixierten die beiden Thermoschenkel.
Der Durchmesser der Schweißperle beträgt 1 mm.

4.1.3. Dentalkeramische Massen

Dabei wurden vier laborübliche Verblendkeramikmassen gegenübergestellt. Es wurden diese vier Standardmassen ausgewählt, die sich hinsichtlich ihrer Sintertemperatur unterscheiden.
Aus der Gruppe der hoch-, mittel- und niedrigbrennenden Verblendkeramiken wurden diese vier Vertreter gewählt.

Verwendet wurden unpigmentierte Dentinmassen einer Charge, um den Transparenzeffekt darstellen zu können.

Es wurden für:

Gruppe 1 (hochbrennende Keramik):

Keramik A (Vita VM7, win LOT 7170, Vita Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co. KG Bad Säckingen)

Keramik B (Vita Omega win 122 LOT 7807, Vita Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co. KG Bad Säckingen)

Gruppe 2 (mittelbrennende Keramik)

Keramik C (Imagine Reflex Transpa clear Charge 2 Wieland GmbH & Co KG, Pforzheim)

Gruppe 3 (hydrotheramale Keramik)

Keramik D (Symbioceram (LOT III 2/ 00T 1 DeguDent GmbH, Hanau)

4.2. Labortechnische Arbeitsgänge

4.2.1. Ofentemperaturkalibrierung

Mit einem beginnenden Reinigungsbrand wurde eine gleichmäßige Erwärmung des Ofens sichergestellt.

Die Kalibrierung des Austromaten 3001 erfolgte herstellerspezifisch mittels Silberprobe in mehreren aufeinanderfolgenden Schritten. Dafür wurde der Silberdraht mit einer Länge von 15 mm auf dem Brenngutträger positioniert und das vorprogrammierte Sinterprogramm (Anhang E, CD-ROM) gestartet.

Eine Temperaturprotokollierung wurde ebenfalls durchgeführt.

Nach Programmende erfolgte eine Beurteilung der Silberprobe, nach DIN 13905-1.

4.2.2. Herstellung der Sinterproben

4.2.2.1. Anmischen der Keramikmasse

Zur Herstellung der keramischen Prüfkörper wurde das Keramikpulver (Abb. 9) mit entionisiertem Wasser versetzt und mit Hilfe eines Achat – Glasspatels in einer uhrglasförmigen Glasschale zu einer homogenen Masse angerührt.
Für eine optimale Kondensation diente ein Rüttler der Fa. Schütz Dental vom Type Miniswing 220 Volt, 0. 15 KW, No 881 und 50 Hz, auf dem die angeschlickerte Masse ca. 20 Sekunden gerüttelt wurde.

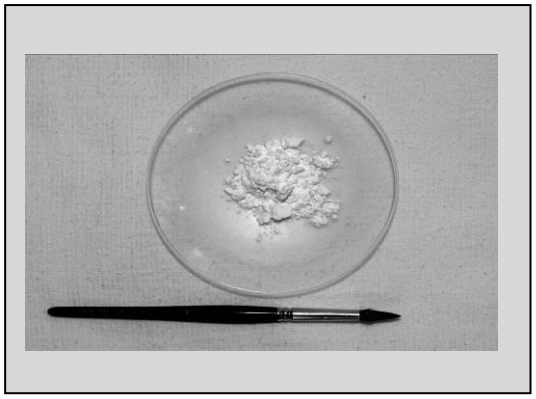


Abbildung 9: Keramikmasse

Die Stanze zur Herstellung der Prüfkörper entspricht der in der DIN 13905-2 dargestellten Probenstanzen (Abb. 10,11). Sie besteht aus einem Kunststoffring mit einem Durchmesser von 50 mm bei einer Höhe von 20 mm. Die Innenmaße des Kunststoffringes betragen 16 mm ± 1 mm.
Ein zylinderförmiger Verdichtungsstempel ermöglichte ein reibungsloses Eingliedern in den Kunststoffring. Der Verdichtungsstempel (A) hatte eine Gesamtlänge von 80 mm sein Durchmesser betrug 18 mm, endständig einseitig wurde der Stempel bei einer Länge von 20 mm und einem Durchmesser von 16 mm ± 1 mm abgedreht. Auf einer 20 mm dicken, rechteckigen Glasplatte mit der Kantenlänge von 150 mm x 75 mm, die als Unterlage diente, wurde die keramische Masse verdichtet.

Ein runder Schlagzylinder (Verdichtungsstempel) mit einem Durchmesser von 55 mm und einer Höhe von 30 mm ermöglichte eine klopfende Verdichtung der keramischen Masse in der Verdichtungsmulde.

Die Zwischenlegscheibe (B) gewährleistete die unterschiedliche Schichtstärke, sie ist kongruent zum Kunststoffring (C) und zum Verdichtungsstempel und hat eine Höhe von 0,5 mm; 1,0 mm, 1,5 mm; 2,0 mm; 2,5 mm.

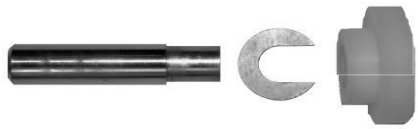


Abbildung 10: Probenstanze

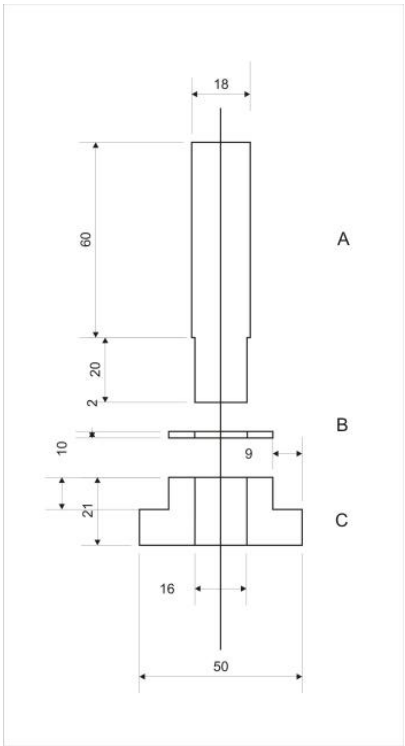


Abbildung 11: Maße der Probenstanze entsprechend DIN 13905–2

4.2.2.2. Herstellung der Prüfkörper

Für die Herstellung der Prüfkörper mit einer Stärke von 1,6 mm wurde der Kunststoffring auf das verjüngte Ende des Verdichtungsstempels gesetzt. Für Proben mit einer höheren Schichtstärke wurde zwischen Kunststoffring (C) und Verdichtungsstempel (A) die entsprechend Unterlegscheibe B (Abb. 15) eingebracht. Es entstand eine zylinderförmige Vertiefung mit einem Durchmesser von 16 mm ± 0,2 mm bei einer Höhe von 1,6 mm bis 4,1 mm ± 0,1 mm.

Die angemischte Masse wurde mit Überschuss in die Vertiefung mit einem Big Brush Kolinsky Pinsel (Hsamy – Tanaka, Germany) eingebracht und anschließend auf dem Rüttler verdichtet.

Mit dem Verdichtungsstempel wurde die keramische Masse auf einer Unterlage kondensiert. Die Massen wurden so lange verdichtet, bis keine Feuchtigkeit mehr an die Oberfläche gelangte.

Die zur Oberfläche austretende Flüssigkeit wurde mit einem Vliespapiertuch abgesaugt. Anschließend wurde die Stanze gedreht und auf die Glasplatte gestellt. Klopfend wurde der Grünling in den Hohlraum verdichtet. Dabei wurde überschüssige Masse zwischen Glasplatte und Kunststoffring ausgedrückt. Nach Abschluss der Kondensation wurde die Glasplatte mit Stanze umgedreht und die Glasplatte nach hinten abgezogen. Der entstandene Grünling wurde mit einem trockenen Tanaka Pinsel abgestrichen. Ein fertig geschichteter Grünling ist in Abb. 12 dargestellt.

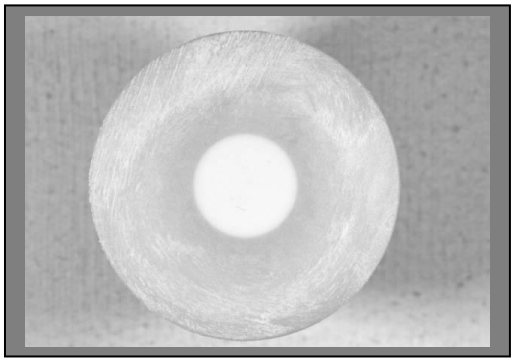


Abbildung 12: Fertiger Grünling

Zur Entnahme des Grünlings wurde der Verdichtungsstempel mit leicht drehenden Bewegungen aus dem Kunststoffring herausgezogen. Ein zylinderförmiger Entnahmestempel aus Edelstahl mit einer Gesamtlänge von 78 mm und einem Durchmesser von 16 mm ± 1 mm ermöglichte ein komplettes Einführen in den Kunststoffring.

Durch leichtes Drehen konnte der Grünling aus dem Kunststoffring geschoben werden, anschließend von dem Entnahmestempel mit Hilfe eines Kunststoffkärtchens auf die beschichtete Brennronde (∅ 80 mm) platziert.

Um ein eventuelles Anhaften der Prüfkörper sowie Verfärbungen innerhalb der Keramik beim Sintern zu verhindern, wurde die Brennronde mit Aluminiumoxid – Schlicker (Surfalox) (Abb. 13) beschichtetet.

Der Aluminium - Schlicker wurde mit Wasser angerührt und anschließend mit einem Pinsel gleichmäßig, deckend aufgetragen. Nach Trocknen der Oberfläche wurde ein Haftbrand bei 1000 °C durchgeführt.

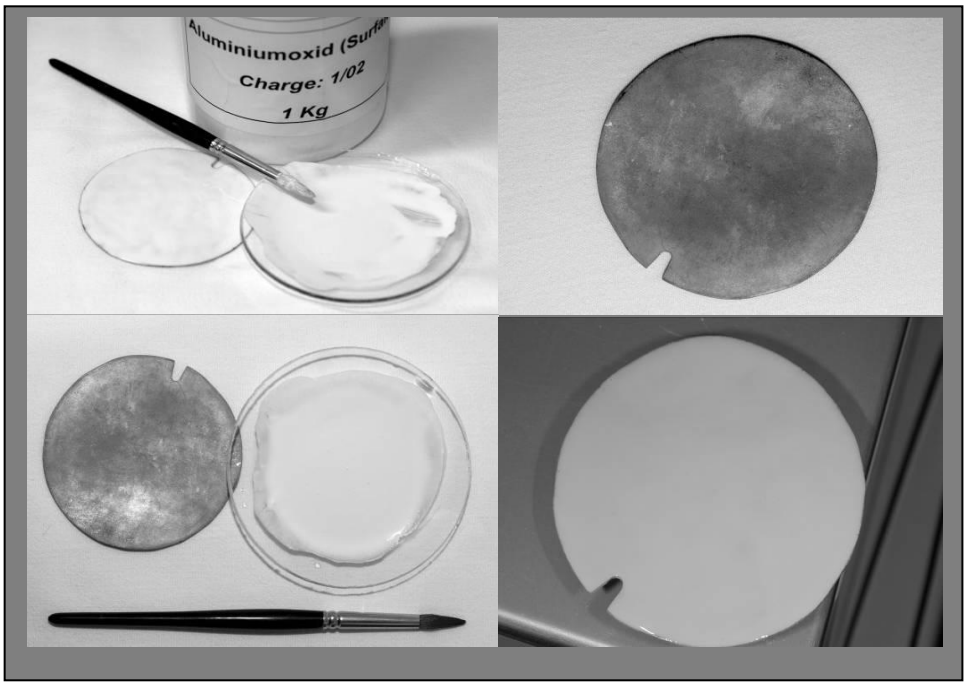


Abbildung 13: Brennronde mit Aluminiumoxidbeschichtung

Zur Probensinterung wurde die Brennronde auf einem wabenförmigen Brennträger platziert (Abb. 14) und anschließend mittig auf der Brennschamotte positioniert. Dabei wurden fünf Prüfkörper ringförmig auf der Brennronde angeordnet.
Entsprechend den Untersuchungen von *LUCAS* betrug der Abstand der Proben zur Heizwicklung 1,5 cm – 2,0 cm [52].

Abbildung 14: Darstellung der Brennronde mit Prüfkörpern

Pro Dentalkeramik wurden fünf Proben, mit einer zunehmenden Schichtstärke von 1,6 mm bis 4,1 mm hergestellt.
Kunststoffring, Verdichtungs- und Entnahmestempel wurden nach jeder Prüfkörperherstellung unter fließendem Wasser gereinigt.

4.2.3. Sinterung

Die Sinterung der Proben erfolgte gemäß dem zu diesem Zeitpunkt vom Hersteller empfohlenen Sintertemperaturen, für den ersten Dentinbrand

und Glanzbrand ohne Glasurmasse. Die Sinterendtemperatur wurde entsprechend des Versuchsdesigns variiert.
Die Proben wurden mit 20 K über und unter der Temperaturempfehlung des Herstellers in Schritten zu 10 K gesintert. Die Haltezeit wurde ausgehend von 60 Sekunden bis 180 Sekunden verändert.
Die Sinterung folgte den von Claus [15, 16] beschriebenen Stufen, die sich durch die Temperatur und Zeitsequenz unterscheiden.

4.2.3.1. Sintervorgang

Zu Beginn des Sintervorganges, erfolgte ein Vortrockenen der Prüfkörper bei definierter Vorwärmtemperatur und geöffneter Sinterkammer. Anschließend wurde die Sinterkammer schrittweise verschlossen, nach vollständigem Verschluss der Sinterkammer wurde mit keramikspezifischer Anstiegsrate von 5 – 150 K/min bis zum Erreichen der Sinterendtemperatur ein Unterdruck erzeugt. Die Sinterkammer wurde bis zum Erreichen der Sinterendtemperatur „evakuiert“. Anschließend wurde die Sinterkammer belüftet und die Sinterung erfolgte entsprechend der Haltezeit unter atmosphärischem Druck. Nach Öffnen der Sinterkammer folgte eine Abkühlungsphase. Auf eine Zwischenkühlung wurde verzichtet.
Die Sinterparameter für den Dentin- und Glanzbrand sind dem Anhang E (CD – ROM) zu entnehmen.

4.2.4. Ausmessen der Sinterproben

Für die Erfassung der Sinterschrumpfung wurden zwei senkrecht aufeinander stehende Achsen bei den gesinterten Proben gemessen. Aus beiden Messungen wurde der Mittelwert gebildet und in Relation zum Ausgangsdurchmesser gesetzt. Zur Analyse wurde die lineare Schrumpfung in Prozent angegeben. Die Messung erfolgte mittels einer

elektronischen Schiebelehre (siehe Abb. 15, Firma Garant, Deutschland) mit einer Skalierung von 0,01 mm.

Der Hersteller gibt eine Toleranz der Messlehre von ± 0,02 mm an. Vor jeder Messung wurde die Messlehre kalibriert.

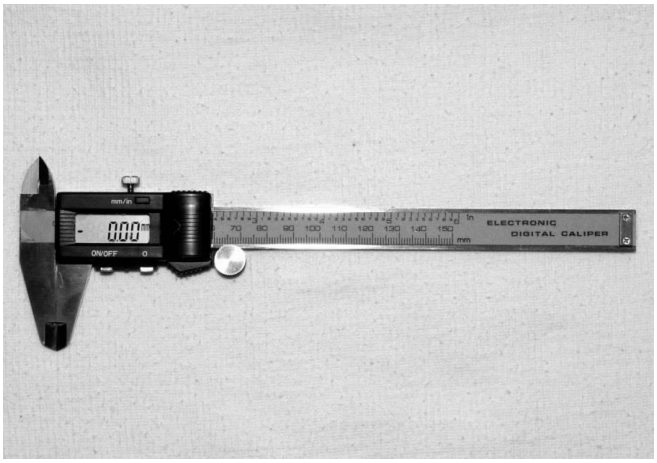


Abbildung 15: Digitale Schiebelehre der Firma Garant Deutschland

4.3. Vorversuche Sinterschrumpfung

Die Versuchsreihe gliederte sich in eine Vor- und Hauptuntersuchung.

Mit Hilfe der Voruntersuche sollte geklärt werden, welche klinisch relevanten Schichtstärken von dentalkeramischen Massen in unterschiedlichen Regionen von Frontzahn- und Seitenzahnkronen möglich sind. Daraus resultierende Ergebnisse dienten als Richtlinie für die Prüfkörperherstellung in dem Hauptversuch.

Beginnend wurden bei jeweils 100 Front- und Seitenzahnkronen an definierten Messpunkten (Abb. 33, 34, S. 64 ff) mit Hilfe eines Tasterzirkels (FINO-Caliper, Fa.Detrey, Germany) die Gerüststärke des Käppchens bestimmt. Dabei wurden die Frontzahnkronen incisal an drei Messpunkten sowie am Kronenrand, die Seitenzahnkrone im Bereich der Höckerspitze und der zentralen Fissur ausgetastet. Nach dem ersten Dentin – Sinter-

brand ist an identischen Messpunkten der zweite Wert ermittelt worden. Durch die Differenz beider Werte konnte die Schichtstärke errechnet werden.

4.4. Transparenzmessung

Für die Transparenzmessung wurden drei randomisierte Sinterproben pro Sinterbrand verwendet. Als Referenzaufnahme diente ein transparenter Objektträger (76 mm x 21 mm), der mit einem schwarzen Balken unterlegt war.

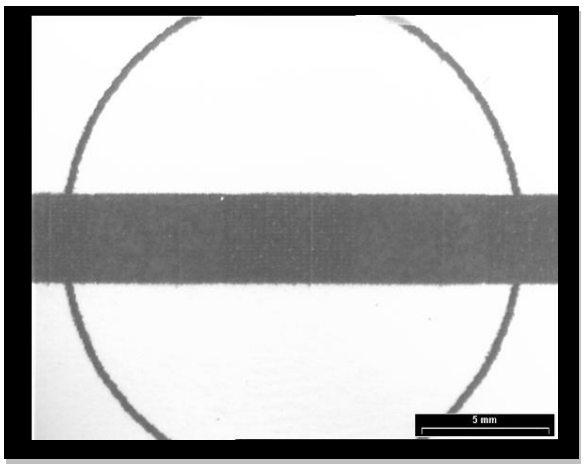


Abbildung 16: Referenzaufnahme

Die Referenzaufnahme (Abb. 16) wurde auf dem Objekttisch fixiert. Als Mikroskopeinstellung wurde eine Helligkeit vier bei einer 25 fachen Vergrößerung gewählt.
Die Aufnahmen erfolgten bei Tageslicht. Die Einstellungen blieben für alle Aufnahmen konstant.
Um eine Reflektion auf der Oberfläche des Prüfkörpers zu reduzieren wurde ein Invitro Inversionsöl nach DIN Charge 15577 (Fa. MERCK, Darmstadt Deutschland) auf den Objektträger gebracht.
Drei Prüfkörper einer Serie (Abb. 17) wurden auf dem Objektträger positioniert und mit Hilfe des Mikroskops (SZH-10, Firma OLYMPUS

Optical Co. GmbH Hamburg Deutschland) beurteilt und anschließend fotografiert.

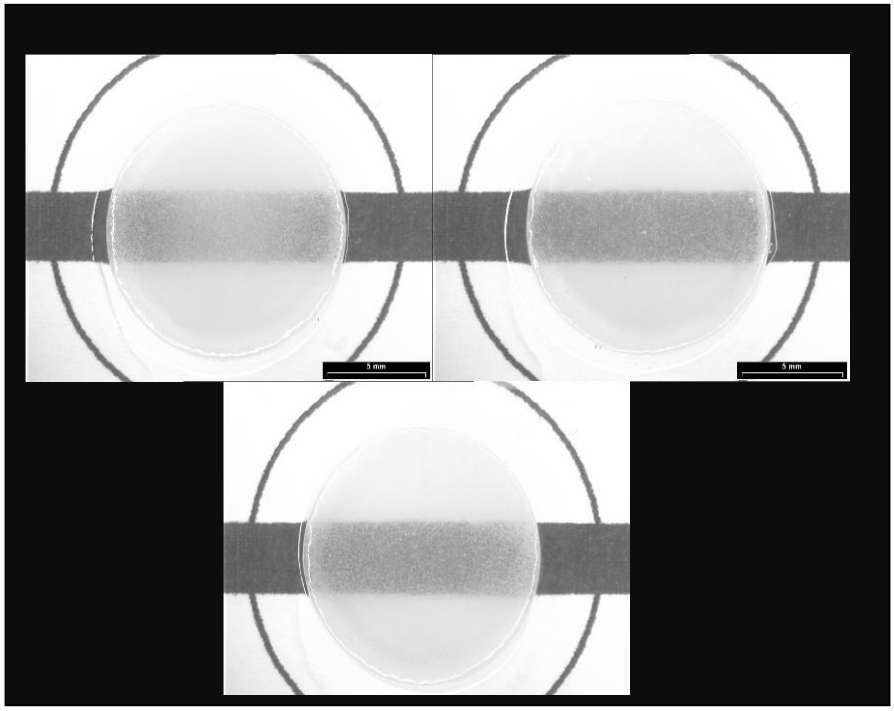


Abbildung 17: Darstellung Prüfkörper einer Serie

Eine Farbvideokamera wurde mit dem Mikroskop verbundenen (DXC-950 P Power Had, Firma Sony Deutschland GmbH, 50829 Köln, Deutschland) mit der Bildanalyse-Software Analysis 3.0 (Soft Imaging System GmbH, 48153 Münster, Deutschland) und dokumentierte die Bildaufnahmen.

Die Transparenz (in %), wurde in einem zentrisch gelegenen Areal gemessen.

Die Fotos lagen digital vor, die Transparenz konnte mit Hilfe der Histogrammfunktion in einem Grafikprogramm (Adobe Photoshop 7.0) in Relation zu einem Bezugswert (weiß) im Bereich der transparenten Areale ermittelt werden.

Wie Abb. 18 entnommen werden kann, wurde dafür in einer Kreisauswahl von fester Größe, hier 400 Pixel ein Schwellenwert festgelegt. Anhand dieses Schwellenwertes wurde die Anzahl der schwarzen Pixel ermittelt. Die Transparenz konnte als Prozentwert der Referenz angegeben werden.

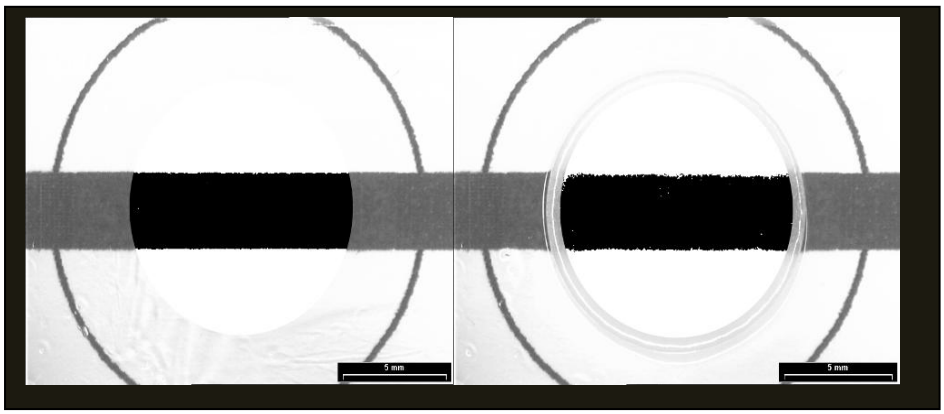


Abbildung 18: Darstellung der Referenzaufnahme und eines Prüfkörpers bei definiertem Schwellenwert

4.5. Beurteilung der Oberflächengüte

Dafür wurden die Oberflächen der Prüfkörper im Auflichtmikroskop (Olympus BX 60, Technische Daten: Nennspannung: 125 V Wechselstrom, Nennstrom: min. 6 A, Nenntemperatur: min. 60 °C) bei 100-facher Vergrößerung im Dunkelfeld und in der Nomarski – Interferenz dargestellt. Wie Abb. 19 entnommen werden kann, wurden drei definierte Bereiche der Probe (Randbereich, äußerer Randbereich und Zentrum) die repräsentative Oberflächeneigenschaften aufweisen fixiert.

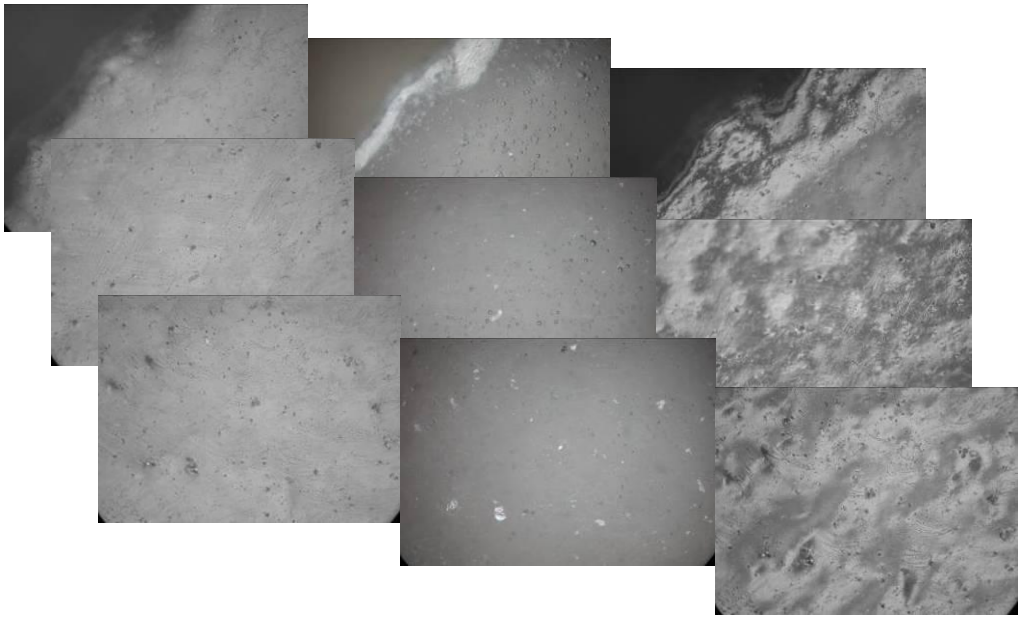


Abbildung 19: Darstellung der Oberfläche im Auflicht, Dunkelfeld und Interferenz am äußerer Rand, am Rand und Zentrum der Probe

Die Darstellung der Prüfkörper konnte durch einen PC sichergestellt werden. Zufällig ausgewählte Sinterproben wurden auf einen Objektträger gelegt, mit Alkohol (Ethanol 80 Vol %) entfettet und anschließend die Oberfläche untersucht.

Mit Hilfe der Dunkelfelddarstellung war es möglich, die Oberflächengrenzschicht der unpigmentierten Probe zu beurteilen.

Über einen definierten Winkel fällt das Licht seitlich in den Prüfkörper und erhellt die dicht unterhalb der Oberfläche liegenden Bereiche.

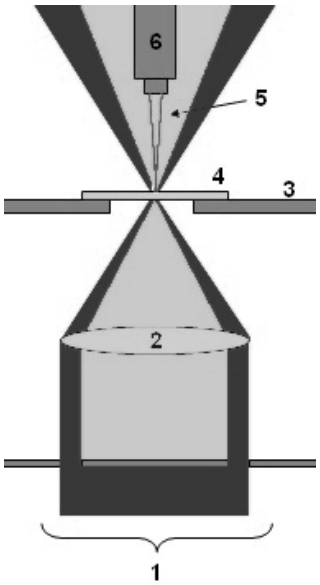


Abbildung 20: Mikroskop mit Dunkelfeldtechnik

Bei der Dunkelfeldmikroskopie (Abb. 20) wird das von der Lichtquelle des Mikroskops kommende Licht am Objektiv vorbei geleitet. Zur Erzeugung des Strahlengangs bei der Dunkelfeldmikroskopie wurde eine ringförmige Zentralblende (1) verwendet und als Einschubblende in das Mikroskop eingebracht. Die Zentralblende weist einen lichtdurchlässigen Ring auf und fokussiert damit das Licht der Lichtquelle zusammen mit einem normalen Kondensor (2) in Form eines Kegelmantels.

Ausgehend vom Objekttisch (3) mit dem Objektträger (4) verläuft das Licht am Objektiv (6) vorbei. Das von den Strukturen im Präparat gebeugte Licht (5) gelangt in das Objektiv.

Im Gegensatz zur Durchlichtmikroskopie wird bei der Auflichtmikroskopie die betrachtete Probe nicht durchstrahlt. Hierbei wird die Probe aus der Richtung des Objektivs durch das Objektiv selbst beleuchtet.

Das Licht wird durch die Leuchtfeldblende hindurch in einen Bereich geleitet, in dem Farb- und Reduktionsfilter eingesetzt werden können. Danach passiert das Licht die Aperturblende des Kondensors, trifft durch einen halbdurchlässigen Spiegel, der den größten Anteil des Lichts in Richtung des Objektivs lenkt. Von dort wird es durch das Objektiv auf das

Objekt focussiert. Von diesem wird es reflektiert und durchläuft erneut das Objektiv.

Das Licht durchläuft wieder den halbdurchlässigen Spiegel und wird in Richtung der Okulare umgelenkt. Nach dem Passieren der Okulare trifft das Licht auf die Netzhaut des Betrachters.

Durch die Interferenzdarstellung werden die Strukturen und Unebenheiten der Oberfläche im polarisierten, überlagerten Licht erkennbar.

Interferenz beschreibt die Überlagerung von zwei oder mehr Wellen nach dem Superpositionsprinzip (d. h. durch Addition der Amplituden). Löschen sich die Wellen dabei gegenseitig aus, spricht man von destruktiver Interferenz. Verstärken sich die Amplituden, so spricht man von konstruktiver Interferenz. Das Muster aus Stellen konstruktiver und destruktiver Interferenz wird als Interferenzmuster bezeichnet. Dunkle Bereiche kennzeichnen destruktive und in den hellen Bereichen konstruktive Interferenz vor. An dünnen Schichten optisch transparenter Materialien beobachtet man Interferenzfarben. Sie entstehen durch Überlagerung der Strahlen, die an der Oberfläche der Schicht und an der unteren Grenzfläche reflektiert werden.

Die Interferenz des Lichtes wird sichtbar, wenn Licht einer punktförmigen, monochromatischen Lichtquelle in Teilbündel aufgespalten wird.

Nach Durchlaufen verschiedener optischer Lichtwege werden diese Teilbündel zur Interferenz gebracht. Eine einfache Qualifizierung der oberflächlichen Struktur ist mit Hilfe dieser Darstellungsformen möglich.

4.6. Statistische Methoden

4.6.1. Erfassung der Messdaten

Zur Erfassung der Messwerte wurden zwei Analog - Digitalwandler Spider-8 Fa. Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Darmstadt eingesetzt. Durch diese Anlage ist es möglich 4 getrennte Thermoelementkanäle über 16-bit zeitsynchron zu digitalisieren. Die Messwerterfassung erfolgte über einen PC.

Technische Daten des verwendeten Messsystems Spider 8:

- 8 -Kanal 16 – Bit A/D-Wandler mit Abtastraten bis zu 1000 Hz
- Datenübertragung: bidirektionale Centronic, Schnittstelle
- parallele 4-Kanal A/D Wandlung für Thermosonden mit integrierter 0°C - Abgleichung(Kompensationsausgleich)
- Stromversorgung über externes Netzteil 12 V

4.6.2. Temperaturprotokoll/ Thermoelementprotokoll

Gemessene Spannungen konnten direkt in der Software Catman Ver. 2 rel.2.22 R der Fa. Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Darmstadt transferiert werden.
Über die Datenerfassung wurden Daten in Blöcken zu 500 Zeilen mit jeweils 8 Kanälen und zusätzlich einer Zeitachse dargestellt. Die Archivierung erfolgte kontinuierlich auf der Festplatte des PC. Die Zuordnung erfolgte zeitlich und dem Sinterprogramm zugehörig.

4.6.3. Transparenz und Sinterschrumpfung

Die Darstellung und Berechnung zur Transparenz und Sinterschrumpfung erfolgte mit Hilfe von SPSS Ver.16.0.
Auf Grund eines analogen Stichprobenumfanges wurde initial auf einen Test zur Normalverteilung verzichtet.
Bedingt, durch das Vorliegen normalskalierter unabhängiger Variablen wurde für die Auswertung der Sinterschrumpfung als Analyseverfahren, die Varianzanalyse (ANOVA) gewählt. Mit Hilfe dieses Verfahrens wurde der Einfluss von mehreren unabhängigen Variablen (Temperatur, Haltezeit) auf eine abhängige Variable (Transparenz und Sinterschrumpfung) untersucht. Die Berechnung der Varianzanalyse erfolgte nach dem allgemeinen linearen Modell (ALM) [9, 67, 77].

In beiden Untersuchungen wurde der Mittelwert, Maximum, Minimum sowie die Standartabweichung ermittelt. Für die Transparenz sind die statistischen Werte im Anhang C (CD-ROM) hinterlegt. Die statistischen Kenngrößen der Sinterschrumpfung können Anhang D (CD-ROM) entnommen werden. Das ALM diente zusätzlich zur Berechnung der Irrtumswahrscheinlichkeit p. Beginnend wurden die verschiedenen Fälle (Schichtstärke, Sintertemperatur und Haltezeit) in Gruppen unterteilt. Bei einem Vorliegen von $p <= 0,05$ wird von einem Einfluss auf Transparenz bzw. Sinterschrumpfung gesprochen.
Abschließend wurde für die Transparenz und Sinterschrumpfung das Bestimmheitsmaß R^2 ermittelt. Je größer dieses ist, desto größer ist der Anteil an der Varianz der einen Variablen, der durch die anderen erklärt werden kann und umgekehrt. Dabei gibt die Varianz an, wie stark die Daten um den Mittelwert streuen [72].

5. Ergebnisse

5.1. Transparenz

5.1.1. Keramik A

Für einen besseren Überblick, wurden auf Grund der Vielzahl der unterschiedlichen Parameter im anschließenden Text folgende Abkürzungen verwendet.

Tab. 3: Legende der verwendeten Abkürzungen

HZ_{60}	Haltezeit von 60 s
HZ_{120}	Haltezeit von 120 s
HZ_{180}	Haltezeit von 180 s
Δ_T	Differenz der Transparenz

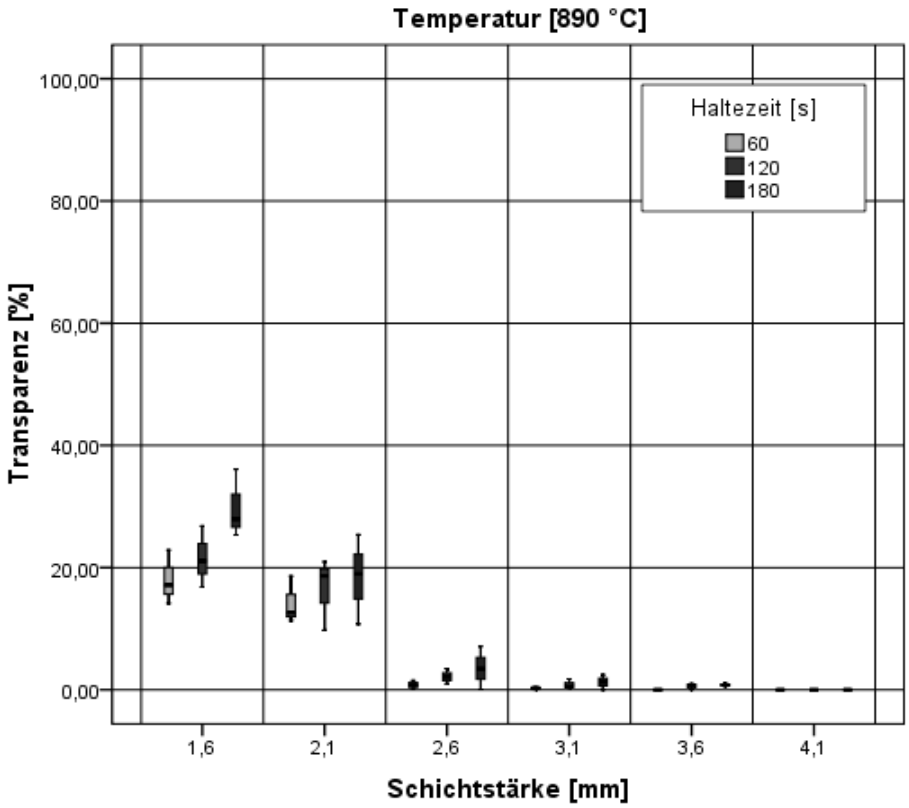


Abbildung 21: Transparenz Keramik A (hochbrennend) in Abhängigkeit von der Schichtstärke und Haltezeit bei 890 °C (N= 3)

Bei den Schichtstärken von 1,6 mm, 2,1 mm, 2,6 mm und 3,1 mm konnten bei einer Sintertemperatur von 890 °C und HZ $_{60}$ eine mittlere Transparenz von 18,06 %, 14,17 % und 0,79 % und 0,26 % ermittelt werden. Identische Schichtstärken lassen Δ_T bei einem Anstieg auf HZ $_{180}$ um 11,72 %, 14,03 %, 2,75 % und 0,99 % ansteigen.

Ausgehend von einer Schichtstärke von 1,6 mm vermindert sich Δ_T, bei Anstieg der keramischen Proben von 0,5 mm bei HZ $_{60}$ um 3,89 %, bei HZ $_{120}$ um 5,10 %, bei HZ $_{180}$ um 11,40 %.

Eine weitere Schichtstärkenerhöhung auf 2,6 mm lässt Δ_T bei HZ $_{60}$ um 13,38 %, bei HZ $_{120}$ um 14,29 % sowie bei HZ $_{180}$ um 14,84 % reduzieren.

Ein Temperaturanstieg auf 900 °C führt bei Schichtstärken von 1,6 mm, 2,1 mm und 2,6 mm bei HZ $_{60}$ mit Δ_T um 33,26 %, 19,85 % und 16,54 % zu einer vermehrten Lichtdurchlässigkeit. In diesem Temperaturbereich konnte

bei HZ $_{60}$ und den Schichtstärken 3,1 mm, 3,6 mm und 4,1 mm Lichtdurchlässigkeiten von 15,09 %, 2,68 % und 1,44 % gemessen werden. Die graphische Darstellung für die Sintertemperatur von 900 °C, ist im Anhang B (CD – ROM, Abb. 56, S. 3) hinterlegt.

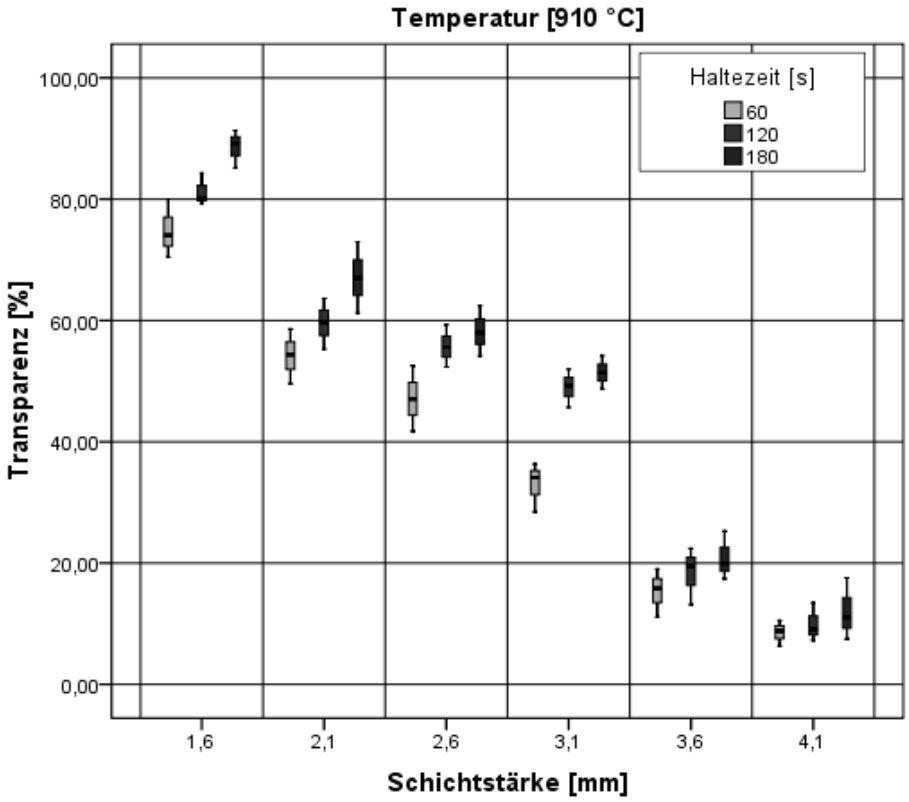


Abbildung 22: Transparenz Keramik A (hochbrennend) in Abhängigkeit von der Schichtstärke und Haltezeit bei 910 °C (N= 3)

Die Transparenzmessung bei der vom Hersteller empfohlenen Sintertemperatur bei HZ $_{60}$ führte bei Schichtstärken 1,6 mm, 2,1 mm, 2,6 mm, 3,1 mm, 3,6 mm und 4,1 mm zu einer mittleren Transparenz von 74,84 %, 54,16 %, 47,10 %, 32,96 %, 15,31 % und 8,54 %.

Eine Erhöhung der Schichtstärke 1,6 mm auf 2,1 mm bei HZ $_{60}$ zeigt eine Reduktion der Lichtdurchlässigkeit Δ_T von 20,68 %, bei Schichtstärke 2,1 mm auf 2,6 mm um 7,06 %, bei Schichtstärke 2,6 mm auf 3,1 mm um 14,14 %. Die weitere Erhöhung der keramischen Prüfkörper um 0,5 mm bewirkt eine Reduktion der Transparenz mit Δ_T um 17,65 %. Wird die Schicht-

stärke erneut um 0,5 mm erhöht reduziert sich die Transparenz mit Δ_T um 6,77 %.

Ein Temperaturanstieg auf 920 °C (siehe Anhang B, CD – ROM, Abb. 57, S. 3) führt bei HZ $_{60}$ bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm zu einem Anstieg der Transparenz mit Δ_T um 10,14 %, 27,01 %, 27,23 %, 32,30 %, 11,78 % und 12,97 %.
Ausgehend von einer Probenhöhe von 3,1 mm reduziert sich die Lichtdurchlässigkeit bei HZ $_{60}$, HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ bei Anstieg auf eine Schichtstärke von 3,6 mm um 38,17 %, 32,52 % und 25,90 %. Wird die Schichtstärke erneut um 0,5 mm erhöht reduziert sich die Transparenz bei HZ $_{60}$, HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ um 5,58 %, 14,83 % und 21,31 %.

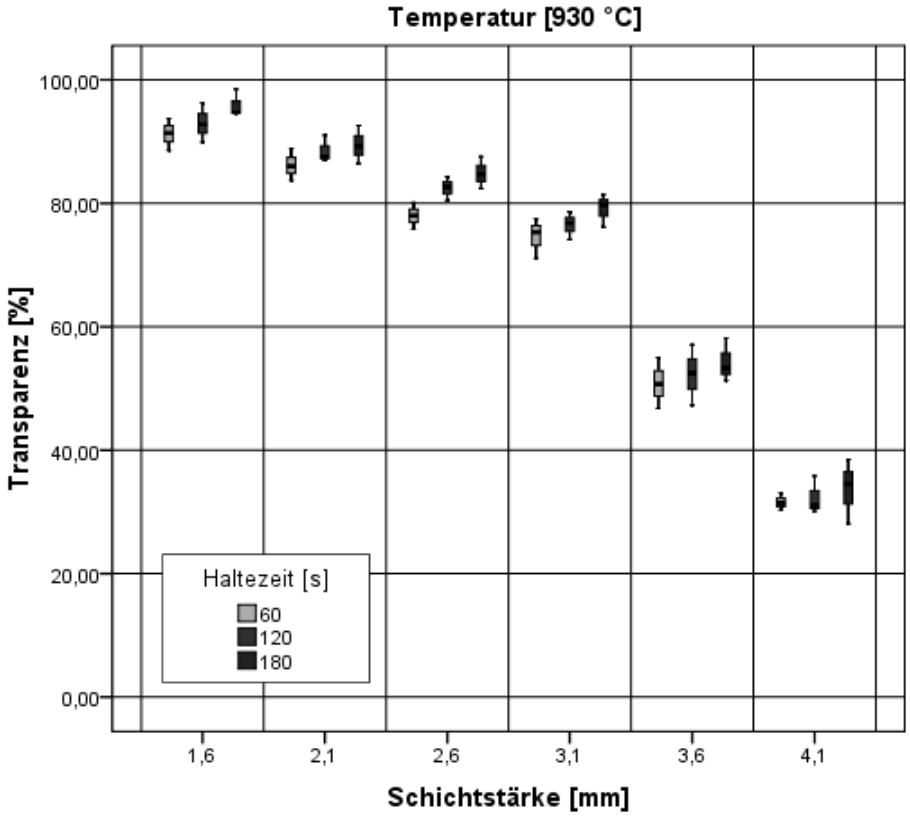


Abbildung 23: Transparenz Keramik A (hochbrennend) in Abhängigkeit von der Schichtstärke und Haltezeit bei 930 °C (N= 3)

Wird die Sintertemperatur erneut um 10 K erhöht steigt bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm bei HZ $_{60}$ die Transparenz Δ_T um 6,25 %, 5,01 %, 3,65 %, 9,35 %, 23,74 % und 10,08 %.

Bei identischen Probekörpern steigt Δ_T bei Verlängerung der Haltezeit auf HZ $_{120}$ um 4,24 %, 4,71 %, 3,86 %, 3,48 %, 11,78 % und 6,67 %. Die Lichtdurchlässigkeit erhöht sich erneut, bei HZ $_{180}$ um 4,24 %, 1,94 %, 3,51 %, 2,22 %, 3,25 % und 3,97 %.

Die Erhöhung der Schichtstärke von 3,1 mm auf 3,6 mm führt zu einer verminderten Transparenz bei HZ $_{60}$, HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ mit Δ_T um 23,78 %, 24,22 % und 24,84 %.

5.1.2. Keramik B

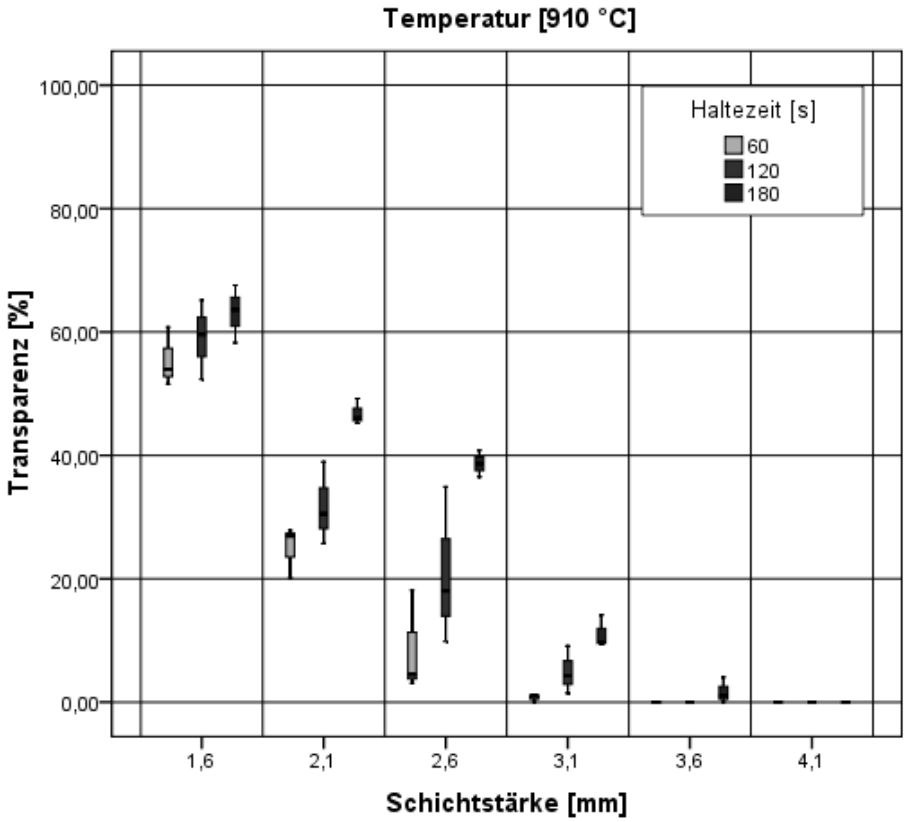


Abbildung 24: Transparenz Keramik B (hochbrennend) in Abhängigkeit von der Schichtstärke und Haltezeit bei 910 °C (N= 3)

Eine Sintertemperatur von 910 °C führt bei Schichtstärken von 1,6 mm bis 3,1 mm bei HZ $_{60}$ zu einer mittleren Transparenz von 55,43 %, 24,96 %,

8,58 % und 0,74 %. Eine Verlängerung der Haltezeit auf HZ $_{120}$ lässt Δ_T bei identischen Probenstärken um 3,61 %, 6,77 %, 12,34 % und 4,22 % ansteigen. Die Lichtdurchlässigkeit steigt wiederholt an, wenn die Haltezeit um weitere 60 Sekunden verlängert wird, mit Δ_T um 4,11 %, 15,10 %, 17,74 % und 6,12 %. Gesinterte Proben der Schichtstärke 3,6 mm zeigen ausschließlich bei HZ $_{60}$ eine Transparenz von 1,71 %.

Wie in der graphischen Abbildung 58 (siehe Anhang B, CD - ROM, S.4) entnommen werden kann, führt ein Temperaturanstieg auf 920 °C bei HZ $_{60}$, HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ bei einer Schichtstärke von 3,1 mm mit Δ_T um 1,45 %, 8,83 % und 6,31 % zu einem Anstieg der mittleren Transparenz. Deutlich wird eine Lichtdurchlässigkeit der Probenhöhe 3,6 mm bei HZ $_{120}$, die Temperaturerhöhung bewirkt bei HZ $_{180}$ einen Anstieg der Transparenz um 4,50 %.

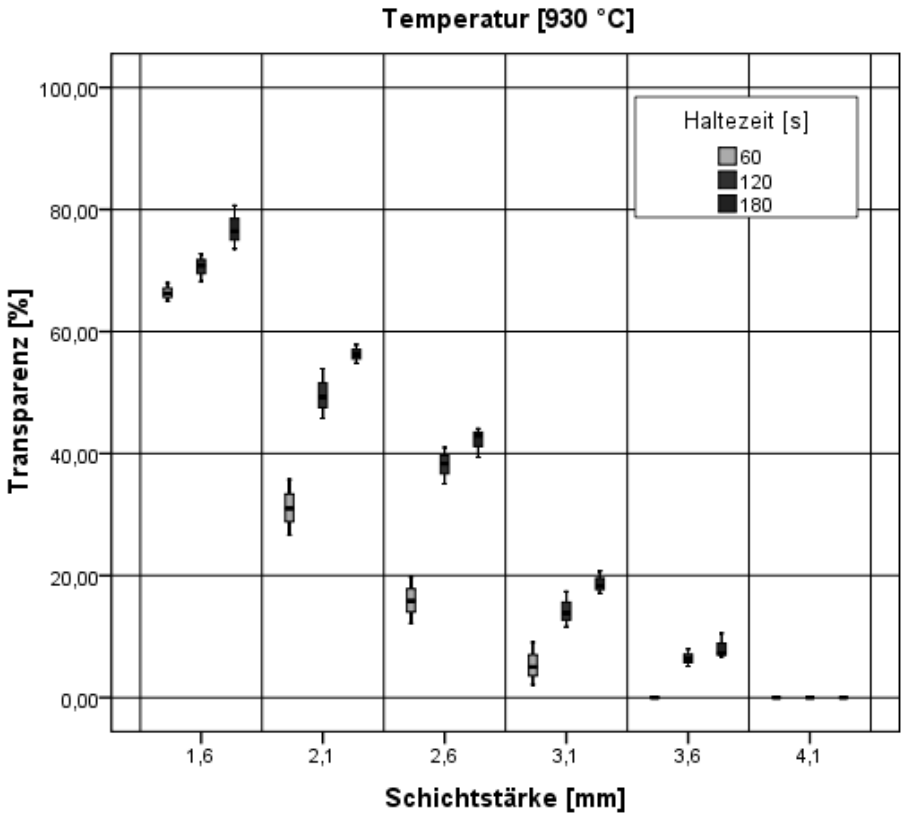


Abbildung 25: Transparenz Keramik B (hochbrennend) in Abhängigkeit von der Schichtstärke und Haltezeit bei 930 °C (N= 3)

Die Abbildung stellt die Transparenz bei der herstellerempfohlenen Sintertemperatur von 930 °C bei HZ $_{60}$ dar. Bei Schichtstärken 1,6 mm bis 3,1 mm beträgt die mittlere Transparenz 66,41 %, 31,12 %, 15,95 % und 5,40 %. Eine Verlängerung auf HZ $_{120}$ führt bei gleicher Probenhöhe zu einem Anstieg von Δ_T um 4,18 %, 18,53 %, 22,17 % und 8,86 %.

Bei einer Erhöhung der Probenschichtstärke 1,6 mm auf 2,1 mm vermindert sich Δ_T um 35,29 %. Ein erneuter Anstieg um 0,5 mm lässt Δ_T um 15,17 % reduzieren.

Steigt die Probenschichtstärke wiederholt an, wird Δ_T um 10,55 % vermindert. Ein Temperaturanstieg um 10 K (siehe Anhang B, CD – ROM, Abb. 59, S. 4) bewirkt bei Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm und HZ $_{60}$ einen Zuwachs der Lichtdurchlässigkeit mit Δ_T um 7,94 %, 14,03 %, 19,61 %, 3,72 % und 0,47 %. Die HZ $_{120}$ führt bei den gleichen Schichtstärken zu einem Anstieg von Δ_T um 8,07 %, 12,32 %, 15,13 %, 10,86 % und 1,09 %. Wird die Haltezeit um weitere 60 s verlängert, steigt Δ_T nochmalig um 2,97 %, 8,76 %, 9,21 %, 6,17 % und 3,24 % an.

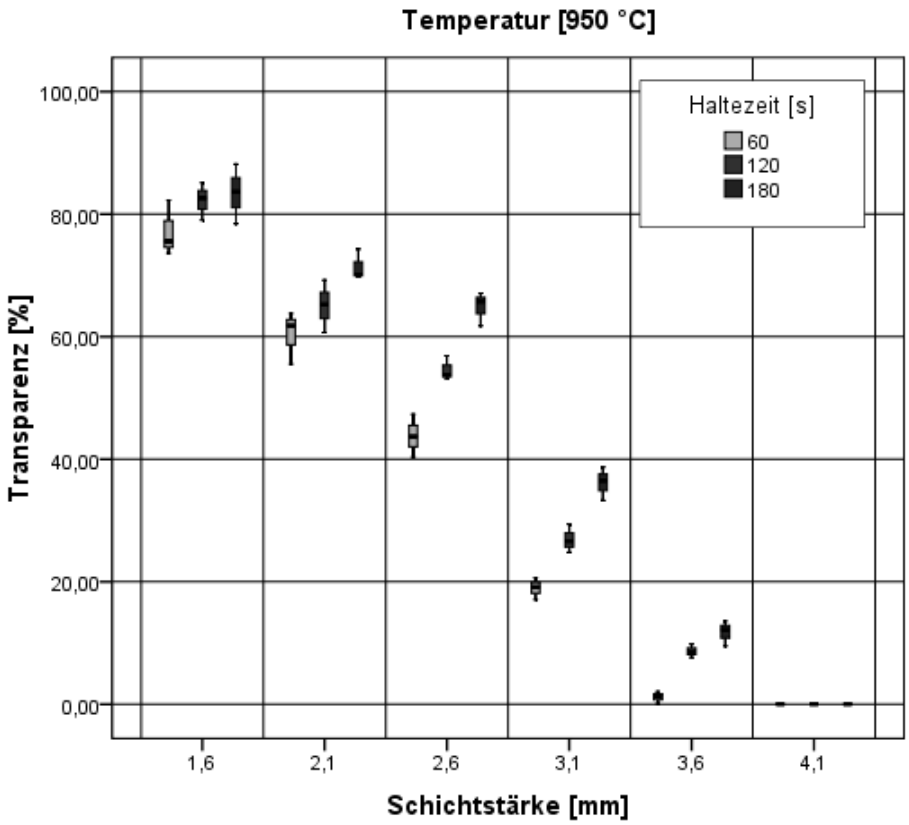


Abbildung 26: Transparenz Keramik B (hochbrennend) in Abhängigkeit von der Schichtstärke und Haltezeit bei 950 °C (N= 3)

Die Temperaturerhöhung 20 K über der Hersteller empfohlenen Sintertemperatur führt bei einer Schichtstärke von 1,6 mm bei HZ $_{60}$, HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ zu einer mittleren Transparenz von 77,16 %, 82,25 % und 83, 65 %. Eine Schichtstärkenerhöhung auf 2,1 mm bewirkt bei HZ $_{60}$, HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ mit 16,82 %, 17,21 % und 12,26 % eine verminderte Transparenz. Wird die Schichtstärke von 2,6 mm auf 3,1 mm erhöht, reduziert sich die Transparenz bei HZ $_{60}$, HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ um 24,83 %, 27,68 % und 28,70 %.

5.1.3. Keramik C

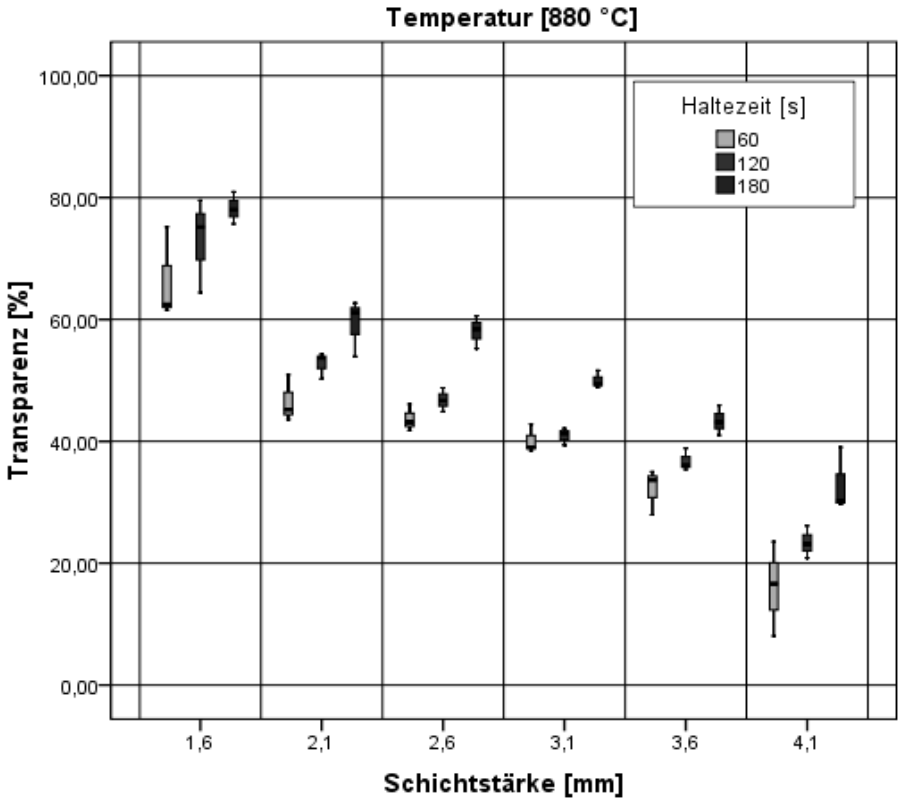


Abbildung 27: Transparenz Keramik C (mittelbrennend) in Abhängigkeit von der Schichtstärke und Haltezeit bei 880 °C (N= 3)

Die Proben der Schichtstärke 1,6 mm zeigen eine mittlere Transparenz von 66,39 %, 46,57 %, 43,66 %, 40,14 %, 32,18 % und 16,07 %.

Eine Verlängerung der Haltezeit auf HZ $_{120}$ führt bei identischen Probenhöhen zu einem Anstieg von Δ_T um 6,64 %, 6,16 %, 3,13 %, 0,77 %, 4,60 % und 7,31 %. Wird die Haltezeit um weitere 60 Sekunden verlängert, steigt Δ_T um 5,18 %, 6,52 %, 11,27 %, 9,07 %, 6,58 % und 9,57 % an.

Ein Anstieg der Sintertemperatur um 10 K (siehe Anhang B, CD - ROM, Abb.60, S. 5) führt bei einer Schichtstärke von 3,1 mm bei HZ $_{60}$ zu einem Anstieg der Lichtdurchlässigkeit von 6,72 %, bei HZ $_{120}$ um 7,24 % und bei HZ $_{180}$ um 5,83 %. Die Proben der Schichtstärke 3,6 mm und 4,1 mm zeigen bei HZ $_{60}$ einen Anstieg der Lichtdurchlässigkeit um 7,39 % und 10,82 %, bei HZ $_{120}$ von 5,18 % und 7,89 %.

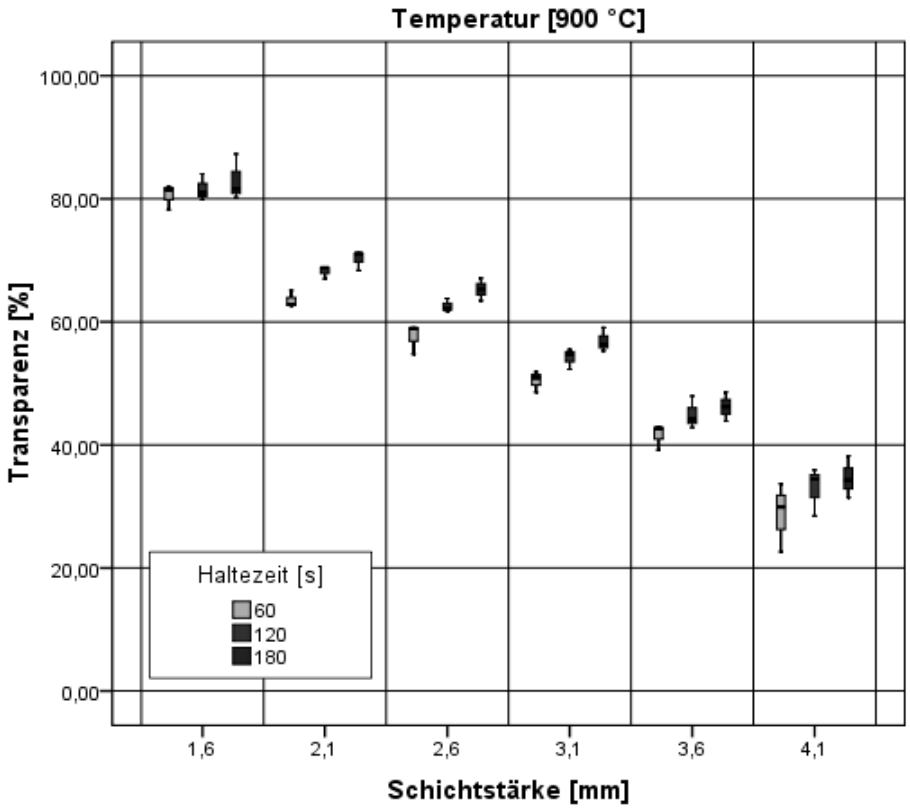


Abbildung 28: Transparenz Keramik C (mittelbrennend) in Abhängigkeit von der Schichtstärke und Haltezeit bei 900 °C (N= 3)

Abbildung 28 zeigt die herstellerempfohlene Sintertemperatur von 900 °C bei HZ $_{120}$.

Bei diesen Sinterparametern konnte eine mittlere Transparenz bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm von 81,62 %, 68,20 %, 62,58 %, 54,19 %, 44,98 % und 32,93 % gemessen werden. Eine Sinterung der Prüfkörper bei HZ $_{120}$ bewirkt einen Anstieg von Δ_T bei identischen Proben um 1,41 %, 2,01 %, 2,69 %, 2,72 %, 1,23 % und 1,74 %.

Die vom Hersteller empfohlene Haltezeit zeigt bei einem Anstieg der Probe 1,6 mm auf 2,1 mm eine Verminderung von Δ_T um 13,42 %. Bei einer Erhöhung auf die Schichtstärke 2,6 mm und 3,1 mm wird Δ_T um 5,62 % und 8,39 % reduziert. Wird die Schichtstärke der Prüfkörper um 0,5 mm und 1 mm erhöht, vermindert sich Δ_T um 9,21 % und 12,05 %.

Ein Anstieg der Sintertemperatur um 10 K (siehe Anhang B, CD - ROM, Abb. 61, S. 5) führt bei Schichtstärke 1,6 mm und 4,1 mm bei HZ $_{60}$ zu einem Anstieg von Δ_T um 2,02 und 7,72 %. Wird die Haltezeit um weitere 60 s verlängert, steigt bei entsprechenden Proben Δ_T um 4,29 % und 8,27 % an. Bei der Sinterung der Proben gleicher Schichtstärke und HZ $_{180}$ steigt die Lichtdurchlässigkeit um 6,01 % und 0,78 % an.

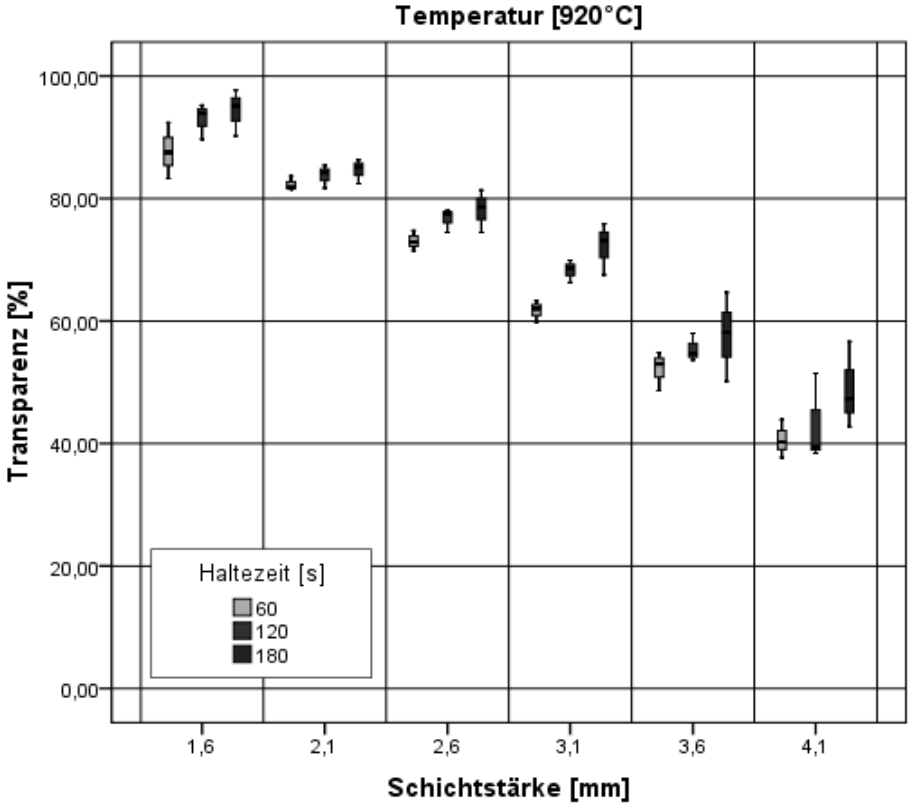


Abbildung 29: Transparenz Keramik C (mittelbrennend) in Abhängigkeit von der Schichtstärke und Haltezeit bei 920 °C (N= 3)

Nach einem erneuten Temperaturanstieg um 10 K konnte bei HZ $_{120}$ eine Transparenz bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm von 92,95 %, 83,76 %, 76,69 %, 68,26 %, 55,42 % und 43,11 gemessen werden. Die Lichtdurchlässigkeit wird bei einer Schichtstärke von 1,6 mm um 7,04 % bei 4,1 mm um 1,91 % erhöht.

Eine Erhöhung der Schichtstärke 1,6 mm auf 2,1 mm führt bei HZ $_{120}$ zu einer Reduktion von Δ_T um 9,19 %. Erhöht man die Schichtstärke der

gesinterten Proben um 0,5 mm und 1 mm verringert sich Δ_T um 7,07 % und 8,43 %. Wird die Probenschichtstärke auf 3,6 mm und 4,1 mm erhöht reduziert sich Δ_T um 12,84 % und 12,31 %.

5.1.4. Keramik D

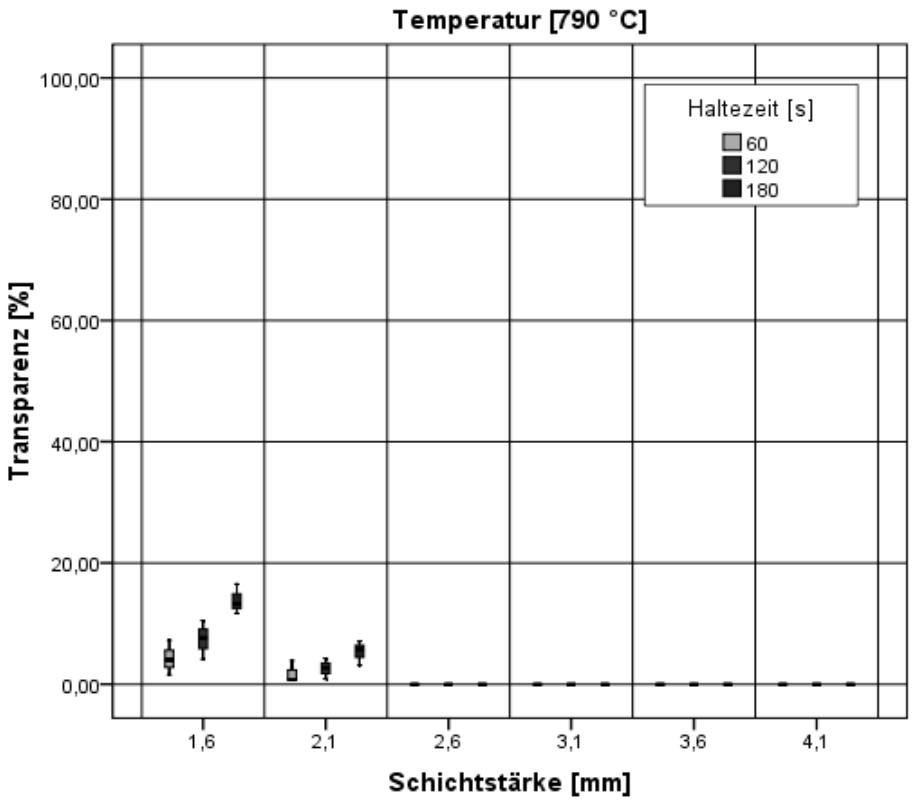


Abbildung 30: Transparenz Keramik D (hydrothermal) in Abhängigkeit von der Schichtstärke und Haltezeit bei 790 °C (N= 3)

In der graphischen Darstellung (Abb. 30) bei einer Sintertemperatur von 20 K unterhalb der Hersteller empfohlenen Temperatur zeigt die Schichtstärke 1,6 mm bei HZ $_{60}$, HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ eine mittlere Transparenz von 4,26 %, 7,42 % und 13,82 %. Eine Erhöhung der Schichtstärke auf 2,1 mm führt zu einer verminderten Transparenz bei HZ $_{60}$, HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ mit Δ_T um 2,47 %, 4,81 % und 8,48 %.

Wird die Sintertemperatur um 10 K erhöht (siehe Anhang B, CD-ROM, Abb.62, S. 6), steigt Δ_T bei HZ $_{60}$ und Schichtstärke 1,6 mm und 2,1 mm um

17,70 % und 1,38 %. Ein Anstieg auf HZ $_{120}$ lässt Δ_T bei identischen Schichtstärken um 24,93 % und 2,99 % ansteigen. Verlängert man die Haltezeit um weitere 60 Sekunden steigt Δ_T nochmalig um 34,48 % und 1,37 % an.

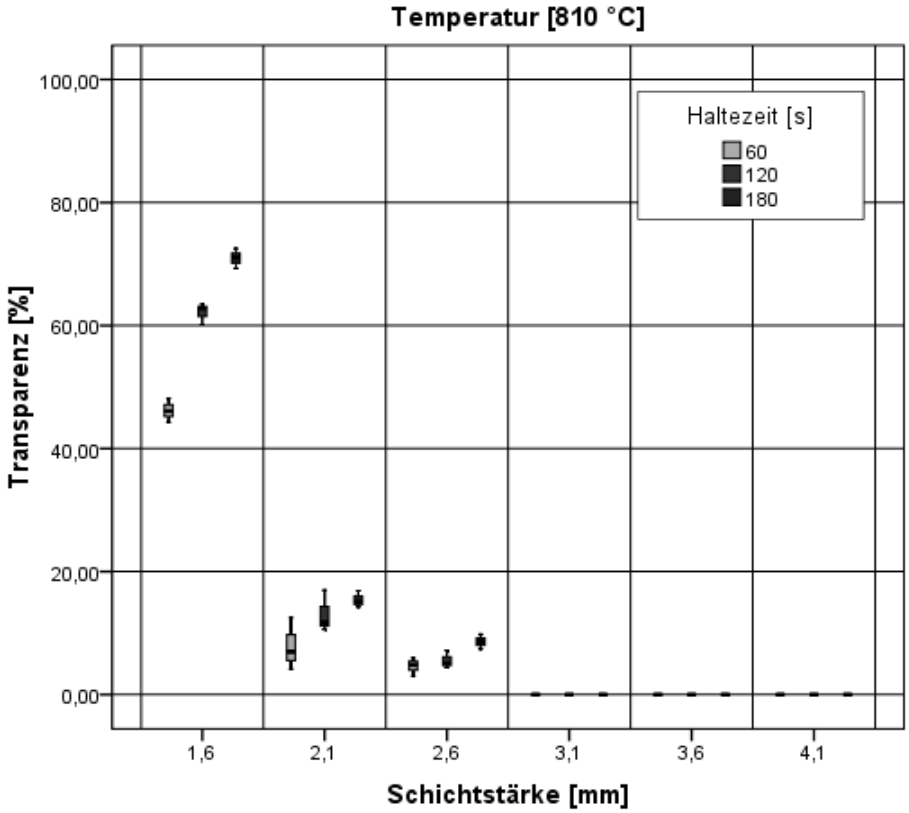


Abbildung 31: Transparenz Keramik D (hydrothermal) in Abhängigkeit von der Schichtstärke und Haltezeit bei 810 °C (N= 3)

Bei der herstellerempfohlenen Sintertemperatur von 810 °C bei HZ $_{60}$, HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ (siehe Abb. 31) wurde bei einer Schichtstärke von 1,6 mm eine Lichtdurchlässigkeit von 46,18 %, 62,13 % und 70,94 % gemessen. Ein Anstieg der Schichtstärke auf 2,1 mm bei HZ $_{60}$ lässt Δ_T um 38,32 % reduzieren, steigt die Schichtstärke wiederholt um 0,5 mm an, wird die Lichtdurchlässigkeit um 3,24 % erneut vermindert. Wird die Sintertemperatur nochmals um 10 K (siehe Anhang B, CD - ROM, Abb. 63, S. 6) erhöht steigt Δ_T bei einer Schichtstärke von 1,6 mm und HZ $_{60}$, HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ um 36,86 %, 25,10 % und 19,49 %.

Die Erhöhung der Probenhöhe auf 2,1 mm führt zu einer Reduktion von Δ_T bei HZ $_{60}$, HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ um 65,39 %, 67,38 % und 59,65 %. Die Schichtstärke 3,1 mm zeigt bei HZ $_{60}$, HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ eine mittlere Transparenz von 1,68 %, 2,29 % und 3,03 %.

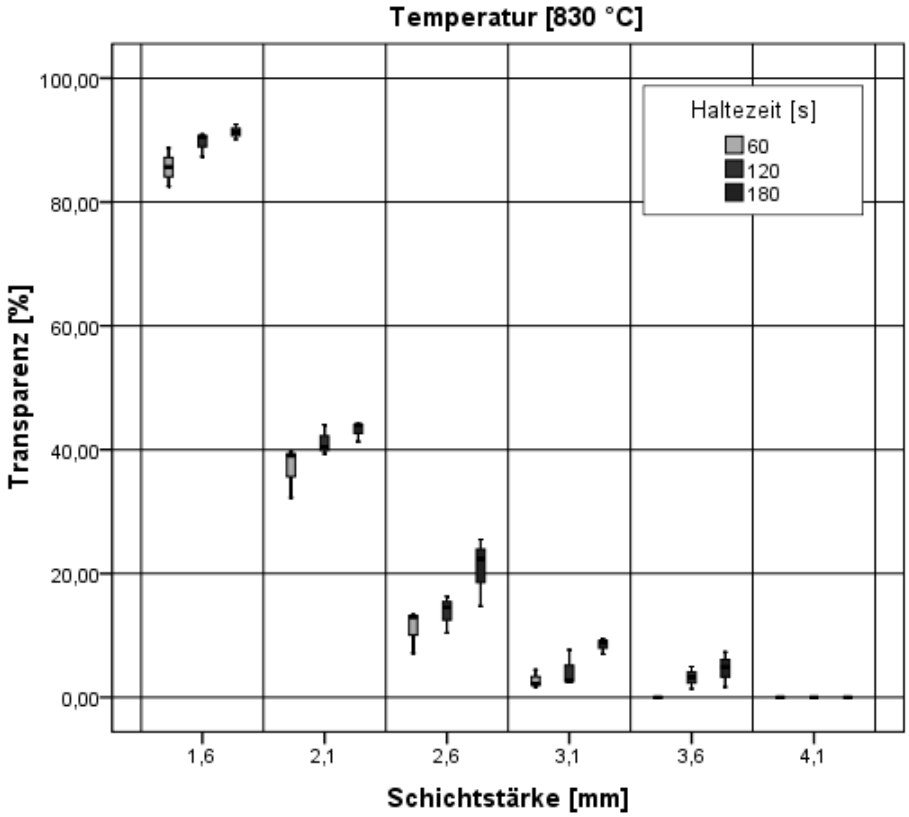


Abbildung 32: Transparenz Keramik D (hydrothermal) in Abhängigkeit von der Schichtstärke und Haltezeit bei 830 °C (N= 3)

Bei einer Sintertemperatur 20 K über der herstellerempfohlenen Brenntemperatur steigt Δ_T bei Schichtstärke 3,1 mm und HZ $_{60}$, HZ $_{120}$, und HZ $_{180}$ um 1,10 %, 1,97 % und 5,42 % an. Die Schichtstärke 3,6 mm zeigt in diesem Temperaturbereich bei HZ $_{120}$ eine Lichtdurchlässigkeit von 3,19 %. Eine erneute Verlängerung auf HZ $_{180}$ lässt Δ_T bei identischer Probenhöhe um 4,62 % ansteigen.

5.2. Zusammenfassende Ergebnisse Transparenz

Bei einer Sintertemperatur von 20 K unter der vom Hersteller empfohlenen Sintertemperatur konnte bei der hochbrennenden Keramik A der Schichtstärke 1,6 mm bei HZ $_{60}$ eine mittlere Transparenz von 18,09 % ermittelt werden.

Demgegenüber zeigten die hochbrennende Keramik B bei identischen Parametern eine mittlere Transparenz von 55,43 % sowie die mittelbrennende Keramik C Lichtdurchlässigkeiten von 66,39 %. Vergleichend dazu wurde bei der hydrothermalen Keramik D eine mittlere Transparenz von 4,26 % ermittelt. Keramik A und Keramik D zeigen in diesem Temperaturbereich ausschließlich bei einer Schichtstärke von 1,6 mm und 2,1 mm eine ausgeprägte Transparenz. Die Keramik B lässt bis zu einer Schichtstärke von 3,6 mm und Keramik C bis Schichtstärke 4,1 mm eine ausgeprägte Transparenz erkennen.

Eine Temperaturerhöhung um 10 K führt zu einem Anstieg der Transparenz bei allen Keramiken. Bei Keramik A steigt die Transparenz – bei HZ $_{60}$ – bei Schichtstärken 1,6 mm bis 3,1 mm um 33,26 %, 19,85 %, um 16,54 % und 14,83 %. Demgegenüber betragen die Lichtdurchlässigkeiten bei Probenhöhen von 3,6 mm und 4,1 mm < 10 %. Keramik B zeigt im Vergleich zu Keramik A bei Schichtstärke 1,6 mm bei HZ $_{60,}$ HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ einen Anstieg der Transparenz um 5,99 %, 6,84 % und 6,48 %. Ein Temperaturanstieg um 10 K bewirkt ebenfalls bei Keramik C bei Schichtstärke 1,6 mm bei HZ $_{60,}$ HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$, vergleichend zu Keramik B einen Transparenzanstieg um 13,73 %, 12,90 % und 7,47 %.

Die Schichtstärken 3,6 mm und 4,1 mm der Keramik B zeigen keine Transparenz, wohingegen bei Keramik C in diesem Bereich Lichtdurchlässigkeiten von > 25 % ermittelt wurden.

Keramik D lässt in diesem Temperaturbereich bei allen keramischen Proben die geringste Transparenz erkennen. Zusätzlich ist ein deutlicher

Verlust der Lichtdurchlässigkeit bei einem Anstieg der Schichtstärke 1,6 mm auf 2,1 mm ersichtlich.

Wird die Sintertemperatur auf die Herstellerspezifische Sintertemperatur erhöht, ist bei Keramik C im Vergleich zu den Keramiken A, B, und D bei Schichtstärke 1,6 mm bei HZ $_{60}$, HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ ein Maximum der Transparenz von 80,59 % und 81,62 % und 83,03 % ermittelt worden. Weiterhin konnte bei dieser Keramikmasse bis zu einer Schichtstärke von 3,6 mm eine Transparenz von > 40 % gemessen werden.

Darüber hinaus werden ausschließlich bei einer Schichtstärke von 4,1 mm Lichtdurchlässigkeiten von > 20 % erkennbar. Keramik D zeigt bei einem Anstieg der Schichtstärke 1,6 mm auf 2,1 mm einen sichtbaren Rückgang der Transparenz, andererseits wird bei Keramik A ab Schichtstärke 3,6 mm ein Verlust der Lichtdurchlässigkeit erkennbar. Die Keramikmassen A – D lassen bei Temperaturerhöhung und Verlängerung der Haltezeit – mit Ausnahme der Schichtstärke 4,1 mm der Keramik B und Schichtstärken 3,1 mm – 4,1 mm der Keramik D – einen Anstieg der Transparenz erkennen.

Eine Temperaturerhöhung um 10 K führt zu übereinstimmenden Transparenzen der Keramik A, C und D mit > 80 % bei einer Schichtstärke von 1,6 mm.

In diesem Temperaturbereich wird erstmalig bei der hydrothermalen Keramik eine Lichtdurchlässigkeit der Schichtstärke 3,1 mm mit > 1% gemessen. Vergleichend dazu konnten bei Keramik A und C bei dieser Probenhöhe Transparenzen von > 60 % gemessen werden. Entgegengesetzt dazu, beträgt bei Keramik B die Lichtdurchlässigkeiten < 10 %. Eine Erhöhung der Probeschichtstärke bewirkt ausnahmslos bei allen dentalkeramischen Massen einen Verlust der Lichtdurchlässigkeit.

Die Sinterung bei 20 K über der vom Hersteller empfohlenen Sintertemperatur lässt alleinig bei Keramik C und Schichtstärken von 3,6 mm und 4,1 mm bei HZ $_{60}$ eine Transparenz von 52,15 % und 40,64 % erkennen. Keramik A zeigt bei identischen Parametern Lichtdurchlässigkeiten von 50,83 % und 31,59 %. Entgegengesetzt dazu

zeigten Keramik B und D in diesem Schichtstärkenbereich eine Transparenz von < 1%.

Weiterhin konnte gezeigt werden, dass die Schichtstärken 1,6 mm bis 3,1 mm der Keramik A bei HZ_{60} die höchste Lichtdurchlässigkeit mit 91,23 %, 86,18 %, 77,98 % und 74,61 % aufweisen. Keramik C zeigt in diesem Temperaturbereich mit 87,73 %, 82,34 %, 73,08 % und 61,72 % ein Maximum der Lichtdurchlässigkeit. Weiterhin zeigt Keramik B mit 77,16 %, 60,34 %, 43,79 % und 18,6 % eine erhöhte Transparenz.

Die hydrothermale Keramik D zeigt mit Schichtstärke 1,6 mm eine Lichtdurchlässigkeit von 85,63 %, eine Erhöhung der Schichtstärke führt zu einem Verlust der Lichtdurchlässigkeit auf < 3%.

Die Beurteilung der Dunkelfeld –und Interferenzaufnahmen zeigt übereinstimmend bei den Keramik A, B und D bei 20 K unter den Herstellerempfehlungen deutlich Porositäten. Die mittelbrennende Keramik C zeigt in diesem Temperaturbereich vergleichsweise weniger Bläschen. Ein Anstieg der Sintertemperatur und Haltezeit führt zu einer deutlich homogenen Scherbe mit entprofilierten Oberflächen bei Keramik A, B und C.

Auf Grund der statistischen Berechnungen (siehe Anhang C, CD-ROM), konnte ausnahmslos bei den vier verwendeten keramischen Massen, ein signifikanter Einfluss der Sintertemperatur auf die Transparenz aufgezeigt werden. Wie unter Punkt 4.6.3. beschrieben, konnte durch die Errechnung des Bestimmtheitsmaßes bestätigt werden, dass die Sintertemperatur einen maßgeblichen Einfluss auf die keramische Transparenz hat. Es ist davon auszugehen, dass bei R^2 von 0,99 (siehe Anhang C, Tab.7, S. 11) 99 % der Varianz durch die Temperatur erklärt werden kann, 1 % sind von nicht bekannten Einflussfaktoren abhängig. Bei R^2 von 0,59 (siehe Anhang C, Tab. 13, S. 26) besteht ein mittelmäßiger Zusammenhang, er besagt, dass mehr als die Hälfte der Varianz der Variablen wechselseitig erklärt wird.

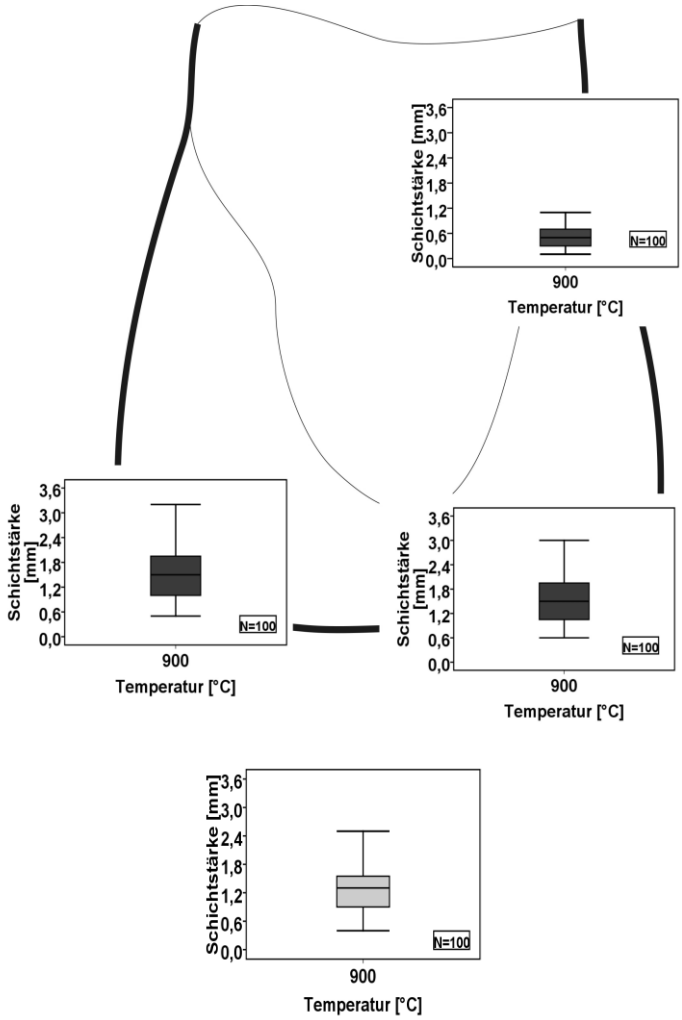
5.3. Ergebnisse Vorversuche Sinterschrumpfung

Wie in den Vorversuchen Kap. 4.3. erwähnt und den Abbildungen 33 und 34 entnommen werden kann, wurde die Messung an 100 Front- und Seitenzahnkronen durchgeführt und die Änderung der Schichtstärke (ΔL) anhand von Boxplot – Diagrammen dargestellt.

Mit Hilfe dieser Messungen sind Schichtstärken von ca. 0,55 – 0,57 mm am Kronenrand einer Front- oder Seitenzahnkrone errechnet worden.

Dabei zeigten die Frontzahnkronen (siehe Tab. 4 und 5, S. 64) mesial im Schneidekantenbereich ein Maximum von 3,20 mm und distal ein Maximum von 3,00 mm. Am zentralen Punkt incisal beträgt die Längenänderung nach dem 1. Sinterbrand 1,32 mm, bei einem Maximum von 2,50 mm.

Die Messungen der Seitenzahnkronen zeigen im Bereich der Höcker nach dem ersten Dentinbrand eine Längenänderung von 2,04 mm bei einem Maximum von 2,70 mm. Auf Grund dieser voran gegangenen Ergebnisse wurden in den Hauptversuchen die Schichtstärken von 1,6 mm bis 4,1 mm gewählt.



1 incisal

Abbildung 33: Messpunkte am Beispiel einer Frontzahnkrone 21 von labial

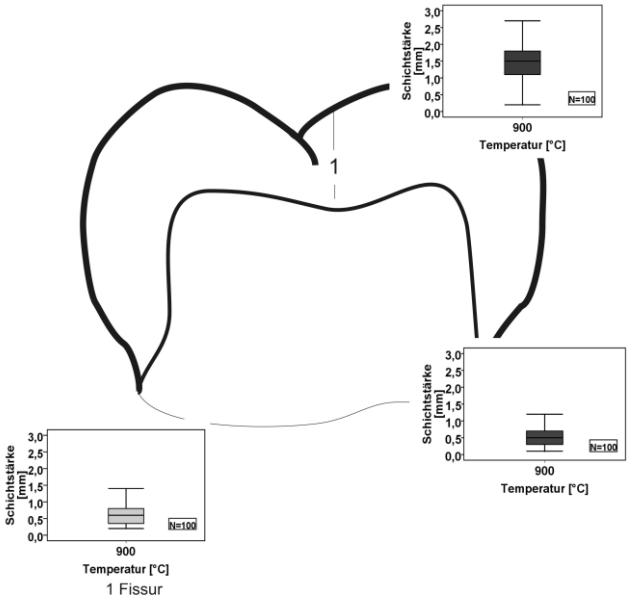


Abbildung 34: Messpunkte einer Seitenzahnkrone

Tab. 4: Ermittelte Werte der Frontzahnkronen

Messpunkte	Minimum [mm]	Maximum [mm]	$\bar{X}$ [mm]	SD [mm]
Rand	0,10	1,10	0,55	0,28
incisal	0,40	2,50	1,32	0,51
incisal distal	0,60	3,00	1,56	0,55
incisal mesial	0,50	3,20	1,55	0,53

Tab. 5: Ermittelte Werte der Seitenzahnkronen

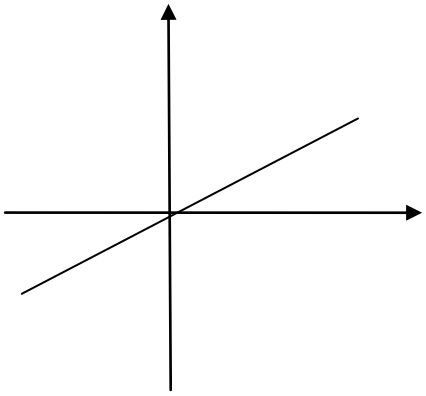
Messpunkte	Minimum [mm]	Maximum [%]	$\bar{X}$ [mm]	SD [mm]
Rand	0,10	1,20	0,57	0,31
Fissur	0,20	1,40	0,63	0,37
Höcker	0,20	2,70	2,04	0,50

5.4. Ergebnisse Hauptversuche Sinterschrumpfung

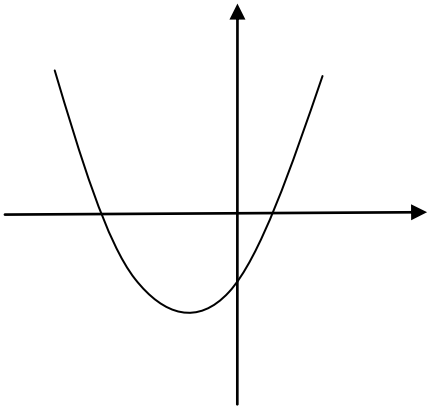
Die Darstellung der Sinterschrumpfung erfolgte anhand linearer und polynomialer Regression. Dabei wurde der Kurvenverlauf mithilfe der empirischen Methode abgeschätzt. In den nachfolgenden Abbildungen wurde die Sintertemperatur auf der horizontalen Achse abgetragen, die

vertikale Achse spiegelt die Sinterschrumpfung (lin%) in Abhängigkeit von der Schichtstärke und Haltezeit wieder [94]. Es besteht ein linearer Zusammenhang, wenn die Gerade durch mindestens drei Punkte verläuft. Weiterhin wurde der Mittelwert angegeben. Die Sinterschrumpfung ist als Differenz errechnet worden und als Δ_S gekennzeichnet.

1. Lineare Funktion



2. Quadratische Funktion



3. Kubische Funktion

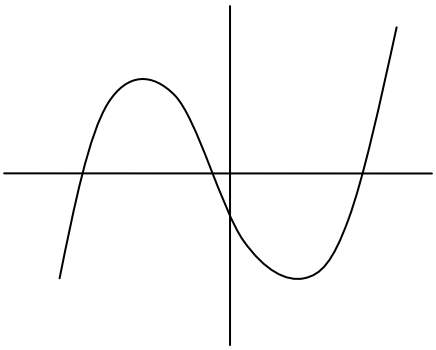


Abbildung 35: Regressionsmodelle

5.4.1. Keramik A (herstellerspezifische Sintertemperatur 910 °C)

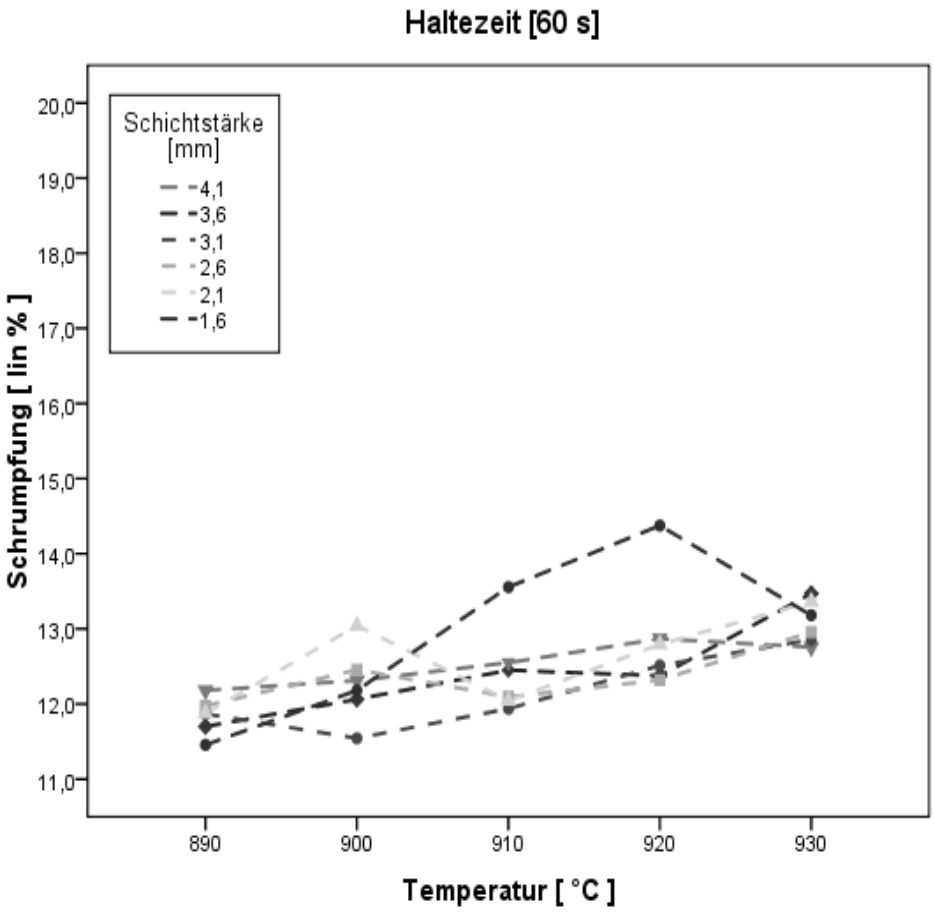


Abbildung 36: Sinterschrumpfung Keramik A (hochbrennend) in Abhängigkeit von der Temperatur und Schichtstärke bei HZ_{60} (N= 5)

Nach den Regressionsmodellen ist in Abbildung 36 bei Schichtstärke 1,6 mm bis 2,6 mm ein kubischer Zusammenhang, die Probenstärken 3,1 mm bis 4,1 mm lassen einen linearen Verlauf erkennen.

Die Schichtstärke 1,6 mm zeigt bei einer Sintertemperatur von 890 °C eine Sinterschrumpfung von 11,46 %. Bei einer Erhöhung auf Schichtstärke 2,1 mm steigt Δ_S um 0,42 %, bei erneutem Anstieg auf 2,6 mm steigt Δ_S um 0,10 % an. Die Erhöhung bis Schichtstärke 4,1 mm lässt Δ_S um 0,20 % wachsen.

Eine Probenerhöhung der Schichtstärke 1,6 mm auf 4,1 mm sowie der Anstieg der Brenntemperatur führt zu einer vermehrten Sinterschrumpfung mit Δ_S um 0,72 %.

Steigt die Temperatur erneut um 10 K und 20 K an, erhöht sich Δ_S um 1,38 % und 0,82 %. Eine Sinterung der Prüfkörper bei 930 °C bewirkt eine Reduktion von Δ_S um 1,20 % auf 13,18 %.

Bei der herstellerempfohlenen Sintertemperatur beträgt die Sinterschrumpfung bei den Schichtstärken von 1,6 mm bis 4,1 mm 13,56 %, 12,04 %, 12,09 %, 11,94 %, 12,45 % und 12,55 %. Eine Erhöhung der Temperatur um 20 K bewirkt bei Schichtstärke 1,6 mm eine Reduktion von Δ_S um 0,83 %. Bei den Probenhöhen 2,1 mm bis 4,1 mm steigt Δ_S um 1,32 %, 0,87 %, 0,92 %, 1,02 % und 0,21 % an.

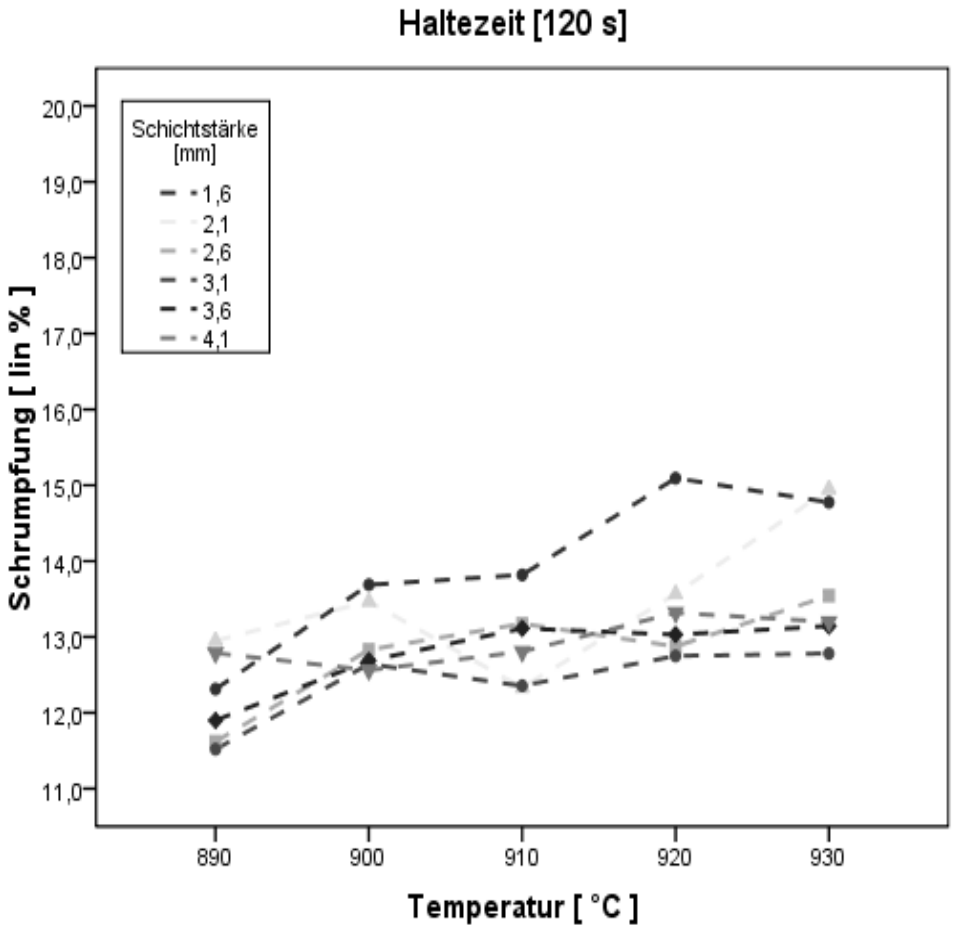


Abbildung 37: Sinterschrumpfung Keramik A (hochbrennend) in Abhängigkeit von der Temperatur und Schichtstärke bei HZ_{120} (N= 5)

Wie der Abbildung 37 entnommen werden kann, besteht überwiegend ein kubischer Verlauf, die Schichtstärke 2,1 mm spiegelt ab der herstellerempfohlenen Sintertemperatur einen linearen Verlauf wieder.

Bei 890 °C und HZ_{120} beträgt bei den Schichtstärken 1,6 bis 4,1 mm die Sinterschrumpfung 12,31 %, 12,95 %, 11,62 %, 11,52 %, 11,90 % und 12,79 %. Eine Temperaturerhöhung führt ausgehend von Schichtstärke 1,6 mm bis 3,6 mm zu einem Anstieg von Δ_S um 1,38 %, 0,52%, 1,21 %, 1,12 % und 0,79 %. Andererseits führt die Schichtstärke 4,1 mm zu einer Verminderung von Δ_S um 0,23 %.

Ein Anstieg auf die herstellerempfohlene Sintertemperatur führt bei den Schichtstärken 1,6 mm, 2,6 mm, 3,6 mm und 4,1 mm zu einem Anstieg von Δ_S um 0,13 %, 0,35 %, 0,42 % und 0,25 %. Entgegengesetzt dazu zeigen die Probenhöhen 2,1 mm und 3,1 mm eine Reduktion von Δ_S um 1,14 % und 0,28 %. Die vom Hersteller empfohlene Sintertemperatur führt bei Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm zu einer Sinterschrumpfung von 13,82 %, 12,33 %, 13,18 %, 12,36 %, 13,11 % und 12,81 %. Eine erneute Temperaturerhöhung um 10 K lässt Δ_S bei den Schichtstärken 1,6 mm, 2,1 mm, 3,1 mm, 4,1 mm um 1,27 %, 1,24 %, 0,39 % und 0,51 % ansteigen. Die Sintertemperatur von 930 °C führt zu einer Reduktion der Sinterschrumpfung bei den Schichtstärken 1,6 mm und 3,1 mm um 0,31 % und 0,12 %.

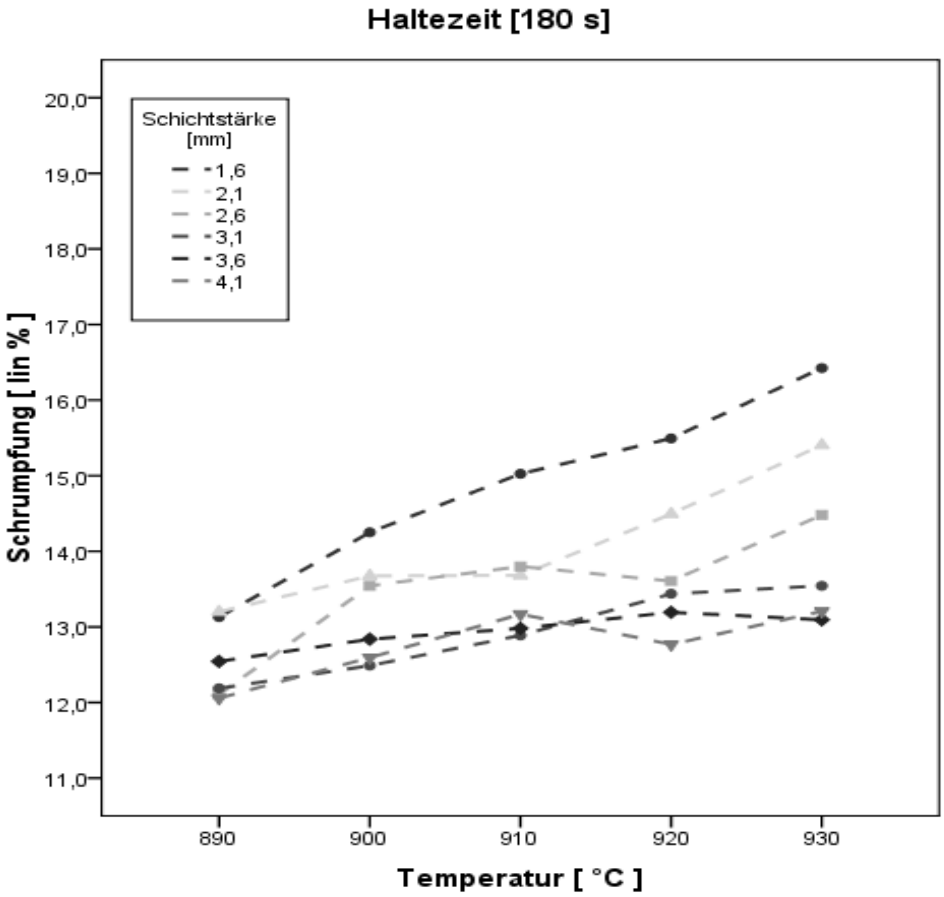


Abbildung 38:Sinterschrumpfung Keramik A (hochbrennend) in Abhängigkeit von der Temperatur und Schichtstärke bei HZ_{180} (N= 5)

In Abbildung 38 ist erkennbar, dass unter den gegebenen Sinterparametern bei den Schichtstärken 1,6 mm und 2,6 mm ein kubischer Zusammenhang besteht. Demgegenüber zeigen die Schichtstärken 2,1 mm und 3,1 mm bis 4,1 mm einen linearen Zusammenhang.

Bei einer Sintertemperatur von 890 °C konnte eine Sinterschrumpfung bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm von 12,18 %, 13,04 %, 12,46 %, 11,54 %, 12,06 % und 12,31 % gemessen werden. Eine Erhöhung der Schichtstärke 1,6 mm auf 4,1 mm bewirkt eine Reduktion von Δ_S um 1,07 %.

Steigt die Sintertemperatur um 10 K an, wird Δ_S bei Schichtstärke 1,6 mm bis 2,6 mm sowie 4,1 mm um 1,12 %, 0,48 %, 1,43 % und 0,53 % erhöht. Die Schichtstärken 3,1 mm und 3,6 mm führen zu einem Wachstum von Δ_S um jeweils 0,30 %.

Die herstellerempfohlene Sintertemperatur lässt Δ_S bei der Schichtstärke 1,6 mm sowie 2,6 mm bis 4,1 mm um weitere 0,77 %, 0,26 %, 0,40 %, 0,14 % und 0,58 % ansteigen.

Ein Temperaturanstieg auf 920 °C führt zu einer erhöhten Sinterschrumpfung bei der Schichtstärke 1,6 mm und 2,1 mm sowie 3,1 mm und 3,6 mm um 0,47 %, 0,81 %, 0,55 % und 0,21 %. Demgegenüber zeigen die Schichtstärken 2,6 mm und 4,1 mm eine Reduktion der Sinterschrumpfung mit Δ_S um 0,19 % und 0,40 %. Wird die Sintertemperatur um 20 K über der herstellerempfohlenen Sintertemperatur erhöht steigt Δ_S um 1,41 %, 1,73 %, 0,68 %, 0,65 %, 0,11 % und 0,04 % bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm an.

5.4.1.1. Dunkelfeld-und Interferenzaufnahmen

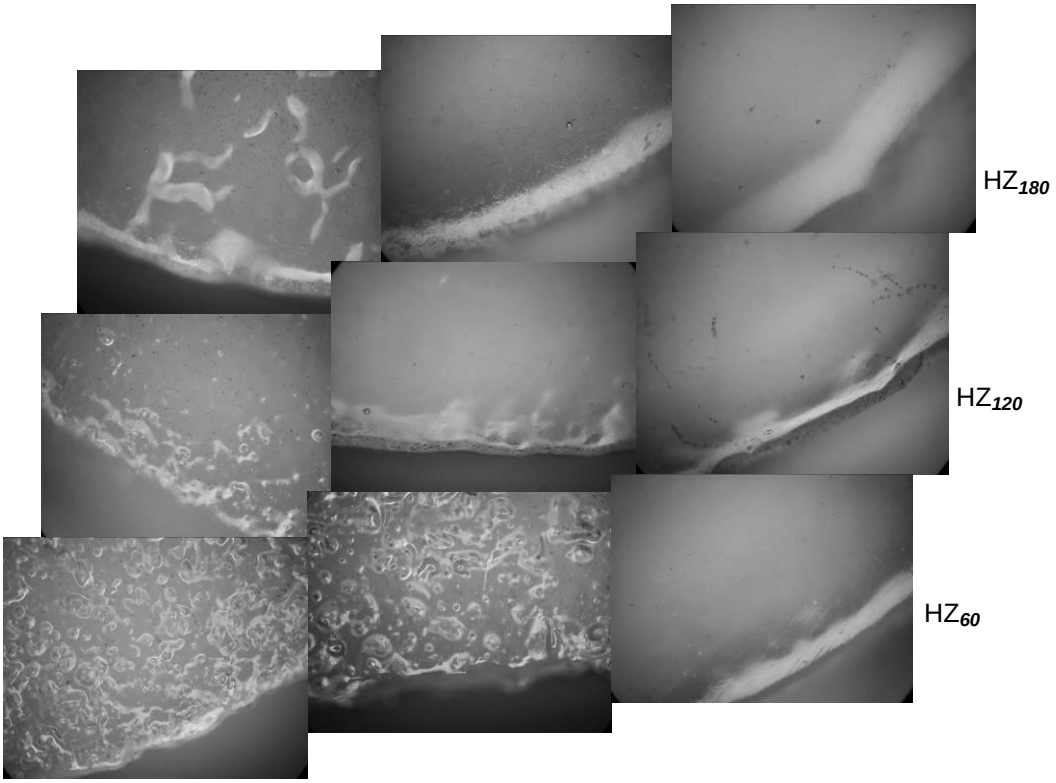


Abbildung 39: Dunkelfeldaufnahmen Keramik A (hochbrennend) bei 890 °C/ 910 °/ 930 °C und HZ_{60} bis HZ_{180}

Bei der Dunkelfeldaufnahme in Abbildung 39 zeigen die Proben bei identischer Haltezeit und Anstieg der Sintertemperatur eine Reduktion der Porositäten im äußeren Randbereich. Verlängert man zusätzlich die Haltezeit, erscheint die dentalkeramische Masse in der Dunkelfelddarstellung mit entprofilierter Oberfläche.

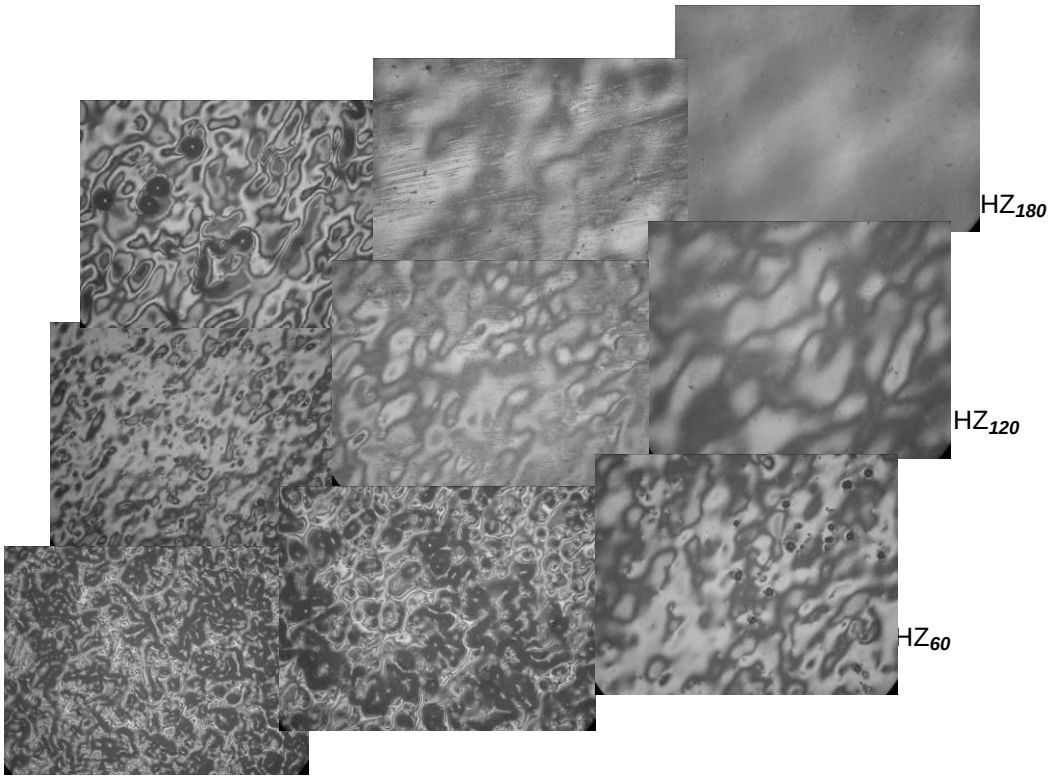


Abbildung 40: Interferenzaufnahmen Keramik A (hochbrennend) bei 890 °C/ 910 °/ 930 °C und HZ_{60} bis HZ_{180}

Keramik A zeigt in Abbildung 40 bei 20 K unterhalb der hersteller-empfohlenen Sintertemperatur bei HZ_{60} eine unstrukturierte Oberfläche. Ein Anstieg der Sintertemperatur und Haltezeit bewirkt eine glatte Oberfläche der dentalkeramischen Prüfkörper. Unterbrannte Proben zeigen bei einem Anstieg der Haltezeit vermehrt Porositäten in der dentalkeramischen Masse. Die Sintertemperatur von 930 °C bei HZ_{180} stellt eine entprofilierte Oberfläche der keramischen Proben dar.

5.4.2. Keramik B (herstellerspezifische Sintertemperatur 930 °C)

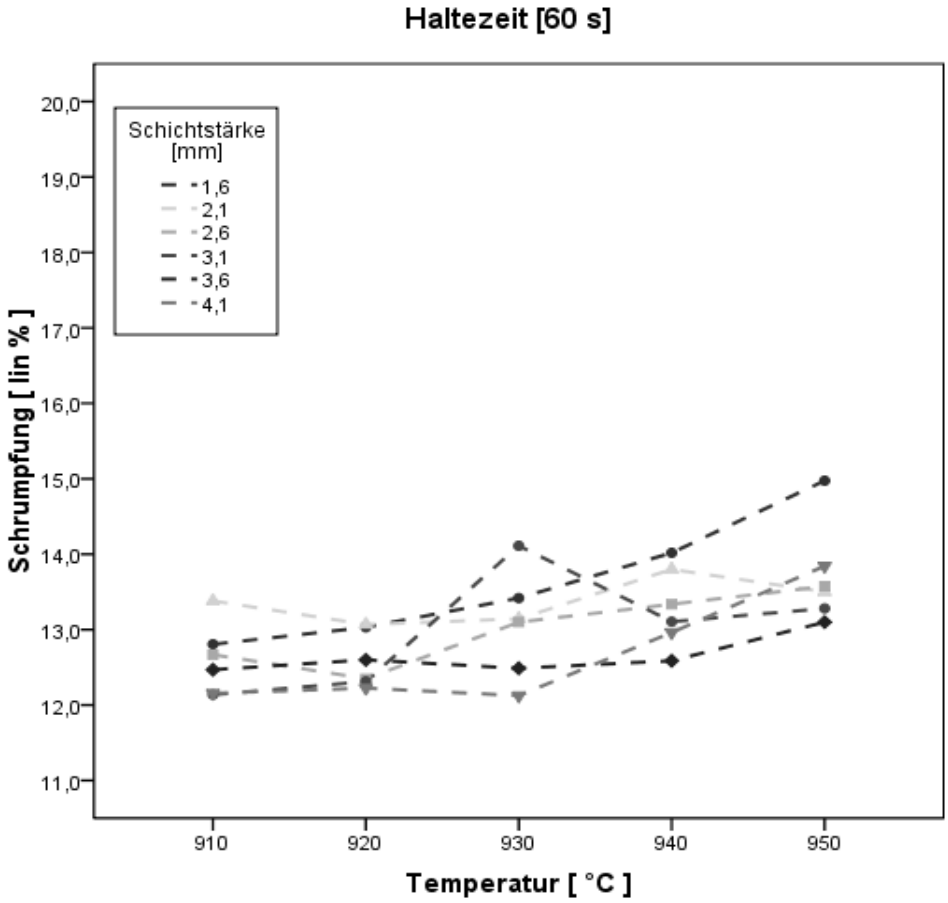


Abbildung 41: Sinterschrumpfung Keramik B (hochbrennend) in Abhängigkeit von der Temperatur und Schichtstärke bei HZ_{60} (N= 5)

Nach den Regressionsmodellen ist in Abbildung 41 mit Schichtstärke 2,6 mm, 3,6 mm und 4,1 mm eine linearer Verlauf erkennbar, die Schichtstärke 1,6 mm zeigt einen quadratischen Verlauf und die Probenhöhe 2,1 mm und 3,1 mm lässt einen kubischen Zusammenhang deutlich werden.

Eine Sintertemperatur von 910 °C führt bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm zu einer Sinterschrumpfung von 12,81 %, 13,38 %, 12,67 %, 12,14 %, 12,47 % und 12,16 %. Wird die Temperatur um 10 K erhöht, steigt die Sinterschrumpfung bei der Schichtstärke 1,6 mm, 3,1 mm, 3,6 mm und 4,1 mm mit Δ_S um 0,22 %, 0,17 %, 0,13 % und 0,06 % an.

Entgegengesetzt dazu zeigen die Schichtstärken 2,1 mm und 2,6 mm eine Reduktion mit Δ_S um 0,31 % und 0,32 %.

Die Sintertemperatur von 930 °C führt bei Schichtstärken 3,1 mm bis 4,1 mm zu einer Sinterschrumpfung von 14,11 %, 12,49 % und 12,12 %. Eine Temperaturerhöhung um 10 K lässt Δ_S bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 2,6 mm und 3,6 mm und 4,1 mm um 0,60 %, 0,56 %, 0,24 %, 0,10 % und 0,84 % ansteigen. Die Schichtstärke 3,1 mm zeigt mit Δ_S um 1,00 % eine verminderte Sinterschrumpfung.

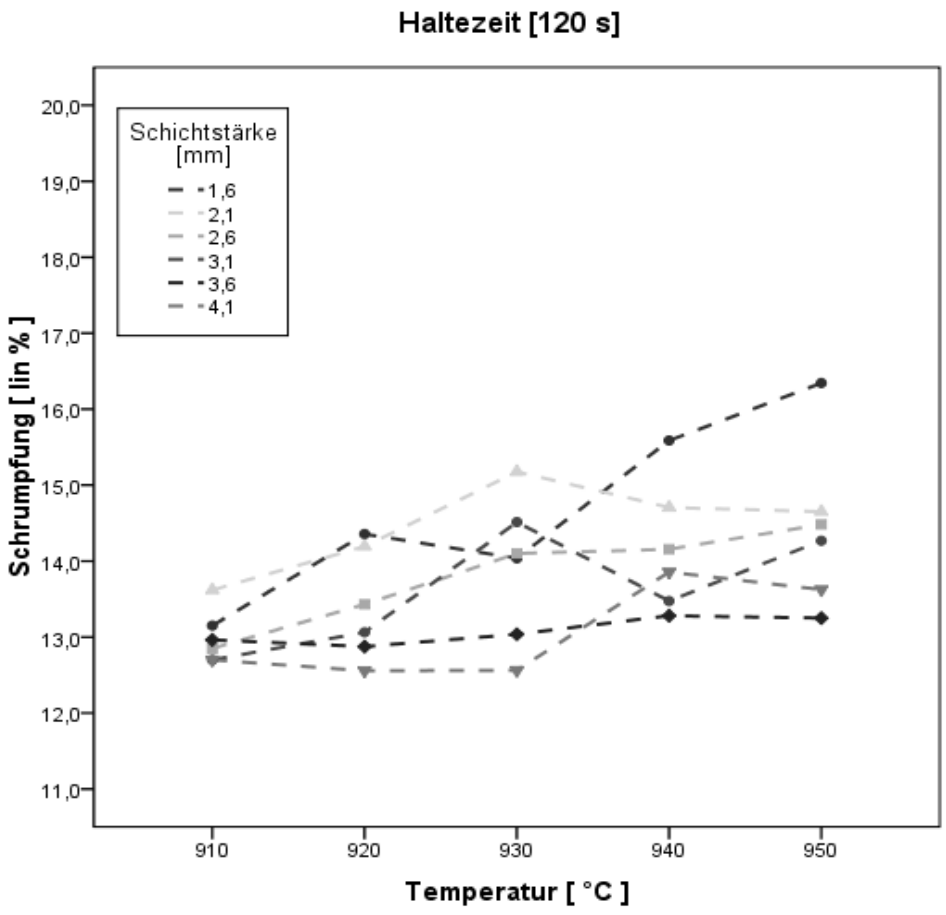


Abbildung 42:Sinterschrumpfung Keramik B (hochbrennend) in Abhängigkeit von der Temperatur und Schichtstärke bei HZ_{120} (N= 5)

Mit Ausnahme der Schichtstärken 2,6 mm und 3,6 mm (Abb. 42), die einen linearen Zusammenhang präsentieren, sind die verbliebenen Schichtstärken von einer kubischen Verlaufsform geprägt.

In einem Temperaturbereich von 910 °C konnte bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm eine Sinterschrumpfung von 13,15 %, 13,62 %, 12,85 %, 12,70 %, 12,96 % und 12,70 % gemessen werden. Die Sintertemperatur von 10 K unter der herstellerempfohlenen Brenntemperatur lässt Δ_S bei Schichtstärken 3,6 mm und 4,1 mm um 0,08 % und 0,14 % reduzieren. Demgegenüber steigt Δ_S bei Schichtstärken 1,6 mm bis 3,1 mm mit 1,21 %, 0,57 %, 0,58 % und 0,36 % an. Ein erneuter Temperaturanstieg auf 930 °C lässt Δ_S bei der Schichtstärke 2,1 mm bis 3,6 mm um 0,99 %, 0,67 %, 1,45 % und 0,16 % ansteigen. Bei 940 °C erhöht sich Δ_S bei den Schichtstärken 1,6 mm, 2,6 mm, 3,1 mm und 4,1 mm um 1,55 %, 0,06 %, 0,24 % und 1,30 %.

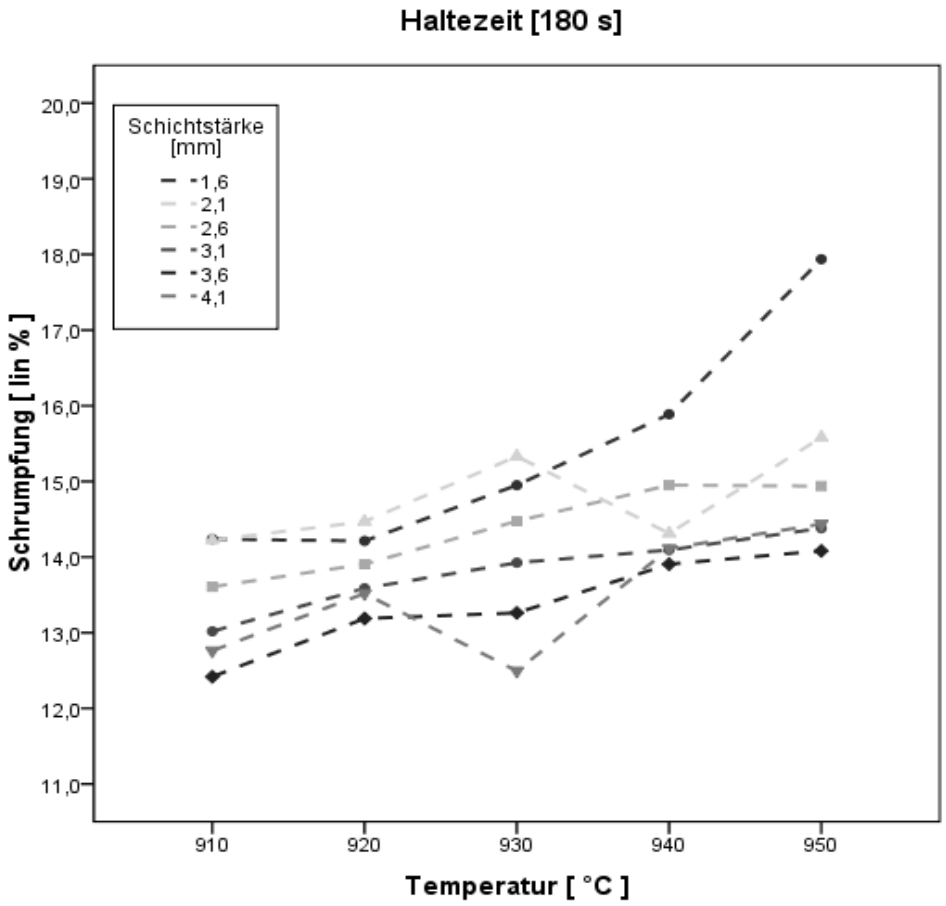


Abbildung 43:Sinterschrumpfung Keramik B (hochbrennend) in Abhängigkeit von der Temperatur und Schichtstärke bei HZ_{180} (N= 5)

Nach den beschriebenen Regressionsmodellen ist in Abbildung 43 bei den Schichtstärken 1,6 mm und 2,6 mm eine lineare Verlaufsform erkennbar, bei den übrigen Schichtstärken deutet sich ein Trend einer kubischen Verlaufsform an.

Bei einer Sintertemperatur 20 K unterhalb der herstellerempfohlenen Brenntemperatur beträgt bei Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm die Sinterschrumpfung 14,24 %, 14,22 %, 13,61 %, 13,02 %, 12,42 % und 12,76 %. Ein Anstieg der Sintertemperatur auf 920 °C führt bei den Schichtstärken 2,1 mm bis 4,1 mm mit Δ_S um 0,25 %, 0,30 %, 0,57 %, 0,77 % und 0,76 % zu einem Wachstum der Sinterschrumpfung.

Bei einem wiederholtem Anstieg der Sintertemperatur um 10 K zeigen die Schichtstärken 1,6 mm bis 3,6 mm mit Δ_S um 0,74 %, 0,86 %, 0,57 %, 0,33 % und 0,07 % eine erhöhte Sinterschrumpfung.

5.4.2.1. Dunkelfeld-und Interferenzaufnahmen

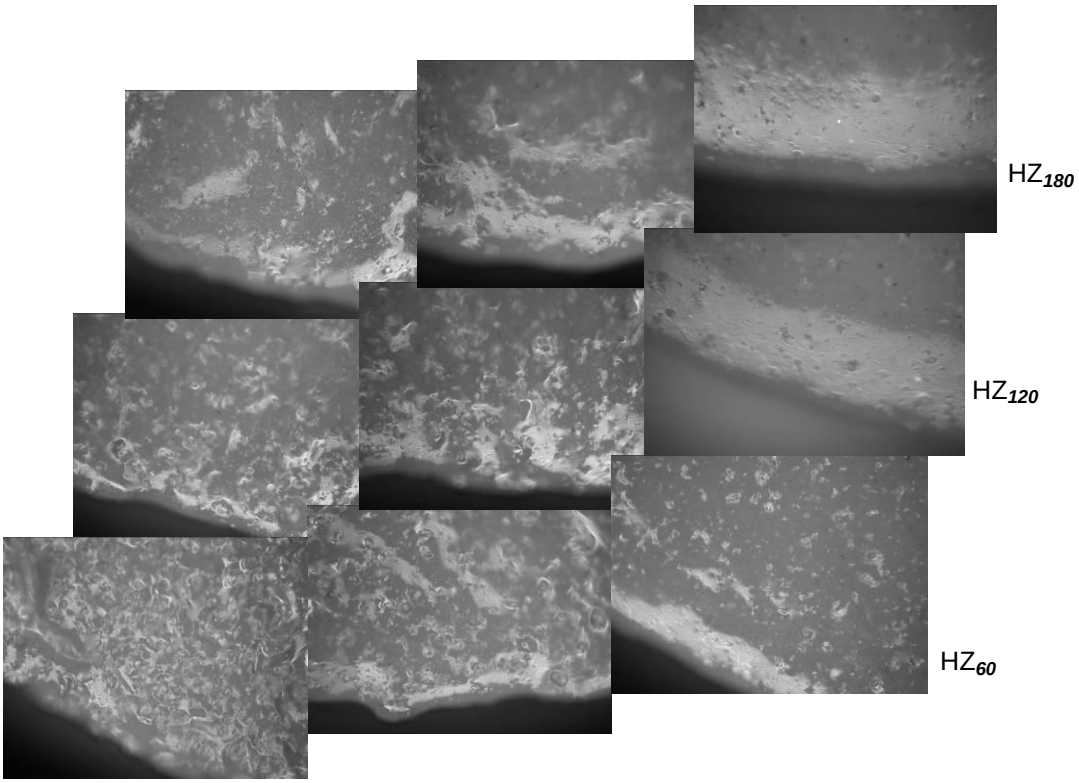


Abbildung 44: Dunkelfeldaufnahmen Keramik B (hochbrennend) bei 910 °C/ 930 °/ 950 °C und HZ_{60} bis HZ_{180}

Keramik B zeigt bei den Dunkelfeldaufnahmen (Abb.44) visuell bei 20 K unter der vom Hersteller empfohlenen Sintertemperatur bei Anstieg der Haltezeit eine Verminderung der Porositäten. Eine Verlängerung der Haltezeit bewirkt bei Anstieg auf die Sintertemperatur von 930 °C kaum eine optische Veränderung. Erhöht man die Sintertemperatur um weitere 20 K reduzieren sich die Porositäten bei einem Anstieg von HZ_{60} auf HZ_{120}. Ein weiterer Anstieg auf HZ_{180} erzeugt bei dem Prüfkörper eine geringe sichtbare Veränderung.

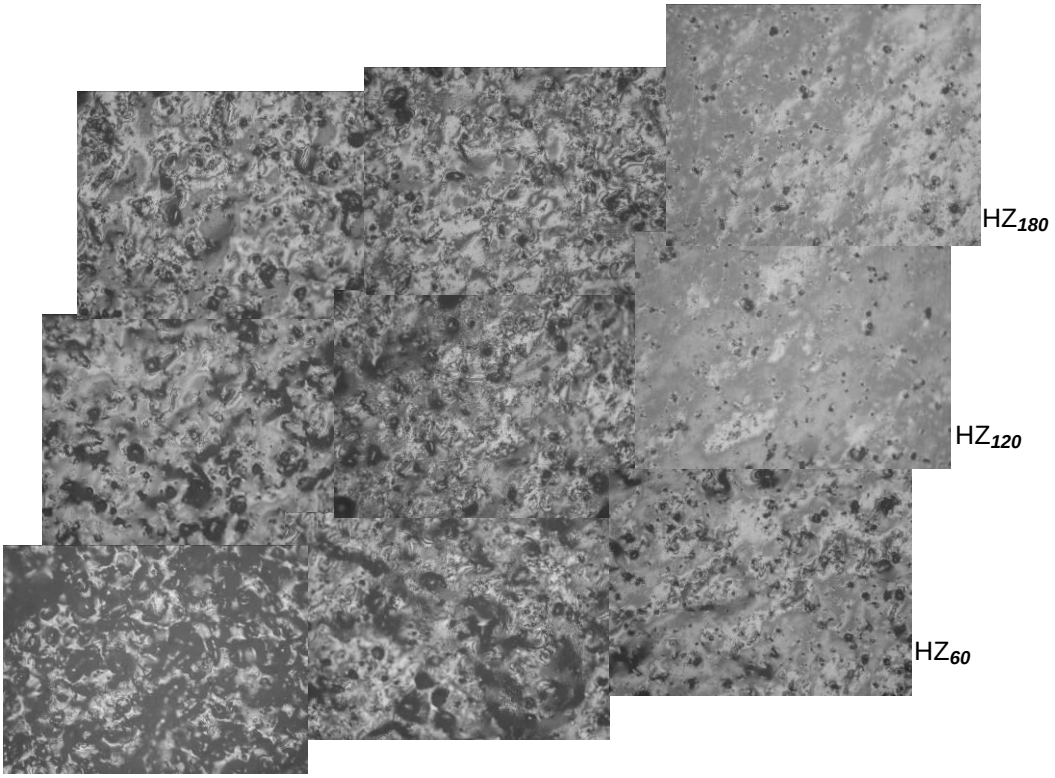


Abbildung 45: Interferenzaufnahmen Keramik B (hochbrennend) bei 910 °C/ 930 °/ 950 °C und HZ_{60} bis HZ_{180}

Die Keramik B zeigt in Abb. 45 bei allen Proben vermehrt Porositäten. Ein Anstieg der Temperatur 20 K über der vom Hersteller empfohlenen Sintertemperatur sowie eine verlängerte Haltezeit führt visuell bei den dentalkeramischen Proben zu fein strukturierten Oberflächen. Die unterbrannten Proben zeigen vergleichsweise stark profilierte Oberflächen.

5.4.3. Keramik C (herstellerspezifische Sintertemperatur 900 °C)

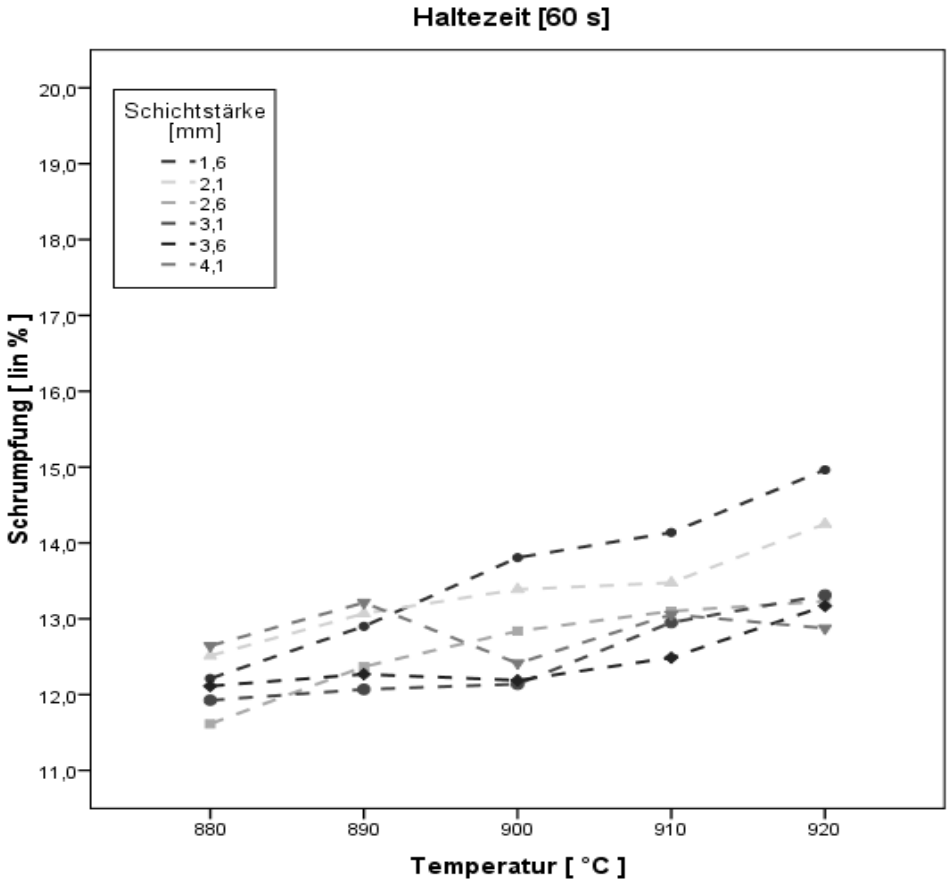


Abbildung 46: Sinterschrumpfung Keramik C (mittelbrennend) in Abhängigkeit von der Temperatur und Schichtstärke bei HZ_{60} (N= 5)

Wie der Abbildung 46 entnommen werden kann, ist ein überwiegend kubischer Zusammenhang erkennbar. Demgegenüber zeigt die Schichtstärke 2,6 mm eine quadratische Verlaufsform.

Zudem konnte bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm bei 880 °C eine Sinterschrumpfung von 12,21 %, 12,51 %, 11,61 %, 11,92 %, 12,11 % und 12,64 % gemessen werden. Ein Temperaturanstieg auf 890 °C lässt Δ_S bei identischen Probenstärken um 0,69 %, 0,56 %, 0,76 %, 0,15 %, 0,16 % und 0,57 % ansteigen. Die herstellerempfohlene Sintertemperatur führt bei Schichtstärken 1,6 mm bis 3,1 mm zu einem Anstieg von Δ_S um 0,91 %, 0,32 %, 0,47 % und 0,07 %. Entgegengesetzt dazu, zeigen die

Schichtstärken 3,6 mm und 4,1 mm eine Verminderung von Δ_S um 0,08 % und 0,80 %.

Eine weitere Temperaturerhöhung um 10 K lässt Δ_S bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm um 0,33 %, 0,09 %, 0,26 %, 0,81 %, 0,30 % und 0,65 % ansteigen.

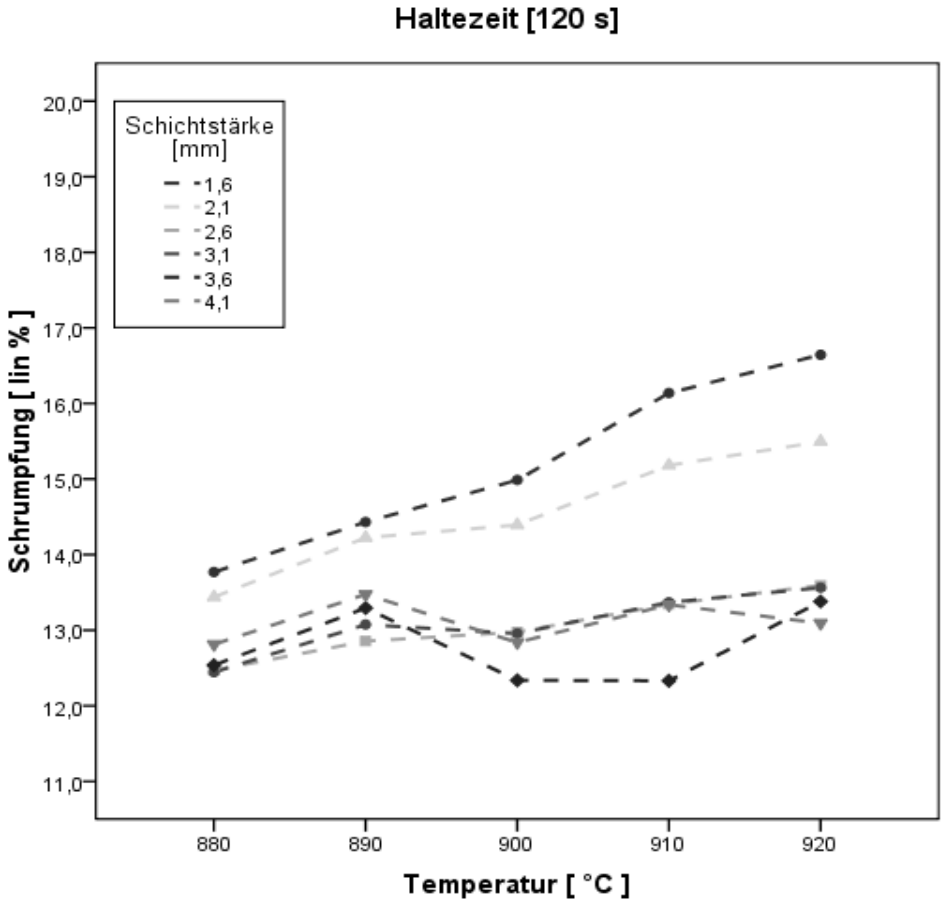


Abbildung 47: Sinterschrumpfung Keramik C (mittelbrennend) in Abhängigkeit von der Temperatur und Schichtstärke bei HZ_{120} (N= 5)

Wie in der grafischen Darstellung (Abb. 47) sichtbar, zeigt die Schichtstärke 1,6 mm eine lineare Verlaufsform. Umgekehrt ist bei den Schichtstärken 2,1 mm bis 4,1 mm ein kubischer Zusammenhang erkennbar. Bei der herstellerempfohlenen Haltezeit von 880 °C zeigen die Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm eine Sinterschrumpfung von 13,77 %, 13,44 %, 12,47 %, 12,44 %, 12,54 % und 12,81 %.

Eine Temperaturerhöhung um 10 K bewirkt einen Anstieg der Sinterschrumpfung bei identischen Probenstärken mit Δ_S um 0,66 %, 0,78 %, 0,39 %, 0,64 %, 0,75 % und 0,67 %. Ein Anstieg der Sintertemperatur auf Herstellerempfehlung bewirkt ein Wachstum von Δ_S bei Proben 1,6 mm und 2,1 mm um 0,56 % und 0,17 %. Konträr dazu, konnte bei den Probenstärken 3,6 mm und 4,1mm mit Δ_S um 0,95 % und 0,64 % eine Abnahme der Sinterschrumpfung festgestellt werden. Ein erneuter Temperaturanstieg auf 910 °C lässt bei Probenstärken 1,6 mm bis 3,1 mm und 4,1 mm Δ_S um 1,15 %, 0,79 %, 0,36 %, 0,41 % und 0,50 % ansteigen.

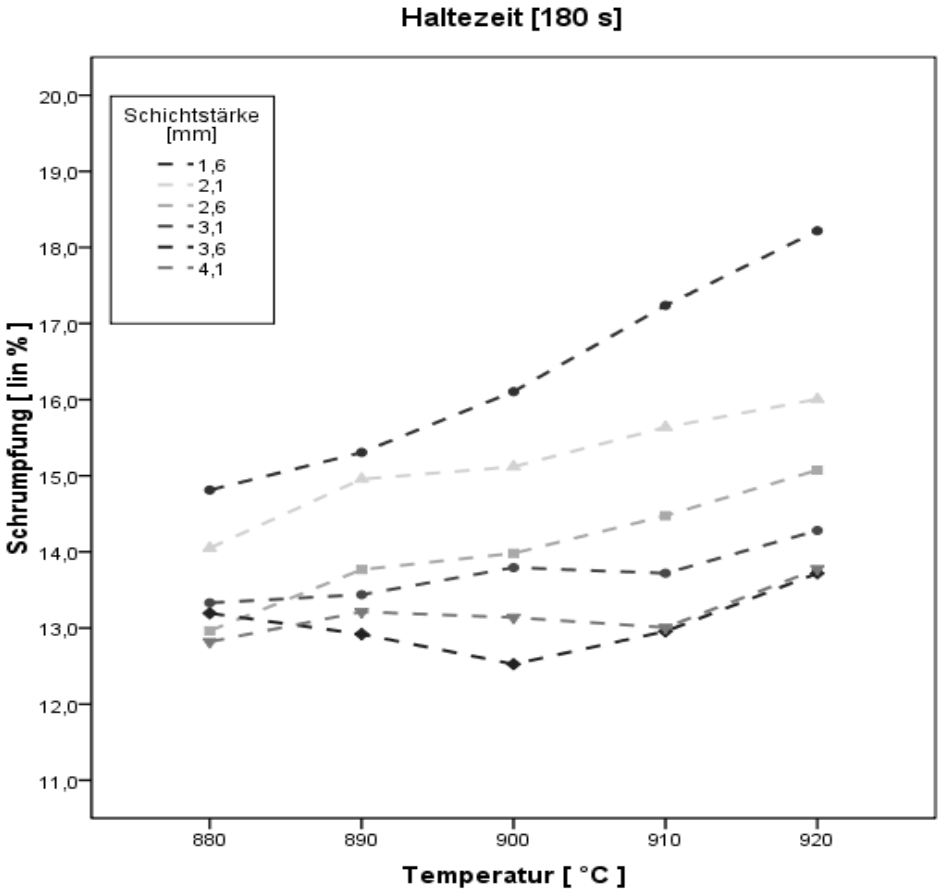


Abbildung 48: Sinterschrumpfung Keramik C (mittelbrennend) in Abhängigkeit von der Temperatur und Schichtstärke bei HZ_{180} (N= 5)

Wie Abbildung 48 entnommen werden kann, stellt Schichtstärke 1,6 mm unter den gegebenen Sinterbedingungen einen quadratischen Verlauf, die Probenstärke 2,6 mm lässt einen linearen Verlauf erkennen. Die verbliebenen Proben zeigen nach den Regressionsmodellen einen kubischen Verlauf.

Bei den keramischen Probenstärken 1,6 mm bis 4,1 mm konnten bei einer Sintertemperatur von 880 °C eine Sinterschrumpfung von 14,81 %, 14,05 %, 12,96 %, 13,33 %, 13,19 % und 12,82 % gemessen werden. Ein Temperaturanstieg um 10 K führt zu einem Anstieg von Δ_S bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 3,1 mm und 4,1 mm um 0,50 %, 0,91 %, 0,81 %, 0,11 % und 0,39 %.

Die Sinterung der Prüfkörper bei 900 °C lässt Δ_S bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 3,1 mm um 0,80 %, 0,16 %, 0,21 % und 0,35 % ansteigen. Wird die Sintertemperatur auf 910 °C erhöht steigt Δ_S bei den Probenstärken 1,6 mm bis 2,6 mm und 3,6 mm um 1,13 %, 0,52 %, 0,50 % sowie um 0,44 % an. Ein wiederholter Temperaturanstieg um 10 K bewirkt bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm ein Wachstum von Δ_S um 0,98 %, 0,37 %, 0,60 %, 0,56 %, 0,76 % und 0,77 %.

5.4.3.1. Dunkelfeld-und Interferenzaufnahmen

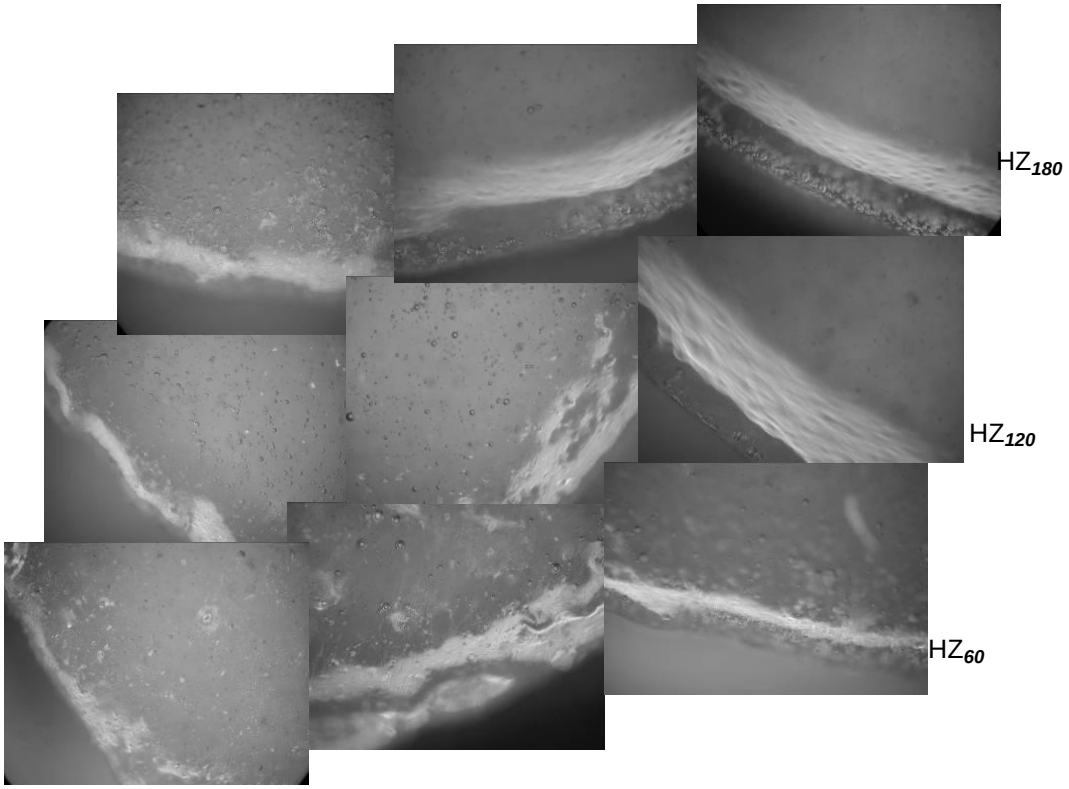


Abbildung 49: Dunkelfeldaufnahmen Keramik C (mittelbrennend) bei 880 °C/ 900 °/ 920 °C und HZ_{60} bis HZ_{180}

Die Keramik C zeigt mit Hilfe der Abbildung 49 visuell bei unterbrannten Proben ersichtliche Porositäten, die sich mit einem Anstieg der Haltezeit ausweiten. Ein Anstieg der Sintertemperatur auf 900 °C bei HZ $_{60}$ stellt eine verminderte Bläschenbildung dar. Verlängert man die Haltezeit auf HZ $_{120}$ oder HZ $_{180}$ verringern sich die Porositäten, wohingegen der äußerste Rand vermehrt Porositäten zeigt.

Ein erneuter Anstieg der Sintertemperatur auf 920 °C zeigt optisch eine homogene Scherbe bei HZ $_{120.}$ Die Probe bei HZ $_{180}$ zeigt einen identischen Randbereich, ähnlich wie die Probe der Sintertemperatur von 900 °C bei HZ $_{180}$.

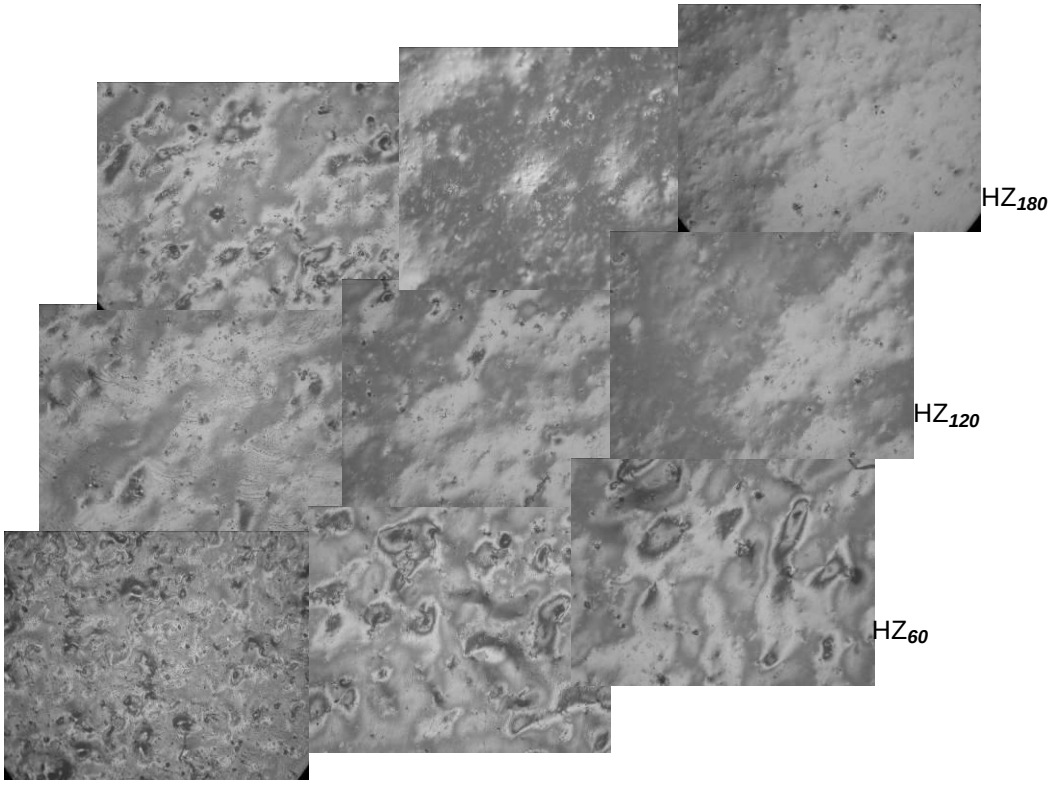


Abbildung 50: Interferenzaufnahmen Keramik C (mittelbrennend) bei 880 °C/ 900 °/ 920 °C und HZ_{60} bis HZ_{180}

Die Interferenz Darstellung der Keramik C (Abb. 50) zeigt bei den unterbrannten dentalkeramischen Proben eine fein strukturierte Oberfläche. Eine Verlängerung der Haltezeit und Erhöhung der Sintertemperatur führt zu einer glatten Oberfläche. Weiterhin ist eine Verminderung der Porositäten erkennbar.

5.4.4. Keramik D (herstellerspezifische Sintertemperatur 810 °C)

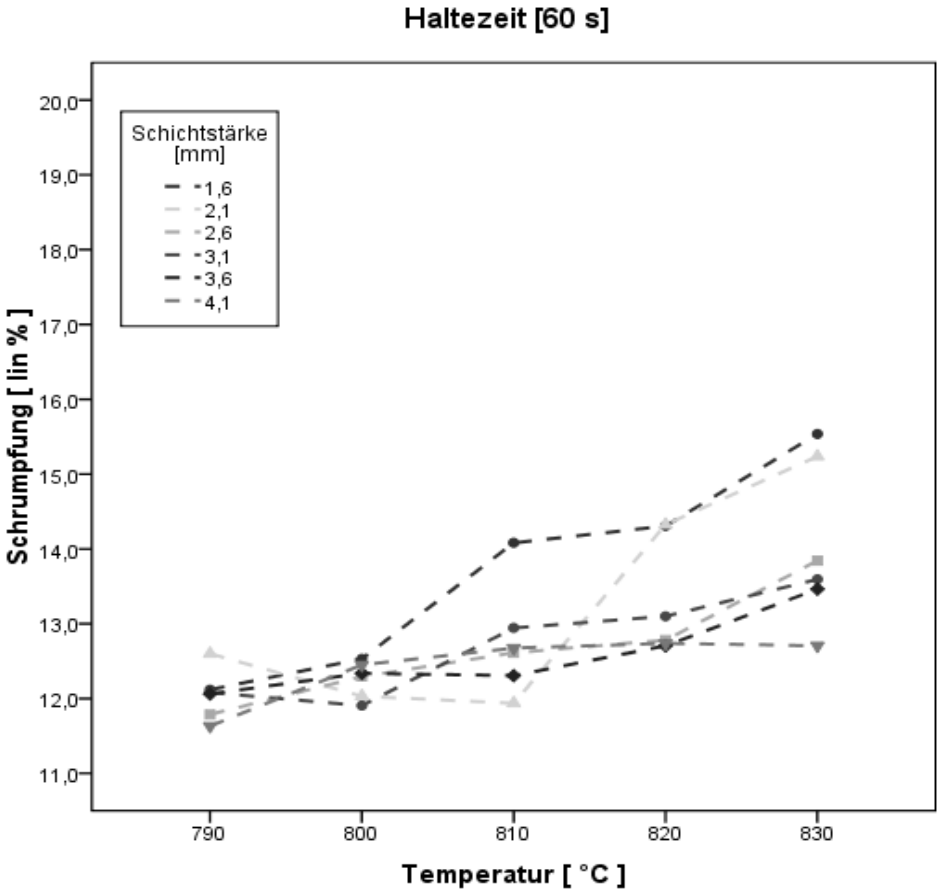


Abbildung 51: Sinterschrumpfung Keramik D (hydrothermal) in Abhängigkeit von der Temperatur und Schichtstärke bei HZ_{60} (N= 5)

Generell zeigen alle Proben mit Ausnahme der Schichtstärke 4,1 mm eine kubische Verlaufsform (Abb. 51). Die Schichtstärke 4,1 mm lässt einen quadratischen Zusammenhang erkennen.

Bei den Probenstärken 1,6 mm bis 4,1 mm konnte bei einer Sintertemperatur von 790 °C eine Sinterschrumpfung von 12,12 %, 12,69 %, 11,79 %, 12,08 %, 12,06 % und 11,63 % ermittelt werden. Ein Anstieg der Sintertemperatur auf 800 °C lässt Δ_S bei Schichtstärken 1,6 mm, 2,6 mm, 3,6 mm und 4,1 mm um 0,41 %, 0,50 %, 0,28 % und 0,82 % ansteigen. Die Sinterschrumpfung bei der herstellerempfohlenen

Sintertemperatur beträgt bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm 14,08 %, 11,94 %, 12,61 %, 12,94 %, 12,31 % und 12,68 %.

Eine Temperaturerhöhung um 10 K lässt Δ_S bei identischen Probenstärken um 0,23 %, 2,38 %, 0,17 %, 0,16 %, 0,40 % und 0,06 % ansteigen. Die wiederholte Temperaturerhöhung um 20 K führt vergleichend zu 810 °C bei den Probenstärken 1,6 mm bis 4,1 mm mit Δ_S um 1,46 %, 3,30 %, 1,23 %, 0,65 %, 1,15 % und 0,03 % zu einem Anstieg der Sinterschrumpfung.

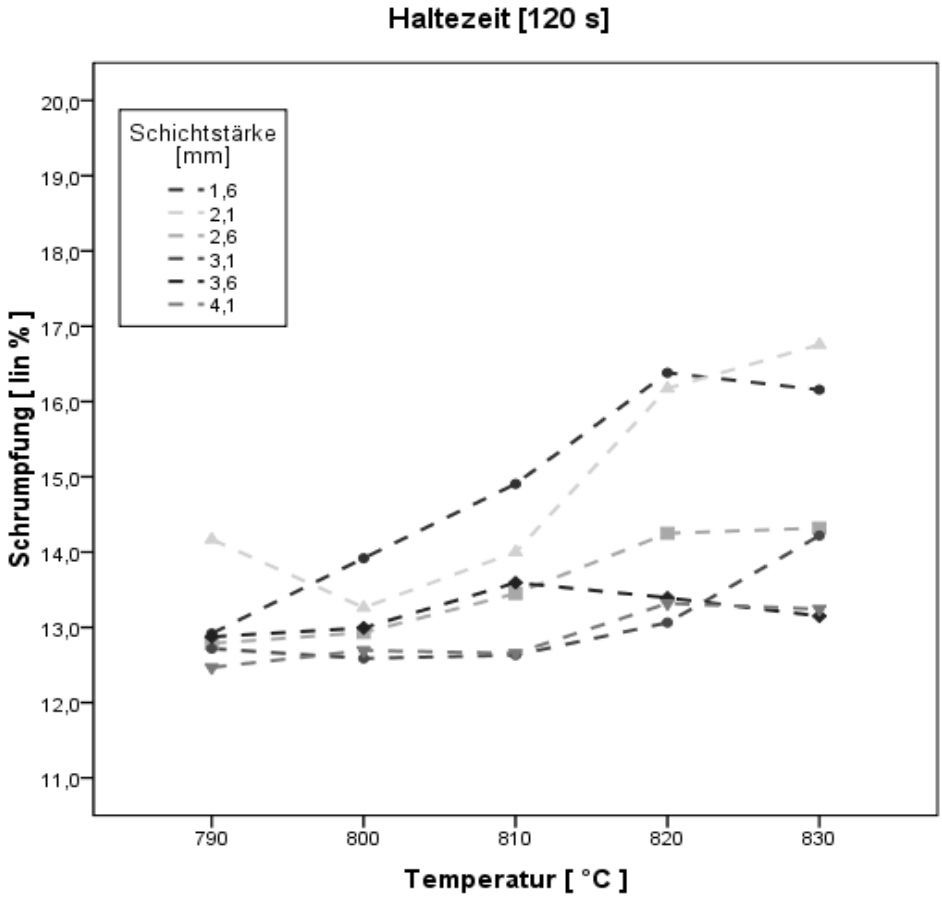


Abbildung 52: Sinterschrumpfung Keramik D (hydrothermal) in Abhängigkeit von der Temperatur und Schichtstärke bei HZ_{120} (N= 5)

Wie der Abbildung 52 entnommen werden kann ist bei Schichtstärken 1,6 mm und 3,6 mm ein linearer Verlauf, bei 2,1 mm bis 3,1 mm und 4,1 mm wird ein quadratischer Zusammenhang erkennbar. 20 K unterhalb der herstellerempfohlenen Sintertemperatur konnte bei Schichtstärken 1,6 mm

bis 4,1 mm eine Sinterschrumpfung von 12,92 %, 14,17 %, 12,79 %, 12,72 %, 12,88 % und 12,47 % gemessen werden. Die Sinterung der Prüfkörper bei 800 °C bewirkt bei einer Probenhöhe von 1,6 mm bis 3,6 mm einen Anstieg der Sinterschrumpfung mit Δ_S um 0,99 %, 0,74 %, 0,52%, 0,04 %, und 0,60 %.

Bei der vom Hersteller empfohlenen Sintertemperatur von 810 °C konnte bei Schichtstärken von 1,6 mm bis 4,1 mm eine Sinterschrumpfung von 14,91 %, 14,00 %, 13,45 %, 12,63 %, 13,59 % und 12,66 % ermittelt werden. Dabei führt eine Temperaturerhöhung auf 820 °C bei Schichtstärken von 1,6 mm bis 3,1 mm und 4,1 mm zu einem Anstieg von Δ_S um 1,47 %, 2,18 %, 0,80 %, 0,43 % und 0,66 %.

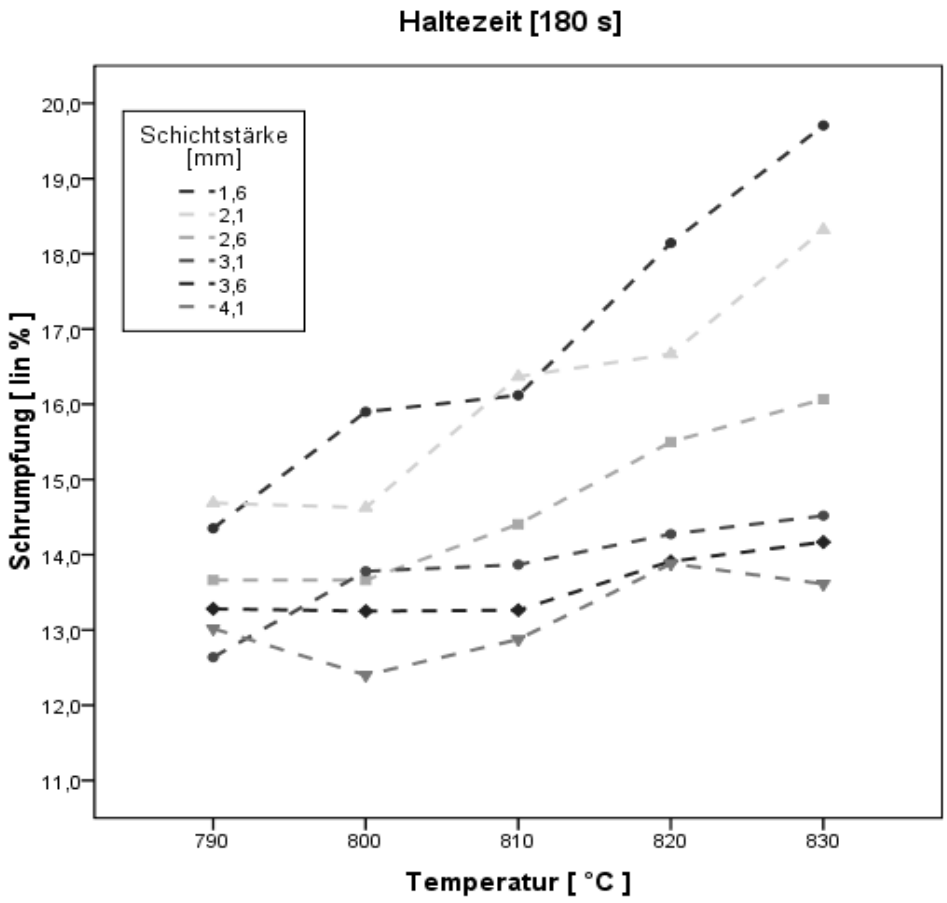


Abbildung 53: Sinterschrumpfung Keramik D (hydrothermal) in Abhängigkeit von der Temperatur und Schichtstärke bei HZ_{180} (N= 5)

Die Abbildung 53 zeigt bei allen Proben einen generellen Trend der kubischen Verlaufsform. Bei einer Sintertemperatur von 790 °C konnte bei den Schichtstärken 1,6 mm bis 4,1 mm eine Sinterschrumpfung von 14,35 %, 14,69 %, 13,66 %, 12,64 %, 13,28 % und 13,02 % gemessen werden.

Eine Temperaturerhöhung um 10 K führt bei den Probenstärken 1,6 mm und 3,1 mm mit Δ_S um 1,55 %, und 1,14 % zu einem Anstieg der Sinterschrumpfung. Demgegenüber zeigte die Schichtstärke 4,1 mm mit Δ_S von 0,62 % eine Verminderung der Sinterschrumpfung. Ein Anstieg der Sintertemperatur auf 810 °C bewirkt bei Probenstärken 1,6 mm bis 4,1 mm mit Δ_S um 0,22 %, 1,75 %, 0,75 %, 0,09 %, 0,01 % und 0,48 % eine erhöhte Sinterschrumpfung. Eine Sintertemperatur von 820 °C lässt Δ_S bei identischen Schichtstärken um 2,02 %, 0,30 %, 1,09 %, 0,41 %, 0,65 % und 1,00 % ansteigen.

5.4.4.1. Dunkelfeld-und Interferenzaufnahmen

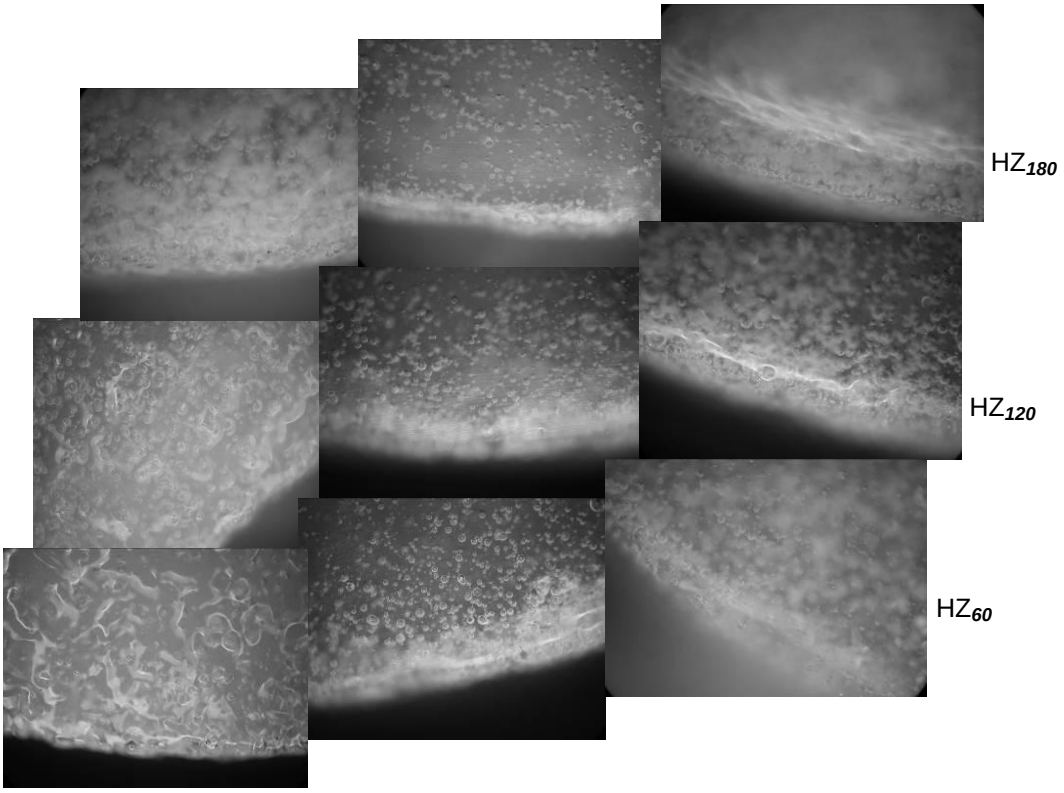


Abbildung 54: Dunkelfeldaufnahmen Keramik D (hydrothermal) bei 790 °C/ 810 °/ 820 °C und HZ_{60} bis HZ_{180}

Bei der vom Hersteller empfohlenen Sintertemperatur von 810 °C zeigt die dentalkeramische Masse in Abbildung 54 mit Verlängerung der Haltezeit poröse Proben.

20K unterhalb, bei 790 °C und HZ_{60} liegt eine nahezu homogene Probe vor. Mit Anstieg der Haltezeit vermehren sich die Porositäten innerhalb der Verblendscherbe. Überdies zeigen auch überbrannte Proben eine Vielzahl von Bläschen in der dentalkeramischen Masse.

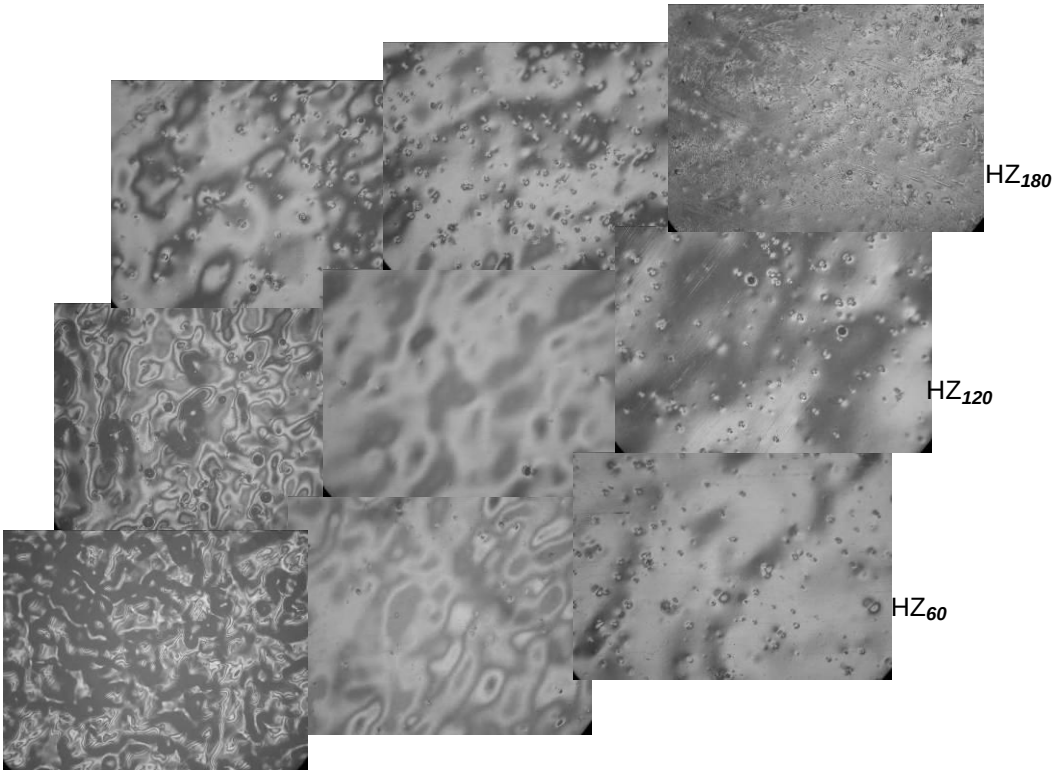


Abbildung 55: Interferenzaufnahmen Keramik D (hydrothermal) bei 790 °C/ 810 °/ 820 °C und HZ_{60} bis HZ_{180}

Wie der Abbildung 55 entnommen werden kann, sind bei der hydrothermalen Keramik D 20 K unter der vom Hersteller empfohlenen Sintertemperatur bei HZ_{60} und HZ_{120} kaum Interferenzen erkennbar. Demgegenüber führt ein Anstieg von Haltezeit und Sintertemperatur vermehrt zu Porositäten in der dentalkeramischen Masse.

5.5. Zusammenfassende Ergebnisdarstellung der Sinterschrumpfungen

Mit Hilfe der Regressionsmodelle wurde bei der hochbrennenden Keramik A und B ein überwiegend kubischer Zusammenhang festgestellt. Quadratische Zusammenhänge bestehen nicht. Bei der mittelbrennenden Keramik C liegt ein überwiegend kubischer Verlauf mit vereinzelt quadratischen Verläufen vor. Ein linearer Zusammenhang ist ausschließlich bei Schichtstärke 1,6 mm und 2,6 mm bei HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ erkennbar. Die hydrothermale Keramik D zeigt ebenfalls größtenteils kubische sowie quadratische Verlaufsformen.

Die Sinterschrumpfung (Δ_S) steigt bei allen Haltezeiten bei einer Temperaturerhöhung um 20 K auf die herstellerempfohlene Sintertemperatur sowie 20 K darüber, ausnahmslos, bei Schichtstärke 1,6 mm höher als im Vergleich zur Schichtstärke 4,1 mm.

Die Verlängerung der Haltezeit auf 120 Sekunden und Temperaturerhöhung führt zu einem generellen Anstieg der Sinterschrumpfung bei allen Schichtstärken.

Wie in den Ergebnissen Kap. 5.3. dargestellt, ist die Sinterschrumpfung bei 20 K unterhalb der Herstellertemperatur bei Schichtstärke 1,6 mm der hochbrennenden Keramik A bei HZ $_{60}$ und HZ $_{120}$ sowie bei der mittelbrennenden Keramik C bei HZ $_{60}$ geringer, als bei Schichtstärke 4,1 mm. Umgekehrt zeigt Keramik B und die hydrothermale Keramik D in diesem Temperaturbereich bei 1,6 mm eine höhere Sinterschrumpfung als bei 4,1 mm. Das Minimum der Sinterschrumpfung wurde bei Keramik A und Schichtstärke 1,6 mm bei 20 K unterhalb der Herstellerempfehlung und HZ $_{60}$ gesinterten Proben mit 11,46 % ermittelt, bei Schichtstärke 4,1 mm der Keramik D beträgt das Minimum 11,63 %.

Der Anstieg der Temperatur auf die herstellerspezifische Brenntemperatur führt bei den Keramiken B und C bei Schichtstärke 4,1 mm, bei Keramik A und D der Schichtstärke 2,1 mm zu einer deutlichen Reduktion der

Sinterschrumpfung. Weiterhin wurde aufgezeigt, dass die Schichtstärke 2,1 mm bei allen Haltezeiten der Keramik A, die Probenhöhe 1,6 mm bei HZ $_{120}$ der Keramik B sowie die Schichtstärken 3,6 mm bei HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ und 4,1 mm bei allen Haltezeiten der Keramik C bei Erhöhung der Sintertemperatur auf Herstellerempfehlung eine reduzierte Sinterschrumpfung resultiert.

Bei einer Haltezeit von 120 Sekunden und herstellerempfohlenen Sintertemperatur zeigt Keramik A mit 13,82 % der Schichtstärke 1,6 mm und Keramik B und D mit 12,56 % der Schichtstärke 4,1 mm die geringste Sinterschrumpfung.

Auch bei der Sinterung der Grünlinge bei 20 K oberhalb der herstellerempfohlenen Sintertemperatur ist die Sinterschrumpfung der Schichtstärke 1,6 mm größer als bei einer Schichtstärke von 4,1 mm. Es zeigt die hochbrennende Keramik A mit der Schichtstärke 1,6 mm bei HZ $_{180}$ mit 16,43 % sowie die Schichtstärke 4,1 mm mit 13,21 % die geringste Sinterschrumpfung.

Die Verlängerung der Haltezeit auf 180 Sekunden bewirkt bei einem Anstieg der Sintertemperatur eine erhöhte Sinterschrumpfung.

Bei dieser Haltezeit zeigt Keramik B, mit Schichtstärke 1,6 mm, wie auch Keramik D mit Schichtstärke 2,1 mm und 4,1 mm einen abrupten Verlust der Sinterschrumpfung. Keramik A zeigt bei ± 20 K der Hersteller-empfehlung mit den Schichtstärken 1,6 mm und 4, 1 mm die geringste Sinterschrumpfung.

Die hochbrennende Keramik B zeigt bei Herstellerempfehlung gesinterten Proben bei HZ $_{60}$ die minimalste Sinterschrumpfung bei einer Schichtstärke von 1,6 mm und 4,1 mm. Die hydrothermale Keramik D zeigt bei identischen Parametern die höchste Sinterschrumpfung. Bei gleicher Sintertemperatur bei HZ $_{120}$ und HZ $_{180}$ wurde die geringste Sinterschrumpfung bei Keramik A der Schichtstärke 1,6 mm ermittelt, bei 4,1 mm hat Keramik B bei beiden Haltezeiten und Keramik D bei HZ $_{180}$ die minimalste Sinterschrumpfung. Das Sintern bei ± 20 K bei allen drei

Haltezeiten führt ausnahmslos bei Keramik A bei einer Schichtstärke von 1,6 mm zur minimalsten Sinterschrumpfung. Die Schichtstärke von 4,1 mm zeigt bei HZ $_{180}$ ebenfalls mit Keramik A die minimalste Sinterschrumpfung, bei HZ $_{60}$ und HZ $_{120}$ lässt Keramik D die minimalste Sinterschrumpfung erkennen.

5.6. Fehlerbetrachtung bei der Probenherstellung und Methodik

Pro Keramiksystem wurden 450 Prüfkörper hergestellt. Trotz Prüfkörperherstellung nach der DIN Norm 13905 – 2 erfolgte die Herstellung nicht unter identischen maschinellen Bedingungen. Hervorgerufen durch die Probenherstellung sind Rückstände auf dem Verdichtungsstempel in Betracht zu ziehen, die zu Differenzen der Probenhöhe führen können. Abweichungen bedingt durch die Herstellung, beim Anrühren der keramischen Masse können möglich sein. Deutlich fehlerhafte Proben wurden verworfen. Weiterhin ist der Verdichtungsgrad bei der Vielzahl der Proben nicht evaluierbar. Beim ausmessen der Proben sind Messfehler sowie Toleranzen der Messlehre von ± 0,02 zu berücksichtigen.

Eventuelle Differenzen der Probenhöhe, bedingt durch die Probenherstellung, können Abweichungen bei der Transparenzmessung auslösen. In gleichem Maße muss eine reduzierte Intensität der Lampe des verwendeten Mikroskops berücksichtigt werden. Ferner sind auf der Probenunterfläche Surfalox Rückstände der Brennronde möglich, die zu Beeinträchtigung der Lichtintensität führen können. Der kritische Aufbau muss die Reflexion berücksichtigen, die bei unterbrannten oder entprofilierten Keramiken größer ist.

6. Diskussion

Die Sinterung und der resultierende Brenngrad von dentalkeramischen Massen werden durch Variation unterschiedlicher Sinterparameter sowie verschiedenen Schichtstärken beeinflusst.

Bis heute fehlt in der Literatur eine systematische Aufbereitung der Parameter, Sintertemperatur und Haltezeit in Abhängigkeit von der Schichtstärke. Mit den beiden hochbrennenden Keramiken Vita VM 7 und Vita Omega (Markteinführung 1997 und 1990) wurden zwei Keramiksysteme gewählt, die zum Standard im zahntechnischen Labor zählen. Durch die mittelbrennende Keramik Imagine Reflex, konnte 2002 die erste keramische Masse mit einer Nanoleuzitstruktur auf dem Markt angeboten werden. Die hydrothermale Keramik SYMBIOceram (seit 1993 erhältlich) ermöglicht im Gegensatz zur Duceragold Keramikmasse ein Aufbrennen auf konventionelle Legierungen.

Wie dem Anhang entnommen werden kann, wird die mittlere keramische Transparenz signifikant von der Sintertemperatur beeinflusst. Die Errechnung des Bestimmtheitsmaßes verifiziert diese Behauptung. Im Gegensatz dazu, führte die Berechnung des Bestimmtheitsmaßes bei der Sinterschrumpfung im Resultat zu wesentlich kleineren Werten, womit erkennbar wird, dass die Sinterschrumpfung von weiteren unbekannten Faktoren beeinflusst wird. Der tendenziell geringe Anstieg von R^2 bei der vom Hersteller empfohlenen Sintertemperatur mit ansteigender Schichtstärke spricht für einen möglichen Einfluss der Schichtstärke.

6.1. Transparenz

Die Messung der Transparenz erfolgte an zuvor gesinterten Probekörpern mit Hilfe der Photoshop – Histogrammfunktion (Adobe Photoshop 7.0, siehe Kap. 4.4) wodurch ein Vergleich der Werte - verschiedener Keramiken und unterschiedlichen Sinterbedingungen - möglich wurde.

Je höher die Transparenz einer Keramik ist (d. h. je stärker der Schwarze Balken durch die keramische Probe durchscheint), desto größer ist die Anzahl der schwarzen Pixel innerhalb dieser Probe. Diese Methode wurde nach eigener Kenntnis erstmalig in ähnlicher Form von *HOUSHMAND (2007)* angewendet [37].

Die beobachtete geringe Streuung der Messwerte bei der vom Herstellerempfohlenen Sintertemperatur deutet auf eine relativ hohe Verlässlichkeit der Methode hin.

Auf Grund dessen, konnte die vorliegende Untersuchung beweisen, dass sich die durchgeführten subjektiven Untersuchungen von *CLAUS* (1990), *SCHÄFER* und *APEL* (2004) mit Hilfe digitaler Verfahren präzisieren lassen [16, 82].

Die Transparenz und Farbintensität ist nach *CLAUS* von der im Gefüge vorliegenden Glasphase abhängig. Je höher dieser Anteil ist, desto transparenter und farbintensiver wird die dentalkeramische Masse [16]. *CLAUS* und *RINN* stellten fest, dass der bewusst gesteuerte Sinterprozess in Form einer Langzeitaufheizung die Transparenz und Brillianz intensiviert. [16, 78]. Wie die vorliegende Untersuchung belegt, kann ebenfalls durch eine Verlängerung der Haltezeit eine erhöhte Transparenz hervorgerufen werden. Nach Claus 1990 rufen hohe Sintertemperaturen und kurze Haltezeiten identische Effekte, wie niedrige Temperaturen und lange Haltezeiten hervor [16]. Dieser Zusammenhang konnte durch die Dunkelfeld- und Interferenzaufnahmen im Bereich der variierten Parameter gestützt werden.

JORGENSON et al. konnten 1979 nachweisen, dass bei den untersuchten Schichtstärken 1 mm bis 3 mm, die dickeren Proben bessere Farbresultate erzielten [41]. *BRODBELT* et al. (1980) ermittelten die Transparenz, mit Hilfe der direkten Transmission und der totalen Transmission. Wie die Autoren bewiesen, wurde die totale Transmission mit ansteigender Schichtstärke reduziert [8].

Die Autoren *ANTONSON* et al. (2001) untermauern mit ihrer Veröffentlichung die Ergebnisse von *JORGENSON et* al. (1979). Von den

untersuchten Schichtstärken 0,7 mm bis 1,5 mm, war bei stärkeren Proben ein Anstieg der Transparenz ersichtlich [1, 41].

Nach *HEFFERNAN* et al. (2002) und *BRODBELT* et al. (1980) kann die Transparenz von der Schichtstärke beeinflusst werden [8, 32]. Wie die Studie von *HEFFERNAN* et al. belegte, können offensichtlich identische Materialien (Empress und Empress 2) durch die Schichtstärke beeinflusst werden. Dabei wurden Schichtstärken von 0,5 mm und 0,8 mm untersucht. Dünne Schichtstärken zeigten eine stärkere Transparenz [32].

Weiterhin erbrachten *ULUDAG* et al. und *PEIXOTO* et al. in ihren Untersuchungen 2007 den Nachweis, dass eine signifikante prozentuale Reduktion der Lichtdurchlässigkeit bei ansteigender Schichtstärke der Proben zu verzeichnen war. *PEIXOTO* et al. untersuchten dabei Schichtstärken von 1,0 mm bis 4,0 mm, *ULUDAG* et al. Keramikschichtstärken der Höhe 0,5 mm, 1,0 mm und 1,5 mm [68, 95].

Die vorliegende Untersuchung bekräftigt die Arbeiten von *HEFFERNAN* et al., *BRODBELT* et al., *ULUDAG* et al. und *PEIXOTO* et al. [8, 32, 68, 95]. Es konnte bewiesen werden, dass alle vier Keramiken bei Anstieg der keramischen Schichtstärke eine Reduktion der Transparenz erfahren.

Innerhalb der jeweiligen Keramikmasse war mit Erhöhung der Sintertemperatur ein Anstieg der Transparenz zu verzeichnen. Ferner hat die Sintertemperatur mit $p \leq 0{,}05$ einen signifikanten Einfluss. Weiterhin wurden die Signifikanzen, mit $p > 0{,}05$ als nicht signifikant, $p \leq 0{,}01$ sehr signifikant und $p \leq 0{,}001$ als höchst signifikant festgelegt [10]. Mit Hilfe des Bestimmtheitsmaßes R^2 konnte gezeigt werden (siehe Kap.10), das die Temperatur einen entscheidenden Einfluss auf die Transparenz ausübt (bei einer Bandbreite von 0,59 bis 0,99) und nur wenig von weiteren Einflussfaktoren abhängig ist. Die Verminderung von R^2 bei ansteigender Schichtstärke, lässt einen maßgeblichen Einfluss der Schichtstärke vermuten.

Weiterhin bewirkt eine Verlängerung der Haltezeit ansteigende Lichtdurchlässigkeiten. Geringe Transparenz zeigte die hydrothermale Keramik D ab einer Schichtstärke von 2,1 mm.

Ferner lässt die hochbrennende Keramik B bei Schichtstärken von 3,1 mm bis 4,1 mm nur geringe Lichtdurchlässigkeiten erkennen.
Eine Erklärung für die abweichende Transparenz kann möglicherweise die unterschiedliche Zusammensetzung innerhalb der einzelnen Keramiksysteme sowie die unterschiedliche Kristallgröße sein. Die hochbrennende Keramik A besteht aus zwei Glasphasen, die sich in Größe und Brechungsindex unterscheiden, um identische Brechungseigenschaften zu erzielen, die den Materialien mit Kristall- und Glasphase ähneln [58]. Die Kristallgrößen von Keramik A und Keramik B betragen 1 µm bis maximal 3 µm. Dabei liegt bei Keramik B keine Feinverteilung vor, wodurch sich Agglomerate bilden, die dann einen Durchmesser von 10 µm erreichen können. Bei der mittelbrennenden Keramik C werden Kristallgrößen <1000 nm angegeben. Während dessen der Hersteller für die hydrothermale Keramik D Kristallgrößen von 0,3 µm bis 1 µm angibt.
Es müssen ebenfalls Temperaturdifferenzen innerhalb der Sinterkammer, wie auch eine inhomogene Durchwärmung der Sinterkammer in Betracht gezogen werden [52]. Weiterhin kann die Lage der Thermoelemente Einfluss auf das Resultat der gebrannten keramischen Scherbe haben [93]. Diese Temperaturdifferenzen können Ursache für profilierte Oberflächen und opake Proben sein. Grund für dieses Resultat sind Abweichungen innerhalb des Sicherheitsabstandes zum Glaspunkt der Keramik. Wird die keramische Masse während der Sinterung nicht oberhalb der Glasphase und ausreichend lange erwärmt, gelangen die im Schlicker enthaltenen Bläschen nicht an die Oberfläche.
Wie die Ergebnisse Kap. 5.1. zeigen, ist bei der der mittelbrennenden Keramik C und herstellerempfohlenen Haltezeit von 120 s eine höhere Transparenz ersichtlich, als bei identischen Parametern und einer Haltezeit von 60 s. Wie dem Anhang C (CD-ROM) entnommen werden kann, hat die Sintertemperatur einen signifikanten Einfluss auf die Transparenz.

Das extrem hohe Bestimmtheitsmaß von 0,99 bestätigt die Beeinflussung der Sintertemperatur. Nach Herstellerangaben soll diese Haltezeit einen

Sicherheitseffekt provozieren, um eine Überhitzung des Keramikofens zu verhindern. Weiterhin empfiehlt der Hersteller diese Haltezeit, um eine optimale Sinterung – mit Erreichen der Glastemperatur- der geschichteten Grünlinge zu gewährleisten.

6.2. Sinterschrumpfung

Wie die vorangegangenen Ergebnisse gezeigt haben, ist adäquat zu den Studien von *CLAUS, LUDWIG* und *SCHÄFER* die Sinterschrumpfung durch eine deutliche Reduktion des Massevolumens gekennzeichnet [16, 51, 82].

HENNICKE und *KLEIN*, *REULING* und *SIEBERT* sowie *YAMAMOTO* berichten von einer Sinterschrumpfung von 30–40 % linear [33, 75, 98].

Unabhängig von der Verdichtungsmethode oder ob eine Verdichtung stattgefunden hat, ändert sich nach Y*AMAMOTO* die Sinterschrumpfung nicht signifikant [98]. Konträr dazu berichten *SKINNER* und *KAPPERT* et al. von einer reduzierten Sinterschrumpfung durch Verdichtung [42, 43, 89]. Wie die Untersuchung belegt, konnte durch Kondensation der keramischen Masse mit Vibration eine Sinterschrumpfung von 11,46 % bis 19,71 % erzielt werden.

Auf Grund der vorangegangen Ergebnisse, dass dünne Schichtstärken der Keramik eine höhere Sinterschrumpfung als dickere Proben aufweisen, wurden die Ergebnisse durch eine zweite Messung der Prüfkörper verifiziert. Dafür wurde der Probekörper mit einer digitalen Schiebelehre (Dial Caliper D, Fa. Pluradent Offenbach) in der Höhe zweimal vermessen (siehe Anhang D, CD-ROM, Abb. 68-71, S. 49 ff.). Als Messpunkte dienten der Rand sowie das Zentrum der Probe. Die Messung in der vertikalen ergab eine Sinterschrumpfung von 9,73 % bis 20,27 %. Wie die Ergebnisse Kap. 5.3. gezeigt haben, war mit Ausnahme der Keramik A bei HZ_{60} und HZ_{120} sowie Keramik C bei HZ_{60} bei ansteigender Schichtstärke eine Reduktion der Sinterschrumpfung ersichtlich.

Durch die Kontrollmessung konnte gezeigt werden, dass mit Ausnahme der Haltezeit von 180 Sekunden - 20 K über der herstellerspezifischen Sintertemperatur - bei Schichtstärke 4,1 mm eine geringere Sinterschrumpfung als bei Schichtstärke 1,6 mm gemessen wurde. Ursache für dieses Phänomen könnte möglicherweise eine unterschiedliche Sinterschrumpfung innerhalb der Verblendscherbe sein.

Mit Überraschung zeichnete sich ein tendentieller Anstieg der Sinterschrumpfung bei 20 K über der empfohlenen Sintertemperatur bei einer verlängerten Haltezeit von 180 s bei Erhöhung der Schichtstärke ab.

Wie von *BIFFAR* und *KLINKE* 1995 [4] beschrieben, konnte übereinstimmend bei beiden Messreihen ein Anstieg der Sinterschrumpfung mit steigender Sintertemperatur sowie verlängerter Haltezeit gezeigt werden.

Mit Hilfe der Regressionsmodelle konnten keine einheitlichen Paradigmen innerhalb der einzelnen Keramiken sowie zwischen den verschiedenen Keramiksystemen sichtbar gemacht werden. Keines der aufgeführten Modelle kann als zuverlässig angesehen werden, dennoch ist in den Abbildungen (36 – 38, 41 – 43, 46 – 48, 51, 53,) ein Trend der kubischen Funktion erkennbar. Darüber hinaus müssen die Verbindunglinien zwischen den einzelnen Stichprobenpunkten als Trend betrachtet werden. Aus diesem Grund kann keine allgemein gültige Aussage getroffen werden. Es wird jedoch erkennbar, dass die Haltezeit einen signifikanten Einfluss auf die Sinterschrumpfung hat. Wie die statistische Auswertung (siehe Anhang D) gezeigt hat, ist das Bestimmtheitsmaß R^2 bei Keramik C deutlich ausgeprägter im Vergleich zu Keramik A, B und D. Darüber hinaus, wird R^2 bei einem Anstieg der Schichtstärke reduziert, wodurch offensichtlich wird, dass eine Veränderung der Schichtstärke nicht unwesentlich ist. Somit ist davon auszugehen, dass die Sinterschrumpfung neben der Haltezeit von weiteren Einflussfaktoren abhängig ist.

Um eine einheitliche Aussage hinsichtlich der Regressionsmodelle treffen zu können, wäre eine Steigung der Stichprobenzahl erstrebenswert. Dies sollte in weiteren Arbeiten aufgenommen werden.

Auf Grund der erzielten Ergebnisse, bleibt zu diskutieren, ob der Wärmeeintrag ausreichend ist, den geschichteten Grünling vollständig zu erwärmen und inwieweit ein möglicher Einfluss der entstehenden Schichtungsvakuolen bei dickeren Proben besteht. Dünne Scherben werden dichter gesintert infolge der geringeren Masse, bei dickeren Proben werden die Hohlraumvakuolen durch Unterdruck nicht entfernt.

Weiterhin ist zu klären, ob auf Grund der unterschiedlichen Temperaturgradienten innerhalb der Sinterkammer [52] dieser mit ansteigender Probenschichtstärke reduziert wird und somit ein Erreichen der Glastemperatur auch nicht zuverlässig ist. Eine opake, inhomogene keramische Scherbe kann die Folge sein.

Durch die vorliegende Untersuchung konnte bestätigt werden, dass eine gut verdichtete und gesinterte Keramik mit der keramischen Transparenz korreliert. Dickere Proben wurden „milchiger“, dünne Proben zeigen eine ausgeprägte Lichtdurchlässigkeit. Dabei wird wahrscheinlich für dünnere Proben der Energieeintrag und Evakuierung der Porositäten ausreichend sein, für stärkere Proben nicht. Um diesen entstehenden Effekt zu beherrschen, enthalten die keramischen Massen Trübungsmittel.

Unterschiedliche Schichtstärken der Keramikscherben können unter Umständen klinische Relevanz hinsichtlich der ungleichen Spannungsverteilung zeigen. Somit kann bei dünneren Arealen die Zugspannung höher sein, als bei stärkeren in der Verblendzone. In der Folge ist ein Chipping der dickeren Keramikverblendung in Betracht zu ziehen. Als Ursache kann ein unterschiedliches Zugspanungsverhalten [69] zwischen dickeren und dünneren Arealen innerhalb der Verblendscherbe verantwortlich sein. So ist der Forderung der Anwendungsvorschriften zu erklären, gleichmäßige Schichtstäken bei der Herstellung keramisch verblendeter anzustreben.

7. Zusammenfassung

Ziel der vorliegenden Arbeit war es zu klären, inwieweit unterschiedliche Schichtstärken und Sinterparameter einen Einfluss auf die mittlere Transparenz und Oberflächenqualität sowie Sinterschrumpfung haben.

In 720 Sinterbränden wurden insgesamt 1800 Prüfkörper aus 4 verschiedenen Keramikmassen (Transparentmassen von Markennamen, Vita VM 7, Vita Omega, Imagine Reflex und SYMBIOceram) in Anlehnung an DIN 13905-2 mit verschiedenen Schichtstärken und Modifikation der Sinterparameter Haltezeit und Sintertemperatur hergestellt und die Transparenz der Proben untersucht. Repräsentativ wurde die Oberflächenqualität von 560 Proben dargestellt. Die ausgewählten Keramikmassen sind charakteristische Vertreter der niedrig, mittel und hochbrennenden Verblendkeramiken.

Die mittelbrennende Keramik C (Imagine Reflex) zeigt bei 20 K unter der vom Hersteller empfohlenen Sintertemperatur sowie bei Herstellerempfehlung – exclusive Schichtstärke 1,6 mm und HZ_{180} - bei allen Haltezeiten die höchste Transparenz. Mit Ausnahme der Schichtstärke 4,1 mm der hochbrennenden Keramik B sowie den Schichtstärken 3,1 mm bis 4,1 mm der hydrothermalen Keramik D (SYMBIOceram), ist bei allen vier Keramiken unter Temperaturanstieg und Verlängerung der Haltezeit ein Anstieg der Transparenz zu erkennen.

Ein Anstieg der Probenschichtstärke führt ausnahmslos bei allen vier keramischen Massen zu einem Verlust der Lichtdurchlässigkeit. Durch die Darstellung der Oberflächengüte konnte nachgewiesen, dass ein Anstieg der Sintertemperatur sowie die Verlängerung der Haltezeit eine Reduktion der Porositäten bei der hochbrennenden Keramik A und B sowie der mittelbrennenden Keramik C evoziert.

Anhand der vorliegenden Arbeit konnte gezeigt werden, dass hohe Sintertemperaturen und kurze Haltezeiten identische Effekte hervorrufen, wie niedrige Temperaturen und lange Haltezeiten. Dies bestätigt die Untersuchung von Claus (1990) [16].

Die vorliegende Untersuchung konnte jedoch zeigen, dass hier die Effekte für die Lichtdurchlässigkeit durch Steigerung der Sintertemperatur für dickere Schichtstärken prozentual sich stärker auswirken. Zusätzlich erzeugt die Verlängerung der Haltezeit im jeweiligen Temperaturbereich eine Verstärkung der Transparenz bei allen Keramiken. Dies lässt vermuten, dass nicht nur die Sinterung verbessert wird, sondern auch zuverlässiger Porositäten an die Oberfläche transportiert werden. Die Sintertemperatur nimmt einen deutlichen Einfluss auf die mittlere Transparenz. Mit höherer Sintertemperatur steigt erwartungsgemäß die Sinterschrumpfung, jedoch sind die Effekte prozentual bei dünneren Proben (1, 6 mm) höher als dickeren Proben (4, 1 mm). Eine Verlängerung der Haltezeit auf 120 und 180 Sekunden sowie die Temperaturerhöhung provoziert eine gesteigerte Sinterschrumpfung.
Entgegen der Annahme, dass keramische Massen mit zunehmender Schichtstärke stärker schrumpfen, zeigten die Ergebnisse eine Tendenz abnehmender Sinterschrumpfung. Die dünnsten Schichtstärken zeigten die höchsten relativen Sinterschrumpfungen. Weiterhin konnte gezeigt werden, dass bei der Mehrzahl der untersuchten Schichtstärken eine Erhöhung der Sintertemperatur und Haltezeit mit einem Anstieg der Sinterschrumpfung korreliert. Jedoch dieser Anstieg zwischen dünneren und stärkeren Proben unterschiedlich ausfällt.

Temperaturerhöhung und Verlängerung der Haltezeit intensivieren die Transparenz und erhöhen die Sinterschrumpfung. Bei dünneren Schichten ist mit höheren Effekten aus der Sinterschrumpfung als bei dickeren Schichtstärken zu rechnen.
Die Untersuchung belegt, dass eine Sinterung mit ausreichender Wärmezufuhr erst zuverlässig die Transluzenz der keramischen Verblendung erzeugt.
Bei größeren Schichtstärken ist die vollständige Durchsinterung nicht so zuverlässig, wie bei dünneren Schichtstärken. Haltezeit und Sintertemperatur müssen auf Grund der Schichtstärken angepasst werden.

8. Literaturverzeichnis

1. Antonson, S.A. and K.J. Anusavice, *Contrast ratio of veneering and core ceramics as a function of thickness.* Int J Prosthodont, 2001. 14(4): p. 316-320.
2. Barghi, N. *Color and glaze:effects of repeated firings.* J Prosthetic Dentistry, 1982(47): p. 393-395.
3. Barghi, N. and Goldberg, *Porcelain shade stability after repeated firings.* J Prosthetic Dentistry, 1977(37): p. 173-175.
4. Biffar, R. and T. Klinke, *Einfluss von Sintertemperatur und Haltezeit auf die Oberflächenbeschaffenheit hydrothermaler Verblendkeramik.* Rostock. Medizin. Beitr., 1995(4): p. 169 - 181.
5. Biffar, R., T. Klinke, und A. Mattmüller, *Longitudinale Studie zum Frakturrisiko von hydrothermaler Verblendkeramik Duceragold über mehr als 36 Monate.* Dtsch. Zahnärztl. Zeitung, 1997(52).
6. Brauner, J., *Klinische Bewertung von Kronen und Brücken aus Lithium - Disilikat - Glaskeramik.* 2003.
7. Brinkhaus, R., *Der Einfluss der Abkühlungsgeschwindigkeit nach dem Brand auf den Wärmeausdehnungskoeffizienten von Metallkeramik.* Dissertation Universität Köln, 1984.
8. Brodbelt, R.H.W., W.J. O´Brien, and P.L. Fan, *Translucency of Dental Porcelains.* Journal of Dental Research, 1980. 59(1): p. 70-75.
9. Brosius, G., *SPSS/PC+Basics und Graphics*. 1988, Hamburg: McGraw-Hill. 285-291.
10. Bühl, A. and P. Zöfel, *SPSS 11 Einführung in die moderne Datenanalyse unter Windows*, ed. P. Studium. Vol. 8. 2002, München: Pearson Studium.
11. Cheung, K.C. and B.W. Darvell, *Sintering of dental porcelain:effect of time and temperature on appearance and porosity.* Dental Materials, 2002(18): p. 163-173.
12. Claus, *Werkstoffkundliche Grundlagen der Dentalkeramik.* Dental - Labor, 1980(28).
13. Claus, H., *Entwicklung der Metallkeramik.* ZWR, 1980. 89(3): p. 36 - 39.
14. Claus, H., *Eine terminologische und werkstoffkundliche Betrachtung.* Zahnärztliche Welt, 1981. 90(44): p. 44-46.
15. Claus, H., *Dentalkeramische Massen vor, während, und nach dem Brennprozeß.* ZWR, 1985. 94(8): p. 612 - 616.
16. Claus, H., *Das Gefüge und Mikrogefüge der Dentalkeramik in Abhängigkeit von den Brennbedingungen.* Quintessenz Zahntechnik, 1990(16): p. 1479 - 1495.
17. Dorsch, P., *Spannungen im metallkermischen System in Abhängigkeit von der thermischen Vorgeschichte.* Ceramic forum international/Berichte der DKG, 1981. 58(3).
18. Dorsch, P., *Thermische Verträglichkeit von Werkstoffen für metallkeramischen Zahnersatz.* 1982(59): p. 159 - 163.
19. Dorsch, P., *Die thermische Dehnung von Dental - Legierungen und Dental - Keramiken.* Dental - Labor, 1983. 10: p. 1237-1242.
20. Dorsch, P., *Harmonie von Keramik und Legierung - Thermisches Verhalten im Vergleich.* Dental Labor, 1986. 34: p. 1343 - 1348.
21. Eichner, K. und H.F. Kappert, *Zahnärztliche Werkstoffkunde und ihre Verarbeitung*. 1996: Hüthig Verlag Heidelberg.

22. Fairhurst, C. W., K. J. Anusavice, D. T. Hashinger, R. D. Ringle, S. W. Twiggs, *Thermal expansion of dental alloys and porcelains.* J. Biomed. Mat. Res., 1980(14): p. 435 - 446.
23. Fischer, J., *Der Sinterprozess dentaler Aufbrennkeramik.* Schw. Monatsschr. Zahnmed., 1994(104): p. 848-853.
24. Fischer, J., *in Kappert, H.F. Vollkeramik Werkstoffkunde - Zahntechnik - klinische Erfahrung.* 1996.
25. Fleetwood, P.W., B. Dörfler, und J. Fischer, *Prüfung dentaler Edelmetall - Gußlegierungen.* Quintessenz Zahntechnik, 1995(21): p. 1537 - 1546.
26. Freesmeyer, W.B. und W. Lindemann, *Einfluss der Brennbedingungen auf das Rekristallisationsverhalten aufbrennkeramischer Massen.* Dtsch. Zahnärztl. Zeitung, 1985(40).
27. Geis-Gerstorfer, J., *in Vollkeramik Werkstoffkunde - Zahntechnik - klinische Erfahrung.* 1996.
28. Geis - Gerstorfer, J., *Vom Rohstoff zur Dentalkeramik.* Quintessenz Journal, 1997(27): p. 35 - 43.
29. Gotsch, W., *Das ökonomische Prinzip in der Keramik.* Dental - Labor, 2005(4).
30. Hahn, C. und K. Teuchert, *Bedeutung des glaskeramischen Systems K_2O Al_2O_3 $6SiO_2$ in der dentalen Aufbrennkeramik.* Ber Dtsch Keram Ges, 1980. 9: p. 208.
31. Hajto´J., S.H., *Optische Eigenschaften von Verblendkeramiken auf Kronengerüsten aus Zirkoniumdioxid.* Quintessenz Zahntechnik, 2006. 32(5): p. 466-483.
32. Heffernan, M.J. et al., *Relative translucency of six all-ceramic systems. Part I: Core materials.* Journal of Prosthetic Dentistry, 2002. 88(1).
33. Hennicke, H.W., Klein, S., *in Kappert, H.F. Vollkeramik Werkstoffkunde - Zahntechnik - klinische Erfahrung.* 1996.
34. Hohmann, A. und W. Hielscher, *Lehrbuch der Zahntechnik*. 2001: Quintessenz Verlag GmbH, Berlin, Chicago, London, Paris, Sao Paulo, Tokio.
35. Hohmann, W., *Dentalkeramik auf der Basis hydrothermaler Gläser*. 1993, Berlin: Quintessenz Verlags - GmbH.
36. Holloway, J.A. and R.B. Miller, *The effect of core translucency on the aesthetics of all-ceramic restorations.* Pract Periodontics Aesthet Dent, 1997(9): p. 567-574.
37. Houshmand, M., *Einfluss der Anstiegsrate der Sintertemperatur auf die Transparenz und das Schrumpfungsverhalten keramischer Verblendungen.* Dissertation Universität Greifswald, 2007.
38. Janda, R., *Gläser, Glaskeramiken und Keramiken Teil 2.* Quintessenz Zahntechnik, 2007. 33(2): p. 186-194.
39. Janda, R., *Silikatkeramiken Zusammensetzung, Eigenschaften, Anwendung, Wertung:Teil 1.* Quintessenz Zahntechnik, 2007. **4**(33): p. 448 - 456.
40. Janda, R., *Vollkeramiken: Zusammensetzung, Eigenschaften, Anwendung, Wertung.* Quintessenz Zahntechnik, 2007. 33(1): p. 46 - 60.
41. Jorgenson, M.W. and R.J. Goodkind, *Spectrophotometic study of five porcelain shades relative to the dimensions of color, porcelain thickness, and repeated firings.* The Journal of Prosthetic Dentistry, 1979. 42(1): p. 96-105.
42. Kappert, H.F., *Vollkeramik Werkstoffkunde - Zahntechnik - klinische Erfahrung*. 1996, München: Quintessenz Verlag GmbH, Berlin, Chicago, London, Paris, Sao Paulo, Tokio.
43. Kappert, H.F. and M. Krah, *Keramiken - eine Übersicht.* Quintessenz Zahntechnik, 2001. 27(6): p. 668 - 704.

44. Kern, M., *Vollkeramik-Grenzgänger oder vertrauter Kosmos.* ZW Zahntechnik, 2008(1-2): p. 14-19.
45. Klinke, T., Biffar, R., *Einfluss von Sinterbedingungen auf die Sintergüte von Verblendkeramiken.* Quintessenz Zahntechnik, 2000(26).
46. Komma, O., *Hydrothermal dental ceramics systems.* 1993.
47. Kreutzmann, H.-A., *Die Aufbrennkeramik.* Zahntechnik, 1979. 20(1): p. 11.
48. Krumbholz, K., *Leuzit - Kristallisation in keramischen Aufbrennmassen.* Quintessenz Zahntechnik, 1983(11): p. 1175 - 1179.
49. Krumbholz, K., *Wärmedehnung keramischer Massen.* Dental - Labor, 1986(36).
50. Lindemann, W., *Rekristallisationsvorgänge in keramischen Massen während des Brennprozesses.* Quintessenz der Zahntechnik, 1983(6): p. 573-678.
51. Ludwig, K., *Lexikon der zahnmedizinischen Werkstoffkunde*. 2005: Quintessenz Verlag GmbH, Berlin, Chicago, London, Paris, Sao Paulo, Tokio.
52. Lukas, C., *Vergleichende Untersuchung zum Temperaturverlauf in Abhängigkeit in unterschiedlichen Keramiköfen und unterschiedlicher Sinterprogramme.* Dissertation Universität Greifswald, 2006.
53. Machert, J.R., *Auswirkungen wärmebedingter Veränderungen auf die Kompatibilität von Keramikmaterial und Metall*. 1989, Berlin: Quintessenz.
54. Mackert, J.R, J.M.B. Butts, and C.W. Fairhurst, *The effect of the leucite transformation on dental porcelain expansion.* Dent Mater, 1986(2): p. 32-36.
55. Mackert, J.R., Jr. and A.L. Evans, *Effect of Cooling Rate on Leucite Volume Fraction in Dental Porcelains.* Journal of Dental Research, 1991. 70(2): p. 137-139.
56. Marxkors, Meiners, *Taschenbuch der zahnärztlichen Werkstoffkunde*. 1993: Carl Hanser Verlag München Wien.
57. Mattmüller, A., *Hydrothermale Verblendkeramik - Ein erster Erfahrungsbericht aus der klinischen Praxis.* 1995(46).
58. Mc Laren, E.A, A.G. Russel, Pober, Richard, und A. Basem, *Zweiphasige Vollglas - Verblendkeramik.* Quintessenz Zahntechnik, 2004. 1(30): p. 32 - 45.
59. McLean, J.W, *The Science and Art of Dental Ceramics. Vol. 1: The Nature of Dental ceramics and Their Clinical Use.* 1979: p. 1-50.
60. McLean, J.W, *Current Status and Future of Ceramics in Dentistry. In: Ceramic Engineering and Science Proceedings.* The American Ceramic Society, 1985(6): p. 1 - 9.
61. McLean, J.W. and T.H. Hughes, *The reinforcement of dental porcelain with ceramic oxides.* Br. Dent. J., 1965. 125(251).
62. McLaren, E.A, *The skeleton buildup technique: A systematic approach to the three-dimensional control of shade and shape.* Pract Periodontics Aesthet Dent, 1998(10): p. 587 - 597.
63. McLean, J.W., *New dental ceramics and esthetics.* J Esthet Dentistry, 1995(7): p. 141-149.
64. McLean, J.W, *Evolution of dental ceramics in the twentieth century.* The Journal of Prosthetic Dentistry, 2001(85): p. 61-66.
65. Moffa, J.P., *Porcelain Materials. Vortrag auf der International State of the Art Conference on Restorative Dental Materials.* 1986: p. 5-18.
66. O´Brien, W.J. and G. Ryge, *Relation Between Molecular Force Calculations and Observed Strengths of Enamel-metal Interfaces.* Journal Amer. Ceramic Soc., 1964. 47: p. 5-8.

67. Pawlik, K. und H. Moosbrugger, *Lineare Modelle Regressions- und Varianzanalysen*. 1 ed. 1994, Bern: Hans Huber. 108 - 144.
68. Peixoto, R.T.R.C., Paulinelli, V.M.F., Sander, H.H, Lanza, M.D., Cury, L.A., Poletto,L.T.A., *Light transmission through porcelain.* Dental Materials, 2007(23): p. 1363-1368.
69. Pospiech, P, J. Tinschert, und A. Raigrodski, *Keramik - Vollkeramik.* 2004.
70. Prasad, A., G.P. Day, and R.G. Tobey, *Perspectives in Dental Ceramics.* Qunitessenc Publ., 1988: p. 65-74.
71. Pröbster, L., *in Kappert, H.F. Vollkeramik Werkstoffkunde - Zahntechnik - klinische Erfahrung.* 1996.
72. Rasch, D. und K.D. Kubinger, *Statistik*. 1 ed. 2006, München: Elsevier Verlag. 245-279.
73. Reise, M., *Das kleine ABC der Verblendkeramik.* ZWP Spezial, 2004(4).
74. Reise, M., *Optisches Verhalten von zahnfarbenen Werkstoffen.* zt-aktuell,2005(10).
75. Reuling, N. und G.K. Siebert, *Keramische Werkstoffe - Entwicklungsstand und Bedeutung in der restaurativen Zahnheilkunde.* ZWR, 1987. 96(12): p. 1139 - 1146.
76. Richard, V.N., *Introdution to dental materials*. 2002, St. Louis:Elsevier. 235-236.
77. Riedwyl, H. und M. Ambühl, *Statistische Auswertungen mit Regressionsprogrammen*. 2000, München Wien: R.Oldenbourg Verlag. 60 - 189.
78. Rinn, L.A., *Die Bedeutung von Gefügedichte und Temperatursteuerung beim Keramikbrand.* Quintessenz Zahntechnik, 1994(20).
79. Rouf, M.A, L. Hermansson, and R. Carlsson, *Cristallization of Glasses in the Primary Phase Field of Leucite in the K_2O Al_2O3 SiO_2 System.* Trans J Brit Ceram Soc, 1978(77): p. 36 - 39.
80. Salmang, H. und H. Scholze, *Die physikalischen Grundlagen der Keramik*. 1968, Berlin: Springer Verlag.
81. Satava, V., et al., *Leucite Porcelain.* Ceramics - Silikaty, 2002. 46(1): p. 37-40.
82. Schäfer, A. und T. Apel, *Brenngradbestimmung an niedrigschmelzenden Keramiksystemen - eine obligatorische Maßnahme.* 2004(30).
83. Schäfer, A. und S. Wild, *Experimentelle Untersuchung über den Einfluss der Brandführung auf Wärmedehnung und Biegefestigkeit keramischer Massen für die Aufbrenntechnik.* Quintessenz Zahntechnik, 1993(19): p. 825 - 832.
84. Schillingburg, H.T. und J.C. Kessler, *Neuere Entwicklungen in der Keramiktechnik.* Quintessenz Zahntechnik, 1985. 7(745).
85. Schoenbeck, F., *Zahnärztliche Werkstoffkunde*. 1942, Leipzig:Barth.
86. Schweiger, J., *Vollkeramikrestauration mit bewährtem System.* ZWL, 2008. 2: p. 48-50.
87. Schwickerath, H., *Der Einfluss unterschiedlicher Wärmeausdehnungskoeffizienten auf das Verhalten metallkeramischer Konstruktionen.* Dtsch. Zahnärztl. Zeitung, 1983(38): p. 554 - 556.
88. Schwickerath, H., Mokbel, A. M., *Über den Einfluss unterschiedlicher Wärmeausdehnungskoeffizienten in der Metallkeramik.* Dtsch Zahnärztl Z, 1983. 38: p. 1033.
89. Skinner, E.W. and R.W. Phillips, *The Science of Dental Materials.* 1967.
90. Strietzel, R., *Die Werkstoffkunde der Metall - Keramik - Systeme*, ed. Auflage. 2005, München: Neuer Merkur.

91. Strietzel, R., *Metall - Keramik - Systeme, Physikalische Grundlagen Teil I.* Dental - Labor, 2005(5).
92. Tauber, M., *Gerüstgestaltung für metallkeramische Restaurationen.* Quintessenz Zahntechnik, 2006. 32(11): p. 1336 - 1342.
93. Tholey, M.J. und N. Thiel, *Das Brennen von dentaler Verblendkeramik.* Quintessenz Zahntechnik, 2009. **35**(8): p. 1018-1029.
94. Toutenburg, H. und Heumann, *Deskriptive Statistik Eine Einführung in Methoden und Anwendungen mit SPSS*. 2006, Berlin, Heidelberg, New York: Springer Verlag.
95. Uludag, B., A. Usumez, V. Sahin, K. Eser, E. Ercoban, *The effect of ceramic thickness and number of firings on the color of ceramic systems: An in vitro study.* Journal of Prosthetic Dent., 2007(97): p. 25-31.
96. Voß, R. und H. Meiners, *Fortschritte der Zahnärztlichen Prothetik und Werkstoffkunde*. Vol. 2. 1980, München, Wien: Carl Hanser Verlag.
97. Weinstein, M., S. Katz, and W. A.B, *Fused Porcelain to metal teeth.* 1962.
98. Yamamoto, M., *Metallkeramik Prinzipien und Methoden*. 1986: Quintessenz Verlag GmbH, Berlin, Chicago, London, Paris, Sao Paulo, Tokio.

9. Anhang A

9.1. Eidesstattliche Erklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Dissertation selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel benutzt habe.

Die Dissertation ist bisher keiner anderen Fakultät vorgelegt worden.

Ich erkläre, dass ich bisher kein Promotionsverfahren erfolglos beendet habe und das keine Aberkennung eines bereits erworbenen Doktorgrades vorliegt.

9.2. Lebenslauf

Persönliche Daten:

Name:	Heide Bölter
Geburtstag:	21. 10. 1974 in Rostock
Geburtsort:	Rostock
Staatsangehörigkeit:	deutsch
Familienstand:	ledig
Eltern:	G. Bölter [Dipl. med. paed.(FH)]
	W. Bölter Agrar Ing. (1986 verstorben)

Schulausbildung:

1981 – 1991	Polytechnische Oberschule Rostock
1998 – 2001	Abendgymnasium der Hansestadt Rostock

Berufsausbildung

1991 – 1992	Ausbildung zur Apothekenhelferin
1992 – 1996	Ausbildung zur Zahntechnikerin

Studium

2001 - 2006	Studium im Fach Zahnmedizin an der
	Ernst – Moritz – Arndt Universität Greifswald

Prüfungen

2002	naturwissenschaftliche Vorprüfung
2004	Zahnärztliche Vorprüfung
2006	Zahnärztliche Prüfung

Berufstätigkeit

1996 – 1997	Zahntechnikerin im Praxislabor
1997 – 2001	Zahntechnikerin im Dentallabor
2007 - 2009	Vorbereitungsassistentin
seit Januar 2010	niedergelassen in eigener Praxis

9.3. Danksagung

Besonders danke ich Herrn Prof. Biffar für die Überlassung des Themas sowie die wissenschaftliche Unterstützung während meiner Arbeit.
Weiterhin möchte ich bei meinem Mentor Herrn OA Dr. Thomas Klinke für die Unterstützung und Betreuung der Arbeit bedanken.

Ich bedanke mich weiterhin für die unentgeltliche Bereitstellung der keramischen Massen bei,

- Fa. DeguDent GmbH, Hanau
- Fa. Vita Zahnfabrik GmbH & Co. KG Bad Säckingen
- Fa. Wieland GmbH & Co KG Pforzheim

sowie der Fa. Dekema für die Bereitstellung des Keramikofens.

Weiterhin möchte ich mich bei meiner Mutter bedanken, dass sie mir die Kraft gegeben hat an meine Ziele zu glauben.

Abschließend bedanke ich mich bei meiner Freundin Franka für Ihre stets aufmunternden Worte.

10. Anhang B – F (CD - ROM)