

4. Material und Methode

Um die in Kapitel 3 gestellten Fragen und Hypothesen zu beantworten, wurden insgesamt 810 keramische Proben gefertigt.

Für jede in der Studie enthaltene Verblendkeramik wurden insgesamt 135 Prüfkörper hergestellt.



Abb. 3: Probenform nach DIN 13289

Die Proben wurden nach der in DIN 13289 dargestellten Weise hergestellt. Die keramische Masse (unpigmentierte Dentinmasse) wurde mit entionisiertem Wasser zu einem Schlicker angeteigt und in eine Verdichtungsform geschichtet. Die Form besteht aus einem Ring (PVC) mit den Innenmaßen $16 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$ und einem Verdichtungsstempel (Schlagstempel) mit einem Durchmesser von $16 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$.

Wird der Schlagstempel in den Formring eingeführt, entsteht eine Hohlform ($\text{Ø } 16 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$) mit einer Höhe von $1,6 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$.

Der angeteigte Schlicker wird in die Hohlform gefüllt und mit klopfenden Schlägen auf den Verdichtungsstempel kurzzeitig gerüttelt. Mit Hilfe eines Rüttlers (Fa. Schütz, Rosbach) wird der Schlicker so lange verdichtet, bis das austretende Wasser mit Filterpapier vollständig abgesaugt war.

Anschließend wird die gefüllte Form auf eine mit Filterpapier abgedeckte Glasplatte (150 mm x 75 mm x 20 mm, Fa. Becht, Offenburg) gestellt. Mit Schlägen auf den Verdichtungsstempel wird die Masse in der Hohlform über einer Glasplatte kondensiert und verdichtet. Der Überschuss tritt zwischen der Glasplatte und der Kunststoffform aus. Die ausgetretenen Überschüsse werden mit einem Schlagpinsel (Größe 8, Fa. Tanaka, Bad Homburg) entfernt. Bis zur Entnahme des Grünlings aus der Form, wird der Grünling 30 Minuten luftgetrocknet. Mit Hilfe des Entnahmestempels, welcher bündig in den Formring passt, wird der Rohling herausgedrückt und dann auf dem Brenngutträger positioniert.

4.1 Verblendkeramiken

Zur Herstellung der Prüfkörper wurde die unpigmentierte Dentinmasse von sechs verschiedenen Verblendkeramiken entsprechend DIN EN ISO 6872 verwendet. Dabei wurden randomisiert aus der Gruppe der hoch-, mittel- und niedrigbrennenden Keramiken typische Vertreter gewählt.

Verblendmassen:

- hochbrennende Keramik (> 901 °C)
 - Keramik A: Vita – Omega (Fa. Vita Zahnfabrik; Charge: 4593; Markteinführung 1990),
- mittelbrennende Keramik (801 – 900 °C):
 - Keramik B: Imagine – Reflex (Fa. Wieland Dental + Technik; Charge: 001/02; Markteinführung 2004)
 - Keramik C: Hera – Ceram (Fa. Heraeus Kulzer; Charge: 1301; Markteinführung: 2000)
 - Keramik D: Symbio – Ceram (Fa. DeguDent; Charge: 097-1; Markteinführung: 1999)
- niedrigbrennende Keramik (< 800°C):
 - Keramik E: Ducera – Gold (Fa. DeguDent; Charge: 3/99; Markteinführung: 1993)
 - Keramik F: Finesse (Fa. Dentsply; Charge: PP-030065; Markteinführung: 1996)

Werden die verwendeten Massen nach ihren Verarbeitungstemperaturen unterteilt, können sie in folgender Tabelle zusammengefasst werden:

Tabelle 1: Einteilung der Verblendmassen entsprechend der Sinterzyklen (Herstellerangaben)

Keramik	Sinter- programm	Vorwärm- temperatur [°C]	Trocken- zeit [sec.]	Aufheiz- quotient [K/min.]	Sinter- temperatur [°C]	Haltezeit [sec.]
A						
	1. Dentinbrand	600	360	55	930	60
	Glanzbrand	600	60	80	930	120
B						
	1. Dentinbrand	575	240	75	900	120
	Glanzbrand	575	240	75	880	60
C						
	1. Dentinbrand	600	300	99	860	60
	Glanzbrand	600	240	99	850	30
D						
	1. Dentinbrand	575	360	99	820	60
	Glanzbrand	575	180	99	800	60
E						
	1. Dentinbrand	450	360	55	785	60
	Glanzbrand	450	300	55	780	60
F						
	1. Dentinbrand	450	660	35	750	30
	Glanzbrand	450	360	70	740	20

4.2 Brenngutträger

Als Brennunterlage wurden fünf verschiedene handelsübliche Brenngutträger verwendet. Zum Einsatz kamen:



Abb. 4: Brennrunde

Masse g	77,66 (incl. Beschichtung)
Form	rund
Abmessung	Ø 79,6 x 0,9
Material	Platin
Trägervolumen (cm ³)	5,76
Dichte (g/cm ³)	14,83
Masse g	21,43
Form	rechteckig
Wärmeleitfähigkeit (W/mK)	71,6
Abmessung (W/mK)	47,8x31,3x13,2
Material	Al ₂ O ₃ Wabe
Wärmekapazität (J/K)	10,088
Trägervolumen (cm ³)	19,75
Dichte (g/cm ³)	3,98
Wärmeleitfähigkeit (W/mK)	24
Wärmekapazität (J/K)	22,46924



Abb. 5: Brennuntersatz Wabe
(Fa. Vita Zahnfabrik GmbH, Bad Säckingen)



Abb. 6: Wattebrenngutträger
(Fa. Vita Zahnfabrik GmbH, (Bad
Säckingen)

Masse g	1,86
Form	rechteckig
Abmessung	74,3 x 47,7 x 9,0
Material	Al ₂ O ₃
Trägervolumen (cm ³)	31,90
Dichte (g/cm ³)	Glaswolle: 2,5 Al ₂ O ₃ : 3,98
Wärmeleitfähigkeit (W/mK)	Al ₂ O ₃ : 24 Luft: 0.02
Wärmekapazität (J/K)	k.A.



Abb. 7: Siliziumnitrid–Brenngutträger
(Fa. Ivoclar, Schaan, Liechtenstein)

Masse g	44,0
Form	rund
Abmessung	Ø 66,6 x 6,0
Material	Siliziumnitrid
Trägervolumen (cm ³)	27,13
Dichte (g/cm ³)	3,2
Wärmeleitfähigkeit (W/mK)	15
Wärmekapazität (J/K)	22



Masse g	27,95
Form	rund
Abmessung	Ø 76,5 x 11,2
Material	k.A.
Trägervolumen (cm ³)	41,64
Dichte (g/cm ³)	k.A.
Wärmeleitfähigkeit (W/mK)	k.A.
Wärmekapazität (J/K)	k.A.

Abb. 8: Honeycomb–Thermo–Tray
(Fa.Heraeus Kulzer, Hanau)

Die Brennronde und der Siliziumnitrid – Brenngutträger wurden vor der Belegung mit Proben mit Biokrit-Schlicker (Al₂O₃-Pulver) bestrichen und getrocknet. Vor der Verwendung wurde ein Fixationsbrand bei 950,0 °C durchgeführt.

4.3 Prüfkörpersinterung

Jeweils neun, der nach beschriebener Methode hergestellten Grünlinge, wurden zum Sintern direkt auf den Brenngutträger im Quadrat angeordnet (Abb. 9 und 10).

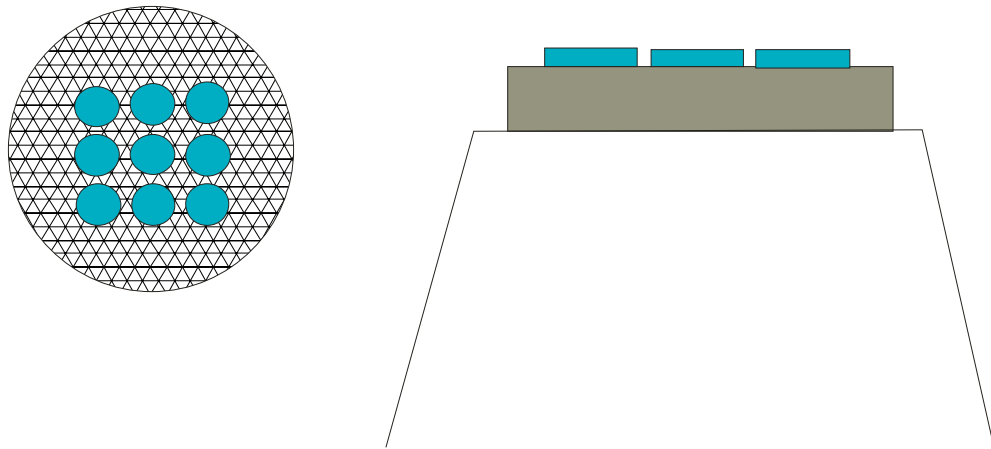


Abb. 9: Schematische Ausrichtung der Proben auf dem Brenngutträger



Abb. 10: Positionierung der Grünlinge auf dem Sinterträger
(hier: Honeycomb-Thermo-Tray)

4.4 Sinterung und Sinterofen

Der bestückte Brenngutträger wurde zur Sinterung der Grünlinge in den Sinterofen Austromat 3001 (Fa. Dekema, Freilassing, Bj. 1997, Herstellerinspektion 2003) eingebracht. Im Vorfeld der Untersuchung wurde der Ofen für die Protokollierung der tatsächlichen Temperatur am Wirkort modifiziert:

Die Sinterkammer des Ofens wurde mit einem externen, unabhängigen Thermoelement bestückt, um die Protokollierung des Temperaturverlaufes zu ermöglichen. Die Thermodrähte lagen innerhalb eines doppellumigen Keramikröhrchens (Al_2O_3) und waren mit einer Schweißperle (\varnothing 1,0 mm) verbunden. Nach Überprüfung der Schweißstelle und Kalibrierung des Thermoelementes, wurde die Sonde seitlich an dem Liftboden fixiert und bis zur Sinterkammer vorangeschoben. Die seitlich in die Sinterkammer eintretende Thermosonde wurde mittig und ca. 2,00 mm oberhalb der Keramikgrünlinge in der Sinterkammer positioniert.

Weiterhin wurde das ofeninterne Thermoelement außerhalb der Sinterkammer abgegriffen. Der Temperaturverlauf beider Thermosonden wurde mit einem A/D – Wandler „Spiderman 8“ (Fa. Hottinger – Baldwin, Darmstadt) digitalisiert und mit Hilfe der computergestützten Software „Catman 2.2“ (Fa. Hottinger – Baldwin, Darmstadt) aufbereitet. Die Abtastrate der Thermoelemente lag bei 10 Hz.

Vor Versuchsbeginn wurde der Ofen mit der hersteller-spezifischen Kalibrierungsmethode (DEKEMA Kalibrierungs-Set) in den Temperaturbereichen bis 962,0 °C und den unteren Temperaturbereichen mit der eingebrachten Thermosonde kalibriert.

Vor jeder Sinterung der Proben durchlief der Ofen einen Reinigungszyklus, um Verunreinigungen der Sinterkammer zu vermeiden und Artefakte in den transparenten Proben zu reduzieren.

Die hergestellten Proben wurden den Angaben des ersten Dentinbrandes und des Glanzbrandes gemäß gesintert. Entsprechend des Untersuchungsdesigns, wurden zusätzliche Proben 20,0 K oberhalb und unterhalb der Herstellerempfehlungen gesintert. Eine nachträgliche Bearbeitung der Probenoberfläche wurde nicht durchgeführt.

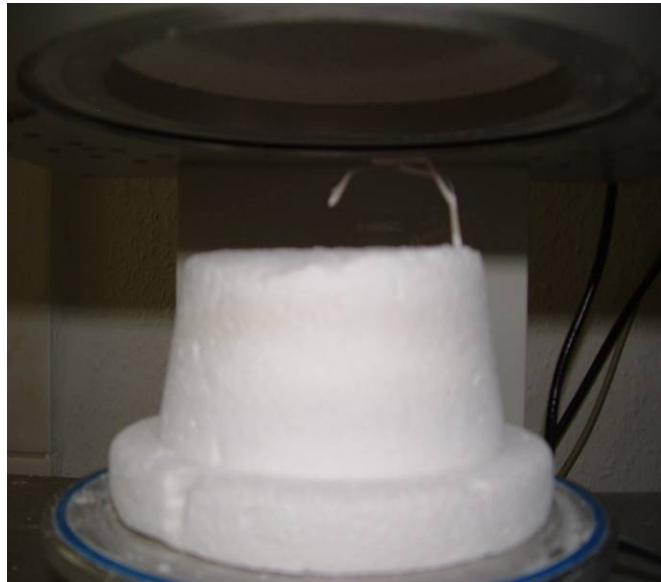


Abb. 11: Positionierung des externen Thermoelementes mittig innerhalb der Sinterkammer

4.5 Auswertmethoden

4.5.1 Bestimmung der Sinterschrumpfung

Nach abgeschlossener Sinterung wurden der Durchmesser und die Dicke der Proben bestimmt. Hierzu wurde ein digitaler Mess-Schieber nach

DIN 862 (Digistar 500-143SJ, Fa. SARA) mit einer Genauigkeit von 10 μm verwendet (DIN 2000).

Der Durchmesser der Proben wurde mit Hilfe zweier senkrecht aufeinander stehender Achsen ermittelt. Jede dieser Achsen wurde dreimal vermessen, wobei vor jeder Messung der Messschieber neu tariert wurde.

Für die drei Messwerte pro Achse wurde mit Hilfe der Gleichung (1) das arithmetische Mittel errechnet.

$$\overline{X} = \sum_{i=1}^n X_i \quad (1)$$

Zur Ermittlung der Dicke der Prüfkörper wurden die Proben an drei Punkten vermessen. Die Messpunkte wurden so gewählt, dass sie 3,0 mm vom Rand entfernt lagen und zueinander einem Abstand von 120 ° aufwiesen.

Aus den drei resultierenden Werten sowie aus der Messung der Probendurchmesser wurde jeweils das arithmetische Mittel bestimmt.

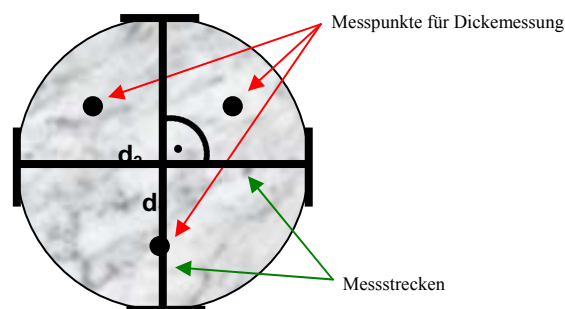


Abb. 12: Darstellung der Messpositionen

Die Ergebnisse der Probendurchmesser und Probedicken wurden mittels der Software Office Excel 2003 (Fa. Microsoft) mit den Werten der Grünlinge verglichen und mit Hilfe der Gleichung (2) wurde die linear metrische Schrumpfung berechnet. Die so erfassten Daten wurden mit Hilfe der Statistik-Software SPSS 11.5.1 (Fa. SPSS Inc.) einer explorativen Datenanalyse unterzogen und ausgewertet.

$$X = \left(\frac{16 - y}{16} \right) \cdot 100 \quad (2)$$

4.5.2 Beurteilung der Sinterqualität

4.5.2.1 Mikroskopische Bestimmung der Oberflächengüte

Zur Beurteilung der Sintergüte wurden die Proben einer mikroskopischen Oberflächenbeurteilung unterzogen. Aus jeder Gruppe wurden drei Proben aus einem Brand randomisiert gewählt und die Oberfläche mit dem Mikroskop aspektiv beurteilt.

Vor mikroskopischer Beurteilung wurden die Proben im Ultraschall gereinigt und mit reinem Alkohol (96 %) entfettet.

Im Metallmikroskop (BX 60, Fa. Olympus) wurden die Proben bei 100-facher Vergrößerung beurteilt. Auf jeder Probe wurden nach anfänglichem Screening, drei charakteristische Areale aufgesucht und dargestellt.



Abb. 13: Metallmikroskop BX 60 (Olympus)

Die untersuchten Areale lagen im äußeren Randbereich, im inneren Randbereich sowie im Zentrum der Probe (Abb. 14).

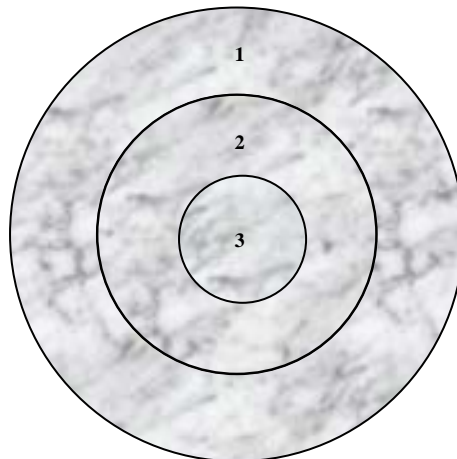


Abb. 14: Schema der dargestellten Areale der Proben:
äußerer Randbereich (1), innerer Randbereich (2), Zentrum (3)

Die definierten Bereiche wurden mit Hilfe von vier Kontrastverfahren dargestellt.

Kontrastverfahren 1: Hellfelddarstellung

In der Hellfelddarstellung, die als Oberflächenbetrachtungsoption diente, wurde die Oberfläche gleichmäßig von dem austretenden Licht bestrahlt. Lichtreflexionen an der Oberfläche erlaubten die Beurteilung der gleichmäßig mit weißem Licht ausgeleuchteten Oberfläche.

Kontrastverfahren 2: Dunkelfelddarstellung

In der Dunkelfelddarstellung dringt das seitlich austretende Licht in einem definierten Winkel in die Oberfläche ein, wird innerhalb der Oberfläche reflektiert und durch die Oberfläche zurück geworfen. Dies ermöglicht die Grenzflächendarstellung der Oberfläche. Zur Darstellung kommen die oberflächennahen Areale.

Kontrastverfahren 4: Interferenzdarstellung nach *Nomarski*

Das als differentielle Interferenzkontrastverfahren (DIC) nach NOMARSKI bezeichnete Verfahren basiert auf der Darstellung der Probenoberfläche mit Isogyren des Lichtes. Die Lichtwellen werden durch Prismen umgelenkt und aufgespaltet. Dieses Verfahren ermöglicht es, Phasen- und Höhenunterschiede der Objektoberfläche reliefartig darzustellen.

Kontrastverfahren 5: Durchlichtdarstellung

Um die homogene Sinterung nicht nur an der Oberfläche sondern auch in der Tiefe des Objektes darzustellen, wurden die Proben von unten mit fokussiertem weißem Licht betrachtet. Obwohl die Darstellungsbreite reduziert ist, ermöglicht dieses Darstellungsverfahren einen tieferen Blick in die Probe.

Zur Darstellung der Areale im jeweiligen Kontrastverfahren wurde die digitale Kamera CAMEDIA 3.2 (Fa. Olympus, Auflösung 2048 x 536) verwendet.

4.5.2.2 Bestimmung der Oberflächenrauigkeit

Zur Bewertung der Oberflächengüte wurde die Oberflächenrauigkeit der Proben mit einem konfokaler Laserprofilometer (Fa. UBM Messtechnik) gemessen.

(Abb. 15). Im Gegensatz zu der häufig angewendeten Profilerfassung mittels Abtastung der Oberfläche, wird bei der konfokalen Laserprofilometrie die Reflektionsenergie eines Laserstrahls, dessen Ursprung mit einem Abstand von ca. 2,0 mm über der Oberfläche geführt wird, erfasst.

Die dabei entstehenden Reflektionen werden in Qualität und Quantität gemessen und in Relation zu dem Oberflächenprofil gesetzt. Die Laserdiode des Profilometers besitzt eine Wellenlänge von 780 nm und einen Fokusbereich von 1µm bei einer Gesamtleistung von 3-5 mW. Dabei liegt die Genauigkeit der Messung bei 0,01 % der Mess-Strecke.



Abb. 15: Konfokaler Laserprofilometer UBM 60
(Fa. Mikrofocus, Karlsruhe)

Die Profilmessung umfasste die Darstellung zweier senkrechter Messstrecken auf den Oberflächen über eine Länge von 10,0 mm. Aus der Anzahl der Messpunkte je Millimeter (500/mm) ergab sich ein Messumfang von 5000 Messpunkten. Nach Korrektur der Messlänge um 1,4 mm („cut-off“) erfolgte eine Bereinigung der Messdaten durch softwareinterne Algorithmen um Profilverfälschungen auszugleichen (UB-Soft (Fa. Mikrofokus, Karlsruhe)).

Für die quantitative Darstellung der Oberflächengüte wurden die Parameter Ra (3) und Rz (4) herangezogen.

Definitionsgemäß stellt Ra das arithmetische Mittel der absoluten Beträge aller Profilorordinaten innerhalb der Gesamtstrecke dar.

$$Ra = \frac{1}{m} \sum_{X=1}^m |Z(X_i)| \quad (3)$$

Hingegen ist R_z das arithmetische Mittel aus Einzelrautiefen fünf aneinander grenzender, gleichlanger Einzelmessstrecken des digital gefilterten Profils.

$$R_z = \frac{1}{5} \sum_{X=1}^5 Z(X_i) \quad (4)$$

Nach der Ermittlung der Profildaten R_z und R_a wurden die Werte im Statistikprogramm SPSS 11.5.1 (Fa. SPSS Inc.) mit nicht-parametrischen Methoden dargestellt.