

Aus der Klinik für Zahnärztliche Prothetik, Propädeutik und Werkstoffkunde
(Direktor: Prof. Dr. M. Kern)
im Universitätsklinikum Schleswig-Holstein, Campus Kiel
an der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel

**Einfluss unterschiedlicher Sintertemperaturen auf die mechanischen und
ästhetischen Eigenschaften von 4YSZ- und 5YSZ-Keramiken**

Inauguraldissertation
zur
Erlangung der Doktorwürde der Zahnmedizin
der Medizinischen Fakultät
der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel

vorgelegt von
Julia Schappert, geb. Grambow
aus Flensburg

Kiel 2022

1. Berichterstatter: Prof. Dr. Matthias Kern, Klinik für Zahnärztliche Prothetik, Propädeutik
und Werkstoffkunde

2. Berichterstatter: Prof. Dr. Dr. Ingo Springer, MKG Ästhetik / Institut für Ästhetische
Chirurgie

Tag der mündlichen Prüfung: 06.02.2023

Zum Druck genehmigt, Kiel, den 02.11.2022

gez.: Prof. Dr. Matthias Kern

(Vorsitzender der Prüfungskommission)

Inhaltsverzeichnis

Nomenklatur und Abkürzungsverzeichnis.....	III
1 Einleitung.....	1
1.1 Hintergrund	1
1.2 Phasenumwandlung.....	2
1.3 Dentale Zirkonoxide	3
1.4 Stand der Forschung zu Zirkonoxidkeramiken.....	5
1.5 Fragestellung	8
2 Material und Methoden	9
2.1 Materialien.....	9
2.2 Probenherstellung	10
2.3 Gliederung der Studie	12
2.4 Farbe.....	13
2.5 Transluzenz.....	14
2.6 Oberflächenrauheit.....	15
2.7 Korngrößen	15
2.8 Quasi-statische Biegefestigkeit.....	16
2.9 Dynamische Dauerbelastbarkeit.....	18
2.10 Röntgendiffraktion	19
2.11 Vickers-Härte	20
2.12 Statistische Auswertung	21
3 Ergebnisse.....	22
3.1 Farbe.....	22
3.2 Transluzenz.....	24
3.3 Oberflächenrauheit.....	25
3.4 Korngrößen	26
3.5 Quasi-statische Biegefestigkeit.....	28
3.6 Dynamische Dauerbelastbarkeit.....	29
3.7 Röntgendiffraktion	31
3.8 Vickers-Härte	32
4 Diskussion	33
4.1 Diskussion der Methodik	33
4.2 Diskussion der Ergebnisse	36
4.3 Schlussfolgerungen und klinische Empfehlung.....	41
5 Zusammenfassung	43

6	Summary	45
7	Literaturverzeichnis.....	46
8	Anhang	54
9	Eidesstattliche Versicherung.....	58
10	Publikation.....	59
11	Danksagung	60

Nomenklatur und Abkürzungsverzeichnis

BFS	biaxial flexural strength (biaxiale Biegefestigkeit)
CAD	computer aided design (computergestützte Formgebung)
CAM	computer aided manufacturing (computergestützte Fertigung)
cm	Zentimeter
CR	contrast ratio (Kontrastverhältnis)
ΔE	Farbdifferenz
Gew.-%	Gewichtsprozent
h	Höhe
HSD	honestly significant difference
kg	Kilogramm
kV	Kilovolt
mg	Milligramm
ml	Milliliter
mm	Millimeter
μm	Mikrometer
MPa	Megapascal
N	Newton
nm	Nanometer
REM	Rasterelektronenmikroskop
SEM	scanning electron microscope (Rasterelektronenmikroskop)
s	Sekunden
S_a	mittlere arithmetische Höhe
SD	Standardabweichung
XRD	X-ray diffraction (Röntgendiffraktion)
YSZ	yttria stabilized zirconia (Yttrium-stabilisiertes Zirkonoxid)
Y-TZP	yttria tetragonal partially stabilized zirconia (Yttrium-verstärktes teilstabilisiertes Zirkonoxid)

1 Einleitung

1.1 Hintergrund

In der heutigen Gesellschaft spielt das äußere Erscheinungsbild eine große Rolle [68]. Ein bedeutender Faktor in dieser Hinsicht ist das Aussehen der Zähne [68]. Das Bestreben nach Verbesserung und Weiterentwicklung von zahnfarbenen Restaurationen wird daher immer größer [12]. Nur wenige Patienten sind mit metallischen Kronen und Brücken zufrieden [12]. Die Verblendung dieser metallischen Restaurationen war ein großer Fortschritt, jedoch erscheint die Restauration häufig insbesondere im zervikalen Drittel sehr opak und lässt den angrenzenden Zahnfleischrand hellgrau erscheinen [48]. Aus diesem Grund werden immer häufiger vollkeramische Restaurationen verwendet, die daher laufend erforscht und verbessert werden [48]. Neben der ausgezeichneten Ästhetik gibt es noch weitere entscheidende Auswahlkriterien wie die hohe Biokompatibilität und exzellente mechanische Eigenschaften, die für einen keramischen Werkstoff sprechen [57, 72]. Neben den Glaskeramiken und den glasinfiltrierten Keramiken nehmen die Oxidkeramiken einen hohen Stellenwert ein, da sie eine hohe Bruchfestigkeit, Korrosionsbeständigkeit sowie Widerstandsfähigkeit aufweisen [24, 72]. Verglichen mit den anderen genannten Keramiken sind Zirkonoxidkeramiken außerdem besonders biegefest [71, 72]. Angesichts dieser Eigenschaften wird Zirkonoxidkeramik heutzutage als Gerüstmaterial wie auch als vollanatomische Variante verwendet [72].

Anfangs wurde der Zirkonoxidkern der Restauration aufgrund seiner hohen Opazität in der Regel mit einer transluzenteren Verblendkeramik verblendet. Im klinischen Einsatz zeigte sich jedoch ein großer Nachteil: das Abplatzen der Verblendkeramik, während der hochfeste Keramikkern meist unversehrt blieb [51, 60-62, 64, 79]. Bei Kontraindikationen wie Bruxismus oder eingeschränktem okklusalem Platzangebot wurde schon früh eine unverblendete Zirkonoxidkeramik verwendet [27]. Durch die Verwendung der monolithischen Zirkonoxidkeramiken konnte das Risiko für Keramikabplatzungen, die häufig im Bereich der Verblendkeramik auftraten, das sogenannte Chipping, reduziert werden [46]. Der Nachteil des verwendeten Materials war die Opazität, die jedoch durch Modifikationen im Herstellungs- sowie Sinterprozess verändert werden konnte [40]. Der klare Vorteil der Restaurationen im

Hinblick auf die klinische Verwendung ist die deutlich reduzierte Materialstärke im Vergleich zu verblendeten oder anderen monolithischen Restaurationen [26, 63, 72]. Durch Voreinfärben oder anschließendes Bemalen können gute ästhetische Ergebnisse erreicht werden [26, 72].

1.2 Phasenumwandlung

Zirkonoxidkeramik ist polymorph [26] und erfährt einen Strukturwechsel bei ca. 1170°C von einer monoklinen zu einer tetragonalen Struktur, die sich jedoch bei ca. 2370°C zu einer kubischen Struktur verändert [18]. Wenn die Temperatur sinkt, wechselt die Struktur wieder zur tetragonalen Form zurück, da diese Strukturänderungen reversibel sind [18]. Die Umwandlung von tetragonal zu monoklin bei abfallender Temperatur nennt sich Martensitische Umwandlung und bringt eine Volumenzunahme von ca. 4 Prozent mit sich [26, 49].

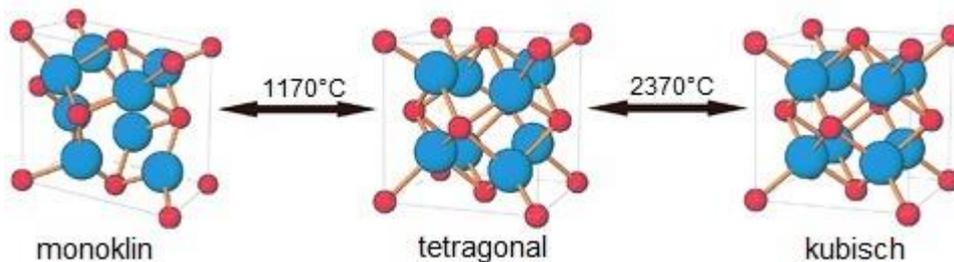


Abbildung 1: Die drei verschiedenen Kristallstrukturen von Zirkonoxidkeramik: monoklin, tetragonal und kubisch [30]

Diese sprunghafte Volumenzunahme führt zu hohen Spannungen und Rissbildungen [26]. Durch Hinzufügen von Stabilisierungsoxiden, die sich in das Kristallgitter des Zirkonoxids einlagern, wird die Martensitische Umwandlung vermieden und der gewünschte tetragonale oder kubisch-tetragonale Zustand kann bei Raumtemperatur aufrechterhalten werden [18]. Um die Keramik bei auftretender Belastung vor der Ausbildung von Rissen zu schützen, wurde unter anderem der gängigste Stabilisator, das Yttriumoxid, hinzugefügt [72]. Yttriumoxid-stabilisierte Zirkonoxidkeramik hat die besten mechanischen Eigenschaften unter den metalloxidverstärkten Zirkonoxiden und ist am besten erforscht [49]. Das hinzugefügte Yttriumoxid führt zur Bildung der metastabilen tetragonalen Phase und in der neuen Generation der mit Yttrium stabilisierten Zirkonoxidkeramiken ebenfalls zu kubischen Anteilen [26]. Die

kubischen Kristalle haben ein größeres Volumen und eine geringe Restporosität, die zu einer erhöhten Lichtstreuung an den Korngrenzen führt. Sie sind außerdem isotroper als die tetragonalen Kristalle, was dazu führt, dass das einfallende Licht gleichmäßig in alle Raumrichtungen abgegeben wird [72]. Bei den teilstabilisierten mit Yttriumoxid verstärkten Zirkonoxiden, wie 3Y-TZP (**yttria tetragonal partially stabilized zirconia**), ist die Rissausbildung bei Temperatur- oder mechanischer Belastung erschwert, da die Struktur in dem belasteten Bereich wieder von der tetragonalen Struktur in die monokline Form übergeht [72]. Dadurch wird eine große Druckspannung erzeugt, die der durch den Riss entstandenen Zugspannung entgegenwirkt und so die Rissausbreitung an dieser Stelle inhibiert [18, 26, 49, 65].

Außerdem kann aufgrund des größeren Volumens der monoklinen Kristallform die spontane Umwandlung der tetragonalen in die monokline Phase kleine Mikrorisse hervorrufen. Dadurch stoppt ein sich ausbreitender Riss entweder in den Mikrorissen oder wird an den umgewandelten größeren monoklinen Kristallkörnern abgelenkt, sodass dieser nicht weiter fortschreitet [72].

Die neuen Generationen 4YSZ und 5YSZ (**yttria stabilized zirconia**) mit erhöhtem Yttriumoxidanteil weisen sowohl die metastabile tetragonale Phase als auch kubische Anteile auf. Sie werden als vollstabilisierte Zirkonoxide ohne tetragonal-monokline Phasenumwandlungen bezeichnet [72].

1.3 Dentale Zirkonoxide

Mittlerweile wurden mehrere Generationen des Zirkonoxids entwickelt. Die ersten beiden Generationen werden als teilstabilisierte Zirkonoxidkeramiken bezeichnet [72]. Die 1. Generation des Yttrium-stabilisierten Zirkonoxids basiert auf 3Y-TZP [18]. Es hat einen eher opaken Charakter, da das Licht aufgrund der vielen kleinen kristallinen Strukturen eine hohe Anzahl an Grenzflächen passieren muss [26]. Da die 1. Generation des Yttrium-stabilisierten Zirkonoxids den ästhetischen Ansprüchen nicht genügt, wurde das Gerüst nach der Herstellung mit geeigneten Glaskeramiken individuell verblendet [72]. Allerdings hatte die Verblendkeramik den Nachteil der geringeren Festigkeit als Zirkonoxid und frakturierte schneller. Dieses Frakturieren wird „Chipping“ genannt [72]. Um dieses sogenannte Chipping zu vermeiden, wurde bei späteren Generationen von Zirkonoxidkeramik auf die Verblendung verzichtet,

sodass das Zirkonoxid monolithisch, also nur noch aus einem Werkstoff bestehend, verarbeitet wurde [72]. Durch die Veränderung der Sintertemperaturen, der Dauer der Haltezeit, des Temperaturanstiegs und der Abkühlung der 1. Generation konnte die Transluzenz erhöht werden, was jedoch gleichzeitig zur Abnahme der Festigkeit des Materials führte [70, 73]. Bei der 2. Generation der Zirkonoxidkeramiken wurde die Anzahl und Korngröße des Aluminiumoxids reduziert, was zur Steigerung der Transmission bei hoher Festigkeit und weiterhin guter Langzeitstabilität führte [33, 71]. Die 2. Generation unterlag der Transluzenz der Glaskeramiken, sodass die 3. Generation, 5YSZ, entwickelt wurde [72]. Es zählt zu den vollstabilisierten Zirkonoxidkeramiken mit einem kubisch-tetragonalen Mischgefüge. Das Zirkonoxid ist in der tetragonalen Phase metastabil und beinhaltet bis zu 53% der kubischen Phase [72]. Durch höhere Zudotierung (ca. 9,3 Gew.-% bzw. 5 Mol-%) von Yttriumoxid wurden die kubischen Anteile erreicht [72]. 5YSZ weist eine hohe Transluzenz sowie eine hohe Tragedauer und keine hydrothermale Alterung auf, während die geringere Bruchzähig- und Bruchfestigkeit nachteilig ist [26, 72]. Um die schwächeren mechanischen Eigenschaften der 3. Generation zu vermeiden, wurde bei der 4. Generation, 4YSZ, eine Erhöhung der tetragonalen Anteile und eine Reduzierung der kubischen Anteile vorgenommen [26]. Es gehört auch zu den vollstabilisierten Zirkonoxiden mit kubisch-tetragonalem Mischgefüge [26]. Die kubischen Anteile wurden wieder durch eine höhere Zudotierung (ca. 7 Gew.-% bzw. 4 Mol-%) von Yttriumoxid erreicht [26]. Verglichen mit 5YSZ ist der Yttriumoxid-Anteil etwas reduziert, daher ergeben sich eine geringfügig reduzierte Transluzenz, jedoch bessere mechanische Eigenschaften [26, 72].

Zirkonoxid-Rohlinge sind mittlerweile nicht nur als monochrome, aus einer Zirkonoxidkeramik-Generation und Farbe bestehende, sondern auch als Multilayer-Rohlinge erhältlich [22, 72]. Diese sind vorgeschichtet und können unterschiedliche Farbtintensitäten sowie Zirkonoxidkeramik-Generationen enthalten [72]. Zur Inzisalkante hin werden die Rohlinge heller und transluzenter, angelehnt an das Aussehen des natürlichen Zahnes [22]. Die Restauration kann je nach Erfordernis mit Hilfe einer Software im Rohling positioniert werden, sodass Transluzenz- und Farbgradient individuell gestaltet werden können [72]. Durch die Multilayer-Keramiken werden die Vorteile der jeweiligen Zirkonoxikeramik-Generationen vereint und sowohl ästhetisch als auch mechanisch hochwertige Restaurationen hergestellt [22]. So besteht beispielsweise der inzisale Bereich aus transluzentem und

ästhetisch hochwertigerem 5YSZ, während der restliche Bereich der Zahnkrone aus 4YSZ oder 3Y-TZP mit besseren mechanischen Eigenschaften besteht [26]. Dadurch können Restaurationen mit geringem Platzangebot oder auch Verbinder bei ästhetischen Brückenrestaurationen vergleichsweise grazil gestaltet werden [72]. Durch die transluzente Schneidekante und den Farbgradienten kann auf eine Verblendkeramik verzichtet werden [72].

1.4 Stand der Forschung zu Zirkonoxidkeramiken

Es ist bekannt, dass die mechanischen Eigenschaften wie die biaxiale Biegefestigkeit von 4YSZ und 5YSZ denen von 3Y-TZP unterlegen sind [26, 72]. Aufgrund ihrer guten optischen Eigenschaften wie der hohen Transluzenz haben diese trotzdem ihre Berechtigung [26, 72]. Es wird daher weiterhin nach Optimierungsmöglichkeiten der mechanischen und ästhetischen Eigenschaften der neuen Generationen gesucht [72].

In der Vergangenheit hat sich gezeigt, dass die Sinterparameter einen erheblichen Einfluss auf die Eigenschaften der Zirkonoxidkeramiken haben [21, 38-40, 45, 70, 73]. Mehrere Autoren beschrieben einen signifikanten Einfluss der Sintertemperatur auf Farbe und Transluzenz von 3Y-TZP und 5YSZ [21, 38-40, 45, 70, 73]: Bei einem Anstieg der Sintertemperaturen wurde von Transluzenz- und Korngrößenzunahme berichtet [21, 39]. Die Zunahme der Korngröße führt zu einer geringeren Anzahl von Korngrenzen und damit zu einer höheren Transluzenz [21, 39]. Um den optimalen Kompromiss zwischen mechanischen und ästhetischen Eigenschaften zu finden, ist es wichtig, weitere Untersuchungen zu den optischen Eigenschaften durchzuführen.

Die Auswirkungen der unterschiedlichen Sintertemperaturen 1460°C, 1530°C und 1600°C auf die Transluzenz, Farbe und Mikrostruktur von 3Y-TZP-Keramik wurden in der Vergangenheit untersucht [21]. Die Farbdifferenz ΔE und die Kontraste CR (contrast ratio) wurden kleiner, wenn die Sintertemperatur anstieg: ΔE veränderte sich von 4,4 bei 1460°C zu 2,4 bei 1600°C [21]. Die Kontraste CR wurde ebenfalls reduziert von 0,75 bei 1460°C auf 0,71 bei 1600°C [21]. Somit ergaben sich bessere Transluzenz- und Farbergebnisse bei höheren Sintertemperaturen [21]. Das Hochgeschwindigkeitssintern reduzierte allerdings die Transluzenz von 3Y-TZP und 4YSZ verglichen mit Proben, die einen normalen Sinterprozess durchliefen [39]. Die

Korngrößen erhöhten sich signifikant bei erhöhter Sinter Temperatur: Bei 1460°C betrug die Korngröße 0,55 μm^2 , während sie bei 1600°C 0,89 μm^2 ergab [21]. Die höhere Transluzenz wurde durch die zunehmende Korngröße verursacht [39]. Daher wurde die höchste Transluzenz bei der höchsten Sinter Temperatur erwartet, weil die Korngrößen bei höheren Temperaturen zunehmen und es daher weniger Korngrenzen geben würde und dadurch weniger Opazität und mehr Transluzenz [32, 39]. Auch die Oberflächenrauheit sank, wenn die Sinter Temperatur anstieg [21]. Obwohl die optischen Eigenschaften der neuen Zirkonoxid-Generationen denen von 3Y-TZP überlegen sind [72], lässt sich die Frage stellen, inwiefern sich diese noch weiter durch die Veränderung der Sinter Temperaturen optimieren lassen und ob sich ihre Mikrostrukturen ähnlich denen von 3Y-TZP verhalten. Bei der gewählten Temperaturdifferenz von 70°C waren die Unterschiede der Ergebnisse relativ gering [21]. Um die Auswirkungen der verschiedenen Sinter Temperaturen deutlicher darzustellen, könnte die Temperaturdifferenz von 70°C auf 100°C erhöht werden. Ein deutlicher Unterschied wäre zu erwarten.

Eine höhere biaxiale Biegefestigkeit wurde nach dem Hochgeschwindigkeitssintern von 3Y-TZP bei höheren Sinter Temperaturen festgestellt [39]: Nach der Sinterung bei 1450°C resultierte eine Biegefestigkeit von 1080 MPa, während diese nach der Sinterung bei 1590°C 1220 MPa betrug [39]. Zur Oberflächenhärte bei veränderter Sinter Temperatur liegen bisher Daten ohne signifikante Unterschiede bei 3Y-TZP vor [21]. Auch hier wäre bezüglich der Verbesserung der mechanischen Eigenschaften interessant, ob sich die Härte sowohl nach Sinterung mit unterschiedlichen Temperaturen als auch nach der Dauerbelastung verändert. Offen bleibt darüber hinaus die Frage, ob Sinter Temperatur und Dauerbelastung ebenfalls Auswirkungen auf die Oberflächenhärte und die biaxiale Biegefestigkeit der neuen Zirkonoxidkeramik-Generationen 4YSZ und 5YSZ haben.

Bei 3Y-TZP wurde eine monokline Phasenumwandlung nach Belastung beobachtet [15]. Untersuchungen zur Auswirkung der dynamischen Belastung auf die Eigenschaften von 4YSZ und 5YSZ fehlen bisher. Die Frage, wie 4YSZ und 5YSZ auf dynamische Dauerbelastung reagieren und ob bei diesen ebenfalls eine monokline Phasenumwandlung stattfindet, ist für die Optimierung der mechanischen Eigenschaften von großem Interesse.

In der Vergangenheit wurden mehrere Untersuchungen zur Autoklaven-Alterung von 3Y-TZP, 4YSZ und 5YSZ durchgeführt und die Auswirkungen der Alterung auf die ästhetischen und mechanischen Eigenschaften beschrieben [6, 71]. Bei 3Y-TZP und 5YSZ wurde keine Veränderung der Transluzenz nach Alterung wahrgenommen [6]. Nach hydrothermalen Alterung von 4YSZ und 5YSZ wurde keine tetragonal-monokline Umwandlung festgestellt [6, 71], wobei die Frage, ob sie nach mechanischer Belastung nachzuweisen sein könnte, offen blieb. In der Vergangenheit wurde die Dauerbelastbarkeit von 3Y-TZP mit dem Piston-on-threeballs-test unter Wasser getestet [54]. Allerdings wurde nur 3Y-TZP mit Feldspatkeramik, Lithiumdisilikatkeramik und polymerinfiltrierter Keramik verglichen ohne Prüfung von 4YSZ oder 5YSZ [54]. 3Y-TZP erzielte die besten Ergebnisse nach mechanischer Belastung [54]. In der Vergangenheit wurde mit Hilfe des Vierpunkt-Biegefestigkeitstests der Einfluss der hydrothermalen oder mechanischen Alterung von 3Y-TZP verschiedener Generationen untersucht, ohne 4YSZ oder 5YSZ zu testen [71]. Daher stellt sich die Frage, wie die neueren Zirkonoxid-Generationen auf die mechanische Alterung reagieren. Die neueren 3Y-TZP-Generationen zeigten höhere optische, aber reduzierte mechanische Eigenschaften verglichen mit den konventionellen 3Y-TZP-Zirkonoxidkeramiken, während die Alterung keinen Einfluss auf die ästhetischen und mechanischen Eigenschaften zeigte [71]. In einem Überblick über die ästhetischen und mechanischen Eigenschaften von neueren Zirkonoxidkeramiken wurden zwar Studien zur Autoklav-Alterung zusammengestellt, aber solche zur dynamischen Dauerbelastbarkeit wurden nicht berücksichtigt [23]. Da die Autoklav-Alterung nur die hydrothermale Alterung simuliert und nicht die mechanische Belastung, spiegelt diese nicht optimal die Situation der Mundhöhle wider. Nach dem derzeitigen Wissensstand gibt es keine wissenschaftlichen Studien zur dynamischen Belastung von 4YSZ und 5YSZ in Bezug auf unterschiedliche Sintertemperaturen.

1.5 Fragestellung

Die Fragestellung dieser Laborstudie war, ob es möglich ist, mechanische sowie ästhetische Eigenschaften von 4YSZ und 5YSZ über Veränderung der Sintertemperatur zu optimieren. Ziel dieser Studie war es daher, den Einfluss verschiedener Sintertemperaturen auf die Mikrostruktur, die Oberflächenrauheit, die Farbe, die Transluzenz, die quasi-statische biaxiale Biegefestigkeit, die dynamische Belastbarkeit und die Oberflächenhärte der aktuellen Yttriumoxid-stabilisierten Zirkonoxid-Generationen 4YSZ und 5YSZ zu evaluieren. Die Nullhypothese dieser Studie lautete, dass die Reduzierung der Sintertemperatur um 100°C von 1500°C auf 1400°C sowie die Erhöhung der Sintertemperatur um 100°C von 1500°C auf 1600°C keinen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften von 4YSZ- und 5YSZ-Zirkonoxidkeramiken hat.

2 Material und Methoden

2.1 Materialien

In dieser Studie wurde die Zirkonoxidkeramik IPS e.max ZirCAD MT Multi (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein) verwendet. In Tabelle 1 sind die Eigenschaften und Zusammensetzungen angegeben. In Tabelle 2 sind die Gruppen-Codes und LOT-Nummern des Materials gegeben.

Tabelle 1: Zusammensetzung und physikalischen Eigenschaften der in dieser Studie verwendeten Materialien (alle Angaben sind Herstellerangaben) [52]

Produkt	IPS e.max ZirCAD MT Multi
Materialklassen	Schneide: 5YSZ (20% der Rondenhöhe) Übergang: 4YSZ, 5YSZ (20% der Rondenhöhe) Dentin: 4YSZ (60% der Rondenhöhe)
Biegefestigkeit	850 MPa
Bruchzähigkeit	3,6 MPa·m ^{v2}
Zirkoniumdioxid (ZrO ₂)	86,0 – 93,5 Gew.-%
Yttriumoxid (Y ₂ O ₃)	> 6,5 Gew.-% - ≤ 8,0 Gew.-%
Hafniumoxid (HfO ₂)	≤ 5,0 Gew.-%
Aluminiumoxid (Al ₂ O ₃)	≤ 1,0 Gew.-%
sonstige Oxide	≤ 1,0 Gew.-%

Tabelle 2: Gruppen-Codes der verwendeten Materialien und die dazugehörigen LOT-Nummern

Gruppen-Code	Material	Hersteller	LOT-Nummer
4YSZ	IPS e.max ZirCAD MT Multi, Dentinschicht	Ivoclar Vivadent	X29477
5YSZ	IPS e.max ZirCAD MT Multi, Schmelzschicht	Ivoclar Vivadent	X29477

2.2 Probenherstellung

In dieser Studie wurden die Inzisal- sowie die Dentinzone der mehrschichtigen Zirkonoxidkeramik (IPS e.max ZirCAD MT Multi, Farbe A3, Ivoclar Vivadent) untersucht. Alle untersuchten Materialien mit den entsprechenden Gruppencodes und LOT-Nummern sind in Tabelle 2 aufgeführt. Für jedes untersuchte Material wurden 159 Scheiben mit einem Durchmesser von 12 mm und einer Schichtstärke von 1,2 mm hergestellt. Die Proben wurden entsprechend der Sintertemperaturen (1400°C, 1500°C und 1600°C) in drei Gruppen (n=53) eingeteilt. Zunächst wurden die Proben zylindrisch herausgefräst und anschließend mithilfe der Trennmaschine (IsoMet High Speed Precision Cutter, Buehler, Lake Bluff, Illinois, USA) in Scheiben gesägt. Vor Beginn des Sintervorgangs wurde die jeweilige Sintertemperatur im Sinterprotokoll eingestellt. Nach dem Sintervorgang in dem Sinterofen (P 310 Furnace, Nabertherm, Lilienthal, Deutschland) wurden beide Oberflächen der Scheiben mit Siliziumkarbid-Schleifpapier der Körnung 600 geschliffen, um die finale Schichtstärke von 1,2 mm zu erreichen und standardisierte glatte Oberflächen, die denen der klinischen Polierverfahren ähneln, zu erhalten. Mithilfe einer digitalen Messlehre wurde die Schichtstärke immer wieder überprüft, bis sie 1,2 mm entsprach. Jede Gruppe wurde unterteilt in fünf Untergruppen (n=10), bezogen auf das dynamische Dauerbelastungsverfahren (keine, 50%, 65%, 75% und 80% des Mittelwertes des quasi-statischen Tests ohne Vorbelastung), das vor dem quasi-statischen BFS-Test durchgeführt wurde, und eine weitere Untergruppe (n=3), die für die Mikrostrukturanalyse durch Röntgendiffraktion (XRD) verwendet wurde. Vor den Messungen wurden alle Proben im Ultraschallbad mit 99%igem Isopropanol für 5 Minuten gereinigt und anschließend mit Luft getrocknet.

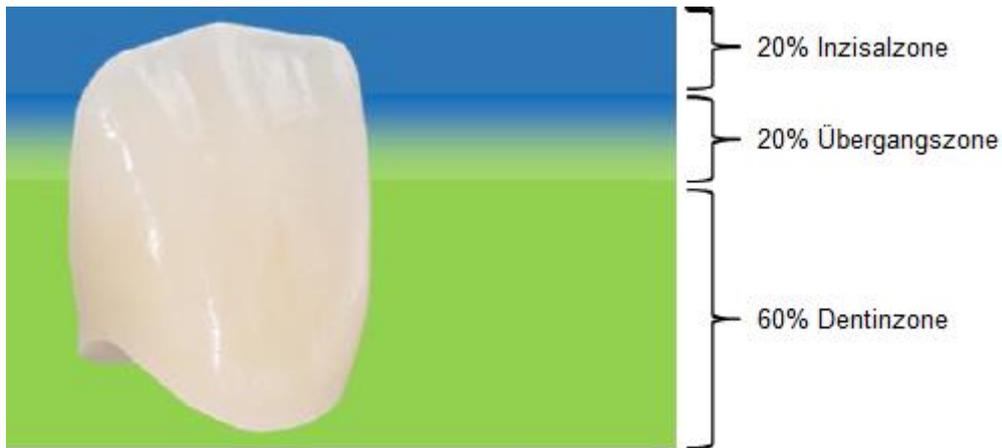


Abbildung 2: Einteilung der verschiedenen Schichten des IPS e.max ZirCAD MT Multi [52]

Von der Firma Ivoclar Vivadent werden folgende Sinterprogramme vorgegeben:

Tabelle 3: Standardprogramm für Fremdöfen (IPS e.max ZirCAD MT Multi) [52]

Die Aufheizraten sowie Haltezeiten waren bei allen Temperaturen identisch.

	Temperatur 1 (°C)	Temperatur 2 (°C)	Aufheizrate (°C/h)	Haltezeit (h)
Aufheizphase	20	900	600	-
Haltephase	900	900	-	0,5
Aufheizphase	900	1500	200	-
Haltephase	1500	1500	-	2
Abkühlphase	1500	900	600	-
Abkühlphase	900	300	500	-

2.3 Gliederung der Studie

Folgende Unterteilung wurde für 4YSZ: Dentinschicht des IPS e.max ZirCAD MT Multi und für 5YSZ: Schmelzschicht des IPS e.max ZirCAD MT Multi verwendet.

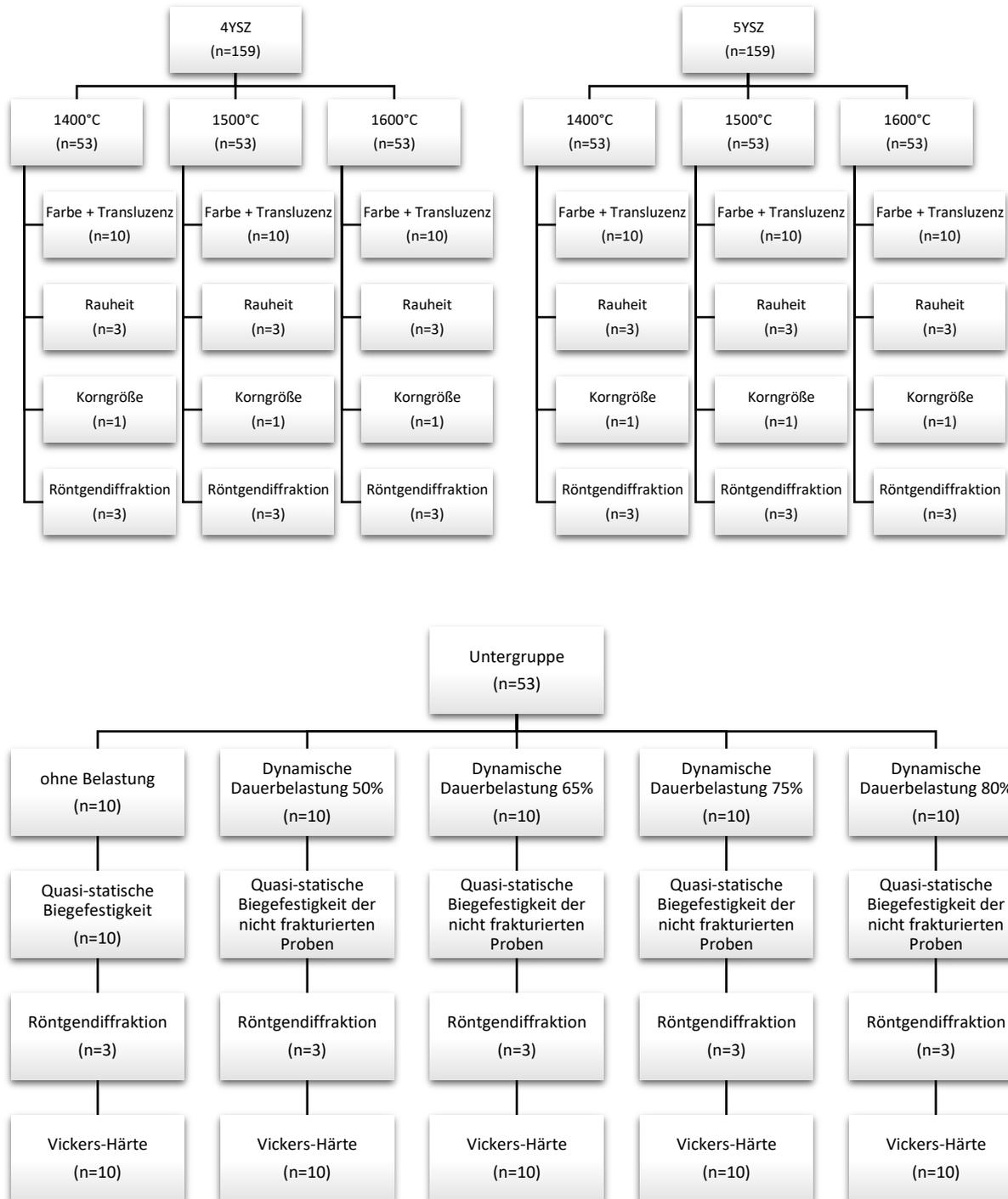


Abbildung 3: Einteilung der Versuchsgruppen

2.4 Farbe

Der CIELAB-Farbraum (auch $L^*a^*b^*$ -Farbraum genannt) beinhaltet alle wahrnehmbaren Farben. Das Besondere daran ist, dass die Farben unabhängig von der Art, wie sie wiedergegeben oder erzeugt werden, so festgelegt werden, wie sie ein normaler Beobachter bei standardisierten Lichtverhältnissen wahrnimmt [42].

Es handelt sich um ein kartesisches Koordinatensystem, in dem jede Farbe durch einen Farbwert mit den Koordinaten L^* , a^* und b^* definiert ist. Die durch a^* und b^* entstandene Ebene beruht auf der Gegenfarbentheorie. Die a^* -Achse verläuft durch Rot und Grün, während die b^* -Achse durch die Farben Blau und Gelb verläuft. Der Koordinatenursprung, also $a^*=0$ und $b^*=0$, ist als Grau definiert [42].

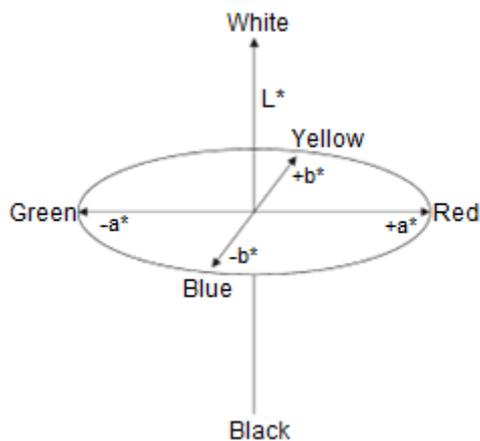


Abbildung 4: Kartesisches Koordinatensystem des CIELAB-Farbraums [42]

Die senkrecht zur a^*b^* -Ebene verlaufende L^* -Achse nimmt Werte von 0 bis 100 an und definiert so die Helligkeit. Schwarz ist als $L^*=0$ und Weiß als $L^*=100$ festgelegt.

Zehn Proben je Gruppe wurden vor einen neutralen grauen Hintergrund (CIE $L^* = 50.2$, $a^* = -0.5$, $b^* = 4.3$) gehalten und die CIELAB-Koordinaten wurden mit Hilfe eines Spektrophotometers (Easyshade compact, Vita Zahnfabrik, Bad Säckingen, Deutschland) für jede Probe gemessen. Das Spektrophotometer wurde in den „Restaurationsmodus“ gestellt und die Farbe A3 wurde ausgewählt. Das Spektrophotometer kann den Farbunterschied erfassen, indem es die gemessene Farbe mit der eingestellten vergleicht. Für jede Probe wurden drei zentrale Messungen durchgeführt und der Durchschnitt dieser ausgerechnet. Nach jeder Messung wurde das Gerät neu kalibriert. Die ΔE Werte, die unter 3.0 liegen, wurden als „klinisch nicht wahrnehmbar“, Werte zwischen 3.0 und 5.0 als „klinisch

akzeptabel“ und Werte über 5.0 als „klinisch unakzeptabel“ angenommen [5, 19, 21, 42]. Um die Farbdifferenz ΔE zwischen den zu vergleichenden Farborten $(L^*, a^*, b^*)_p$ und $(L^*, a^*, b^*)_v$ zu bestimmen, wurde folgende Formel verwendet:

$$\Delta E_{p,v} = \sqrt{(L_p^* - L_v^*)^2 + (a_p^* - a_v^*)^2 + (b_p^* - b_v^*)^2}$$

$$L^* = 116(Y/Y_0)^{1/3} - 16$$

$$a^* = 500((X/X_0)^{1/3} - (Y/Y_0)^{1/3})$$

$$b^* = 200((Y/Y_0)^{1/3} - (Z/Z_0)^{1/3})$$

[50]

2.5 Transluzenz

Um die Transluzenz der verschiedenen Proben zu ermitteln, wurden ebenfalls die CIELAB-Koordinaten von zehn Proben je Gruppe gemessen. Hierfür wurden die Proben jedoch vor einen weißen (CIE $L^* = 94.2$, $a^* = 0.6$, $b^* = 2.7$) und vor einen schwarzen (CIE $L^* = 0.1$, $a^* = -1.9$, $b^* = 0.8$) Hintergrund gehalten und von dem Spektrophotometer gemessen. Wie bei der Farbauswertung wurde wieder der Durchschnitt dreier Messungen genommen. Um die Kontraste (CR = Contrast ratio) zu bestimmen, wurde folgende Formel verwendet:

$$CR = \frac{Y_b}{Y_w}$$

$$Y = \left(\frac{(L + 16)}{116} \right)^3 100$$

Y_b gibt die Reflektion vor dem schwarzen Hintergrund an und Y_w wird als Reflektion vor dem weißen Hintergrund betrachtet. Daraus ergibt sich, dass "CR = 1" als „absolut opak“ angenommen wird und die Transluzenz mit abnehmendem CR-Wert zunimmt [13, 21].

2.6 Oberflächenrauheit

Das 3D-Laserrastermikroskop (Keyence VK-X100, Keyence, Neu-Isenburg, Deutschland) mit einer Wellenlänge von 658 nm wurde zur Bestimmung der Oberflächenrauheit (S_a) (EN ISO 25178) der Proben verwendet. Dabei wird die Intensität des reflektierten Laserstrahls gemessen, die dann am höchsten ist, wenn die Probenoberfläche in der Fokusebene liegt. Zwischen den einzelnen Scans wird diese verschoben. Das Mikroskop kann während der Messung Bilder der Probenoberfläche aufnehmen. Auf jeder Probe wurden drei verschiedene Bereiche der Größe $500 \mu\text{m} \times 750 \mu\text{m}$ gemessen. Die mittlere arithmetische Höhe S_a wurde an drei Proben je Gruppe gemessen. Der durch folgende Formel definierte S_a -Wert in μm wurde für jede Probe drei Mal bestimmt und anschließend der Mittelwert dieser Messungen berechnet [21, 29]:

$$S_a = \frac{1}{A} \iint_A |z(x,y)| dx dy$$

A = betrachtete Oberfläche

$z(x,y)$ = Profilhöhe

2.7 Korngrößen

Zur Bestimmung der Korngrößen wurden drei Bereiche einer Probe je Gruppe mit dem Rasterelektronenmikroskop (Zeiss Ultra Plus, Carl Zeiss AG, Oberkochen, Deutschland) mit einer Beschleunigungsspannung von 5,0 kV bei einem Arbeitsabstand von 7,5 mm untersucht. Das Rasterelektronenmikroskop verwendet einen Elektronenstrahl, der die zu untersuchende Probe abrastert und durch die Wechselwirkung der Elektronen mit der Probe ein Bild erzeugt. Es hat eine sehr hohe Auflösung und wird daher häufig zur Untersuchung dentaler Werkstoffe verwendet. Vor den Messungen wurden die Proben mit einer 10 nm dicken Goldschicht besputtert. Die Oberfläche wurde in drei Bereichen pro Probe aufgezeichnet, sodass die durchschnittliche Größe der Körner berechnet werden konnte. Mit Hilfe des Computerprogramms Adobe Photoshop (San José, Kalifornien, USA) wurde ein Rechteck konstruiert. Mit Hilfe der Legende konnte jedem Pixel des Fotos eine

bestimmte Länge (μm) zugeordnet werden, so dass die genaue Größe der Fläche innerhalb des Rechtecks berechnet werden konnte. Alle Körner innerhalb des Rechtecks wurden mit dem Zählwerkzeug von Photoshop gezählt. Um die durchschnittliche Korngröße zu erhalten, wurde die Fläche des Rechtecks durch die Anzahl der Körner geteilt.

2.8 Quasi-statische Biegefestigkeit

Um die Biegefestigkeit zu analysieren, wurde an zehn Proben je Gruppe ein klassischer biaxialer Biegeversuch, der Piston-on-three-balls-test, in einer Universalprüfmaschine (Zwick Z010, Zwick, Ulm, Deutschland) durchgeführt. Die Probe wurde zentral auf drei äquidistante Stahlkugeln mit einem Durchmesser von 3,4 mm gelegt. Dadurch, dass die Probe zentral belastet wird, haben fertigungsbedingte Ungenauigkeiten in den Randbereichen keinen nennenswerten Einfluss auf die Messergebnisse (Kanteneffekt) [17, 34]. Mit Hilfe eines Stahlzylinders mit einem Durchmesser von 1,5 mm wurde die Kraft mit der Universalprüfmaschine bei 0,5 mm/min Traversengeschwindigkeit aufgebracht. In diesem Versuch wurden die Untergruppen ohne dynamische Vorbelastung getestet. Der Mittelwert dieses Tests diente als Berechnungsgrundlage für die dynamische Belastung, die im folgenden Abschnitt erklärt wird.

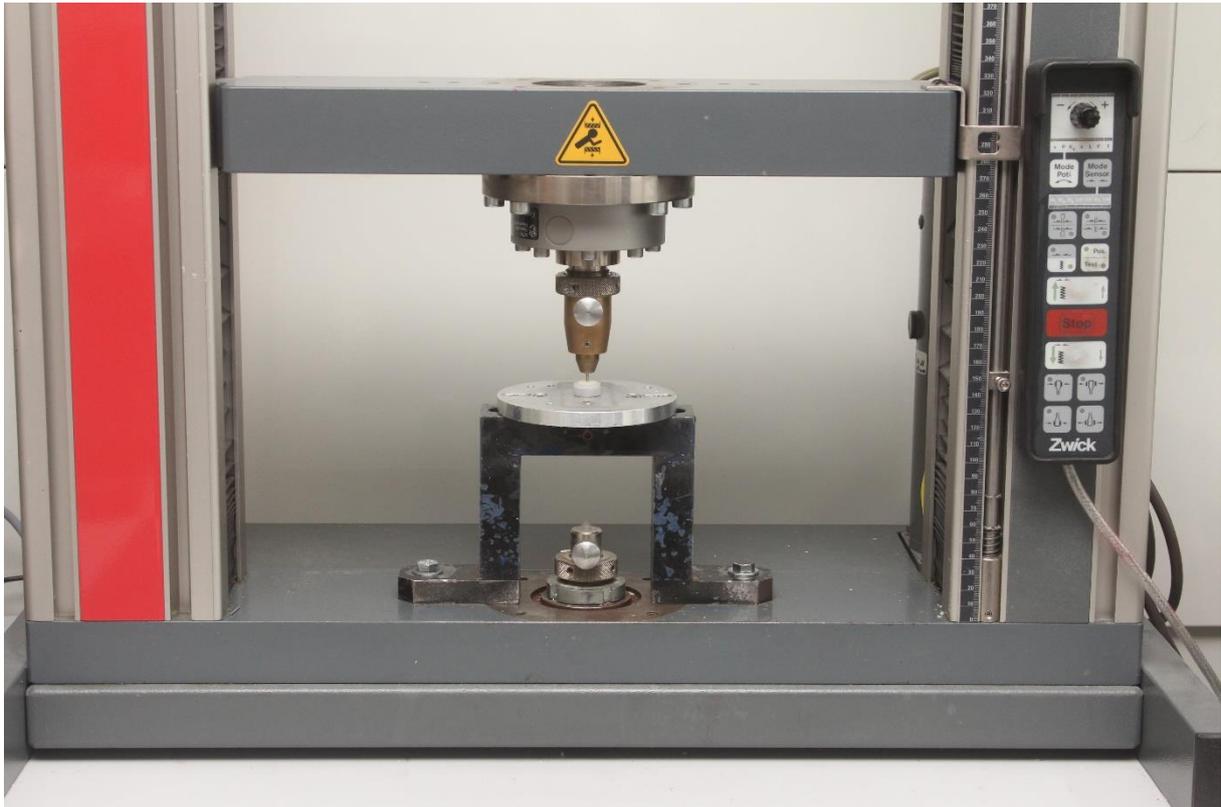


Abbildung 5: Versuchsaufbau der Universalprüfmaschine Zwick Z010

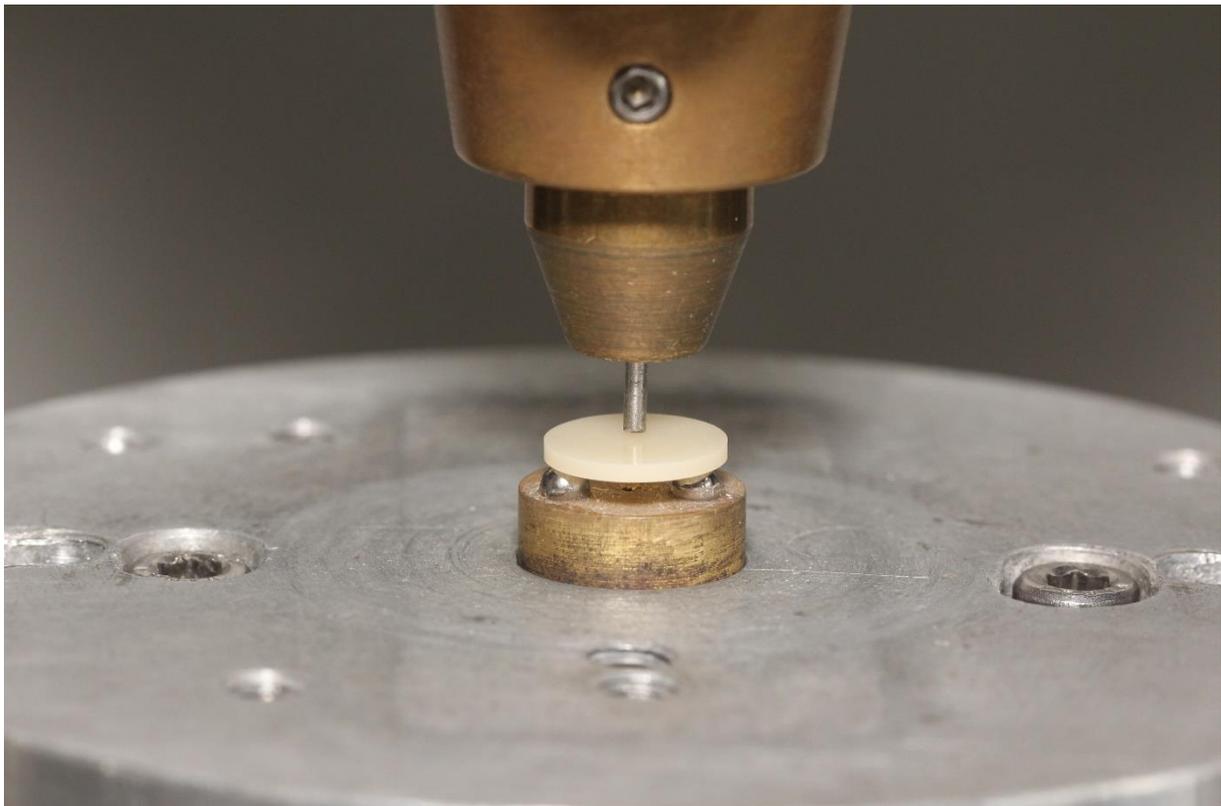


Abbildung 6: Versuchsaufbau vergrößert: Zirkonoxidkeramikscheibe auf den drei Metallkugeln platziert, Metallzylinder, der den Druck auf den Probenkörper ausübt

Die Bruchlast für jede Probe wurde gemessen, und die biaxiale Biegefestigkeit wurde mit der folgenden Formel berechnet:

$$\sigma = \frac{-0.2387P(X - Y)}{d^2}$$

wobei: σ = biaxiale Biegefestigkeit (MPa); P = Bruchlast (N); d = Stärke der Probenscheibe am Bruchursprung (mm). X und Y wurden wie folgt bestimmt:

$$X = (1 + \nu) \ln \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2 + \left(\frac{(1 - \nu)}{2} \right) \left(\frac{r_2}{r_3} \right)^2$$

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

ν ist die Poissonzahl (0,25), r_1 ist der Radius des Stützkreises, r_2 der Radius des Stempels und r_3 der Radius der Probe [58, 59].

2.9 Dynamische Dauerbelastbarkeit

Die Dauerbelastbarkeit wurde in dieser Studie ebenfalls mit dem Piston-on-three-balls-test, welcher im vorherigen Abschnitt „2.7 Quasi-statische Biegefestigkeit“ beschrieben wurde, durchgeführt. Allerdings wurde dafür die Universalprüfmaschine Zwick 1435 (Zwick, Ulm, Deutschland) verwendet.

Im Versuch der Biegefestigkeit wurden die Untergruppen im quasi-statischen biaxialen Biegeversuch ohne dynamische Vorbelastung getestet. Der Mittelwert des biaxialen Biegeversuchs diente als Berechnungsgrundlage für die dynamische Belastung in diesem Versuch. Die genaue Prozentzahl der initialen Last der dynamischen Dauerbelastung wurde nach einer Pilotstudie festgelegt, in der evaluiert wurde, wo genau sich der Bereich, in dem die meisten Proben frakturierten, befand.

Die Niveaus der verschiedenen Belastungen wurden mit 50%, 65%, 75% und 80% des Mittelwertes des vorangegangenen quasi-statischen biaxialen Biegeversuchs festgelegt. Zehn Proben pro Belastung durchliefen 100.000 Zyklen bei 10 Hertz. Die Anzahl der Zyklen, die die Proben jeder Untergruppe bis zur Fraktur durchlaufen

haben, wurde notiert. Die Proben, die nicht während der 100.000 Zyklen der dynamischen Dauerbelastung frakturierten, wurden noch einmal unter quasi-statischen Bedingungen bis zum Bruch getestet. Die daraus resultierende Biegefestigkeit wurde ermittelt und später weiter ausgewertet [37, 54].

2.10 Röntgendiffraktion

Um kristalline Strukturen analysieren zu können, wurde die Röntgendiffraktion zur Hilfe genommen. Da Röntgenstrahlen elektromagnetische Wellen sind, kann bei diesen das Phänomen der Beugung beobachtet werden [36]. Der Grund für die Beugung ist die Streuung der Strahlung an den Atomen des Kristallgitters. Die Strahlung wird nur in die Richtungen bedeutend reflektiert, in denen einzelne schwache Reflexionen sich konstruktiv überlagern [36]. Für eine konstruktive Interferenz muss die Bragg-Gleichung erfüllt sein:

$$n\lambda = 2d \sin(\theta)$$

d = Abstand zwischen parallelen Gitterebenen

λ = Wellenlänge

θ = Winkel zwischen Röntgenstrahl und Gitterebene, sogenannter Braggwinkel

n = natürliche Zahl, die die Beugungsordnung angibt

[36]

Dadurch dass die Röntgenstrahlen abhängig von den unterschiedlichen Kristallstrukturen unterschiedlich gebeugt werden, können sie gut unterschieden und analysiert werden.

Für die Röntgendiffraktion (engl.: X-Ray Diffraction, XRD) (Smart Lab 9kW, Rigaku, Japan) wurden drei Proben jeder Untergruppe zufällig ausgewählt. Diese Untersuchung diente zur Bestimmung der tetragonalen und monoklinen Phasen. Die Proben wurden nach dem dynamischen Belastungsverfahren (50%, 65%, 75% und 80% des aus dem quasi-statischen biaxialen Biegefestigkeitstest resultierenden Mittelwerts der Bruchlast) und nach dem quasi-statischen Biegefestigkeitstest sowie

ohne jegliche Behandlung untersucht. Der Messbereich für 2θ betrug 20° bis 40° mit einer Schrittweite von $0,04^\circ$. Die gesamte Oberfläche wurde mit einem Cu K α Röntgenstrahl untersucht.

2.11 Vickers-Härte

Nach der Belastung bis zum Bruch wurden 50 Proben je Untergruppe dem Vickers-Härte-Test unterzogen. Von jeder Probe wurde ein Bruchstück zufällig ausgewählt. Es wurden auf jedem Bruchstück drei Einkerbungen unter dem Druck von 5 kg und einer Haltezeit von 10 s hergestellt. Für jede Probe wurden daher drei Messungen durchgeführt und der Durchschnitt dieser ausgerechnet. Die diagonale Länge jeder einzelnen Einkerbung wurde mit Hilfe eines Mikroskops (20-fache Vergrößerung) gemessen und zur Ermittlung der Härte in folgender Formel verwendet:

$$VHN = 1.8544 \left(\frac{F}{d} \right)^2$$

wobei VHN die Vickers-Härte, F die aufgebrachte Last in kg und d die mittlere Länge der Diagonalen des Eindrucks in mm ist [58, 59, 77].

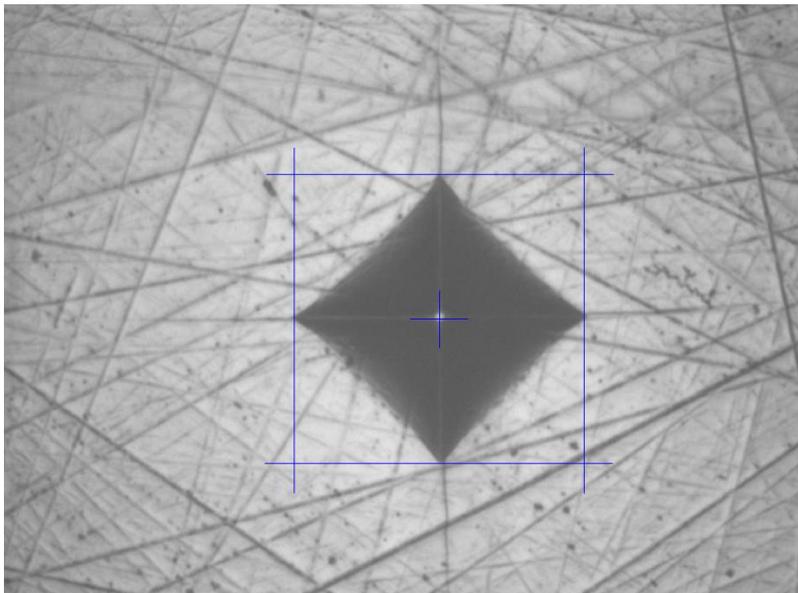


Abbildung 7: Beispiel einer Einkerbung auf dem Probenkörper während der Ermittlung der Vickers-Härte (4YSZ, 1400°C Sinterung, 50%-Niveau dynamische Dauerbelastung), 20-fache Vergrößerung, blaue Linien zur Ermittlung der Größe und somit zur Härte der Probe

2.12 Statistische Auswertung

Die gesammelten Daten wurden mit dem Shapiro-Wilk-Test auf Normalverteilung geprüft. Die Daten zu den Farbmessungen zeigten keine signifikante Abweichung zur Normalverteilung, sodass die zweifache Varianzanalyse (engl.: two-way analysis of variance, kurz: two-way ANOVA) durchgeführt werden konnte. Um den Einfluss der Sintertemperatur auf ΔE der Farbmessung zu analysieren, wurde eine einfache ANOVA durchgeführt, gefolgt vom post-hoc-Tukeys-Test. Die Daten zur Transluzenz waren nicht normal verteilt und wurden mit dem Levene-Test ausgewertet. Da die Varianzhomogenität erfüllt war, wurden Kruskal-Wallis- und Mann-Whitney-Tests durchgeführt, gefolgt von einer Bonferroni-Holm-Korrektur für multiples Testen. Da die Daten des quasi-statischen biaxialen Biegefestigkeitstests keine signifikante Abweichung zur Normalverteilung zeigten, wurde eine zweifache ANOVA durchgeführt, gefolgt vom Post-hoc-Gabriel-Test. Aufgrund eines Herstellungsfehlers wurde eine Probe von der Analyse der Biegefestigkeit ausgeschlossen. Da die Daten der Vickers-Härte bei nur wenigen Gruppen nicht normal verteilt waren, wurde der Levene-Test auf einem Signifikanzniveau von $\leq 0,05$ durchgeführt. Die Varianzhomogenität war nicht erfüllt, daher wurde eine einfache ANOVA durchgeführt, gefolgt vom Games-Howell-Test. Die Daten der Mikrostruktur wurden qualitativ analysiert.

3 Ergebnisse

3.1 Farbe

Mittelwerte, Standardabweichungen und statistisch signifikante Unterschiede der Farbunterschiede ΔE sind in Tabelle 4 dargestellt. Es gab eine signifikante Abnahme von ΔE bei 4YSZ bei Erhöhung der Sintertemperatur. Bei höheren Temperaturen (1500°C und 1600°C) zeigte 4YSZ ein signifikant geringeres ΔE als 5YSZ. Bei 1400°C zeigte 4YSZ ein signifikant höheres ΔE als 5YSZ.

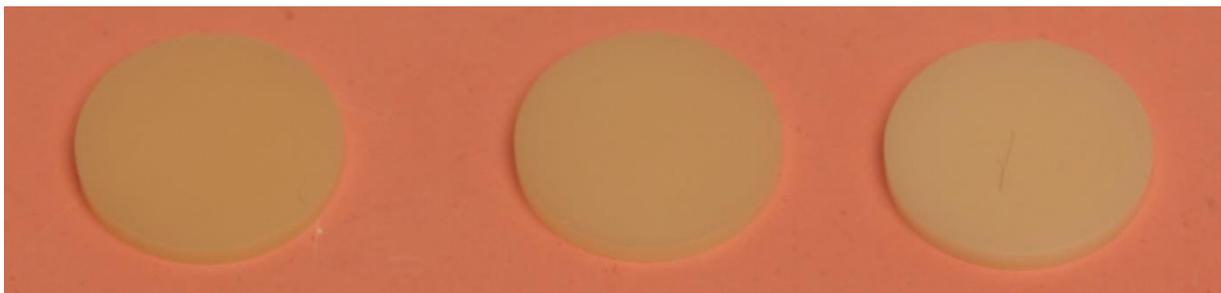


Abbildung 8: Probenkörper des 5YSZ nach Fertigstellung, von links nach rechts: bei 1400°C gesintert, bei 1500°C gesintert, bei 1600°C gesintert



Abbildung 9: Probenkörper des 4YSZ nach Fertigstellung, von links nach rechts: bei 1400°C gesintert, bei 1500°C gesintert, bei 1600°C gesintert

Tabelle 4: Mittelwerte und Standardabweichungen (SD) der Farbunterschiede für 4YSZ und 5YSZ, angegeben in ΔE . Dies ist die Differenz zwischen dem ausgewählten Farbton (A3) und dem gemessenen, vom Spektrophotometer angezeigten Farbton. Statistisch unterschiedliche Mittelwerte ($p \leq 0,05$) werden durch unterschiedliche Großbuchstaben (Material) und Kleinbuchstaben (Sinter-temperatur) angegeben.

		Farbunterschied (ΔE)	
		4YSZ (n=10)	5YSZ (n=10)
Sinter- temperatur (°C)			
	1400	Mittelwert	7,47 B,c
SD		0,23	0,19
1500	Mittelwert	4,33 A,b	7,44 B,c
	SD	0,18	0,08
1600	Mittelwert	3,94 A,a	6,53 B,b
	SD	0,20	0,24

3.2 Transluzenz

Die Daten des Transluzenztests sind in Tabelle 5 dargestellt. Die Ergebnisse zeigen signifikante Unterschiede zwischen den beiden getesteten Materialien; 5YSZ zeigte niedrigere CR-Werte als 4YSZ.

Tabelle 5: Mediane, Mittelwerte und Standardabweichungen (SD) der Transluzenzunterschiede für 4YSZ und 5YSZ, angegeben in CR (Kontrastverhältnis) der folgenden Gleichung: $CR = Y_b/Y_w$ mit $Y = ((L + 16)/116)^3 \times 100$. Statistisch unterschiedliche Mittelwerte ($p \leq 0,05$) werden durch unterschiedliche Großbuchstaben (Material) und Kleinbuchstaben (Sintertemperatur) angegeben.

Transluzenzverhältnis (CR)				
Sinter- temperatur (°C)	4YSZ (n=10)		5YSZ (n=10)	
	1400	Median	0,868 B, b	0,806 A, b
Mittelwert		0,868	0,808	
SD		0,005	0,013	
1500	Median	0,832 B, a	0,783 A, a	
	Mittelwert	0,831	0,783	
	SD	0,005	0,003	
1600	Median	0,830 B, a	0,801 A, b	
	Mittelwert	0,831	0,780	
	SD	0,005	0,006	

3.3 Oberflächenrauheit

Die Oberflächen zeigten alle eine ähnliche Rauheit (Tabelle 6).

Tabelle 6: Mittelwerte und Standardabweichungen (SD) der in μm angegebenen Rauheit S_a für 4YSZ und 5YSZ.

Material	Sinter- temperatur (°C)	Rauheit S_a (μm) (3 Messungen pro Probe bei 3 Proben)	
		Mittelwert	SD
4YSZ	1400	0,058	0,004
	1500	0,072	0,005
	1600	0,105	0,012
5YSZ	1400	0,081	0,023
	1500	0,086	0,029
	1600	0,080	0,002

3.4 Korngrößen

Die Korngrößen waren signifikant unterschiedlich (Tabelle 7). Höhere Sintertemperaturen führten zu einer Zunahme der Korngröße und einem dichten Gefüge ohne Hohlräume, wie die REM-Aufnahmen in Abbildung 10 zeigen. Von beiden Werkstoffen zeigte 5YSZ die größten Korngrößen.

Tabelle 7: Mittelwerte und Standardabweichungen (SD) der in μm^2 angegebenen Korngröße für 4YSZ und 5YSZ.

Material	Sinter- temperatur (°C)	Korngröße (μm^2) (3 Messungen pro Probe bei 1 Probe)	
		Mittelwert	SD
4YSZ	1400	0,065	0,004
	1500	0,213	0,021
	1600	0,754	0,081
5YSZ	1400	0,146	0,007
	1500	0,757	0,158
	1600	5,364	1,363

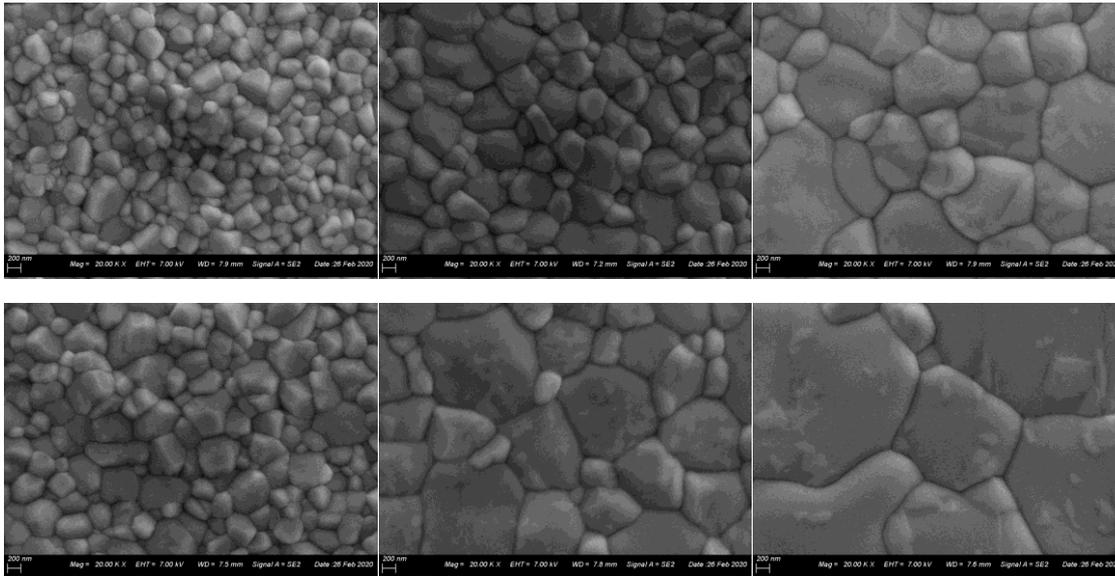


Abbildung 10: Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen, die den Einfluss der Sintertemperatur und des Materials auf die Korngröße zeigen. Originalvergrößerung: 20.000fach, obere Reihe von links nach rechts: 4YSZ bei 1400°C, 4YSZ bei 1500°C, 4YSZ bei 1600°C, untere Reihe von links nach rechts: 5YSZ bei 1400°C, 5YSZ bei 1500°C, 5YSZ bei 1600°C.

3.5 Quasi-statische Biegefestigkeit

Mediane, Mittelwerte, Standardabweichungen und statistisch signifikante Unterschiede der Biegefestigkeit, die mit dem Piston-on-three-balls-test ohne Ermüdung gemessen wurden, sind in Tabelle 8 dargestellt. Die Mittelwerte reichten von 612 ± 65 MPa (5YSZ bei 1600°C) bis 945 ± 108 MPa (4YSZ bei 1400°C). Je niedriger die Sintertemperatur war, mit der die Proben zuvor gesintert wurden, desto höhere Biegefestigkeitswerte ergaben sich. Es bestanden signifikante Unterschiede zwischen den Untergruppen (Abbildung 11).

Tabelle 8: Mediane, Mittelwerte und Standardabweichungen (SD) der quasi-statischen Biegefestigkeit in MPa für 4YSZ und 5YSZ. Statistisch unterschiedliche Mittelwerte ($p \leq 0,05$) werden durch unterschiedliche Großbuchstaben (Material) und Kleinbuchstaben (Sintertemperatur) angegeben.

		Biegefestigkeit (MPa)	
Sintertemperatur		4YSZ	5YSZ
(°C)		(n=10)	(n=10)
1400	Median	944 A, a	841 B, a
	Mittelwert	945	847
	SD	108	100
1500	Median	915 A, a	708 B, b
	Mittelwert	926	728
	SD	129	85
1600	Median	869 A, a	606 B, c
	Mittelwert	907	612
	SD	105	65

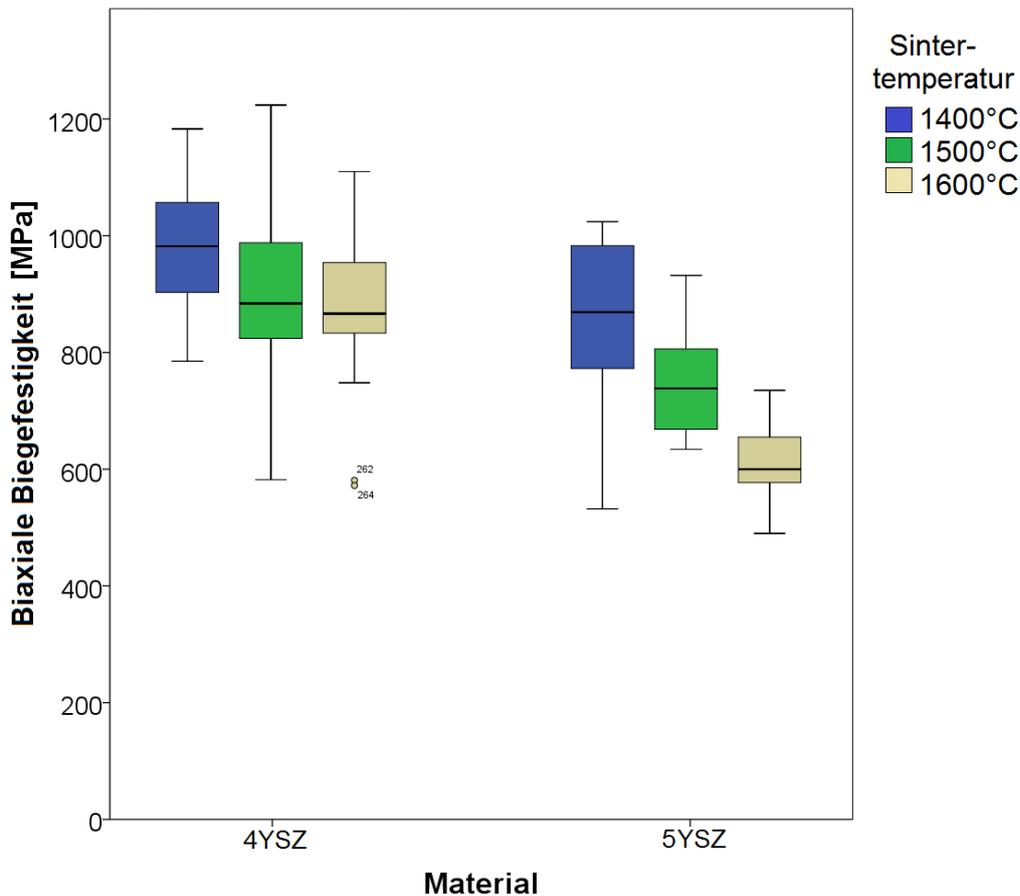


Abbildung 11: Quasi-statische biaxiale Biegefestigkeit von 4YSZ und 5YSZ in MPa gruppiert nach Material und Sinter-temperatur (n=10)

3.6 Dynamische Dauerbelastbarkeit

Die Anzahl der Proben, die 100.000 Zyklen des dynamischen Belastungsverfahrens überstanden haben, ist in Tabelle 9 dargestellt. Beim Vergleich beider Materialien fällt auf, dass mehr Proben von 4YSZ 100.000 Zyklen überlebten als von 5YSZ. Bei 1400°C gesintert, überlebten die meisten Proben beider Materialien unter jeder Belastung. Bei 50% Last überlebten durchschnittlich 85% der Proben, bei 65% Last waren es 55%, bei 75% Last 35% und bei 80% Last waren es 30%. Bei 1500°C und 80% Last überlebten im Durchschnitt 5% der Proben und bei 75% Last 15%. Bei 1600°C überlebte keine der Proben bei 80% Last, bei 75% Last 15% und bei 65% Last überlebten nur 10% der Proben. Tabelle 9 zeigt auch den quasi-statischen biaxialen Biegefestigkeitstest der überlebenden Proben. Auffällig ist, dass die Proben, die eine 80%ige Belastung überlebten, höhere Werte der biaxialen Biegefestigkeit erreichten als die Proben mit geringeren Belastungen.

Tabelle 9: Mittelwerte und Standardabweichungen (SD) der quasi-statischen biaxialen Biegefestigkeit in MPa für 4YSZ und 5YSZ nach 100.000 überstandenen Zyklen der dynamischen Dauerbelastung. Die Proben wurden mit unterschiedlichen Dauerbelastungen belastet, die in Prozent des Mittelwertes des vorangegangenen quasi-statischen biaxialen Biegeversuches angegeben wurden.

Material	Sinter- temperatur (°C)	Belas- tung (%)	Anzahl	Mittelwert (MPa)	SD
4YSZ	1400	50	10	984	129
		65	6	1026	94
		75	4	1002	101
		80	4	1013	88
	1500	50	9	798	143
		65	8	912	91
		75	2	923	139
		80	1	1025	---
	1600	50	10	805	140
		65	2	865	23
		75	2	1097	15
		80	0	---	---
5YSZ	1400	50	7	859	180
		65	5	849	95
		75	3	853	167
		80	2	1018	8
	1500	50	10	730	76
		65	4	803	75
		75	1	932	---
		80	0	---	---
	1600	50	10	603	43
		65	0	---	---
		75	1	735	---
		80	0	---	---

3.7 Röntgendiffraktion

Hinsichtlich der Daten der XRD-Analyse zeigten alle bei 1400°C gesinterten Proben unabhängig von der Ermüdung eine verzerrte tetragonale Phase. Mehrere bei 1500°C und 1600°C gesinterte Proben zeigten nach dynamischer Belastung keine verzerrte tetragonale Phase. Alle Proben enthielten tetragonale und kubische Anteile, aber eine monokline Phase wurde in keiner von ihnen gefunden (Abbildung 12).

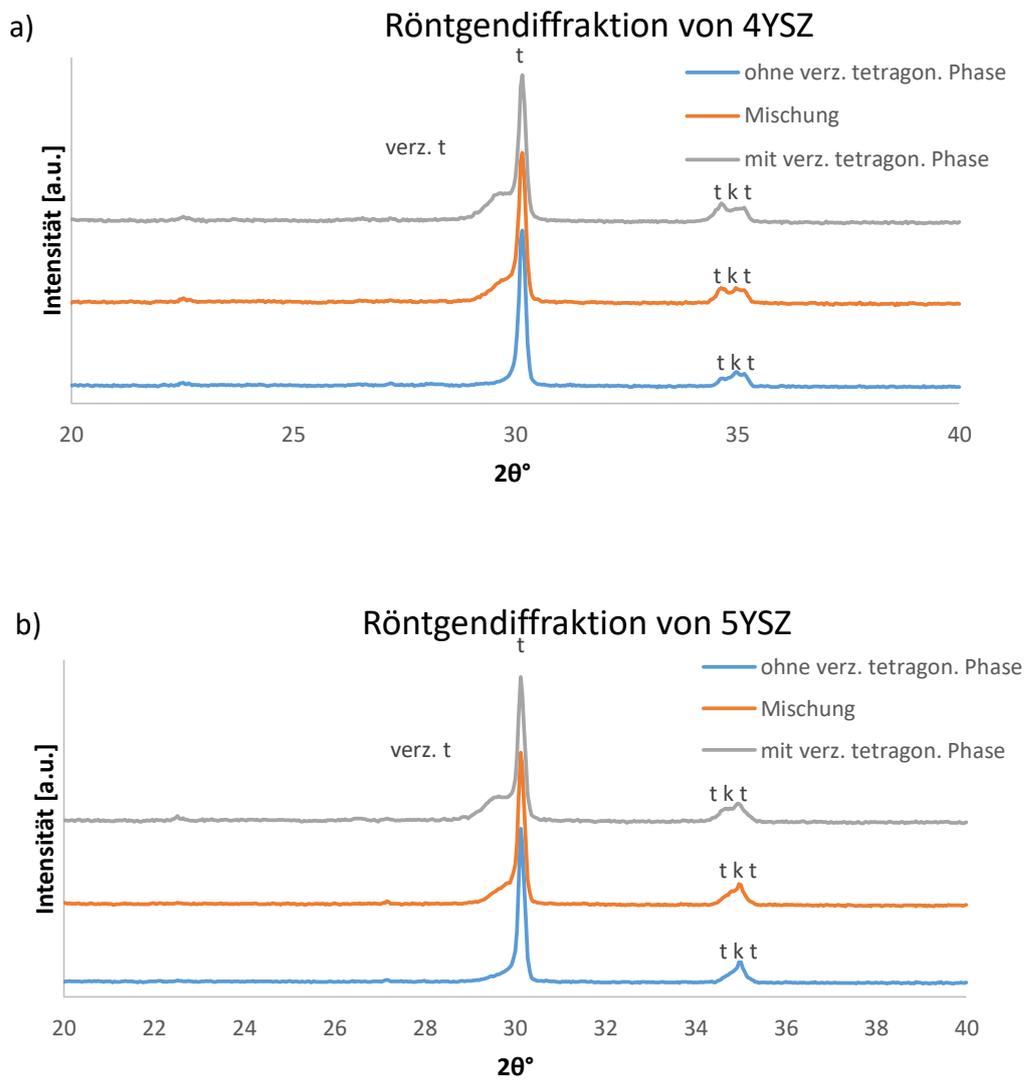


Abbildung 12: XRD-Muster

- a) 3 verschiedene Muster der Röntgendiffraktion, die in 4YSZ nachgewiesen werden konnten
- b) 3 verschiedene Muster der Röntgendiffraktion, die in 5YSZ nachgewiesen werden konnten

t = tetragonale Phase, *k* = kubische Phase, *verz. t* = verzerrte tetragonale Phase

3.8 Vickers-Härte

Die Ergebnisse der Vickers-Härte stiegen ebenfalls an, während die Sintertemperatur sank. Es wurde auch ein statistisch signifikanter Unterschied zwischen den Untergruppen festgestellt. Im Vergleich der beiden Werkstoffe zeigten die Ergebnisse von 4YSZ eine signifikant höhere Härte, wie in Tabelle 10 dargestellt.

Tabelle 10: Mediane, Mittelwerte und Standardabweichungen (SD) der Vickers-Härte, angegeben in HV5 für 4YSZ und 5YSZ. Statistisch unterschiedliche Mittelwerte ($p \leq 0,05$) werden durch unterschiedliche Großbuchstaben (Material) und Kleinbuchstaben (Sintertemperatur) angegeben.

Vickers-Härte (HV5)				
Sinter- temperatur (°C)	4YSZ		5YSZ	
	(n=50)		(n=50)	
1400	Median	1518 A, a	1475 B, a	
	Mittelwert	1518	1473	
	SD	7	8	
1500	Median	1470 A, b	1450 B, b	
	Mittelwert	1473	1450	
	SD	11	10	
1600	Median	1432 A, c	1436 A, c	
	Mittelwert	1433	1435	
	SD	7	6	

4 Diskussion

4.1 Diskussion der Methodik

Ziel dieser Studie war es, möglichst standardisierte, vergleichbare Verfahren zur Testung zu verwenden, die den Vergleich mit anderen Studienergebnissen zulassen. Die Ergebnisse dieser Studie sind natürlich stark von dem Versuchsaufbau abhängig. Dementsprechend lassen sich die ermittelten Werte nur mit Ergebnissen aus Studien mit gleichen oder sehr ähnlichen Versuchsaufbauten direkt vergleichen. Auffällig sind die Unterschiede zwischen den beiden verwendeten Materialien hinsichtlich ästhetischer und mechanischer Eigenschaften. Diese lassen Rückschlüsse zur Anwendung der Materialien an sich wie auch zur Verwendung anderer Sintertemperaturen zu.

Obwohl die optischen Eigenschaften der neuen Zirkonoxid-Generationen denen von 3Y-TZP überlegen sind [72], lässt sich die Frage stellen, inwiefern sich diese noch weiter durch die Veränderung der Sintertemperaturen optimieren lassen. Es wird daher weiterhin nach Optimierungsmöglichkeiten der mechanischen und ästhetischen Eigenschaften der neuen Generationen gesucht [72]. Es ist bekannt, dass die Unterschiede der Ergebnisse bei einer gewählten Temperaturdifferenz von 70°C relativ gering waren [21]. Um die Auswirkungen der verschiedenen Sintertemperaturen auf die Eigenschaften deutlicher darzustellen, wurde die Temperaturdifferenz in der vorliegenden Studie auf 100°C erhöht.

Die Verwendung des Spektrophotometers Vita Easys shade zur Gewinnung der CIELAB-Koordinaten ist in der zahnmedizinischen Forschung weit verbreitet, sodass die Ergebnisse dieser Studie den Vergleich mit anderen zulassen [20, 21, 32]. In dieser Studie wurde es verwendet, um ΔE und CR zu ermitteln, welche ebenfalls gängige Parameter zur Untersuchung des Farbunterschieds sowie der Transluzenz darstellen [20, 21, 32].

Unterschiedliche Ergebnisse der Zahnfarbe in der Literatur lassen sich auf mehrere Faktoren zurückführen. Es gibt unterschiedliche Methoden zur Untersuchung der Farbe sowie verschiedene Ziele, die mithilfe der Studien verfolgt werden [8, 10]. Es macht einen großen Unterschied, ob das Gerät vor jedem Gebrauch neu kalibriert wird [21]. Genauso ist es wichtig, immer an derselben Stelle zu messen. Eine

Randmessung fällt anders aus als eine zentrale Messung. Die Farbe des Hintergrunds, vor dem die Probe gemessen wird, ist außerdem ein ausschlaggebender Faktor, der die Messung beeinflusst [75]. Auch die Anzahl und Erfahrung der versuchsdurchführenden Personen und Beobachter spielen eine große Rolle [8, 10, 21]. Außerdem sind klinisch für die Akzeptanz der Restauration die Umgebung sowie der Überblendeffekt wichtige Faktoren zur Beurteilung (z. B. Größe, Farbe, Form der Lippen, Gingiva, Haut, Position im Zahnbogen, Farbe und Form der Nachbarzähne, Transluzenz, Oberflächenstruktur, Speichelfeuchtigkeit). Im klinischen Alltag haben diese eine immense Bedeutung [10, 21]. In der vorliegenden Studie wurden solche Faktoren nicht miteinbezogen, so dass zusätzliche Störgrößen vermieden wurden. Die festgelegten Grenzen der ΔE -Werte, die in dieser Studie verwendet wurden, scheinen mit der klinischen Praxis übereinzustimmen, wenn man einen zahnmedizinischen Laien in Betracht zieht, was normalerweise für die Patienten zutrifft [4, 20, 21, 41].

Die Transluzenz wurde in dieser Studie mithilfe des Kontrastverhältnisses evaluiert. Dadurch dass diese Parameter durch indirekte Messungen erhalten wurden, gehört diese Methode zu der spektralen Reflexion [11]. Da das hier genutzte Kontrastverhältnis in vielen Studien verwendet wurde [16, 21, 31, 69] und daher ein Parameter ist, der einen aussagekräftigen Vergleich zulässt, wurde diese Messmethode in der vorliegenden Studie angewandt.

Zur Untersuchung der Oberflächenrauheit von Dentalwerkstoffen werden in der Zahnmedizin häufig die Rauheitsparameter R_a und S_a verwendet [28, 35, 67]. Abhängig von dem jeweiligen Material und der Größenordnung, in welcher die Rauheit bestimmt werden soll, werden unterschiedliche Methoden zur Bestimmung der Oberflächentopographie angewandt [67]. In dieser Studie wurde mit der häufig verwendeten Laserrastermikroskopie gearbeitet. Dieser steht beispielsweise die taktile Profilometrie gegenüber, mit der ebenfalls die Rauheit bestimmt werden kann [28, 35]. Der Erwerb des Profilometers ist relativ kostengünstig und war daher in der Vergangenheit weit verbreitet, ist jedoch heutzutage weitestgehend von dem Laserrastermikroskop abgelöst worden. Die Methode der Profilometrie wird durch die räumliche Dimension des Taststiftes, die Rate des Abtastens, die aufzubringende Kraft sowie die Kalibrierung in der Z-Achse begrenzt [2]. Wennerberg et al. verglichen die beiden Methoden in ihrer Studie und kamen zu dem Ergebnis, dass

die Laserscanningmethode die Rauheit minimal überschätzt, während die Profilometrie sie eher unterschätzt und somit Flächen glatter darstellte [81]. Dies kam dadurch zustande, dass der Taststift die schmalen Täler gar nicht registrieren konnte, da er aufgrund seiner Dimension den Grund dieser nicht erreichen konnte [81]. Ein weiterer Grund war die Verformung, die der Taststift auf die Oberfläche ausübte, die somit zu veränderten Informationen führen konnte. Die Laserscanningmethode hat über die Jahre an Bedeutung gewonnen und gilt heute als sehr genaue und präzise Methode zur Bestimmung der Oberflächenrauheit [81].

Um die Korngrößen zu vergleichen, wurden REM-Bilder aufgenommen, was zur Analyse dieser ein weit verbreiteter Ansatz ist [39, 70]. Durch den Maßstab auf dem Bild und die jeweilige Vergrößerung konnte die ungefähre durchschnittliche Größe errechnet werden. Natürlich zeigen die Bilder nur Ausschnitte des Großen und Ganzen und sind daher nur Stichproben. Um eine möglichst genaue Größenangabe machen zu können, wurde der Ausschnitt der Körner relativ groß gewählt.

Im Bereich der Werkstoffkunde gibt es mehrere Methoden zur Testung der Biegefestigkeit von spröden Materialien [9]. Die am häufigsten verwendeten sind der biaxiale Biegeversuch, der 3-Punkt-Biegeversuch und der 4-Punkt-Biegeversuch [9]. Diese In-Vitro-Testmethoden kommen den klinischen Begebenheiten zwar nah, sind jedoch durch einige Faktoren limitiert. Keine dieser Methoden kann die intraoralen Spannungen, wie sie auf die Restauration im Mund wirken, exakt nachahmen [34, 53, 56]. In dieser Studie wurde der quasi-statische biaxiale Biegefestigkeitstest mit der Piston-on-three-balls-Variante gewählt. Andere Testkonstruktionen sind Ring-auf-Ring, Kolben-auf-Ring, Kugel-auf-Ring, Ring-auf-Kugel und Ring-auf-Feder. Es wurde die Piston-on-three-balls-Methode verwendet, da der punktuelle Kontakt zwischen den im gleichen Abstand liegenden drei Kugeln und der scheibenförmigen Probe gegenüber der Lagerung auf einem Ring aus Kugeln leichte Unebenheiten toleriert [17, 58, 59]. Dadurch, dass die Probe zentral belastet wird, haben fertigungsbedingte Ungenauigkeiten in den Randbereichen keinen nennenswerten Einfluss auf die Messergebnisse (Kanteneffekt) [9, 17, 58, 59, 80].

In dieser Studie wurde zur Testung der dynamischen Dauerbelastbarkeit nicht das sogenannte „Staircase-Modell“ verwendet, sondern eine feste Anzahl von Proben bei verschiedenen Lasten. Die Staircase-Methode ist zur Testung der Dauerbelastbarkeit in der zahnmedizinischen Forschung weit verbreitet [37, 54]. Sie hat zwar den Vorteil

des geringeren Aufwandes, da die Probenzahl geringer ist. Jedoch führt eine geringe Probenzahl zu einem weniger belastbaren Ergebnis. Hat eine Probe beispielsweise einen fertigungsbedingten Fehler, verfälscht der daraus resultierte, nicht repräsentative Wert die Statistik. Außerdem kann es sein, dass Herstellungsfehler nicht identifiziert werden. Der hier verwendete Ansatz, eine feste Anzahl von zehn Proben bei verschiedenen vorher festgelegten Lasten 100.000 Zyklen durchlaufen zu lassen, ist aussagekräftiger, da er eine höhere Probenzahl beinhaltet und somit eine fundierte statistische Auswertung und die Identifizierung von Herstellungsfehler ermöglicht.

Die Verwendung von XRD zur Bestimmung der kristallinen Phasen von Zirkonoxid ist in unterschiedlichen Forschungsbereichen wie auch in der Zahnmedizin eine weit verbreitete Methode [21, 25, 76]. Seit vielen Jahren dient die Röntgenbeugung zur Analyse der verschiedenen Phasen. Daher lassen die entstandenen XRD-Spektren einen gehaltvollen Vergleich zu. Für diese Studie war es nicht notwendig, den Volumenanteil der verschiedenen Phasen zu berechnen, da es hierbei ausschließlich darum ging, die Existenz der monoklinen Kristalle in Bezug auf die sich ändernde Sintertemperatur nachzuweisen. Da ausschließlich tetragonale und kubische Anteile gefunden wurden, konnte auf eine quantitative Analyse verzichtet werden [25, 76].

4.2 Diskussion der Ergebnisse

Die vorliegende Studie zeigte, dass sowohl der Yttriumoxid-Gehalt als auch die Sintertemperatur einen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften wie die biaxiale Biegefestigkeit, die Dauerbelastbarkeit und die Härte von Zirkonoxidkeramik haben, sodass die angegebene Nullhypothese zurückgewiesen werden muss.

Die Ergebnisse der vorliegenden Studie zeigten eine signifikante Abnahme des Farbunterschieds ΔE von 4YSZ mit steigender Sintertemperatur. Der Sinterprozess beeinflusst die Eigenschaften von Zirkonoxidkeramik durch Veränderungen der kristallinen Phasen und der Mikrostruktur [18]. Die Zwischenpartikelporen in der gesinterten Zirkonoxidkeramik können durch atomare Diffusion, angetrieben durch Kapillarkräfte, beseitigt werden. Die steigende Temperatur führt zu einer zunehmenden Dichte, da die Partikel dicht zusammengesintert werden und die Poren an den Korngrenzen durch Festkörperdiffusion reduziert werden [14]. Die

zunehmende Dichte der Zirkonoxidkeramik kann zu einer gleichmäßigeren kristallinen Anordnung führen, was eine leicht unterschiedliche Spiegelreflexion, Lichttransmission, Durchdringung und Lichtbrechung begünstigen könnte. Die Verringerung der Poren und die Änderung der kristallinen Anordnung können die Hauptfaktoren sein, die für die Änderungen des ΔE verantwortlich sind [21]. Bei höheren Temperaturen zeigte 4YSZ bessere Farbergebnisse in Bezug auf den Farbton A3 als 5YSZ. Frühere Studien zeigten ebenfalls, dass die Sintertemperatur die Farbentwicklung beeinflusst und stimmen daher mit den Ergebnissen der vorliegenden Studie überein [3, 21, 43, 47, 83].

Die Transluzenzresultate zeigten signifikante Unterschiede zwischen den beiden getesteten Materialien; 5YSZ zeigte höhere Transluzenzwerte als 4YSZ, was auch mit mehreren Studien [39, 47] übereinstimmt. Die höhere Transluzenz wird durch den höheren Yttriumoxidgehalt und die zunehmende Korngröße verursacht. Ein höherer Yttriumoxidgehalt führt zu einem höheren Anteil an kubischer Phase [72]. Die kubische Phase von Zirkonoxid ist in verschiedenen kristallographischen Richtungen isotrop, was die Lichtstreuung an Korngrenzen verringert und infolgedessen die Transluzenz erhöht [84]. Die höchste Transluzenz wurde bei der höchsten Temperatur erwartet, weil die Korngrößen bei höheren Temperaturen zunehmen und es daher weniger Korngrenzen geben würde und dadurch weniger Opazität und mehr Transluzenz. Die vorliegende Studie zeigte jedoch keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit von den verschiedenen Sintertemperaturen, was nicht mit den Ergebnissen vorheriger Studien übereinstimmt. In der Vergangenheit berichteten diese über eine Zunahme der Transluzenz und der Korngrößen bei steigender Sintertemperatur [39, 40, 70, 73, 82]. Die hier durchgeführte Studie weist nach, dass die Korngröße in Abhängigkeit von der Sintertemperatur nicht der einzige bestimmende Faktor ist und dass die Transluzenz auch von anderen Faktoren wie dem Anteil und der Anordnung des Aluminiumoxids, der Porosität, den Verunreinigungen, der Sinterdichte, der chemischen Zusammensetzung und dem Kristallgehalt beeinflusst werden kann [39, 66, 70].

Die quasi-statische Biegefestigkeit, die mit dem Piston-on-three-balls-test ohne Ermüdung gemessen wurde, wies auf einen Unterschied zwischen den drei verschiedenen Sintertemperaturen und den Werkstoffen hin. Die Biegefestigkeit von 5YSZ stieg signifikant an, wenn die Sintertemperatur sank. Starwaczyk et al. (2013)

und Amat et al. (2019) beschrieben, dass Proben bei Sintertemperaturen über 1550°C von Hohlräumen in der Mikrostruktur des Zirkonoxids begleitet waren [7, 70, 73]. Wie in den REM-Aufnahmen zu sehen (Abbildung 10), konnten in der vorliegenden Studie keine Hohlräume nachgewiesen werden. Also muss es andere Gründe für die niedrigen Biegefestigkeitsergebnisse bei 1600°C geben. Es wurde bereits früher berichtet, dass mechanische Eigenschaften wie die Biegefestigkeit mit zunehmender Temperatur und Korngröße abnahmen, was mit den Ergebnissen dieser Studie übereinstimmt [38-40, 70, 73, 82]. Zhang et al. beschrieben die Korngrenzenchemie von größeren Körnern als Grund für die reduzierten mechanischen Eigenschaften [82], was auch die vorliegenden Ergebnisse erklären würde. Durch die Ausdehnung der einzelnen Körner bei höheren Sintertemperaturen werden die Korngrenzen dünner und instabiler. Außerdem ist der Zusammenhalt der Körner herabgesetzt durch die atomare Unordnung sowie die mikrostrukturelle Vergrößerung bei höheren Sintertemperaturen [1, 78, 82]. Bei 4YSZ hingegen hatte die Sintertemperatur keinen signifikanten Einfluss auf die biaxiale Biegefestigkeit, da die Korngröße mit steigender Sintertemperatur nicht ganz so stark angestiegen ist wie bei 5YSZ [70].

In der vorliegenden Studie zeigte das Alterungsregime einen Einfluss auf die Biegefestigkeit. Dies steht im Widerspruch zu dem Ergebnis einer früheren Studie [71], deren Alterungsparameter sich allerdings stark von denen der vorliegenden Studie unterschieden. Während die dynamische Dauerbelastbarkeit in der vorliegenden Studie mit dem Piston-on-three-balls-test getestet wurde, wurden die Proben in der Studie von Stawarczyk et al. [71] vor dem quasi-statischen biaxialen Biegeversuch im Autoklaven, im Kausimulator oder gar nicht gealtert. Die Ergebnisse des dynamischen Belastungsvorgangs der vorliegenden Studie zeigten wie die der quasi-statischen Biegefestigkeit, dass ein Unterschied zwischen den verschiedenen Temperaturen vorhanden war. Auffallend war, dass die Proben, die eine 80%ige dynamische Belastung überstanden, höhere Werte der quasi-statischen biaxialen Biegefestigkeit erzielten als die Proben mit niedrigeren Belastungen. Dadurch dass die Proben mit Schwachstellen, die somit anfälliger sind zu frakturieren, bei der hohen dynamischen Belastung bereits zerbrachen, zählen alle anderen, die diese hohe Belastung überstanden haben, zu den stabilsten der Gruppen. Bei 1400°C war der Sinterprozess wahrscheinlich bei einigen Proben noch nicht komplett vollendet, was dazu führte, dass diese Proben die 100.000 Zyklen nicht überlebten. Das

Kornwachstum könnte bei diesen Proben noch nicht ganz abgeschlossen gewesen sein, obwohl auf den REM-Aufnahmen (Abbildung 10) keine Hohlräume sichtbar sind.

Darüber hinaus wurde in der Literatur beschrieben, dass die Festigkeit des Materials umso größer ist, je kleiner die Korngröße ist [74, 84]. Daher könnte es sein, dass die Proben, falls der Sintervorgang bei 1400°C abgeschlossen war und diese dicht gesintert wurden, eine lange Lebensdauer sowie eine hohe biaxiale Biegefestigkeit haben [74, 84].

Der Grund dafür, dass die 100.000 Zyklen bei 1600°C bei höheren Belastungen nicht überstanden wurden, könnte auch auf die zuvor beschriebenen dünneren und instabileren Korngrenzen größerer Körner zurückzuführen sein [82].

Was die Daten der XRD-Analyse betrifft, so zeigten alle bei 1400°C gesinterten Proben, unabhängig von der Ermüdung, einen weiteren Peak an der linken Schulter des tetragonalen Peaks. Frühere Studien mit 3Y-TZP zeigten, dass die Phasenumwandlung von tetragonal zu monoklin von Alterung und Ermüdung abhängt [55, 66]. Es ist davon auszugehen, dass es sich bei dem weiteren Peak um eine verzerrte tetragonale Phase handelt. Die zusätzliche Phase und die Verbreiterung des tetragonalen Peaks könnten auch das Auftreten einer rhomboedrischen oder orthorhombischen Phase darstellen, von denen bekannt ist, dass sie bei der Probenpräparation von 3Y-TZP entstehen [44]. Die Tatsache, dass nur relativ unveränderliches 4YSZ und 5YSZ in diese Studie einbezogen wurden, macht es unwahrscheinlich, dass es sich wirklich um eine rhomboedrische oder orthorhombische Phase handelt. Mehrere bei 1500°C und 1600°C gesinterte Proben zeigten nach dynamischer Belastung keine verzerrte tetragonale Phase. Es scheint also so zu sein, dass die Phasenumwandlung sowohl von der Sintertemperatur als auch von der Belastung abhängig ist. Es fällt auf, dass es beim Vergleich der beiden Werkstoffe Tendenzen gibt: 4YSZ tendiert dazu, die verzerrte tetragonale Phase seltener zu zeigen als 5YSZ. Weitere Forschung in diesem Bereich könnte hilfreich sein, um den Einfluss dieser verzerrten Phase auf die optischen und mechanischen Eigenschaften genauer zu untersuchen. Darüber hinaus sind weitere Studien erforderlich, um die Ergebnisse dieser Studie zu untermauern und die Sintertemperaturen von Zirkonoxidkeramiken zu optimieren.

Die Werte für die Vickers-Härte stiegen ebenfalls an, während die Sintertemperatur sank, was ebenfalls auf die veränderte Mikrostruktur zurückzuführen sein könnte [74, 82, 84]. Außerdem wurde ein statistischer Unterschied zwischen den Material-Untergruppen festgestellt. 4YSZ zeigte bei 1400°C und 1500°C eine höhere Härte als 5YSZ.

4.3 Schlussfolgerungen und klinische Empfehlung

Unter Berücksichtigung der Ergebnisse und Bedingungen dieser Studie können die folgenden Schlussfolgerungen gezogen werden:

1. Eine höhere biaxiale Biegefestigkeit und eine höhere Vickers-Härte wurden für 4YSZ und 5YSZ bei niedrigeren Temperaturen wie 1400°C im Vergleich zu 1500°C und 1600°C erzielt.
2. Das Auftreten einer verzerrten tetragonalen Phase hängt von niedrigen Temperaturen (1400°C) und der Abwesenheit von Belastung ab.
3. Die monokline Phase ist bei 4YSZ und bei 5YSZ und nach Alterung nicht nachweisbar.
4. 4YSZ weist ein besseres mechanisches Verhalten auf, wie höhere Werte der biaxialen Biegefestigkeit und der Vickers-Härte, während 5YSZ bessere ästhetische Eigenschaften wie eine höhere Transluzenz aufweist.

Aus diesen Erkenntnissen ergibt sich, dass es bei den untersuchten Zirkonoxidkeramiken nicht empfehlenswert ist, für eine bessere Ästhetik mit höheren Sintertemperaturen zu arbeiten.

Ausblick

Die Ergebnisse dieser Studie zeigen, dass die Sintertemperatur einen direkten Einfluss auf die mechanischen und ästhetischen Eigenschaften von 4YSZ und 5YSZ hat. Um den Einfluss und die Ursache der aufgetretenen verzerrten tetragonalen Phase besser beurteilen zu können, sind weitere Studien in diesem Bereich wünschenswert. Die Entwicklung der Zirkonoxidkeramiken ist in den vergangenen Jahren rasch vorangeschritten, wodurch die mechanischen Eigenschaften schon ein sehr hohes Niveau erreicht haben. Die in dieser Studie verwendete Multilayer-Zirkonoxidkeramik vereint durch ihre Zusammensetzung aus 4YSZ und 5YSZ gute mechanische sowie ästhetische Eigenschaften. Da sich 4YSZ durch bessere mechanische Eigenschaften wie eine höhere Biegefestigkeit auszeichnet, macht es den größeren Anteil der späteren Krone oder Brücke aus. Um auch den ästhetischen Anforderungen gerecht zu werden, besteht der inzisale Anteil aus dem transluzenteren 5YSZ. Derzeit wird versucht, die ästhetischen Eigenschaften weiter

zu verbessern. Dadurch, dass durch Zeitersparnis immer häufiger mit monolithischen Restaurationen und Schnell-Sinterprogrammen gearbeitet wird, sollten weitere Studien in diesem Bereich durchgeführt werden.

5 Zusammenfassung

Ziel dieser Studie war es, den Einfluss verschiedener Sintertemperaturen auf die Mikrostruktur, die Oberflächenrauheit, die Farbwiedergabe, die Transluzenz, die biaxiale Biegefestigkeit (BFS), die dynamische Dauerbelastbarkeit und die Oberflächenhärte von Zirkonoxidkeramik mit 4 Mol-% Yttriumoxid (4YSZ) und 5 Mol-% Yttriumoxid (5YSZ) zu bewerten.

Es wurden Zirkonoxidkeramikscheiben mit 12 mm Durchmesser und einer Schichtstärke von 1,2 mm hergestellt und entsprechend der verschiedenen Sintertemperaturen (1400°C, 1500°C und 1600°C) in drei Gruppen (n=53) eingeteilt. Jede Gruppe wurde nach dem dynamischen Belastungsverfahren (keine, 50%, 65%, 75% und 80%), das vor dem quasi-statischen BFS-Test durchgeführt wurde, in fünf Untergruppen (n=10) und eine weitere Untergruppe (n=3), die für die Mikrostrukturanalyse durch Röntgenbeugung (XRD) verwendet wurde, unterteilt. Die Korngrößen wurden rasterelektronenmikroskopisch bestimmt. Die Oberflächenrauheit wurde mittels 3D-Laserrastermikroskop gemessen. Farbwiedergabe und Transluzenz wurden mit einem Spektrophotometer evaluiert. Der BFS-Test und die dynamische Belastung wurden mit einem Piston-on-three-balls-test durchgeführt. Die Oberflächenhärte wurde nach Vickers bewertet.

Die Korngrößen beider Zirkonoxidkeramiken nahmen mit zunehmender Sintertemperatur zu. Darüber hinaus gab es eine signifikant bessere Farbwiedergabe von 4YSZ, als die Sintertemperatur stieg. Bei höheren Temperaturen (1500°C und 1600°C) zeigte 4YSZ im Vergleich zu 5YSZ eine bessere Farbwiedergabe. Im Vergleich zu 4YSZ wiesen die Proben von 5YSZ eine signifikant höhere Transluzenz auf. Eine geringere Sintertemperatur hatte einen signifikanten Anstieg der biaxialen Biegefestigkeit zur Folge. 4YSZ wies eine signifikant höhere biaxiale Biegefestigkeit auf als 5YSZ. Mit Hilfe von XRD konnte neben der regulären tetragonalen und kubischen Phase eine verzerrte tetragonale Phase bei Proben ohne Belastung und bei niedriger Sintertemperatur nachgewiesen werden. Ein Absenken der Sintertemperatur führte zu einem signifikanten Anstieg der Vickers-Härte.

Die Sintertemperatur hatte signifikante Auswirkungen auf das Mikrogefüge und damit auf die mechanischen und optischen Eigenschaften der untersuchten Zirkonoxidkeramiken.

Aus den Ergebnissen kann man schlussfolgern, dass sich die optischen Eigenschaften sich sowohl bei den Sintertemperaturen als auch in Bezug auf den Yttriumoxid-Gehalt des geprüften Zirkonoxids entgegengesetzt zu den mechanischen Eigenschaften verhalten. Es kann daher nicht empfohlen werden, für eine bessere Ästhetik mit höheren Sintertemperaturen zu arbeiten.

6 Summary

The aim of this study was to evaluate the effect of different sintering temperatures on microstructure, surface roughness, colour reproduction, translucency, biaxial flexural strength (BFS), dynamic loading and surface hardness of zirconia with 4 mol% yttria (4YSZ) and 5 mol% yttria (5YSZ).

The zirconia ceramic discs having 12 mm in diameter and a thickness of 1.2 mm were produced and divided according to the different sintering temperatures (1400°C, 1500°C and 1600°C) into three groups (n=53). Each group was divided into five subgroups (n=10) according to the dynamic loading procedure (none, 50%, 65%, 75% and 80%) conducted before the quasi-static BFS test and another subgroup (n=3) used for microstructure analysis by X-ray-diffraction (XRD). The measurements of the grain sizes were performed by scanning electron microscopy (SEM). Colour reproduction and translucency were measured with a spectrophotometer. The BFS test and the dynamic loading were conducted with a piston-on-three-ball test. To obtain the surface roughness a 3D laser scanning microscope was used. The surface hardness was evaluated according to Vickers.

The grain sizes of both zirconia ceramics increased with an increase in sintering temperature. Furthermore there was a significantly better color reproduction of 4YSZ as the sintering temperature increased. At higher temperatures (1500°C and 1600°C) 4YSZ showed a better colour reproduction than 5YSZ. In comparison to 4YSZ the specimens of 5YSZ had a significant higher translucency. A reduced sintering temperature resulted in a significant increase in biaxial flexural strength. 4YSZ had a significantly higher biaxial flexural strength than 5YSZ. With the help of XRD a distorted tetragonal phase was detected at specimens without any stress and at a low sintering temperature besides the regular tetragonal and cubic phase. A reduction in sintering temperature led to a significant increase in Vickers-hardness.

The sintering temperature had significant effects on the microstructure and therefore on the mechanical and optical properties of the tested zirconia ceramics.

Considering the results, it can be concluded that the optical properties behave opposite to the mechanical properties both at the sintering temperatures and in relation to the yttria content of the tested zirconia ceramics. Therefore, it can not be recommended to work with higher sintering temperatures for better esthetics.

7 Literaturverzeichnis

1. Adams, J.W., Ruh, R., Mazdidasni, K.S.: Young's modulus, flexural strength, and fracture of yttria-stabilized zirconia versus temperature. *J Am Ceram Soc* 80, 903-908 (1997).
2. Al-Nawas, B., Grotz, K.A., Gotz, H., Heinrich, G., Rippin, T.G., Stender, T.E., Duschner, H., Wagner, W.: Validation of three-dimensional surface characterising methods: scanning electron microscopy and confocal laser scanning microscopy. *Scanning* 23, 227-231 (2001).
3. Al-Zordk, W., Saker, S.: Impact of sintering procedure and clinical adjustment on color stability and translucency of translucent zirconia. *J Prosthet Dent* 124, 781 - 789 (2020).
4. Alghazali, N., Burnside, G., Moallem, M., Smith, P., Preston, A., Jarad, F.D.: Assessment of perceptibility and acceptability of color difference of denture teeth. *J Dent* 40, 10-17 (2012).
5. Alghazzawi, T.F., Lemons, J., Liu, P.R., Essig, M.E., Janowski, G.M.: Evaluation of the optical properties of CAD-CAM generated yttria-stabilized zirconia and glass-ceramic laminate veneers. *J Prosthet Dent* 107, 300-308 (2012).
6. Alraheam, I.A., Donovan, T.E., Rodgers, B., Boushell, L., Sulaiman, T.A.: Effect of masticatory simulation on the translucency of different types of dental zirconia. *J Prosthet Dent* 122, 404-409 (2019).
7. Amat, N.F., Muchtar, A., Amril, M.S., Ghazali, M.J., Yahaya, N.: Effect of sintering temperature on the aging resistance and mechanical properties of monolithic zirconia. *J Mater Res Technol* 8, 1092-1101 (2019).
8. Azer, S.S., Ayash, G.M., Johnston, W.M., Khalil, M.F., Rosenstiel, S.F.: Effect of esthetic core shades on the final color of IPS Empress all-ceramic crowns. *J Prosthet Dent* 96, 397-401 (2006).
9. Ban, S., Anusavice, K.J.: Influence of test method on failure stress of brittle dental materials. *J Dent Res* 69, 1791-1799 (1990).
10. Barath, V.S., Faber, F.J., Westland, S., Niedermeier, W.: Spectrophotometric analysis of all-ceramic materials and their interaction with luting agents and different backgrounds. *Adv Dent Res* 17, 55-60 (2003).

11. Brodbelt, R.H., O'Brien, W.J., Fan, P.L.: Translucency of dental porcelains. *J dent Res* 59, 70-75 (1980).
12. Calamia, J.R., Levine, J.B., Lipp, M., Cisneros, G., Wolff, M.S.: Smile design and treatment planning with the help of a comprehensive esthetic evaluation form. *Dent Clin North Am* 55, 187-209 (2011).
13. Carrabba, M., Keeling, A.J., Aziz, A., Vichi, A., Fabian Fonzar, R., Wood, D., Ferrari, M.: Translucent zirconia in the ceramic scenario for monolithic restorations: A flexural strength and translucency comparison test. *J Dent* 60, 70-76 (2017).
14. Chen, I.W., Wang, X.H.: Sintering dense nanocrystalline ceramics without final-stage grain growth. *Nature* 404, 168-171 (2000).
15. Chintapalli, R.K., Marro, F.G., Jimenez-Pique, E., Anglada, M.: Phase transformation and subsurface damage in 3Y-TZP after sandblasting. *Dent Mater* 29, 566-572 (2013).
16. Chu, F.C.S., Chow, T.W., Chai, J.: Contrast ratios and masking ability of three types of ceramic veneers. *J Prosthet Dent* 98, 359-364 (2007).
17. Danzer, R., Harrer, W., Supancic, P., Lube, T., Wang, Z.H., Borger, A.: The ball on three balls test - strength and failure analysis of different materials. *J Eur Ceram Soc* 27, 1481-1485 (2007).
18. Denry, I., Kelly, J.R.: State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 24, 299-307 (2008).
19. Douglas, R.D.: Color stability of new-generation indirect resins for prosthodontic application. *J Prosthet Dent* 83, 166-170 (2000).
20. Douglas, R.D., Steinhauer, T.J., Wee, A.G.: Intraoral determination of the tolerance of dentists for perceptibility and acceptability of shade mismatch. *J Prosthet Dent* 97, 200-208 (2007).
21. Ebeid, K., Wille, S., Salah, T., Wahsh, M., Zohdy, M., Kern, M.: Evaluation of surface treatments of monolithic zirconia in different sintering stages. *J Prosthodont Res* 62, 210-217 (2018).
22. Elsaka, S.E.: Optical and mechanical properties of newly developed monolithic multilayer zirconia. *J Prosthodont* 28, 279-284 (2019).
23. Fathy, S.M., Al-Zordk, W., Grawish, M.E., Swain, M.V.: Flexural strength and translucency characterization of aesthetic monolithic zirconia and relevance to clinical indications: a systematic review. *Dent Mater* 37, 711-730 (2021).

24. Filser, F., Kocher, P., Weibel, F., Luthy, H., Scharer, P., Gauckler, L.J.: Reliability and strength of all-ceramic dental restorations fabricated by direct ceramic machining (DCM). *Int J Comput Dent* 4, 89-106 (2001).
25. Garvie, R.C., Nicholson, P.: Phase analysis in zirconia systems. *J Am Ceram Soc* 55, 303-305 (1972).
26. Gebhardt, A., Todd, J.-C.: *WissDok IPS e.max ZirCAD*. Ivoclar Vivadent, 1-43 (2017).
27. Ghazal, M., Kern, M.: The influence of antagonistic surface roughness on the wear of human enamel and nanofilled composite resin artificial teeth. *J Prosthet Dent* 101, 342-349 (2009).
28. Glavina, D., Skrinjaric, I., Mahovic, S., Majstorovic, M.: Surface quality of cerec CAD/CAM ceramic veneers treated with four different polishing systems. *Eur J Paediatr Dent* 5, 30-34 (2004).
29. Hallmann, L., Ulmer, P., Wille, S., Polonskyi, O., Kobel, S., Trottenberg, T., Bornholdt, S., Haase, F., Kersten, H., Kern, M.: Effect of surface treatments on the properties and morphological change of dental zirconia. *J Prosthet Dent* 115, 341-349 (2016).
30. Hannink, R.H.J., Kelly, P.M., Muddle, B.C.: Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. *J Am Ceram Soc* 83, 461-487 (2000).
31. Heffernan, M.J., Aquilino, S.A., Diaz-Arnold, A.M., Haselton, D.R., Stanford, C.M., Vargas, M.A.: Relative translucency of six all-ceramic systems. Part II: core and veneer materials. *J Prosthet Dent* 88, 10-15 (2002).
32. Heydecke, G., Zhang, F., Razzoog, M.E.: In vitro color stability of double-layer veneers after accelerated aging. *J Prosthet Dent* 85, 551-557 (2001).
33. Hoffmann R., R.A., Noack F.: Zirkonoxid 2016. *Quintessenz Zahntech* 42, 796-810 (2016).
34. Huang, C.W., Hsueh, C.H.: Piston-on-three-ball versus piston-on-ring in evaluating the biaxial strength of dental ceramics. *Dent Mater* 27, 117-123 (2011).
35. Hultström, A.K., Bergman, M.: Polishing systems for dental ceramics. *Acta Odontol Scand* 51, 229-234 (1993).
36. Ice, G.E., Barabash, R.I., Pang, J.W.L.: Polychromatic x-ray microdiffraction characterization of local crystallographic structure and defect distributions. *Ency Mater Sci Technol* 2, 1-15 (2005).

37. Iijima, T., Homma, S., Sekine, H., Sasaki, H., Yajima, Y., Yoshinari, M.: Influence of surface treatment of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal with hot isostatic pressing on cyclic fatigue strength. *Dent Mater J* 32, 274-280 (2013).
38. Inokoshi, M., Zhang, F., De Munck, J., Minakuchi, S., Naert, I., Vleugels, J., Van Meerbeek, B., Vanmeensel, K.: Influence of sintering conditions on low-temperature degradation of dental zirconia. *Dent Mater* 30, 669-678 (2014).
39. Jansen, J.U., Lümckemann, N., Letz, I., Pfefferle, R., Sener, B., Stawarczyk, B.: Impact of high-speed sintering on translucency, phase content, grain sizes, and flexural strength of 3Y-TZP and 4Y-TZP zirconia materials. *J Prosthet Dent* 122, 396-403 (2019).
40. Jiang, L., Liao, Y., Wan, Q., Li, W.: Effects of sintering temperature and particle size on the translucency of zirconium dioxide dental ceramic. *J Mater Sci Mater Med* 22, 2429-2435 (2011).
41. Johnston, W.M., Kao, E.C.: Assessment of appearance match by visual observation and clinical colorimetry. *J Dent Res* 68, 819-822 (1989).
42. Joiner, A.: Tooth colour: a review of the literature. *J Dent* 32, 3-12 (2004).
43. Juntavee, N., Attashu, S.: Effect of sintering process on color parameters of nanosized yttria partially stabilized tetragonal monolithic zirconia. *J Clin Exp Dent* 10, 794-804 (2018).
44. Kim, D.J., Jung, H.J., Kim, H.J.: T to R phase-transformation of tetragonal zirconia alloys by grinding. *J Mater Sci Lett* 14, 285-288 (1995).
45. Kim, M.J., Ahn, J.S., Kim, J.H., Kim, H.Y., Kim, W.C.: Effects of the sintering conditions of dental zirconia ceramics on the grain size and translucency. *J Adv Prosthodont* 5, 161-166 (2013).
46. Long, H.A.: Moving to monolithic: new price-competitive materials and techniques give laboratories affordable and automated CAM solutions. *Ins Dent Tech* 8, 70-71 (2011).
47. Lümckemann, N., Stawarczyk, B.: Impact of hydrothermal aging on the light transmittance and flexural strength of colored yttria-stabilized zirconia materials of different formulations. *J Prosthet Dent* 123, 518-526 (2020).
48. Malkondu, O., Tinastepe, N., Akan, E., Kazazoglu, E.: An overview of monolithic zirconia in dentistry. *Biotechnol Biotec Eq* 30, 644-652 (2016).

49. Manicone, P.F., Rossi Iommetti, P., Raffaelli, L.: An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent* 35, 819-826 (2007).
50. Mokrzycki, W., Tatol, M.: Color difference delta E - a survey. *Mach Graph Vis* 20, 383-411 (2011).
51. Molin, M.: Five-year clinical prospective evaluation of zirconia-based Denzir 3-unit FPDs. *Int J Prosthodont* 21, 223-227 (2008).
52. Müller, M.: PI_IPS e.max ZirCAD MT Multi Info_DE. Ivoclar Vivadent AG, (2018).
53. Neiva, G., Yaman, P., Dennison, J.B., Razzoog, M.E., Lang, B.R.: Resistance to fracture of three all-ceramic systems. *J Esthet Dent* 10, 60-66 (1998).
54. Nishioka, G., Prochnow, C., Firmino, A., Amaral, M., Bottino, M.A., Valandro, L.F., de Melo, R.M.: Fatigue strength of several dental ceramics indicated for CAD-CAM monolithic restorations. *Braz Oral Res* 32, 53 (2018).
55. Özcan, M., Melo, R.M., Souza, R.O.A., Machado, J.P.B., Valandro, L.F., Bottino, M.A.: Effect of air-particle abrasion protocols on the biaxial flexural strength, surface characteristics and phase transformation of zirconia after cyclic loading. *J Mech Behav Biomed* 20, 19-28 (2013).
56. Pallis, K., Griggs, J.A., Woody, R.D., Guillen, G.E., Miller, A.W.: Fracture resistance of three all-ceramic restorative systems for posterior applications. *J Prosthet Dent* 91, 561-569 (2004).
57. Piconi, C., Maccauro, G.: Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomater* 20, 1-25 (1999).
58. Pittayachawan, P., McDonald, A., Petrie, A., Knowles, J.C.: The biaxial flexural strength and fatigue property of Lava Y-TZP dental ceramic. *Dent Mater* 23, 1018-1029 (2007).
59. Pittayachawan, P., McDonald, A., Young, A., Knowles, J.C.: Flexural strength, fatigue life, and stress-induced phase transformation study of Y-TZP dental ceramic. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 88, 366-377 (2009).
60. Raigrodski, A.J., Hillstead, M.B., Meng, G.K., Chung, K.H.: Survival and complications of zirconia-based fixed dental prostheses: a systematic review. *J Prosthet Dent* 107, 170-177 (2012).

61. Rinke, S., Gersdorff, N., Lange, K., Roediger, M.: Prospective evaluation of zirconia posterior fixed partial dentures: 7-year clinical results. *Int J Prosthodont* 26, 164-171 (2013).
62. Roediger, M., Gersdorff, N., Huels, A., Rinke, S.: Prospective evaluation of zirconia posterior fixed partial dentures: Four-year clinical results. *Int J Prosthodont* 23, 141-148 (2010).
63. Sabrah, A.H., Cook, N.B., Luangruangrong, P., Hara, A.T., Bottino, M.C.: Full-contour Y-TZP ceramic surface roughness effect on synthetic hydroxyapatite wear. *Dent Mater* 29, 666-673 (2013).
64. Sailer, I., Feher, A., Filser, F., Gauckler, L.J., Luthy, H., Hämmerle, C.H.F.: Five-year clinical results of zirconia frameworks for posterior fixed partial dentures. *Int J Prosthodont* 20, 383-388 (2007).
65. Salmang, H., Scholze, H.: Zirconiumdioxid. In: Telle, R. (Hrsg.): *Keramik*, 7. Auflage. Springer-Verlag, Heidelberg 2006, S. 817-828.
66. Shen, J.D., Xie, H.F., Wu, X.Y., Yang, J.X., Liao, M.Y., Chen, C.: Evaluation of the effect of low-temperature degradation on the translucency and mechanical properties of ultra-transparent 5Y-TZP ceramics. *Ceram Int* 46, 553-559 (2020).
67. Shulev, A., Roussev, I., Karpuzov, S., Stoilov, G., Ignatova, D., von See, C., Mitov, G.: Roughness measurement of dental materials. *J Theor Appl Mech-Bu* 46, 27-36 (2016).
68. Spear, F.M., Kokich, V.G.: A multidisciplinary approach to esthetic dentistry. *Dent Clin North Am* 51, 487-505 (2007).
69. Spyropoulou, P.E., Giroux, E.C., Razzoog, M.E., Duff, R.E.: Translucency of shaded zirconia core material. *J Prosthet Dent* 105, 304-307 (2011).
70. Stawarczyk, B., Emslander, A., Roos, M., Sener, B., Noack, F., Keul, C.: Zirconia ceramics, their contrast ratio and grain size depending on sintering parameters. *Dent Mater J* 33, 591-598 (2014).
71. Stawarczyk, B., Frevert, K., Ender, A., Roos, M., Sener, B., Wimmer, T.: Comparison of four monolithic zirconia materials with conventional ones: contrast ratio, grain size, four-point flexural strength and two-body wear. *J Mech Behav Biomed Mater* 59, 128-138 (2016).

72. Stawarczyk, B., Keul, C., Eichberger, M., Figge, D. : Werkstoffkunde-Update: Zirkonoxid und seine Generationen - von verblendet bis monolithisch. Quintessenz Zahntech 42, 740-765 (2016).
73. Stawarczyk, B., Özcan, M., Hallmann, L., Ender, A., Mehl, A., Hämmerle, C.H.: The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. Clin Oral Investig 17, 269-274 (2013).
74. Subbarao, E.C.: Grain size effects in advanced ceramics. Colloid Surface A 133, 3-11 (1998).
75. Tabatabaian, F., Javadi Sharif, M., Massoumi, F., Namdari, M.: The color masking ability of a zirconia ceramic on the substrates with different values. J Dent Res Dent Clin Dent Prospects 11, 7-13 (2017).
76. Toraya, H., Yoshimura, M., Somiya, S.: Calibration curve for quantitative-analysis of the monoclinic-tetragonal ZrO₂ system by x-ray-diffraction. J Am Ceram Soc 67, 119-121 (1984).
77. Traini, T., Gherlone, E., Parabita, S.F., Caputi, S., Piattelli, A.: Fracture toughness and hardness of a Y-TZP dental ceramic after mechanical surface treatments. Clin Oral Investig 18, 707-714 (2014).
78. Trunec, M.: Effect of grain size on mechanical properties of 3Y-TZP ceramics. Ceram Sili 52, 165-171 (2008).
79. Vagkopoulou, T., Koutayas, S.O., Koidis, P., Strub, J.R.: Zirconia in dentistry: Part 1. Discovering the nature of an upcoming bioceramic. Eur J Esthet Dent 4, 130-151 (2009).
80. Wagner, W.C., Chu, T.M.: Biaxial flexural strength and indentation fracture toughness of three new dental core ceramics. J Prosthet Dent 76, 140-144 (1996).
81. Wennerberg, A., Ohlsson, R., Rosen, B.G., Andersson, B.: Characterizing three-dimensional topography of engineering and biomaterial surfaces by confocal laser scanning and stylus techniques. Med Eng Phys 18, 548-556 (1996).
82. Zhang, F., Inokoshi, M., Batuk, M., Hadermann, J., Naert, I., Van Meerbeek, B., Vleugels, J.: Strength, toughness and aging stability of highly-translucent Y-TZP ceramics for dental restorations. Dent Mater 32, 327-337 (2016).
83. Zhang, H., Kim, B.N., Morita, K., Keijihiro Hiraga, H.Y., Sakka, Y.: Effect of sintering temperature on optical properties and microstructure of translucent

zirconia prepared by high-pressure spark plasma sintering. *Sci Technol Adv Mater* 12, 5 (2011).

84. Zhang, Y.: Making yttria-stabilized tetragonal zirconia translucent. *Dent Mater* 30, 1195-1203 (2014).

8 Anhang

Tabelle 11: Mehrfachvergleich durch den Tukey-HSD-Test (HSD: engl.: honestly significant difference), der die statistische Signifikanz der Veränderung des ΔE von 4YSZ bezogen auf die verschiedenen Sintertemperaturen zeigt

(I) Sintertemperatur (°C)	(J) Sintertemperatur (°C)	Mittlere Differenz von ΔE (I-J)	p-Wert
1400	1500	3,14	$\leq 0,05$
1400	1600	3,53	$\leq 0,05$
1500	1600	0,39	$\leq 0,05$

Tabelle 12: Mehrfachvergleich durch den Tukey-HSD-Test, der die statistische Signifikanz der Veränderung des ΔE von 5YSZ bezogen auf die verschiedenen Sintertemperaturen zeigt

(I) Sintertemperatur (°C)	(J) Sintertemperatur (°C)	Mittlere Differenz von ΔE (I-J)	p-Wert
1400	1500	-2,90	$\leq 0,05$
1400	1600	-1,99	$\leq 0,05$
1500	1600	0,91	$\leq 0,05$

Tabelle 13: Mehrfachvergleich durch den Tukey-HSD-Test, der die statistische Signifikanz der Veränderung des ΔE zwischen den Materialien 4YSZ und 5YSZ bei unterschiedlichen Sintertemperaturen zeigt

Material 1	Material 2	Sintertemperatur (°C)	p-Wert
4YSZ	5YSZ	1400	$\leq 0,05$
4YSZ	5YSZ	1500	$\leq 0,05$
4YSZ	5YSZ	1600	$\leq 0,05$

Tabelle 14: Mehrfachvergleich durch den Games-Howell-Test, der die statistische Signifikanz der Veränderung von CR von 4YSZ bezogen auf die verschiedenen Sintertemperaturen zeigt

(I) Sintertemperatur (°C)	(J) Sintertemperatur (°C)	Mittlere Differenz von CR (I-J)	p-Wert
1400	1500	0,037	≤0,05
1400	1600	0,038	≤0,05
1500	1600	0,001	>0,05

Tabelle 15: Mehrfachvergleich durch den Games-Howell-Test, der die statistische Signifikanz der Veränderung von CR von 5YSZ bezogen auf die verschiedenen Sintertemperaturen zeigt

(I) Sintertemperatur (°C)	(J) Sintertemperatur (°C)	Mittlere Differenz von CR (I-J)	p-Wert
1400	1500	0,025	≤0,05
1400	1600	0,008	>0,05
1500	1600	-0,017	≤0,05

Tabelle 16: Mehrfachvergleich durch den Games-Howell-Test, der die statistische Signifikanz der Veränderung von CR zwischen den Materialien 4YSZ und 5YSZ bei unterschiedlichen Sintertemperaturen zeigt

Material 1	Material 2	Sintertemperatur (°C)	p-Wert
4YSZ	5YSZ	1400	≤0,05
4YSZ	5YSZ	1500	≤0,05
4YSZ	5YSZ	1600	≤0,05

Tabelle 17: Mehrfachvergleich durch den Gabriel-Test, der die statistische Signifikanz der Veränderung der quasi-statischen BFS von 4YSZ bezogen auf die verschiedenen Sintertemperaturen zeigt

(I) Sintertemperatur (°C)	(J) Sintertemperatur (°C)	Mittlere Differenz der Biegefestigkeit (I-J) [MPa]	p-Wert
1400	1500	19	>0,05
1400	1600	38	>0,05
1500	1600	19	>0,05

Tabelle 18: Mehrfachvergleich durch den Gabriel-Test, der die statistische Signifikanz der Veränderung der quasi-statischen BFS von 5YSZ bezogen auf die verschiedenen Sintertemperaturen zeigt

(I) Sintertemperatur (°C)	(J) Sintertemperatur (°C)	Mittlere Differenz der Biegefestigkeit (I-J) [MPa]	p-Wert
1400	1500	119	≤0,05
1400	1600	235	≤0,05
1500	1600	116	≤0,05

Tabelle 19: Mehrfachvergleich durch den Gabriel-Test, der die statistische Signifikanz der Veränderung der quasi-statischen BFS zwischen den Materialien 4YSZ und 5YSZ bei unterschiedlichen Sintertemperaturen zeigt

Material 1	Material 2	Sintertemperatur (°C)	p-Wert
4YSZ	5YSZ	1400	≤0,05
4YSZ	5YSZ	1500	≤0,05
4YSZ	5YSZ	1600	≤0,05

Tabelle 20: Mehrfachvergleich durch den Games-Howell-Test, der die statistische Signifikanz der Veränderung der Vickers-Härte von 4YSZ bezogen auf die verschiedenen Sintertemperaturen zeigt

(I) Sintertemperatur (°C)	(J) Sintertemperatur (°C)	Mittlere Differenz der Vickers-Härte (I-J) [HV5]	p-Wert
1400	1500	45	≤0,05
1400	1600	85	≤0,05
1500	1600	40	≤0,05

Tabelle 21: Mehrfachvergleich durch den Games-Howell-Test, der die statistische Signifikanz der Veränderung der Vickers-Härte von 5YSZ bezogen auf die verschiedenen Sintertemperaturen zeigt

(I) Sintertemperatur (°C)	(J) Sintertemperatur (°C)	Mittlere Differenz der Vickers-Härte (I-J) [HV5]	p-Wert
1400	1500	24	≤0,05
1400	1600	38	≤0,05
1500	1600	15	≤0,05

Tabelle 22: Mehrfachvergleich durch den Games-Howell-Test, der die statistische Signifikanz der Veränderung der Vickers-Härte zwischen den Materialien 4YSZ und 5YSZ bei unterschiedlichen Sintertemperaturen zeigt

Material 1	Material 2	Sintertemperatur (°C)	p-Wert
4YSZ	5YSZ	1400	≤0,05
4YSZ	5YSZ	1500	≤0,05
4YSZ	5YSZ	1600	≤0,05

9 Eidesstattliche Versicherung

Ich versichere hiermit an Eides Statt, dass meine Dissertation, abgesehen von Ratschlägen meines Betreuers und meiner sonstigen akademischen Lehrer, nach Form und Inhalt meine eigene Arbeit ist, dass ich keine anderen als die in der Arbeit aufgeführten Quellen und Hilfsmittel benutzt habe, und dass meine Arbeit bisher keiner anderen akademischen Stelle als Dissertation vorgelegen hat, weder ganz noch in Teilen.

Datum, Unterschrift Doktorandin

10 Publikation

Aus der Dissertation ist folgende Publikation hervorgegangen:

Grambow, J., Wille, S., Kern, M.: Impact of changes in sintering temperature on characteristics of 4YSZ and 5YSZ. J Mech Behav Biomed Mater 120, 104586 (2021)

11 Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei den folgenden Personen für die Unterstützung und hervorragende Zusammenarbeit, die zur Durchführung dieser Studie sowie zum Gelingen der ganzen Arbeit beigetragen haben, sehr herzlich bedanken:

Ich bedanke mich bei Herrn Prof. Dr. Matthias Kern, Direktor der Klinik für Zahnärztliche Prothetik, Propädeutik und Werkstoffkunde der CAU Kiel, für die Überlassung des Themas und für die Betreuung des gesamten Projektes.

Mein ganz besonderer Dank gilt meinem Betreuer Herrn Dr. Sebastian Wille, Leiter der Sektion Werkstoffkunde der Klinik für Zahnärztliche Prothetik, Propädeutik und Werkstoffkunde der CAU Kiel. Durch seine kollegiale Betreuung, die statistische Analyse der Ergebnisse und seine ständige Hilfsbereitschaft wurde die Durchführung der gesamten Arbeit erst ermöglicht.

Ebenso bedanke ich mich bei Herrn Dipl. Ing. Frank Lehmann, Herrn Detlev Gostomsky, Herrn Rüdiger Möller und Herrn Raphael Gerhardt für ihre Unterstützung und stetige Hilfsbereitschaft während der Probenvorbereitung, der Versuchsdurchführung, sowie der Auswertung.

Ich danke Herrn M.Sc. Justin Jetter und Herrn M.Sc. Leonard Siebert vom Institut für Werkstoffkunde der Technischen Fakultät der Universität Kiel für die Einführung in die XRD- und REM-Messungen und die Möglichkeit der Nutzung der Geräte.

Ich bedanke mich bei Ivoclar Vivadent für die materielle Unterstützung.

Ich bedanke mich bei meinen lieben Eltern, die mich in jeglicher Weise unterstützt und dieses Projekt mit großem Interesse verfolgt haben.

Nicht zuletzt möchte ich ein paar dankende Worte an meinen Freund richten, der mich durchgehend unterstützt hat, immer geduldig war und mir immer mit einem guten Rat zur Seite stand.