

P. Kosyfaki<sup>1</sup>, M.V. Swain<sup>1</sup>, J. Fischer<sup>1,2</sup>, S. Witkowski<sup>1</sup>, J.R. Strub<sup>1</sup>

# Verbundfestigkeit verschiedener Verblendkeramiken zu Zirkonoxid<sup>\*/\*\*</sup>



P. Kosyfaki

*Bond strength of veneering ceramics to zirconia<sup>\*/\*\*</sup>*

**Einführung:** Die Verbundfestigkeit kann den klinischen Langzeiterfolg von Zirkonoxid-Restaurationen maßgeblich beeinflussen. Ziele der vorliegenden In-vitro-Studie waren, die Verbundfestigkeit verschiedener Verblendkeramiken zu Zirkonoxid zu messen, den Einfluss einer thermischen Wechselbelastung auf den Haftverbund zu evaluieren, sowie die Art der Fraktur zu bestimmen.

**Material und Methode:** VITA In-Ceram YZ Zirkonoxid-Plättchen mit maschinieren Oberflächen und 4 geschichtete Verblendkeramiken (IPS e.max Ceram, CerabienZR, Vintage ZR und VITA VM9) wurden verwendet. Normprüfkörper in Anlehnung an ISO 9693 wurden hergestellt. Die Verbundfestigkeit von 40 thermobelasteten und 40 thermisch unbelasteten verblendeten Prüfkörpern wurde mittels der 3-Punkt-Biegevorrichtung ermittelt. Ausgewählte Prüfkörper wurden rasterelektronenmikroskopisch untersucht.

**Ergebnisse:** Die Verbundfestigkeit von IPS e.max Ceram, welche mittels der Prüfmethode gemäß ISO 9693 ermittelt wurde, betrug 21 MPa und sie erfüllte die Mindestanforderung für metallkeramische Verbundsysteme nicht. Hingegen wurde bei Vintage ZR die Grenze von 25 MPa knapp erreicht und bei CerabienZR sowie VITA VM9 sogar überschritten. Allerdings existiert bislang keine Internationale Norm zur Ermittlung der Verbundfestigkeit von Verblendkeramik zu Zirkonoxid. Für das Verblendmaterial ließ sich ein signifikanter Einfluss auf die Verbundfestigkeit nachweisen ( $p < 0.05$ ). Die Verbundfestigkeit von IPS e.max Ceram lag statistisch signifikant unterhalb der von CerabienZR, Vintage ZR und VITA VM9 ( $p < 0.05$ ). Zwischen den Verbundfestigkeiten von CerabienZR, Vintage ZR und VITA VM9 gab es keine statistisch signifikanten Unterschiede ( $p > 0.05$ ). Es konnte kein statistisch signifikanter Einfluss der thermischen Wechselbelastung nachgewiesen werden ( $p > 0.05$ ). IPS e.max Ceram und CerabienZR zeigten kohäsive Frakturen innerhalb der Verblendkeramik. Vintage ZR und VITA VM9 zeigten eine Kombinati-

**Introduction:** Bond strength can extensively influence the clinical performance of zirconia-based restorations. The aims of the present in vitro study were to measure the bond strength of various veneering ceramics to zirconia, evaluate the susceptibility of the bond to thermal cycling and to determine the mode of bond failure.

**Materials and Methods:** VITA In-Ceram YZ zirconia strips with machined surfaces and 4 layered veneering ceramics (IPS e.max Ceram, CerabienZR, Vintage ZR and VITA VM9) were used. Specimens were prepared according to the ISO Standard 9693:1999. The bond strength of 40 thermally cycled and 40 non-thermally cycled veneered zirconia specimens was measured using the three-point bending test. Selected specimens were examined under a scanning electron microscope.

**Results:** The bond strength of IPS e.max Ceram measured by a method specified in the ISO Standard 9693:1999 was 21 MPa and did not meet the minimum required for a metal ceramic system. In contrast, the bond strength of Vintage ZR reached the borderline value of 25 MPa, while the bond strengths of CerabienZR and VITA VM9 exceeded the limit of 25 MPa. However, currently there is no ISO standard for porcelain bonding to zirconia. The veneering ceramic had a significant effect on the bond strength ( $p < 0.05$ ). IPS e.max Ceram had a significantly lower bond strength than CerabienZR, Vintage ZR and VITA VM9 ( $p < 0.05$ ). There were no statistically significant differences among the bond strengths of CerabienZR, Vintage ZR and VITA VM9 ( $p > 0.05$ ). The effect of thermal cycling on the bond strength was not statistically significant ( $p > 0.05$ ). IPS e.max Ceram and CerabienZR showed cohesive failures within the veneering ceramic. Vintage ZR and VITA VM9 showed a combination of adhesive failures at the interface and cohesive failures within the veneering ceramic.

**Conclusions:** The bond strength of 3 of the 4 veneering ce-

<sup>1</sup> Abteilung Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik, Universitätsklinik für Zahn-, Mund-, und Kieferheilkunde, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, Deutschland

<sup>2</sup> Institut für Werkstoffwissenschaft, Technologie und Propädeutik, Universitätsklinik für Zahnmedizin, Universität Basel, Schweiz

**Peer-reviewed article:** eingereicht: 22.02.2013, revidierte Fassung akzeptiert: 04.07.2013

**DOI** 10.3238/dzz.2013.0678-0694

\* Gemäß den Richtlinien der DZZ erscheinen die Zeichen –<sup>®</sup> für die geschützten Handelsnamen VITA In-Ceram<sup>®</sup> YZ, IPS e.max<sup>®</sup> Ceram und VITA VM<sub>9</sub> nicht im Text, sondern nur in den Tabellen.

\* According to the guidelines of DZZ the trademarks –<sup>®</sup> for VITA In-Ceram<sup>®</sup> YZ, IPS e.max<sup>®</sup> Ceram and VITA VM<sub>9</sub> do not appear in text, but only in the tables.

\*\* Auf Wunsch der Autoren haben wir hier in der Zusammenfassung unter dem Punkt „Ergebnisse“ eine modifizierte Version eingefügt.

\*\* On request of the authors we have inserted a modified version of the text “Results” in the Summary.

on von adhäsiven Frakturen an der Verbundzone und kohäsiven Frakturen innerhalb der Verblendkeramik.

**Schlussfolgerungen:** Die Verbundfestigkeit von 3 der 4 untersuchten Verblendkeramiken zu Zirkonoxid erfüllte die Mindestanforderung ( $\geq 25$  MPa) der ISO 9693. Die Verbundfestigkeit wurde durch die thermische Wechselbelastung nicht beeinflusst. Es konnte kein Zusammenhang zwischen den gemessenen Verbundfestigkeitswerten und der Art der Fraktur festgestellt werden.

(Dtsch Zahnärztl Z 2013; 68: 678–694)

*Schlüsselwörter:* Verbundfestigkeit; Verblendkeramik; Rissbeginnprüfung nach Schwickerath; Zirkonoxid

amics to zirconia fulfilled the minimum requirements ( $\geq 25$  MPa) of the ISO Standard 9693:1999. The bond strength was not influenced by thermal cycling. No correlation could be found between the obtained bond strength values and the failure mode.

*Keywords:* bond strength; veneering ceramic; Schwickerath crack-initiation test; zirconia

## 1 Einleitung

Yttriumoxid stabilisiertes tetragonales polykristallines Zirkonoxid (Y-TZP) wird aufgrund seiner hohen Biegefestigkeit und Bruchzähigkeit [10] als keramisches Gerüstmaterial für Einzelkronen und Brücken verwendet [3]. Dennoch stellen Frakturen innerhalb der Verblendkeramik ein häufiges Problem dar [3]. Gemäß fraktalen [9] und fraktographischen Analysen [2, 33] klinisch frakturierter Zirkonoxidkronen [2] und Zirkonoxidbrücken [9, 33] befindet sich der primäre Bruchursprung innerhalb der Verblendkeramik. Die kohäsive Fraktur innerhalb der Verblendkeramiksicht, welche in der englischsprachigen Literatur als „chipping“ bezeichnet wird [3], kann zu sekundären

## 1 Introduction

Yttria stabilized tetragonal zirconia polycrystal (Y-TZP) due to its high flexural strength and fracture toughness [10] can be used as a ceramic framework material for single crowns and fixed dental prostheses (FDPs) [3]. Nevertheless, veneer ceramic fractures are a dominant problem [3]. According to fractal [9] and fractography analyses [2, 33] the primary origin of the veneer fracture in clinically failed zirconia crowns [2] and zirconia FDPs [9, 33] is located within the veneer surface. This cohesive failure within the veneering ceramic layer, which is referred to as chipping [3] can lead to secondary fracture initiation sites [33], which in turn can expose the underlying zirco-

Veneering ceramic material		IPS e.max <sup>®</sup> Ceram	CerabienZR	Vintage ZR	VITA VM <sup>®</sup> 9
		Fluorapatit-glass-ceramic	Feldspathic ceramic	Feldspathic ceramic	Feldspathic ceramic
Verblendkeramikmaterial		Fluorapatit- Glaskeramik	Feldspatkeramik	Feldspatkeramik	Feldspatkeramik
Liner	Liquid	IPS e.max <sup>®</sup> Ceram ZirLiner Build-up Liquid 60 ml N59790	Noritake Meister Liquid 100 ml BSWAY	Vintage ZR Opaque Liner Liquid 3 ml 020815	VITA VM <sup>®</sup> 9 Effect Bonder Fluid 50 ml 7382
	Powder	IPS e.max <sup>®</sup> Ceram ZirLiner clear 5 g K52071	CerabienZR Shade Base Porcelain 10 g 019675	Vintage ZR Opaque Liner 5 g 080501	VITA VM <sup>®</sup> 9 Effect Bonder 12 g 7376
Dentin	Liquid	IPS e.max <sup>®</sup> Ceram Build-up Liquid 60 ml M13444	CerabienZR Forming Liquid 100 ml BKFQG	Vintage ZR Modelling Liquid 50 ml 041087	VITA VM <sup>®</sup> 9 Modelling Liquid 50 ml 29490
	Powder	IPS e.max <sup>®</sup> Ceram Dentin 20 g N71634	CerabienZR Body Porcelain Build-up 50 g 027606	Vintage ZR Powder 15 g 080501	VITA VM <sup>®</sup> 9 Dentin 50 g 29650

**Tabelle 1** Übersicht der Verblendkeramikmaterialien und der dazugehörigen Flüssigkeiten. Angabe des Namens, des Inhalts und der Chargennummer.

**Table 1** Overview of names, content and batch numbers for powders and respective liquids of the veneering ceramics.

Rissen führen [33], die wiederum das Zirkonoxidgerüst exponieren können [3]. Jedoch kann der Riss direkt im Interface-Bereich von Gerüst und Verblendkeramik beginnen und somit zur Exposition des Zirkonoxidgerüstmaterials führen [2]. In beiden Fällen ist es offensichtlich, dass der Verbund entweder innerhalb der Verblendkeramik oder zwischen Verblendkeramik und Zirkonoxid nicht stark genug war, um dem Risswachstum und der Rissausbreitung Widerstand zu leisten. Die adhäsive Fraktur des Verbundes zwischen Verblendkeramik und Zirkonoxid wird in der englischsprachigen Literatur als „delamination“ beschrieben [3].

Ein offensichtliches Problem ist, dass sich „delamination“ durch menschliche visuelle Kontrolle nur schwer erkennen lässt. Die Überprüfung ihrer Existenz kann durch mikroskopische Untersuchung erfolgen [27], was jedoch unmöglich ist, wenn die Restauration in situ verbleibt [3]. Aus diesem Grund ist es sehr wahrscheinlich, dass viele Frakturen, obwohl diese in klinischen Studien als „chipping“ eingestuft wurden, tatsächlich „delamination“ oder Risserweiterung in der Nähe des Interface-Bereiches darstellen.

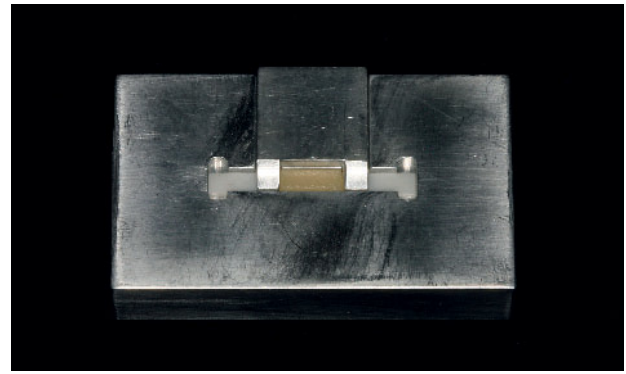
Basierend auf früheren Untersuchungen über metallkeramische Verbundsysteme [29] könnte ein schwacher Verbund zwischen Verblendkeramik und Zirkonoxid die klinische Leistungsfähigkeit und Vorhersagbarkeit von Zirkonoxid-Restaurationen umfangreich kompromittieren.

Gemäß ISO 9693 beträgt die Mindestanforderung an die Verbundfestigkeit für metallkeramische Restaurationen 25 MPa [14]. Dieser Wert wird durch die Rissbeginnprüfung nach *Schwickerath* bestimmt. Demgegenüber existiert bislang keine Prüfmethode mit der Gültigkeit einer Internationalen Norm zur Ermittlung der Verbundfestigkeit in vollkeramischen Verbundsystemen.

Dennoch haben viele Autoren [15, 25, 32, 34–36] den 3-Punkt-Biegeversuch gemäß der Rissbeginnprüfung nach *Schwickerath* zur Ermittlung der Verbundfestigkeit in Verblendkeramik/ Zirkonoxid-Verbundsystemen benutzt.

Aufgrund ihrer inhärenten Sprödigkeit sind keramische Werkstoffe extrem empfindlich gegenüber Spannungskonzentrationen um bereits in ihrer Struktur existierenden Fehlern und Mikrorissen [12]. Diese Spannungen können durch Temperaturschwankungen [12] in der Mundhöhle beim Atmen oder bei routinemäßiger Flüssigkeits- und Nahrungsaufnahme [21] oder durch im Mundmilieu stattfindende Korrosionsprozesse [12] entstehen. Bei Spannungen kann diese synergistische Wirkung im chemisch aktiven wässrigen Umgebungsmilieu eine unterkritische langsame Rissbildung und Rissausbreitung hervorrufen. Dies bedeutet, dass Risse ohne Vorwarnung für einige Zeit wachsen und sich weiterhin langsam entwickeln, bis plötzlich ein verzögerter Bruch des Keramikmaterials auftritt [12, 33]. Das Verbundversagen in Verblendkeramik/Zirkonoxid-Verbundsystemen könnte durch die spontane Umwandlung oberflächlicher Zirkonoxidkristalle von der tetragonalen in die monokline Phase im feuchten Milieu der Mundhöhle weiter gefördert werden [24]. In Übereinstimmung mit früheren Untersuchungen [6, 8, 22, 25] kommt die thermische Wechselbelastung häufig zum Einsatz, um spezifisch abzuschätzen, ob der Verblendkeramik/Zirkonoxid-Interface-Bereich auf thermische Spannungen und hydrolytischen Angriff empfindlich reagiert.

Ziel dieser In-vitro-Studie war, die Verbundfestigkeit von verschiedenen im Handel erhältlichen geschichteten Ver-



**Abbildung 1** Verblendeter Prüfkörper und spezielle Lehre aus Aluminium zur Überprüfung der Dimensionierung der Verblendkeramik.  
**Figure 1** Veneered specimen placed in the aluminium jig in order to control the specimen dimensions.

nia framework [3]. However, cracks can initiate directly at the core veneer interface and lead to exposure of the zirconia [2]. In both cases, it is evident that the bond within and/ or between the veneering ceramic and zirconia was not strong enough to resist crack initiation and propagation. The adhesive failure of the bond between the veneering ceramic and zirconia is described in the literature as delamination [3].

An apparent problem is that merely by human visual inspection delamination is very hard to detect. Verification of its existence can be achieved through microscopic examination [27], a procedure however not feasible when the restoration remains in situ [3]. For this reason, it is highly possible that many failures, though categorized in clinical studies as chipping, may in fact comprise delamination or crack extension close to the interface.

Based upon previous investigations of metal-ceramic bonded systems [29] a weak bond between the veneering ceramic and zirconia may extensively compromise the clinical performance and predictability of zirconia-based restorations.

According to the International Organization for Standardization the minimum bond strength value for metal-ceramic restorations is 25 MPa [14]. This value is obtained through the *Schwickerath* crack-initiation test. In contrast, for bond strength measurement in all-ceramic systems no methodology having the validity of an International Standard exists to date.

Nevertheless, many authors [15, 25, 32, 34–36] have employed the three-point-bending configuration of the *Schwickerath* crack-initiation test for bond strength measurement in veneer/ zirconia systems.

Due to their inherent brittleness, ceramic materials are extremely sensitive to stress concentrations around pre-existing defects and micro-cracks in their structure [12]. These stresses may arise due to temperature fluctuations [12] of the oral cavity caused by breathing or routine fluid and food intake [21], or due to oral fluid assisted corrosion [12]. This synergistic effect in the presence of stress can provoke slow crack growth and propagation in a subcritical manner in the chemically active aqueous environment, meaning that cracks continue to develop slowly and without any warning for some time until delayed fracture of the ceramic suddenly occurs [12, 33]. Bond breakdown in veneer/

Firing Protocol	Predrying Temperature (°C)	Closing Time (min.)	Heating Rate (°C/ min.)	Firing Temperature (°C)	Holding Time (min.)	Cooling Rate (°C)
Brenn-Anleitung	Start-Temperatur (°C)	Trocknungs-Zeit (min.)	Temperatur-Anstieg (°C/ min.)	End-Temperatur (°C)	Halte-Zeit (min.)	Abkühlung (°C)
IPS e.max <sup>®</sup> Ceram						
ZirLiner clear	403	4:00	40	980	1:00	–
1. Dentin	403	4:00	40	770	1:00	–
2. Dentin	403	4:00	40	770	1:00	–
Glaze	403	6:00	60	745	1:00	450
CerabienZR						
Shade Base	600	5:00	45	950	1:00	700
1. Dentin	600	7:00	45	950	1:00	700
2. Dentin	600	7:00	45	950	1:00	700
Glaze	600	5:00	50	950	0:30	700
Vintage ZR						
1. Opaque Liner	500	7:00	45	960	1:00	–
1. Dentin	650	6:00	45	950	1:00	–
2. Dentin	650	6:00	45	950	1:00	–
Glaze	650	6:00	45	950	1:00	–
VITA VM <sup>®</sup> 9						
Effect Bonder	500	6:00	80	1000	1:00	–
1. Dentin	500	6:00	55	930	1:00	600
2. Dentin	500	6:00	55	920	1:00	600
Glaze	500	0:00	80	920	1:00	600

**Tabelle 2** Eingestellte Temperaturführungsregime für die 4 Verblendkeramiken.

**Table 2** Adjusted firing schedules for the 4 veneering ceramics.

blendkeramiken zu Zirkonoxid mittels 3-Punkt-Biegeversuch und Rissbeginnprüfung nach *Schwickerath* in Anlehnung an ISO 9693 zu messen. Um die Empfindlichkeit des Haftverbundes gegenüber dem hydrothermalen Angriff zu evaluieren, erfolgte eine thermische Wechselbelastung mit einer wesentlich höheren Anzahl von Zyklen (20.000) als in der bisherigen Literatur berichtet. Ein weiteres Ziel der vorliegenden Studie war, die Art der Fraktur der verschiedenen Verblendkeramik/Zirkonoxid-Kombinationen zu bestimmen.

Die Null-Hypothesen der vorliegenden Studie waren:

1. Die Verbundfestigkeiten verschiedener Verblendkeramiken zu Zirkonoxid erfüllen die Mindestanforderungen

zirconia systems could be further enhanced due to superficial zirconia crystals undergoing spontaneous transformation from the tetragonal phase into the monoclinic phase in the presence of a wet environment [24]. In agreement with previous investigators [6, 8, 22, 25], thermal cycling is frequently used to specifically assess the sensitivity of the veneer-zirconia interface to thermal stress and hydrolytic attack. The aim of the present in vitro study was to measure the bond strength of various commercially available layered veneering ceramics to zirconia using the *Schwickerath* crack-initiation three-point bending test, as described in the International Standard ISO 9693:1999 for metal-ceramic restorations. To evaluate the susceptibility of the bond to hydrothermal

- ( $\geq 25$  MPa) der ISO Norm 9693 für metallkeramische Verbundsysteme.
- Zwischen den Verbundfestigkeiten verschiedener Verblendkeramiken zu Zirkonoxid ergibt sich kein statistisch signifikanter Unterschied.
  - Die Verbundfestigkeiten verschiedener Verblendkeramiken zu Zirkonoxid werden durch thermische Wechselbelastung signifikant beeinflusst.

## 2 Material und Methode

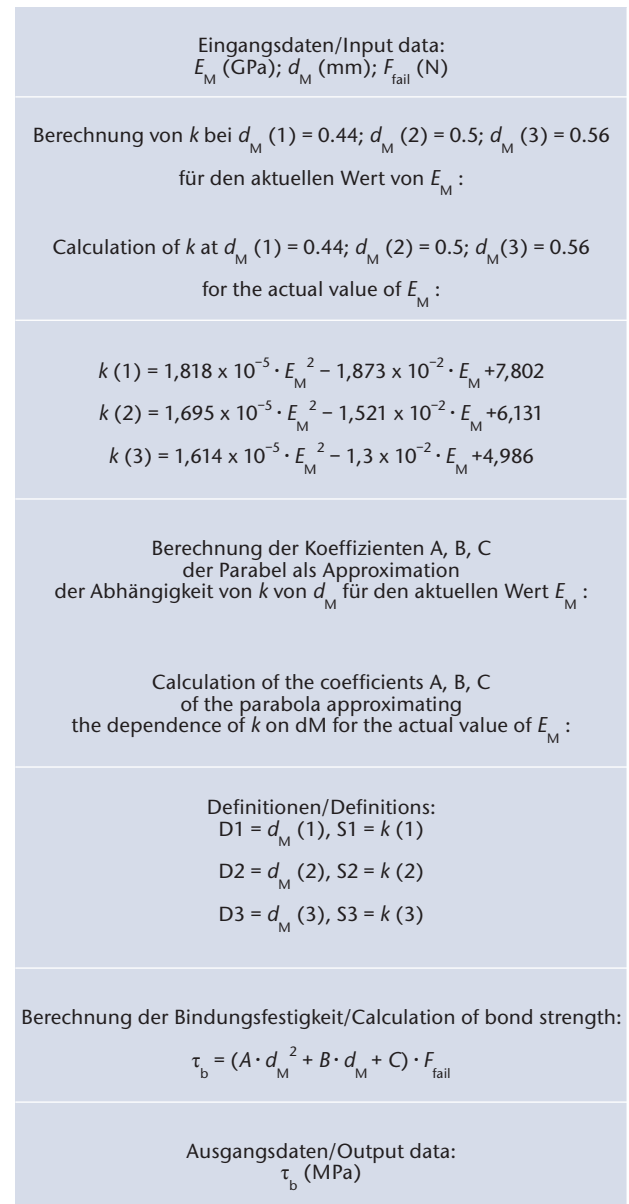
### 2.1 Prüfkörpervorbereitung

VITA In-Ceram YZ (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Deutschland) Y-TZP Zirkonoxid-Plättchen ( $n = 80$ ) wurden im vorgesinterten Zustand aus Blockmaterial herausgeschliffen (und anschließend bei  $1530^\circ\text{C}$  in einem Keramikbrennofen (VITA ZYrcomat, T, VITA Zahnfabrik) auf die erforderliche Länge  $l_M = 25,0 \pm 0,10$  mm, Breite  $b = 3,0 \pm 0,10$  mm und Dicke  $d_M = 0,5 \pm 0,05$  mm) dicht gesintert. Dicke, Breite und Länge jedes Zirkonoxid-Plättchens wurden mit einer Genauigkeit von  $0.01$  mm vermessen. Alle Zirkonoxid-Plättchen wurden für  $5$  min in ein Ultraschallbad mit  $70\%$  Ethanol getaucht und anschließend luftgetrocknet. Die gesinterten Zirkonoxid-Oberflächen wurden keiner weiteren Behandlung unterzogen.

Anschließend wurden alle  $80$  Zirkonoxid-Plättchen randomisiert in  $4$  Gruppen mit je  $20$  Plättchen ( $n = 20$ ) aufgeteilt. Jede Gruppe wurde mit einer der folgenden Verblendkeramiken verblendet: IPS e.max Ceram (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), CerabienZR (Kuraray-Noritake, Nagoya, Japan), Vintage ZR (Shofu, Kyoto, Japan) und VITA VM9 (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Deutschland). Jedes Verblendkeramikpulver wurde mit der dazugehörigen Flüssigkeit (Tab. 1) gemischt und in aufeinanderfolgenden Schichten mittels einer speziellen Lehre aus Aluminium genau mittig auf das Zirkonoxid-Plättchen aufgebracht (Linerschicht, 1. & 2. Dentinschicht). Überschüssiges Dentin („slurry“) wurde mit einem Skalpell vor dem Aufbrennen entfernt. Nach jedem Dentinbrand wurden die Maße der aufgebrannten Keramik mit einer digitalen Schiebellehre mit einer Genauigkeit von  $0,01$  mm vermessen, um sicherzustellen, dass die Dimensionen der Verblendkeramik die Anforderungen nach ISO 9693 (Länge  $l_c = 8,0 \pm 0,10$  mm, Breite  $= 3,0 \pm 0,10$  mm, Dicke  $d_c = 1,1 \pm 0,10$  mm) erfüllten (Abb. 1). Auf Beschleifen wurde absichtlich verzichtet, weil dies zu einer lokalen Temperaturerhöhung führen könnte, was wiederum den Verbund im Interface-Bereich und/oder die thermische Belastung im Bereich des Rissbeginns möglicherweise wesentlich verändern könnte. Schließlich erfolgte der Glanzbrand. Bei allen Prüfkörpern wurde die gleiche Anzahl von Brennvorgängen durchgeführt (Tab. 2). Alle Brennvorgänge fanden in einem kalibrierten programmierbaren Keramikbrennofen (VITA VACUMAT 6000 M, VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Deutschland) statt.

### 2.2 Thermische Wechselbelastung

Nach dem Verblendvorgang wurden jeweils  $10$  Prüfkörper jeder Hauptgruppe einer thermischen Wechselbelastung unterzogen. Es erfolgten  $20.000$  Zyklen, welche  $2$  alternierende Bäl-



**Tabelle 3** Flussdiagramm zur numerischen Berechnung der Ablöse-/Rissbeginn-Festigkeit gemäß ISO 9693.

**Table 3** Flow chart for numerical calculation of the bond strength according to ISO 9693:1999.

attack a thermal cycling regimen with a significantly higher number of cycles ( $20.000$ ) than those reported in the existing literature, was applied. A further aim of the present study was to determine the mode of bond failure among various veneer/zirconia combinations.

The null hypotheses of the present study were the following:

- The bond strengths of veneering ceramics to zirconia are within the range of the minimum requirements ( $\geq 25$  MPa) for metal-ceramic systems set by the International Standard ISO 9693:1999.
- There is no statistically significant difference in the bond strengths of veneering ceramics to zirconia.
- The bond strengths of veneering ceramics to zirconia are significantly affected by thermal cycling.

Veneering Ceramic	Thermal Cycling	Median	Mean	SD	CV
		MPa			
Verblendkeramik-Material	Thermische Wechselbelastung	Median	Mittelwert	St. Abweichung	Variationskoeffizient
		MPa			
IPS e.max <sup>®</sup> Ceram	yes	21.48	21.07	4.2	20.0
IPS e.max <sup>®</sup> Ceram	no	21.20	21.31	1.4	6.8
CerabienZR	yes	28.27	28.78	3.1	10.8
CerabienZR	no	26.55	26.65	1.6	6.2
Vintage ZR	yes	25.16	25.35	1.5	6.0
Vintage ZR	no	25.15	25.67	3.2	12.6
VITA VM <sub>9</sub>	yes	27.39	27.76	2.2	7.8
VITA VM <sub>9</sub>	no	28.05	28.30	2.2	7.8

**Tabelle 4** Übersicht der ermittelten Verbundfestigkeiten für die einzelnen Gruppen. Angabe des Medians, des Mittelwertes, der Standardabweichung und des Variationskoeffizienten.

**Table 4** Median, Mean, Standard Deviation (SD) and Coefficient of Variation (CV) for bond strength stratified by veneering ceramic and by thermal cycling.

der mit destilliertem Wasser von 5 °C und 55 °C umfassten. Die Verweildauer betrug jeweils 45 sec und der Badwechsel dazwischen (Transportzeit) erfolgte innerhalb von 2 sec. Schließlich wurden alle thermobelasteten Prüfkörper bei Raumtemperatur trocken gelagert (n = 40). Die restlichen 10 Prüfkörper jeder Hauptgruppe wurden keiner thermischen Wechselbelastung ausgesetzt, sondern direkt bei Raumtemperatur trocken gelagert (n = 40).

### 2.3 Rissbeginnprüfung nach Schwickerath

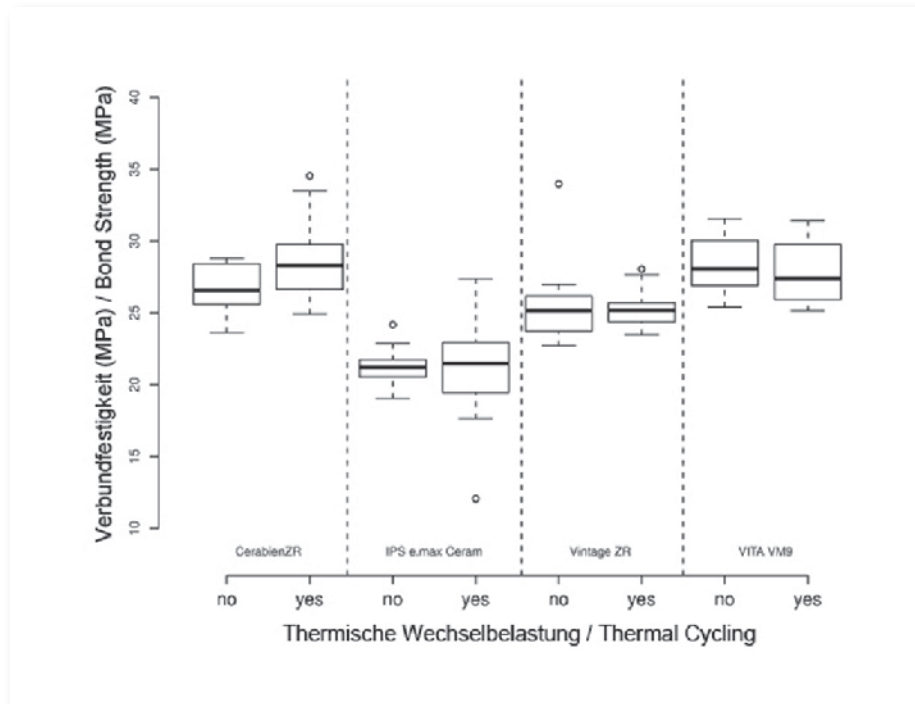
Schließlich wurden alle thermobelasteten und thermisch unbelasteten verblendeten Prüfkörper mittels der 3-Punkt-Biegevorrichtung gemäß ISO 9693 belastet. Die Prüfung wurde mithilfe einer Universalprüfmaschine (Z010/TN2S, Zwick/Roell, Ulm, Deutschland) und des Softwareprogramms Zwick testXpert v7.1 (Zwick, Ulm, Deutschland) durchgeführt. Jeder Prüfkörper wurde in der Biegevorrichtung so platziert, dass die Keramik symmetrisch auf der zur aufgebrachten Last gegenüberliegenden Seite positioniert war. Die Biegevorrichtung hatte 2 zylindrische Auflagen in einem Abstand von 20 mm. Der Radius der Auflagen und der Radius der Druckfinne (Biegekolben) betragen jeweils 1 mm. Die Kraft wurde mit einer konstanten Rate von 1,5 mm/min in der Mitte jedes Prüfkörpers aufgebracht und bis zum Versagen aufgezeichnet. Das Versagen des Verbunds wurde durch einen plötzlichen Kraftabfall auf dem Kraft-Weg-Diagramm angezeigt, wobei die Kraft digital registriert wurde. Es muss darauf hingewiesen werden, dass nach dem Ablösen der Verblendkeramik keine weitere Belastung des Zirkonoxid-Plättchens erfolgte. Anschließend wurde

## 2 Materials and Methods

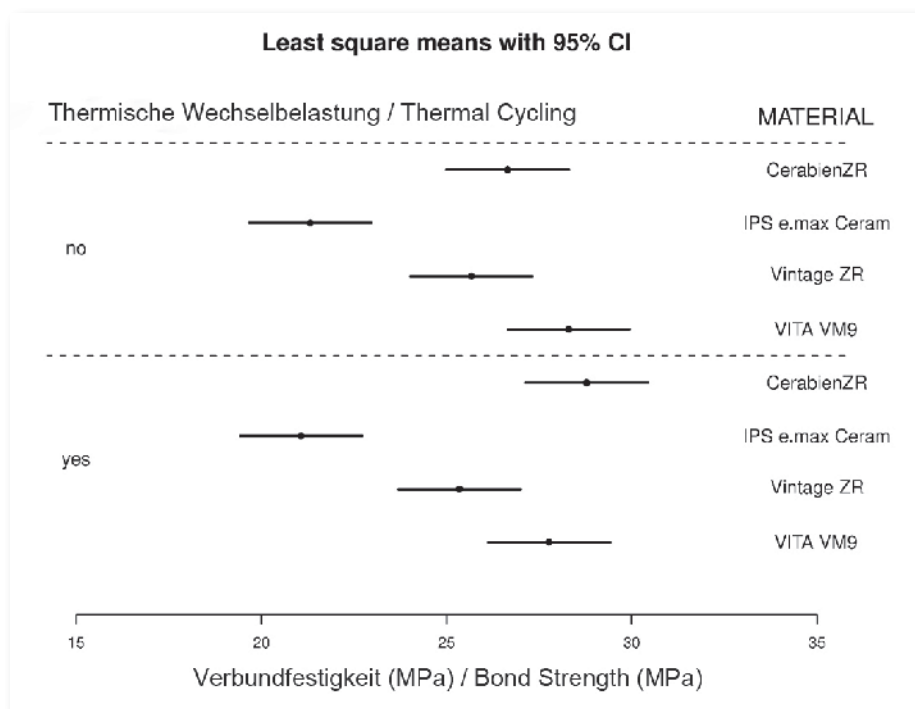
### 2.1 Specimen Preparation

VITA In-Ceram YZ (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) strips (n = 80) of Y-TZP zirconia were prepared in the pre-sintered state and subsequently densely sintered to the final required dimensions (length  $l_M = 25.0 \pm 0.10$  mm, width  $b = 3.0 \pm 0.10$  mm, thickness  $d_M = 0.5 \pm 0.05$  mm) in a high temperature furnace VITA ZYrcomat at 1530°C (ZYrcomat T, VITA Zahnfabrik). The thickness, width and length of each zirconia strip were precisely measured to an accuracy of 0.01 mm. All zirconia strips were immersed for 5 min in an ultrasonic bath containing 70 % ethanol and air-dried. The machined and sintered zirconia surface was not subjected to any further treatment.

Subsequently all 80 zirconia strips were randomly allocated into 4 equal main groups (n = 20). Each group was veneered with one of the veneering ceramics IPS e.max Ceram (Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein), CerabienZR (Kuraray-Noritake, Nagoya, Japan), Vintage ZR (Shofu, Kyoto, Japan) and VITA VM9 (VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) respectively. Each veneering ceramic powder was mixed with its respective liquid (Tab. 1) and was applied in successive layers (liner layer, 1. & 2. dentin layer) at the center of each zirconia strip using a purpose developed aluminium jig. Excess dentin slurry was removed with a scalpel before firing. After each dentin firing, the dimensions of the ceramic block were measured with a digital caliper with an accuracy of 0.01 mm, to ensure that the dimensions of the veneering ceramic fulfilled the



**Abbildung 2** Box-Whisker-Plot-Diagramm der Verbundfestigkeitsprüfung. Angegeben sind Median, mittlere Quartile und Extremwerte. „Yes“ steht für Wechselbelastung, während „no“ für keine Wechselbelastung steht. Die vertikale Achse zeigt die ermittelten Verbundfestigkeitswerte (MPa).  
**Figure 2** Box-whisker-plot diagram depicting the median bond strength values, quartiles and extremes. „Yes“ stands for application of thermal cycling, while „no“ stands for absence of thermal cycling. The vertical axis shows the measured bond strength values (MPa).



**Abbildung 3** Durchschnittliche Verbundfestigkeiten mit 95 % Konfidenzintervallen (KI). „Yes“ steht für Wechselbelastung, während „no“ für keine Wechselbelastung steht. Die Verbundfestigkeit von IPS e.max Ceram lag statistisch signifikant unterhalb der Verbundfestigkeit von CerabienZR, Vintage ZR und VITA VM9 ( $p < 0.05$ ). Es konnte kein statistisch signifikanter Einfluss der thermischen Wechselbelastung nachgewiesen werden ( $p > 0.05$ ).  
**Figure 3** Least squares means with 95 % confidence interval CI. „Yes“ stands for application of thermal cycling, while „no“ stands for absence of thermal cycling. IPS e.max Ceram had a significantly lower bond strength ( $p < 0.05$ ) than CerabienZR, Vintage ZR and VITA VM9, while the effect of the thermal cycling on the bond strength was not statistically significant ( $p > 0.05$ ).

jeder Prüfkörper mithilfe einer Lupe bei 4,5x Vergrößerung (Carl Zeiss Meditec) visuell untersucht, um das Verbundversagen zu lokalisieren. Darüber hinaus wurde jeder Prüfkörper mittels eines binokularen Low-Power-Lichtmikroskops (SZH10, Zoom Stereomikroskop System, Olympus Japan) untersucht und digitale Bilder zur Darstellung des Ablöserisses wurden mit dem Software-Programm cell P (Olympus Soft Imaging System) erfasst.

Alle Prüfkörper wiesen einen Ablöseriss an einem Ende der Verblendkeramikschiicht auf. Es wurden keine Risse in der Mit-

requirements of the ISO Standard (length  $l_c = 8.0 \pm 0.10$  mm, width =  $3.0 \pm 0.10$  mm, thickness  $d_c = 1.1 \pm 0.10$  mm) (Fig. 1). Grinding was deliberately avoided, because it could lead to local temperature increase, which might in turn substantially alter the interfacial bonding and/or thermal stresses in the area of crack initiation. Finally, a self glaze firing was performed. All specimens were subjected to the same number of firing cycles (Tab. 2). All firings took place in a calibrated dental ceramic oven (VITA VACUMAT 6000 M, VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany) with programmable settings.

Thermal cycling	Veneering Ceramic	Veneering Ceramic	Estimate	Standard Error	DF	t value	Pr>  t	Adj P	Adj Lower	Adj Upper
yes	IPS e.max <sup>®</sup> Ceram	CerabienZR	7.7124	1.3138	36	5.87	<.0001	<.0001	4.1740	11.2507
yes	IPS e.max <sup>®</sup> Ceram	Vintage ZR	-4.2798	1.3138	36	-3.26	0.0025	0.0125	-7.8182	-0.7415
yes	IPS e.max <sup>®</sup> Ceram	VITA VM <sub>9</sub>	-6.6978	1.3138	36	-5.10	<.0001	<.0001	-10.236	-3.1595
yes	CerabienZR	Vintage ZR	3.4326	1.3138	36	2.61	0.0130	0.0600	-0.1058	6.9709
yes	CerabienZR	VITA VM <sub>9</sub>	1.0146	1.3138	36	0.77	0.4450	0.8664	-2.5238	4.5529
yes	Vintage ZR	VITA VM <sub>9</sub>	2.4180	1.3138	36	1.84	0.0740	0.2716	-1.1204	5.9563

**Tabelle 5a** Differenzen der durchschnittlichen Verbundfestigkeiten der thermobelasteten Gruppen zum Einfluss der Verblendkeramik auf die Verbundfestigkeit.

**Table 5a** Differences of least squares means stratified by application of thermal cycling.

Thermal cycling	Veneering Ceramic	Veneering Ceramic	Estimate	Standard Error	DF	t value	Pr>  t	Adj P	Adj Lower	Adj Upper
no	IPS e.max <sup>®</sup> Ceram	CerabienZR	5.3311	1.0022	36	5.32	<.0001	<.0001	2.6318	8.0303
no	IPS e.max <sup>®</sup> Ceram	Vintage ZR	-4.3568	1.0022	36	-4.35	0.0001	0.0006	-7.0561	-1.6576
no	IPS e.max <sup>®</sup> Ceram	VITA VM <sub>9</sub>	-6.9846	1.0022	36	-6.97	<.0001	<.0001	-9.6839	-4.2854
no	CerabienZR	Vintage ZR	0.9743	1.0022	36	0.97	0.3375	0.7660	-1.7250	3.6735
no	CerabienZR	VITA VM <sub>9</sub>	-1.6535	1.0022	36	-1.65	0.1077	0.3646	-4.3528	1.0457
no	Vintage ZR	VITA VM <sub>9</sub>	2.6278	1.0022	36	2.62	0.0127	0.0588	-0.0715	5.3271

**Tabelle 5b** Differenzen der durchschnittlichen Verbundfestigkeiten der thermisch unbelasteten Gruppen zum Einfluss der Verblendkeramik auf die Verbundfestigkeit.

**Table 5b** Differences of least squares means stratified by absence of thermal cycling.

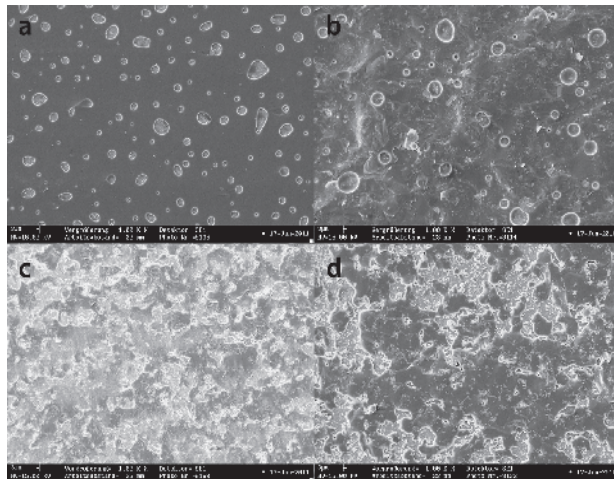
Thermal cycling	Veneering Ceramic	Veneering Ceramic	Estimate	Standard Error	DF	t value	Pr>  t	Adj P	Adj Lower	Adj Upper
IPS e.max <sup>®</sup> Ceram	yes	no	0.2479	1.1684	72	0.21	0.8326	1.0000	-3.3997	3.8956
CerabienZR	yes	no	-2.1334	1.1684	72	-1.83	0.0720	0.6050	-5.7810	1.5143
Vintage ZR	yes	no	0.3249	1.1684	72	0.28	0.7818	1.0000	-3.3228	3.9726
VITA VM <sub>9</sub>	yes	no	0.5347	1.1684	72	0.46	0.6486	0.9998	-3.1129	4.1824

**Tabelle 5c** Paarweise Vergleiche der durchschnittlichen Verbundfestigkeiten der verblendeten Gruppen zum Einfluss der Wechselbelastung auf die Verbundfestigkeit.

**Table 5c** Pairwise differences of least squares means stratified by veneering ceramic material.

(Abb. 1–6, Tab. 1–5: P. Kosyfaki)





**Abbildung 4** Rasterelektronenmikroskopische (REM) – Aufnahmen (Vergrößerung, 1000x) der mit den 4 Keramiken verblendeten Zirkonoxid-Oberflächen.

- Kohäsive Fraktur innerhalb der Verblendkeramik IPS e.max Ceram
- Kohäsive Fraktur innerhalb der Verblendkeramik CerabienZR
- Kombination von adhäsiven Frakturen an der Verbundzone (Interface-Bereich) und kohäsiven Frakturen innerhalb der Verblendkeramik Vintage ZR
- Kombination von adhäsiven Frakturen an der Verbundzone (Interface-Bereich) und kohäsiven Frakturen innerhalb der Verblendkeramik

**Figure 4** SEM images (magnification, 1000x) of the interfacial zirconia surfaces veneered with the 4 veneering ceramics.

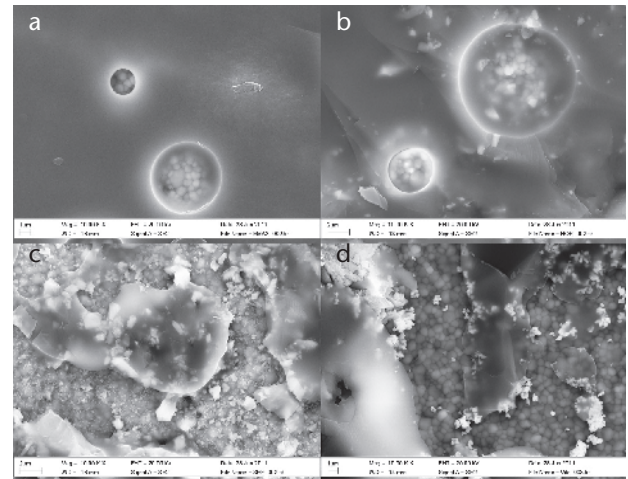
- Cohesive failure mode occurring within the veneering ceramic IPS e.max Ceram
- Cohesive failure mode occurring within the veneering ceramic CerabienZR
- Combined failure mode with cohesive failures occurring within the veneering ceramic Vintage ZR and adhesive failures at the interface
- Combined failure mode with cohesive failures occurring within the veneering ceramic VITA VM9 and adhesive failures at the interface

te der Keramikschicht aufgefunden. Daher wurde die an den Prüfkörpern beim Verbundversagen gemessene Kraft als Bruchkraft  $F_{\text{fail}}$  bezeichnet und anschließend für die numerische Berechnung der Verbundfestigkeit verwendet. Während der 3-Punkt Biegeprüfung wurde bei keinem der Zirkonoxid-Plättchen die Integrität gestört.

#### 2.4 Berechnung der Verbundfestigkeit

Die Verbundfestigkeit  $\tau_b$  (MPa) wurde auf der Grundlage des in ISO 9693 angegebenen Flussdiagramms (Tab. 3) berechnet. Eingangsdaten waren der Elastizitätsmodul  $E_M$  (GPa) von VITA In-Ceram YZ Zirkonoxid (210 GPa), die individuelle Dicke  $d_M$  (mm) des Zirkonoxid-Plättchens jedes Prüfkörpers und die jeweilige beim Verbundversagen gemessene Bruchkraft  $F_{\text{fail}}$  (N).

Basierend auf der mathematischen Gleichung:  $\tau_b = (A \cdot d_M^2 + B \cdot d_M + C) \cdot F_{\text{fail}}$ , wobei  $(A \cdot d_M^2 + B \cdot d_M + C)$  der Koeffizient  $k$  ( $\text{mm}^2$ ) ist, ergab sich der Verbundfestigkeitswert  $\tau_b$  für jeden Prüfkörper. Der Koeffizient  $k$  ist die Funktion des Elastizitätsmoduls  $E_M$  des Substratmaterials und der Dicke  $d_M$  des jeweiligen Plättchens. Die



**Abbildung 5** Rasterelektronenmikroskopische (REM) – Aufnahmen (Vergrößerung, 10000x) der mit den 4 Keramiken verblendeten Zirkonoxid-Oberflächen.

- Kohäsive Fraktur innerhalb der Verblendkeramik IPS e.max Ceram
- Kohäsive Fraktur innerhalb der Verblendkeramik CerabienZR
- Kombination von adhäsiven Frakturen an der Verbundzone (Interface-Bereich) und kohäsiven Frakturen innerhalb der Verblendkeramik Vintage ZR
- Kombination von adhäsiven Frakturen an der Verbundzone (Interface-Bereich) und kohäsiven Frakturen innerhalb der Verblendkeramik

**Figure 5** SEM images (magnification, 10000x) of the interfacial zirconia surfaces veneered with the 4 veneering ceramics.

- Cohesive failure mode occurring within the veneering ceramic IPS e.max Ceram
- Cohesive failure mode occurring within the veneering ceramic CerabienZR
- Combined failure mode with cohesive failures occurring within the veneering ceramic Vintage ZR and adhesive failures at the interface
- Combined failure mode with cohesive failures occurring within the veneering ceramic VITA VM9 and adhesive failures at the interface

#### 2.2 Thermal Cycling

After veneering, 10 veneered specimens of each main group were subjected to thermal cycling. A total of 20.000 cycles was applied with alternating baths of distilled water at temperatures of 5 °C and 55 °C. Dwell time was 45 sec and transfer time between the baths was 2 sec. Finally, all thermally cycled veneered zirconia specimens were stored dry at room temperature ( $n = 40$ ). The remaining 10 veneered specimens of each main group were not subjected to thermal cycling but were directly stored dry at room temperature ( $n = 40$ ).

#### 2.3 Schwickerath crack-initiation test

Finally, all thermally and non-thermally cycled veneered zirconia specimens were loaded ( $n = 80$ ) using the three-point bending test according to the International Standard ISO 9693:1999. The loading took place in a universal testing machine (Z010/TN<sub>2</sub>S, Zwick/Roell, Ulm, Germany) using the software program Zwick testXpert v7.1 (Zwick, Ulm, Germany). Each specimen was placed on the specimen holder with the ce-

Verbundfestigkeit  $\tau_b$  wurde schließlich durch  $3/b$  multipliziert, wobei  $b$  die Breite des Zirkonoxid-Plättchens ist [26].

## 2.5 Statistische Analyse

Die Daten wurden mit der Statistik-Software SAS für Windows (Version<sub>9.2.1</sub>, SAS Institute Inc., Cary, North Carolina, USA) analysiert. Eine Normalverteilung der Daten wurde unter Anwendung des Kolmogorov-Smirnov-Tests ( $p > 0.05$ ) verifiziert. Das Verblendmaterial und die thermische Wechselbelastung dienten als unabhängige Variablen. Ein lineares Modell wurde verwendet, um zu prüfen, ob beide Variablen einen Einfluss auf die Verbundfestigkeit hatten. Differenzen von Least Squares Means wurden errechnet, die p-Werte wurden anhand der Tukey-Kramer-Methode adjustiert und 95 % Konfidenzintervalle (KI) wurden bestimmt. Das Signifikanz-Niveau wurde auf 0.05 festgelegt.

## 2.6 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Ausgewählte Prüfkörper wurden absichtlich in der 3-Punkt-Biege-Vorrichtung weiter belastet, um die Verblendkeramik von der Zirkonoxid-Oberfläche komplett zu trennen. Anschließend wurde eine ausgewählte Anzahl der Grenzflächen (Interface-Bereich) unter Verwendung einer Sputteranlage (SCD 040 BAL-TEC, Balzers Union Wallruf, Deutschland) mit Gold beschichtet. Eine rasterelektronenmikroskopische Untersuchung wurde bei einer Beschleunigungsspannung von 15 kV durchgeführt (SEM Zeiss Leo, Oberkochen, Deutschland), um die Grenzflächeneigenschaften zu evaluieren und die Art der Fraktur zu bestimmen.

# 3 Ergebnisse

## 3.1 Verbundfestigkeitswerte

Die ermittelten Verbundfestigkeitswerte für die einzelnen Gruppen sind unter Angabe des Mittelwertes, des Medianwertes, der Standardabweichung und des Variationskoeffizienten in Tabelle 4 dargestellt. Das Box-Whisker-Plot Diagramm liefert Informationen über Median, Quartile und Extreme (Abb. 2).

Für das Verblendmaterial ließ sich ein signifikanter Einfluss auf die Verbundfestigkeit nachweisen ( $p < 0.05$ ) (Abb. 3, Tab. 5a, 5b). Die Verbundfestigkeit der mit IPS e.max Ceram verblendeten thermobelasteten Prüfkörper war signifikant geringer als die Verbundfestigkeit der mit CerabienZR (Adj  $P < .0001$ ), Vintage ZR (Adj  $P = 0.0125$ ) oder VITA VM9 (Adj  $P < .0001$ ) verblendeten thermobelasteten Prüfkörper. Zwischen den Verbundfestigkeiten der mit CerabienZR, Vintage ZR und VITA VM9 verblendeten thermobelasteten Prüfkörper wurden keine signifikanten Unterschiede ( $p > 0.05$ ) beobachtet. Die Verbundfestigkeit der mit IPS e.max Ceram verblendeten thermisch unbelasteten Prüfkörper war signifikant geringer als die Verbundfestigkeit der mit CerabienZR (Adj  $P < .0001$ ), Vintage ZR (Adj  $P = 0.0125$ ) oder VITA VM9 (Adj  $P < .0001$ ) verblendeten thermisch unbelasteten Prüfkörper. Zwischen den Verbundfestigkeiten der mit CerabienZR, Vintage ZR und VITA VM9 verblendeten thermisch unbelasteten Prüfkörpern gab es keine signifikanten Unterschiede ( $p > 0.05$ ).

ramic positioned equidistantly on the side opposite to the applied force. The specimen holder had 2 cylindrical supporting points with a span of 20 mm. The radius of the supports was 1 mm and the radius of the bending piston was 1 mm. The force was applied at a cross-head speed of 1.5 mm/min at the center of each specimen and continuously recorded up to failure of the bond. Failure of the bond was indicated by a sudden decrease in the force-displacement graph, whereby the force was digitally registered. It must be pointed out, that after debonding no further loading of the zirconia strip occurred. Subsequently, each specimen was visually inspected using medical loupes at 4.5x magnification (Carl Zeiss Meditec) to detect the location of the failure event. Furthermore, each specimen was examined under a low-powered binocular optical microscope (SZH10, Zoom Stereo Microscope System, Olympus Japan) and digital images depicting the debonding crack were captured using the software program cell P (Olympus Soft Imaging System).

All specimens failed by a debonding crack at one end of the ceramic layer and no cracks were detected in the middle of the veneering ceramic. As a result, the debonding load registered for each of these specimens was referred to as breaking force or fracture force  $F_{fail}$  and was used for the subsequent calculation of the bond strength. During loading the three-point bending test did not disrupt the integrity of any zirconia strip.

## 2.4 Calculation of the bond strength

The bond strength  $\tau_b$  (MPa) was calculated using the flow chart (Tab. 3) provided by the ISO Standard 9693:1999. Input data were the elastic modulus  $E_M$  (GPa) of VITA In-Ceram YZ (210 GPa), the individual thickness  $d_M$  (mm) of the zirconia strip of each specimen and the respective fracture force  $F_{fail}$  (N) registered for each specimen. Based on the mathematical equation:  $\tau_b = (A \cdot d_M^2 + B \cdot d_M + C) \cdot F_{fail}$ , where  $(A \cdot d_M^2 + B \cdot d_M + C)$  is the coefficient  $k$  ( $\text{mm}^2$ ), the  $\tau_b$  bond strength value for each specimen was obtained. The coefficient  $k$  is a function of the elastic modulus  $E_M$  (GPa) of the substrate material and of the thickness  $d_M$  (mm) of each strip. The  $\tau_b$  was finally multiplied by  $3/b$ , where  $b$  is the width of the zirconia strip [26].

## 2.5 Statistical Analysis

The data were analyzed using the statistical software SAS for Windows (Version<sub>9.2.1</sub>, SAS Institute Inc., Cary, North Carolina, USA). A normal distribution of the data was verified by the Kolmogorov-Smirnov test ( $p > 0.05$ ). The veneering ceramic material and thermal cycling served as independent variables. A linear model was used to examine whether the two variables had an effect on the bond strength. Differences of least squares means were calculated, the p-values were adjusted using the Tukey-Kramer method and 95 % confidence intervals (CI) were determined. Statistical significance was set at 0.05.

## 2.6 Scanning electron microscopy (SEM)

Selected specimens were further loaded in the three-point bending apparatus to deliberately peel the veneering ceramic from the zirconia surface. Subsequently, a selected number of interfacial surfaces were coated with gold using a sputter coater

Es konnte kein statistisch signifikanter Einfluss der thermischen Wechselbelastung nachgewiesen werden ( $p > 0.05$ ) (Abb. 3, Tab. 5c). Paarweise Vergleiche zeigten keine signifikanten Unterschiede zwischen den Verbundfestigkeiten der thermobelasteten Prüfkörper und den Verbundfestigkeiten der thermisch unbelasteten Prüfkörper, welche jeweils mit IPS e.max Ceram (Adj P = 1.0000), CerabienZR (Adj P = 0.6050), Vintage ZR (Adj P = 1.0000) sowie VITA VM9 (Adj P = 0.9998) verblendet waren.

### 3.2 REM Ergebnisse

Die REM-Analyse zeigte, dass eine dünne Schicht der Verblendkeramik IPS e.max Ceram (Abb. 4a, 5a) und der Verblendkeramik CerabienZR (Abb. 4b, 5b) die Zirkonoxid-Oberfläche bedeckte. Diese Beobachtung deutete eine kohäsive Frakturart innerhalb der Verblendkeramik IPS e.max Ceram und CerabienZR an. Dies hatte zur Folge, dass der Widerstand gegen die Risserweiterung innerhalb der Verblendkeramik geringer als der Widerstand gegen die Risserweiterung im Interface-Bereich war. Dennoch waren die mit CerabienZR bedeckten Zirkonoxid-Körner geringfügig sichtbar (Abb. 5b). Im Gegensatz dazu waren die Zirkonoxid-Körner durch Luft einschüsse in der Verblendkeramikschicht von IPS e.max Ceram, (Abb. 5a) deutlich zu erkennen.

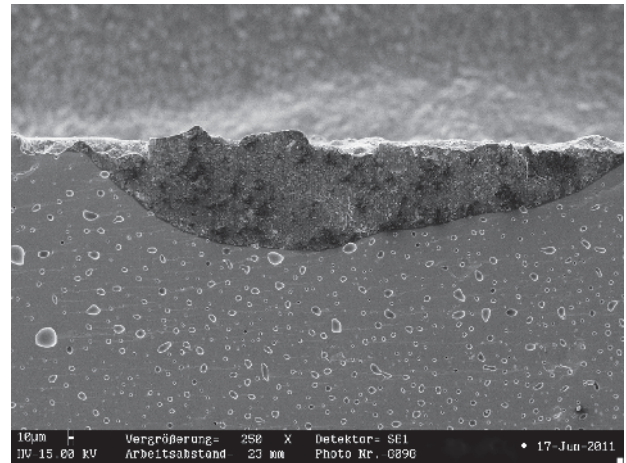
Vintage ZR (Abb. 4c, 5c) und VITA VM9 (Abb. 4d, 5d) zeigten eine Kombination von kohäsiven Frakturen innerhalb der Verblendkeramik und adhäsiven Frakturen an der Verbundzone. Die intermittierende Risserweiterung fand im Interface-Bereich oder innerhalb der Verblendkeramik statt. Deshalb erschien der Widerstand gegen die Risserweiterung innerhalb der Verblendkeramik dem Widerstand gegen die Risserweiterung im Interface-Bereich ähnlich zu sein. Die REM-Aufnahmen zeigten Bereiche, in denen die Verblendkeramik die darunterliegenden Zirkonoxid-Körner bedeckte, und Bereiche mit teilweise freigelegten Zirkonoxid-Körnern, welche nicht mit Verblendkeramik (Abb. 5c, 5d) bedeckt waren.

Die Grenzflächen von CerabienZR, Vintage ZR und VITA VM9 schienen sehr rau zu sein, während IPS e.max Ceram eine extrem glatte Grenzfläche aufwies. IPS e.max Ceram und CerabienZR zeigten eine ausgedehnte Porosität im Gegensatz zu der Verblendkeramikschicht von Vintage ZR und VITA VM9, welche durch eine homogene Struktur mit reduzierter Anzahl von Luftbläschen und Hohlräumen gekennzeichnet war.

Außerdem offenbarten die REM-Aufnahmen ähnliche Oberflächenstrukturen für die thermobelasteten und die thermisch unbelasteten Grenzflächen von IPS e.max Ceram und CerabienZR, Vintage ZR und VITA VM9. Kohäsive Frakturen im verblendeten Zirkonoxid wurden nicht beobachtet.

## 4 Diskussion

Die vorliegende Studie hat die Verbundfestigkeit von verschiedenen Verblendkeramiken zu Zirkonoxid mittels der Rissbeginnprüfung nach *Schwickerath* für metallkeramische Restaurationen untersucht. Die Ergebnisse führen zur Ablehnung der ersten Null-Hypothese, denn die Verbundfestigkeit von IPS e.max Ceram zu Zirkonoxid erfüllte die Mindestanforderungen der ISO 9693 ( $\geq 25$  MPa) nicht. Hingegen wurde bei Vin-



**Abbildung 6** Rasterelektronenmikroskopische (REM)-Aufnahme (Vergrößerung, 250x) einer thermobelasteten Keramikoberfläche von IPS e.max Ceram, Ansicht der Grenzfläche zum Zirkonoxid.

**Figure 6** SEM image (magnification, 250x) of a thermally cycled interfacial veneering surface of IPS e.max Ceram.

(SCD 040 BAL-TEC, Balzers Union, Wallruf, Germany). Secondary electron imaging was performed using a scanning electron microscope (SEM Zeiss Leo, Oberkochen, Germany) at an accelerating voltage of 15 kV, to assess the surface characteristics and determine the mode of bond failure.

## 3 Results

### 3.1 Bond strength results

The mean and median bond strengths, standard deviations (SDs) and coefficients of variation (CVs) for each group are presented in Table 4. The box-whisker-plot diagram provides information for medians, quartiles and extremes (Fig. 2).

The veneering ceramic had a statistically significant effect on the bond strength ( $p < 0.05$ ) (Fig. 3, Tab. 5a, 5b). The thermally cycled specimens veneered with IPS e.max Ceram exhibited a significantly lower bond strength than the thermally cycled specimens veneered with CerabienZR (Adj P < .0001), Vintage ZR (Adj P = 0.0125), or VITA VM9 (Adj P < .0001). Among the thermally cycled specimens veneered with CerabienZR, Vintage ZR and VITA VM9 no significant differences in bond strength ( $p > 0.05$ ) were observed. The non-thermally cycled specimens veneered with IPS e.max Ceram exhibited a significantly lower bond strength ( $p < 0.05$ ) than the non-thermally cycled specimens veneered with CerabienZR (Adj P < .0001), Vintage ZR (Adj P = 0.0006), or VITA VM9 (Adj P < .0001). Among the non-thermally cycled specimens veneered with CerabienZR, Vintage ZR and VITA VM9, no significant differences in the bond strength ( $p > 0.05$ ) were found.

Thermal cycling had no statistically significant effect on the bond strength ( $p > 0.05$ ) (Fig. 3, Tab. 5c). Pairwise comparisons stratified by the veneering ceramic material revealed no significant differences in bond strength between thermally

tage ZR die Grenze von 25 MPa knapp erreicht und bei CerabienZR sowie VITA VM9 sogar überschritten. Die zweite Null-Hypothese wurde widerlegt, weil keine statistisch signifikanten Unterschiede zwischen den Verbundfestigkeiten der 4 Verblendkeramiken zu Zirkonoxid gefunden wurden. Da die Verbundfestigkeiten der Verblendkeramiken zu Zirkonoxid durch die thermische Wechselbelastung nicht signifikant beeinflusst wurden, wurde auch die dritte Null-Hypothese nicht bestätigt.

Interessanterweise wurde die kohäsive Fraktur innerhalb der Verblendkeramik nach Schertests von mehreren Autoren als ein Hinweis interpretiert, dass die Verbundfestigkeit im Interface-Bereich höher als die Festigkeit der Keramik selbst [4, 8, 17, 19] und von guter Qualität [4, 16, 19] ist. Obwohl jedoch in der vorliegenden Studie die beiden Verblendkeramiken IPS e.max Ceram und CerabienZR kohäsive Frakturen aufwiesen, blieb die Verbundfestigkeit von IPS e.max Ceram zu Zirkonoxid unter dem Grenzwert der ISO 9693. Darüber hinaus war dieser Wert auch wesentlich geringer als die Verbundfestigkeit von CerabienZR zu Zirkonoxid, die über dem Grenzwert von 25 MPa lag. Interessanterweise findet man nach der Verbundprüfung auch auf metallischen Substraten noch Keramik gemäß REM-Aufnahmen [23] und die untersuchten Metall/Keramik-Kombinationen erfüllen trotzdem die Mindestanforderung der ISO 9693 [23]. Auf der anderen Seite wurden in einer weiteren Studie [22] Verbundfestigkeiten zwischen 9,6 (4,2) MPa und 12,5 (3,2) MPa nach Schertests berichtet, was mit dem Auftreten von adhäsiven Frakturen erklärt wurde [22]. Allerdings konnte dies in der vorliegenden Studie nicht verifiziert werden. Trotz der Anwesenheit von adhäsiven Frakturen genügten die Verbundfestigkeiten von Vintage ZR und VITA VM9 zu Zirkonoxid den Anforderungen der ISO 9693. Daher scheint es, dass die identifizierten Frakturarten mit den Verbundfestigkeiten der vorliegenden Studie nicht korrelieren und darüber hinaus, dass die Art der Fraktur zum direkten Vergleich zwischen den verschiedenen Verblendkeramiken nicht geeignet ist. Eine Studie über den metallkeramischen Verbund schlug sogar vor, dass der Erhalt der geforderten Verbundfestigkeit wichtig ist, und dass es keinen Unterschied macht, welche Frakturart beobachtet wird [23]. Leider wurden keine detaillierten Informationen über die Frakturart in Verblendkeramik/Zirkonoxid-Verbundsystemen von anderen Studien zur Verfügung gestellt, welche auch den 3-Punkt-Biegeversuch [15, 25, 34, 35] verwendet haben.

In der vorliegenden Studie betragen die Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) des Dentinmaterials nach Herstellerangaben  $9.5 \cdot 10^{-6}/K$  für IPS e.max Ceram,  $9.4 \cdot 10^{-6}/K$  für Vintage ZR,  $9.1 \cdot 10^{-6}/K$  für CerabienZR und  $8.8 \cdot 10^{-6}/K - 9.2 \cdot 10^{-6}/K$  für VITA VM9 in absteigender Reihenfolge. Offensichtlich waren alle WAK-Werte der Verblendkeramiken etwa 10 % niedriger [13] als der WAK von Zirkonoxid, der nach Herstellerangaben bei  $10.5 \cdot 10^{-6}/K$  liegt. CerabienZR und VITA VM9 zeigten niedrigere WAK-Werte im Vergleich zu IPS e.max Ceram und Vintage ZR. Daher kann angenommen werden, dass eine etwas größere WAK-Differenz zwischen CerabienZR und VITA VM9 einerseits und Zirkonoxid andererseits offenbar Druckspannungen in der Verblendkeramik erzeugt hat. Dies könnte die verbesserte Haftung von CerabienZR und VITA VM9 auf der Zirkonoxid-Oberfläche erklären. Auf der anderen Seite kann das gleiche Argument nicht auf IPS e.max Ceram und Vintage ZR angewendet werden. Obwohl die WAK-Werte von IPS e.max

and non-thermally cycled specimens veneered with IPS e.max Ceram (Adj P = 1.0000), CerabienZR (Adj P = 0.6050), Vintage ZR (Adj P = 1.0000) as well as VITA VM9 (Adj P = 0.9998).

### 3.2 SEM results

SEM detected a thin layer of veneering ceramic IPS e.max Ceram (Fig. 4a, 5a) and Cerabien ZR (Fig. 4b, 5b) covering the zirconia surface. This finding suggested a cohesive failure mode for IPS e.max Ceram and Cerabien ZR with failure occurring within the veneering ceramic. As a result the resistance to crack extension was lower within the veneering ceramic than the resistance to crack extension at the interface. Nevertheless, the zirconia grains were slightly visible through CerabienZR (Fig. 5b). In contrast, the zirconia grains could be distinctly seen through the pores on the veneering ceramic layer of IPS e.max Ceram (Fig. 5a).

A combined failure mode with cohesive failures within the veneering ceramics and adhesive failures at the interface was observed for Vintage ZR (Fig. 4c, 5c) and VITA VM9 (Fig. 4d, 5d). The crack extended intermittently along the interface or within the veneering ceramic. Therefore, the resistance to crack extension within the veneering ceramic appeared to be similar to the resistance to crack extension at the interface. SEM images revealed areas, where the veneering ceramic covered the underlying zirconia grains, and areas with partially exposed zirconia grains, which were not covered with veneering ceramic (Fig. 5c, 5d).

The interfacial surfaces of CerabienZR, Vintage ZR and VITA VM9 appeared to be very rough, whereas IPS e.max Ceram exhibited extremely smooth interfacial surfaces. IPS e.max Ceram and CerabienZR showed extensive porosity, as opposed to the ceramic layer of Vintage ZR and VITA VM9, which yielded a rather sound homogenous structure with reduced number of air-bubbles and voids.

Furthermore, SEM disclosed similar surface patterns for the thermally and non-thermally cycled interfacial surfaces of IPS e.max Ceram and CerabienZR, Vintage ZR and VITA VM9. The zirconia strips themselves showed no cohesive failures.

## 4 Discussion

The present study measured the bond strength of various veneer/zirconia systems using the *Schwickerath* crack-initiation test for metal-ceramic restorations. The results lead to the rejection of the first null hypothesis, since the bond strength of IPS e.max Ceram to zirconia did not meet the minimum requirements of the ISO Standard 9693:1999 ( $\geq 25$  MPa). In contrast, Vintage ZR just reached the borderline value of 25 MPa, and CerabienZR as well as VITA VM9 exceeded the limit of 25 MPa. The second null hypothesis was rejected, as statistically significant differences were found among the bond strengths of the 4 veneering ceramics to zirconia. Because the bond strengths of veneering ceramics to zirconia were not significantly affected by thermal cycling, the third null hypothesis was not confirmed.

Interestingly, the cohesive failure within the veneering ceramic after shear testing has been interpreted by several authors as an indication that the interfacial bond strength is

Ceram und Vintage ZR geringfügig unterschiedlich waren, unterschieden sich deren Verbundfestigkeiten signifikant. Dies war ein Hinweis dafür, dass ein Unterschied darin besteht, wie leicht Risse in diesen beiden Materialkombinationen initiiert werden konnten. So konnte in der vorliegenden Studie kein klarer Zusammenhang zwischen den erhaltenen Verbundfestigkeitswerten und den WAK-Differenzen zwischen Verblendkeramik und Zirkonoxid festgestellt werden.

Die 3 Verblendkeramiken CerabienZR, Vintage ZR und VITA VM9 zeigten eine effektive Benetzung der Zirkonoxid-Oberfläche. Zirkonoxid-Körner waren durch die dünne Verblendkeramikschiicht von CerabienZR, Vintage ZR und VITA VM9 nur schwach erkennbar wie aus den Abbildungen 4b bis 4d und Abbildungen 5b bis 5d ersichtlich ist. Es entsteht der Eindruck, dass die Verblendkeramik die Zirkonoxid-Oberfläche lückenlos bedeckt hat. Im Gegensatz dazu waren bei den mit IPS e.max Ceram verblendeten Prüfkörpern die darunterliegenden Zirkonoxid-Körner durch die entstandenen Poren (Abb. 4a, 5a) deutlich sichtbar, was für einen Benetzungswinkel von über 90° sprechen könnte. Mögliche Gründe für die eingeschränkte Benetzung könnten die Brenntemperatur oder die begrenzte Reaktivität zwischen der Fluorapatit enthaltenden Keramik IPS e.max Ceram und dem Zirkonoxid sein.

Thermische Wechselbelastung kam in der vorliegenden Studie zum Einsatz, um den Einfluss einer hydrothermalen Belastung auf den Interface-Bereich von verblendeten Zirkonoxid-Prüfkörpern abzuschätzen. Die Anzahl der angewendeten Zyklen (20.000) ist bereits in der Literatur beschrieben worden [22]. Außerdem sollen 20.000 Zyklen mehr als 15 Jahren klinischen Einsatzes [18] entsprechen. Somit erschien dieses Regime als klinisch relevanter zur Beurteilung der Empfindlichkeit des Verbundes gegenüber simulierten oralen Einflüssen, als niedrigere Zyklenzahlen mit 10.000 [8, 25] oder 5000 Zyklen [6].

Die vorliegende Studie konnte keinen statistisch signifikanten Unterschied in der Verbundfestigkeit vor und nach der thermischen Wechselbelastung feststellen, was in Übereinstimmung mit früheren Untersuchungen [6, 8, 22, 25] ist. Es muss betont werden, dass die Abwesenheit einer statistischen Signifikanz nicht zwangsläufig bedeutet, dass die thermische Wechselbelastung gar keine Änderungen in der Verbundfestigkeit bewirkt hat. In früheren Studien wurde vermutet, dass die Penetration von Wassermolekülen in mikroskopische Unebenheiten des Interface-Bereichs infolge der Auflösung von Metalloxid-Bindungen [30], selektiver Auslaugung von Alkali-Ionen aus der Verblendkeramik und anschließender Auflösung des Glas-Netzwerks [5] den Verbund anfällig machen können. In der Tat veranschaulicht Abbildung 6 eine veränderte Morphologie der Verblendkeramikoberfläche. Zu erkennen sind eine stärkere Rauheit und Verlust der strukturellen Eigenschaften im Vergleich zu den benachbarten Gebieten. Diese Inhomogenität lag am seitlichen Rand der Verblendkeramik, sie war bogenförmig und zur Mitte der Fläche gerichtet. Da die Außenflächen des Prüfkörpers die Bereiche sind, welche der hydrothermalen Belastung und der damit verbundenen Auflösung unmittelbar ausgesetzt sind, ist es logisch zu erwarten, dass der Einfluss der thermischen Wechselbelastung, falls vorhanden, an den Rändern stärker ausgeprägt ist als in der Mitte der Grenzfläche. Daher

higher than the strength of the ceramic itself [4, 8, 17, 19] and of good quality [4, 16, 19]. Surprisingly, however, although both IPS e.max Ceram and CerabienZR presented a cohesive failure mode in the present study, the bond strength of IPS e.max Ceram failed to meet the ISO requirements. Moreover, it was also significantly lower than that of CerabienZR, which even exceeded the limit of 25 MPa. Interestingly, as revealed by SEM images [23] residues of ceramic are found on metal substrates following the *Schwickerath* crack-initiation test, and the examined metal-ceramic combinations still meet the minimum requirements of the ISO Standard 9693:1999 [23]. On the other hand, in one study the weak shear bond strengths with a range of 9.6 (4.2) MPa – 12.5 (3.2) MPa were related to the occurrence of adhesive failures [22]. However, this could not be verified in the present study. Despite the presence of adhesive failure, the bond strengths of Vintage ZR and VITA VM9 met the ISO requirements. Therefore, it appears that the identified failure modes cannot be correlated to the bond strengths in the present study and moreover that the failure mode cannot be used for direct comparison among various veneering ceramics. One study on metal-ceramic bond strength has even suggested that, what matters is to obtain the required strength and that it makes no difference which failure mode is observed [23]. Unfortunately, no detailed information about the mode of bond failure in veneer/zirconia systems was provided by other studies using the three-point bending test [15, 25, 34, 35].

In the present study, the coefficients of thermal expansion (CTEs) of the dentin material in descending order were  $9.5 \cdot 10^{-6}/K$  for IPS e.max Ceram,  $9.4 \cdot 10^{-6}/K$  for Vintage ZR,  $9.1 \cdot 10^{-6}/K$  for CerabienZR and  $8.8 \cdot 10^{-6}/K - 9.2 \cdot 10^{-6}/K$  for VITA VM9 according to manufacturers' data. Obviously all CTEs of the veneering ceramics were about 10 % lower [13] than the CTE of zirconia, being  $10.5 \cdot 10^{-6}/K$  according to the manufacturers' data. CerabienZR and VITA VM9 presented lower values for their CTEs compared to IPS e.max Ceram and Vintage ZR. Hence, it could be assumed that due to a slightly larger gap between the CTE of zirconia and each of the CTEs of CerabienZR and VITA VM9, compression forces were evidently introduced in the veneering ceramic. This could account for the enhanced bond strength of CerabienZR and VITA VM9. On the other hand, the same argument cannot be applied to IPS e.max Ceram and Vintage ZR. Although their CTEs differed but slightly, their bond strengths differed significantly, which indicated a difference in the ease with which cracks in these two material combinations can initiate. Thus, a clear correlation between bond strength and the CTE mismatch between the zirconia and the veneering ceramic could not be definitely verified in the present study.

Noticeably, the 3 veneering ceramics CerabienZR, Vintage ZR and VITA VM9 shared the common feature of effective wetting. Zirconia grains were only faintly discernible through the thin coating of the veneering ceramic layer of CerabienZR, Vintage ZR and VITA VM9 as seen in Figures 4b to 4d and Figures 5b to 5d. This suggested a good wetting property of these materials, since it appeared that the veneering ceramic had effectively flowed across the zirconia surface. In contrast, the remaining layer of IPS e.max Ceram rendered the underlying zirconia grains clearly visible within the pores (Fig. 4a, 5a), which was indicative of a wetting angle over 90°. Apparent reasons for the limited wettability could be the firing temperature or the li-

ist die beobachtete Rauheit ein Anzeichen für die Verschlechterung des keramischen Materials infolge chemischer Reaktionen mit dem wässrigen Umgebungsmilieu.

Ferner lagen die WAK-Werte der mit IPS e.max Ceram, CerabienZR und Vintage ZR (Tab. 4) verblendeten thermobelasteten Prüfkörper höher als die korrespondierenden thermisch unbelasteten Prüfkörper, was auf eine höhere Streuung der Verbundfestigkeitswerte der thermobelasteten Prüfkörper hindeutet. Dies zeigt, dass die thermische Wechselbelastung wiederholte Spannungen in dem Verblendkeramik-Zirkonoxid-Interface-Bereich verursacht hat. Somit wurde das Auftreten von initialen kleinen Rissen in den Prüfkörpern begünstigt, was anscheinend zum Verbundversagen nach dem Test beigetragen hat.

In der vorliegenden Studie wurden die verblendeten Prüfkörper, die einer thermischen Wechselbelastung unterzogen werden sollten, vor dem Test trocken gelagert, weil ausschließlich der Einfluss der thermischen Wechselbelastung auf die Empfindlichkeit des Verbunds von Interesse war und nicht der zusätzliche Einfluss der Lagerung in einer flüssigen Lösung. Demgegenüber war in 2 Studien der thermischen Wechselbelastung eine Wasserlagerung vorausgegangen [22, 25]; die Interaktion zwischen Wasserlagerung und thermischer Wechselbelastung wurde jedoch von diesen Autoren nicht angesprochen.

Vor dem Brennen der Prüfkörper wurden Probebrände durchgeführt, um Brennparameter, Qualität, Transparenz und Glanz des jeweils gebrannten Probekörpers zu kontrollieren, und wenn nötig die Brenntemperaturen anzupassen. Aufgrund der Tatsache, dass verschiedene Keramiköfen oder sogar Keramiköfen von der gleichen Firma zu unterschiedlichen Brennergebnissen führen können, wurden alle Brennvorgänge in demselben Ofen und auf demselben Brennträger durchgeführt. Alle Prüfkörper haben insgesamt die gleiche Anzahl von Brennvorgängen durchlaufen, welche einen Linerbrand, 1. und 2. Dentinbrand und einen Glanzbrand umfassten (Tab. 2). Daher war der Grad der thermischen Ermüdung für alle Zirkonoxid-Plättchen vergleichbar.

Ein kritischer Punkt ist, dass die niedrige Wärmeleitfähigkeit von Zirkonoxid [31] den Interface-Bereich zwischen Verblendkeramik und Zirkonoxid isoliert. Ferner zeichnet sich das rigide Zirkonoxid infolge seiner Sprödigkeit durch „zero creep“ bei den Sintertemperaturen der Verblendkeramik aus [20]. Infolgedessen ist Zirkonoxid nicht in der Lage übermäßigen thermischen Spannungen im gleichen Maße wie Metall nachzugeben. Daher vermögen die Zirkonoxid-Restaurationen bei normaler oder schneller Abkühlung nicht die sich bildenden Spannungen abzubauen. Erwartungsgemäß zeigen Zirkonoxid-Restaurationen eine relativ inhomogene Verteilung von transienten und residualen Spannungen sowie erhöhte Temperaturgradienten innerhalb der Verblendkeramik [31]. Aus diesem Grund wurden die konventionellen Abkühlungsraten von mehreren Herstellern modifiziert und eine langsame Abkühlungsstrategie in die Brennprogramme für Zirkonoxid-Restaurationen eingeführt [3]. In der vorliegenden Studie wurden die aktuellen jeweiligen Herstelleranweisungen bezüglich der Abkühlung befolgt (Tab. 2). Langsames Abkühlen erfolgte für IPS e.max Ceram erst beim Glanzbrand (ein Brand), während Vintage ZR Prüfkörper gar nicht langsam abgekühlt wurden. Beruhend auf Tabelle 4 lag

miter reactivity of the nominally fluorapatite containing IPS e.max Ceram with VITA In-Ceram YZ zirconia.

Thermal cycling was employed in the present study to evaluate the impact of hydrothermal stress on the interfacial zone of veneered zirconia specimens. The number of cycles (20.000) applied has been already described in the literature [22]. Also, 20.000 cycles are considered to correspond to over 15 years of clinical service [18]. Thus, this regimen appeared to be more clinically relevant for assessing bond susceptibility to simulated oral conditions, than shorter regimens with 10.000 cycles [8, 25] or 5000 cycles [6].

The present study detected no statistically significant difference in the bond strengths before and after thermal cycling, which is in accordance with previous investigations [6, 8, 22, 25]. It must be emphasized that absence of statistical significance does not necessarily mean that thermal cycling failed altogether to cause any changes in the bond strength. It has been previously assumed that the penetration of water molecules down into interfacial micro-imperfections may render the bond susceptible because of rupture of metal oxide bonds [30], selective leaching of alkali ions from the veneering ceramic and subsequent dissolution of the glass network [5]. In fact, Figure 6 illustrated an altered morphology of the veneering ceramic surface with excessive roughness and loss of its structural characteristics compared to the neighboring areas. This inhomogeneity was located at the lateral edge of the veneering ceramic, it had an arch-like shape and a direction towards the center of the surface. Considering that the external surfaces of the specimen are the regions directly exposed to the hydrothermal stress and associated dissolution effects, it is logical to expect that the effect of thermal cycling, if existent, is more pronounced at the edges, rather than in the centre of the interfacial surface. Therefore, the observed roughness is indicative of deterioration of the ceramic material due to chemical reactions with its water surroundings.

In addition, the coefficients of variation of the thermally cycled specimens veneered with IPS e.max Ceram, CerabienZR and Vintage ZR (Tab. 4) are higher than those of the respective non-thermally cycled specimens, thus suggesting a higher scatter in the bond strength values of the thermally cycled specimens. This indicates that thermal cycling imposed a repeated stress mechanism on the veneer-zirconia interface and thus favored the occurrence of initial small cracks in the specimens, which apparently contributed to the onset of failure of the bond after loading.

In the present study the veneered zirconia specimens to be thermally cycled were also stored dry prior to loading, because of interest was exclusively the effect of thermal cycling on the bond sensitivity and not the additional effect of storage in a liquid solution. In contrast, in 2 studies water storage preceded thermal cycling [22, 25]; the interaction however between thermal cycling and water storage was not addressed by these authors.

Prior to sintering the veneering ceramics, test firing cycles were run, to control the firing parameters, the quality, transparency and degree of gloss of a fired sample, and if it was necessary to adjust the firing schedules. Due to the fact that different ovens, even of the same company, can lead to different firing results, all firings took place in one oven and using one firing tray. All specimens were veneered by the same number of firings, these comprised a liner firing, 2 dentin firings and a

die Verbundfestigkeit von IPS e.max Ceram unterhalb der Grenze von 25 MPa und Vintage ZR erreichte sie knapp. Auf der anderen Seite fand eine langsame Abkühlung für CerabienZR (4 Brände) und für VITA VM9 (3 Brände) statt. Bemerkenswert erreichten CerabienZR und VITA VM9 auch die höchsten Verbundfestigkeitswerte. Diese Beobachtung könnte ein Hinweis darauf sein, dass eine langsame Abkühlung bei den Dentinbränden sowie beim Glanzbrand die Verbundfestigkeit positiv beeinflussen könnte.

Die mittleren Verbundfestigkeitswerte der vorliegenden Studie lagen zwischen 21,07 (4,2) MPa und 28,78 (3,1) MPa. Im Allgemeinen ergaben jedoch andere Studien über 3-Punkt-Biegeversuche unterschiedliche Werte für die Verbundfestigkeit verschiedener Verblendkeramiken zu Zirkonoxid. Diese Verbundfestigkeitswerte lagen zwischen 15,6 MPa und 15,9 MPa [25], zwischen  $24,2 \pm 1,3$  MPa und  $44,8 \pm 6,7$  MPa [35], zwischen  $25,4 \pm 2,3$  MPa und  $33,8 \pm 3,2$  MPa [15], zwischen  $25,5 \pm 5,0$  MPa und  $38,1 \pm 10,5$  MPa [34], zwischen  $26,0 \pm 2,9$  und  $28,9 \pm 1,7$  MPa [32] und zwischen  $25,78 \pm 1,0$  und  $30,47 \pm 1,99$  MPa [36]. Die scheinbare Variation in den veröffentlichten numerischen Werten lässt sich auf die unterschiedlichen Studienprotokolle, welche unterschiedliche Verblendmaterialien (Dentin-/Linermaterialien) oder Zirkonoxid-Substrate, Oberflächenvorbehandlungen und Simulationsmethoden des oralen Umgebungsmilieus umfassten, zurückführen.

Die Rissbeginnprüfung nach *Schwickerath* wurde in der vorliegenden Studie eingesetzt, weil sie im Gegensatz zu anderen Methoden wie Schertest, Zugprüfung oder 4-Punkt-Biegeversuch ein standardisiertes Testverfahren mit einer vorgeschriebenen festgelegten Grenze von 25 MPa darstellt. So liefert diese Prüfung reproduzierbare Resultate und ermöglicht eine standardisierte einfache vergleichende Bewertung der untersuchten Verbundfestigkeiten [26].

Gemäß ISO 9693 gelten für das Metallsubstrat eine 0,2 %-Dehngrenze von 250 MPa und eine 3 %-Bruchdehnung als Mindestanforderungen. Da Keramiken spröde sind, wurde argumentiert, dass sich der 3-Punkt-Biegeversuch für die Messung der Verbundfestigkeit in mehrschichtigen vollkeramischen Verbundsystemen [11, 22] nicht eignet. In der vorliegenden Studie war VITA In-Ceram YZ Zirkonoxid das Substratmaterial. Als keramisches Material ist Zirkonoxid spröde. Jedoch besitzt Zirkonoxid nach Herstellerangaben eine Biegefestigkeit von mehr als 900 MPa. Somit kann Zirkonoxid der während des Tests auf das Verblendkeramik/Zirkonoxid-Verbundsystem übertragene Biegebelastung standhalten.

Die für die vorliegende Studie ausgewählten Materialien könnten in zukünftigen klinischen Studien über Zirkonoxid-Restaurationen verwendet werden, um ihre Leistungsfähigkeit in-vivo zu evaluieren. Basierend auf aktuellen klinischen Daten fand die Kombination VITA VM9/VITA In Ceram YZ Zirkonoxid in einer klinischen prospektiven Studie für die Herstellung von Inlay-Brücken [1] Anwendung. Außerdem war Vintage ZR das Verblendkeramikmaterial für dreigliedrige Ce-TZP Brücken in einer prospektiven Fallserie mit einem Beobachtungszeitraum von 12 Monaten [28], während eine dreijährige prospektive klinische Studie über die Leistungsfähigkeit von aus IPS e.max Ceram/IPS e.max ZirCAD hergestellten Einzelkronen [7] berichtet.

glaze firing (Tab. 2). Therefore the degree of thermal fatigue for all zirconia strips was approximately the same.

A critical issue is that the low thermal diffusivity of zirconia [31] insulates the veneer-zirconia interface. Moreover, due to its brittleness the rigid zirconia has zero creep at the sintering temperatures of the veneering ceramic [20]. As a consequence, zirconia is incapable of yielding to excessive thermal stresses to the same degree as the metal does. Therefore upon normal or rapid cooling zirconia restorations cannot accommodate the developing stresses, and are expected to show a relatively inhomogeneous distribution of transient and residual stresses as well as increased temperature gradients within the veneering ceramic [31]. For this reason, the conventional cooling rates have been modified by several manufacturers and a slow cooling strategy in their firing programs for zirconia restorations has been introduced [3]. In the present study the current cooling instructions of each manufacturer were followed (Tab. 2). Slow cooling took place only during glaze firing for IPS e.max Ceram (one firing), while Vintage ZR specimens were not slowly cooled. Based on Table 4, the bond strength of IPS e.max Ceram was below the borderline value of 25 MPa and of Vintage ZR just reached it. On the other hand, slow cooling was performed for CerabienZR (4 firings) and VITA VM9 (3 firings). Remarkably, CerabienZR and VITA VM9 reached also the highest bond strength values. This observation might be an indication that slow cooling during dentin firing and glaze firing might positively influence the bond strength.

The mean bond strengths in the present study ranged between 21.07 (4.2) MPa and 28.78 (3.1) MPa. In general, however, other studies with three-point bending tests found different ranges for the bond strength of various veneering ceramics to zirconia, these being 15.6 MPa – 15.9 MPa [25],  $24.2 \pm 1.3$  MPa –  $44.8 \pm 6.7$  MPa [35],  $25.4 \pm 2.3$  MPa –  $33.8 \pm 3.2$  MPa [15],  $25.5 \pm 5.0$  MPa –  $38.1 \pm 10.5$  MPa [34],  $26.0 \pm 2.9$  –  $28.9 \pm 1.7$  MPa [32] and  $25.78 \pm 1.0$  –  $30.47 \pm 1.99$  MPa [36]. The apparent variation in the published numerical values can be explained by the different study protocols, which employed different veneering materials (dentin/liner materials) or zirconia substrates, surface pretreatments and methods for simulation of oral clinical conditions.

The *Schwickerath* crack-initiation test was used in the present study. Contrary to other methodologies such as the shear test, the microtensile test or the four-point bending test, the *Schwickerath* crack-initiation test involves a standardized testing procedure and has a set limit of 25 MPa. Thus, it can yield reproducible results and allow a standardized straightforward comparative assessment of the examined bond strengths [26].

According to the ISO Standard 9693:1999 the prerequisites for the metal substrate are a 0.2 % offset yield strength of 250 MPa and a 3 % elongation to failure. Since ceramics are brittle, it has been argued that the three-point bending test cannot be applied for bond strength measurement in all-ceramic multilayered systems [11, 22]. In the present study, VITA In-Ceram YZ zirconia comprised the substrate material. As a ceramic material, zirconia is brittle, yet its flexural strength is over 900 MPa according to the manufacturers' data. Thus, zirconia can adequately support the bending load transferred to the veneer/zirconia system during testing.

The materials selected for the present study could be used in future clinical trials on zirconia-based restorations, in order

## 5 Schlussfolgerungen

Die Verbundfestigkeit von 3 der 4 untersuchten Verblendkeramiken zu Zirkonoxid erfüllte die Mindestanforderung ( $\geq 25$  MPa) der ISO 9693. Die Verbundfestigkeit wurde durch die thermische Wechselbelastung nicht beeinflusst. Es konnte kein Zusammenhang zwischen den gemessenen Verbundfestigkeitswerten und der Art der Fraktur festgestellt werden.

## Danksagungen

Die Autoren bedanken sich bei Herrn *Thomas Jauss* für die REM-Aufnahmen, Frau *Susanne Stampf* für die statistische Analyse und bei VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Deutschland für die Herstellung der Zirkonoxid-Plättchen. DZZ

**Interessenskonflikt:** Die Autorin/die Autoren erklären, dass kein Interessenskonflikt im Sinne der Richtlinien des International Committee of Medical Journal Editors besteht.

### Korrespondenzadresse

Dr. Panagiota Kosyfaki  
D.D.S., Dr. med. dent.  
Spezialistin für Prothetik (DGPro)  
Abteilung Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik,  
Universitätsklinik für Zahn-, Mund-, und Kieferheilkunde,  
Albert-Ludwigs-Universität Freiburg  
Hugstetter Str. 55, 79106 Freiburg  
panagiota.kosyfaki@yahoo.de

to evaluate their performance in vivo. Based on recent clinical data, the combination VITA VM9/VITA In Ceram YZ has been implemented for the fabrication of inlay-retained FDPs in a prospective clinical study [1]. Also, Vintage ZR was the veneering material for three-unit Ce-TZP FDPs in a prospective case series with an observation period of 12 months [28], while a three-year clinical trial reported on the performance of IPS e.max Ceram/ IPS e.max ZirCAD single crowns [7].

## 5 Conclusions

The bond strength of 3 of the 4 veneering ceramics to zirconia fulfilled the minimum requirements ( $\geq 25$  MPa) of the ISO Standard 9693:1999. The bond strength was not influenced by thermal cycling. The bond strength was not influenced by thermal cycling. No correlation could be found between the identified failure modes and the obtained bond strength values.

## Acknowledgements

The authors would like to thank Mr. *Thomas Jauss* for performing the scanning electron microscopy images, Mrs. *Susanne Stampf* for performing the statistical analysis of the data and VITA Zahnfabrik, Bad Säckingen, Germany, for kindly providing the zirconia strips. DZZ

**Conflicts of interest:** The authors declare no conflicts of interest.

## Literatur

1. Abou Tara M, Eschbach S, Wolfart S, Kern M: Zirconia ceramic inlay-retained fixed dental prostheses – first clinical results with a new design. *J Dent* 2010;39:208–211
2. Aboushelib MN, Feilzer AJ, Kleverlaan CJ: Bridging the gap between clinical failure and laboratory fracture strength tests using a fractographic approach. *Dent Mater* 2009;25:383–391
3. Al-Amleh B, Lyons K, Swain M: Clinical trials in zirconia: a systematic review. *J Oral Rehabil* 2010;37:641–652
4. Al-Dohan HM, Yaman P, Dennison JB, Razzoog ME, Lang BR: Shear strength of core-veneer interface in bi-layered ceramics. *J Prosthet Dent* 2004;91:349–355
5. Anusavice KJ, Kakar K, Ferree N: Which mechanical and physical testing methods are relevant for predicting the clinical performance of ceramic-based dental prostheses? *Clin Oral Implants Res* 2007;18(Suppl 3):218–231
6. Ashkanani HM, Raigrodski AJ, Flinn BD, Heindl H, Mancl LA: Flexural and shear strengths of ZrO<sub>2</sub> and a high-noble alloy bonded to their corresponding porcelains. *J Prosthet Dent* 2008;100:274–284
7. Beuer E, Stimmelmayer M, Gernet W, Edelhoff D, Guh JF, Naumann M: Prospective study of zirconia-based restorations: 3-year clinical results. *Quintessence Int* 2010;41:631–637
8. Blatz MB, Bergler M, Ozer F, Holst S, Phark JH, Chiche GJ: Bond strength of different veneering ceramics to zirconia and their susceptibility to thermocycling. *Am J Dent* 2010;23:213–216
9. Bulpakdi P, Taskonak B, Yan J, Mecholsky JJ, Jr.: Failure analysis of clinically failed all-ceramic fixed partial dentures using fractal geometry. *Dent Mater* 2009;25:634–640
10. Chevalier J: What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials* 2006;27:535–543
11. Choi BK, Han JS, Yang JH, Lee JB, Kim SH: Shear bond strength of veneering porcelain to zirconia and metal cores. *J Adv Prosthodont* 2009;1:129–135
12. De Aza AH, Chevalier J, Fantozzi G, Schehl M, Torrecillas R: Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses. *Biomaterials* 2002;23:937–945
13. Denry I, Kelly JR: State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater* 2008;24:299–307
14. DIN EN ISO 9693:1999. (= ISO 9693:1999 = EN ISO 9693:2000–12) Metal-ceramic dental restorative systems. Geneva, Switzerland: International Organization for Standardization. Beuth Verlag, Berlin
15. Doi M, Yoshida K, Atsuta M, Sawase T: Influence of pre-treatments on flexural strength of zirconia and debonding crack-initiation strength of veneered zirconia. *J Adhes Dent* 2011;13:79–84
16. Fischer J, Stawarczyk B, Sailer I, Hämmerle CH: Shear bond strength between veneering ceramics and ceria-stabilized zirconia/alumina. *J Prosthet Dent* 2010;103:267–274
17. Fischer J, Stawarczyk B, Trottmann A, Hämmerle CH: Impact of thermal misfit on shear strength of veneering ceramic/zirconia composites. *Dent Mater* 2009;25:419–423
18. Fischer J, Zbären C, Stawarczyk B, Hämmerle CH: The effect of thermal cycling on metal-ceramic bond strength. *J Dent* 2009;37:549–553
19. Fischer J, Grohmann P, Stawarczyk B: Effect of zirconia surface treatments on



- the shear strength of zirconia/veneering ceramic composites. *Dent Mater J* 2008;27:448–454
20. Fischer J, Stawarczyk B, Hämmerle CH: Flexural strength of veneering ceramics for zirconia. *J Dent* 2008;36:316–321
  21. Gale MS, Darvell BW: Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 1999;27:89–99
  22. Guess PC, Kulis A, Witkowski S, Wolke-witz M, Zhang Y, Strub JR: Shear bond strengths between different zirconia cores and veneering ceramics and their susceptibility to thermocycling. *Dent Mater* 2008;24:1556–1567
  23. Kellerhoff RK, Fischer J: Ceramic bonding to a machined Au-Ti alloy. *Quintessence Int* 2007;38:867–872
  24. Kim JW, Covell NS, Guess PC, Rekow ED, Zhang Y: Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. *J Dent Res* 2010;89:91–95
  25. Kuriyama S, Terui Y, Higuchi D et al.: Novel fabrication method for zirconia restorations: Bonding strength of machinable ceramic to zirconia with resin cements. *Dent Mater J* 2011;30:419–424
  26. Lenz J, Schwarz S, Schwickerath H, Sperner F, Schäfer A: Bond strength of metal-ceramic systems in three-point flexure bond test. *J Appl Biomater* 1995;6:55–64
  27. Ohlmann B, Rammelsberg P, Schmitter M, Schwarz S, Gabbert O: All-ceramic inlay-retained fixed partial dentures: preliminary results from a clinical study. *J Dent* 2008;36:692–696
  28. Philipp A, Fischer J, Hämmerle CH, Sailer I: Novel ceria-stabilized tetragonal zirconia/alumina nanocomposite as framework material for posterior fixed dental prostheses: preliminary results of a prospective case series at 1 year of function. *Quintessence Int* 2010;41:313–319
  29. Sailer I, Pjetursson BE, Zwahlen M, Hämmerle CH: A systematic review of the survival and complication rates of all-ceramic and metal-ceramic reconstructions after an observation period of at least 3 years. Part II: Fixed dental prostheses. *Clin Oral Implants Res* 2007;18(Suppl 3):86–96
  30. Studart AR, Filser F, Kocher P, Lüthy H, Gauckler LJ: Cyclic fatigue in water of veneer-framework composites for all-ceramic dental bridges. *Dent Mater* 2007;23:177–185
  31. Swain MV: Unstable cracking (chipping) of veneering porcelain on all-ceramic dental crowns and fixed partial dentures. *Acta Biomater* 2009;5:1668–1677
  32. Tada K, Sato T, Yoshinari M: Influence of surface treatment on bond strength of veneering ceramics fused to zirconia. *Dent Mater J* 2012;31:287–296
  33. Taskonak B, Yan J, Mecholsky JJ, Jr., Sertgoz A, Kocak A: Fractographic analyses of zirconia-based fixed partial dentures. *Dent Mater* 2008;24:1077–1082
  34. Wehnert L, Slotosch S, Freesmeyer WB: Einfluss von mechanischen Oberflächenbearbeitungsverfahren auf den Verbund von Y-TZP zu vier Verblendkeramiken. *Quintessenz Zahntech* 2011;37:342–356
  35. Wehnert L, Radlanski RJ, Freesmeyer WB: Untersuchungen zum Verbund von Zirconia-TZP zu ausgewählten Verblendkeramiken. *Quintessenz Zahntech* 2010;36:36–47
  36. Yamaguchi H, Ino S, Hamano N, Okada S, Teranaka T: Examination of bond strength and mechanical properties of Y-TZP zirconia ceramics with different surface modifications. *Dent Mater J* 2012;31:472–480