

ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ



E41066



ROLE OF COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION UPON THERMALLY
INDUCED RESIDUAL STRESSES AND BOND STRENGTH OF CERAMIC
VENEERED TO YTTRIUM PARTIALLY STABILIZED TETRAGONAL
ZIRCONIA POLYCRYSTAL (Y-TZP) CERAMIC RESTORATIONS

MRS. CHOLLADA DANGSUWAN

A THESIS FOR THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
KHON KAEN UNIVERSITY

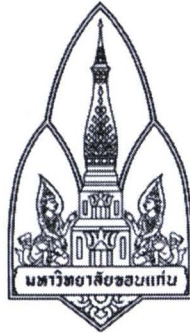
2010

60025 5 532

ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ



E41066



**ROLE OF COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION UPON THERMALLY
INDUCED RESIDUAL STRESSES AND BOND STRENGTH OF CERAMIC
VENEERED TO YTTRIUM PARTIALLY STABILIZED TETRAGONAL
ZIRCONIA POLYCRYSTAL (Y-TZP) CERAMIC RESTORATIONS**



MRS. CHOLLADA DANGSUWAN

**A THESIS FOR THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
KHON KAEN UNIVERSITY**

2010

**ROLE OF COEFFICIENT OF THERMAL EXPANSION UPON THERMALLY
INDUCED RESIDUAL STRESSES AND BOND STRENGTH OF CERAMIC
VENEERED TO YTTRIUM PARTIALLY STABILIZED TETRAGONAL
ZIRCONIA POLYCRYSTAL (Y-TZP) CERAMIC RESTORATIONS**

MRS. CHOLLADA DANGSUWAN

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENTS
FOR THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE
IN PROSTHODONTICS
GRADUATE SCHOOL KHON KAEN UNIVERSITY**

2010



THESIS APPROVAL
KHON KAEN UNIVERSITY
FOR
MASTER OF SCIENCE
IN PROSTHODONTICS


Thesis Title: Role of coefficient of thermal expansion upon thermally induced residual stresses and bond strength of ceramic veneered to yttrium partially stabilized tetragonal zirconia polycrystal (Y-TZP) ceramic restorations


Author: Mrs. Chollada Dangsuwan


Thesis Examination Committee:

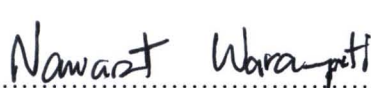
Dr. Chaivut Prunkngarmpun	Chairperson
Assoc. Prof. Dr. Niwut Juntavee	Member
Assoc. Prof. Dr. Supaporn Chatrchaiwiwatana	Member
Dr. Pattapon Asvanund	Member

Thesis Advisors:


.....
Advisor
(Assoc. Prof. Dr. Niwut Juntavee)


.....
Co-Advisor
(Assoc. Prof. Dr. Supaporn Chatrchaiwiwatana)


.....
(Assoc. Prof. Dr. Lampang Manmart) Dean, Graduate School


.....
(Assoc. Prof. Dr. Nawarat Wara-Aswapati Charoen) Dean, Faculty of Dentistry

ชลลดา แดงสุวรรณ. 2553. บทบาทของค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเหตุความร้อนต่อแรงเค้น
ตกค้างและความแข็งแรงของการยึดอยู่ของเซรามิกที่ใช้เคลือบบนแกนแยกเตรียมค
งสภาพเฟสเทอร์โกนอลของเซอร์โคเนียในการบูรณะแบบเซรามิกล้วน. วิทยานิพนธ์
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาทันตกรรมประดิษฐ์ บัณฑิตวิทยาลัย
มหาวิทยาลัยขอนแก่น.

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์: รศ. ดร. นิวัตร จันทร์เทวี, รศ. ดร. สุภาภรณ์ ฉัตรชัยวัฒนา

บทคัดย่อ

E 41066

การศึกษานี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาบทบาทของค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเหตุความร้อนต่อแรงเค้นตกค้างและความแข็งแรงของการยึดอยู่ของเซรามิกที่ใช้เคลือบบนแกนแยกเตรียมค
งสภาพเฟสเทอร์โกนอลของเซอร์โคเนียในการบูรณะแบบเซรามิกล้วน ทำการหาค่า
สัมประสิทธิ์การขยายตัวจากความร้อนของวัสดุเซรามิกที่ใช้ในการทดลองโดยทำการเตรียม
ชิ้นงานเป็นแท่งทรงกระบอกจากการตัดแท่งเซรามิกเซอร์โคเนียจากรายชื่อเซอร่าคอน (Degudent
GmbH, Hanau-Wolfgang, Germany) ขนาดประมาณเส้นผ่าศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร ยาว 33
มิลลิเมตร แล้วทำการเผาสุกตามคำแนะนำของผู้ผลิตและขัดแต่งจนได้ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4
มิลลิเมตร ยาว 30 มิลลิเมตร และทำการขึ้นรูปแท่งพอร์ซเลนด้วยการขึ้นรูปจากผงพอร์ซเลนทั้ง 6
ชนิด คือ วิต้าควอลฟา วิต้าวีเอ็ม7 วิต้าวีเอ็ม9 เซอร่าคอนซีเรมทีส ไอพีเอสอีแมคซีเรม และ ไอพีเอ
สดีไซน์ ในเบ้าซิลิโคนขนาดประมาณเส้นผ่าศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร ยาว 33 มิลลิเมตร แล้วนำ
ชิ้นงานไปเผาตามที่ทางบริษัทกำหนด และขัดแต่งจนได้ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4 มิลลิเมตร ยาว
30 มิลลิเมตร นำแท่งเซรามิกทรงกระบอกทั้ง 7 ชนิด มาวัดค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจาก
ความร้อน (CTE) ด้วยเครื่องไดลาโตมิเตอร์ (NETZSCH-Gerätebau GmbH, Germany) ที่ 25
ถึง 600 องศาเซลเซียส แล้วคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน (ไมครอน/เมตร
-เคลวิน) ค่าอุณหภูมิการเปลี่ยนจากสถานะคล้ายแก้ว (T_g) (องศาเซลเซียส) ดังนี้ คือ 1) Dur: 7.83,
603 2) VM7: 7.87, 615 3) VM9: 9.73, 600 4) CK: 10.03, 570 5) emax: 9.86, 500 6) dSIGN:
12.95, 510 และ 7) Cercon[®] : 10.8.

เตรียมชิ้นงานเซอร่าคอนเป็นแท่ง จำนวน 90 ชิ้น แล้วเผาสุกจนได้ขนาดกว้าง 7 มิลลิเมตร
ยาว 12 มิลลิเมตร หนา 1.5 มิลลิเมตร แล้วเผาเคลือบผงพอร์ซเลน ให้มีความหนา 1.5 มิลลิเมตร

E41066

ลงบนชิ้นเซอร่าคอนทางด้านผิวเคลือบตามวิธีการที่ทางบริษัทกำหนด จะได้ขนาดชิ้นงานเซอร่าคอนเซรามิกที่เคลือบผิวด้วยพอร์ซเลน มีความกว้าง 7 มิลลิเมตร ยาว 12 มิลลิเมตร หนา 3 มิลลิเมตร เท่ากันทุกชิ้น กลุ่มละ 15 ชิ้น ทดสอบหาค่าแรงเค้นตกค้างเฉพาะที่ด้วยวิธีการกดชิ้นงานแต่ละชิ้นที่ชิ้นเซอร่าคอนและพอร์ซเลนใน 3 แนว แต่ละแนวจะอยู่ห่างจากแนวรอยต่อ (interface) 300 600 และ 900 ไมครอน ตามลำดับ โดยกดชิ้นละ 15 ตำแหน่ง รวมชิ้นละ 30 ตำแหน่ง ด้วยหัวกดวิกเกอร์ขนาดแรง 2 กิโลกรัมสำหรับชิ้นเซอร่าโคเนียร์ และ 1 กิโลกรัม สำหรับชิ้นพอร์ซเลน โดยรอยกดแต่ละรอยจะกดนานเป็นเวลา 30 วินาที ทำการหาค่าแรงเค้นตกค้างโดยรวมจากการนำค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนของแต่ละกลุ่มที่วัดได้มาคำนวณในสูตรหาค่าแรงเค้นตกค้างโดยรวมตามทฤษฎีของ Lawn BR (1993) ค่าเฉลี่ยและค่าความแปรปรวนของค่าแรงเค้นตกค้างเฉพาะตำแหน่ง ค่าเฉลี่ยและค่าความแปรปรวนของค่าแรงเค้นตกค้างเฉพาะตำแหน่งของชิ้นงาน และค่าแรงเค้นตกค้างโดยรวม (เมกะพาสกาล) ของแต่ละกลุ่มเป็นดังนี้

Group	Localized residual stress (MPa)						Global residual stress (MPa)
	Cercon [®] core			Veneering ceramic			
S							
D	300 μ m	600 μ m	900 μ m	300 μ m	600 μ m	900 μ m	
C-Dur	28.347 \pm 2.812	26.132 \pm 2.991	25.450 \pm 2.189	3.351 \pm 1.490	2.604 \pm 1.303	2.228 \pm 0.784	-56.44
C-VM7	27.495 \pm 1.980	25.942 \pm 2.546	26.379 \pm 1.955	2.260 \pm 0.333	1.640 \pm 0.425	1.524 \pm 0.380	-50.64
C-VM9	26.109 \pm 1.971	25.344 \pm 2.075	24.518 \pm 1.884	2.049 \pm 0.201	1.576 \pm 0.211	1.632 \pm 0.321	-20.19
C-CK	27.396 \pm 1.358	26.206 \pm 1.564	26.410 \pm 2.379	1.790 \pm 0.310	1.457 \pm 0.275	1.446 \pm 0.165	-19.28
C-emax	27.214 \pm 1.621	26.587 \pm 1.440	26.056 \pm 1.724	2.212 \pm 0.255	1.758 \pm 0.144	1.740 \pm 0.523	-12.47

NB : C = Cercon[®] core, C-Dur = VITADur[®] alpha, C-VM7 = VITAVM[®]7, C-VM9 = VITAVM[®]9, C-CK = Cercon[®] ceramkiss, C-emax = IPSe.max[®] ceram. S = Side determination, D = Distance from interface

กลุ่ม C-dSIGN ไม่สามารถนำมาทดสอบได้ เนื่องจากไม่มีการยึดติดของชั้นพอร์ซเลนกับแกนเซอร่าคอน จึงคัดกลุ่มนี้ออกจากการทดลอง

เตรียมชิ้นงานเซอร่าโคเนียร์ให้เป็นแผ่นทรงกระบอกกลมตัดแต่งแล้วเผาสุกจนมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร หนา 1 มิลลิเมตร และเผาเคลือบด้วยพอร์ซเลนบนแผ่นแกนเซอร่าคอนกลม ให้ได้ขนาดของพอร์ซเลนขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 7 มิลลิเมตร หนา 1.5 มิลลิเมตร จำนวน 15 ชิ้นต่อกลุ่ม ทำการทดสอบความแข็งแรงของการยึดอยู่แบบเนียนด้วยเครื่องทดสอบแรงแบบสากล (Llyod, LR30 k, Leicester, England) ด้วยความเร็วในการเคลื่อนที่ของหัวกด

E41066

คือ 0.5 มิลลิเมตร/นาทีก นำค่าแรงการยึดอยู่แบบเนียนสูงสุดมาคำนวณหาค่ากำลังความแข็งแรงการยึดอยู่แบบเนียน แต่ละกลุ่มจะมีค่าเฉลี่ย \pm ค่าความแปรปรวนและค่าไวบูลโมดูลัสของกำลังความแข็งแรงในการยึดอยู่แบบเนียน (เมกะพาสคาล) ดังนี้ คือ กลุ่ม 1) C-Dur $22.55 \pm 5.14, 4.49$ กลุ่ม 2) C-VM7 $19.74 \pm 7.17, 2.93$ กลุ่ม 3) C-VM9 $25.85 \pm 2.74, 8.86$ กลุ่ม 4) C-CK $25.41 \pm 4.9, 5.53$ กลุ่ม 5) C-emax $19.94 \pm 5.28, 3.94$. นำข้อมูลของกำลังความแข็งแรงการยึดอยู่แบบเนียนที่ได้มาวิเคราะห์ความแปรปรวนแบบทางเดียวและการเปรียบเทียบเชิงซ้อนพบว่ากลุ่ม C-VM9 กับ C-emax มีความแตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ($P < 0.05$) และทำการศึกษาเพิ่มเติมด้วยการวิเคราะห์ความถดถอยของกำลังความแข็งแรงการยึดอยู่แบบเนียนกับค่าแรงเค้นตกค้างเฉพาะตำแหน่งและความแตกต่างของสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อน

ทำการตรวจสอบผิวที่แตกของชิ้นงานและพื้นผิวบริเวณรอยต่อของชั้นแกนเซอรโคเนียร์และชั้นพอร์ซเลนที่เคลือบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Hitachi S-3000N, Osaka, Japan) พบว่าพื้นผิวของชิ้นเซอรคอนมีลักษณะเป็นผลึกเล็กๆ ของเตตระโกนอลซึ่งเป็นส่วนหลักของเซอรโคเนียร์และมีการแตกหักออกอย่างสมบูรณ์ของพอร์ซเลนที่ใช้เคลือบเช่นเดียวกันกับที่เห็นบนพื้นผิวของชิ้นพอร์ซเลน ส่วนพื้นผิวยุติของชิ้นงานมีการเชื่อมต่อระหว่างเซอรคอนและพอร์ซเลน ยกเว้นกลุ่ม C-dSIGN ซึ่งพบว่าไม่มีช่องเล็กระหว่างรอยต่อ แสดงให้เห็นว่าไม่มีการยึดติดของพอร์ซเลนที่หือไอพีเอสดีไซน์ ที่ใช้เคลือบบนแกนเซอรคอน ทำการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่องดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (Philips Analytical X-Ray PW 1830, The Netherlands) โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction) พบว่าทุกกลุ่มมีการเกิดโมโนคลินิกเป็นสัดส่วนกับเตตระโกนอลเฟส ดังนี้ คือ กลุ่ม 1) C-Dur 0.189 และ 0.811 กลุ่ม 2) C-VM7 0.834 และ 0.166 กลุ่ม 3) C-VM9 0.216 และ 0.784 กลุ่ม 4) C-CK 0.170 และ 0.830 กลุ่ม 5) C-emax 0.163 และ 0.837 ตามลำดับ เมื่อเทียบกับชิ้นงานเซอรคอน 0.009 และ 0.991

การศึกษานี้แสดงให้เห็นว่าความแตกต่างของสัมประสิทธิ์การขยายตัวเนื่องจากความร้อนที่มีค่า 0.77-2.97 ไมครอน/เมตร-เคลวิน สามารถทำให้มีการยึดติดของเซอรโคเนียร์และพอร์ซเลนที่ใช้เคลือบซึ่งค่าความแตกต่างนี้ส่งผลน้อยมากต่อกำลังความแข็งแรงการยึดอยู่แบบเนียนกับค่าแรงเค้นตกค้างเฉพาะตำแหน่ง

Chollada Dangsuan. 2010. **Role of Coefficient of Thermal Expansion upon Thermally Induced Residual Stresses and Bond Strength of Ceramic Veneered to Yttrium Partially Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal (Y-TZP) Ceramic Restorations.** Master of Science Thesis in Prosthodontics, Graduate School, Khon Kaen University.

Thesis Advisors: Assoc. Prof. Dr. Niwut Juntavee,
Assoc. Prof. Dr. Supaporn Chatrchaiwiwatana

ABSTRACT

E41066

The purpose of this study was to evaluate the role of coefficient of thermal expansion upon residual stresses and bond strength of ceramic veneered to yttrium partially stabilized tetragonal zirconia polycrystal (Y-TZP) ceramic. Determination of CTE of the Y-TZP core (Cercon[®]) and six veneering porcelains that were VITADur[®] alpha, VITAVM[®]7, VITAVM[®]9, Cercon[®]ceramkiss, IPSe.max[®] ceram and IPS dSIGN[®] were performed. Cylindrical specimens in rod shape (diameter of 4 mm., length 30 mm.) were prepared from the Cercon[®] block and sintered at 1350°C for 6 hours. The rods shape (diameter of 4 mm., length 30 mm.) of each veneering porcelains were prepared from mixture of porcelain powder and liquid in a creamy consistency and forming a rod shape in the silicon mould, then fired and glazed in accordance the manufacturer's recommendation. Rod specimens were determined for CTE and Tg (°C) using dilatometer (NETZSCH-Gerätebau GmbH, Germany). The linear CTE (µm/m·K) between 25 °C and 600 °C and glass transition temperature (Tg ,°C) for each group were Gr. Dur) 7.83 and 603, Gr. VM7) 7.87 and 615, Gr. VM9) 9.73 and 600, Gr. CK) 10.03 and 570, Gr. emax) 9.86 and 500, Gr. dSIGN) 12.95 and 510. The CTE of Cercon[®] was 10.80.

Determination of distribution of localized residual stress were performed from a Cercon[®] core and each veneering porcelain. Ninety rectangular shape (width 7× length 12× thickness 3 mm³.) were prepared from Cercon[®] block and sintered at 1350°C for 6 hours. Then they were veneered on one side with each veneering

E41066

porcelain for the thickness at 1.5 mm. and fired according to the manufacturer recommendation. Localized residual stress was determined with indentation technique. Vickers' indentations were made at 300, 600 and 900 μm from the interface both on the veneering ceramic layers at load of 9.8 N for 30 seconds and on the Cercon[®] core layer side with 20 N for 30 seconds. Global residual stress (MPa) were determined from the difference in CTE of core-veneer ceramic using equation described by Lawn BR (1993). The mean and standard deviation ($\bar{x} \pm \text{SD}$) of localized residual stress (MPa) for each group at 300, 600 and 900 μm from the interface and the global residual stress were shown in table:

Group	Localized residual stress (MPa)						Global residual stress (MPa)
	Cercon [®] core			Veneering ceramic			
S							
D	300 μm	600 μm	900 μm	300 μm	600 μm	900 μm	
C-Dur	28.347 ± 2.812	26.132 ± 2.991	25.450 ± 2.189	3.351 ± 1.490	2.604 ± 1.303	2.228 ± 0.784	-56.44
C-VM7	27.495 ± 1.980	25.942 ± 2.546	26.379 ± 1.955	2.260 ± 0.333	1.640 ± 0.425	1.524 ± 0.380	-50.64
C-VM9	26.109 ± 1.971	25.344 ± 2.075	24.518 ± 1.884	2.049 ± 0.201	1.576 ± 0.211	1.632 ± 0.321	-20.19
C-CK	27.396 ± 1.358	26.206 ± 1.564	26.410 ± 2.379	1.790 ± 0.310	1.457 ± 0.275	1.446 ± 0.165	-19.28
C-emax	27.214 ± 1.621	26.587 ± 1.440	26.056 ± 1.724	2.212 ± 0.255	1.758 ± 0.144	1.740 ± 0.523	-12.47

NB : C = Cercon[®] core, C-Dur = VITADur[®] alpha, C-VM7 = VITAVM[®]7, C-VM9 = VITAVM[®]9, C-CK = Cercon[®] ceramkiss, C-emax = IPSe.max[®] ceram. S = Side determination, D = Distance from interface

The group C-dSIGN were not detectable because the inability to bond between the core and veneering ceramic.

Shear bond strength were determined using tension-shear bond test method. The specimens were prepared in a disks shape of Cercon[®] (10 mm. in diameter and 1 mm. thickness) and fired at 1350°C for 6 hours. Then porcelain veneering ceramic were fired to the Cercon[®] disks into a cylindrical specimens of diameter 7 mm. and 1.5 mm. thickness. The shear bond test were tested by Universal testing machine (Llyod, LR30 k, Leicester, England) with a speed of 0.50 mm./ min. Load at the failure were recorded and then calculated for shear bond strength along with Weibull modular. The mean (\bar{x}) \pm standard deviation (SD) and Weibull modular (m)

E11066

of shear bond strength (MPa) for each group were: Gr. C-Dur) 22.55 ± 5.14 , 4.49 Gr.C-VM7) 19.74 ± 7.17 , 2.93 Gr.C-VM9) 25.85 ± 2.74 , 8.86 Gr.C-CK) 25.41 ± 4.9 , 5.53 Gr.C-emax) 19.94 ± 5.28 , 3.94. However the bond strength for group C-dSIGN was unable to detect due to inability to bond. Shear bond strength were analyzed using ANOVA and multiple comparison test that showed a significant different of Gr.C-VM9 and Gr.C-emax ($p < 0.05$). Regression analysis was performed to further determine the relation between shear bond strength, localized residual stress and difference CTE.

Fracture ceramics disk and fresh core-veneered ceramic specimens were microscopic examined under SEM (Hitachi S-3000N, Osaka, Japan). One core-veneered specimen was prepared to determine the phase transformation by X-ray diffractometer (Philips Analytical X-Ray PW 1830, The Netherland). The SEM micrographs of Cercon[®] disk showed the completed fracture of veneering layer from core surface in all groups except group C-dSIGN revealed un-bonded of core and veneering ceramic. The etched Cercon[®] core disk, using 4 % hydrofluoric acid showed the composition of small particles in tetragonal crystalline that was the main composition of zirconia. X-ray diffractometry revealed monoclinic and tetragonal phases concentration (in wt.%) for each group were: Gr. C-Dur) 0.189 and 0.811, Gr.C-VM7) 0.166 and 0.834, Gr.C-VM9) 0.216 and 0.784, Gr.C-CK) 0.170 and 0.830, Gr.C-emax) 0.163 and 0.837 while Cercon[®] (monolithic specimen) was 0.009 and 0.991.

This study revealed that the difference of CTE of Cercon[®] core and veneering ceramics were not affect to the shear bond strength and localized residual stress. The result showed that the range of CTE different was 0.77-2.97 $\mu\text{m}/\text{m}\cdot\text{K}$ can provide the core-veneer bonding of Cercon[®] core and veneering ceramic.

**Goodness Portion to the Present Thesis is Dedicated
for my Parents and Entire Teaching Staff**

ACKNOWLEDGEMENTS

There have been many persons whose empowerment gave me the strength, confidence and motivation while working on this project. Without their presence and support such a challenging process would not have been such a rewarding experience. Firstly, I would like to express my most sincere gratitude to my research advisor Assoc. Prof. Dr. Niwut Juntavee and co-advisor Assoc. Prof. Dr. Supaporn Chatrchaiwiwatana to their kindness in opportunity to be their advice, whose work ethic , compassion, support, understanding, and guidance inspired me through this project.

I would like to thank Cercon[®]Centre Thailand for generously supplying the Cercon[®] core materials of this research and the faculty of engineer and faculty of science for supporting the testing machines

This research was partially supported by grants from the Graduate school and the faculty of dentistry, KKU; Grant No 50111105, 2007

Finally, I would like to express my sincere gratitude and appreciation to my family who gave me a chance to study and I also thank my husband, Mr. Wirasak who worked hard during my absence from home and have strongly supported me. The special thanks to my lovely friends for their endless supports and their cheerfulness of the study.

Chollada Dangsuan

TABLE OF CONTENTS

	Page
ABSTRACT (IN THAI)	i
ABSTRACT (IN ENGLISH)	iv
DEDICATION	vii
ACKNOWLEDGEMENTS	viii
LIST OF TABLES	xi
LIST OF FIGURES	xvi
LIST OF ABBREVIATIONS	xxiii
CHAPTER I INTRODUCTION	1
1.1 Background and rationale	1
1.2 Objective of the research	3
1.3 Statistic hypothesis	4
1.4 Limitation of the study	4
1.5 Anticipated outcomes	5
CHAPTER II LITERATURE REVIEW	7
2.1 Historical of all ceramic restoration	7
2.2 Strengthening of dental ceramic	8
2.3 Zirconia ceramic	11
2.4 Bonding of veneer ceramic to zirconia ceramic core	15
CHAPTER III MATERIALS AND METHODS	17
3.1 The sample for determination of coefficient of thermal expansion (CTE)	20
3.2 The sample for determination of the distribution of residual stresses	24
3.3 The sample for determination of shear bond strength	26
3.4 Amount of specimens preparation	29
3.5 Testing procedures	31
3.6 Statistic analysis	43

TABLE OF CONTENTS (Cont.)

	Page
CHAPTER IV RESULTS	45
4.1 Dilatometry	45
4.2 Residual stresses	47
4.3 Shear bond strength	57
4.4 Regression analysis	62
4.5 Scanning electron micrographs	66
4.6 The X-ray diffraction	85
CHAPTER V DISCUSSION AND CONCLUSION	91
5.1 Discussion	91
5.2 Conclusion	95
5.3 Suggestion	95
REFERENCES	97
APPENDICES	101
APPENDIX A Statistical Analysis	103
APPENDIX B Weibull analysis	127
APPENDIX B X-ray Diffraction	149
APPENDIX B Crack length values of Vickers indentation	173
RESEARCH PUBLICATIONS	181
VITAE	183

LIST OF TABLES

		Page
Table 1	The commercial ceramic core and their coefficient of thermal expansion (CTE) according to manufacturer	17
Table 2	Six commercial veneering ceramics and their coefficient of thermal expansion (CTE) according to manufacturer	18
Table 3	Chemical composition of Cercon® core and veneering ceramics used in this study	19
Table 4	Firing table / Program table in °C	22
Table 5	ANOVA of Residual stresses	30
Table 6	ANOVA of SBS	30
Table 7	The CTE value and Tg from dilatometry	45
Table 8	The theoretical residual stresses	47
Table 9	Mean and standard deviation of localized residual stresses of core-veneered ceramic bilayer in each group and in monolithic ceramics	49
Table 10	ANOVA of localized residual stresses for each group in each layer Compare to residual stress in each monolithic core and monolithic veneering porcelain	50
Table 11	Multiple comparisons of localized residual stress in each layer of veneer and core for each group of core-veneered compare to monolithic core and each monolithic veneering porcelain	51
Table 12	ANOVA of localized residual stresses of the 1 st layer (300µm from interface) both in the core and veneering porcelain part among each group	52
Table 13	Multiple comparisons of localized residual stress of the 1 st layer (300µm from interface) both in the core and veneering porcelain part among each group	52
Table 14	The Mean and standard deviation of difference between residual stress in 1 st layer and in monolithic of both veneer and core	53

LIST OF TABLES (Cont.)

		Page
Table 15	ANOVA of difference between residual stress in 1 st layer and in Monolithic both in the core and veneering porcelain part among each group	53
Table 16	Multiple comparisons of difference between residual stress in 1 st layer and in monolithic both in the core and veneering porcelain part among each group	54
Table 17	Mean shear bond strength (SBS) and standard deviation of each group	58
Table 18	ANOVA of shear bond strength (SBS)	58
Table 19	Tamhane's pairwise comparisons of shear bond strength	58
Table 20	Weibull analysis and probabilities of survival of shear bond strength	61
Table 21	Model Summary(b)	62
Table 22	Coefficients(a)	62
Table 23	Model Summary(b)	63
Table 24	Coefficients(a)	63
Table 25	Model Summary(b)	65
Table 26	Coefficients(a)	65
Table 27	The relative concentration (wt.%) of tetragonal and monoclinic phase of all groups resulting of XRD study	90
Table 28	The relative concentration (wt.%) of t→m phase transformation in each group compared to Cercon [®] core	90
Table 29	Descriptive statistic of core side of group C-Dur	105
Table 30	Descriptive statistic of core side of group C-VM7	105
Table 31	Descriptive statistic of core side of group C-VM9	106
Table 32	Descriptive statistic of core side of group C-CK	106
Table 33	Descriptive statistic of core side of group C-emax	107
Table 34	Test of normality by Kolmogorov-Smirnov and Shapiro-Wilk	107
Table 35	Test of Homogeneity of Variances	107
Table 36	Robust Tests of Equality of Means	107
Table 37	Descriptive statistic of veneering side of group C-Dur	108

LIST OF TABLES (Cont.)

		Page
Table 38	Descriptive statistic of veneering side of group C-VM7	109
Table 39	Descriptive statistic of veneering side of group C-VM9	109
Table 40	Descriptive statistic of veneering side of group C-CK	110
Table 41	Descriptive statistic of veneering side of group C-emax	110
Table 42	Test of normality by Kolmogorov-Smirnov and Shapiro-Wilk	111
Table 43	Multiple comparisons of localized residual stresses at 300 μ m from interface of veneering side among 5 groups; result of Tamhane	111
Table 44	Test of Homogeneity of Variances	112
Table 45	Robust Tests of Equality of Means	112
Table 46	Descriptive statistic of Cercon [®] ceramics core of monolithic specimens	113
Table 47	Descriptive statistic of group Dur of monolithic specimens	114
Table 48	Descriptive statistic of group VM7 of monolithic specimens	114
Table 49	Descriptive statistic of group VM9 of monolithic specimens	115
Table 50	Descriptive statistic of group CK of monolithic specimens	115
Table 51	Descriptive statistic of group emax of monolithic specimens	116
Table 52	Test of normality by Kolmogorov-Smirnov and Shapiro-Wilk	116
Table 53	Multiple comparisons of localized residual stresses of monolithic specimens of veneering side among 5 groups; result of Tamhane	117
Table 54	Test of Homogeneity of Variances	117
Table 55	Robust Tests of Equality of Means	117
Table 56	Descriptive statistic of group C-Dur	118
Table 57	Descriptive statistic of group C-VM7	119
Table 58	Descriptive statistic of group C-VM9	119
Table 59	Descriptive statistic of group C-CK	120
Table 60	Descriptive statistic of group C-emax	120
Table 61	Test of normality by Kolmogorov-Smirnov and Shapiro-Wilk	120
Table 62	Multiple comparisons of shear bond strength among 5 groups; result of Tamhane	121
Table 63	Test of homogeneity of variance	121
Table 64	Robust Tests of Equality of Means	121

LIST OF TABLES (Cont.)

		Page
Table 65	Model Summary(b)	122
Table 66	Coefficients(a)	122
Table 67	Model Summary(b)	123
Table 68	Coefficients(a)	123
Table 69	Model Summary(b)	124
Table 70	Coefficients(a)	124
Table 71	Weibull analysis of shear bond strength for group C-Dur	129
Table 72	Results of linear regression for shear bond strength for group C-Dur	130
Table 73	Residual output of shear bond strength for group C-Dur	131
Table 74	Weibull reliability calculation of shear bond strength for group C-Dur	132
Table 75	Weibull analysis of shear bond strength for group C-VM7	133
Table 76	Results of linear regression for shear bond strength for group C-VM7	134
Table 77	Residual output of shear bond strength for group C-VM7	135
Table 78	Weibull reliability calculation of shear bond strength for group C-VM7	136
Table 79	Weibull analysis of shear bond strength for group C-VM9	137
Table 80	Results of linear regression for shear bond strength for group C-VM9	138
Table 81	Residual output of shear bond strength for group C-VM9	139
Table 82	Weibull reliability calculation of shear bond strength for group C-VM9	140
Table 83	Weibull analysis of shear bond strength for group C-CK	141
Table 84	Results of linear regression for shear bond strength for group C-CK	142
Table 85	Residual output of shear bond strength for group C-CK	143
Table 86	Weibull reliability calculation of shear bond strength for group C-CK	144
Table 87	Weibull analysis of shear bond strength for group C-emax	145
Table 88	Results of linear regression for shear bond strength for group C-emax	146
Table 89	Residual output of shear bond strength for group C-emax	147

LIST OF TABLES (Cont.)

		Page
Table 90	Weibull reliability calculation of shear bond strength for group C-emax	148
Table 91	The intensity of Y-TZP in each group and Cercon [®] core	151
Table 92	Crack length values (c) of core-veneered specimens from residual stress test using Vickers indentation test of all groups	173
Table 93	Crack length values (c) of stress-free (monolithic) specimens from residual stress test using Vickers indentation test of all materials	180

LIST OF FIGURES

		Page
Figure 1	Microstructural feature of Yttrium Tetragonal Zirconia Polycrystals	13
Figure 2	(a, b) Cercon [®] block	17
Figure 3	Six commercial veneering ceramics	20
Figure 4	Schematic dimension of specimens for thermal expansion measurement	21
Figure 5	Ultrasonic porcelain condenser	21
Figure 6	The Programmat P100 furnace	23
Figure 7	Cercon [®] heat furnace	23
Figure 8	(a) The porcelain rods in green body was fired in furnace according to the manufacturer's instruction (b) The final dimension of ceramic rod specimen	23
Figure 9	Cercon [®] bar specimen before sintering for residual stresses determination	24
Figure 10	Schematic drawing of sample preparation for residual stresses determination	25
Figure 11	Samples were firing in furnace	25
Figure 12	Ecomet [®] 3	25
Figure 13	Final dimension of the sample for determination of the distribution of residual stresses	26
Figure 14	Cercon [®] disks were prepared for final dimension of 10 mm. In diameter and 1 mm. high	27
Figure 15	The Cercon [®] disks was veneered with veneering ceramic using silicone mould	27
Figure 16	The veneered ceramic was condensed and vibrated on to the Cercon [®] disks, with ultrasonic porcelain condenser	27
Figure 17	Specimen disks after firing	28
Figure 18	The core-veneer specimen was ground using a green stone bur	28
Figure 19	The core-veneered disk was standardized the dimension in metal split mould	28
Figure 20	Schematic drawing of sample preparation for shear bond test	29
Figure 21	The core-veneered disk in final dimension	29
Figure 22	Software solution	29
Figure 23	The dilatometer model DIL 402 PC	31

LIST OF FIGURES (Cont.)

		Page
Figure 24	The rod specimen was placed on the sample holder of dilatometer	32
Figure 25	Vickers microhardness tester	33
Figure 26	Schematic drawing shows indentation sites (representative dots in figure), X (300 μ m) designates distance between lead crack center and interface	34
Figure 27	(a) Vickers indentation were place in the ceramic specimens sections to make the indentation (b) Schematic illustration of indentation crack	34
Figure 28	Universal testing machine	36
Figure 29	(a) Shear bond strength testing apparatus (courtesy of Dr.Niwut Juntavee; fac. of dentistry KKU), (b) schematic illustration of a shear bond strength testing apparatus	37
Figure 30	(a, b) The core-veneered specimen place in the Shear bond strength testing jig	37
Figure 31	Isomet [®] 4000	39
Figure 32	Scanning electron microscope	39
Figure 33	Sputter coater	40
Figure 34	Desiccator cabinet	40
Figure 35	Schematic illustration of X-ray diffraction	41
Figure 36	(a, b) X-ray diffractometer	41
Figure 37	Linear expansion of Cercon [®] core and six veneering ceramics	46
Figure 38	Tg of six veneering ceramics	46
Figure 39	Un-bonded core-veneer bar specimen of group IPS dSIGN [®] were excluded from the part of residual stress determination	48
Figure 40	Show indentation crack on veneering ceramic surface	48
Figure 41	Bar graph of the mean localized residual stresses and standard deviation at 300 μ m from interface in veneer side of core-veneer specimens	54
Figure 42	Bar graph of the mean localized residual stresses and standard deviation at 300 μ m from interface in core side of core-veneer specimens	55
Figure 43	Distribution of localized residual stress in each group both on the veneer and core side	56

LIST OF FIGURES (Cont.)

		Page
Figure 44	Bar graph of the thermally induced global residual stresses and localized residual stress at near interface (300 μm from interface)	57
Figure 45	Bar graph of the mean shear bond strength and standard deviation	59
Figure 46	Relative Weibull analysis curves among Cercon [®] core for each group	60
Figure 47	Line fit plot among Cercon [®] for each group	60
Figure 48	The linear regression of the scatter plot of bond strength and localized residual stresses near the interface of core, depicted linear profile with low R^2 .	63
Figure 49	The linear regression of the scatter plot of bond strength and localized residual stresses near the interface of veneering ceramic, depicted linear profile with $R^2 = 0$.	64
Figure 50	The comparing linear regression of the scatter plot of bond strength and localized residual stresses near the interface of core and veneering ceramic	64
Figure 51	The linear regression of the scatter plot of ΔCTE and bond strength, depicted linear profile with low R^2	56
Figure 52	SEM photomicrographs of group Dur (Cercon [®] core ceramic veneering with VITA DurAlpha) that reveals fracture core-veneering at the fracture surface of core structure upon (a)X500, (b)X1000, (c)X2000, (d)X4000 magnification and reveals the etched fracture surface of ceramic core at (e)X4000 and (f)X10000 magnification	61
Figure 53	SEM photomicrographs of group Dur (Cercon [®] core ceramic veneering with VITA DurAlpha) that reveals fracture core-veneering at the fracture surface of Dur veneering ceramic upon (a)X500, (b)X1000, (c)X2000, (d)X4000 magnification	68
Figure 54	SEM photomicrographs of group Dur (Cercon [®] core ceramic veneering with VITA DurAlpha) that reveals the core-veneering interface at (a)X50, (b)X100, (c)X200, (d)X500, (e)X1000, (f)X2000 magnification.	69

LIST OF FIGURES (Cont.)

		Page
Figure 55	SEM photomicrographs of group VM7 (Cercon [®] core ceramic veneering with VITA VM7) that reveals fracture core-veneer at the fracture surface of core structure upon (a)X500, (b)X1000, (c)X2000, (d)X4000 magnification and reveals the etched fracture surface of ceramic core at (e)X4000 and (f)X10000 magnification	70
Figure 56	SEM photomicrographs of group VM7 (Cercon [®] core ceramic veneering with VITA VM7) that reveals fracture core-veneer at the fracture surface of VM7 veneering ceramic upon (a)X500, (b)X1000, (c)X2000, (d)X4000 magnification	71
Figure 57	SEM photomicrographs of group VM7 (Cercon [®] core ceramic veneering with VITA VM7) that reveals the core-veneer interface at (a)X50, (b)X100, (c)X200, (d)X500, (e)X1000, (f)X2000 magnification	72
Figure 58	SEM photomicrographs of group VM9 (Cercon [®] core ceramic veneering with VITA VM9) that reveals fracture core-veneer at the fracture surface of core structure upon (a)X500, (b)X1000, (c)X2000, (d)X4000 magnification and reveals the etched fracture surface of ceramic core at (e)X4000 and (f)X10000 magnification	73
Figure 59	SEM photomicrographs of group VM9 (Cercon [®] core ceramic veneering with VITA VM9) that reveals fracture core-veneer at the fracture surface of VM9 veneering ceramic upon (a)X500, (b)X1000, (c)X2000, (d)X4000 magnification	74
Figure 60	SEM photomicrographs of group VM9 (Cercon [®] core ceramic veneering with VITA VM9) that reveals the core-veneer interface at (a)X50, (b)X100, (c)X200, (d)X500, (e)X1000, (f)X2000 magnification	75

LIST OF FIGURES (Cont.)

		Page
Figure 61	SEM photomicrographs of group CK (Cercon [®] core ceramic veneering with Cercon ceram kiss) that reveals fracture core-veneer at the fracture surface of core structure upon (a)X500, (b)X1000, (c)X2000, (d)X4000 magnification and reveals the etched fracture surface of ceramic core at (e)X4000 and (f)X10000 magnification	76
Figure 62	SEM photomicrographs of group CK (Cercon [®] core ceramic veneering with Cercon ceram kiss) that reveals fracture core-veneer at the fracture surface of CK veneering ceramic upon (a)X500, (b)X1000, (c)X2000, (d)X4000 magnification	77
Figure 63	SEM photomicrographs of group CK (Cercon [®] core ceramic veneering with Cercon ceram kiss) that reveals the core-veneer interface at (a)X50, (b)X100, (c)X200, (d)X500, (e)X1000, (f)X2000 magnification	78
Figure 64	SEM photomicrographs of group emax (Cercon [®] core ceramic veneering with IPS emax ceram) that reveals fracture core-veneer at the fracture surface of core structure upon (a)X500, (b)X1000, (c)X2000, (d)X4000 magnification and reveals the etched fracture surface of ceramic core at (e)X4000 and (f)X10000 magnification	79
Figure 65	SEM photomicrographs of group emax (Cercon [®] core ceramic veneering with IPS emax ceram) that reveals fracture core-veneer at the fracture surface of veneering ceramic upon (a)X500, (b)X1000, (c)X2000, (d)X4000 magnification	8
Figure 66	SEM photomicrographs of group emax (Cercon [®] core ceramic veneering with IPS emax ceram) that reveals the core-veneer interface at (a)X50, (b)X100, (c)X200, (d)X500, (e)X1000, (f)X2000 magnification	81

LIST OF FIGURES (Cont.)

		Page
Figure 67	SEM photomicrographs of group dSIGN (Cercon [®] core ceramic veneering with IPS d Sign) that reveals fracture core-veneer at the fracture surface of core structure upon (a)X500, (b)X1000, (c)X2000, (d)X4000 magnification and reveals the etched fracture surface of ceramic core at (e)X4000 and (f)X10000 magnification	82
Figure 68	SEM photomicrographs of group dSIGN (Cercon [®] core ceramic veneering with IPS d Sign) that reveals fracture core-veneer at the fracture surface of veneering ceramic upon (a)X500, (b)X1000, (c)X2000, (d)X4000 magnification	83
Figure 69	SEM photomicrographs of group dSIGN (Cercon [®] core ceramic veneering with IPS d Sign) that reveals the core-veneer interface at (a)X50, (b)X100, (c)X200, (d)X500, (e)X1000, (f)X2000 magnification	84
Figure 70	X-ray diffraction (XRD) pattern of Cercon [®] core of group C-Dur	86
Figure 71	X-ray diffraction (XRD) pattern of Cercon [®] core of group C-VM7	86
Figure 72	X-ray diffraction (XRD) pattern of Cercon [®] core of group C-VM9	87
Figure 73	X-ray diffraction (XRD) pattern of Cercon [®] core of group C-CK	87
Figure 74	X-ray diffraction (XRD) pattern of Cercon [®] core of group C-emax	88
Figure 75	X-ray diffraction (XRD) pattern of Cercon [®] core ceramic	88
Figure 76	X-ray diffraction(XRD) of Cercon [®] ceramic of all groups	89
Figure 77	Normal Q-Q Plots of localized residual stress at 300 μ m from interface of core side	108
Figure 78	Normal Q-Q Plots of localized residual stress at 300 μ m from interface of veneering side	112

LIST OF FIGURES (Cont.)

		Page
Figure 79	Normal Q-Q Plots of localized residual stress of monolithic specimens of veneering side	118
Figure 80	Normal Q-Q Plots of shear bond strength	122
Figure 81	Scatter Plots of shear bond strength and localized residual stresses near the interface of core ceramic	123
Figure 82	Scatter Plots of shear bond strength and localized residual stresses near the interface of veneering ceramic	124
Figure 83	Scatter Plots of shear bond strength and CTE difference	125
Figure 84	Line fit plot of group Dur	131
Figure 85	Survival graph of group C-Dur	132
Figure 86	Line fit plot of group C-VM7	135
Figure 87	Survival graph of group C-VM7	136
Figure 88	Line fit plot of group C-VM9	139
Figure 89	Survival graph of group C-VM9	140
Figure 90	Line fit plot of group C-CK	143
Figure 91	Survival graph of group C-CK	144
Figure 92	Line fit plot of group C-emax	147
Figure 93	Survival graph of group C-emax	148

LIST OF ABBREVIATIONS

MPa	MegaPascals
μm	Microns
SEM	Scanning electron microscope
XRD	X-ray diffraction
CTE, α	Coefficient of thermal expansion
m	Weibull modulus
$^{\circ}C$	Degree Celsius
R	Rate of firing
T_f	Final temperature
S	Rate of climbing
H	Holding time
V_1	Vacuum starting temperature
V_2	Vacuum shut off temperature
L	Rate of cooling
T_g	Glass transition temperature
ZrO_2	Zirconium dioxide
Al_2O_3	Aluminum oxide
K_2O	Potassium oxide
PFM	Porcelain fuse to metal
FPDs	Fixed partial dentures
K_{IC}	Fracture toughness
σ_R	Residual stress
Std. Error	Standard Error
Sig.	Significance
df	degree of freedom
df1	degree of freedom between group
df2	degree of freedom within group
σ^0	Characteristic Strength

LIST OF ABBREVIATIONS (Cont.)

CAD/CAM	Computer Assisted Design/Computer Aided Manufacturing
Y-TZP	Yttrium partially stabilized tetragonal zirconia polycrystal
IPS	Ivoclar-vivadent porcelain system