
Medizinische Fakultät der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

**Verbundkraft zwischen Titanbasen und
Zirkonoxidhybridkronen**

Dissertation

zur Erlangung des Akademischen Grades
Doktor der Zahnmedizin (Dr. med. dent.)

vorgelegt
der Medizinischen Fakultät
der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

von Monika Tsvetanova Kasaliyska
geboren am 21.09.1989 in Knezha, Bulgarien

Gutachter:

1. PD Dr. med. dent. A. Boeckler
2. PD Dr. med. dent. O. Schierz (Leipzig)

16.06.2020

04.12.2020

Sava, Savina, meinen Eltern

Referat

Zweiteilige Zirkonoxidabutments werden in der Regel mittels Kompositen im Dentallabor verklebt. Ob diese zweiteiligen Abutments vor ihrem Einsatz in der Mundhöhle sterilisiert werden sollten, ist strittig. Unklar ist, ob und in welchem Ausmaß der Kompositverbund zwischen der Titanbasis und dem Zirkonoxidaufbau durch die Sterilisation beeinträchtigt wird. Eine alternative Methode zum Verbund von zweiteiligen Abutments ist das Verlöten mit Glas. Im Bezug auf die notwendige Hitzebeständigkeit bei der Autoklavsterilisation erscheint ein Glaslot vorteilhafter. In der vorliegenden Arbeit wurde der Verbund von mit Komposit verklebten und mit Glaslot gelöteten zweiteiligen Abutments unter dem Aspekt der Sterilisation und der künstlichen Alterung geprüft. Überdies wurde der Einfluss der Lotspaltbreite auf die Verbundfestigkeit untersucht. Als Proben dienten 90 Titanbasen, die mit CAD/CAM-Zirkonoxidaufbauten verbunden wurden. Es wurden Gruppen gebildet bestehend aus: jeweils 30 verklebten Proben mit einer Fuge von 30 µm, sowie 30 gelöteten Proben mit einem Spalt von 30 µm zuzüglich 30 Proben mit einem Spalt von 100 µm. Initial wurden aus jeder Gruppe 10 Proben autoklaviert. Anschließend wurden alle einer Wasserlagerung für 60 d und einer Thermozyklierung unterzogen. Die autoklavierten Proben sowie 10 weitere aus jeder Gruppe wurden mechanisch mittels Kausimulation belastet. Folgend wurde die Verbundfestigkeit im Zugtest evaluiert und eine fraktographische Analyse der Verbundflächen mittels REM und EDX vorgenommen. In den Gruppen, welche ausschließlich durch Wasserlagerung und Thermozyklierung gealtert wurden, erreichten die mittleren Retentionskräfte für die verklebten Proben Werte von 692,33 N. Während in der Gruppe der mit einem Spalt von 30 µm Gelöteten 719,70 N sowie der mit einem Spalt von 100 µm Gelöteten 746,70 N errechnet wurden. Die Kausimulation führte zu einer Steigerung der Kräfte in der Gruppe der verklebten Proben ($p = 0,410$), die mit einer erhöhten Standardabweichung einherging. Nach Sterilisation wurde ein leicht erhöhter Anstieg der Retentionskräfte bei den verklebten Proben beobachtet ($p = 0,189$). Bei den gelöteten Proben veränderten die Autoklavierung und die Kausimulation die Verbundkräfte unwesentlich unabhängig von den Spaltbreiten. Anhand der vorliegenden Untersuchung kann daher geschlussfolgert werden, dass sowohl verklebte, als auch gelötete zweiteilige Abutments über eine für den klinischen Einsatz ausreichende Verbundkraft gegenüber abziehenden Kräften verfügen. Des Weiteren kann ihre Autoklavsterilisation aus Sicht der Werkstoffeigenschaften empfohlen werden.

Kasaliyska, Monika: Verbundkraft zwischen Titanbasen und Zirkonoxidhybridkronen, Halle (Saale), Univ., Med. Fak.; Diss., 60 Seiten, 2020

Inhaltsverzeichnis

Referat	I
Inhaltsverzeichnis	I
Abkürzungsverzeichnis	III
Abbildungsverzeichnis	IV
Tabellenverzeichnis	V
1. Einleitung	1
1.1 Anforderungen an Implantatabutments.....	1
1.2 Abutmenteinteilung	1
1.3 CAD/CAM-Abutments.....	2
1.4 CAD/CAM-Abutments – Materialauswahl	2
1.5 Zirkonoxidabutments	4
1.6 Das adhäsive Verkleben.....	5
1.6.1 Verbund Komposit-Titan.....	5
1.6.2 Verbund Komposit-Zirkonoxid	7
1.7 Glaslot.....	7
1.7.1 Glaslotsystem DCMhotbond fusio 12.....	8
1.7.2 Verbund Glaslot zu Titan und Zirkonoxid.....	8
1.7.3 Verbund Glaskeramik zu Titan.....	9
1.7.4 Verbund Glaskeramik zu Zirkonoxid	10
1.8 Verbundkräfte bei Scherbelastung.....	11
1.9 Literaturübersicht Retentionskräfte bei Klebeabutments.....	11
1.10 Aufbereitung der Abutments vor der Anwendung im Mundbereich	14
1.11 Künstliche Alterung.....	15
Fragestellungen.....	16
2. Zielsetzung	17
3. Material und Methodik	18
3.1 Material.....	18
3.2 Methodik.....	19
3.2.1 Herstellung der Probekörper	19
3.2.2 Verklebung der Bauteile mit Komposit	21
3.2.3 Fügung der Bauteile mit Glaslot.....	22
3.2.4 Gruppeneinteilung	23
3.2.5 Vorbehandlung der Versuchsreihen.....	23
3.2.6 Ermittlung der Retentionskraft	26
3.2.7 Oberflächenanalyse.....	27
3.2.8 Statistik	28
	I

4. Ergebnisse	29
4.1 Abzugsverhalten	29
4.2 Retentionskräfte	29
4.3 Oberflächenanalyse mittels Rasterelektronenmikroskop und energiedispersiver Röntgenspektroskopie.....	31
5. Diskussion	35
5.1 Zusammenfassung der Hauptergebnisse.....	35
5.2 Diskussion der Ergebnisse.....	35
5.2.1 Retentionskräfte bei adhäsiv verklebten Proben.....	35
5.2.2 Retentionskräfte bei gelöteten Proben	36
5.2.3 Einfluss des Klebe- bzw. Lotspaltes	38
5.2.4 Oberflächenanalyse mittels Rasterelektronenmikroskop und energiedispersiver Spektroskopie	38
5.3 Diskussion der Methode	40
5.3.1 Besonderheiten der adhäsiven Befestigung	40
5.3.2 Besonderheiten der Fügung mit Glaslot	41
5.3.3 Künstliche Alterung	43
5.3.4 Kausimulation.....	42
5.3.5 Sterilisation von zweiteiligen Abutments	43
5.4 Fehlerquellenanalyse	444
5.5 Schlussfolgerung und klinische Bedeutung.....	46
6. Zusammenfassung	48
7. Literaturverzeichnis	49
8. Thesen	59
9. Anlagen	60
10. Anhänge	VI
Selbstständigkeitserklärung	VI
Erklärung über frühere Promotionsversuche	VII
Danksagung	VIII

Abkürzungsverzeichnis

Abb.	Abbildung
AG	Aktiengesellschaft
Aqua dest.	destiliertes Wasser
C	Kohlenstoff
CAD/CAM	(engl. "computer-aided design"/"computer-aided manufacturing") computergestützte Konstruktion und Fertigung
EDX	(engl. "energy dispersive X-ray spectroscopy") Energiedispersive Röntgenspektroskopie
et al.	(lat. "et alii") und andere
GmbH	Gesellschaft mit beschränkter Haftung
GmbH & Co. KG	Gesellschaft mit beschränkter Haftung & Compagnie Kommanditgesellschaft
Inc.	(engl. "Incorporated") Corporation
K	Kelvin
KS	Kausimulation
kV	Kilovolt
MDP	10-Methacryloyloxydecyldihydrogenphosphat
MPa	Megapascal
MPG	Medizinproduktegesetz
MW	Mittelwert
N	Newton
N	Anzahl
p-Wert	Signifikanzwert
REM	Rasterelektronenmikroskop
SE	Sekundärelektronen
Si	Silizium
Stabw	Standardabweichung
Tab.	Tabelle
Ti	Titan
WAK	Wärmeausdehnungskoeffizient
Zn	Zink
Zr	Zirkonium

Abbildungsverzeichnis

Abb. 1: Oben: Die Silanmoleküle nähern sich der anorganischen Oberfläche; unten: die Silanmoleküle haben sich chemisch mit dem SiO ₂ -Anteil der beschichteten Oberfläche verbunden (modifiziert nach 3M Espe, 2001).....	6
Abb. 2: Strukturformel des MDP-Monomers (modifiziert nach Petre et al., 2013).....	7
Abb. 3: Visualisierung einer Titanklebebasis eingeschraubt im Implantat (mod. nach Camlog, 2016)	18
Abb. 4: Geometrie der Probekörper mit Abmessungen	20
Abb. 5: Sandstrahlen der Titanbasis (links), Fügung nach Applikation des Befestigungskomposits (mittig), Zustand nach Entfernung der Überschüsse und Politur (rechts)	21
Abb. 6: Aufsprühen des Keramiksprays (links), Fixierung auf einem Brennträger (mittig), Zustand nach dem Sinterbrand (rechts)	22
Abb. 7: Ausarbeitung und Politur im Bereich des Lotspaltes	23
Abb. 8: Proben im Thermozyklriergerät.....	24
Abb. 9: Proben im Kausimulator	25
Abb. 10: Aufteilung der Proben in Untergruppen.....	26
Abb. 11: links Probe nach dem Abzugsversuch; rechts gespannte Abzugsvorrichtung in der Universalprüfmaschine	27
Abb. 12: Einstellungen für das EDX-Mapping.....	28
Abb. 13: Kraft-Weg-Diagramm einer repräsentativen Gruppe (Kontrollgruppe G30 Glaslot mit Lotspalt 30 µm nach Wasserlagerung und Thermozyklrierung).....	29
Abb. 14: Retentionskräfte der Proben.....	31
Abb. 15: EDX-Spektrum.....	32
Abb. 16: Verteilung der Elemente Ti, Si und Zr mittels EDX-Mapping. Helle Bereiche kennzeichnen einen höheren Anteil des jeweiligen Elements.	33
Abb. 17: REM-Sekundärelektronenaufnahme	34

Tabellenverzeichnis

Tab. 1: Einteilung der verschiedenen Materialien für Abutments (Lin et al., 2014; Fischer et al., 2017)	2
Tab. 2: Chemische Zusammensetzung des Hauptlots in % (Mick et al., 2015).....	8
Tab. 3: Literaturangaben Scherkräfte für den Verbund zwischen Komposit und Titan/Zirkonoxid sowie zwischen Glaskeramik und Titan/Zirkonoxid	11
Tab. 4: Übersicht zur Literatur über den Haftverbund zwischen Titanbasen und Zirkonoxidabutments.	13
Tab. 5: Risikobewertung, Einstufung und Aufbereitung von Medizinprodukten.....	14
Tab. 6: Chemische Zusammensetzung der Titanklebebasen in %	19
Tab. 7: Materialien.....	19
Tab. 8: Chemische Zusammensetzung des Zirkonoxids in %	20
Tab. 9: Physikalische Eigenschaften des Zirkonoxids	21
Tab. 10: Deskriptive Statistik der Retentionskraftmessungen	30
Tab. 11: Repräsentative quantitative Elementanalyse anhand des EDX-Spektrums.....	32
Tab. 12: Quantitative Auswertung der Elementverteilungsbilder.....	34

1. Einleitung

Ein enormer Fortschritt bei der Versorgung verloren gegangener Zähne wurde durch die Insertion von enossalen Implantaten erzielt. Am Anfang der Implantologieära standen die Osseointegration und die Implantatüberlebensrate im Vordergrund. Im Laufe der Zeit wurde erkannt, dass die Überlebenszeit der Implantatversorgung nicht ausreichend ist, um den Erfolg der Therapie zu bewerten. Ein Implantaterfolg wurde von Smith et al. als eine implantatgetragene Restauration definiert, deren Implantate stabil bleiben und komplikationslos funktionieren, deren periimplantäre Weich- und Hartgewebe gesund und stabil bleiben und die den Ästhetikanforderungen des Patienten entspricht (Smith et al., 1989).

1.1 Anforderungen an Implantatabutments

Die Erhaltung der krestalen Knochenstabilität und eines gesunden periimplantären Weichgewebes ist von entscheidender Bedeutung für den langfristigen Erfolg von implantatgetragenen Restaurationen. Das periimplantäre Weichgewebe dient als Schutzbarriere zwischen der keimbesiedelten Mundhöhle und dem darunter liegenden Knochen (Welander et al., 2008). Das Implantatabutment bildet den sensiblen Übergang durch das periimplantäre Weichgewebe vom osseointegriertem Implantat zur Suprakonstruktion. Vor diesem Hintergrund werden abhängig von der Lokalisation im Kiefer (Front- oder Seitenzahnbereich) und der Implantatachse spezifische Anforderungen an Abutments gestellt: hohe Stabilität und Dauerfestigkeit, Möglichkeit der individuellen Formgebung und Achsausrichtung, chemische Beständigkeit sowie sehr gute Biokompatibilität (Schweiger et al., 2010). Das Abutmentmaterial scheint von entscheidender Bedeutung für Ausprägung der Anheftung der Schleimhaut an der Abutmentoberfläche zu sein (Abrahamsson et al., 1998).

1.2 Abutmenteinteilung

Entsprechend ihrer Konstruktion können Implantatabutments für festsitzende Restaurationen in ein- und zweiteilig untergliedert werden. Zweiteilige Abutments, so genannte Hybridabutments, bestehen aus zwei Bauteilen, einer Titanklebebasis und einem Keramikaufbau. Der Verbund der Bauteile erfolgt zumeist adhäsiv im Labor. Tabelle 1 listet gängige zur Auswahl stehende Materialien für Abutments. Es wird zwischen

konfektionierten, angussfähigen/überpressbaren und CAD/CAM- Abutments unterschieden (Schweiger et al., 2017).

Tab. 1: Einteilung der verschiedenen Materialien für Abutments (Lin et al., 2014; Fischer et al., 2017)

Einteilig	zweiteilig mit Titanklebebasis
Titan	Zirkonoxid
Zirkonoxid	Lithiumdisilikat
	Zirkonoxidverstärktes Lithiumdisilikat
	Hybridkeramik

1.3 CAD/CAM-Abutments

Eine Schlüsselrolle für den Erfolg der implantatprothetischen Versorgung spielt die Auswahl der geeigneten Abutmentform und -materialien. Die CAD/CAM-Technologie bietet dabei eine nahezu uneingeschränkte Individualisierung der Form. In Abhängigkeit der Weichgewebiskonfiguration kann somit ein individuelles Emergenzprofil erzielt werden. Für die Gesunderhaltung des periimplantären Gewebes ist eine leicht subgingivale, aber gut kontrollierbare Lage des Kronenrands vor allem bei zementierenden Restaurationen wichtig. Außerdem sind konstante Materialgüte und Qualität durch die standardisierten industriellen Abläufe gesichert: Homogenität der Rohstoffblöcke, Vermeidung von Einschlüssen im Material, Verhinderung von Rissbildungen durch Überhitzung der Keramik (Wolfart et al., 2014).

1.4 CAD/CAM-Abutments – Materialauswahl

Heutzutage kommen zumeist CAD/CAM-gefertigte Titan- und Zirkonoxidabutments zur Anwendung. Beide Materialien lassen sich hinsichtlich ihrer Biokompatibilität als vergleichbar einstufen (Kohal et al., 2004). Sowohl an Titan- als auch an Zirkonoxidabutments bildet sich eine stabile periimplantäre Mukosa, die den darunterliegenden periimplantären Sulkus und das Implantat gegen Mikroorganismen schützt (Abrahamsson et al., 1998; Nakamura et al., 2010). In-vivo-Studien konnten allerdings eine geringere Plaqueanlagerung an der Zirkonoxidkeramik nachweisen (Rimondini et al., 2002; Scarano et al., 2004). Dies führte zu einem geringeren inflammatorischen Potential des umliegenden Gewebes (Degidi et al., 2006). Hierdurch soll sich das Risiko einer Periimplantitis reduzieren.

Bezüglich der Stabilität müssen Implantatabutments den maximal auftretenden Kaukräften bzw. Parafunktionen standhalten. Im stärker belasteten Seitenzahnbereich gelten Titanabutments aufgrund ihrer überlegenen Stabilität gegenüber Zirkonoxidabutments als Goldstandard (Sailer et al., 2009; Leutert et al., 2012; Truninger et al., 2012). Klinische Studien zeigten jedoch gleiche Überlebens- und Erfolgsraten für Titan- und Zirkonoxidabutments bei Einzelimplantatkronen sowohl im Front- als auch im Seitenzahngebiet (Canullo, 2007; Sailer et al., 2009; Nakamura et al.; Nothdurft et al., 2010; Zembic et al., 2013). Erste klinische Langzeitstudien über den Einsatz von Zirkonoxidabutments im Front- und Prämolarenbereich zeigen gute Ergebnisse. Nach elf Jahren beobachteten Zembic et al. Schraubenlockerung an 2 von 31 Abutments und keinen Abutmentverlust (Zembic et al., 2015). Eine 3-Jahre-Follow-up-Studie von Nothdurft et al. stellte allerdings eine Misserfolgsquote von 5% bei konfektionierten Zirkonoxidabutments im Seitenzahnbereich fest (Nothdurft et al., 2014). Aufgrund der geringen Anzahl an klinischen Studien und der mangelnden Langzeitergebnisse werden Zirkonoxidabutments deshalb vornehmlich im geringer belasteten und ästhetisch anspruchsvollen Frontzahnbereich eingesetzt.

Hinsichtlich der Ästhetik haben Titanabutments den Nachteil, dass ihre dunkle Farbe durch die periimplantäre Mukosa gräulich hindurchscheint (Prestipino et al., 1993a, 1993b; Jung et al., 2008; Bressan et al., 2011). Der ästhetische Behandlungserfolg vor allem bei Implantatversorgungen im Oberkieferfrontzahnbereich kann dadurch stark beeinträchtigt werden. Bei Patienten mit hoher Lachlinie kann die Beeinträchtigung gegebenenfalls bis in den Oberkieferprämolarenbereich hinein reichen. Die Dicke des periimplantären Weichgewebes ist dabei maßgeblich für den Grad der Mukosaverschattung. Untersuchungen von Jung et al. ergaben, dass bei Mukosadicken < 2 mm die Verschattungen durch Titanabutments als ästhetisch beeinträchtigend wahrgenommen werden. Bei Mukosadicken > 2 mm wurde keine signifikante Verbesserung der Ästhetik durch den Einsatz von Zirkonoxidabutments beobachtet (Jung et al., 2007, 2008). Hingegen postulierten Bressan et al., dass die Mukosadicke nicht der entscheidende Faktor für das Ausmaß der Verschattung des periimplantären Weichgewebes darstellt (Bressan et al., 2011). Happe et al. konnten durch chirurgische Verdickung des periimplantären Weichgewebes eine Reduktion der Verschattung erzielen und dadurch dem Postulat von Bressan widersprechen (Happe et al., 2013a). Obwohl der Einsatz von Zirkonoxidabutments bei dünner periimplantären Mukosa im Vergleich zu Titanabutments die Ästhetik maßgeblich verbessert, führt die schneeweiße Farbe der Abutments zum Erblässen der periimplantären Mukosa (Ishikawa-Nagai et al., 2007;

Bressan et al., 2011). Diverse Ansätze zur weiteren Optimierung der roten Ästhetik durch Verblendung der Zirkonoxidabutments im submukosalen Bereich mit rosa Keramik oder dem Einsatz von dentinfarbener fluoreszierender Keramik wurden beschrieben (Happe et al., 2013b; Thoma et al., 2016, 2017). Langzeitergebnisse sowie weitere Studien auf dem Gebiet sind abzuwarten.

1.5 Zirkonoxidabutments

Das erste Zirkonoxidabutment ohne Klebebasis wurde 1996 beschrieben (Wohlwend et al., 1996). Durch die hervorragende Ästhetik etablierte sich diese Versorgungsart als Mittel der Wahl im Frontzahnbereich. Die Verbindung zum Implantat erfolgte direkt durch Verschraubung. Diese Verbindungsart gewährleistet keine vollkommen starre Fixierung. Unter Belastung kann es zu Mikrobewegungen zwischen Zirkonoxidabutment und Implantat kommen. In-vitro-Studien wiesen einen Abrieb an der Implantatoberfläche durch Kausimulation nach (Klotz et al., 2011; Stimmelmayer et al., 2012; Cavusoglu et al., 2014). Welche klinischen Konsequenzen daraus resultieren, ist derzeit unklar. Eine Zerstörung des Implantatinterfaces, welches dann eine kraftschlüssige Verankerung einer Suprakonstruktion nicht gewährleisten kann, ist denkbar.

Ein weiterer wichtiger Aspekt ist die Geometrie der Abutmentschraube bei einteiligen Zirkonoxidabutments. Dadurch, dass die Schraube im direkten Kontakt zur Keramik steht, weist sie einen planen rechtwinkligen Sitz ohne Konushaftung auf. Infolge dieser Konstruktion besteht ein erhöhtes Lockerungsrisiko im Vergleich zu Titanabutments und Abutments mit Klebebasis (Schweiger et al., 2017).

Um die funktionellen Vorteile der Titan-Titan-Verbindung und die ästhetischen Vorteile der Zirkonoxidkeramik zu vereinen, wurden 2003 zweiteilige Implantatabutments entwickelt. Sie bestehen aus einem Zirkonoxidaufbau und einer Titanbasis, die die Verbindung zum Implantat herstellt. Dadurch können konische Abutmentschrauben zum Einsatz kommen, die eine geringere Schraubenlockerungsgefahr aufweisen, und es entstehen keine Spannungen in der Keramik beim Anziehen der Schraube. Außerdem können die Zirkonoxidaufbauten kostengünstiger auch im Labor hergestellt werden (Schweiger et al., 2017). Von Nachteil ist bei den zweiteiligen Abutments der Mehraufwand durch die Befestigung der Zirkonoxidaufbauten auf den Titanbasen. Dies erfolgt mittels Kompositkleber im Labor, wodurch eine Klebefuge mit erhöhter Plaqueaffinität entsteht. Weiterhin besteht das Risiko des Lösens der Klebeverbindung bei unsachgemäßer Verarbeitung (Schweiger et al., 2017). Nach dem Zusammenfügen

der Bestandteile ist das Abutment unsteril. Um mögliche Schwachstellen der Klebung bei zweiteiligen Abutments im Fall einer Autoklavierung zu analysieren, wird als nächstes der Mechanismus der adhäsiven Befestigung erörtert.

1.6 Das adhäsive Verkleben

Der Wirkungsmechanismus eines Klebstoffes beruht auf den Grundlagen der Adhäsion und Kohäsion. Unter Adhäsion versteht man die Haftung des Klebstoffes an der Oberfläche der zu verklebenden Werkstoffe, während Kohäsion die Eigenfestigkeit des Klebstoffes selber bezeichnet. Die Adhäsionskräfte beruhen auf physikalischen und chemischen Mechanismen. Die mikromechanische Verankerung kommt durch das Eindringen des Klebstoffes in die raue Werkstoffoberfläche zustande, wodurch nach Abbinden eine Verklemmung zwischen Klebstoff und Werkstoff resultiert (Habenicht, 1997). Dabei sind Korundstrahlung oder Ätzung geeignete Verfahren zur Vergrößerung und Anrauhung der Oberfläche. Zu den physikalischen Kräften gehören noch Wasserstoffbrückenbindungen (wenn die Oberfläche des zu verklebenden Werkstoffes eine Oxidschicht besitzt) und zwischenmolekulare Van-der-Waals-Kräfte. Chemische Bindungen v.a. kovalente Bindungen zwischen Kleber und Werkstoffoberfläche entstehen, wenn beide Bindungspartner reaktive Gruppen besitzen wie zum Beispiel Silane. Darauf beruhen die Verbundmechanismen bei vielen dentalen Werkstoffen.

1.6.1 Verbund Komposit-Titan

Ein langzeitstabiler Verbund zwischen Komposit und Titan kann zum einen durch ein "Zwittermolekül" erreicht werden, das an einem Ende mit dem anorganischen Titan und am anderen Ende mit der organischen Matrix des Komposites reagiert. Dafür wird die Metalloberfläche nach der Korundstrahlung zunächst mit Siliziumdioxid beschichtet - die so genannte Silikatisierung. Anschließend erfolgt das Aufpinseln von Silan. Silanmoleküle verbinden sich chemisch einerseits mit den OH-Gruppen des Siliziumdioxids, andererseits mit den COOH-Gruppen der Kompositmatrix (vgl. Abb.1).

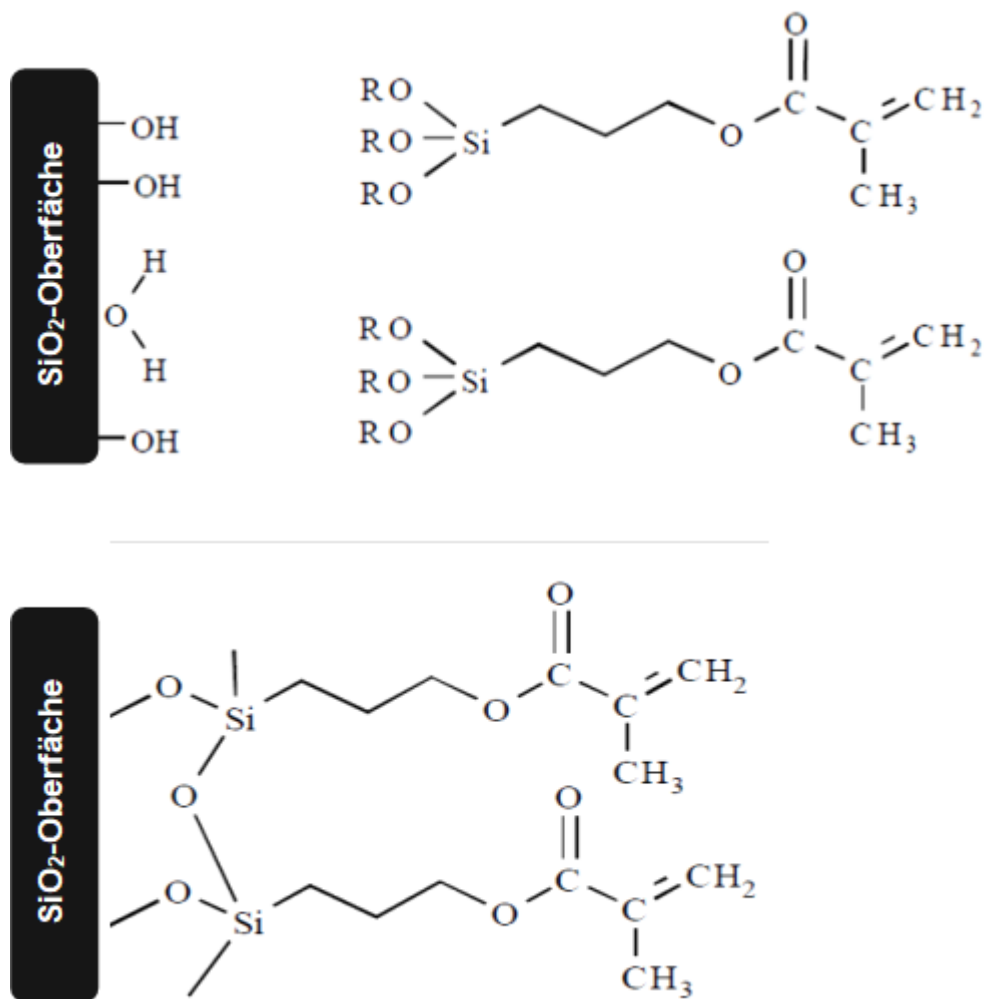


Abb. 1: Oben: Die Silanmoleküle nähern sich der anorganischen Oberfläche; unten: die Silanmoleküle haben sich chemisch mit dem SiO₂-Anteil der beschichteten Oberfläche verbunden (modifiziert nach 3M Espe, 2001)

Zum anderen werden verschiedene Metallprimer mit chemisch aktiven Monomeren angeboten, die direkt nach dem Sandstrahlen aufgetragen werden. Das saure Phosphatmonomer 10-Methacryloyloxydecyldihydrogenphosphat (MDP) eignet sich besonders für einen dauerhaften Verbund zwischen Komposit und Titan (Yanagida et al., 2003; Ozcan et al., 2011). Die Dihydrogenphosphatgruppen des Monomers gehen einen chemischen Verbund mit der Oxidschicht der Titanoberfläche ein, während die Methacrylat-Gruppe mit dem Kompositkleber chemisch reagiert (Abb. 2; Yanagida et al., 2001). Bezüglich des Haftverbundes ergaben beide Methoden ähnliche Haftkräfte (Schneider et al., 2007)

1.6.2 Verbund Komposit-Zirkonoxid

Die adhäsive Klebung von Zirkonoxid unterscheidet sich wesentlich von der der Glaskeramik und der glasinfiltrierten Keramik. Da Zirkonoxid keine Glasphase enthält, kann die Hochleistungskeramik nicht mit 5%-Flusssäure angeätzt werden (Kern et al., 2010). Aus diesem Grund ist für einen guten dauerhaften Verbund neben der Korundstrahlung eine zusätzliche chemische Haftung notwendig. Dafür gut geeignet sind analog zu den Metallen Befestigungskomposite in Kombination mit MDP-haltigen Primern oder anderen sauren Phosphat- bzw. Phosphongruppen. Dabei geht die Phosphatester-Gruppe des bifunktionellen MDP-Monomers eine chemische Bindung mit dem Zirkonoxid ein (vgl. Abb. 2), während die Methacrylat-Gruppe als Monomer-Basis die Polymerisation und die Aushärtung des Komposits sicherstellt (Stawarczyk et al., 2016).

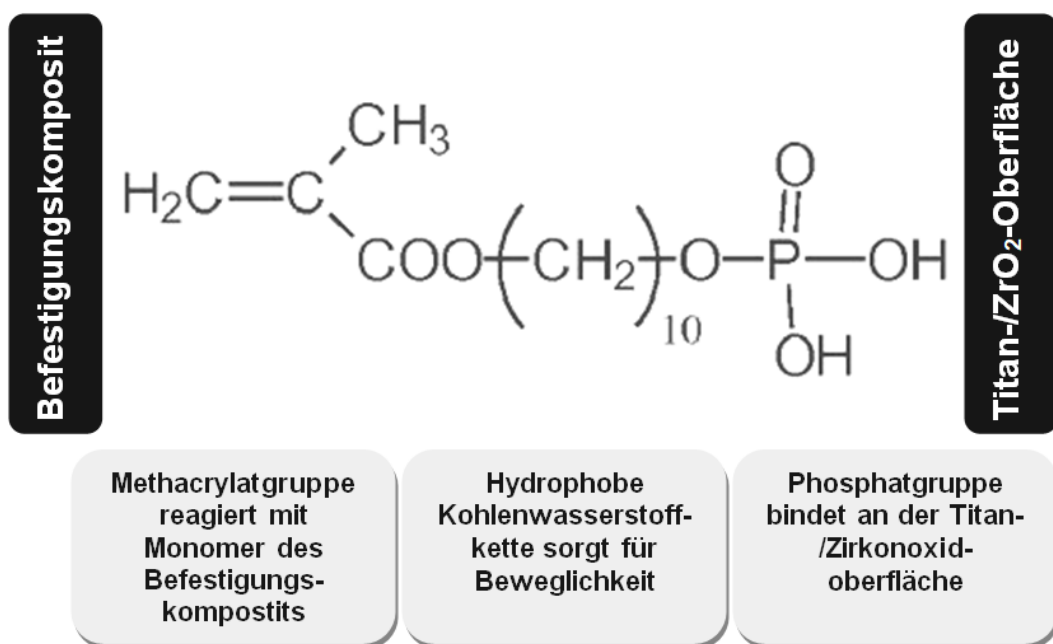


Abb. 2: Strukturformel des MDP-Monomers (modifiziert nach Petre et al., 2013)

1.7 Glaslot

Eine alternative Methode zum Zusammenfügen der zweiteiligen Abutments ist das Fügen mit einem Glaslot. In der Zahnmedizin sind Glaslote noch nicht sehr bekannt und verbreitet. Deshalb werden hier Definition und Eigenschaften kurz zusammengefasst. Glaslote sind Gläser mit besonders niedriger Schmelztemperatur. Eingesetzt werden sie

zur Herstellung von Fügeverbindungen aus Glas, Keramik oder Metall, ohne dass die Verbundpartner thermisch geschädigt werden (Schott, 1998). Glaslote werden häufig in Form von Glaspulver hergestellt, das unter Wärmezufuhr aufgeschmolzen wird und mit den zu verbindenden Werkstoffen die Fügeverbindung ergibt. Bei der Auswahl des geeigneten Glaslotes, muss berücksichtigt werden, dass der thermische Ausdehnungskoeffizient des Glaslotes demjenigen der miteinander zu verbindenden Bauteilen entspricht. Gegenüber anderen Fügeverbindungen, zum Beispiel solchen aus Komposit, haben die Glaslotverbunde den Vorteil, dass sie hermetisch dicht ausgeführt werden und höheren Temperaturen standhalten können (Gödeke et al., 2010). Diese Eigenschaften scheinen vorteilhaft für den Verbund von Klebeabutments zu sein, wenn sie sterilisiert werden müssen. Wiederum ist es ungewiss, wie stabil der Verbund zwischen mit Glaslot gefügten Zirkonoxid- und Titanbauteilen ist.

1.7.1 Glaslotsystem DCMhotbond fusio 12

DCMhotbond fusio 12 System ist ein silikatkeramisches Glaslot, das dem stoffschlüssigen Fügen von Zirkonoxid und Titan zur Herstellung von zahntechnischen Arbeiten dient. Das System beinhaltet ein Titanspray und das Hauptlot. Das Titanspray (DCMhotbond fusio connect spray, Dental Creativ Management, Rostock, Deutschland) ist ein keramisches Material zur Oberflächenkonditionierung von Reintitan oder Titanlegierungen. Es dient der Farbsteuerung und vermindert eine weitergehende Oxidation der Titanoberfläche für nachfolgende Arbeitsvorgänge. Das Hauptlot (DCMhotbond fusio 12, Dental Creativ Management, Rostock, Deutschland) wird für die Verbindung zwischen Zirkonoxid und Titan verwendet. Nach Herstellerangaben wird dabei ein Lotspalt von 0,1 bis 0,3 mm empfohlen. In Tabelle 2 ist die chemische Zusammensetzung des Hauptlots dargestellt.

Tab. 2: Chemische Zusammensetzung des Hauptlots in % (Mick et al., 2015)

SiO ₂	Al ₂ O ₃	K ₂ O	Na ₂ O
ca. 65	ca. 6	ca. 7	ca. 7

1.7.2 Verbund Glaslot zu Titan und Zirkonoxid

Die Verbundcharakteristika von Glaslot wurden für die Anwendung im Bereich der Mundhöhle nicht detailliert beschrieben. Aufgrund der Zusammensetzung und der

Struktur des Materials ist anzunehmen, dass der Verbundmechanismus vergleichbar mit demjenigen von Glaskeramik ist.

1.7.3 Verbund Glaskeramik zu Titan

Grundsätzlich sind die Haftmechanismen beim Titan-Keramik-Verbund denen des Edelmetall-Keramik-Verbundes gleichzustellen (Hahn, 1998). Ausschlaggebend für den Haftverbund ist in erster Linie die mechanische Retention. Hierbei wird die keramische Masse, die einen kleineren Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) als die Metalllegierung aufweisen soll, während des Abkühlvorganges auf die Metalloberfläche aufgeschrumpft. Bedingt durch den niedrigen WAK des Titans ($9,6 [10^{-6} \times K^{-1}]$) wurden keramische Werkstoffe mit ca. 30% herabgesetztem WAK entwickelt, um einen dauerhaften Verbund zum Titan zu ermöglichen (Moormann et al., 1998). Zusätzlich wird durch Sandstrahlen die Oberfläche der zu verbindenden Werkstücke angeraut, um eine "Verzahnung" an den Kontaktflächen zu erreichen.

Ein physikalischer Haftmechanismus ist die Adhäsion. Hierbei stehen die über kurze Distanzen wirkenden Van-der-Waals-Kräfte im Vordergrund.

Darüber hinaus bilden sich während des Erhitzens des Metalls beim Oxidbrand Haftoxide. Diese können eine chemische Bindung zum Siliziumdioxid der Keramik eingehen. Eine Besonderheit des Titans ist dessen hohe Sauerstoffaffinität bzw. Oxidationsneigung. Da jedoch eine zu dicke Oxidschicht den Haftverbund reduziert, ist im Falle von Titan die Anwendung spezieller Titanbinder erforderlich. Diese umschließen bzw. lösen auf der Titanoberfläche bereits vorhandene Oxide auf und wirken durch ihre glasartige Beschaffenheit einer übermäßigen Oxidation entgegen (Moormann et al., 1998). Eine weitere Möglichkeit zur Reduktion der Titanoxidation stellt die Ionenimplantation dar. Hierbei werden Siliziumionen beschleunigt und auf die Titanoberfläche gelenkt, wodurch eine Titan-Silizium-Schicht entsteht, die den Haftverbund zur Glaskeramik erhöht (Moormann et al., 1998). Eine besondere physikalische Eigenschaft des Titans ist die bei Erhitzung über $882,5 \text{ }^\circ\text{C}$ stattfindende Umwandlung von einer hexagonalen α -Struktur in eine kubisch raumzentrierte β -Phase. Diese Phasenumwandlung geht mit einer sprunghaften Volumenänderung von bis zu 0,3% einher. Da konventionelle Keramikmassen eine Sintertemperatur von $950 \text{ }^\circ\text{C}$ aufweisen, erfordert der Titan-Keramik-Verbund die Verwendung von keramischen Werkstoffen mit geringeren Sintertemperaturen um großflächige Abplatzungen durch die Phasenumwandlung bzw. die daraus resultierende sprunghafte Volumenreduktion während der Abkühlung zu vermeiden (Wang et al., 1999).

1.7.4 Verbund Glaskeramik zu Zirkonoxid

Der Verbund zwischen Glaskeramik und Zirkonoxid beruht ähnlich dem Metall-Keramik-Verbund auf einer mechanischen Haftung. Durch die Anpassung der WAK wird eine Aufschumpfung der Glaskeramik auf der Zirkonoxidoberfläche erreicht. Ein weiterer mechanischer Halt ermöglicht eine durch das Anrauen der Zirkonoxidoberfläche bedingte Mikroverzahnung beider Werkstoffe. Zu den chemischen Haftmechanismen gehört die Bildung von Wasserstoffbrückenbindungen. Weiterhin tragen die physikalischen Van-der-Waals-Kräfte zum Halt bei.

Zwei Studien auf dem Gebiet der Zahnmedizin beschäftigten sich bis dato mit dem Glaslotverbund zwischen Zirkonoxid und Titan. Mick et al. ermittelten in einem 4-Punktbiegetest Festigkeitswerte in Höhe von 104-119 MPa zwischen mit Glaslot gefügten Zirkonoxid- und Titanzylindern. Die Werte waren signifikant höher als bei den mit Komposit verklebten Proben der Kontrollgruppe (13-30 MPa) (Mick et al., 2015). Vu et al. beobachteten bei Scherkrafttestung von gefügten Zirkonoxid- und Titanzylindern auch signifikant höhere Werte in der Glaslotgruppe (14-17 MPa) im Vergleich zur Gruppe der mittels Komposit verklebten Proben (8 MPa) (Vu et al., 2019).

Ein weiteres Anwendungsgebiet vom Glaslot in der Zahnmedizin ist das Zusammenfügen von Restaurationsgerüsten und Verblendschalen (Fischer, 2009). Der Autor gibt einen guten Verbund zwischen Gerüsten aus Zirkonoxid und Verblendschalen aus Lithiumdisilikat an. Voraussetzung für einen guten Verbund bei allen Materialien ist laut den Herstellern ein Lotspalt von 100-300 µm.

Darüber hinaus wurde 2015 im Bereich der Medizin ein Patent für die Verwendung des Glaslots bei Kniegelenkendoprothesen erteilt (Mitrovic, 2017). Laut Patentschrift besteht das Gelenk aus einer femuralen und einer tibialen Komponente. Die femurale Komponente besteht aus einem Titankörper, der in den Femurknochen inseriert wird, und einem Zirkonoxideinsatz, der in Kontakt mit der tibialen Komponente steht. Das Glaslot wird zum einen für den Verbund zwischen Titankörper und Zirkonoxideinsatz angewendet und zum anderen zur Beschichtung der Zirkonoxidgleitfläche. Die keramische Gleitfläche soll den Abrieb des Gelenks vermindern und dadurch die Standzeit der Implantate erhöhen.

1.8 Verbundkräfte bei Scherbelastung

In der Literatur wurden die Verbundfestigkeiten zwischen Komposit bzw. Glaskeramik und Titan bzw. Zirkonoxid beim Auftreten von Scherbelastungen mit unterschiedlichen Messanordnungen geprüft (vgl. Tab. 3).

Tab. 3: Literaturangaben Scherkräfte für den Verbund zwischen Komposit und Titan/Zirkonoxid sowie zwischen Glaskeramik und Titan/Zirkonoxid

Verbund	Scherkräfte*	Literatur/Quelle
Komposit-Titan	1 - 26 MPa	Fonseca et al., 2012; Khan et al., 2016; Alfadda et al., 2017
Komposit-Zirkonoxid	4 - 40 MPa	Shin et al., 2014; Ozcan et al., 2015; Grasel et al., 2018
Glaskeramik-Titan	12 - 32 MPa	Iseri et al., 2011; Lee et al., 2015; Papia et al., 2018
Glaskeramik-Zirkonoxid	4 - 34 MPa	Kirmali et al., 2013; Nishigori et al., 2014; Ramos-Tonello et al., 2017

*Mediane bzw. Mittelwerte bei der Verwendung verschiedener Kompositbefestigungsmaterialien bzw. Glaskeramiken unabhängig von Probengeometrie und Oberflächenvorbehandlung

1.9 Literaturübersicht Retentionskräfte bei Klebeabutments

In der Literatur konnten bis zum Abschluss der Untersuchung sieben Studien gefunden werden, die sich mit den Retentionskräften bei zweiteiligen Zirkonoxidabutments beschäftigen. Die 2007 von Ebert et al. veröffentlichte Studie untersuchte den Einfluss der Korundstrahlung, der Klebefugenbreite, der Wasserlagerung und der Thermozyklisierung auf die Retentionskräfte der Hybridabutments (Ebert et al., 2007). Gehrke et al. verglichen in einer Studie von 2014 die Verbundkräfte bei der Verwendung von zwei unterschiedlichen Befestigungskompositen (Gehrke et al., 2014). Den Einfluss unterschiedlicher Oberflächenvorbehandlungen auf den Verbund der Klebeabutments unter Verwendung zwei verschiedener Befestigungsmaterialien untersuchten von Maltzahn et al. (von Maltzahn et al., 2016). Die einzige Studie, die sich mit dem Verbund

bei zweiteiligen Abutments nach Autoklavsterilisation befasste, wurde 2016 von Fadanelli et al. publiziert (Fadanelli et al., 2016). Arce et al. untersuchten 2018 den Einfluss der Korundstrahlung und der Vorbehandlung mit Primern auf die Retentionskräfte, während Mehl et al. sich mit dem Einfluss der Klebefugenbreite, der Wasserlagerung und Thermozyklisierung verschiedener Befestigungskomposite auf die Fügefestigkeit beschäftigten (Arce et al., 2018; Mehl et al., 2018). Zenthöfer et al. erforschten als einzige neben den Einfluss der Primeranwendung auch die Auswirkungen der Kausimulation in Kombination mit thermischer Wechselbelastung auf die Verbundkräfte der Klebeabutments (Zenthöfer et al., 2018). In Tabelle 4 sind die Untersuchungen über Retentionskräfte bei zweiteiligen Zirkonoxidabutments zusammengefasst.

Tab. 4: Übersicht zur Literatur über den Haftverbund zwischen Titanbasen und Zirkonoxidabutments.

Befestigungs- komposit	Untersuchte Parameter							Quelle
	Korund- strahlung	Primer	Silikati- sierung	Klebe- fugen breite	Wasser- lagerung	Thermo- zyklisierung	Sterilisa- tion**	
Panavia F	+	·	·	+	+	+	·	Ebert et al., 2007
Panavia 21, Multilink Implant, SmartCem 2	·	·	·	·	·	·	·	Gehrke et al., 2014
Multilink, RelyX U200	·	·	·	·	·	·	+	Fadanelli et al., 2016
Panavia F 2.0, RelyX Unicem	+	+	+	·	·	·	·	von Maltzahn et al., 2016
Panavia V5	+	+	·	·	·	·	·	Arce et al., 2018
Panavia SA, RelyX Unicem, Max-Cem Elite, SmartCem 2	·	·	·	+	+	+	·	Mehl et al., 2018
Panavia F 2.0	·	+	·	·	·	+	·	Zenthöfer et al., 2018

(*) - zusätzlich Kausimulation; **Beachtet wurden nur Studien, die ein validiertes Sterilisationsverfahren im Autoklav bei 121 °C oder 134 °C durchgeführt hatten

1.10 Aufbereitung der Abutments vor der Anwendung im Mundbereich

Abutments sind Medizinprodukte. Kontaminierte sowie unbenutzte, bereit gestellte Medizinprodukte müssen vor der Verwendung am Patienten hygienisch aufbereitet werden. Davor erfolgt eine Risikobewertung und Einstufung der Medizinprodukte in drei Gruppen: unkritisch, semikritisch und kritisch (s. Tab. 5). Unkritische Medizinprodukte kommen in Kontakt mit intakter Haut, semikritische mit Schleimhaut oder krankhaft veränderter Haut, kritische durchdringen bestimmungsgemäß die Haut oder Schleimhaut und kommen in Kontakt mit Blut oder inneren Organen (Jatzwauk et al., 2018). Unkritische und semikritische Medizinprodukte müssen gemäß den Herstellerhinweisen bezüglich Materialverträglichkeit gereinigt und desinfiziert werden. Kritische Medizinprodukte müssen nach der Reinigung und Desinfektion zusätzlich bei 121 °C oder bei 134 °C im Autoklav verpackt sterilisiert werden.

Tab. 5: Risikobewertung, Einstufung und Aufbereitung von Medizinprodukten

Risikoeinstufung Medizinprodukte und entsprechende Aufbereitung		
unkritisch	semikritisch	kritisch
Kontakt mit intakter Haut	Kontakt mit Schleimhaut oder krankhaft veränderter Haut	Durchdringung von Haut oder Schleimhaut, dabei Kontakt mit Blut, inneren Geweben oder Organen, einschließlich Wunden
Reinigung, Desinfektion	Reinigung, Desinfektion	Reinigung, Desinfektion Dampfsterilisation

Die Herstellung der Hybridabutments erfolgt in der Regel unsteril im Dentallabor. Inwieweit sie vor der anschließenden Anwendung in der Mundhöhle aufbereitet werden sollten, ist strittig (Jatzwauk et al., 2015; Kunz et al., 2016). Zumeist werden Abutments als semikritisch eingestuft, da sie oftmals erst nach der Mukosaheilung eingesetzt werden und so nicht in Kontakt mit einer offenen Wunde kommen. Obwohl Abutments nicht bestimmungsgemäß die Schleimhaut durchdringen, kommen sie häufig in Kontakt mit Blut. Vor allem bei Implantaten, die auf Knochenniveau eingesetzt wurden, blutet die periimplantäre Mukosa erfahrungsgemäß häufig beim Abschrauben der Gingivaformer vor Einprobe der Abutments. Beim zeiteffizienten Behandlungskonzept "One-Abutment/One-Time" wird das definitive Abutment sogar schon bei der

Implantatfreilegung eingeschraubt (Canullo et al., 2010; Degidi et al., 2012; Beuer et al., 2014). Implantatkomponenten müssen keimfrei sein, wenn sie bei der Freilegung oder bei der Implantatinsertion in Kontakt mit einer Wunde kommen (Jatzwauk et al., 2015). In diesen Fällen muss das Abutment als kritisches Medizinprodukt eingestuft werden und demnach vor dem Einsatz am Patienten steril sein. Unklar ist, ob und in welchem Ausmaß insbesondere der Kompositverbund zwischen der Titanbasis und dem Zirkonoxidaufbau bei den Klebeabutments durch die Sterilisation beeinträchtigt wird (Kern, 2015).

Die feuchte Wärme bei der Autoklavsterilisation (134 °C bzw. 121 °C) könnte die Eigenschaften des Kunststoffes und dadurch den Haftverbund beeinflussen. Mit zunehmender Temperatur erhöht sich die Wasserresorption des Kunststoffes (Kim et al., 2013). Farrugia et al. beobachteten eine Erhöhung der Mikrohärtigkeit des Komposits Smart Dentine Replacement nach Autoklavsterilisation bei 121 °C für 30 Minuten (Farrugia et al., 2015). Analog berichteten Fadanelli et al. über eine Erhöhung der Verbundkräfte bei autopolymerisierenden Befestigungskompositen nach Sterilisation bei 121 °C für 15 Minuten, während die Haftkräfte bei dualhärtenden Adhäsivzementen nach Sterilisation unverändert blieben (Fadanelli et al., 2016).

1.11 Künstliche Alterung

Nicht nur die Sterilisation, sondern auch die Kausimulation kann durch Beeinträchtigung der Eigenschaften des Verbundwerkstoffes, vor allem der spröden glaskeramischen Werkstoffe einen Einfluss auf den Haftverbund ausüben. Schweyen konnte keinen signifikanten Einfluss der künstlichen Alterung auf die Bruchfestigkeit von Verblendglaskeramik feststellen (Schweyen, 2014), während die Kausimulation und die Speichellagerung bei Glaskeramikkronen zu einem signifikanten Abfall der Bruchlastwerte in einer Studie von Stawarczyk et al. führten (Stawarczyk et al., 2009). Nettesheim berichtete auch über eine strukturelle Schwächung von Glaskeramikkronen nach Kausimulation (Nettesheim, 2010).

Aus dem derzeitigen Stand der Wissenschaft ergaben sich folgende Fragestellungen:

Fragestellungen

1 Besitzen mit Glaslot gelötete Hybridkronen vergleichbare Retentionskräfte wie mit Kunststoff verklebte Hybridkronen? In Anbetracht der in der Literatur ermittelten Scherfestigkeitswerte beider Verbindungsmethoden sind keine signifikanten Unterschiede zu erwarten.

2 Hat die Vergrößerung des Lotspaltes bei Hybridkronen von 30 auf 100 μm einen steigernden Effekt auf die Haftkraft? Da für optimales Löten ein Lotsplatt von mindestens 100 μm vom Hersteller gefordert wird, ist ein besserer Verbund der Proben mit angepasstem Lotspalt zu prognostizieren.

3 Hat die Kausimulation einen Einfluss auf die Verbundkräfte der verklebten Hybridkronen? In Anbetracht der nachgewiesenen Stabilität der Befestigungskomposite nach mechanischer Alterung wird keine Reduktion der Retentionskräfte prognostiziert.

4 Hat die Kausimulation einen Einfluss auf die Verbundkräfte der gelöteten Hybridkronen? Aufgrund der Sprödigkeit der Glasmasse ist nach Kausimulation eine Reduktion der Haftkräfte zu erwarten.

5 Beeinträchtigt Autoklavsterilisation den Haftverbund bei verklebten Hybridkronen? Im Hinblick auf die aktuellen Studienergebnisse über Kompositklebung nach Sterilisation wird kein Abfall der Abzugskräfte nach dem Entkeimungsverfahren vermutet.

6 Beeinträchtigt Autoklavsterilisation den Haftverbund bei gelöteten Hybridkronen? Unter dem Aspekt der Hitzebeständigkeit der Glaslotmasse wird kein Abfall der Retentionskräfte nach dem Entkeimungsverfahren vermutet.

7 Zeigt das Glaslot einen besseren Verbund zum Titan als zum Zirkonoxid? Laut aktuellen Studien ist nach den Abzugsversuchen Verbundversagen an der Grenzfläche Titan-Glaslot zu erwarten.

2. Zielsetzung

Zur Überprüfung der Fragestellungen sollte in der vorliegenden Arbeit der Verbund von mit Befestigungskomposit verklebten und mit Glaslot gelöteten zweiteiligen Abutments unter dem Aspekt der künstlichen Alterung und der Sterilisation getestet werden.

3. Material und Methodik

3.1 Material

Für die Probenherstellung wurden Titanbasen CAD/CAM K2244.4348 von Camlog für Implantatdurchmesser 4,3 mm verwendet. Aus der Form der Titanbasen ergibt sich eine Gesamtklebefläche von ca. 50,3 mm². Abbildung 3 visualisiert die Geometrie einer Titanklebebasis.

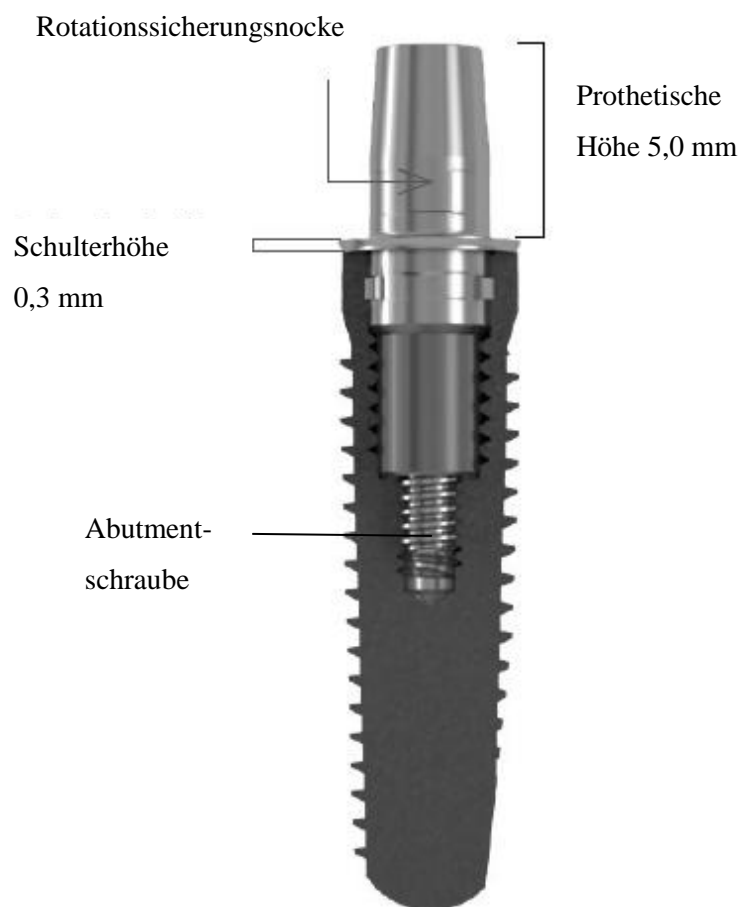


Abb. 3: Visualisierung einer Titanklebebasis eingeschraubt im Implantat (mod. nach Camlog, 2016)

Die CAD/CAM Titanbasen bestehen aus einer Ti6Al4V-Legierung. Die chemische Zusammensetzung der Legierung ist Tabelle 6 zu entnehmen.

Tab. 6: Chemische Zusammensetzung der Titanklebebasen in %.

Al	V	Fe	C	N	O	H	Ti
5,5-6,5	3,5-4,5	≤ 0,25	≤ 0,08	≤ 0,05	≤ 0,13	≤ 0,012	Rest

Der Hersteller gibt eine Zugfestigkeit von ≥ 860 MPa sowie eine Bruchdehnung von 10% an. Weiterhin wurden die in Tabelle 7 gelisteten Materialien verwendet.

Tab. 7: Materialien

Stückzahl	Materialien	Hersteller
90	Titanbasen	CAMLOG, Biotechnogies AG, Basel, Schweiz
90	CAD/CAM Zirkonoxidabutments, gefräst als Vollkronen	Organical CAD/CAM GmbH, Berlin, Deutschland
14	Implantatanaloga	CAMLOG, Biotechnogies AG, Basel, Schweiz
1	Panavia F 2.0	Kuraray Noritake Dental Inc., Osaka, Japan
1	Alloy Primer	Kuraray Noritake Dental Inc., Osaka, Japan
1	Clearfil Ceramic Primer Plus	Kuraray Noritake Dental Inc., Osaka, Japan
1	DCMhotbond fusio System	Dental Creativ Management, Rostock, Deutschland

3.2 Methodik

3.2.1 Herstellung der Probekörper

Für die Probenherstellung wurde ein Scanbody auf ein Implantatanalog eingeschraubt und mit Desktop Scanner (D800, 3ShapeA/S, Kopenhagen, Dänemark) eingescannt. Um eine mechanische Belastung im Kausimulator zu ermöglichen wurde das Zirkonoxidabutment in Form einer Hybridkrone mittels CAD-Software (3Shape Dentalsystem 2.15.4.0, 3ShapeA/S, Kopenhagen, Dänemark) konstruiert. Dafür wurde eine Prämolarenkrone aus der digitalen Datenbank verwendet. An der vestibulären und oralen Fläche im Bereich des Kronenäquators wurden zwei zylinderförmige Retentionshilfen für

die geplanten Abzugsversuche angefügt (vgl. Abb. 4). Die Krone des Probekörpers wies im 2-D Querschnitt folgende Geometrie auf:

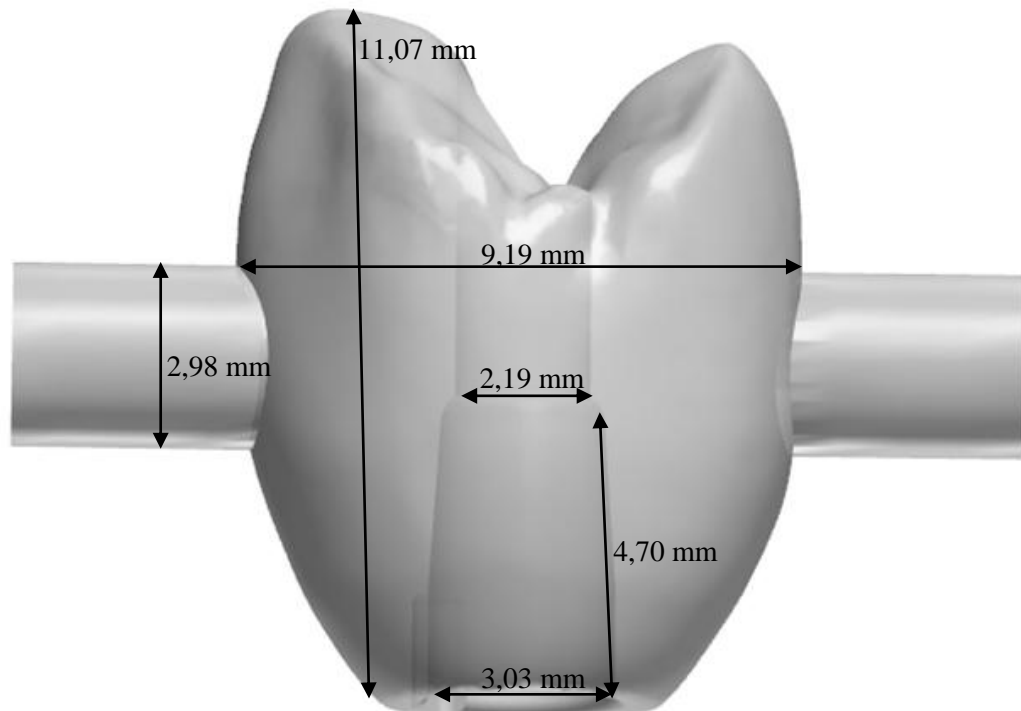


Abb. 4: Geometrie der Probekörper mit Abmessungen

Nachdem die Hybridkrone virtuell konstruiert wurde, erfolgte die Übertragung des Datensatzes mittels CAM-Software (Organical Mill 2.0, Organical CAD/CAM GmbH, Berlin, Deutschland) an eine 5-Achs-Fräsmaschine (Organical 5X, Organical CAD/CAM GmbH, Berlin, Deutschland). Aus einem Zirkonoxidrohling (Organic Zirkon transluzent, Organical CAD/CAM GmbH, Berlin, Deutschland) wurden 60 Probekörper für einem Fügeseit von 30 μm und 30 Probekörper für einem Fügeseit von 100 μm unter Luftkühlung herausgefräst. Anschließend erfolgte im Brennofen der Sinterbrand bei 1450 $^{\circ}\text{C}$ für 2 Stunden (Organical Heat S, Organical CAD/CAM GmbH, Berlin, Deutschland). In Tabelle 8 und 9 sind die chemische Zusammensetzung und die physikalischen Eigenschaften der Probekörper nach der Sinterung dargestellt.

Tab. 8: Chemische Zusammensetzung des Zirkonoxids in %

ZrO ₂ /HfO ₂ /Y ₂ O ₃	Y ₂ O ₃	HfO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ O
>99,0	5,15 +/- 0,2	< 5,0	0,25 +/- 0,1	< 0,1	< 0,04

Tab. 9: Physikalische Eigenschaften des Zirkonoxids

Dichte	Biegefestigkeit	E-Modul	Wärmeausdehnung	Radioaktivität
>6,05 g/cm ³	1000 +/-200 MPa	210 GPa	11x10 ⁻⁶ /K	< 0,2 Bq/g

3.2.2 Verklebung der Bauteile mit Komposit

30 Probekörper mit einem Klebspalt von 30 µm wurden mittels Komposit mit den Titanbasen verklebt. Hierfür wurden die Titanbasen zum Schutz der Implantat-Abutmentverbindung und zur besseren Handhabung auf Laboranaloge eingeschraubt. Die Schultern der Titanbasen und Schraubenkanalöffnungen wurden zum Schutz vor Strahlsand mit Klebewachs abgedeckt. Die Klebeflächen sowohl der Titanbasen als auch der Probekörper wurden mit 50 µm Aluminiumoxid und einem Druck von 1,5 bar abgestrahlt. Nachfolgend wurden die Bauteile mit öl- und wasserfreier Druckluft gründlich gereinigt. Die Fügeflächen wurden mit einer Einwirkzeit von mindestens einer Minute mit Primern konditioniert - die Titanbasen mit Alloy Primer (Kuraray Noritake Dental Inc., Okayama, Japan) und die Probekörper mit Clearfil Ceramic Primer Plus (Kuraray Noritake Dental Inc., Okayama, Japan). Anschließend wurden die Pasten A und B des Befestigungskomposits (Panavia F 2.0, Kuraray Noritake Dental Inc., Osaka, Japan) in einem Verhältnis von 1:1 angemischt und auf die zu verklebenden Flächen aufgetragen. Nach dem Zusammenfügen der Bauteile wurden die Überschüsse entfernt und ein Sauerstoffinhibitor (Oxyguard II, Kuraray Noritake Dental Inc., Osaka, Japan) wurde im Schraubenkanal und an der Klebefuge aufgetragen. Nach einer Abbindezeit von 20 Minuten wurden die Proben ausgearbeitet und poliert (vgl. Abb. 5).

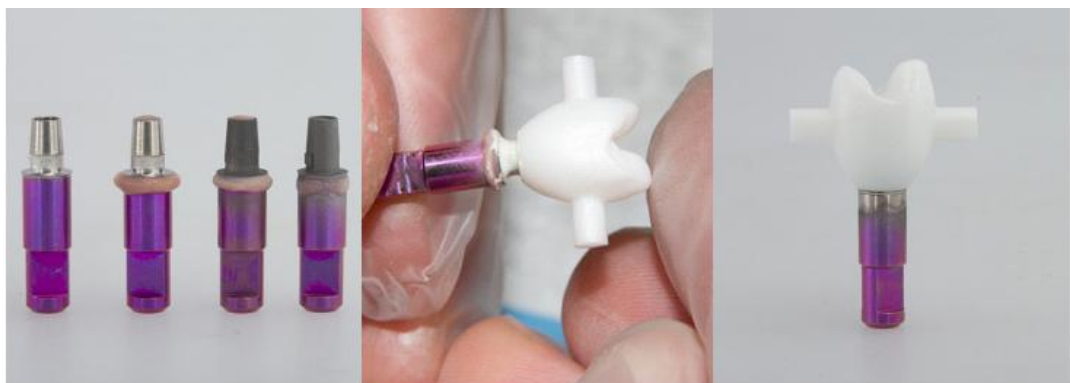


Abb. 5: Sandstrahlen der Titanbasis (links), Fügung nach Applikation des Befestigungskomposits (mittig), Zustand nach Entfernung der Überschüsse und Politur (rechts)

3.2.3 Fügung der Bauteile mit Glaslot

30 Probekörper mit einem Lotspalt von 30 µm und 30 Probekörper mit einem Lotspalt von 100µm wurden mittels Glaslot mit den Titanbasen gefügt. Analog dem Vorgehen beim Verkleben mit Komposit wurden die Titanbasen auf den Laboranalogen eingeschraubt und in den Schulterbereichen mit Klebewachs abgedeckt. Danach wurden die Schraubenkanalöffnungen zum Schutz vor einlaufendem Lot mit Brennwatte (DCMhotbond fix, Dental Creativ Management, Rostock, Deutschland) verschlossen. Anschließend wurden die Klebeflächen der Titanbasen und der Probekörper mit 50 µm Aluminiumoxid und einem Druck von 1,5 bar abgestrahlt. Nachfolgend wurden die Bauteile mit öl- und wasserfreier Druckluft gründlich gereinigt. Mit einem Abstand von 5-10 cm Entfernung wurden die Titanbasen anschließend mit Keramikspray (DCMhotbond fusio connect spray, Dental Creativ Management, Rostock, Deutschland) gleichmäßig besprüht (vgl. Abb. 6). Nach Fixierung der Titanbasen auf Brenntägern erfolgte der erste Brand entsprechend der folgenden Herstellerangaben:

- Starttemperatur: 450 °C
- Trocknen: 6 min
- Brenntemperatur: 800 °C
- Steigrate: 55 K/min
- Haltezeit: 1min
- Vakuum an: 450 °C bis 800 °C.



Abb. 6: Aufsprühen des Keramiksprays (links), Fixierung auf einem Brenntäger (mittig), Zustand nach dem Sinterbrand (rechts)

Nach dem Brand wurde die Passung der Probekörper auf den Titanbasen kontrolliert. Gegebenenfalls wurden Störstellen von der Zirkonoxidoberfläche abgetragen bis sich ein optimaler Randschluss erzielen ließ. Anschließend wurden die zwei Komponenten des Glaslots - Pulver (DCMhotbond fusio 12, Dental Creativ Management, Rostock, Deutschland) und Flüssigkeit (DCMhotbond fusio liquid, Dental Creativ Management, Rostock, Deutschland) - angemischt und auf die Klebeflächen im Überschuss

aufgetragen. Die Fugen wurden zirkulär mit einem Überschuss versehen, da das Material beim Sintern schrumpft (Hatjo et al., 2015). Die zusammengefügte Bauteile wurden mit den Titanbasen nach oben auf Brenntägern fixiert und entsprechend der folgenden Herstellerbrenndaten gesintert:

- Starttemperatur: 450 °C
- Trocknen: 30 min
- Brenntemperatur: 770 °C
- Steigrate: 40 K/min
- Haltezeit: 1 min
- Vakuum an: 450 °C bis 770 °C
- Langzeitabkühlung: mind. 15 min.

Abschließend wurden die Lotüberschüsse entfernt und die Ränder ausgearbeitet und poliert (vgl. Abb. 7).

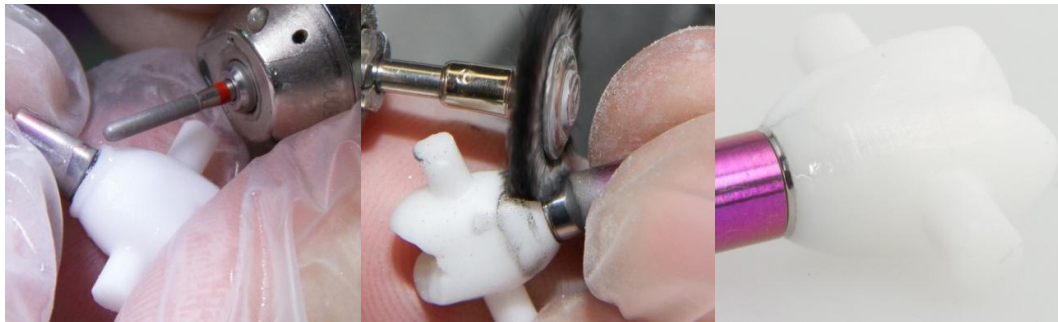


Abb. 7: Ausarbeitung und Politur im Bereich des Lotspaltes

3.2.4 Gruppeneinteilung

Nach dem Verkleben bzw. Verlöten wurden die Proben in drei Gruppen eingeteilt: 30 - verklebt mit Komposit, 60 – gefügt mit Glaslot, wobei die Hälfte einen Lotspalt von 30 µm und die restlichen 30 einen Lotspalt von 100 µm aufwiesen.

3.2.5 Vorbehandlung der Versuchsreihen

Zuerst wurden jeweils 10 Proben aus jeder Gruppe dreimal bei 134 °C und einem Druck von 3.1 bar für 3 min autoklaviert (DAC Universal, Sirona Dental Systems GmbH, Bensheim, Deutschland). Anschließend wurden alle Proben künstlich gealtert. Sie wurden für 60 Tage in Wasser bei 37 °C gelagert (Wärmeschrank BE 500, Memmert GmbH & Co. KG, Schwabach, Deutschland). Anschließend wurden die Proben im Thermozyklengerät (Thermowechsler mit Warm- und Kaltbad WEDC1V, Version 2.5, Willytec, SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Deutschland) zusätzlich

30.000 thermischen Belastungswechseln unterzogen (vgl. Abb. 8). Pro Zyklus verweilten die Proben für jeweils 30 s im auf 5 °C und 55 °C temperierten Wasserbad (Aqua dest.) (Ebert et al., 2007). Die dazwischen liegende Abtropfzeit von 5 s verhinderte ein Vermischen der beiden Wasserbäder.

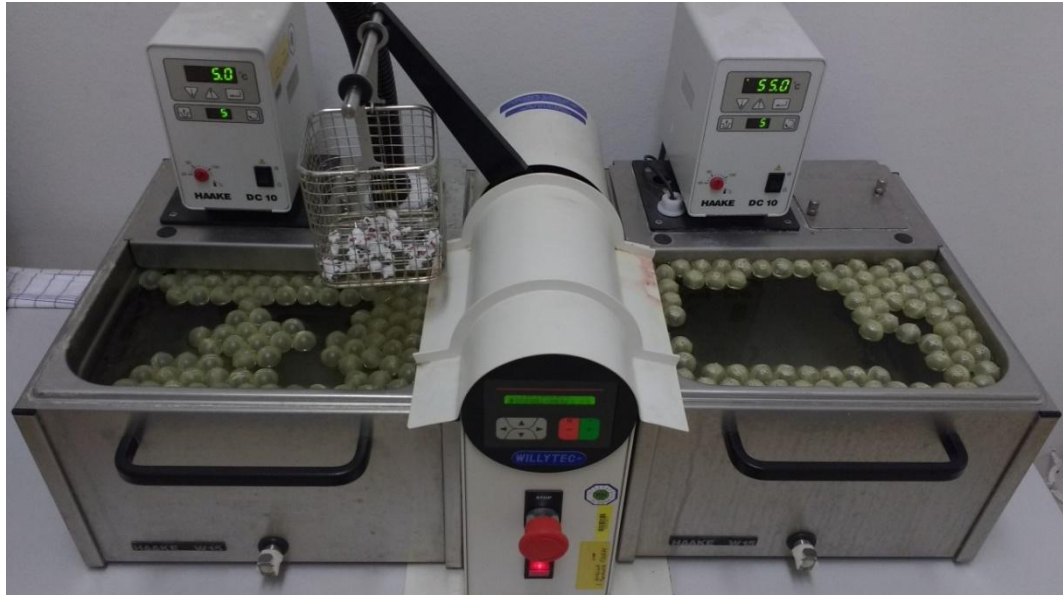


Abb. 8: Proben im Thermozyklriergerät

Die 10 autoklavierten Proben jeder Gruppe, sowie je 10 weitere Proben aus jeder Gruppe wurden zusätzlich mechanisch belastet. Dafür wurde ein vierkammeriger, zweiachsiger Willytec Kausimulator (CS-4.4, SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Deutschland) verwendet. In dafür angefertigten Haltevorrichtungen wurden Implantatanaloga (K 3010.4300, Camlog Biotechnologies AG, Basel, Schweiz) fixiert, worauf die Proben eingeschraubt wurden. Als Antagonist wurden Aluminiumoxidkugeln (Präzisionskugel F 610-84500-0, Friatec AG, Mannheim, Deutschland) mit 5 mm Durchmesser verwendet. Die Kugeln wurden mittig auf den Probekörpern mit Klebewachs fixiert, so dass sich je ein Kontaktpunkt außerhalb der Schraubenkanalöffnung auf dem vestibulären und oralen Höckerabhang ergab. Danach erfolgte die Fixierung der Haltevorrichtungen mit den Proben und den Antagonistenkugeln im Kausimulator. Mittels Kaltpolymerisat (Pala X Press, Heraeus Kulzer, Hanau, Deutschland) wurden individuelle Antagonistenfassungen hergestellt und an der oberen Traverse im Kausimulator fixiert. Anschließend wurden nach Herunterfahren der oberen Traverse die Antagonistenkugeln aus Aluminiumoxid mittels Modellierkunststoff (Pattern Resin LC, GC Amerika Inc., Alsip, IL, USA) in den entsprechenden Fassungen einpolymerisiert. Die Position wurde als Nullposition im

Kausimulator eingestellt. Anschließend wurden die Wachsreste entfernt und die Antagonistenkontakte mit Okklusionspapier geprüft. Jede der 60 zu alternden Proben wurde darauffolgend 1,2 Mio. Belastungszyklen (vertikaler Hubweg 2 mm, lateraler Hubweg 0,7 mm, vertikale und laterale Hubgeschwindigkeit 55 mm/s) mit einer mittleren funktionellen Kaukraft von 50 N ausgesetzt (Kelly et al., 1995; Heintze et al., 2011). Dies entspricht einer Tragedauer von fünf Jahren. Die mechanischen Belastungen wurden im Speichelbad (Glandosane: Aqua dest. 1:2; cell pharm GmbH, Bad Vilbel, Deutschland) bei Raumtemperatur durchgeführt (vgl. Abb. 9).

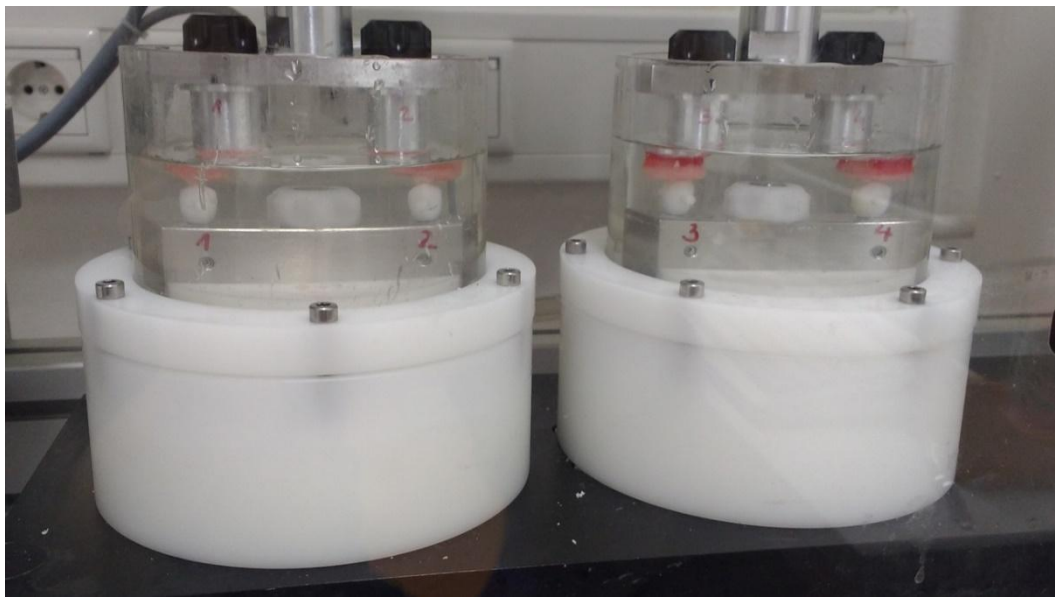


Abb. 9: Proben im Kausimulator

Die 10 verbliebenen Proben jeder Gruppe wurden außer der Alterung keinen weiteren Maßnahmen unterzogen. Sie bildeten die Kontrollgruppe.

Die Aufteilung der Proben in die jeweiligen Untergruppen ist in Abbildung 10 nochmals schematisch dargestellt.

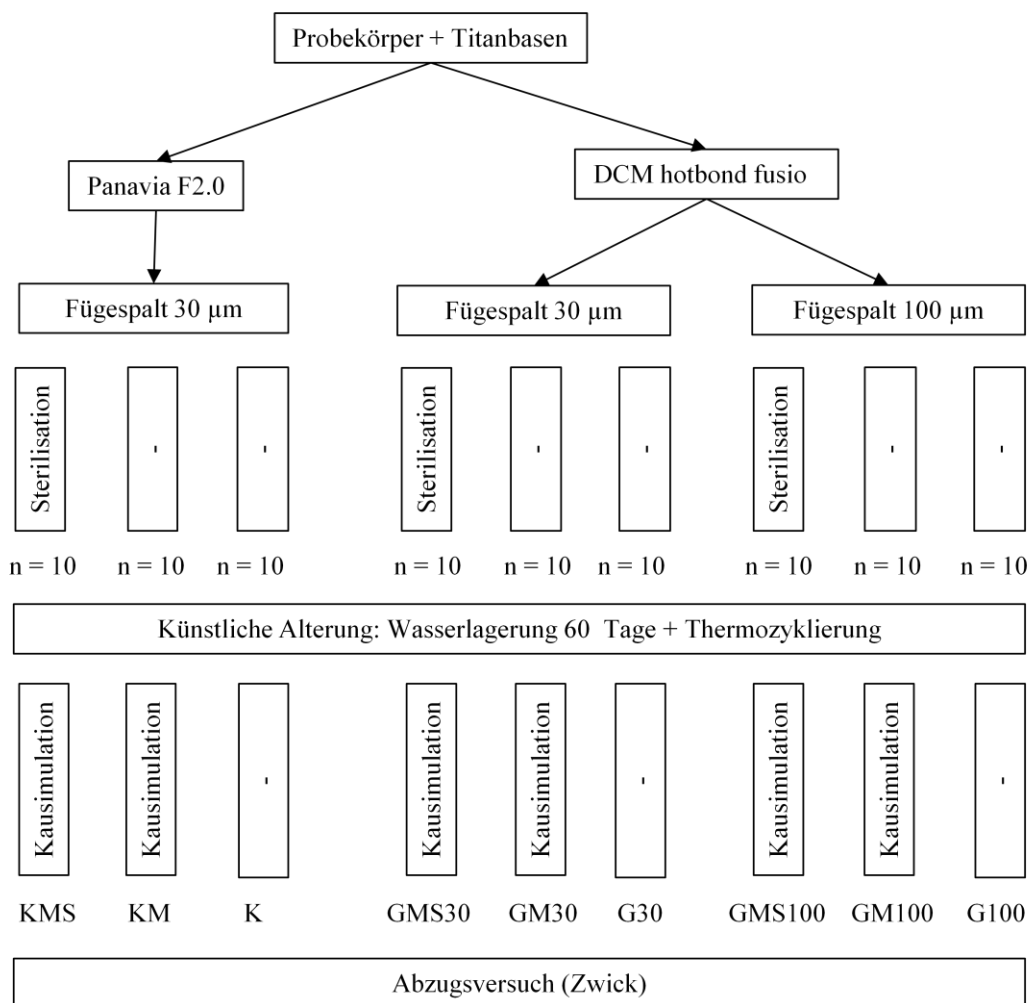


Abb. 10: Aufteilung der Proben in Untergruppen

3.2.6 Ermittlung der Retentionskraft

Anschließend wurde die Retentionskraft zwischen Titanbasis und Probekörper aller 90 Proben quantifiziert. Dafür wurde ein Implantatanalog an der unteren Traverse der Universalprüfmaschine ZWICK/Roell Z010 (Zwick GmbH & Co. KG, Ulm, Deutschland) fixiert. Darauf wurde die Hybridkrone eingeschraubt und ausgerichtet. An der oberen Traverse, an der eine Kraftmessdose angeschlossen war, wurde eine Stahlkette eingeschraubt. Diese ließ sich mit einer individuell gefrästen Probenfassung ankoppeln. Vor dem Abzugsversuch wurde die obere Traverse an die Probe herangefahren und zentriert. In dieser Position wurden die Kräfte auf null eingestellt. Anschließend wurden die Abzugsversuche mit einer Geschwindigkeit von 2 mm/min durchgeführt, bis sich der Probekörper von der Titanbasis löste (vgl. Abb. 11). Zur Datenerfassung und Datenverarbeitung wurde die Prüfsoftware testXpertII V2.2 (ZWICK GmbH & Co. KG,

Ulm, Deutschland) herangezogen. Neben der Ausgabe der maximalen Retentionswerte (F_{max} in N) erfolgte für jede Probensubgruppe (10 Hybridkronen) automatisch die Berechnung des arithmetischen Mittelwertes.



Abb. 11: links Probe nach dem Abzugsversuch; rechts gespannte Abzugsvorrichtung in der Universalprüfmaschine

3.2.7 Oberflächenanalyse

Für die Oberflächenanalyse wurden zwei Verfahren angewendet: 1. Rasterelektronenmikroskopie (Rasterelektronenmikroskop (REM) Supra 55 VP, Carl Zeiss Microscopy GmbH, Jena, Deutschland) zur Abbildung der Bruchflächen und 2. energiedispersive Röntgenspektroskopie (Octane Elite, EDAX, Mahwah, USA) zur Ermittlung der Elementzusammensetzung auf der mittels REM abgebildeten Oberfläche. Zur Analyse des Glaslotverbundes zwischen Titan und Zirkonoxid wurden die Bruchflächen von drei mit Glaslot gefügten Titanbasen aus der Gruppe GMS100 (Lotspaltbreite 100 μm nach Sterilisation und künstlicher Alterung) analysiert. In einem ersten Schritt wurde die Rotationsnocke der Proben charakterisiert. Es wurde hierbei versucht, einen möglichst großen Probenbereich abzubilden. Aufgrund der Größe und der rotationsymmetrischen Form ergaben sich sechs Messpositionen (vgl. Abb. 12). Es wurde jeweils ein EDX-Spektrum aufgenommen. Für die chemischen Elemente, Titan – Ti, Silizium – Si und Zirkonium – Zr wurde ein Mapping erstellt. Anhand des Element-

Mappings wurde anschließend eine quantitative Analyse durchgeführt (cell^F, Version 2.6 (Build 1200), Olympus Soft Imaging Solutions GmbH Münster, Deutschland). Der jeweilige Bedeckungsgrad bzw. der prozentuale Oberflächenanteil auf der Titanbasis wurde bestimmt.

EDX-Mapping

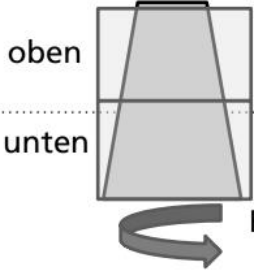
Probenserie:	Abutment
Gerätedaten:	Rasterelektronenmikroskop Supra 55 VP, ZEISS EDX - Octane Elite 30mm ² mit TEAM-Software, EDAX
Messparameter:	Beschleunigungsspannung: 15 kV Arbeitsabstand: 8,5 mm Aperturblende: 60 µm Präparation: C-Bedampfung
Probenbezeichnung	<div style="display: flex; align-items: center;"> <div style="margin-right: 10px;">oben</div>  </div> <div style="display: flex; align-items: center;"> <div style="margin-right: 10px;">unten</div> </div>

Abb. 12: Einstellungen für das EDX-Mapping

3.2.8 Statistik

Zur Auswertung wurde das Statistikprogramm PASW Statistics 18 für Windows (IBM SPSS Incorporation, Chicago, USA) und Microsoft Office Excel 2010 (Microsoft Corporation, Redmond, USA) verwendet. Zunächst wurden alle aufgenommenen Werte mittels Kolmogorow-Smirnow-Test auf Normalverteilung überprüft und mit den Parametern Minimum (Min), Maximum (Max), arithmetischer Mittelwert (M), Standardabweichung (SD) und Varianz deskriptiv dargestellt. Die Überprüfung auf Varianzhomogenität erfolgte mit dem Levene-Test. Zur Auswertung der Retentionskräfte wurden die Gruppen-Mittelwerte miteinander verglichen (ANOVA mit Bonferroni- bzw. Tamhane-Korrektur). Das Signifikanzniveau wurde für alle Analysen für $p \leq 0,05$ als "signifikant" und für $p \leq 0,01$ als "hochsignifikant" festgelegt.

4. Ergebnisse

4.1 Abzugsverhalten

Alle Versuche konnten bis zum Versagen des Haftverbundes der Proben durchgeführt werden. Die Kraft-Wege-Diagramme der unterschiedlichen Gruppen zeigten keinen differierenden Verlauf. Ein repräsentatives Diagramm ist in Abbildung 13 dargestellt. Erkennbar ist ein nahezu linearer Anstieg der Kraft bis zum abrupten Kraftabfall beim Versagen der Verbindung zwischen Titanbasis und Probekörper.

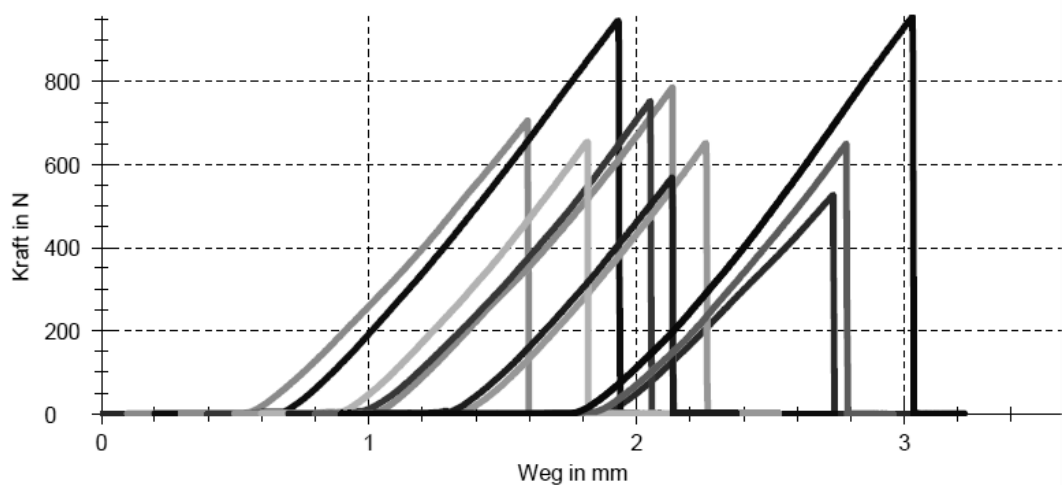


Abb. 13: Kraft-Wege-Diagramm einer repräsentativen Gruppe (Kontrollgruppe G30 Glaslot mit Lotspalt 30 μm nach Wasserlagerung und Thermozyklierung)

4.2 Retentionskräfte

Eine Probe aus der Gruppe K und eine Probe aus der Gruppe GM100 wiesen einen Fehlverbund auf. Ihre Retentionskräfte lagen unterhalb von 10 N. Beide Proben wurden bei der statistischen Auswertung nicht mehr berücksichtigt.

Der Kolmogorov-Smirnov-Test ergab, dass die Messwerte in allen Gruppen einer Normalverteilung entsprachen. In Tabelle 10 sind die berechneten Mittelwerte und Standardabweichungen sowie minimal und maximal gemessene Retentionskräfte der einzelnen Gruppen zusammengefasst.

Tab. 10: Deskriptive Statistik der Retentionskraftmessungen

Versuchsreihe		n	Mittelwert in N	Standard- abweichung	Min in N	Max in N
Komposit	K	9	692,33	285,97	426	1310
	KM	10	955,30	367,22	293	1450
	KMS	10	1024,90	440,28	403	1440
Glaslot mit 30 μm Lotspalt	G30	10	719,70	144,21	526	956
	GM30	10	643,10	143,69	300	782
	GMS30	10	699,70	213,31	258	906
Glaslot mit 100 μm Lotspalt	G100	10	746,70	136,77	530	947
	GM100	9	638,33	239,39	185	1030
	GMS100	10	695,80	136,89	453	929

Bei den ausschließlich gealterten Proben, welche den Abzugsversuchen nach Wasserlagerung und Thermozyklierung unterzogen wurden, erreichten die mittleren Retentionskräfte für die Gruppe K mit $692,33 \pm 285,97$ N die niedrigsten, und für die Gruppe G100 mit $746,70 \pm 136,77$ N die höchsten Werte. Nach der mechanischen Belastung wurde eine Steigerung des Mittelwertes der Gruppe KM um $> 37\%$ im Vergleich zur Kontrollgruppe K gemessen. Diese ging mit einer erhöhten Streuung der Messwerte einher ($p = 0,410$). Zwischen den Glaslotgruppen, GM30 im Vergleich zu G30, wurde hingegen eine Verringerung der mittleren Abzugskräfte in einer Größenordnung von 10% ermittelt ($p = 0,970$). Zwischen den Glaslotgruppen, GM100 im Vergleich zu G100, ist es ebenfalls zu einer Verringerung der mittleren Abzugskräfte, hier in einer Größenordnung von 15% gekommen ($p = 0,568$). Die mittels Komposit verklebten Proben KM wiesen nach der mechanischen Belastung höhere Werte auf als die mit dem Glaslot gefügten Proben GM30 und GM100 ($p = 0,044$ bzw. $p = 0,048$).

Bei den initial sterilisierten Proben wiesen die verklebten KMS im Mittel höhere Abzugskräfte auf als die gelöteten GMS30 und GMS100 ($p = 0,158$ bzw. $p = 0,131$). Weiterhin bestand bei den verklebten Proben eine hohe Standardabweichung (vgl. Tab. 10). Im Vergleich zur Kontrollgruppe K waren die mittleren Kräfte um 48% angestiegen ($p = 0,189$).

Zwischen den Glaslotgruppen, GMS30 im Vergleich zu G30, wurde eine Verringerung der mittleren Abzugskräfte in einer Größenordnung von 3% ermittelt ($p = 1$). Zwischen den Glaslotgruppen, GMS100 im Vergleich zu G100, ist es ebenfalls zu einer Verringerung der mittleren Abzugskräfte, hier in einer Größenordnung von 7% gekommen ($p = 1$). In dem folgenden Boxplotdiagramm (vgl. Abb. 14) sind die im Zugtest erhaltenen Mittelwerte und Standardabweichungen grafisch dargestellt.

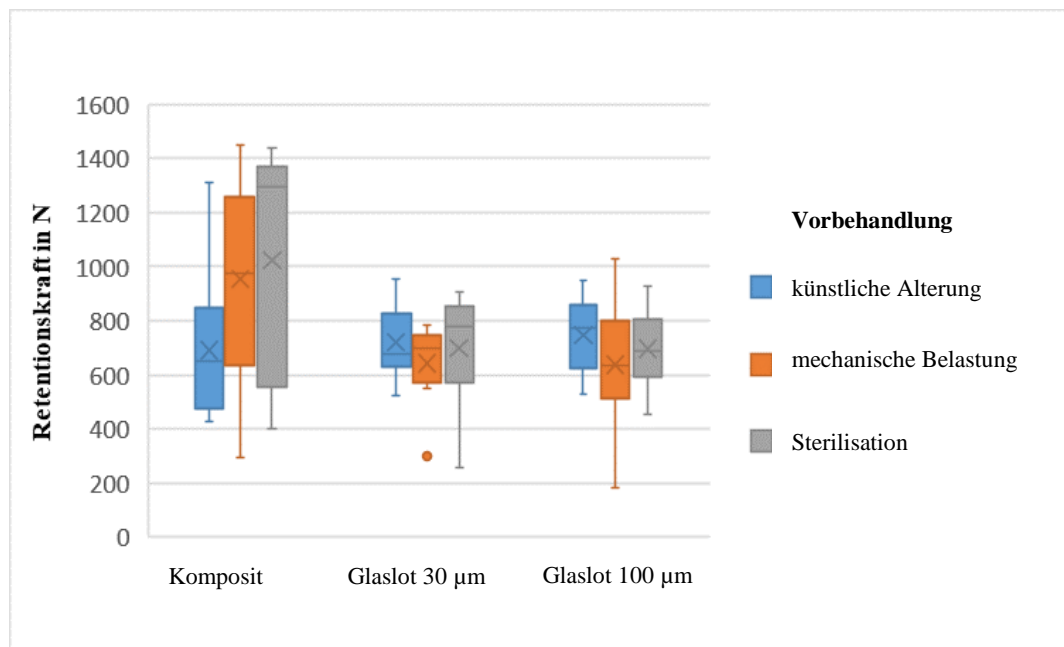


Abb. 14: Retentionskräfte der Proben

4.3 Oberflächenanalyse mittels Rasterelektronenmikroskop und energiedispersiver Röntgenspektroskopie

Die Energiedispersive Röntgenspektroskopie basiert auf den Energieunterschieden der entstandenen Röntgenstrahlen und liefert ein typisches Signalspektrum. Die Signale können aufgrund ihrer unterschiedlichen Lage verschiedenen chemischen Elementen zugeordnet werden. In Abbildung 15 ist exemplarisch das EDX-Spektrum eines Ausschnitts der Bruchfläche einer Titanbasis aus der Gruppe GMS100 dargestellt. Aus der graphischen Darstellung sind hohe Anteile an Sauerstoff und Silizium ersichtlich. Des

weiteren wurden sämtliche von den Herstellern genannten Elementen in niedrigen bis mäßigen Konzentrationen nachgewiesen. Bemerkenswerterweise wurde Zink detektiert, obwohl das Element nach Herstellerangaben in keinem der Ausgangsstoffe enthalten ist.

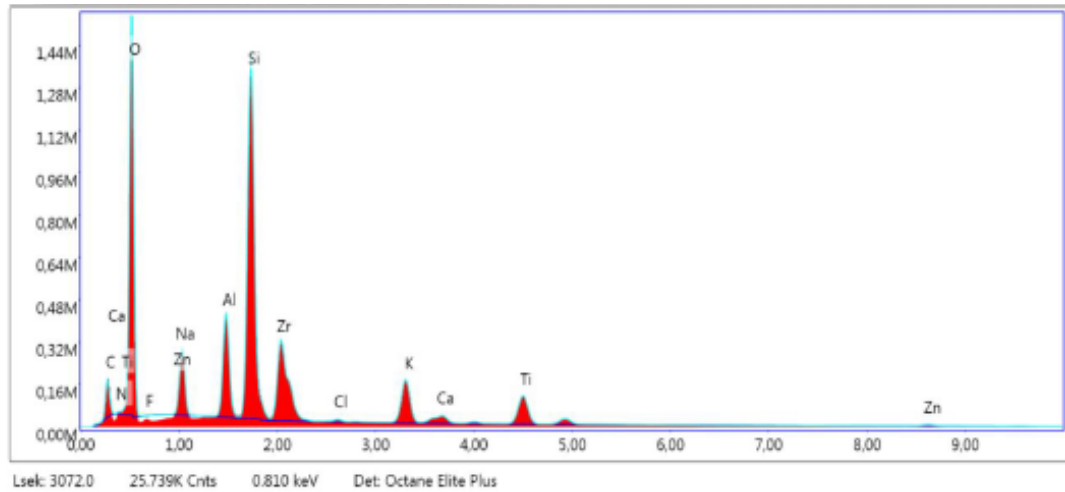


Abb. 15: EDX-Spektrum

In Tabelle 11 ist die entsprechende quantitative Elementauswertung des oben gezeigten EDX-Spektrums dargestellt. Die Bruchflächen zeigten höhere Anteile an Zirkonium und Silizium im Vergleich zum Titan.

Tab. 11: Repräsentative quantitative Elementanalyse anhand des EDX-Spektrums

Element	Gewicht%	Atom%	Error%
C	4,0	8,7	7,0
N	0,0	0,0	100,0
O	26,4	42,5	5,7
F	0,0	0,0	100,0
Na	4,3	4,9	3,3
Al	6,4	6,2	2,2
Si	23,7	21,7	2,0
Zr	14,7	4,2	1,5
Cl	0,3	0,2	4,8
K	7,8	5,1	2,0
Ca	1,7	1,1	2,7
Ti	8,5	4,6	2,0
Zn	2,1	0,8	5,3

Elementverteilungsbilder des korrespondierenden Titanbasisausschnittes werden in Abbildung 16 dargestellt. Sie spiegeln farbkodierte Konzentrationsabhängigkeit der Elemente Titanium (türkis), Silizium (violett) und Zirkonium (rostfarbig) wieder. Dabei stehen intensive Farben für hohe Konzentration des jeweiligen Elements, während in den schwarzen Bereichen das Element unterhalb der Nachweisgrenze (ca. 0,5%) liegt. Hohe Titankonzentrationen (Bild links) sind dementsprechend nur kleinflächig mittig und auf der Kante der Titanklebebasis zu sehen. Großflächige Bereiche sind von Silizium (mittleres Bild) und Zirkonium (Bild rechts) bedeckt.

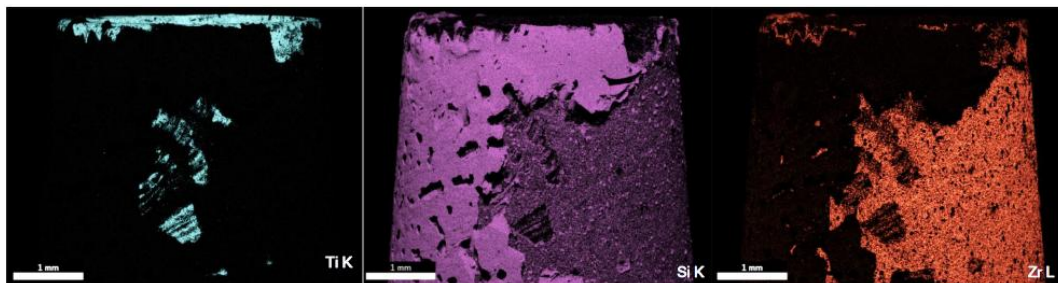


Abb. 16: Verteilung der Elemente Ti, Si und Zr mittels EDX-Mapping. Helle Bereiche kennzeichnen einen höheren Anteil des jeweiligen Elements.

In Tabelle 12 sind die Ergebnisse der quantitativen Auswertung der untersuchten Titanbasen zusammengefasst. Alle drei Proben zeigen vergleichbare Oberflächenzusammensetzung. Silizium variiert zwischen 31% und 74% (Mittelwert: 50,91%) und Zirkonium zwischen 11,3% und 60% (Mittelwert: 38,83%). Mit durchschnittlich 3,75% ist der Anteil an Titan auf der Oberfläche sehr niedrig.

Tab. 12: Quantitative Auswertung der Elementverteilungsbilder

		P1	P2	P3	Mittel aller Proben
Si	MW	44,92%	50,59%	57,21%	50,91%
	Max	62,79%	73,75%	71,20%	
	Min	31,06%	38,84%	49,40%	
	Stabw	12,79%	13,05%	7,83%	
Ti	MW	1,95%	6,44%	2,85%	3,75%
	Max	5,23%	26,78%	10,07%	
	Min	0,04%	0,09%	0,02%	
	Stabw	2,28%	10,18%	3,79%	
Zr	MW	41,87%	40,17%	34,46%	38,83%
	Max	59,60%	57,59%	52,63%	
	Min	23,34%	16,59%	11,31%	
	Stabw	13,66%	16,34%	17,48%	

Abbildung 17 zeigt die zu der Abbildung 16 entsprechende REM-Sekundärelektronenaufnahme. Neben einer Porenbildung ist eine gemischt adhäsiv-kohäsive Fraktur zwischen dem Glaslot und dem Zirkonoxid erkennbar.

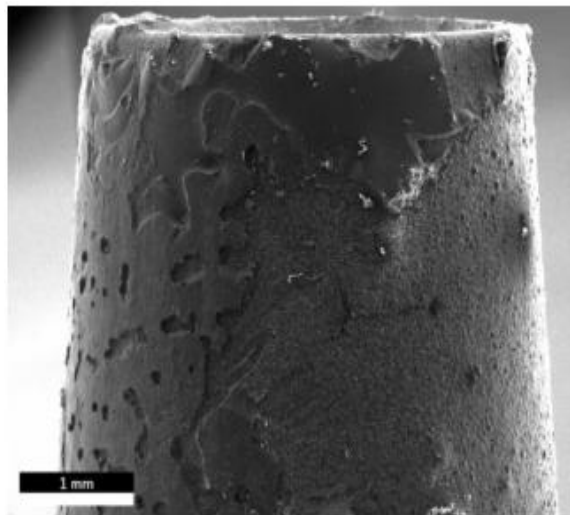


Abb. 17: REM-Sekundärelektronenaufnahme

Basierend auf den Ergebnissen der REM – Aufnahme und der EDX-Analyse lässt sich für die Gruppe GMS100 auf einen Bruch im Bereich der Grenzschicht zwischen Glaslot und Zirkonoxid schließen.

5. Diskussion

5.1 Zusammenfassung der Hauptergebnisse

Das Ziel dieser Untersuchung war die Retentionskräfte von mit einem Komposit verklebten im Vergleich zu mit einem Glaslot gelöteten Hybridkronen unter dem Aspekt der Sterilisation, künstlichen Alterung und mechanischen Belastung zu ermitteln. Die Abzugsprüfung ergab keine relevanten Unterschiede zwischen den beiden Verbindungsmethoden. Die Vergrößerung des Lotspaltes zeigte keinen Einfluss auf die Retentionskräfte bei den mit Glaslot gelöteten Proben. Die Sterilisation und angewandten mechanischen Belastungen führten lediglich zur Erhöhung der Standardabweichung bei den verklebten Abutments, aber nicht zu einem Abfall der mittleren Retentionskräfte.

5.2 Diskussion der Ergebnisse

5.2.1 Retentionskräfte bei adhäsiv verklebten Proben

Bei den adhäsiv verklebten Proben wurde nach 60 Tagen Wasserlagerung und 35.000 Zyklen Temperaturwechselbelastungen ein Mittelwert von 692,33 N ermittelt. Dieser Wert liegt in einer Größenordnung wie er auch in anderen Studien festgestellt wurde. So fanden Mehl et al. Retentionskräfte von 687,7 N, Arce et al. von 595,5 N und Gehrke et al. von 532,4 N (Gehrke et al., 2014; Arce et al., 2018; Mehl et al., 2018). In allen drei Studien wurde eine vergleichbare künstliche Alterung durchgeführt. Ebert et al. fanden dagegen höhere mittlere Retentionswerte von 1182,6 N (Ebert et al., 2007).

In Übereinstimmung mit Zenthöfer et al. wurde nach Kausimulation bei den adhäsiv verklebten Proben kein Wertabfall (Zenthöfer et al., 2018), sondern ein Wertanstieg beobachtet ($p = 0,410$). Allerdings zeigten die Proben der vorliegenden Studie eine starke Standardabweichung. Bublak konnte ebenfalls keinen negativen Einfluss auf dem adhäsiven Verbund nach Kausimulation feststellen (Bublak, 2007). Al-Shehri et al. beobachteten dagegen einen negativen Einfluss der mechanischen Belastung auf den adhäsiven Verbund (Al-Shehri et al., 2017). Dies könnte auf Mikrorisse infolge mechanischer Spannungen zurückzuführen sein.

In der vorliegenden Untersuchung konnte kein negativer Einfluss der Autoklavsterilisation bei 134 °C auf den adhäsiven Verbund festgestellt werden. Dies steht im Einklang mit den Beobachtungen von Fadanelli et al., welche auch über einen leichten Anstieg der Retentionskräfte von Klebeabutments nach Sterilisation (15 Minuten

bei 121 °C) berichteten. Eine Ursache hierfür könnte die Zunahme der Wasserabsorption des Befestigungskomposits bei steigenden Temperaturen sein, die mit einer Quellung einhergeht. Aber auch eine weitere Auspolymerisierung durch die Hitzezufuhr und somit eine stabilere Vernetzung werden diskutiert (Kim et al., 2013).

5.2.2 Retentionskräfte bei gelöteten Proben

Die Retentionskräfte der Proben aus der Gruppe der gelöteten zweiteiligen Abutments können mit der Literatur nicht verglichen werden, da es noch keine Untersuchungen mit vergleichbarem Studiendesign zu dieser Thematik gibt. Bis dato sind zwei Studien bekannt, die sich mit der Fügung von Titan und Zirkonoxid mittels Glaslot beschäftigten. Mick et al. untersuchten die Biegefestigkeit des Glaslotverbundes zwischen Titan und Zirkonoxid. Dafür wurden Titan- und Zirkonoxidzylinder mit Durchmessern von 10 mm hergestellt und an der Grund- bzw. Deckfläche sandgestrahlt. Ein Teil der Proben wurde an den konditionierten Verbindungsflächen mit Glaslot zusammengefügt und der Rest mit dem Komposit NimeticCem adhäsiv verklebt. Nach unterschiedlicher Vorbehandlung - Wasserlagerung für 30 oder 60 Tage und Alterung bei 70 °C unter 4,9 bar wurde im 4-Punkt-Biegetest die Biegefestigkeit des Verbundes ermittelt. Der Glaslotverbund zeigte hierbei Festigkeitswerte von 104 bis 119 MPa, die bis zu sechsmal höher waren als die ermittelten Werte in der Gruppe der verklebten Proben, die zwischen 13 bis 30 MPa lagen (Mick et al., 2015). Vu et al. testeten in einem anderen Versuchsaufbau die Scherfestigkeit der Glaslotfügung von Titan und Zirkonoxid. Dafür verwendeten sie Titan- und Zirkonoxidzylinder mit Durchmessern der Grund- bzw. Deckfläche von 5 mm. Nach Sandstrahlen dieser Verbindungsflächen wurden die Proben in Gruppen eingeteilt. In der Kontrollgruppe wurden die Proben mit dem Komposit RelyX U200 adhäsiv verklebt, während in den restlichen Gruppen eine Fügung mit unterschiedlicher Zusammensetzung des Glaslotes vorgenommen wurde. Zu 91% bestand das Glaslot aus Siliziumdioxid, Bortrioxid, Aluminiumoxid, Natriumoxid und Kaliumoxid. Der Zusatz von 1 wt% Eisen(III)-oxid sowie von jeweils 1 wt% Eisen(III)-oxid und 1 wt% Bismut(III)-oxid wurde untersucht. Bei der Scherfestigkeitsprüfung in einer Universalprüfmaschine wurden in den Gruppen der gelöteten Proben Scherfestigkeitswerte von 14 bis 17 MPa ermittelt, die teilweise doppelt so hoch waren als die Werte bei den mit Komposit verklebten Proben, die bei ca. 8 MPa lagen (Vu et al., 2019). Die in der vorliegenden Arbeit gemessenen Kräfte in N für die gelöteten Proben könnten unter Beachtung der Lotfläche (ca. 50,3 mm²) in MPa umgerechnet werden. Es ergibt sich:

$$1 \text{ N mm}^{-2} = 1 \text{ MPa}$$

$$746,70 \text{ N}/50,3 \text{ mm}^2 = 14,85 \text{ MPa}$$

Damit decken sich die vorliegend gefundenen Ergebnisse mit den Ergebnissen von Vu et al. Zu beachten ist aber, dass es sich um unterschiedliche Testverfahren handelt und um Proben mit unterschiedlichen Geometrien, die nicht direkt miteinander vergleichbar sind. Bedingt durch die geschlossene Ringstruktur der Klebebasen in der vorliegenden Untersuchung wären bei den Proben höhere Kräfte zu erwarten, als bei den gefügten Zylindern (Zenthöfer et al., 2018).

Bemerkenswerterweise zeigte die Kausimulation bei den gelöteten Proben keinen Einfluss auf die Retentionskräfte. Keine der Proben versagte während der mechanischen Belastung. Eine zu erwartende strukturelle Schwächung der keramischen Glaslotmasse durch mechanische Ermüdung wurde nicht beobachtet.

Nach der Autoklavsterilisation bei 134 °C war ebenfalls keine Beeinträchtigung des Glaslotverbundes zu erkennen. Analog konnten Mick et al. keinen negativen Einfluss der Alterung bei 70 °C unter 4,9 bar auf die mit Glaslot gefügten Proben feststellen (Mick et al., 2015).

Allgemein ist die Vergleichbarkeit mit der Literatur durch zahlreiche in den unterschiedlichen Studien differierende Faktoren, die die Verbundfestigkeit beeinflussen können, sehr erschwert. Dazu zählen Differenzen bezüglich Aufbau und Art der verwendeten Implantatsysteme, Geometrie und Größe der Proben einschließlich Oberflächenvorbehandlung, künstliche Alterung und Testmethode. Die Vielfalt der Faktoren und ihre Kombinationsmöglichkeiten mögen der Grund dafür sein, dass bisher keine verbindlichen minimalen Grenzwerte für die Abzugskräfte bei Klebeabutments definiert worden sind (Holstermann, 2015).

In der Literatur werden bei jungen männlichen Probanden für die Region des Kauzentrums (erste Molaren) maximale Beißkräfte in einer Größenordnung von 880 N und für den Frontzahnbereich (erster Inzisivus) Werte von etwa 280 N genannt. Bei Frauen wurden deutlich niedrigere Kräfte ermittelt (Ahlberg et al., 2003). Alle in dieser Studie ermittelten Werte liegen oberhalb der zu erwartenden Beißkräfte im Frontzahnbereich. Nur für die Gruppen mit Kausimulation und Sterilisation bei den verklebten Abutments wurden Retentionskräfte oberhalb der zu erwartenden maximale Kaukräfte ermittelt. Es handelt sich bei den gemessenen Kaukräften allerdings um Druck-

und Scherkräfte und bei den gemessenen Werten in dieser Studie um Zug- und Scherkräfte.

5.2.3 Einfluss des Klebe- bzw. Lotspaltes

Bei Klebeabutments hat sich ein Spalt von 30 µm etabliert (Ebert et al., 2007; von Maltzahn et al., 2016). In einer Studie von Ebert et al. zeigte ein Klebespalt von 30 µm einen statistisch signifikanten Einfluss auf die Steigerung der Retention im Vergleich zu einem Klebespalt von 60 µm. Mehl et al. verglichen die Retentionskräfte bei Klebespalten von 60 µm und 100 µm und beobachteten einen besseren Haftverbund bei einem Klebespalt von 60 µm (Mehl et al., 2018). Beim Löten mit DCMhotbond weist der Hersteller allerdings darauf hin, dass ein Lotspalt unter 100 µm und über 300 µm kontraindiziert ist. Bei der Hälfte, der mit Glaslot gefügten Proben, wurde dennoch der für Komposite empfohlene Lotspalt von 30 µm verwandt, um den Verbund beim Unterschreiten der geforderten Spaltbreite zu quantifizieren bzw. einen von den Spaltbreiten unabhängigen Vergleich zu ermöglichen. Bei der anderen Hälfte wurde die geforderte Mindestspaltbreite von 100 µm eingehalten. In der vorliegenden Untersuchung ergab die Breite des Lotspalts keinen relevanten Einfluss auf die Retentionskräfte, sowohl bei den ausschließlich gealterten Proben, als auch bei den sterilisierten und den mechanisch belasteten. Allerdings muss man beachten, dass die Zirkonoxidklebeflächen bei den Proben mit 30 µm Lotspalt teilweise nachgeschliffen wurden, wenn ein optimaler Randschluss nach dem Auftragen des Titansprays nicht möglich war. Somit ist eine Aussage über den Einfluss des Lotspalts nur eingeschränkt möglich.

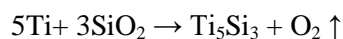
5.2.4 Oberflächenanalyse mittels Rasterelektronenmikroskop und energiedispersiver Spektroskopie

Abzugsversuche ermöglichen quantitative Aussagen über die Verbundfestigkeit, geben jedoch keine Information über die Frakturmechanismen. Die Qualität der Bindung zwischen den einzelnen Werkstoffen und welche Komponenten im Einzelnen versagt haben, lassen sich mit Hilfe von fraktographischen Analysen darstellen (Della Bona et al., 2003). Die Bruchflächenanalyse liefert wichtige Informationen über die Schwachstellen der Verbundmethoden und zeigt die Bereiche mit Optimierungsbedarf. Geeignete

Methoden sind unter anderem die Oberflächenanalyse mit Hilfe von Rasterelektronenmikroskop (REM) und die Elementenbestimmung mittels energiedispersiver Spektroskopie (EDX).

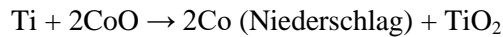
Bei der REM wurde die vergrößerte Oberfläche der Titanklebebasis mit Elektronenstrahlen abgebildet. Dabei wird die Wechselwirkung zwischen Elektron und Oberfläche (Streuung, Reflexion oder Auslösen von anderen Elektronen) für die Abbildung genutzt. Mit diesem Verfahren kann eine hohe Schärfentiefe erzielt werden, aber keine Differenzierung zwischen den Elementen.

Wenn ein Elektron mit sehr hoher Energie auf die Oberfläche trifft, löst es so genannte Röntgenquanten aus, die für die Elektronenschale des eingebundenen Atoms charakteristisch sind. Es entsteht Röntgenstrahlung. Anhand des Spektrums der Röntgenstrahlung kann man mittels EDX Rückschlüsse auf die Elemente an der Oberfläche der Probe ziehen. Die in der hiesigen Studie beobachtete Porenbildung in den REM-Aufnahmen bei den mit Glaslot gefügten Proben deckt sich mit der Literatur. In einer Untersuchung von Hatjo et al. zur Fügung von Zirkonoxid und Lithiumdisilikatkeramik mittels Glaslot war in den REM-Aufnahmen ebenfalls starke Porenbildung zu erkennen. Diese sei auf die während des Sinterbrandes verdampfende Restfeuchtigkeit der Glaslotkomponenten zurückzuführen gewesen (Hatjo et al., 2015). Die Autoren postulieren, dass deshalb eine 100% homogene porenfreie Fügung nicht in jedem Fall möglich ist. Dieser Sachverhalt hat allerdings aufgrund der hohen Kraft des Sinterverbundes zwischen Zirkonoxid und Lithiumdisilikatkeramik keine klinisch relevanten nachteiligen Effekte auf die Gesamtstabilität gezeigt. Um einer möglichen Verfärbung der luftgefüllten Räume im Bereich der Sinterfuge vorzubeugen, wird es jedoch empfohlen den Randbereich nachträglich mit Glasurmasse zu überschichten und zu versiegeln (Hatjo et al., 2015). Nach den Überlegungen von Hong et al. könnten die in der Untersuchung festgestellten Poren (vgl. Abb.17) auch auf die Sauerstoffbildung bei folgender chemischer Reaktion von Titan und Siliziumdioxid zurückzuführen sein (Hong et al., 1989):



Zur Verbesserung der keramischen Verblendung von Titan wurden verschiedene Strategien entwickelt, um eine Sauerstoffbildung zu reduzieren. So wurde eine „Voroxidation“ von Titan mit der Schaffung einer 8 - 10 µm dicken Oxidschicht getestet, um die Reaktion vom Titan mit dem Siliziumdioxid zu umgehen. Als problematisch bei

diesem Vorgehen erwies sich die schlechte Haftung der Oxidschicht an der Titanoberfläche. Eine weitere Möglichkeit besteht im Hinzufügen von anderen Oxiden zu der Glasmasse wie z. B. Kobaltoxid, wodurch folgende chemische Bindung resultiert (Yates, 2016):



Durch die zusätzliche Verteilung des Kobaltniederschlags konnte Yates eine Verbesserung der Haftkräfte erzielen.

Die Oberflächenanalyse der Titanbasen in der vorliegenden Studie ergab ein Materialversagen vorrangig entlang der Grenzfläche Zirkonoxid-Glaslot. Dies deckt sich nicht mit den Ergebnissen anderer Autoren. Mick et al. untersuchten die Bruchflächen von zwei mit Glaslot gefügten Titan- und Zirkonoxidzylindern mittels REM und EDX (Mick et al., 2015). Das Vorhandensein von Silizium wurde als Indikator für Glaslotreste auf der Titan- bzw. Zirkonoxidoberfläche gewertet. Die Analyse ergab, dass der Verbund am häufigsten kohäsiv im Glaslot versagt hat. In manchen Bereichen wurde die Titanoxidschicht bei der Belastung beschädigt. Sowohl die Elektronenmikroskopie als auch die EDX zeigten, dass mehr Glaslotreste auf der Zirkonoxid- als auf der Titanoberfläche verblieben waren. Somit erwies sich die Glaslot-Titan-Verbindung als Schwachstelle beim Löten von Titan und Zirkonoxid. Dies könnte laut den Autoren auf die Titanoxidation beim Brennen des Glaslotes zurückzuführen sein. Vu et al. untersuchten die Bruchflächen von mit Glaslot gefügten Titan- und Zirkonoxidzylindern optisch mittels Mikroskop mit 25-facher Vergrößerung (Vu et al., 2019). Materialversagen wurde entlang der Grenzfläche Titan-Glaslot beobachtet. Ursachen für die unterschiedlichen Ergebnisse könnten der differierende Versuchsaufbau und die Probengeometrie sein. Die Proben beider Studien wurden keiner künstlichen Alterung unterzogen.

5.3 Diskussion der Methode

5.3.1 Besonderheiten der adhäsiven Befestigung

Ein dauerhafter adhäsiver Verbund wird durch eine angemessene Vorbehandlung der zu verklebenden Werkstoffoberflächen gewährleistet. In der Literatur wurden viele unterschiedliche Methoden der Zirkonoxidvorbehandlung kontrovers diskutiert. Viele Studien belegten eine Verbesserung der Haftkraft zwischen Befestigungskomposit und

Zirkonoxid nach dem Sandstrahlen mit Aluminiumoxidpartikeln $\leq 50 \mu\text{m}$ und einem Druck zwischen 0,5 - 1 bar (Blatz et al., 2007; Stawarczyk et al., 2016). Im Gegensatz dazu postulieren manche Autoren, dass die Korundstrahlung zu Mikrorissen und Phasenumwandlung der Zirkonoxidkeramik von tetragonal auf monoklin und dadurch zur Reduktion der mechanischen Eigenschaften führen kann (Chintapalli et al., 2013). Um einen negativen Effekt der Korundstrahlung auszuschließen wurde von einigen Autoren die Verwendung eines Primers bzw. Befestigungskomposits mit einem Phosphatmonomer (z.B. MDP) als adäquate Oberflächenvorbehandlung empfohlen. Andere Autoren berichten über tribochemische Silikatisierung und anschließende Silanisierung der Oberfläche. In der vorliegenden Arbeit wurde die Zirkonoxidoberfläche mittels Sandstrahlen mit $50 \mu\text{m}$ Korund und einem Druck von 1,5 bar und anschließender Applikation von MDP-haltigem Primer (Clearfil Ceramic Primer Plus, Kuraray Noritake Dental Inc., Okayama, Japan) vorbehandelt.

5.3.2 Besonderheiten der Fügung mit Glaslot

Das Löten von Zirkonoxid und Titan mittels Glaslot wurde mit dem Hintergrund der Anwendung am Menschen in der Literatur noch nicht detailliert untersucht. Bis dato beschäftigten sich zwei Untersuchungen mit dieser Thematik (Mick et al., 2015; Vu et al., 2019). In der Studie von Mick et al. wurden die Lotflächen mit $110 \mu\text{m}$ Aluminiumoxidpartikeln und einem Druck von 2 bar sandgestrahlt und abgedampft, während die Proben von Vu et al. mit $110 \mu\text{m}$ Aluminiumoxidpartikeln und einem Druck von 3,5 bar sandgestrahlt und anschließend im Ultraschallbad für je 20 Minuten in Aceton, Alkohol und destilliertem Wasser gereinigt wurden.

Eine Besonderheit für den Verbund mit dem Zirkonoxid besteht in der Phasenumwandlung des Werkstoffes. So ist durch die Wärmebildung beim Sandstrahlen mit einer Änderung des WAK von ca. $10,5 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ in der tetragonalen Phase auf ca. $7 \cdot 10^{-6}/\text{K}$ in der monoklinen Phase zu rechnen. Der WAK des Glaslotes ist an dem tetragonalen Zustand der Keramik ausgerichtet. Deshalb könnte die Transformation zu unerwünschten Zugspannungen führen. Da bei erneuter Erhitzung der Keramik eine erneute Phasenumwandlung von monoklin in tetragonal zu erwarten ist, wurde in einigen Studien über Glaskeramikverblendung von Zirkonoxidgerüsten eine Hitzebehandlung nach der Sandstrahlung der Zirkonoxidarbeiten vorgenommen (Nishigori et al., 2014). Andere Autoren beobachteten keinen Einfluss der Hitzebehandlung nach Korundstrahlung auf die Haftwerte zwischen Verblendkeramik und Zirkonoxid (Doi et al., 2011). Um einer möglichen Oberflächenveränderung des Zirkonoxids durch

aggressives Sandstrahlen vorzubeugen, wurden die Proben in der hiesigen Studie mit 50 µm Aluminiumoxidpartikeln und einem Druck von 1,5 bar sandgestrahlt.

Auch der Verbund zum Titan ist kompromissbehaftet. Um eine übermäßige Oxidation des Titans zu verhindern, wurde zunächst ein Titanbinder aufgesprüht und im Keramikofen bei 780 °C unter Vakuum gebrand (Mick et al., 2015). In der vorliegenden Arbeit erfolgte der Brand gemäß den Herstellerangaben bei 800 °C. Eine übermäßige Erhitzung über 860 °C führt zur Phasenumwandlung des Titangefüges mit einer sprunghaften Volumenänderung und muss deshalb vermieden werden. Weiterhin ist die Zusammensetzung des Glaslotes von Bedeutung für den Verbund. Das in dieser Studie verwendete Glaslot besteht hauptsächlich aus Siliziumdioxid. Manche Autoren postulieren, dass das Reaktionsprodukt von Titan und Siliziumdioxid, das Titansilizid (Ti_5Si_3), einen vom Titan abweichenden WAK aufweist und die Schwachstelle der Glaslotverbindung darstellt (Brow et al., 1996). Ein alternatives Material, bei dem bessere Verbundeigenschaften beobachtet wurden, ist ein Glaslot auf Boroaluminatbasis. Mit diesem Material sind niedrigere Lotttemperaturen möglich. Der WAK des Lots ist ähnlich demjenigen von Titan und es entsteht kein Gasprodukt wie beim siliziumhaltigen Glaslot (Brow et al., 1988). Eine Anwendung am Menschen für dieses Glaslot ist jedoch nicht bekannt.

5.3.3 Künstliche Alterung

In der hiesigen Studie wurden alle Proben einer Wasserlagerung und Thermozyklierung unterzogen. Restaurationen unterliegen im feuchten Mundmilieu ständigen Temperaturschwankungen (Palmer et al., 1992). Die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von miteinander gefügten Werkstoffen führen zu Spannungen an den Verbundflächen. Dadurch wird Stress an den jeweiligen Grenzflächen generiert, im vorliegenden Fall an den Grenzflächen vom Komposit bzw. Glaslot, der den Verbund zwischen den gefügten Werkstoffen beeinträchtigen könnte. Um diesen Prozess in vitro nachzuvollziehen, hat sich die Methode der Temperaturwechselbelastung bewährt. Nach Crim et al. sollten sich bereits nach 2000 Zyklen klinisch relevante Auswirkungen auf die Randqualität manifestiert haben (Crim et al. 1985). In der vorliegenden Untersuchung wurden, wie in den zum Vergleich herangezogenen Untersuchungen auch, 30.000 thermische Lastwechsel durchgeführt um eine sichere Aussage über die Auswirkung der verschiedenen WAK auf den Verbund zu erhalten.

5.3.4 Kausimulation

Mit Hilfe des verwendeten Kausimulators, einem pneumatischen System mit zehn Probenkammern und kontrollierter Kraft- sowie Temperaturapplikation, lässt sich die mechanisch bedingte Alterung von Restaurationen in der Mundhöhle simulieren. Die Restaurationen wurden einer okklusalen Belastung von 1,2 Mio. Belastungszyklen bei einer mittleren Kaukraft in Höhe von 50 N ausgesetzt (Kelly et al., 1995; Heintze et al., 2011). Die Höhe der gewählten Kraftapplikation stellt eine etablierte Testgröße dar, die der realen Belastung innerhalb der Mundhöhle entspricht (Krejci et al., 1990; Stappert et al., 2007).

5.3.5 Sterilisation von zweiteiligen Abutments

Die Aufbereitung von Abutments ist in der Zahnmedizin noch ein umstrittenes Thema. In einer Studie von 2017 versuchen Canullo et al. bei einer Umfrage an 100 Universitäten weltweit Informationen über die Aufbereitungsverfahren von individualisierten Abutments der jeweiligen Einrichtungen zu evaluieren (Canullo et al., 2017). Von den Antworten der 85 Universitäten, die ein Feedback zurückgeschickt hatten, geht hervor, dass 22 (26%) der teilnehmenden Einrichtungen keine vereinheitlichte Reinigung, Desinfektion oder Sterilisation der individualisierten Implantatpfosten vor der intraoralen Anwendung vornehmen. Achtzehn Universitäten gaben ein standardisiertes Reinigungsverfahren an. In 48 Universitäten wird eine Desinfektion der Abutments durchgeführt. Neun Universitäten sterilisieren Abutments vor der Anwendung. Dabei erfolgt dies in sechs Universitäten in Autoklaven.

Um die Inhomogenität der weltweit angewandten Aufbereitungsverfahren zu eliminieren, wäre ein Konsensus über ein Standardvorgehen in Abhängigkeit vom Abutmentmaterial sinnvoll.

Eine geeignete Reinigungsmethode für CAD/CAM-Abutments sollte zur Entfernung von Auf- und Einlagepartikeln (Debris) sowie organischen und anorganischen Verunreinigungen durch Fräaserspan oder Kühlflüssigkeit ein bereits in der zentralen Fertigung durchgeführtes chemisches Waschprotokoll beinhalten (Kunz et al., 2016). Laborseitig gefertigte bzw. nachbearbeitete Implantatpfosten unterliegen laut den Autoren ähnlichen Kontaminationen (Strahlgut, Klebeüberschüsse, Handfett, Polier- bzw. Gummierückstände) und sollten deshalb analog behandelt werden. Anschließend sollte zumindest eine Reduktion der pathogenen Keime durch Desinfektion (thermisch oder

chemisch) vorgenommen werden. Idealerweise wäre die Sterilisation im Autoklaven die sicherste Methode um etwaige pathogene Keime zu eliminieren.

In der Literatur wird in diesem Zusammenhang kontrovers diskutiert, welchen Einfluss eine Autoklavsterilisation auf die Werkstoffeigenschaften haben könnte. Zum einen wurde unter den Bedingungen der feuchten Hitze im Autoklav eine Phasentransformation des Zirkonoxids von tetragonal in monoklin beschrieben (Kim et al., 2010). Andere Autoren konnten eine Phasenumwandlung bei hohen Sintertemperaturen (1600 °C), jedoch nicht bei niedrigen Sintertemperaturen (1350 °C) feststellen (Hallmann et al., 2011). Allerdings führt diese Transformation nicht zwingend zur Verschlechterung der Werkstoffeigenschaften. Schulz konnte keinen Wertabfall der Biegefestigkeit von Zirkonoxid nach zwei Stunden Sterilisation beobachten (Schulz, 2019). Die sogar erhöhte Biegefestigkeit erklärt der Autor mit einer Umwandlungsverstärkung. Die entstandene oberflächliche monokline Schutzschicht verhindert durch die Volumenzunahme eine Ausbreitung von Mikrorissen ins Innere der Keramik und führt dadurch zu einer höheren Alterungsbeständigkeit des Materials (Schulz, 2019). Bei zweiteiligen Abutments könnte sich auch der Kleber als Schwachstelle für die Sterilisation herausstellen. Fadanelli et al. zeigen in einer Studie von 2017, dass die Sterilisation (15 Minuten bei 121 °C) zur Steigerung der Retentionskräfte bei verklebten Abutments führt (Fadanelli et al., 2017). Eine Erklärung dafür könnte laut den Autoren die Bildung von langen vernetzten Polymerketten unter den Bedingungen der feuchten Wärme im Autoklav sein. Die oben aufgeführten Studienergebnisse und Gedanken weisen auf eine Änderung der Werkstoffeigenschaften von prophetischen Werkstücken nach Autoklavieren hin. Auch die in der vorliegenden Untersuchung ermittelten Ergebnisse stützen diese Erkenntnisse. Entscheidend ist, dass die Veränderungen nicht mit einer Verschlechterung der Werkstoffeigenschaften einhergehen.

5.4 Fehlerquellenanalyse

Auffällig in der vorliegenden Arbeit ist die hohe Standardabweichung der gemessenen Kräfte. Die Streuung der Werte bei beiden Verfahren könnte man auf die unvermeidbaren Fehlerquellen bei der Oberflächenvorbehandlung der Klebeflächen zurückführen. Unter anderem ist aufgrund der Probengeometrie ein Sandstrahlen in 90° Winkel sowie die Einhaltung eines konstanten Abstandes zur Oberfläche nicht möglich. Darüber hinaus

könnten beim manuellen Abmessen und Vermischen der Materialien bei beiden Verfahren Ungenauigkeiten auftreten.

Die hohe Standardabweichung bei den verklebten Proben nach Kausimulation könnte auf ungleichmäßige Krafteinwirkung zurückzuführen sein. Die Antagonistenkugeln, die ein ähnliches Verschleißverhalten wie Schmelz aufweisen (Wassell et al. 1994a, 1994b), wurden in Kontakt mit dem vestibulären und oralen Höckerabhang der Zirkonoxidprobe mittels Klebewachs fixiert und anschließend mit Kunststoff in den Antagonistenhaltern einpolymerisiert. Durch die Polymerisationsschrumpfung des Kunststoffes ist eine geringfügige Abweichung von der Position der Antagonistenkugeln trotz nachträglicher Kontrolle der Okklusionkontakte mit Okklusionspapier denkbar. Dies könnte zu ungleichmäßigen mechanischen Belastungen der Proben führen.

Grundsätzlich können In-vitro-Versuche nie an reale Bedingungen in der Mundhöhle heranreichen. Viele Faktoren sind sehr individuell. Hierzu gehören z.B. die Zusammensetzung des Speichels, die Ernährungsgewohnheiten oder die Kaulast, um nur einige zu nennen. Weitere aufwändig zu simulierende Parameter sind die ständig variierende Richtung der Krafteinleitung, die unterschiedliche Beweglichkeit der Zähne, das Patientenalter, die Zahl der Wurzeln und die Parodontiengröße. Parafunktionen wie Bruxismus oder Pressen werden ebenfalls nicht simuliert. Abrasive Nahrungsbestandteile, die durch die Zunge immer wieder zwischen den Zahnreihen transportiert werden, können praktisch kaum über ausreichende Zeiträume in brauchbarer Viskosität und Zusammensetzung in die Kausimulation eingebracht werden.

Die Alterungssimulation ist, wie der gesamte Versuchsaufbau, nur näherungsweise der klinischen Situation nachempfunden. Zwar wurden die Schlüsselfaktoren Temperaturwechsel und wässriges Milieu mit Speichelersatzmittel berücksichtigt, fraglich bleibt dennoch inwiefern sie den realen Belastungen in der Mundhöhle entsprechen. So finden sich in der Literatur Angaben über die zu erwartenden Temperaturdifferenzen nach dem Konsum kalter oder heißer Nahrungsmittel zwischen 0 °C und + 67 °C (Palmer et al., 1992). Trotzdem wurden in dieser Studie Werte von + 5 °C und + 55 °C eingestellt, da sie von den meisten Arbeitsgruppen zur Simulation genutzt werden (Gale et al., 1999). Keine Berücksichtigung fand in diesem Versuchsaufbau, dass das Milieu der Mundhöhle auch aufgrund unterschiedlicher pH-Werte, Enzyme und Plaque Einfluss auf den Haftverbund nehmen könnte.

Hajto et al. empfehlen beim Glaslotfügen von Zirkonoxid und Lithiumdisilikat eine Verteilung der Werkstücke mit Klemmen, da während des Sinterbrandes die im Glaslot enthaltene Flüssigkeit verdampft und entweichen muss. Dies könnte zu einem inneren

Druck zwischen den beiden Teilen führen, die sich dadurch in einigen Fällen auseinanderbewegen könnten (Hajto et al., 2015). Eine analoge Klemmvorrichtung wurde in der vorliegenden Arbeit nicht angewendet.

Die Standardisierung der Versuchsbedingungen wurde durch eine eigens für die Fragestellung der vorliegenden Untersuchung entwickelte Abzugsvorrichtung angestrebt, bei der die Lage des Prüfkörpers zentral in der Prüfmaschine eingestellt werden konnte. Außerdem wurde eine möglichst axiale Krafteinteilung durch eine Kettenaufhängung angestrebt. Trotzdem könnte eine minimale Neigung des Prüfkörpers zu einem veränderten Abzugsverhalten geführt haben.

Die quantitative Auswertung mittels Bildanalyse stellt eine weitere Fehlerquelle dar. Als Erstes wird auf die Probengeometrie hingewiesen. Die zylindrische Form der Proben führt zu randlicher Abnahme der Farbintensität. Daraus resultiert eine systematische Unterschätzung des jeweiligen Elementgehaltes im Randbereich. Darüber hinaus stellen Oberflächenrauigkeiten (Depressionen und Schattenbereiche) diskrete Bereiche dar, in denen eine Bestimmung der Elementverteilung nicht möglich ist. Weitere Fehlerquellen betreffen die Farbschwellenwerte und -intensitäten. Die Farbschwellenwerte werden subjektiv nach Gesamteindruck des Bildes gesetzt. Desweiteren ist der mittlere Grau-/Farbwert verschiedener Bilder nicht identisch, deswegen müssen Schwellenwerte für jedes Bild angepasst werden. Außerdem erlauben Farbintensitäten keine absoluten Konzentrationsbestimmungen. Konzentrationen verschiedener Elemente können anhand der Farbintensitäten nur bedingt verglichen werden.

5.5 Schlussfolgerung und klinische Bedeutung

Beim Fügen von Titanbasen und Zirkonoxidabutments mittels Glaslot wurden in der Untersuchung Retentionskräfte erreicht, die dem Verkleben mittels Komposit ebenwürdig sind. Inwieweit diese In-vitro-Ergebnisse auch auf den klinischen Alltag anwendbar sind, kann bis dato nicht eindeutig gesagt werden. In der Praxis haben noch wesentlich mehr Faktoren wie einfache Verarbeitung, Herstellungsdauer, Wirtschaftlichkeit, Akzeptanz der Zahnärzte und Techniker etc. einen Einfluss, welche Verbundmethode bei zweiteiligen Abutments schlussendlich verwendet wird. Es wäre sinnvoll weitere Studien – insbesondere klinische – mit dem Glaslot-Werkstoff anzufertigen, bevor man für das Verfahren eine abschließende Empfehlung aussprechen kann.

Bemerkenswerterweise zeigte die Autoklavsterilisation in dieser Studie weder bei den verklebten noch bei den gelöteten Abutments einen negativen Einfluss. Anhand der

vorliegenden Untersuchung kann daher geschlussfolgert werden, dass diese Form der Entkeimung in Zukunft vor allem bei Eingriffen mit Blutkontakt – zum Beispiel dem One-Abutment-One-Time-Konzept – empfohlen werden kann.

6. Zusammenfassung

Das Ziel der vorliegenden Studie war es, die Retentionskräfte von mit Komposit (Panavia 2.0) verklebten mit denen mittels Glaslot (DCMhotbond fusio 12) gefügten Hybridkronen unter dem Aspekt der künstlichen Alterung und der Sterilisation zu vergleichen. Beide Verbundverfahren ergaben höhere Kräfte als die maximal zu erwartenden Beißkräfte im Frontzahnbereich. Eine direkte Übertragung der Ergebnisse ist aufgrund der differierenden Richtung, Dauer und Intensität der Kaukräfte sowie der chemischen Zusammensetzung des Mundmilieus nur eingeschränkt möglich. Bei den gelöteten Proben sind weitere vor allem klinische Studien notwendig, um den Verbund unter intraoralen Bedingungen sowie die Adaptation des periimplantären Weichgewebes im Bereich des Lotspaltes zu beurteilen.

Die Kausimulation führte zu einer Erhöhung der Standardabweichung in der Gruppe der verklebten Proben aber nicht zu einem Wertabfall. Eine Ursache hierfür könnte zum einen eine Mikrorissbildung nach Thermozyklierung innerhalb der adhäsiven Klebeschicht sein, die durch die mechanische Belastung teilweise verstärkt wurde. Zum anderen könnten die streuenden Werte auf eine ungleichmäßige Belastung während der Kausimulation zurückzuführen sein. Die initiale Autoklavsterilisation zeigte bei den verklebten Proben einen leichten nicht signifikanten Anstieg der Retentionswerte. Dies lässt sich mit weiterer Auspolymerisierung und Quellung (und dadurch stärkere Verkeilung) des Komposits unter der feuchten Hitze im Autoklav erklären.

Bei den gelöteten Proben ergab die Lotspaltbreite keinen Einfluss auf die Verbundkräfte. Das Ergebnis sollte man dennoch kritisch betrachten, da die Zirkonoxidprobekörper im Bereich der Lotfläche bearbeitet wurden, wenn kein optimaler Randschluss nach Auftragen des Keramiksprays mit den Titanbasen erzielt werden konnte. Die Kausimulation zeigte ebenfalls keinen Einfluss auf die Retentionskräfte der gelöteten Proben. Unter dem Aspekt der Stabilität des Verbundes unabhängig von äußeren Faktoren ist das Löten mit Glaslot ein vielversprechendes Verfahren, dessen Entwicklung weiter verfolgt werden sollte.

Die Autoklavsterilisation bei 134 °C (3,1 bar) führte zu keiner Beeinträchtigung der Verbundkräfte weder bei den verklebten, noch bei den gelöteten Proben. Unter der Berücksichtigung der eingeschränkten Aussagefähigkeit dieser In-vitro-Studie kann das Autoklavieren als geeignete Methode zur Aufbereitung von in Kontakt mit Blut kommenden zweiteiligen Abutments bzw. Hybridkronen empfohlen werden.

7. Literaturverzeichnis

3M ESPE (2001): Wissenschaftliches Produktprofil: Rocatec Verbundsystem. Scientific Affairs 12/01

Abrahamsson I, Berglundh T, Glantz PO, Lindhe J (1998) The mucosal attachment at different abutments. An experimental study in dogs. *J Clin Periodontol* 25:721-727

Ahlberg J P, Kovero O A, Hurmerinta K A, Zepa I, Nissinen M J, Könönen M H (2003) Maximal bite force and its association with signs and symptoms of TMD, occlusion, and body mass index in a cohort of young adults. *Cranio* 21(4):248-252

Alfadda S A (2017) Effect of alumina particle size on the bond strength between autopolymerized acrylic resin and commercially pure titanium. *J Prosthodont* 00:1-5

Al-Shehri E A, Al-Zain A O, Sabrah A H, Al-Angari S S, Al Dehailan L, Eckert G J, Özcan M, Platt J A, Bottino M C (2017) Effects of air-abrasion pressure on the resin bond strength to zirconia: a combined cyclic loading and thermocyclic loading and thermocycling aging study. *Restor Dent Endod* 42(3):206-215

Arce C, Lawson N C, Liu P-R, Lin C P, Givan D A (2018) Retentive force of zirconia implant crowns on titanium bases following different surface treatments. *Int J Oral Maxillofac Implants* 33(3):530-535

Beuer F, Groesser J, Schweiger J, Hey J, Güth JF, Stimmelmayer M (2014) The Digital One-Abutment/One-Time Concept. A Clinical Report. *J of Prosthodont* 24:580-585

Blatz M B, Chiche G, Holst S, Sadan A (2007) Influence of surface treatment and simulated aging on bond strengths of luting agents to zirconia. *Quintessence Int* 38:745-753

Blume A, Raser R, Lenz E, Dietz W (1998) Eine experimentelle Wertung des Titan-Keramik-Verbundes. *Quintessenz Zahntech* 24:1143-1149

Bressan E, Paniz G, Lops D, Corazza B, Romeo E, Favero G (2011) Influence of abutment material on the gingival color of implant-supported all-ceramic restorations: a prospective multicenter study. *Clin Oral Implants Res* 22(6):631-637

Brow R K, Tallant D R, Crowder S V, Saha S K, Jain H, McIntyre A, Day D E. 1996. Advanced materials for aerospace and biomedical applications. New glasses for hermetic titanium seals. Sandia national laboratories, US, Department of energy

Brow R K, Watkins R D. 1988. Sealing glasses for titanium and titanium alloys [Patent]. US5104738A

Bublak J M. 2007. In-vitro-Versuch zur Untersuchung des Einflusses des Präparationsdesigns auf die Überlebenswahrscheinlichkeit einflügeliger vollkeramischer Adhäsivbrücken in der Oberkieferfront [Dissertation]. Würzburg: Universität

Camlog (2016) Titanbasen CAD/CAM für Kronen- und Brückenversorgungen URL: https://www.camlog.de/fileadmin/user_upload/CADCAM/PDFs/J8000.0197_Rev.00_EU_DE.pdf (Aufruf 25.02.2019)

Canullo L (2007) Clinical outcome study of customized zirconia abutments for single-implant restorations. *Int J Prosthodont* 20:489-493

Canullo L, Bignozzi I, Cocchetto R, Cristalli MP, Iannello G (2010) Immediate positioning of a definitive abutment versus repeated abutment replacements in post-extractive implants: 3-year follow-up of a randomised multicentre clinical trial. *Eur J Oral Implantol* 3:285-296

Canullo L, Tallarico M, Chu S, Penarrocha D, Ozcan M, Pesce P (2017) Cleaning, disinfection, and sterilization protocols employed for customized implant abutments: an international survey of 100 universities worldwide. *Int J Oral Maxillofac Implants* 32(4):774-778

Cavusoglu Y, Akça K, Gürbüz R, Cehreli MC (2014) A pilot study of joint stability at the zirconium or titanium abutment/Titanium implant interface. *Int J Oral Maxillofac Implants* 29(2):338-343

Chintapalli R K, Marro F G, Jimenez-Pique E, Anglada M (2013) Phase transformation and subsurface damage in 3Y-TZP after sandblasting. *Dent Mater* 29:566-572

Crim G A, Swartz M L, Phillips R W (1985) Comparison of four thermocycling techniques. *J Prosthet Dent* 53 (1):50-53

Degidi M, Artese L, Scarano A, Perrotti V, Gehrke P, Piattelli A (2006) Inflammatory infiltrate, microvessel density, nitric oxide synthase expression, vascular endothelial growth factor expression, and proliferative activity in peri-implant soft tissues around titanium and zirconium oxide healing caps. *J Periodontol* 77:73-80

Degidi M, Nardi D, Piattelli A (2012) One Abutment at one time: non-removal of an immediate abutment and its effect on bone healing around subcrestal tapered implants. *Clin Oral Implants Res* 22:1303-1307

Della Bona A, Anusavice K J, Mecholsky J J (2003) Failure analysis of resin composite bonded to ceramic. *Dent Mater* 19:693-699

Doi M, Yoshida K, Atsuta M, Sawase T (2011) Influence of pre-treatments on flexural strength of zirconia and debonding crack-initiation strength of veneered zirconia. *J Adhes Dent* 13:79-84

-
- Ebert A, Hedderich J, Kern M (2007) Retention of zirconia ceramic copings bonded to titanium abutments. *Int J Oral Maxillofac Implants* 22:921-927
- Fadanelli MA, Amaral FA, Basting RT, Turssi CP, Sotto-Mai (2017) Effect of steam autoclaving on the tensile strength of resin cements used for bonding two-piece zirconia abutments. *J oral implantol* 43(2):87-93
- Farrugia C, Cassar G, Valdramidis V, Camilleri J (2015) Effect of sterilization techniques prior to antimicrobial testing on physical properties of dental restorative materials. *J Dent* 43(6):703-714
- Fischer A. 2009. In-vitro-Untersuchung des Haftverbundes von Keramikverblendungen auf Zirkondioxid [Dissertation]. München: Universität
- Fischer C, Gehrke P (2017) Taktische Einheit: CAD/CAM-Hybridabutments. *Quintessenz Zahntech* 43:1526-1542
- Fonseca R G, Haneda I G, Almeida-Junior A A, de Oliveira Abi-Rached F, Adabo G L (2012) Efficacy of air-abrasion technique and additional surface treatment at titanium/resin cement interface. *J Adhes Dent* 14(5):453-459
- Gale M S, Darvell B W (1999) Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 27(2):89-99
- Gehrke P, Alius J, Fischer C, Erdelt K J, Beuer F (2014) Retentive strength of two-piece CAD/CAM zirconia implant abutments. *Clin Implant Dent Relat Res* 16(6):920-925
- Gödeke D, Brix P, Claußen O, Besinger J (2010) Patent DE102009011182A1, URL <http://patent-de.com/20100909/DE102009011182A1.html> (Aufruf 02.11.2018)
- Grasel R, Santos M J, Chagas Rego H M, Rippe M P, Valandro L F (2018) Effect of resin luting systems and alumina particle air abrasion on bond strength to zirconia Oper Dent 43(3):282-290
- Habenicht, G: Kleben. Grundlagen, Technologie, Anwendungen. 3. Aufl. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 1997, S. 3
- Hahn, B. 1998. Verbunduntersuchungen an vier Titan-Keramik-Systemen in Abhängigkeit von der Testmethodik, der Kunstspeichellagerung und der Oberflächenkonditionierung [Dissertation]. Berlin: Universität
- Hajto J, Gehringer U (2015) Erfolgsfaktoren beim keramischen Lithiumdisilikat-Zirkonoxid-Sinterverbund. *Quintessenz Zahntech* 41(3):258–266
- Hallmann L, Mehl A, Ulmer P, Reusser E, Stadler J, Zenobi R, Stawarczyk B, Ozcan M, Hämmerle C H F (2011) The influence of grain size on low-temperature degradation of dental zirconia. *J Biomed Mater Res Part B* 100B:447-456

Happe A, Schulte-Mattler V, Strassert C, Naumann M, Stimmelmayer M, Zoller JE, Rothamel D (2013b) In vitro color changes of soft tissues caused by dyed fluorescent zirconia and nondyed, nonfluorescent zirconia in thin mucosa. *Int J Periodontics Restorative Dent* 33:e1-8

Happe A, Stimmelmayer M, Schlee M, Rothamel D (2013a) Surgical management of peri-implant soft tissue color mismatch caused by shine-through effects of restorative materials: one year follow-up. *Int J Periodontics Restorative Dent* 33:81-88

Heintze S D, Albrecht T, Cavalleri A, Steiner M (2011) A new method to test the fracture probability of all-ceramic crowns with a dual-axis chewing simulator. *Dent Mater* 27:10-19

Holstermann J K. 2015. Untersuchung zum Einfluss unterschiedlicher Oberflächenbehandlungen und Befestigungsmaterialien auf den Verbund zwischen Titanbasen und Zirkoniumdioxidaufbauten in zweiteiligen Implantatabutments Kunststoffverbundsysteme [Dissertation]. Bremen: Universität

Hong F, Holland D (1989) Bonding glass ceramics to high temperature alloys. *Surface and Coatings Technology* 39/40:19-27

Iseri U, Ozkurt Z, Kazazoglu E (2011) Shear bond strengths of veneering porcelain to cast, machined and laser-sintered titanium. *Dent Mater J* 30(3):274-280

Ishikawa-Nagai S, Da Silva JD, Weber HP, Park SE (2007) Optical phenomenon of peri-implant soft tissue. Part II. Preferred implant neck color to improve soft tissue esthetics. *Clin Oral Implants Res* 18:575-580

Jatzwauk L, Al-Nawas B (2015) Müssen Implantat-Abutments sterilisiert werden? Stellungnahme des DAHZ, URL: <http://dahz.org/faqs> (Aufruf: 27.02.2019)

Jatzwauk L, Müller F, Voss K: Aufbereitung von Medizinprodukten. In: Deutscher Arbeitskreis für Hygiene in der Zahnmedizin (Hrsg.): Hygieneleitfaden, 12. Ausgabe 2018 S. 16-25

Jung RE, Holderegger C, Sailer I, Khraisat A, Suter A, Hämmerle CH (2008) The effect of all-ceramic and porcelain-fused-to-metal restorations on marginal peri-implant soft tissue color: a randomized controlled clinical trial. *Int J Periodontics Restorative Dent* 28:357-365

Jung RE, Sailer I, Hämmerle CH, Attin T, Schmidlin P (2007) In vitro color changes of soft tissues caused by restorative materials. *Int J Periodontics Restorative Dent* 27:251-257

Kelly J R, Tesk J A, Sorensen J A (1995) Failure of all-ceramic fixed partial dentures in vitro and in vivo: analysis and modeling. *J Dent Res* 74:1253-1258

Kern M (2015) On the scientific evidence that the sterilisation of customized implant abutments is required. *Eur J Oral Implantol* 8(3):219

Kern M, Bauer H G, Kimmich H (2010) Das 1x1 der Zirkonoxidbehandlung. *Zahntech Mag* 14(1/2):28-32

Khan A A, Al Kheraif A A, Syed J, Divakar D D, Matinlinna J P (2017) Enhanced resin titanium adhesion with silane primers using tribochemical silica-coating. *Dent Mater J* 36(1):111-116

Kim J W, Covell N S, Guess P C, Rekow E D, Zhang Y (2010) Concerns of hydrothermal degradation in CAD/CAM zirconia. *J Dent Res* 89:91-95

Kim T-H, Garcia-Godoy F, Ko C-C, Park J-K, Kim H-II, Kwon Y-H (2013) Effect of temperature on the mass and color stability of additional photoinitiator-containing composite resins. *Dent Mat J* 32(4):628-636

Kirmali O, Akin H, Ozdemir A K (2013) Shear bond strength of veneering ceramic to zirconia core after different surface treatments. *Photomed Laser Surg* 31(6):261-268

Klotz MW, Taylor TD, Goldberg AJ (2011) Wear at the titanium-zirconia implant-abutment interface: a pilot study. *Int J Oral Maxillofac Implants* 26(5):970-975

Kohal RJ, Wenig D, Bächle M, Strub JR (2004) Loaded custom made zirconia and titanium implants show similar osseointegration: an animal experiment. *J Periodontol* 75:1260-1266

Krejci I, Reich T, Lutz F, Albertoni M (1990) An in vitro test procedure for evaluating dental restoration systems. 1. A computer-controlled mastication simulator. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 100(8):953-960.

Kunz A, Fischer C, Stawarczyk B, Gehrke P, Kieschnick A, Reichel K, Neumann U, Meyer R, Suckert R, Roland B, Witkowski S, Scharl V, Lindauer A, Bär G. 2016. *Zahntechnische Aufbereitungs- und Reinigungsverfahren von Implantat-Aufbauten. [Experten-Diskussion des EADT e. V.]. Frankfurt*

Lee E-Y, Jun S-G, Wright R F, Park E-J (2015) Comparative study of shear bond strength of various veneering materials on grade II commercially pure titanium. *J Adv Prosthodont* 7:69-75

Leutert CR, Stawarczyk B, Truninger TC, Hämmerle CH, Sailer I (2012) Bending moments and types of failure of zirconia and titanium abutments with internal implant-abutment connections: a laboratory study. *Int J Oral Maxillofac Implants* 27:505-512

Lin W S, Harris B T, Zandinejad A, Martin W C, Morton D (2014) Use of prefabricated titanium abutments and customized anatomic lithium disilicate structures for cement-retained implant restorations in the esthetic zone. *J Prosthet Dent* 111:181-185

Manicone PF, Rossi Iommetti P, Raffaelli L (2007) An overview of zirconia ceramics: basic properties and clinical applications. *J Dent* 35:819-826

Mehl C, Zhang Q, Lehmann F, Kern, M (2018) Retention of zirconia on titanium in two-piece abutments with self-adhesive resin cements. *J Prosthet Dent* 120(2):214-219

Mick E, Tinschert J, Mitrovic A, Bader R (2015) A novel technique for the connection of ceramic and titanium implant components using glass solder bonding. *Materials* 8:4287-4298

Mitrovic, M (2017) Knieendoprothese [Patent]. http://www.tbi-mv.de/fileadmin/user_upload/patente/archiv/DE102015016895B3.pdf (Aufruf 30.01.2019)

Moormann A, Wehnert L. 1998. Verfahren zur Herstellung eines Titan-Keramik-Haftverbundes für Zahnersatz und ein daraus hergestellter Titan-Keramik-Haftverbund [Patent]. <http://www.freepatentsonline.com/DE19626440.html> (Aufruf 02.01.2019)

Nakamura K, Kanno T, Milleding P, Ortengren U (2010) Zirconia as a dental implant abutment material: a systematic review. *Int J Prosthodont* 23:299-309

Nettesheim T. 2010. Adhäsive Rekonstruktion endodontisch behandelter, oberer, mittlerer Schneidezähne mit glasfaserverstärkten Kompositaufbaustiften und Vollkeramikronen. Eine vergleichende In-vitro-Untersuchung zum Einfluss von Restaurationsgrad, Versorgungsmaterial und Belastungsmethode auf die Belastbarkeit postendodontischer Versorgungen [Dissertation]. Berlin: Universität

Nishigori A, Yoshida T, Bottino M C, Platt J A (2014) Influence of zirconia surface treatment on veneering porcelain shear bond strength after cyclic loading. *J Prosthet Dent* 112:1392-1398

Nothdurft F P, Nonhoff J, Pospiech P R (2014) Pre-fabricated zirconium dioxide implant abutments for single tooth replacement in the posterior region: success and failure after 3 years of function. *Acta Odontol Scand* 72:392-400

Nothdurft FP, Pospiech PR (2010) Prefabricated zirconium dioxide implant abutments for single-tooth replacement in the posterior region: evaluation of peri-implant tissues and superstructures after 12 months of function. *Clin Oral Implants Res* 21:857-865

Ozcan M, Bernasconi M (2015) Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Adhes Dent* 17:7-26

Ozcan M, Valandro L F (2012) Bond strength of two resin cements to titanium after different surface conditioning methods. *Gen Dent* 60(1):e6-e12

Palmer D S, Barco M T, Billy E J (1992) Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. *J Prosthet Dent* 67(3):325-327

-
- Papia E, Arnoldsson P, Baudinova A, Jimbo R, Vult von Steyern P (2018) Cast, milled and EBM-manufactured titanium, differences in porcelain shear bond strength. *Dent Mater J* 37(2):214-221
- Petre A, Sfeatu R (2013) Adhesive cementation protocol of Zirconia restorations. *Int Poster J Dent Oral Med* 15:1 Poster 637
- Prestipino V, Ingber A (1993a) Esthetic high-strength implant abutments. Part I. *J Esthet Dent* 5:29-36
- Prestipino V, Ingber A (1993b) Esthetic high-strength implant abutments. Part II. *J Esthet Dent* 5:63-68
- Ramos-Tonello C M, Trevizo B F, Rodrigues R F, Magalhaes P R, Furuse A Y, Lisboa-Filho P N, Tabata A S, Borges A F S (2017) Pre-sintered Y-TZP sandblasting: effect on surface roughness, phase transformation, and Y-TZP/veneer bond strength. *J Appl Oral Sci* 25(6):666-673
- Rimondini L, Cerroni L, Carrassi A, Torricelli P (2002) Bacterial colonization of zirconia ceramic surfaces: an in vitro and in vivo study. *Int J Oral Maxillofac Implants* 17:793-798
- Sailer I, Philipp A, Zembic A, Pjetursson BE, Hämmerle C H, Zwahlen M (2009) A systematic review of the performance of ceramic and metal implant abutments supporting fixed implant reconstructions. *Clin Oral Implants Res* 20 Suppl 4:4-31
- Sailer I, Sailer T, Stawarczyk B, Jung R E, Hämmerle C H (2009) In vitro study of the influence of the type of connection on the fracture load of zirconia abutments with internal and external implant-abutment connections. *Int J Oral Maxillofac Implants* 24:850-858
- Scarano A, Piattelli M, Caputi S, Favero G A, Piattelli A (2004) Bacterial adhesion on commercially pure titanium and zirconium oxide disks: an in vivo human study. *J Periodontol* 75:292-296
- Schneider R, de Goes M F, Henriques G E, Chan D C (2007) Tensile bond strength of dual curing resin-based cements to commercially pure titanium. *Dent Mater* 23(1):81-87
- Schott, (1998) Technische Gläser. Physikalische und chemische Eigenschaften, S.29 (pdf-Datei) URL: <<http://docplayer.org/16525837-Schott-technische-glaeser-physikalische-und-chemische-eigenschaften.html>> (Aufruf 02.11.2018)
- Schulz J. 2019. Einfluss des Korundstrahlens auf die Festigkeitswerte von Zirkonoxid vor und nach unterschiedlichen Alterungsmethoden [Dissertation]. München: Universität
- Schweiger J, Beuer F, Stimmelmayer M, Edelhoff D (2010) Wege zum Implantatabutment. *Dental dialogue* 11 (9):76-90

Schweiger J, Kieschnick A CAD/CAM in der digitalen Zahnheilkunde. teamwork media GmbH, Fuchstal, 2017, S. 149-162

Schweyen R M. 2014. Vergleich press- und schichtkeramisch verblendeter, CAD/CAM-gefertigter Cobalt-Chrom- und Zirkoniumdioxid-Gerüst-Kronen: eine In-vitro-Studie [Dissertation]. Halle: Universität

Shin Y J, Shin Y, Yi Y-A, Kim J, Lee I-B, Cho B-H, Son H-H, Seo D-G (2014) Evaluation of the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic after different surface treatments. *Scanning* 36(5):479-486

Skwara S, Schmidt M, Küpper C, Gehse J R (2015) Zirkoniumdioxid als Basis für moderne CAD/CAM-gefertigte Keramikrestorationen. *ZWR - Das Deutsche Zahnärzteblatt* 124(03):76-83

Smith D E, Zarb G A (1989) Criteria for success of osseointegrated endosseous implants. *J Prosthet Dent* 62:567-572

Stappert C F J, Derks J, Gerds T, Strub J R (2007) Marginal accuracy of pressed ceramic full veneers with different preparation techniques before and after simulated jaw movement. *Schweiz Monatsschr Zahnmed* 117(5):474-482

Stawarczyk B, Keul C, Eichberger M, Figge D, Edelhoff D, Lümekemann N (2016) Werkstoffkunde-Update: Zirkonoxid und seine Generationen von verblendet bis monolithisch. *Quintessenz Zahntech* 42:740-765

Stawarczyk B, Trottmann A, Hämmerle C (2009) Maschinell oder immer noch konventionell? *Dig Dentalnews* 3:6-17

Stimmelmayr M, Edelhoff D, Güth JF, Erdelt K, Happe A, Beuer F (2012) Wear at the titanium-titanium and the titanium-zirconia implant-abutment interface: a comparative in vitro study. *Dent Mater* 28(12):1215-1220

Thoma DS, Brandenburg F, Fehmer V, Knechtle N, Hämmerle CH, Sailer I (2016) The esthetic effect of veneered zirconia abutments for single-tooth implant reconstructions: A randomized controlled clinical trial. *Clin Implant Dent Relat Res* 18(6):1210-1217

Thoma DS, Gamper FB, Sapata VM, Voce G, Hämmerle CHF, Sailer I (2017) Spectrophotometric analysis of fluorescent zirconia abutments compared to "conventional" zirconia abutments: A within subject controlled clinical trial. *Clin Implant Dent Relat Res* 19(4):760-766

Truninger TC, Stawarczyk B, Leutert CR, Sailer TR, Hämmerle CH, Sailer I (2012) Bending moments of zirconia and titanium abutments with internal and external implant-abutment connections after aging and chewing simulation. *Clin Oral Implants Res* 23:12-18

von Maltzahn N F, Holstermann J, Kohorst P (2016) Retention forces between titanium and zirconia components of two-part implant abutments with different techniques of surface modification. *Clin Implant Dent Relat Res* 18(4):735-744

Vu V T, Oh G J, Lim H P, Yun K D, Ryu S K, Yim E K, Fisher J G, Ban J S, Park S W (2019) Shear Bond Strength of Zirconia to Titanium Implant Using Glass Bonding. *J Nanosci Nanotechnol* 19:967-969

Wang R R, Welsch G E, Monteiro O (1999) Silicon nitride coating on titanium to enable titanium–ceramic bonding. *J Biomed Mater Res* 46:262-270

Wassell R W, McCabe J F, Walls A W (1994a) Wear characteristics in a two-body wear test. *Dent Mater* 10:269-274

Wassell R W, McCabe J F, Walls A W G (1994b) A two-body frictional wear test. *J Dent Res* 73(9):1546-1553

Welander M, Abrahamsson I, Berglundh T (2008) The mucosal barrier at implant abutments of different material. *Clin Oral Implants Res* 19:635-641

Wohlwend A, Studer S, Schärer P (1996) Das Zirkonoxidabutment – ein neues vollkeramisches Konzept zur ästhetischen Verbesserung der Suprastruktur in der Implantologie. *Quintessenz Zahntech* 22:364-381

Wolfart S, Harder S, Reich S, Sailer I, Weber V *Implantatprothetik ein patientenorientiertes Konzept*. Quintessenz-Verlags-GmbH, Berlin, 2014, S.65-262

Yanagida H, Matsumara H, Astuta M (2001) Bonding of prosthetic composite material to Ti-6AL-7Nb alloy with eight metal conditioners and surface modification technique. *Am J Dent* 14:291-294

Yanagida H, Taira Y, Shimoe S, Atsuta M, Yoneyama T, Matsumara H (2003) Adhesive bonding of titanium-aluminium-niobium alloy with nine surface preparations and three self-curing resins. *Eur J Oral Sci* 111:170-174

Yates P. 2016. Characterisation of Ti-6Al-4V/glass-ceramic and pre-oxidised Kovar/glass-ceramic interfaces [Dissertation]. Guildford, UK: University of Surrey

Zembic A, Bosch A, Jung RE, Hämmerle CH, Sailer I (2013) Five-year results of a randomized controlled clinical trial comparing zirconia and titanium abutments supporting single-implant crowns in canine and posterior regions. *Clin Oral Implants Res* 24:384-390

Zembic A, Philipp A O, Hämmerle C H, Wohlwend A, Sailer I (2015) Eleven-year follow-up of a prosthetic study of zirconia implant abutments supporting single all-ceramic crowns in anterior and premolar regions. *Clin Implant Dent Relat Res* 17(2):417-426

Zenthöfer A, Rues S, Krisam J, Rustemeyer R, Rammelsberg P, Schmitter M (2018) Debonding forces for two-piece zirconia abutments with implant platforms of different diameter and use of different luting strategies. *Int J Oral Maxillofac Implants* 33(5):1041-1046

8. Thesen

1. Fügung der Titanbasen und Zirkonoxidhybridkronen mittels Glaslot zeigt vergleichbare Verbundkräfte wie beim Verkleben mit Befestigungskomposit.
2. Die Lotspaltbreite von 30 μm und 100 μm hat keinen Einfluss auf die Retentionskräfte bei gelöteten Hybridkronen.
3. Kausimulation führt zur erhöhten Standardabweichung der Abzugskräfte bei verklebten Hybridkronen.
4. Kausimulation zeigt keinen Einfluss auf die Retentionskräfte bei gelöteten Hybridkronen.
5. Sterilisation beeinträchtigt nicht den Verbund von verklebten Hybridkronen.
6. Sterilisation reduziert nicht die Retentionskräfte von gelöteten Hybridkronen.
7. Das Glaslot zeigt einen besseren Verbund zum Titan, als zum Zirkonoxid.

9. Anlagen

Artikel:

Hey J, Kasaliyska M, Kiesow A, Schweyen R, Arnold C (2020) Retentive Force of Glass-Ceramic Soldered Customized Zirconia Abutment Copings with Prefabricated Titanium Bases. Materials 13(14):3193

Kongressvortrag:

Burdinyashka, M: ZrO₂-Abutments verkleben oder „verlöten“? 44. Internationale Fortbildungstagung für Zahntechniker 26.02. – 04.03.2017, St. Moritz, Schweiz.



10. Anhänge

Selbstständigkeitserklärung

Hiermit erkläre ich – Monika Tsvetanova Kasaliyska, geboren am 21.09.1989 - die vorliegende Arbeit selbständig und ohne unerlaubte fremde Hilfe angefertigt zu haben.

Ich habe mich ausschließlich der von mir angegebenen Quellen und Hilfen bedient.

Halle, den __.__._____

Monika Tsvetanova Kasaliyska

Erklärung über frühere Promotionsversuche

Ich erkläre weiterhin, dass frühere Promotionsversuche mit der gleichen oder einer anderen Dissertation nicht erfolgt sind. Die vorliegende Arbeit wird erstmalig und nur an der Medizinischen Fakultät der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg eingereicht.

Halle, den __. __. ____

Monika Tsvetanova Kasaliyska

Danksagung

Meinen herzlichen Dank möchte ich PD Dr. Jeremias Hey für die Überlassung des Themas aussprechen. Insbesondere seine konstruktive Kritik während der Niederschrift der Dissertation legte den maßgeblichen Grundstein zum Gelingen dieser Arbeit.

Mein besonderer Dank gilt Frau Dr. Christin Arnold, die mir die Durchführung der Studie ermöglicht hat. Auf ein offenes Ohr und ein enormes Fachwissen konnte ich mich stets verlassen. Die Betreuung war stets freundschaftlich, motivierend und zuverlässig.

Für die Beratung bei den statistischen Auswertungen der Untersuchungsdaten möchte ich meiner Kollegin und Freundin Frau Dr. Ramona Schweyen danken.

Da ich auf vielfältige Weise sowohl fachlich als auch emotional von zahlreichen Seiten Unterstützung erfahren habe, will ich auf diesem Weg allen Personen danke sagen, die zum Gelingen der vorliegenden Arbeit beigetragen haben.

Der größte Dank gebührt meinen Eltern, Sava und Savina, ohne die ich heute nicht da wäre, wo ich jetzt bin.