Aus der Klinik für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde der Medizinischen Fakultät Charité – Universitätsmedizin Berlin

DISSERTATION

Ein neuartiges Verfahren zur Charakterisierung von Dentallegierungen festsitzender Restaurationen

A new method for characterization of dental alloys of fixed

restaurations

zur Erlangung des akademischen Grades Doctor rerum medicinalium (Dr. rer. medic.)

vorgelegt der Medizinischen Fakultät Charité – Universitätsmedizin Berlin

von

Mona Sütel

aus Berlin

Datum der Promotion: 04.06.2021

Inhaltsverzeichnis

Abbildu	Ingsverzeichnis	
Tabelle	enverzeichnis	IV
Abkürzı	ungsverzeichnis	V
Abstrac	pt	VI
Deut	sch	VI
Engli	ish	VIII
Mantelt	text	1
1.	Einleitung	1
2.	Material und Methode	4
3.	Ergebnisse	9
4.	Diskussion	13
5.	Literaturverzeichnis	18
Eidesst	tattliche Versicherung	IX
Auszug	g aus der Journal Summery List	XII
Drucke	xamplar der ausgewählten Publikation	XIII
Lebens	slauf	XIV
Publika	ationsliste	XV
Danksa	agung	XVI

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1 Prototyp des Rosenbohrers für das zahnärztliche Winkelstück a) mit wiederverschließbarer Verpackung b) Bohrer im Winkelstück c) Vergrößerte Ansicht des Arbeitsendes des Rosenbohrers4 Abbildung 2 Härteeindruck mit Vermessungsmarkierungen auf Ti6Al4V5 Abbildung 3 Schematische Darstellung der Rauheitsmessung entlang der roten Linien.8 Abbildung 4 Lichtmikroskopische Aufnahme der Kohlefasern in einem PEEK-2-Bohrer a) Rosenbohrer-Kopf; b) Schaft......9 Abbildung 5 Lichtmikroskopische Aufnahme eines Defektes im Bereich des Schaftes Abbildung 6 Darstellung der Kantenfestigkeit eines PEEK-2-Bohrers; a) links in unbenutztem Zustand, rechts nach Titanabtrag; b) Bohrer mit EM-Partikeln nach dem Abriebtest10 Abbildung 7 Lichtmikroskopische Aufnahme der Legierung Orplid® MH (Fa. C.Hafner) vor dem Abriebtest (links) und nach dem Abriebtest (rechts)14 Abbildung 8 Vergleich der lichtmikroskopischen Aufnahmen der Faserverteilung innerhalb des PEEK-1- und PEEK-2-Bohrers 1) Faser-Verteilung im Kopf; 2) Ausschnitt aus 1; 3) Faser-Verteilung im Schaft16 Abbildung 9 Lichtmikroskopische Aufnahme fehlerhafter Stellen des PEEK-2-Bohrers 17

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Vickershärte der CF-PEEK-Bohrer [Mittelwert (MW) ± Standardabv	veichung
(SD)]	9
Tabelle 2: Vickershärte der Legierungen	10
Tabelle 3: Ra-Werte vor und nach dem Abriebtest [MW ±SD]	11
Tabelle 4: Vergleich der Elementzusammensetzung des Original-Materials und	dessen
Späne am Rosenbohrer in Masseprozent (wt%(norm.))	12

Abkürzungsverzeichnis

PEEK	Polyetheretherketon
PEEK-1-Bohrer	10% Kohlenstofffaser-Anteil im PEEK
PEEK-2-Bohrer	30% Kohlenstofffaser-Anteil im PEEK
C-Fasern; CF	Kohlenstofffaser
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
Ra	Arithmetischer Mittenrauwert des Rauheitsprofil
Rz	Gemittelte Rauheitstiefe
R _{max}	Maximale Rauheitstiefe
Au-Basis-Leg	Gold-Basis-Legierung
Ni-Basis-Leg	Nickel-Basis-Legierung
Al-Cu-Leg	Aluminium-Kupfer-Legierung
Al ₂ O ₃	Aluminiumoxid
EM-Legierung	Edelmetalllegierung
NEM-Legierung	Nichtedelmetalllegierung
OF	Oberfläche
REM	Rasterelektronenmikroskop
MW	Mittelwert
SD	Standardabweichung
wt% (norm.)	normierte Gewichtsprozent
Gew%	Gewichtsprozent

Abstract

Deutsch

Ziel dieser Arbeit war, eine im Vergleich zum Splittertest nach Wirz vereinfachte und präzisere Methode zur Bestimmung der Materialzusammensetzung von im Mund eingesetzten zahnärztlichen Konstruktionen zu entwickeln.

Um dieses Ziel zu erreichen wurde, das Karborundsteinchen des Splittertests durch einen Rosenbohrer aus Kohlenstofffaser verstärkten Polyetheretherketon (PEEK) ersetzt. Hierfür wurde ein mit 10 Vol-% kurzen Kohlenstofffasern verstärkter PEEK-Bohrer hergestellt und an verschiedenen Legierungen getestet. Bei der Elementanalyse mit Hilfe Rasterelektronenmikroskops wurde des festgestellt, dass die Härte dieses **PEEK-Bohrers** nicht ausreichte, um Partikel von Zahnersatz (ZE) aus Nichtedelmetalllegierungen (NEM) abzutragen. Deswegen wurde eine zweite Variante aus 30 Vol-% kurzen Kohlenstofffasern verstärkten PEEK entwickelt. Mit diesen Bohrern konnte sowohl an Edelmetalllegierungen (EM) als auch an Nichtedelmetalllegierungen Partikel abgetragen werden. Wobei der Spanabtrag unter Anwendung einer Geschwindigkeit von 30.000U/min am Winkelstück des Behandlungsstuhles für eine Dauer von 15 sec. eine gleichbleibende Analysequalität lieferte. [1]

Beim Splittertest nach Wirz werden die Metallpartikel mit einem Karborundsteinchen von dem Zahnersatz abgetragen. Die abgetragenen Partikel werden durch z.B. einen Kofferdamm aufgefangen und auf einen Tesafilm Streifen bzw. ein elektrisch leitfähiges Klebeplättchen übertragen. Für die Elementanalyse (energiedispersive Röntgenanalyse) müssen die Späne auf einem elektrisch leitfähigen Klebeplättchen vorliegen. Durch die Übertragungsschritte kann es bei dem Splittertest zu Verunreinigung der Probe kommen. Die entwickelten Probenentnahme bietet den Vorteil, dass die Metallpartikel im Vergleich zu dem Splittertest nach Wirz an dem PEEK-Bohrer haften. Durch die Kohlenstofffasern im PEEK ist die elektrische Leitfähigkeit des Bohrers geben. Wodurch die Übertragungsschritte der Späne auf eine elektrisch leitende Unterlage nicht mehr notwendig sind. [1]

Nebenbei konnte bei den Untersuchungen festgestellt werden, dass die PEEK-Bohrer einen positiven Einfluss auf die Oberflächenbeschaffenheit hatten. Die Rauheitsmessungen zeigten eine Verminderung der R_a-Werte auf den getesteten Metallproben, was auf einen polierenden Effekt zurückgeführt werden konnte. Abschließend kann man sagen, dass im Gegensatz zu der herkömmlichen Methode nach Wirz die Methode mit einem PEEK-Bohrer sowohl für den behandelnden Zahnarzt als auch für den Patienten wesentliche Vorteile bietet. Die Handhabung hat sich vereinfacht, da der PEEK-Bohrer einfach in ein Winkelstück des Zahnarztstuhles eingespannt werden kann und das Risiko der Verunreinigungen wurde vermindert.

English

The aim of this work was to find a more simply method as the splinter test according to Wirz for element analysis of dental devises in the mouth of the patient with a higher analytical quality. Furthermore, possible further fields of application, such as Improvement of the surface roughness to be tapped.

To achieve this goal, the carborundum stone was replaced with a carbon fiber reinforced polyetheretherketone (PEEK) dental drill. For this purpose, a 10% short carbon fiber reinforced PEEK drill was produced. Elemental analysis using the scanning electron microscope shows that the hardness of the 10% short carbon fiber reinforced PEEK drills was not sufficient to remove particles from dental prostheses. Due to this fact, a second variant with 30% short carbon fibers was developed. With this variant, particle samples could be taken both for noble metal alloys and non-noble metal alloys. Initially, different speeds were tested. The result has shown that at a speed of 30,000 rpm and a duration of more than 15 seconds, the chip removal provides a constant quality of analysis. [1]

In addition to the chip removal, the investigations showed that the surface properties of the metals changed. For this purpose, roughness measurements were carried out with the tactile roughness measuring device. It turned out that the PEEK drills have a positive influence on the surface quality. The roughness measurements showed a reduction in R_a values on the metal samples tested.

In conclusion, in contrast to the traditional method according to Wirz, the method with a PEEK drill offers considerable advantages for the dentist and the patient. The handling has been simplified because the PEEK drill can be easily clamped in an elbow of the dentist's chair. In addition, the attending physician no longer needs to lay a cofferdam. And the most important advantage is that the particles adhere to the drill. Therefore, the chips no longer have to be picked up with an electrically conductive adhesive plate or with a strip of Tesafilm and thus the risk of contamination, is avoide.

Manteltext

1. Einleitung

Heutzutage werden noch immer unterschiedliche Dentallegierungen im Zahnersatz in den Mund von Patienten eingesetzt, obwohl es mit den hochfesten Keramiken und Polymer-Keramik-Kompositen gute Alternativen gibt, und die Biokompatibilität des verwendeten Materials essentiell ist. Ein Stoff ist dann biokompatibel, wenn er bei Kontakt mit Gewebe keine bzw. geringe Reaktionen auslöst [2]. Bei der Biokompatibilität unterscheidet man unterschiedliche Grade [2]:

- 1. biotolerant (reizlose Akzeptanz des umgebenden Gewebes),
- 2. bioinert (keine nennenswerte Schädigung des umliegenden Gewebes, ohne Osteogenese),
- 3. bioreaktiv (Materialien, die einen positiven Einfluss auf die Vorgänge haben, bei denen nachweislich eine Verbindung zu dem umliegenden Gewebe vorliegt).

In Bezug auf dentale Werkstoffe ist die Besonderheit des Mundmilieus zu berücksichtigen. Die Materialien sind ständig in feuchter Umgebung, sowie starken Temperatur- und pH-Schwankungen ausgesetzt. Weiterhin ist zu beachten, dass die dentalen Legierungen meist aus mehr als vier Legierungsbestandteilen bestehen, was die zuverlässige Beurteilung der Biokompatibilität von dentalen Legierungen erschwert. Bei Einsatz von Metallen im Mund kommt es zu Korrosion, wodurch sich Bestandteile (Metallionen) aus dem Zahnersatz herauslösen und die Biokompatibilität maßgeblich beeinflusst wird, denn die herausgelösten Ionen der verschiedenen Elemente können unterschiedliche Reaktionen auslösen [1, 3]. Inzwischen ist erwiesen, dass der Gesundheitszustand eines Patienten durch metallbasierten Zahnersatz negativ beeinflusst werden kann [4, 5, 6, 7, 8, 9, 10].

Daher gewinnt die Frage nach der Patienten-Verträglichkeit, insbesondere metallischer dentaler Werkstoffe, immer mehr an Bedeutung, denn auch die Zahl der Allergiker steigt. Laut einer Studie des Robert-Koch-Institutes hat sich die Zahl der Allergiker von 1990/92 bis 2008/11 nahezu verdoppelt. Eine Hochrechnung auf Grundlage einer Umfrage zwischen 2014 und 2015 zeigte, dass 12,3 Millionen Deutsche unter den Beschwerden einer Allergie leiden [11]. Untersuchungen der Universität Basel haben ergeben, dass unterschiedlichste Symptome wie Schmerzen, Schleimhautbrennen, Mundtrockenheit sowie Geschmacksirritationen als häufigste Beschwerden auf Grund von

Zahnersatzmaterialien auftraten. In der Hälfte der Fälle wurden parodontale Probleme (z.B. Entzündungen, Verfärbungen) an den Pfeilerzähnen mit festsitzendem Zahnersatz, wie z.B. Kronen und Brücken festgestellt [1, 10, 12, 13]. Weitere Untersuchungen haben gezeigt, dass es auch zu Schleimhautveränderungen wie oraler lichenoide Reaktionen (OLR) bzw. oraler Lichen Planus (OLP) durch Dentallegierungen kommen kann [1, 13]. Inzwischen ist bekannt, dass aus Dentallegierungen freigesetzte Metallionen ursächlich für chronische Entzündungen sein können [1, 14].

Erschwert wird die Suche nach dem Allergie-auslösenden Material dadurch, dass Patienten selten wissen, welches Material genau ihnen als Zahnersatz eingesetzt wurde. Dabei ist auch zu berücksichtigen, dass mehr als 3000 verschiedene Legierungen auf dem Weltmarkt verfügbar sind. Wegen dieser großen Anzahl an Legierungen und den häufig auftretenden Allergien gegenüber Zahnersatzmaterialien ist es erforderlich, dass Zahnersatz-Werkstoffe analysiert werden können ohne dass der festsitzende Zahnersatz entfernt bzw. beschädigt wird und trotzdem eine zuverlässige Aussage über die Legierungsbestandteile getroffen werden kann. Zu diesem Zweck wurde der Splittertest nach Wirz Anfang der Neunziger Jahre am Zentrum für Zahnmedizin der Universität Basel von Prof. Dr. med. dent. J. Wirz entwickelt [1, 10, 12]. Hierbei wird von dem zu untersuchenden Zahnersatzmaterial mit einem rotierenden Karborundsteinchen intraoral eine Probe des Zahnersatzes entnommen. Bei mittlerer Drehzahl wird dieses an die Restauration gehalten, um mikrometergroße Metallsplitter abzuschleifen. Diese werden anschließend auf eine selbstklebende, elektrisch leitfähige Folie übertragen und abschließend mit Hilfe eines Rasterelektronenmikroskops und der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX) analysiert. [10, 12, 15]

Ein Nachteil dieser Methode ist die Übertragung der mikrometergroßen Metallpartikel vom z.B. Tesafilm auf die selbstklebende Folie. Muss hierzu noch ein Instrument herangezogen werden, kann es schnell zu Verunreinigungen der Proben kommen, insbesondere wenn das Instrument verunreinigt ist [1].

Entsprechend wäre es wünschenswert, diesen Übertragungsschritt zu vermeiden, was auch die Handhabung wesentlich erleichtern würde. Dafür müsste das Instrument, welches zur Gewinnung der Proben dient und an dem die Metallproben haften, gleichzeitig als Objektträger im REM fungieren [1]. Voraussetzung dafür sind folgende Materialeigenschaften eines entsprechenden rotierenden Instrumentes [1]:

- metallfrei, um die Analyse nicht zu verfälschen
- eine ausreichende Härte, um Metallpartikel abtragen zu können elektrisch leitend, um die Analyse im REM zu gewährleisten.

Diese Eigenschaften könnte Kohlefaser-verstärktes PEEK (Polyetheretherketon) in Form eines entsprechenden Instrumentes bzw. Bohrers aufweisen.

Das semikristalline Hochleistungspolymer PEEK wird seit den späten 1990er-Jahren in der Medizin als Implantat-Material verwendet, beispielsweise auf dem Gebiet der Orthopädie [16, 17]. Seit kurzem wird PEEK auch immer mehr im Bereich der Zahnmedizin eingesetzt, um Implantate und Zahnersatz auf PEEK-Basis zu fertigen [18]. PEEK ist biokompatibel und sehr widerstandsfähig gegen Abrieb. [17] Dies ist ein Grund dafür, dass im dentalen Bereich ein Bohrer auf PEEK-Basis verfügbar ist, der zur schonenden Entfernung weicher Karies eingesetzt werden kann [19]. Die Zugabe von verstärkenden Kohlefasern müsste dem Bohrer die entsprechende Härte verleihen, um sogar Metallpartikel von einer Legierung abtragen zu können. Diese Annahme basiert auf Untersuchungen von Schwitalla et. al. [17] zur Biegefestigkeit verschiedener PEEK-Sorten.

PEEK selbst wirkt sowohl thermisch als auch elektrisch isolierend [17]. Aus dem Bereich der Rasterelektronenmikroskopie ist bekannt, dass nicht elektrisch leitenden Proben (z.B. Kunststoffe) mit Gold oder Kohlenstoff beschichtet werden können, um eine elektrische Aufladung zu vermeiden [20]. Darauf basierte die Annahme, dass ein Kohlefaser-verstärktes PEEK-Compound elektrisch leitfähig sein müsste.

Insofern war das Ziel der vorliegenden Arbeit die Entwicklung und Erprobung eines Kohlefaser-verstärkten PEEK-Bohrers, der im Rahmen des Splittertests zur Probenentnahme und gleichzeitig als Objektträger bei der EDX-Analyse dient, um den Splittertest nach Wirz zu vereinfachen.

2. Material und Methode

Es wurden zwei unterschiedliche PEEK-Compounds hergestellt, die sich hinsichtlich ihres Kohlefaseranteile unterschieden (Fa. Lehmann & Voss, Hamburg, Deutschland) [1]:

- 10% kurze Kohlefasern (PEEK-1),
- 30% kurze Kohlefasern (PEEK-2).

Diese wurden durch Spritzguss in Rosenbohrer überführt. Dazu diente eine Form für einen kommerziellen Rosenbohrer auf PEEK-Basis (Polybur, Brassler, Lemgo, Deutschland), so dass die hergestellten Rosenbohrer in ein gewöhnliches grünes zahnärztliches Winkelstück eingespannt werden konnten (Abbildung 1) [1].



Abbildung 1 Prototyp des Rosenbohrers für das zahnärztliche Winkelstück a) mit wiederverschließbarer Verpackung [1] b) Bohrer im Winkelstück c) Vergrößerte Ansicht des Arbeitsendes des Rosenbohrers [1]

Es wurde von je einem Rosenbohrer der beiden PEEK-Compounds ein Längsschnitt erstellt, um die Härte zu messen und die Verteilung der kurzen Kohlenstofffasern zu betrachten. Hierfür wurden die Rosenbohrer in Technovit 4004 (Fa. Kulzer, Wehrheim, Deutschland) eingebettet. Anschließend wurde in Stufen der Querschliff mit Siliziumkarbid-Schleifpapier angefertigt, beginnend mit 320er, 500er, 1000er und abschließend mit 4000er Körnung (Fa.Buehler, Lake Bluff, USA; Fa.Hermes Schleifmittel GmbH, Hamburg, Germany) poliert. Die Analyse der Faserverteilung erfolgte mit Hilfe eines digitalen Mikroskops (Keyence VHX-5000 Mikroskop, Fa. Keyence, Neu-Isenburg, Deutschland). Die Härte der PEEK-Compounds wurde an den Längsschliffen mit Vickers HV0,1 und HV1 durchgeführt. Zuerst wurde mit HV1 (Prüfkraft 9,81N; Eindrucksdauer 10 sec.) gearbeitet. Die HV0,1 Prüfung erfolgte im zweiten Schritt mit einer Prüfkraft von 0,98 N und einer Eindrucksdauer von 20 Sekunden. Die Ermittlung der Härtewerte erfolgte mit der Software Qpix T2 Version 1.1.4.1 (Fa. Qness, Golling, Österreich) an dem Härteprüfgerät Qness Q10M Mikro-Härteprüfer (Fa. Qness, Golling, Österreich).

Für die Abriebtests wurden Edelmetall- und Nichtedelmetalllegierungen gewählt, so dass folgende Legierungen zur Verfügung standen:

- (1) Kobalt-Chrom-Legierung, gesintert
- (2) Wiron[®] 99 (Fa. Bego, Bremen, Deutschland)
- (3) Wirobond[®] (Fa. Bego, Bremen, Deutschland)
- (4) Titan-Niob-Aluminium-Legierung (Ti6Nb7Al)
- (5) Gegossenes Titan
- (6) Titan-Aluminum-Vanadium-Legierung (Ti6Al4V)
- (7) Gold-Platin-Legierung (Orplid[®] MH, Fa. C.Hafner, Pforzheim, Deutschland)
- (8) Bio Herador[®]N (Fa. Kulzer, Hanau, Deutschland)
- (9) Gaudent S[®] (Fa. Ivoclar, Schaan, Lichtenstein)
- (10) Modellgussprothese
 - a) Edelmetalllegierung an der Front im Bereich der teilverblendeten Kronen
 - b) Nichtedelmetalllegierung an der Basis

Die unterschiedlichen Legierungen wurden aufgrund ihrer breiten Anwendung und ihrer unterschiedlichen Härteeigenschaften ausgewählt. Die Härtewerte wurden nur teilweise von den Herstellern angegeben, weshalb zunächst die Härte bei allen Legierungen mit Hilfe des Härteprüfgerätes Qness Q10M Mikro-Härteprüfer ermittelt wurden (Tabelle 2). Dies erfolgte nach Vickers HV5 mit einer Prüfkraft von 49,03 N und einer Eindringzeit von 10 Sekunden. Pro Material wurden zehn Härteeindrücke (Abbildung 2) gesetzt. Anschließend wurden die Härteeindrücke vermessen und die Härte mit der Software Qpix T2 Version 1.1.4.1 an dem Mikro-Härteprüfer Qness Q10M errechnet. Aus den zehn Werte wurde der Mittelwert und die Standardabweichung gebildet.



Abbildung 2 Härteeindruck mit Vermessungsmarkierungen auf Ti6Al4V, mit dem Mikro-Härteprüfer Qness Q10M (Fa.Qness, Golling, Österreich) gesetzt mit HV5

Zunächst wurden Vorversuche mit den beiden Bohrergruppen durchgeführt. Hierzu diente eine zahnärztliche Einheit (M1, Siemens Sirona, Bensheim, Deutschland). Die Materialbearbeitung erfolgte unter manuellem Druck für ca. 15 Sekunden. Hierfür wurden unterschiedliche Geschwindigkeiten hinsichtlich der Effizienz an einer Kobalt-Chrom-Legierung getestet [1]:

- 10.000 U/min
- 30.000 U/min
- 50.000 U/min
- 70.000 U/min
- 100.000U/min

Die Vorversuche dienten zur Überprüfung der Eignung der beiden Compounds im Hinblick auf deren Abriebfestigkeit und ausreichendem Abtrag von Metallpartikeln sowie auf deren Eignung als Probenhalter im Elektronenmikroskop. Zur Beurteilung der Abriebfestigkeit wurde die Kantenfestigkeit der Bohrer optisch analysiert. Dies erfolgte ebenfalls mit dem digitalen Mikroskop Keyence VHX-5000. Hierbei wurden lichtmikroskopische Aufnahmen der originalen Bohrer mit Aufnahmen der Bohrer nach dem Abriebtest verglichen.

Zur Beurteilung der Eignung für den Abriebtest an sich wurden EDX-Analysen der chemischen Zusammensetzung der Metallspäne auf den Bohrern durchgeführt und mit EDX-Analysen der Ausgangsmetalle bzw. –legierungen verglichen (Quantax 6, Auflösung 126eV, Bruker, Berlin Deutschland). Hierfür wurden die Rosenbohrer nach dem Test in eine wiederverschließbare Kunststoffhülle (Abbildung 1b) gesteckt, um Verunreinigungen zu vermeiden und einen sicheren Transport zum Rasterelektronenmikroskop zu gewährleisten [1].

Für die Analyse wurden die Rosenbohrer dann wieder entnommen, auf einen Träger für das Rasterelektronenmikroskop geklebt, und in das Gerät eingebracht. Die Analysen der Zusammensetzung erfolgte mit Hilfe der Software Esprit 2.0 (Bruker, Berlin, Deutschland), wobei verschiedene Partikel wie auch mindestens drei Messpunkte je Partikelträger ausgewertet wurden [1].

Bezüglich der Arbeitsweise des Elektronenmikroskops, wobei Elektronen auf die Probenoberfläche geschossen werden, so dass durch Wechselwirkungen wiederum Elektronen aus unterschiedlichen Schichten der Probe herausgelöst werden, waren drei Strahlungsarten für diese Arbeit von Bedeutung [21, 22, 23, 24]:

- Sekundärelektronen werden aus der obersten Atomlage herausgelöst (Austrittstiefe 5-50 nm), mit einer Austrittsenergie ≤ 50 eV. Sie dienten der bildlichen Darstellung der Oberflächentopografie.
- Rückstreuelektronen treten nach Ablenkung aus der Probenoberfläche aus (Austrittstiefe von ~½ der Reichweite der Primärelektronen (Elektronen des Elektronenstrahls)), mit einer Austrittsenergie ≥ 50 eV. Sie werden verwendet für den Materialkontrast, Abbildung und Analyse der Oberfläche.
- 3. Charakteristische Röntgenstrahlung, Primärelektronen lösen Elektronen aus den inneren Schalen der Probenatome. In diese Lücke rückt ein Elektron aus einer höheren Schale nach. Die überschüssige Energie wird als sogenanntes Röntgenquant abgespalten und ist für jedes Element spezifisch. Diese Strahlung wurde für die EDX-Analyse verwendet.

Des Weiteren wurden im Rahmen der Hauptversuche Rauheitsmessungen vor und nach dem Abriebtest durchgeführt, wobei die verwendeten Proben vor der Messung mit einem fusselfreien weichen Tuch und Ethanol gereinigt wurden. Die Rauheitsmessung wurde an den Metallproben jeweils entlang von n=3 Linien in horizontaler und vertikaler Richtung mit dem Tastschnittgerät Perthometer S6P (Fa. Mahr, Göttingen, Deutschland) durchgeführt (Abbildung 3), wobei die Oberfläche der Probe mit einer Diamantspitze mit einem Durchmesser von 10 µm abgetastet wird. Die Auslenkung der Tastspitze wurde durch einen Messwertwandler in elektrische Werte überführt und so dem Perthometer zur Messwertverarbeitung übermittelt [25].

Die Taststrecke (Lt) wurde auf 5,6 mm eingestellt, was einer Messstrecke für die Auswertung von 4 mm entspricht, da sowohl am Anfang als auch am Ende eine Strecke von 0,8 mm abgezogen wurde, um den Einfluss des Aufsetzens der Tastspitze auf und des Abhebens der Tastspitze von der Probenoberfläche zu vermeiden. Als Maß für die Oberflächenrauheit wurde der Ra-Wert ermittelt, also der arithmetische Mittelwert des Rauheitsprofils innerhalb einer Messtrecke [25].

Aufgrund ihrer Geometrie und Dimension wurde die Modellgussprothese (Probe (10)) hierbei ausgelassen.



Abbildung 3 Schematische Darstellung der Rauheitsmessung entlang der roten Linien

Die statistische Auswertung erfolgte mit Excel 2016 (Fa. Microsoft, Redmond, Washington, USA). Zur Darstellung signifikanter Unterschiede der Ergebnisse wurde eine One-way-ANOVA durchgeführt, wobei das Signifikanzniveau bei < 0,05 lag [1].

3. Ergebnisse

Die mikroskopische Untersuchung der Querschliffe zeigte eine randomisierte Verteilung der Kohlefasern innerhalb der PEEK-Matrix, wobei sie im Bereich des Schaftes tendenziell in Richtung der Längsachse orientiert waren (Abbildung 4).



Abbildung 4 Lichtmikroskopische Aufnahme der Kohlefasern in einem PEEK-2-Bohrer (300-fache Vergrößerung); a) Rosenbohrer-Kopf; b) Schaft

Des Weiteren stellten sich Defekte im Bereich des größten Durchmessers des Schaftes dar (Abbildung 5).



Abbildung 5 Lichtmikroskopische Aufnahme eines Defektes im Bereich des Schaftes eines PEEK-2-Bohrers (300-fache Vergrößerung)

Die Härteprüfung der PEEK-1- und PEEK-2-Bohrer zeigte keinen signifikanten Unterschied bei der Testung mit HV1, jedoch bei der Prüfung mit HV0,1 (Tabelle 1).

Tabelle 1: Vickershärte der CF-PEEK-Bohrer [Mittelwert (MW) ± Standardabweichung (SD)].

Probe	HV0,1	HV1
PEEK-1-Bohrer	34,21 ±8,30	38,67 ±4,90
PEEK-2-Bohrer	44,41 ±3,64	36,91 ±4,00

Die Ergebnisse der Härteprüfung der Legierungen sind den Herstellerangaben in Tabelle 2 gegenübergestellt.

Härte laut Hersteller	Härte gemessen mit Härteprüfgerät Qness [MW±SD]
-	323,7 ±10,26 (HV5)
195 (HV10) [26]	175,6 ±5,82 (HV5)
310 (HV10) [27]	302,1 ±25,83 (HV5)
-	152,0 ±3,77 (HV5)
-	293,7 ±15,21 (HV5)
-	277,0 ±86,51 (HV5)
125 (HV5) / 160 (HV30) [28]	173,5 ±3,41 (HV5)
205 (w/k), 220 (v), 185 (s) (HV5) [29]	156,3 ±15,92 (HV5)
-	163,6 ±10,21 (HV5)
	Härte laut Hersteller - 195 (HV10) [26] 310 (HV10) [27] - - 125 (HV5) / 160 (HV30) [28] 205 (w/k), 220 (v), 185 (s) (HV5) [29] -

Tabelle 2: Vickershärte der Legierungen.

Im Vorversuch zeigte sich, dass die PEEK-1-Bohrer (10% kurze Kohlefasern) aufgrund ihrer geringen Kantenfestigkeit für den Abrieb an härteren Metalllegierungen wie z.B. Kobalt-Chrom-Legierungen nicht geeignet waren, weshalb die Hauptversuche mit den PEEK-2-Bohrern (30% kurze Kohlefasern) durchgeführt wurden, da diese eine ausreichende Kantenfestigkeit zeigten. Weiterhin zeigten die Ergebnisse der Vorversuche, dass bei einer Geschwindigkeit von 30.000 U/min bei allen Proben ausreichend Metall-Partikel durch die PEEK-2-Bohrer abgetragen wurden, um eine Elementanalyse durchführen zu können, auch wenn sich die Bohrerflanken nach Testung deutlich reduziert darstellen (Abbildung 6).

Der Materialabrieb durch die PEEK-2-Bohrer spiegelt sich auch in den Änderungen der Rauheitswerte wieder.



Abbildung 6 Darstellung der Kantenfestigkeit eines PEEK-2-Bohrers; a) links in unbenutztem Zustand, rechts nach Titanabtrag; b) Bohrer mit EM-Partikeln nach dem Abriebtest

Die Prüfung der OF-Rauheit zeigte grundsätzlich eine Verringerung der R_a-Werte nach dem Abriebtest mit Ausnahme von Bio Herador[®], welches einen unveränderten R_a-Wert zeigte (Tabelle 3).

Probe	Rª [µm] Vor dem Abrieb	R₂ [µm] Nach dem Abrieb
CoCr gesintert	0,57 ±0,22	0,32 ±0,21
Wiron [®] 99 (Ni-Basis-Leg.)	0,35 ±0,24	0,13 ±0,03
Wirobond [®] (Co-Basis-Leg.)	0,98 ±0,99	0,09 ±0,09
Titan-Niob-Aluminium (Ti6Nb7Al)	0,10 ±0,05	0,04 ±0
Titan geogossen abgestrahlt mit Al ₂ O ₃	0,87 ±0,12	0,25 ±0,03
Titan-Aluminium-Vanadium (Ti6Al4V)	0,22 ±0,04	0,10 ±0,02
Orplid [®] MH (Au-Basis-Leg.)	0,27 ±0,13	0,17 ±0,05
Bio Herador®N (Au-Basis-Leg.)	0,13 ±0,04	0,13 ±0,05
Gaudent S [®] (Al-Cu-Leg.)	0,60 ±0,39	0,24 ±0,28

Tabelle 3: R_a-Werte vor und nach dem Abriebtest [MW ±SD].

Die Ergebnisse der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX-Analyse) sind in Tabelle 4 zusammengefasst.

Es wurden dabei keine signifikanten Unterschiede zwischen den Originalproben und den Abriebpartikeln auf dem PEEK-Bohrer festgestellt. Eine Ausnahme stellte das Wirobond[®] dar, da die Legierungselemente Molybdän und Wolfram nicht detektiert werden konnten.

Material	Ausgangsmaterial [wt%(norm.)]	Späne am Bohrer [wt%(norm.)]	Abweichung der Mittelwerte [%]
Orplid [®] MH	- , //		
Gold	77,19 ±1,96	77,33 ±2,30	0,18
Silber	11,42 ±1,88	12,81 ±1,94	12,17
Kupfer	7,90 ±0,20	7,07 ±0,95	10,51
Platin	3,49 ±0,09	2,79 ±0,54	20,06
Bio Herador®N			
Gold	85,85 ±0,71	90,49 ±1,20	5,40
Platin	14,15 ±0,71	9,51 ±1,20	32,79
Wirobond®			
Kobalt	64.08 ±1.19	72.39 ±5.37	12.97
Chrom	26.04 ±0.33	27.61 ±5.37	6.03
Molvbdän	5.28 ±0.56		100
Wolfram	4,60 ±0,63		100
CoCr gosintort			
Kobolt	64 22 ±0.05	62 54 +2 19	2.62
Chrom	04,22 ±0,95	02,34 ±3,10	2,02
	28,50 ±0,69	28,90 ±3,06	1,40
vvoiiram	7,28 ±0,53	8,56 ±3,00	17,58
Wiro [®] 99			
Nickel	66,70 ±1,11	70,00 ±0,54	4,95
Chrom	23,36 ±0,67	22,25 ±1,22	4,75
Molybdän	9,94 ±0,69	7,75 ±0,91	22,03
Gaudent S®			
Kupfer	95,46 ±0,06	96,05 ±0,10	0,62
Nickel	3,43 ±0,12	2,99 ±0,11	12,83
Mangan	1,11 ±0,08	0,95 ±0,13	14,41
Titan-Niob			
Titan	100 ±0	100 ±0	0
Titan gegossen			
Titan	85 32 +1 19	86 82 +16 09	1 76
Aluminium	14,68 ±1,19	13,18 ±16,06	10,22
TIGALAN			
Titon	01 52 .0.00	90.60 .1.50	2.04
l Itari	91,53 ±0,06	89,69 ±1,52	2,01
Aluminium	5,99 ±0,06	5,59 ±0,66	0,08
vanaaium	2,48 ±0,03	4,72 ±1,85	90,32

Tabelle 4: Vergleich der Elementzusammensetzung des Original-Materials und dessen Späne am Rosenbohrer in Masseprozent (wt%(norm.)).

4. Diskussion

Das Ziel dieser Arbeit war die Entwicklung einer Methode, die den Splittertest nach Wirz vereinfacht, und eine nicht nur vergleichbare, sondern von Fehlern freie Analyse der Legierungszusammensetzung ermöglicht. Dies konnte durch die Untersuchungen mit dem PEEK-2-Bohrer erreicht werden [1].

Der Splittertest nach Wirz wird mit einem Karborundsteinchen durchgeführt. Hierfür muss der behandelnde Zahnarzt einen Kofferdamm (Spanngummi) legen, damit die abgetragenen Partikel mit diesem aufgefangen werden. Anschließend werden die Partikel auf ein elektrisch leitendes selbstklebendes Plättchen bzw. auf einen Streifen Tesafilm übertragen, damit die Splitter in einem REM mit Hilfe der EDX-Analyse auf ihre Elementzusammensetzung untersucht werden können [10, 12, 15]. Ein Nachteil dieser Methode ist, dass es während der Übertragungsschritte zu Verunreinigung der Proben bzw. deren Verlust kommen kann. Zudem ist es wichtig, dass immer ein neues Karborundsteinchen für jede Probe verwendet werden muss, um etwaige Verunreinigungen dessen zu vermeiden. Neben den Verunreinigungen ist ein weiterer Nachteil, dass das Karborundsteinchen an dem im Mund verbleibenden Zahnersatz Defekte an der Oberfläche in Form von Schleifspuren hinterlässt. Diese müssen anschließend vom behandelnden Zahnersatz entfernt werden, um ein erhöhtes Risiko von Plaqueablagerungen zu vermeiden [30].

Im Vergleich zu dem Splittertest nach Wirz, zeigte die Verwendung des entwickelten PEEK-2-Bohrers wesentliche Vorteile. Durch das Ersetzen des Karborundsteinchen durch einen Kohlenstofffaser-verstärkten PEEK-Bohrer konnten die Übertragungsschritte verringert werden, was die Behandlungszeit reduziert. Bei dem PEEK-2-Bohrer bleiben die Partikel an den Kanten haften, wodurch das Legen eines Kofferdamms theoretisch nicht mehr nötig ist [1]. Die verwendeten PEEK-2-Bohrer sind aufgrund der Kohlefasern elektrisch leitend, was einen späteren Übertragungsschritt der Partikel auf ein selbstklebendes Grafitplättchen für die EDX-Analyse überflüssig machte. Somit konnte auch das Risiko einer Verunreinigung bzw. eines Verlustes der Partikel minimiert werden. Ein weiterer positiver Aspekt der Methode zeigte sich bei der Oberflächenuntersuchung des Zahnersatzmaterials. Beim Vergleich der OF-Rauheitsmessung vor und nach dem Abriebtest zeigte sich, dass die R_a-Wert sich verringerten (Tabelle 3). Insofern ist von einem polierenden Effekt durch den Abriebtest auszugehen (Abbildung 7).



Abbildung 7 Lichtmikroskopische Aufnahme der Legierung Orplid® MH (Fa. C.Hafner) vor dem Abriebtest (links) und nach dem Abriebtest (rechts)

Die Ergebnisse zeigten keinen signifikanten Unterschied zwischen Ausgangsmaterial und Späne [1]. Eine Ausnahme dabei stellte die Analyse der Späne von Wirobond® (Fa. Bego, Bremen, Deutschland) dar. In dem Ausgangsmaterial konnten sowohl Molybdän als auch Wolfram detektiert werden, welche in den Abriebpartikeln nicht gemessen werden konnten. Wirz et al. haben Splitterproben von mehreren Edelmetalllegierungen in Form von Plättchen und Zahnersatz genommen. Bei der Analyse stellten sie bei den Spänen der Plättchen eine Abweichung von durchschnittlich -1,5 bis +1,5 Gew-% fest. Die Schwankungen bei den Proben vom Zahnersatz lagen zwischen -2,5 und +2,0 Gew-% [31]. Eventuell waren Molybdän und Wolfram aufgrund ihrer geringen Anteile innerhalb der Wirobond-Legierung nicht detektierbar. Inwiefern bei Verzicht auf einen Kofferdamm der Speichelfluss Einfluss auf den Spanabtrag und somit auf die Messgenauigkeit haben könnte, müsste noch unter reellen Bedingungen innerhalb eines Patientenmundes getestet werden.

Beim Vergleich der Lage der Fasern innerhalb der beiden Bohrer fiel auf, dass bei den PEEK-1-Bohrern an den breiteren Stellen (z.B. Bohrer Kopf, Durchmesser stärkste Stelle des Schaftes) mehr Matrix vorhanden war, wohingegen in den PEEK-2-Bohrern die Fasern relativ homogen verteilt vorlagen und im Bohrer-Kopf keine bestimmte Orientierung besaßen (Abbildung 8). Im Bereich des Schaftes zeigten die Fasern nahe der Oberfläche eine Ausrichtung parallel zur Längsachse, wobei sie im Zentrum eher randomisiert ausgerichtete vorlagen. Die Orientierung wurde eventuell durch die Herstellung per Spritzgussverfahren beeinflusst, wobei die Gussform von einer Richtung mit dem durch Hitze verflüssigten Rohmaterial unter Druck befüllt wird [32]. Neben der unterschiedlichen Orientierung der Fasern konnten auch Defekte innerhalb der Bohrer festgestellt werden. Diese befanden sich meistens an der Stelle mit dem größten Umfang der Bohrer (Abbildung 5). Auch hierfür könnte das Herstellungsverfahren der Grund

gewesen sein. Eventuell lag hierbei keine ausreichende Verdichtung des Materials vor, so dass die Kontraktionskräfte beim Abkühlen nicht ausgeglichen werden konnten, die durch Erstarrung des Materials von peripher nach zentral aufgetreten sein könnten. Dies kann diese zentralen Defekte, sogenannte Lunker, verursachen [33]. Neben Lunkern finden sich auch Stellen, an denen keine Fasern vorlagen (Abbildung 9). Trotz der Unregelmäßigkeiten konnte der neuartige Splittertest durchgeführt werden, da sich die Fasern peripher konzentrierten, dort wo die größte Belastung durch den Abriebtest stattfand.

Um eine Aussage bezüglich der Kantenfestigkeit der beiden CF verstärkten Bohrer feststellen zu können, wurden die Vickershärte der Bohrer und die Oberflächenrauheit der Legierungen gemessen.

Bezüglich der Vickershärte-Messung HV1 konnte kein Unterschied zwischen dem PEEK-1-Bohrer und dem PEEK-2-Bohrer festgestellt werden. Der Grund hierfür könnte eine zu hohe Prüfkraft gewesen sein, so dass der Einbettkunststoff einen Einfluss auf das Messergebnis hatte, indem dessen Härte ebenfalls getestet wurde. Entsprechend zeigten die Messungen mit HV0,1 einen signifikanten Unterschied zwischen dem PEEK-1-Bohrer (34,21 ±8,30 HV0,1) und dem PEEK-2-Bohrer (34,21 ±8,30 HV0,1). Vermutlich aufgrund seiner geringeren Härte konnte der PEEK-1-Bohrer nur von EM-Legierungen Partikel abtragen, wobei mit dem PEEK-2-Bohrer auch Partikel von NEM-Legierungen gewonnen werden konnten, auch wenn die Kanten am Arbeitsende des Bohrers durch den Abrieb reduziert wurden. Entsprechend wurde der Hauptversuch mit dem PEEK-2-Bohrer durchgeführt.

Auch der polierende Effekt der Bohrer, der sich in nicht-signifikant reduzierten Rauheitswerten nach den Abriebtests wiederspiegelt, weist auf Bearbeitungsfähigkeit selbst der harten Legierungen hin.



Abbildung 8 Vergleich der lichtmikroskopischen Aufnahmen der Faserverteilung innerhalb des PEEK-1- und PEEK-2-Bohrers (300-fache Vergrößerung) 1) Faser-Verteilung im Kopf; 2) Ausschnitt aus 1; 3) Faser-Verteilung im Schaft



Abbildung 9 Lichtmikroskopische Aufnahme fehlerhafter Stellen des PEEK-2-Bohrers (200-fache Vergrößerung, Keyence VHX-5000)

Abschließend betrachtet scheint die vorgestellte Methode sowohl für den behandelnden Zahnarzt als auch für den Patienten wesentliche Vorteile im Gegensatz zu der herkömmlichen Methode nach Wirz zu bieten:

- 1. Theoretisch ist das Anlegen eines Kofferdamms (Spanngummi) überflüssig,
- der Bohrer selbst dient als Partikelträger, so dass für die EDX-Analyse ein zusätzlicher Übertragungsschritt der Partikel auf ein elektrisch leitfähiges Klebeplättchen bzw. -streifen entfällt,
- 3. der Abriebtest geht mit einer Politur der Metalloberfläche einher.

Daher könnte die beschriebene Metallanalyse insbesondere im Falle von Zahnersatzassoziierten Beschwerden der weiterführenden Diagnostik dienen [1]. Dies muss im Rahmen von Untersuchungen unter reellen Bedingungen, idealerweise in vivo, untermauert werden.

5. Literaturverzeichnis

- [1] M. Sütel, A. Schwitalla, T. Zimmerman und W.-D. Müller, "An innovation method for in-situ composition analysis of fixed metallic dental restorations," *Dental Materials*, Bd. 35, pp. 709-712, 2019.
- [2] E. GmbH, Hrsg., Lexikon Zahnmedizin, Zahntechnik, München: Urban und Fischer, 2000.
- [3] J. C. Wataha, "Biocompatibility of dental casting alloys: A review," *The Journal of prosthetic dentistry*, Bd. 83, Nr. 2, Februar 2000.
- [4] E. McGinley, A. H. Dowling, G. P. Moran und G. J. P. Fleming, "Influence of s.mutans on base-metal dental casting alloy toxicity," *JDent res,* Nr. 92, pp. 92-97, 2013.
- [5] E. M. Elshahaway, I. Watanabe und P. Kramer, "In virto cytotoicity evaluation of elemntal ions released from different prosthodontic materials," *Dent Mat,* Nr. 25, pp. 1551-1555, 2009.
- [6] W. Geurtsen, "Biocompatibility of dental casting alloys," *Crit Rev OralBiol Med,* Nr. 13, pp. 71-84, 2002.
- [7] K. F. Leinfelder, "An evaluation of casting alloys used for restorative procedure,"
 JADA 128, pp. 37-45, 1997.
- [8] I. Rykowska, K. Makuch und W. Wasiak, "In vitro determination of Ti and other metals released from intra-osseous dental implants into the mucosa," *Anal. Methods,* Nr. 7, pp. 9226-9236, 2015.
- [9] J. Wataha, G. Schmalz und D. Arenholt-Bindslev, Dentallegierungen in Biokompatibilität zahnärztlicher Werkstoffe, Elsevier, Hrsg., Urban und Fischer, 2005, pp. 212-244.
- [10] J. Wirz und F. Schmidli, "Lokaltoxische Reaktion auf Metalle und Legierungen," *Quintessenz,* Bd. 50, Nr. 5, pp. 507-514, 1999.
- [11] "Ärzte Zeitung online," Springer Medizin Verlag GmbH, 04 04 2017. [Online]. Available:

https://www.aerztezeitung.de/medizin/krankheiten/allergien/article/933039/robert -koch-institut-fast-jeder-dritte-deutsche-allergie.html. [Zugriff am 04 Juni 2019].

- [12] J. Wirz, F. Schmidli und M. G. Petrinin, "Metall-Unverträglichkeit," Schweiz. Monatsschr. Zahnmed., Nr. 113, p. 284–300., 2003.
- [13] M. Thornhill, M. Penberton, R. Simmons und E. Theaker, "Amalgame-contact hypersensitivits lesions and oral lichen planus," *Oral Medicine*, Nr. 95, pp. 291-299, 2003.
- [14] K. Huesker, "Depression und Fatigue bei chronischen Entzündungen-Welchen Einfluss haben zahnärztliche Maßnahmen," *ZWR*, Nr. 122, pp. 634-637, 2013.
- [15] O. Peters, T. Stober, T. Pioch und P. Lenz, "Aussagekraft des Splittertests nach Wirz," ZWR, Nr. 10, pp. 592-600, 1997.
- [16] L. K., "Performance characterization and modeling of a composite hip prosthesis," *Exp Tech*, Bd. 18, pp. 33-38, 1994.
- [17] A. Schwitalla, T. Spintig, I. Kallage, R. Wagner und W.-D. Müller, "Polyetheretherketon (PEEK) – ein vielversprechender Werkstoff für die Zukunft," umwelt·medizin·gesellschaft, pp. 255-261, 4 2014.
- [18] D. B. Siewert, "Hochleistungskunststoff: PEEK in der Zahnheilkunde," 17 05 2019.
 [Online]. Available: https://www.zwponline.info/fachgebiete/zahntechnik/werkstoffe/peek-in-der-zahnheilkunde.
 [Zugriff am 29 02 2020].
- [19] "https://www.pfaffgmbh.com," 2012. [Online]. Available: https://www.pfaffgmbh.com/wp-content/uploads/Arburg-today.pdf. [Zugriff am 14 09 2019].
- [20] "Universitätsmedizin Rostock," Elektronenmikroskopisches Zentrum (EMZ) -Bereich medizinische Biologie, [Online]. Available: https://emz.med.unirostock.de/ausstattung/praeparation-rem. [Zugriff am 14 09 2019].
- [21] "Lichtmikroskop.net," [Online]. Available: https://www.lichtmikroskop.net/elektronenmikroskop/rasterelektronenmikroskop.
 php. [Zugriff am 14 09 2019].
- [22] [Online]. Available: http://cfn.physik.unisaarland.de/Dokumente/Manuals/Rasterelektronenmikroskop.pdf. [Zugriff am 14 09 2019].

- [23] [Online]. Available: https://www.tf.unikiel.de/servicezentrum/neutral/praktika/anleitungen/b504.pdf. [Zugriff am 14 09 2019].
- [24] "Chemie.de," [Online]. Available: https://www.chemie.de/lexikon/Energiedispersive_R%C3%B6ntgenspektroskopi e.html. [Zugriff am 14 09 2019].
- [25] Betriebsanleitung Nr. 6800601 für Perthometer S6P, Feinprüf Perthen GmbH, 1990.
- [26] "Bego USA," [Online]. Available: https://usa.bego.com/de/conventionalsolutions/alloys/wiron-99/.
- [27] [Online]. Available: https://www.bego.com/fileadmin/_products/pdf/de_16095_0008_ga_de.pdf.
- [28] C.Hafner, "Technisches Datenblatt Orplid® MH Gold-Platin-Legierung".
- [29] [Online]. Available: https://www.kulzer.de/de/de/zahnlabor/produkte_3/hera_3/aufbrennkeramiklegie rungen/bio_herador_n.aspx.
- [30] C. Maier, Beurteilung von insuffizientem Zahnersatz: Gründe für die Abnahme der Versorgung Qualität der verwendeten Legierungen, Wien, 2007.
- [31] J. Wirz, M. Vock und F. Schmidli, "Splittertest-ein zuverlässiges Diagnosehilfsmittel bei Abklärungen von Metallunverträglichkeit," *Quintessenz* 47, Nr. 10, pp. 1373-1384, 1996.
- [32] F. Johannaber und W. Michaeli, Handbuch Spritzgießen, Hanser, 2014.
- [33] "Hinsteiner Group," [Online]. Available: https://www.hintsteinergroup.com/blog/spritzguss-fehler. [Zugriff am 21 09 2019].

Eidesstattliche Versicherung

Ich, Mona Sütel, versichere an Eides statt durch meine eigenhändige Unterschrift, dass ich die vorgelegte Dissertation mit dem Thema:

"Ein neuartiges Verfahren zur Charakterisierung von Dentallegierungen festsitzender Restaurationen

A new method for characterization of dental alloys of fixed restaurations "

selbstständig und ohne nicht offengelegte Hilfe Dritter verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel genutzt habe.

Alle Stellen, die wörtlich oder dem Sinne nach auf Publikationen oder Vorträgen anderer Autoren/innen beruhen, sind als solche in korrekter Zitierung kenntlich gemacht. Die Abschnitte zu Methodik (insbesondere praktische Arbeiten, Laborbestimmungen, statistische Aufarbeitung) und Resultaten (insbesondere Abbildungen, Graphiken und Tabellen) werden von mir verantwortet.

Meine Anteile an etwaigen Publikationen zu dieser Dissertation entsprechen denen, die in der untenstehenden gemeinsamen Erklärung mit dem/der Erstbetreuer/in, angegeben sind. Für sämtliche im Rahmen der Dissertation entstandenen Publikationen wurden die Richtlinien des ICMJE (International Committee of Medical Journal Editors; www.icmje.og) zur Autorenschaft eingehalten. Ich erkläre ferner, dass ich mich zur Einhaltung der Satzung der Charité – Universitätsmedizin Berlin zur Sicherung Guter Wissenschaftlicher Praxis verpflichte.

Weiterhin versichere ich, dass ich diese Dissertation weder in gleicher noch in ähnlicher Form bereits an einer anderen Fakultät eingereicht habe.

Die Bedeutung dieser eidesstattlichen Versicherung und die strafrechtlichen Folgen einer unwahren eidesstattlichen Versicherung (§§156, 161 des Strafgesetzbuches) sind mir bekannt und bewusst."

Datum

Unterschrift

Ausführliche Anteilserklärung an der erfolgten Publikation

Mona Sütel hat folgenden Beitrag zu der folgenden Publikation beigetragen:

Sütel, M, Schwitalla, A, Zimmermann, T, Müller, W D An innovative method for in-situ composition analysis of fixed metallic dental restorations.

Dent Mater. 2019;35 (5):709-12

Der Beitrag der Promovendin im Rahmen der Versuchsphase war die mit Hilfe zur Erarbeitung der Fragestellung und das Durchführen der nötigen Vorversuche, die Versuchsdurchführung und die Versuchsdokumentation. Im Detail hat die Promovendin mit Hilfe von ihrem betreuenden Hochschullehrer die Fragestellung ausgearbeitet und im Verlauf der Versuche die Fragstellung angepasst. Zudem hat sie in eigenständiger Arbeit die Versuche mit den unterschiedlichen Bohrern an den verschiedenen Materialien durchgeführt. Dazu gehörte die Partikelentnahme mit Hilfe der Bohrer sowie die Durchführung der energiedispersiven Röntgenspektroskopie. Die Ergebnisse wurden von der Promovendin dokumentiert und zusammengefasst. Diese sind in tabellarischer Form im Paper abgebildet. Zu der Ausarbeitung der Ergebnisse gehörte auch die bildliche **Dokumentation** mit einem digitalen Lichtmikroskop, sowie mit dem Rasterelektronenmikroskop.

Des Weiteren hatte die Promovendin einen wesentlichen Anteil an der Verfassung, Überarbeitung und Korrektur der Publikation, sowie der Einarbeitung der Beiträge der Koautoren. Im Detail hat die Promovendin einen ersten Entwurf des Papers erstellt und anschließend das Paper in Zusammenarbeit mit den Koautoren korrigiert und überarbeitet. Die Promovendin trug einen wesentlichen Anteil an der Literaturrecherche und Verfassung des Kapitels "Introduction". Das Kapitel "materials und methods" ist zur Gänze von der Promovendin verfasst. Für die Kapitel "discussion" und "results" hat sich die Promovendin mit ihrem betreuenden Hochschullehrer beraten. Und anschließend hat die Promovendin die daraus entstandene Interpretation und Beurteilung der Ergebnisse in Wort und Schrift verfasst.

A. Schwitalla ist Projektleiter von PEEK-Projekt und hat mit seiner jahrelangen Erfahrung zu den Eigenschaften und Möglichkeiten des Materials (PEEK) bei der Umsetzung dieser Untersuchung geholfen, sowie T. Zimmermann als Projektmitarbeiter von einem PEEK-Projekt. Zudem hat A. Schwitalla das Paper Korrektur gelesen und Anmerkungen zu der Formulierung des Textes gemacht. T. Zimmermann hat der Promovendin bei der Übersetzung des Papers von Deutsch in Englisch geholfen.

W.-D. Müller ist der betreuende Hochschullehrer der Promovendin. Er hat der Promovendin bei der Erarbeitung der Fragestellung, Interpretation und Beurteilung der Ergebnisse geholfen sowie jederzeit was den inhaltlichen Kontext betrifft beraten zur Seite gestanden.

Unterschrift, Datum und Stempel des betreuenden Hochschullehrers/der betreuenden Hochschullehrerin

Unterschrift des Doktoranden/der Doktorandin

Auszug aus der Journal Summery List

Journal Data Filtered By: Selected JCR Year: 2017 Selected Editions: SCIE,SSCI Selected Categories: "DENTISTRY, ORAL SURGERY and MEDICINE" Selected Category Scheme: WoS Gesamtanzahl: 91 Journale

Rank	Full Journal Title	Total Cites	Journal Impact Factor	Eigenfactor Score
1	PERIODONTOLOGY 2000	4,308	6.220	0.004430
	JOURNAL OF DENTAL			
2	RESEARCH	19,305	5.380	0.020950
3	ORAL ONCOLOGY	8,949	4.636	0.013760
0	CLINICAL ORAL	0	6 (3	
4	IMPLANTS RESEARCH	14,065	4.305	0.016880
1010	International Journal of	8327243	500000	
5	Oral Science	918	4.138	0.00224
	JOURNAL OF CLINICAL			
6	PERIODONTOLOGY	13,300	4.046	0.011660
7	DENTAL MATERIALS	12,466	4.039	0.01256
8	JOURNAL OF DENTISTRY	8,247	3.770	0.012020
	JOURNAL OF	100		
9	PERIODONTOLOGY	15,619	3.392	0.01142
8333	Journal of Prosthodontic	12.369	200900	
10	Research	686	3.306	0.00165
	Clinical Implant Dentistry			
11	and Related Research	3,633	3.097	0.00852
12	INTERNATIONAL	7.002	2.015	0.00733
12	ENDODONTIC JOURNAL	7,002	3.015	0.00/33
12	ENDODONTICS	16 595	2 886	0.01305
-15	IOURNAL OF	10,505	2.000	0.01505
	PERIODONTAL			
14	RESEARCH	4,100	2.878	0.00410
	Molecular Oral		0 23	
15	Microbiology	919	2.853	0.00215
1.000	European Journal of Oral			
16	Implantology	960	2.809	0.00222
3	JOURNAL OF THE	-	6	
2002	AMERICAN DENTAL	1000000	5402 (S. 19)	
17	ASSOCIATION	6,654	2.486	0.00461
	Journal of Evidence-			
18	Based Dental Practice	478	2.400	0.00114
1000	Clinical Oral	1000	222202	0.0000000
19	Investigations	4,868	2.386	0.01146
20	JOURNAL OF	10.000	2 247	0.00010
20	PROSTHETIC DENTISTRY	10,690	2.347	0.00616
21	ORAL DISEASES	3,869	2.310	0.00493
	JOURNAL OF ORAL			
22	PATHOLOGY &	4 5 20	2 227	0.00270
22	WEDICINE	+,533	2.237	0.00370
23	CARIES RESEARCH	4,173	2.188	0.00312
	INTERNATIONAL			
	JOURNAL OF ORAL AND			
24	SUDCEDY	7 705	2.164	0.000000
24	JUNGENT	1,150	2.104	0.00900

Selected JCR Year: 2017; Selected Categories: "DENTISTRY, ORAL SURGERY and MEDICINE"

Druckexamplar der ausgewählten Publikation

An innovative method for in-situ composition analysis of fixed metallic dental restorations M.Sütel, A.Schwitalla, T.Zimmermann, W.D.Müller <u>https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.02.009</u>

Lebenslauf

Mein Lebenslauf wird aus datenschutzrechtlichen Gründen in der elektronischen Version meiner Arbeit nicht veröffentlicht.

Publikationsliste

 Sütel, M, Schwitalla, A, Zimmermann, T, Müller, W D An innovative method for in-situ composition analysis of fixed metallic dental restorations.

Dent Mater. 2019;35(5):709-12. →Journal Impact Factor 2017: 4.039

 Wachtel, Andreas, Zimmermann, Tycho, Sütel, Mona, Adali, Ufuk, Abou-Emara, Mohamad, Müller, Wolf-Dieter, Mühlemann, Sven, Schwitalla, Andreas Dominik Bacterial leakage and bending moments of screw-retained, composite-veneered PEEK implant crowns.

J Mech Behav Biomed. 2019;91:32-7.

- Bötel, Friederike, Zimmermann, Tycho, Sütel, Mona, Müller, Wolf-Dieter, Schwitalla, Andreas Dominik
 Influence of different low-pressure plasma process parameters on shear bond strength between veneering composites and PEEK materials.
 Dent Mater. 2018;34(9):e246-e254. →Journal Impact Factor 2017: 4.039
- Schwitalla, Andreas Dominik, Bötel, Friederike, Zimmermann, Tycho, Sütel, Mona, Müller, Wolf-Dieter

The impact of argon/oxygen low-pressure plasma on shear bond strength between a veneering composite and different PEEK materials.

Dent Mater. 2017;33(9):990-4. →Journal Impact Factor 2017: 4.039

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich meinen besonderen Dank nachstehenden Personen entgegenbringen, ohne deren Mithilfe die Anfertigung dieser Promotionsschrift niemals zustande gekommen wäre:

Mein Dank gilt zunächst Herrn Prof. (UH) Dr. Müller, meinem Doktorvater, für seine Unterstützung bei dieser Arbeit, sowie seiner Geduld und die liebevoll strenge, die das eine oder andere Mal nötig war.

Mein weiterer Dank gilt Priv.-Doz. Dr. Schwitalla für seine hilfreiche Unterstützung bei der Erstellung dieser Arbeit.

Meiner Familie für ihr Geduld und Unterstützung über einen langen Zeitraum.

Ein weiterer Dank gilt den Koautoren des Papers für ihre Hilfestellung.