

Aus dem Institut/der Klinik für Mund-Kiefer- und Gesichtschirurgie -  
Klinische Navigation und Robotik der Medizinischen Fakultät Charité -  
Universitätsmedizin Berlin

DISSERTATION

In-vitro-Untersuchungen von biokompatiblen Werkstoffen in der  
Oralchirurgie mit hochauflösender Synchrotronbildgebung

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

vorgelegt der Medizinischen Fakultät  
Charité – Universitätsmedizin Berlin

von

Tatjana Rack

aus Minsk, Belarus

Datum der Promotion: 14.02.2014

# Inhaltsverzeichnis

Zusammenfassung.....	3
Abstrakt (deutsch).....	3
Abstract (english).....	3
Einleitung .....	4
Zielstellung.....	5
Methodik.....	5
Ergebnisse.....	10
Diskussion.....	13
Referenzen.....	15
Anteilerklärung.....	16
Lebenslauf.....	17
Komplette Publikationsliste.....	18
Eidesstattliche Versicherung .....	21
Danksagung.....	22

# Zusammenfassung

## Abstrakt

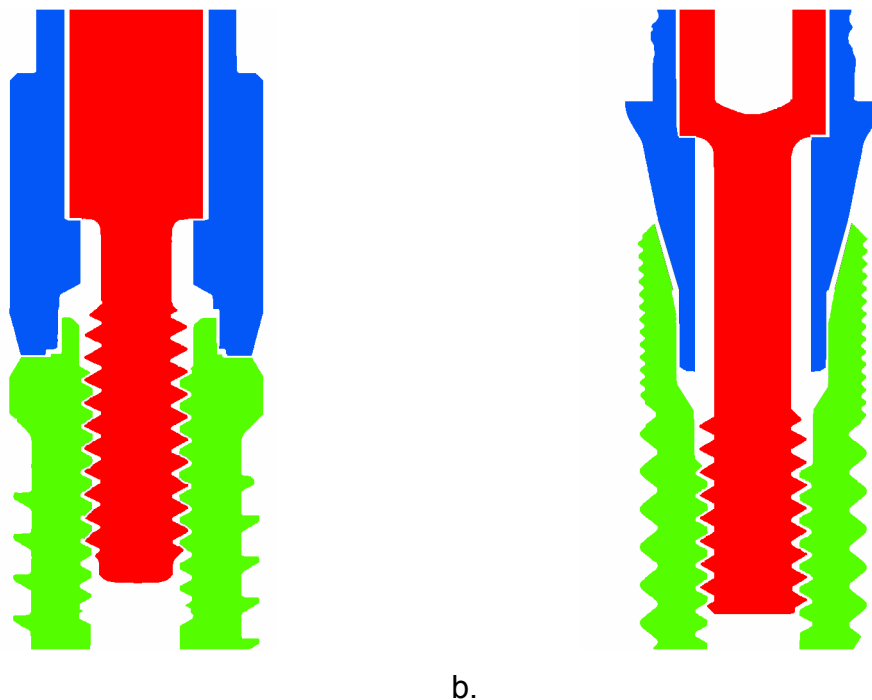
Dentale Implantate sind fortwährend Kaukräften ausgesetzt, deren Kinematik und Richtung stochastischer Natur ist und starken Schwankungen unterliegt. Die Materialbeanspruchung durch dynamische Belastung wurde bisher in der Literatur nur in Form der Darstellung ihrer Konsequenzen behandelt. Die Ursachen für letztere sind jedoch nicht abschließend geklärt. Um sie zu erkunden, wurden In-vitro-Untersuchungen dentaler Implantate unter Belastung durchgeführt. Titanimplantate sind opake Objekte mit typischen Abmessungen im Millimeterbereich. Mittels Synchrotron-Radiographie bei hoher räumlicher Auflösung sowie bei hohem Bildkontrast kann ihr Inneres zerstörungsfrei und maßstabsgetreu abgebildet werden. Der Einsatz dieser Technologie hat erstmalig die Untersuchung des Implantat-Abutment-Komplexes vor, während und nach mechanischer Belastung *in vitro* erlaubt. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit ist die Existenz eines Mikrospaltes zwischen Implantat und Abutment nachgewiesen worden<sup>1</sup>. Ferner wurde die Öffnung dieses Mikrospaltes unter Druck untersucht. Die quantitative Bestimmung der Spaltbreite erfolgte hierbei durch einen Vergleich von gemessenen und simulierten Röntgenbildern des Implantats<sup>2</sup>.

## Abstract

Dental implants are exposed to dynamic loading, caused by the masticatory process, with axial and extra-axial forces in a stochastic manner. The material wear as a result of this fatigue loading has so far been discussed in the literature only by means of its consequences while the causes for the latter remain unknown. Hence, dental implants have been investigated *in vitro* under load to shed light on the reasons for implant failure. Implants made of titanium are opaque objects with typical dimensions in the millimetre range: by applying synchrotron-based radiography with high spatial resolution and high contrast one can depict their inner structure in a non-destructive and scale-preserving manner. The implant-abutment system could thus be studied for the very first time *in vitro* before, during and after loading. Within the frame of this work the existence of a microgap between implant and abutment has been proved<sup>1</sup>. The opening of this gap has been studied under load. The gap width was quantitatively determined by comparing measured and simulated radiographs of the implants<sup>2</sup>.

## Einleitung

Die überwiegende Anzahl handelsüblicher Implantatsysteme besteht aus zwei miteinander schraubenfixierten Komponenten: dem Implantatkörper (Implantat), welcher im Knochen verankert ist, sowie der Verankerung des Zahnersatzes (Abutment). Die Implantat-Abutment-Verbindung (IAV) kann unterschiedliche Kontaktflächen haben: konisch oder horizontal (Abb. 1). Ferner werden zur Sicherung des Abutments gegen Verdrehung entweder externe oder interne unterschiedliche geometrische Formen eingesetzt. Die präzise Positionierung der Komponenten wird durch das Design der IAV beeinflusst<sup>3</sup> und ist bis heute Gegenstand von Untersuchungen<sup>4</sup>. Eine In-vitro-Untersuchung der Passung konischer IAVs unter statischer oder dynamischer Belastung sowie unter Berücksichtigung fertigungstechnischer Aspekte ist bislang nicht erfolgt. Die statische Rotationsstabilität der Komponenten handelsüblicher Implantatsysteme wurde hingegen bereits untersucht<sup>5,6</sup>.



**Abbildung 1.** Schematische Darstellung der Implantatdesigns mit (a) horizontalem Höhenanschlag und (b) konischem Übergang der Implantat-Abutment-Verbindung (grün – Implantat, blau – Abutment, rot – Schraube).

Trotz sehr guter klinischer Erfolgsaussichten bei der Verwendung von zweiteiligen Implantaten gibt es eine Anzahl möglicher technischer Komplikationen im Laufe der Tragedauer. Ein häufig auftretendes Problem ist die Abutment- bzw. Schraubenlockerung, die bis zum Implantatverlust führen kann. Was deren Ursachen

betrifft, so zeigen Untersuchungen an Mensch und Tier, dass es im Bereich der Implantatschulter zu Knochenresorptionen unterschiedlichen Ausmaßes kommen kann. Deren Ursache wird als multifaktorielles Geschehen diskutiert, wobei der Existenz eines Mikrospaltes zwischen Implantat und Abutment und dessen bakterieller Besiedlung große Bedeutung beigemessen wird<sup>7,8</sup>. Ein Mikrospalt im Bereich der IAV bei extra-axialer Krafteinwirkung konnte bis vor kurzem radiographisch nur bei Verbindungen mit horizontalem Anschlag nachgewiesen werden. Entgegen der vorherrschenden wissenschaftlichen Meinung ist kürzlich jedoch durch In-vitro-Studien belegt worden, dass die Mikrospalte ebenfalls in konischen Verbindungen auftreten<sup>9,10</sup>. Mikrospalte bei internen konischen Verbindungen konnten ferner unter Verwendung der Synchrotron-basierten Radiographie von unserer Arbeitsgruppe im Rahmen einer Pilotstudie visualisiert werden<sup>1</sup>.

## **Zielstellung**

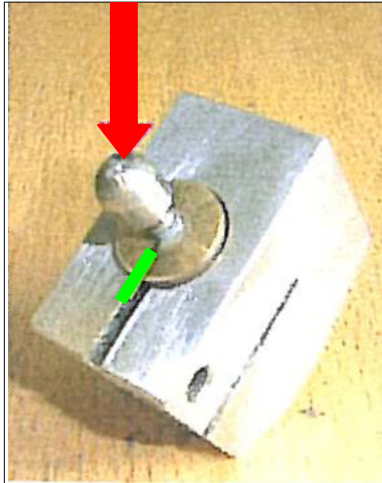
Das Hauptziel der Arbeit ist die In-vitro-Visualisierung sowie die Vermessung von Mikrospalten innerhalb der Implantat-Abutment-Verbindung in zweiteiligen konischen Titanimplantaten unter mechanischer Last. Dieses Ziel wurde durch die Kombination von hochauflösender Radiographie mit quantitativer Bildauswertung erreicht. Die Bestimmung der Spaltgröße erfolgt durch einen Soll-Ist-Vergleich des gemessenen mit dem numerisch simulierten Kontrast des Mikrospaltes: Die Spaltbreite wird dabei als Parameter der Simulation an die experimentell gewonnenen Daten angepasst. Die Implantat-Geometrie muss für diese Methodik *a priori* bekannt sein.

## **Methodik**

### **1. Probenvorbereitung und Aufbau des Experimentes**

Je zwei Proben aus drei unterschiedlichen Implantat-Systemen mit interner konischer Implantat-Abutment-Verbindung wurden untersucht (Straumann Bone Level, Ankylos plus und Ankylos C/X).

Die fabrikneuen Implantate mit konischer Verbindung und dem zugehörigen rotationssicheren Titan-Abutment wurden mit dem systemspezifischen Drehmomentschlüssel miteinander verschraubt (Straumann Bone Level = 35 Ncm, Ankylos plus und Ankylos C/X = 15 Ncm).



**Abbildung 2.** Montiertes Implantat im Messingzylinder mit Stahlkugel. Der Kraftvektor ist durch den roten Pfeil gekennzeichnet.

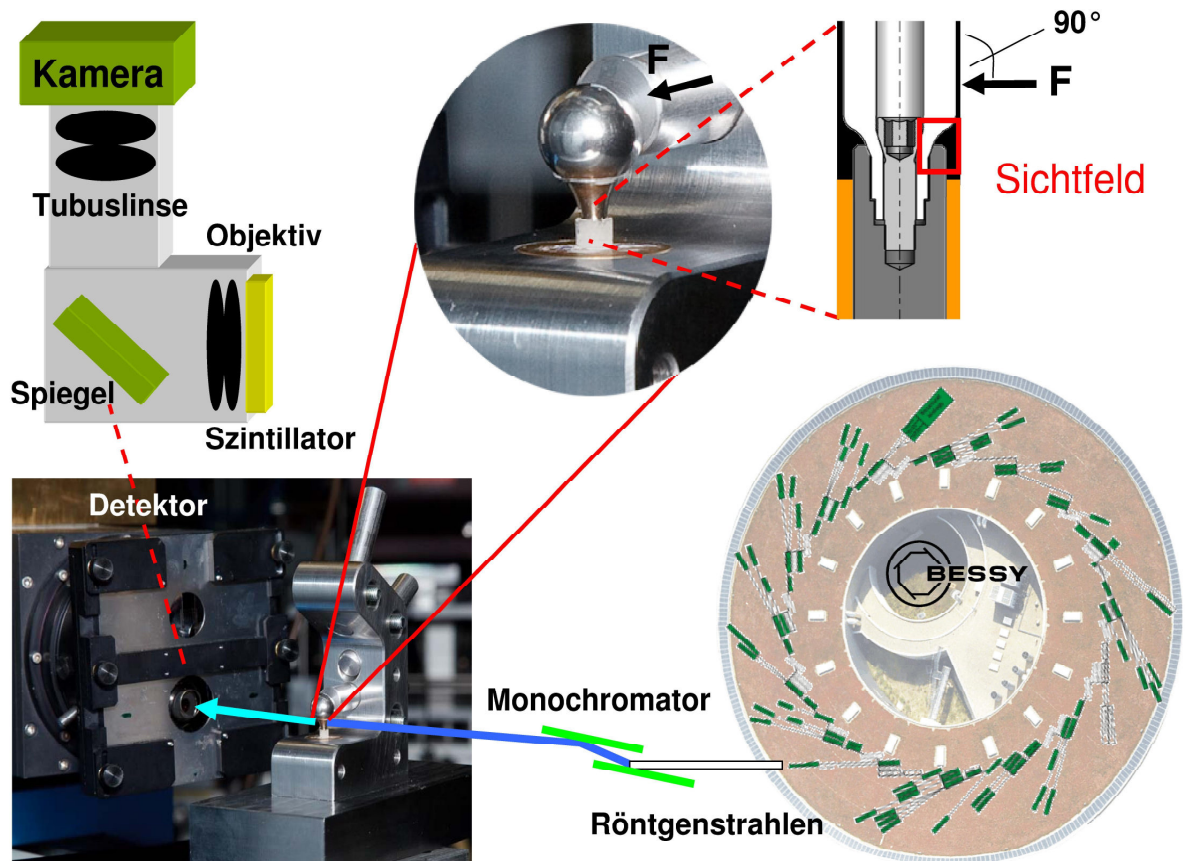
Zur Sicherung der Lagestabilität und Simulation physiologischer Verhältnisse wurden die Implantatkörper bis 3 mm unterhalb der Implantatschulter in einen vorgefertigten Messingzylinder eingebracht. Runde Stahlkugeln wurden auf das Abutment geklebt und dienen als definierter Kontaktpunkt (Abb. 2).

Jeweils eine Probe jedes Implantat-Systems wurde entsprechend EN ISO 14801:2003 (trockene Umgebung,  $5 \times 10^6$  Zyklen, 12-120 N Amplitude, 15 Hz Frequenz mit  $30^\circ$  Neigung) in einer servohydraulischen Prüfmaschine ermüdungsbelastet. Diese Ermüdungsbelastung wurde durch das Fraunhofer Institut für Werkstoffmechanik

(IWM) in Freiburg (Breisgau) durchgeführt.

Die Orientierung der Probe zur Krafrichtung (roter Pfeil) ist in Abb. 2 mittels Kennzeichnung auf dem Messingzylinder zu sehen (schwarze Markierung auf Messingzylinder; im Bild grün hervorgehoben).

Um die Öffnung des Mikrospaltes unter verschiedenen Lastbedingungen mittels Röntgenradiographie *in vitro* zu visualisieren und zu messen, wurde der Messingzylinder mit dem Implantat-Abutment-Komplex in einem Teststand aus Edelstahl fixiert (siehe auch Abb. 3). Dieser erlaubt es, eine statische Kraft zwischen 0 und 200 N in einem Winkel von  $30^\circ$  oder  $90^\circ$  zur Implantatachse auf die Stahlkugel und somit auf die Probe zu applizieren und dabei radiographische Bilder mit Synchrotronstrahlung *in vitro* zu erstellen.



**Abbildung 3.** Der experimentelle Aufbau: das monochromatische Synchrotronlicht passiert die Probe, die sich unter mechanischer Last befindet. Der modulierte Strahl wird mittels Leuchtschirm in sichtbares Licht konvertiert. Dieses Lumineszenzbild wird durch ein Mikroskop vergrößert und auf einer CCD-Kamera abgebildet (Abbildung aus Rack et al., J. Synchr. Rad. 2010;17(2):289-294).

## 2. Untersuchung der Implantat-Abutment-Verbindung mittels Synchrotronbildgebung

Um den Mikrosplatt darzustellen, wurde hochauflösende Radiographie unter Verwendung von Synchrotronstrahlung eingesetzt. Synchrotronlichtquellen sind Ringbeschleuniger, in denen sich Elektronen abgelenkt durch periodisch angeordnete Magnetfelder auf einer geschlossenen Kreisbahn mit nahezu Lichtgeschwindigkeit bewegen. Aufgrund der hohen Geschwindigkeit emittieren die Elektronen beim Passieren der Magnetfelder harte Röntgenstrahlung. Herausragende Eigenschaften der Synchrotronlichtquellen sind deren hohe Intensität, die Größenordnungen über derjenigen von Laborquellen liegt, und die nahezu parallele Strahlausbreitung. Letztere erlaubt es, den Abstand von der Lichtquelle zur Probe auf bis zu mehrere 100 m zu vergrößern, was den Einfluss der endlichen Quellgröße auf die Bildqualität reduziert und das Erreichen hoher Ortsauflösung erleichtert. Ferner kann man mit

monochromatischem Röntgenlicht arbeiten, was den Bildkontrast erhöht. Die Synchrotronbildgebung mit Mikrometerauflösung wurde in den 1990er Jahren etabliert. Heutzutage ist sie an verschiedenen Synchrotronlichtquellen weltweit eine Standardmethode mit typischen räumlichen Auflösungen bis in den Sub-Mikrometerbereich und zeitlichen Auflösungen bis in den Mikrosekundenbereich. Neben der hohen Ortsauflösung, bietet die Methode zudem den wesentlichen Vorteil, dass zusätzliche Kontrastmodi verwendet werden können.

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen wurden an der *BAMline* des Berliner Elektronenspeicherring BESSY-II (Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie GmbH) durchgeführt. Eine schematische Darstellung des Messaufbaus ist in Abb. 3 zu sehen. Um bei der Durchstrahlung der Implantate eine ausreichende Transmission zu erreichen, wurde aus dem „weißen“ Licht der Quelle der *BAMline* mittels Absorptionsfilter und Monochromator eine Wellenlänge von 0.025 nm, daher Röntgenstrahlung einer Photonenenergie von 50 keV, selektiert. Die Probe befand sich ungefähr 35 m hinter der Quelle. Ein hochauflösender Röntgendetektor wurde 74 cm hinter der Probe positioniert (0.45  $\mu\text{m}$  effektive Pixelgröße, 1.7 mm  $\times$  1.1 mm Sichtfeld). Der variable Abstand zwischen Probe und Detektor ermöglicht am Synchrotron den Zugang zu einem besonders empfindlichen Kontrastmodus: Röntgenphasenkontrast. Beim hier verwendeten sogenannten „inline phase contrast“ (deutsch, Phasenkontrast, der Ausdruck „inline“ (deutsch, in Reihe) soll ausdrücken, dass Quelle, Objekt und Detektor auf einer Geraden ausgerichtet sind) werden Interferenzeffekte an Grenzflächen im Röntgenbild als Intensitätsmodulation sichtbar. Grundvoraussetzung für das Phasenkontrast-Verfahren ist, dass die Röntgenstrahlen am Ort des Experiments in Phasenbeziehung zueinander stehen, man spricht auch von einer (teilweise) kohärenten Beleuchtung. Bei der Superposition der sich ausbreitenden Röntgenstrahlen (Propagation) werden Interferenzerscheinungen sichtbar. Der Röntgenphasenkontrast entsteht, wenn sich Lichtwellen, die beim Übergang von einem Medium in ein anderes gebrochen und/oder gebeugt werden, überlagern (so zum Beispiel beim Spalt, wo Röntgenlicht von der Titanlegierung in Luft eintritt und dann wieder in die Titanlegierung). Dieser Kontrastmodus ist am Synchrotron besonders einfach und effektiv einzusetzen, da er durch den Abstand Probe-Detektor zugänglich ist. So ist es möglich, Strukturen sichtbar zu machen, die sich entweder unterhalb der Auflösungsgrenze des Detektors befinden, oder aber deren Dichtekontrast so gering ist, dass die von ihnen hervorgerufene Variation der Abschwächung des Röntgenstrahls



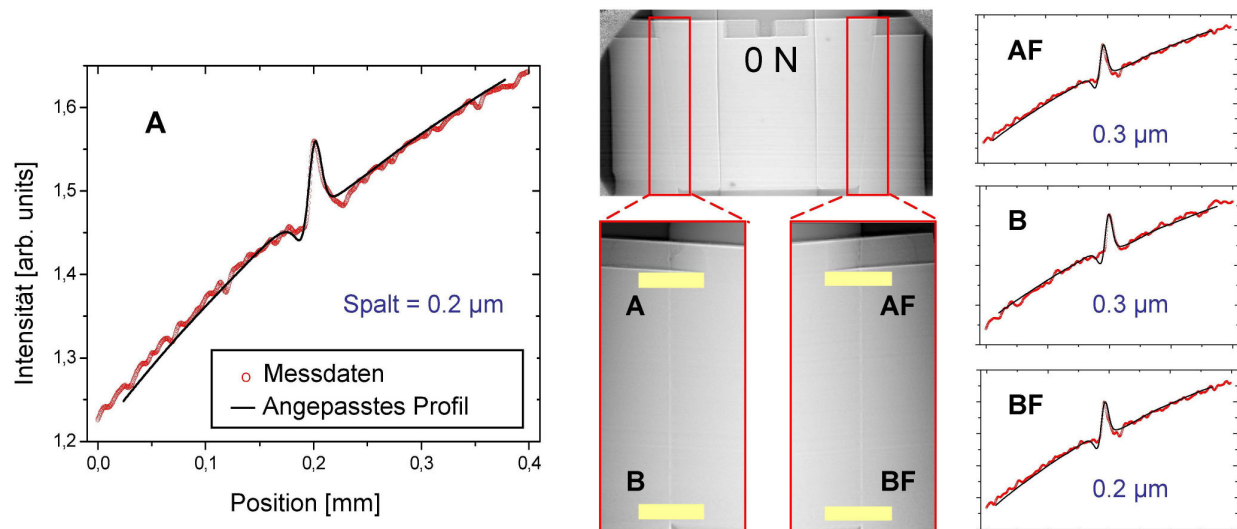
nicht ausreicht, um auf dem Detektor eine messbare Intensitätsmodulation hervorzurufen <sup>11</sup>.

### **3. Quantitative Bestimmung der Spaltgröße**

Röntgenphasenkontrast ist eine exzellente Technik, wenn es darum geht, kleinste Probedetails zu detektieren oder zu visualisieren. Generell ist Röntgenphasenkontrast als qualitative Technik bekannt.

Um die Untersuchung der Spaltbreiten nicht nur qualitativ, sondern auch quantitativ durchzuführen, wurden Profile des Spaltes aus Röntgenphasenkontrast-Bildern mit numerisch simulierten Profilen verglichen, zu deren Berechnung die Theorie der Fresnelbeugung benutzt wurde (siehe auch Abb. 4). Die Simulation der Bilder kann grob vereinfacht wie folgt beschrieben werden: ein virtuelles Abbild eines Implantats wird im Rechner in seine Raumfrequenzen zerlegt, dargestellt durch Sinus-Funktionen (terminus technicus: Fourier-Transformation). Sinus-Funktionen sind wiederum auch eine geeignete Grundlage, um die Ausbreitung von elektromagnetischen Wellen wie etwa Röntgenlicht zu beschreiben. Durch einen mathematischen Formalismus (terminus technicus: Faltung mit dem Fresnel-Propagator) können die Sinus-Funktionen des virtuellen Implantats und der sich ausbreitenden Wellen so verknüpft werden, dass das reale Bild am Ort des Detektors berechnet werden kann.

Zur Durchführung solcher Simulationen sind *a priori* Kenntnisse über die Struktur, das Material und die Geometrie der Probe notwendig. Die geometrische Daten (wie zum Beispiel Außen- und Innendurchmesser des Implantats und Konuswinkel) eines Implantat-Abutment-Komplexes wurden direkt aus den radiographischen Bildern bestimmt. Diese Daten und die bekannten Charakteristika der BAMline wie die räumliche Ausdehnung der Röntgenquelle, Abstand Probe-Detektor und Quelle-Probe sowie die verwendete Wellenlänge bei der Bildgebung und der zugehörige Detektor werden in obiges Modell implementiert, das die Bildgebung mittels Synchrotronstrahlung simuliert. Entsprechend können für unterschiedlich breite Spalte die erwarteten Phasenkontrastbilder simuliert werden. Ein Vergleich zwischen den berechneten und den gemessenen Bildern lässt dann Rückschlüsse auf die tatsächlichen Abmessungen der Mikrospalte im Implantat-Abutment-Komplex zu <sup>2</sup>.



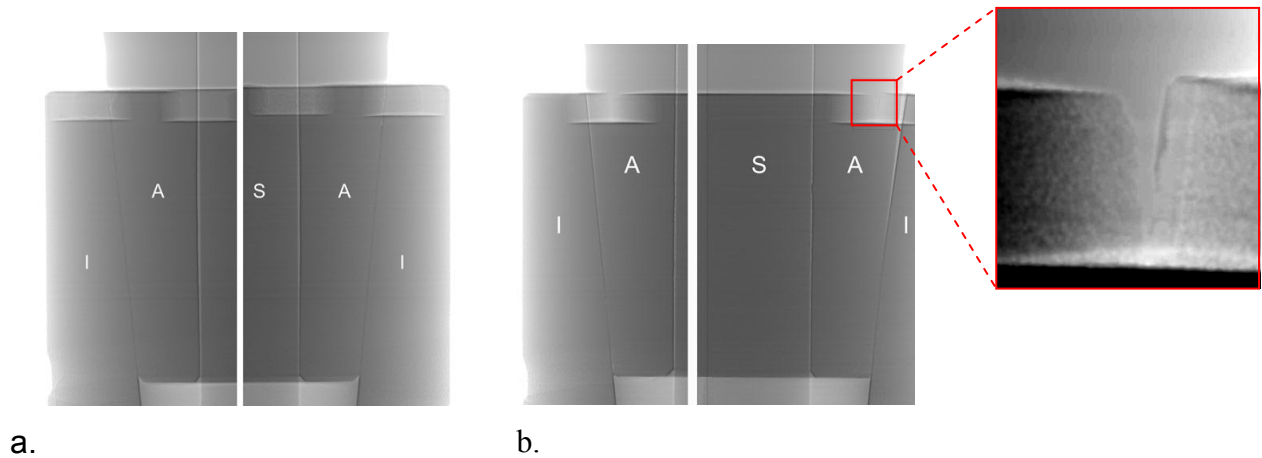
**Abbildung 4.** Die Methode zur Bestimmung der Spaltbreite: aus dem Röntgenbild des Implantats (Mitte) werden an vier Positionen (im vergrößerten Bereich gelb markiert: A, B, AF, BF) Kontrastprofile des Spalts extrahiert. Für jedes dieser Profile (siehe graphische Darstellungen) werden an die gemessenen Daten simulierte Profile angepasst: die Spaltbreite als frei wählbarer Parameter wird so durch den Soll-Ist-Vergleich bestimmt.

## Ergebnisse

Drei verschiedene Systeme mit konischer Implantat-Abutment-Verbindung (Straumann Bone Level, Ankylos plus und Ankylos C/X) wurden unter unterschiedlichen statischen Belastungen (0 N, 30 N, 100 N (90°) und 200 N (30°)) untersucht<sup>12</sup>. Es wurden jeweils eine neue Probe und eine ermüdete gleichen Typs vermessen. In Abb. 4 sind die Positionen (A, B, AF, BF) gekennzeichnet, an denen die Spaltbreite bestimmt wurde.

Röntgenbilder der Implantat-Abutment-Verbindung aller neuen Systeme wurden vor der Belastung aufgenommen. Es zeigte sich, dass alle untersuchten Implantat-Abutment-Verbindungen Mikrospalte mit Breiten von 0.1 µm bis 11 µm aufweisen. Den größten Spalt (11 µm) wies die neue und unbelastete IAV des Implantat-Systems Ankylos C/X auf. Die Spaltgröße der Systeme Ankylos plus und Bone Level bewegte sich zwischen 0.2 µm und 0.4 µm. Für die Studie wurde der ISO-Standard 14801:2003 zu Ermüdung von Proben angewendet (trockene Umgebung,  $5 \times 10^6$  Zyklen, 12-120 N Amplitude, 15 Hz Frequenz mit 30° Neigung). Nach der Ermüdung hatte sich der Spalt der Ankylos plus-IAV deutlich geöffnet. In Position A hatte er Werte bis 31 µm erreicht, das entspricht einer hundertfachen Vergrößerung. In anderen Positionen der Ankylos plus-IAVs hatte sich die Spaltbreite um eine Größenordnung vergrößert. Beim Vergleich der radiographischen Bilder von neuen und mit solchen von ermüdeten Implantaten fallen

massive plastische Verformungen des Titans und ein Riss an der Implantatschulter auf (Abb. 5).



**Abbildung 5.** Radiogramm des Ankylos plus vor (a) und nach (b) Ermüdungsbelastung. Der markierte Bereich (vergrößert) zeigt einen Riss im koronalen Bereich des Implantats. (I – Implantat, A – Abutment, S – Schraube, Abbildung aus Rack et al., Int. J. Oral Maxillofac Impl. 2013;28(1):44-50).

Umgekehrt zeigte die Probe Ankylos C/X eine Verkleinerung des Spaltes in Position A von 11  $\mu\text{m}$  auf 4  $\mu\text{m}$ . Die Bone Level-IAV hat eine Vergrößerung des Spaltes von 0.2  $\mu\text{m}$  auf 0.8  $\mu\text{m}$  erfahren.

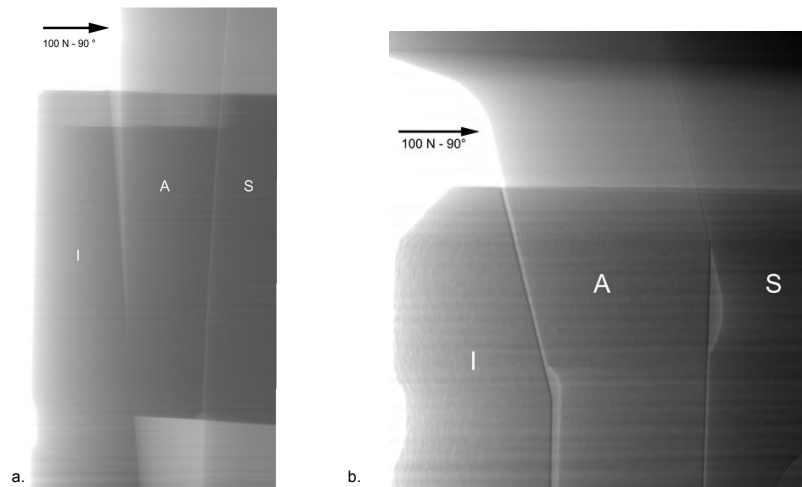
Das Einwirken einer horizontalen, statischen Kraft von 30 N auf die neue (nicht ermüdete) IAV führte zur Vergrößerung des Spaltes in allen drei Implantatsystemen: in Ankylos C/X bis auf 12  $\mu\text{m}$ , Ankylos plus - bis zu 3  $\mu\text{m}$ , Bone Level - bis zu 4  $\mu\text{m}$ .

Die ermüdete Ankylos C/X-IAV zeigte unter 30 N Last fast keine Vergrößerung des Spaltes. Bei Ankylos plus führte die Ermüdung zur dramatischen Vergrößerung des Spaltes, zum Beispiel in Position AF: von 3  $\mu\text{m}$  auf 32  $\mu\text{m}$ . Bei der Bone Level-IAV führte die Ermüdung zur Spaltöffnung auf 1.8  $\mu\text{m}$ .

Nach der Steigerung der horizontalen, statischen Kraft auf 100 N zeigten alle drei Systeme (sowohl neu als auch ermüdet) eine Vergrößerung des Spaltes. Bei der IAV Ankylos plus unter horizontaler (90°) Belastung von 100 N schließt sich der Spalt in Position B und öffnet sich in Position A (vergleiche auch Abb. 4). Das erklärt auch die Verteilung der Werte der Spaltbreite von 0  $\mu\text{m}$  bis 36  $\mu\text{m}$ . Genauer gesagt: unter solch einer Belastung ergibt sich ein punktförmiger Implantat-Abutment-Kontakt (Abb. 6).

Eine Steigerung der statischen Belastung bis auf 200 N (30°) beeinflusste das Verhalten des Spaltes in beiden Ankylos-Proben stark, führte aber nicht zur größten Spaltöffnung auf der Druckseite sondern bei punktförmigem Kontakt auf der

gegenüberliegenden Seite. Die Bone Level-Probe zeigte unter diesen Bedingungen (200 N, 30°) eine gewisse Robustheit: die maximale Öffnung des Spaltes der IAV machte 1 µm aus.



**Abbildung 6.** Radiographische Bilder von ermüdeten IAVs unter statischer horizontaler Last von 100 N, a – Ankylos plus, b – Straumann Bone Level. (I – Implantat, A – Abutment, S – Schraube, Abbildung aus Rack et al., Int. J. Oral Maxillofac Impl. 2013;28(1):44-50).

Die minimalen und maximalen Spaltbreiten unter den verschiedenen Lastbedingungen sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1. Die minimalen und maximalen Werte der Mikrospaltbreite für unterschiedliche Lastbedingungen

Zustand	Last, N	Winkel, Grad	Mikrospalt, µm
Neu	0	0	0.1 - 11
Ermüdet			0.2 - 31
Neu	30	90	0.1 - 12
Ermüdet			0.2 - 32
Neu	100	90	0.1 - 28
Ermüdet			0 - 36
Neu	200	30	0.1 - 24
Ermüdet			0.1 - 25

## Diskussion

Im Rahmen dieser Arbeit wurden repräsentativ kommerziell erhältliche Implantate untersucht, wie sie täglich im klinischen Einsatz vorkommen. Die Untersuchung dieser zweiteiligen Implantate hat gezeigt, dass ein durchgehender Mikrospace in jedem untersuchten System existiert, sowohl unbelastet als auch unter Last.

Mechanische Ermüdung vergrößert hierbei den Spalt. Die minimale beobachtete Größe des Spaltes bei allen Systemen betrug  $0.1\ \mu\text{m}$ . Eine neue unbelastete IAV (Ankylos C/X) zeigte sogar einen außergewöhnlich großen Mikrospace von  $11\ \mu\text{m}$ .

Der bis dahin nur indirekt nachgewiesene Spalt zwischen Implantat und Abutment konnte direkt visualisiert werden: Ein undurchlässiger Kontakt zwischen mechanisch gefertigten Implantatbauteilen endlicher Fertigungsgüte (Oberflächenrauigkeit und -geometrie) ist nicht gegeben. Ansätze für die zukünftige Entwicklung müssen diesen Umstand berücksichtigen, da der Spalt in allen untersuchten Implantaten nachgewiesen wurde. Als Ergebnis dieser Arbeit ist die Existenz einer IAV mit vollständigem Oberflächenkontakt zwischen Implantat und Abutment auszuschließen.

Die konische IAV ist als System mit hoher Stabilität unter angreifender Last bekannt. Dieses Stabilitätsverhalten ist bereits in vorhergehenden Arbeiten untersucht worden<sup>12</sup>. Ein Zusammenhang zwischen dem Konuswinkel, dem Winkel der angreifenden Kraft und der mechanischen Stabilität des Abutments war bisher nicht nachgewiesen worden. Diese Studie hat exemplarisch gezeigt, dass eine flache konische Verbindung ( $16^\circ$ , Straumann Bone Level Implantat) höhere Stabilität (die Vergrößerung des Mikrospace war kleiner) unter einer Last (bei einem Winkel von  $30^\circ$ ) als mit einem  $5.7^\circ$  Konus (beide Ankylos Implantate) hat (Abb. 6).

Die Länge des Konus wiederum scheint keinen Einfluss auf den Grad der Mikrobewegung zu haben. Eher scheint hierdurch die Art der Mikrospaceformation bestimmt zu werden. Die Bewegung des Abutments durch eine externe Kraft stoppt, wenn das Abutment das Implantat berührt. Der Ort dieses Berührungspunktes hängt vom Konuswinkel und der Länge ab, um die das Abutment in das Implantat hineinragt.

Für die Untersuchung des Spaltes wurde die Röntgenbildgebung mit Synchrotronstrahlung verwendet, da sie sowohl einen hohen Kontrast als auch eine hohe Ortsauflösung bietet. Die Quantifizierung von Spaltbreiten deutlich unter  $1\ \mu\text{m}$  konnte durch kombinierte Anwendung von Röntgenphasenkontrast und numerischen

Simulationen durchgeführt werden. Diese Methode ermöglicht es, Öffnungen des Mikrospaltes bis zu  $0.1\ \mu\text{m}$  zu bestimmen. Die Empfindlichkeit beziehungsweise Fehlertoleranz dieses Ansatzes liegt dabei typischerweise in der Größenordnung des gemessenen Spaltes. Die Vorteile der Methodik werden durch einen erheblichen experimentellen Aufwand und eine komplexe Datenanalyse erkauft. Dementsprechend haben solche Untersuchungen naturgemäß den Charakter von Pilotstudien, die an einer begrenzten Anzahl von Proben durchgeführt werden können.

Zukünftige Implantatsysteme können mit dem in dieser Arbeit etablierten Protokoll bezüglich ihrer mikromechanischen Eigenschaften im Rahmen von Pilotstudien charakterisiert werden, bevor sie in die Fertigung und klinische Anwendung gelangen.

Das Protokoll zur Ermüdung der Proben ( $120\ \text{N}$  in einem Winkel von  $30^\circ$ ), das im Rahmen dieser Arbeit angewendet wurde, ist ein Standardverfahren, das bei allen Implantaten zur Zertifizierung angewandt wird. Es besteht aus der unidirektionalen Belastung des Implantats, eingebracht in einen Messingzylinder: eine Simulation, die die maximalen Kaukräfte widerspiegelt, nicht aber die eigentliche Physiologie. Multidirektionale, variable Kräfte wären deutlich realistischer, ebenso das Einbetten der Implantate in ein Material mit einem Elastizitätsmodulus ähnlich dem von Knochen. Ferner war, da nur zwei Implantate pro Typ untersucht werden konnten, eine detaillierte statistische Auswertung nicht möglich. Auch aus diesem Grund, ist die Arbeit als Pilotstudie einzustufen. Eine weiterführende Studie, die eine grössere Anzahl von Proben abdeckt und multidirektionale Kräfte betrachtet ist bereits begonnen worden. In dieser sollen Daten gewonnen werden, die der In-vivo-Realität im klinischen Einsatz näher kommen. Die Daten, die innerhalb der vorliegenden Studie gewonnen wurden, geben Einsicht in das Verhalten von Implantat-Abutment-Verbindungen nach ISO-Standard 14801:2003.

## Referenzen

1. Rack A, Rack T, Stiller M, Riesemeier H, Zabler S, Nelson K. In vitro synchrotron-based radiography of micro-gap formation at the implant-abutment interface of two-piece dental implants. *J Synchrotron Radiat.* 2010;17(2):289-294.
2. Zabler S, Rack T, Rack A, Nelson K. Quantitative studies on inner interfaces in conical metal joints using hard X-ray inline phase contrast radiography. *Rev Sci Instrum.* 2010; 81(10):103703 .
3. Semper W, Heberer S, Mehrhof J, Schink T, Nelson K. Effects of manual disassembly and reassembly on the position stability of various implant-abutment complexes: An experimental study. *Int J Oral Maxillofac Impl.* 2010; 25: 86-94.
4. Coelho AL, Suzuki M, Dibart S, DA Silva N, Coelho PG. Cross-sectional analysis of the implant-abutment interface. *J Oral Rehabil.* 2007;34:508-516.
5. Binon PP. The effect of implant/abutment hexagonal misfit on screw joint stability. *Int J Prosthodontics.* 1996;9:149-160.
6. de Barros Carrilho GP, Dias RP, Elias CN. Comparison of external and internal hex implants' rotational freedom: a pilot study. *Int J Prosthodontics.* 2005;18:165-166.
7. Hermann JS, Schoolfield JD, Schenk RK, Buser D, Cochran DL. Influence of the size of the microgap on crestal bone changes around titanium implants. A histometric evaluation of unloaded non-submerged implants in the canine mandible. *J Periodontol.* 2001;72:1372-1383.
8. Brogini N, McManus LM, Hermann JS, Medina RU, Oates TW, Schenk RK, Buser D, Mellonig JT, Cochran DL. Persistent acute inflammation at the implant-abutment interface. *J Dent Res.* 2003;82:232-237.
9. Jansen VK, Conrads G, Richter EJ. Microbial leakage and marginal fit of the implant-abutment interface. *Int J Oral Maxillofac Impl.* 1997;12:527-540.
10. Harder S, Dimaczek B, Açil Y, Terheyden H, Freitag-Wolf S, Kern M. Molecular leakage at implant-abutment connection - *in vitro* investigation of tightness of internal conical implant-abutment connections against endotoxin penetration. *Clin Oral Investig.* 2010;14(4):427-32.
11. Banhart J. *Advanced Tomographic Methods in Materials Research and Engineering.* Oxford University Press; 2008.
12. Rack T, Zabler S, Rack A, Riesemeier H, Nelson K. An in vitro pilot study of the abutment stability during loading in new and fatigue-loaded conical dental implants using synchrotron-based radiography. *Int J Oral Maxillofac Impl.* 2013;28(1):44-50.

## Anteilerklärung

Tatjana Rack hatte folgenden Anteil an den folgenden Publikationen:

**Publikation 1:** Rack T, Zabler S, Rack A, Riesemeier H, Nelson K. An in vitro pilot study of the abutment stability during loading in new and fatigue-loaded conical dental implants using synchrotron-based radiography. Int J Oral Maxillofac Impl. 2013;28(1):44-50.

Beitrag: 80 Prozent

Beitrag im Einzelnen:

- Literaturrecherche
- Auswahl der relevanten Literatur
- Durchführung der Experimente (Bildgebung am Synchrotron)
- Datenauswertung (Bildverarbeitung, Extraktion der Dichteprofile mittels ImageJ Software, manuelle Optimierung der simulierten Dichteprofile zur Bestimmung der Spaltgröße)
- Erstellung des Manuskripts

**Publikation 2:** Zabler S, Rack T, Rack A, Nelson K. Quantitative studies on inner interfaces in conical metal joints using hard X-ray inline phase contrast radiography. Rev Sci Instrum. 2010; 81(10):103703.

Beitrag: 35 Prozent

Beitrag im Einzelnen:

- Literaturrecherche
- Test der Simulationsroutinen mittels realer Daten
- Durchführung der Experimente (Bildgebung am Synchrotron)
- Datenauswertung (Bildverarbeitung, Extraktion der Dichteprofile mittels ImageJ Software, manuelle Optimierung der simulierten Dichteprofile zur Bestimmung der Spaltgröße)
- Erstellung des Texts zur Diskussion
- Revision des Manuskripts

**Publikation 3:** Rack A, Rack T, Stiller M, Riesemeier H, Zabler S, Nelson K. In vitro synchrotron-based radiography of micro-gap formation at the implant-abutment interface of two-piece dental implants. J Synchrot Radiat. 2010;17(2):289-294.

Beitrag: 35 Prozent

Beitrag im Einzelnen:

- Literaturrecherche
- Durchführung des Experimentes
- Bildbearbeitung
- Erstellung des Texts zur Einleitung
- Revision des Manuskripts

Unterschrift, Datum und Stempel  
der betreuenden Hochschullehrerin

Unterschrift der Doktorandin



## ***In vitro* synchrotron-based radiography of micro-gap formation at the implant–abutment interface of two-piece dental implants**

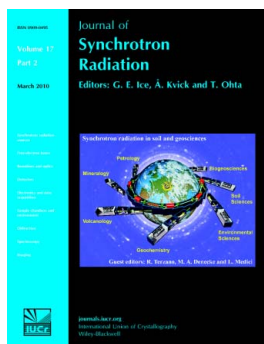
**A. Rack, T. Rack, M. Stiller, H. Riesemeier, S. Zabler and K. Nelson**

*J. Synchrotron Rad.* (2010). **17**, 289–294

Copyright © International Union of Crystallography

Author(s) of this paper may load this reprint on their own web site or institutional repository provided that this cover page is retained. Republication of this article or its storage in electronic databases other than as specified above is not permitted without prior permission in writing from the IUCr.

For further information see <http://journals.iucr.org/services/authorrights.html>



Synchrotron radiation research is rapidly expanding with many new sources of radiation being created globally. Synchrotron radiation plays a leading role in pure science and in emerging technologies. The *Journal of Synchrotron Radiation* provides comprehensive coverage of the entire field of synchrotron radiation research including instrumentation, theory, computing and scientific applications in areas such as biology, nanoscience and materials science. Rapid publication ensures an up-to-date information resource for scientists and engineers in the field.

Crystallography Journals **Online** is available from [journals.iucr.org](http://journals.iucr.org)

# *In vitro* synchrotron-based radiography of micro-gap formation at the implant–abutment interface of two-piece dental implants

A. Rack,<sup>a\*</sup> T. Rack,<sup>b</sup> M. Stiller,<sup>c</sup> H. Riesemeier,<sup>d</sup> S. Zabler<sup>e</sup> and K. Nelson<sup>b</sup>

<sup>a</sup>European Synchrotron Radiation Facility, Grenoble, France, <sup>b</sup>Charité, Department of Oral and Maxillofacial Surgery, Clinical Navigation and Robotics, Berlin, Germany, <sup>c</sup>Charité, Department of Maxillofacial and Facial-Plastic Surgery, Division of Oral Medicine, Radiology and Surgery, Berlin, Germany, <sup>d</sup>Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Division Structure Analysis, Polymer Analysis, Berlin, Germany, and <sup>e</sup>Technical University of Berlin, Institute for Materials Engineering, Germany. E-mail: arack@snafu.de

Micro-gap formation at the implant–abutment interface of two-piece dental implants was investigated *in vitro* using high-resolution radiography in combination with hard X-ray synchrotron radiation. Images were taken with the specimen under different mechanical loads of up to 100 N. The aim of this investigation was to prove the existence of micro-gaps for implants with conical connections as well as to study the mechanical behavior of the mating zone of conical implants during loading. Synchrotron-based radiography in comparison with classical laboratory radiography yields high spatial resolution in combination with high contrast even when exploiting micro-sized features in highly attenuating objects. The first illustration of a micro-gap which was previously indistinguishable by laboratory methods underlines that the complex micro-mechanical behavior of implants requires further *in vitro* investigations where synchrotron-based micro-imaging is one of the prerequisites.

© 2010 International Union of Crystallography  
Printed in Singapore – all rights reserved

**Keywords:** X-ray imaging; dental implants; digital radiography; implant–abutment interface.

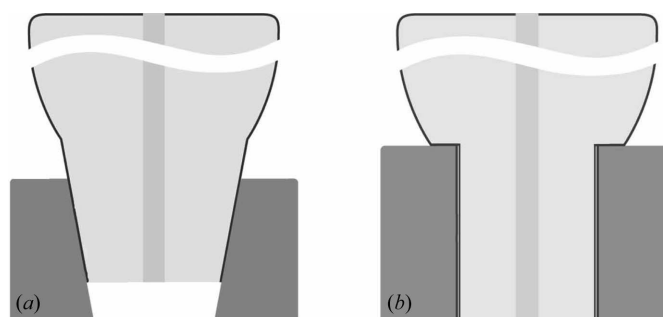
## 1. Introduction

Two main designs of the dental implant have emerged within the last century, *i.e.* the two-piece and one-piece implant (Binon, 2000). To date, extensive research has been performed on the mechanisms of osseointegration of these implants and a high predictability of success for dental implants has been demonstrated (Albrektsson *et al.*, 2008). This status of knowledge obviously influenced a recent recognizable shift of research objectives to the composition of the implant components and their mating zone (Tsuge *et al.*, 2008; Semper *et al.*, 2009, 2010).

Two-piece implants consist of two separate components: the endosteal implant and the abutment carrying the prosthetic restoration connected by a screw joint (Binon, 2000). Unlike one-piece implants, two-piece implants are commonly used because they can be individually loaded with different types of abutments. Two-piece implants feature a mating zone in which the implant–abutment connection is ensured.

The mating zone utilized in all two-piece implants can be differentiated into two principles: a butt-joint connection or one based on conical surfaces (*cf.* Fig. 1). The implant–abutment interface in butt-joint connections reveals a micro-gap

(Jansen *et al.*, 1997; Coelho *et al.*, 2007). Adjacent to the micro-gap, when placed into the bone or gingiva, an inflammatory reaction has been described (Broggini *et al.*, 2006). The stimulus for this inflammatory reaction has been discussed to originate from the micro-gap (Broggini *et al.*, 2006; Hermann *et al.*, 2001). The micro-gap allows microbial colonization of the internal cavity of the implant–abutment complex as well as penetration of bacterial endotoxins into the surrounding tissue initiating a pathophysiological process that can result in bone



**Figure 1**  
Two principles of mating zone utilized in all two-piece implants: based on (a) conical surfaces and (b) butt-joint connection.

loss and eventually implant loss (Jansen *et al.*, 1997; Broggin *et al.*, 2006; Steinebrunner *et al.*, 2005).

Direct observations of this micro-gap at the implant–abutment interface using X-rays are challenging owing to the limited resolution and contrast of the available laboratory-based methods: *in vivo* radiography and computed tomography are only applied to assess success and stability or failure of dental implants (see, for example, Yip *et al.*, 2004; Brägger, 1998). *In vitro* studies reported in the literature are very scarce and commonly limited to butt-joint connections where the micro-gap is visualized or its size estimated indirectly, *e.g.* via reference points (*cf.* Tsuge *et al.*, 2008; Coelho *et al.*, 2007). One approach to visualizing the micro-gap in both types of implant–abutment connection designs is by using micro-focus X-ray tubes for *in vitro* micro-radiography, where again only the gap in butt-joint connections was accessible (Zipprich *et al.*, 2007). Other methods where the micro-gap is commonly inspected after cyclic loading of butt-joint connections include scanning electron microscopy, optical microscopy, scanning laser microscopy or theoretical approaches via finite-element modeling (see, for example, Tsuge *et al.*, 2008; Coelho *et al.*, 2007; Hecker *et al.*, 2006). An *in vitro* observation of a micro-gap at the implant–abutment interface with conical-shaped connections has not been reported yet, hence even its non-existence was concluded due to this (Zipprich *et al.*, 2007). Recent leaking tests showed only the lack of sealing capability of this type of connection (Coelho *et al.*, 2008; Harder *et al.*, 2010).

In order to overcome limitations of the imaging technique we apply hard X-ray synchrotron radiation. The advances towards X-ray imaging using laboratory sources are the several orders of magnitude higher photon flux density available and the almost parallel beam propagation. This allows for extending the sample-to-source distance to up to more than 100 m and therefore to suppress the influence of the finite source size on the spatial resolution. The high monochromatic photon flux density increases the contrast while reducing artifacts. Synchrotron micro-imaging was established during the 1990s, and nowadays is available with spatial resolutions up to the sub-micrometer and time resolutions up to the microsecond range (Koch *et al.*, 1998; Rack *et al.*, 2009a). Besides the improved resolution, imaging using synchrotron light sources also gives access to more sophisticated contrast modes like inline phase contrast or holo-tomography (Cloetens *et al.*, 1999); for further details see, for example, the book by Banhart (2008). Besides the numerous applications in materials science, archaeology or cultural heritage [*cf.* Baruchel *et al.* (2002, 2006) or Stock (2008)], the development is also approaching fast medical and even clinical applications (Keyrilainen *et al.*, 2008; Baruchel *et al.*, 2008; Stiller *et al.*, 2009; Issever *et al.*, 2008; Weitkamp *et al.*, 2008; Zabler *et al.*, 2006).

The purpose of this study is the *in vitro* visualization of a micro-gap formation at the implant–abutment interface with conical-shaped connection. The images taken show dimensions and the development of the micro-gap under different mechanical loads, knowledge which is important for under-

standing the functionality of implants with conical-shaped connection as well as to optimize and develop further their clinical applications.

## 2. Materials and methods

### 2.1. Dental implant and test stand

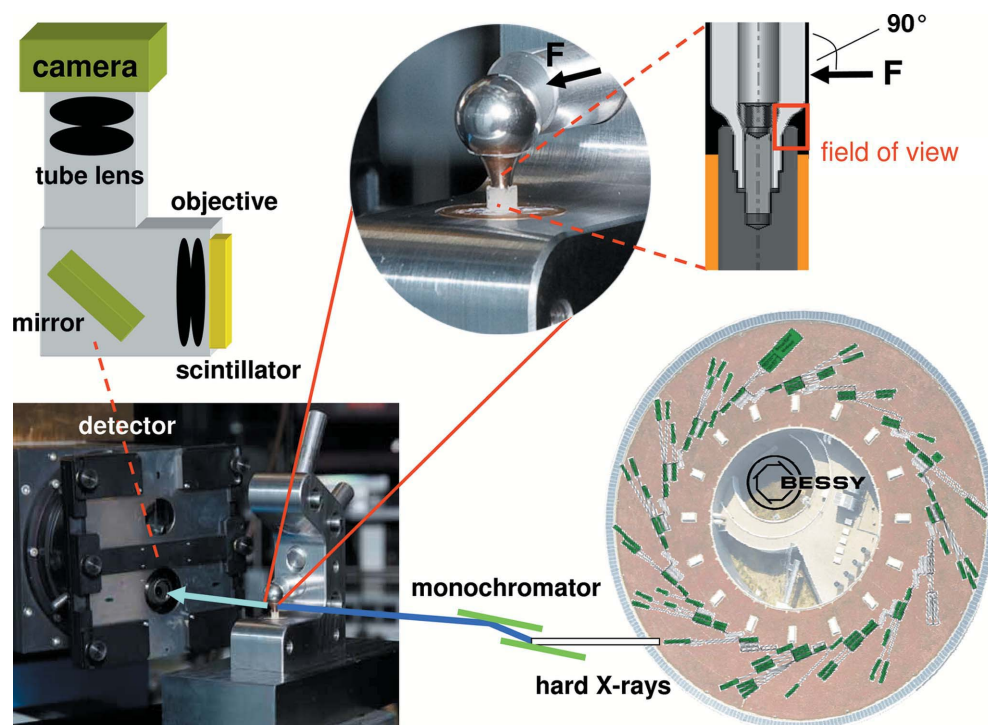
A virgin dental implant with a conical connection and a diameter of 4.1 mm (bone level implant,  $L = 14$  mm, ref: 021.4114, lot: G6582; Straumann AG, Basel, Switzerland) and the corresponding rotation-safe abutment (NC-Mesosekundaerteil – Titan, ref: 022.2202, lot: F6601, Straumann AG, Basel, Switzerland) were assembled and screw-tightened with a torque of 0.25 N m using the system-specific screw driver and ratchet. An individually fabricated steel-ball was glued to the abutment (Superglue X60; HBM Germany, Darmstadt) according to EN ISO Norm 14801:2003.

The implant–abutment assembly was embedded in an individually fabricated brass cylinder (Fraunhofer Institut Werkstoffmechanik, Freiburg, Germany) using Superglue X60 (HBM Germany, Darmstadt, Germany) according to EN ISO Norm 14801:2003; a crestal bone level 3 mm below the implant shoulder was simulated. The brass cylinder carrying the implant–abutment assembly was screw-fastened to an individually fabricated test stand made from stainless steel (V4A, Klaus Ellinger CNC Zerspannung GmbH, Berlin, Germany).

A static force (nominal 0 N, 30 N, 60 N, 100 N) was applied at a 90° angle to the implant axis onto the ball. The force application was monitored using a digital force gauge, model SH-500 [PCE-group OHG (serial No. 5808062790)].

### 2.2. Synchrotron-based micro-imaging

Measurements were carried out at the BAMline of the third-generation synchrotron light source BESSY-II (Helmholtz Zentrum Berlin für Materialien und Energie, Germany) (Görner *et al.*, 2001; Rack *et al.*, 2008). Numerous successful studies have already proven that this experimental station is excellently suited for synchrotron-based micro-imaging (see, for example, Kamenz & Weidemann, 2009; Rack *et al.*, 2009b; Zabler *et al.*, 2007; Manke *et al.*, 2007). The white radiation from the wavelength-shifter insertion device of the BAMline was filtered with 0.2 mm Cu and 0.2 mm Be before passing through a double-multilayer monochromator which selected X-ray photons with an energy of 50 keV for imaging. The resulting photon flux density is of the order of  $10^{10}$  photons  $s^{-1}$   $mm^{-2}$  with an energy bandwidth of 1.7% (Rack *et al.*, 2008). Radiographic projection images were acquired using an indirect detector, based on the concept as introduced by Hartmann *et al.* (1975) as well as Bonse & Busch (1996); the luminescence image of a scintillator screen is optically coupled to a camera via diffraction-limited visible-light optics. A principle sketch of the detector design and the experimental set-up is displayed in Fig. 2. For this experiment, a 50  $\mu$ m thin CdWO<sub>4</sub> (CWO) single crystal glued on top of a 500  $\mu$ m-thick undoped Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> (YAG) substrate was chosen as scintillator screen (Nagornaya *et al.*, 2005). The luminescence image of



**Figure 2**

Sketch of the experimental set-up: the hard X-rays coming from an insertion device of the light source BESSY-II (right; Görner *et al.*, 2001; Rack *et al.*, 2008) are transmitted to the sample under load (photograph with zoom inset and sketch); the attenuated beam is converted into visible light by a scintillator screen. This luminescence image is captured *via* visible-light optics and a digital camera (Hartmann *et al.*, 1975). Only a small part of the specimen can be imaged owing to the detector's limited field of view (*cf.* Fig. 3).

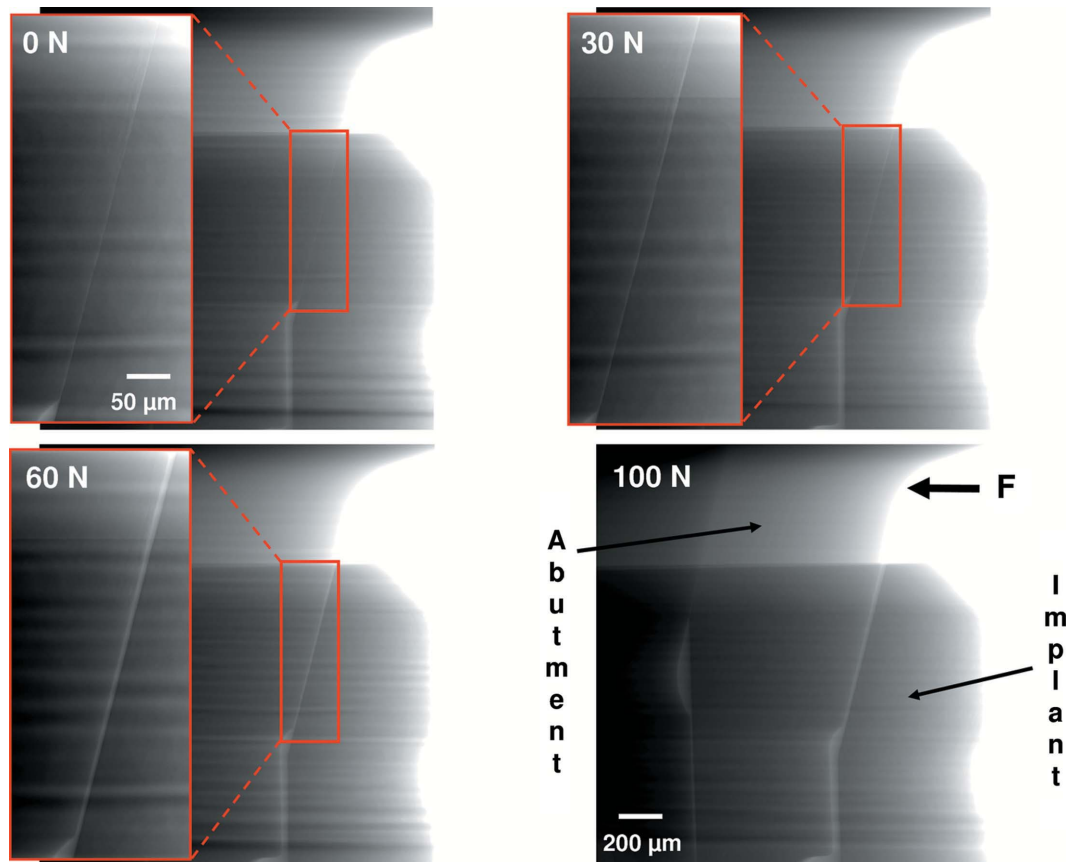
the crystal is read *via* a visible-light microscope, designed and manufactured by the company Optique Peter (Lyon, France): an Olympus objective Uplsapo ( $10\times/0.4$  NA) in combination with  $2\times$  eye-piece projects the image with an effective  $20\times$  magnification onto a CCD camera ( $0.43\ \mu\text{m}$  effective pixel size; this value allows one to convert the size of the features in the images from pixels into meters). The diffraction-limited resolution of the objective is not reached owing to the thickness of the scintillator which exceeds the depth of focus of the objective. Hence, based on the thickness of the scintillator crystal we can estimate the spatial resolution of our detector system to be approximately  $4\ \mu\text{m}$  ( $250$  line-pairs  $\text{mm}^{-1}$ ) (Koch *et al.*, 1998). The thickness of scintillator and substrate were required in order to protect the visible-light optics from radiation damage owing to the intense high-energy X-ray beam applied. As camera a pco.4000 (PCO AG, Germany) was used. The camera is based on a Kodak KAI-11000 interline transfer CCD chip with  $4008 \times 2672$  pixels (each  $9\ \mu\text{m}$  in size); a dynamic range of 5000:1 was measured with exposure times between 0.1 s and 10 s, one signal unit (ADU) corresponds to a charge of 3 electrons in the corresponding potential well of the CCD chip, peak quantum efficiency above 50% at 500 nm. The field of view of the complete detector is approximately  $1.7\ \text{mm} \times 1.1\ \text{mm}$ . As the experiment is located 35 m away from the X-ray source (Rack *et al.*, 2008), the finite source size has no influence on the resolution (*e.g.* by penumbral blurring). The radiographic projection images shown in Fig. 3 were acquired with exposure times of 10 s. The distance between

sample and detector was roughly 4 cm. Despite this relatively large propagation distance, common phase-contrast edge enhancements are only slightly present. This is due to the X-ray photon energy and spatial resolution of the employed indirect detector set-up, as well as the coherence properties of the BAMline (approximately  $165\ \mu\text{m}$  horizontal source size).

### 3. Results

The set of images taken during the *in vitro* measurement is shown in Fig. 3. The contrast is given by the X-ray absorption of the specimen which is determined roughly by its material and density as well as the effective thickness of the specimen along the X-ray beam path. The main components of the implant are marked and the position of the detector's field of view with respect to the sample is sketched in Fig. 2. Furthermore, the orientation of the applied force  $F$  is also shown. Stripe modulations are present in all images which originate from the double-multilayer monochromator used; they are not a feature of the investigated sample. Owing to the limited field of view of a high-resolution indirect X-ray pixel detector, only a small part of the specimen is investigated. As the length of the gap is roughly 0.7 mm and the height of the synchrotron beam is limited, two images were acquired and later merged into one in order to illustrate the complete gap.

In all stages with different values for the applied force  $F$  (nominal 0 N, 30 N, 60 N, 100 N), a micro-gap between the abutment and the implant can be detected. The specimen as



**Figure 3** High-resolution radiographic images of the micro-gap formation at the implant–abutment interface for different mechanical load (the stripe modulations within the images originate from the X-ray monochromator used and are not a feature of the specimen). The relative position of this field of view with respect to the complete implant can be found in Fig. 2.

imaged without mechanical load (0 N) shows a micro-gap which is slightly below the resolution limit of our detector as it is only visible owing to a local reduction of the attenuation but not sampled by several pixels (*cf.* with the image at nominal 60 N mechanical load). Hence, we estimate its size to be in the range  $>1 \mu\text{m}$  and  $\ll 4 \mu\text{m}$ . For a nominal value of the applied force  $F = 30 \text{ N}$  the micro-gap becomes clearly visible, sampled by between eight and ten pixels, so its size is in the range of  $4 \mu\text{m}$ . When moving towards higher mechanical load, the gap at the implant–abutment interface opens further. At a nominal force  $F = 60 \text{ N}$ , the size is around  $11 \mu\text{m}$  (26 pixels) with the surfaces of the implant and the abutment running almost parallel. Finally, at a mechanical load of nominal  $F = 100 \text{ N}$ , the micro-gap shows a non-parallel shape: at the upper end of the gap its size is roughly  $22 \mu\text{m}$  (50 pixels) while at the lower end the size is around  $15 \mu\text{m}$  (35 pixels).

#### 4. Discussion

Animal studies have shown that the design of the implant–abutment connection has proven to be of high relevance for the stability of the soft and hard tissue surrounding the implant (Weng *et al.*, 2008). The exact mechanisms responsible for the biologic reaction of the bone in correlation to the micro-gap are still unclear. To date the illustration of the

micro-gap in conical implant–abutment connections has not been feasible, as the conventional laboratory radiographic methods utilized did not allow distinct identification of clinically relevant gaps in the micrometer range (Zipprich *et al.*, 2007).

Implant–abutment assemblies are screwed joints that are exposed to dynamic loading owing to the masticatory process with axial and extra-axial forces (Binon, 2000). These forces can be up to 450 N, varying with the angle of application (Morneburg & Proeschel, 2002; Mericske-Stern *et al.*, 1992). Forces of up to 110 N applied at a  $90^\circ$  angle to the implant axis have been described to occur on the abutment carrying the implant-retained restorations (Mericske-Stern *et al.*, 1992). It has been shown with radiography using micro-focus X-ray tubes that butt-joint connections present an increase in micro-gap when extra-axial force is applied (Zipprich *et al.*, 2007).

Radiography using laboratory sources has been used to evaluate the micro-gaps of various systems but this method does not allow the detection of a micro-gap in internal conical implant–abutment connections. This is due to the limitations in resolution and contrast, given by the limited photon flux density, non-parallel beam propagation and influence of the finite source size in comparison with a synchrotron light source. The use of monochromatic hard X-ray synchrotron radiation to perform micro-radiography allowed for the first

time the visualization of a micro-gap in internal conical implant–abutment joints.

The size of the micro-gap visualized varied, depending on the mechanical load, between approximately 1  $\mu\text{m}$  and 22  $\mu\text{m}$ , clearly ranging above the size for oral pathogens found responsible for a periimplantitis. The smallest size of oral bacteria found in the oral biofilm is 0.1  $\mu\text{m}$ , whereas bacterial endotoxins with a size clearly smaller than 0.1  $\mu\text{m}$  seem to be of importance. Endotoxins are lipopolysaccharide molecules (size of 10 kDa) found as part of the cell wall of gram-negative bacteria, and are released primarily upon cell lysis. These small-sized pathogenic molecules induce an inflammatory process within their vicinity (Broggini *et al.*, 2006). The size of the micro-gap has not been proven to correlate with the degree of inflammation; it is rather important that its existence seems to influence the periimplant environment (Hermann *et al.*, 2001).

As in all screwed joints the two mating components do not form a leak-proof tightness and have proven to show bacterial leakage in *in vitro* studies even without load application (Jansen *et al.*, 1997; Coelho *et al.*, 2007; Steineb-runner *et al.*, 2005; Harder *et al.*, 2010). Optical microscopy of implant–abutment connections based on a butt-joint principle have shown that there is a micro-gap of up to 10  $\mu\text{m}$  with only punctual contact/fulcra of the mating zones which has been proposed to occur owing to the machining of the mating parts. To date there are no data available about the condition of the surface of the mating zone in conical dental implant joints (Coelho *et al.*, 2007). A continuous micro-gap without punctual contact of the mating components was seen within the unloaded specimen evaluated in this study. This location/site examined represents one cross section of the implant and shows that there is a missing surrounding surface contact. This incongruence allows for the correspondence between the external and internal environment of the screwed implant assembly even in unloaded conditions, as proposed in *in vitro* experiments (Jansen *et al.*, 1997). A possible explanation for this phenomenon is the imprecision of the machining of the parts which has been correlated to a repositioning instability of the abutment and to technical complications encountered in dental implant-retained restorations (Semper *et al.*, 2009, 2010; Jansen *et al.*, 1997; Coelho *et al.*, 2007). For generalization, this assumption needs further investigation with numerous samples, which has become accomplishable now by applying monochromatic hard X-ray synchrotron radiation.

Besides allowing for a precise illustration of the joint gap in conical dental implant–abutment connections by using monochromatic hard X-ray synchrotron radiation, a thorough investigation of the mechanical behavior in various loading situations of the components has become possible. Elucidation of the mode of the mechanical behavior of the implant–abutment joint under various loading scenarios regardless of their design will provide information to enhance the design and function of the joints and minimize the technical complications encountered to date.

All materials were purchased by the hospital and are therefore free of any commercial interest. The research was funded by the HU Internal Research Funding.

## References

- Albrektsson, T., Sennerby, L. & Wennerberg, A. (2008). *Periodontol.* **2000**, *47*, 15–26.
- Banhart, J. (2008). *Advanced Tomographic Methods in Materials Research and Engineering*. Oxford University Press.
- Baruchel, J., Bleuet, P., Bohic, S., Bravin, A., Coan, P., David, C., Elleaume, H., Esteve, F., Peyrin, F., Pfeiffer, F., Suortti, P., Bunk, O. & Weitkamp, T. (2008). *Synchrotron Radiat. News*, **21**, 30–41.
- Baruchel, J., Buffiere, J.-Y., Cloetens, P., Di Michiel, M., Ferrie, E., Ludwig, W., Maire, E. & Salvo, L. (2006). *Scr. Mater.* **55**, 41–46.
- Baruchel, J., Cloetens, P., Härtwig, J. & Schlenker, M. (2002). *Third-Generation Hard X-ray Synchrotron Radiation Sources*, edited by Dennis M. Mills, pp. 181–202. New York: John Wiley and Sons.
- Binon, P. (2000). *Int. J. Oral Maxillofac. Implant.* **15**, 76–95.
- Bonse, U. & Busch, F. (1996). *Prog. Biophys. Mol. Biol.* **65**, 133–169.
- Brägger, U. (1998). *Periodontol.* **2000**, *17*, 77–88.
- Broggini, N., McManus, L. M., Hermann, J. S., Medina, R., Schenk, R. K., Buser, D. & Cochran, D. L. (2006). *J. Dent. Res.* **85**, 473–478.
- Cloetens, P., Ludwig, W., Baruchel, J., Van Dyck, D., Van Landuyt, J., Guigay, J. P. & Schlenker, M. (1999). *Appl. Phys. Lett.* **75**, 2912–2914.
- Coelho, A. L., Suzuki, M., Dibart, S., Da Silva, N. & Coelho, P. G. (2007). *J. Oral Rehab.* **34**, 508–516.
- Coelho, P. G., Sudack, P., Suzuki, M., Kurtz, K. S., Romanos, G. E. & Silva, N. R. F. A. (2008). *J. Oral Rehabil.* **35**, 917–924.
- Görner, W., Hentschel, M. P., Müller, B. R., Riesemeier, H., Krumrey, M., Ulm, G., Dietsch, W., Klein, U. & Frahm, R. (2001). *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A*, **467**, 703–706.
- Harder, S., Dimaczek, B., Açil, Y., Terheyden, H., Freitag-Wolf, S. & Kern, M. (2010). *Clin. Oral. Investig.* doi:10.1007/s00784-009-0317-x.
- Hartmann, W., Markewitz, G., Rettenmaier, U. & Queisser, H. J. (1975). *Appl. Phys. Lett.* **27**, 308–309.
- Hecker, D. M., Eckert, S. E. & Choi, Y.-G. (2006). *J. Prosthet. Dent.* **95**, 26–32.
- Hermann, J. S., Schoolfield, J. D., Schenk, R. K., Buser, D. & Cochran, D. L. (2001). *J. Periodontol.* **72**, 1372–1383.
- Issever, A. S., Diederichs, G., Majumdar, S., Rogalla, P., Hamm, B. K., Lange, A., Harwardt, M., Hentschel, M. P. & Müller, B. R. (2008). *J. Synchrotron Rad.* **15**, 525–527.
- Jansen, V. K., Conrads, G. & Richter, E. J. (1997). *Int. J. Oral Maxillofac. Implant.* **12**, 527–540.
- Kamenz, C. & Weidemann, G. (2009). *Micron*, **40**, 911–917.
- Keyrilainen, J., Fernandez, M., Karjalainen-Lindsberg, M.-L., Virkkunen, P., Leidenius, M., von Smitten, K., Sipilä, P., Fiedler, S., Suhonen, H., Suortti, P. & Bravin, A. (2008). *Radiology*, **249**, 321–327.
- Koch, A., Raven, C., Spanne, P. & Snigirev, A. (1998). *J. Opt. Soc. Am.* **15**, 1940–1951.
- Manke, I., Banhart, J., Haibel, A., Rack, A., Zabler, S., Kardjilov, N., Hilger, A., Melzer, A. & Riesemeier, H. (2007). *Appl. Phys. Lett.* **90**, 214102.
- Mericske-Stern, R., Geering, A. H. & Bueging, W. (1992). *Int. J. Oral Maxillofac. Implant.* **7**, 185–194.
- Morneburg, T. & Proeschel, P. A. (2002). *Int. J. Prosthodont.* **15**, 20–27.
- Nagornaya, L., Onyshchenko, G., Pirogov, E., Starzhinskiy, N., Tupitsyna, I., Ryzhikov, V., Galich, Y., Vostretsov, Y., Galkin, S. & Voronkin, E. (2005). *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A*, **537**, 163–167.
- Rack, A., García-Moreno, F., Baumbach, T. & Banhart, J. (2009a). *J. Synchrotron Rad.* **16**, 432–434.

- Rack, A., Helwig, H.-M., Bütow, A., Rueda, A., Matijašević-Lux, B., Helfen, L., Goebbels, J. & Banhart, J. (2009b). *Acta Mater.* **57**, 4809–4821.
- Rack, A., Zabler, S., Müller, B. R., Riesemeier, H., Weidemann, G., Lange, A., Goebbels, J., Hentschel, M. & Görner, W. (2008). *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A*, **586**, 327–344.
- Semper, W., Heberer, S., Mehrhof, J., Schink, T. & Nelson, K. (2010). *Int. J. Oral Maxillofac. Implant.* **25**. In the press.
- Semper, W., Kraft, S., Krüger, T. & Nelson, K. (2009). *J. Dent. Res.* **88**, 725–730.
- Steinebrunner, L., Wolfart, S., Bösmann, K. & Kern, M. (2005). *Int. J. Oral Maxillofac. Implant.* **20**, 875–881.
- Stiller, M., Rack, A., Zabler, S., Goebbels, J., Dalügge, O., Jonscher, S. & Knabe, C. (2009). *Bone*, **44**, 619–628.
- Stock, S. R. (2008). *Int. Mater. Rev.* **53**, 129–181.
- Tsuge, T., Hagiwara, Y. & Matsumura, H. (2008). *Dent. Mater. J.* **27**, 29–34.
- Weitkamp, T., David, C., Bunk, O., Bruder, J., Cloetens, P. & Pfeiffer, F. (2008). *Eur. J. Radiol.* **68**, S13–S17.
- Weng, D., Nagata, M. J., Bell, M., Bosco, A. F., de Melo, L. G. & Richter, E. J. (2008). *Clin. Oral Implant. Res.* **19**, 1141–1147.
- Yip, G., Schneider, P. & Roberts, E. W. (2004). *Semin. Orthod.* **10**, 174–187.
- Zabler, S., Riesemeier, H., Fratzl, P. & Zaslansky, P. (2006). *Opt. Express*, **14**, 8584–8597.
- Zabler, S., Rueda, A., Rack, A., Riesemeier, H., Zaslansky, P., Manke, I., Garcia-Moreno, F. & Banhart, J. (2007). *Acta Mater.* **55**, 5045–5055.
- Zipprich, H., Weigl, P., Lange, B. & Lauer, H.-C. (2007). *Implantologie*, **15**, 31–46. (In German.)

## **Lebenslauf**

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



## Komplette Publikationsliste

### Journale - begutachtet:

**Rack T**, Zabler S, Rack A, Riesemeier H, Nelson K. An in vitro pilot study of the abutment stability during loading in new and fatigue-loaded conical dental implants using synchrotron-based radiography. *Int J Oral Maxillofac Impl.* 2013;28(1):44-50.

Zabler S, **Rack T**, Rack A, Nelson K. Fatigue induced deformation of taper connections in dental Titanium implants. *Int J Mat Res.* 2012;103(2):207-216.

Rack A, Weitkamp T, Assoufid L, **Rack T**, Zanette I, Morawe Ch, Kluender R, David C. Protocol to study wavefront preservation capabilities of reflective X-ray optics with coherent synchrotron light. *Nucl Instrum Meth Phys Res A.* 2013;710C(4):100-104.

Jimenez C, Garcia-Moreno F, Rack A, Tucoulou R, Klaus M, Pfretzschner B, **Rack T**, Cloetens P, Banhart J. Partial decomposition of TiH<sub>2</sub> studied in situ by energy dispersive diffraction and ex situ by diffraction microtomography of hard X-ray synchrotron radiation. *Scripta Mat.* 2012;66(10):757–760.

Rack A, Weitkamp T, Zanette I, Morawe Ch, Vivo Rommeveaux A, Tafforeau P, Cloetens P, Ziegler E, **Rack T**, Cecilia A, Vagovic P, Harmann E, Dietsch R, Riesemeier H. Coherence preservation and beam flatness of a single-bounce multilayer monochromator (beamline ID19 – ESRF). *Nucl Instrum Meth Phys Res A.* 2011; 649(1):123-127.

Zabler S, **Rack T**, Rack A, Nelson K. Quantitative studies on inner interfaces in conical metal joints using hard X-ray inline phase contrast radiography. *Rev Sci Instrum.* 2010; 81(10):103703.

Rack A, Garcia-Moreno F, Schmitt C, Betz O, Cecilia A, Ershov A, **Rack T**, Banhart J, Zabler S. On the possibilities of hard X-ray imaging with high spatio-temporal resolution using polychromatic synchrotron radiation. *J X-Ray Sci Techn.* 2010;18(4):429-441.

Rack A, Weitkamp T, Riotte M, Grigoriev D, **Rack T**, Helfen L, Baumbach T, Dietsch R, Holz T, Krämer M, Siewert F, Meduna M, Cloetens P, Ziegler E. Comparative study of multilayers used in monochromators for synchrotron-based coherent hard X-ray imaging. *J Synch Rad.* 2010;17(4):496-510.

Rack A, **Rack T**, Stiller M, Riesemeier H, Zabler S, Nelson K. In vitro synchrotron-based radiography of micro-gap formation at the implant-abutment interface of two-piece dental implants. *J Synch Rad.* 2010;17(2):289-294.

Rack A, Weitkamp T, Bauer –Trabelsi S, Modregger P, Cecilia A, dos Santos Rolo T, **Rack T**, Haas D, Simon R, Heldele R, Schulz M, Mayzel B, Danilewsky AN, Waterstradt T, Dietsch W, Riesemeier H, Müller BR, Baumbach T. The micro-imaging station of the TopoTomo beamline at the ANKA synchrotron light source. *Nucl Instrum Meth Phys Res B.* 2009;267(11):1978-1988.

## Beiträge zu Konferenzbänden

**Rack T**, Zabler S, Rack A, Stiller M, Riesemeier H, Cecilia A, Nelson K. Coherent Synchrotron-Based Micro-Imaging Employed for Studies of Micro-Gap Formation in Dental Implants. AIP Conf Proc (XRM2010). 2011;1365:445-448.

Dietsch R, Rack A, Weitkamp T, Riotte M, **Rack T**, Holz T, Krämer M, Weissbach D, Morawe Ch, Siewert F, Meduna M, Cloetens P, Ziegler E. Performance of multilayer monochromators for hard X-ray imaging with coherent synchrotron radiation. AIP Conf Proc (XRM2010). 2011;1365:77-80.

Rack A, Stiller M, Nelson K, Knabe C, **Rack T**, Zabler S, Dalügge O, Riesemeier H, Cecilia A, Goebbels J. Ex vivo and in vitro synchrotron-based micro-imaging of biocompatible materials applied in dental surgery. Proc. SPIE. 2010;7804,78040E.

Rack A, Weitkamp T, Riotte M, **Rack T**, Dietsch R, Holz T, Krämer M, Siewert F, Meduna M, Morawe Ch, Cloetens P, Ziegler E. Micro-imaging performance of multilayers used as monochromators for coherent hard X-ray synchrotron radiation. Proc. SPIE. 2010;7802,78020M.

Rack A, García-Moreno F, Betz O, Zabler S, Schmidt C, dos Santos Rolo T, Ershov A, **Rack T**, Helfen L, Banhart J, Baumbach T. Synchrotron-based radioscopy with spatio-temporal micro-resolution using hard X-rays. Proc. IEEE NSS-MIC 2008 Conf., ed. G. Sellin. 2009

## Buchbeiträge

Rack A, Stiller M, Dalügge O, **Rack T**, Riesemeier H, Knabe C. Ducheyne P, Healy K E, Hutmacher D E, Grainger D E, Kirkpatrick C J (eds.). Developments in high-resolution CT: studying bioregeneration by hard X-ray synchrotron-based microtomography in: Comprehensive Biomaterials. Elsevier. 2011;3:47-62. ISBN: 978-0-08-055294-1

## Poster und Vorträge

2012

**Rack T**, Zabler S, Rack A, Riesemeier H, Nelson K. A quantitative in vitro study of the abutment micromovement in conical dental implants using synchrotron-based radiography. Vortrag, 20th Annual Scientific Meeting - European Association for Osseointegration (EAO), Kopenhagen, Dänemark, 10. bis 13. Oktober 2012  
*Reiseförderung: European Association for Osseointegration*

**Rack T**, Zabler S, Rack A, Stiller M, Riesemeier H, Nelson K. Coherent synchrotron-based micro-imaging employed for quantitative studies of micro-gap formation in dental implants. Poster, 4th Joint BERII and BESSY II Users Meeting, Helmholtz-Zentrum Berlin, Deutschland, 13.-14. Dezember 2012

2010

**Rack T**, Zabler S, Rack A, Stiller M, Riesemeier H, Nelson K Coherent Synchrotron-Based Micro-Imaging Employed for Quantitative Studies of Micro-Gap Formation in Dental Implants. Poster, XRM2010 - the 10th international conference on x-ray microscopy, Chicago, USA, 15.-20. August 2010.

*Reiseförderung: Argonne National Laboratory*

**Rack T**, Zabler S, Rack A, Stiller M, Riesemeier H, Nelson K. Quantitative Study of Micro-gap Formation in Two-piece Implants Using Synchrotron-radiography. Poster, International Association for Dental Research (IADR), Barcelona, Spanien, 14.-17. Juli 2010

## Eidesstattliche Versicherung

„Ich, Tatjana Rack, versichere an Eides statt durch meine eigenhändige Unterschrift, dass ich die vorgelegte Dissertation mit dem Thema: „In-vitro-Untersuchungen von biokompatiblen Werkstoffen in der Oralchirurgie mit hochauflösender Synchrotronbildgebung“ 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 beruhen, sind als solche in korrekter Zitierung (siehe „Uniform Requirements for Manuscripts (URM)“ des ICMJE -[www.icmje.org](http://www.icmje.org)) kenntlich gemacht. Die Abschnitte zu Methodik (insbesondere praktische Arbeiten, Laborbestimmungen, statistische Aufarbeitung) und Resultaten (insbesondere Abbildungen, Graphiken und Tabellen) entsprechen den URM (s.o) und werden von mir verantwortet.

Meine Anteile an den ausgewählten Publikationen entsprechen denen, die in der untenstehenden gemeinsamen Erklärung mit der Betreuerin, angegeben sind. Sämtliche Publikationen, die aus dieser Dissertation hervorgegangen sind und bei denen ich Autor bin, entsprechen den URM (s.o) und werden von mir verantwortet.

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

Datum

---

Unterschrift

## **Danksagung**

Ich möchte mich bei Prof. Katja Nelson für die einzigartige Betreuung und die vielen kleinen Dinge bedanken, die mich im Rahmen dieser Doktorarbeit begleitet haben.

Mein herzlicher Dank geht auch an das Team, mit dem ich in den letzten Jahren so erfolgreich zusammenarbeiten durfte: Dr. Simon Zabler, Dr. Heinrich Riesemeier, Ralph Britzke, PD Dr. M. Stiller, Dr. Wiebke Semper-Hogg und Dr. Susanne Nahles.

Mein Dank geht auch an die Camlog Foundation für die Förderung meiner Doktorarbeit im Rahmen eines Stipendiums.

Zwei besondere Menschen in meinem Leben, die immer für mich da sind: Alexander und Aglaia Rack.

Данную работу я посвящаю своим дорогим родителям.