

Oberflächenanalysen von Dental Implantatmaterialien

Die Oberflächeneigenschaften von Implantatmaterialien sind in vielen Bereichen von großem Interesse, was sich an der umfangreichen Literatur zu dem Thema zeigt. Hier sollen einige exemplarische Untersuchungen an neuwertigen Titanimplantatoberflächen gezeigt werden. Untersucht wurde die Rauheit der Oberflächen im Mikrometermaßstab mittels Profilometrie, die Morphologie bis in den oberen Nanometerbereich mittels Feldemissions-Rasterelektronenmikroskopie (FE-REM) und die Chemie der Oberflächen mittels Photoelektronenspektroskopie (XPS).



Einleitung

Für die im Folgenden beschriebenen Untersuchungen standen vier unterschiedliche Dental-Implantate von zwei verschiedenen Herstellern zur Verfügung.

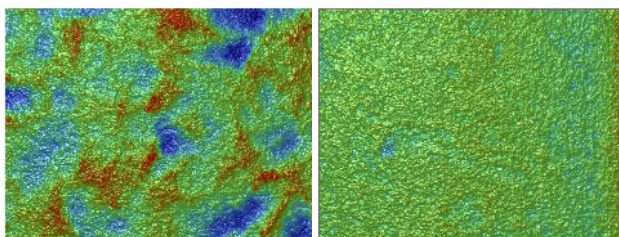
Die Proben wurden der Originalverpackung entnommen und ohne weitere Vorbehandlung untersucht.

Untersuchung der Oberflächenmorphologie

Die Oberflächenmorphologie ist sicherlich nicht der einzige relevante Parameter der das Einwachsen eines Titanimplantates in einen Knochen bestimmt, aber unumstritten stellt sie einen wichtigen Parameter dar.

Die Oberflächenmorphologie von Dentalimplantaten wird durch unterschiedlichste Verfahren von den Herstellern beeinflusst. Häufig werden Strahlverfahren (z.B. Standstrahlen, Korundstrahlen) mit Ätzprozessen und teilweise noch mit weiteren chemischen Behandlungsschritten bzw. Beschichtungen der Oberfläche kombiniert.

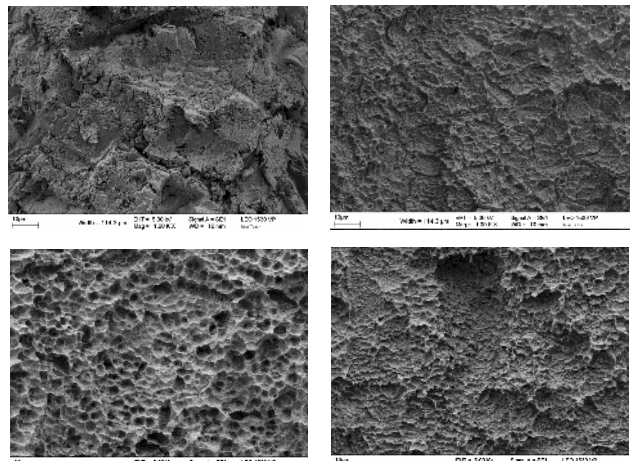
Die untersuchten Proben weisen eine deutlich unterschiedlichen Morphologie auf. Die Bilder unten zeigen exemplarisch links einen Ausschnitt bei 25x Vergrößerung von Probe 2 (links) und Probe 3 (rechts).



Die Proben weisen darüber hinaus deutlich unterschiedliche Rauheitswerte auf:

	Probe 1 [µm]	Probe 2 [µm]	Probe 3 [µm]	Probe 4 [µm]
Ra	2.0 ± 0.3	3.0 ± 0.6	1.5 ± 0.2	3.0 ± 0.5
Rq	2.6 ± 0.4	3.9 ± 0.7	1.9 ± 0.3	3.8 ± 0.6
Rz	31.3 ± 15.6	35.4 ± 17.4	17.8 ± 8.2	26.0 ± 3.1
Rt	44.3 ± 26.2	41.5 ± 22.8	24.7 ± 17.9	33.2 ± 6.6

Dies zeigt sich auch in den Rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der Oberflächen:

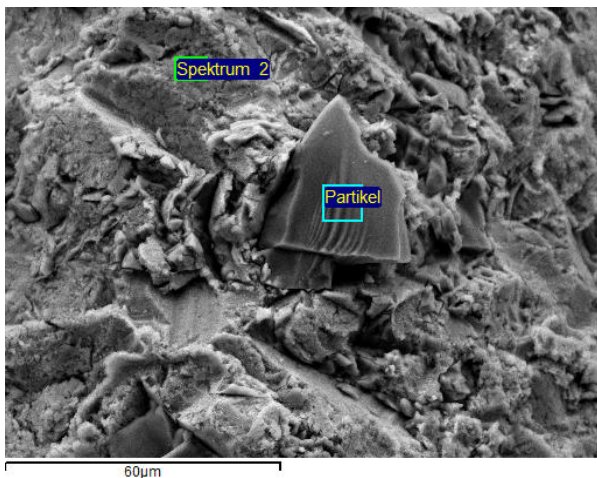


1000x Vergrößert; oben links Probe 1, rechts Probe 2. In der unteren Reihe links Probe 3, rechts Probe 4.

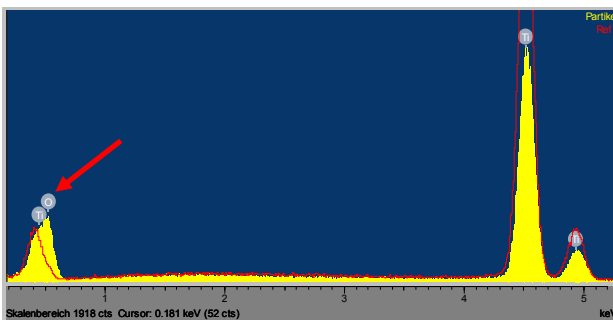
Untersuchung der Oberflächenchemie—EDX

Die Energiedispersive Röntgen-Mikroanalyse untersucht die Elementzusammensetzung der Implantatoberfläche bis zu einer Tiefe von ca. 1-2 µm. Im Wesentlichen kann so die Volumenzusammensetzung des Grundmaterials nachgewiesen werden (hier: Titan). Darüberhinaus ist das Verfahren aber gut geeignet, um Fremdpartikel an

der Implantatoberfläche untersuchen zu können. Im Vorliegenden Fall wurden zum Beispiel an der Oberfläche von Probe 1 morphologisch auffällige Partikel gefunden. Exemplarisch ist in der folgenden Abbildung so ein Partikel dargestellt:



Auch diese Partikel enthalten primär Titan. Die genaue Analyse der EDX-Spektren zeigt jedoch, dass der Sauerstoffgehalt der Partikel deutlich höher ist:



In gelb ist ein Ausschnitt des Spektrums des Partikels dargestellt, in Rot zum Vergleich das Spektrum der Implantatoberfläche. Mit dem roten Pfeil markiert ist das Sauerstoffsignal. Dieses ist bei dem Partikel deutlich höher, als bei der Implantatoberfläche.

Bei dem Partikel handelt es sich sehr wahrscheinlich um Titanoxid, welches vermutlich als Strahlgut für die Aufrauung der Oberfläche eingesetzt wurde. Solche Partikel lassen sich an der Oberfläche von Probe 1 an mehreren Stellen nachweisen.

Untersuchung der Oberflächenchemie—XPS

Im Gegensatz zur EDX untersucht die Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (XPS) nur die chemische Zusammensetzung der obersten 5-10 nm der Probenoberfläche und ist damit deutlich oberflächenempfindlicher. Dadurch ist das Verfahren z.B. geeignet um native Oxidschichten auf Metalloberflächen zu untersuchen.

Untersucht werden damit die Schichten welche in direkte Interaktion mit der Umwelt des Implantates treten. Die folgende Tabelle zeigt die Elementzusammensetzung der Implantatoberflächen in Atom%:

	Ti	O	C	N	Ca
Probe 1	29.5	46.7	22.3	0.9	
Probe 2	21.2	39.3	38.6	0.9	
Probe 3	25.9	44.0	29.1	0.7	0.3
Probe 4	27.8	43.3	27.0	1.8	

- Die Belegung mit Kohlenstoffverbindungen liegt bei den Proben im Bereich zwischen 20 und 30At%. Nur Probe 2 weist mit rund 39% eine deutlich höhere Belegung auf.
- Die Proben weisen zusätzlich eine geringe Belegung mit einer stickstoffhaltigen Komponente auf. Es handelt sich dabei um organisch gebundenen Stickstoff (z.B. C-N wie in Aminen oder Amiden). Die Stickstoffverbindung ist an der Oberfläche immobilisiert: Am Beispiel von Probe 2 konnte gezeigt werden (Daten hier nicht gezeigt), dass der Stickstoff auf der Titanoxidoberfläche liegt und mit Wasser als Lösungsmittel nicht ohne weiteres entfernbar ist.
- Probe 1 weist zusätzlich eine Belegung mit einer fluorhaltigen Komponente auf. Auf Grundlage der vorliegenden Daten gehen wir davon aus, dass das Fluor an die Titanoberfläche gebunden vorliegt (\rightarrow TiF_4) und von einer speziellen Oberflächenbehandlung stammt.

Die Oberflächen der Implantate sind mit einer Titan-Oxidschicht belegt. Unter der Oxidschicht befindet sich metallisches Titan. Die Konzentration des an der Oberfläche mit XPS in metallischer Form nachweisbaren Titans kann als Maß für die Dicke der Oxidschicht interpretiert werden. Das Signal ist dabei umgekehrt proportional zur Dicke der Oxidschicht, d.h. je mehr $Ti(0)$ nachweisbar ist, desto dünner ist die Oxidschicht. Die relative Konzentration der Titan-Oxidationszustände 0, 3 und 4 ergibt sich aus den Messungen wie folgt (in At%):

	Ti (0)	Ti (III)	Ti (IV)
Probe 1	2.2	4.0	93.8
Probe 2	1.3	0.5	98.2
Probe 3	2.8	3.7	93.5
Probe 4	5.1	4.3	93.0

Probe 2 weist somit die stärkste, Probe 4 die geringste Oxidbelegung auf. Die Oxidschichtdicke liegt dabei in allen Fällen im Bereich weniger Nanometer.