

Untersuchung der Schichthaftung bioaktiver Schichten auf Titansubstrat¹⁷

Dipl.-Ing. Anas Ben Achour

1 Ausgangssituation und wissenschaftliche Fragestellung

Das Ziel des Gesamtprojektes ist die Entwicklung einer neuartigen Multifunktionsschraube, die eine neue und für den Patienten schonendere Operationsmethodik bei der Frakturversorgung im Bereich des Unterkiefers und speziell des Unterkiefergelenkfortsatzes ermöglicht.

Im Zuge des Projektes ist eine Beschichtung der entwickelten Schrauben für ein verbessertes Einschraubverhalten vorgesehen. Mithilfe von Beschichtungsmaterialien können nicht nur mechanische Eigenschaften wie Härte oder Korrosionswiderstand erhöht [1], sondern auch spezifische biologische Eigenschaften wie Adhäsionsfähigkeit verbessert werden [2]. Im Fall von Verschraubungen führen verbesserte tribologische Eigenschaften [3] der Beschichtung zu leichtgängigeren Prozessen. Dabei werden günstige mechanische Eigenschaften des Grundmaterials mit erwünschten tribologischen und biologischen Eigenschaften der Beschichtung kombiniert. Häufig werden Beschichtungen von Implantaten zudem eingesetzt, um die Freisetzung von giftigen Ionen zu unterdrücken [4] oder gezielt Wirkstoffe über einen bestimmten Zeitraum freizusetzen [5], [6]. Bevor beschichtete Implantate im Körper verwendet werden dürfen, müssen die Beschichtungen auf ihr Langzeitverhalten und das Risiko der Delamination geprüft werden [7]. Durch die große Vielfalt an spanenden Verfahren zur Fertigung von Gewinden bzw. Prozessen zur Endbearbeitung werden verschiedenste Oberflächenqualitäten und Topografien erzeugt. In dieser Studie wurde der Zusammenhang zwischen dem Fertigungsverfahren und der Schichthaftung von biologisch aktiven Beschichtungsmaterialien untersucht.

2 Versuchsbedingungen

Für die Untersuchung der Schichthaftung wurden plattenförmige Probenkörper ($s = 3\text{mm}$) aus einem Blockmaterial $120 \times 50 \times 50\text{mm}$ der Titanlegierung Ti6Al4V mittels einer Drahterosionsbearbeitung geschnitten. Die durch Drahterosion erzeugte Oberfläche wurde als Ausgangszustand der weiteren Untersuchungen definiert.

Im Anschluss wurden die Proben mit folgenden Verfahren vorbereitet:

- Stirnfräsen
- Seiten-Längs-Planschleifen
- Bürsten
- Strahlen mit Aluminiumoxid.

Zur Probenvorbereitung wurden die in Tab. 1 aufgeführten Werkzeuge und Parameter genutzt. Die Bearbeitung erfolgte generell ohne Kühlschmierstoff und

¹⁷Das Projekt wird über die AiF Projekt GmbH im Rahmen der Fördermaßnahme „ZIM – Zentrales Innovationsprogramm Mittelstand“ als Kooperationsprojekt vom „Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie“ (BMWi) gefördert.

wurde unter Laborbedingungen durchgeführt. Für die spätere Analytik wurden die jeweiligen Bearbeitungsabschnitte eines Probenkörpers zusätzlich in vier gleich große Partitionen unterteilt.

Tab. 1 Technische Parameter der mechanischen Bearbeitungen [8]

	Fräsen	Schleifen	Bürsten*	Strahlen
Werkzeugbeschreibung	Stirnumfangsfräser	Schleiftopf	Drahtbürste mit gebundenem Korn	Loses Korn
Material/ Beschichtung	VHM / TiAlN	SiC	SiC	Al ₂ O ₃
Durchmesser in mm (Korngröße in mm)	8	17	15	1 - 1,4
Max. Schnittgeschwindigkeit v_c in m/min	60	320	283	-
Drehzahl n in /min	2387	6000	6000	-
Vorschubgeschwindigkeit v_f in mm/min	380	750	100	-
Schnitttiefe a_p in mm	0,5	0,05	0,5	-
Zähnezahl z	4	-	-	-
Strahldruck in bar	-	-	-	7

*20-fach mit konstanten Parametern wiederholt

Im Anschluss an die spanende Vorbereitung wurden die Oberflächen mittels Tastschnittverfahren und Mikroskopie charakterisiert. Die Rauheitsmessung wurde DIN konform an einem Oberflächen-Messsystem T8000 (Fa. Hommelwerke, Deutschland) mit Taster durchgeführt. Die Mikroskopie erfolgte mit Hilfe eines Lichtmikroskop Leica EZ4 D (Fa. Leica, Deutschland) und eines Rasterelektronenmikroskops XL 30 ESEM (Fa. Philips, Niederlande) mit integrierter EDX-Analyseeinheit (Fa. EDAX, USA).

Die Probenkörper wurden durch den Kooperationspartner EC Europ Coating GmbH beschichtet. Aufgetragen wurden aufgrund der guten Biokompatibilität und Beschichtbarkeit die Beschichtungswerkstoffe DLC- und ZrN mit einer geplanten Schichtstärke von 2±0,5µm. Im Anschluss an die Beschichtung wurde mittels Kalottenschliffverfahren und Härteprüfverfahren nach Rockwell die Qualität und Schichthaftung der aufgetragenen Schichten untersucht.

3 Ergebnisse

Die erzeugten Oberflächen zeigten unter dem Lichtmikroskop verfahrensspezifische Bearbeitungsmuster. Die sich kreuzende periodische Wellenstruktur ließ sich auf der durch das Fräsen erzeugten Oberfläche deutlich und der mit einem Topfschleifwerkzeug (ohne Werkzeuganstellung) erzeugten Oberfläche überwiegend erkennen. Im Lichtmikroskop ist der Materialabtrag durch das Bürsten minimal sichtbar. Entfernt wurden Rauheitsspitzen und das Grundmaterial gereinigt. Der gestrahlte Bereich zeigte eine matte Oberfläche mit im Lichtmikroskop erkennbaren Strahlgutresten in der Werkstückoberfläche. Die gemessene gemittelte Rautiefe ist in Abb. 1 dargestellt. Während Fräsen und Strahlen mit dem erodierten Ausgangszustand (~31µm) vergleichbare gemittelte Rautiefen R_z erzeugten, konnte die gemittelte Rautiefe R_z durch Bürsten (~17µm) und Schleifen (~5µm) deutlich reduziert werden.

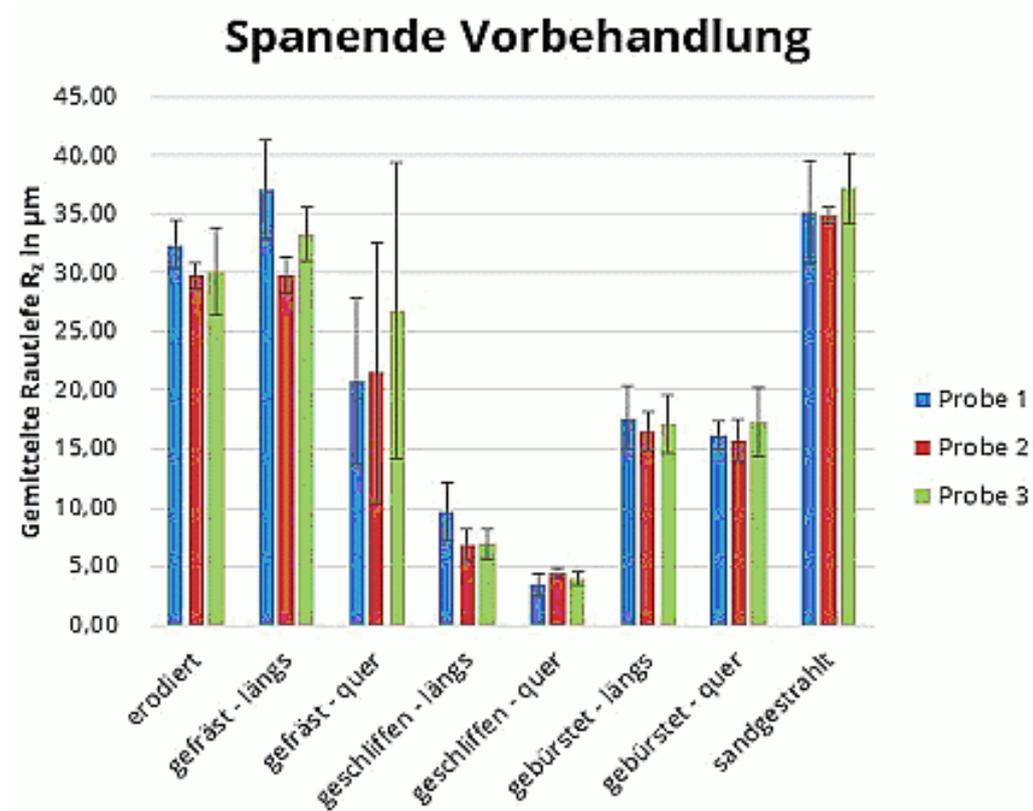


Abb. 1: Ergebnisse der Rauheitsmessung aller bearbeiteter Proben [8],
 längs – Verfahrenweg beim Tastschnitt in Vorschubrichtung
 quer – Verfahrenweg beim Tastschnitt 90° gedreht zur Vorschubrichtung

Die beschichteten Proben wurden auf ihre Schichtdicken überprüft. Die tatsächliche Dicke der DLC Schicht ist 1,97µm, während die tatsächliche Schichtstärke beim ZrN 2,3µm beträgt.

Zur Untersuchung der Schichthaftung wurden Härteprüfverfahren nach Rockwell angewendet und mikroskopisch auf Risse und Ausplatzungen, wie in Abb. 2 dargestellt, untersucht.

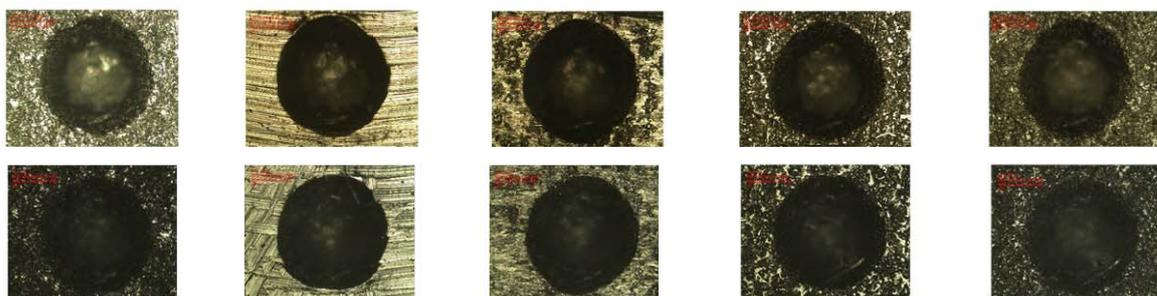


Abb. 2: Mikroskopieaufnahmen zur Klassifizierung der Schichthaftung durch Härteprüfverfahren nach Rockwell [8], obere Reihe ZrN beschichtet, untere Reihe DLC beschichtet

In den mikroskopischen Untersuchungen konnten keine Unterschiede in der Schichthaftung nachgewiesen werden. Alle Prüfstellen zeigten unabhängig vom Bearbeitungsverfahren einen schadensfreien Eindruck und konnten somit der Schichthaftungsklasse 1 zugeordnet werden. Die zeitgleich gemessene Härte aller Messstellen war mit einander vergleichbar.

4 Zusammenfassung

Die Ergebnisse zeigten, dass mit den verwendeten Prüfverfahren keine signifikanten Einflüsse des Bearbeitungsverfahrens oder der Oberflächenrauheit auf die Schichthaftung von bioaktiven Schichten nachgewiesen werden konnte. Zukünftige Arbeiten fokussieren sich daher auf eine exaktere Prüfung der Schichthaftung zur Identifizierung der Einflüsse und deren Wechselwirkungen. Ziel ist es die formgebenden Endbearbeitungen zu optimieren um eine versagensfreie Schichthaftung gewährleisten zu können.

Literatur

- [1] A. Erdemir, O. L. Eryilmaz, and S. H. Kim, "Effect of tribochemistry on lubricity of DLC films in hydrogen," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 257, pp. 241–246, 2014.
- [2] Q. Wei, K. Achazi, H. Liebe, A. Schulz, P. M. Noeske, and I. Grunwald, "Muschel-inspirierte dendritische Polymere als universelle multifunktionale Beschichtungen," pp. 11834–11840, 2014.
- [3] W. Tillmann, D. Stangier, L. Hagen, D. Biermann, and P. Kersting, "Tribologische Untersuchung bionischer und mikrostrukturierter Funktionsflächen Tribological investigation of bionic and micro-structured functional surfaces," no. 11, pp. 1096–1104, 2015.
- [4] J. Choi *et al.*, "Calcium phosphate coating of nickel–titanium shape-memory alloys. Coating procedure and adherence of leukocytes and platelets," *Biomaterials*, vol. 24, no. 21, pp. 3689–3696, Sep. 2003.
- [5] D. Bociaga *et al.*, "Silver-doped nanocomposite carbon coatings (Ag-DLC) for biomedical applications - Physicochemical and biological evaluation," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 355, pp. 388–397, 2015.
- [6] R. Kumar and H. Münstedt, "Silver ion release from antimicrobial polyamide/silver composites," *Biomaterials*, vol. 26, no. 14, pp. 2081–2088, May 2005.
- [7] G. Taeger, L. E. Podleska, B. Schmidt, M. Ziegler, and D. Nast-Kolb, "Comparison of Diamond-Like-Carbon and Alumina-Oxide articulating with Polyethylene in Total Hip Arthroplasty," *Materwiss. Werksttech.*, vol. 34, no. 12, pp. 1094–1100, 2003.
- [8] R. Wang, "Experimentelle Untersuchung der Haftung biologisch aktiver Schichten auf mikrostrukturierten Oberflächen von Implantatmaterialien," Studienarbeit, TU Dresden, 2018.