

Aus der Universitätsklinik für
Thorax-, Herz- und Gefäßchirurgie Tübingen
Sektion: Medizinische Werkstoffkunde und Technologie

**Charakterisierung von Anatas-Beschichtungen auf
implantatanalogen, mikrostrukturierten Titan-
oberflächen mittels rasterelektronenmikroskopischer
Rauigkeitsanalyse**

**Inaugural-Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Zahnheilkunde**

**der Medizinischen Fakultät
der Eberhard Karls Universität
zu Tübingen**

vorgelegt von

Thoma, Michael

2016

Dekan: Professor Dr. med. I. B. Autenrieth

1. Berichterstatter: Professor Dr. J. Geis-Gerstorfer
2. Berichterstatter: Professor Dr. M. Schaller

Tag der Disputation: 28.11.2016

Principium sapientiae timor Domini

Meinen Eltern und beiden Schwestern gewidmet

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Implantate in der Zahnmedizin	1
1.2	Die Bedeutung der Mikrorauigkeit für die Osseointegration	3
1.3	Nanostrukturen auf Implantatoberflächen	5
1.4	Anatas und seine technische und biomedizinische Anwendung	7
1.5	Rauigkeitsbestimmung dentaler Implantatoberflächen	9
1.5.1	Rauigkeitsparameter	9
1.5.2	Filter	12
1.6	Ziele der Arbeit	14
1.6.1	Festlegung der Untersuchungsvariablen	16
2	Material und Methoden	18
2.1	Materialprüfkörper	18
2.1.1	Mikrostrukturierte Titanplättchen	18
2.1.2	Anatas-Beschichtung	19
2.2	Analysierte Rauigkeitsparameter	19
2.2.1	Höhenparameter	20
2.2.2	Abstandsparameter	24
2.2.3	Hybridparameter	26
2.2.4	Funktionsbezogene Parameter	28
2.3	Angewandte Methode zur Rauigkeitsbestimmung	31
2.3.1	Vorbehandlung der Titanplättchen vor Untersuchung im s-REM	32
2.3.2	Aufnahmen mit s-REM	33
2.3.3	Auswertung mit Auswertungssoftware MeX	34

2.4	Untersuchung.....	35
2.4.1	Qualitativer Vergleich zwischen Anatas-beschichteten und anatasfreien Oberflächen.....	35
2.4.2	Quantitativer Vergleich zwischen Anatas-beschichteten und anatasfreien Oberflächen.....	36
2.5	Statistik.....	37
3	Ergebnisse	39
3.1	Qualitativer Vergleich zwischen Anatas-beschichteten und anatasfreien Oberflächen.....	39
3.1.1	Vergleich: SLA-Oberfläche <i>ohne</i> und <i>mit</i> Anatas	39
3.1.2	Bildvergleich: SL-Oberfläche <i>ohne</i> und <i>mit</i> Anatas	42
3.1.3	Bildvergleich: A-Oberflächen <i>ohne</i> und <i>mit</i> Anatas	45
3.1.4	Zusammenfassung der qualitativen Resultate.....	48
3.2	Quantitativer Vergleich zwischen Anatas-beschichteten und anatasfreien Oberflächen.....	49
3.2.1	Parametervergleich: SLA <i>ohne</i> und <i>mit</i> Anatas	49
3.2.2	Parametervergleich: SL <i>mit</i> und <i>ohne</i> Anatas	55
3.2.3	Parametervergleich: A <i>mit</i> und <i>ohne</i> Anatas	59
4	Diskussion.....	79
4.1	Kann nanokristalliner Anatas qualitativ erfasst werden?	79
4.2	Kann nanokristalliner Anatas quantitativ erfasst werden?	85
4.3	Einordnung der Topografie von Anatas als Beschichtungsmaterial hinsichtlich Osseointegration	88
4.4	Schlussfolgerungen	98
5	Zusammenfassung	100

6	Anhang.....	102
6.1	Box- und Whisker-Plots aller Rauigkeitsparameter der SLA-Oberflächen	102
6.2	Box- und Whisker-Plots aller Rauigkeitsparameter der SL-Oberflächen.....	111
6.3	Box- und Whisker-Plots aller Rauigkeitsparameter der A-Oberflächen.....	120
7	Literaturverzeichnis.....	129

Tabellenverzeichnis

Tab. 1: Verwendete Oberflächenparameter nach Hauptgruppen gelistet	20
Tab. 2: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SLA-Oberflächen für Versuchsreihe I	62
Tab. 3: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SLA-Oberflächen für Versuchsreihe II	63
Tab. 4: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SLA-Oberflächen für Versuchsreihe III	64
Tab. 5: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SLA-Oberflächen für Versuchsreihe IV	65
Tab. 6: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SL-Oberflächen für Versuchsreihe I	66
Tab. 7: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SL-Oberflächen für Versuchsreihe II	67
Tab. 8: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SL-Oberflächen für Versuchsreihe III	68
Tab. 9: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SL-Oberflächen für Versuchsreihe IV	69
Tab. 10: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von A-Oberflächen für Versuchsreihe I	70
Tab. 11: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von A-Oberflächen für Versuchsreihe II	71
Tab. 12: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von A-Oberflächen für Versuchsreihe III	72
Tab. 13: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von A-Oberflächen für Versuchsreihe IV	73
Tab. 14: Übersicht über alle statistisch signifikanten Mittelwertunterschiede zwischen Anatas-beschichteten und anatasfreien Oberflächen.....	74

Tab. 15: Einfluss der Größenänderung von Filter oder Vergrößerung auf die Anzahl der Mittelwert-Signifikanzen	74
Tab. 16: Parameter, die sich ausgehend von VR I bei kleinerem Filter und höherer Aufnahmevergrößerung verändern	75
Tab. 17: Veränderungen von Parameterwerten nach An-Beschichtung in tabellarischer Übersicht.....	77
Tab. 18: Vergleich von Rauigkeitsdaten zwischen Anatas- und anatasfreien Oberflächen aus anderen Studien.....	96
Tab. 19: Sci-Werte für jede Oberflächenmodifikation dieser Studie.....	97

Abbildungsverzeichnis

Abb. 1: Unterschiedliche Oberflächenprofile mit demselben Höhenrauwert R_x	10
Abb. 2: Oberflächentopografie mit Form, Welligkeit und Rauigkeit	12
Abb. 3: Filterkette bei der Rauigkeitsmessung im Profilschnitt (2D-Messung)..	13
Abb. 4: Filterkette bei der flächenhaften Rauigkeitsmessung (3D-Messung) ...	14
Abb. 5: Formel von R_q (2D) und S_q (3D)	20
Abb. 6: Grafische Darstellung von R_a	21
Abb. 7: AVF als Gaussverteilungskurve mit entsprechendem Oberflächenprofil	22
Abb. 8: Die Schiefe der AVF als R_{sk} mit dem dazugehörigen Höhenprofil.....	23
Abb. 9: Kurtosis R_{ku} (2D-Oberflächenparameter) im Höhenprofil.	24
Abb. 10: Oberfläche und ihre entsprechende grafische Autokorrelation.....	25
Abb. 11: Das Hauptmaximum einer Autokorrelation in 2D.....	26
Abb. 12: Skizzenhafte Darstellung der wahren Profillänge	27
Abb. 13: Materialanteilskurve (Abbott-Kurve) und ihre davon abgeleiteten Parameter.....	29
Abb. 14: Materialanteilskurve mit Parametern für das leere und das mit Material gefüllte Volumen.....	30
Abb. 15: Photogrammetrisches Verfahren zur Rauigkeitsberechnung	31
Abb. 16: Titanplättchen der 3 untersuchten Oberflächen (SLA, SL, A) mit und ohne Anatas	32
Abb. 17: Versuchsreihen (VR) I bis IV mit ihren Messbedingungen	37
Abb. 18: Skizzenhafte Beschreibung zur Durchführung des qualitativen Vergleichs.....	37
Abb. 19: Darstellung eines Box- and Whiskers Plots mit Tukey-Kramer HSD- post hoc Test.....	38

Abb. 20: REM-Aufnahme einer SLA-Oberfläche ohne Anatas bei 650x	39
Abb. 21: REM-Aufnahme einer SLA-Oberfläche mit Anatas bei 650x	39
Abb. 22: REM-Aufnahme einer SLA-Oberfläche ohne Anatas bei 3000x	40
Abb. 23: REM-Aufnahme einer SLA-Oberfläche mit Anatas bei 3000x	40
Abb. 24: REM-Aufnahme einer SLA-Oberfläche ohne Anatas bei 5000x	41
Abb. 25: REM-Aufnahme einer SLA-Oberfläche mit Anatas bei 5000x	41
Abb. 26: REM-Aufnahme einer SL-Oberfläche ohne Anatas bei 650x	42
Abb. 27: REM-Aufnahme einer SL-Oberfläche mit Anatas bei 650x.....	42
Abb. 28: REM-Aufnahme einer SL-Oberfläche ohne Anatas bei 3000x	43
Abb. 29: REM-Aufnahme einer SL-Oberfläche mit Anatas bei 3000x.....	43
Abb. 30: REM-Aufnahme einer SL-Oberfläche ohne Anatas bei 5000x	44
Abb. 31: REM-Aufnahme einer SL-Oberfläche mit Anatas bei 5000x.....	44
Abb. 32: REM-Aufnahme einer A-Oberfläche ohne Anatas bei 650x	45
Abb. 33: REM-Aufnahme einer A-Oberfläche mit Anatas bei 650x.....	45
Abb. 34: REM-Aufnahme einer A-Oberfläche ohne Anatas bei 3000x	46
Abb. 35: REM-Aufnahme einer A-Oberfläche mit Anatas bei 3000x.....	46
Abb. 36: REM-Aufnahme einer A-Oberfläche ohne Anatas bei 5000x	47
Abb. 37: REM-Aufnahme einer A-Oberfläche mit Anatas bei 5000x.....	47
Abb. 38: REM-Aufnahme einer gesputterten Anatas-Beschichtung auf polierter Titanoberfläche bei 20 000x Vergrößerung	84
Abb. 39: REM-Aufnahme einer gesputterten Anatas-Beschichtung auf geätzter Titanoberfläche bei 10 000x Vergrößerung	84

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzungen	Erklärungen
A	„acid-etched“ = geätzte Oberflächenmodifikation
Abb.	Abbildung
AFM	„Atomic Force Microscopy“ = Rasterkraftmikroskop
AKF	Auto-Korrelations-Funktion
An	Anatas
Au-Pd	Gold-Palladium (Legierung)
AVF	Amplituden-Verteilungs-Funktion
BMGF	Bone Morphogenetic Growth Factor
cpTi	„commercial pure Titanium“ = technisch reines Titan
DGZMK	Deutsche Gesellschaft für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde
DIN	Deutsches Institut für Normung
DOM	Digitales Oberflächenmodell
EN	Europäische Norm
etc.	und so weiter
FEM	Feldelektronenmikroskop
HA	Hydroxylapatit
IQR	„Interquartile range“ = Interquartilabstand
ISO	International Standard Organisation
k.A.	keine Angaben
KB	Kernbereich
KI	Konfidenzintervall

Abkürzungsverzeichnis

MW	Mittelwert
o.g.	oben genannt
P-Profil	Primärprofil
PEEK	Polyether-Ether-Keton
R-Profil	Rauigkeitsprofil
REM	Rasterelektronenmikroskop
s-REM	Stereo-Rasterelektronenmikroskop
Sa	arithmetischer Mittelwert der Höhenabweichungen (Höhenparameter)
Sal	Autokorrelationslänge (Abstandsparameter)
Sci	funktionaler Index, der das Vermögen zur Flüssigkeitsretention im Kernbereich einer Oberfläche beschreibt (Funktionsparameter)
SD	Standarddeviation = Standardabweichung
Sdq	Mittlere quadratische Steigung der Oberfläche (Hybridparameter)
Sdr	Relativer Zuwachs der Oberfläche (Hybridparameter)
Sk	Kernrautiefe, max. Höhenabstand im Kernbereich (Funktionsparameter)
Sku	Kurtosis = Maßzahl für die Spitzigkeit der AVF (Höhenparameter)
SL	sandgestrahlte Oberflächenmodifikation
SLA	sandgestrahlt und geätzte Oberflächenmodifikation
Smr1	Prozentualer Materialanteil aller Spitzen (Funktionsparameter)

Abkürzungsverzeichnis

Smr2	Prozentualer Materialanteil aller Täler (Funktionsparameter)
Spk	Mittlere Höhe aller Spitzen oberhalb des Kernbereichs (Funktionsparameter)
Sq	Mittelwert der quadrierten Abweichungen (Höhenparameter)
Ssk	Skewness = Maß für die Neigungstendenz der AVF (Höhenparameter)
Str	Textur-Aspekt-Verhältnis (Abstandsparameter)
Svk	Mittlere Höhe aller Spitzen unterhalb des Kernbereichs (Funktionsparameter)
Tab.	Tabelle
TiO ₂	Titandioxid
u.a.	unter anderem
Vmc	Kernmaterialvolumen (Funktionsparameter)
Vmp	Spitzenmaterialvolumen (Funktionsparameter)
VR	Versuchsreihe
Vvc	Leeres Volumen des Kerns (Funktionsparameter)
Vvc/Vmc	Verhältnis von Leer- zu Materialvolumen im Kern (Funktionsparameter)
Vvv	Leeres Volumen der Täler (Funktionsparameter)
W-Profil	Welligkeitsprofil
Λ	Grenzwellenlänge bzw. Filtergröße
650x; 3000x; 5000x	650-fache; 3000-fache; 5000-fache Vergrößerung

1 Einleitung

1.1 Implantate in der Zahnmedizin

Zahnimplantate besitzen heute aufgrund ihrer nahezu komplikationslosen Einheilung und der hohen klinischen Erfolgsquote von über 90% einen sehr hohen Stellenwert in der Zahnheilkunde [1]. Seit ihrer wissenschaftlichen Anerkennung durch die DGZMK im Jahre 1982 stellen Zahnimplantate einen überaus wichtigen Bestandteil im Behandlungsspektrum der Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde dar und sind aus dem Alltag der modernen Zahnarztpraxis nicht mehr wegzudenken. Ständig steigende Zahlen von eingesetzten dentalen Implantaten innerhalb der letzten 30 Jahre belegen ihre Relevanz und Akzeptanz. So werden heute etwa eine Millionen Zahnimplantate pro Jahr weltweit eingesetzt, Tendenz steigend [2]. Dies hat auch seinen Grund: Durch ihre Funktion als Einzelzahnersatz wie aber auch als Pfeiler für verankerte Voll-/Teilprothesen, als Epithesen oder in der Kieferorthopädie haben sich mit Implantaten die Therapiemöglichkeiten für den Patienten stark erweitert [3]. So können heute höchste funktionelle wie auch ästhetische Behandlungsergebnisse erzielt werden, die in der Zeit vor den modernen, enossalen Implantaten in dieser Form nicht möglich waren.

Richtungsweisend für die Durchsetzung enossaler Implantate war hierbei die im Jahre 1969 von Brånemark et al. veröffentlichte Studie zur Osseointegration von Titanimplantaten [4]. Brånemark et al. erkannten bei solchen Implantaten ihre sehr gute Fähigkeit sich mit dem Knochen zu „verbinden“. Sie prägten in diesem Zusammenhang den Begriff „Osseointegration“ und beschrieben sie als eine auf histologischer Ebene sichtbare, funktionelle und strukturelle Direktverbindung zwischen lebendem Knochengewebe und Implantat ohne dazwischenliegendem Kontakt von anderem Gewebe. Charakteristisch für das Brånemark-Implantat waren das zahnwurzelähnliche Design und die maschinell (wie auf der Drehbank) erzeugte Oberfläche aus kommerziell reinem Titan (cpTi). Neben diesen materialspezifischen Merkmalen gehören aber zum Konzept einer funktionierenden Osseointegration nach Brånemark zudem klinische Besonderheiten wie eine vorsichtig inserierende Chirurgietechnik, eine lange Einheilzeit und eine angemess-

sene Belastungsverteilung auf den Implantaten [5, 6]. Aufgrund der wissenschaftlich lückenlos dokumentierten und klinisch erprobten Datenlage von Brånemark-Implantaten galt Titan für eine lange Zeit als der Goldstandard für Implantate in Wissenschaft und Praxis, obwohl im Laufe der Zeit auch Studien zeigten, dass neben Titan genauso andere Biomaterialien ausreichende Knochen-Implantat-Verbindungen erreichen können und damit zur Osseointegration taugen wie beispielsweise andere Metalle (Tantalum, Niobium) [7, 8], poly- oder monokristallines Aluminiumoxid [9], bioaktive Gläser [10] oder Hydroxylapatit [11]. Dass dennoch Titan bis heute als das Biomaterial der Wahl in der oralen Implantologie gilt, ist neben seiner biokompatiblen Eigenschaft vor allem seiner ausreichenden mechanischen Festigkeit bei Druck- und Biegebelastung zuzuschreiben. Beinahe alle dentalen Implantate sind aus kommerziell reinem Titan (cpTi), welches in vier Grade eingeteilt wird. Der Anteil an Sauerstoff, Kohlenstoff und Eisen bestimmt dabei die Gradeinteilung und damit die Härte des Titans. Grad 4 cpTi ist von den Reintitan-Metallen damit das härteste [2, 12, 13]. Eher historisch gelten dagegen Implantate aus Aluminiumoxid-Keramik, die als Tübinger Sofortimplantate (Frialit-1) Mitte der 70-er Jahre alternativ zu den Brånemark-Titanimplantaten entwickelt und klinisch eingesetzt wurden. Diese haben sich im Laufe der Zeit nicht durchsetzen können, weil die relativ geringe Festigkeit des Werkstoffs (Aluminiumoxidkeramik) oft zu Implantatbrüchen führte. Allerdings konnte sich dieses Implantatsystem bis heute auf dem Markt halten, wenn auch als Weiterentwicklung aus Titan (Frialit-2). Die Grundlage dafür bildeten das Konzept und die lückenlos geführten klinischen Studien von mehr als dreißig Jahren [14].

Mit Aufkommen des starken Interesses von Oxidkeramiken in der Zahnmedizin sind mit Zirkonoxid seit kurzem auch Implantate aus hochfester Keramik auf dem Markt. Erste Studien sind vielversprechend, gerade in Hinblick auf Weichgewebs-Attachement. Allerdings liegen kaum Langzeitstudien über fünf bzw. zehn Jahre vor, sodass nach heutigem Stand keine eindeutigen Aussagen gegenüber den bewährten Titanimplantaten gemacht werden können [15].

Bezüglich Geschwindigkeit, Quantität und Qualität der Knochenformation während der Osseointegration nimmt die Beschaffenheit der Implantatoberfläche

eine besondere Stellung ein, weil sie schon in der frühen Phase der Osseointegration die biochemischen Vorgänge an der Grenzfläche von Material und Gewebe steuert. Die Oberflächenbeschaffenheit kann somit die Weichen für die biomechanische Stabilität stellen und somit den klinischen Langzeiterfolg eines Implantats mitbestimmen [2]. Eigenschaften der Grenzflächen eines Implantats wie Rauigkeit, Chemie oder Beschichtungsmaterial stehen gerade deshalb im Fokus der Forschung und Praxis. Es gibt zwei wichtige Forschungsansätze, das Grenzflächenverhalten zu Gunsten einer beschleunigten Osseointegration und verbesserten Knochenfixierung an Implantatoberflächen zu steuern:

Der erste Ansatz verfolgt eine biochemische Verbesserung der Verzahnung zwischen Material und Gewebe auf der Grenzfläche durch „Einverleibung“ gewebespezifischer Partikel im Knochen, die anorganischer oder organischer Natur sein können. Dazu werden Implantatoberflächen entweder mit bioaktiven, anorganischen Partikeln (Calciumphosphat oder Hydroxylapatit) oder (zusätzlich) mit organischen Partikeln (Peptide, Enzyme) beschichtet bzw. imprägniert.

Der zweite Ansatz verfolgt eine gezielte Veränderung der topografischen Oberflächenarchitektur durch chemische oder mechanische Modifikationsverfahren. Eine Vielzahl von Verfahren zur Bearbeitung der Oberfläche steht bei der chemischen bzw. mechanischen Oberflächenmodifikation zur Auswahl und jeder Hersteller hat sein eigenes, implantatspezifisches Bearbeitungskonzept entwickelt. Damit hat jedes Implantatsystem auch seine spezifische und individuelle Oberflächenstruktur, die es charakterisiert. Zu den gängigsten Aufrauungsverfahren kommerziell erhältlicher Implantate gehören das Plasma-Titan-Sprühen (z.B. Frialit-2, Dentsply), das Sandstrahlen (z.B. TiOblast, AstraTech), das Säure-Ätzen (z.B. Osseotite, Biomet/3i), das Sandstrahlen-Ätzen (z.B. SLA, Straumann) und das anodische Oxidieren (z.B. TiUnite, Nobel Biocare).

1.2 Die Bedeutung der Mikrorauigkeit für die Osseointegration

Oberflächenmerkmale sind im Allgemeinen in der Lage die Adhäsion von Proteinen (z.B. Fibrin aus dem Blut) zu beeinflussen und bestimmen durch Zelladhä-

sion die Initialphase während der Osseointegration [16–19]. Oberflächen von Implantaten werden so modifiziert, dass ihre erzielte Mikrostrukturierung positive Auswirkungen auf Schnelligkeit und Qualität der Osseointegration haben soll.

Die Begriffe Rauigkeit und Topografie, die beide Beschreibungsmerkmale einer Oberfläche darstellen, sind grundsätzlich auseinanderzuhalten, denn unterschiedlich oberflächenmodifizierte Implantate können zwar dieselbe Rauigkeit besitzen, sich aber in ihrer Oberflächentopografie sehr stark unterscheiden. Belegt durch einige Studien hat interessanterweise die Ausrichtung der Oberflächentopografie (isotrop/anisotrop) keinen Einfluss auf die Knochenbildung um das Implantat [20–23]. Für die Osseointegration ist die Mikrorauigkeit an sich entscheidend. Albrektsson zählte sie bereits Anfang der 80-er Jahre zu den sechs wichtigen Faktoren, die es für eine sichere knöcherne Integration eines Implantates zu berücksichtigen gilt [24]. Schon minimale Erhöhungen der Oberflächenrauigkeit im Mikrobereich zeigen bereits Wirkung auf die periimplantäre Knochenbildung. Viele Studien zeigten: Erhöhte Rauigkeiten bis zu einem bestimmten Mikrolevel korrelieren positiv mit der mechanischen Fixierung im Knochen wie auch mit dem Knochen-Implantat-Kontakt [14, 25–27].

Durch Anwendung bestimmter Modifikationsverfahren auf Implantatoberflächen werden bei den gängigsten Implantatsystemen gezielt Oberflächenrauigkeiten im kleineren Mikrobereich ($<10\ \mu\text{m}$) erzeugt. Wennerberg et al. teilen diese mikrostrukturierte Rauigkeit auf Implantatoberflächen anhand der Werte des viel verwendeten Rauigkeitsparameters S_a wie folgt ein [24, 28]:

- *glatt* bei S_a kleiner als $0,5\ \mu\text{m}$
- *minimal rau* bei S_a zwischen $0,5\ \mu\text{m}$ und $1\ \mu\text{m}$
- *moderat rau* bei S_a zwischen $1\ \mu\text{m}$ und $2\ \mu\text{m}$
- *rau* bei S_a größer als $2\ \mu\text{m}$

Dabei orientiert sich die vorgeschlagene Rauigkeitseinteilung an das Osseointegrationsverhalten von mikrostrukturierten Oberflächen. Die per definitionem moderat rauen ($S_a = 1 - 2\ \mu\text{m}$) Titanoberflächen provozieren eine stärkere Kno-

chenreaktion als jene andere Mikrorauigkeiten und erzielen dabei auch gute biomechanische Eigenschaften im Knochen. Hingegen sollen raue Oberflächen ($Sa > 2 \mu\text{m}$) die geringste periimplantäre Knochenreaktionen hervorrufen [14]. Den positiven Zusammenhang zwischen moderater Oberflächenrauigkeit und Knochenreaktion haben auch in-vitro Studien belegt. Auf zellulärer Ebene konnte eine deutlich höhere Osteoblasten-Proliferation auf moderat rauen Oberflächen nachgewiesen werden als auf Oberflächen mit anderer oder keiner Rauigkeit [29, 30]. Ebenso haben histomorphologische Untersuchungen osseointegrierter Implantate bestätigt, dass moderate Mikrorauigkeiten auf Implantaten den Knochenkontakt zur Titanoberfläche steigern und dabei den mechanischen Widerstand gegen Ausdrehversuche deutlich erhöhen können [14, 24, 28].

Neben dem Grad der Mikrorauigkeit soll auch der Grad der resultierenden Oberflächenvergrößerung Einfluss auf das Ergebnis der Osseointegration nehmen. Vorteilhaft für die Osseointegration ist hierbei ein Zuwachs der aufgerauten Oberfläche um etwa 50%. Die Kombination aus moderater Mikrorauigkeit ($Sa = 1 - 2 \mu\text{m}$) mit einer um die Hälfte vergrößerten Oberfläche (Rauigkeitsparameter $Sdr = 50\%$) haben somit, wie viele Tierexperimente zeigten, die stärksten Knochenantworten hervorgerufen [14, 31].

1.3 Nanostrukturen auf Implantatoberflächen

Trotz vieler gut dokumentierter Studien zu biologischem Verhalten von Mikrorauigkeiten bei Implantaten und den langjährigen positiven klinischen Ergebnissen hat sich das Interesse der Grenzflächenforschung von Biomaterialien in den letzten Jahren besonders auf Eigenschaften bzw. Rauigkeiten in Nanobereichen konzentriert. Als Nanomaterial werden Objekte definiert, die eine nanogroße Topografie oder Oberflächenkomponente mit Basisstrukturen von 1-100 nm haben [32]. Gemäß der aktuellen Empfehlung der EU-Kommission besitzen Nanomaterialien Partikel (in ungebundenem Zustand, als Aggregat oder als Agglomerat), von denen in der Anzahlgrößenverteilung mindestens 50% im Bereich unter 100 nm liegen [33].

Implantatoberflächen mit definierter Mikrorauigkeit und zusätzlicher Präsenz spezifischer Nanostrukturen zeigen, welchen verbesserten klinischen Nutzen Nanooberflächen mit sich bringen können [34]. Spezifische Nanostrukturen auf Oberflächen sollen auf molekularer Ebene direkt wirken und die Interaktionen der Zellen zueinander verändern. Damit ist die Nanotopografie einer Implantatoberfläche schon in der initialen Phase der Osseointegration (makromolekulare Wechselwirkung, zelluläre Adhäsion, Proliferation und Differenzierung) beteiligt und kann diese lenken und beeinflussen [32, 35]. Im Allgemeinen ist der Grundgedanke der heutigen biomedizinischen Nanoforschung die Biomimetik: die strukturelle Angleichung eines Implantats an sein nanodimensioniertes, biologisches Umfeld (nanokristalline Knochenstrukturen), durch welche eine direkte Kommunikationsebene in einem Hybridsystem (Metall und Gewebe) hergestellt werden soll [36, 37]. Momentan werden hierzu in der biomedizinischen Forschung vor allem Nano-Oberflächenbeschichtungen für die klinische Praxis untersucht. Diese Nano-Implantatbeschichtungen können entweder nanokristalline Fremdpartikel wie Titandioxid (wie z.B. Anatas) bzw. bioaktive Gläser oder körpereigene, nanogroße Stoffe (wie z.B. Hydroxylapatit) bzw. Knochenwachstumsfaktoren (BMGF) sein. Vor Kurzem haben in Tierversuchen nanoskalierte HA-beschichtete Implantatoberflächen positive Ergebnisse erzielt: Im Vergleich zu ihren „konventionellen“ Implantatoberflächen ohne Nanobeschichtung wurde eine bessere periimplantäre Knochenqualität und - zumindest in den ersten Monaten der Osseointegration - ein schnellerer und besserer Knochen-Implantat-Kontakt (BIC) erzielt [38, 39].

Moderne Implantatoberflächen besitzen Nanostrukturen. Hier bieten viele Firmen auf Basis ihrer bewährten Implantatsysteme Implantate mit nanospezifischen Oberflächenmerkmale an. Interessanterweise können auch unbeschichtete Oberflächen von sich aus Nanostrukturen entwickeln wie im Fall der SLActive Oberfläche der Straumann Implantate. Im Vergleich zu ihren Implantat-Vorgängern ohne Nanoeigenschaften (SLA-Oberfläche) entstehen Nanostrukturen bei SLActive Oberflächen u.a. durch Aufbewahrung in wässriger Lösung [34, 40]. Gemeinsam ist diesen Implantaten aber, dass sie eine stärkere Knochenbildung

hervorrufen als ihre entsprechenden Vorgänger ohne spezifische Nanostrukturen, weil sie vermutlich noch stärker die Differenzierung von Osteoblasten fördern [14, 32]. Bei einer Änderung im Herstellungsprozess von Implantatoberflächen zur Erzeugung von spezifischen Nanostrukturen kann allerdings neben einer gezielten Veränderung der Nanorauigkeit von Oberflächen auch eine zeitgleiche (ungewollte) Veränderung ihrer Mikrorauigkeit und/oder Oberflächenchemie eintreffen [13, 14, 28]. Worauf also die besseren Resultate hinsichtlich einer verbesserten biologischen Knochenreaktion (Osseointegration) bei Implantaten mit nanospezifischer Oberfläche zurückzuführen sind, ob sie auf die Nanotopografie oder auf eine damit verbundene veränderte Mikrotopografie oder gar auf beides zurückzuführen sind, kann nach heutigem Stand noch nicht eindeutig gesagt werden.

1.4 Anatas und seine technische und biomedizinische Anwendung

Anatas gehört zu den Titanoxidmineralien, von denen fünf Modifikationen in der Natur vorkommen. Anatas geht eine tetragonale Kristallkonfiguration ein und ist aufgrund seiner thermodynamischen Stabilität die zweithäufigste natürlich vorkommende Modifikation von Titandioxid [41].

Nicht so sehr das Mineral, sondern vielmehr die biophysikalischen Eigenschaften von Titandioxid machen diese Verbindung wissenschaftlich sehr interessant. Es ist seine photokatalytische Wirkung und ihre daraus technisch nutzbare Umsetzung, die Titandioxid eine breite Anwendung als bioaktives Beschichtungsmaterial auf Oberflächen finden lassen: Titandioxid hat die Fähigkeit unter UV-Licht organisches Material zu zersetzen.

Beobachtet wurde die Photokatalyse zuerst bei der lichtinduzierten Zersetzung von Wasser auf Titandioxidoberflächen [42, 43]. Die durch Photokatalyse erzeugte Zerlegung organischen Materials wird heutzutage schon auf Oberflächen von Biomaterialien erprobt. Im Bereich der erneuerbaren Energien besteht der Wasserstoffspaltende Katalysator aus Anatas. In Japan sind zum z.B. Oberflächen vieler Straßen, Tunnelwände oder Lampen mit einer photokatalytisch wir-

kenden Titandioxidbeschichtung versehen, um Luftverunreinigungen entgegenzuwirken [44]. Titandioxidbeschichtungen von Oberflächen zeigen aber auch nach Belichtung verbesserte Benetzungseigenschaften von Flüssigkeiten, so dass sich ihre praktische Anwendung ebenso als Antibeschlagoberflächen oder selbstreinigende Schichten im praktischen Alltag wiederfinden [43, 45].

Auch in der Medizintechnik könnte Titandioxid durch seine Fähigkeit zur Photokatalyse nach UV-Belichtung berechnigte Anwendung finden. Denn die Photokatalyse ist imstande, organische Stoffe (z.B. Proteinfilm) auf Oberflächen zu zersetzen oder die Grenzflächenchemie von Biomaterialien zugunsten einer verbesserten Benetzbarkeit zu verändern. Somit kann Titandioxid auf Oberflächen von Biomaterialien bakterizid wirken und ihre Fluidbenetzung verbessern.

Die Idee, Anatas-Beschichtungen als sogenannte selbst-sterilisierende Oberflächen auf medizinischen oder medizintechnischen Gegenständen (OP-Säle, Instrumente) aufzubringen, wird bereits schon als Alternative zu den herkömmlichen bioziden Mitteln verfolgt. Auch als Partikel auf Oberflächen von dentalen Prothesenkunststoffen könnte Anatas mit seiner UV-Photokatalyse von großem klinischem Interesse sein. In einer aktuellen Studie konnte die antimykotische Wirkung bei dem im Mund vorkommenden Hefepilz *Candida albicans*, der unter geeigneten Umständen pathologisch wird, aufgezeigt werden [46]. Antimykotische und bakterizide Prothesenkunststoffe würden die Hygiene und Prävention von Erkrankungen im Mund älterer Patienten mit eingeschränkter Mund- und Prothesenpflege erleichtern und verbessern.

Beschichtet man moderne dentale Implantate mit Anatas, könnten beide medizinisch relevanten Aspekte (bakterizide Wirkung sowie die verbesserte Benetzbarkeit der Oberfläche) dazu beitragen, die Osseointegration zu fördern und dabei auch die Inzidenz von Periimplantitis gering halten, welche als eine der häufigsten Gründe für Misserfolge nach Implantation gilt [42, 47, 48].

Hinsichtlich dem knochenbildenden Verhalten zeigen Anatas-Beschichtungen in sehr vielen in-vivo Studien schon vielversprechende Resultate. Beispielsweise kam eine histomorphologische Untersuchung von 2007 in Kaninchenknochen zu

dem Ergebnis, dass auf Titanoberflächen mit nicht-aktivierter Anatas-Beschichtung klarere und reifere Knochenstrukturen zu sehen waren als auf Titanoberflächen ohne Anatas [49]. Selbst auf einer bioinerten, schlecht knochenbindenden Oberfläche wie PEEK (Polyether-Ether-Keton), das als orthopädisches Implantatmaterial weit verbreitet ist, soll die Anwesenheit einer Anatas-Beschichtung die Osseointegrationsfähigkeit deutlich verbessern [50, 51].

Weitere Forschungen werden zeigen, inwieweit Anatas mit seinem potentiell klinischen und therapeutischen Nutzen in der Zahnmedizin als Beschichtungsmaterial für kommerziell erhältliche Titanimplantate taugt. Dafür bedarf es weiterer experimenteller Studien.

1.5 Rauigkeitsbestimmung dentaler Implantatoberflächen

Rauigkeiten auf Oberflächen werden durch Parameter quantitativ beschrieben. Ein Parameter kann allerdings für denselben Oberflächenausschnitt unterschiedliche Werte zeigen, da er von Faktoren wie Messtechnik, Auflösung der Messtechnik oder Größe des Rauigkeitsfilter abhängt [28, 52].

1.5.1 Rauigkeitsparameter

Weit über 150 Parameter zur Beschreibung von Oberflächen sind bekannt, von denen aber die allermeisten in der dentalen Topografieanalyse keine Anwendung finden [28]. Heute kommen sowohl zwei- als auch dreidimensionale Parameter zur Anwendung, je nachdem ob eine Strecke (2D) oder eine Fläche (3D) gemessen wird.

Während bereits Mitte der 80-er Jahre eine Standardisierung von zweidimensionalen Profilparametern stattfand, welche sich in nationalen wie internationalen Standards wiederfinden, gab es bis vor Kurzem keinen Standard für flächenhafte 3D-Oberflächenmessung. Die Arbeiten von Stout und Kollegen können als erste Annäherungen an eine solche 3D-Norm zur Messung von Oberflächen betrachtet werden und galten bis zum ersten internationalen Standard für flächenhafte

Oberflächenparameter im Jahr 2012 gewissermaßen als Grundlage bei 3D-Oberflächenanalysen. Stout et al. empfehlen bei flächenhaften 3D-Messungen ein Basis-Set von 14 spezifischen Parametern aus fünf unterschiedlichen Parameterhauptgruppen zu verwenden [52].

Das lange Fehlen eines internationalen Standards für 3D-Messungen mag der Tatsache Rechnung tragen, dass sehr viele Rauigkeitsuntersuchungen dentaler Werkstoffe mit zweidimensionalen Profilparametern durchgeführt wurden [28].

Für die Beschreibung einer Oberfläche ergeben sich jedoch Schwierigkeiten bei der Wahl der passenden Parameter. Denn Strukturmerkmale auf Oberflächen können nicht mit einem Parameter allein charakterisiert werden, ohne dass dabei andere Informationen über Topografie, Geometrie und funktionelles Materialverhalten der Grenzflächen verloren gehen [28, 52]. So kann es sein, dass ein Parameter, der beispielsweise nur die Höhe beschreibt, denselben Wert bei Oberflächen mit völlig unterschiedlicher Topografie anzeigt (Abb. 1).

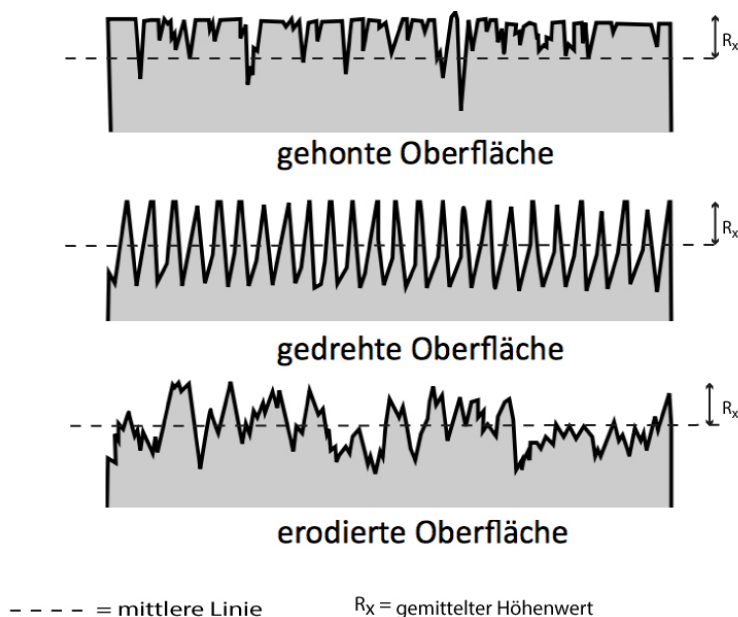


Abb. 1: Unterschiedliche Oberflächenprofile mit demselben Höhenrauwert R_x

Anlehnend an Stouts Empfehlung, welche sich im Allgemeinen auf verfahrenstechnische Anwendungen bezieht, fordern Wennerberg et al. daher in ihrer „Guideline“ für Analysen von Implantatoberflächen mindestens einen Parameter aus insgesamt drei der von Stout erwähnten fünf Gruppen zu verwenden, um der

vielen topografischen Irregularitäten auf dentalen Implantatoberflächen beizukommen und solche Oberflächen genauer beschreiben zu können [14, 24, 28]. Wennerberg et al. empfehlen bei der Rauigkeitsmessung von dentalen Implantatoberflächen die Verwendung von drei- statt zweidimensionalen Parametern: Da das digitale dreidimensionale Messen einen kompletten Oberflächenausschnitt erfasst, stehen mit den gewonnenen Messdaten mehr Informationen sowie mehr Aussagen über die Strukturrichtung der Oberflächen zu Verfügung bereit. Dagegen können zweidimensionale Profilaufzeichnungen einer Oberfläche, die durch Tastschnittgeräte erzeugt werden, viele dreidimensionale Informationen und Aussagen einer Oberfläche nicht wiedergeben. Wennerberg et al. betonen daher im Falle von 2D-Profilmessungen, dass für eine zuverlässige Beschreibung von dentalen Implantatoberflächen mindestens 25 Abtastvorgänge mit Messwiederholungen, die weniger als 2 µm Abstand haben, notwendig sind. Auch ist die Rauigkeit beim zweidimensionalen Profilmessen stark abhängig von der Tastrichtung der Messnadel, weil die Art der Oberflächenbearbeitung die Ausrichtung von Strukturmerkmalen auf Oberflächen bestimmt: Eine geätzte, poröse Oberflächenstruktur, die ein ungerichtetes Oberflächenmuster hat (isotrop), kann mit der Nadel in jede Richtung gemessen werden, wohingegen eine geschliffene Oberflächenstruktur, die eine klare Ausrichtung im Oberflächenmuster hat (anisotrop), zum Teil erhebliche Unterschiede in ihrer Rauigkeit zeigt, wenn Messungen längs oder quer der Schleifrichtung vorgenommen werden [28]. Auf Grundlage von Stouts Forschungsarbeiten Anfang der 1990er Jahre wurde erst im Jahr 2012 eine internationale Norm (DIN EN ISO 25178) für flächenhafte 3D-Parameter herausgebracht. Darin werden die 3D-Parameter in folgende fünf Hauptgruppen eingeteilt [52–54]:

1. Höhenparameter: beschreiben Eigenschaften in der Höhen- und Tiefendimension
2. Abstandsparameter: beschreiben Eigenschaften in einer Ebene
3. Hybridparameter: kombinieren die Informationen aus Höhen- und Abstandsparameter
4. Funktionsbezogene Parameter: beschreiben die Tragfläche, das Material- und Hohlraumvolumen an Grenzflächen

5. Elementparameter: beschreiben die Topografie anhand ihrer Flächenelemente (Hügel und Täler)

3D-Parameter werden mit dem Parameter-Präfix *S* (ihre entsprechenden 2D-Parameter mit dem Parameter-Präfix *R*) gekennzeichnet. Hingegen werden funktionelle 3D-Parameter, die ein mit Material gefülltes oder leeres Volumen der Oberfläche beschreiben, mit dem Parameter-Präfix *V* gekennzeichnet.

1.5.2 Filter

Die Topografie einer Oberfläche lässt sich in Wellenkomponenten unterschiedlicher Wellenlängen zerlegen. Die Wellenkomponenten spiegeln die topografischen Komponenten Form, Welligkeit und Rauigkeit einer Oberfläche wider. Rauigkeit ist die kleinste Wellenkomponente und das Ergebnis, wenn die anderen Wellenkomponenten Form und Welligkeit abgezogen sind (Abb. 2).

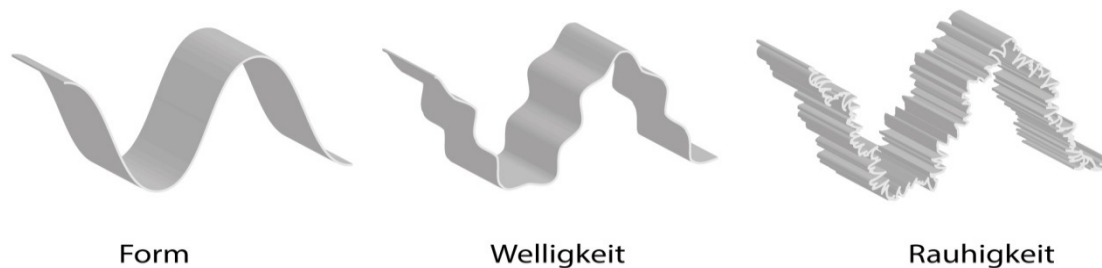


Abb. 2: Oberflächentopografie mit Form, Welligkeit und Rauigkeit

Rauigkeitsmessungen im Profilschnitt (2D) durchlaufen eine Filterungskette, da die Rauigkeitsdaten der Oberflächen zunächst aus anderen Informationen (Form und Welligkeit) separiert werden müssen. So wird aus den Messdaten zunächst durch Entfernen der Grundform mittels mathematischem Einpassalgorithmus (F-Operator) und durch Tiefpassfilterung (λ_s -Filterung) das Primärprofil (P-Profil) mit definiertem Wellenlängenbereich generiert. Der Profilfilter mit der Grenzwellenlänge λ_c (Gaussfilter, Tiefpassfilter) zerlegt im Anschluss das ungefilterte P-Profil in sein Welligkeitsprofil (W-Profil), das die langwellige Komponente der wirklichen Oberfläche wiedergibt. Das Rauigkeitsprofil (R-Profil) mit den kurzwelligen Anteilen ergibt sich erst durch Subtraktion des W-Profils vom P-Profil ($R=P-W$). Die

Bezugslinie zur Messung der Rauigkeit im R-Profil entspricht den langwelligen Komponenten, die der Filter durchlässt (Abb. 3).

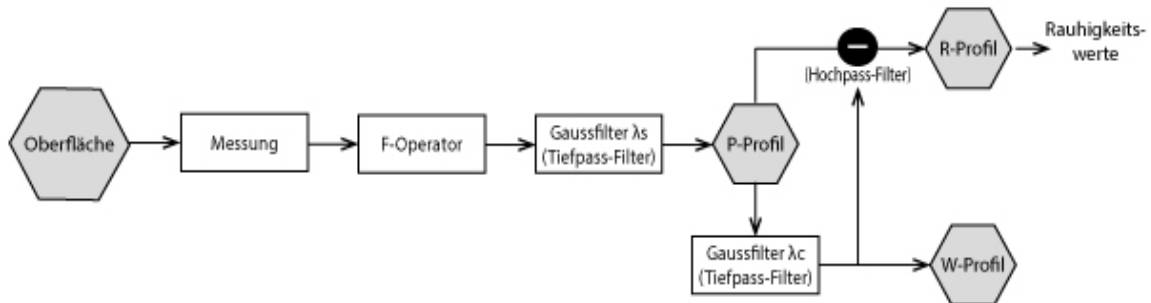


Abb. 3: Filterkette bei der Rauigkeitsmessung im Profilschnitt (2D-Messung)

Die Grenzwellenlänge λ_c eines Profilfilters ist die Filtergröße. Sie ist die bestimmende Größe, da sie als verstellbare Kenngröße die Grenzen zwischen Welligkeit und Rauigkeit für die Rauigkeitsmessungen festlegt. Sie entspricht der Wellenlänge, bei der 50% der Amplitude der Sinuswelle nach Filterung erreicht wird. Es gilt: Bei kürzerer Grenzwellenlänge nehmen die gefilterten Amplituden des W-Profiles zu und die des R-Profiles ab ($R=P-W$). Das heißt, dass bei kleineren Filtergrößen λ_c ebenso kleinere Rauigkeitswerte gemessen werden. Es fehlt allerdings eine allgemein akzeptierte Definition zur Abgrenzung von Welligkeit und Rauigkeit. Somit sind die Begriffe Welligkeit und Rauigkeit relativ (ähnlich wie „hoch“, „tief“ oder „lang“, „kurz“) und werden nur durch Festlegung der Filtergröße bei jeder Messung bestimmt. Die Festlegung der Grenzwellenlänge des Filters wiederum erfolgt oberflächenspezifisch und orientiert sich an die zu erwartenden Rauigkeitswerte der Oberfläche. Auch Wennerberg et al. empfehlen vor Rauigkeitsmessung von Implantatoberflächen im Profilschnitt eine Festlegung der Filtergröße. Die Filtergröße soll sich dabei am Zweck der Rauigkeitsmessung orientieren [28]. Laut Wennerberg et al. sollen in der oralen Implantologie die Grenzwellenlänge λ_c mit mindestens dem 2,5-fachen einer Strecke zwischen zwei Spitzen und einem Fünftel der Messstrecke gewählt werden. Die 3D-Messung hingegen soll standardmäßig mit einem linearen Gauss-Filter erfolgen [28].

Die flächenhafte, dreidimensionale Rauigkeitsmessung ist seit Kurzem in einem internationalen Standard (ISO 25178) festgelegt. Sie entspricht weitgehend der Filterkette bei der oben beschriebenen zweidimensionalen Auswertung wie in

Abb. 4: Analog zur 2D-Messtechnik entfernt der F-Operator die Nennform und der anschließende S-Filter (flächenhafter Gaussfilter) als Tiefpassfilter das störende (hochfrequente) Messgeräterauschen. Es resultiert eine Oberfläche mit bandbegrenzter Form- und Wellenkomponente (S-F-Oberfläche). Zur Rauigkeitsbestimmung müssen die Form und Welligkeiten aus der S-F-Oberfläche entfernt werden. Dies wird durch den Hochpassfilter (L-Filter) bewerkstelligt, der kurzwellige Komponenten durchlässt. Der L-Filter kann ein linearer Gaussfilter sein. Aus der entstehenden S-L-Oberfläche lassen sich die Rauigkeitsparameter berechnen [53, 55].

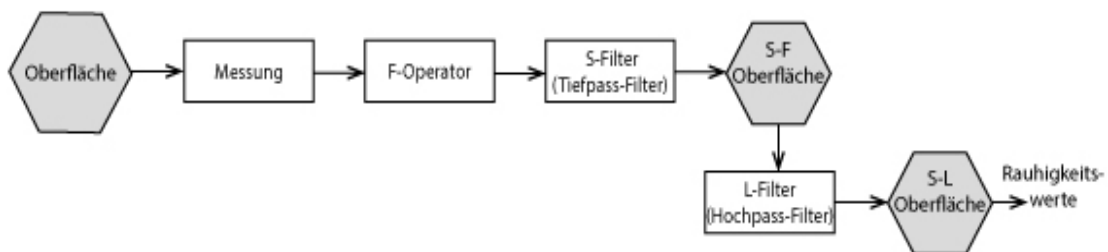


Abb. 4: Filterkette bei der flächenhaften Rauigkeitsmessung (3D-Messung)

1.6 Ziele der Arbeit

Die vorliegende Studie befasst sich mit der Charakterisierung nanokristalliner Anatas-Beschichtung auf modifizierten Titanoberflächen durch qualitative und quantitative Vergleichsuntersuchungen.

In den letzten Jahren sind Oberflächeneigenschaften wie Benetzbarkeit oder nanoskalierte Oberflächenstrukturen in den Fokus aktueller Forschungen von Implantatoberflächen gerückt. Die Anwesenheit von Nanostrukturen auf Oberflächen oder eine stark verbesserte Hydrophilie der Oberfläche zeigen für sich schon vorteilhafte, positive Auswirkungen auf die Osseointegration von Implantaten [34]. Die stärkste Knochenantwort soll sogar in der Kombination von beiden, also von gut definierten Nanostrukturen und bestmögliche Benetzbarkeit der Oberfläche (Superhydrophilie) erreicht werden [17, 56]. Mit den superhydrophilen SLActive-Implantaten der Fa. Institut Straumann AG (Basel, Schweiz), die die

Weiterentwicklung der gestrahlt-geätzten SLA-Implantate dieses Herstellers präsentieren, befindet sich ein handelsübliches Implantat auf dem Markt, das beide positive Oberflächeneigenschaften vereint. Ein neuer Ansatz versucht durch Beschichtung mit UV-aktivierbarem, nanokristallinem Anatas (Titandioxid) gezielt Nano- und Hydrophilie-Eigenschaften (wie sie auf SLActive-Oberflächen zu finden sind) auf SLA-Implantaten aufzubringen [42, 57]. Damit könnte nach Lichtaktivierung eine durch Photokatalyse ad hoc initiierte Umwandlung der Oberflächeneigenschaft herbeigeführt werden. Damit sind beispielsweise neue klinische Ansätze bei der Prophylaxe oder Therapie von Periimplantitis geboten.

Die Erforschung der topografischen und chemischen Eigenschaften von Grenzflächen bei Implantaten hat am besten zum Verständnis des heutigen Wissensstandes zur Osseointegration beigetragen. Die Charakterisierung von Oberflächen, wie sie z. B. durch quantitative Messung der Rauigkeit von Implantatoberflächen realisiert wird, bildet daher weiterhin einen wichtigen integralen Bestandteil bei der Erforschung von medizinisch-technischen Biomaterialien. Mit dem „Vertiefen“ in die Nanodimension stehen jetzt weitere Möglichkeiten zur Verbesserung und Optimierung der Knocheneinheilung von Implantaten bereit. Offen bleibt hierbei in weiten Teilen noch die Frage, ob und inwieweit Nanostrukturen, wie sie z.B. durch Dünnschichten von Anatas erzeugt werden, über übliche quantitative Methoden der Rauigkeitsanalyse erfassbar sind. Zudem ist noch nicht festgelegt, mit welchen Parametern sich das biomedizinische Verhalten von Implantaten nach Anatas-Beschichtung am besten vorhersagen lässt.

Vorrangiges **Ziel dieser Studie** ist es, drei unterschiedlich verarbeitete, mikrostrukturierte Titanoberflächen, die gemäß den Oberflächen aktueller Implantate modifiziert wurden (SLA-, SL- und A-Oberflächen), mit ihren jeweiligen Anatasbeschichteten Pendanten vergleichend zu untersuchen. Dabei soll geklärt werden, ob mittels Rauigkeitsanalyse, die bereits aus der Mikrotopografie-Analyse bekannt ist, Nanostrukturen von Anatas auf SLA-, SL- und A-Oberflächen im Mikron- bis Submikrometerbereich qualitativ und quantitativ näher charakterisiert werden können. Die vergleichende Untersuchung soll quantitativ durch statistisch ermittelte Mittelwertunterschiede von ausgewählten Rauigkeitsparametern

erfolgen. Zudem soll ein qualitativer Vergleich mit Aufnahmen vom Rasterelektronenmikroskopie (REM) zwischen Anatas-beschichteten und unbeschichteten Oberflächen durchgeführt werden. Stouts Meinung nach vervollkommnet und komplementiert eine visuelle Beschreibung von Oberflächen stets eine quantitative Topografieanalyse [52].

Im Speziellen soll die Studie auf zwei Fragestellung eingehen:

1. Kann nanokristalliner Anatas auf bereits modifizierten Titanoberflächen *quantitativ* und *qualitativ* im kleineren Mikron- bzw. Submikronbereich erfasst werden?
2. Wie verändert eine Anatasbeschichtung Topografie und Rauigkeit der jeweiligen Oberfläche? Wie ist demzufolge die Topografie von Anatas als Beschichtungsmaterial hinsichtlich Osseointegration einzuordnen?

1.6.1 Festlegung der Untersuchungsvariablen

Bei der Rauigkeitsanalyse mittels REM stehen drei mögliche Untersuchungsvariablen für die Berechnung der Parameterwerte zur Verfügung. Dazu zählen die Aufnahmevergrößerung, die Messfläche (definierter Ausschnitt der aufgenommenen Oberflächen, der der Rauigkeitsanalyse zur Verfügung steht) und die Filtergröße (Trennung von topografischen Wellenlängen-Komponenten), die vor Beginn dieser Studie festgelegt sein sollen:

In vielen Studien zur Oberflächenanalyse am REM werden oft Rauigkeitsparameter bei 650x Vergrößerung und 50 µm Gaussfilter berechnet. Um vergleichbare Referenzwerte aus der Literatur zur Verfügung zu haben, wird in dieser Untersuchung mit derselben Vergrößerung und Filtergröße gearbeitet.

Allerdings stellt sich die Frage, inwieweit diese beiden Einstellungsvariablen alleine ausreichen, um Nanobeschichtungen von Anatas im kleineren Mikrometer- oder im Nanometerbereich quantitativ und qualitativ zu charakterisieren. Eine Än-

derung der Vergrößerung oder der Filtergröße, die noch mehr kurzwelligere Anteile als Welligkeit von der Rauigkeit trennen soll, stellt den Versuch einer weiteren Annäherung in den Nanobereich dar: Der qualitative, REM-Bilder vergleichende Teil der Studie soll daher in drei Vergrößerungsstufen (650x, 3000x und 5000x) durchgeführt werden. Im quantitativen Teil sollen Rauigkeitsparameterwerte aus Oberflächen der 650x und 3000x Vergrößerungsaufnahmen bei den Filtergrößen 50 μm und 5 μm berechnet werden. Die Messflächen sind mit 200 x 100 μm^2 und 50 x 50 μm^2 gewählt worden. Bei der 650x Vergrößerung werden beide Messflächen angewendet, wohingegen die 3000x Vergrößerung nur mit einer Messfläche (50 x 50 μm^2) gemessen werden kann.

2 Material und Methoden

2.1 Materialprüfkörper

2.1.1 Mikrostrukturierte Titanplättchen

Als Prüfkörper dienen in dieser Studie Plättchen aus technisch reinem Titan (cpTi, Grad 2) mit der Größe 20 x 10 x 1 mm³.

Die Oberflächen dieser Titanplättchen wurden von der Firma Institut Straumann AG (Basel, Schweiz) unterschiedlich bearbeitet und unterlagen teils oder ganz dem Modifikationsprozess ihrer Standard SLA[®] Oberfläche. Sie entsprechen demnach in ihrer Art der Mikrostrukturierung vieler auf dem Markt befindlicher dentaler Implantatoberflächen.

Die von Straumann gelieferten Plättchen gab es in den folgenden 3 Oberflächenmodifikationen [45]:

- SLA** ist das Verfahren nach der „Standard SLA[®] Oberfläche“-Technik: **Sandblasted with Large grits + Acid-etched**, d.h. grobe Sandstrahlung mit 0,25 - 0,5 mm Partikeln und anschließende Säure-Ätzung mit HCl/H₂SO₄
- SL** ist nur der Sandstrahlprozess nach der „Standard SLA[®] Oberfläche“-Technik: **Sandblasted with Large grits**, d.h. grobe Sandstrahlung mit 0,25 - 0,5 mm Partikeln
- A** ist nur der Ätzprozess nach der „Standard SLA[®] Oberfläche“-Technik: **Acid-etched**, d.h. Säure-Ätzung mit HCl/H₂SO₄

In dieser Studie wurden Oberflächen, die nach diesen drei Modifikationsprozessen bearbeitet wurden, untersucht. Alle drei Oberflächenmodifikationen lagen zusätzlich mit Anatas-Beschichtung vor (Abb. 16).

Insgesamt wurden 18 Titanplättchen untersucht. Dies waren sechs Titanplättchen je Modifikation, wovon drei einer Modifikation wiederum mit Anatas beschichtet waren.

2.1.2 Anatas-Beschichtung

Die Anatas-Beschichtung der Oberfläche wurde vom Fraunhofer Institut für organische Elektronik, Elektrostrahl- und Plasmatechnik (Fraunhofer FEP, Dresden) durchgeführt. Dies geschah in der Beschichtungsanlage UNIVERSA, welche nach dem Abscheideverfahren des reaktiven Puls-Magnetron-Sputtering arbeitet: Der Sputterprozess findet im Hochvakuum (10^{-3} Pa) bei einer vorgewärmten Temperatur (200°C) und einem Plasmaätzen der Substrate statt. Die Beschichtungsdauer beträgt 10 min.

Nach Angaben des Fraunhofer Instituts wird mit diesen gewählten Prozessparametern ein weitgehend reinphasiger Anatasfilm von 600-70 nm Schichtdicke auf den Oberflächen abgeschieden [58].

2.2 Analyisierte Rauigkeitsparameter

Gemäß aktueller Norm für flächenhafte Oberflächenparameter von 2012 (DIN EN ISO 25178) werden 3D Oberflächenparameter in 5 Hauptgruppen eingeteilt, von denen in dieser Studie Rauigkeitsparameter aus folgenden vier Hauptgruppen verwendet werden (Tab. 1): Höhen-, Abstands-, Hybridparameter und funktionsbezogene Parameter [52–54].

Von den Oberflächenparametern, die die Analyse-Software MeX (Alicona Imaging, Graz, Österreich) für 3D-Flächenanalysen liefert, sind insgesamt 18 Parameter in dieser Studie berücksichtigt worden (Tab. 1). Parameter aus den ersten drei Hauptgruppen (Höhen-, Abstand- und Hybridparameter) sind in den allermeisten Studien mit Rauigkeitsmessungen verwendet worden, da Höhen-, Abstand- und Hybridparameter in Kombination die dreidimensionale Topografie einer Oberflächen adäquat beschreiben sollen [14, 28, 52].

Allerdings können mit diesen Parametern per se keine funktionellen Merkmale von Oberflächen wie z.B. Trage-, Abnutzungs- und Schmierverhalten ausgedrückt werden. Funktionsbezogene Parameter (z.B. Volumenparameter), die solche Merkmale beschreiben können, wurden bis dato in Rauigkeitsuntersuchungen von Biomaterialoberflächen (Implantate) kaum berücksichtigt, obwohl davon

auszugehen ist, dass funktionelle Informationen das biologische Verhalten an Grenzflächen wie z.B. Knochenbildung im Rahmen der (bis heute nicht im Detail vollständig geklärten) Osseointegration besser erklären könnten [34, 59]. Die vorliegende Studie bezog deshalb Materialanteil- und Volumenparameter mit ein und folgt damit Empfehlungen von Stout und auch von Arvidsson et. al zur Beschreibung von 3D-Oberflächentopografie [52, 59].

Im Folgenden werden die 18 verwendeten Parameter im Einzelnen entsprechend ihrer Einteilung nach der aktuellen Norm für 3D-Oberflächenmessung (DIN EN ISO 25178-2) vorgestellt. Tab.1 gibt zunächst eine Übersicht über die in dieser Studie verwendeten 18 Parameter. Die Parameter sind in ihren Abkürzungen aufgelistet, ihre Einheiten stehen in Klammern.

Tab. 1: Verwendete Oberflächenparameter nach Hauptgruppen gelistet

<i>Höhenparameter</i>	<i>Abstandsparameter</i>	<i>Hybridparameter</i>	<i>Funktionsbezogene Parameter</i>	
Sa (µm)	Sal (µm)	Sdq (Radiant)	Sk (µm)	Vmp (ml/m ²)
Sq (µm)	Str (einheitslos)	Sdr (%)	Spk (µm)	Vmc (ml/m ²)
Ssk (einheitslos)			Svk (µm)	Vvc (ml/m ²)
Sku (einheitslos)			Smr1 (%)	Vvv (ml/m ²)
			Smr2 (%)	Vvc/Vmc

2.2.1 Höhenparameter

Die neuen 3D-Höhenparameter greifen zurück auf ihre zweidimensionalen Höhenparameter, die bereits in internationalen Normen für Rauigkeitsparameter (ISO 4287; ISO 13565-2) vorkommen. Für die flächenhafte 3D-Messung wurden viele bestehende 2D-Höhenparameter übernommen und für die flächenhafte Auswertung komplettiert. Viele zweidimensionale Profilparameter haben also ein entsprechendes Pendant als 3D-Oberflächenparameter, was anhand der Formeln in Abb. 5 ersichtlich wird.:

$$Rq = \sqrt{\frac{1}{l} \int Z^2(x) dx} \qquad Sq = \sqrt{\frac{1}{A} \iint Z^2(x, y) dx dy}$$

Abb. 5: Formel von Rq (2D) und Sq (3D). 3D Parameter werden aus Flächen (A) statt aus Strecken (l) berechnet.

Alle der in dieser Studie angewandten 3D-Höhenparameter (S_a , S_q , S_{sk} , S_{ku}) sind von ihren entsprechenden 2D-Höhenparameter (R_a , S_q , R_{sk} , R_{ku}) abgeleitet.

Sa: arithmetisches Mittel der Höhen- und Tiefenstreuung zu einer Ebene

S_a ist das arithmetische Mittel aus den absoluten Werten der Höhen- und Tiefenabweichung zu einer Grundebene [53]. S_a ist der meist verwendete Parameter zur Charakterisierung einer Oberfläche.

Einfacher erklären lässt er sich über sein entsprechenden 2D Pendant R_a , von dem er abgeleitet ist (Abb. 6). R_a ist in der Grafik die gesamte Fläche zwischen der Grundlinie und dem Rauigkeitsprofil geteilt durch seine Messstrecke. Mathematisch also ist R_a bzw. S_a das Integral der absoluten Werte der Höhen- und Tiefenabstände zur Grundlinie bzw. -fläche, was auch ihre Formeln (Abb. 5) ausdrückt [60].

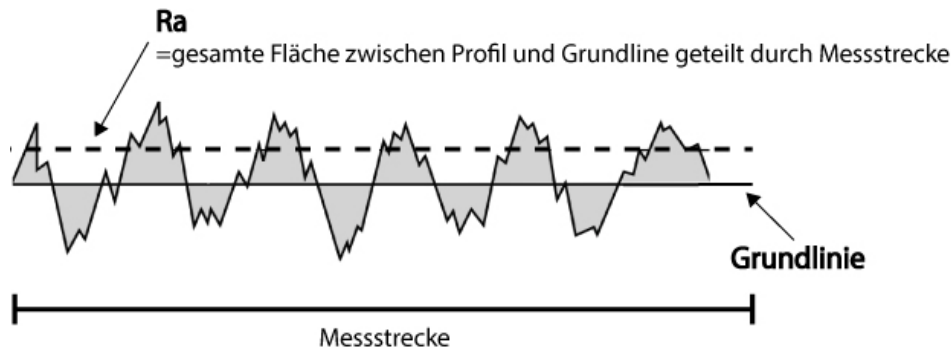


Abb. 6: Grafische Darstellung von R_a

Sq: Mittelwert der quadrierten Abweichungen zu einer Ebene

S_q ist ein Mittelwert aus den quadrierten (nicht absoluten!) Werten der Abweichungen zu einer Ebene in Ordinatenrichtung, definiert über eine Fläche (A) [53].

Obwohl S_q und S_a sich ähneln, besteht der entscheidende Unterschied darin,

dass S_q die Höhen- und Tiefenwerte zur Ebene als Quadrat (und nicht als absolute Werte wie bei S_a) auffasst. Der so errechnete Wert des Höhenparameters wird aber mit der Quadratwurzel wieder ausgeglichen. S_q berücksichtigt damit stärker Abweichungswerte als S_a [52, 61].

Die letzten beiden Parametern, Skewness (S_{sk}) und Kurtosis (S_{ku}), sind sogenannte Formparameter, welche die Form der Amplitudenverteilungsfunktion (AVF) beschreiben. Die AVF folgt im Idealfall der Gauss'schen Normverteilung, dessen Scheitel auf Höhe der gemittelten Ebene liegt (Abb. 7). Die AVF ist ein Maß für die Verteilung der Oberflächenhöhen und gibt an, mit welcher Wahrscheinlichkeit an einer zufälligen Stelle entlang der Höhe ein errechneter Höhenwert anzutreffen ist. Bei Profilmessungen beantwortet die AVF stets die Frage „Wie viel Profil liegt an einer bestimmten Höhe?“. Oberflächen, deren Höhenprofil der Gaussverteilung entsprechen, werden als Gauss-Oberflächen bezeichnet (Abb. 7) [52], [60].

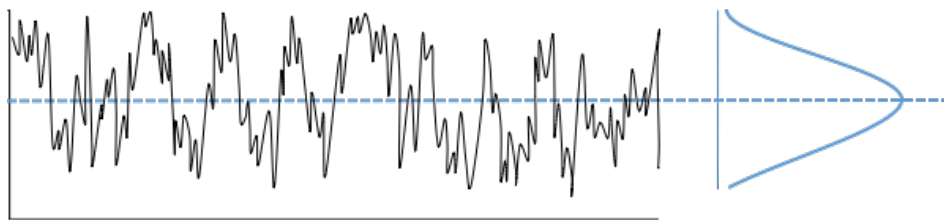


Abb. 7: AVF als Gaussverteilungskurve (rechts) mit entsprechendem Oberflächenprofil (links). Modifiziertes Bild aus MeX 4.2 Hilfedokument [60].

Ssk: eine Maßzahl für die Neigungstendenz der AVF

S_{sk} ist die „Schiefe“ (engl.: Skewness) der AVF und beschreibt wie stark asymmetrisch die Höhenschwankungen zu einer gemittelten Ebene verteilt sind [52] [54].

S_{sk} ist ein dimensionsloser Parameter und kann positiv, negativ oder Null sein: Der Wert 0 beschreibt eine „ideale“, symmetrische Verteilung der Höhen (Gauss-Verteilung) zur gemittelten Ebene (Abb. 8), d.h. die Oberfläche besitzt statistisch genauso viele Höhen wie Tiefen zur gemittelten Ebene.

Bei asymmetrischer Verteilung der Höhenabweichungen ist die Schiefe S_{sk} positiv oder negativ: positiv ist S_{sk} dann, wenn der Großteil des Materials über der gemittelten Ebene zu finden ist und damit mehr „Höhen“ als „Tiefen“ hat. Solche Oberflächen besitzen dann recht hohe Spitzen mit dünnem Durchmesser. Negativ ist S_{sk} dann, wenn der Großteil des Materials unterhalb der gemittelten Ebene zu finden ist und damit mehr „Tiefen“ als „Höhen“ hat, wie sie bei glatten Oberflächen mit Porositäten zu finden sind.

Mit S_{sk} können Aussagen zur sogenannten „Trageigenschaft“ von Oberflächen gemacht werden: Oberflächen mit stark negativen S_{sk} -Werten ($S_{sk} < -1$) haben kaum starke Ausreißer von Spitzen, die abgerieben werden können, dafür relativ tiefe Täler, in denen Flüssigkeiten (Schmieröl, Gleitmittel etc.) besser zurückgehalten werden können. Sie kennzeichnen daher nutz- und lasttragende Oberflächen, wie sie z.B. auf porösen oder gesinterten Oberflächen zu finden sind. Oberflächen mit stark positiven S_{sk} -Werten ($S_{sk} > 1$) wie z.B. stark gedrehte Oberflächen zeigen viele dünne Ausreißer, die bei Belastung schneller abgetragen werden könnten. Da hier die intakten Täler zurückbleiben, verschiebt sich dann die „Schiefe“ von positiv nach negativ. Wegen Mangel an tiefen Tälern ist das Rückhaltevermögen von Flüssigkeiten auf solchen Oberflächen und damit ihre Eignung als Nutz- und Lastoberfläche schlechter.

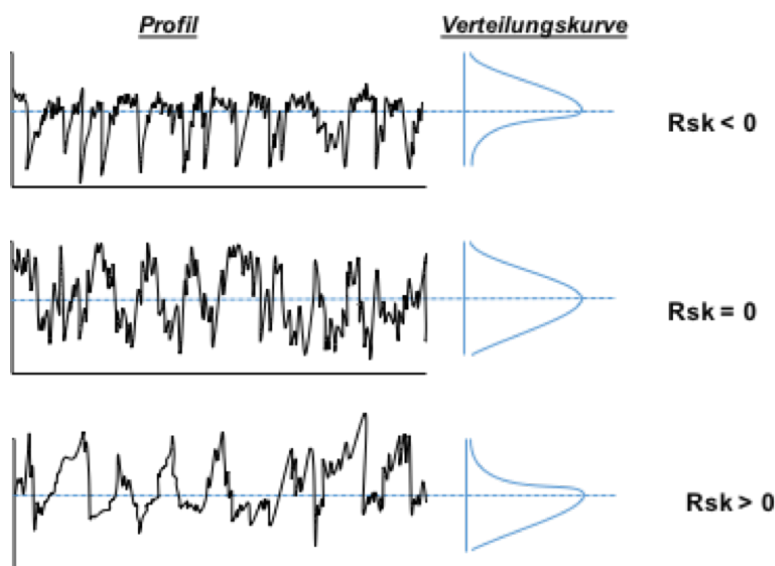


Abb. 8: Die Schiefe der AVF als R_{sk} (2D-Parameter) mit dem dazugehörigen Höhenprofil. Modifiziertes Bild aus MeX 4.2 Hilfedokument [60].

Sku: eine Maßzahl für die Spitzigkeit der AVF

Die Sku ist die „Wölbung“ (engl.: Kurtosis) der AVF und beschreibt die Schärfe der Höhenschwankungen in der Breite [52]. Sie kann als ein Maß für die „Stacheligkeit“ einer Fläche gesehen werden [54].

Dieser Parameter ist einheitslos und hat ausschließlich positive Werte (Abb. 9). Den Wert 3 hat die Kurtosis bei einer symmetrischen Höhenverteilung (Gauss-Oberfläche). Spitzere Oberflächen nehmen höhere Werte als 3 an ($Sku > 3$), breitere zerklüftete Oberflächen zeigen kleinere Werte als 3 ($Sku < 3$) [52, 61].

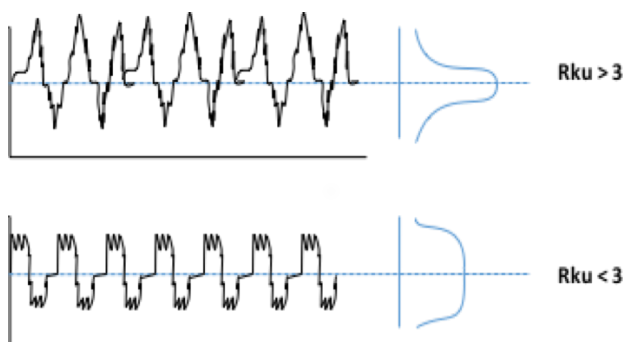


Abb. 9: Kurtosis Rku (2D-Oberflächenparameter) im Höhenprofil.

Mit beiden Formparametern Ssk und Sku ist man in der Lage, sog. „tragfähige“ Oberflächen mit wenig Spitzen aber tiefen, zerklüfteten Tälern zu detektieren. Stout et al. untersuchten 2 abrasiv bearbeitete Oberflächen (Funkenerosion bzw. Polieren) und beschrieben beide u.a. mit den Formparametern [52]: Funkenerosiv abgetragene Oberflächen hatten sowohl höhere Ssk-Werte ($Ssk = 0,44$) als auch höhere Sku-Werte ($Sku = 3,5$) gegenüber polierten Oberflächen, welche Ssk-Werte von $-0,02$ und Sku-Werte von $3,3$ hatten.

2.2.2 Abstandsparemeter

Abstandsparemeter ermöglichen es, topografische Strukturmuster auf Oberflächen in ihrer räumlichen Ausdehnung zu beschreiben. Viele Abstandsparemeter sind erst im Zuge der dreidimensionalen Flächenanalyse von Oberflächen entstanden.

Einigen Abstandsparametern liegt die Autokorrelationsfunktion (AKF) zugrunde. Sie bewertet die Korrelation eines Bildausschnitts zum Gesamtbild und ist ein Maß dafür, wie stark ein Ausschnitt eines Bildes dem gesamten Bild noch ähnelt. Die AKF eignet sich für die Untersuchung der Periodizität auf Oberflächen oder für Bewertungen der Isotropie einer Oberfläche.

Die AKF beschreibt mathematisch eine Verhältnissfunktion. Als Verhältnisformel nimmt sie Werte zwischen -1 und +1 für jeden Punkt auf der Oberfläche an. Bei einem AKF-Wert von 1 ist die Ähnlichkeit perfekt, bei einem AKF-Wert von 0 gibt es keine Ähnlichkeiten [54, 55]. Das Maximum der Autokorrelation liegt stets zentriert (rechtes Bild).

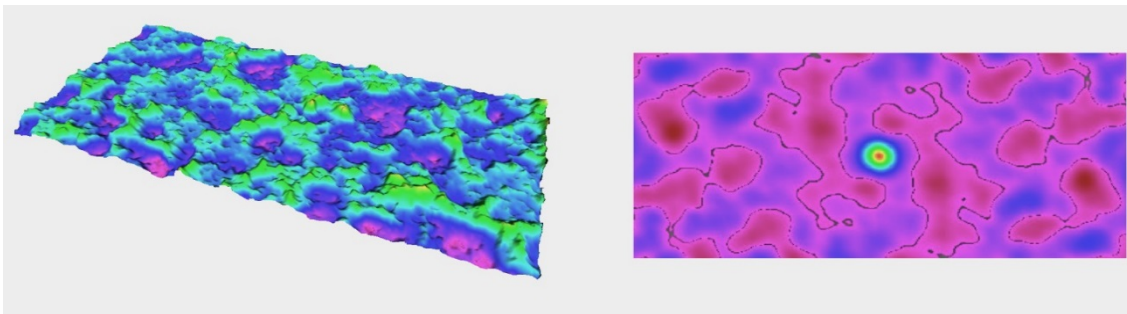


Abb. 10: Oberfläche (links) und ihre entsprechende grafische Autokorrelation (rechts). Das Maximum der Autokorrelation ist stets zentriert

Sal: Autokorrelationslänge, kürzester horizontaler Abstand der AKF

Die Autokorrelationslänge S_{al} wird als die horizontale Strecke der Autokorrelationsfunktion betrachtet, welche am schnellsten auf einen definierten Grenzwert zwischen 0 und 1 abklingt. Nach aktueller Norm (DIN EN ISO 25178) soll für relativ glatte Oberflächen der Grenzwert $s = 0,2$ gelten. Grafisch ist S_{al} der kürzeste Radius vom Zentrum bis zum Umriss des Maximums (Abb. 11).

Der Wert hat eine Längendimension. Hohe S_{al} -Werte verweisen auf Oberflächen mit vorzugsweise niederfrequenten (bzw. langwellig) Komponenten, während ein kleiner Wert für S_{al} für eine höherfrequente (bzw. kurzwellige) Komponente spricht [52, 62].

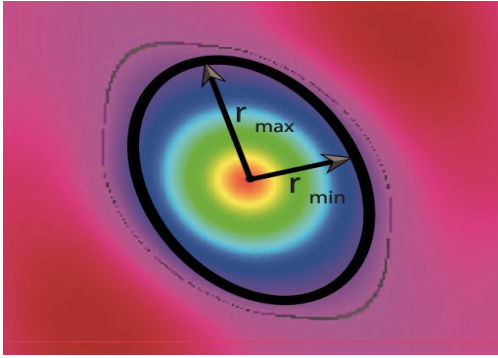


Abb. 11: Das Hauptmaximum einer Autokorrelation in 2D.
 Der Kreis markiert die Fläche im Zipfel, wo der Grenzwert 0,2 erreicht ist. Str und Sal werden aus dieser Grafik ermittelt.

Str: Textur-Aspekt-Verhältnis, Vorzugsrichtung von Oberflächen

Dieser Parameter beschreibt die Vorzugsrichtung bzw. Isotropie/Anisotropie einer Oberfläche [54].

Mathematisch stellt die Kenngröße Str ein Verhältnis von zwei Werten aus der Autokorrelationsfunktion dar: Der kürzeste Radius (r_{min}) und der längste Radius (r_{max}) vom Zentrum des Maximums der AKF ($Str = r_{min}/r_{max}$) (Abb. 11). Der Parameter Str ist einheitslos und nimmt Verhältniszahlen zwischen 0 und 1 an. Bei $0,5 < Str < 1$ hat die Oberfläche isotrope Ausrichtung, sie zeigt in allen Richtungen dieselben Strukturmerkmale. Anisotrop ist eine Oberfläche hingegen bei $0 < Str < 0,5$, sie besitzt dann eine Vorzugsrichtung oder ein periodisch wiederkehrendes Strukturmuster [52, 63].

Der Umriss des zentrierten Maximumpeaks der Autokorrelation kann schon als Indikator für die Isotropie herangezogen werden. Tendenziell kreisrunde Peaks sind isotropisch, alle anderen Formen anisotropisch.

2.2.3 Hybridparameter

Hybridparameter kombinieren die vertikale Höhendimension mit der lateralen Information der Oberflächentopografie.

Sdq: mittlere quadratische Steigung der Oberfläche

Jeder Oberflächenpunkt auf der x-Achse bzw. y-Achse hat eine Steigung. Die Achsensteigungen sind durch $\Delta z/\Delta x$ bzw. $\Delta z/\Delta y$ gegeben. Der gemittelte, quadrierte Wert aller Oberflächenpunkte einer Definitionsfläche ergibt die Steigung der gesamten Oberfläche. Sdq ist einheitslos.

Dieser Parameter stellt sich v.a. bei Versiegelungsprozessen von Oberflächen als nützlich dar [54].

Sdr: relativer Zuwachs der Oberfläche über der Probenfläche

Dieser Parameter setzt die wahre Oberfläche zur gemessenen Fläche der Probe ins Verhältnis und gibt dessen Überschuss an. Sdr ist somit der prozentuale Anteil der „gewonnenen“ Fläche [52].

Verdeutlichen lässt sich der Parameter Sdr mit seinem zweidimensionalen Pendant, dem Profillängenverhältnis L_r . Analog zu Sdr ist L_r das Verhältnis der wahren Profillänge zur gemessenen Strecke (Abb. 12).

Bildlich gesprochen kann sich das Oberflächenprofil als geknäuelte Schnur vorgestellt werden. Durch Strecken der Schnur würde man die wahre Profillänge erhalten.

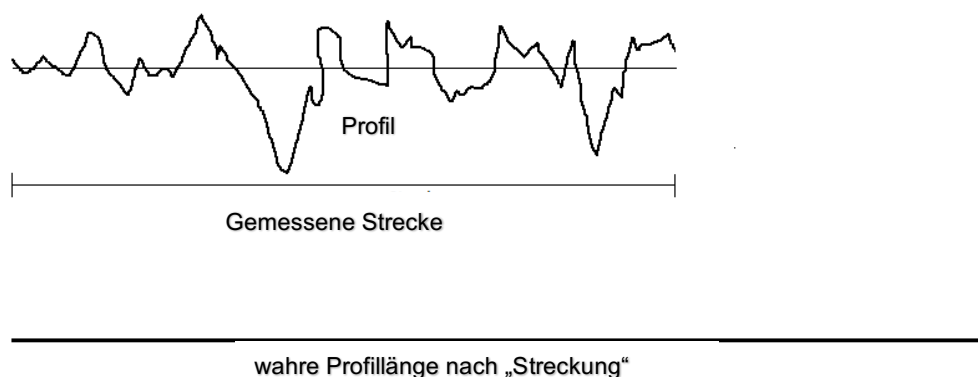


Abb. 12: Skizzenhafte Darstellung der wahren Profillänge

2.2.4 Funktionsbezogene Parameter

Das Verständnis vom Funktionsverhalten einer Oberfläche hat im technischen Anwendungsbereich einen hohen Stellenwert, da gerade die allermeisten dieser Materialoberflächen in mechanischem Kontakt zu einem anderen Medium stehen und damit letztlich -gewollt oder ungewollt- Funktionen (z.B. Reibung, Schmiermittelverteilung) ausüben. Vor diesem Hintergrund wurden funktionsbezogene Parameter in der Topografieanalyse von Oberflächen eingeführt.

Alle funktionsbezogenen Parameter leiten sich von der Materialanteilskurve, auch Abbott-Firestone-Kurve genannt (Abb. 13, rechts), ab. Mathematisch ist die Materialanteilskurve das Integral der AVF und hat im Idealfall eine S-förmige Kurve [60]. Sie gibt an, wie der prozentuale Materialanteil auf einer gewissen Höhe im Querschnitt der Oberfläche ist. Somit legt sie auch den Bereich des „Kerns“ der Oberfläche, sowie der Spitzen und der Täler fest.

Es wird angenommen, dass Funktionsparameter, die das Tragverhalten von Oberflächen näher beschreiben, das biologische oder biomechanische Verhalten von modifizierten Implantatoberflächen im Voraus besser einschätzen lassen [64, 65]. Arvidsson et al. kommen 2006 in einer Untersuchung zu dem Ergebnis, dass der funktionale Index Sci mit dem biologischen Ergebnis hinsichtlich knöcherner Konsolidierung korreliert [59]. Bis heute werden jedoch kaum Funktionsparameter bei Oberflächenanalysen dentaler Implantate genutzt.

2.2.4.1 Parameter, die den flächenhaften Materialanteil angeben

Parameter, die den flächenhaften Materialanteil zur Höhe darstellen, werden wie folgt grafisch ermittelt (Abb. 13):

Ermittelt wird eine Sekante auf der Kurve, die oberhalb eines Materialanteils von 40% die geringste Steigung hat. Sie markiert den „mittleren Bereich“, der 40% aller gemessenen Oberflächenpunkte beinhaltet und somit auch 40% der Ausdehnung in der x-Achse einnimmt (Abb. 13, ①). Vom mittleren Bereich wird eine gleichwertige Gerade (Abb. 13, ②) gezogen, die dann die Ordinaten bei 0% und 100% schneidet. Zwei Geraden (Abb. 13, ③), die durch diese Schnittpunkte und parallel zur x-Achse verlaufen, begrenzen die Kernhöhe **Sk** und legen auf der

Materialanteilskurve **Smr1** und **Smr2** als Schnittpunkt mit dieser fest. Die Flächen innerhalb der Materialanteilskurve (oberhalb und unterhalb der Kernhöhe S_k) geben die Querschnittsflächen des Spitzen- und Talbereichs außerhalb der Kernhöhe wieder.

Bei den Parametern **Spk** und **Svk** handelt es sich um die Höhen eines so konstruierten rechtwinkligen Dreiecks, dessen Flächen so groß sein sollen wie die Querschnittsflächen des Spitzen- und Talbereichs [53].

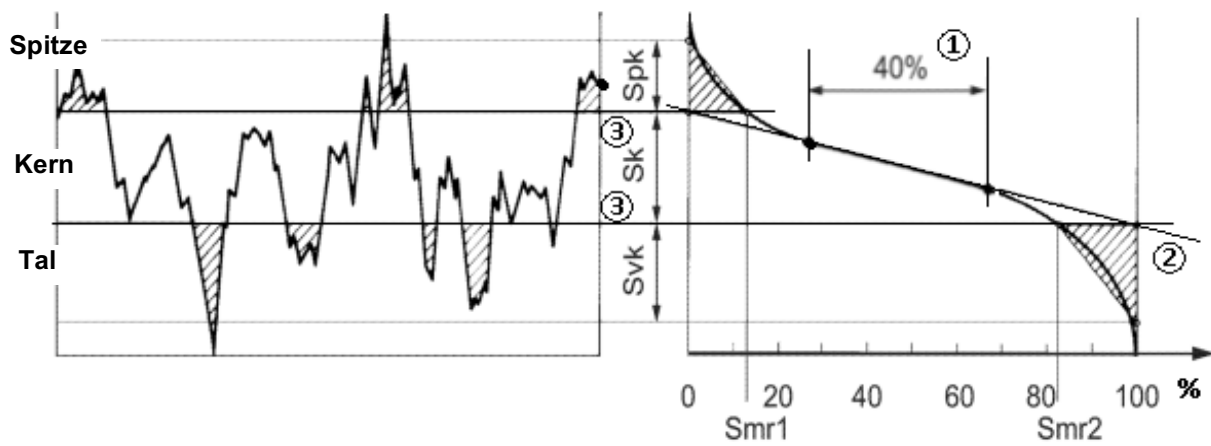


Abb. 13: Materialanteilskurve (Abbott-Kurve) und ihre davon abgeleiteten Parametern. Bild aus DIN EN ISO 25178-2:2012-9, modifiziert [53]

Sk: Kernrautiefe, maximaler Höhenabstand des Kernbereichs (KB)

Spk: reduzierte Spitzenhöhe, mittlere Höhe aller Spitzen oberhalb des KB

Svk: reduzierte Taltiefe, mittlere Höhe aller Täler unterhalb des KB

Smr1: Prozentualer Materialanteil der Oberfläche, der aus Spitzen über dem KB besteht

Smr2: Prozentualer Materialanteil der Oberflächen, der sich unterm KB befindet und die Last trägt

2.2.4.2 Volumenparameter

Die zu den Funktionsparametern gehörenden Volumenparameter (**Vmp**, **Vmc**, **Vvc**, **Vvv**, **Vvc/Vmc**) werden ebenso aus der Abbott-Kurve (Materialanteilskurve) ermittelt. Da hier aber statt Flächen Volumina berechnet werden, wird das Präfix „V“ (anstelle von „S“) bei den Kürzeln der Parameter verwendet.

Prinzipiell müssen bei den Volumenparametern das leere Volumen („void“; **Vvc**, **Vvv**) und das mit Material gefüllte Volumen („material-filled“; **Vmp**, **Vmc**) unterschieden werden. Das leere Volumen bezieht sich auf den hohlen Raum, der vom Material umgeben und begrenzt wird. Das materialgefüllte Volumen ist der Raum, den das Material zum Hohlraum begrenzt, und vom Material ausgefüllt wird. Der zweite Buchstabe im Kürzel des Volumenparameters kennzeichnet diese Unterscheidung: *v* für void (**Vvc**, **Vvv**), *m* für material-filled (**Vmp**, **Vmc**).

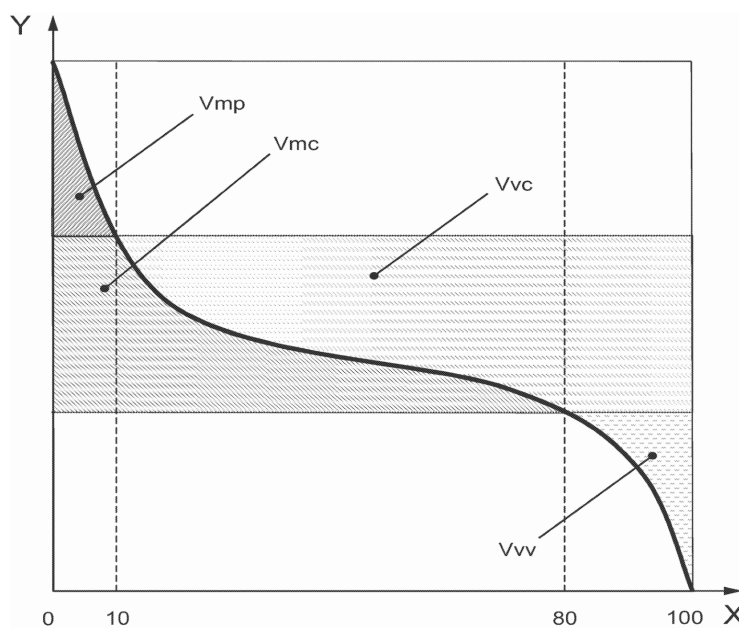


Abb. 14: Materialanteilskurve mit Parametern für das leere und das mit Material gefüllte Volumen. Bild aus DIN EN ISO 25178-2:2012-9, modifiziert [53]

Vmp: Materialvolumen der obersten Spitzen der Oberflächen (ml/m²)

Vmc: Materialvolumen des Kernbereichs der Oberfläche (ml/m²)

Vvv: Leervolumen der Täler der Oberfläche (ml/m²)

Vvc: Leervolumen des Kernbereichs der Oberflächen (ml/m²)

Vvc/Vmc: Verhältnis von Materialvolumen zu Leervolumen im Kernbereich

2.3 Angewandte Methode zur Rauigkeitsbestimmung

Die in dieser Studie ermittelten Rauigkeitswerte wurden aus dreidimensionalen, digitalen Oberflächenmodellen (DOM) errechnet, welche nach dem photogrammetrischen Verfahren gewonnen wurden. Bei diesem Verfahren werden unterschiedlich gekippte, zweidimensionale Aufnahmen von Oberflächen zu einem Stereobild überlagert, das dann zusätzlich Informationen über die Tiefe besitzt. Mit zweidimensional aufgenommenen Oberflächenbildern kann nach diesem Verfahren ihre dreidimensionale Topografie dargestellt werden.

Bis Fertigstellung des DOMs waren in dieser Studie also zwei Arbeitsschritten nötig: Im ersten Schritt wurden Stereobilder im sREM (Leo 1430, Carl Zeiss, Oberkochen, Deutschland) mit 0° bzw. 6° Kippung in euzentrischer Höhenposition aufgenommen. Im zweiten Schritt wurden beide Aufnahmen mit Hilfe der Analyse-Software MeX 5.0 (Alicona Imaging, Graz, Österreich) zusammengefügt und ein virtuelles 3D-Oberflächenmodell (DOM) ermittelt, aus welchem die Rauigkeitswerte errechnet werden konnten (Abb. 15).

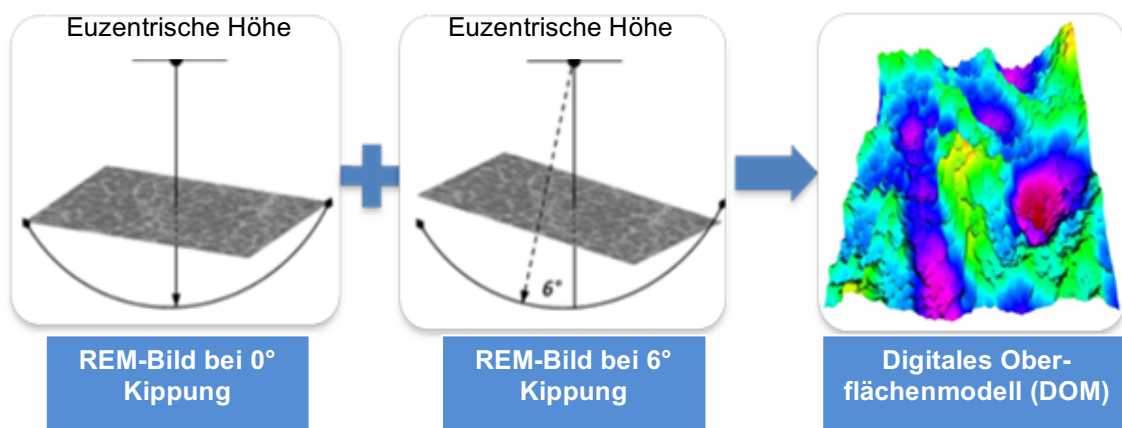


Abb. 15: Photogrammetrisches Verfahren zur Rauigkeitsberechnung: aus zwei 2D-Bildern wird ein digitales Oberflächenmodell errechnet, das die Rauigkeitswerte liefert.

2.3.1 Vorbehandlung der Titanplättchen vor Untersuchung im s-REM

Eine Vorbehandlung der Titanplättchen durch Au-Pd Besputtern war nötig um die Leitfähigkeit der Proben für den Elektronenstrahl des s-REM zu gewährleisten:

Alle Plättchen wurden für 10 Minuten in ein mit Ethanol (99 %, vollständig vergällt) gefülltes Ultraschallbad gelegt und danach mit Stickstoff trocken geblasen. Anschließend wurden die Plättchen jeweils auf einen Stiftprobenteller aus Aluminium (PLANO GmbH, Wetzlar, Deutschland) mit beidseits klebenden hauchdünnen Leit-Tabs (PLANO GmbH, Wetzlar, Deutschland) fixiert und mit schnell trocknendem Leitsilber (Silver DA61415, PLANO GmbH, Wetzlar, Deutschland) punktförmig an den Kanten der Plättchen verbunden. Sodann wurden mit einem Permanentstift neun Felder markiert, indem zwei horizontale und zwei vertikale Striche jeweils parallel zueinander eingezeichnet wurden (Abb. 16).

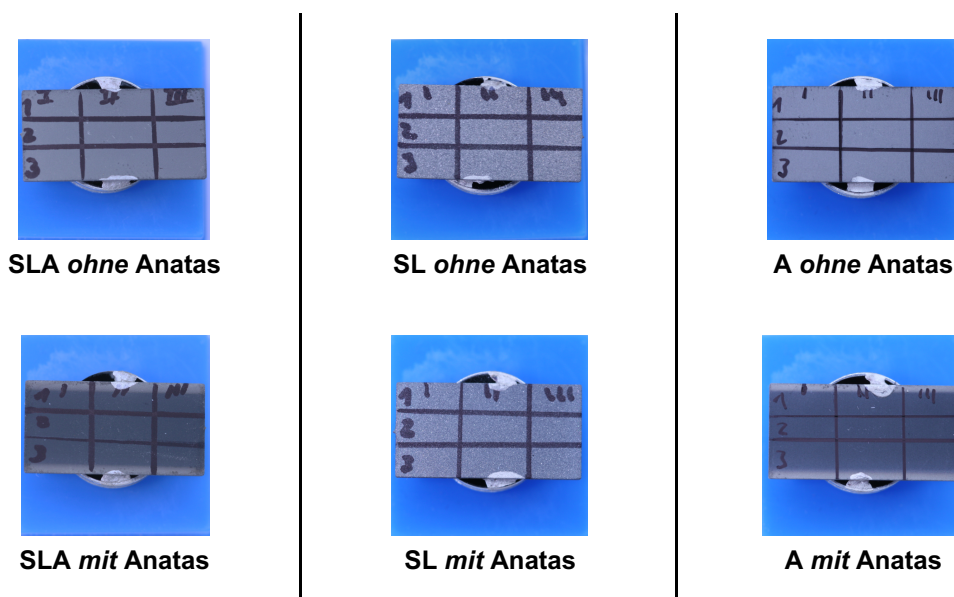


Abb. 16: Titanplättchen der 3 untersuchten Oberflächen (SLA, SL, A) mit und ohne Anatas (auf Probenteller mit Leitsilber)

Abschließend wurde den Oberflächen der Plättchen leitfähigem Material besputtert. Nach Besputterung hatten die Oberflächen der Proben eine hauchdünne Schicht von Edelmetallatomen, welche störende Effekte für den Sekundärstrahl des REM sehr klein halten sollte. Im Gebrauch war der Magnetronsputter SCD 050 der Firma BAL-TEC (BAL-TEC AG, Balzers, Lichtenstein).

2.3.2 Aufnahmen mit s-REM

Das Einlegen der Stiftproben auf den Probenhalter des REM erfolgte mit einer entsprechenden Klammerarmpinzette (PLANO GmbH, Wetzlar, Deutschland). Nur die zentrale Positionierung der Stiftprobenhalter auf dem Probentisch erlaubt bei diesem REM eine Kippung in euzentrischer Höhe. Die euzentrische Höhe ist eine spezifische Position der Probe, bei der die aufgenommene Bildstelle nach einer Kippung zentriert im Bildschirm verbleibt [66].

Bei den Untersuchungen der Plättchen wurde das REM mit einer Beschleunigungsspannung von 15 bzw. 20 kV benutzt. Die Bildhelligkeit („LB: Brightness“) betrug 50% und der Bildkontrast („MB: Contrast“) etwa 33%, letzterer war abhängig von der Art der Oberflächenbearbeitung der Plättchen (SL, SLA und A) und konnte Schwankungen von bis zu 8% haben. Die Bildpunktgröße war sowohl horizontal als auch vertikal bei jeweils 403,55 nm eingestellt, die Auflösung beim Speichern der Bilder aber hatte 1024x768 Pixel.

Eine Kalibrierung gemäß Herstellerhandbuch wurde nach jedem Einschleusen einer Probe oder nach jedem Anschalten des REM durchgeführt, damit eine individuelle Kippung in einer euzentrischen Höhe für jeden Prüfkörper sichergestellt war. Die Kalibrierung beinhaltete eine Festlegung des Rotationsmittelpunktes bis zu einer Vergrößerung von 2000x (*Calibrate Stage Center*) sowie auch eine Festlegung des Kippwinkels bis zu einem Wert von 15° (*Compucentric Set Up*). Damit bei jedem Plättchen Rotation und Kippung von dem einen euzentrisch bestimmten Punkt angesteuert wurde, musste über das *SEM-Control*-Fenster die Funktion *Tilt & Rot.* (über *Stage* unter *Compuc. Mode*) aktiviert werden.

Nach erfolgter Einstellung und Kalibrierung wurde jedes der neun Messfelder untersucht. Bei einer Übersichtsvergrößerung von 50x konnte das entsprechende Messfeld anvisiert und bei einer Vergrößerung von 150x eine gezielte Stelle innerhalb des Messfelds ausgesucht werden. Dieser Ausschnitt wurde bei den Aufnahmevergrößerungen (650x und 3000x) dargestellt und bei 0° bzw. 6° euzentrischer Kippung als Bild im tif-Format gespeichert. In Einzelschritten aufgezählt wurde wie folgt vorgegangen:

1. Einstellung auf gewünschte Vergrößerung
2. Einstellung der Schärfe durch automatische Erkennung
3. Rotation des Bildes um 90°
4. Markierung oder Umfahren einer markanten Struktur am Bildschirm mit einem Farbstift
5. Speicherung des ersten Bildes im tif-Format
6. Zurückdrehen des Bildes um 90°
7. Kippung des Probenstisches um 6°
8. Rotation des Bildes um 90°
9. Zurückziehen der Struktur mit dem Joystick bis zur Deckungsgleichheit mit der Markierung auf dem Bildschirm
10. Speicherung des zweiten Bildes im tif-Format
11. Zurückdrehen und Kippen des Bildes in die Ausgangsposition

2.3.3 Auswertung mit Auswertungssoftware MeX

Die Software MeX 5.0 arbeitet mit ihrer eigenen Datenbank, auf die sie alle errechneten digitalen 3D-Modelle ablegt. Die im REM aufgenommenen und gespeicherten 2D-Stereobilder wurden zunächst in die MeX Software importiert. Dies lief über die Funktion *Stereo Creator*, der durch den rechten Mausklick auf den Ordner „Projekt“ zu erreichen war. Die Funktion *Stereo Creator* öffnet ein Menüfenster, in welchem das 6° REM-Bild (linke Seite) und 0° REM-Bild (rechte Seite) zu laden waren, den Kippwinkel von 6° anzugeben und das globale Offset automatisch zu bestimmen waren.

Nach Eingabe dieser Daten hat die Software MeX das digitale 3D-Modell (DOM) erstellt und auf ihrer Datenbank gespeichert. Erst jetzt konnten die Oberflächenparameter errechnet werden. Dazu wurde wie folgt vorgegangen:

1. Entsprechende DOM-Datei öffnen
2. Flächenanalyse starten
3. Referenzebene adjustieren durch Klicken der Funktion *robust*
4. Messfläche eingeben 200 x 100 μm^2 und/oder 50 x 50 μm^2
5. Rauigkeitsfilter einstellen: 50 μm und 5 μm

6. Oberflächenparameter markieren und mit rechtem Mausklick speichern

Alle verwendeten Parameterwerte sind als jeweils 3 einzelne Textdateien im txt-Format gespeichert worden. Eine Software (MEX_MWT_Converter), die in der Abteilung Sektion Medizinische Werkstoffkunde und Technologie der Universität Tübingen entwickelt wurde, konnte die einzeln gespeicherten Textdateien mit den Parameterwerten zusammenfügen und in einer Excel-Tabelle anordnen. Die Statistiksoftware JMP® (SAS Institute Inc., Cary, NC USA, 1989-95; Version 11.0.0) konnte die Excel-Tabelle importieren und die vergleichende statistische Analyse übernehmen.

2.4 Untersuchung

Der Schwerpunkt dieser Studie liegt in der quantitativen Untersuchung (statistischen Parametervergleich) von Anatas-beschichteten und anatasfreien mikrostrukturierten Titanproben. Daneben soll auch ein Vergleich aufgenommener REM-Bilder nanokristallines Anatas qualitativ erfassen.

Demnach wird die Untersuchung in 2 Abschnitten durchgeführt:

2.4.1 Qualitativer Vergleich zwischen Anatas-beschichteten und anatasfreien Oberflächen

Der erste Teil vergleicht die Oberflächentopografie der REM Bilder, mit dem Zweck Anatasstrukturen auf modifizierten Titanoberflächen visuell zu erfassen und zu charakterisieren. Die REM-Aufnahme eines modifizierten Titanplättchens (SLA, SL und A) wird der REM-Aufnahme eines modifikationsgleichen Titanplättchens mit Anatas-Beschichtung vergleichend gegenübergestellt, um Unterschiede von Oberflächenstrukturierungen zu beschreiben. Die Gegenüberstellungen sollen in den Vergrößerungen 650x, 3000x und 5000x erfolgen.

2.4.2 Quantitativer Vergleich zwischen Anatas-beschichteten und anatasfreien Oberflächen

Der zweite Teil befasst sich mit dem statistischen Vergleich der ermittelten Parametermittelwerte zwischen modifikationsgleichen Oberflächen mit Anatas und ohne Anatas. Untersucht werden hier statistisch signifikante Unterschiede bei einem Signifikanzniveau kleiner als 5% ($p < 0,05$).

Insgesamt werden in dieser Studie 18 Titanplättchen (Proben) zur statistischen Auswertung herangezogen. Somit wird jede der 3 Oberflächen (SLA, SL und A) mit jeweils 6 Proben untersucht (3 Proben mit Anatas-Beschichtung und 3 anatasfreie Proben). Es werden für jede Messstelle auf der Probe zwei REM-Bilder (bei 0° und 6° euzentrischer Kippung) in den beiden Vergrößerungen 650x und 3000x aufgenommen und gespeichert. Um eine statistisch repräsentative Anzahl n an Messungen zu bekommen, hat jede untersuchte Probe 5 verschiedene Messstellen (Abb. 16). Damit hat jede Oberflächenmodifikation (SLA, SL oder A) bei 650x und 3000x Vergrößerung jeweils $n = 30$ Messungen, von denen 15 auf Anatasproben und 15 auf anatasfreien Proben fallen.

Die Einstellung der Messfläche und Filtergrößen werden dann bei der Flächenanalyse in der Software MeX am digitalen 3D-Oberflächenmodell (DOM) vorgenommen, welches zur Berechnung der 18 Rauigkeitsparameter dient: Bei 650x Vergrößerung sind zwei Messflächen ($200 \times 100 \mu\text{m}^2$ und $50 \times 50 \mu\text{m}^2$), bei 3000x Vergrößerung lediglich die kleinere Messfläche ($50 \times 50 \mu\text{m}^2$) anwendbar. Jede Messfläche wiederum wurde mit 2 unterschiedlichen Filtergrößen ($50 \mu\text{m}$, $5 \mu\text{m}$) untersucht (Abb. 17).

Filtergröße und Aufnahmevergrößerung sind in dieser Untersuchung zwei Variable, deren Veränderung eventuelle quantitative Unterschiede von Parameterwerten zwischen modifikationsgleichen Oberflächen mit Anatas und ohne Anatas im Submikronbereich erfassen könnte. Zwecks Vergleichbarkeit der Rauigkeitswerte unter identischen Messbedingungen sind die Rauigkeitsmessungen in 4 Versuchsreihen (VR I bis IV) durchgeführt. Jede Versuchsreihe unterscheidet sich durch Veränderung einer Variablen Filtergröße *oder* Vergrößerung (Veränderung in der folgenden Auflistung fett hervorgehoben):

	<u>Vergrößerung</u>	<u>Messfläche</u>	<u>Filtergröße</u>
VR I	650x	200x100 μm^2 ,	50 μm
VR II	650x	200x100 μm^2 ,	5 μm
VR III	650x	50x50 μm^2	5 μm
VR IV	3000x	50x50 μm^2	5 μm

Abb. 17: Versuchsreihen (VR) I bis IV mit ihren Messbedingungen

Der statistische Vergleich der Parameterwerte zwischen den modifikationsgleichen Prüfkörpern mit Anatas und ohne Anatas erfolgt innerhalb einer Versuchsreihe, d.h. ein Rauigkeitsparameter einer Oberflächenmodifikation (z.B. SLA) mit Anatas bzw. ohne Anatas (z.B. Sa mit An bzw. Sa ohne An) wird jeweils bei 50 μm Filtergröße (Versuchsreihe I), bei 5 μm Filtergröße (Versuchsreihe II) wie auch bei 650x (Versuchsreihe III) und bei 3000x (Versuchsreihe IV) statistisch verglichen (Abb. 18).

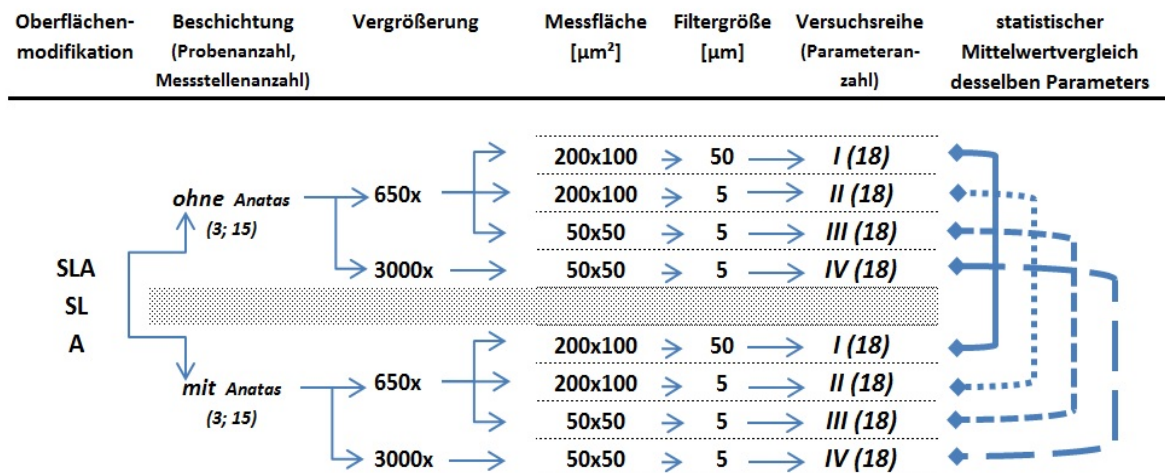


Abb. 18: Skizzenhafte Beschreibung zur Durchführung des qualitativen Vergleichs

2.5 Statistik

Der quantitative Vergleich zwischen den Anatas-beschichteten und anatasfreien Oberflächen untersucht die Parameterrmittelwerte auf statistische Signifikanzen.

Die statistische Auswertung der gewonnenen Parameterwerte erfolgt mittels der Statistiksoftware JMP[®] (SAS Institute Inc., Cary, NC, USA, 1989-95; Version 11). In der Studie dienen für die statistische Beschreibung des Mittelwertvergleichs die allgemein üblichen Kenngrößen wie die Quartile, Mediane, Mittelwerte und Standardabweichungen sowie die one-way ANOVA und den Mittelwerten gehörenden 95% Konfidenzintervalle und Tukey-Kramer-HSD post hoc Test.

Grafisch werden die Kenngrößen in Box- und Whisker-Plots dargestellt (Abb. 19). Der rechteckige Box-Plot markiert den Bereich, in dem 50% der mittleren Daten liegen. Im Detail gibt die Box das untere und obere Quartil, den Median, den Mittelwert und sein 95% Konfidenzintervall an. Die Fühler an der Box („Whisker“) sind *maximal* 1,5-mal so lang wie der Interquartilabstand der Box ($1,5 \times \text{IQR}$), erreichen aber niemals exakt diese Länge, sondern enden innerhalb der Daten. Ausreißer sind möglich und werden nach Tukey als mild (zwischen $1,5 \times \text{IQR}$ und $3 \times \text{IQR}$) oder extrem (mehr als $3 \times \text{IQR}$) eingestuft [67].

Die Signifikanz zweier Gruppen (hier: Anatas-beschichtete und anatasfreie Oberflächen) wird mit dem Tukey-Kramer-HSD post-hoc-Test (honestly significant difference) bei einem Signifikanzniveau von $p < 0,05$ grafisch aufgezeigt. Er schließt sich der ANOVA-Varianzanalyse an. Grafisch lässt sich der Tukey-Kramer-Test mit zwei Ringen darstellen. Der Abstand oder die Überlappung dieser Ringe zeigen an, wie groß die Mittelwert-Differenzen zwischen den beiden Vergleichsgruppen sind. Die Box-Plots der Studie sind wie in Abb. 19 aufgebaut und im Anhang für alle errechneten Rauigkeitsparameter einzusehen:

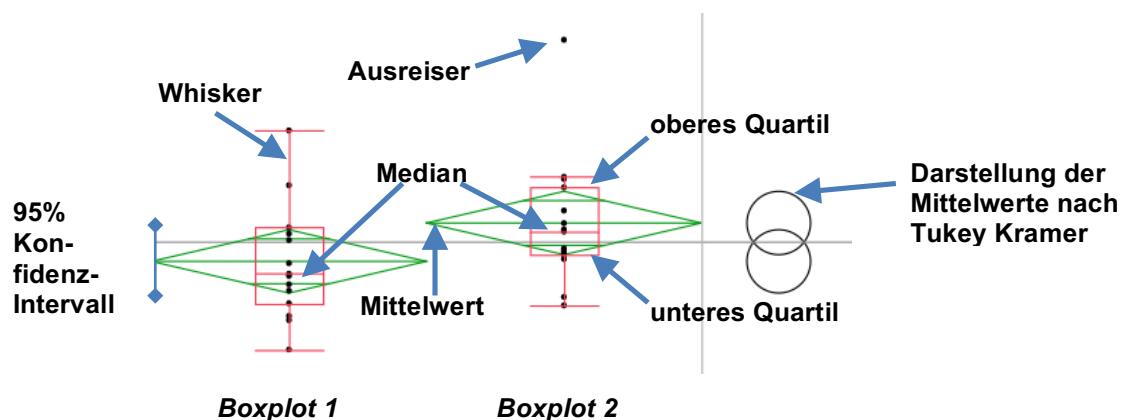


Abb. 19: Darstellung eines Box- und Whiskers Plots mit Tukey-Kramer HSD-post hoc Test

3 Ergebnisse

3.1 Qualitativer Vergleich zwischen Anatas-beschichteten und anatasfreien Oberflächen

3.1.1 Vergleich: SLA-Oberfläche *ohne* und *mit* Anatas

Bei 650x Vergrößerung:

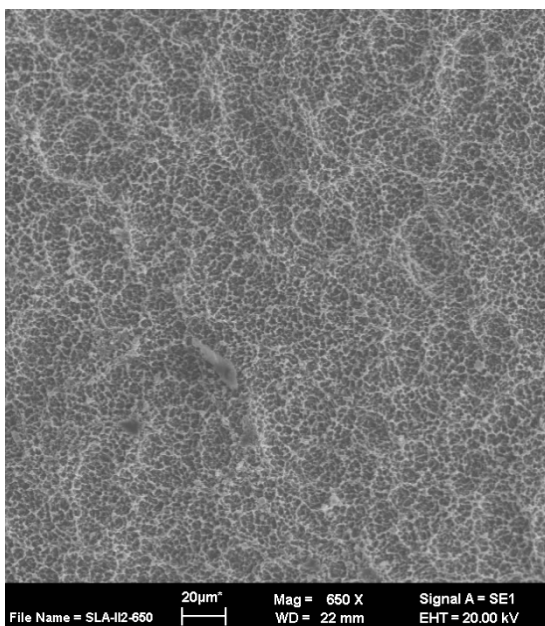


Abb. 20: REM-Aufnahme einer SLA-Oberfläche ohne Anatas bei 650x

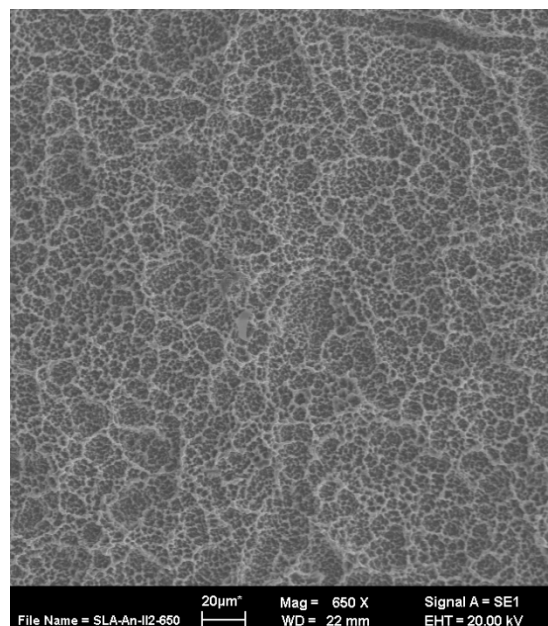


Abb. 21: REM-Aufnahme einer SLA-Oberfläche mit Anatas bei 650x

In Abb. 20 ist das typische Muster einer SLA-Oberfläche zu erkennen. Es zeigt relativ gleichmäßig verteilte, wabenähnliche Mikroätzporen mit vereinzelt verteilten großen Kulen. Die großen Kulen werden durch die grobe Sandstrahlung hervorgerufen. Die darauffolgende thermische Ätzung gleicht das sehr grobe Sandstrahlrelief aus und erzeugt die Mikroporen.

Abb. 21 zeigt das Oberflächenmuster einer SLA-Oberfläche nach Anatas-Beschichtung. Hier ist das typische wabenähnliche Muster der SLA-Oberfläche ebenso zu erkennen, allerdings durch einen stärkeren schwarz/weiß Kontrast viel

deutlicher als in Abb. 20. Die „Kämme“ der größeren und kleineren Ätzporen lassen sich auf der Anatas-beschichteten Oberfläche heller und dicker darstellen.

Bei 3000x Vergrößerung:

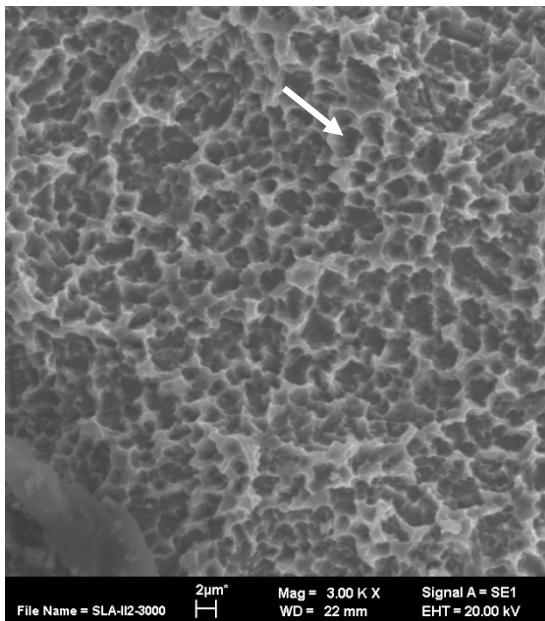


Abb. 22: REM-Aufnahme einer SLA-Oberfläche ohne Anatas bei 3000x

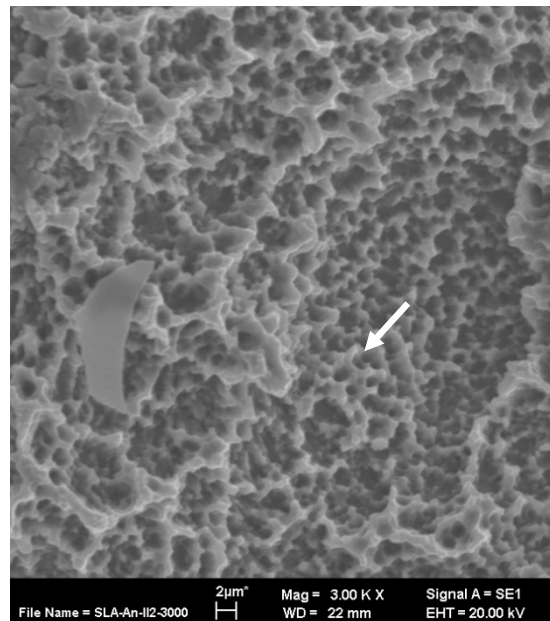


Abb. 23: REM-Aufnahme einer SLA-Oberfläche mit Anatas bei 3000x

Bei 3000x Vergrößerung sind die Ätzporen (Pfeil in Abb. 22) besser als bei 650x Vergrößerung zu erkennen. Während aber in Abb. 22 die „Kämme“ der Poren der anatasfreien SLA-Oberfläche eher spitze Formen haben, sind diese bei der Anatas-beschichteten SLA-Oberfläche heller, massiger und v.a. abgerundeter (Pfeil in Abb. 23). Kleinere runde, verzweigte Ausstülpungen auf ihren „Kämmen“ scheinen hinzugekommen zu sein. Außerdem hat es den Eindruck, dass die Oberfläche mit Anatas durch die Verdickung mehr „Oberfläche“ besitzt.

In Abb. 22 sind die beiden für SLA typischen Oberflächenmuster zu sehen: einerseits die Ätzporen, die etwa etwa einen Durchmesser von 1 - 2 µm haben und andererseits eine große Kule (im Bild vermutlich angeschnitten), welche in etwa einen Durchmesser von 30 µm bis 50 µm hat.

Bemerkenswert ist, dass nach Anatas-Beschichtung mit 500-700 μm Schichtdicke das typische SLA-Oberflächenmuster (Abb. 23) noch gut zu erkennen ist.

Bei 5000x Vergrößerung:

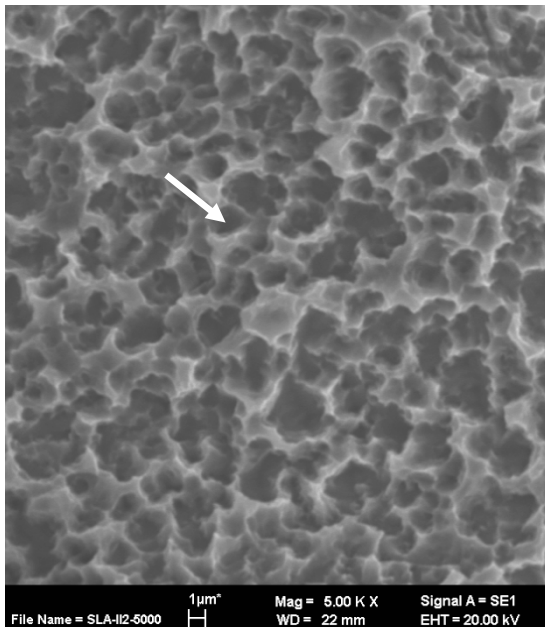


Abb. 24: REM-Aufnahme einer SLA-Oberfläche ohne Anatas bei 5000x

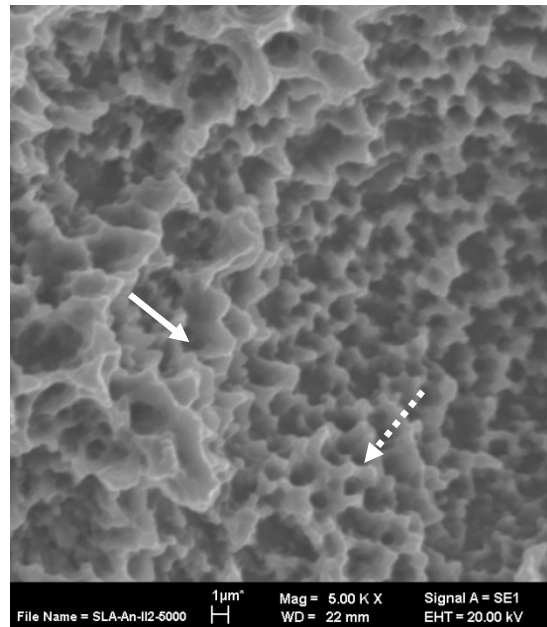


Abb. 25: REM-Aufnahme einer SLA-Oberfläche mit Anatas bei 5000x

Bei 5000x Vergrößerung sind Mikroätzporen (Pfeile in Abb. 24 und Abb. 25) auf beiden Oberflächen noch deutlicher zu sehen. Aber vor allem die Veränderungen durch Anatas, die schon bei 3000x Vergrößerung beschrieben wurden, stellt der Bildervergleich in dieser Vergrößerungsaufnahme deutlicher dar: Die Oberfläche mit Anatas (Abb. 25) hat im Vergleich zu der anatasfreien SLA-Oberfläche (Abb. 24) massigere und abgerundete „Kämme“ mit verzweigten Ausstülpungen (gestrichelter Pfeil in Abb. 25). Allerdings scheint hier der Boden der einzelnen Ätzporen selber in Abb. 25 durch Anatas nicht verändert zu sein.

3.1.2 Bildvergleich: SL-Oberfläche *ohne* und *mit* Anatas

Bei 650x Vergrößerung:

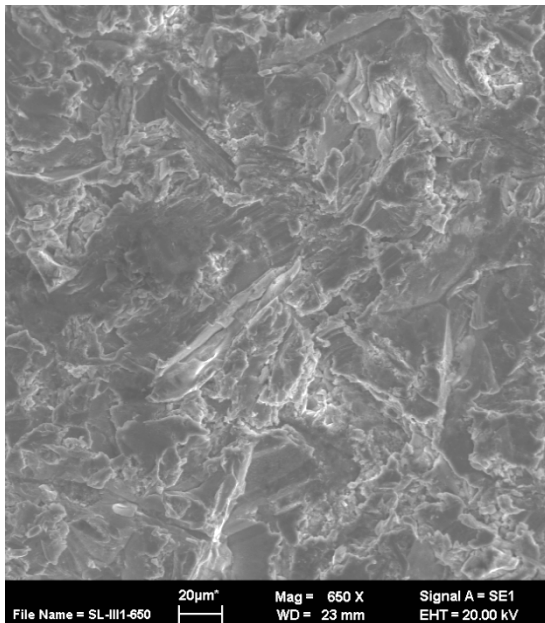


Abb. 26: REM-Aufnahme einer SL-Oberfläche ohne Anatas bei 650x

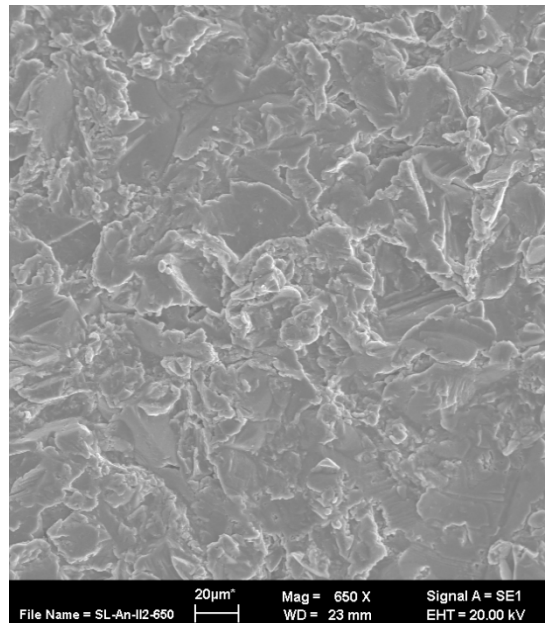


Abb. 27: REM-Aufnahme einer SL-Oberfläche mit Anatas bei 650x

In Abb. 26 ist das typische Bild einer grob sandgestrahlten SL-Oberfläche bei 650x Vergrößerung zu sehen. Sie unterscheidet sich von einer SLA-Oberfläche deutlich. So sind Mikroporen überhaupt nicht vorhanden. Das Muster ist ziemlich inhomogen und hat gebrochene, grobe Oberflächenstrukturen. Demgegenüber zeigt das Pendant mit Anatas-Beschichtung (Abb. 27) bei dieser Vergrößerung keine visuellen Unterschiede in der Oberflächenbeschaffenheit.

Bei 3000x Vergrößerung:

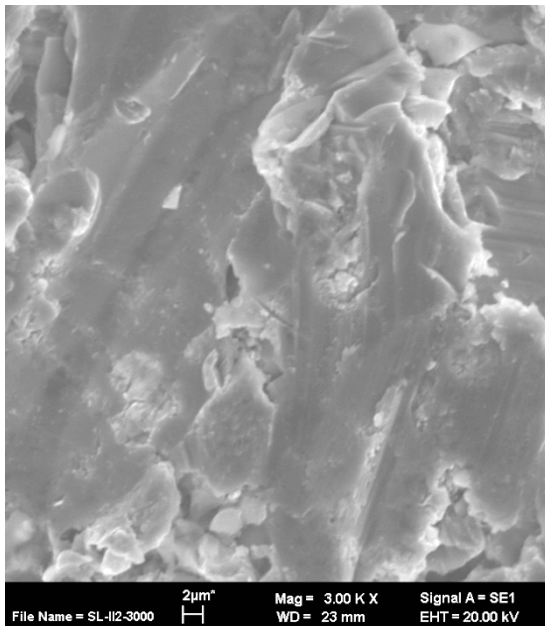


Abb. 28: REM-Aufnahme einer SL-Oberfläche ohne Anatas bei 3000x

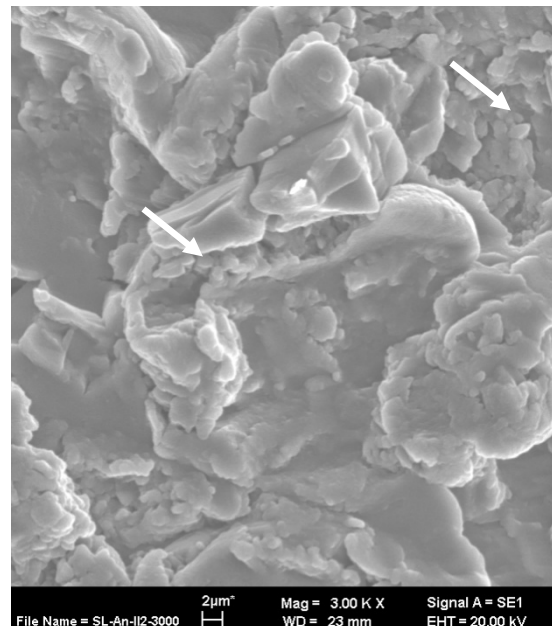


Abb. 29: REM-Aufnahme einer SL-Oberfläche mit Anatas bei 3000x

Bei 3000x Vergrößerung können zwischen beiden Oberflächen gewisse Unterschiede gesehen werden. Abb. 28 zeigt die sandgestrahlte Oberfläche ohne Anatas. Sie ähnelt mit ihren Vorsprüngen und Rissen in ihrem Muster dem der Oberfläche eines kahlen Felsabhanges. Die Anatas-beschichtete Oberfläche (Abb. 29) hat im Prinzip dasselbe Muster. Allerdings sind häufiger kleine, knospenartige Aufsätze auf der gesamten Oberfläche, vor allem vermehrt in den Vertiefungen zu erkennen (Pfeile in Abb. 29). Weiterhin scheinen die Umrisse der „Felsvorsprünge“ nicht so zackenhaft und spitzig zu sein wie bei der anatasfreien Oberfläche.

Bei 5000x Vergrößerung:

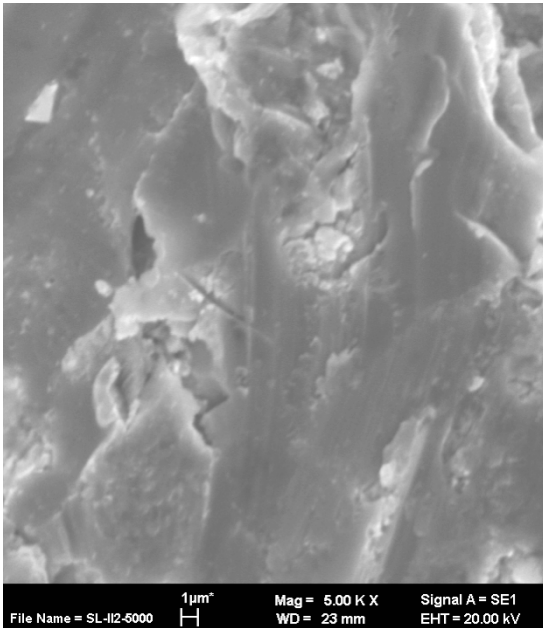


Abb. 30: REM-Aufnahme einer SL-Oberfläche ohne Anatase bei 5000x

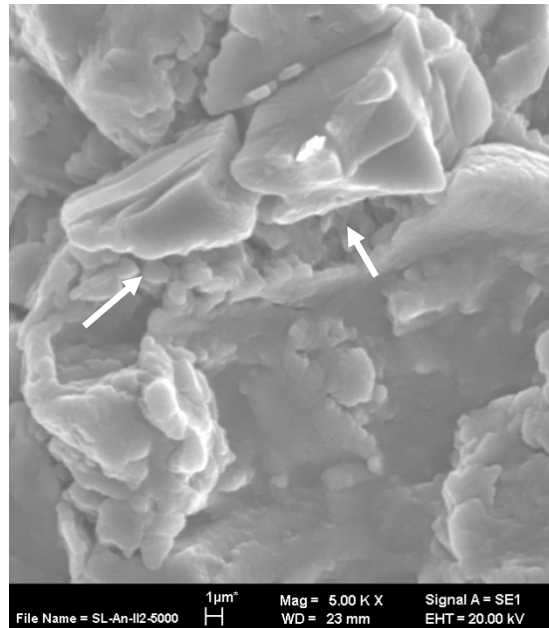


Abb. 31: REM-Aufnahme einer SL-Oberfläche mit Anatase bei 5000x

Die 5000x Vergrößerung verdeutlicht die bei der 3000-fachen Vergrößerung beschriebene Charakteristik beider Oberflächen noch besser: Vor allem die knospenartigen Aufsätze auf der Oberfläche finden sich ausschließlich auf der Oberfläche mit Anatase (Pfeile in Abb. 31) in den Vertiefungen bzw. Schluchten, wohingegen bei der anatasfreien Oberfläche (Abb. 30) dies nicht zu sehen ist.

3.1.3 Bildvergleich: A-Oberflächen *ohne* und *mit* Anatas

Bei 650x Vergrößerung:

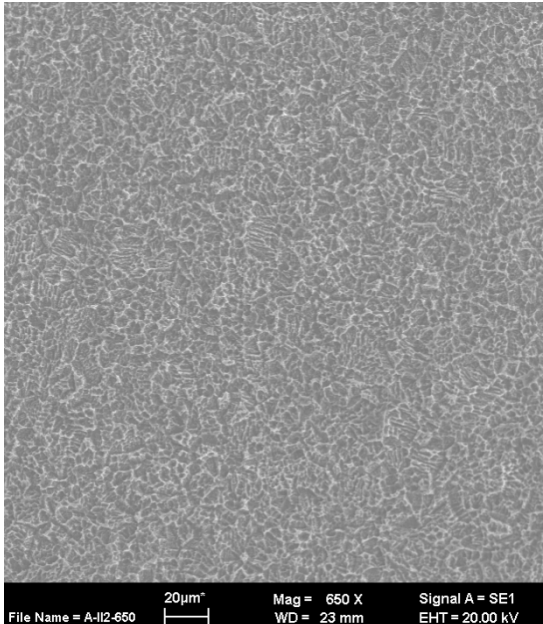


Abb. 32: REM-Aufnahme einer A-Oberfläche ohne Anatas bei 650x

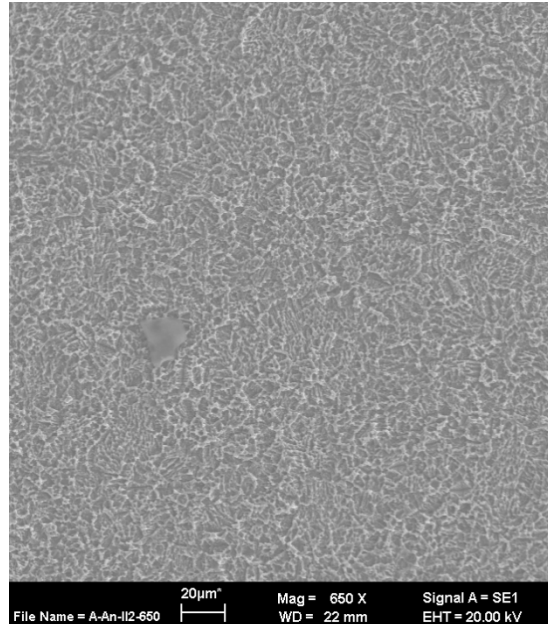


Abb. 33: REM-Aufnahme einer A-Oberfläche mit Anatas bei 650x

Abb. 32 zeigt das typische Bild einer Titanoberfläche nach thermischer Ätzung bei 650x Vergrößerung. Es lässt die Ätzporen erkennen, ähnlich wie sie auf SLA-Oberflächen zu finden sind. Das Ätzmuster ist eher homogen verteilt und flach. Unterschiede zur Anatas-beschichteten Oberfläche (Abb. 33) sind bei dieser Vergrößerung nicht zu sehen. Es scheint, als seien beide Oberflächen in ihrem Muster identisch.

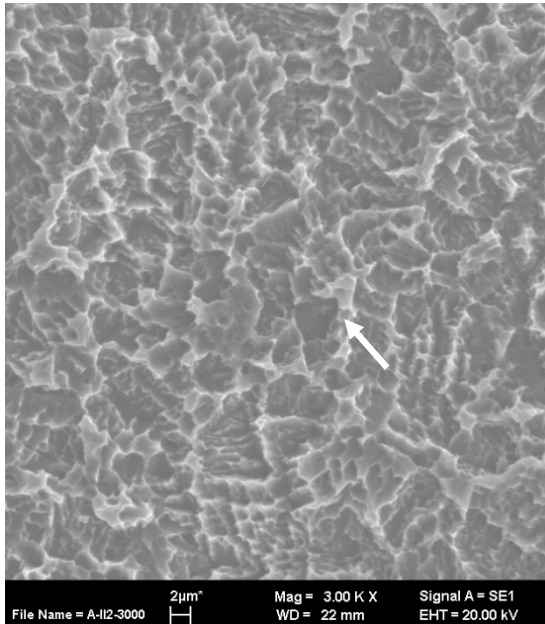
Bei 3000x Vergrößerung:

Abb. 34: REM-Aufnahme einer A-Oberfläche ohne Anatas bei 3000x

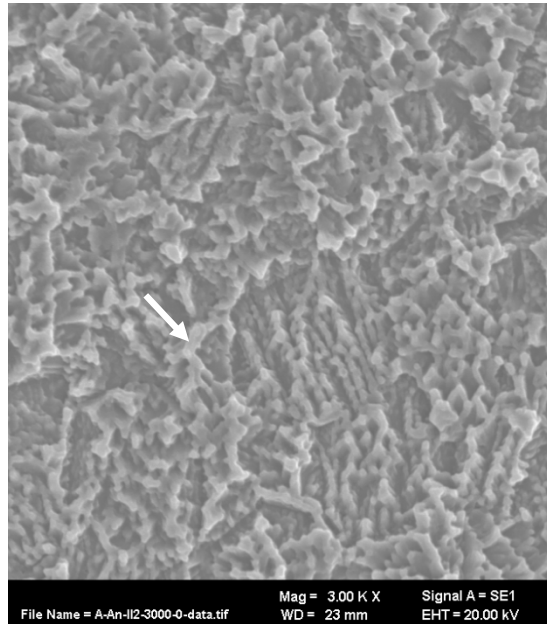


Abb. 35: REM-Aufnahme einer A-Oberfläche mit Anatas bei 3000x

Bei 3000x Vergrößerungen sind in Abb. 34 die Ätzporen relativ deutlich erkennbar. Im Vergleich zu den Mikroätzporen der SLA-Oberfläche (Abb. 24) haben die Poren zumeist eine trichterartige Form und laufen dünn und spitz aus. Von oben betrachtet ähnelt das Muster der A-Oberfläche ohne Anatas dem von auf einem weichen Untergrund zerberstenden Wassertropfen (Pfeil in Abb. 34).

Demgegenüber sind bei der Anatas-beschichteten A-Oberfläche (Abb. 35) die Ränder der Ätzporen ähnlich verändert wie die Ätzporen bei SLA-Oberfläche mit Anatas (Abb. 25), nämlich in Form von massigeren und abgerundeten, teils kolbenartig verdickten Rändern (Pfeil in Abb. 35). Allerdings hat es den Eindruck, dass die Verdickungen auf A-Oberflächen stärker als bei SLA mit Anatas sind, sodass die Trichterform der Ätzporen -wie in Abb. 35 zu sehen ist- hier kaum wiederzuerkennen ist. Es scheint, als seien die Poren an ihren Abhängen mehr „beladen“ und in ihrer horizontalen Ausdehnung zusammengewachsen als bei SLA mit Anatas.

Bei 5000x Vergrößerung:

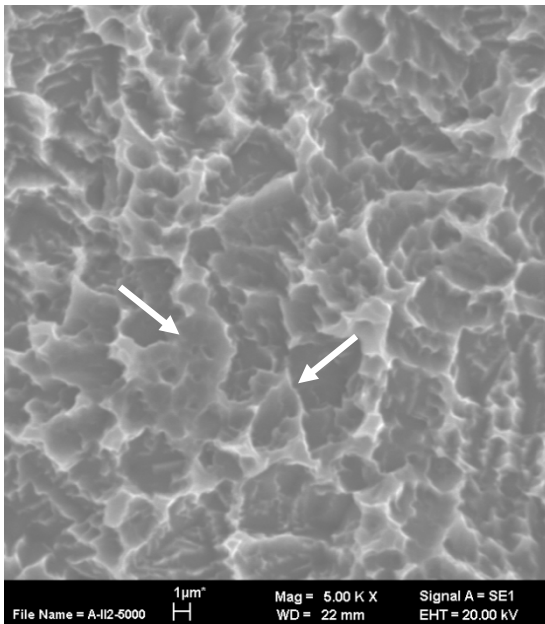


Abb. 36: REM-Aufnahme einer A-Oberfläche ohne Anatase bei 5000x

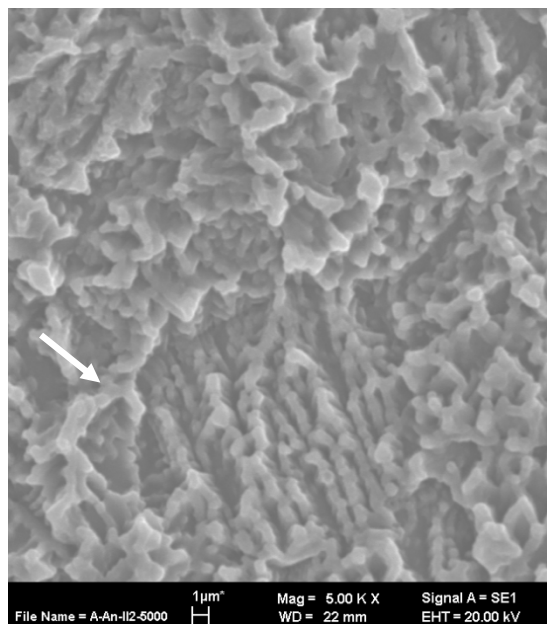


Abb. 37: REM-Aufnahme einer A-Oberfläche mit Anatase bei 5000x

Bei 5000x Vergrößerung sind die trichterförmigen Poren und die Ränder und Abhänge auf der A-Oberfläche ohne Anatase (Pfeile in Abb. 36), die bei 3000x Vergrößerung sichtbar sind (Abb. 37), nun sehr gut zu sehen.

Ebenso sind die Anatase-bedingten Veränderungen (Abb. 37), die schon bei 3000x Vergrößerung gesehen werden, besser zu sehen.

Vor allem die stärker verdickten Ränder der Ätzporen der A-Oberfläche mit Anatase sind hier deutlicher dargestellt (Pfeil in Abb. 37).

3.1.4 Zusammenfassung der qualitativen Resultate

Strukturelle Oberflächenveränderungen, die auf eine Anatas-Beschichtung zurückzuführen sind, lassen sich auf allen 3 Oberflächenmodifikationen SLA, SL und A in den höheren Vergrößerungen bei 3000x und besser noch bei 5000x gut erkennen. Diese strukturellen, morphologischen Veränderungen lassen sich auf den Aufnahmen dieser Studie deutlich an den Kanten und Spitzen als abgerundete Verdickungen (SLA und A) oder kleine, runde Konglomerate (SL) beschreiben. In diesen Vergrößerungen lässt sich allerdings nicht sagen, ob und welche nanostrukturellen Oberflächenveränderungen durch die Anatas-Beschichtung im Detail vorliegen.

Gemeinsam ist allen Anatas-beschichteten Oberflächenmodifikationen, dass das ursprüngliche, unbeschichtete Oberflächenmuster von SLA, SL und A nicht wesentlich verstellt wird und auch weitgehend nach Anatas-Beschichtung wieder zu erkennen ist. Allerdings unterscheiden sich die einzelnen Oberflächenmodifikationen darin, an welchen Stellen und wie deutlich diese morphologischen Veränderungen zur Geltung kommen:

- Am deutlichsten sind die Anatas-bedingten Oberflächenveränderungen an den Ätzporen der SLA- bzw. A-Oberflächen zu erkennen. Ihre ehemals spitzen und scharfen Ränder und Kämme zeigen abgerundete Verdickungen und teilweise kleine, kolbenartige und runde Ausstülpungen. Die Ätzporen auf A-Oberflächen haben nach Beschichtung mit Anatas stärker verdickte Abhänge als jene Ätzporen der SLA-Oberflächen.
- Die SL-Oberfläche zeigt dagegen die Anatas-bedingten Oberflächenveränderungen nicht an Rändern und Kanten, sondern fast nur in den zerklüfteten Vertiefungen, dann in Form von kleinen, runden Konglomeraten bzw. Ausstülpungen. An den schroffen, glatten Oberflächen jedoch sind diese kaum anzutreffen bzw. nicht zu erkennen.

3.2 Quantitativer Vergleich zwischen Anatas-beschichteten und anatasfreien Oberflächen

In Tab. 2 bis Tab. 13 sind die 18 Parameter und ihre statistischen Daten innerhalb der Versuchsreihe I bis IV gelistet. Für jeden Rauigkeitsparameter werden innerhalb derselben Oberflächenmodifikation (SLA, SL oder A) die Mittelwerte (MW) von Oberflächen mit Anatas (*mit An*) mit den Mittelwerten der anatasfreien Oberflächen (*ohne An*) auf ihre statistische Signifikanz verglichen. Mittelwerte, die unterschiedliche Buchstaben (A und B) haben, sind statistisch signifikant für $p = 0,05$. Entsprechend gilt bei gleichem Buchstabe (A und A) keine Signifikanz der Mittelwerte. Die Tabelle gibt ferner Auskunft über Standardabweichung (SD) und obere und untere Grenzen des 95 % Konfidenzintervalls (KI).

Die Boxplots der statistischen Daten sind im Anhang zu finden.

3.2.1 Parametervergleich: SLA *ohne* und *mit* Anatas

Vergleich SLA und SLA-An innerhalb Versuchsreihe I:

(Vergrößerung: 650x; Messfläche: 200x100 μm^2 ; Filtergröße $\lambda=50 \mu\text{m}$)

In Tab. 2 zeigen insgesamt 11 von 18 Parametern statistisch signifikante Unterschiede zwischen Oberflächen mit Anatas-Beschichtung (*mit An*) bzw. ohne Anatas-Beschichtung (*ohne An*). Diese 11 Parameter verteilen sich auf alle 5 Hauptgruppen der Rauigkeitsparameter.

Unter den **Höhenparametern** haben **Sa** und **Sq** statistisch signifikant unterschiedliche Werte zwischen SLA-Oberflächen mit Anatas und ohne Anatas. Die Werte mit Anatas-Beschichtung (*mit An*) sind hierbei stets größer als die ohne Anatas-Beschichtung (*ohne An*):

Sa mit An (1,67 μm) ist *um 0,39 μm größer* als Sa ohne An (1,28 μm);

Sq mit An (2,10 μm) ist *um 0,48 μm größer* als Sq ohne An (1,62 μm);

Die Höhenparameter Ssk und Sku weisen keine Signifikanzen auf.

Der **Abstandsparameter Sal** unterscheidet sich statistisch signifikant zwischen Sal mit An (8,12 μm) und Sal ohne An (8,71 μm). Interessanterweise ist hier der

Wert der Anatasprobe *kleiner* als sein der Wert der anatasfreien Probe. Der Unterschied beträgt hier $-0,59 \mu\text{m}$.

Beide **Hybridparameter** (**Sdq**; **Sdr**) zeigen zwischen den Werten mit Anatas bzw. ohne Anatas statistische Signifikanzen. Der MW der Anatasprobe liegt höher als der MW der anatasfreien Probe.

Sdq mit An ($0,98 \mu\text{m}$) ist um $0,16 \mu\text{m}$ größer als ohne An ($0,82 \mu\text{m}$); ebenso ist Sdr mit An ($42,30 \%$) um größer $11,41 \%$ größer als ohne An.

Bei den **Funktionsparametern** unterscheiden sich **Sk** und **Spk** statistisch signifikant zwischen ihren Werten mit Anatas bzw. ohne Anatas. Die Mittelwerte mit Anatas sind hierbei höher als die ohne Anatas:

Sk mit An ($5,38 \mu\text{m}$) ist um $1,17 \mu\text{m}$ größer als ohne An ($4,11 \mu\text{m}$) gleichermaßen ist Spk mit An ($2,07 \mu\text{m}$) um $0,54 \mu\text{m}$ größer als ohne An ($1,53 \mu\text{m}$).

Svk, Smr1 sowie Smr2 haben zwar höhere Werte bei Anatas-Beschichtung, lassen aber keine Signifikanzen erkennen.

Die **Volumenparameter** **Vmp**, **Vmc**, **Vvc** und **Vvv** haben bei ihren Werten zwischen Anatas und Nicht-Anatas statistisch signifikant Unterschiede. Auch hier ist zu sehen, dass Werte mit Anatas größer sind als ohne Anatas:

Vmp mit An ($0,10 \text{ ml/m}^2$) ist um $0,02 \text{ ml/m}^2$ größer als ohne An ($0,02 \text{ ml/m}^2$);

Vmc mit An ($1,89 \text{ ml/m}^2$) ist um $0,46 \text{ ml/m}^2$ größer als ohne An ($1,43 \text{ ml/m}^2$);

Vvc mit An ($2,59 \text{ ml/m}^2$) ist um $0,65 \text{ ml/m}^2$ größer als ohne An ($1,94 \text{ ml/m}^2$) und

Vvv mit An ($0,23 \text{ ml/m}^2$) ist um $0,04 \text{ ml/m}^2$ größer als ohne An ($0,19 \text{ ml/m}^2$).

Das Verhältnis des Vvv-Parameters zum Vmc-Paramater zeigt keine Signifikanz, sein Wert mit Anatas ($1,37$) ist um $0,01$ höher als ohne Anatas ($1,36$).

Vergleich von SLA und SLA-An innerhalb Versuchsreihe II:

(Vergrößerung: $650\times$; Messfläche: $200\times 100 \mu\text{m}^2$; Filtergröße $\lambda = 5 \mu\text{m}$)

In Tab. 3 zeigen 13 von 18 Parametern statistisch signifikante Unterschiede zwischen SLA mit Anatas-Beschichtung (*mit An*) und SLA ohne Anatas-Beschich-

tung (*ohne* An). Bis auf die Hybridparameter sind die Parameter mit den statistischen Signifikanzen in allen anderen Hauptgruppen vertreten. Generell sind die Werte der Anatasproben (mit Ausnahme des Höhenparameters Sku, des Volumenparameters Vmp bzw. Vvv) jeweils größer als die der anatasfreien Oberflächen, wenn gleich aber ihre Werte analog zu den Parameterwerten in VB I bei Filtergröße 50 μm um einen Bruchteil kleiner sind: So hier hat beispielsweise Sa (mit Anatas) einen Mittelwert von 0,22 μm , Sa (mit Anatas) bei einer 10-mal so großen Filtergröße ($\lambda=50 \mu\text{m}$) einen Mittelwert von 1,67 μm .

Statistisch signifikant unterschiedliche Werte zwischen Anatasproben und anatasfreien Proben haben folgende **Höhenparameter: Sa, Sq** und **Ssk**. Ihre jeweiligen Werte mit Anatas sind stets höher als die ohne Anatas. Im Einzelnen heißt das:

Sa mit An (0,22 μm) ist *um 0,03 μm größer* als Sa ohne An (0,19 μm);

Sq mit An (0,29 μm) ist *um 0,04 μm größer* als Sq ohne An (0,25 μm);

Ssk mit An (0,39) ist *um 0,15 größer* als Ssk ohne An (0,24)

Sku ist der einzige Höhenparameter, dessen Werte für Anatas bzw. Nicht-Anatas sowohl keine statistische Signifikanz aufweist und zudem der Wert für Anatas (4,66) kleiner ist als der Wert ohne Anatas (4,79).

Die Mittelwerte des **Abstandsparameters Sal** mit An bzw. ohne An unterscheiden sich statistisch signifikant voneinander. Anders als bei $\lambda=50 \mu\text{m}$ ist der Sal-Mittelwert bei $\lambda=5 \mu\text{m}$ für Anatas (1,31 μm) höher als sein Pendant ohne Anatas (1,14 μm). Die Differenz beträgt 0,17 μm .

Die Mittelwerte des **Hybridparameters Sdr** (17,80 % bzw. 15,93 %) haben einen statistisch signifikanten Unterschied von 2,47 %. Der andere untersuchte Hybridparameter Sdq hingegen hat einen höheren MW für die Anatasproben, ist aber zum Wert der anatasfreie Proben nicht signifikant unterschiedlich. Demgegenüber sind beide Hybridparameter bei $\lambda=50 \mu\text{m}$ (s.o.) signifikant.

Die **Funktionsparameter Sk, Spk Smr1** und **Smr2** zeigen zwischen ihren Anatas bzw. Nicht-Anatas Werten Unterschiede im statistisch signifikanten Bereich.

Anders als bei Filtergröße 50 μm haben die beiden zuletzt erwähnten Funktionsparameter Smr1 und Smr2 bei der Filtergröße 5 μm allerdings statistisch signifikante Unterschiede. Auch hier sind alle Mittelwerte mit Anatas größer als die ohne Anatas:

Sk mit An (0,64 μm) ist *um 0,09 μm größer* als Sk ohne An (0,55 μm);

Spk mit An (0,40 μm) ist *um 0,06 μm größer* als Spk ohne An (0,34 μm);

Smr1 mit An (12,91 %) ist *um 0,56 % größer* als Smr1 ohne An (12,35 %) und

Smr2 mit An (89,91 %) ist *um 0,02 % größer* als Smr2 ohne An (88,89 %).

Für Svk gilt analog zur Filtergröße 50 μm : Der Mittelwert der Anatasproben (0,30 μm) ist zwar höher als der Mittelwert ohne A (0,29 μm), jedoch unterscheiden sich beide nicht signifikant.

Die **Volumenparameter Vmp, Vmc, Vvc** und **Vvv/Vmc** weichen bei ihren Werten zwischen Anatas und Nicht-Anatas signifikant ab. Auch hier ist zu sehen, dass Mittelwerte mit Anatas größer sind als ohne Anatas, mit Ausnahme von Vmp und Vvv:

Vmp mit An (0,02 ml/m²) ist *genauso groß* wie Vmp ohne An (0,02 ml/m²);

Vmc mit An (0,23 ml/m²) ist *um 0,03 ml/m² größer* als Vmc ohne An (0,20 ml/m²);

Vvc mit An (0,35 ml/m²) ist *um 0,06 ml/m² größer* als Vvc ohne An (1,94 ml/m²)

und das Verhältnis Vvv/Vmc mit Anatas (1,50) ist *um 0,05 größer* als Vvv/Vmc ohne Anatas (1,45).

Im Vergleich zu seinem Pendant bei Filtergröße 50 μm liegt hier beim Verhältnis von Vvv zu Vmc ein statistisch signifikanter Unterschied vor. Vvv hingegen ist im Gegensatz zum Mittelwert bei 50 μm -Filter nicht signifikant unterschiedlich.

Vergleich SLA und SLA-An innerhalb Versuchsreihe III:

(Vergrößerung 650x; Messfläche 50x50 μm^2 ; Filtergröße $\lambda=5 \mu\text{m}$)

In Tab. 4 zeigen insgesamt 13 von 21 Parametern statistisch signifikante Unterschiede zwischen Anatas-Beschichtung (*mit An*) und ohne Anatas-Beschichtung (*ohne An*). Diese 13 Parameter verteilen sich auf alle 5 Hauptgruppen. Alle Mittelwerte mit Anatas (*mit An*) sind größer als die ohne Anatas (*ohne An*).

Unter den **Höhenparametern** haben **Sa**, **Sq** und **Sz** statistisch signifikant unterschiedliche Werte zwischen Anatas-beschichteten und anatasfreien SLA-Oberfläche. Die Mittelwerte mit Anatas-Beschichtung (*mit An*) sind hierbei stets größer als die ohne Anatas-Beschichtung (*ohne An*):

Sa mit An (0,23 μm) ist *um 0,04 μm größer* als Sa ohne An (0,19 μm);

Sq mit An (0,30 μm) ist *um 0,05 μm größer* als Sq ohne An (0,25 μm)

Die Höhenparameter Ssk und Sku weisen keine Signifikanzen auf.

Der **Abstandsparameter Sal** unterscheidet sich statistisch signifikant zwischen Sal mit An (1,31 μm) und Sal ohne An (1,13 μm) bei einer Differenz von 0,18 μm . Hier wie aber auch beim anderen Abstandsparameter Str, der keine statistische Signifikanz aufweist, sind die Mittelwerte für Anatas höher als ohne Anatas.

Die **Hybridparameter Sdq** und **Sdr** unterscheiden sich in ihren Werten zwischen ihren Anatasproben und anatasfreie Proben im statistisch signifikanten Bereich. Der Mittelwert mit Anatas liegt höher als der ohne Anatas:

Sdq mit An (0,62 μm) ist *um 0,05 μm größer* als ohne An (0,57 μm); ebenso ist

Sdr mit An (18,61 %) *um größer 3,36 % größer* als ohne Anatas (15,25%).

Bei den **Funktionsparametern** unterscheiden sich **Sk**, **Spk** und **Svk** signifikant zwischen ihren Werten der Anatasproben bzw. der anatasfreien Proben. Werte mit Anatas sind hierbei höher als ohne Anatas:

Sk mit An (0,65 μm) ist *um 0,10 μm größer* als ohne An (0,55 μm);

Spk mit An (0,43 μm) *um 0,09 μm größer* als ohne An (0,28 μm)

ebenso ist Svk mit An (0,33 μm) *um 0,05 μm größer* als ohne An (0,28 μm).

Smr1 sowie Smr2 haben zwar höhere Werte bei Anatas-Beschichtung, lassen aber keine statistischen Signifikanzen erkennen.

Alle **Volumenparameter**, d.h. **Vmp**, **Vmc**, **Vvc**, **Vvv** und **Vvv/Vmc** haben zwischen ihren Werten der Anatasproben und der anatasfreien Proben statistisch signifikant Unterschiede. Auch hier sind Mittelwerte mit Anatas größer sind als ohne Anatas, mit Ausnahme von Vmp und Vvv:

Vmp mit An (0,02 ml/m²) ist *genauso groß wie* ohne An (0,02 ml/m²);

Vmc mit An (0,24 ml/m²) ist *um 0,04 ml/m² größer* als ohne An (0,20 ml/m²);

Vvc mit An (0,36 ml/m²) ist um 0,07 ml/m² größer als ohne An (0,29 ml/m²) und Vvv mit Anatas (0,03 ml/m²) ist um *genauso groß wie* ohne Anatas (0,03ml/m²). Der Verhältniswert von Vvv/Vmc mit Anatas (1,50) ist um 0,03 höher als ohne Anatas (1,47).

Vergleich SLA und SLA-An innerhalb Versuchsreihe IV:
(Vergrößerung 3000x, Messfläche 50x50 µm², Filtergröße λ=5µm)

In Tab. 5 zeigen 13 von 18 Parametern statistisch signifikante Unterschiede zwischen Proben mit Anatas-Beschichtung (*mit* An) und anatasfreie Proben (*ohne* An). Die Parameter mit den Signifikanzen sind in allen Hauptgruppen vertreten. Generell sind die Werte mit Anatas – mit Ausnahme des Abstandsparameters Str und Funktionsparameter Smr 2 – jeweils größer als die ohne Anatas.

Statistisch signifikant unterschiedliche Werte zwischen Anatas und Nicht-Anatas haben folgende **Höhenparameter: Sa** und **Sq**. Ihre Werte mit Anatas sind stets größer als die ohne Anatas. Im Einzelnen heißt das:

Sa mit An (0,29 µm) ist *um 0,08 µm größer* als Sa ohne An (0,21 µm) und Sq mit An (0,37 µm) ist *um 0,10 µm größer* als Sq ohne An (0,27 µm).

Ssk hat denselben gerundeten Mittelwert (0,63) für Anatas bzw. Nicht-Anatas ohne Signifikanz. Sku hingegen hat zwar einen größeren Mittelwert für Anatas (4,26) als für Nicht-Anatas (3,66), aber auch hier liegt keine Signifikanz vor.

Die Mittelwerte des **Abstandsparameters Sal** mit An (1,29 µm) bzw. ohne An (1,21 µm) unterscheiden sich statistisch signifikant voneinander. Die Differenz beträgt 0,17 µm.

Der andere Abstandsparameter Str hat sowohl keine statistischen Signifikanzunterschiede, als auch -als einer von zwei Parametern in dieser Versuchsreihe- einen kleineren Wert mit Anatas (0,86) als ohne Anatas (0,88).

Die Mittelwerte des **Hybridparameters Sdq** (0,84 bzw. 0,67) und **Sdr** (30,73 % bzw. 20,49 %) haben statistisch signifikante Unterschiede von 0,17 bzw. 10,24 %. Auch hier sind die Mittelwerte mit Anatas höher als mit ohne Anatas.

Die **Funktionsparameter Sk, Spk, Svk** und **Smr1** zeigen zwischen ihren Anatas bzw. Nicht-Anatas Werten Unterschiede im statistisch signifikanten Bereich. Auch hier sind alle Mittelwerte mit Anatas größer als die ohne Anatas:
Sk mit An (0,83 μm) ist *um 0,19 μm größer* als Sk ohne An (0,64 μm);
Spk mit An (0,50 μm) *ist um 0,14 μm größer* als Spk ohne An (0,36 μm);
Svk mit An (0,29 μm) ist *um 0,12 μm größer* als Svk ohne An (0,17 μm) und
Smr1 mit An (15,47 %) *ist um 1,16 % größer* als Smr1 ohne An (14,31 %).
Mittelwerte von Smr2 hingegen zeigen keine statistische Signifikanz. Interessanterweise sind bei Smr die Mittelwerte für Anatas kleiner als für Nicht-Anatas.

Die **Volumenparameter Vmp, Vmc, Vvc** und **Vvv** weichen bei ihren Mittelwerten von Anatas und Nicht-Anatas signifikant ab. Auch hier ist zu sehen, dass die gerundeten Mittelwerte mit Anatas größer sind als die ohne Anatas, mit Ausnahme von Vmp:

Vmp mit An (0,02 ml/m^2) ist *genauso groß* wie Vmp ohne An (0,02 ml/m^2);
Vmc mit An (0,30 ml/m^2) ist *um 0,07 ml/m^2 größer* als Vmc ohne An (0,23 ml/m^2);
Vvc mit An (0,49 ml/m^2) ist *um 0,13 ml/m^2 größer* als Vvc ohne Ana (0,36 ml/m^2)
und Vvv mit An (0,03) *ist um 0,01 größer* als Vvv ohne An (0,02).

Das Verhältnis von Vvv zu Vmc hat trotz eines um 0,04 höheren Wertes für Anatas keinen statistisch signifikanten Unterschied, welcher allerdings bei 650x Vergrößerung (VR III) vorhanden ist.

3.2.2 Parametervergleich: SL *mit* und *ohne* Anatas

Vergleich SL und SL-Anatas innerhalb Versuchsreihe I:
(Vergrößerung: 650x; Messfläche: 200x100 μm^2 ; Filtergröße $\lambda=50 \mu\text{m}$)

In Tab. 6 zeigen insgesamt 14 von 18 Parametern signifikante Unterschiede zwischen Proben mit Anatas-Beschichtung (*mit* An) und Proben ohne Anatas-Beschichtung (*ohne* An). Diese 14 Parameter verteilen sich auf alle 5 Hauptgruppen. Die Mittelwerte für Parameter für Anatas sind hier -mit Ausnahme der beiden Abstandsparemeter Sal, Str und den Parametern Smr2 und Vvv/Vmc- kleiner als

diejenigen ohne Anatas.

Signifikant unterschiedliche Werte zwischen Anatas und Nicht-Anatas haben folgende **Höhenparameter: Sa, Sq, Sp, Sv, und Sz**. Ihre Werte mit Anatas sind stets kleiner als die ohne Anatas. Im Einzelnen heißt das:

Sa mit An (1,35 μm) ist *um 0,24 μm kleiner* als Sa ohne An (1,59 μm);

Sq mit An (1,71 μm) ist *um 0,34 μm kleiner* als Sq ohne An (2,05 μm);

Sp mit An (6,41 μm) ist *um 1,15 μm kleiner* als Sp ohne An (7,56 μm);

Sv mit An (7,02 μm) ist *um 1,89 μm kleiner* als Sv ohne An (8,91 μm);

Sz mit An (13,43 μm) ist *um 3,04 μm kleiner* als Sz ohne An (16,47 μm).

Ssk und Sku haben beide keine Mittelwert-Unterschiede zwischen ihren Anatasproben (-0,13 bzw. 3,21) und anatasfreien Proben (-0,19 bzw. 3,57) im statistisch signifikanten Bereich. Als einziger Höhenparameter hat Ssk einen größeren Mittelwert bei seinen Anatasproben als bei seinen anatasfreien Proben.

Der **Abstandsparameter Str** unterscheidet sich um 0,01 statistisch signifikant zwischen seinen Mittelwerten für An (0,77) und für die ohne Anatas (0,78). Für Sal hingegen gibt es keine statistisch signifikant verschiedenen Mittelwerte. Beide Abstandsparameter haben in diesem Fall aber größere Mittelwerte für die Anatasprobe als für die anatasfreien Proben

Die **Hybridparameter Sdq und Sdr** unterscheiden sich zwischen Anatas-Beschichtung und Nicht-Anatas-Beschichtung im statistisch signifikanten Bereich, wenngleich auch hier die Mittelwerte mit Anatas kleiner sind als mit Nicht-Anatas: Sdq mit An (0,71) *ist um 0,07 kleiner* als ohne An (0,78) ebenso ist Sdr mit An (23,04 %) *um 4,28 % kleiner* als ohne An (27,32 %).

Alle **Funktionsparameter (Sk, Spk, Svk, Smr1, Smr2)** unterscheiden sich statistisch signifikant in ihren Mittelwerten für Anatas bzw. ohne Anatas. Werte mit Anatas sind hierbei -mit Ausnahme von Smr2- kleiner als ohne Anatas: Sk mit An (4,37 μm) ist *um 0,51 μm kleiner* als ohne An (4,88 μm); Spk mit An (1,55 μm) ist *um 1,50 μm kleiner* als ohne An (2,05 μm); Svk mit An (1,79 μm) ist *um 0,59 μm kleiner* als ohne An (2,38 μm); Smr1 mit An (8,75 %) ist *um 0,96 % kleiner* als ohne An (9,71 %) *aber*

Smr2 mit An (89,61 %) ist *um 1,69 % größer* als ohne An (87,92 %)

Bis auf Vvv/Vmc weichen alle anderen **Volumenparameter** (**Vmp**, **Vmc**, **Vvc** und **Vvv**) bei ihren Mittelwerten zwischen Anatas und Nicht-Anatas signifikant ab. Auch hier ist zu sehen, dass Werte mit Anatas kleiner sind als ohne Anatas: Vmp mit An (0,08 ml/m²) ist *um 0,02 ml/m² kleiner* als ohne An (0,10 ml/m²); Vmc mit An (1,55 ml/m²) ist *um 0,94 ml/m² kleiner* als ohne An (1,79 ml/m²); Vvc mit An (2,00 ml/m²) ist *um 0,33 ml/m² kleiner* als ohne An (2,33 ml/m²) und Vvv mit An (0,20 ml/m²) ist *um 0,06 ml/m² kleiner* als ohne An (0,26 ml/m²). Das Verhältnis des Vvv-Parameters zum Vmc-Parameter zeigt keine Signifikanz, sein Wert mit Anatas (1,30) entspricht dem ohne Anatas (1,30).

Vergleich von SL und SL-An innerhalb Versuchsreihe II:

(Vergrößerung: 650x; Messfläche: 200x100 µm²; Filtergröße λ= 5 µm)

Insgesamt zeigen 2 von 18 Parametern in Tab. 7 statistisch signifikante Unterschiede zwischen Proben mit Anatas (*mit* An) und anatasfreie Proben (*ohne* An). Einer gehört zu den Funktionsparametern (Sk), der andere zu den Volumenparametern (Vmc). Genau zwei Drittel aller Mittelwerte mit Anatas, d.h. 12 von 18 Parametern, sind kleiner als die Mittelwerte ohne Anatas. Generell sind aber die Werte im Vergleich zu den Parameterwerten bei 50 µm-Filter um einen Bruchteil ($\sim \frac{1}{10}$) kleiner. So hat beispielsweise hier Sa (mit Anatas) einen Mittelwert von 0,14 µm, Sa (mit Anatas) bei einer 10-mal so großen Filtergröße (λ=50 µm) einen Mittelwert von 1,35 µm.

Der **Funktionsparameter Sk** zeigt zwischen seinen Anatas bzw. Nicht-Anatas Wert Unterschiede im statistisch signifikanten Bereich. Hier ist der Anatas-Mittelwert kleiner als der ohne Anatas: Sk mit An (0,38 µm) ist *um 0,04 µm kleiner* als Sk ohne An (0,42 µm);

Spk, Svk, Smr1 und Smr2 haben jeweils keine signifikanten Unterschiede. Die ersten 3 erwähnten haben größere Anatas-Mittelwerte, wohingegen Smr2 einen kleineren Anatas-Mittelwert hat als Nicht-Anatas-Mittelwerte.

Nur **Vmc** weicht als einziger **Volumenparameter** bei seinem Mittelwert von Anatas und Nicht-Anatas statistisch signifikant ab. Auch hier ist der gerundete Mittelwert mit Anatas (0,14 ml/m²) kleiner als der ohne Anatas (0,16 ml/m²), mit Ausnahme von Vvv, dessen beide Mittelwerte gleich sind (0,03 ml/m²).

Die anderen Volumenparameter Vmp, Vvc und Vvv/Vmc haben keine statistischen Signifikanzen zwischen ihren Mittelwerten. Vmp und Vvv/Vmc haben größere Anatas-Mittelwerte, Vvc hingegen einen kleineren Anatas-Mittelwert.

Vergleich SL und SL-Anatas innerhalb Versuchsreihe III:

(Vergrößerung 650x; Messfläche 50x50 μm²; Filtergröße λ=5 μm)

Kein Parameter zeigt in Tab. 8 statistische Signifikanzen für Mittelwerte zwischen den Anatasproben und anatasfreien Proben von SL-Oberflächen.

5 von 18 Parametern (Ssk, Spk, Svk, Smr1 und Vvv/Vmc) haben größere Anatas-Mittelwerte als Nicht-Anatas-Mittelwerte; für 2 Parameter (Sa und Vvv) sind die Werte gleich groß.

Vergleich von SL und SL-An innerhalb Versuchsreihe IV:

(Vergrößerung 3000x, Messfläche 50x50 μm², Filtergröße λ=5 μm)

Kein Parameter zeigt in Tab. 9 statistische Signifikanzen für Mittelwerte zwischen den Anatasproben und anatasfreien Proben. Die Größendimension der Mittelwerte hier entspricht weitestgehend derjenigen bei Vergrößerung 650x.

4 Rauigkeitsparameter (Sal, Str1, Sk und Smr2) haben größere Anatas-Mittelwerte als Nicht-Anatas-Mittelwerte; wohingegen bei 5 Rauigkeitsparameter (Ssk, Sku, Sdq, Sdr und Smr1) die Mittelwerte für die Anatasproben kleiner als für die anatasfreie Proben sind. Für 9 Parameter (Sa, Sq, Spk, Svk, Vmp, Vmc, Vvc, Vvv und Vvv/Vmc) sind die Mittelwerte gleich groß.

3.2.3 Parametervergleich: A mit und ohne Anatas

Vergleich A und A-Anatas innerhalb Versuchsreihe I:

(Vergrößerung: 650x; Messfläche: 200x100 μm^2 ; Filtergröße $\lambda = 50 \mu\text{m}$)

Kein Parameter zeigt in Tab. 10 statistische Signifikanzen für Mittelwerte zwischen den Anatasproben und den anatasfreien Proben.

Allerdings sind bei 13 von 18 Parametern (Sq, Ssk, Sku, Sal, Str, Sk, Spk, Svk, Smr1, Smr2, Vmc, Vvc, Vv/vmc) die Mittelwerte der Anatasproben größer als die Mittelwerte der anatasfreien Proben; Bei einem Parameter (Sdr) ist sogar der Mittelwert für Anatasproben kleiner für anatasfreie Proben; bei 4 Parametern (Sa, Sdq, Vmp, Vvv) sind die Mittelwerte beider Proben gleich groß.

In der Gruppe der Abstands- wie auch der Funktionsparameter zeigen alle Parameter größere Mittelwerte für Anatasproben als für anatasfreie Proben.

Vergleich von A und A-An innerhalb Versuchsreihe II:

(Vergrößerung: 650x; Messfläche: 200x100 μm^2 ; Filtergröße $\lambda = 5 \mu\text{m}$)

Kein Parameter zeigt in Tab. 11 statistische Signifikanzen für Mittelwerte zwischen Proben mit Anatas und anatasfreien Proben.

Bei genau zwei Drittel aller Parameter (12 von 18 Parametern) sind die Mittelwerte für die Anatasproben kleiner als die Mittelwerte für anatasfreien Proben; 4 Parameter (Ssk, Sal, Str, Smr2) zeigen aber für Anatasproben größere Mittelwerte als für anatasfreie Proben, unter denen mit Sal und Str beide Abstandsparemeter zu finden sind. Bei 2 Parametern (Sk und Vvv) sind die Mittelwerte gleich groß.

Im Vergleich zu Werten bei Filtergröße 50 μm haben die Mittelwerte hier kleinere Werte.

Vergleich A und A-Anatas innerhalb Versuchsreihe III:

(Vergrößerung 650x; Messfläche 50x50 μm^2 ; Filtergröße $\lambda=5 \mu\text{m}$)

Einzig die beiden **Abstandsparameter** (Sal, Str) zeigen in Tab. 12 Mittelwert-Unterschiede zwischen Anatas und Nicht-Anatas im statistisch signifikanten Bereich. Ihre Mittelwerte für Anatas sind größer als ohne Anatas:

Sal mit An (1,13 μm) ist *um 0,08 größer als* Sal ohne An (1,05 μm) und Str mit An (0,69) ist um 0,09 größer als Str ohne An (0,60).

Weitere 4 Parameter (Sdq, Sdr, Sk, Smr2) haben größere Mittelwerte für Anatasproben als für anatasfreie Proben, worunter beide Hybridparameter (Sdq und Sdr) gehören. 6 Parameter (Ssk, Sku, Spk, Svk, Smr1, Vvv/Vmc) haben kleinere Anatas-Mittelwerte und für 6 Parameter (Sa, Sq, Vmp, Vmc, Vvc, Vvv) sind die Mittelwerte gleich groß.

Vergleich von A und A-An innerhalb Versuchsreihe IV:

(Vergrößerung 3000x, Messfläche 50x50 μm^2 , Filtergröße $\lambda=5\mu\text{m}$)

6 Parameter zeigen in Tab. 13 statistische Signifikanzen zwischen Mittelwerte der Anatasproben und anatasfreien Proben.

Bei den **Höhenparametern** sind dies **Ssk** und **Sku**. Ihre Mittelwerte für Anatas sind kleiner als die Mittelwerte ohne Anatas:

Ssk mit An (0,42) ist *um 0,15 kleiner als* Ssk ohne An (0,57);

Sku mit An (3,27) ist *um 0,30 kleiner als* Sku ohne An (3,57).

Für den **Abstandsparameter Str** gilt genauso eine statistische Signifikanz der Mittelwertsunterschiede. Jedoch ist der Wert von Anatas hier größer als der ohne Anatas, d.h. Str mit Anatas (1,16) *ist um 0,02 größer als* Str ohne Anatas (1,14).

Die **Funktionsparameter Spk** und **Smr1** haben auch statistisch signifikante Unterschiede. Ihre Mittelwerte für Anatas sind kleiner als die ohne Anatas:

Spk mit An (0,28) ist *um 0,02 kleiner als* Spk ohne An (0,30) und

Smr1 mit An (12,35%) ist *um 0,97 % kleiner als* Smr1 ohne An (13,32%)

Bei den **Volumenparametern** hat **Vvv/Vmc** eine statistische Signifikanz. Der Mittelwert für Anatas (1,48) ist hier *um 0,05 kleiner als* der ohne Anatas (1,53).

Die Größendimension der Mittelwerte hier entspricht weitgehend denen bei Vergrößerung 650x.

Hier haben 6 Parameter (Sa, Sal, Str, Sk, Svk, Vmc) größere Mittelwerte für ihre Anatasproben als für ihre anatasfreien Proben; gegenteilig verhält sich dies für 8 weitere Parameter (Ssk, Sku, Sdq, Sdr, Spk, Smr1, Smr2, Vvv/Vmc), denn ihre Mittelwerte für Anatas sind kleiner als für Nicht-Anatas; für 4 Parameter (Sq, Vmp, Vvc, Vvv) sind die Mittelwerte gleich groß.

Tab. 2: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SLA-Oberflächen für Versuchsreihe I

mit An bzw. *ohne An* = Oberfläche mit Anatas- bzw. ohne Anatas-Beschichtung;
 MW = Mittelwert; SD = Standardabweichung; KI = Konfidenzintervall;
 MW mit unterschiedlichen Buchstaben (A und B) sind statistisch signifikant für $p = 0,05$

<u>Parameter bei SLA</u>		MW	SD	95% KI		
				unten	oben	
Höhen	Sa (µm)	<i>mit An</i>	1,67 A	0,14	1,61	1,73
		<i>ohne An</i>	1,28 B	0,09	1,22	1,34
	Sq (µm)	<i>mit An</i>	2,10 A	0,18	2,03	2,18
		<i>ohne An</i>	1,62 B	0,11	1,54	1,70
	Ssk	<i>mit An</i>	0,06 A	0,18	-0,04	0,15
		<i>ohne An</i>	-0,06 A	0,19	-0,16	0,03
	Sku	<i>mit An</i>	3,06 A	0,27	2,91	3,21
		<i>ohne An</i>	3,24 A	0,30	3,09	3,39
Abstand	Sal (µm)	<i>mit An</i>	8,12 A	0,61	7,74	8,50
		<i>ohne An</i>	8,71 B	0,81	8,33	9,09
	Str	<i>mit An</i>	0,78 A	0,11	0,72	0,84
		<i>ohne An</i>	0,77 A	0,11	0,71	0,83
Hybrid	Sdq (µm)	<i>mit An</i>	0,98 A	0,05	0,95	1,01
		<i>ohne An</i>	0,82 B	0,06	0,79	0,85
	Sdr %	<i>mit An</i>	42,30 A	4,30	40,08	44,51
		<i>ohne An</i>	30,89 B	4,06	28,68	33,11
Funktion	Sk (µm)	<i>mit An</i>	5,38 A	0,44	5,19	5,57
		<i>ohne An</i>	4,11 B	0,25	3,92	4,30
	Spk (µm)	<i>mit An</i>	2,07 A	0,30	1,93	2,21
		<i>ohne An</i>	1,53 B	0,24	1,39	1,67
	Svk (µm)	<i>mit An</i>	1,91 A	0,39	1,74	2,08
		<i>ohne An</i>	1,73 A	0,24	1,55	1,90
	Smr1 (%)	<i>mit An</i>	10,38 A	1,08	9,69	11,07
		<i>ohne An</i>	9,85 A	1,50	9,16	10,54
	Smr2 (%)	<i>mit An</i>	90,26 A	1,48	89,65	90,88
		<i>ohne An</i>	90,08 A	0,72	89,47	90,70
Volumen	Vmp (ml/m ²)	<i>mit An</i>	0,10 A	0,01	0,10	0,11
		<i>ohne An</i>	0,08 B	0,01	0,07	0,08
	Vmc (ml/m ²)	<i>mit An</i>	1,89 A	0,15	1,82	1,96
		<i>ohne An</i>	1,43 B	0,09	1,37	1,50
	Vvc (ml/m ²)	<i>mit An</i>	2,59 A	0,24	2,49	2,70
		<i>ohne An</i>	1,94 B	0,16	1,83	2,05
	Vvv (ml/m ²)	<i>mit An</i>	0,23 A	0,03	0,22	0,25
		<i>ohne An</i>	0,19 B	0,02	0,18	0,20
Vvv/Vmc	<i>mit An</i>	1,37 A	0,05	1,34	1,40	
	<i>ohne An</i>	1,36 A	0,06	1,33	1,38	

Tab. 3: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SLA-Oberflächen für Versuchsreihe II

mit An bzw. ohne An = Oberfläche mit Anatas- bzw. ohne Anatas-Beschichtung;
 MW = Mittelwert; SD = Standardabweichung; KI = Konfidenzintervall;
 MW mit unterschiedlichen Buchstaben (A und B) sind statistisch signifikant für p = 0,05

Parameter bei SLA		MW		SD		95% KI	
						unten	oben
Höhen	Sa (µm)	mit An	0,22	A	0,02	0,21	0,23
		ohne An	0,19	B	0,02	0,18	0,20
	Sq (µm)	mit An	0,29	A	0,02	0,28	0,30
		ohne An	0,25	B	0,02	0,24	0,27
	Ssk	mit An	0,39	A	0,09	0,35	0,42
		ohne An	0,24	B	0,04	0,21	0,28
Sku	mit An	4,66	A	0,49	4,36	4,96	
	ohne An	4,79	A	0,63	4,49	5,09	
Abstand	Sal (µm)	mit An	1,31	A	0,13	1,25	1,36
		ohne An	1,14	B	0,07	1,08	1,19
	Str	mit An	0,68	A	0,11	0,63	0,73
		ohne An	0,63	A	0,08	0,59	0,68
Hybrid	Sdq	mit An	0,61	A	0,06	0,57	0,65
		ohne An	0,57	A	0,07	0,53	0,61
	Sdr (%)	mit An	17,80	A	3,41	16,16	19,44
		ohne An	15,33	B	2,76	13,69	16,97
Funktion	Sk (µm)	mit An	0,64	A	0,04	0,62	0,67
		ohne An	0,55	B	0,05	0,53	0,58
	Spk (µm)	mit An	0,40	A	0,04	0,38	0,43
		ohne An	0,34	B	0,04	0,32	0,36
	Svk (µm)	mit An	0,30	A	0,05	0,28	0,33
		ohne An	0,29	A	0,04	0,27	0,31
	Smr1 (%)	mit An	12,91	A	0,32	12,62	13,21
		ohne An	12,35	B	0,72	12,06	12,64
	Smr2 (%)	mit An	89,91	A	1,21	89,29	90,53
		ohne An	88,89	B	1,12	88,28	89,51
Volumen	Vmp (ml/m ²)	mit An	0,02	A	0,00	0,02	0,02
		ohne An	0,02	B	0,00	0,02	0,02
	Vmc (ml/m ²)	mit An	0,23	A	0,02	0,22	0,24
		ohne An	0,20	B	0,02	0,19	0,21
	Vvc (ml/m ²)	mit An	0,35	A	0,02	0,33	0,36
		ohne An	0,29	B	0,03	0,28	0,31
	Vvv (ml/m ²)	mit An	0,03	A	0,00	0,03	0,03
		ohne An	0,03	A	0,00	0,03	0,03
	Vvv/Vmc	mit An	1,50	A	0,02	1,48	1,51
		ohne An	1,45	B	0,02	1,44	1,47

Tab. 4: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SLA-Oberflächen für Versuchsreihe III

mit An bzw. ohne An = Oberfläche mit Anatas- bzw. ohne Anatas-Beschichtung;
 MW = Mittelwert; SD = Standardabweichung; KI = Konfidenzintervall;
 MW mit unterschiedlichen Buchstaben (A und B) sind statistisch signifikant für p = 0,05

<u>Parameter bei SLA</u>			MW		SD	95% KI	
						unten	oben
Höhen	Sa (µm)	mit An	0,23	A	0,02	0,22	0,24
		ohne An	0,19	B	0,02	0,18	0,20
	Sq (µm)	mit An	0,30	A	0,03	0,29	0,32
		ohne An	0,25	B	0,02	0,24	0,27
	Ssk	mit An	0,42	A	0,24	0,32	0,51
		ohne An	0,31	A	0,10	0,22	0,41
	Sku	mit An	5,24	A	0,97	4,78	5,70
		ohne An	4,84	A	0,74	4,39	5,30
Abstand	Sal (µm)	mit An	1,31	A	0,17	1,24	1,38
		ohne An	1,13	B	0,08	1,06	1,20
	Str	mit An	0,66	A	0,09	0,62	0,71
		ohne An	0,64	A	0,08	0,60	0,69
Hybrid	Sdq	mit An	0,62	A	0,07	0,58	0,66
		ohne An	0,57	B	0,08	0,53	0,61
	Sdr (%)	mit An	18,61	A	3,72	16,81	20,42
		ohne An	15,25	B	3,07	13,45	17,05
Funktion	Sk (µm)	mit An	0,65	A	0,05	0,63	0,68
		ohne An	0,55	B	0,05	0,52	0,58
	Spk (µm)	mit An	0,43	A	0,05	0,41	0,46
		ohne An	0,34	B	0,04	0,32	0,37
	Svk (µm)	mit An	0,33	A	0,07	0,31	0,36
		ohne An	0,28	B	0,04	0,25	0,31
	Smr1 (%)	mit An	12,95	A	0,76	12,55	13,34
		ohne An	12,53	A	0,73	12,14	12,93
	Smr2 (%)	mit An	89,66	A	1,26	89,01	90,32
		ohne An	89,02	A	1,20	88,37	89,67
Volumen	Vmp (ml/m ²)	mit An	0,02	A	0,00	0,02	0,02
		ohne An	0,02	B	0,00	0,02	0,02
	Vmc (ml/m ²)	mit An	0,24	A	0,02	0,23	0,24
		ohne An	0,20	B	0,02	0,19	0,21
	Vvc (ml/m ²)	mit An	0,36	A	0,03	0,34	0,37
		ohne An	0,29	B	0,02	0,28	0,31
	Vvv (ml/m ²)	mit An	0,03	A	0,01	0,03	0,04
		ohne An	0,03	B	0,00	0,03	0,03
	Vvv/Vmc	mit An	1,50	A	0,04	1,48	1,52
		ohne An	1,47	B	0,03	1,45	1,49

Tab. 5: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SLA-Oberflächen für Versuchsreihe IV

mit An bzw. ohne An = Oberfläche mit Anatas- bzw. ohne Anatas-Beschichtung;
 MW = Mittelwert; SD = Standardabweichung; KI = Konfidenzintervall;
 MW mit unterschiedlichen Buchstaben (A und B) sind statistisch signifikant für $p = 0,05$

Parameter bei SLA		MW	SD	95% KI		
				unten	oben	
Höhen	Sa (μm)	mit An	0,29 A	0,02	0,28	0,30
		ohne An	0,21 B	0,02	0,20	0,22
	Sq (μm)	mit An	0,37 A	0,03	0,35	0,38
		ohne An	0,27 B	0,02	0,25	0,28
	Ssk	mit An	0,63 A	0,12	0,57	0,70
		ohne An	0,63 A	0,11	0,57	0,70
	Sku	mit An	4,26 A	1,32	3,74	4,77
		ohne An	3,66 A	0,42	3,15	4,18
Abstand	Sal (μm)	mit An	1,29 A	0,02	1,25	1,34
		ohne An	1,21 B	0,02	1,17	1,25
	Str	mit An	0,86 A	0,01	0,84	0,88
		ohne An	0,88 A	0,01	0,86	0,90
Hybrid	Sdq	mit An	0,84 A	0,10	0,80	0,88
		ohne An	0,67 B	0,06	0,63	0,72
	Sdr (%)	mit An	30,73 A	5,62	28,13	33,33
		ohne An	20,49 B	3,36	17,89	23,09
Funktion	Sk (μm)	mit An	0,83 A	0,07	0,80	0,86
		ohne An	0,64 B	0,05	0,61	0,67
	Spk (μm)	mit An	0,50 A	0,06	0,47	0,54
		ohne An	0,36 B	0,05	0,32	0,39
	Svk (μm)	mit An	0,29 A	0,08	0,26	0,32
		ohne An	0,17 B	0,04	0,14	0,20
	Smr1 (%)	mit An	15,47 A	1,05	14,78	16,16
		ohne An	14,31 B	1,39	13,62	15,00
	Smr2 (%)	mit An	93,83 A	0,91	93,45	94,22
		ohne An	94,17 A	0,35	93,79	94,55
Volumen	Vmp (ml/m^2)	mit An	0,02 A	0,00	0,02	0,03
		ohne An	0,02 B	0,00	0,02	0,02
	Vmc (ml/m^2)	mit An	0,30 A	0,02	0,29	0,32
		ohne An	0,23 B	0,02	0,22	0,24
	Vvc (ml/m^2)	mit An	0,49 A	0,04	0,47	0,51
		ohne An	0,36 B	0,03	0,34	0,38
	Vvv (ml/m^2)	mit An	0,03 A	0,00	0,03	0,03
		ohne An	0,02 B	0,00	0,02	0,02
	Vvv/Vmc	mit An	1,60 A	0,05	1,57	1,63
		ohne An	1,56 A	0,05	1,53	1,59

Tab. 6: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SL-Oberflächen für Versuchsreihe I

mit An bzw. ohne An = Oberfläche mit Anatas- bzw. ohne Anatas-Beschichtung;
 MW = Mittelwert; SD = Standardabweichung; KI = Konfidenzintervall;
 MW mit unterschiedlichen Buchstaben (A und B) sind statistisch signifikant für p = 0,05

Parameter bei SL		MW	SD	95% KI		
				unten	oben	
Höhen	Sa (µm)	mit An	1,35 A	0,15	1,24	1,47
		ohne An	1,59 B	0,27	1,48	1,71
	Sq (µm)	mit An	1,71 A	1,71	1,55	1,86
		ohne An	2,05 B	2,05	1,90	2,20
	Ssk	mit An	-0,13 A	0,19	-0,24	-0,03
		ohne An	-0,19 A	0,2	-0,30	-0,09
	Sku	mit An	3,21 A	0,4	2,94	3,49
		ohne An	3,57 A	0,61	3,30	3,84
Abstand	Sal (µm)	mit An	8,06 A	0,82	7,62	8,50
		ohne An	8,02 A	0,84	7,58	8,46
	Str	mit An	0,77 A	0,1	0,71	0,83
		ohne An	0,68 B	0,12	0,63	0,74
Hybrid	Sdq	mit An	0,71 A	0,06	0,67	0,75
		ohne An	0,78 B	0,09	0,74	0,82
	Sdr (%)	mit An	23,04 A	3,6	20,43	25,66
		ohne An	27,32 B	5,98	24,71	29,93
Funktion	Sk (µm)	mit An	4,37 A	0,45	4,03	4,70
		ohne An	4,88 B	0,78	4,54	5,22
	Spk (µm)	mit An	1,55 A	0,33	1,31	1,78
		ohne An	2,05 B	0,54	1,81	2,29
	Svk (µm)	mit An	1,79 A	0,37	1,52	2,05
		ohne An	2,38 B	0,61	2,12	2,65
	Smr1 (%)	mit An	8,75 A	1,07	8,14	9,35
		ohne An	9,71 B	1,2	9,11	10,31
	Smr2 (%)	mit An	89,61 A	2,01	88,70	90,52
		ohne An	87,92 B	1,39	87,01	88,84
Volumen	Vmp (ml/m ²)	mit An	0,08 A	0,02	0,07	0,09
		ohne An	0,10 B	0,03	0,09	0,11
	Vmc (ml/m ²)	mit An	1,55 A	0,17	1,42	1,67
		ohne An	1,79 B	0,3	1,66	1,92
	Vvc (ml/m ²)	mit An	2,00 A	0,2	1,84	2,16
		ohne An	2,33 B	0,39	2,17	2,49
	Vvv (ml/m ²)	mit An	0,20 A	0,04	0,18	0,23
		ohne An	0,26 B	0,06	0,24	0,29
Vvv/Vmc	mit An	1,30 A	0,06	1,26	1,33	
	ohne An	1,30 A	0,06	1,27	1,34	

Tab. 7: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SL-Oberflächen für Versuchsreihe II

mit An bzw. ohne An = Oberfläche mit Anatas- bzw. ohne Anatas-Beschichtung;
 MW = Mittelwert; SD = Standardabweichung; KI = Konfidenzintervall;
 MW mit unterschiedlichen Buchstaben (A und B) sind statistisch signifikant für p = 0,05

Parameter bei SL		MW	SD	95% KI		
				unten	oben	
Höhen	Sa (µm)	mit An	0,14 A	0,01	0,13	0,15
		ohne An	0,15 A	0,02	0,14	0,16
	Sq (µm)	mit An	0,20 A	0,02	0,19	0,21
		ohne An	0,21 A	0,03	0,20	0,22
	Ssk	mit An	0,00 A	0,10	-0,06	0,05
		ohne An	0,01 A	0,11	-0,04	0,07
	Sku	mit An	7,34 A	1,11	6,59	8,09
		ohne An	6,43 A	1,67	5,68	7,19
Abstand	Sal (µm)	mit An	1,45 A	0,21	1,37	1,54
		ohne An	1,53 A	0,1	1,44	1,62
	Str	mit An	0,66 A	0,12	0,60	0,73
		ohne An	0,71 A	0,13	0,64	0,77
Hybrid	Sdq	mit An	0,41 A	0,04	0,38	0,43
		ohne An	0,43 A	0,06	0,40	0,45
	Sdr (%)	mit An	8,15 A	1,45	7,10	9,19
		ohne An	8,95 A	2,39	7,90	10,00
Funktion	Sk (µm)	mit An	0,38 A	0,03	0,35	0,41
		ohne An	0,42 B	0,06	0,40	0,45
	Spk (µm)	mit An	0,29 A	0,29	0,26	0,31
		ohne An	0,28 A	0,28	0,25	0,31
	Svk (µm)	mit An	0,29 A	0,05	0,26	0,31
		ohne An	0,27 A	0,06	0,25	0,30
	Smr1 (%)	mit An	12,47 A	1,00	11,78	13,16
		ohne An	12,01 A	1,55	11,32	12,70
Smr2 (%)	mit An	87,49 A	1,03	86,85	88,13	
	ohne An	88,20 A	1,38	87,55	88,84	
Volumen	Vmp (ml/m ²)	mit An	0,02 A	0,01	0,01	0,02
		ohne An	0,01 A	0,00	0,01	0,02
	Vmc (ml/m ²)	mit An	0,14 A	0,01	0,13	0,15
		ohne An	0,16 B	0,02	0,15	0,17
	Vvc (ml/m ²)	mit An	0,21 A	0,02	0,19	0,22
		ohne An	0,22 A	0,03	0,21	0,24
	Vvv (ml/m ²)	mit An	0,03 A	0,00	0,03	0,03
		ohne An	0,03 A	0,01	0,02	0,03
Vvv/Vmc	mit An	1,45 A	0,04	1,42	1,48	
	ohne An	1,44 A	0,06	1,41	1,46	

Tab. 8: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SL-Oberflächen für Versuchsreihe III

mit An bzw. ohne An = Oberfläche mit Anatas- bzw. ohne Anatas-Beschichtung;
 MW = Mittelwert; SD = Standardabweichung; KI = Konfidenzintervall;
 MW mit unterschiedlichen Buchstaben (A und B) sind statistisch signifikant für p = 0,05

Parameter bei SL		MW	SD	95% KI		
				unten	oben	
Höhen	Sa (µm)	mit An	0,15 A	0,02	0,14	0,16
		ohne An	0,15 A	0,02	0,14	0,16
	Sq (µm)	mit An	0,21 A	0,03	0,20	0,23
		ohne An	0,22 A	0,03	0,20	0,23
	Ssk	mit An	0,05 A	0,43	-0,21	0,30
		ohne An	-0,08 A	0,53	-0,33	0,18
	Sku	mit An	7,63 A	3,72	3,54	11,72
		ohne An	9,54 A	10,28	5,45	13,63
Abstand	Sal (µm)	mit An	1,40 A	0,25	1,29	1,52
		ohne An	1,43 A	0,18	1,31	1,54
	Str	mit An	0,63 A	0,12	0,56	0,70
		ohne An	0,66 A	0,14	0,59	0,73
Hybrid	Sdq	mit An	0,41 A	0,06	0,38	0,45
		ohne An	0,44 A	0,07	0,41	0,47
	Sdr (%)	mit An	8,56 A	2,24	7,22	9,91
		ohne An	9,76 A	2,81	8,42	11,11
Funktion	Sk (µm)	mit An	0,40 A	0,06	0,37	0,44
		ohne An	0,43 A	0,07	0,40	0,46
	Spk (µm)	mit An	0,31 A	0,06	0,27	0,34
		ohne An	0,30 A	0,07	0,27	0,34
	Svk (µm)	mit An	0,31 A	0,06	0,27	0,34
		ohne An	0,29 A	0,06	0,26	0,32
	Smr1 (%)	mit An	12,49 A	1,06	11,70	13,27
		ohne An	12,02 A	1,82	11,23	12,81
	Smr2 (%)	mit An	87,35 A	1,23	86,73	87,98
		ohne An	88,05 A	1,13	87,43	88,68
Volumen	Vmp (ml/m ²)	mit An	0,02 A	0,01	0,01	0,02
		ohne An	0,02 A	0,01	0,01	0,02
	Vmc (ml/m ²)	mit An	0,15 A	0,02	0,14	0,16
		ohne An	0,16 A	0,02	0,15	0,17
	Vvc (ml/m ²)	mit An	0,22 A	0,03	0,20	0,24
		ohne An	0,23 A	0,03	0,21	0,24
	Vvv (ml/m ²)	mit An	0,03 A	0,01	0,03	0,03
		ohne An	0,03 A	0,01	0,03	0,03
	Vvv/Vmc	mit An	1,45 A	0,05	1,41	1,48
		ohne An	1,44 A	0,09	1,40	1,47

Tab. 9: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von SL-Oberflächen für Versuchsreihe IV

mit An bzw. ohne An = Oberfläche mit Anatas- bzw. ohne Anatas-Beschichtung;
 MW = Mittelwert; SD = Standardabweichung; KI = Konfidenzintervall;
 MW mit unterschiedlichen Buchstaben (A und B) sind statistisch signifikant für p = 0,05

Parameter bei SL		MW		SD	95% KI	
					unten	oben
Höhen	Sa (µm)	mit An	0,16 A	0,026	0,14	0,17
		ohneAn	0,16 A	0,031	0,14	0,17
	Sq (µm)	mit An	0,22 A	0,033	0,20	0,24
		ohneAn	0,22 A	0,038	0,20	0,24
	Ssk	mit An	-0,10 A	1,132	-0,34	0,13
		ohneAn	-0,18 A	0,442	-0,42	0,05
	Sku	mit An	7,01 A	18,32	5,67	8,34
		ohneAn	7,15 A	2,895	5,81	8,48
Abstand	Sal (µm)	mit An	1,57 A	0,03	1,52	1,63
		ohneAn	1,51 A	0,03	1,45	1,57
	Str	mit An	0,72 A	0,03	0,66	0,78
		ohneAn	0,70 A	0,03	0,64	0,76
Hybrid	Sdq	mit An	0,46 A	0,093	0,41	0,50
		ohneAn	0,47 A	0,107	0,43	0,52
	Sdr (%)	mit An	9,78 A	3,071	7,85	11,72
		ohneAn	10,93 A	4,517	9,00	12,87
Funktion	Sk (µm)	mit An	0,45 A	0,073	0,41	0,49
		ohneAn	0,44 A	0,089	0,40	0,49
	Spk (µm)	mit An	0,28 A	0,061	0,25	0,31
		ohneAn	0,28 A	0,058	0,25	0,31
	Svk (µm)	mit An	0,30 A	0,063	0,27	0,33
		ohneAn	0,30 A	0,048	0,27	0,33
	Smr1 (%)	mit An	11,66 A	1,149	11,14	12,18
		ohneAn	11,72 A	0,777	11,20	12,25
	Smr2 (%)	mit An	88,57 A	0,855	88,13	89,01
		ohneAn	88,19 A	0,785	87,75	88,63
Volumen	Vmp (ml/m ²)	mit An	0,01 A	0,005	0,01	0,02
		ohneAn	0,01 A	0,005	0,01	0,02
	Vmc (ml/m ²)	mit An	0,16 A	0,025	0,15	0,18
		ohneAn	0,16 A	0,033	0,15	0,18
	Vvc (ml/m ²)	mit An	0,23 A	0,039	0,21	0,25
		ohneAn	0,23 A	0,047	0,21	0,25
	Vvv (ml/m ²)	mit An	0,03 A	0,006	0,03	0,03
		ohneAn	0,03 A	0,006	0,03	0,03
	Vvv/Vmc	mit An	1,42 A	0,063	1,39	1,45
		ohneAn	1,42 A	0,053	1,39	1,45

Tab. 10: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von A-Oberflächen für Versuchsreihe I

mit An bzw. ohne An = Oberfläche mit Anatas- bzw. ohne Anatas-Beschichtung;
 MW = Mittelwert; SD = Standardabweichung; KI = Konfidenzintervall;
 MW mit unterschiedlichen Buchstaben (A und B) sind statistisch signifikant für p = 0,05

Parameter bei A		MW	SD	95% KI		
				unten	oben	
Höhen	Sa (µm)	mit An	0,57 A	0,07	0,53	0,62
		ohne An	0,57 A	0,09	0,53	0,61
	Sq (µm)	mit An	0,73 A	0,08	0,68	0,79
		ohne An	0,72 A	0,12	0,67	0,78
	Ssk	mit An	0,10 A	0,21	0,00	0,20
		ohne An	0,05 A	0,15	-0,05	0,15
Sku	mit An	3,66 A	1,04	3,25	4,07	
	ohne An	3,26 A	0,36	2,85	3,68	
Abstand	Sal (µm)	mit An	4,64 A	0,34	4,43	4,85
		ohne An	4,42 A	0,45	4,20	4,63
	Str	mit An	0,85 A	0,05	0,81	0,88
		ohne An	0,81 A	0,09	0,77	0,85
Hybrid	Sdq	mit An	0,71 A	0,09	0,67	0,76
		ohne An	0,71 A	0,08	0,67	0,76
	Sdr (%)	mit An	23,86 A	5,63	21,01	26,70
		ohne An	23,95 A	5,13	21,10	26,80
Funktion	Sk (µm)	mit An	1,83 A	0,22	1,70	1,97
		ohne An	1,80 A	0,28	1,67	1,93
	Spk (µm)	mit An	0,78 A	0,13	0,69	0,87
		ohne An	0,76 A	0,20	0,67	0,85
	Svk (µm)	mit An	0,72 A	0,09	0,66	0,78
		ohne An	0,70 A	0,13	0,64	0,76
	Smr1 (%)	mit An	10,24 A	0,67	9,82	10,66
		ohne An	9,97 A	0,90	9,55	10,38
	Smr2 (%)	mit An	90,14 A	0,69	89,51	90,77
		ohne An	89,98 A	1,54	89,35	90,61
Volumen	Vmp (ml/m ²)	mit An	0,04 A	0,01	0,03	0,04
		ohne An	0,04 A	0,01	0,03	0,04
	Vmc (ml/m ²)	mit An	0,64 A	0,07	0,60	0,69
		ohne An	0,63 A	0,10	0,59	0,68
	Vvc (ml/m ²)	mit An	0,88 A	0,10	0,81	0,95
		ohne An	0,86 A	0,15	0,79	0,93
	Vvv (ml/m ²)	mit An	0,08 A	0,01	0,08	0,09
		ohne An	0,08 A	0,01	0,07	0,09
	Vvv/Vmc	mit An	1,37 A	0,03	1,34	1,39
		ohne An	1,36 A	0,06	1,33	1,38

Tab. 11: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von A-Oberflächen für Versuchsreihe II

mit An bzw. ohne An = Oberfläche mit Anatas- bzw. ohne Anatas-Beschichtung;

MW = Mittelwert; SD = Standardabweichung; KI = Konfidenzintervall;

MW mit unterschiedlichen Buchstaben (A und B) sind statistisch signifikant für $p = 0,05$

Parameter bei A		MW	SD	95% KI		
				unten	oben	
Höhen	Sa (μm)	mit An	0,17 A	0,03	0,16	0,19
		ohne An	0,18 A	0,03	0,16	0,19
	Sq (μm)	mit An	0,22 A	0,04	0,20	0,25
		ohne An	0,24 A	0,04	0,22	0,26
	Ssk	mit An	0,22 A	0,13	0,17	0,27
		ohne An	0,21 A	0,07	0,16	0,27
	Sku	mit An	4,36 A	0,79	3,97	4,75
		ohne An	4,74 A	0,68	4,35	5,13
Abstand	Sal (μm)	mit An	1,13 A	0,09	1,09	1,17
		ohne An	1,09 A	0,06	1,05	1,13
	Str	mit An	0,70 A	0,13	0,64	0,75
		ohne An	0,63 A	0,08	0,58	0,69
Hybrid	Sdq	mit An	0,55 A	0,07	0,52	0,59
		ohne An	0,56 A	0,06	0,53	0,60
	Sdr (%)	mit An	14,97 A	3,53	13,21	16,72
		ohne An	15,56 A	3,09	13,81	17,31
Funktion	Sk (μm)	mit An	0,51 A	0,07	0,47	0,54
		ohne An	0,51 A	0,06	0,48	0,55
	Spk (μm)	mit An	0,29 A	0,07	0,26	0,33
		ohne An	0,32 A	0,06	0,29	0,36
	Svk (μm)	mit An	0,25 A	0,09	0,20	0,29
		ohne An	0,28 A	0,07	0,24	0,32
	Smr1 (%)	mit An	12,02 A	0,84	11,60	12,44
		ohne An	12,54 A	0,72	12,12	12,95
	Smr2 (%)	mit An	89,54 A	1,79	88,70	90,39
		ohne An	88,69 A	1,36	87,84	89,53
Volumen	Vmp (ml/m ²)	mit An	0,01 A	0,01	0,01	0,02
		ohne An	0,02 A	0,01	0,01	0,02
	Vmc (ml/m ²)	mit An	0,18 A	0,03	0,17	0,20
		ohne An	0,19 A	0,03	0,18	0,20
	Vvc (ml/m ²)	mit An	0,26 A	0,04	0,24	0,28
		ohne An	0,28 A	0,04	0,26	0,30
	Vvv (ml/m ²)	mit An	0,03 A	0,01	0,02	0,03
		ohne An	0,03 A	0,01	0,02	0,03
	Vvv/Vmc	mit An	1,44 A	0,03	1,43	1,46
		ohne An	1,46 A	0,02	1,45	1,47

Tab. 12: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von A-Oberflächen für Versuchsreihe III

mit An bzw. ohne An = Oberfläche mit Anatas- bzw. ohne Anatas-Beschichtung;
 MW = Mittelwert; SD = Standardabweichung; KI = Konfidenzintervall;
 MW mit unterschiedlichen Buchstaben (A und B) sind statistisch signifikant für p = 0,05

		Parameter bei A	MW	SD	95% KI	
					unten	oben
Höhen	Sa (µm)	mit An	0,17 A	0,01	0,15	0,19
		ohne An	0,17 A	0,01	0,16	0,19
	Sq (µm)	mit An	0,23 A	0,01	0,20	0,25
		ohne An	0,23 A	0,01	0,21	0,26
	Ssk	mit An	0,19 A	0,05	0,09	0,29
		ohne An	0,21 A	0,05	0,11	0,31
Sku	mit An	4,36 A	0,23	3,89	4,83	
	ohne An	4,61 A	0,23	4,14	5,08	
Abstand	Sal (µm)	mit An	1,13 A	0,02	1,08	1,18
		ohne An	1,05 B	0,02	1,00	1,10
	Str	mit An	0,69 A	0,03	0,64	0,75
		ohne An	0,60 B	0,03	0,55	0,66
Hybrid	Sdq	mit An	0,55 A	0,02	0,50	0,59
		ohne An	0,54 A	0,02	0,50	0,58
	Sdr (%)	mit An	14,84 A	1,09	12,60	17,07
		ohne An	14,43 A	1,09	12,20	16,67
Funktion	Sk (µm)	mit An	0,51 A	0,02	0,46	0,55
		ohne An	0,50 A	0,02	0,46	0,54
	Spk (µm)	mit An	0,29 A	0,02	0,25	0,33
		ohne An	0,31 A	0,02	0,27	0,35
	Svk (µm)	mit An	0,25 A	0,02	0,20	0,29
		ohne An	0,27 A	0,02	0,22	0,31
	Smr1 (%)	mit An	11,95 A	0,25	11,44	12,46
		ohne An	12,43 A	0,25	11,93	12,94
	Smr2 (%)	mit An	89,56 A	0,49	88,56	90,57
		ohne An	88,87 A	0,49	87,87	89,88
Volumen	Vmp (ml/m ²)	mit An	0,01 A	0,00	0,01	0,02
		ohne An	0,01 A	0,00	0,01	0,02
	Vmc (ml/m ²)	mit An	0,18 A	0,01	0,17	0,20
		ohne An	0,18 A	0,01	0,17	0,20
	Vvc (ml/m ²)	mit An	0,27 A	0,01	0,24	0,29
		ohne An	0,27 A	0,01	0,24	0,29
	Vvv (ml/m ²)	mit An	0,03 A	0,00	0,02	0,03
		ohne An	0,03 A	0,00	0,02	0,03
	Vvv/Vmc	mit An	1,44 A	0,01	1,43	1,46
		ohne An	1,46 A	0,01	1,44	1,48

Tab. 13: Rauigkeitsparameter mit statistischen Daten von A-Oberflächen für Versuchsreihe IV

mit An bzw. ohne An = Oberfläche mit Anatas- bzw. ohne Anatas-Beschichtung;

MW = Mittelwert; SD = Standardabweichung; KI = Konfidenzintervall;

MW mit unterschiedlichen Buchstaben (A und B) sind statistisch signifikant für p = 0,05

		Parameter bei A	MW	SE	95% KI	
					unten	oben
Höhen	Sa (µm)	mit An	0,19 A	0,00	0,18	0,19
		ohne An	0,18 A	0,00	0,18	0,19
	Sq (µm)	mit An	0,23 A	0,00	0,22	0,24
		ohne An	0,23 A	0,00	0,22	0,24
	Ssk	mit An	0,42 A	0,03	0,35	0,49
		ohne An	0,57 B	0,03	0,51	0,64
Sku	mit An	3,27 A	0,10	3,06	3,48	
	ohne An	3,57 B	0,10	3,36	3,78	
Abstand	Sal (µm)	mit An	1,16 A	0,01	1,13	1,19
		ohne An	1,14 A	0,01	1,11	1,17
	Str	mit An	0,86 A	0,01	0,83	0,88
		ohne An	0,84 B	0,01	0,82	0,86
Hybrid	Sdq	mit An	0,61 A	0,01	0,58	0,63
		ohne An	0,63 A	0,01	0,61	0,66
	Sdr (%)	mit An	17,24 A	0,67	15,88	18,61
		ohne An	18,64 A	0,67	17,27	20,00
Funktion	Sk (µm)	mit An	0,59 A	0,01	0,57	0,61
		ohne An	0,57 A	0,01	0,55	0,59
	Spk (µm)	mit An	0,28 A	0,01	0,26	0,29
		ohne An	0,30 B	0,01	0,29	0,32
	Svk (µm)	mit An	0,16 A	0,01	0,15	0,17
		ohne An	0,15 A	0,01	0,14	0,16
	Smr1 (%)	mit An	12,35 A	0,27	11,81	12,90
		ohne An	13,32 B	0,27	12,78	13,87
Smr2 (%)	mit An	92,98 A	0,15	92,67	93,29	
	ohne An	93,19 A	0,15	92,88	93,50	
Volumen	Vmp (ml/m ²)	mit An	0,01 A	0,00	0,01	0,01
		ohne An	0,01 A	0,00	0,01	0,02
	Vmc (ml/m ²)	mit An	0,21 A	0,00	0,20	0,21
		ohne An	0,20 A	0,00	0,19	0,21
	Vvc (ml/m ²)	mit An	0,31 A	0,01	0,29	0,32
		ohne An	0,31 A	0,01	0,29	0,32
	Vvv (ml/m ²)	mit An	0,02 A	0,00	0,02	0,02
		ohne An	0,02 A	0,00	0,02	0,02
Vvv/Vmc	mit An	1,48 A	0,01	1,46	1,51	
	ohne An	1,53 B	0,01	1,51	1,56	

Tab. 14: Übersicht über alle statistisch signifikanten Mittelwertunterschiede zwischen Anatas-beschichteten und anatasfreien SLA-, SL- und A-Oberflächen.

I, II, III, IV = Versuchsreihen; + = signifikant unterschiedlich; - = nicht signifikant unterschiedlich

<u>Parameter</u>		SLA-Oberfläche				SL-Oberfläche				A-Oberfläche			
		I	II	III	IV	I	II	III	IV	I	II	III	IV
Höhen	Sa (µm)	+	+	+	+	+	-	-	-	-	-	-	-
	Sq (µm)	+	+	+	+	+	-	-	-	-	-	-	-
	SsK	-	+	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+
	Sku	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	+
Abstand	Sal (µm)	+	+	+	+	-	-	-	-	-	-	+	-
	Str	-	-	-	-	+	-	-	-	-	-	+	+
Hybrid	Sdq	+	-	+	+	+	-	-	-	-	-	-	-
	Sdr (%)	+	+	+	+	+	-	-	-	-	-	-	-
Funktion	Sk (µm)	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	-	-
	Spk (µm)	+	+	+	+	+	-	-	-	-	-	-	+
	Svk (µm)	-	-	+	+	+	-	-	-	-	-	-	-
	Smr1 (%)	-	+	-	+	+	-	-	-	-	-	-	+
	Smr2 (%)	-	+	-	-	+	-	-	-	-	-	-	-
Volumen	Vmp (ml/m ²)	+	+	+	+	+	-	-	-	-	-	-	-
	Vmc (ml/m ²)	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-	-	-
	Vvc (ml/m ²)	+	+	+	+	+	-	-	-	-	-	-	-
	Vvv (ml/m ²)	+	-	+	+	+	-	-	-	-	-	-	-
	Vvc/Vmc	-	+	+	-	-	-	-	-	-	-	-	+

Tab. 15: Einfluss der Größenänderung von Filter oder Vergrößerung auf die Anzahl der Signifikanzen. In Klammer stehen die Veränderungen in Zahlen als Zuwachs oder Abnahme

	Veränderung der Anzahl an Signifikanzen bei	
	Filterverkleinerung auf 5 µm	Erhöhung der Vergrößerung auf 3000x
SLA	11 → 13 (+2)	13 → 13 (0)
SL	14 → 2 (-12)	0 → 0 (0)
A	0 → 0 (0)	2 → 6 (+4)

Tab. 16: Parameter, die sich ausgehend von VR I bei kleinerem Filter und höherer Aufnahmevergrößerung, verändern

	Filterverkleinerung auf 5 µm		Erhöhung der Vergrößerung auf 3000x	
	zu signifikant	zu nicht-signifikant	zu nicht-signifikant	zu nicht-signifikant
SLA	Ssk, Smr1, Smr2, Vvc/Vmc	Sdq, Vvv	Smr1	Vvc/Vmc
SL	-	Sa, Sq, Str, Sdr, Spk, Svk, Smr1, Smr2, Vmp, Vvc, Vvv	-	-
A	-	-	Ssk, Sku, Spk, Smr1, Vvc/Vmc	Sal

Eine weitere Herangehensweise zur quantitativen Charakterisierung von Anatas-Nanobeschichtung kann, neben dem Vergleich der Mittelwert-Signifikanzen, der deskriptive Vergleich der Mittelwertveränderung eines Parameters sein. Betrachtet werden soll hierbei die Richtung der Mittelwertveränderung *nach* Beschichtung mit Anatas. Oder anders gesagt: Werden die Mittelwerte von Rauigkeitsparametern nach Beschichtung größer oder kleiner?

Tab. 17 gibt hierbei Auskunft über die Richtung der Veränderung durch Pfeilsymbole: „↑“ bedeutet größerer Mittelwert nach Anatas-Beschichtung, „↓“ bedeutet kleinerer Mittelwert nach Anatas-Beschichtung und „=“ bedeutet gleich große Mittelwerte. Verglichen unter identischen Messbindungen (Versuchsreihen) ist die Richtung der Mittelwertveränderung nur bei 3 Parametern für jeden Oberflächentyp (SLA, SL und A) die gleiche: Die Parameter Ssk, Str und Smr2 zeigen nur bei 650x Vergrößerung und Filtergröße 50 µm (Versuchsreihe I) für jeden Oberflächentyp durchweg eine Zunahme ihrer Mittelwerte („↑“), wenngleich diese Zunahme auch nicht stets mit den statistisch signifikanten Unterschieden der Mittelwerte korreliert. Ansonsten liegt kein Parameter vor, der die gleiche Pfeilrichtung in derselben Versuchsreihe bei allen drei Modifikationen hat, d.h. SLA, SL und A zeigen in denselben Versuchsreihen nach Anatas-Beschichtung Zu- und Abnahme der Mittelwerte eines Parameters.

Allerdings ist auch in der Übersicht von Tab. 17, ähnlich wie bei der Anzahl der

Signifikanzen, tendenziell eine *asymmetrische Verteilung der Pfeilrichtungen* erkennbar: In der Gruppe der SLA-Oberflächen weisen 61 von insgesamt 72 Parametern nach Beschichtung mit Anatas eine Zunahme des Mittelwertes (Pfeilsymbol: „↑“) auf; bei der Gruppe der SL-Oberflächen sind dies 19 Parameter und bei der Gruppe der A-Oberflächen 29 Parameter.

Betrachtet man die Richtung der Mittelwertänderung nach Anatas-Beschichtung im Zusammenhang mit Parametern, die statistische Signifikanzen haben (Tab. 14), lässt sich, wie aus Tab. 17 zu entnehmen ist, feststellen:

In der Gruppe der SLA-Oberfläche gehen alle statistisch signifikant unterschiedliche Parameter (Ausnahme: Sal, Vmp und Vvv) mit einer Zunahme der Mittelwerte *nach* Anatas-Beschichtung („↑“) einher. In der Gruppe der SL-Oberfläche verhält sich dies genau umgekehrt. Hier gehen alle statistisch signifikant verschiedenen Parameter mit einer Abnahme der Mittelwerte *nach* Anatas-Beschichtung („↓“) einher (Ausnahme: Str). In der Gruppe der A-Oberfläche lässt sich hingegen kein Zusammenhang zwischen Mittelwert-änderungen *nach* Anatas-Beschichtung und Signifikanz erkennen.

Tab. 17: Veränderungen von Parameterwerten nach An-Beschichtung in tabellarischer Übersicht

I, II, III, IV = Versuchsreihe; „↑“ = größerer Mittelwert nach Anatas-Beschichtung; „↓“ = kleinerer Mittelwert nach Anatas-Beschichtung; „=“ = gleich große Mittelwerte
 Parameter, bei denen die Mittelwerte signifikante Unterschiede haben (aus Tab. 14), sind schraffiert hinterlegt.

<i>Parameter</i>		SLA-Oberfläche				SL-Oberfläche				A-Oberfläche			
		I	II	III	IV	I	II	III	IV	I	II	III	IV
Höhen	Sa (µm)	↑	↑	↑	↑	↓	↓	=	=	=	↓	=	↑
	Sq (µm)	↑	↑	↑	↑	↓	↓	↓	=	↑	↓	=	=
	SsK	↑	↑	↑	=	↑	↓	↑	↓	↑	↑	↓	↓
	Sku	↓	↓	↑	↑	↓	↑	↓	↓	↑	↓	↓	↓
Abstand	Sal (µm)	↓	↑	↑	↑	↑	↓	↓	↑	↑	↑	↑	↑
	Str	↑	↑	↑	↓	↑	↓	↓	↑	↑	↑	↑	↑
Hybrid	Sdq	↑	↑	↑	↑	↓	↓	↓	↓	=	↓	↑	↓
	Sdr (%)	↑	↑	↑	↑	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↑	↓
Funktion	Sk (µm)	↑	↑	↑	↑	↓	↓	↓	↑	↑	=	↑	↑
	Spk (µm)	↑	↑	↑	↑	↓	↑	↑	=	↑	↓	↓	↓
	Svk (µm)	↑	↑	↑	↑	↓	↑	↑	=	↑	↓	↓	↑
	Smr1(%)	↑	↑	↑	↑	↓	↑	↑	=	↑	↓	↓	↓
	Smr2(%)	↑	↑	↑	↓	↑	↓	↓	↑	↑	↑	↑	↓
Volumen	Vmp (ml/m ²)	↑	=	=	=	↓	↑	=	=	=	↓	=	=
	Vmc (ml/m ²)	↑	↑	↑	↑	↓	↓	↓	=	↑	↓	=	↑
	Vvc (ml/m ²)	↑	↑	↑	↑	↓	↓	↓	=	↑	↓	=	=
	Vvv (ml/m ²)	↑	=	=	↑	↓	=	=	=	=	=	=	=
	Vvc/Vmc	↑	↑	↑	↑	=	↑	↑	=	↑	↓	↓	↓

Zusammenfassen lässt sich die Auswertung der quantitativen Resultate wie folgt:

1. Kein Rauigkeitsparameter hat in dergleichen Versuchsreihe bei allen 3 Oberflächen (SLA, SL, A) durchweg statistisch signifikant unterschiedliche Mittelwerte zwischen Anatas-beschichteten und anatasfreien Oberflächen.
2. Die Anzahl der Mittelwert-Signifikanzen für jede der 3 Oberflächen ist ungleich. Dabei hat aber SLA bei allen Versuchsreihen (kleinerer Filter, höhere Vergrößerung) stets die meiste Anzahl an Mittelwert-Signifikanzen.
3. Eine Verkleinerung des Filters bzw. eine Erhöhung der Aufnahmevergrößerung (ausgehend von den Bedingungen von VR I bzw. VR III) wirken sich bei jedem Oberflächentyp (SLA, SL, A) sehr unterschiedlich auf die Anzahl der Mittelwert-Signifikanzen aus. Eine deutliche Steigerung der Anzahl der Mittelwert-Signifikanzen kann hierbei nicht festgestellt werden. Eine drastische Abnahme ist allerdings für SL-Oberflächen bei Filter-verkleinerung auf 5 μm zu sehen.
4. Eine klare Richtung der Mittelwertänderung, d.h. ob die Mittelwerte eines Rauigkeitsparameters nach Anatas-Beschichtung bei allen 3 Oberflächen größer oder kleiner werden, ist nicht festzustellen.
Eine Zunahme der Mittelwerte nach Anatas-Beschichtung zeigen einzig die Rauigkeitsparameter Ssk, Str und Smr2 bei 650x Vergrößerung und Filtergröße 50 μm (Versuchsreihe I) durchweg für jede Oberfläche (SLA, SL, A).
5. Einen Zusammenhang zwischen Richtung der Mittelwertänderung nach Anatas-Beschichtung und Mittelwert-Signifikanz ist für die beiden Oberflächen SLA und SL zu erkennen: Signifikant unterschiedliche Rauigkeitsparameter von SLA zeigen auch eine Zunahme der Mittelwerte mit Anatas (Ausnahme: Sal, Vmp und Vmp), wohingegen signifikant unterschiedliche Rauigkeitsparameter von SL eine Abnahme der Mittelwerte mit Anatas (Ausnahme: Str) aufweisen.

4 Diskussion

Diese Studie untersuchte mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) drei verschiedene oberflächenmodifizierte, implantatanaloge Titanoberflächen, die entweder *mit* oder *ohne* nanokristallinem Anatas beschichtet waren. Die Verarbeitung der gewonnenen REM-Aufnahmen zielte auf eine qualitative und quantitative Charakterisierung von Anatas-Nanobeschichtung auf den Oberflächen ab. Diese wurde zum einen durch einen qualitativen Vergleich der Bilder und zum anderen durch einen quantitativen Vergleich von photogrammetrisch ermittelten Rauigkeitswerten realisiert.

In den folgenden Abschnitten werden nun die Ergebnisse der beiden Vergleichsuntersuchungen eingehend diskutiert.

4.1 Kann nanokristalliner Anatas qualitativ erfasst werden?

Die Schichtdicke der Anatas-Coatings lag bei den untersuchten Oberflächen im Submikron-Bereich zwischen 500 und 700 nm [58]. Bei dem Versuch, diesen Bereich visuell zu erfassen, wurden in der qualitativen Untersuchung dieser Studie neben der bei der Topografieanalyse oft genutzten 650x Vergrößerung auch Vergrößerungen von 3000x und 5000x am REM gewählt.

Als Resultate sind nach der Untersuchung am REM festzuhalten:

- Bei 650x Vergrößerung sind bei allen drei Oberflächen-Modifikationen keine sichtbaren morphologischen Veränderungen zu sehen.
- Bei 3000x und 5000x Vergrößerung lassen sich innerhalb derselben Modifikationen sichtliche Unterschiede erkennen, ohne dass sich dabei aber auch grundlegend die Morphologie der für die Modifikationsart typischen Oberflächenstruktur ändert.

Aus dieser Untersuchung geht hervor, dass nanokristalliner Anatas mit einer mittleren Schichtdicke von 600 nm erst ab einer Vergrößerung von 3000x im Rasterelektronenmikroskop erfasst werden kann. Hier sind allerdings nur grob strukturelle Oberflächenveränderungen zu sehen, wohingegen feine nanokristalline

Strukturen von Anatas (auch bei höherer Vergrößerung von 5000x) nicht festgestellt werden können: Jene sichtbaren, grob strukturellen Veränderungen der Oberflächen, welche auf die Anatas-Beschichtung zurückzuführen sind, zeigen sich in Form von abgerundeten und dickeren Spitzen/Rändern der Kämme und in Form von sehr kleinen, runden Konglomeraten, die sich bei Aufnahmevergrößerungen vermehrt in den Grübchen und Spitzen der Ätzporen konzentrieren. Während sich aber auf SLA- und A-Oberflächen die Anatas-bedingten Veränderungen vor allem an den Spitzen der Ätzporen sichtbar machen, beobachtet man auf SL-Oberflächen, welche eine gröbere, breiterkantigere und massivere Topografiestruktur mit flachen Plateaus haben, die verdickten Konglomerate weitgehend am Fuße der Kluften/Vertiefungen. Die breiten Ebenen und teilweise auch Abhänge in den REM-Aufnahmen bis 5000x sind weitgehend unverändert spitz oder glatt. Sporadisch können aber auch dort kleine runde Konglomerate gesehen werden (Abb. 30).

Auch wenn in dieser Studie keine grob strukturellen Oberflächenveränderungen durch Anatas an glatten Stellen der SL-typischen Oberflächen zu sehen sind, lässt es sich jedoch nicht ausschließen, dass solche scheinbar „unveränderten“ glatten Stellen auch tatsächlich mit einem nanokristallinen Anatas-Dünnsfilm bedeckt sind. Wie auf einem sehr glatten Untergrund (polierte Titanoberfläche und Quarzplatte) das Oberflächenrelief eines 600 nm dicken, gesputterten Anatas-Films aussieht, beschreiben Rupp et al. unter anderem in einer Studie von 2010 [42]. Hierin wird bei Vergrößerungen von 40 000x gezeigt, dass der Anatasfilm aus säulenförmigen Kristallstrukturen besteht, durch welche das Oberflächenrelief des Anatasfilms zwar facettiert, jedoch in seiner horizontalen Betrachtung - dem relativ glatten Untergrund folgend - eben erscheint. Dies lässt sich auch schon bei 20 000x Vergrößerungen im REM bestätigen, wie Abb. 38 verdeutlicht. Es ist daher anzunehmen, dass sich Anatas auf eher glattem Untergrund wie z.B. partiell den SL-Oberflächen, erst in höherer Vergrößerung als 5000x visuell charakterisieren lässt, dann aber in seiner feinen nanokristallinen Struktur.

Zu einer übereinstimmenden qualitativen Charakterisierung von Anatas-bedingten Oberflächenveränderungen kommt auch eine Untersuchung von Sugita et al.,

die REM-Bilder von mikrostrukturierten, säure-geätzten Titanoberflächen vor und nach Anatas-Beschichtung vergleichend beschreibt [68]. Die durch Anatas hervorgerufenen Veränderungen auf geätzten Titanoberflächen beschreiben Sugita et al. genauso wie jene Veränderungen auf geätzten Oberflächen der vorliegenden Untersuchung, also als morphologische Veränderungen in Form von verdickten und abgerundeten Kämmen der Ätzporen. In dieser Studie zeigen Sugita et al. ferner, dass die Dicke des gesputterten Anatas-Films a) mit der Besputterungszeit korreliert und b) sichtbare strukturelle Veränderungen auf der mikrostrukturierten Oberfläche erst bei einer Dicke von 6,2 nm (bei Vergrößerungen von 10 000x und 30 000x) zu finden sind. Eine andere Studie von Iwasa et al. untersuchte dieselben Oberflächen wie die von Sugita et al., allerdings mit einer dickeren Anatas-Filmdicke (300 nm), welcher der Anatas-Filmdicke der vorliegenden Studie (500-700 nm) schon relativ nahe kommt [69]. Auch sie kamen zu denselben Beschreibungsmerkmalen von Anatas-bedeckten, geätzten Titanoberflächen.

Sugita et al. sowie Iwasa et al. betrachten zudem die Anatas-beschichteten Titanoberflächen als ein Hinzufügen von nanogroßen Knötchenstrukturen (Anatas) auf die mikrostrukturierten, säure-geätzten Oberflächen und beschreiben sie damit als ein Nebeneinander von Merkmalen beider Größendimensionen („Mikro-Nano-Hybrid-Oberfläche“). So eine Beschreibung als Hybridoberfläche lässt sich bei Betrachtung der REM-Aufnahmen auch für die Anatas-beschichteten Oberflächen der vorliegenden Untersuchung sagen, da trotz aufgebrachtten Anatasfilms und morphologischen Veränderungen die (für die drei Oberflächenarten typischen) Mikrostrukturen per se zu erkennen sind.

Durch das Abscheiden von Anatas im Magnetron-Sputterverfahren auf die Oberflächen der hier untersuchten Objekte ergeben sich Vorteile gegenüber anderen Ablagerungstechniken von Dünnschichten. Neben der relativ guten Haftung von TiO_2 zählen die Beschaffenheit (hohe Dichte und homogene Verteilung) des abgelagerten Films mit dazu [70]. Ferner hat sich beim Magnetron-Sputter-Verfahren gezeigt, dass durch Auswahl geeigneter Set-up-Parameter die Anordnung der Kristalle von TiO_2 gesteuert und damit die Mikrostruktur des abgelagerten Dünnschichtfilms beeinflusst werden kann. Eine Untersuchung von Singh und Kaur kommt zu

dem Ergebnis, dass eine Erhöhung von Spannung oder Druck beim Sputterprozess das kristalline Wachstumsverhalten von TiO₂-Nanostrukturen verändert und zwar von blumenkohl- zu säulenförmigen Anordnungen der Schichten im Submikron-Bereich [70]. Die in der vorliegenden Studie untersuchten REM-Bilder von beschichteten Oberflächen lassen in allen drei durchgeführten Vergrößerungen (650x, 3000x und 5000x) Anatas-Strukturen nur als die bereits erwähnten strukturellen Veränderungen der Oberfläche *ohne* kristalline Feinstruktur erkennen. Eine detaillierte Beschreibung der feinen Anatas-Strukturen, wie Singh und Kaur sie für ihre untersuchten Dünnschichten formulieren, ist bei Vergrößerungen bis zu 5000x nicht möglich. Höhere Vergrößerungen (10 000x) von geätzten Titanoberflächen mit Anatas-Beschichtung, die mit dem gleichen Set-up am Magnetron-Sputter und derselben Filmdicke wie bei den Proben der vorliegenden Arbeit aufgebracht wurden, zeigen allerdings polykristalline Feinstrukturen von Anatas in der horizontalen Ausdehnung (Abb. 38 und Abb. 39). Wie diese Kristalle dann in der Vertikalen aussehen, werden in einer Studie von Rupp et. al an denselben Anatasfilmen im Frakturschnitt beschrieben [42]. Diese besputterten Anataskristalle wachsen auf einer ebenen Unterlage säulenförmig in die Höhe, wobei die Dicke der einzelnen Kristalle von unten nach oben zunimmt. Diese Daten lassen auf *säulenförmige, reinphasige Kristallstrukturen* auch auf den modifizierten Oberflächen dieser Studie schließen. Detailliertere Angaben über die vorherrschende Kristallstruktur des Anatas-Films auf den hier untersuchten Titanplättchen können andere Analysemethoden wie die Röntgendiffraktometrie liefern.

Die *alio loco* durchgeführte Anatas-Beschichtung (reaktives Magnetron-Sputtering) sollte laut Ergebnisprotokoll auf eine reinphasige Anatas-Schichtdicke von 600-700 nm abzielen (im Protokoll wird auch hingewiesen, dass die Schichtdicke minimal abweichen kann) [58]. Demnach ist theoretisch anzunehmen, dass SLA- und A-Mikroätzporen, welche bekanntlich einen mittleren Durchmesser von 1 – 1,5 µm haben, durch den Anatasfilm, dessen Schichtdicke hier im Schnitt über 0,5 - 0,7 µm beträgt, von allen Seiten zuwachsen [71]. Eine geätzte Anatas-Oberflächen müsste hier also ein Oberflächenmuster zeigen, deren Ätzporen weitgehend durch die Beschichtung eingeebnet sind. Interessanterweise aber zeigen die REM-Aufnahmen von SLA und A gewisse Anatas-Oberflächen, bei

denen das Volumen der Ätzporen noch relativ gut zu erkennen sind und wider Erwarten nicht stark gefüllt ist. Denn die beschriebenen Anatas-bedingten strukturellen Veränderungen (*abgerundete und verdickte Kanten* oder die *kleinen, runden Konglomerate*) bilden sich bei den SLA- oder A-Oberflächen nahezu an den dünnen Porenspitzen bzw. -abhängen oder teilweise aber auch in den Grübchen der Poren. Bei höhere Vergrößerung (10 000x) einer geätzten Titanoberfläche lässt sich auch zeigen, dass die Ätzporen nicht durch den Anatas-Film zugewachsen sind (Abb. 39). Es liegt die Vermutung nahe, dass der Anatasfilm an verschiedenen Stellen unterschiedlich stark wächst. Eine mögliche Erklärung für diese Vermutung könnte die Theorie des geladenen Clusters liefern. Demnach nehmen kristalline Dünnschichten ihren Anfang von nanogroßen, geladenen Clustern, die abseits der Oberfläche wie z.B. im Plasma der Magnetron-Sputter-Anlage entstehen. Die Cluster sind klein und wachsen aufgrund ihrer abstoßenden Ladung vorerst nicht weiter, erst nach einer Interaktion mit der Oberfläche bilden die Cluster die Kristallisationszentren für weiteres Wachstum. Hwang et al. berichten, dass gerade aus solchen kleinen Clustern kristalline Filmschichten hervortreten können, wohingegen aus großen ungeladenen Clustern, die auch beim Sputtern erzeugt werden können, blumenkohlartige Filmschichten entstehen [70, 72]. Daraus lässt sich schließen, dass zwei Punkte für das Entstehen von nanokristallinen Anataschichten relevant sind: geladene Cluster und ihre Interaktion mit der Oberfläche. Im Fall der SLA- und A-Oberflächen können die Spitzen der Ätzporen aufgrund ihrer exponierten Lage mit den geladenen Clustern früher in Kontakt kommen als die tiefer gelegenen Bereiche. Die Kristallisation kann zum einen an den Spitzen der Ätzporen früher beginnen und zum anderen liegen dann die tieferen Bereiche im Schatten des Sputterstrahls.

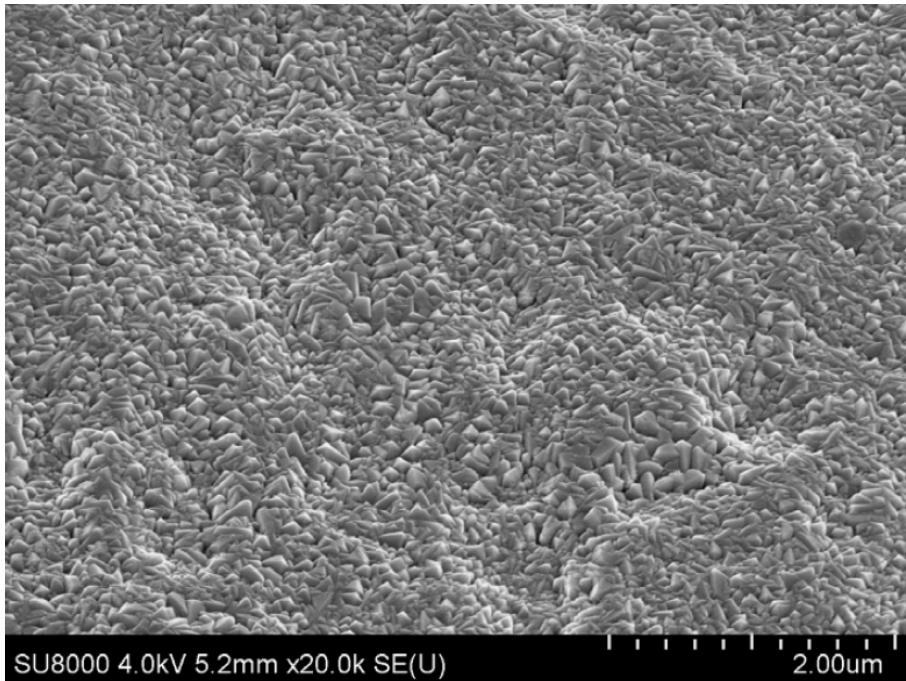


Abb. 38: REM-Aufnahme einer gesputterten Anatas-Beschichtung auf polierter Titanoberfläche bei 20 000x Vergrößerung, Quelle: Fraunhofer-Institut (FEP, Dresden)

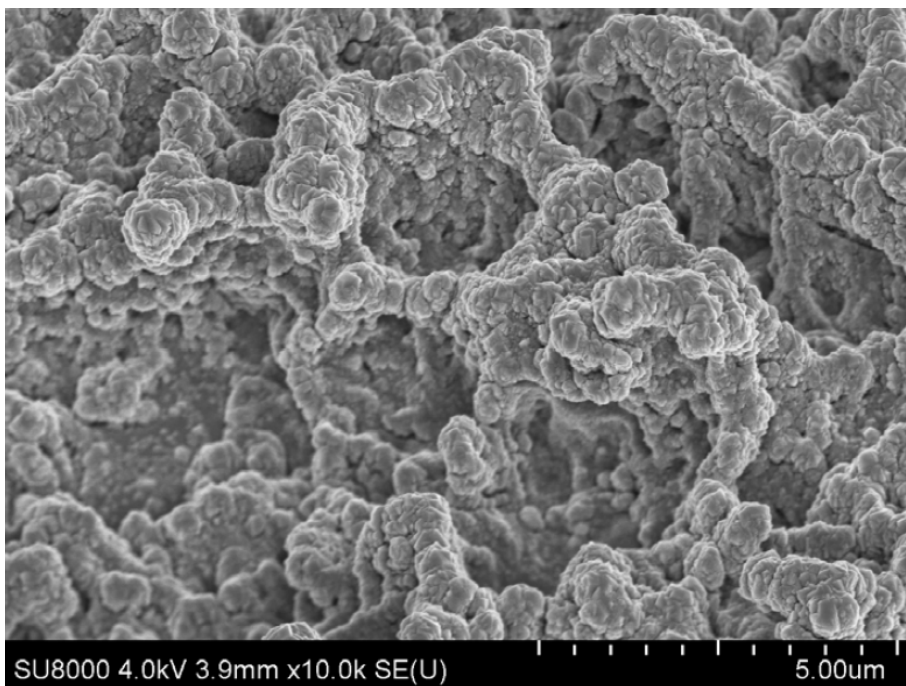


Abb. 39: REM-Aufnahme einer gesputterten Anatas-Beschichtung auf geätzter Titanoberfläche bei 10 000x Vergrößerung, Quelle: Fraunhofer-Institut (FEP, Dresden)

4.2 Kann nanokristalliner Anatas quantitativ erfasst werden?

Gemäß Wennerberg et al. sind die Werte von Oberflächenparametern auf Implantaten abhängig von Faktoren wie der Messmethode, der Auflösung des Messgeräts, der Messfläche und vor allem der Auswahl der Größe des Rauigkeitsfilters. Gerade die Filtergröße sollte auch laut Wennerberg et al. sowie Stout et al. der Rauigkeitsdimension der durchgeführten Anwendung Rechnung tragen und angepasst sein [28, 52]. Die Auswahl der Filtergröße richtet sich also danach, was konkret auf welcher Ebene der Topografie (Makro-, Mikro oder Nanorauigkeit) untersucht werden soll. Denn ein kleinerer Rauigkeitsfilter „siebt“ als sogenannter High-Pass Filter stets tiefere Frequenzen (Komponenten) der Oberflächentopografie heraus und lässt somit kleinere, topografisch verwertbare und erfassbare Frequenz-Komponenten passieren.

Während ein 50 µm-Filter für Rauigkeitsanalysen von Implantatoberflächen im Mikrobereich vorgeschlagen wurde [28], fanden Svanborg et al. in einer Studie zur Rauigkeitsanalyse mittels Lichtinterferometrie heraus, dass der Sa-Wert bei einem kleineren High-Pass Filter (1 µm) für die Erfassung von Nanorauigkeiten vorteilhafter erscheint [65].

Um in der vorliegenden Studie quantitative Unterschiede von Rauigkeitswerten zwischen Anatas-beschichteten und unbeschichteten Oberflächen im Submikron- bis Nanobereich erfassen zu können, wurden gezielt die Set-ups sowohl bei der digitalen Oberflächen-Analyse (Set-up: *Filtergröße*) als auch am optischen Aufnahmegerät selbst (Set-up: *Aufnahmevergrößerung*) verändert. Neben der Verkleinerung des Filters von 50 µm auf 5 µm (VR I + II) sollte zusätzlich eine Vergrößerung von 650x auf 3000x (VR III + IV) geprüft werden, inwiefern Unterschiede im Submikronbereich damit besser darzulegen sind. Als quantitatives „Prüfwerkzeug“ für die Erfassung einer Unterscheidung zwischen Anatas-beschichteten und anatasfreien Oberflächen diente die statistisch ermittelte Signifikanz der Mittelwertsdifferenzen diverser Rauigkeitsparameter. Eine quantitative Erfassung von Anatas auf mikrostrukturierten, implantatanalogen Titanoberflächen sollte insofern erbracht sein, sobald *ein Parameter* innerhalb einer Versuchsreihe (I, II, III oder IV) *bei allen 3 Oberflächentypen* SLA, SL und A durchweg statistisch unterscheidbare Mittelwerte hätte. Das Ergebnis dieser Studie

zeigt aber, dass mit keinem der 18 verwendeten Parameter eine umfassende quantitative Erfassung von Anatas durch einen einzigen Parameter möglich war.

Ebenso zeigt die Studie, dass eine Veränderung von Set-up Größen (Filter und Aufnahmevergrößerung) keinen wesentlichen Einfluss auf eine Steigerung der Anzahl an Mittelwert-Signifikanzen nimmt. Es wurde nämlich angenommen, dass durch kleinere Filter (5 μm) oder höhere Vergrößerung (3000x) quantitativ näher in die Nano- bis Submikronbereiche der Topografie vorgedrungen werden kann. Folglich müsste aber auch die Menge der signifikant unterschiedlichen Mittelwerte einzelner Parameter bei jeder Oberflächenmodifikation steigen. Denn je besser man Nanostrukturen durch Set-up Veränderungen erfassen könnte, desto klarer müsste die Differenz zwischen Anatas-beschichteten und unbeschichteten Oberflächen herausgefiltert werden. Gerade bei der SLA-Oberfläche und der A-Oberfläche, die sich auf dem Level der mikrotopografischen Ätzporen morphologisch stark ähneln (Abb. 24 und Abb. 36), sollten sich im besten Fall die Anzahl der Parameter mit Signifikanzen angleichen. Welchen Einfluss aber tatsächlich die Veränderung einer Set-up Größe (50 μm \rightarrow 5 μm bzw. 650x \rightarrow 3000x) auf die Anzahl der Signifikanzen für eine Modifikation hat, veranschaulicht Tab. 15 in einer Übersicht: Kleinerer Filter (Ausnahme: SL-Oberfläche) oder höhere Vergrößerungen haben keinen wesentlichen Einfluss auf die statistische Unterscheidung zwischen Oberflächen mit nanokristalliner Anatas-Beschichtung (von etwa 600 nm Schichtdicke) und ihren entsprechenden anatasfreien Modifikationen.

Allerdings kann dieser Untersuchung zufolge ein 50 μm Filter (bei 650x Vergrößerung) für Oberflächen mit großen mikrotopografischen Strukturen, wie sie auf SLA- und SL- Oberflächen anzutreffen sind, als optimales Set-up bei der Rauigkeitsanalyse für statistisch signifikante Unterscheidbarkeit zwischen Anatas-beschichteten und anatasfreien Oberflächen gesehen werden. Denn mit Filtergröße 50 μm (VR I) in dieser Studie bei jeweils zwei mikromorphologisch unterschiedlichen Oberflächen (SLA und SL) die meisten Mittelwert-Signifikanzen erzielt werden (Tab. 14). Bei Oberflächen mit ausschließlich kleinen Topografiestrukturen wie A-Oberflächen dagegen haben selbst Filterverkleinerungen keine Auswirkungen. Es bleibt weiterhin die Frage offen, warum nach Filterung die beiden in ihrer

Topografie ähnlichen, geätzten Oberflächen SLA und A nicht in ihrer Anzahl der Signifikanzen weitgehend gleich sind (Tab. 15). Möglicherweise spielt die größere Topografiekomponente von SLA-Oberflächen (Vertiefungen von ca. 50 μm), die durch das Sandstrahlen erzeugt wird und auf A-Oberflächen nicht vorhanden ist, eine nicht unbedeutende Rolle bei Filterung von Rauigkeiten. So fanden Wennerberg et al. bei einem Vergleich zwischen modifikationsgleichen Schrauben-Implantaten und Flachscheiben heraus, dass bei einer stufenweisen Verkleinerung des Filters (von 300 μm bis 25 μm) der Rauigkeitsparameter S_a bei Gewinde-Implantatoberflächen stets stärker abnimmt als bei den flachen Oberflächen [28]. Wennerberg et al. schließen daraus, dass dies der auf den Scheibenoberflächen fehlenden größeren Komponente „Form“, die beim Implantat durch das Gewinde gegeben ist („Welligkeit“ und „Rauigkeit“ besitzen beide Oberflächen), zuzuschreiben sei.

Die Studie von Wennerberg et al zeigt, dass es (durch Filterverkleinerung) auf Oberflächen mit größeren Komponenten leichter ist mehr „Rauigkeit“ wegzufiltern. Womöglich können dann feinere Strukturen wie eine Antas-Beschichtung in der Rauigkeitsmessung besser wahrgenommen werden. Diese Tatsache könnte erklären, warum SLA-Oberflächen auch nach Filterverkleinerung in der vorliegenden Studie mehr Mittelwert-Signifikanzen aufweist als A-Oberflächen (Tab. 15).

4.3 Einordnung der Topografie von Anatas als Beschichtungsmaterial hinsichtlich Osseointegration

In diesem Abschnitt werden aktuelle wissenschaftliche Ergebnisse zu Anatas als Beschichtungsmaterial aus der Literatur zusammengefasst, um sie hinsichtlich Osseointegration bei Implantaten einzuordnen. Die Einordnung zur Osseointegration wird unter den Gesichtspunkten Rauigkeit und Bioaktivität von Anatas diskutiert.

Rauigkeiten nehmen einen großen Einfluss auf die Osseointegration von Implantaten. Viele Studien zeigten, dass Mikrorauigkeiten mit Sa-Werten zwischen 1 und 2 μm optimale Knochenreaktionen hervorrufen [14, 24–27].

Ein Vergleich von Rauigkeitswerten aus unterschiedlichen Studien gestaltet sich schwierig, da einzelne Parameter von Bedingungen wie der Messmethode, der Auflösung, dem Messgeräts, dem Messfeld und dem Filters beeinflusst werden [28, 52]. Hinzu kommt, dass für Oberflächenbeschreibungen dentaler Implantate keine Vorgaben oder Standards vorliegen. Allerdings gilt der Höhenparameter Sa als „Standardparameter“ und kommt in sehr vielen Untersuchungen zur Anwendung. Daher werden im Folgenden der Sa-Wert und -wenn möglich- der Sdr-Wert, welcher den wahren Zuwachs der Fläche in Prozenten angibt, mit denen anderer Studien verglichen. Wennerberg & Albrektsson sehen diese zwei Parameter bezüglich Osseointegration für aussagekräftig: Mit Sdr-Werten ab 50 % zusammen mit Sa-Werten im Mikrobereich von 1 - 2 μm seien optimale Voraussetzungen für Osseointegration gegeben [14].

Die Datenlage zu Rauigkeitswerten dentaler Implantatoberflächen, die wie in dieser Studie mit der Methode der REM-Rauigkeitsanalyse ermittelt wurden, ist in der Literatur spärlich. Es überwiegen hier Rauigkeitsdaten, die durch andere Messmethoden erhoben wurden. Mittels REM-Rauigkeitsanalyse gewonnene Rauigkeitswerte Anatas-beschichteter Oberflächen wurden sogar nach aktuellem Wissensstand des Autors bis heute überhaupt nicht durchgeführt. Der vorliegende Vergleich der Rauigkeitswerte anderer Studien berücksichtigt daher andere Messmethoden bei der Rauigkeitsanalyse. Eine Übersicht über Rauigkeitswerte von Oberflächen ohne Anatas bzw. mit Anatas-Beschichtungen ist in Tab.

18 zusammengefasst.

Was die Rauigkeitsanalysen von Oberflächen mit Anatas-Beschichtung in anderen Studien ergaben, zeigt Tab. 18. Daraus wird deutlich, dass eine submikron-dicke Beschichtung mit Anatas den Rauigkeitswert (S_a oder R_a) der Oberfläche generell erhöht, und zwar sowohl im Mikro- wie auch im Nanobereich.

So berichten Rupp et al. bei Untersuchungen zweier Anatas-beschichteten Oberflächen (polierte Titanoberfläche und TiO_2 -beschichtete Quarzoberfläche), dass eine Anatas-Beschichtung die Nanorauigkeit bei beiden Oberflächen erhöht [42]. Ihre Untersuchung haben sie mit einem Rastersondenmikroskop und einem kleinen Filter (0,2 Hz) durchgeführt. Im Vergleich zum Elektronenstrahl des REMS tastet das Rastersondenmikroskop die Oberfläche mit einem Cantilever ab. Der R_a -Wert der polierten Titanoberflächen lag bei 19,9 nm, der mit Anatas-Beschichtung bei 28,83 nm (Tab. 18).

Iwasa et al. [69] hatten mit doppelt geätzten Titanplättchen bei einem Laser-Scanning-Mikroskop auf TiO_2 -beschichteter Oberfläche in etwa einen 4- bis 5-fachen größeren R_a -Wert ($R_a \sim 1,4 \mu m$) als auf ihrem unbeschichteten Pendant ($R_a \sim 0,4 \mu m$) (Tab. 18).

In einer anderen Studie von Sawase et al. [73], die ebenso wie Iwasa et al. die Rauigkeit mit einem Laser-Scanning-Mikroskop untersuchten, wurde gezeigt, dass eine sandgestrahlte und anschließend polierte Oberfläche bei Anatas-Beschichtung einen höheren R_a -Wert ($R_a = 0,83 \mu m$) als ohne Beschichtung ($R_a = 0,5 \mu m$) hatte. Sogar bei einer Aktivierung von Anatas durch UV-Licht soll der R_a -Wert größer ($R_a = 0,91 \mu m$) als bei nicht-aktiviertem Anatas sein (Tab. 18).

Ebenso zeigte eine Studie von Suketa et al. aus dem Jahr 2005, dass eine mit 50 μm -Partikeln sandgestrahlte SL-Oberfläche nach Anatas-Beschichtung ($S_a = 1,16 \mu m$) etwas höhere S_a -Werte besaß als vor Anatas-Beschichtung ($S_a = 1,11 \mu m$) [74] (Tab. 18).

Aus der eigenen Studie kann jedoch eine durch Anatas verursachte Erhöhung

der Rauigkeitswerte (Sa-Wert) nur auf den SLA-Oberflächen bestätigt werden. Hier stieg der Wert von 1,28 μm ohne Anatas auf 1,67 μm mit Anatas. Der Sdr-Wert stieg ebenso nach Anatas-Beschichtung auf 42,3 %. Die Sa und Sdr-Werte für die anderen beiden Modifikationen hingegen sanken (für SL) oder änderten sich nicht (für A), wie aus Tab. 18 zu entnehmen ist.

Dass aber -anders als in der eigenen Untersuchung- die Rauigkeit (Sa-Wert) der sandgestrahlten Titanoberfläche (SL-Oberfläche) in der Studie von Suketa et al. nach Anatas-Beschichtung gestiegen ist, kann darauf hindeuten, dass nicht die Art der Oberflächenbearbeitung (Sandstrahlung), sondern die Rauigkeit der Oberfläche vor Beschichtung entscheidet, ob der Sa-Wert nach Anatas-Beschichtung steigt oder nicht. Die Oberflächen von Suketa et al. wurden mit feineren Körnern (50 μm), die in der vorliegenden Studie untersuchten SL-Oberflächen hingegen mit größeren Körnern (250 μm bis 500 μm) bestrahlt. Dementsprechend haben beide SL-Oberflächen vor Anatas-Beschichtung für den Sa- und Sdr-Parameter unterschiedliche Rauigkeitswerte: Im Unterschied zu den SL-Oberflächen von Suketa et al. haben die grobkörnig sandgestrahlten SL-Oberflächen der eigenen Studie eine höhere Rauigkeit (Sa = 1,59 μm) bei zugleich deutlich geringerer Oberflächenvergrößerung (Sdr = 27,3%) (Tab. 18). Auch Wennerberg et al. belegen in einer Studie, dass der Sa-Wert von gestrahlten Titanplättchen deutlich variiert, wenn diese mit unterschiedlicher Partikelgröße bearbeitet wurden [28].

Festzuhalten ist, dass eine submikrondicke Beschichtung mit Anatas in der eigenen Studie die Parameterwerte von Sa und Sdr ausschließlich auf SLA-Oberflächen erhöht. Nach Beschichtung mit Anatas liegen allerdings die Sa-Werte der SLA-Oberfläche der eigenen Studie und SL-Oberflächen beider Studien nach wie vor im moderat rauen Mikrobereich, den Wennerberg et al. als optimale Voraussetzung für die Osseointegration von Implantaten sehen.

In einer Vergleichsuntersuchung unterschiedlich sandgestrahlter Oberflächen sowie einiger kommerziell erhältlicher Implantate haben Arvidsson et al. eine Korrelation des Funktionsparameters Sci mit der potentiell biologischen Antwort eines Implantats mit dem Knochen feststellen können [59]. Sci ist ein Funktions-

parameter, der das Retentionsvermögen einer Flüssigkeit auf einer Oberfläche beschreibt. Er wird als Verhältnis aus dem Volumenparameter V_{vc} und dem Höhenparameter S_q errechnet und kann durch folgende Gleichung ausgedrückt werden [64]:

$$Sci = \frac{V_{vc}}{S_q}$$

Für Oberflächen mit einer Gauss'schen Verteilung des Höhenprofils, die im Profilschnitt also gleich viele Spitzen wie Täler hat, liegt der Sci-Wert bei 1,56. Bei den Oberflächen, die Arvidsson et al. untersuchten, lagen die Sci-Werte im Bereich von 1,36 und 1,86 (die Oberfläche des SLA-Implantats hatte bei ihnen einen Sci von 1,56). Sie stellten fest, dass bessere Resultate in puncto Knochen-Implantat-Kontakt (BIC) oder Ausdrehversuche mit immer kleineren Sci-Werten aus diesem Wertebereich zu erreichen sind. Sie schlussfolgern daraus, dass ein kleinerer Sci-Wert positiver für das Ergebnis der Osseointegration ist.

Wie aus Tab. 19 ersichtlich wird, sind in der vorliegenden Studie die Sci-Werte, die sich aus den Mittelwerten von V_{vc} und S_p errechnen, im Bereich von 1,05 bis 1,35 und lagen damit knapp unter dem kleinsten Sci-Wert (1,36) von Arvidsson et al., welchen sie auch als den besten Index-Wert hinsichtlich Knochenreaktion während der Osseointegration sehen. Die Sci-Werte aller drei Oberflächen der vorliegenden Studie werden nach Anatas-Beschichtung in jeder Versuchsreihe entweder größer oder bleiben unverändert (Ausnahme: SLA in VR IV). Sie nähern sich zwar dem kleinsten errechneten Sci-Wert (1,36) von Arvidsson et al., erreichen oder überschreiten ihn aber nicht. Anatas kann damit im besten Fall den Sci-Wert minimal in die Richtung des Wertes erhöhen, welcher für Implantatoberflächen in der Vergleichsstudie von Arvidsson et al. als den besten Index-Wert hinsichtlich Osseointegration gesehen wurde.

Dass Anatas als Beschichtungsmaterial auf Implantaten tatsächlich die Osseointegration stärker unterstützen soll als Implantate ohne Anatas-Beschichtung, konnte Sollazzo et al. in der bis heute einzigen histologischen in-vivo Studie zu Anatas-beschichteten Implantaten von 2007 aufzeigen. Hierin legt er dar, dass

bei Implantaten mit Anatas-Beschichtung der Zuwachs und die Qualität des Knochens um das Implantat besser waren als bei entsprechenden Implantaten ohne Anatas-Beschichtung [49].

Eine andere in-vitro Studie bewies, dass Bioaktivität und Osteokonduktivität auf geätzten, mikrostrukturierten Oberflächen deutlich ansteigt, sobald diese mit TiO_2 beschichtet werden. Sugita et al. konnten ferner zeigen, dass extrem dünne Anatas-Schichten bis zu 6,3 nm Dicke genügen, um solch positiven biologischen Effekt zu bewirken [68].

Auch mit einer UV-Belichtung von Anatas lassen sich ähnlich positive Ergebnisse für die Osseointegration erzielen. Es ist bekannt, dass UV-Bestrahlung von Titanoberflächen (UV-Photofunktionalisierung) das „biologische Altern“, also die fortschreitende Abnahme des biologischen Leistungsvermögens von Oberflächen ab dem Zeitpunkt der Oberflächenmodifizierung, verlangsamt [69]. Dass eine Anwendung von UV-Belichtung in Kombination mit nanonodulären TiO_2 -Beschichtungen auf mikrostrukturierten Titanoberflächen die Osteokonduktivität und Aktivität der Zellen um bis das 5-fache gegenüber unbeschichteten Oberflächen verbessert, haben Tsukimura et al. jüngst bewiesen [37].

Die native Oxidschicht, die sich auf Oberflächen spontan ausbildet, ist mitverantwortlich für die sehr gute Biokompatibilität von Titan und seiner Osseointegration. Viele in-vivo Studien untersuchten den Einfluss von Titanoberflächen mit dickerer, abgeschiedener Titandioxidschicht -wie sie z.B. durch anodisches Oxidieren entstehen- und hatten dabei insgesamt positive Ergebnisse hinsichtlich Knochenbildung, BIC oder Knochenbindung erzielt [75–77]. Dies geht auf die Tatsache zurück, dass auf chemisch aufgelagerten TiO_2 -Oberflächen Osteoblasten schneller proliferieren konnten als auf Titanoberflächen ohne abgelagerter Oxidschicht, wie Tsukimura et al. aufzeigen konnten [78]. Allerdings konnte in diesen Versuchen der Differenzierungsgrad von Osteoblasten mit der schnellen Proliferationsrate nicht Schritt halten und war kaum gereift. Interessanterweise reichen extrem dünne, gesputterte TiO_2 -Filme, die die Oberflächenmorphologie im Mikrobereich nicht ändern, aus, um die biologischen Fähigkeiten (Proliferationsrate und Differenzierungsrate) von mikrostrukturierten Oberflächen zu steigern. Bei

gesputterten Schichtdicken von 6,3 nm bis herunter auf 300 pm haben Sugita et al. in einer Untersuchung diese positiven Effekte gezeigt und führen sie auf die Oxygenierung der Oberfläche durch TiO₂ und damit auf die rein chemische Modifikation zurück, weil durch die extrem dünne Beschichtung die Mikrotopografie nicht verändert wurde [68]. Histomorphologische Untersuchungen von knochenverankerten Implantaten mit dieser extrem dünnen Oberflächenbeschichtung fehlen allerdings. Es bleibt zudem offen, wie stark sich bei diesen Schichtstärken die positiven Eigenschaften einer UV-Bestrahlung von TiO₂ auch auswirken. Denn einige Autoren sehen nach UV-Bestrahlung von submikrondünnen (300 nm Dicke), nanonodulären TiO₂-Schichten auf Titanoberflächen sowohl die optimalste Potenzierung der ohnehin schon „nanobedingten“, höheren Bioaktivität und Osteokonduktivität, als auch den besseren Schutz vor voranschreitendem Abbau der biologischen Oberflächenaktivität [37, 69].

Sawase et al. zeigten in einer Studie für nichtaktivierte Anatas-Beschichtung ebenso veränderte biologische Effekte. Schon die Anwesenheit von Anatas-Beschichtungen auf Titanoberflächen konnte *ohne* UV-Belichtung die Anzahl der anheftenden Zellen erhöhen, allerdings zeigte die Proliferationsrate der Zellen auf unbelichtetem Anatas fast keine Veränderung. Erst eine UV-Bestrahlung von Anatas führte dann in ihren Versuchen zu einer Steigerung beider bioaktiver Kenngrößen mit verbesserter Knochenmineralisation um das Implantat [73].

Interessanterweise sind die lichtinduzierten biologischen Effekte auch auf modifizierten Titanoberflächen *ohne* Beschichtung zu erzielen. Eine Studie von Aita et al. aus dem Jahr 2008 legte dar, dass auf mikrostrukturierten Titanoberflächen *ohne* zusätzlicher TiO₂-Beschichtung eine UV-Belichtung (UV-A und UV-C) schon ausreicht, um das osteokonduktive Vermögen der Oberfläche (Proteinadsorption, Zellanheftung, -proliferation und Differenzierung) zu erhöhen [79]. Die UV-aktivierten Oberflächen hatten dann eine dreimal stabilere biomechanische Verankerung im Knochen und deutlich besseren Knochen-Implantat-Kontakt (BIC) als die nicht UV-aktivierten Oberflächen .

Dieser positive biologische Effekt geht auf den Abbau von Kohlenwasserstoffe auf der Oberfläche durch UV-aktivierte Photokatalyse zurück und ist eng verbunden mit der Superhydrophilie der Oberfläche (Wassertropfen mit Kontaktwinkel

< 5°). Im Vergleich zu Aita et al. haben Untersuchungen von Rupp et al. allerdings ergeben, dass eine unbeschichtete Titanoberfläche im Vergleich zur Titanoberfläche mit Anatas-Beschichtung keine gesteigerte Hydrophilierung nach UV-Belichtung zeigte [42]. Dessen ungeachtet ist festzuhalten, dass Oberflächen mit Anatas-Beschichtung bis zur Superhydrophilierung kürzere Belichtungszeiten als unbeschichtete Titanoberflächen benötigten. In den Versuchen von Rupp et al. konnten auf Anatas-beschichteten Titanoberflächen (bei UVA-Licht mit 25 mW cm^{-2}) eine Superhydrophilierung schon nach 90 Sekunden Belichtungszeit erreicht werden, wohingegen bei Aita et al. auf ihren unbeschichteten, mikrostrukturierten Titanoberflächen eine Superhydrophilierung erst nach 48 Stunden Belichtungszeit (bei UVC-Licht mit 2 mW cm^{-2}) auftrat. Aber auch TiO_2 -Dünnschichten, die jeweils mit anderer Beschichtungstechnik auf eine Oberfläche aufgebracht wurden, hatten in Studien von Yu et al. sowie Sakai et al. bis zum Erreichen einer Superhydrophilierung der Oberfläche weit höhere Belichtungszeiten benötigt als bei der gesputterten Anatas-Beschichtung von Rupp et al. [42, 80, 81]: Der Zustand der Superhydrophilierung ist jedoch nicht von Dauer, wie dies Studien zum Anstieg des Kontaktwinkels nach der Belichtung zeigten [42, 80, 81]. Die wieder einsetzende Hydrophobierung läuft prinzipiell langsamer ab als ihre lichtinduzierte Hydrophilierung. Im Falle der gesputterten Anatas-Beschichtung aus der Studie von Rupp et al. stieg der Wasserkontaktwinkel von 0° auf 10° nach 3 Stunden, nach 7 Tagen waren 30° erreicht. Wie berichtet wird, können einmal „gealterte“ Anatas-Oberflächen durch UV-Belichtung auch wieder rehydrophiliert werden [42].

In-vivo Studien von Yu et al. und He et al. konnten zudem zeigen, dass nicht jede TiO_2 -Schicht gleichermaßen denselben Effekt auf Zelladhäsion, -ausbreitung, -proliferation und -differenzierung hat. Von den kristallinen und amorphen TiO_2 -Modifikationen hat die kristalline Anatas-Phase das größere bioaktivere Potenzial [82–84]. Die Strukturen von kristallinem Anatas ähneln stark denen von Hydroxylapatit -einem Mineral, das im Knochen vorkommt. Uchida et al. konnten in einer Studie zeigen, dass die Fähigkeit Hydroxylapatit zu binden auf kristallinen Anatas-Schichten deutlich besser war als auf anderen TiO_2 -Schichten aufgrund der Ähnlichkeit beider Kristallstrukturen [85, 86].

Gerade das schnelle Umschalten von hydrophob auf hydrophil, aber auch die langsam einsetzende Rehydrophobierung sind Punkte, die im klinischen Alltag die „chairside“ Anwendung von Anatas-beschichteten Implantaten erleichtern können. Dass Anatas auf Titanoberflächen anders als „nackte“ Titanoberflächen bei UV-Belichtung als bioaktive und photokatalytische Schicht funktioniert, spricht aus werkstoffwissenschaftlicher Sicht für dieses Biomaterial als Beschichtung auf dentalen Implantaten.

Allerdings sollten vor einer praktischen Umsetzung weitere Tests die klinische Tauglichkeit von submikrondicken Anatas-Beschichtungen auf Implantaten prüfen. Zu klären wäre z.B. die Frage nach der Löslichkeit eines gesputterten, submikrondicken Anatas-Films während oder nach knöcherner Konsolidierung. Zwar zeigten Studien, dass eine Anatas-Beschichtung das Herauslösen von toxischen Metall-Ionen wie Aluminium oder Vanadium bei einer Titanlegierung deutlich reduziert und quasi als „Schutzmantel“ für das umgebende Gewebe fungiert, allerdings ist kaum etwas darüber bekannt wie sich das beschichtete Anatas selbst über lange Zeit im Knochengewebe verhält [87].

Auch das Haftungsvermögen der gesputterten Anatas-Beschichtung z.B. nach Inserieren des Implantats im Knochen oder nach mechanischen Abrieben, wie sie durch Zahnbürstenpflege oder durch Instrumente bei der Periimplantitis-Therapie vorkommen, müssten klinisch erprobt werden. Eine aktuelle Studie aus der Sektion Medizinische Werkstoffkunde & Technologie am Universitätsklinikum Tübingen befasst sich mit der Thematik des Haftverbundes von Anatas auf Titanoberflächen bei verschiedenen therapeutisch relevanten Abriebarten. Ihre Ergebnisse werden die klinische Tauglichkeit dieser gesputterten Anatas-Beschichtungen beleuchten.

Tab. 18: Vergleich von Rauigkeitsdaten zwischen Anatas- und anatasfreien Oberflächen aus anderen Studien

Studie	Analyse- methode	Filter	Oberfläche	Beschichtung (Schichtstärke)	Parameter	
					Sa bzw. Ra	andere
Eigene Studie	s-Rem (200x100 µm ²)	50 µm	SLA	ohne Anatas	Sa = 1,28 µm	Sdr = 30,89 %
			SLA	Anatas (600 nm)	Sa = 1,67 µm	Sdr = 42,3%
			SL	ohne Anatas	Sa = 1,59 µm	Sdr = 27,3 %
			SL	Anatas (600 nm)	Sa = 1,35 µm	Sdr = 23,04%
			A	ohne Anatas	Sa = 0,57 µm	Sdr = 23,95%
			A	Anatas (600 nm)	Sa = 0,57 µm	Sdr = 23,86%
Suketa et al. [74]	Interfero- meterie (300x400 µm ²)	50 µm	SL (50µm Parti- kel sandge- strahlt)	unbeschichtet	Sa = 1,11 µm	Sq = 1,41 µm Sdr = 50,52%
			SL (50µm Parti- kel sandge- strahlt)	Anatas (k.A.)	Sa = 1,16 µm	Sq = 1,51 µm Sdr = 51,17%
Rupp et al. [42]	Raster- sonden- mikro- skop (3x3 µm ²)	0,2 Hz	Polierte Ti	unbeschichtet	Ra = 19,9 nm	Rq = 25 nm
			Polierte Ti	Anatas (600 nm)	Ra = 28,8 nm	Rq = 35,8 nm
			Ti-beschichtete Quarzplatte	unbeschichtet	Ra = 1,1 nm	Rq = 1,4 nm
			Ti-beschichtete Quarzplatte	Anatas (600 nm)	Ra = 7,1 nm	Rq = 7,1 nm
Iwasa et al. [69]	Laser- Scanning- Mikro- skop (5x5 µm ²)	k.A.	doppelt geätzte Ti	unbeschichtet	Ra = 0,4 µm	Rz= 3 µm
			doppelt geätzte Ti	TiO2 (300 nm)	Ra = 1,4 µm	Rz= 13 µm
Sawase et al. [73]	Laser- Scanning- Mikro- skop (k.A.)	8 µm	sandgestrahlte, polierte Ti	unbeschichtet	Ra = 0,5 µm	
			sandgestrahlte, polierte Ti	Anatas (k.A.)	Ra = 0,83 µm	
			sandgestrahlte, polierte Ti + UV-aktiviert	Anatas (k.A.)	Ra = 0,91 µm	

Tab. 19: Sci-Werte für jede Oberflächenmodifikation dieser Studie.

Der Sci-Wert ließ sich aus den in der Studie ermittelten Funktionsparametern V_{vc} und S_p errechnen

		Sci-Werte in			
		Versuchsreihe I	Versuchsreihe II	Versuchsreihe III	Versuchsreihe IV
SLA	<i>mit An</i>	1,23	1,21	1,2	1,32
	<i>ohne An</i>	1,20	1,16	1,16	1,33
SL	<i>mit An</i>	1,17	1,05	1,05	1,05
	<i>ohne An</i>	1,14	1,05	1,05	1,05
A	<i>mit An</i>	1,21	1,18	1,17	1,35
	<i>ohne An</i>	1,19	1,17	1,17	1,35

4.4 Schlussfolgerungen

Anatas-Beschichtungen mit ca. 600 nm Schichtdicke lassen sich auf mikrostrukturierten Oberflächen in dieser Studie erst ab einer rasterelektronenmikroskopischen Vergrößerung von 3000x visuell erfassen und beschreiben. So zeigte hier zwar die submikrondicke Anatasschicht gewisse charakteristische, morphologische Veränderungen der topografischen Oberflächen, allerdings waren Feinstrukturen der Anataskristalle, die sich im Größenbereich von 100 nm bewegen, nicht zu erkennen. Wie aber Daten anderer Studien zeigten, waren bei Vergrößerungen von 10.000x feinere Nanostrukturen submikrondicker Anatasschichten zu sehen. Die vorliegende Studie konnte aber darlegen, dass Vergrößerungen von 3000x mit einem REM schon ausreichen, um Veränderungen auf mikrostrukturierten Oberflächen durch Anatas-Beschichtung qualitativ erfassen zu können. Optimierungen der qualitativen Charakterisierung sind mit höherauflösenden Feldemissions-(FE-) REMs möglich, waren aber nicht Gegenstand der vorliegenden Untersuchung. Welche weiteren Informationen dann mittels Rasterkraftmikroskopie (AFM) mit ihrer höheren vertikalen und horizontalen Auflösung gewonnen werden können kann Thema weiterer Untersuchungen sein.

Offen bleibt nach der qualitativen Beurteilung von Anatas-Beschichtungen dieser Studie die Frage, warum ein nach Angaben des Besputterungsprotokolls gleichmäßiger, submikrondicker Anatasfilm auf mikrostrukturierten Oberflächen mit 1 - 2 μm breiten wie tiefen Ätzporen (wie SLA und A-Oberflächen) nicht stärker von der 500 - 700 nm dicken Anatas-Beschichtung zugewachsen worden ist. Womöglich hängt dies mit dem Kristallwachstum von gesputtertem Anatas auf einer solchen Oberfläche zusammen, bei dem außerhalb der Oberfläche entstehende Anatas-Cluster mit exponierten Strukturen der Oberfläche zuerst interagieren und stärker wachsen.

Eine quantitative Erfassung von Anatas über Veränderungen der Rauigkeitscharakteristik konnte hingegen nicht einheitlich realisiert werden, wie die vergleichende Untersuchung von unterschiedlich mikrostrukturierten Oberflächen mit und ohne Anatasmodifizierung gezeigt hat. In dieser Studie stellte sich heraus,

dass es keinen der insgesamt 18 untersuchten Rauigkeitsparameter gibt, der durchweg auf *allen* Oberflächenmodifikationen statistisch signifikante Unterschiede von Mittelwerten zwischen Oberflächen mit und ohne Anatas aufweist. Auch die an der Auswertungssoftware oder am REM vorgenommenen Set-up Änderungen (Verkleinerung des Filters auf 5 µm oder Vergrößerung der Aufnahme auf 3000x) -mit welchen vom Autor vermutet wurde, den kleineren Mikrobereich quantitativ besser zu erfassen- konnten auch keinen durchweg statistisch signifikant unterschiedlichen Parameter ausfindig machen. Genauso hat die Verwendung der in der Topografieanalyse dentaler Implantate selten untersuchten Funktionsparameter nicht zur Erfassung der Anatas-Beschichtung beigetragen. Dennoch haben nach Meinung des Autors Funktionsparameter einen hohen Stellenwert ebenso wie Höhen-, Abstand- und Hybridparameter. Die Verwendung von funktionsbezogenen Parametern sollte als fester Bestandteil bei der quantitativen Topografieanalyse dentaler Implantate empfohlen werden, weil sie bezüglich der Vorhersage der Osseointegration bei Implantaten hohes Potential besitzen.

Hinsichtlich Osseointegration von Anatas-beschichteten Oberflächen haben Literaturrecherchen ergeben, dass Anatas- oder TiO₂-beschichtete Titanoberflächen positivere Ergebnisse für die Osseointegration erzielen als entsprechende Oberflächen ohne Anatas. Sa-Werte von gestrahlt-geätzten SLA-Oberflächen mit Anatasmodifizierung ändern sich zwar signifikant, jedoch liegen diese immer noch in einem moderat rauen Mikrobereich, welcher optimal für die Osseointegration von Implantaten gesehen wird. Zusammen mit möglichen klinischen Vorteilen, die sich aus den photokatalytischen Eigenschaften von Anatas ergeben, können gesputterte Anatas-Beschichtungen dieser Größenordnung auf kommerziellen Titanimplantaten ein weiterer Schritt sein, die „Osseointegrationsfähigkeit“ eines Implantats zu steigern. Bis zur Marktreife müssten allerdings noch weitere klinische Aspekte wie Haftung bzw. Löslichkeit solch gesputterter Anatas-Beschichtungen auf handelsüblichen Implantaten geprüft werden.

5 Zusammenfassung

Ziel dieser in-vitro Studie war es, drei unterschiedlich mikrostrukturierte, implantatanaloge Titanoberflächen (SLA-, SL- und A-Oberflächen) mit ihren jeweiligen Anatas-beschichteten Pendants vergleichend stereorasterelektronenmikroskopisch (stereo-REM) zu untersuchen, um zu prüfen, ob mit dieser Methode die polykristallinen, nanostrukturierten Anatas-Beschichtungen qualitativ und quantitativ zu erfassen sind.

Die qualitative Untersuchung erfolgte mittels REM bei Vergrößerungen von 650x, 3000x und 5000x. Anatas-bedingte Veränderungen der Oberfläche waren hier ab einer 3000x Vergrößerung sichtbar. Diese morphologischen Veränderungen zeigten sich in Form von abgerundeten und verdickten Spitzen bzw. Rändern der Mikroätzporen oder als kleine, runde Konglomerate in und zwischen den Klüften.

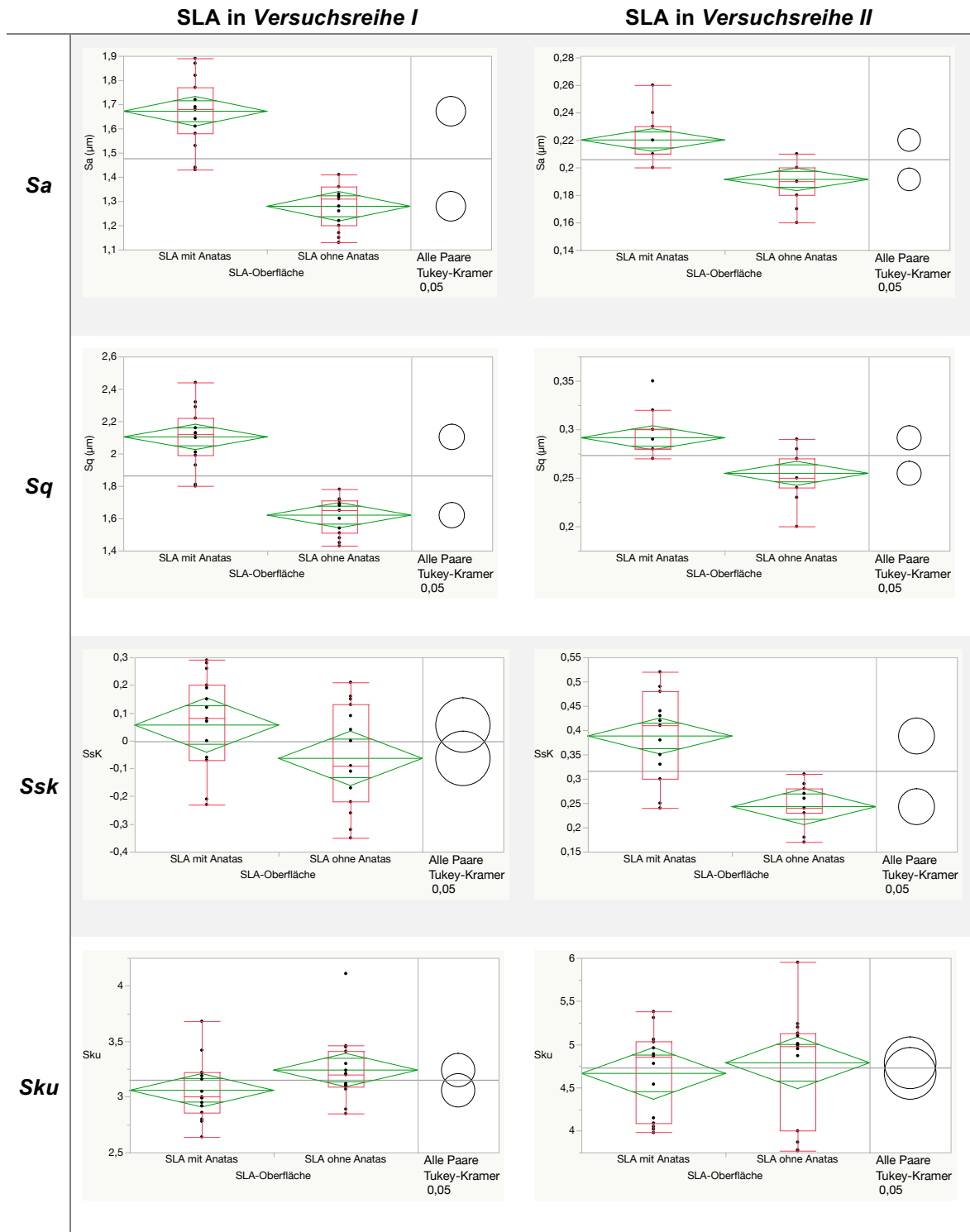
Die quantitative Untersuchung befasste sich, basierend auf Photogrammetrie, mit der Rauigkeitsanalyse der stereo-REM Bilder. Hierbei errechnete eine Auswertungssoftware 18 Rauigkeitsparameter aus digitalen Oberflächenmodellen (DOM), welche aus den Stereobildern jeweils generiert wurden. Eine vergleichende statistische Untersuchung zwischen modifizierten Oberflächen mit Anatas und modifikationsgleichen, anatasfreien Oberflächen zeigte, dass es keinen Rauigkeitsparameter gibt, der unter denselben Versuchsbedingungen für alle drei Modifikationen SLA, SL und A durchweg signifikant unterschiedlich war und damit eine Anatas-Beschichtung umfassend angezeigt hätte. In dieser Studie hat sich zudem herausgestellt, dass die Anzahl der signifikant unterschiedlichen Rauigkeitsparameter von Modifikation zu Modifikation stark variiert und eine Verkleinerung des Rauigkeitsfilters oder eine Aufnahmevergrößerung keine wesentliche Steigerung der Anzahl der signifikant unterschiedlichen Parameter bewirkt.

Hinsichtlich der Bewertung von Anatas als Beschichtungsmaterial wurden publizierte Rauigkeitswerte (S_a bzw. R_a) von Anatas-Beschichtungen anderer Studien herangezogen und vergleichend mit den hier vorliegenden Daten diskutiert:

Entgegen dem Ergebnis anderer Studien, dass Anatas auf Oberflächen die Mikro- und die Nanorauigkeit erhöht, konnte in dieser Studie eine Erhöhung der Rauigkeit durch Anatas nur auf SLA-Oberflächen festgestellt werden. Nach Anatas-Beschichtung hatten die SLA- und SL-Oberflächen Rauigkeiten im moderat rauen Mikrobereich.

6 Anhang

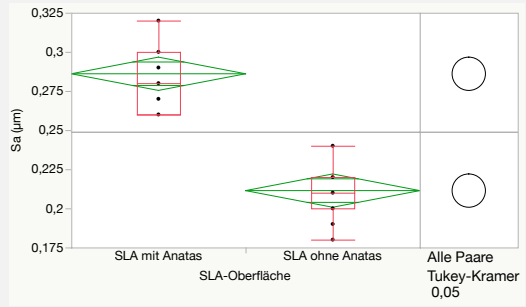
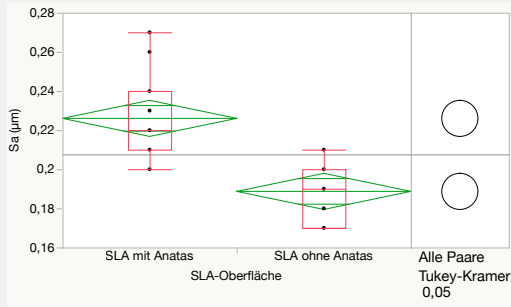
6.1 Box- und Whisker-Plots aller Rauigkeitsparameter der SLA-Oberflächen



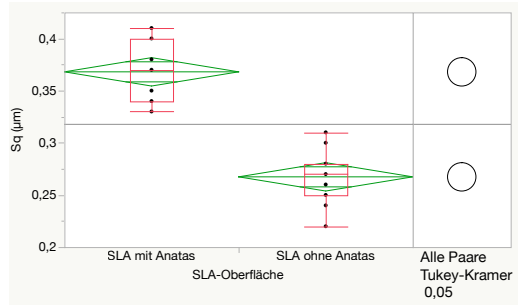
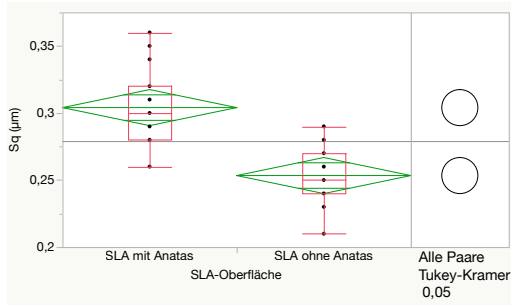
SLA in Versuchsreihe III

SLA in Versuchsreihe IV

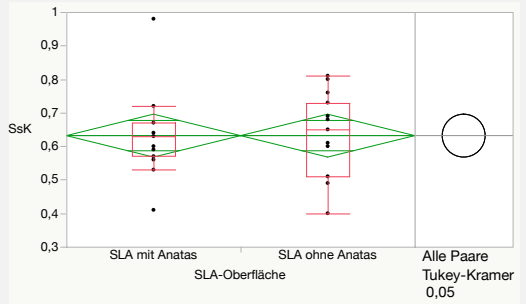
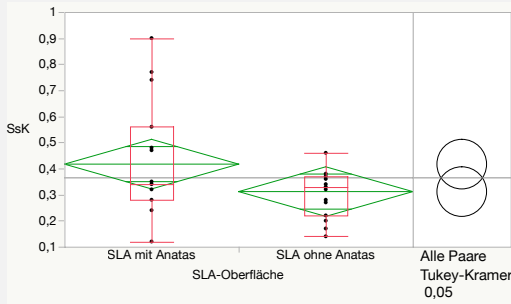
Sa



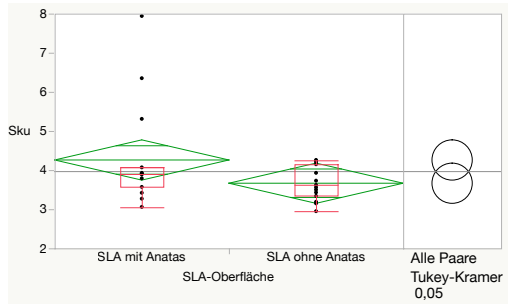
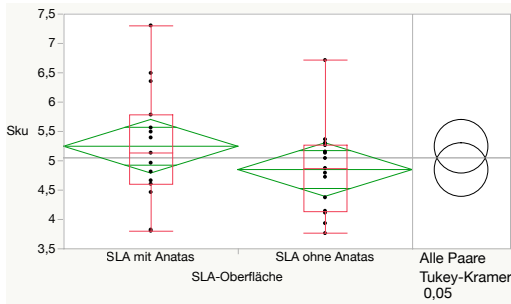
Sq



Ssk



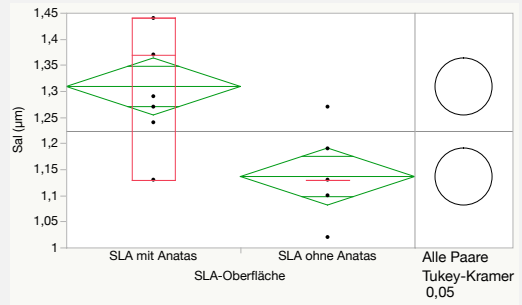
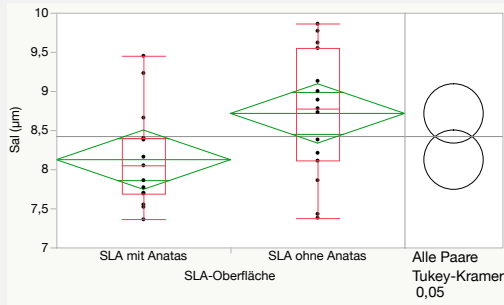
Sku



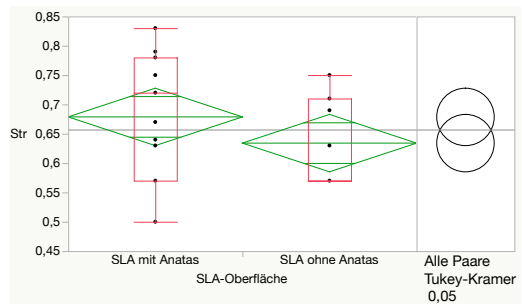
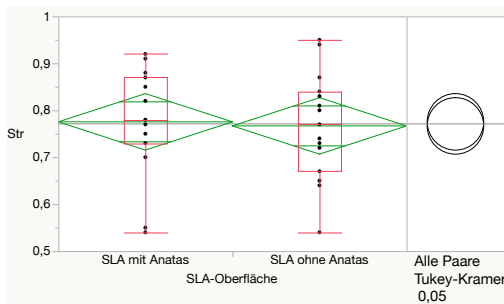
SLA in Versuchsreihe I

SLA in Versuchsreihe II

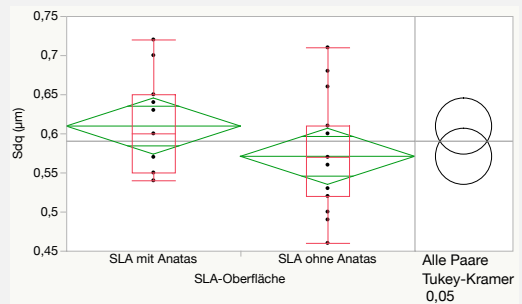
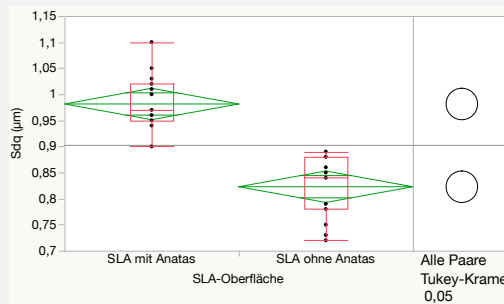
Sal



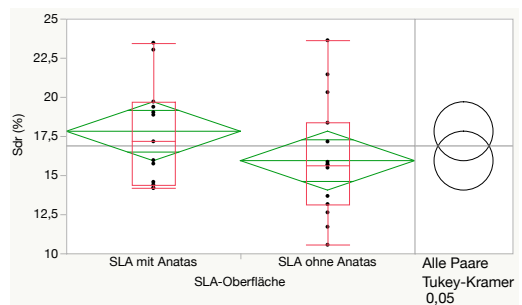
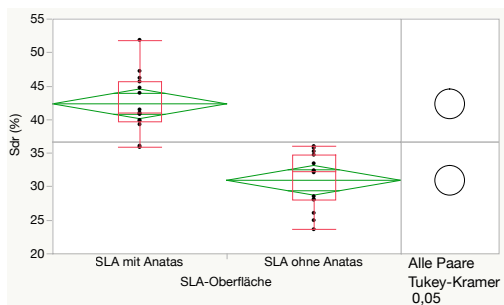
Str



Sdq



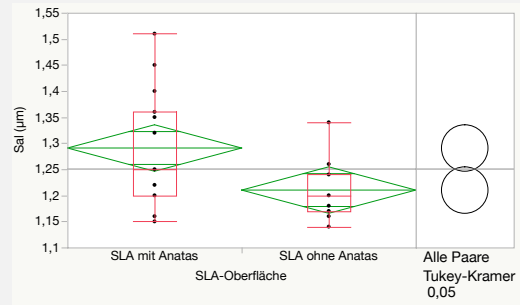
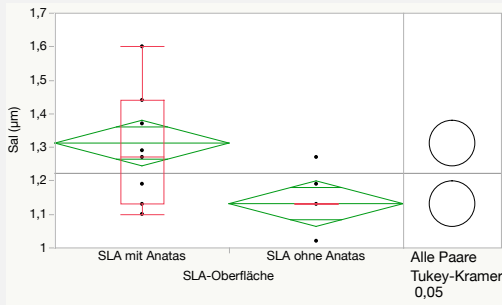
Sdr



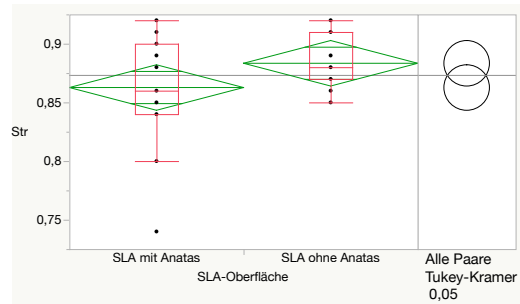
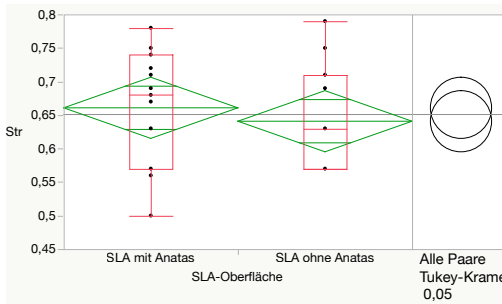
SLA in Versuchsreihe III

SLA in Versuchsreihe IV

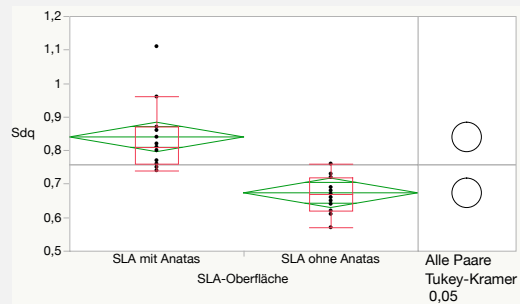
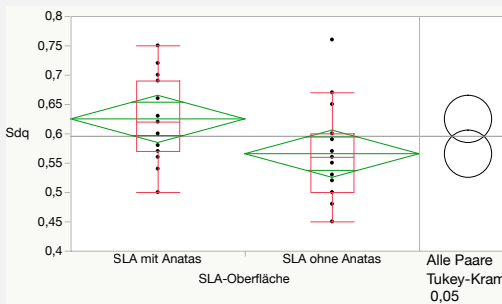
Sal



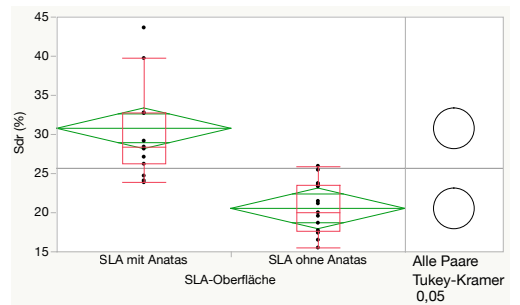
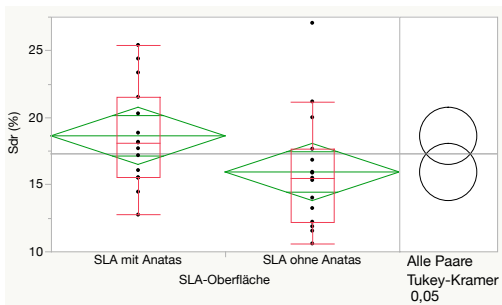
Str



Sdq



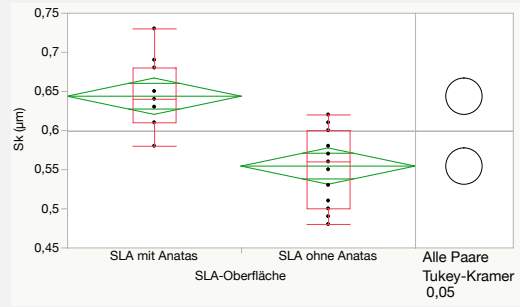
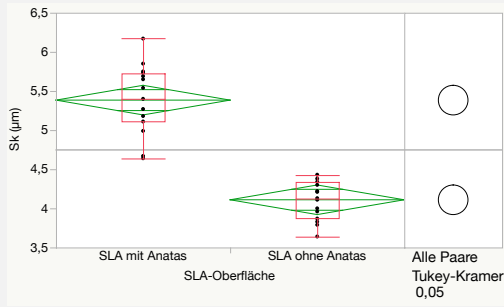
Sdr



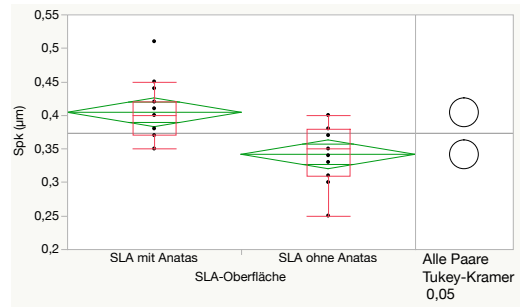
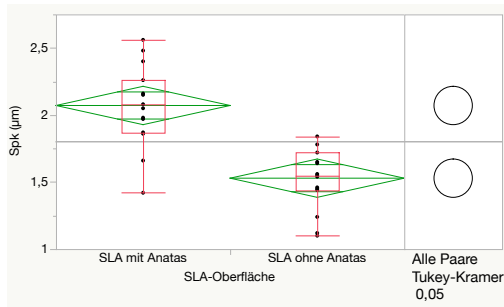
SLA in Versuchsreihe I

SLA in Versuchsreihe II

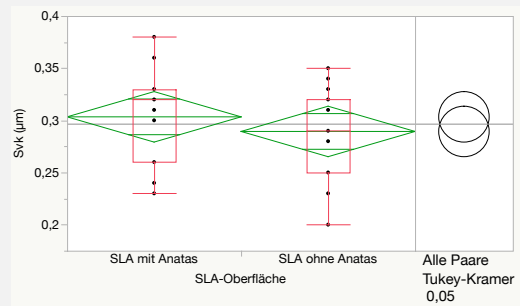
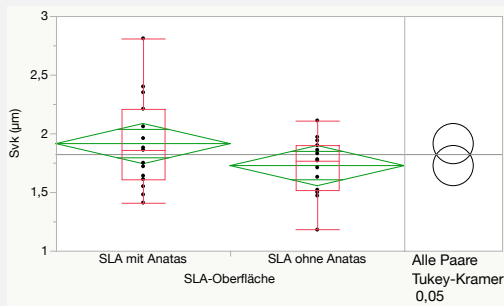
Sk



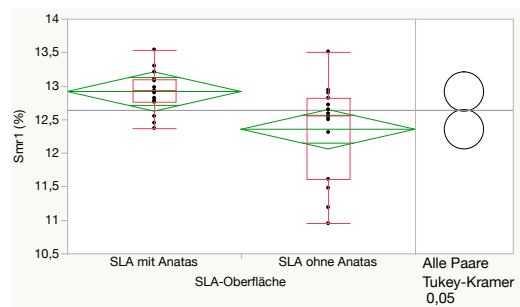
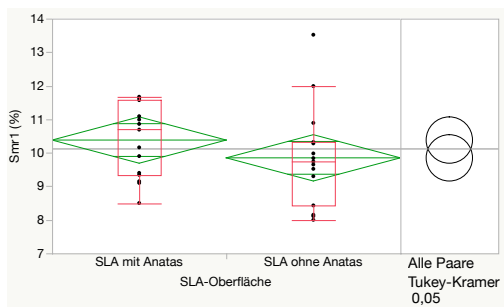
Spk



Svk



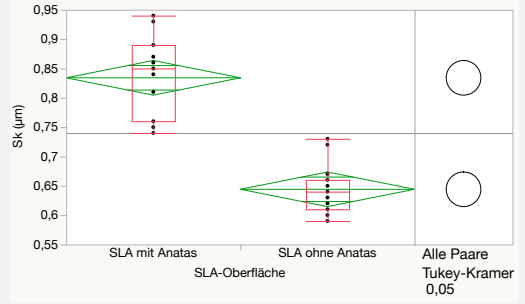
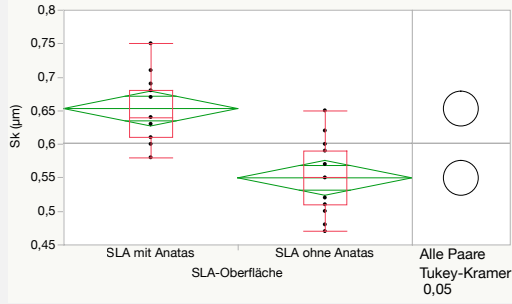
Smr1



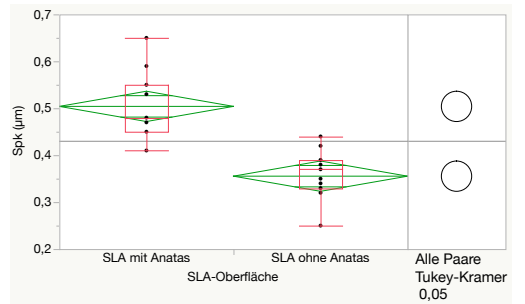
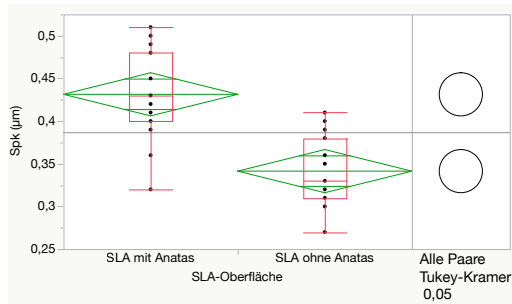
SLA in Versuchsreihe III

SLA in Versuchsreihe IV

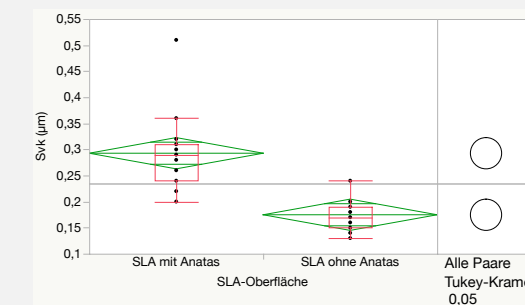
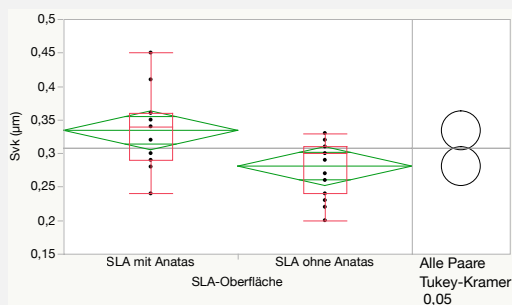
Sk



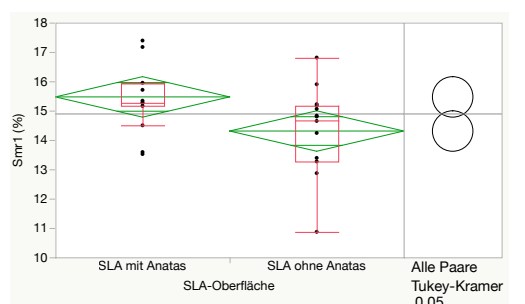
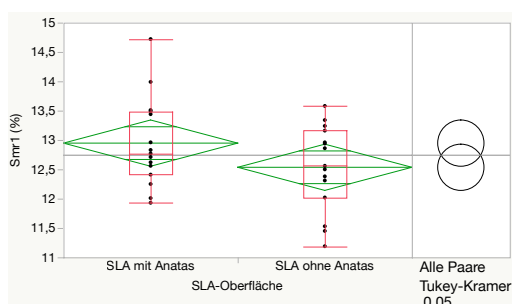
Spk



Svk



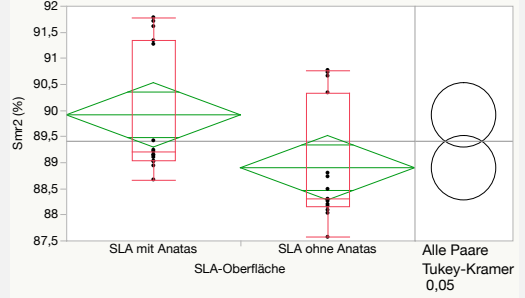
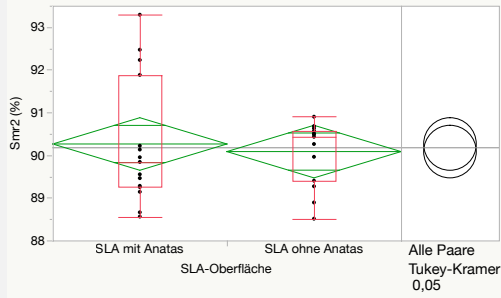
Smr1



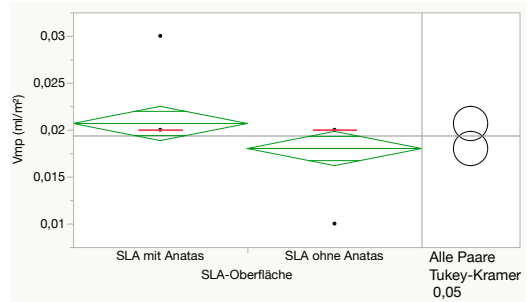
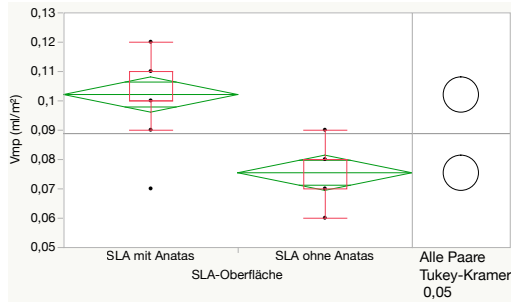
SLA in Versuchsreihe I

SLA in Versuchsreihe II

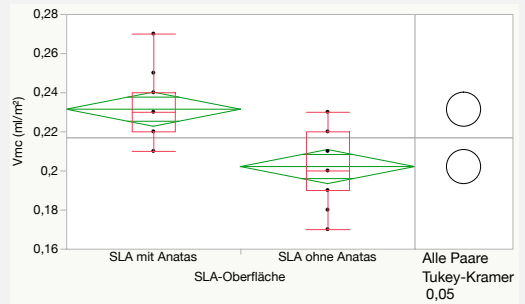
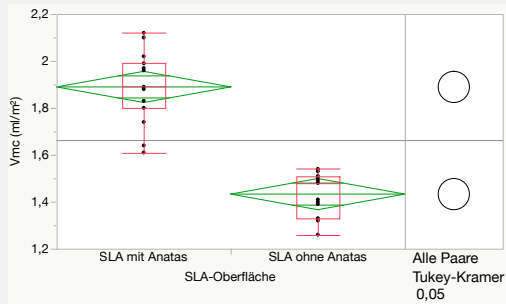
Smr2



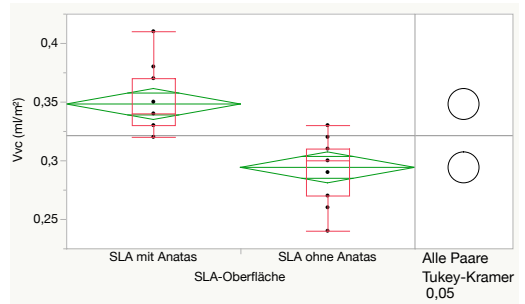
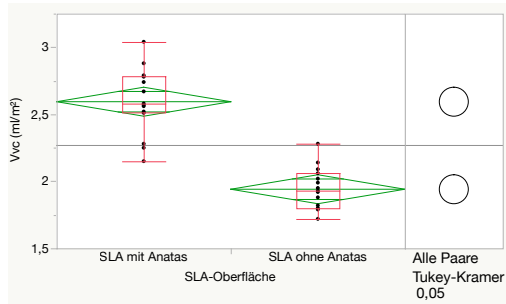
Vmp



Vmc



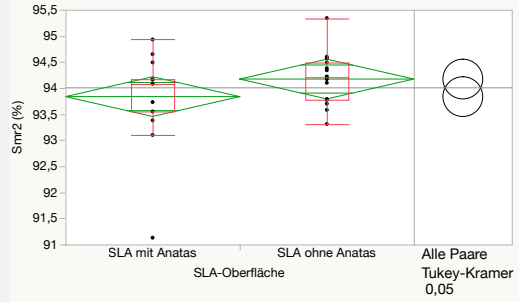
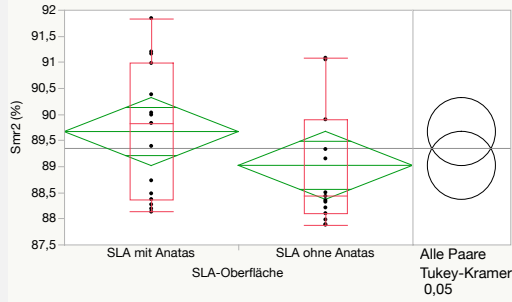
Vvc



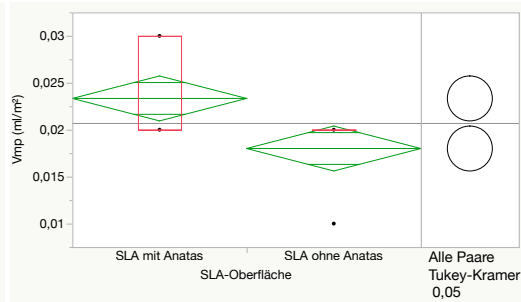
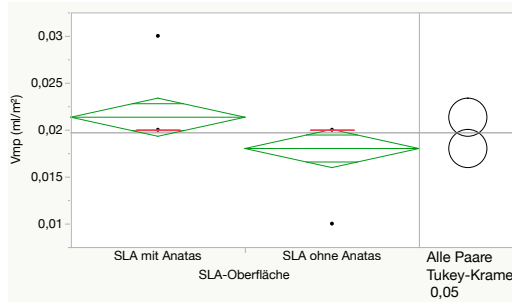
SLA in Versuchsreihe III

SLA in Versuchsreihe IV

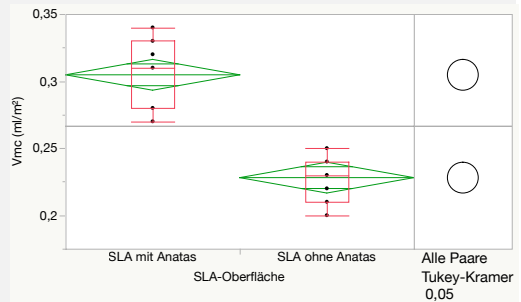
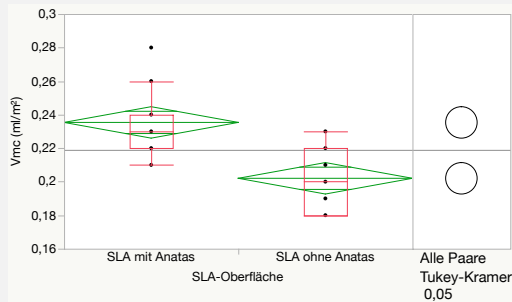
Smr2



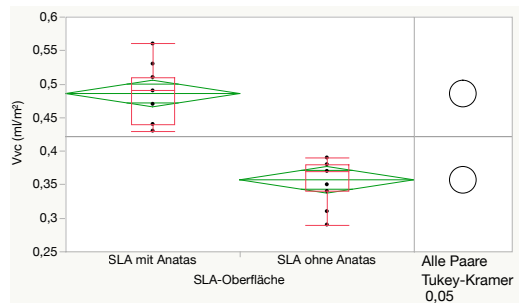
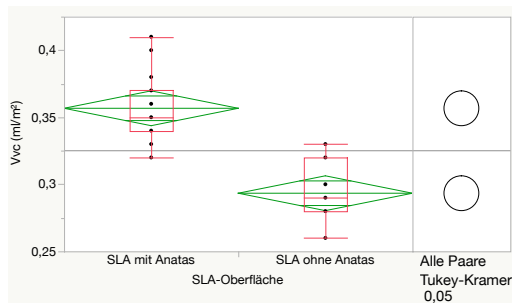
Vmp



Vmc



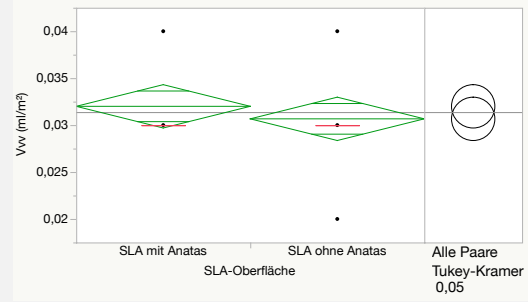
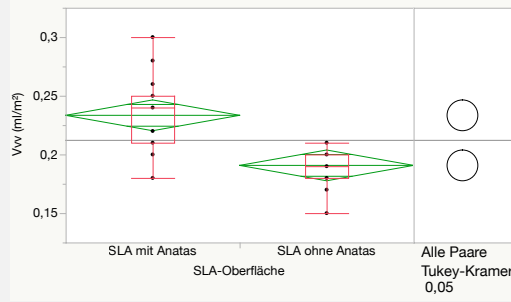
Vvc



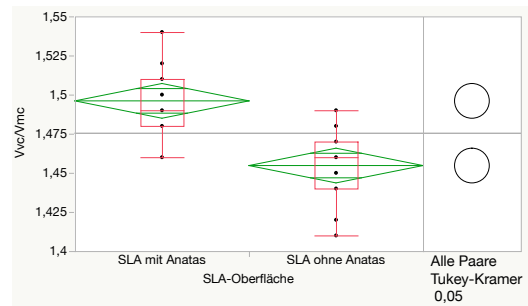
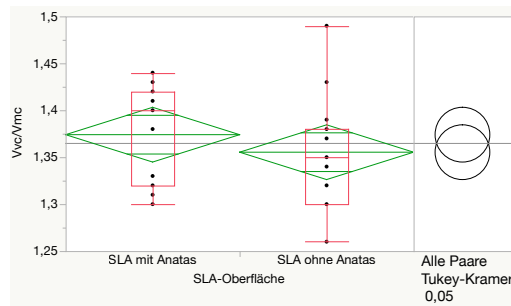
SLA in Versuchsreihe I

SLA in Versuchsreihe II

V_{vv}



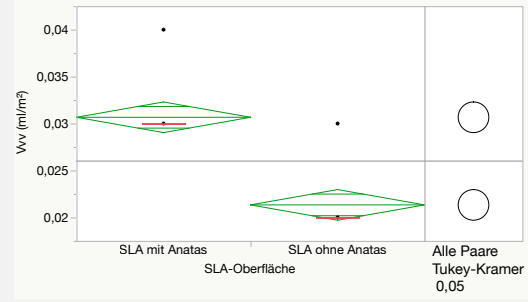
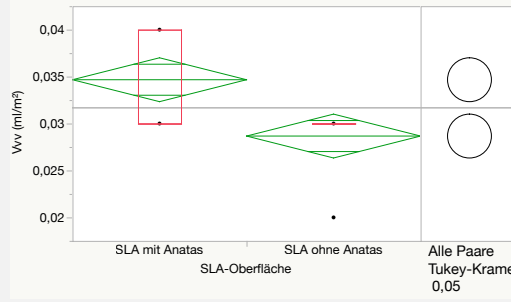
V_{vc}/V_{mc}



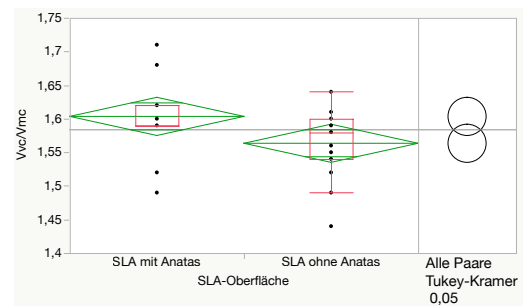
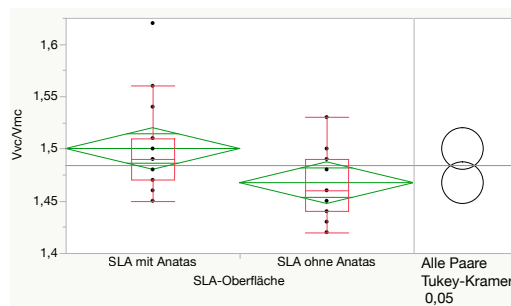
SLA in Versuchsreihe III

SLA in Versuchsreihe IV

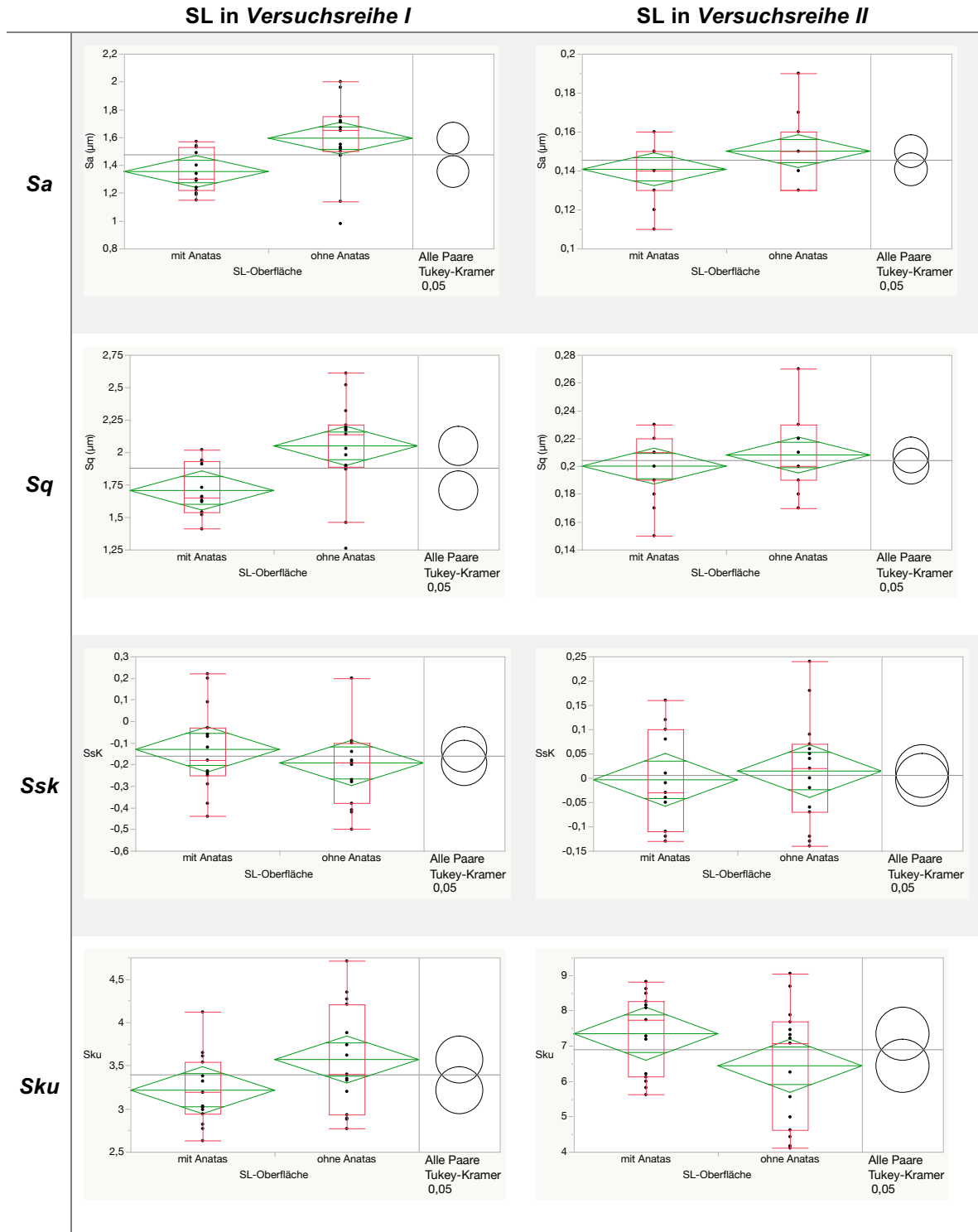
V_{vv}



V_{vc}/V_{mc}



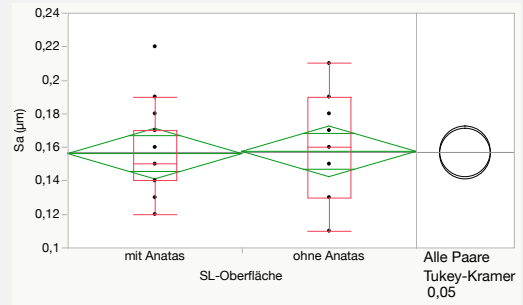
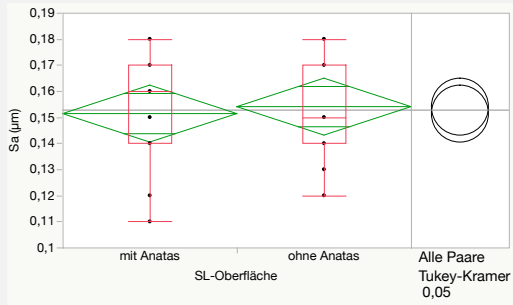
6.2 Box- und Whisker-Plots aller Rauigkeitsparameter der SL-Oberflächen



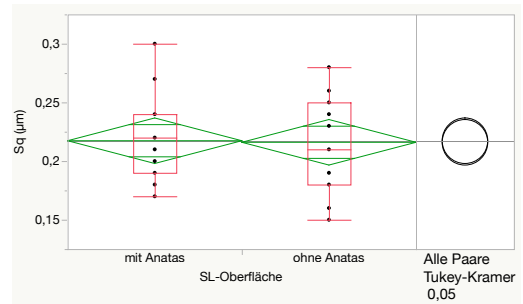
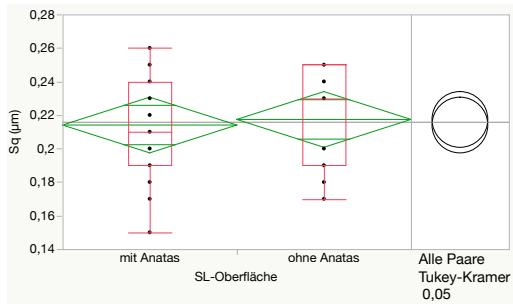
SL in Versuchsreihe III

SL in Versuchsreihe IV

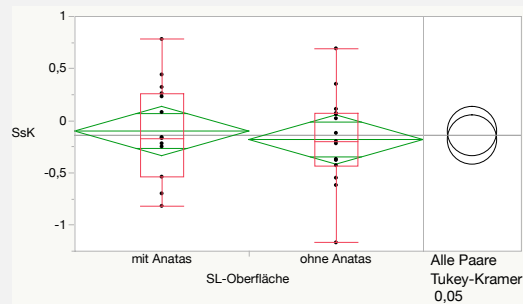
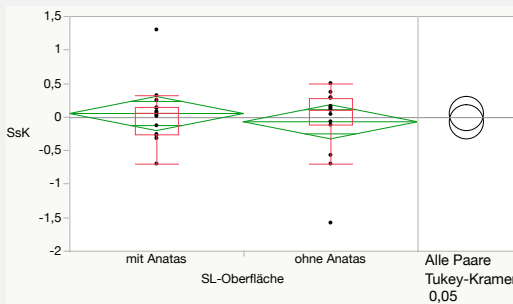
Sa



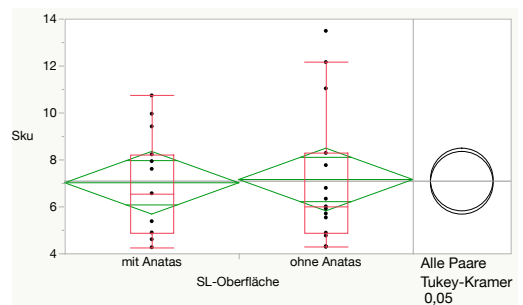
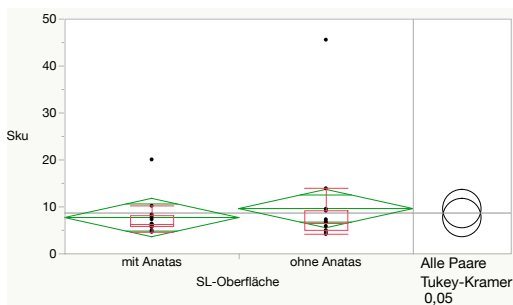
Sq



Ssk



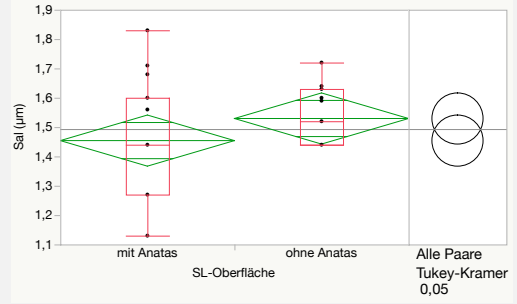
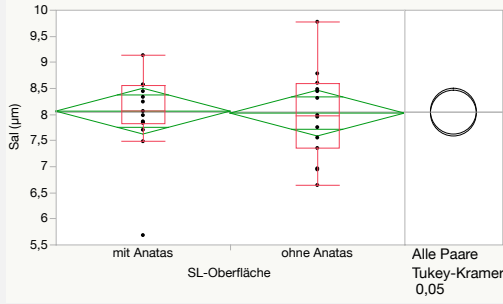
Sku



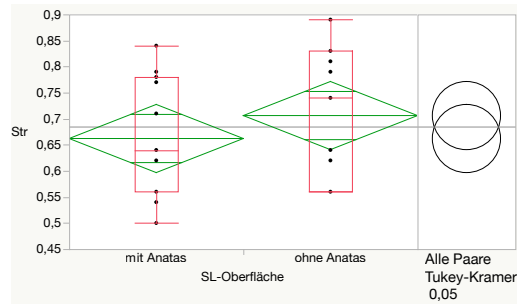
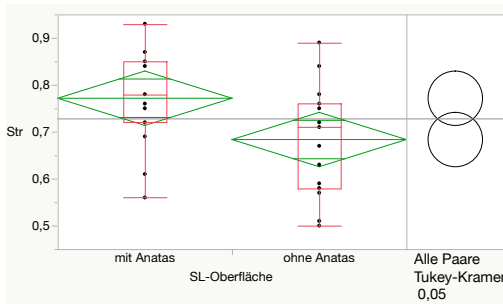
SL in Versuchsreihe I

SL in Versuchsreihe II

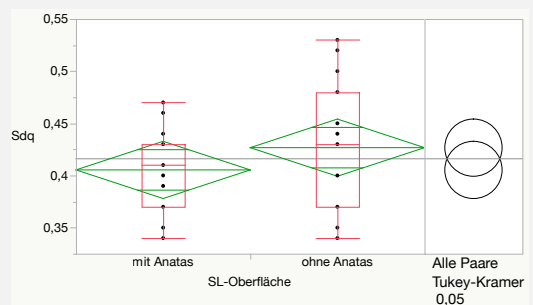
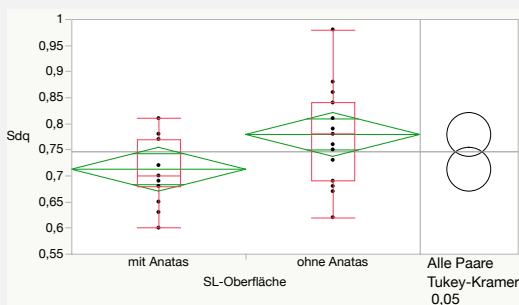
Sal



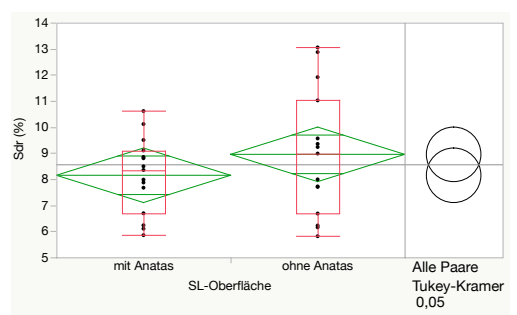
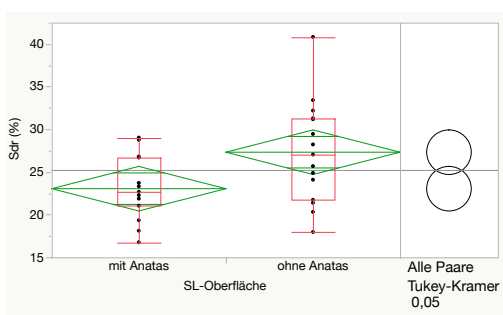
Str



Sdq



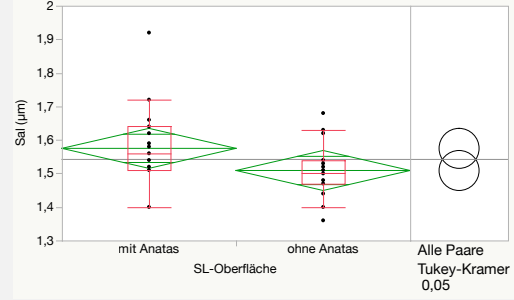
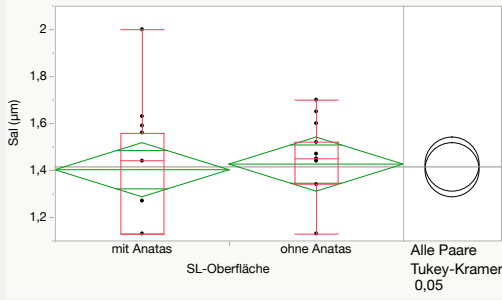
Sdr



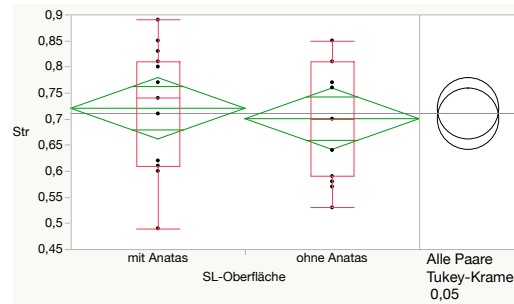
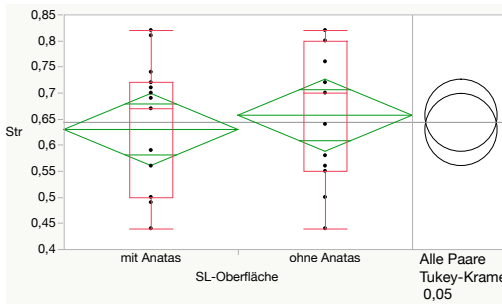
SL in Versuchsreihe III

SL in Versuchsreihe IV

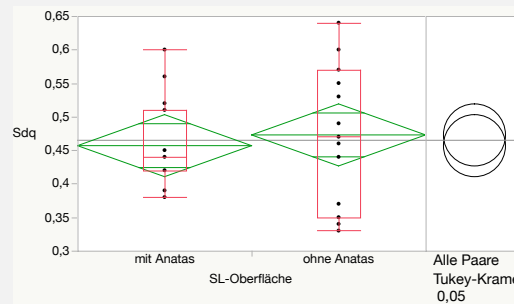
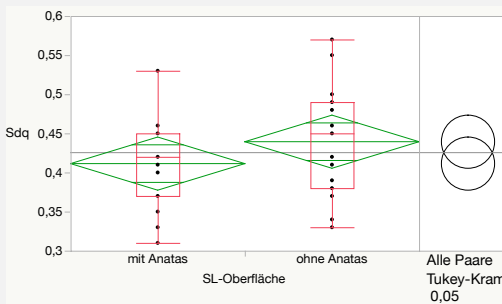
Sal



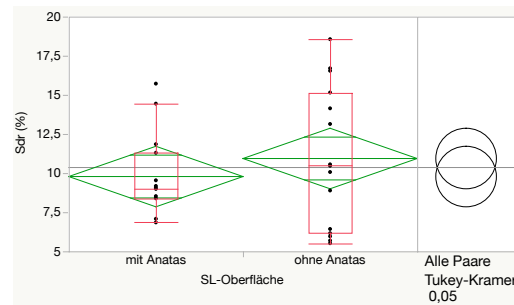
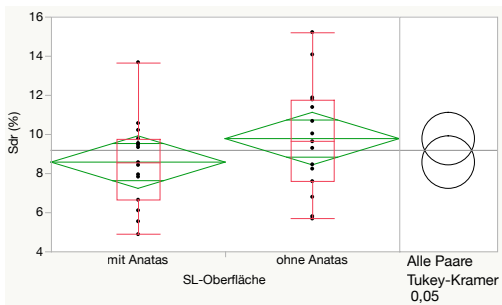
Str



Sdq



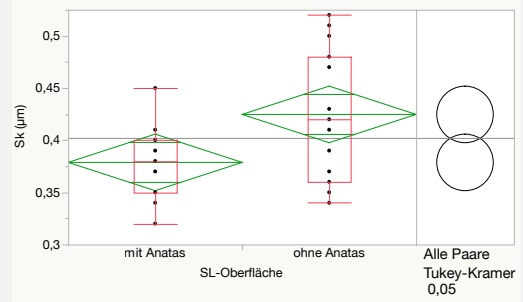
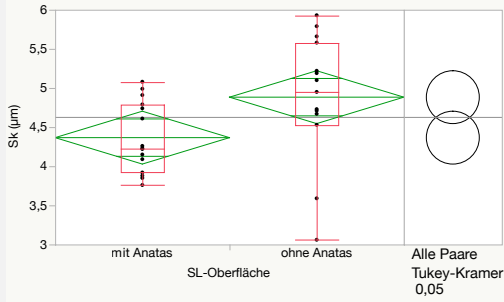
Sdr



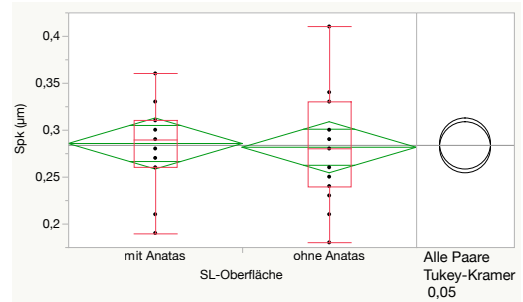
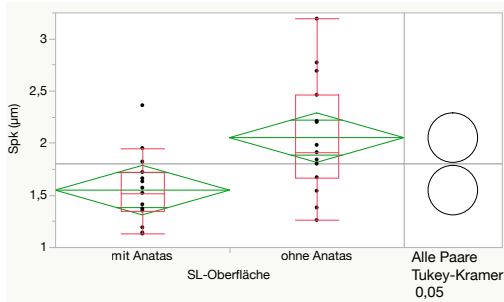
SL in Versuchsreihe I

SL in Versuchsreihe II

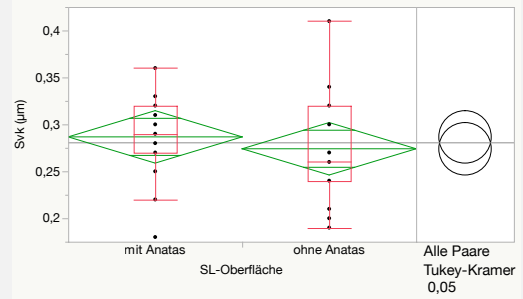
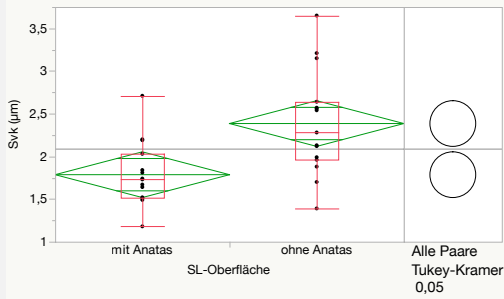
Sk



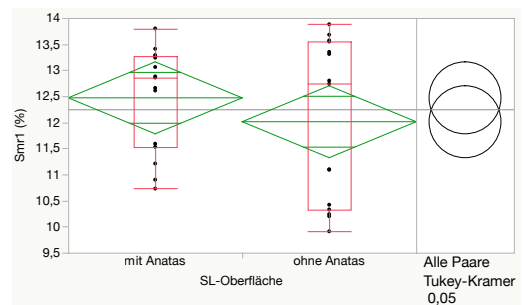
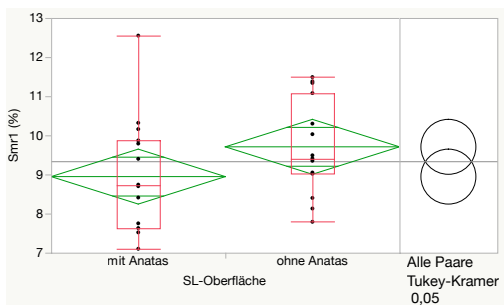
Spk



Svk



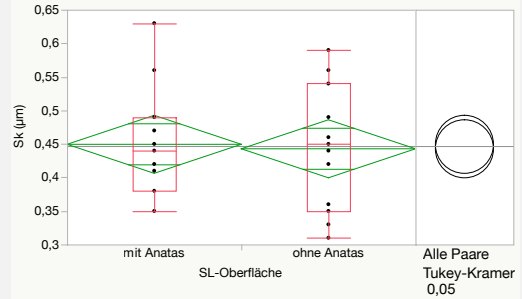
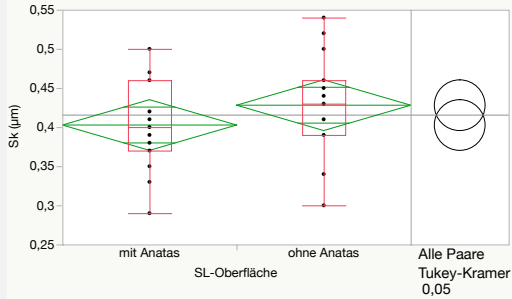
Smr1



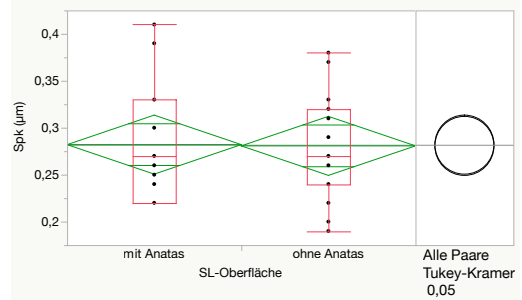
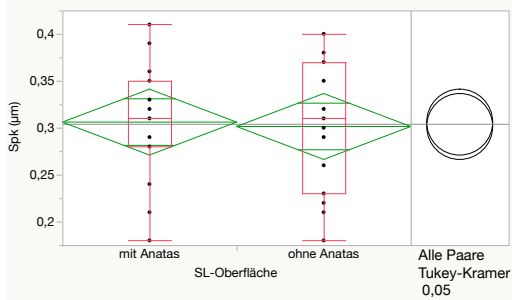
SL in Versuchsreihe III

SL in Versuchsreihe IV

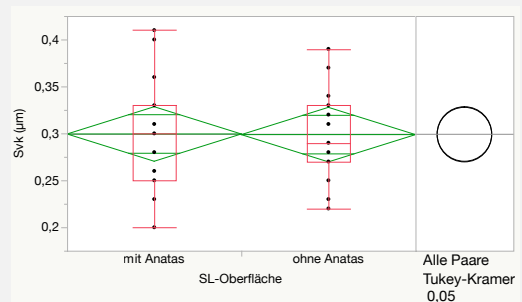
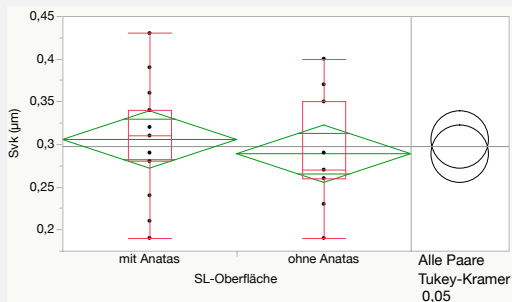
Sk



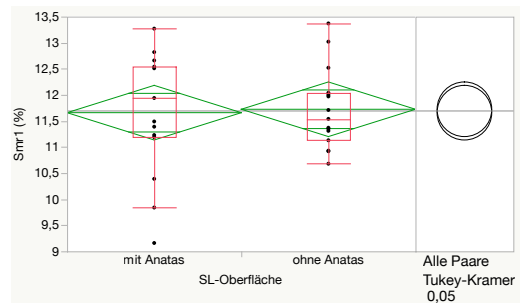
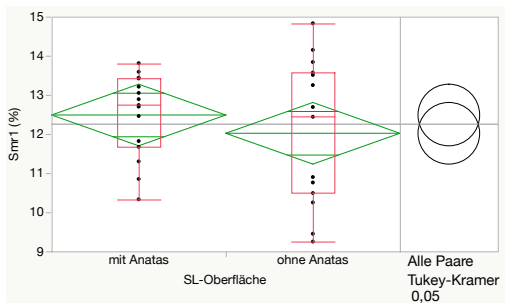
Spk



Svk



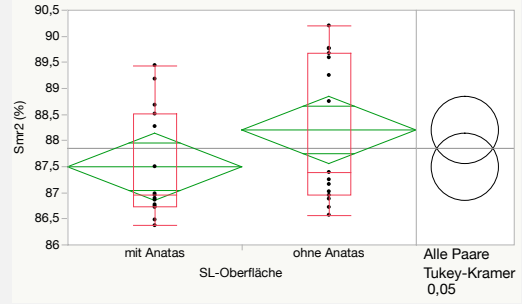
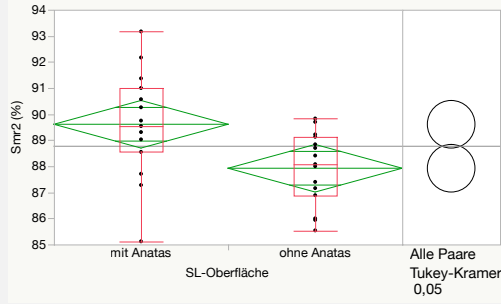
Smr1



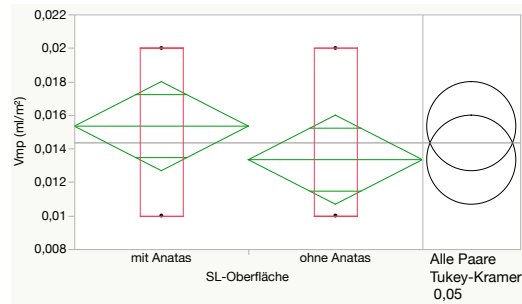
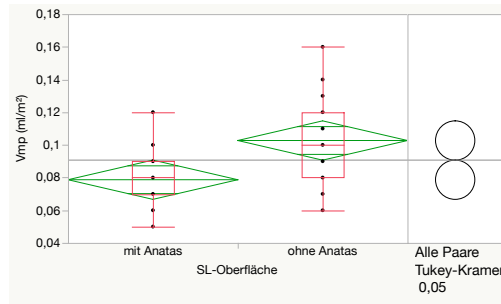
SL in Versuchsreihe I

SL in Versuchsreihe II

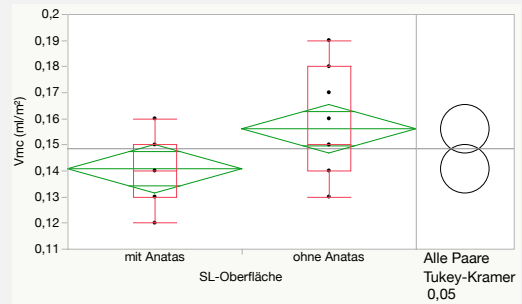
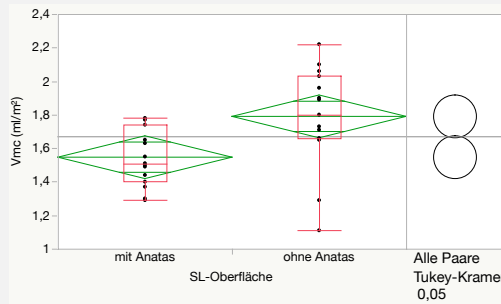
Smr2



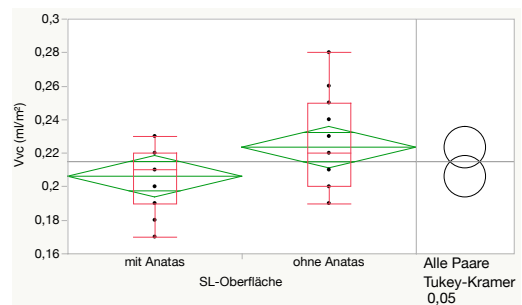
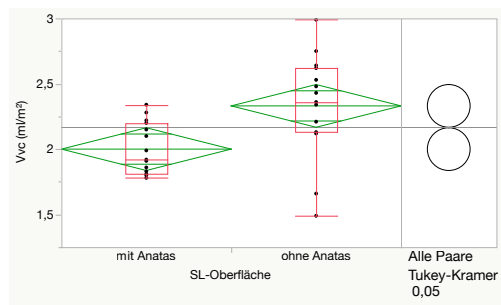
Vmp



Vmc



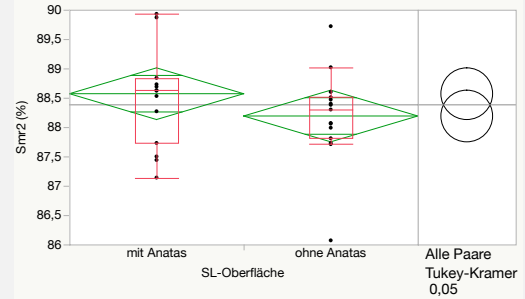
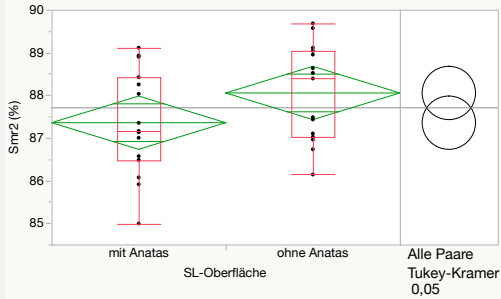
Vvc



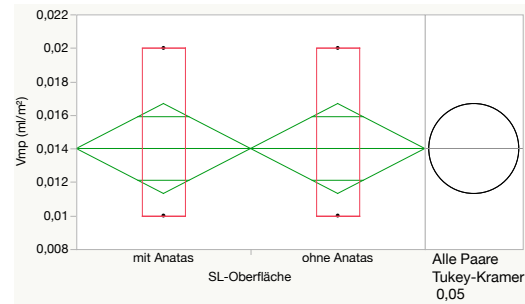
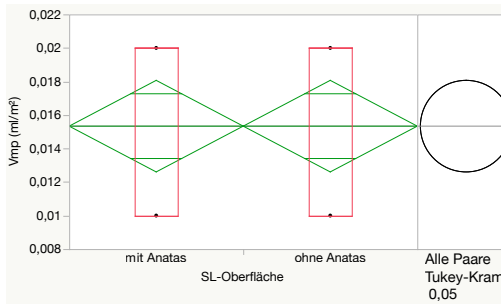
SL in Versuchsreihe III

SL in Versuchsreihe IV

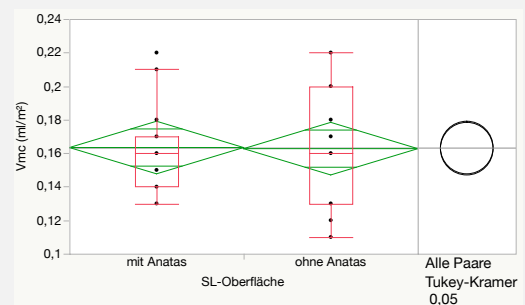
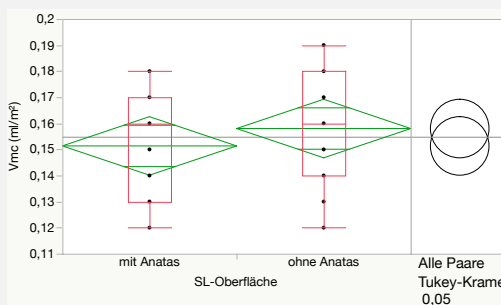
Smr2



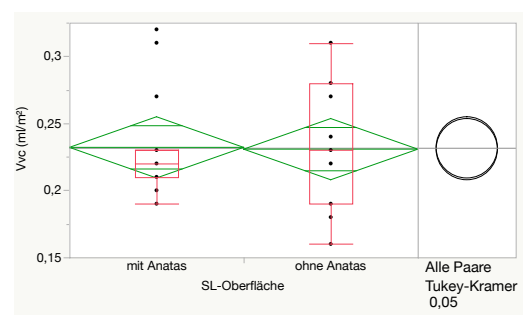
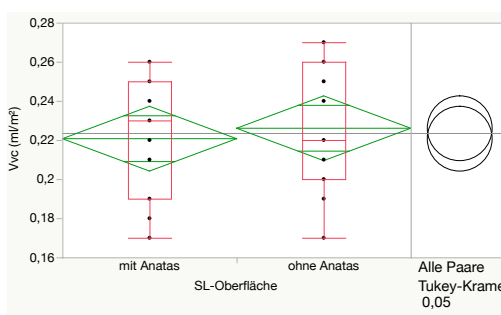
Vmp



Vmc



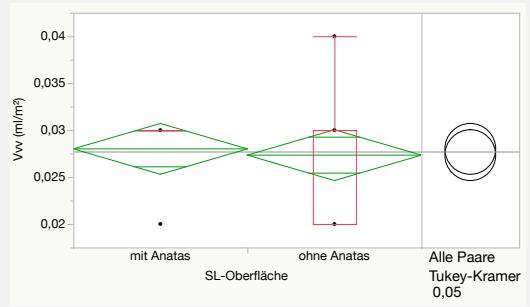
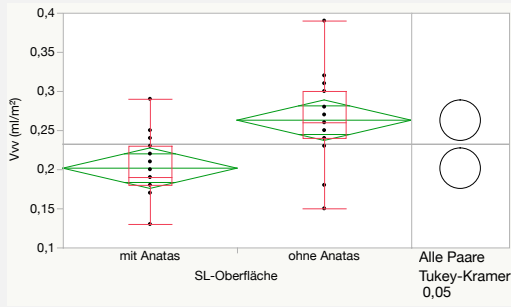
Vvc



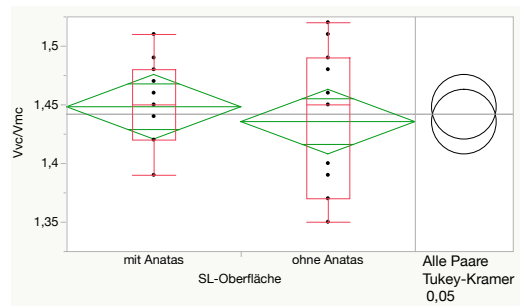
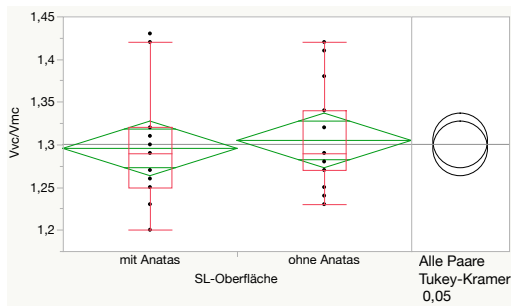
SL in Versuchsreihe I

SL in Versuchsreihe II

V_v



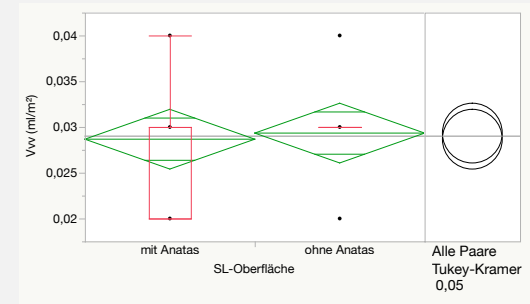
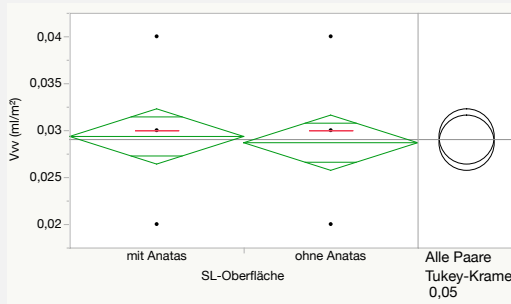
V_v/V_{mc}



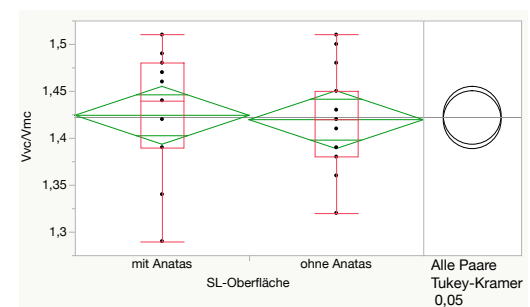
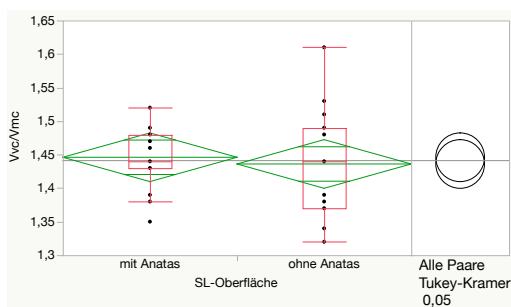
SL in Versuchsreihe III

SL in Versuchsreihe IV

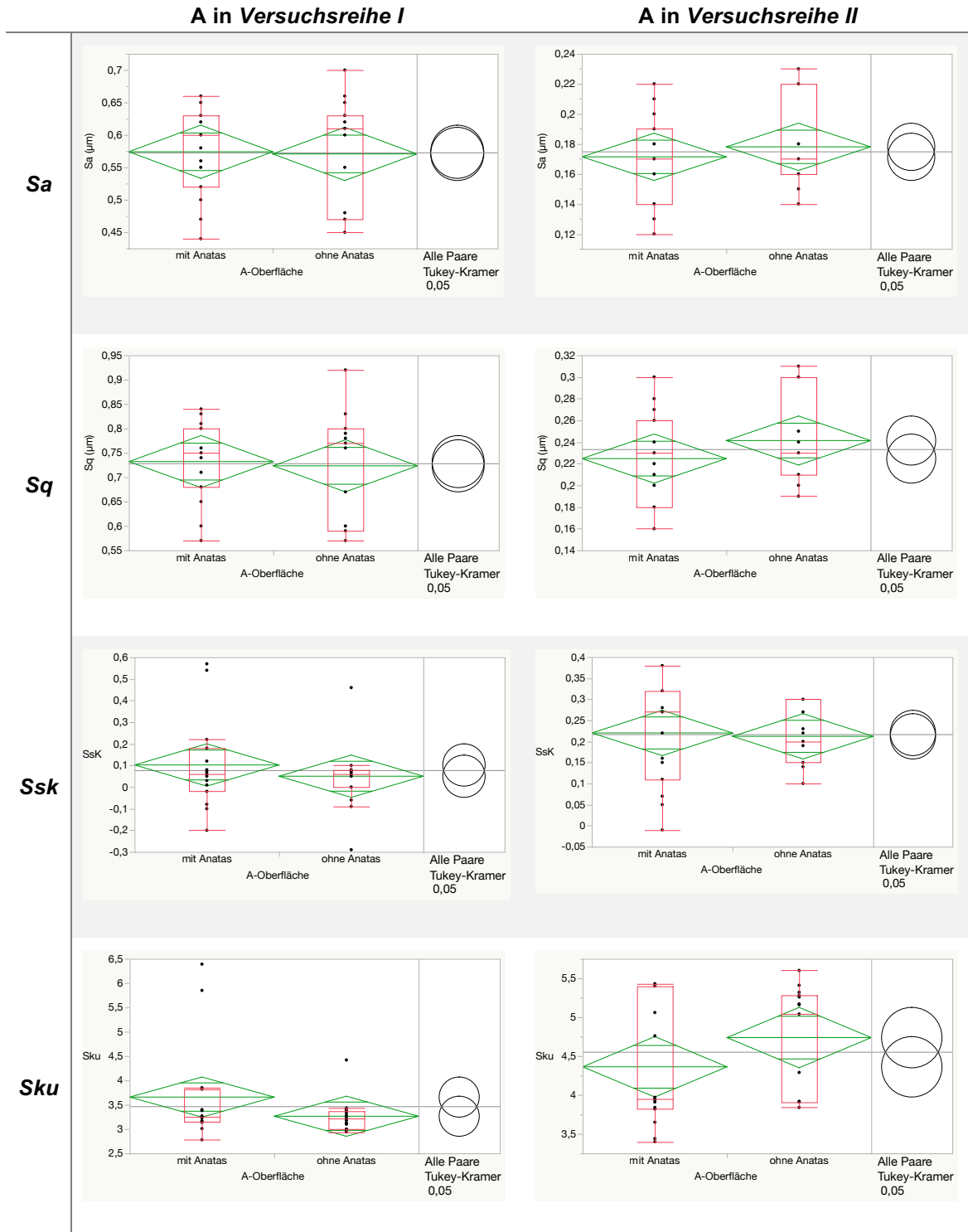
V_v



V_v/V_{mc}



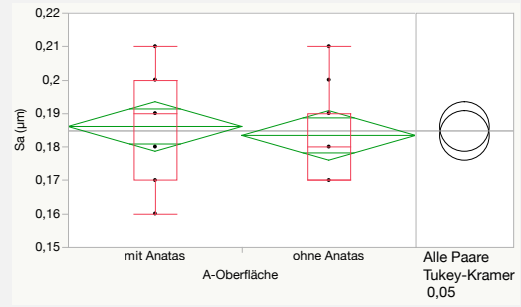
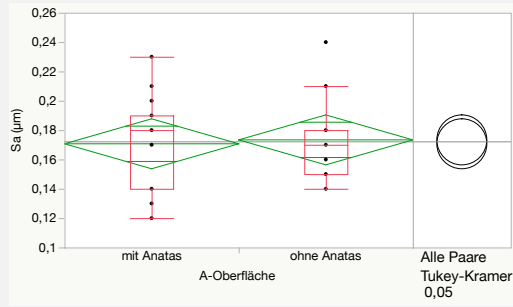
6.3 Box- und Whisker-Plots aller Rauigkeitsparameter der A-Oberflächen



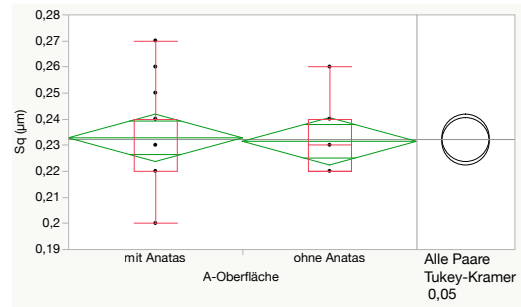
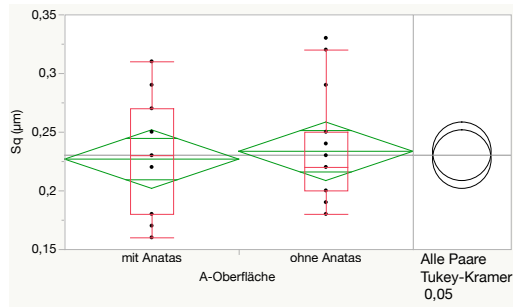
A in Versuchsreihe III

A in Versuchsreihe IV

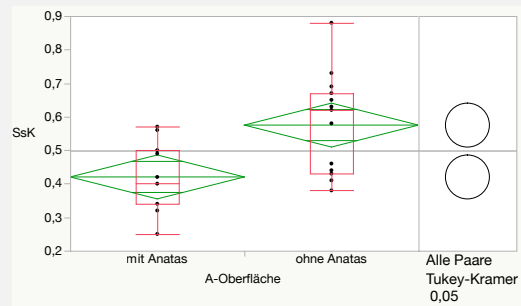
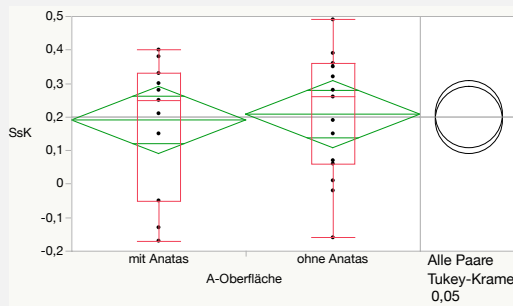
Sa



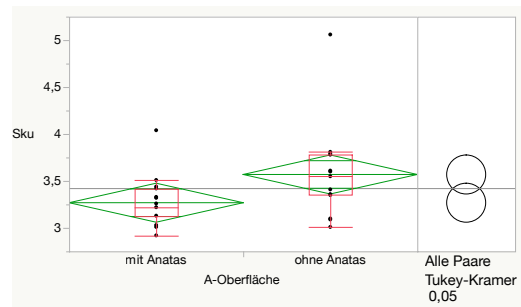
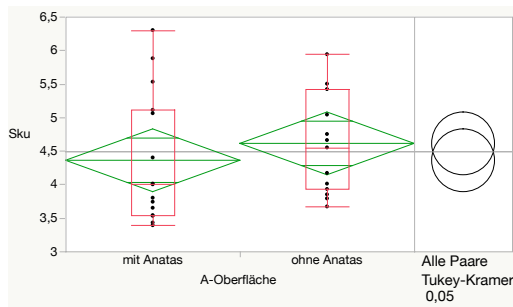
Sq



Ssk

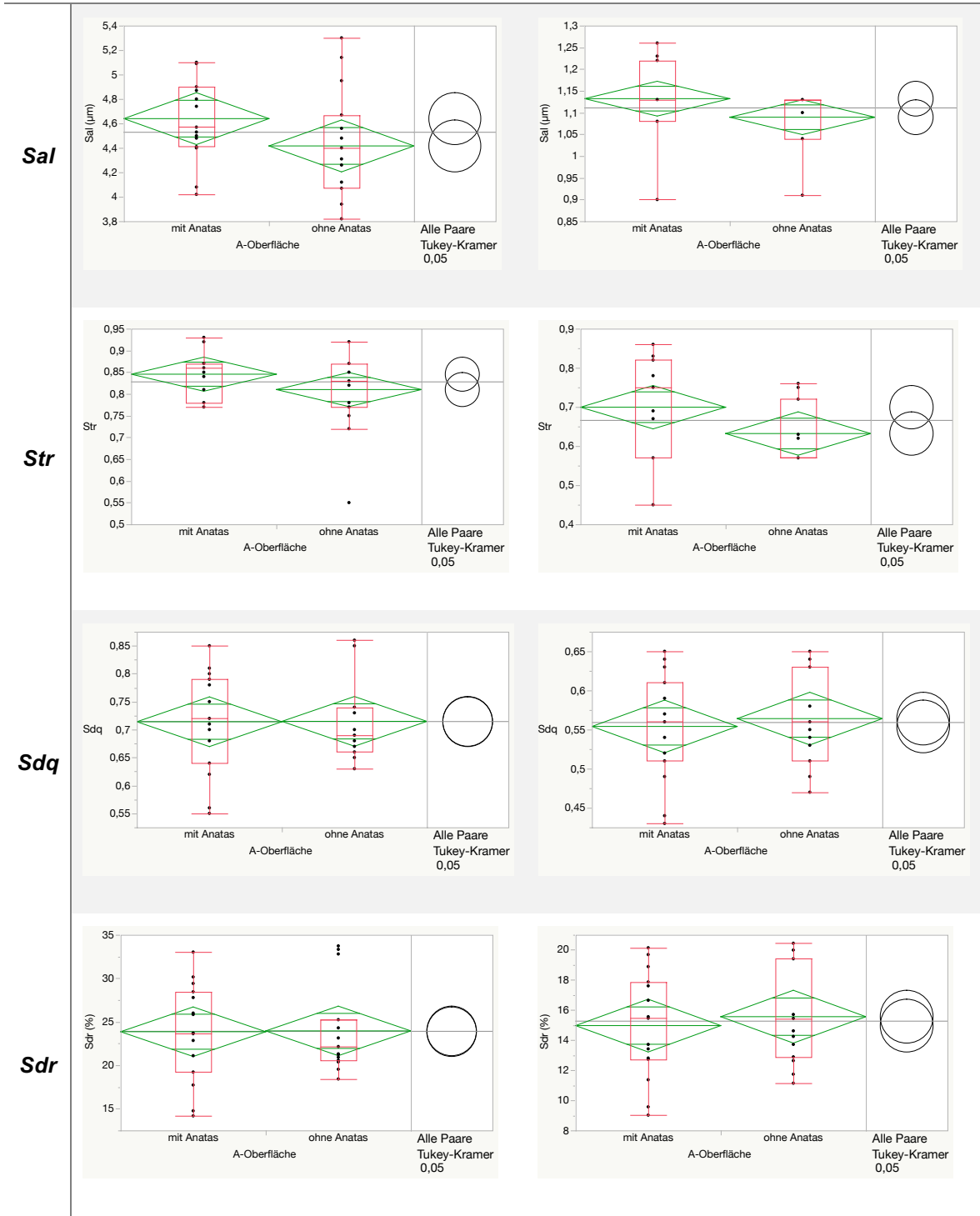


Sku



A in Versuchsreihe I

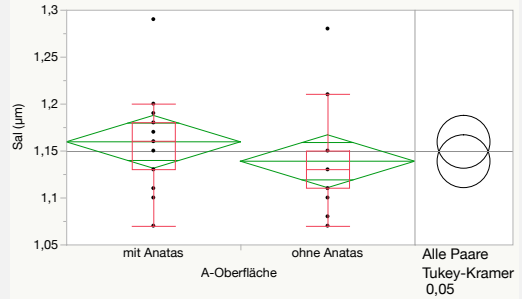
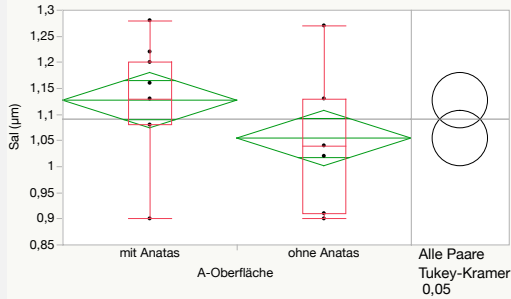
A in Versuchsreihe II



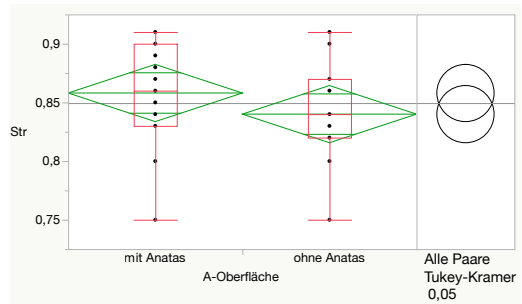
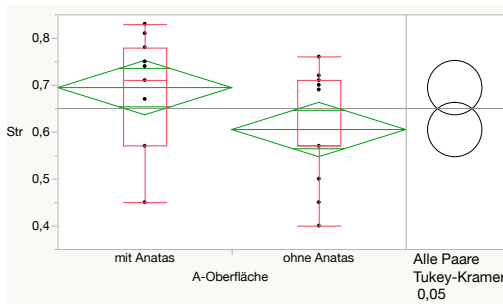
A in Versuchsreihe III

A in Versuchsreihe IV

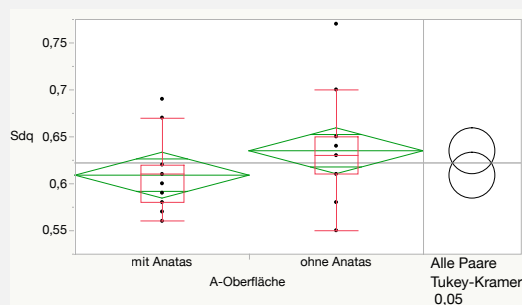
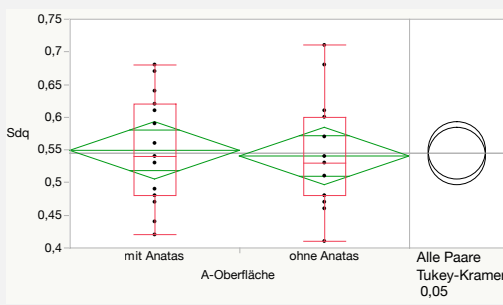
Sal



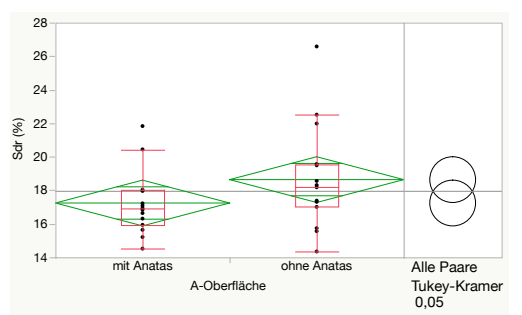
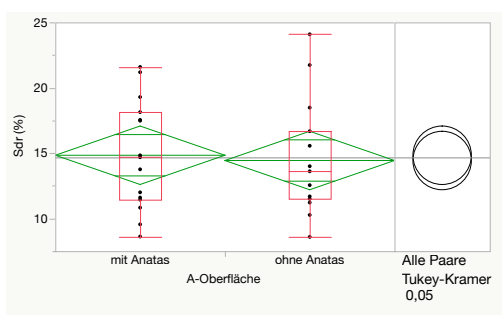
Str



Sdq



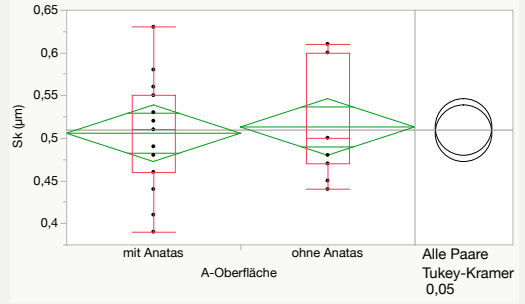
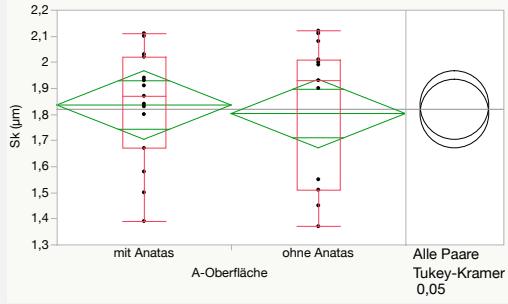
Sdr



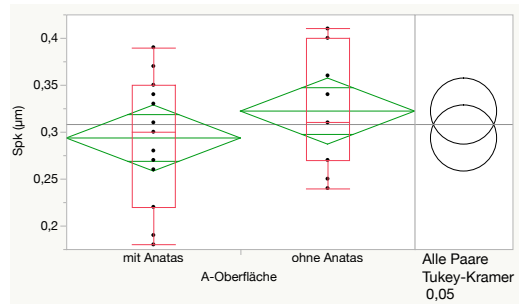
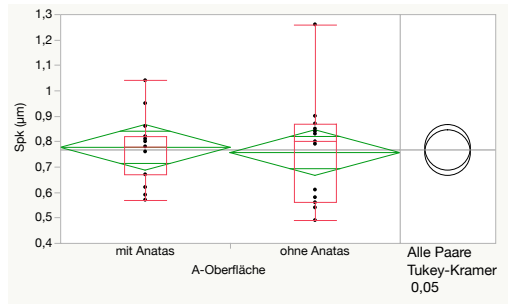
A in Versuchsreihe I

A in Versuchsreihe II

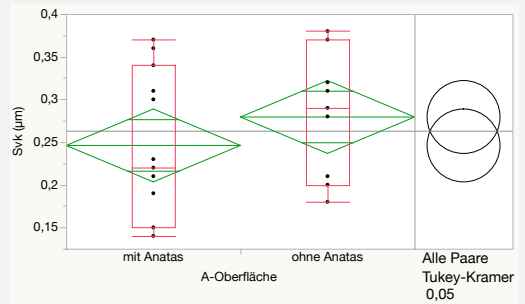
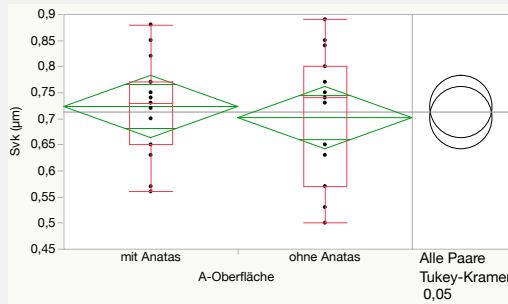
Sk



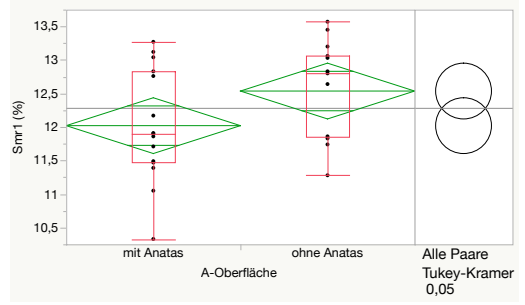
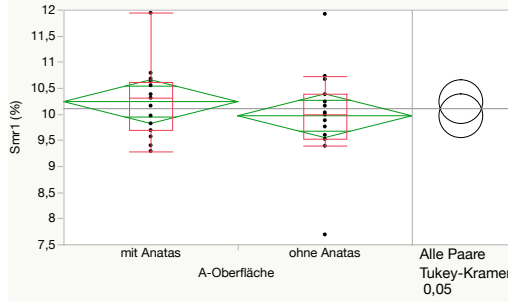
Spk



Svk



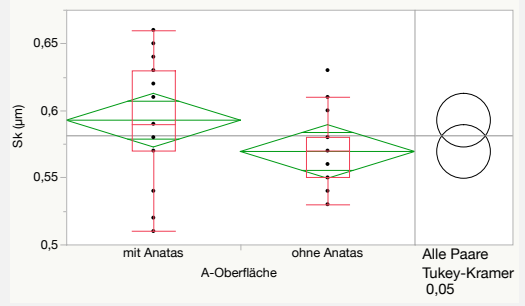
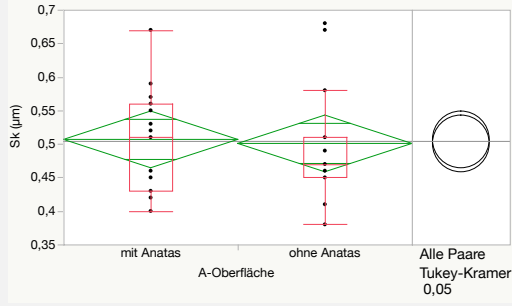
Smr1



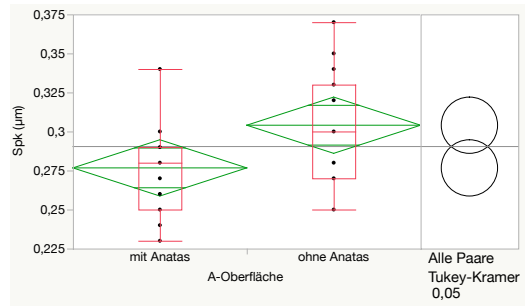
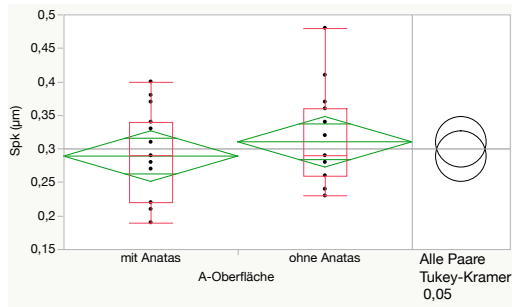
A in Versuchsreihe III

A in Versuchsreihe IV

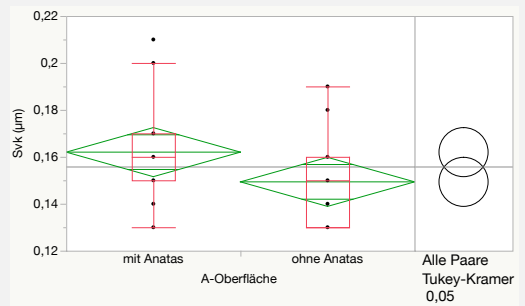
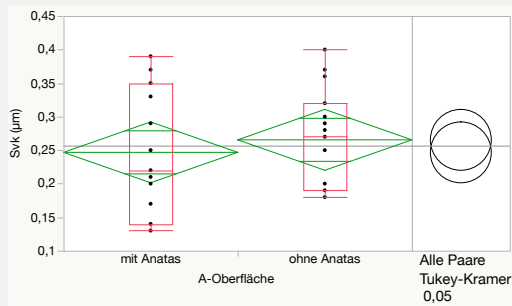
Sk



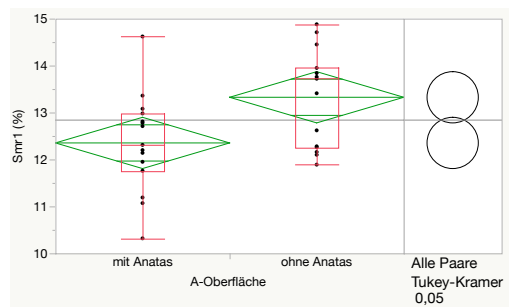
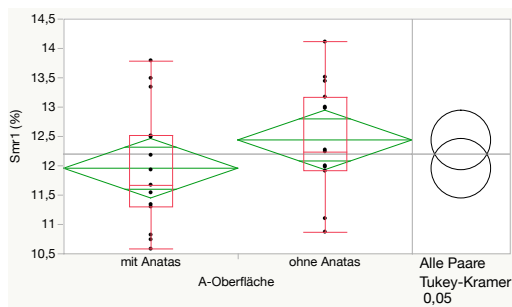
Spk



Svk



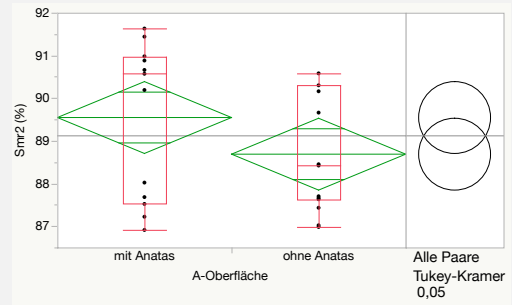
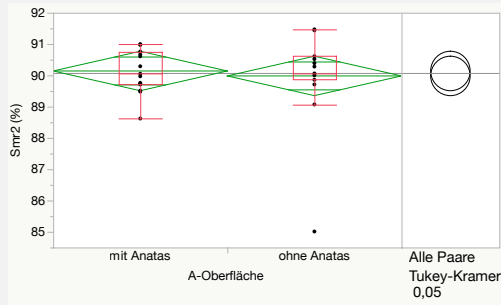
Smr1



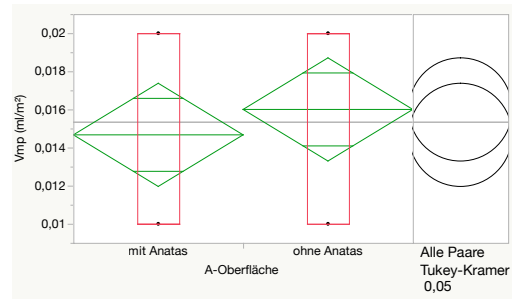
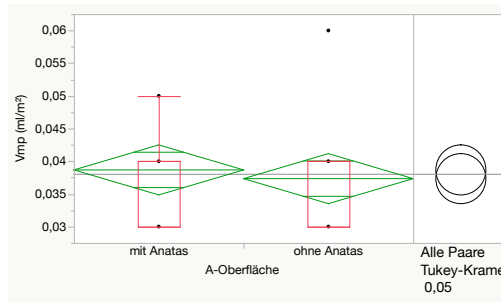
A in Versuchsreihe I

A in Versuchsreihe II

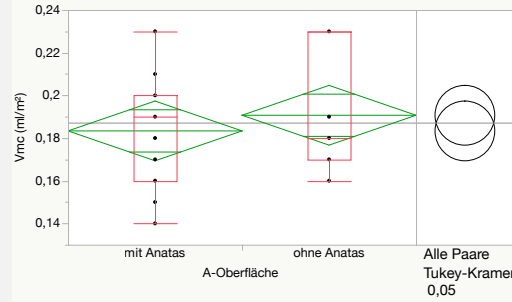
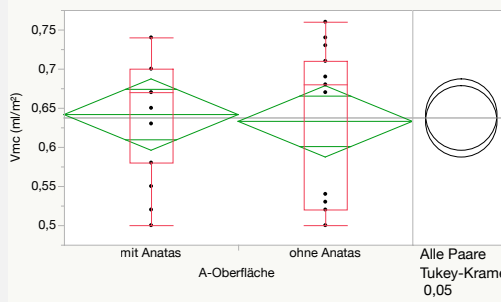
Smr2



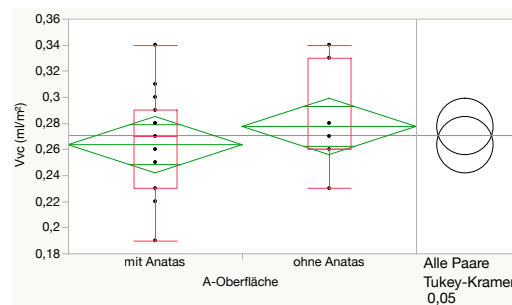
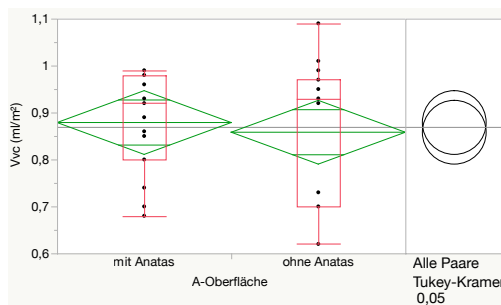
Vmp



Vmc



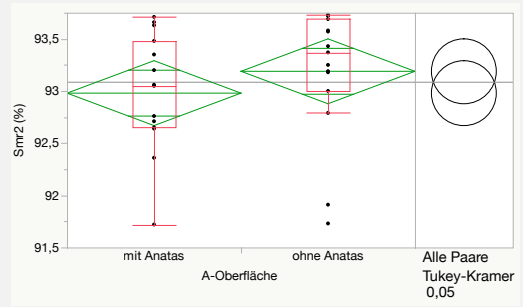
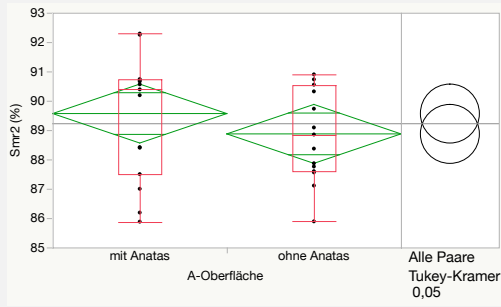
Vvc



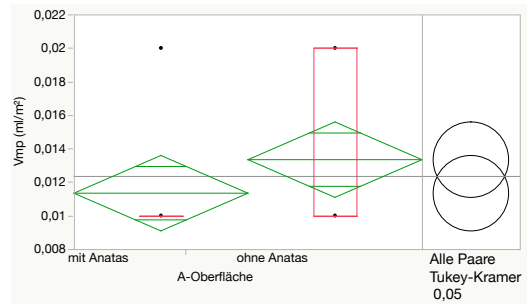
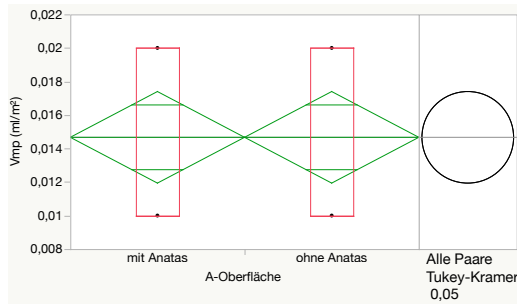
A in Versuchsreihe III

A in Versuchsreihe IV

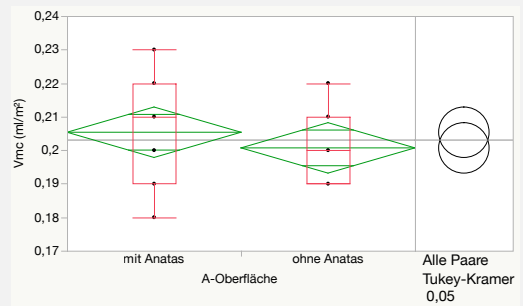
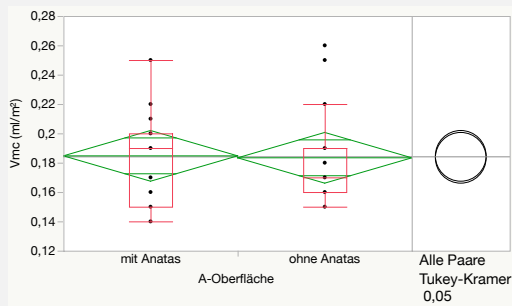
Smr2



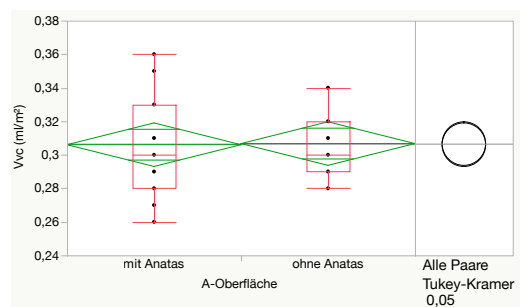
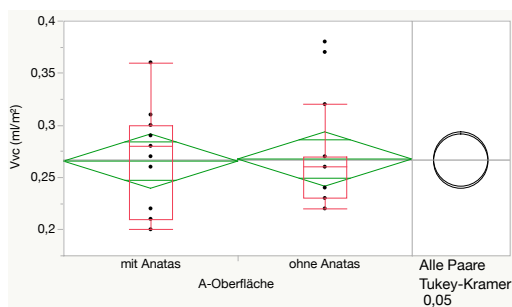
Vmp



Vmc



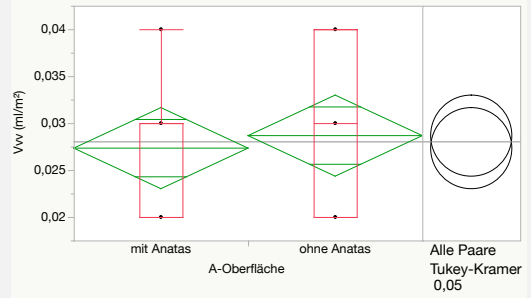
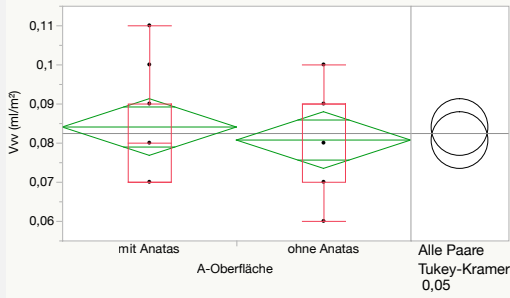
Vvc



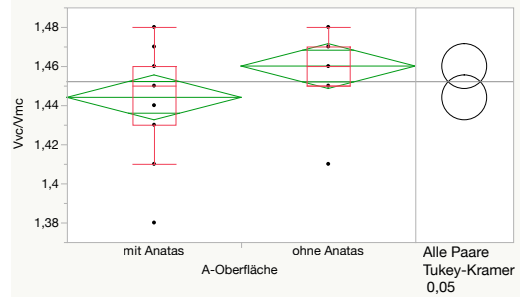
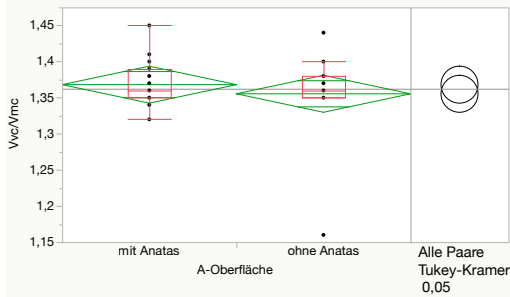
A in Versuchsreihe I

A in Versuchsreihe II

V_v



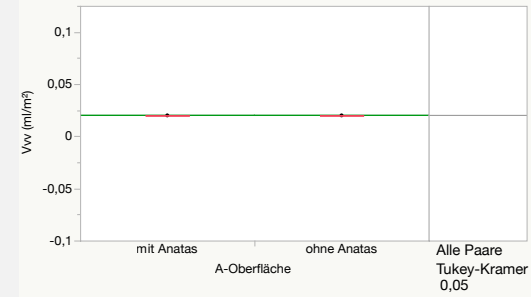
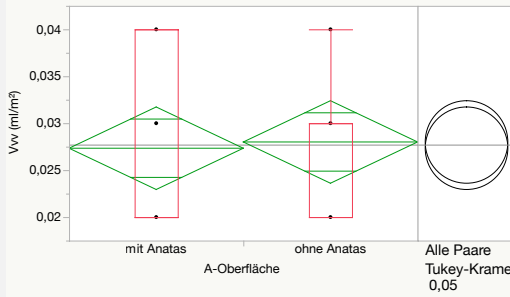
**V_v/
V_{mc}**



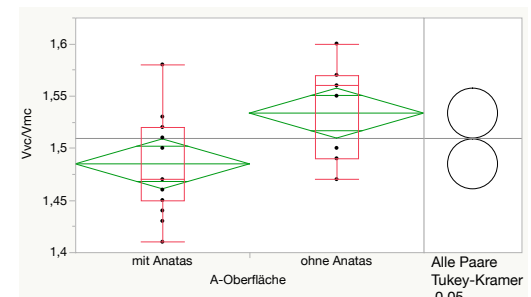
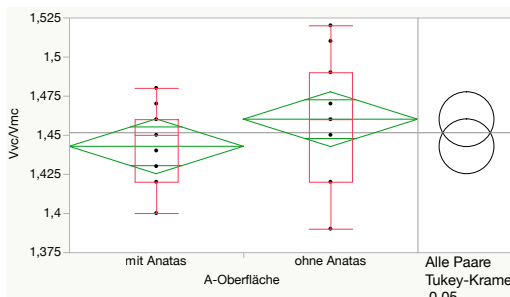
A in Versuchsreihe III

A in Versuchsreihe IV

V_v



**V_v/
V_{mc}**



7 Literaturverzeichnis

1. Coelho PG, Granjeiro JM, Romanos GE, Suzuki M, Silva NRF, Cardaropoli G, Thompson VP, Lemons JE (2009) Basic research methods and current trends of dental implant surfaces. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 88:579–96.
2. Le Guéhennec L, Soueidan A, Layrolle P, Amouriq Y (2007) Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. *Dent Mater* 23:844–54.
3. Richter EJ (2005) Stand der Implantologie - Stellungnahme der Deutschen Gesellschaft für Implantologie im Zahn-, Mund- und Kieferbereich (DGI) und der Deutschen Gesellschaft für Zahn-, Mund- und Kieferheilkunde (DGZMK). *Dtsch Zahnärztl Z* 60:415–416.
4. Brånemark P-I, Adell R, Breine U, Lindström J, Hansson B-O (1969) Intra-osseous anchorage of dental prostheses. I. experimental studies. *Scand J Plast Reconstr Surg*
5. Brånemark PI, Hansson BO, Adell R, Breine U, Lindström J, Hallén O, Ohman A (1977) Osseointegrated implants in the treatment of the edentulous jaw. Experience from a 10-year period. *Scand J Plast Reconstr Surg Suppl* 16:1–196.
6. Adell R, Lekholm U, Rockler B, Brånemark PI (1981) A 15-year study of osseointegrated implants in the treatment of the edentulous jaw. *Int J Oral Surg* 10:387–416.
7. Johansson CB, Hansson HA, Albrektsson T (1990) Qualitative interfacial study between bone and tantalum, niobium or commercially pure titanium. *Biomaterials* 11:277–80.
8. Albrektsson T, Sennerby L, Wennerberg A (2008) State of the art of oral implants. *Periodontol* 2000 47:15–26.
9. Parr GR, Gardner LK, Toth RW (1985) Titanium: the mystery metal of implant dentistry. Dental materials aspects. *J Prosthet Dent* 54:410–414.
10. Hench LL, Paschall HA (1973) Direct chemical bond of bioactive glass-ceramic materials to bone and muscle. *J Biomed Mater Res* 7:25–42.
11. Denissen HW, Kalk W, de Nieuport HM, Maltha JC, van de Hooff A Mandibular bone response to plasma-sprayed coatings of hydroxyapatite. *Int J Prosthodont* 3:53–58.
12. Steinemann SG (1998) Titanium-the material of choice? *Periodontol* 2000 17:7–21.
13. Zarb GA (2008) Materials, Designs, and Surfaces. In: Zarb GA, Albrektsson T, Baker G, Eckert SE, Stanford C (eds) *Osseointegration - Contin. Synerg. Surgery, Prosthodont. Biomater.*, 1. Edition. Quintessence Publishing Co, Inc, pp 51–57
14. Wennerberg A, Albrektsson T (2010) On implant surfaces: a review of current knowledge and opinions. *Int J Oral Maxillofac Implants* 25:63–74.
15. Guess PC, Att W, Strub JR (2012) Zirconia in fixed implant prosthodontics. *Clin Implant Dent Relat Res* 14:633–45.

16. Curtis A, Wilkinson C (1997) Topographical control of cells. *Biomaterials* 18:1573–83.
17. Schwarz F, Wieland M, Schwartz Z, Zhao G, Rupp F, Geis-Gerstorfer J, Schedle A, Brogгинi N, Bornstein MM, Buser D, Ferguson SJ, Becker J, Boyan BD, Cochran DL (2009) Potential of chemically modified hydrophilic surface characteristics to support tissue integration of titanium dental implants. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 88:544–57.
18. McNamara LE, Burchmore R, Riehle MO, Herzyk P, Biggs MJP, Wilkinson CDW, Curtis ASG, Dalby MJ (2012) The role of microtopography in cellular mechanotransduction. *Biomaterials* 33:2835–47.
19. Schneider GB, Perinpanayagam H, Clegg M, Zaharias R, Seabold D, Keller J, Stanford C (2003) Implant Surface Roughness Affects Osteoblast Gene Expression. *J Dent Res* 82:372–376.
20. Gotfredsen K, Nimb L, Hjørting-Hansen E, Jensen JS, Holmén A (1992) Histomorphometric and removal torque analysis for TiO₂-blasted titanium implants. An experimental study on dogs. *Clin Oral Implants Res* 3:77–84.
21. Huré G, Donath K, Lesourd M, Chappard D, Baslé MF (1996) Does titanium surface treatment influence the bone-implant interface? SEM and histomorphometry in a 6-month sheep study. *Int J Oral Maxillofac Implants* 11:506–11.
22. Göransson A, Wennerberg A (2005) Bone formation at titanium implants prepared with iso- and anisotropic surfaces of similar roughness: an in vivo study. *Clin Implant Dent Relat Res* 7:17–23.
23. Hallgren C, Sawase T, Ortengren U, Wennerberg A (2001) Histomorphometric and mechanical evaluation of the bone-tissue response to implants prepared with different orientation of surface topography. *Clin Implant Dent Relat Res* 3:194–203.
24. Wennerberg A, Albrektsson T (2009) Effects of titanium surface topography on bone integration: a systematic review. *Clin Oral Implants Res* 20 Suppl 4:172–84.
25. Shalabi MM, Gortemaker A, Hof M a. V., Jansen J a., Creugers NHJ (2006) Implant Surface Roughness and Bone Healing: a Systematic Review. *J Dent Res* 85:496–500.
26. Neugebauer J, Weinländer M, Lekovic V, von Berg K-HL, Zoeller JE (2009) Mechanical stability of immediately loaded implants with various surfaces and designs: a pilot study in dogs. *Int J Oral Maxillofac Implants* 24:1083–92.
27. Khoury F (2009) Der Einfluss der Implantatoberfläche auf die Erfolgsrate von Implantaten in augmentiertem Knochen. In: Khoury F (ed) *Augment. Verfahren der Implantol.*, 1. Quintessence Publishing Co, Inc, Berlin, pp 32–40
28. Wennerberg A, Albrektsson T (2000) Suggested guidelines for the topographic evaluation of implant surfaces. *Int J Oral Maxillofac Implants* 15:331–44.
29. Soskolne WA, Cohen S, Sennerby L, Wennerberg A, Shapira L (2002) The effect of titanium surface roughness on the adhesion of monocytes and their secretion of TNF-alpha and PGE₂. *Clin Oral Implants Res* 13:86–93.

30. Wennerberg A, Albrektsson T (2006) Implant surfaces beyond micron roughness: Experimental and clinical knowledge of surface topography and surface chemistry. *Inter Dent SA* 8:
31. Wennerberg A, Albrektsson T, Andersson B (1996) Bone tissue response to commercially pure titanium implants blasted with fine and coarse particles of aluminum oxide. *Int J Oral Maxillofac Implants* 11:38–45.
32. Mendonça G, Mendonça DBS, Aragão FJL, Cooper LF (2008) Advancing dental implant surface technology--from micron- to nanotopography. *Biomaterials* 29:3822–35.
33. Commission E Definiton of a nanomaterial [online]. URL: http://ec.europa.eu/environment/chemicals/nanotech/faq/definition_en.htm. [Zugriff 05 02 2016]
34. Wennerberg A, Svanborg LM, Berner S, Andersson M (2013) Spontaneously formed nanostructures on titanium surfaces. *Clin Oral Implants Res* 24:203–9.
35. Webb HK, Truong VK, Hasan J, Fluke C, Crawford RJ, Ivanova EP (2012) Roughness parameters for standard description of surface nanoarchitecture. *Scanning* 34:257–63.
36. Sarikaya M, Tamerler C, Jen AK-Y, Schulten K, Baneyx F (2003) Molecular biomimetics: nanotechnology through biology. *Nat Mater* 2:577–85.
37. Tsukimura N, Yamada M, Iwasa F, Minamikawa H, Att W, Ueno T, Saruwatari L, Aita H, Chiou W-A, Ogawa T (2011) Synergistic effects of UV photofunctionalization and micro-nano hybrid topography on the biological properties of titanium. *Biomaterials* 32:4358–68.
38. Jimbo R, Coelho PG, Bryington M, Baldassarri M, Tovar N, Currie F, Hayashi M, Janal MN, Andersson M, Ono D, Vandeweghe S, Wennerberg a (2012) Nano hydroxyapatite-coated implants improve bone nanomechanical properties. *J Dent Res* 91:1172–7.
39. Gobbato L, Arguello E, Martin IS, Hawley CE, Griffin TJ (2012) Early bone healing around 2 different experimental, HA grit-blasted, and dual acid-etched titanium implant surfaces. A pilot study in rabbits. *Implant Dent* 21:454–60.
40. Zinelis S, Silikas N, Thomas A, Syres K, Eliades G Surface characterization of SLActive ® dental implant. 1–40.
41. Palmquist A, Omar OM, Esposito M, Lausmaa J, Thomsen P (2010) Titanium oral implants: surface characteristics, interface biology and clinical outcome. *J R Soc Interface* 7 Suppl 5:S515-27.
42. Rupp F, Haupt M, Klostermann H, Kim H-S, Eichler M, Peetsch A, Scheideler L, Doering C, Oehr C, Wendel HP, Sinn S, Decker E, von Ohle C, Geis-Gerstorfer J (2010) Multifunctional nature of UV-irradiated nanocrystalline anatase thin films for biomedical applications. *Acta Biomater* 6:4566–77.
43. Fujishima A, Rao TN, Tryk D a (2000) Titanium dioxide photocatalysis. *J Photochem Photobiol C Photochem Rev* 1:1–21.
44. Fraunhofer Insitut Photokatalytische Oberflächen - Herstellung, Charakterisierung und Bewertung.

45. Rupp F, Scheideler L, Olshanska N, de Wild M, Wieland M, Geis-Gerstorfer J (2006) Enhancing surface free energy and hydrophilicity through chemical modification of microstructured titanium implant surfaces. *J Biomed Mater Res A* 76:323–34.
46. Sawada T, Sawada T, Kumasaka T, Hamada N, Shibata T, Nonami T, Kimoto K (2014) Self-cleaning effects of acrylic resin containing fluoridated apatite-coated titanium dioxide. *Gerodontology* 31:68–75.
47. Renvert S, Polyzois I, Claffey N (2011) How do implant surface characteristics influence peri-implant disease? *J Clin Periodontol* 38 Suppl 1:214–22.
48. Lang NP, Berglundh T (2011) Periimplant diseases: where are we now?--Consensus of the Seventh European Workshop on Periodontology. *J Clin Periodontol* 38 Suppl 1:178–81.
49. Sollazzo V, Pezzetti F, Scarano A, Piattelli A, Massari L, Brunelli G, Carinci F (2007) Anatase coating improves implant osseointegration in vivo. *J Craniofac Surg* 18:806–10.
50. Tsou H-K, Chi M-H, Hung Y-W, Chung C-J, He J-L (2015) In Vivo Osseointegration Performance of Titanium Dioxide Coating Modified Polyetheretherketone Using Arc Ion Plating for Spinal Implant Application. *Biomed Res Int* 2015:1–9.
51. Kizuki T, Matsushita T, Kokubo T (2015) Apatite-forming PEEK with TiO₂ surface layer coating. *J Mater Sci Mater Med* 26:5359.
52. Stout K, Sullivan P, Dong W, Mainsah E, Luo N, Mathia T, Zahouani H (1993) Development of the Methods for the Characterisation of Roughness in Three Dimensions, 2nd Revise. Elsevier Science & Technology, London (UK)
53. Normenausschuss Technische Grundlagen im DIN (2012) Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Flächenhaft - Teil 2: Begriffe und Oberflächen-Kenngrößen; Deutsche Fassung EN ISO 25178-2:2012.
54. Blateyron F (2013) Characterisation of Areal Surface Texture. In: Leach R (ed) *Characterisation Areal Surf. Texture*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, pp 15–43
55. Seewig PJ, Wiehr DC, Gröger S (2012) Charakterisierung technischer Bauteiloberflächen - Stand der Oberflächenmesstechnik heute Qualitätssicherung [online]. URL: http://ak-rauheit.de/files/VDI_Mikro_Nano.pdf. [Zugriff 30 10 2015]
56. Wennerberg A, Jimbo R, Stübinger S, Obrecht M, Dard M, Berner S (2013) Nanostructures and hydrophilicity influence osseointegration: a biomechanical study in the rabbit tibia. *Clin Oral Implants Res* 1–10.
57. Rupp F, Scheideler L, Eichler M, Geis-Gerstorfer J Wetting behavior of dental implants. *Int J Oral Maxillofac Implants* 26:1256–66.
58. Klostermann H (2010) Ergebnisbericht: TiO₂-Beschichtung von Proben für Reihenuntersuchungen von Biomaterialien für die Sektion medizinische Werkstoffkunde und Technologie UK Tübingen. Dresden
59. Arvidsson A, Sater B, Wennerberg A (2006) The role of functional parameters for topographical characterization of bone-anchored implants. *Clin Implant Dent Relat Res* 8:70–6.

60. Alicona Imag. GmbH (2005) MeX 4.2 Hilfedokument. Grambach/Graz, Austria
61. Tomlins PE, Leach R, Vadgama P, Mikhailovsky S, James S (2005) On the topographical characterisation of biomaterial surfaces. In: Vadgama P (ed) *Surfaces Interfaces Biomater*. Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC, Boca Raton, USA, pp 693–715
62. Normenausschuss Technische Grundlagen im DIN (2012) *Geometrische Produktspezifikation (GPS) - Oberflächenbeschaffenheit: Flächenhaft - Teil 3: Spezifikationsoperatoren*; Deutsche Fassung EN ISO 25178-3.
63. Schmid P (2010) *Vergleichende Rauigkeitsuntersuchungen von Dentalimplantaten mittels Elektronenmikroskopie und optischer Mikroskopie*. Medizinische Dissertationsschrift, Universität Tübingen
64. Löberg J, Mattisson I, Hansson S, Ahlberg E (2010) Characterisation of Titanium Dental Implants I: Critical Assessment of Surface Roughness Parameters. *Open Biomater J* 2:18–35.
65. Svanborg LM, Andersson M, Wennerberg A (2010) Surface characterization of commercial oral implants on the nanometer level. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 92:462–9.
66. Hornbogen E, Skrotzki B (2009) Ausrüstung des Elektronenmikroskopes. In: *Mikro- und Nanoskopie der Werkstoffe SE - 11, 3.Auflage*. Springer Berlin Heidelberg, pp 199–209
67. Tukey J (1977) *Exploratory data analysis*. Addison Wesley Longman, pp 39–44
68. Sugita Y, Ishizaki K, Iwasa F, Ueno T, Minamikawa H, Yamada M, Suzuki T, Ogawa T (2011) Effects of pico-to-nanometer-thin TiO₂ coating on the biological properties of microroughened titanium. *Biomaterials* 32:8374–84.
69. Iwasa F, Tsukimura N, Sugita Y, Kanuru RK, Kubo K, Hasnain H, Att W, Ogawa T (2011) TiO₂ micro-nano-hybrid surface to alleviate biological aging of UV-photofunctionalized titanium. *Int J Nanomedicine* 6:1327–41.
70. Singh P, Kaur D (2010) Room temperature growth of nanocrystalline anatase TiO₂ thin films by dc magnetron sputtering. *Phys B Condens Matter* 405:1258–1266.
71. Kim H, Choi S-H, Ryu J-J, Koh S-Y, Park J-H, Lee I-S (2008) The biocompatibility of SLA-treated titanium implants. *Biomed Mater* 3:25011.
72. Hwang NM (1999) Crystal growth by charged cluster focused on CVD diamond process. *J Cryst Growth* 198–199:945–950.
73. Sawase T, Jimbo R, Baba K, Shibata Y, Ikeda T, Atsuta M (2008) Photo-induced hydrophilicity enhances initial cell behavior and early bone apposition. *Clin Oral Implants Res* 19:491–6.
74. Suketa N, Sawase T, Kitaura H, Naito M, Baba K, Nakayama K, Wennerberg A, Atsuta M (2005) An antibacterial surface on dental implants, based on the photocatalytic bactericidal effect. *Clin Implant Dent Relat Res* 7:105–11.

75. Larsson C, Thomsen P, Aronsson BO, Rodahl M, Lausmaa J, Kasemo B, Ericson LE (1996) Bone response to surface-modified titanium implants: studies on the early tissue response to machined and electropolished implants with different oxide thicknesses. *Biomaterials* 17:605–16.
76. Bjursten LM, Rasmusson L, Oh S, Smith GC, Brammer KS, Jin S (2010) Titanium dioxide nanotubes enhance bone bonding in vivo. *J Biomed Mater Res A* 92:1218–24.
77. Oh S, Daraio C, Chen L, Pisanic TR, Fiñones RR, Jin S (2006) Significantly accelerated osteoblast cell growth on aligned TiO₂ nanotubes. *J Biomed Mater Res A* 78:97–103.
78. Tsukimura N, Kojima N, Kubo K, Att W, Takeuchi K, Kameyama Y, Maeda H, Ogawa T (2008) The effect of superficial chemistry of titanium on osteoblastic function. *J Biomed Mater Res A* 84:108–16.
79. Aita H, Hori N, Takeuchi M, Suzuki T, Yamada M, Anpo M, Ogawa T (2009) The effect of ultraviolet functionalization of titanium on integration with bone. *Biomaterials* 30:1015–25.
80. Yu JC, Yu J, Tang Y, Zhang L (2002) Effect of surface microstructure on the photoinduced hydrophilicity of porous TiO₂ thin films. *J Mater Chem* 12:81–85.
81. Sakai N, Fujishima A, Watanabe T, Hashimoto K (2003) Quantitative Evaluation of the Photoinduced Hydrophilic Conversion Properties of TiO₂ Thin Film Surfaces by the Reciprocal of Contact Angle. *J Phys Chem B* 107:1028–1035.
82. Yu W, Jiang X, Zhang F, Xu L (2010) The effect of anatase TiO₂ nanotube layers on MC3T3-E1 preosteoblast adhesion, proliferation, and differentiation. *J Biomed Mater Res A* 94:1012–22.
83. He J, Zhou W, Zhou X, Zhong X, Zhang X, Wan P, Zhu B, Chen W (2008) The anatase phase of nanotopography titania plays an important role on osteoblast cell morphology and proliferation. *J Mater Sci Mater Med* 19:3465–72.
84. Ballo AM, Bjöörn D, Astrand M, Palmquist A, Lausmaa J, Thomsen P (2013) Bone response to physical-vapour-deposited titanium dioxide coatings on titanium implants. *Clin Oral Implants Res* 24:1009–17.
85. Uchida M, Kim H-M, Kokubo T, Fujibayashi S, Nakamura T (2002) Effect of water treatment on the apatite-forming ability of NaOH-treated titanium metal. *J Biomed Mater Res* 63:522–30.
86. Hamilton MD (2013) Anatase Phase, Hydrophilicity, and Thickness of Thermally Oxidized TiO₂ Layer on Titanium-V Alloy. *J Undergrad Res* 19:16–19.
87. Drnovšek N, Rade K, Milačič R, Štrancar J, Novak S (2012) The properties of bioactive TiO₂ coatings on Ti-based implants. *Surf Coatings Technol* 209:177–183.

Erklärung zum Eigenanteil der Dissertationsschrift

Die Arbeit wurde in der Sektion Medizinische Werkstoffkunde und Technologie (Leitung: Prof. Dr. Jürgen Geis-Gerstorfer) durchgeführt.

Die Konzeption und wissenschaftliche Betreuung der Studie erfolgte durch den Gruppenleiter "Biomaterialien und Grenzflächenanalytik" dieser Sektion PD Dr. Frank Rupp.

Die Titanplättchen wurde von der Firma Institut Straumann AG (Basel, Schweiz) angefertigt, die Anatas-Beschichtung der Titanplättchen wurde durch das Fraunhofer Institut FEP (Dresden, Deutschland) durchgeführt.

Alle Versuche wurden nach Einarbeitung durch Labormitglieder [Herr PD Dr. Frank Rupp, Herr Ernst Schweizer und Herr Günter Wedenig] von mir eigenständig durchgeführt.

Die statistische Auswertung erfolgte eigenständig nach Beratung mit Herrn Dr. Detlef Axmann.

Die Schaubilder in Abb. 13 und Abb. 14 sind freundlicherweise vom Beuth Verlag GmbH für die vorliegende Arbeit zur Verfügung gestellt wurden und mit Erlaubnis des DIN Deutsches Institut für Normung e.V. hier wiedergegeben. Maßgebend für das Anwenden der DIN-Norm ist deren Fassung mit dem neuesten Ausgabedatum, die bei der Beuth Verlag GmbH, Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin, erhältlich ist.

Ich versichere, das Manuskript selbständig verfasst zu haben und keine weiteren als die von mir angegebenen Quellen verwendet zu haben.

Michael Thoma

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen bedanken, die mich bisher auf meinem Weg begleitet und unterstützt haben.

Mein großer Dank gilt meinem Doktorvater Prof Dr. J. Geis-Gerstorfer für die Überlassung des Themas dieser Arbeit, die fachliche Unterstützung und Nutzung der Analysegeräte in seiner Abteilung.

Besonders bedanken möchte ich mich bei meinem Betreuer PD Dr. Frank Rupp für die sehr gute wissenschaftliche Betreuung und wertvolle Unterstützung der Erstellung dieser Arbeit.

Bei Frau Christine Schille bedanke ich mich für die anregenden Diskussionen auf ihre stets freundliche und ruhige Art.

Herrn Ernst Schweizer und Herrn Günter Wedenig danke ich für die technische Einführung in das Rasterelektronenmikroskop.

Ebenso möchte ich Frau Barbara Welder für ihre Hilfe und Ratschläge beim Auffinden und Beschaffen von Literatur auch während meines Studiums danken.

Der größte Dank geht an meine Eltern und an meine beiden Schwestern Barbara und Helen, die mir alle stets zur Seite standen und mich immer mit wertvollen Ratschlägen unterstützt haben. Ihre liebevolle Fürsorge ist ein großes Geschenk -ihnen widme ich deshalb diese Arbeit.

Lebenslauf

■ Persönliche Daten

Name	Michael Thoma
Geburtstag	04. Oktober 1985
Geburtsort	74321 Bietigheim-Bissingen

■ Beruf

Seit 06/13	Assistenz Zahnarzt
------------	--------------------

■ Universität

28/05/2013	Staatsexamen und Approbation als Zahnarzt
09/10-06/13	Universität Tübingen Studium: Zahnmedizin
10/05 bis 09/10	Universität Kiel Studium: Zahnmedizin