

# Schlussbericht

zu dem IGF-Vorhaben

***MicSurf: Mikrostrukturierung bioinertter Hochleistungskeramik mittels Direktem Tintenstrahldrucken zur Stimulation von Zelladhäsion und Zelldifferenzierung***

der Forschungsstelle(n)

1. Institut für Gesteinshüttenkunde (GHI)

2. Zahnärztliche Werkstoffkunde und Biomaterialforschung (ZWBF)

Das IGF-Vorhaben 493ZN der Forschungsvereinigung Keramische Gesellschaft wurde über die



im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie

aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Aachen, 30.05.2016  
Ort, Datum

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'R. Telle'.

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'H. Fischer'.

Name und Unterschrift des/der Projektleiter(s)  
an der/den Forschungsstelle(n)

Prof. Dr. rer. nat. R. Telle  
INSTITUT FÜR GESTEINSHÜTTENKUNDE  
Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule  
Keramik und Feuerfeste Werkstoffe  
Mauerstraße 5, D-52064 Aachen

**1. Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse im Berichtszeitraum**

**Übersicht Arbeitsplan:**

Arbeitspakete, Arbeitsinhalte und beteiligte Mitarbeiter		1. Projektjahr				2. Projektjahr			
		Q1	Q2	Q3	Q4	Q1	Q2	Q3	Q4
AP1	Entwicklung mikrostrukturierter oxidkeramischer Oberflächen (GHI)	■	■	■	■	■	■	■	■
AP1.1	Schlickerguss tablettförmiger Substrate	■	■	■	■	■	■	■	■
AP1.2	Entwicklung und Charakterisierung von Tinten für das Direkte Tintenstrahldrucken	■	■	■	■	■	■	■	■
AP1.3	Herstellung definierter Mikrostrukturen mittels Direktem Tintenstrahldruck	■	■	■	■	■	■	■	■
AP1.4	(Rasterelektronen-)mikroskopische Charakterisierung der realisierten Mikrostrukturen	■	■	■	■	■	■	■	■
AP2	Zellbiologische Untersuchungen (ZWBF)	■	■	■	■	■	■	■	■
AP2.1	Quantitative & qualitative zellbiologische Untersuchungen zur Zytokompatibilität (Zelllinie L-929)	■	■	■	■	■	■	■	■
AP2.2	Initiale Charakterisierung der osteogenen Differenzierung von hMSCs	■	■	■	■	■	■	■	■
AP2.3	Bestimmung des Mineralisierungsgrads von differenzierten hMSCs	■	■	■	■	■	■	■	■
AP3	Übertragung der Mikrostrukturen auf implantatähnliche Geometrien (GHI, ZWBF)	■	■	■	■	■	■	■	■
AP3.1	Detaillierte Charakterisierung der osteogenen Differenzierung von hMSCs an ausgewählten Strukturen (ZWBF)	■	■	■	■	■	■	■	■
AP3.2	Immunhistochemische Analysen zur Evaluierung des Adhäsionsverhaltens von hMSCs (ZWBF)	■	■	■	■	■	■	■	■
AP3.3	Modifizierung des Drucksystems (GHI)	■	■	■	■	■	■	■	■
AP3.4	Realisierung mikrostrukturierter Oberflächen auf schrauben- oder kalottenförmigen Körpern (GHI)	■	■	■	■	■	■	■	■
AP3.5	Rasterelektronenmikroskopische Charakterisierung der realisierten Mikrostrukturen (GHI)	■	■	■	■	■	■	■	■
Berichte	Erstellung des Zwischen- und Abschlussberichtes (GHI, ZWBF)	■	■	■	■	■	■	■	■
GHI	1 Wissenschaftlicher Mitarbeiter, 24 Personenmonate	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
GHI	1 Technischer Mitarbeiter, 12 Personenmonate	1,0	2,0	2,0	1,0	2,0	2,0	1,0	1,0
GHI	1 Studentische Hilfskraft, 16 Personenmonate	1,0	2,0	2,5	3,0	2,0	2,0	2,0	1,5
ZWBF	1 Wissenschaftlicher Mitarbeiter, 24 Monate	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
ZWBF	1 Studentische Hilfskraft, 24 Monate	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0

**Forschungsstelle 1: Institut für Gesteinshüttenkunde (GHI)**

**1.1. Schlickerguss tablettförmiger Substrate / Arbeitspaket 1.1**

▪ **Durchgeführte Arbeiten**

Im Arbeitspaket 1.1 wurden nach Absprache mit dem ZWBF schlickergegossene, tablettförmigen Substrate erstellt. Für die zellbiologischen Versuche am ZWBF wurden zunächst zwei Größen benötigt, für die Schlickergussformen erstellt werden mussten. Im Verlauf der Versuchsreihen hat sich jedoch gezeigt, dass die Probekörper mit einer Geometrie von (d x t) 13 mm x 1 mm ausreichend sind. In Absprache mit dem ZWBF wurde aus diesem Grund die Andere (5 mm x 1 mm) verworfen (Abb. 1). Zusätzlich zu denen im Zwischenbericht erwähnten Arbeiten wurden Chargen der Aluminiumoxidqualität nach dem Schlickerguss entnommen, gesintert und im Anschluss einer Bearbeitung der Oberfläche unterzogen. Hierfür wurden mit einer Poliermaschine (Phoenix 4000, Jean Wirtz, Deutschland) die Oberflächen der Substrate zunächst mit einer kunstharzgebundenen Diamantschleifscheibe mit einer Körnung 80+ vorbehandelt. Im Anschluss wurden Poliervorgänge in den Schritten 15 µm, 6 µm, 3 µm und 1 µm durchgeführt sowie ein Finishing mit einer aluminiumoxidbasierten Endpolitur.

▪ **Erzielte Ergebnisse**

Substrate beider Materialien konnten im Rückblick auf die Zwischenberichte weiter verbessert und durch das Schlickergussverfahren hergestellt werden. Die vorgegebenen Maße konnte nach Ermittlung des Trocken- und Sinterschwundes eingehalten werden. Die Optimierungen im eingelagerten Schleifprozess hinsichtlich der Konstanz der Oberflächengüte der Grünkörper, waren hinreichend.

Des Weiteren war die Herstellung polierter Substrate erfolgreich. Diese sollen als Annäherung zu den zu bedruckenden, realen Oberflächen von schrauben- oder kalottenförmigen Körpern dienen, die aus den in der kostenneutralen Verlängerung (siehe Anhang) dargelegten Gründen, nicht realisiert worden sind.

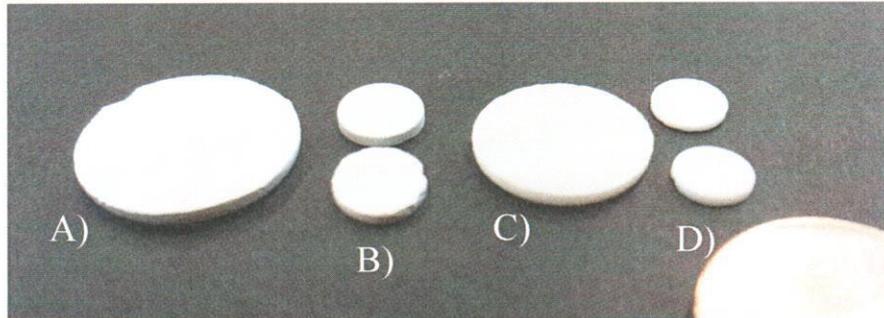


Abb. 1: Erstellte Probekörper. ((d x t) A) & C) 13 mm x 1 mm und B) & D) 5 mm x 1 mm). A) & B) grün nach Schleifbearbeitung; C) & D) gesintert.

**Fazit:** Die schlickergegossenen, tablettenförmigen Substrate konnten wie geplant in entsprechender Güte hergestellt werden. Des Weiteren konnten polierte Substrate für Ersatzuntersuchungen (siehe AP 3.2) erstellt werden.

## 1.2. Entwicklung und Charakterisierung von Tinten für das Direkte Tintenstrahldrucken / Arbeitspaket 1.2

### ▪ Durchgeführte Arbeiten

Aufgrund von Änderungen technischer Spezifikationen der Druckköpfe seitens des Herstellers, musste die Produktion der zu druckenden Strukturen vollständig auf ein neukonzipiertes System übertragen werden. Dieses ist eine Weiterentwicklung des bereits bestehenden DIP-Systems am GHI und ist mit den erwähnten Spezifikationsänderungen kompatibel. Aufgrund von erheblichen Änderungen der Prozess- und Standzeiten war ein beträchtlicher Aufwand bei der Implementierung erforderlich. Beide Materialien (siehe AP 1.1) Da an der Druckkopfgeometrie selbst nichts geändert wurde, kann die Aufbereitungsprozedur durch eine Labormühle (MicroCer, Netzsch-Feinmahltechnik, Selb) weiterhin fortgesetzt werden. Änderungen fanden im Wesentlichen am Additivsystem der Suspensionen statt. Für die Gewährleistung einer Aufrechterhaltung der Applikationsfähigkeit durch die Druckköpfe wurden Charakterisierungen hinsichtlich der Korngrößenverteilung mittels Lasergranulometrie (Malvern 2000 Mastersizer, Malvern Instruments, England), und der Rheologie, durch ein Rheometer mit Doppelspaltmesszelle (Rheolab QC, Anton Paar, Graz, Österreich), fortgeführt. Die Oberflächenspannung wurde durch die Blasenlebensdauer-Methode (Tensiometer SITA pro line t15, SITA Messtechnik, Dresden) ermittelt.

### ▪ Erzielte Ergebnisse

Beide Materialien ließen sich zunächst unterhalb einer kritischen Korngröße ( $1 \mu\text{m}$ ) aufmahlen und durch die Zugabe von Additiven stabilisieren. Lasergranulometrische Aufnahmen zeigten einen  $d_{100} \ll 1 \mu\text{m}$ . Mit einer Druckbarkeit von Suspensionen bei einer maximalen Viskosität von bis zu 30 mPas, bei thermischem Druck ergaben rheologische Messungen Werte im Bereich von 8 mPas. Die über die Blasenlebensdauer-Methode bestimmte Oberflächenspannung lag ebenfalls mit Werten im Bereich von 55 mN/m innerhalb des druckbaren Feldes.

Durch notwendige Anpassungen für das neue Prototypendrucksystem musste das vorliegende Additivsystem jedoch neu angepasst werden. Da hier kleinste Eingriffe empfindliche Auswirkungen auf die resultierenden Eigenschaften der Suspension haben, ist eine Kompatibilitätsanpassung der Suspensionen ein sehr zeitaufwendiger und kleinschrittiger Prozess. Da die Aluminiumoxidsuspension sich durch Vorversuche als die vielversprechendere Suspension erwies, welche in angemessener Zeit auf das neue Drucksystem abgestimmt werden kann, wurde sich dazu entschlossen diese priorisiert zu bearbeiten. Anpassungen des Additivsystems mit einhergehenden Druckversuchen zeigten, dass sich die neue Verarbeitbarkeit in Viskositätsbereichen um 12 mPas und die Oberflächenspannung bei niedrigeren 45 mN/m befindet. Arbeiten an der Zirkonoxidsuspension wurden zu diesem Zeitpunkt eingestellt.

**Fazit:** Beide Suspensionen konnten auf das Ausgangssystem für die angestrebten Arbeiten konditioniert werden. Nach Umstellung auf das neue Prototypensystem konnte die Aluminiumoxidqualität soweit eingestellt werden, dass die Arbeiten fortgeführt werden konnten. Die Arbeiten an der Zirkoniumoxidqualität wurden im Rahmen des Projektes eingestellt und nicht fortgeführt.

### 1.3. Herstellung definierter Mikrostrukturen mittels Direktem Tintenstrahldruck / Arbeitspaket 1.3

#### ▪ Durchgeführte Arbeiten

Nach Absprache mit dem ZWBF wurden als erste zu realisierende Strukturierung Säulen mit je 100 µm Abstand und eine weitere Charge mit 300 µm ausgewählt. Arbeiten Hieran wurden, wie im zweiten Zwischenbericht erwähnt, weiter fortgeführt. Des Weiteren wurde die Auswahl zunächst um Aussparungen, mit 100 µm Abstand und 300 µm zueinander, erweitert, die das inverse Pendant zu den Säulen darstellen. Diese werden so erstellt, dass um die zu realisierende Vertiefung Material aufgebaut wird. Rohdaten der Strukturierung wurden mittels Grafiksoftware am Computer entwickelt, durch das am GHI entwickelte „Direct Inkjet Printing“ (DIP) auf die im AP 1.1 beschriebenen Substrate aufgebracht und anschließend im Trockenschrank für den Brand gelagert (Abb. 2).

#### ▪ Erzielte Ergebnisse

Es konnten erfolgreich nach Vorgabe des ZWBF Rohdaten der Strukturierungen erstellt und in ein druckbares Format für den DIP-Prozess umgewandelt werden. Des Weiteren konnte durch die neu eingestellte Suspension (AP 1.2) die zu betrachtenden Strukturen auf die Substrate aufgebracht werden. Die im zweiten Zwischenbericht erwähnte, vereinzelt Problematik, ist auf die beginnende Problematik, wie sie später in der kostenneutralen Verlängerung ausgeführt wurde, zurückzuführen. Im Zuge dessen wurde sich, aufgrund des zu diesem Zeitpunkt kaum einschätzbaren Zeitaufwands, in Absprache mit dem ZWBF dazu entschlossen, die Arbeiten an den Zirkoniumoxidqualitäten einzustellen (s. AP 1.2). Des Weiteren verzögerten sich die Arbeiten ebenfalls durch den in der Verlängerung erwähnten Prototypencharakter des neuen Systems. Es bedurfte einem großen Aufwand an iterativer Arbeit, um Fehler software- sowie hardwareseitig zu identifizieren, um diese dann zu eliminieren, wodurch sich gegebenenfalls unbekannte Folgefehler ergaben. Im Verlaufe der Korrekturarbeiten wurde die Wiederaufnahme der Produktion der Oberflächenstruktur erreicht. Im Gegenzug wurde sich in Absprache mit dem ZWBF dazu entschieden die Erstellung der Aussparungen fallen zu lassen.