

## RÖNTGENBEUGUNG REINHEITSANALYSE VON KNOCHENERSATZSTOFFEN

### AUFGABENSTELLUNG

Das Mineral Hydroxylapatit  $-Ca_5[OH(PO_4)_3]-$  ist Hauptbestandteil der menschlichen Knochensubstanz und hat sich als Implantat-Material für chirurgische Anwendungen bewährt. Es existieren Calciumverbindungen mit ähnlicher chemischer Zusammensetzung, jedoch mit abweichender Kristallstruktur und dementsprechend veränderten / unerwünschten Eigenschaften bzgl. Biokompatibilität oder Resorptionsrate.

### LÖSUNG

Die Röntgenbeugung erlaubt die Identifizierung und den quantitativen Nachweis von Fremdphasen. Für das gezeigte Beispiel aus Abbildung 1 enthält das Hydroxylapatit Spuren von Calciumoxid (Reflexe durch Pfeile markiert). Die Methode wird in der Norm ISO 13779-3 beschrieben. Eine weitere wichtige Eigenschaft, die durch Röntgenbeugung ermittelt werden kann, ist der Kristallinitäts-Grad der Probe. Amorphe Anteile besitzen nachweislich eine höhere Löslichkeit und können im Körper schneller resorbiert werden. Eine Auswertung der Peakbreite im Beugungsdiagramm erlaubt Aussagen zur Kristallitgröße. Die Größe und Form der Hydroxylapatit-Kristalle (HA) wird mit Hilfe der Elektronenmikroskopie untersucht (Abb. 2).

**Branchen**  
Medizintechnik

**Ziele**  
Produktentwicklung  
Qualitätssicherung  
Schadensanalyse

**Materialien**  
Kristalline Festkörper  
Knochenzemente

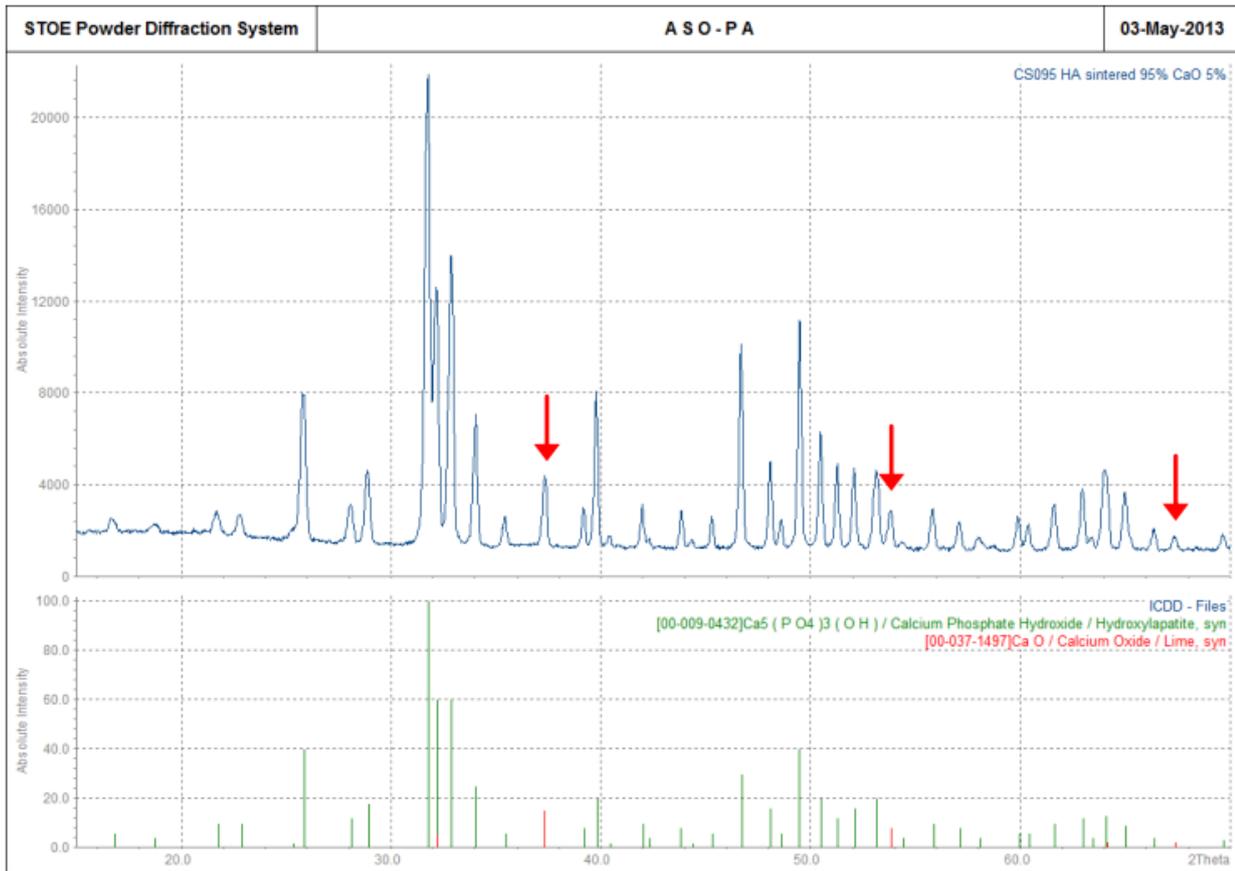
**Analyseverfahren**  
Röntgen-  
diffraktometrie (XRD)  
Weitwinkelstreuung  
(WAXS)

**Ergänzende Verfahren**  
Röntgenfluoreszenz  
(RFA)  
Elektronenmikroskopie

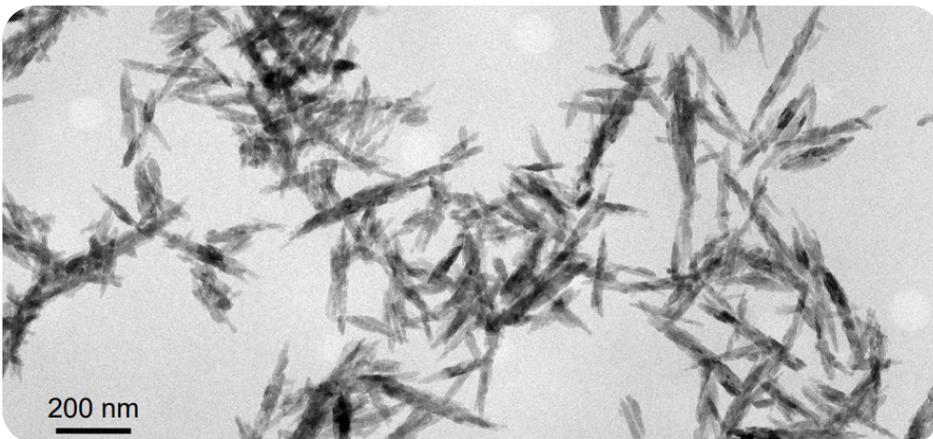
## VORTEILE

Die Röntgenbeugung erlaubt Aussagen zur Phasenreinheit, der Kristallinität und der Kristallit-Größe. Parameter, die zur Qualitätssicherung nach Norm überprüft werden müssen. Neben dem Anwendungsbeispiel aus der Medizintechnik können mit dieser Technik unter anderem verschiedene Modifikationen des Weißpigments Titandioxid oder verschiedene Calciumsulfate (Gips, Bassanit, Anhydrit, ...) unterschieden werden. Für die Analyse von Hydroxylapatit bietet die Analytik Service Obernbürg GmbH zusätzlich die Möglichkeit das Ca:P Verhältnis sowie die Schwermetallfreiheit durch Röntgenfluoreszenz (RFA) zu analysieren. Die Methode ICP-OES erlaubt Schwermetallverunreinigungen auch in geringsten Konzentrationen zu analysieren.





**Abbildung 1: Beugungsdiagramm einer Pulverprobe als Intensität über dem Beugungswinkel aufgetragen (blaue Linie, oben). Zum Vergleich darunter Reflexpositionen und Intensitäten aus einer Datenbank für Hydroxylapatit (grün) und Calciumoxid (rot).**



**Abbildung 2: Visualisierung der Nadelstruktur und Größe der Hydroxylapatit-Kristalle mit Transmissionselektronenmikroskopie**