

Auflösungsrate (ASTM F1926) und Löslichkeitsprodukt (ISO 13779-6) von Kalziumphosphaten

Kalziumphosphatkeramiken werden für die Reparatur von Knochendefekten und als Beschichtung für orthopädische Implantate angewendet. Die Resorptionseigenschaften dieser Materialien müssen präzise kontrolliert werden, damit sie mit der Wachstumsrate des neuen Knochens übereinstimmen. Die Resorptionsrate kann insbesondere durch fremde kristalline oder amorphe Phasen oder durch chemische Verunreinigungen beeinflusst werden. In vitro-Tests zur Ermittlung der Auflösungskinetik sowie der (Gleichgewichts-) Löslichkeit von Kalziumphosphaten liefern einen Hinweis auf die Stabilität des Materials im menschlichen Körper. Auflösungsprüfungen sind deshalb in der ASTM-Norm F1926 verlangt und die Bestimmung des Löslichkeitsprodukts wird in der ISO 13779-6 empfohlen.

In der RMS Foundation wurde vor kurzem ein Auflösungstest nach ASTM F1926 entwickelt und gemäß den Anforderungen unserer ISO 17025-Akkreditierung validiert. Bei diesem Test wird eine Probe während 24 Stunden in eine Pufferlösung (MES oder TRIS) bei 37 °C eingelegt, und die Ca-Konzentration wird kontinuierlich mit einer Ca-ionenselektiven Elektrode gemessen (siehe Abbildung). Zusätzlich wird der pH-Wert der Lösung zu Beginn und am Ende des Versuchs gemessen, um einen pH-Drift auszuschließen, d. h. um eine ausreichende Pufferkapazität sicherzustellen. Der Test kann an Knochenersatzprodukten beliebiger Form

sowie an beschichteten Proben oder von einer Beschichtung abgeschliffenem Pulver durchgeführt werden. Da eine direkte Korrelation zwischen der Auflösungsrate *in vitro* und der Resorptionsrate *in vivo* nicht möglich ist, werden parallel durchgeführte Tests an einer historischen Kontrolle oder einem zertifizierten Referenzmaterial empfohlen.

Das Löslichkeitsprodukt (K_{sp}) ist eine Materialeigenschaft, welche ein chemisches Gleichgewicht zwischen einer festen Substanz und einer Lösung derselben Substanz beschreibt. Wir haben eine Prüfmethode zur Bestimmung des K_{sp} von Hydroxylapatit-Rohstoffpulvern gemäß ISO 13779-6 entwickelt und validiert. Diese Methode besteht darin, eine Probe 60 Tage lang bei 37 °C in verdünnte Phosphorsäure einzulegen und anschliessend den pH-Wert sowie die Ca- und P-Konzentration mittels induktiv gekoppelter Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) zu messen. Das K_{sp} wird dann anhand einer in ISO 13779-6 (Anhang A.8) beschriebenen Gleichung berechnet. Zum Vergleich kann parallel dazu das K_{sp} eines reinen, vollständig kristallisierten Referenzmaterials (z. B. NIST Kalziumhydroxylapatit, SRM

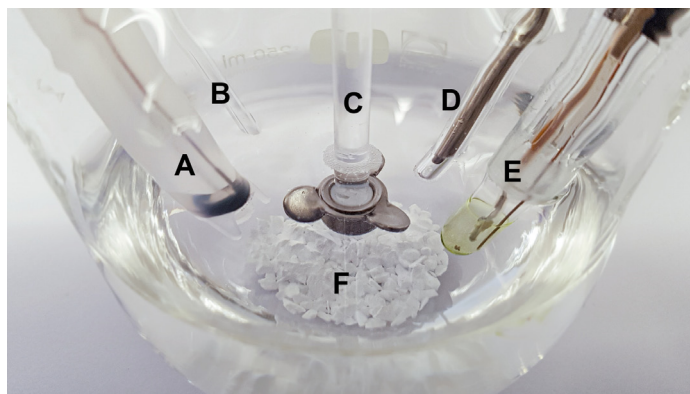


Abbildung: Testgefäss gefüllt mit Pufferlösung (ASTM F1926), A) Ca-ionenselektive Elektrode, B) Spülgasschlauch (N₂), C) Rührer (bei Pulver-, Granulat- oder Formkörper-Proben), D) Temperatursensor, E) pH-Elektrode, F) Probenmaterial.

2910) bestimmt werden. Je nach Reinheit der Probe kann eine wesentlich kürzere Testdauer gewählt werden.

Newsletter 39

Anforderungen an die Proben:

Auflösungsprüfung (ASTM F1926):
150 mg Pulver/Granulat, Formkörper, von Beschichtungen abgeschliffenes Pulver oder beschichtete Testkupons

Löslichkeitsprodukt (ISO 13779-6):
400 mg Pulver
(jeweils 6 Replikate)

Geräte:

Polymermembran-Ca-ionenselektive Elektrode (Metrohm Titrando), pH-Elektroden, Agilent 7700x ICP-MS

Weitere Auflösungstests im Dienstleistungsangebot:

- Auflösung und pH-Veränderung von Kalziumphosphaten gemäss ISO 13175-3
- Keramische Abbauprodukte (biologische Bewertung) gemäss ISO 10993-14

Besprechen Sie Ihre Fragestellungen mit uns! Wir beraten Sie gerne.

Kontakt für Auflösungs- und Löslichkeitsprüfungen:

Dr. Christoph Stähli
Telefon +41 32 644 20 44
christoph.staehli@rms-foundation.ch

Weitere Informationen sowie unseren Dienstleistungskatalog finden Sie auf unserer Website.

Die RMS Foundation ist ein nach ISO 9001 zertifiziertes und ISO/IEC 17025 (Typ C) akkreditiertes Prüflabor.

Schreiben Sie sich in die Versandliste ein und lesen Sie weitere Newsletter zu anderen Themen.

