



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 699 26 915 T2** 2006.06.14

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 150 724 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 26 915.6**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/IB99/02093**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 964 764.7**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 00/38753**

(86) PCT-Anmeldetag: **22.12.1999**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **06.07.2000**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **07.11.2001**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **24.08.2005**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **14.06.2006**

(51) Int Cl.⁸: **A61L 27/00** (2006.01)

A61C 8/00 (2006.01)

A61F 2/28 (2006.01)

A61L 27/30 (2006.01)

(30) Unionspriorität:

9804536 **23.12.1998** **SE**

(73) Patentinhaber:

Astra Tech AB, Mölndal, SE

(74) Vertreter:

Vossius & Partner, 81675 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,
LI, LU, MC, NL, PT, SE**

(72) Erfinder:

**Ellingsen, Jan Eirik, 1356 Bekkestua, NO; Videm,
Ketil, 0360 Oslo, NO; Opsahl, Lars, 1832 Askim,
NO; Ronold, Hans Jacob, 0267 Oslo, NO**

(54) Bezeichnung: **IMPLANTATE MIT HYDRIDIERTEN OBERFLÄCHEN FÜR ERHÖHTE BIOVERTRÄGLICHKEIT SO-
WIE DEREN HERSTELLUNGSVERFAHREN**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

[0001] Die Erfindung betrifft ein biokompatibles Implantat, das im wesentlichen aus einem Metall, z. B. Titan, Zirkonium, Hafnium und Tantal, oder einer Legierung daraus besteht und dessen Oberfläche hydriert worden ist; um die Biokompatibilität zu erhöhen. Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Modifikation von Oberflächen.

Hintergrund der Erfindung

[0002] Titan, Zirkonium, Hafnium und Tantal und deren Legierungen haben eine hervorragende Korrosionsbeständigkeit in Körperfluiden und werden vom menschlichen Körper gut angenommen. Titan und seine Legierungen werden daher häufig für Implantate verwendet. In vielen Anwendungen ist es von äußerster Wichtigkeit, daß das Metall eine feste und dauerhafte Verbindung mit den umgebenden Geweben bildet und daß diese Verbindung die Heilung nicht beeinträchtigt. Dies ist nicht einfach zu erreichen. Implantatmaterialien, die keine zufriedenstellende Heilung ermöglichen, führen normalerweise zu einem Kontaktverlust zwischen dem Implantat und dem Gewebe, worauf häufig Komplikationen folgen, die zu einem Implantatversagen führen. Dies hat bisher den Patienten starke Schmerzen bereitet und erforderte eine teure medizinische Behandlung, die häufig komplizierte und teure Operationen einschloß.

[0003] Um diese Probleme anzugehen, sind bisher geometrische Modifikationen von Implantaten angewendet worden. Die Erhöhung der Oberflächenrauigkeit vergrößert die Gewebekontaktfläche. Verschiedene Methoden, einschließlich Plasmaspritzen, Sandstrahlen oder die Erzeugung von Löchern oder Rillen zur Erreichung eines gegenseitigen Eingriffseffekts im Knochen, haben dies erreicht. Elektronenstrahlbearbeitung ist bisher verwendet worden, um Oberflächen, die mit herkömmlicher Bearbeitung kaum hergestellt werden können, herzustellen. Die letzteren Verfahren können optimiert werden, um noch weitere geometrische Vorteile zu erreichen. Ein weiteres allgemein verbreitetes Verfahren besteht darin, eine Schicht einer Hydroxyapatitbeschichtung auf die Titanimplantatoberfläche aufzubringen. Dieses Mineral ist im Hartgewebe aller Säugetiere vorhanden. Alle diese Techniken sind in bezug auf die Herstellung und Anwendung empfindlich, und es ist problematisch, eine Beschichtung so auszuführen, daß sie eine ausreichende Bindung zwischen dem Mineral und dem Metall erreicht. Ein weiterer ernster Nachteil bei diesen Techniken ist die Zerstörung der Mineralbeschichtung bei Anwendungen, wo Spannung auf das Implantat einwirkt. Dies behindert Anwendungen mit Metallimplantaten erheblich.

[0004] In Kontakt mit Sauerstoff werden Titan, Zirkonium, Hafnium und Tantal und deren Legierungen augenblicklich mit einer dünnen Oxidschicht überzogen. Es gibt verschiedene Techniken zur Erhöhung der Dicke der Oxidschicht. Deutliche Verbesserungen sind bisher nicht erreicht worden, was die Biokompatibilität des Implantatmaterials betrifft. Die Oxidschicht kann weiterbehandelt werden. Beispielsweise beschreibt EP-A-0 264 354 einen Prozeß zur Ausbildung einer Beschichtung aus einer Calciumphosphatverbindung auf der Oberfläche der Titanoxidschicht. Im Prozeß der Erreichung dieser erwünschten Oxidschicht ist es möglich, entweder eine Säurebehandlung oder eine Ausbildung eines intermediären Metallhydrids zu verwenden, das dann erwärmt wird, um das gewünschte Oxid als Substrat für die Calciumphosphatbeschichtung zu gewinnen.

[0005] Ein weiteres Verfahren zur Behandlung der Oberfläche von Knochenimplantaten besteht darin, den in EP-A-0 212 929 beschriebenen Prozeß zu verwenden, bei dem ein Keramikmaterial thermisch auf die Metalloberfläche gesprüht wird, nachdem sie mit einer entsprechenden Technik aufgeraut worden ist. Die Aufrauhung der Metalloberfläche kann beispielsweise durch thermisches Aufsprühen von Titanhydrid erreicht werden, aber nach EP-A-0 264 354 ist das titanhydridbeschichtete Implantat nur ein Zwischenprodukt im Prozeß der Gewinnung des gewünschten Endprodukts, in diesem Fall des keramikbeschichteten Implantats.

Zusammenfassung der Erfindung

[0006] Die Aufgabe der Erfindung ist es, ein Implantat mit verbesserter Biokompatibilität im Vergleich zu bekannten Implantaten bereitzustellen. Dies wird durch die Modifizierung der Oberfläche erreicht. Die modifizierte Oberfläche fördert ferner den Kontakt zwischen Gewebe und Implantat. Während der Forschungsarbeit, die zur vorliegenden Erfindung führte, wurde überraschenderweise beobachtet, daß Implantate, die mit Titanhydrid beschichtet sind, im Vergleich zu anderen Titanimplantaten zu einer besseren Haftung zwischen Metall und Knochen führen. Die Tatsache, daß titanhydridbeschichtete Implantate direkt verwendet werden könnten, ist sehr überraschend; bis zu dieser Erfindung ist es bisher als notwendig erachtet worden, hydrierte Oberflächen

zu beschichten, um eine ausreichende Biokompatibilität zu erreichen. Während der Arbeit, die zur vorliegenden Erfindung führte, wurde bei Tierversuchen demonstriert, daß Gewebe in Kontakt mit der Titanoberfläche gesund blieb und bei Prüfung unter dem Mikroskop keine Fremdkörperreaktionen zeigte.

[0007] Die Erfindung betrifft also biokompatible Metallimplantate, die dadurch gekennzeichnet sind, daß die Oberflächen der Implantate so modifiziert worden sind, daß sie eine Metallhydridschicht aufweisen.

[0008] Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung eines biokompatiblen Implantats, wobei ein Kern aus Metall oder einer Legierung daraus mit einer Oberflächenschicht aus Hydrid beschichtet ist.

[0009] Die charakteristischen Merkmale der Erfindung gehen aus der nachstehenden Beschreibung und den beigefügten Ansprüchen hervor.

Ausführliche Beschreibung der Erfindung

[0010] Wie oben ausgeführt, betrifft die Erfindung ein biokompatibles Implantat, das im wesentlichen Metall oder eine Legierung daraus umfasst, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberfläche des Implantats so modifiziert ist, daß sie eine Außenschicht aufweist, die im wesentlichen ein Metallhydrid umfasst. Der Ausdruck "biokompatibles Implantat", der hier verwendet wird, bezeichnet Implantate, die zur Einführung in den Körper eines Säugetiers und insbesondere eines Menschen geeignet sind. Die erfindungsgemäßen Implantate oder die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Implantate sind zur Einführung in alle lebenden Hart- und Weichgewebe bestimmt, einschließlich Knochen, Knorpel und Zähne, und in alle Körperhöhlräume, einschließlich Gelenke und Innenohr.

[0011] Die erfindungsgemäße Hydridschicht im Implantat kann ein beliebiges Metallhydrid oder ein Gemisch aus mehreren verschiedenen Metallhydriden sein.

[0012] Im Falle eines Implantats aus Titan oder einer Legierung daraus umfasst der größte Teil der modifizierten Außenfläche, d. h. mehr als 50%, vorzugsweise aus $\text{TiH}_{1,924}$ oder TiH_2 . Diese Titanhydridschicht kann auch kleine Mengen anderer Elemente oder deren Hydride aufweisen.

[0013] Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren, das zur Herstellung des oben beschriebenen biologischen Implantats geeignet ist. Dieses Verfahren führt zu einer Implantatoberfläche, die eine Hydridschicht aufweist. Dies kann entweder durch Beschichtung mit einer Hydridschicht oder durch Umwandlung der Oberflächenschicht in ein Hydrid erfolgen. Es ist möglich, ein handelsübliches Implantat zu verwenden und seine Oberfläche so umzuwandeln, daß sie eine hydrierte Schicht aufweist. Es ist auch möglich, das erfindungsgemäße Implantat herzustellen, indem zunächst ein entsprechend geformter Kern aus Titan oder einer Legierung daraus hergestellt wird und dann die Titanhydridschicht erzeugt wird.

[0014] Das erfindungsgemäße Verfahren wird vorzugsweise durchgeführt, indem das Ausgangsimplantat oder der Kern durch Elektrolyse behandelt wird. Das Ausgangsimplantat wird dann in ein Elektrolysebad eingebracht. Während der Elektrolyse bildet das Ausgangsimplantat die Kathode.

[0015] Das Elektrolysebad ist vorzugsweise eine wäßrige Lösung aus NaCl mit einem sauren pH-Wert. Der pH wird vorzugsweise durch Zusatz von HCl, H_2SO_4 , HNO_3 , HClO_4 oder eine organische Säure oder ein Gemisch aus zwei oder mehreren dieser Säuren auf den entsprechenden Wert eingestellt.

[0016] Die Temperatur des Elektrolysebads sollte auch eingestellt werden. Es ist möglich, das erfindungsgemäße Verfahren bei Umgebungstemperatur, d. h. bei annähernd 20 °C, durchzuführen, aber bei dieser Temperatur ist die Reaktionsgeschwindigkeit sehr gering. Um die Reaktionsgeschwindigkeit zu erhöhen, sollte die Temperatur erhöht werden, vorzugsweise auf mindestens 40 °C und besonders bevorzugt auf mindestens 80 °C.

[0017] Die am meisten bevorzugte Elektrolytlösung zur Verwendung in dem erfindungsgemäßen Verfahren ist eine wäßrige Lösung, die 0,01 M bis 1 M einer gesättigten Salzlösung und 10^{-5} bis 10 M mindestens einer der oben erwähnten Säuren aufweist.

[0018] Der Strom, der verwendet wird, um die Elektrolyse durchzuführen, ist 0,001 bis 1000 mA/cm².

[0019] Um die Biokompatibilität des zu implantierenden Implantats weiter zu verbessern, ist es vorteilhaft, die

Oberflächenrauigkeit der Hydridschicht zu erhöhen. Dies kann beispielsweise vor der Hydrierung des Implantats durch Abstrahlung, z. B. durch Sandstrahlen, erfolgen.

[0020] Die Erfindung wird nun in den nachstehenden Beispielen weiter beschrieben. Diese Beispiele sind lediglich dazu bestimmt, die Erfindung darzustellen und sollten nicht als Einschränkung des Schutzbereichs der Erfindung aufgefaßt werden.

Kurzbeschreibung der Zeichnungen

[0021] In den nachstehenden Beispielen wird auf die beigefügten Zeichnungen Bezug genommen, die folgendes zeigen:

[0022] [Fig. 1](#) stellt die Dicke von Titanhydridschichten dar, die durch Elektrolyse von Titanimplantaten bei verschiedenen Temperaturen und pH-Werten erreicht werden (siehe Beispiel 1); und

[0023] [Fig. 2](#) stellt die Kräfte dar, die notwendig sind, um erfindungsgemäße Implantate im Vergleich zu Kontrollimplantaten aus dem Schienbein von Kaninchen auszureißen (siehe Beispiel 4).

Beispiele

Beispiel 1:

[0024] Proben aus Titan der Güteklasse 2 wurden durch Ultraschallbehandlung mit Trichlorethylen für 15 min sorgfältig gereinigt, in Ethanol gespült und dann mit Ethanol für 10 min ultraschallbehandelt. Dies wurde dreimal wiederholt, und die Proben wurden dann in Wasser gespült. Die sauberen Proben wurden dann in einem Bad, das aus 0,5 M NaCl und 1 M HCl, kathodisch polarisiert. Das Vorhandensein eines Titanhydrids nach der Elektrolyse wurde durch Röntgendiffraktionsanalyse bestätigt.

[0025] Die Elektrolyse erfolgte bei verschiedenen Temperaturen, 25 °C und 80 °C, um den Einfluß der Temperatur auf die erzeugte Titanhydridschicht zu untersuchen, und auch bei verschiedenen pH-Werten, pH 0 und pH 2, um den Einfluß des pH zu untersuchen.

[0026] Die Dicke der gewonnenen Titanhydridschicht wurde durch Mikroskopie metallographischer Querschnitte bestimmt. Die Dicke als Funktion der Zeit, die für die Behandlung aufgewendet wurde, ist in [Fig. 1](#) gezeigt.

[0027] Wie aus [Fig. 1](#) hervorgeht, wird vorzugsweise eine Temperatur von 80 °C im Vergleich zu einer Temperatur von 25 °C verwendet.

Beispiel 2:

[0028] Die experimentell hergestellten Implantate wurden aus Titan der Güteklasse 2 hergestellt. Die Implantate wurden mit Gewinde versehen und hatten einen Durchmesser von 3,5 mm und eine Länge von 4,5 mm. Die Implantate wurden an die Knochen von Kaninchen angepaßt. Die Implantate wurden für 18 h in dem gleichen Bad und unter den gleichen Bedingungen behandelt, wie sie in Beispiel 1 verwendet wurden. Nach der Sterilisation durch Autoklavierung wurden diese Implantate (erfindungsgemäße Implantate) durch chirurgischen Eingriff in die Oberschenkelknochen von vier Kaninchen eingeführt. Diese Kaninchen wurden mit spezieller Aufmerksamkeit der Reproduktion unterzogen, um Tiere mit sehr ähnlicher Genetik zu ergeben.

[0029] Vergleichsweise wurden Implantate, die nur gereinigt und autoklaviert wurden (Vergleichsimplantate) in ähnliche Positionen in den Kaninchen eingeführt.

[0030] Drei Implantate mit Titanhydridschichten und zwei mit gereinigter und autoklavierter Oberfläche waren in jedem Kaninchen vorhanden. Die Kaninchen wurden nach acht Wochen euthanasiert. Die Haftung zwischen den Implantaten und dem Knochen wurde bei acht Implantaten mit Titanhydridbeschichtung und vier Implantaten, die nur gereinigt und autoklaviert worden sind, aufgezeichnet. Die Haftung wurde durch Messung der Drehkraft (Ncm) bestimmt, die notwendig war, um die Implantate vom Oberschenkelknochen der Kaninchen zu lösen. Die Resultate sind in Tabelle 1 unten dargestellt.

Tabelle 1

	Entnahmedrehmoment (Ncm)								± stat. Abw.	Mittel
Erfindungs- gemäße Imp- lantate	45,1	52,5	36,2	53,5	83,2	59,1	87,6	68,2	18,0	60,7
Vergleichs- Implantate	10,2	12,3	14	17,5	-	-	-	-	3,1	13,5

[0031] Aus der Tabelle ist ersichtlich, daß die Implantate mit einer Oberflächenschicht aus Titanhydrid eine viel bessere Haftung hatten als diejenigen ohne diese. Die Histologie zeigte normale Zellen in Kontakt mit Titanhydrid.

Beispiel 3

[0032] Die Festigkeit und Stabilität der Grenzschicht zwischen Metall und Knochen ist in bezug auf Langzeitverhalten tragender Implantate, insbesondere Knochen mit schlechter Güteklasse, kritisch. Daten haben ergeben, daß raue Oberflächen eine bessere Knochencharakteristik bewirken, jedoch der ideale Typ und Grad der Rauigkeit bleibt unbekannt.

[0033] In diesem Beispiel wurde die Knochencharakteristik bei Titan mit verschiedener Oberflächenrauigkeit, ausgedrückt durch die Knochen-Implantat-Haftung, erforscht. Ein Testmodell wurde unter Verwendung münzenförmiger, handelsüblich reiner (c.p.) Titanimplantate entwickelt. Bei diesem Modell, das nachstehend weiter beschrieben wird, wurde die Wirkung der Reibkräfte während des Ausreißtests minimiert. Verschiedene Oberflächenstrukturen wurden durch Sandstrahlen mit TiO₂ unter Verwendung verschiedener Korngrößen erreicht.

[0034] Die Implantate hatten die Form von Scheiben, und sie wurden aus einem 10 mm großen runden Stab aus Titan der Güteklasse 2 (ASTM B 348) bearbeitet. Die Scheiben hatten einen Durchmesser von $6,25 \pm 0,01$ mm und eine Dicke von $2,0 \pm 0,05$ mm.

[0035] Alle Scheiben wurden mit Schleifscheiben der Korngröße 800 bis 1200 standardisiert und vor weiteren Behandlungen mit einem Diamantschleifmittel von 6 µm nach Struers® Metalog Guide poliert.

[0036] Alle Scheiben wurden mit Trichlorethylen in einem Ultraschallbad für 30 min vorbehandelt, dann mit Ethanol in einem Ultraschallbad für 3×10 min gespült und schließlich mit deionisiertem Wasser gespült.

[0037] Insgesamt 48 Implantate wurden in drei Gruppen eingeteilt: Gruppe 1: Implantate mit elektrolytisch polierten Oberflächen, Gruppe 2: Implantate, die mit TiO₂-Partikeln mit einer Korngröße von 22 bis 28 µm gestrahlt waren, und Gruppe 3: Implantate, die mit TiO₂-Partikeln mit einer Korngröße von 180 bis 220 µm gestrahlt waren. Acht Implantate in jeder Gruppe wurden als Kontrollimplantate verwendet, während die anderen acht in jeder Gruppe erfindungsgemäß behandelt wurden. Vier Implantate, eines aus jeder Gruppe, wurden durch Operation in Oberschenkelknochen jedes der zwölf weißen Neuseeländer-Kaninchen nach dem Zufallsprinzip eingebracht. Vor der Operation erhielten die Kaninchen Fentanyl/Fluanison (Hypnorm®) 0,05 bis 0,1 ml/kg sc, 10 min bevor sie aus ihren Käfigen geholt wurden. Die Operationsstellen wurden depiliert und vor einer sterilen Abdeckung des unteren Teils der Kaninchen mit Seife und Ethanol gewaschen. Die Kaninchen wurden mit Midazolam (Dormicum®), 2 mg/kg bw intravenös betäubt. Wenn die Tiere anfangen, Anzeichen des Aufwachens zu zeigen, wurde 0,1 bis 0,5 verdünntes Hypnorm® (1 ml Hypnorm® und 9 ml steriles Wasser) langsam intravenös injiziert, bis eine angemessene Wirkung erreicht war. Eine Lokalanästhesie, Lidocain (Xylocain/Adrenalin®) 1,8 ml sp an der Verbindungsstelle, Tuberositas Tibiae, wurden verwendet. Die Tiere wurden auf dem Operationstisch auf den Rücken gelegt, vor der Desinfektion mit 70% Ethanol mit sterilen Tüchern abgedeckt. Ihre Augen wurden mit Salbe vor dem Austrocknen geschützt.

[0038] Zwei Implantate wurden in jeden proximalen Oberschenkelknochen angebracht. Eine Inzision von 5

cm erfolgte am mittleren vorderen Teil des Schienbeins, beginnend annähernd 2 cm von der Patella. Die Inzision durchdrang die Epidermis, die Dermis und die Fazialschichten. Durch laterales Umschlagen dieser Gewebe wurde das darunterliegende Periosteum freigelegt. Eine zusätzlich mittlere vordere Inzision erfolgte durch das Periosteum. Ein Bohrer mit einem Durchmesser von 1,0 mm (Medicon®) in einem Griff wurde verwendet, um zwei Führungslöcher mit einem Abstand von 8 mm anzubringen. Ein Fräser aus nichtrostendem Stahl mit einem Durchmesser von 6,65 mm in einem langsamen Handstück mit physiologischer Salzlösungsspülung wurde verwendet, um flache Knochenrindflächen für die Implantate und die einzeln angeordneten Teflonkappen zu erhalten, die verwendet wurden, um die Implantate abzudecken, um eine Knochenwucherung zu verhindern. Es wurde darauf geachtet, eine Verletzung des Rindenknochens zu verhindern. Zwei Implantate wurden auf die ebene vorbereitete Fläche des Rindenknochens aufgebracht. Um die Implantate zu stabilisieren, wurde eine Titanplatte (Medicon® CMS) in proximal-distaler Richtung mit zwei Titanschrauben befestigt. Die Fazialschichten wurden repositioniert und mit einem Polyglykolsäure-Faden 4-0 genäht. Die Oberflächenschichten wurden unter Verwendung einer Intrakutantchnik mit dem gleichen Faden 4-0 genäht.

[0039] Nach der Operation erhielt jedes Tier eine Injektion mit 20 ml NaCl-Infusion subkutan und 0,05 mg Temgesic® "Reckitt & Colman", 0,02 bis 0,05 mg/kg subkutan.

[0040] Als postoperatives Analgetikum erhielten die Tiere 0,05 mg für vier Tage Temgesic®.

[0041] Die Beobachtungszeit war auf acht Wochen festgelegt. Die Fixierung der Implantate am Knochen wurde dann unter Verwendung des Ausreißtests bewertet. Die Kaninchen wurden mit einer Überdosis intravenös und einer intrakardialen Injektion mit Pentobarbital (Mebumal®) geopfert, während sie mit Hypnorm® sediert waren.

[0042] Unmittelbar nach der Euthanasierung wurden die Oberflächengewebe, die sich auf den Implantaten befanden, entfernt, um die Teflonkappen freizulegen. Die Titanplatte wurde sorgfältig entfernt und die Teflonkappe unter Verwendung von Druckluft von den Implantaten getrennt. Das Schienbein wurde im Kniegelenk abschnitten und in einer speziell entwickelten Einspannvorrichtung fixiert, die am Bett der Testmaschine verankert war, um die Knochen während des Ausreißvorgangs zu stabilisieren. Ein Metallstift mit einer "Kugel" an einem Ende und Gewinde am anderen wurde in den Vorgewinde-Implantaten befestigt.

[0043] Die Ausrüstung, die verwendet wurde, um die Ausreißkraft aufzuwenden, war eine Materialtestmaschine Lloyds LRX. Der Kugelanhang am Metallstift wurde in einem Halter angeordnet, der mit einer Lastzelle von 500 N verbunden war. Dieser Anhang war so ausgelegt, daß alle Scher- und Neigungskräfte am Implantat vermieden wurde, und erlaubte, daß die Achse des Implantats, die nicht genau senkrecht zur Knochenfläche war. Der Geschwindigkeitsbereich des Kreuzkopfs wurde auf 1,0 mm/min festgelegt. Die Kraftmeßgenauigkeit wurde auf $\pm 1\%$ festgelegt.

[0044] Die Ergebnisse des Ausreißtests sind in [Fig. 2](#) dargestellt.

[0045] Es ist offensichtlich, daß die erfindungsgemäßen Implantate, d. h. die Implantate mit hydrierten Oberflächen, eine bessere Knochenfixierung als die Kontrollimplantate aufwiesen.

Patentansprüche

1. Steriles Implantat mit einer Oberfläche, die für eine verbesserte biologische Verträglichkeit modifiziert ist und aus einem Metall oder einer Legierung daraus besteht, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Oberfläche des sterilen Implantats eine hydrierte Außenschicht aufweist.

2. Implantat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Metall Titan, Zirkonium, Hafnium oder Tantal ist.

3. Implantat nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die hydrierte Außenschicht ein Titan-, Zirkonium-, Hafnium- oder Tantalhydrid umfasst.

4. Implantat nach einem der Ansprüche 1–3, dadurch gekennzeichnet, dass das Metall Titan ist.

5. Implantat nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass die hydrierte Außenschicht ein Titanhydrid umfasst.

6. Implantat nach einem der Ansprüche 1–5, dadurch gekennzeichnet, dass die Implantat-Oberfläche eine geometrische Modifikation der Außenschicht aufweist.
7. Implantat nach einem der Ansprüche 1–6, das zum implantieren in lebende Organismen bestimmt ist.
8. Implantat nach einem der Ansprüche 1–7, das zum Ersetzen veriorengegangener oder beschädigter Körperteile bestimmt ist.
9. Implantat nach einem der Ansprüche 1–7, das zum Wiederherstellen der Funktion veriorengegangener oder beschädigter Körperteile bestimmt ist.
10. Implantat nach einem der Ansprüche 1–9, dadurch gekennzeichnet, dass das Implantat ein Zahnimplantat ist.
11. Implantat nach einem der Ansprüche 1–9, dadurch gekennzeichnet, dass das Implantat ein orthopädisches Implantat ist.
12. Verfahren zur Herstellung eines Implantats nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass ein Kern aus einem Metall oder einer Legierung daraus mit einer hydrierten Außenschicht beschichtet wird und der beschichtete Kern sterilisiert wird.
13. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass das Metall Titan, Zirkonium, Hafnium oder Tantal ist.
14. Verfahren nach Anspruch 12 oder 13, dadurch gekennzeichnet, dass die hydrierte Außenschicht ein Titan-, Zirkonium-, Hafnium- oder Tantalhydrid umfasst.
15. Verfahren nach einem der Ansprüche 12–14, dadurch gekennzeichnet, dass das Metall Titan ist.
16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass die hydrierte Außenschicht ein Titanhydrid umfasst.
17. Verfahren nach Anspruch 12, dadurch gekennzeichnet, dass der Kern aus einem Metall ein Ausgangsimplantat aus Titan oder einer Legierung daraus ist.
18. Verfahren nach einem der Ansprüche 12–17, dadurch gekennzeichnet, dass der Kern aus einem Metall durch Elektrolyse behandelt wird, wodurch der Oberflächenbereich in ein oder mehrere Hydride des Metalls oder der Legierung daraus, das/die den Kern bildet, umgewandelt wird.
19. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass der Kern aus einem Metall, der eine Kathode darstellt, in ein Elektrolysebad gelegt wird.
20. Verfahren nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, dass das Bad eine saure wässrige NaCl-Lösung ist.
21. Verfahren nach Anspruch 19 oder 20, dadurch gekennzeichnet, dass das Bad einen pH-Wert unter 4 und eine Temperatur von mindestens 40 °C hat.
22. Verfahren nach Anspruch 21, dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur des Bads mindestens 80 °C beträgt.
23. Verfahren nach einem der Ansprüche 19–22, dadurch gekennzeichnet, dass der pH-Wert des Bads durch Zugabe mindestens einer Säure aus der Gruppe HCl, H₂SO₄, HNO₃ und HClO₄ eingestellt wird.
24. Verfahren nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, dass das Bad eine wässrige Lösung ist, die 0,05–1 M NaCl und 3·10⁻⁴–2 M Säure aufweist.
25. Verfahren nach einem der Ansprüche 18–24, dadurch gekennzeichnet, dass die Dichte des zur Durchführung der Elektrolyse verwendeten Stroms 0,1–10 mA/cm² beträgt.

26. Verfahren nach einem der Ansprüche 12–25, dadurch gekennzeichnet, dass die Oberflächenrauheit der Titanhydridschicht erhöht wird.

27. Verfahren nach Anspruch 26, dadurch gekennzeichnet, dass die Oberflächenrauheit durch Strahlputzen des Implantats vor dem Hydrieren des Implantats erhöht wird.

28. Verfahren nach einem der Ansprüche 12–27, dadurch gekennzeichnet, dass das Implantat in einem Bad geätzt wird, das aus einer wässrigen Lösung besteht, die Fluor-Ionen in einer Konzentration von 0,2–10 M aufweist, wobei das Bad einen pH-Wert von 3,3–7 hat.

29. Verfahren nach einem der Ansprüche 12–28, dadurch gekennzeichnet, dass das hergestellte Implantat zum Knocheneinbau bestimmt ist.

30. Verfahren nach einem der Ansprüche 12–29, dadurch gekennzeichnet, dass das hergestellte Implantat ein Zahnimplantat ist.

Es folgen 2 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

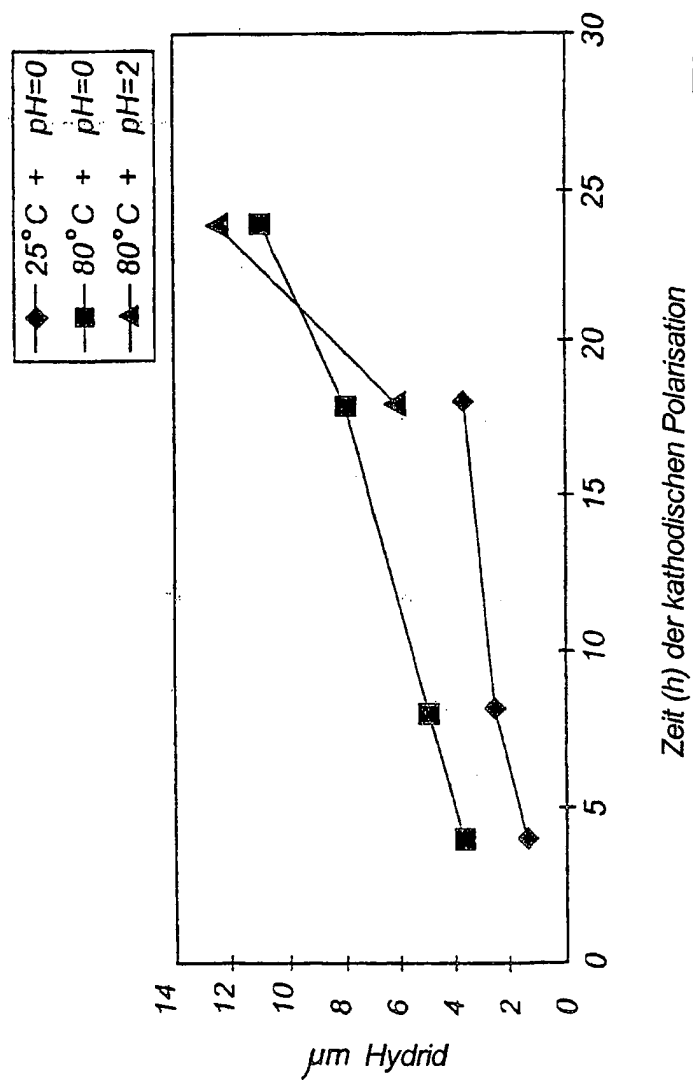


Fig. 1

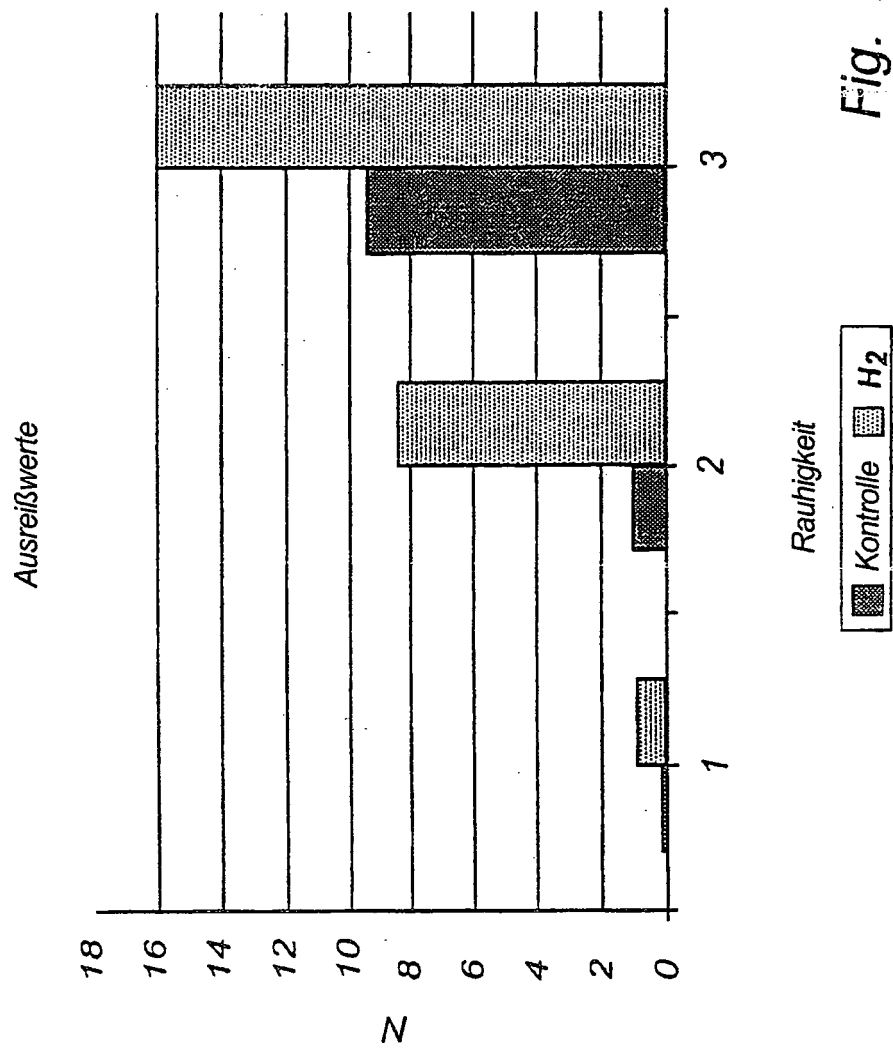


Fig. 2