



*Die Atomlagenabscheidung kann genutzt werden, um medizinische Implantate mit einer Nanometer-dünnen Metalloxidbeschichtung einzukapseln und sie somit vor den harschen Umgebungen des Körpers zu schützen. Allerdings werden dadurch auch aktive Flächen des Implantats, wie Elektroden aus Platin, eingekapselt, was die Performance des Implantates negativ beeinflusst. Somit ist es erforderlich, diese aktiven Flächen auszusparen. Durch Self-Assembled Monolayers (SAMs) können diese passiviert werden. SAMs adsorbieren ausschließlich an den aktiven Flächen aus Platin und verhindern, aufgrund von chemisch reaktionsträgen Endgruppen, das Aufwachsen der Beschichtung in diesen Bereichen. In diesem Experiment wurden SAMs aus der Dampfphase und aus der Lösung auf Platinoberflächen aufgebracht. Mittels des optischen Kontaktwinkelmessgerät OCA 200, dem Pikoliter-Dosiersystem PDDS und der begleitenden Gerätesoftware SCA 20 wurden die behandelten Oberflächen durch eine Kontaktwinkelmessung untersucht und quantifiziert.*

**Keywords: Dünne Metalloxid-Schicht, Atomlagenabscheidung (ALD), Self-Assembled Monolayers (SAMs), medizinische Implantate, Platin, Elektroden, Kontaktwinkelmessung**

### Autoren:

Nicolai Simon  
Akademischer Mitarbeiter an der  
Fakultät Mechanical and Medical  
Engineering  
Campus Rottweil  
Hochschule Furtwangen  
simo@hs-furtwangen.de

Prof. Dr. Volker Bucher  
Prodekan der Fakultät Mechanical and  
Medical Engineering  
Hochschule Furtwangen  
buv@hs-furtwangen.de

### Eine Zusammenarbeit von:



Hochschule Furtwangen  
Fakultät Mechanical and Medical  
Engineering



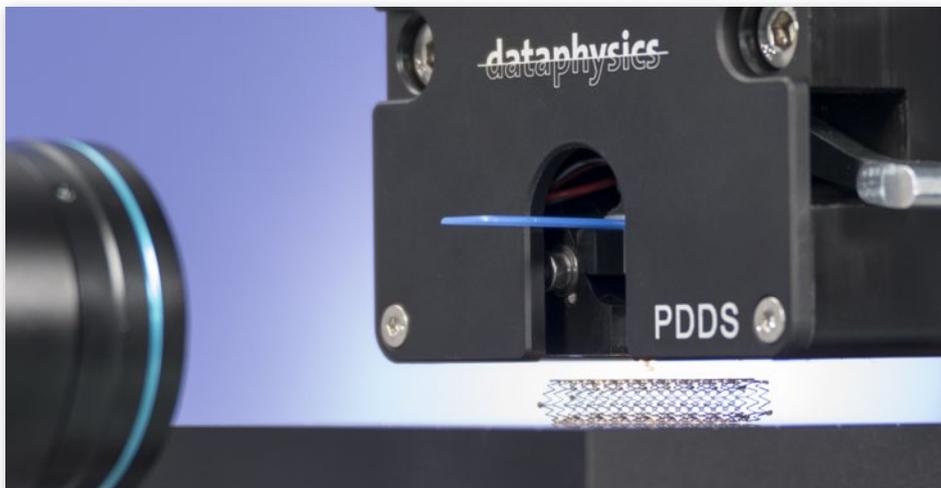
DataPhysics Instruments GmbH  
Hersteller für Messsysteme für  
die Grenz- und Oberflächenchemie

## Einleitung: Verkapselung medizinischer Im- plantate mittels ALD-Verfahren

Aktive Implantate, wie beispielsweise Retina-Implantate oder Neuro-Implantate stehen nach der Implantation im direkten Kontakt mit der harschen Umgebung des Körpers. Erhöhte Temperatur, physiologische Salzlösungen und Fremdkörperreaktionen strapazieren das Implantat, weshalb es mit einer geeigneten Einkapselungsstrategie geschützt werden muss. Die Atomlagenabscheidung (ALD) ist ein zyklisches Beschichtungsverfahren, mit dem hauchdünne, konforme und defektfreie Schichten aufgebracht werden können. Das Beschichtungsverfahren zeichnet sich durch selbstlimitierende Oberflächenreaktionen aus, wodurch eine Schichtdickenkontrolle unterhalb eines Nanometers möglich ist. Realisiert wird das durch klar getrennte und sich wiederholende Prozessschritte, wie Einleiten der schichtbildenden Chemikalien, Spülen, Reaktivierung der Oberfläche und erneutes Spülen. Dadurch können dünne Metalloxidschichten abgeschieden werden, die eine hervorragende Barrierewirkung aufweisen. Sie schützen sowohl das Implantat vor der harschen Umgebung des Körpers als auch den Körper vor den potenziell schädlichen Materialien oder elektrischen Strömen des Implantates.

## Problemstellung: Aktive Flächen sollen nicht mitbeschichtet werden

Aufgrund der Wachstumskinetik ist eine laterale Wachstumskontrolle der Schichten nur schwer möglich. Aktive Flächen des Implantats, wie beispielsweise Elektroden aus Platin, sollten nicht beschichtet werden. Diese werden zur Stimulation oder Aufnahme von Nervenreizen genutzt. Eine elektrisch isolierende Barrierschicht dämpft die Biosignale und mindert somit die Leistung des Implantates.



Mit dem Pikoliter-Dosiersystem PDDS ist eine Dosierung von Tropfen mit einem minimalen Volumen von 30 pl möglich.



Das Kontaktwinkelmessgerät OCA 200 von DataPhysics Instruments wurde speziell entwickelt, um kleinste Tropfen auf Substraten zu vermessen.

Durch eine Vorbehandlung der aktiven Flächen mit sogenannten Self-Assembled Monolayers (SAMs), kann an diesen Flächen das Aufwachsen von Schichten unterbunden werden. Die SAMs bestehen aus einer Kopfgruppe, die auf dem Substrat adsorbieren, einem Kohlenwasserstoffrumpf und einer funktionellen Endgruppe. Bei der funktionellen Endgruppe handelt es sich meist um eine unpolare, chemisch reaktionsträge Verbindung wie etwa Methyl, die das Aufwachsen der Schichten unterbindet. Die SAMs können über die Dampfphase oder direkt aus der Lösung auf das Substrat aufgebracht werden. Sie haften selektiv auf den aktiven Flächen aus Platin und nicht auf benachbarten, zu beschichtenden, Isolator-Oberflächen.

## Experiment: Kontaktwinkelmessung zum Nachweis von SAMs

Mithilfe einer Kontaktwinkelmessung kann schnell und einfach die Präsenz von SAMs auf einer Oberfläche nachgewiesen werden. In einer aktuellen Arbeit der Hochschule Furtwangen wurden SAMs auf Platinsubstrate aufgebracht und mit einer unbehandelten Platinoberfläche verglichen. Als Ausgangsmaterial dienten Siliziumwafer, die auf eine Größe von 15x15 mm<sup>2</sup> zurechtgeschnitten und mit Platin beschichtet wurden. Die Oberfläche der ersten Probe bestand aus unbehandeltem Platin. Die zweite Probe wurde zusätzlich mit SAMs aus der Lösung, die dritte Probe mit SAMs aus der Dampfphase behandelt.

Die Untersuchung und Qualifizierung der SAMs erfolgte mit dem Kontaktwinkelmessgerät OCA 200 sowie der Auswertungssoftware SCA 20 von DataPhysics Instruments. Die Wassertropfen wurden mit einem hochpräzisen PDDS-Dosiersystem appliziert. Mit dem PDDS ist es möglich, Tropfen bis hin zum Pikoliterbereich genau zu dosieren. Das ist besonders von Vorteil, um Elektrodenflächen mit geringen Durchmessern von hundert Mikrometern diskret zu untersuchen. Für dieses Experiment wurde eine Programmerroutine geschrieben, die das vollautomatische Dosieren und Messen von 20 gleichgroßen Tropfen auf der Probenoberfläche erlaubte.

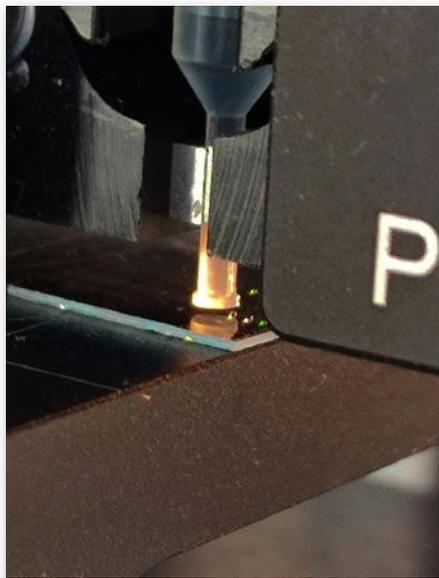
## Ergebnisse: Kontaktwinkel ermöglichen quantitative Bewertung

In den unteren Abbildungen sind Wassertropfen auf verschiedenen vorbehandelten Platinoberflächen zu sehen. Durch die Auswertungssoftware kann mittels Konturenanalyse der Kontaktwinkel zwischen dem Wassertropfen und dem Substrat berechnet werden. Wie zu erkennen ist, ändert sich der Kontaktwinkel des Wassertropfens je nach Vorbehandlungsmethode:

Die unbehandelte Oberfläche des Platinsubstrates weist einen niedrigen Kontaktwinkel von circa  $40^\circ$  auf, was bedeutet, dass diese Oberfläche einen hydrophilen (wasserliebenden) Charakter hat. Die Platinoberfläche mit den SAMs aus der Lösung weist einen Kontaktwinkel von  $126^\circ$  auf, was auf einen hydrophoben (wasserabweisenden) Charakter schließen lässt. Die Platinoberfläche mit den SAMs aus der Dampfphase zeigt einen Kontaktwinkel von circa  $72^\circ$ , ein Wert, der sich zwischen den beiden anderen Werten befindet. Die Platinoberfläche mit SAMs aus der Dampfphase kann ebenfalls als hydrophil bezeichnet werden.

## Diskussion: SAMs aus Lösung sind dichter gepackt

Die Ergebnisse des Experiments ermöglichen weitere Aussagen über die Beschaffenheit der SAMs auf den Platinoberflächen. Auf den Bildern ist zu erkennen, dass die Platinoberfläche mit SAMs aus der Lösung einen höheren Kontaktwinkel hat als die Oberfläche mit SAMs aus der Dampfphase. Daraus lässt sich schließen, dass sich die SAMs aus der Lösung dicht gepackt auf der Oberfläche des Platinsubstrates adsorbieren. Der gemessene Kontaktwinkel für die SAMs aus der Dampfphase sprechen dagegen dafür, dass diese SAMs weniger dicht gepackt auf der Oberfläche lagern.



Der Probentisch des Kontaktwinkelmessgeräts OCA 200 kann automatisch bewegt werden.



Programmerroutinen erlauben die automatische Dosierung mit Spritzen (s. Bild) oder dem PDDS.

Mit dem Kontaktwinkelmesssystem des Unternehmens DataPhysics Instruments konnte somit in dieser Problemstellung eine schnelle, qualitative Aussage über den Oberflächencharakter der zu untersuchenden Substrate getroffen werden.

## Zusammenfassung: Nachweis von Self-Assembled Monolayers

In diesem vorliegenden Experiment wurden an der Hochschule Furtwangen drei Platinoberflächen untersucht: unbehandeltes Platin, Platin mit SAMs aus der Dampfphase und Platin mit SAMs aus der Lösung. Alle drei Proben wurden mit Wassertropfen benetzt und die jeweiligen Kontaktwinkel mithilfe eines Kontaktwinkelmessgeräts OCA 200 von DataPhysics Instruments vermessen. Durch das PDDS konnten Tropfen im Pikoliter-Bereich dosiert werden, was eine spätere Vermessung von kleinsten Elektrodenoberflächen auf Implantaten erleichtern wird.

Da die SAMs durch ihre Endgruppen aus Methyl die Oberfläche hydrophob (wasserabweisend) machen, konnte diese mittels Kontaktwinkelmessung nachgewiesen werden. Die Ergebnisse zeigen quantitative Unterschiede der Kontaktwinkel: die unbehandelte Oberfläche weist einen Kontaktwinkel von circa  $40^\circ$  auf, die Oberfläche mit SAMs aus der Dampfphase einen Winkel von circa  $72^\circ$  und die Oberfläche mit SAMs aus der Lösung einen Kontaktwinkel von  $126^\circ$ . Dies könnte daran liegen, dass die SAMs aus der Lösung sehr dicht gepackt an der Oberfläche adsorbieren, während die SAMs aus der Dampfphase weniger dicht zu liegen scheinen.



Auf unbehandeltem Platin bildet sich ein Kontaktwinkel von circa  $40^\circ$  aus (links). Die Platinoberfläche beschichtet mit SAMs aus Lösung, bildet einen Kontaktwinkel von  $126^\circ$  aus (Mitte). Die mit SAMs aus der Dampfphase beschichtete Platinoberfläche hat einen Winkel von  $72^\circ$  (rechts).

Das OCA 200 ist das Kontaktwinkelmessgerät und Tropfenkonturanalysesystem für mikroskopische und makroskopische Strukturen.

Die elektrische, softwaregesteuerte Optikausrichtung des OCA 200 ermöglicht es, den Beobachtungswinkel zu ändern und den zu untersuchenden Tropfen automatisch zu fokussieren.

Dank des wegweisenden 10-fach-Zoomobjektivs und des bewährten Autofokussystems von DataPhysics Instruments ist das OCA 200 für Proben vom makroskopischen Siliziumwafer bis zu den mikroskopischen Metallstreben eines Koronarstents geeignet. Mit der Hochleistungskamera können selbst kleinste Tropfen hochflüchtiger Flüssigkeiten beobachtet werden.

Der elektrisch betriebene Probenstisch erlaubt es, mikrostrukturierte Proben mit höchster Genauigkeit und, für automa-

tisierte Messabläufe, mit außerordentlicher Geschwindigkeit zu positionieren.

Zusammen mit einem elektronischen Direktdosiersystem DDE/x mit bis zu vier elektronischen Spritzenmodulen können Flüssigkeiten auf makroskopischen Proben abgesetzt und ihre Oberflächenparameter automatisiert bestimmt werden.

Um mikrostrukturierte Proben zu analysieren, steht das Nanoliter-Dosiersystem zur Verfügung, welches kleine Tropfen mit einem minimalen Volumen von bis zu 10 Nanolitern generieren kann. Diese passen beispielsweise in die Gewindegänge eines Zahnimplantats.

Für noch kleinere Strukturen bietet das Pikoliter-Dosiersystem PDDS die Möglichkeit, kleinste Tropfen mit einem minimalen Volumen von 30 Pikolitern zu dosieren. Damit kann etwa auf den Metallstreben eines Koronarstents oder auf Einzelfasern gemessen werden.

### Merkmale des OCA 200:

- Probenstisch in allen drei Raumrichtungen mit elektronischen Präzisionsachsen verstellbar
- Videomesssystem mit Hochleistungskamera mit bis zu 3250 Bildern/s und USB 3-Interface
- Leistungsstarkes 10-fach-Zoomobjektiv
- Softwaregesteuerte Optikausrichtung für Autofokus und Einstellung des Beobachtungswinkels
- LED-Beleuchtung mit manuell und Software-seitig einstellbarer Intensität inklusive automatischer Temperaturdrift-Kompensation
- Steuergerät TP 50 mit Touchscreen und Präzisions-Steuerrad
- Kompatibel mit manuellen Direktdosiersystemen für ein oder zwei Spritzenmodule
- Kompatibel mit den elektronischen Direktdosiersystemen DDE/x, mit bis zu vier Spritzenmodulen
- Kompatibel mit dem Nanoliter-Dosiersystem
- Kompatibel mit dem Pikoliter-Dosiersystem PDDS
- Kompatibel mit verschiedenen Temperaturkontrollsystemen für Messungen im Bereich zwischen -30 und 700 °C
- Erweiterbar mit einem Feuchtgenerator der HGC-Serie



**Kontaktieren Sie uns für mehr Informationen. Wir finden eine maßgeschneiderte Lösung für Ihre grenzflächenchemischen Anforderungen und freuen uns darauf, Ihnen ein unverbindliches Angebot unterbreiten zu dürfen.**

DataPhysics Instruments GmbH • Raiffeisenstraße 34 • 70794 Filderstadt  
 Tel +49 (0)711 770556-0 • Fax +49 (0)711 770556-99  
[sales@dataphysics-instruments.com](mailto:sales@dataphysics-instruments.com) • [www.dataphysics-instruments.com](http://www.dataphysics-instruments.com)

**Ihr Vertriebspartner:**