



M Ű E G Y E T E M 1 7 8 2

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem

Gépészmérnöki Kar



Anyagtudomány és Technológia Tanszék

NITINOL SZTENTEK ELEKTROPOLÍROZÁSA

Készítette: **Lengyel Ákos**
Gépészmérnöki szak,
Msc, 1. évfolyam

Katona Bálint
Gépészmérnöki szak,
Bsc, 7. évfolyam

Konzulensek: **Dr. Bognár Eszter**
egyetemi adjunktus
Nagy Péter
PhD-hallgató

TDK
Dolgozat
2011

Tartalomjegyzék

Tartalomjegyzék.....	1
Köszönetnyilvánítás.....	3
Nyilatkozat.....	3
A szakkifejezések angol megfelelői:	4
A témaspecifikus kifejezések magyarázata: (narancs betűszínnel jelölt szavak).....	4
1. Bevezetés.....	5
2. Szakirodalmi áttekintés	6
2.1. A sztentfejlesztés szempontjai	6
2.2. Biológiai kritériumok, anyagtechnológia.....	9
2.3. Gyártástechnológia, felületkezelés szükségessége	10
2.3.1. Sztent gyártás módszerei.....	10
2.3.2. Kémiai maratás	10
2.3.3. Elektropolírozás	11
2.4. Témaspecifikus irodalom	11
2.4.1. Alakemlékező anyagok	11
2.4.2. Nitinol elektropolírozása	14
2.4.3. Sztentek elektropolírozása.....	15
3. Célkitűzéseink.....	18
4. Kutatás	19
4.1. A kutatás háttere.....	19
4.2. Nitinol sztentek elektropolírozására alkalmas tömény savakat nélkülöző polírozócella összeállítása.....	19
4.1.1. A tápegység kiválasztása.....	19
4.1.2. Elektrolit választása.....	19
4.1.3. A katód választása.....	20
4.1.4. Üzembehelyezés	20
4.3. Első kísérletek.....	20
4.4. Megfogó fejlesztése nitinol sztentek elektropolírozásához	21
4.4.1. Általános követelmények.....	21
4.4.2. A megfogó anyagának kiválasztása	22
4.4.3. Kísérletek kis áramtartományban	41
4.4.4. Sztentmegfogó kialakítások.....	45
4.5. Optimális polírozási paraméterek meghatározására alkalmas áramtartomány meghatározása	59
4.6. Polírozás utáni tisztítási eljárás.....	64
5. Összefoglalás, további terveink	65
Irodalomjegyzék.....	66
Mellékletek:	70

Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretnénk hálás köszönetet mondani konzulenseinknek, Bognár Eszternek és Nagy Péternek a munkánk során nyújtott segítségükért.

Köszönjük Stefán Gábornak a lézersugaras vágás során nyújtott és Dobránszky Jánosnak a kivonatokhoz és a poszterekhez nyújtott segítségét. Köszönjük Hirschberg Kristófnak és orvos kutatócsoportjának közreműködését.

A munka szakmai tartalma kapcsolódik a "Minőségorientált, összehangolt oktatási és K+F+I stratégia, valamint működési modell kidolgozása a Műegyetemen" c. projekt szakmai célkitűzéseinek megvalósításához. A projekt megvalósítását az Új Széchenyi Terv TÁMOP-4.2.1/B-09/1/KMR-2010-0002 programja támogatja.

Nyilatkozat

Alulírott Lengyel Ákos és Katona Bálint kijelentjük, hogy ezt a TDK dolgozatot magunk készítettük, és abban csak a megadott forrásokat használtuk fel. Dolgozatunkban minden olyan részt, amelyet szó szerint vagy azonos tartalommal átvettünk, a forrás megadásával egyértelműen megjelöltük.

Budapest, 2011. október 28.

.....

Lengyel Ákos

Katona Bálint

A szakkifejezések angol megfelelői (lila betűszínnel jelölt szavak)

Ennek ismertetését azért tartjuk fontosnak, mert a témában megjelent szakirodalom csaknem teljes mértékben angol nyelvű.

öntáguló sztent	self-expandable stents
ballonnal tágítható sztent	balloon expandable stent
koszorúérsztent	coronary stent
ütőértágulat	aneurysm
sztent-graft	stent-graft
perifériás sztent	peripheral stent
ballonkatéter	balloon catheter
alakemlékező ötvözet	shape memory alloy (SMA)
passzív sztent bevonat	passive stent coating
hatóanyag-kibocsátó sztent	drug-eluting stent
kémiai maratás	chemical etching, chemical polishing
elektropolírozás	electropolishing, electrochemically polishing
szuperrugalmasság (szuperelasztikuság)	superelasticity, pseudoelasticity

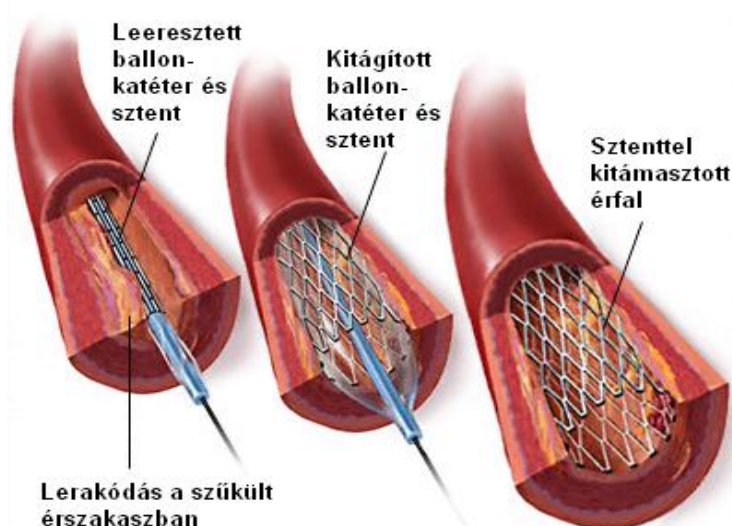
A témaspecifikus kifejezések magyarázata (narancs betűszínnel jelölt szavak)

biofunktionalitás	az élő szervezetben alkalmazott implantátumnak át kell vennie a beültetés környezetében lévő biológiai rendszer legfontosabb funkcióit, tulajdonságait, például terhelésátadás, szilárdsági és rugalmassági tulajdonságok
biokompatibilitás	az élő szervezet és a belé helyezett mesterséges implantátum összeférhetősége
hemokompatibilitás	a vér és a belé helyezett mesterséges implantátum összeférhetősége
resztenózis	az érfal visszaszűkülése
trombózis	Vérrögök képződése a vérben
angioplasztika	a beszűkült erek helyreállítására szolgáló eljárás, amelynek során egy felfúvható ballonnal kitágítják a szűkült érszakaszt
in vivo	élő szervezeten belüli
in vitro	élő szervezeten kívüli

1.Bevezetés

Napjainkban az egyik legintenzívebben fejlődő tudományág a modern gyógyászat, így az orvosok egyre hatékonyabban és egyre több betegség ellen tudják eredményesen felvenni a harcot. A sikerek hátterében gyakran az a mérnöki kutatómunka áll, amely az orvosokat munkájuk közben segítő gépek és eszközök fejlesztésére irányul. Jó példa erre az úgynevezett sztentek fejlesztése, amelyek segítségével hatékonyan védekezhetünk az érszűkület, és az ebből származó sokszor halálos kimenetelű betegségek ellen.

A sztent egy olyan biokompatibilis anyagból készült háló, amelyet az érszűkület helyére juttatva képes visszaállítani az ér eredeti átmérőjét, továbbá megtámasztani az érfalat, ezáltal biztosítani a vér zavartalan keringését (1. ábra). A sztentek használata azonban nem kizárólag az érsebészetre korlátozódik, más értelmezésben találkozhatunk vele az urológiában [1] és a radiológiában [2], de sebészeti kifejezésként is használatos például a plasztikai sebészet területén [3,4].



1. ábra. Az értágító sztent {1}

A sztent (angolul stent) kifejezés azonban a fogászat területéről, egy angol fogorvos, *Charles Stent* nevéből ered, aki 1856-ban egy fogászati lenyomatok készítésére alkalmas anyag kifejlesztésével forradalmasította a korabeli fogorvoslást [5]. Dr. Stent két fiával, akik szintén fogorvosok voltak, egy céget alapítottak a keverék gyártásának céljából, a céget C. R. and A. Stent névre keresztelték és a feltaláló ezzel a márkanévvel látta el termékeit is, így a stent szó az évek múlásával beépült a szaknyelvbe, majd ezáltal a magyar nyelvbe is [6,7]. A sztent megnevezés helyett magyar szinonimaként az értágítóbetét kifejezés is használható.

A továbbiakban a sztentek érsebészeti alkalmazásával foglalkozunk.

Az első sztentbeültetésre 1986-ban került sor a franciaországi Toulouse-ban, azóta az effajta kardiológiai műtétek általánosan elterjedtek. Tanszékünkön, a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Anyagtudomány és Technológia Tanszékén a kilencvenes évek vége óta folynak sztentfejlesztéssel kapcsolatos kutatások [8]. Az első diplomamunkák 2000-től

születtek meg, majd 2005-től több, a témával mélyebben foglalkozó PhD-dolgozat indítására került sor. Ezek a dolgozatok többnyire ballonnal tágítható sztenteket vizsgáltak.

Jelen dolgozatunk egy új, alakemlékező nitinol anyagból készülő öntáguló sztentek fejlesztésével foglalkozó kutatás eredményeire épül, amellyel a tanszéken korábban még nem foglalkoztak, és a publikált kutatási eredmények száma világviszonylatban is kevésnek mondható.

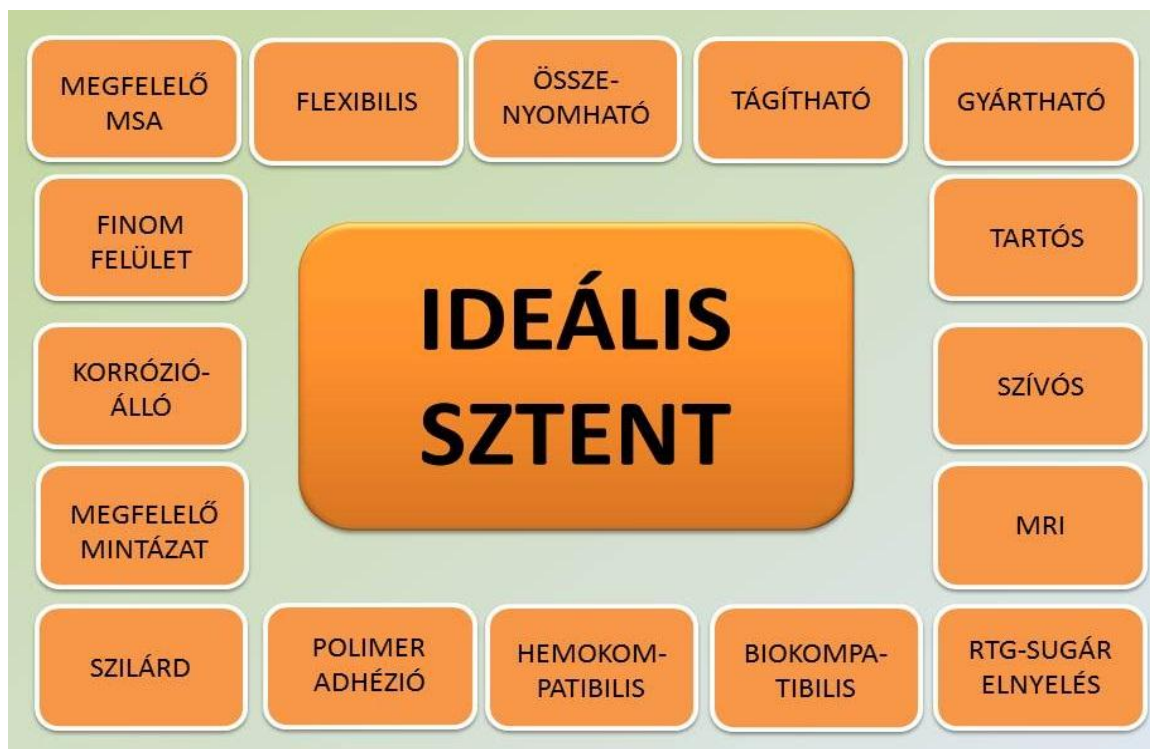
Kutatásunkban a már meglévő ballonnal tágítható sztentek fejlesztése során kidolgozott technikák sokszor segítségünkre vannak, azonban az új anyag használata miatt sokszor új módszerek kidolgozására van szükség. Jelen dolgozat is egy új technológia kidolgozásával foglalkozik.

A kutatásba ez év februárjában kapcsolódtunk be. Azóta több cikket is publikáltunk, hosszabb távú tervünk, hogy PhD-dolgozat írásával gyarapítsuk a tanszéki sztentekkel foglalkozó fejlesztéseket.

2. Szakirodalmi áttekintés

2.1. A sztentfejlesztés szempontjai

A sztentek fejlesztésének hajtóereje a sztentekkel szemben támasztott követelmények minél tökéletesebb kielégítése, amelyek hatékony kivitelezéséhez orvosok és mérnökök közötti szoros együttműködés és közös munka szükséges. Az ideális sztent a 2. ábrán szemléltetett tulajdonságokkal rendelkezik. Ezek fontosságának sorrendje egyes esetekben sok tényezőtől függ, mint például az alkalmazás célja és helye, ami többfajta sztenttípus kifejlesztését tette indokolttá.

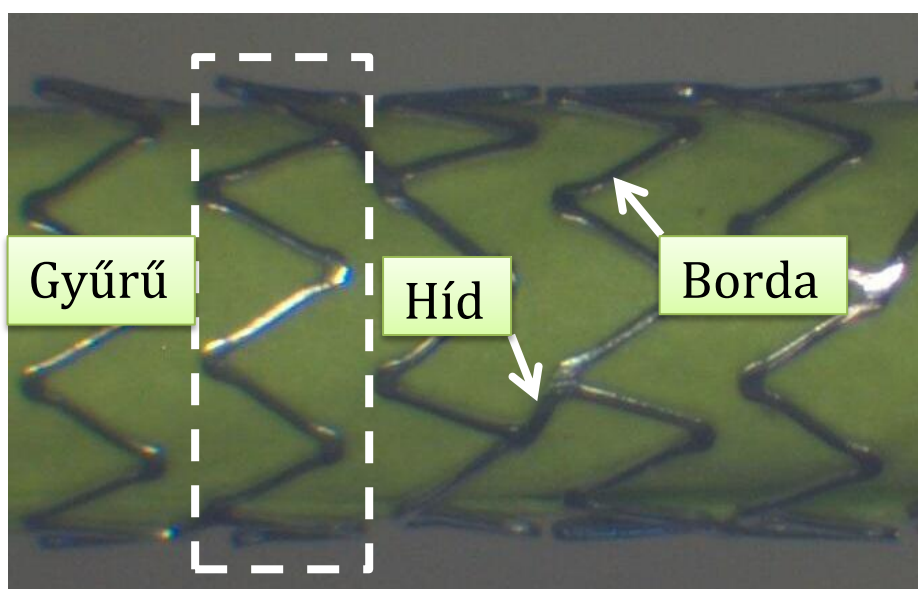


2. ábra. Az ideális sztenttel szemben támasztott követelmények

A különböző típusú sztenteknek biológiailag hasonló kritériumoknak kell megfelelniük, azonban mérnöki szempontból lényeges eltérések lehetnek. Attól függően, hogy a sztent a test melyik részén kerül alkalmazásra és ott milyen funkciókat tölt be, különböző típusú, anyagú és mechanikai tulajdonságú sztentek alkalmazandók.

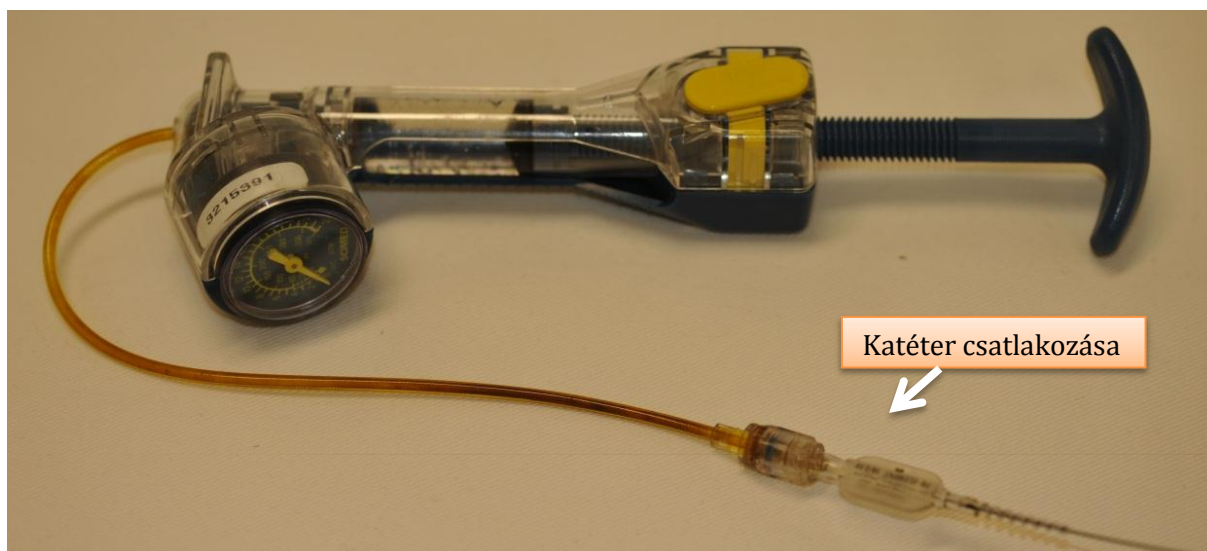
A sztent beültetési módja alapján megkülönböztetünk **öntáguló** [10], illetve **ballonnal tágítható sztenteket** [11]. Az utóbbi csoportba tartoznak az úgynevezett **koszorúersztentek** [12], míg az öntáguló kategória képviselői az úgynevezett **perifériás sztentek**, amelyek a test perifériás részein, például végtagokban vagy nyaki artériában alkalmazhatók [14]. Mindkét típus alkalmazására találunk példát az **ütértágulat** kezelésére szolgáló, úgynevezett **sztent-graftok** esetében.

A különböző típusú sztentek hasonló szerkezetűek, azonban tágítási módjukban jelentősen eltérnek. A 3. ábrán egy Pt-Cr márkanevű ballon segítségével tágítható sztenten bemutatásra kerülnek a sztent főbb részei és ezek nevei.



3. ábra. A sztent főbb részegységei

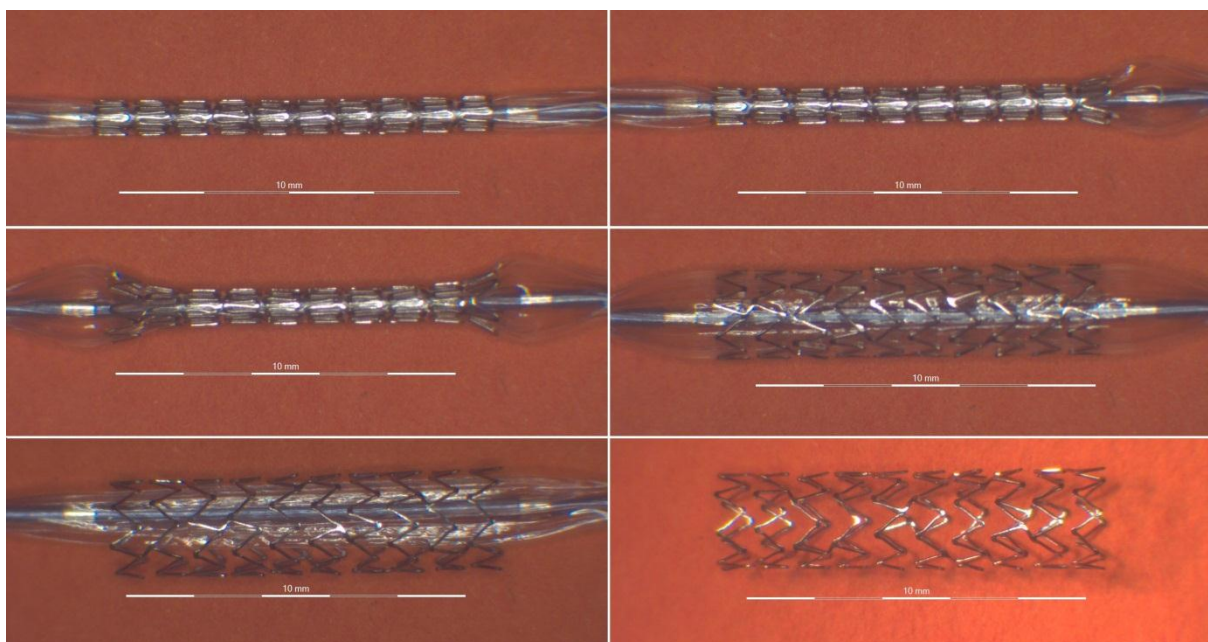
A ballonnal tágítható sztentek tágítási mechanizmusát a 6. ábrán láthatjuk. Egy indeflátor nevű segédeszközzel (4. ábra) a katéteren keresztül a ballonba fiziológiás sóoldatot pumpálunk (5. ábra) a kívánt nyomásig, ami a sztentet a kívánt méretre tágítja fel. Ehhez hasonló **ballonkatétereket** az **angioplasztikában** is alkalmaznak [8][15].



4. ábra. A fiziológiás sóoldat pumpálására szolgáló indeflátor

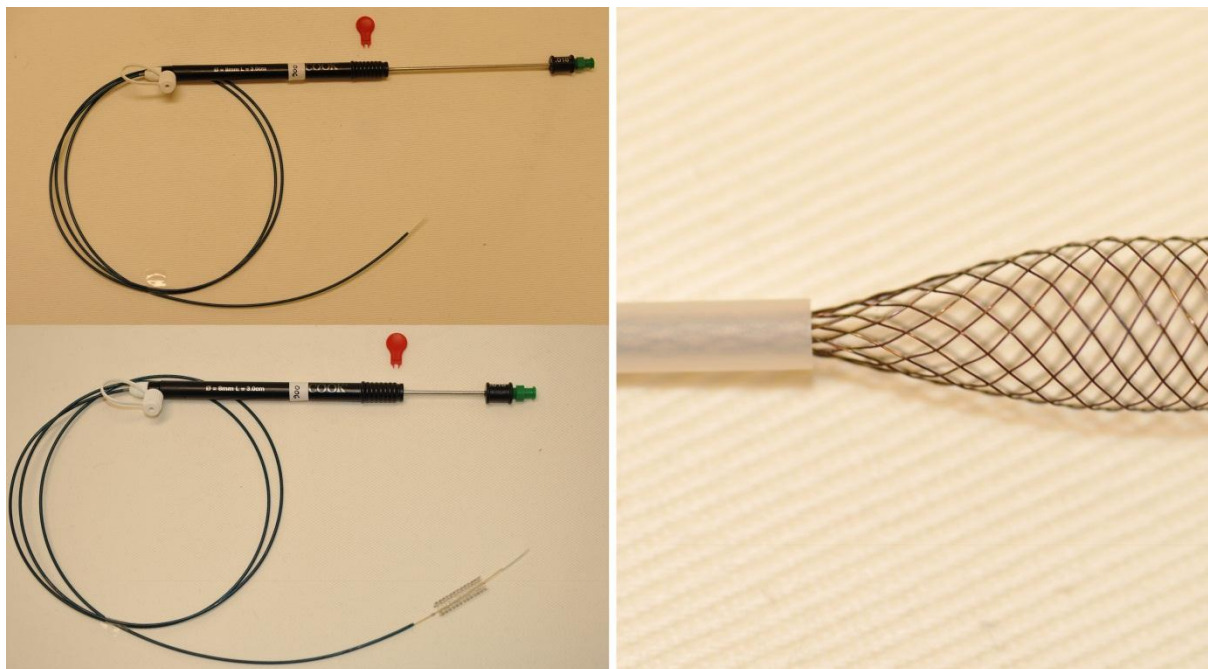


5. ábra. A fiziológiás sóoldattal feltöltött ballon



6. ábra. Egy ballonos tágítású sztent tágítási folyamata

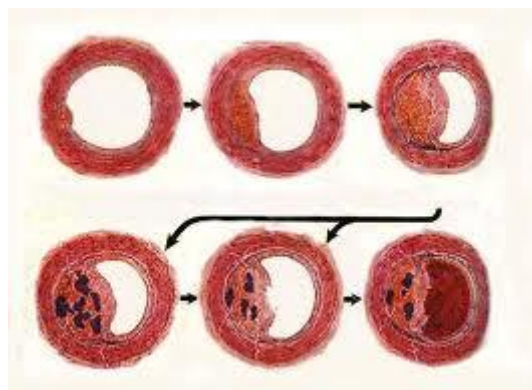
Ezzel ellentétben az öntáguló sztenteknél az implantátum alakemlékező tulajdonságát használjuk fel a kíván méret eléréséhez. Egy erre a célra kifejlesztett csőbe helyezik bele az előzetesen összenyomott sztentet. Ezt ezután egy katéter segítségével onnan kinyomják, ami így visszanyeri eredeti alakját. Egy ilyen segédeszközt és egy tágulási folyamatot láthatunk a 7. ábrán [16].



7. ábra. Az öntáguló sztent beültetésére szolgáló segédeszköz és a sztent tágulása

2.2. Biológiai kritériumok, anyagtechnológia

Mint azt már korábban említettük, biológiai szempontból minden értágítóbetétnek ugyanazoknak a kritériumoknak kell megfelelnie. A sztentekkel szembeni legfontosabb biológiai követelmények a minél jobb **biofunktionalitás**, valamint **bio-** és **hemokompatibilitás** [17][18][19]. Az imént felsorolt tulajdonságok elsősorban a sztent anyagától függenek, így kizárólag bioanyagok használata elfogadható sztentek alapanyagaként [20]. Az egyes sztentanyagok biokompatibilitási vizsgálatai kulcsfontosságú visszajelzéssel szolgálnak az adott sztent használhatóságáról, alkalmasságáról. A szervezetbe ültetett sztent, mint idegen anyag jelenléte ugyanis káros reakciókat válthat ki, fennáll az úgynevezett **resztenózis** kialakulásának veszélye, ami szélsőséges esetben **trombózishoz** vezet (8. ábra) [2]. A jelenség megismerése,



8. ábra. Trombózis kialakulás [2]

mérése és megelőzése céljából számos kutatást végeztek, illetve végeznek napjainkban is [21]. A resztenózis vizsgálata mellett a beültetett anyag hemokompatibilitásáról információt adó vizsgálatok is fontosak. Az effajta vizsgálatok a vérlemezkék megtapadásának és kicsapódásának mértékét vizsgálják az implantátumon. Ez a tulajdonság lényegesen egyszerűbben mérhető, mint a resztenózis, ugyanis **in vitro** kísérletek végzése is lehetséges [28]. A resztenózisvizsgálatra, és a hemokompatibilitás mérésére irányuló kutatások

eredményei szolgálnak a legmeghatározóbb motivációval a sztentek anyagtechnológiai fejlesztéséhez.

A leggyakrabban alkalmazott sztentalapanyagok a ballonnal tágítható típusnál 316L korrózióálló ausztenites acél, öntáguló sztenteknél pedig egy **alakemlékező** és szuperelasztikus tulajdonságokkal bíró nikkel-titán ötvözet, a nitinol, de léteznek nióbium bázisú ötvözetből, tantáliból, magnéziumból, Co-Cr ötvözetből és különleges polimerekből készült sztentek is [22][23][26]. Az itt felsorolt anyagok jó biokompatibilitásuk ellenére gyakran mégis kiváltképp valamilyen fokú **resztenózist** [24].

A resztenózis mértékének csökkentése céljából több módszer került kidolgozásra. Lehetőség van a sztentek felületén bevonat kialakítására, amely passzív, illetve aktív jellegű lehet [25]. A **passzív bevonatolási** technológia a sztent anyagának és az érfal szöveteinek egy jobb biokompatibilitású (általában polimer) anyaggal történő fizikai elválasztását jelenti [27][28][29], amíg **aktív bevonat** alatt a sztent anyagán, vagy passzív bevonatban tárolt, majd az érben kioldódó sejtburjánzást gátló hatóanyag felvitelét értjük [30][31].

A különböző bevonatolási technikák mellett, amelyek szintén igényelnek felületelőkészítést, megfelelő felületmódosító eljárásokkal is eredményesen csökkenthető a sztent által kiváltott resztenózis mértéke. A felületkezelésre egyes esetekben mindenképp szükség is van, ennek oka a sztentek gyártástechnológiájában keresendő.

2.3. Gyártástechnológia, felületkezelés szükségessége

2.3.1. Szent gyártás módszerei

Gyártástechnológiájukat tekintve kétféle módon gyártanak sztenteket, cső formájú alapanyagból lézersugaras vágással és huzalból mikrohegesztéses eljárással [32]. Az utóbbi technológia előnye, hogy a gyártott sztent kevesebb felületi utókezelést igényel, míg lézersugaras vágás alkalmazásánál a vágott sztenten elkerülhetetlen a sorja képződése, amelynek eltávolítása mindenképp szükséges. A lézersugaras vágás előnye, hogy nagy pontosságú és csaknem tetszőleges sztentmintázat kialakítását teszi lehetővé, emiatt napjainkban leginkább ezt a technológiát részesítik előnyben a sztentgyártók [33].

2.3.2. Kémiai maratás

A lézersugaras vágást követő első felületkezelési módszer a **kémiai maratás** [34][35][36]. A kémiai maratás során a lézersugaras vágás után a mintázatból ki nem hullott csődarabok, valamint a sorja eltávolítása mellett a felület finomítása és a lézervágás miatt a sztent bordázatán kialakuló hőhatásövezet eltávolítása a cél [37][38]. A hőhatásövezet eltávolítására azért van szükség, mert a hő hatására az anyagban olyan változások mehetnek végbe, amelyek a sztent alkalmazhatóságát, használhatóságát nagymértékben rontják. Kitűnő példa erre a már említett nitinol lézersugaras megmunkálása, amelynek során hő hatására a sztent felületén titán karbid keletkezik, ezáltal a hőhatásövezetben megszűnik az alakemlékező tulajdonság [36]. Az egyes anyagtípusoktól függően más marószert használandó, nitinol esetében $1\text{HF} + 4\text{HNO}_3$ tartalmú vizes közegben, 316-os acél esetén HCl és HNO_3 elegyével. A kémiai maratást célszerű ultrahangos tisztító berendezésben végezni [34][38][37].

2.3.3. Elektropolírozás

A sztentek felülete a kémiai maratást követően még nem alkalmas orvosi alkalmazásra, a felület egyenetlen, túlzott érdessége miatt felsértheti az eret, ezért a felület további finomítására van szükség.

A felületi érdesség további csökkentése polírozással történik. Ez mechanikai és elektrolitikus módszerekkel végezhető. A kísérletek eredményei szerint mechanikai technikák nitinol esetében rosszabb eredményt adnak, hatásukra nagyobb Ni tartalmú felületi oxidréteg alakul ki, amely biokompatibilitás szempontjából kedvezőtlen [39]. Általánosságban elmondható, hogy mechanikus polírozás után a felületi érdesség is durvább, mint elektrolitikus módszer esetében [40]. Az elektropolírozás további előnyei működéséből fakadnak, amelyek a következőkben kerülnek bemutatásra.

Az **elektropolírozás** közben lejátszódó folyamat elektrolízis, amely során az anódnak kapcsolt polírozandó test és a katód egy közös elektrolitfürdőbe merülnek. Az anódra és a katódra elektromos áramot kapcsolva az elektroliton belül záródik az áramkör, miközben az anódról fémrészecskék oldódnak az elektrolitba, majd a katód felé vándorolnak. Mint az ismeretes, fémes vezetőkben a töltéshordozók áramlása a felületen történik, mégpedig úgy, hogy a jobban kiálló részekben, érdességcsúcsokon az áramsűrűség nagyobb lesz, mint a relatív beljebb eső részekben, következésképpen a kiállóbb részek fognak először polírozódni. A jelenségnek köszönhetően elektropolírozással nagyon finom felületi minőség érhető el, miközben az új felület feszültségmentes lesz. További előny, hogy egyúttal vékony korrózióálló oxid réteg is képződik, ezáltal a felület passziválása is megtörténik. Orvosi eszközök polírozásakor különösképpen előnyös tulajdonság, hogy az elektropolírozott felületen a baktériumok nem képesek elszaporodni [41].

A különböző anyagok polírozásához különböző anyagú katódok és elektrolitok szükségesek. A megfelelő összeállításra szabvány ad ajánlást [42].

2.4. Témaszpecifikus irodalom

2.4.1. Alakemlékező anyagok

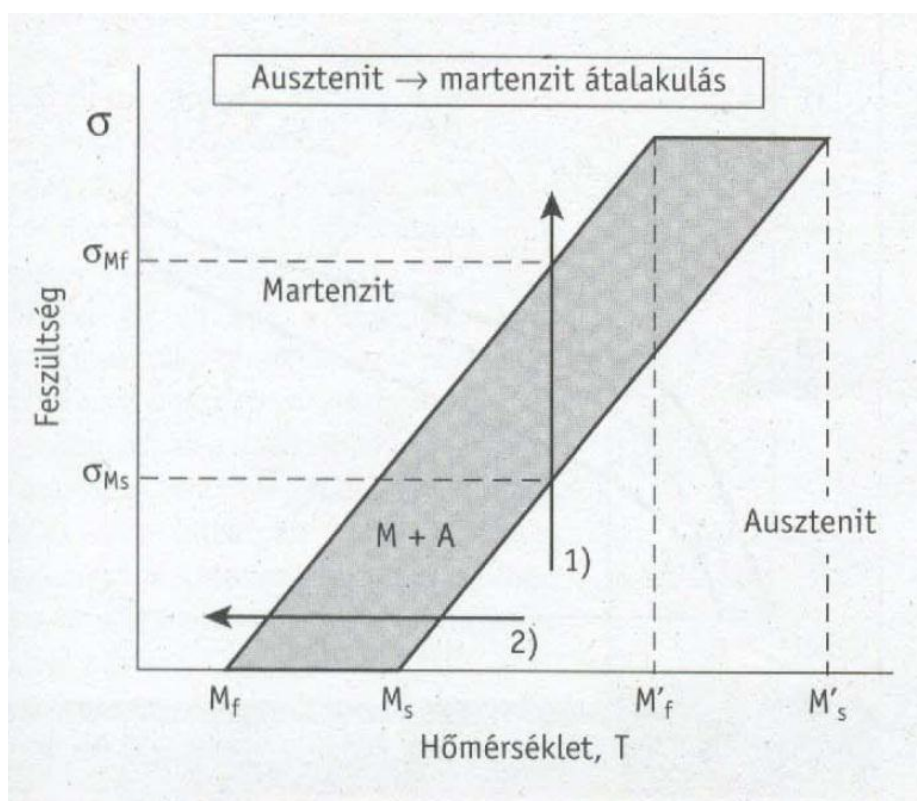
2.4.1.1. Történelem

Az alakemlékezés jelenségét először *Arne Ölander* figyelte meg 1932-ben egy arany-kadmium ötvözetben [43]. *Chang* és *Read* 1950-ben szintén egy Au-Cd ötvözetet vizsgáltak a New York-i egyetemen, valamint egy In-Ti ötvözet alakemlékező tulajdonságát is felfedezték [44]. Az alakemlékező anyagok mélyebb tanulmányozása azonban csak 1962 után kezdődött meg egy Ni-Ti ötvözet alakemlékező tulajdonságának felfedezésével.

A felfedezés *Buechler* és társai nevéhez fűződik, akik az USA tengerészeti tűzérési kutatóintézetében (US Naval Ordnance Laboratory) teljesen véletlenül bukkantak a különleges jelenségre [45]. Az ötvözetet nitinol névre keresztelték részben összetevőinek vegyjelei, részben a feltalálás helye után (Ni-nikkel, Ti-titán, N-Naval, O-Ordnance, L-Laboraty). Az anyag különleges tulajdonságai rendkívül speciális felhasználási lehetőségekkel kecsegtet. A következőkben ezeket a dolgozat témájához szorosan kapcsolódó tulajdonságokat ismertetjük.

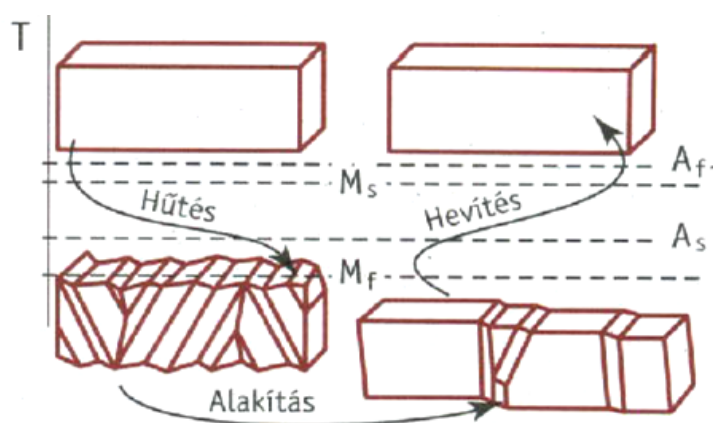
2.4.1.2. Alakmemória és szuperelaszticitás

Az alakemlékezés jelensége az ausztenites-martenzites átalakulásnak köszönhető (9. ábra), amely az anyagban oda-vissza képes lejátszódni a hőmérséklet változtatásával. Cohen meghatározásában a martenzites átalakulás egy rácstorzulással végbemenő, diffúzió nélküli fázisátalakulás, amelyben a nyírás dominál. Ha a folyamat során bekövetkező alakváltozás a rugalmas tartományban marad, vagyis ha az átalakulás termoelasztikus, akkor az anyagnak különleges tulajdonságai lesznek [46][47]. Ezek a tulajdonságok a szuperrugalmasság és az alakmemória.

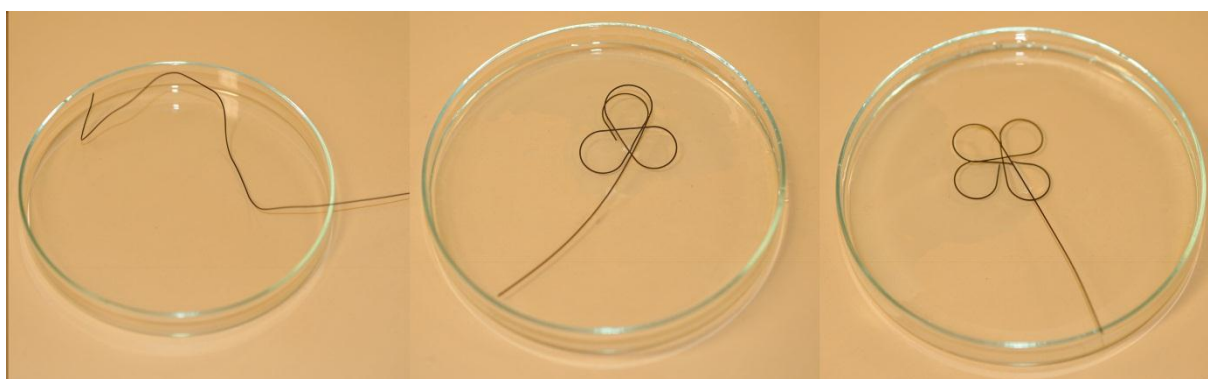


9. ábra. Az ausztenit-martenzit átalakulás vázlata [47]

Az alakmemória a hőmérséklet változásának hatására bekövetkező reverzibilis martenzites átalakulásnak köszönhető. Két típusa az úgynevezett egyutas, és kétutas alakemlékező tulajdonság [48]. Az egyutas alakemlékezés jelenség lényege, hogy ha egy adott alakkal rendelkező egyutas alakemlékező fémeket egy meghatározott hőmérséklet alá hűtve képlékenyen alakítunk, melegítés hatására felveszi eredeti alakját (10. ábra). A visszaalakulás nem mindig reverzibilis, egy bizonyos mértékű maradó alakváltozás marad az anyagban, de ez kellő számú ciklus után nem nő tovább, vagyis telítődik. Ezzel a telítéssel lehetőségünk van egy újabb stabil alak beállítására. Ezt nevezzük kétutas alakemlékező tulajdonságnak [47]. Egy ilyenre láthatunk példát a 11. ábrán.

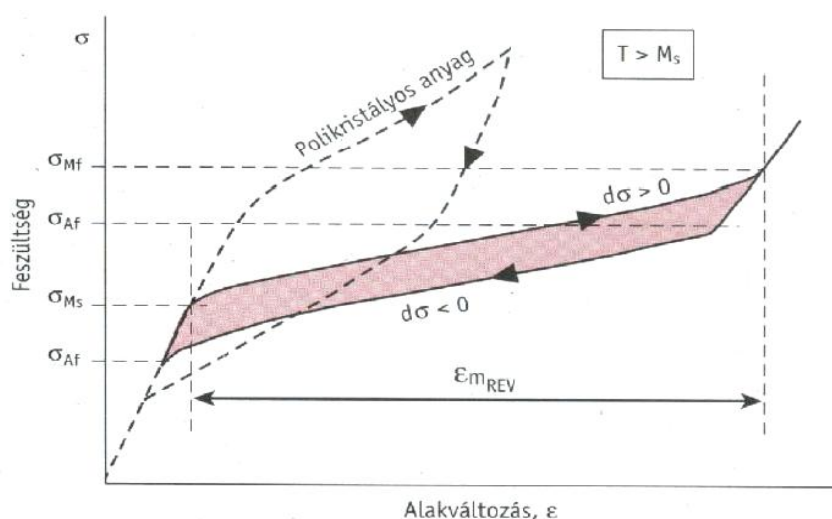


10. ábra. Az alakmemória jelenség vázlata [47]



11. ábra. Kétutas nitinol huzal, alakított (bal), első alak (középső), második alak (jobb)

A nitinol elsősorban a szuperrugalmassága miatt használható perifériás sztentek alapanyagaként. A test perifériás részeit ugyanis mechanikai terhelés éri, amelyek hatással vannak az érrendszerre is. A külső terhelés átadódhat az érfalra, amely ennek hatására összenyomódik, majd a terhelés megszűntével kitágul. Az ilyen testtájakra beültetett sztentnek követnie kell az érfal rugalmas alakváltozását. A szuperelasztikus tulajdonság háttérében a feszültség változása áll (12. ábra) [47][49]. Az érfalban elhelyezkedő sztent ilyen módon, a fázisátalakulásoknak köszönhető rugalmas deformációja következtében képes követni az érfal mozgását. A sztent élettartalma szempontjából lényeges kérdés, hogy mennyi terhelésciklus elviselésére képes a sztent anyaga. Ennek vizsgálatára több kutatást folytattak. A. R. Pelton és kutatócsoportja által végzett kísérletek szerint az anyag körülbelül 10^7 ciklus elviselésére képes [50]. A szuperrugalmasság azonban önmagában kevés lenne az orvosi alkalmazhatósághoz.



12. ábra. Egykristályos alakemlékező ötvözetre jellemző diagram [47]

2.4.1.3. Biokompatibilitás

Amint azt már ismertettük, csak biokompatibilis anyag alkalmas endovaszkuláris implantátum alapanyagaként. A nitinol rendkívül jó biokompatibilitással rendelkezik, amelyet a felületén képződő oxidrétegnek köszönhet. Ez az oxidréteg spontán kialakul, de nehezebben, mint például alumínium esetén [53]. Főként titán bázisú oxidok alkotják, ezek közül is leginkább titán-dioxid, ugyanis ez az oxid rendelkezik a kialakulni képes oxidok (NiO, TiO, TiO₂) közül a legkisebb szabadenergiával. Ennek ellenére a nitinol felszíne mindig tartalmaz valamilyen arányban nikkelt is. A nikkel a sztent anyagából kioldódva toxikus reakciót válthat ki a szervezet szöveteiben ismerve a nikkel mérgező hatását [51]. A felületi nikkeltartalom csökkentésére ezért kulcsfontosságú [53].

A nikkelkioldódás problémájának megoldása céljából *Shabalovskaya* és kutatócsoportja kísérleteket végzett. A publikált cikkeik fő eredménye, hogy a kémiai maratás, vízben forralás, és hőkezelés együttes alkalmazásával a nikkelkioldódás mértékét négyzetcentiméterenként 0 - 11 ng értékre tudták csökkenteni [52][53].

Megfelelő oxidréteg kialakítását felületpassziválás során is elérhetünk. Ilyen módszer például a már említett elektropolírozás.

2.4.2. Nitinol elektropolírozása

A kísérletek megkezdése előtt a már meglévő szakirodalomból tájékozódunk az eddig elért nitinol elektropolírozásával kapcsolatos eredményekről. A Science Direct adatbázisában található cikkek és több sztentgyártó cég honlapján megtalálható adatokat dolgoztuk fel.

A publikált munkákban legtöbbször ecetsav (CH₃COOH), és perklórsav (HClO₄) elegyét használták elektrolitként, azonban sokszor különböző arányban, és különböző töménységben. Az ecetsav aránya az oldatban 75-90 százalék között változik [36][38], a töménységére konkrét adat általában nem található. A leggyakrabban alkalmazott arányok és töménységek: ecetsav (99,5% töménységű) 79%, perklórsav (70-72% töménységű) 21% [55][56][59]. Két másik említésre méltó szakirodalomban megjelenő elektrolit közül az egyik kénsav és metanol elegye [57][58], a másik kénsav, etilén-glikol és flórsav keveréke [60].

Az alkalmazott katódok anyaga is cikkről cikkre változik, legtöbbször grafit [55][56], de korrózióálló acél [60], ezüst [58], réz-wolfram ötvözet [36] és nikkel [59] alkalmazására is találtunk példát.

A polírozás fontosabb paraméterei, mint az alkalmazott feszültség, áramsűrűség és polírozási idő szintén változóak, ezek sok paramétértől függenek. A polírozás ott lesz eredményes, ahol a feszültség-áramsűrűség diagramban platófázis található, ez elsősorban az elektrolittól függ. A polírozás ideje a leválasztott anyagmennyiségtől függően határozható meg. Az tömegcsökkenés az időben lineáris lefutású, ez kimérhető, így a kívánt vastagságú réteg leválasztható a felületről [61].

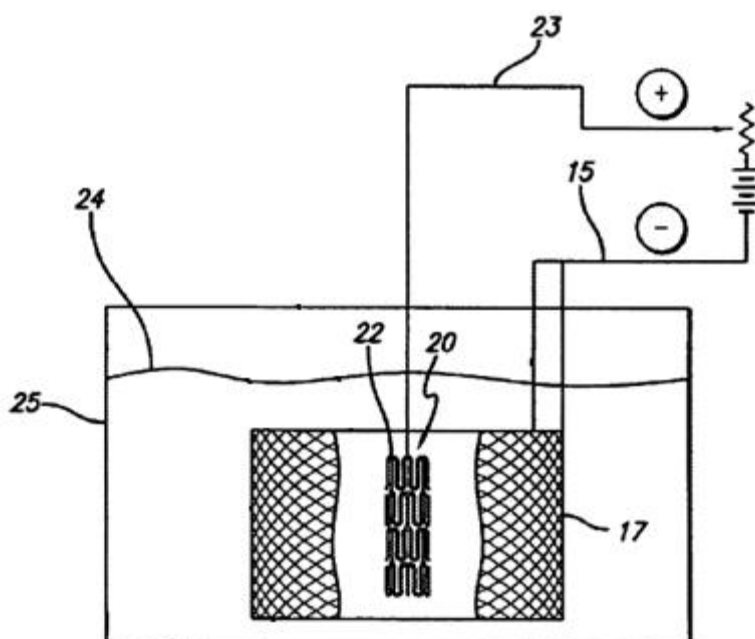
Az elektropolírozás minősége azonban nem csak ettől az imént bemutatott három változótól függ. Az elektrolithőmérséklet, az anód katódhoz képesti pozíciója és az elektrolit keverésének mértéke szintén fontos befolyásoló tényezők. Ezek közti összefüggések jellegét és a polírozásra gyakorolt hatásukat egy kínai kutatócsoport sikeresen megvizsgálta, azonban konkrét adatokat nem közölnek, más cikkekben ezek közül nem mindről kapunk tájékoztatást [57,58,59,61], sokszor csak említés szintjén találkozunk velük [56,60,36,38].

Egyáltalán nem találtunk olyan forrást, amely az áram polírozandó mintára vezetéséről említést tett volna. Mint azt látni fogjuk, sztentek esetében ennek meghatározó szerepe van a polírozhatóság szempontjából.

Összefoglalva a tapasztalatokat a Science Direct adatbázisában található cikkeket és sztentgyártó cégek honlapján lévő adatokat összehasonlítva elmondható, hogy a nitinol sikeres elektropolírozására több módszert dolgoztak ki, a polírozást befolyásoló tényezők és hatásaik megfigyelése, leírása megtörtént, azonban olyan kiforrott technológiát leíró cikket nem találtunk, amely az összes paramétert és a felhasznált elektrolizáló cella adatait korrekten megadja, illetve az erre specializálódott cégek féltve őrzik az általuk használt paramétereket. Sok cikkben csak egy megelőző lépésként említik a felületkezelést, és csak a fontosabb adatokat ismertetik. Az egyes cikkekben különböző alakú próbatesteket, másfajta elektrolitot és katódot alkalmaztak, így maga az elektropolírozás folyamata és lefutása esetenként más és más lehetett, azonban a cikkek eredményei jó alapot szolgálnak az egyes polírozócella-összeállítások összehasonlítására.

2.4.3. Sztentek elektropolírozása

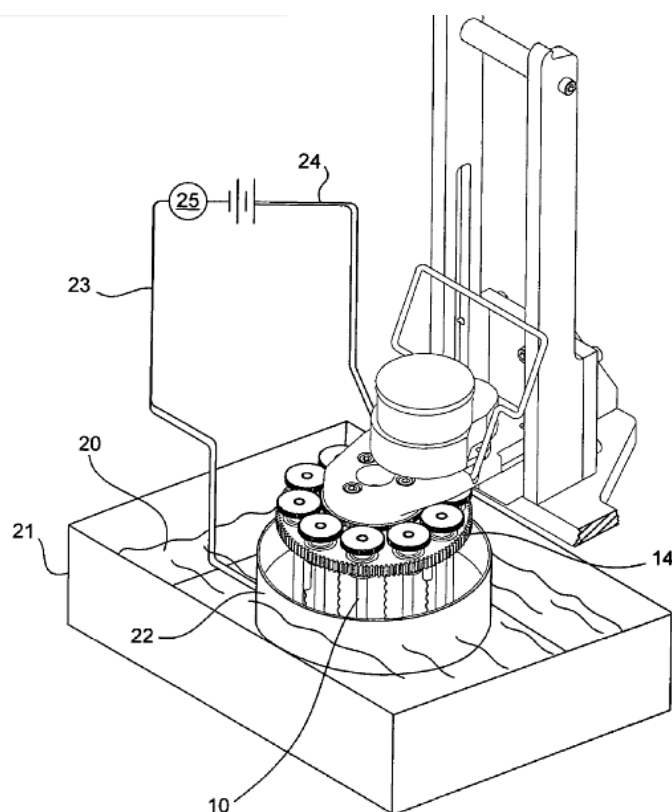
A nitinol elektropolírozásának tanulmányozása után kifejezetten sztenteknél használatos megoldásokat kerestünk. A Science Direct adatbázisában sztentek elektropolírozására vonatkozó publikáció alig jelent meg [62][65], viszont találtunk két amerikai szabadalmat, amelyek sztentek elektropolírozásánál használt polírozócellát mutatnak be (13. ábra)[63][64].



13. ábra. Sztentek elektropolírozásánál használt mérési összeállítás sematikus rajza, katód fémhenger (17), katód vezeték (15), sztentmegfogó (20), polírozandó sztent (22), anód vezeték (23), elektrolit (24), edény (25) [63]

A 6679980 B1 számú szabadalom szerint az ábrán látható összeállítás alkalmas ausztenites korrózióálló acél, titán, kobalt-króm-wolfram és kobalt-króm ötvözet valamint nitinol anyagú orvosi eszközök elektropolírozására, mint például vezetődrótok, katéterek, csont csavarok és sztentek [63]. Az ábrán 17-tel jelölt katód hengeres kialakítású és a sztent körül helyezkedik el. A 23-as drót feladata az anódként bekötött sztent bekapcsolása az áramkörbe. A szabvány szerint az áramot a sztent végén kell bevezetni, a drót anyagára nem tesz javaslatot. Az elektrolit keverésének szükségességéről sem kapunk információt.

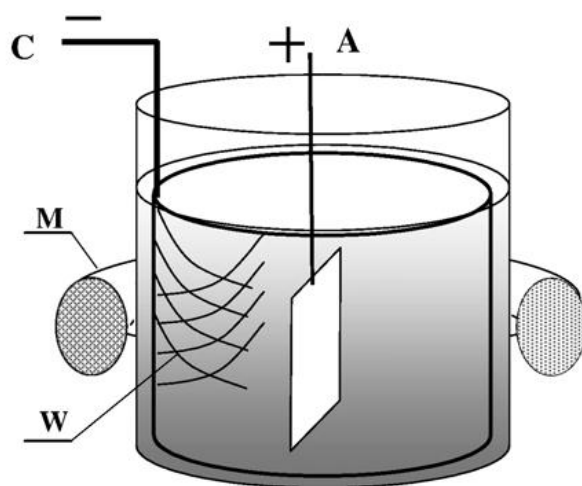
A 7776189 B2 számú szabadalom más elrendezést használ (14. ábra). Ezzel az elrendezéssel kivitelezhető több sztent egyidejű polírozása. A katód (22-es) szintén hengeres és a sztentek körül helyezkednek el [64].



14. ábra. Sztentek elektropolírozásánál használt mérési összeállítás sematikus rajza, sztentmegfogó (10), sztentmegfogó motoros hajtása (14), elektrolit (20), edény (21), katód (22), katód vezeték (23), anód vezeték (24), tápegység (25) [64]

Ez a szabadalom részletesebben tárgyalja a sztent megfogását, egy spirál alakú jó vezetési tulajdonságokkal rendelkező huzallal történik, amely a DC áramforráshoz csatlakozik. Erre ráhúzva a sztentet a kialakuló kontaktusokon keresztül megtörténik az áramátadódás. A sztentet ebben az esetben is anódnak kell bekötni. A spirál alakú huzal a sztentek mozgatásáért is felelős, a huzal másik vége ugyanis egy elektromotor által forgatva van, ez biztosítja a sztent egyenletes polírozódását [64]. A megfogó huzal anyagáról nem találunk információt.

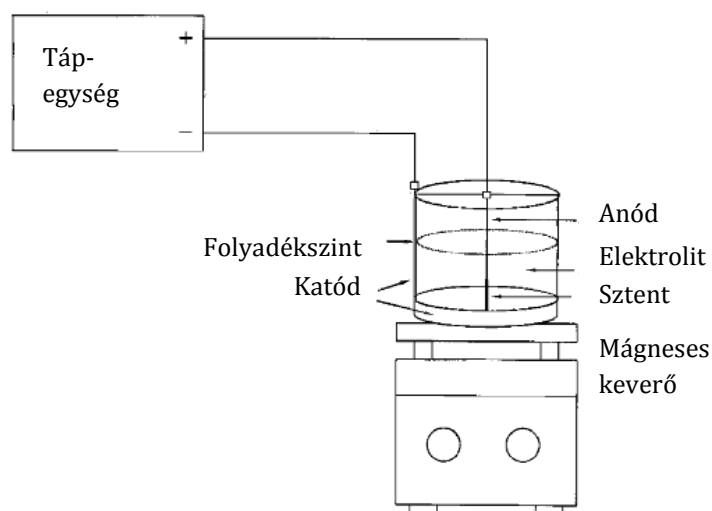
T. Hryniewicz és kutatócsoportja által publikált 316-os acél sztentek fejlesztéséről szóló cikkben [65] a következő összeállítást alkalmazzák (15. ábra).



15. ábra. Sztentek elektropolírozásánál használt mérési összeállítás sematikus rajza [65]

Az eljárás magnetoelektropolírozás, ahol a szabványos anód és katód mellett egy mágnes is részt vesz a minta polírozásában. Ebben az összeállításban is hengeres, a sztentet körülölelő katódot alkalmaznak. Az elektrolitot nem keverték polírozás közben.

Raval és kutatócsoportja az alábbi összeállítást alkalmazta (16. ábra).



16. ábra. Sztentek elektropolírozásánál használt mérési összeállítás sematikus rajza [62]

Ez az összeállítás abban különbözik az előzőektől, hogy már mágneses keverőkészüléket is tartalmaz [62].

3. Célkitűzéseink

Az eddig tárgyalt rövid áttekintés után ismertetjük dolgozatunk célját.

Kutatómunkánk és dolgozatunk célja a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Anyagtudomány és Technológia Tanszékén tervezett, lézeres vágással gyártott és kémiai maratás útján felületkezelt nitinol anyagú sztentek elektropolírozási technológiájának kidolgozása, amelyet az alábbiakban felsorolás szintjén ismertetünk:

- Nitinol sztentek elektropolírozására alkalmas tömény savakat nélkülöző polírozócella összeállítása;
- Sztentmegfogó fejlesztése nitinol sztentek elektropolírozásához;
- Optimális polírozási paraméterek kimérésére alkalmas áramtartomány meghatározása;
- Polírozás utáni tisztítási eljárás kidolgozása.

4. Kutatás

4.1. A kutatás háttere

A szakirodalmi áttekintés után megkezdjük a kísérleteket nitinol sztentek elektropolírozási technológiájának kidolgozására. Ez a feladat egy nagyobb tanszéki kutatás egyik, éppen soron következő állomása, amely az Új Széchenyi Terv TÁMOP-4.2.1/B-09/1/KMR-2010-0002 programjának támogatásával valósul meg. A kísérleteket kutatócsoportunk által tervezett mintázatú, 1,041 mm belső átmérőjű és 0,1 mm vastagságú csőből lézeres vágással gyártott és a polírozást megelőzően kémiai maratásnak alávetett egyutas alakemlékező tulajdonságú nitinol sztenteken végeztük. A kutatás végcélja a polírozott sztentek patkányok ütőerébe ültetése *in vivo* körülmények között végzett resztenózisvizsgálat céljából, amelyben egy német orvos-kutatócsoport segíti munkánkat. A beültetés módszerét szintén kutatócsoportunk oldotta meg.

Az imént ismertetett munkákból két további TDK dolgozat is született, Nitinol sztentek kémiai maratása címmel Katona Bálint eredményeiből, és Nitinol sztentek beültetési módszer címmel, amelyet Lengyel Ákos dolgozott ki. Ebből a két témából nemzetközi konferenciákon cikkeink is megjelentek [36][66].

4.2. Nitinol sztentek elektropolírozására alkalmas tömény savakat nélkülöző polírozócella összeállítása

4.1.1. A tápegység kiválasztása

A kutatás kezdetén első feladatunk a polírozócella-összeállítás megválasztása és üzembe helyezése volt. Ezek a feladatok meghatározóak az egész kísérletsorozat szempontjából, hiszen sok olyan tényezőt kell megválasztani, amelyek a későbbiekben már nem változtathatóak. A cellát a 6679980 B1 számú szabadalomban megismert mintára készítettük el, azonban felszereltük mágneses keverő egységgel is. Tápegységnek egy olyan áramgenerátort választottunk, amely század lépték pontossággal képes állandó áramértéket biztosítani, miközben 10 V maximális feszültséget enged meg a cellában. Ez azért előnyös számunkra, mert a szakirodalomban alkalmazott optimális feszültségértékek minden esetben 10 V alatti értékek voltak, valamint az áramforrás megfelelően pontos áramszabályozást biztosít. A tápegység és a mágneses keverőkészülék megválasztása után a polírozás szempontjából legfontosabb eszközök, a katód és az elektrolit kiválasztása következett.

4.1.2. Elektrolit választása

Az elektrolit választásánál lényeges szempont volt, hogy olyan elektrolitot válasszunk, amely szobahőmérsékleten várhatóan jó polírozási tulajdonságokat eredményez. A választáskor arra is törekedtünk, hogy egyszerűen kezelhető, az egészségre kevésbé ártalmas elektrolitot szerezzünk be, amely ellentétben a szakirodalomban szereplőkkel nem tömény savakkal dolgozik. Keresés közben a Struers cég honlapját böngészve találtunk rá arra az elektrolitra, amely megfelelt az általunk felállított kritériumnak. Az elektrolit adatlapját a mellékleteknél tesszük közzé. Összetételét tekintve az elektrolit kétkomponensű, az A2/I jelű komponens 65-85% etanolt, 10-15% etilén-glikol-monobutil-étert, 5-15% vizet tartalmaz, az A2/II jelű pedig

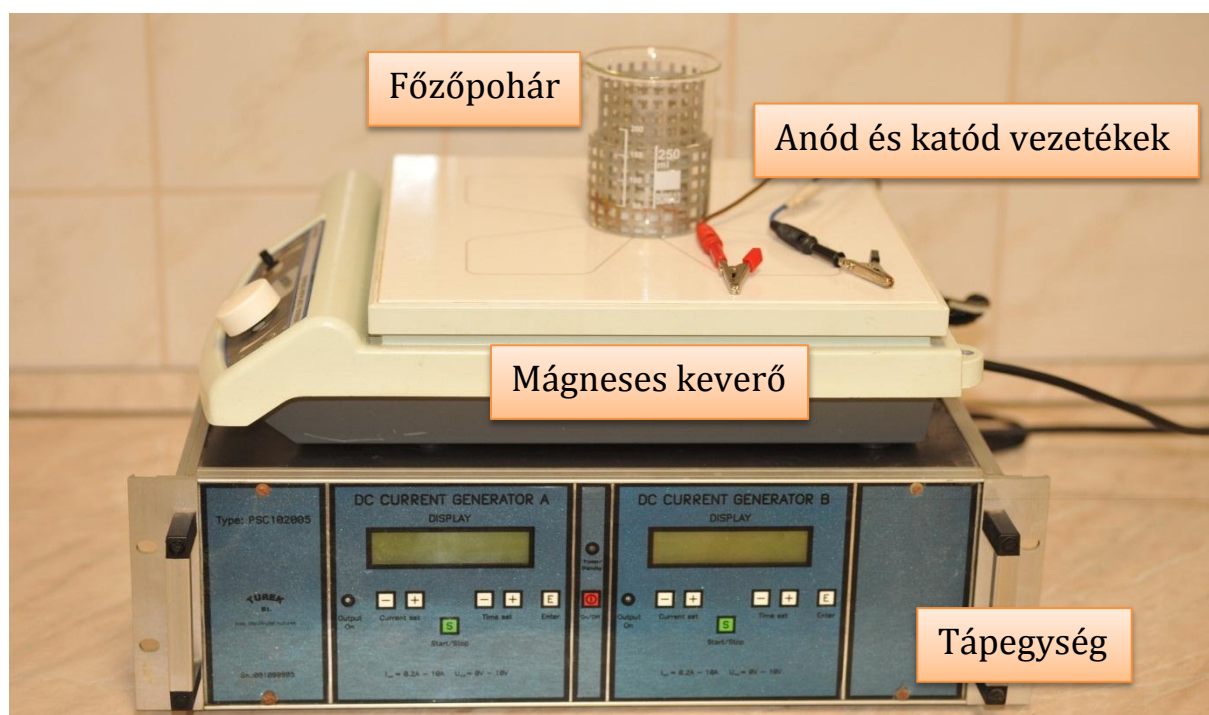
100%-ban 60%-os perklórsavat. A gyártó ajánlása alapján az elektrolit eredményesen alkalmazható nikkel és titán polírozására (Melléklet). Az új, szakirodalmakban sem említett elektrolit választásával vállaltuk azt a rizikót, hogy a polírozócella esetleg nem fog, vagy nem megfelelően fog működni. Az elektrolitfüggő paramétereket, mint az optimális áramerősség és feszültség szintén nem ismertük, ezek kimérése szintén feladatunkká vált. Ennek ellenére úgy gondoltuk, hogy mindez megéri a kockázatot és a fáradságot, mivel ha sikerrel járunk, egy sokkal biztonságosabb eljárást tudunk kifejleszteni, mint az eddigi módszerek.

4.1.3. A katód választása

Katódként egy ausztenites korrózióálló acélból készült, hálós szerkezetű fémlapot választottunk, amelyet hengeresre hajlítottunk.

4.1.4. Üzembehelyezés

A kiválasztott berendezésekkel összeállítottuk a polírozócellát, amelyet a 17. ábra mutat.



17. ábra. Az általunk használt berendezés képe a fő egységek megnevezésével

4.3. Első kísérletek

Első próbálkozásainkat a 316-os ausztenites acél anyagú sztentek polírozásakor szerzett tapasztalataink alapján végeztük el. Ezekhez a sztentekhez egy 2010-es TDK dolgozat keretében sztentmegfogók is készültek a minél eredményesebb felületkezelés érdekében [67], valamint Bognár Eszter 2009-es PhD értekezésében amerikai szabadalmakra hivatkozva mutat be elsősorban bevonatok készítésénél használatos sztentmegfogókat [8].

Az első kísérleteinknél nem használtunk speciális sztentmegfogót, a polírozandó nitinol sztentet az acél sztentek megfogására is használt kis átmérőjű ausztenites korrózióálló acél huzalra felhúзва merítettük az elektrolitba, elsődleges célunk az volt, hogy megállapítsuk az összeállított

polírozócella működőképességét. Az első kísérletek paramétereinek beállítását mérnöki érzékünkre bíztuk, a használt áramerősséget 1 amperre állítottuk, a polírozási időt nem határoztuk meg előre.

A sztent elektrolitba merítése és mágneses keverő beindítása után rákapcsoltuk a beállított áramot a rendszerre. Azt tapasztaltuk, hogy a sztent megfogására használt huzal pár másodpercen belül elszakadt a polírozás hatására, így az áramkör megszakadt, a sztent pedig az elektrolitba esett. A sztentet mikroszkóppal megvizsgáltuk, de nem találtunk rajta polírozott részeket. Az első kudarc után vastagabb ausztenites korrózióálló acél huzalt alkalmaztunk. A vastagabb huzal nem szakadt el ugyan, de ez a kísérlet sem vezetett eredményre, ráadásul a sztent felületére egy ismeretlen anyag rakódott rá ahelyett, hogy polírozódott volna. Az ezt követő kísérletet egy nitinol anyagú huzallal végeztük. Úgy gondolkodtunk, hogy ha a polírozó cella működőképes, akkor a nitinol anyagú huzalt és a nitinol sztentet is polírozni kell, és nem azt fogjuk tapasztalni, mint az előzőekben, hogy csak a huzal polírozódik. Elgondolásunk helytállónak bizonyult, a kísérlet megnyugtató eredménnyel végződött, a sztenten viszonylag szépen polírozott részeket figyeltünk meg, így levonhattuk a következtetést: a polírozócella működik.

Az is világossá vált azonban, feladatunk nem pusztán az optimális áramerősség és polírozási idő meghatározása lesz, a sztentmegfogás problémája komolyabb vizsgálatot igényel, már csak azért is, mert bár a nitinol huzal megfelelőnek bizonyult, átmérője azonban jócskán csökkent a polírozás hatására, gyakori cseréje viszont borsos ára miatt nem lenne költséghatékony megoldás.

4.4. Megfogó fejlesztése nitinol sztentek elektropolírozásához

4.4.1. Általános követelmények

Az előbbi megállapítások rámutatnak, hogy a polírozási technológia kidolgozásának első lépéseként egy sztent megfogó tervezése volt szükséges. A feladat gyakorlati megvalósítása előtt néhány általános követelményt állítottunk fel a készülő eszközzel szemben (1. táblázat).

1-Egyszerű kialakítás	A lehető legegyszerűbb kialakításra a sztent apró mérete miatt van szükség, bonyolult sztentmegfogók alkalmazása rendkívül körülményes, illetve kivitelezhetetlen lenne.
2-Ne károsítsa a sztentet	Polírozás közben a sztentmegfogó nem ronthatja a sztentet. A fizikai roncsolás mellett kémiai sem megengedett.
3-Stabil tartás biztosítása	A sztentmegfogónak fontos feladata a sztent pozicionálása (magán a sztentmegfogón, és az elektrolitban is), amelynek a polírozás reprodukálásában van nagy jelentősége.
4-Kis affinitás az elektrolithoz	A sztentmegfogó anyaga lehetőség szerint ne lépjen reakcióba az elektrolittal, mert ez a sztentmegfogó tönkremeneteléhez, és az áramkör megszakadásához vezet, valamint a reakcióban keletkező anyagok károsíthatják a sztentet, esetleg az áramátadódást is akadályozzák a megfogó és a sztent között.
5-Megfelelő áramátadó képesség	A megfogó és a sztent közti kontaktus alkalmas legyen az áram sztent felületének polarizálására, és azt ne akadályozza rosszul vezető oxidréteg.
6-Jó vezetési tulajdonságok	A megfogó rendelkezzen jó vezetési tulajdonságokkal, hogy az áram minél kisebb veszteséggel jusson el a sztenthez.
7-Olcsó	Minél kisebb költséggel beszerezhető anyagból készüljön, lehetőleg előállítás se járjon anyagi költségekkel.

1. táblázat. A sztentmegfogóval szemben felállított követelmények

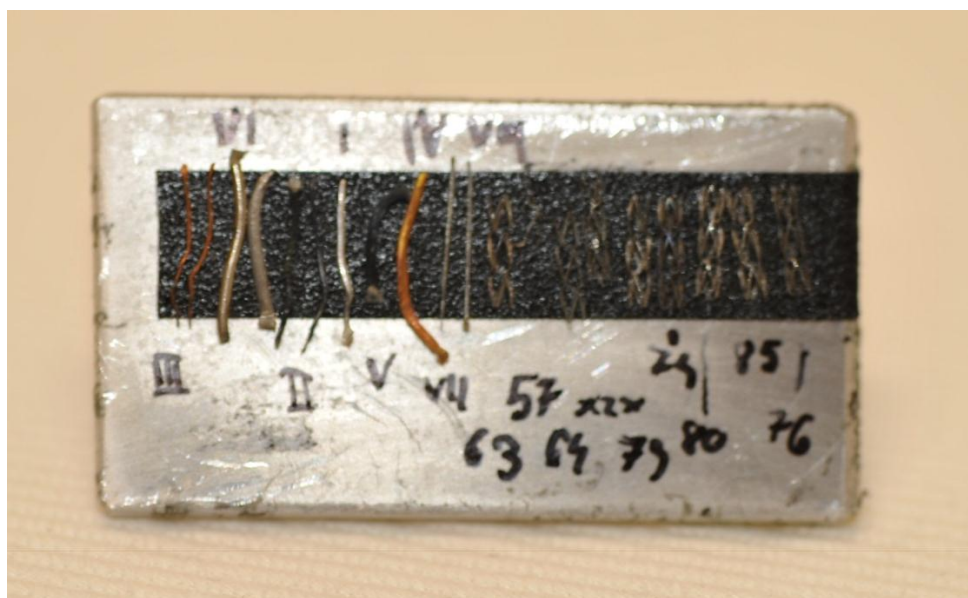
A meghatározott kritériumok közül az első három főleg a megfogó kialakításától függ, a 4-est, 5-öst, 6-ost és részben a 2-est viszont a megfogó anyaga, és anyagszerkezete befolyásolja (az ár az anyagtól és a kialakítástól is függ), így elsőként a megfogó anyagának meghatározásával foglalkozunk.

4.4.2. A megfogó anyagának kiválasztása

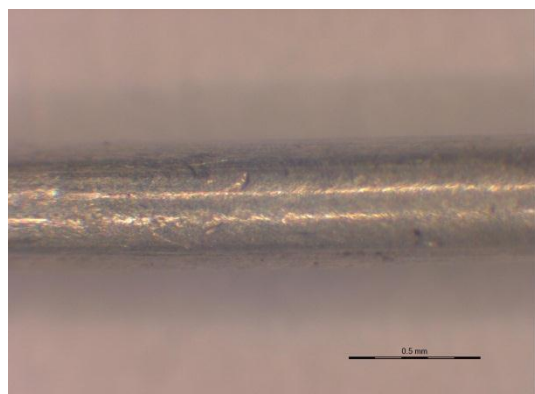
A megfelelő anyag megtalálásához nyolc darab huzallal végeztünk kísérleteket. Az előző pontban ismertetett kritériumok korlátain belül próbáltunk tulajdonságaikban minél eltérőbb anyagokat versenyeztetni, így térben középpontos köbös (tkk), és felületen középpontos köbös (fkk) kristályrácsú anyagot is választottunk. Döntésünket emellett az előzetes kísérletek tapasztalata is motiválta, a tkk rácsú nitinolt az fkk rácsú ausztenites korrózióálló acéllal nem sikerült políroznunk, amíg tkk szerkezetű nitinol huzallal igen.

A választott anyagok és az elektrolit kölcsönhatása a kísérlet előtt megjósolhatatlan volt, így ezt figyelmen kívül hagytuk. A választott anyagok pontos összetételét a kísérletek előtt pásztázó elektronmikroszkóppal határoztuk meg.

Az anyagokat sztereomikroszkóppal készített fényképekkel, valamint az elektronmikroszkóppal mért anyagösszetétel feltüntetésével mutatjuk be a 19-26. ábrán. Az anyagösszetétel méréséhez a mintatartóra felrakott huzaldarabok láthatóak a 18. ábrán.



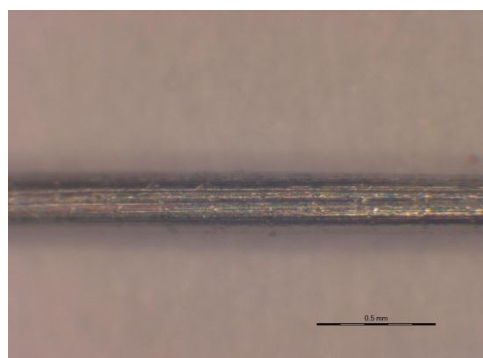
18. ábra. Vizsgálandó minták mintatartón pásztázó elektronmikroszkópi vizsgálathoz

A választott anyagok:**I: Alumínium huzal**

EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Element Normalized
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
AlK	100.00	100.00
Total	100.00	100.00

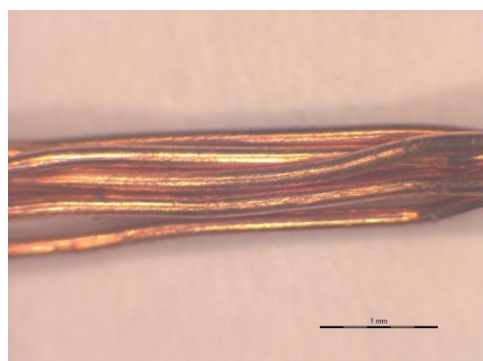
Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error
AlK	2230.60	8.06	0.22

19. ábra. Alumínium huzal és összetétele**II: Molibdén huzal**

EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Element Normalized
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
MoL	100.00	100.00
Total	100.00	100.00

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MoL	774.57	17.31	0.34	44.75

20. ábra. Molibdén huzal és összetétele**III, Vörösréz huzal**

EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Element Normalized
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
S K	0.54	1.07
CuK	99.46	98.93
Total	100.00	100.00

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
S K	7.51	12.38	7.73	0.61
CuK	712.74	8.62	0.39	82.67

21. ábra. Vörösréz huzal és összetétele

IV: Sárgaréz huzal



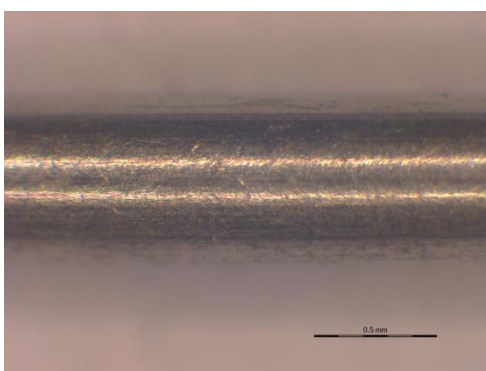
EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Element Normalized
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
CuK	63.85	64.50
ZnK	36.15	35.50
Total	100.00	100.00

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
CuK	633.09	15.45	0.51	40.98
ZnK	306.26	13.95	0.75	21.95

22. ábra. Sárgaréz huzal és összetétele

V: Saválló acél huzal



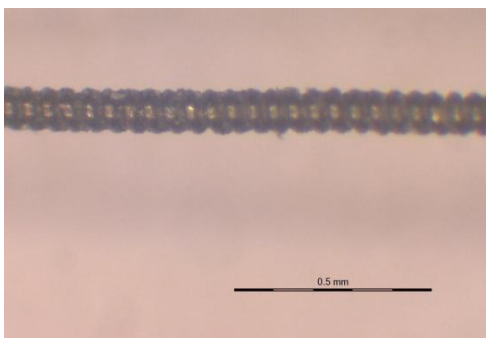
EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Element Normalized
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
AlK	5.42	10.34
SiK	1.06	1.94
CrK	21.62	21.41
FeK	71.91	66.31
Total	100.00	100.00

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
AlK	72.73	17.64	1.34	4.12
SiK	17.47	22.30	4.24	0.78
CrK	321.73	15.23	0.55	21.13
FeK	672.82	12.57	0.37	53.53

23. ábra. Saválló acél huzal és összetétele

VI: Wolfram huzal



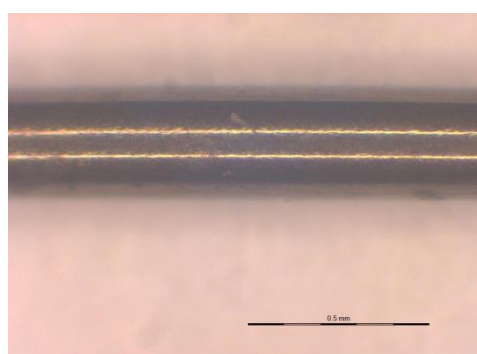
EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Element Normalized
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
W M	100.00	100.00
Total	100.00	100.00

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
W M	2859.66	127.09	0.50	22.50

24. ábra. Wolfram huzal és összetétele

VII: Nitinol huzal (57% Ti)



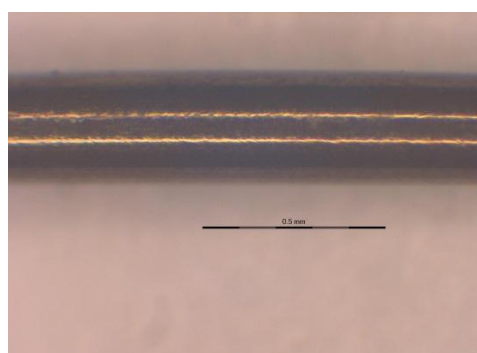
EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Element Normalized
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
NiL	42.74	37.85
TiK	57.26	62.15
Total	100.00	100.00

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
NiL	71.86	3.52	1.38	20.40
TiK	710.13	11.66	0.43	60.90

25. ábra. Nitinol (57% Ti) huzal és összetétele

VIII: Nitinol huzal (40% Ti)



EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Element Normalized
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
AlK	3.67	7.05
TiK	40.10	43.36
NiK	56.23	49.60
Total	100.00	100.00

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
AlK	33.50	12.06	2.02	2.78
TiK	751.59	16.84	0.33	44.63
NiK	498.94	11.88	0.41	41.99

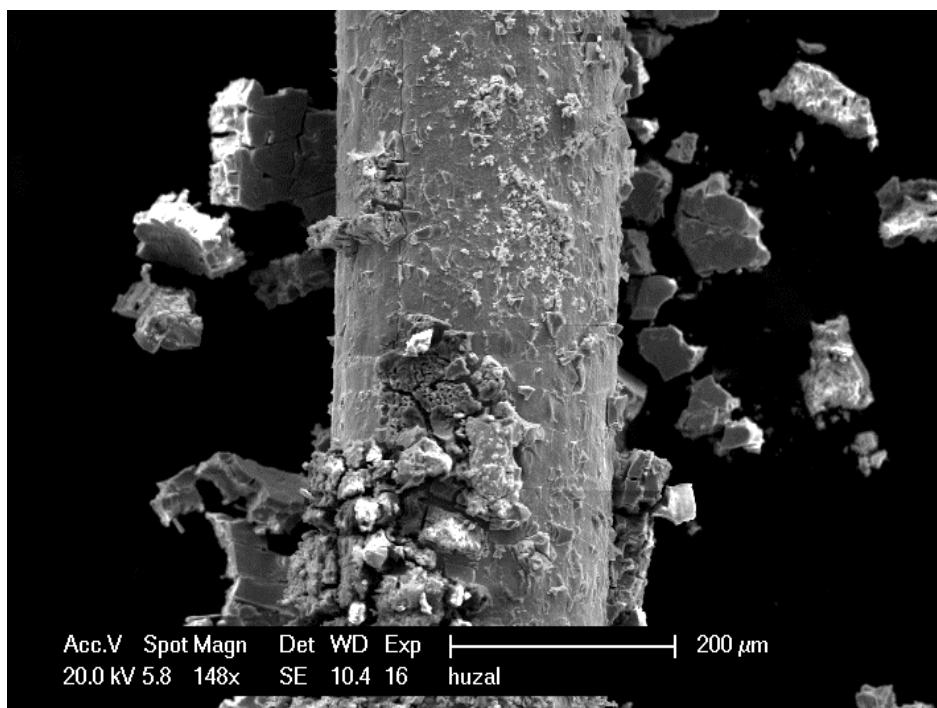
26. ábra. Nitinol (40% Ti) huzal és összetétele

4.4.2.1. Sztentek polírozása különböző anyagú sztentmegfogókkal

A kísérletek megkezdése előtt megalkottuk az elképzelhető legegyszerűbb kialakítású sztentmegfogót. A sztenteket ráhúztuk a huzalokra, majd a huzalok végeit kampósra hajlítottuk, így biztosítottuk a kontaktust a sztent és a megfogó között, és a pozícionálás is a kísérletnek megfelelő volt. Az áramerősséget 1,5 amperre állítottuk, majd megadtuk a polírozás idejét, amely 20 másodperc volt. Úgy gondoltuk, hogy ezek az értékek mindenképpen megfelelőek arra, hogy a megfogók anyagának befolyásoló hatását vizsgálni tudjuk. A bekövetkező változásokat sztereo- és pásztázó elektronmikroszkóppal dokumentáltuk, szükség esetén összetételvizsgálatot is végeztünk. Az elektrolit keverése 100/min sebességgel történt. A következőkben a polírozás során tapasztaltakat ismertetjük a különböző huzalok esetében.

I, Alumínium huzal

Alumínium huzal használatakor azt tapasztaltuk, hogy az alumínium hevesen reagál az elektrolittal (27. ábra, 28. ábra), miközben a sztent nem polírozódik. A sztent és a huzal érintkezésénél a huzal máshogy reagál. A sztenten kiválások keletkeznek (29. ábra).



27. ábra. Az alumínium huzal az elektropolírozást követően



28. ábra. Az alumínium huzal az elektropolírozást követően



29. ábra. Az alumínium huzallal polírozott sztent

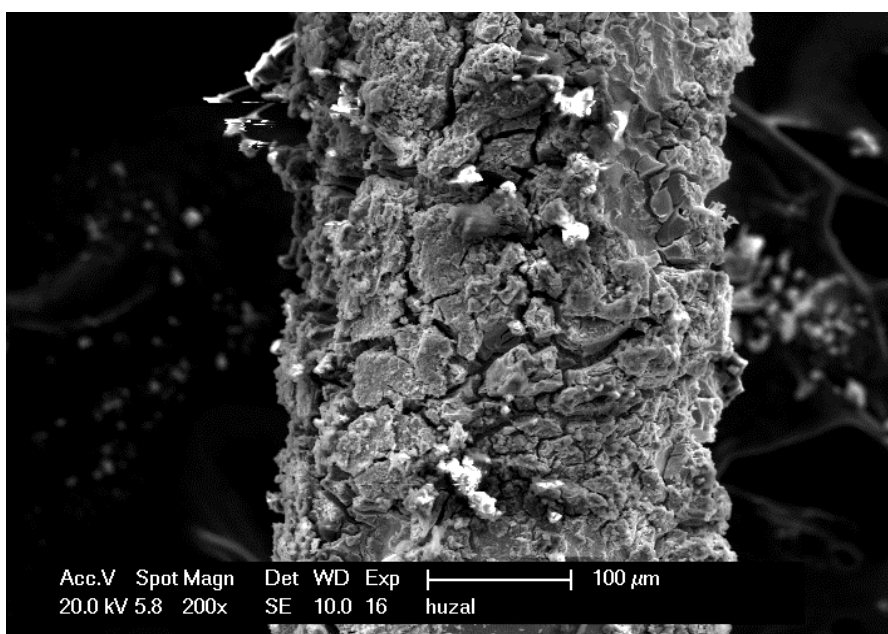
1-Egyszerű kialakítás	A jó alakíthatóság biztosítja
2-Nem károsítja a sztentet	Nem teljesül
3-Stabil tartás biztosítása	Ha a huzal nem fogy el
4-Kis affinitás az elektrolithoz	Nem teljesül
5-Megfelelő áramátadó képesség	Nem teljesül a heves reakció miatt
6-Jó vezetési tulajdonságok	Teljesül
7-Olcsó	Teljesül

2. táblázat. Az alumínium huzal eredményei

A tapasztalatok jól mutatják, hogy az alumínium alkalmatlannak bizonyult a feladatra (2. táblázat).

II, Molibdén huzal

Az összetétel vizsgálat megmutatta, hogy a huzal felülete nagymértékben oxidálódik (32. ábra), az oxidréteg pár másodperc alatt megjelenik (30. ábra, 31. ábra), jól tapad a huzal felületére, kialakulása után gátolja a sztent polarizálását, így a sztent nem polírozódik, felületén ez esetben is lerakódás található (33. ábra).



30. ábra. A molibdén huzal az elektropolírozást követően

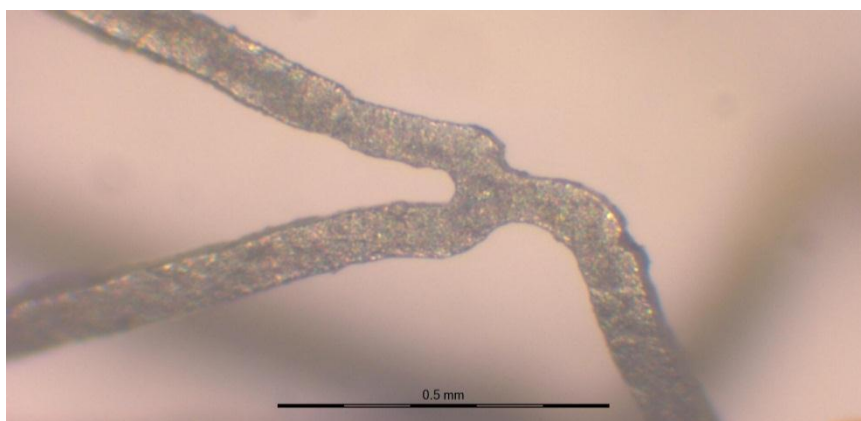


31. ábra. A molibdén huzal az elektropolírozást követően

EDAX ZAF Quantification (Standardless)
 Element Normalized
 SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
O K	22.19	63.10
MoL	77.81	36.90
Total	100.00	100.00

32. ábra. A molibdén huzalon keletkező vegyület összetétele



33. ábra. A molibdén huzallal polírozott sztent

1-Egyszerű kialakítás	Az anyag nehezebb alakíthatósága hátráltatja
2-Ne károsítsa a sztentet	Nem teljesül
3-Stabil tartás biztosítása	Teljesül
4-Kis affinitás az elektrolithoz	Nem teljesül
5-Megfelelő áramátadó képesség	Nem teljesül a kialakuló oxid réteg miatt
6-Jó vezetési tulajdonságok	nem teljesül
7-Olcsó	nem teljesül

3. táblázat. Az alumínium huzal eredményei

A molibdén nem felel meg az elvárt kritériumoknak (3. táblázat).

III, Vörösréz huzal

Az összetétel vizsgálat szerint, a huzal felszínén réz-oxid keletkezik (34. ábra, 36. ábra), amely a sztent és a huzal felületére kiülve rontja a reprodukálhatóságot, azonban nem tapad se a huzal, se a sztent anyagához, megfelelő tisztítással eltüntethető (35. ábra). A sztent polírozódik, egyik fele teljesen elfogy a túlpolírozottságnak köszönhetően (37. ábra).



34. ábra. A vörösréz huzal az elektrolyzást követően, kiválások (bal), alapanyag (jobb)



35. ábra. A vörösréz huzal az elektrolyzást követően

EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Element Normalized
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
O K	5.72	18.45
AlK	0.69	1.31
SiK	0.38	0.69
ClK	6.01	8.75
CuK	87.21	70.80
Total	100.00	100.00

36. ábra. A vörösréz huzalon keletkező vegyület összetétele



37. ábra. A vörösréz huzallal polírozott sztent

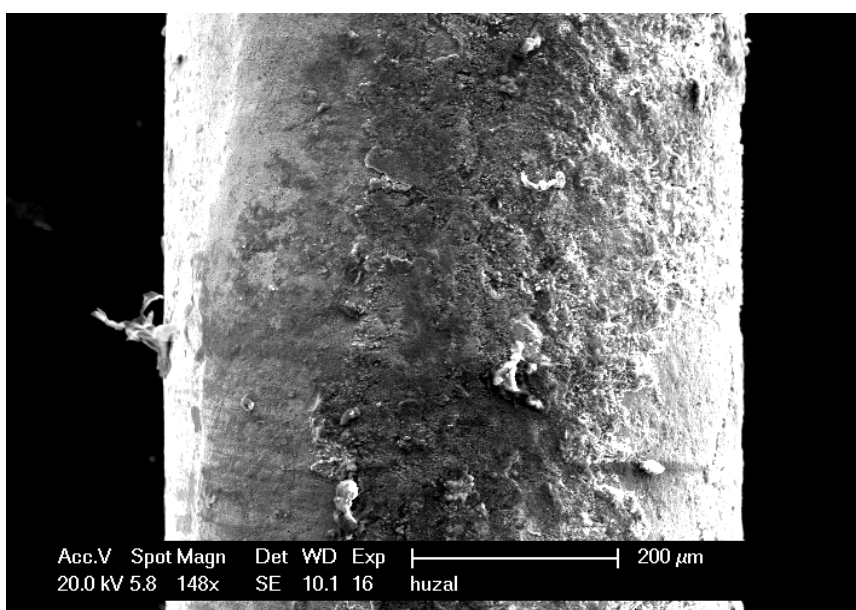
1-Egyszerű kialakítás	A huzal kialakítása hátráltatja
2-Ne károsítsa a sztentet	Teljesül
3-Stabil tartás biztosítása	Részben teljesül
4-Kis affinitás az elektrolithoz	Részben teljesül
5-Megfelelő áramátadó képesség	Teljesül
6-Jó vezetési tulajdonságok	Teljesül
7-Olcsó	Teljesül

4. táblázat. A vörösréz huzal eredményei

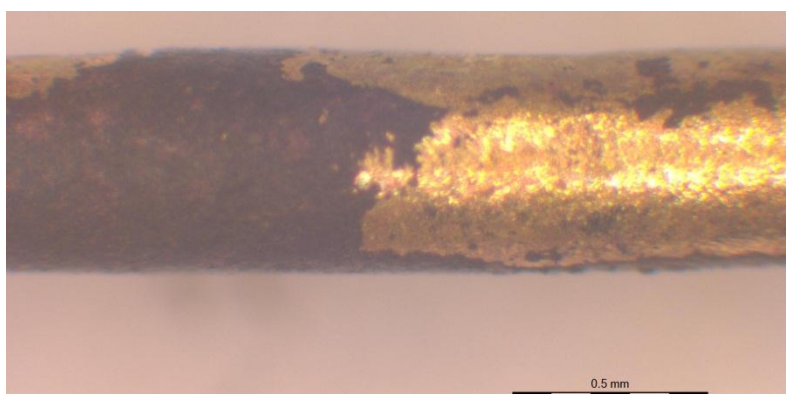
A kísérlet eredményei alapján a vörösréz alkalmas sztentmegfogó alapanyagaként, a sztent polírozása megoldható. A huzal kialakítása és oxidációja azonban hátrányos (4. táblázat).

IV, Sárgaréz huzal

Az összetétel vizsgálat ennél az anyagnál is a huzal alapanyagából származó oxidok megjelenését mutatja (40. ábra). Az oxidréteg megjelenése a huzal felületén rontja a reprodukálhatóságot, először felépül a felületen, aztán leválik, majd újra visszaépül. Az oxidréteg rosszul tapad a sztent és a huzal felületére, letisztítható (38. ábra, 39. ábra). A sztent egyes részeken megfelelően, máshol kevésbé polírozódik, összességében a felület módosítása eredményes (41. ábra).



38. ábra. A sárgaréz huzal az elektropolírozást követően



39. ábra. A sárgaréz huzal az elektropolírozást követően

EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Element Normalized
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
O K	8.48	25.90
ClK	7.23	9.97
CuK	52.93	40.70
ZnK	31.35	23.43
Total	100.00	100.00

40. ábra. A sárgaréz huzalon keletkező vegyület összetétele



41. ábra. A sárgaréz huzallal polírozott sztent

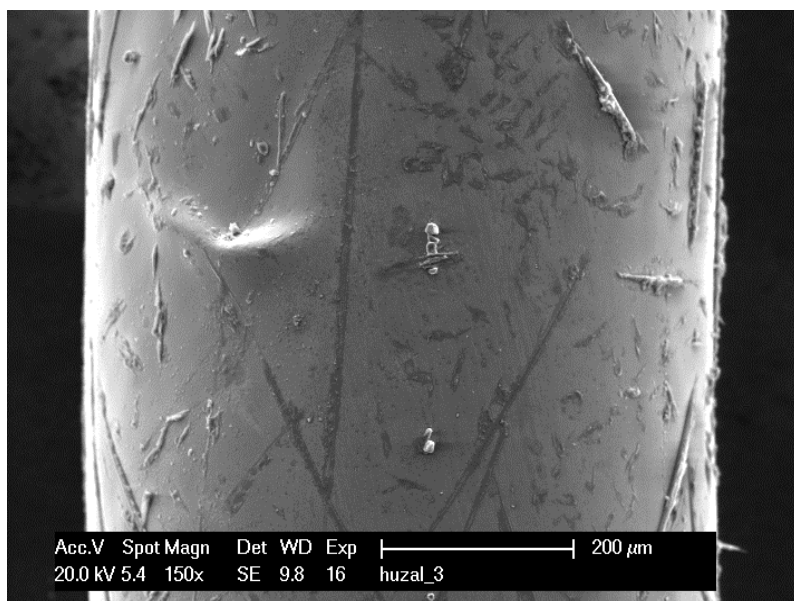
1-Egyszerű kialakítás	A jó alakíthatóság miatt biztosított
2-Ne károsítsa a sztentet	Teljesül
3-Stabil tartás biztosítása	Teljesül
4-Kis affinitás az elektrolithoz	Részen teljesül
5-Megfelelő áramátadó képesség	Teljesül
6-Jó vezetési tulajdonságok	Teljesül
7-Olcsó	Teljesül

5. táblázat. A sárgaréz huzal eredményei

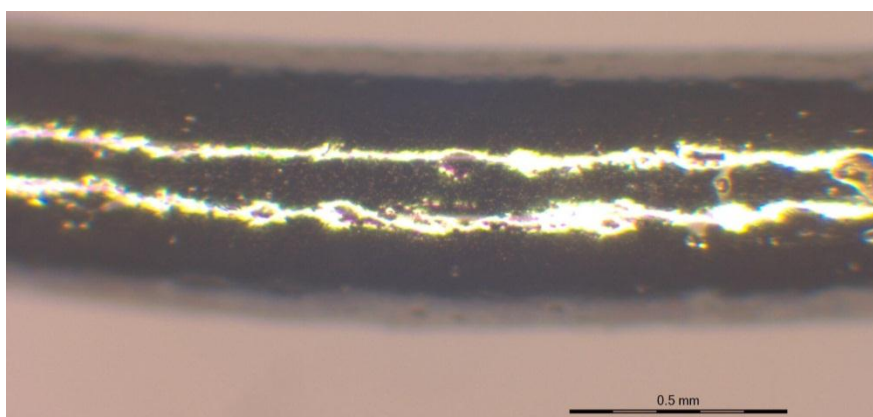
A sárgaréz alkalmas sztentmegfogó alapanyagaként. A huzal anyagáról leváló oxidok kezelésének megoldása szükséges (5. táblázat).

V, Saválló acél huzal

Az összetétel vizsgálat ennél az anyagnál kisebb mértékű oxidképződésre enged következtetni, amely nem akadályozza a polírozást (42. ábra, 43. ábra, 44. ábra). A sztent polírozása megfelelő mértékű, helyenként túlpolírozódottság figyelhető meg (45. ábra, 46. ábra).



42. ábra. A saválló acél huzal az elektropolírozást követően

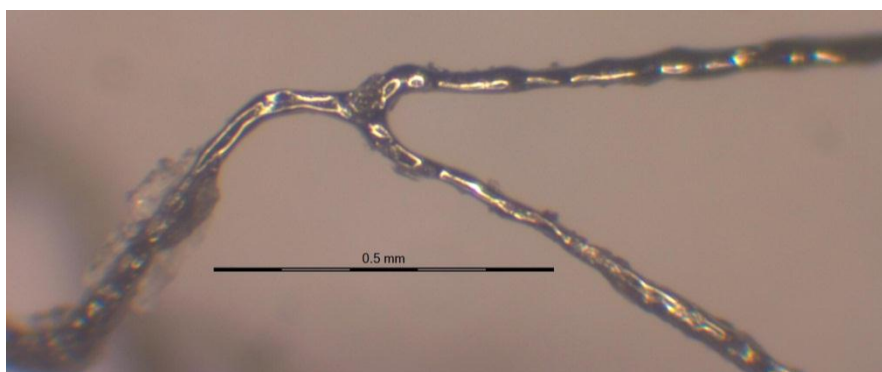


43. ábra. A saválló acél huzal az elektropolírozást követően

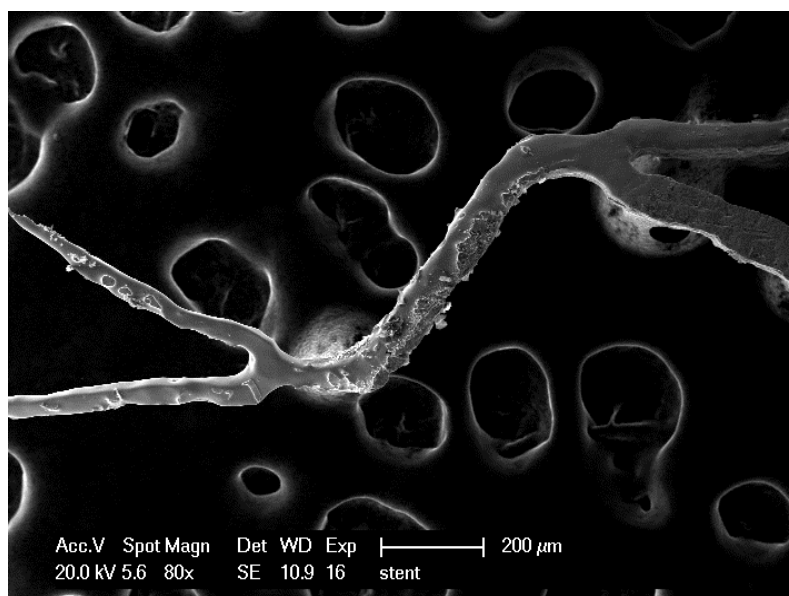
EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Element Normalized
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
O K	2.92	8.91
AlK	3.93	7.11
SiK	0.81	1.41
ClK	0.97	1.33
CrK	22.50	21.10
FeK	68.86	60.14
Total	100.00	100.00

44. ábra. A saválló acél huzalon keletkező vegyület összetétele



45. ábra. A saválló acél huzallal polírozott sztent



46. ábra. A saválló acél huzallal polírozott sztent

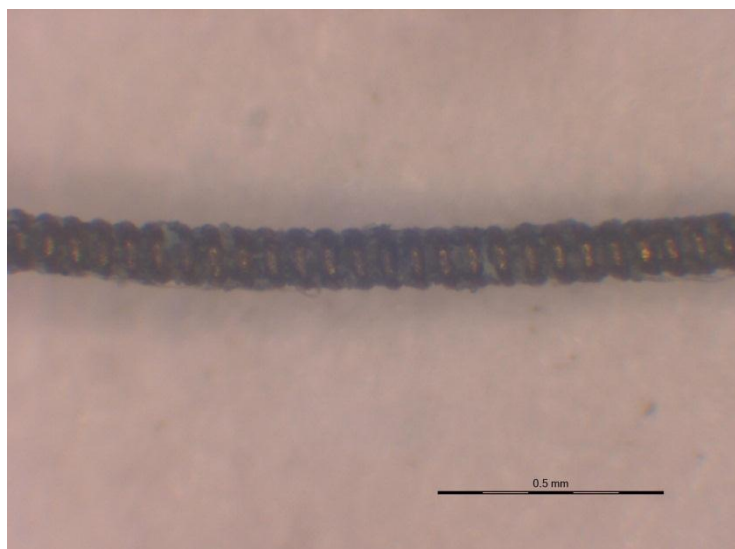
1-Egyszerű kialakítás	Megfelelő, de az huzal alakítása nehézkes
2-Ne károsítsa a sztentet	Teljesül
3-Stabil tartás biztosítása	Teljesül
4-Kis affinitás az elektrolithoz	Szinte teljes mértékben teljesül
5-Megfelelő áramátadó képesség	Teljesül
6-Jó vezetési tulajdonságok	Teljesül
7-Olcsó	Teljesül

6. táblázat. A saválló acél huzal eredményei

A kísérlet alapján a saválló acél alkalmas sztentmegfogó készítése céljából (6. táblázat).

VI, Wolfram huzal

A sztent és a vékony wolfram huzal között a kontaktus rendkívül rossz volt, így a sztent nem polírozódott (49. ábra). Az összetétel vizsgálat szerint a wolfram teljesen ellenállt a polírozó cella anódját érő oxidáló hatásnak (47. ábra, 48 ábra).

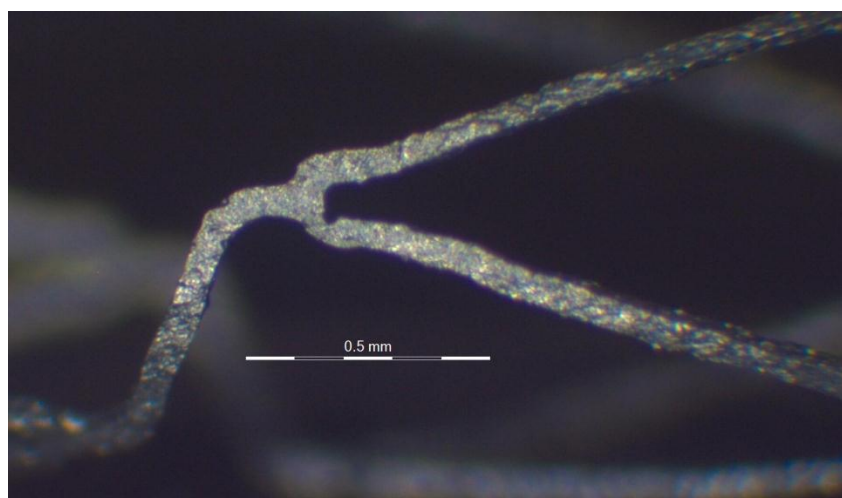


47. ábra. A wolfram huzal összetétele a polírozás után

EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Element Normalized
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
W M	100.00	100.00
Total	100.00	100.00

48. ábra. A wolfram huzalon összetétele a polírozás után



49. ábra. A wolfram huzallal polírozott sztent

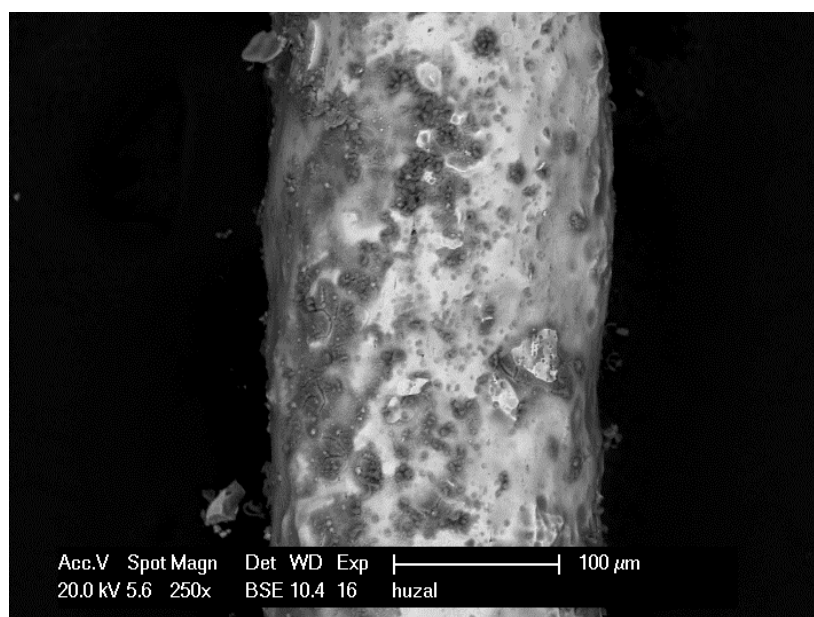
1-Egyszerű kialakítás	A vékony wolfram huzal merevsége miatt nem lehetséges
2-Ne károsítsa a sztentet	Teljesül
3-Stabil tartás biztosítása	Nem teljesül
4-Kis affinitás az elektrolithoz	Teljes mértékben teljesül
5-Megfelelő áramátadó képesség	Nem teljesül
6-Jó vezetési tulajdonságok	Nem teljesül
7-Olcsó	Nem teljesül

7. táblázat. A wolfram huzal eredményei

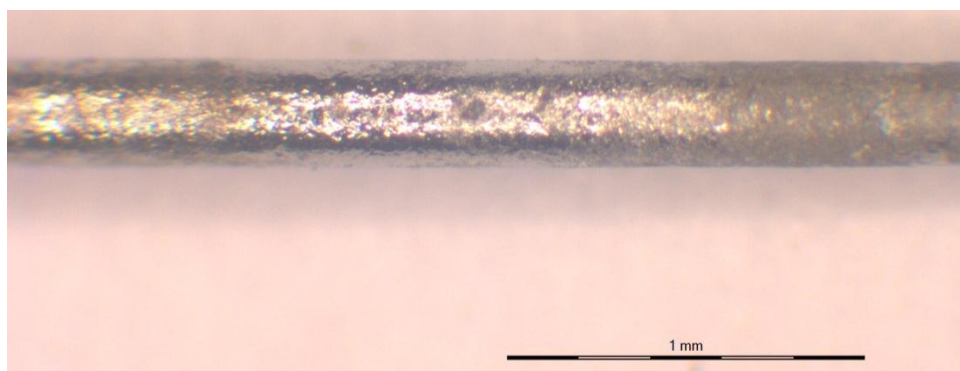
A wolfram alkalmatlan sztentmegfogó készítésére, áramátadó képessége és merevsége nem megfelelő.

VII, Nitinol huzal (57% Ti)

Az összetétel vizsgálat alapján nem alakul ki a polírozást gátló oxidréteg a huzal anyagából (52. ábra), azonban a nitinol huzal felszínén spontán kialakuló oxid réteg gátolja az áramáttevődést (50. ábra, 51. ábra), a sztent felülete nem lett szép, de látszik rajta a polírozás hatása (53. ábra).



50. ábra. Az 57% titán tartalmú nitinol huzal az elektropolírozást követően

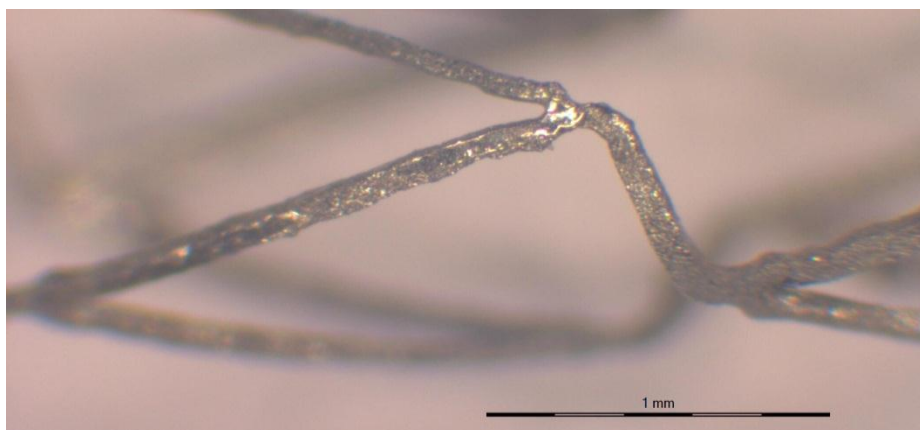


51. ábra. Az 57% titán tartalmú nitinol huzal az elektropolírozást követően

EDAX ZAF Quantification (Standardless)
Element Normalized
SEC Table : Default

Element	Wt %	At %
O K	24.18	48.50
ClK	7.41	6.71
TiK	59.92	40.15
NiK	8.49	4.64
Total	100.00	100.00

52. ábra. Az 57% titán tartalmú nitinol huzalon keletkező vegyület összetétele



53. ábra. Az 57% titán tartalmú huzallal polírozott sztent

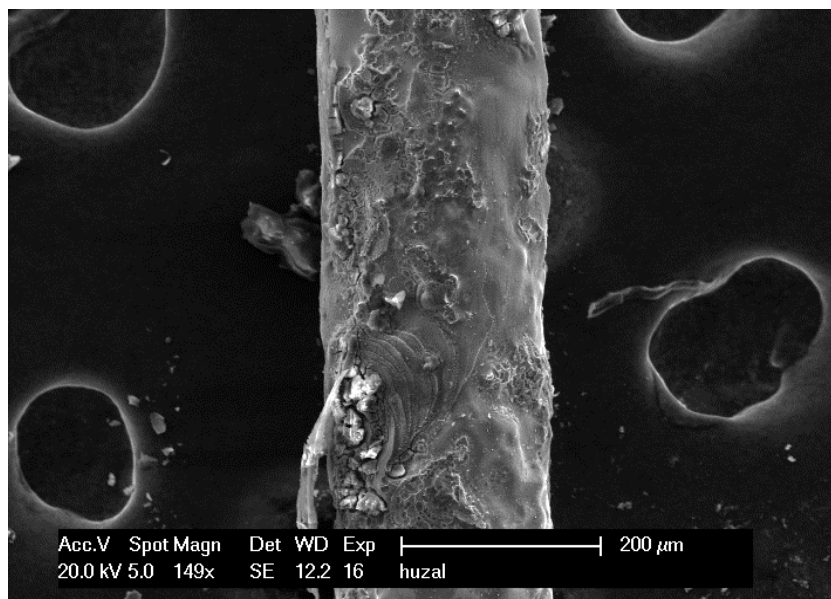
1-Egyszerű kialakítás	A nagyfokú rugalmas alakváltozás miatt korlátozott
2-Ne károsítsa a sztentet	Teljesül
3-Stabil tartás biztosítása	Teljesül
4-Kis affinitás az elektrolithoz	Részben teljesül
5-Megfelelő áramátadó képesség	Részben teljesül
6-Jó vezetési tulajdonságok	Részben teljesül
7-Olcsó	Nem teljesül

8. táblázat. Az 57% titán tartalmú nitinol huzal eredményei

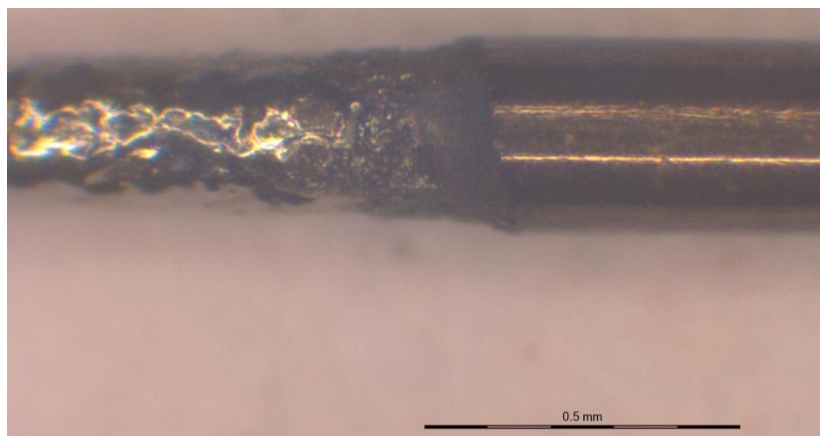
A VII- es számú nitinol huzal nem a legalkalmasabb sztentmegfogó anyagának, mert beszerzése drága, rosszul alakítható, és polírozási tulajdonságai sem kompenzálják hátrányait (8. táblázat).

VIII, Nitinol huzal (40% Ti)

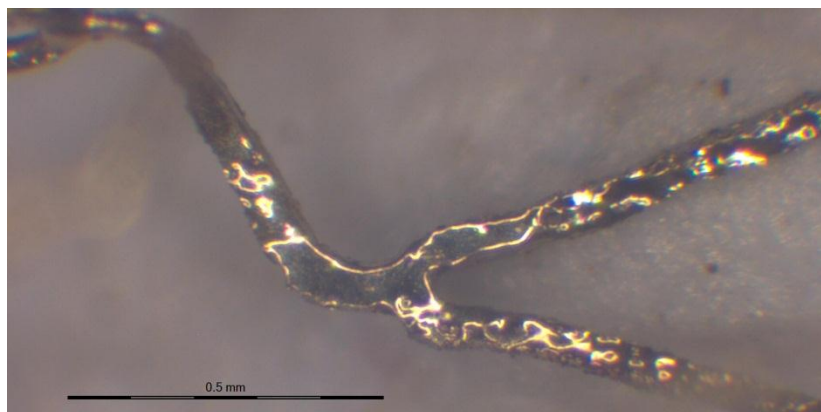
A VIII-as számú nitinol huzal másképpen viselkedik, mint a VII- es számú, ez különböző összetételükkel magyarázható. A felületén található oxidréteg a polírozás hatására pár másodperc alatt nagyobb darabokban leválik (54. ábra, 55. ábra). Az áramáttevődés a képek alapján jobban létrejön, a sztent felülete szebb lesz, mint az előző esetben, azonban így sem elfogadható (56. ábra, 57. ábra, 58. ábra).



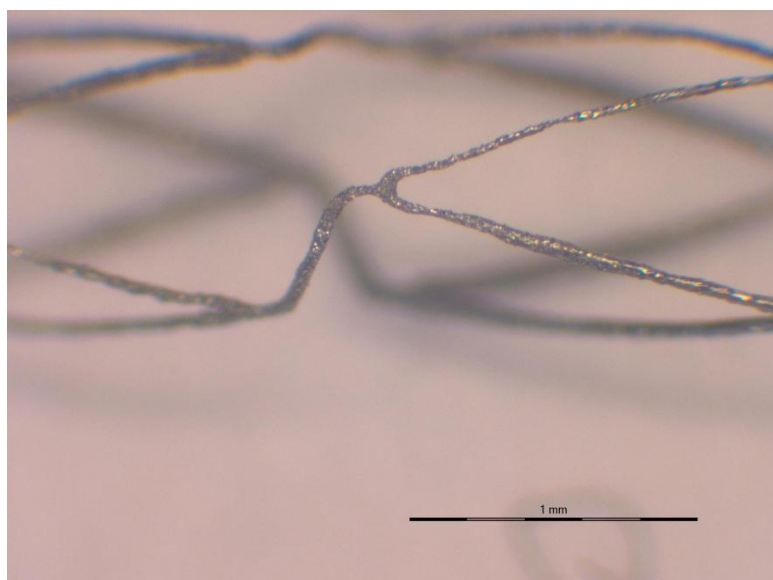
54. ábra. A 40% titán tartalmú nitinol huzal az elektropolírozást követően



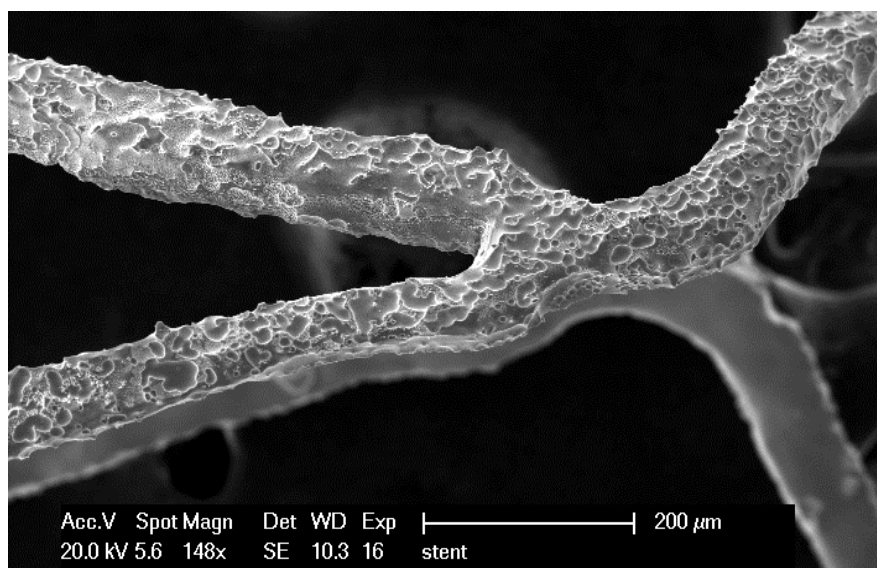
55. ábra. A 40% titán tartalmú nitinol huzal az elektropolírozást követően



56. ábra. A 40% titán tartalmú nitinol huzal az elektropolírozást követően



57. ábra. A 40% titán tartalmú huzallal polírozott sztent



58. ábra. A 40% titán tartalmú huzallal polírozott sztent

1-Egyszerű kialakítás	A nagyfokú rugalmas alakváltozás miatt korlátozott
2-Ne károsítsa a sztentet	Teljesül
3-Stabil tartás biztosítása	Teljesül
4-Kis affinitás az elektrolithoz	Részben teljesül
5-Megfelelő áramátadó képesség	Részben teljesül
6-Jó vezetési tulajdonságok	Részben teljesül
7-Olcsó	Nem teljesül

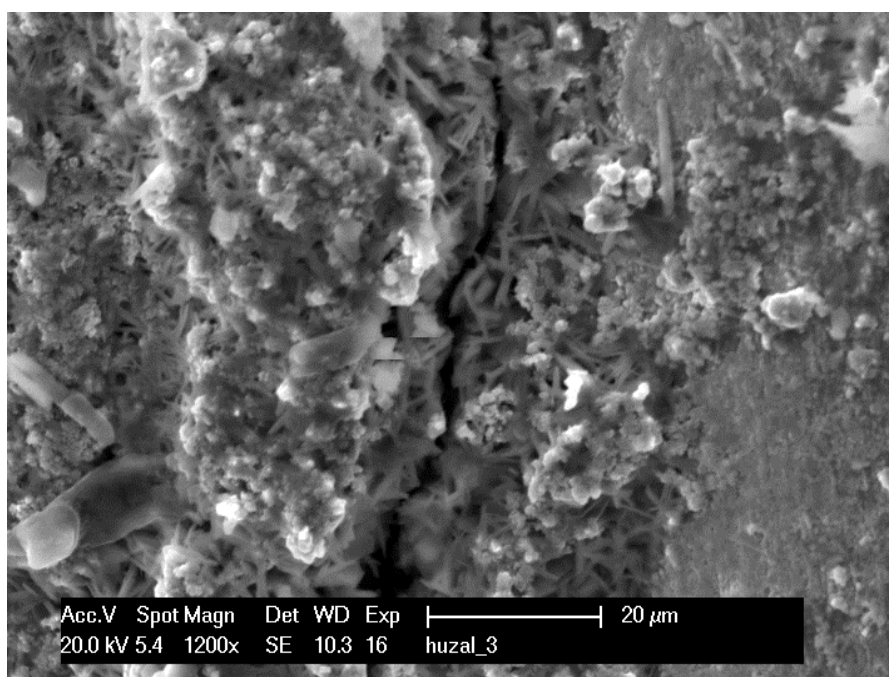
9. táblázat. Az 40% titán tartalmú nitinol huzal eredményei

A VIII-as számú nitinol huzal a VII-eshez hasonló okokból nem megfelelő választás. Az áramátadás javítása szükséges az eredményes használathoz (9. táblázat).

4.4.2.2. Általános tapasztalatok, konklúziók

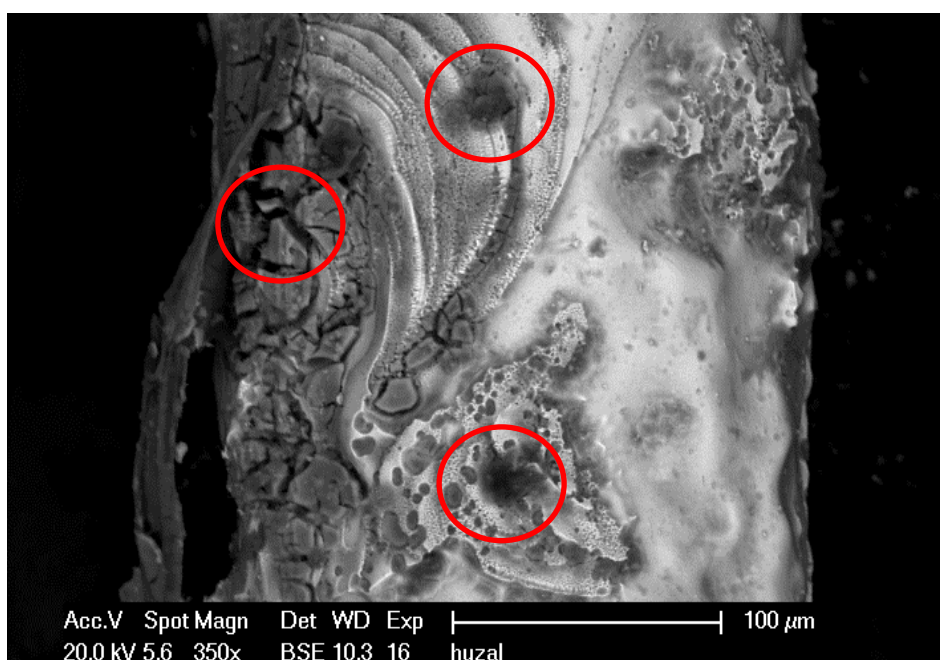
A kísérletsorozat elvégzésével a nyolc huzalból többről kiderült, hogy nem alkalmas ebben a polírozási összeállításban sztentmegfogó alapanyagaként.

A huzalanyagtól függetlenül a sztent anyagán fehér színű kiválások figyelhetők meg polírozás után (59. ábra). A kiváló anyagot megvizsgálva annak pontos összetételét nem tudtuk meghatározni, azonban a vizsgálatokra alapozva kijelenthető, hogy az elektrolit klórtartalmából keletkező ionrácsos anyagról van szó, amely megfelelő tisztítással eltávolítható a sztentről.

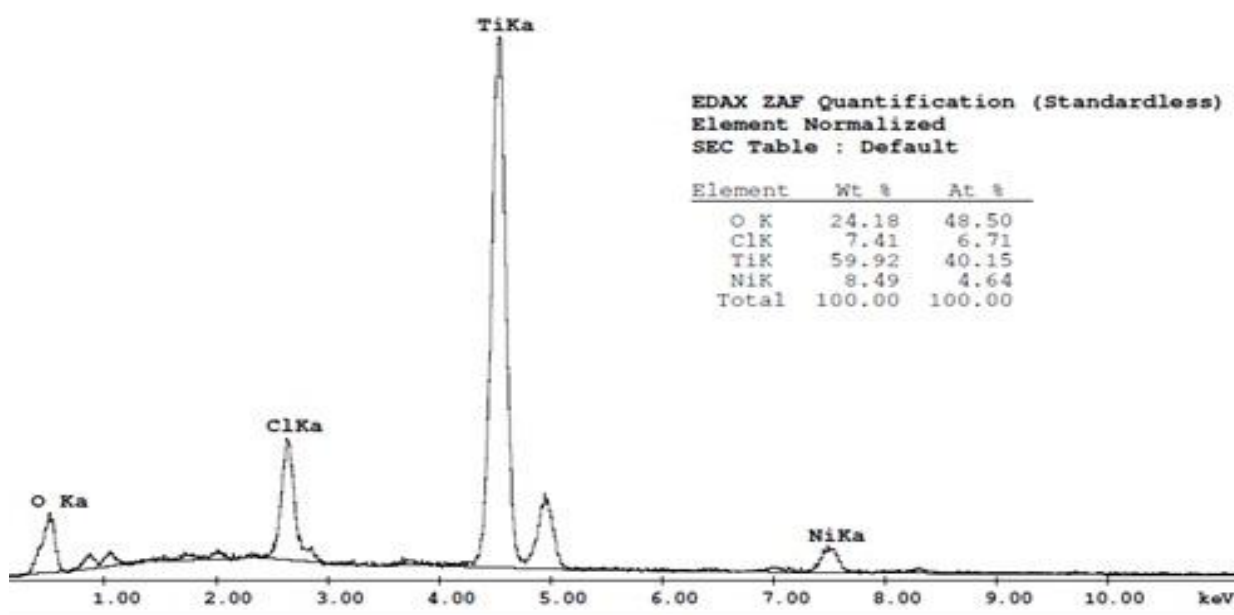


59. ábra. A felületen megjelenő fehér színű kiválások

A sztentek felületén megjelenő fekete kiválásokat is megvizsgáltuk (60. ábra). Az összetétel vizsgálat ezeken a részekén főleg titán, oxigén és klór jelenlétét mutatta, amíg nikkeltartalom 10% alatt volt (61. ábra).



60. ábra. A felületen megjelenő sötét színű kiválások (piros karikákban)



61. ábra. A megjelenő kiválások összetétele

A vizsgált anyagok közül egyedül a wolfram felülete állt ellen teljes mértékben a polírozás hatásainak, a saválló acél, a sárgaréz és a vörösréz oxidációja még elfogadható mértékű, a keletkező oxidok nem tapadnak a felületre, élénkebb keverés alkalmazására az acél és a sárgaréz felületéről polírozás közben az elektrolit képes szinte teljesen lemosni. A vörösréz huzal kialakítása miatt a leváló anyag eltávolítása a fokozott keverés ellenére sem tökéletes.

A kísérlet eredményei alapján az V-ös számú saválló acél, a IV-es számú sárgaréz huzallal azok ígéretes viselkedése, a VIII-as számú nitinol huzallal a nitinol sztenttel polírozás közben történő jelenségek jobb megértése miatt érdemes a továbbiakban tovább dolgozni.

A három választott huzal közül az V-ös és IV-es sorszámuak esetében a sztentek erősen túl lettek polírozva. A jelenség kis áramokkal történő kísérletek elvégzésére ösztönzött minket.

4.4.3. Kísérletek kis áramtartományban

A kis áramtartományban végzett kísérlet körülményeit az előzőekhez képest annyiban változtattuk meg, hogy az áram értékét 0,2 amperre csökkentettük, a polírozás idejét 30 másodpercre növeltük. A keverési sebességet változatlanul 100/min érétken hagytuk.

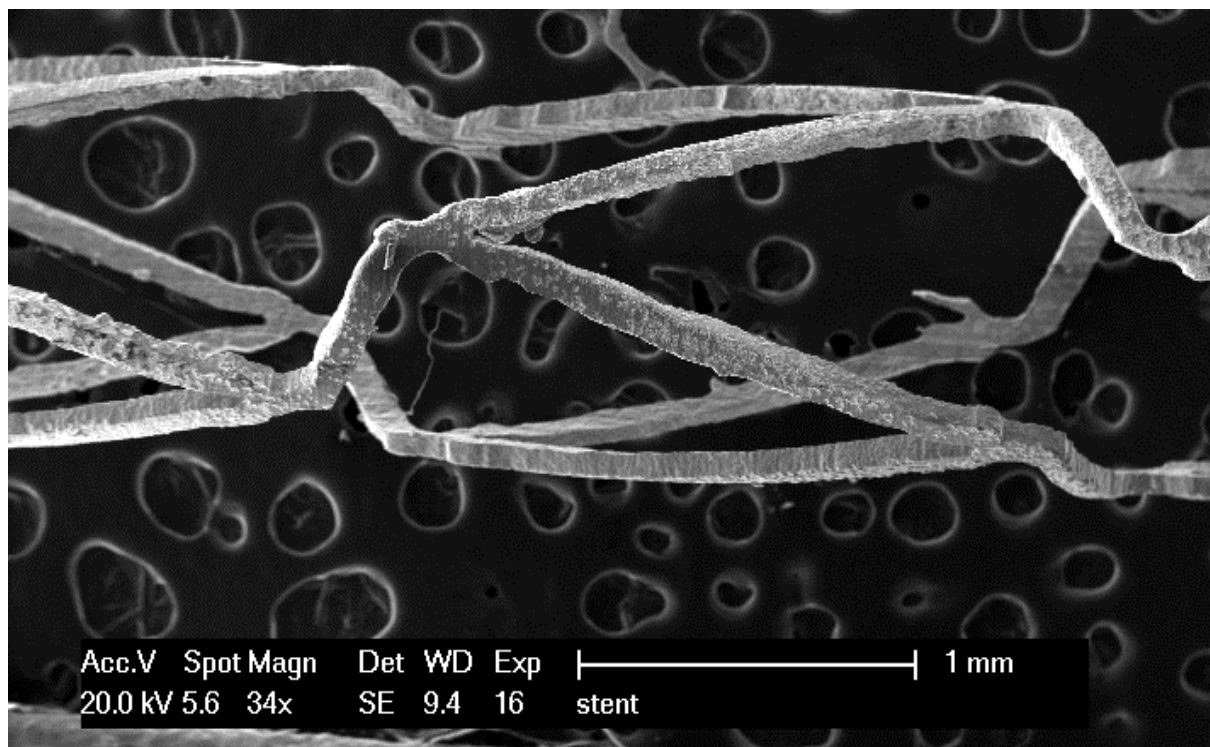
A kísérletet mindhárom huzallal elvégezve azt tapasztaltuk, hogy a polírozás egyik esetben sem megy végbe.

Sárgaréz huzallal

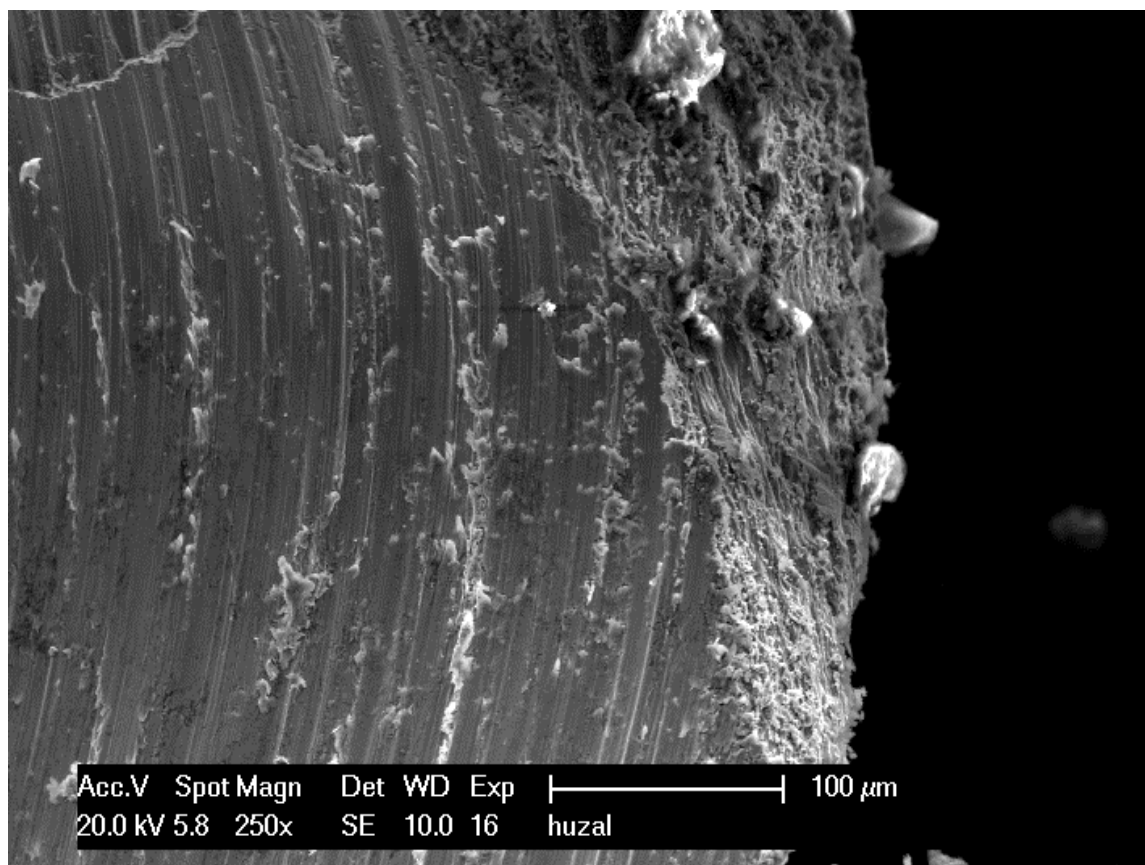
A sárgaréz huzal esetén a sztent felülete sértetlen maradt, a huzal kismértékben polírozódott.

Saválló acél huzallal

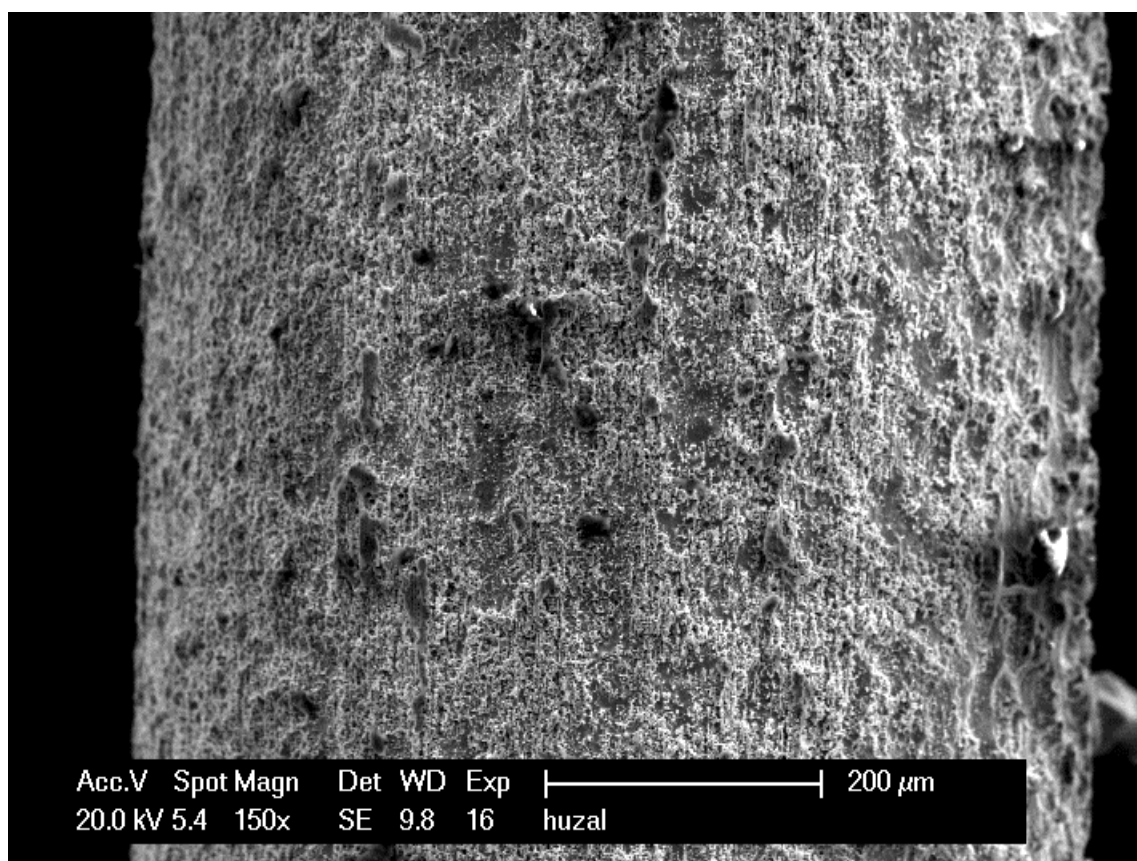
Saválló acél huzal alkalmazásakor rendkívül káros jelenséget figyeltünk meg. Alacsony áram alkalmazása esetén az acélhuzal és a sztent felületének elváltozása legkevésbé sem hasonlított a 1,5 amperrel végzett kísérlet eredményére (62. ábra, 65. ábra). A huzal felülete egyetlenné vált, a sztent felülete megfeketedett (63. ábra, 64. ábra)



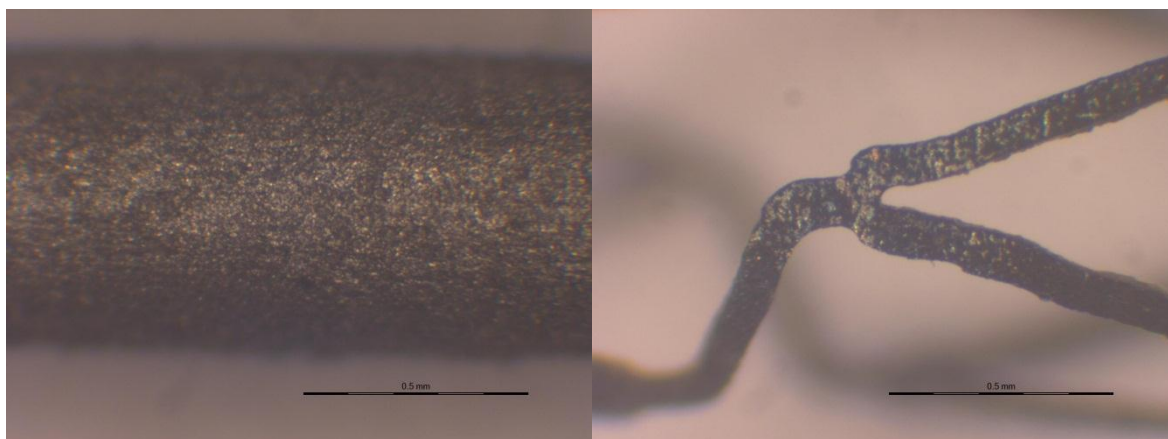
62. ábra. A saválló acélhuzallal polírozott sztent



63. ábra. A saválló acélhuzal keresztmetszete (bal) és felülete (jobb) közti átmenet elektropolírozás után



64. ábra. A saválló acélhuzal felülete elektropolírozás után

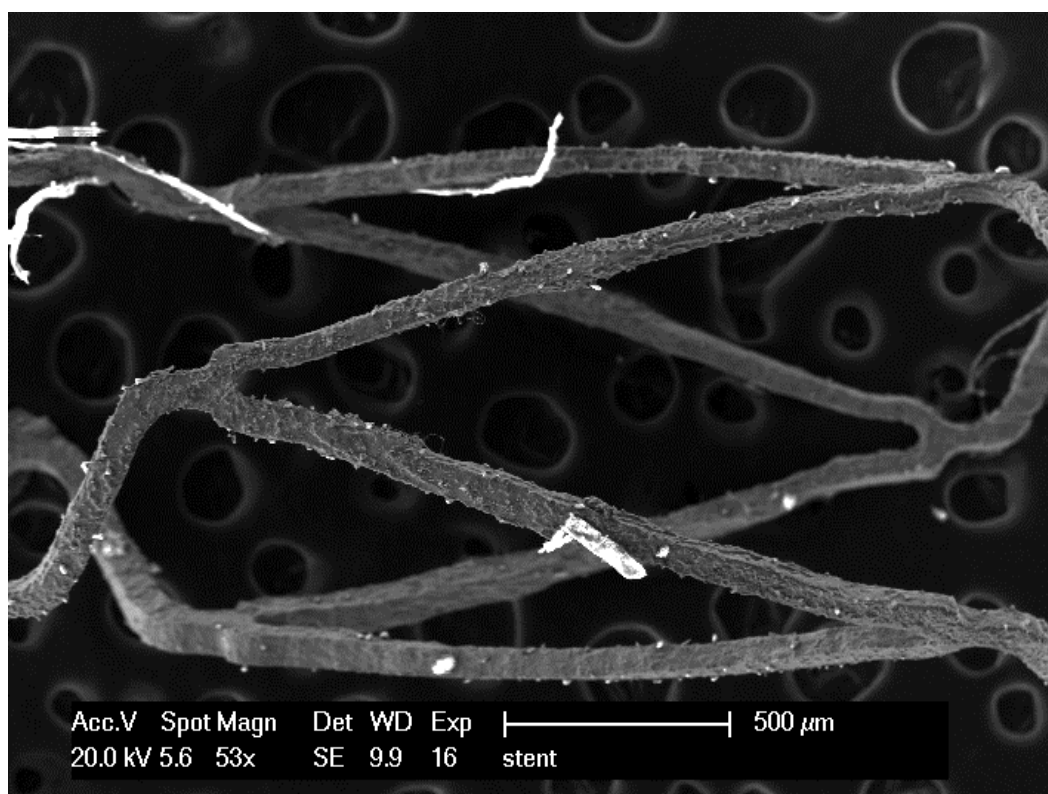


65. ábra. A saválló acélhuzal és a sztent elektropolírozás után

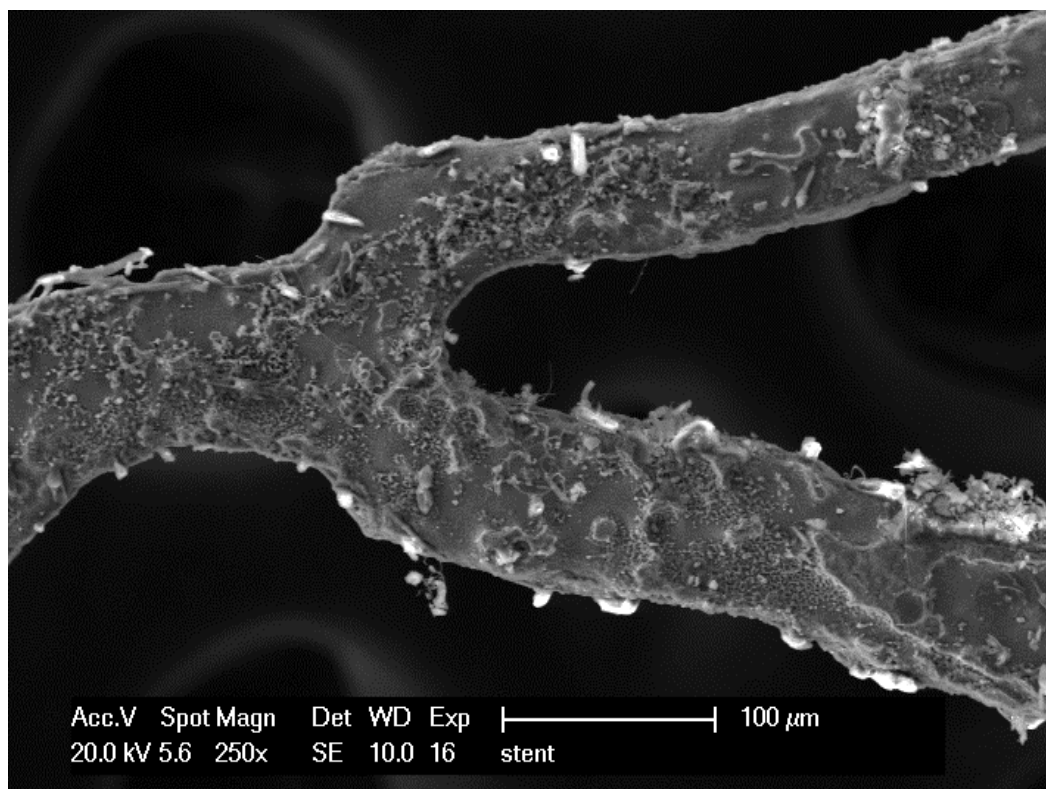
A kísérletet megismételtük a sztent jelenléte nélkül is, mert a hibát a huzal anyagában kerestük. A saválló acél huzal önmagában azonban 0,2 amper hatására is gond nélkül polírozódott.

Nitinol huzallal

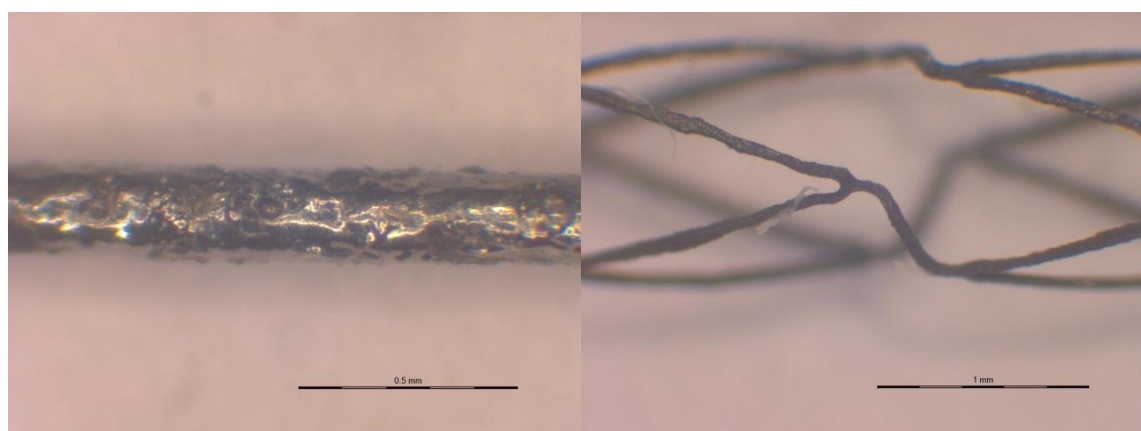
Nitinol huzal alkalmazásánál az acélhuzalnál ismertetett jelenséghez hasonló zajlott le, a sztent megfeketedett, a huzal felületének leválása lassabban ment végbe (66-68. ábra).



66. ábra. A nitinol huzal és a sztent elektropolírozás után



67. ábra. A nitinol huzal és a sztent elektropolírozás után



68. ábra. A nitinol huzal és a sztent elektropolírozás után

4.4.3.1. A kísérlet eredménye, konklúziók

A sztentmegfogó alapanyagaként a sárgaréz huzal a megfelelő, ez ugyanis nem károsította a sztentet ellentétben a saválló acéllal. Az előző fejezetben használt táblázatot kiegészítve a 10. táblázat mutatja.

1-Egyszerű kialakítás	A jó alakíthatóság miatt biztosított
2-Ne károsítsa a sztentet	Teljesül
3-Stabil tartás biztosítása	Teljesül
4-Kis affinitás az elektrolithoz	Részben teljesül, a felületen keletkező oxidok megfelelő keverés alkalmazásával lemoshatók
5-Megfelelő áramátadó képesség	Teljesül
6-Jó vezetési tulajdonságok	Teljesül
7-Olcsó	Teljesül

10. táblázat. A sárgaréz huzal eredményei

A kísérlet során tapasztaltakból levontuk a következtetéseket. A nitinol polírozása ezek szerint csak egy bizonyos áramérték felett történhet meg. A nitinol huzal viselkedése arra enged következtetni, hogy a nitinol felületi áramsűrűsége és felületének stabilitása közötti szoros kapcsolat van. Egy adott áramsűrűség hatására, a nitinol felülete megbomlik, az áramsűrűséget elegendően nagyra növelve a polírozás megfelelő mértékű lesz. Feltételezésünk bizonyítására további kísérleteket végeztünk, amelyeket egybekötöttünk a különböző sztentmegfogó kialakítások tárgyalásával. A továbbiakban ezeket ismertetjük.

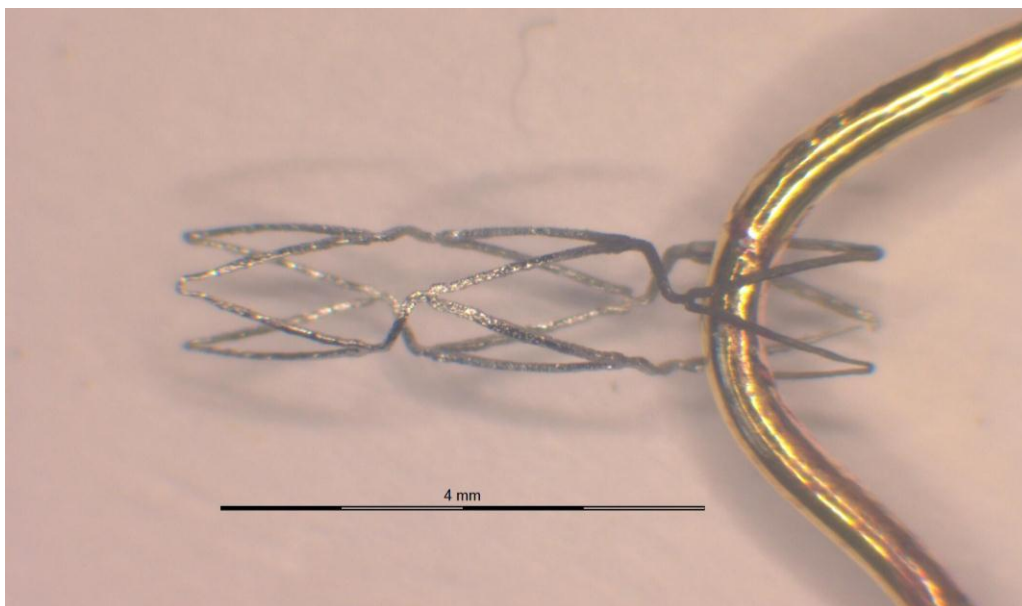
4.4.4. Sztentmegfogó kialakítások

A huzal alapanyagának kiválasztása után a lehetséges megfogó kialakítások tervezése és tesztelése következett. A kialakítások teszteléséhez az áramerősséget 1,2 amperre választottuk az ideális áramtartomány közelítése céljából, valamint a bordák drasztikus fogyását is el kívántuk kerülni. Az elektrolit keringetését 250 fordulat/perc-re növeltük az oxidréteg lemosása érdekében. A polírozási időt 20 másodpercre állítottuk be.

4.4.4.1. Szélső szegmensen átmenő, sztent középvonalára merőleges megfogás

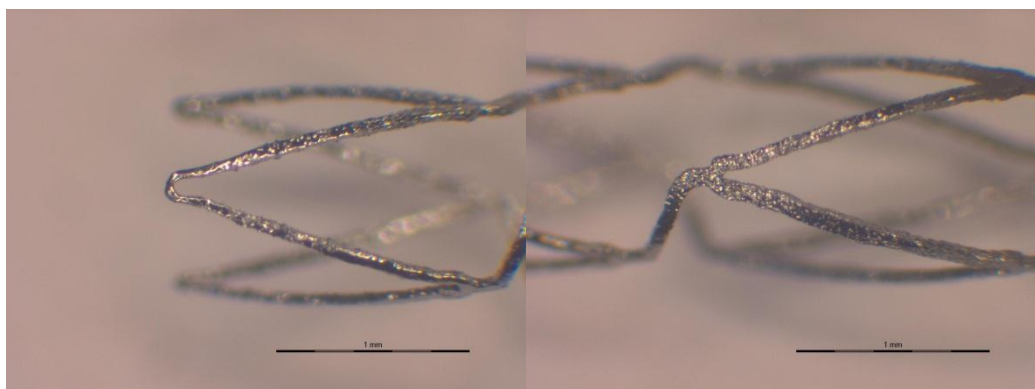
Az első kísérletünkben az áram sztenthez vezetését a 6679980 B1 szabványban ismertetett módhoz hasonlóan oldottuk meg. A sztentek elektropolírozása részben ismertetett, ausztenites acél sztentek polírozásáról szóló cikkek is ezt a megoldást alkalmazzák.

A 69. ábra a sztentmegfogót és a rajta elhelyezett sztentet ábrázolja.



69. ábra. Szélső szegmensén átmenő, sztent középvonalára merőleges megfogás

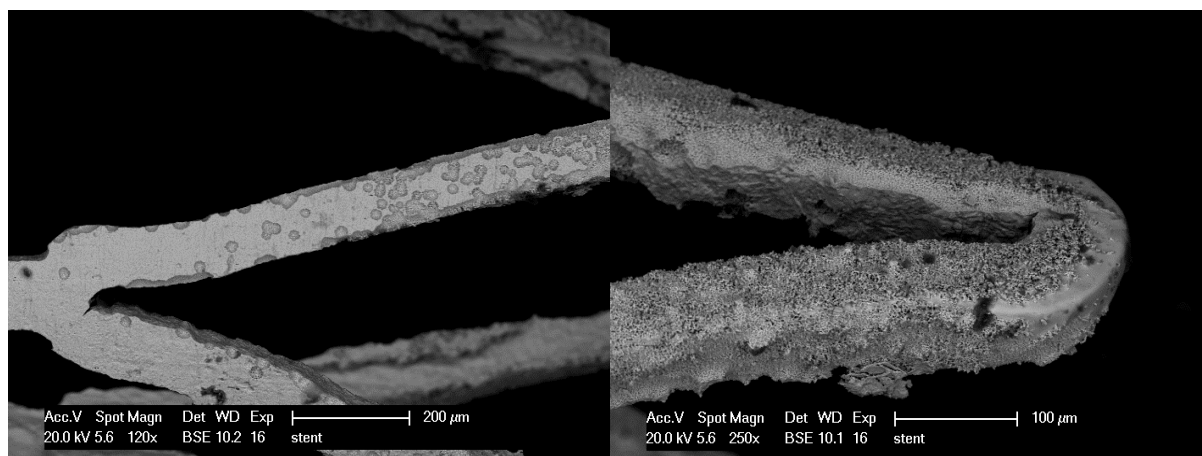
A polírozást követően annak eredményét sztereomikroszkóppal és pásztázó elektronmikroszkóppal vizsgáltuk (70. ábra, 71. ábra).



70. ábra. Szélső szegmensén átmenő, sztent középvonalára merőleges megfogással polírozott sztent sztereomikroszkópos képei

A képeken jól látszik a sztent egyenlőtlen polírozottsága. A befogástól távolabbi vég a legjobban polírozott, a polírozottság a befogás helye felé fokozatosan csökken. A közvetlenül a befogás helyénél elhelyezkedő bordák egyáltalán nem polírozódtak.

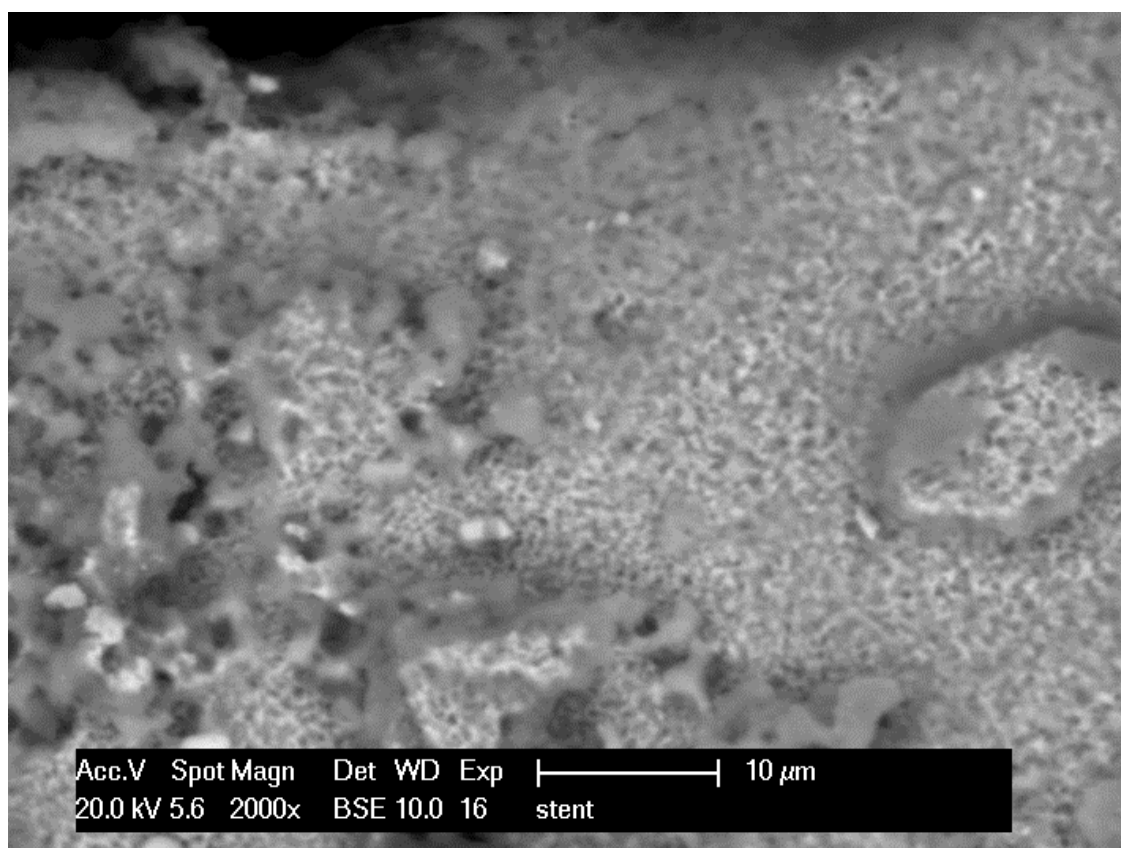
A jelenség részletesebb vizsgálatával igazolhatjuk az előző fejezet végén tett megállapításunkat.



71. ábra. Szélső szegmensen átmenő, sztent középvonalára merőleges megfogással polírozott sztent elektronmikroszkópos képei

A pásztázó elektronmikroszkóppal készített képek még jobban szemléltetik a polírozottság fokozatos változását. Elméletünk szerint ezt a fokozatosságot a sztent felületén létrejövő egyenlőtlen áramsűrűség kialakulása hozza létre, amelynek hatására a nagyobb áramsűrűséggel rendelkező részek jobban, a kisebbel rendelkezők kevésbé polírozódnak, vagy meg sem történik a felület megbomlása. A vizsgált megfogásnál a sztent befogástól távolabb eső részén nagyobb áramsűrűségnek kell lennie, mint a befogáshoz közelebb esőn.

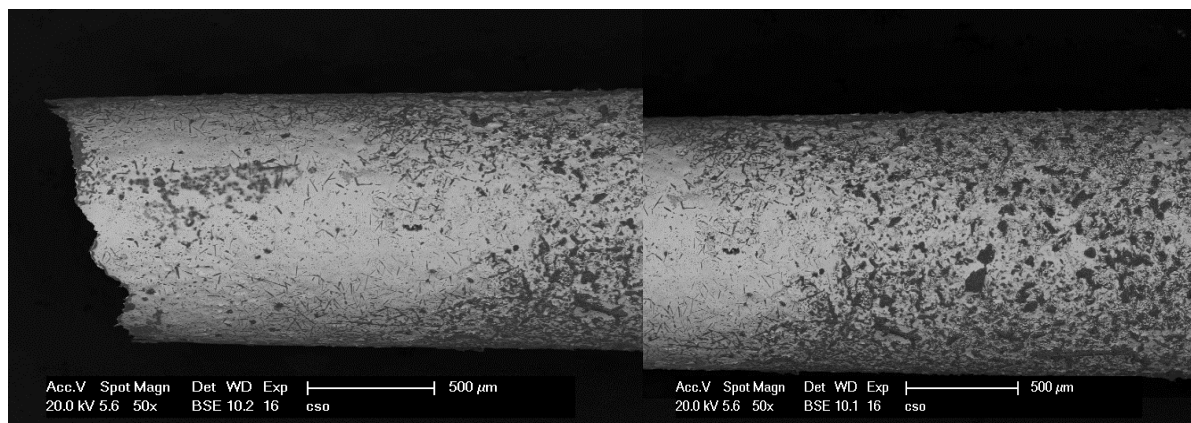
Az elmélet igazolására BSE felvételeket készítettünk a sztent bordáján látható „pöttyös” részokról (72. ábra).



72. ábra. BSE felvétel a sztent felületén található „pöttyökről”

A visszaszórt elektronsugaras felvétel rendszámkontrasztot mutatott az említett helyeken. Eszerint a felület megbomlott, oxidációja megkezdődött. A befogástól távolabb haladva a pöttyös részek hányada nő, a sztent végén szépen polírozott részek is megfigyelhetők.

Egy másik kísérletet is elvégeztünk a feltevés igazolására, amelynek során egy nitinol csőszeletet políroztunk, olyat, amelyből a sztent is készült (73. ábra).



73. ábra. Nitinol csőszelet elektropolírozás utáni elektronmikroszkópos képei

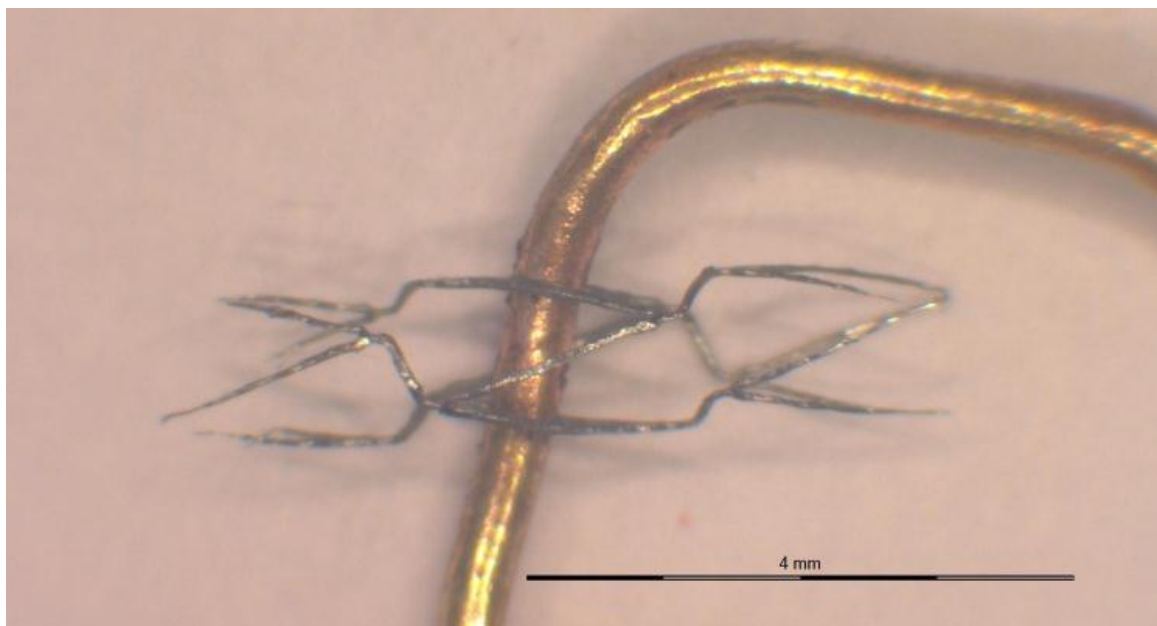
Polírozáskor az áramot a csőre kapcsoltuk, végét az elektrolitba merítettük. Nyilvánvalóan a cső végén alakul ki a legnagyobb áramsűrűség, és a legnagyobb fokú polírozottság is itt figyelhető meg. A polírozás után készült BSE felvételeken szintén látható rendszámkontraszt.

Természetesen a vizsgálatnál nem tekinthetünk el az elektrolit keverésének hatásától sem, de önmagában a keverés nem magyarázná a tapasztaltakat.

A jelenség akkor is megfigyelhető, ha a megfogás a középső szegmensben történik.

4.4.4.2. Középső szegmensben átmenő, sztent középvonalára merőleges megfogás

Ez a kialakítás nagyban hasonlít az előzőre, azonban itt a megfogás a középső szegmensben átmenő megfogóval történik (74. ábra). A polírozás ez esetben is egyenlőtlen, a befogástól távolabb eső részek jobban polírozottak.



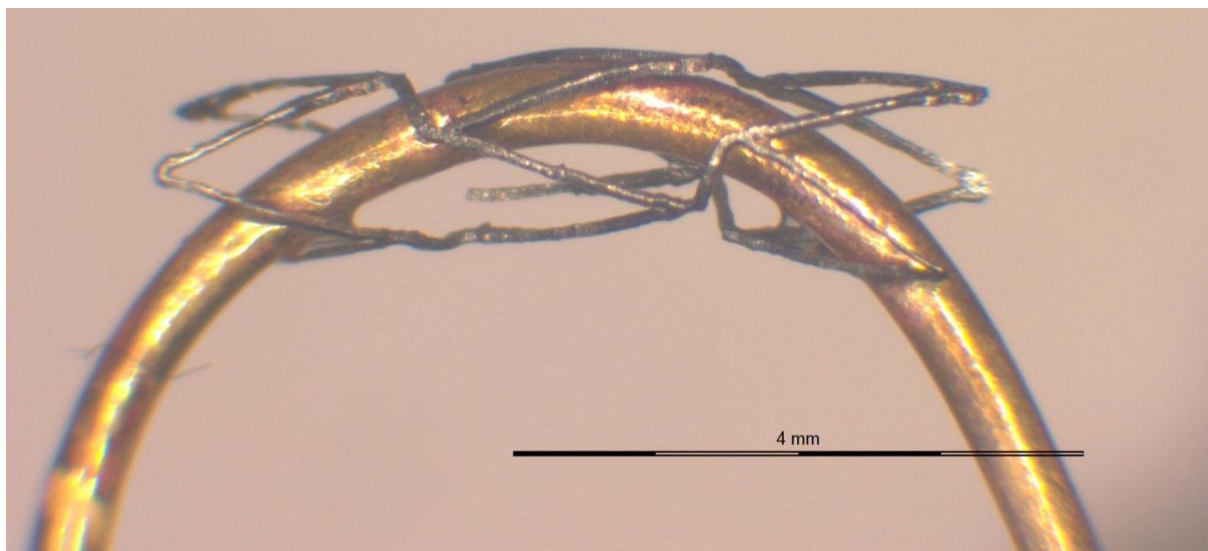
74. ábra. Középső szegmensén átmenő, sztent középvonalára merőleges megfogás

Konklúziók

Az előbbieken bemutatott megfogók teszteléséből származó tapasztalatok irányadóak a további tervezés szempontjából. A sztentmegfogó kialakításának olyannak kell lennie, hogy minél egyenletesebb áramsűrűség keletkezzen a sztent felületén. A tervezés kiindulásaként használt szabadalom, és cikkek által használt elrendezés tehát nem megfelelő. Bognár Eszter, és Jónás Dávid munkáiban bemutatott sztentmegfogók sem tesznek eleget a megfogalmazott törekvésnek. A 7776189 B2 számú szabadalom megoldása bonyolultsága miatt nem megvalósítható, a közel 1 milliméter belső átmérőjű sztenthez a szabadalom szerint javasolt sztentmegfogó gyártása a kiválasztott sárgaréz huzalból kivitelezhetetlen.

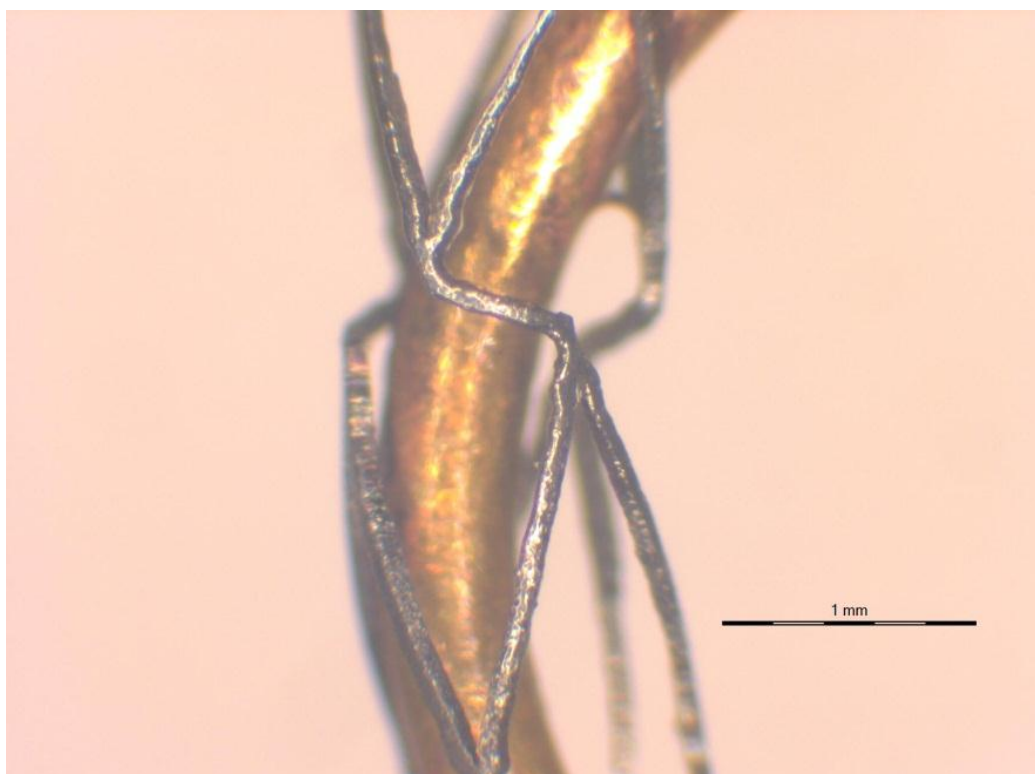
4.4.4.3. Sztent tengelyén mentén átmenő megfogás egyoldali árambevezetéssel

A következőkben az előbbi megállapításnak eleget tevő sztentmegfogó kialakítására törekedtünk. A sztent tengelyén áthúzott, majd meghajlított huzalból olyan sztentmegfogót alakítottunk ki, amely 3 helyen érintkezik a sztenttel (75. ábra). Az áramot a huzalnak csak az egyik végére kapcsoltuk rá.



75. ábra. Sztent tengelye mentén átmenő megfogás egyoldali árambevezetéssel

Az egyoldali árambevezetés egyenletlen polarizációt eredményezett a sztent felszínén, de az előzőekhez képest több helyen, és egyenletesebben jelentek meg a polírozott részek (76. ábra, 77. ábra).



76. ábra. Sztent tengelye mentén átmenő megfogás egyoldali árambevezetéssel polírozott sztent, szépen polírozott rész

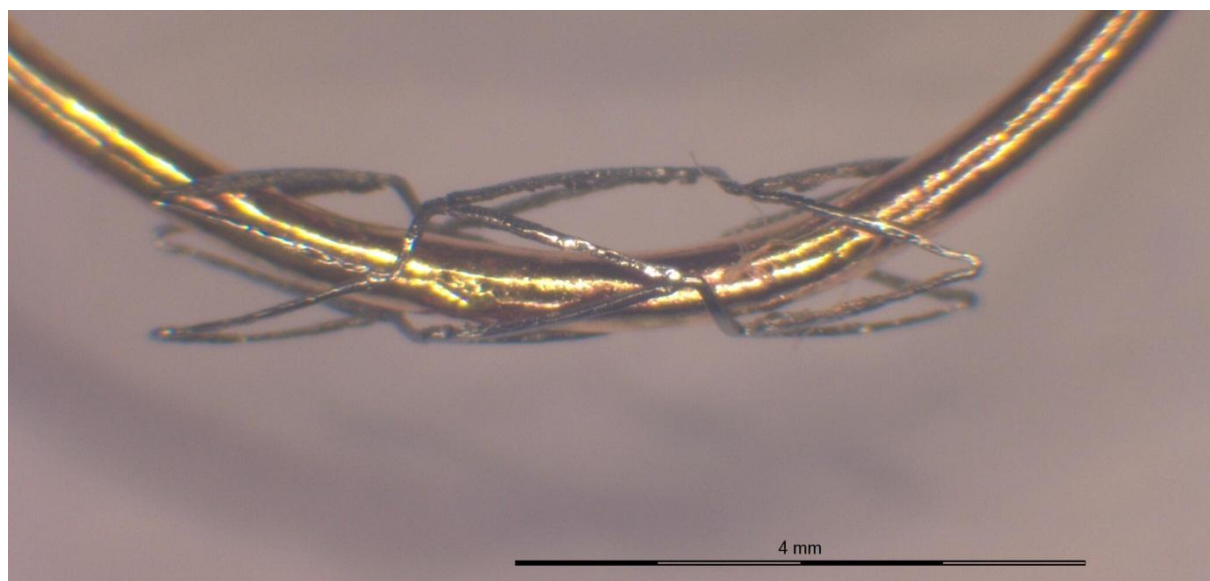


77. ábra. Sztent tengelye mentén átmenő megfogás egyoldali árambevezetéssel polírozott sztent, rosszul polírozott rész

Ezt a kialakítást továbbfejlesztettük, az áramot a huzal másik végére is rákapcsoltuk.

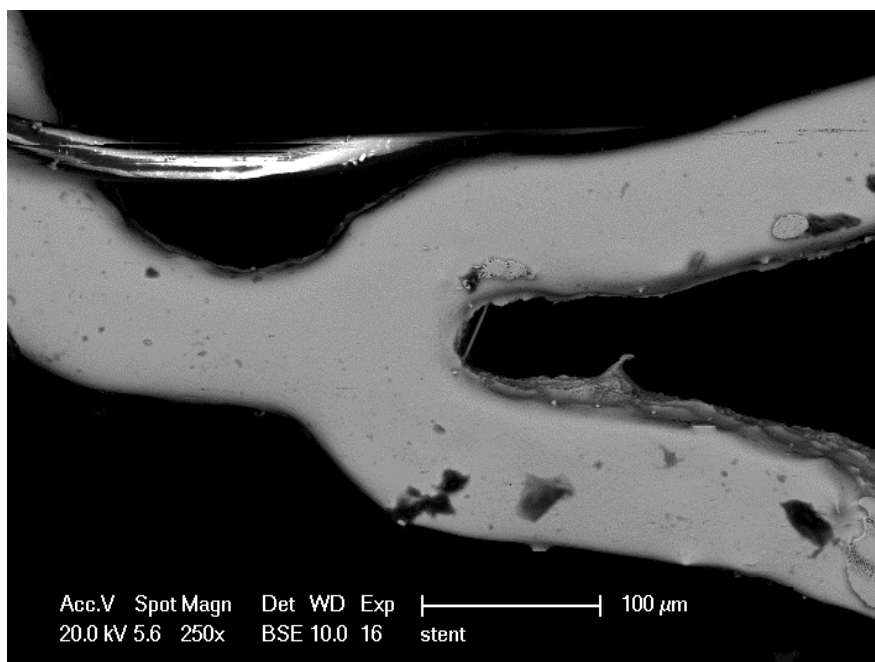
4.4.4.4. Sztent tengelyén mentén átmenő megfogás kétoldali árambevezetéssel

Az előző megoldásnál kialakult egyenlőtlen polarizációt úgy próbáltuk javítani, hogy a sztentmegfogó mindkét ágába áramot vezettünk (78. ábra).

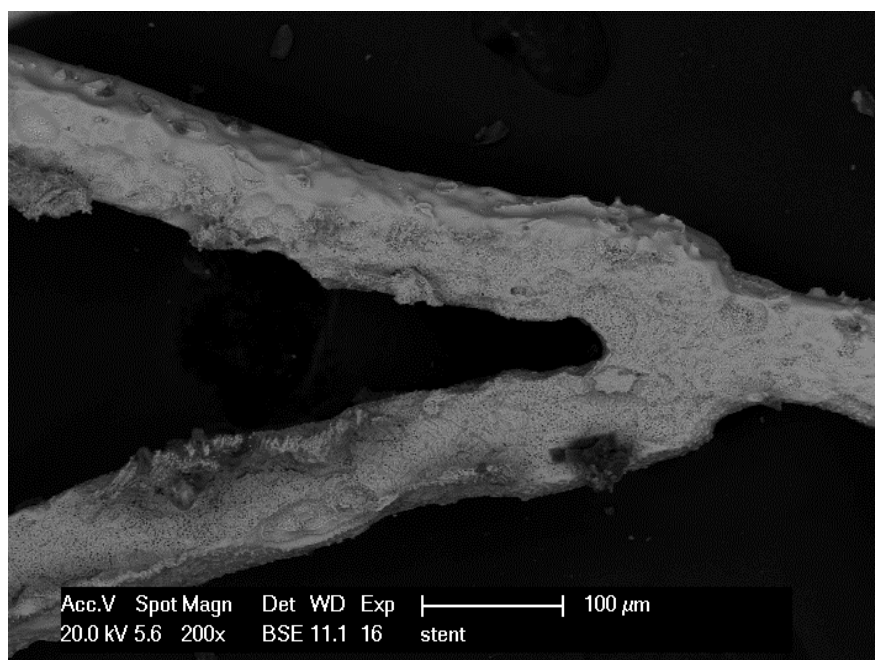


78. ábra. Sztent tengelye mentén átmenő megfogás kétoldali árambevezetéssel

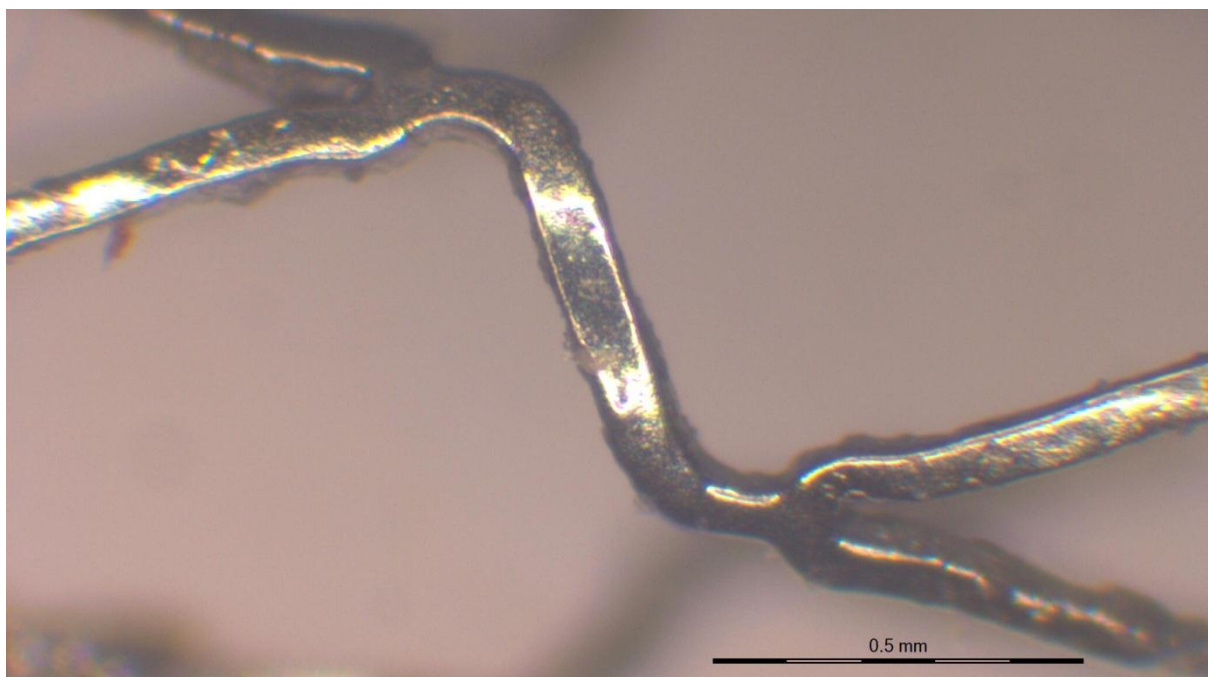
A kétoldali árambevezetés hatására nagyfokú javulást értünk el, a sztent külső felszíne mindenhol polírozódott, helyenként kifejezetten szép felület alakult ki (79. ábra, 81. ábra). A sztent belső oldala azonban alupolírozott maradt, sok helyen nem is polírozódott (80. ábra).



79. ábra. Szent tengelye mentén átmenő megfogás kétoldali árambevezetéssel polírozott sztent, szépen polírozott része

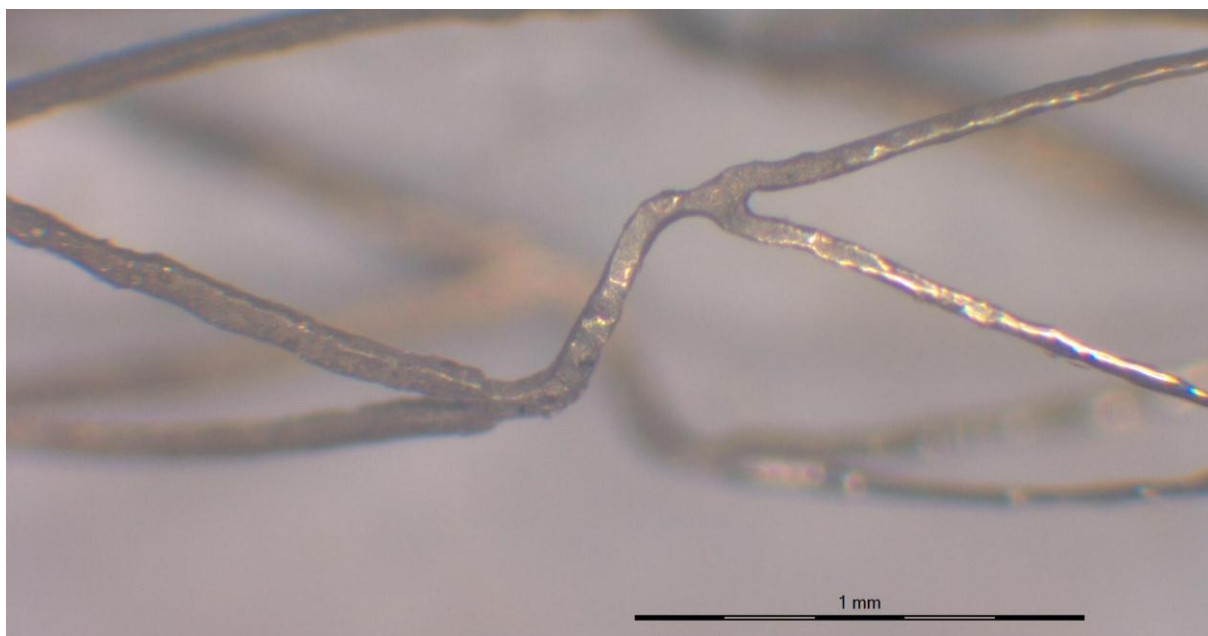


80. ábra. Szent tengelye mentén átmenő megfogás kétoldali árambevezetéssel polírozott sztent belső, rosszul polírozott része

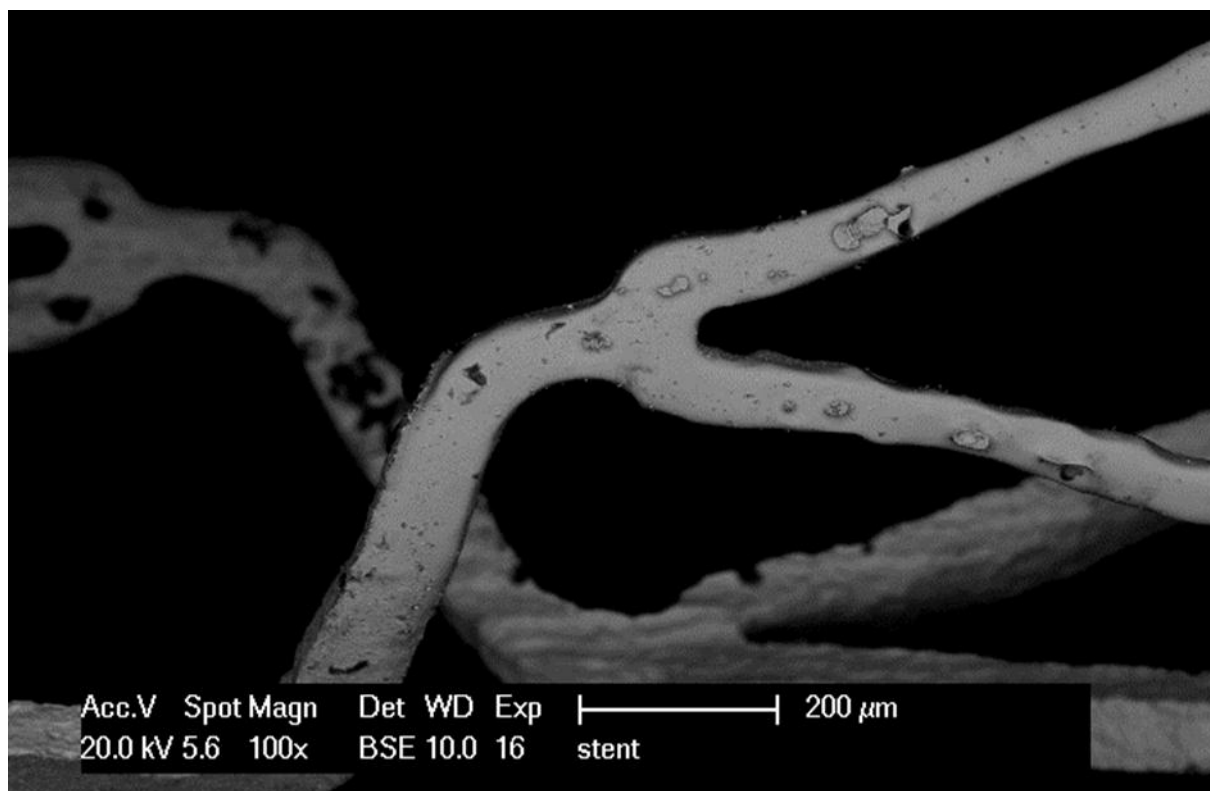


81. ábra *ábra. Szent tengelye mentén átmenő megfogás kétoldali árambevezetéssel polírozott sztent, szépen polírozott része*

Az elért eredményt megpróbáltuk reprodukálni (82. ábra, 83. ábra).



82. ábra *ábra. Szent tengelye mentén átmenő megfogás kétoldali árambevezetéssel polírozott sztent reprodukálhatósági kísérlete*



83. ábra. Szent tengelye mentén átmenő megfogás kétoldali árambevezetéssel polírozott sztent reprodukálhatósági kísérlete

Azt tapasztaltuk, hogy a huzal felületén kialakuló oxidréteg nagyban gátolja a reprodukálhatóságot, de a sztent külső felszínének polírozottságát a két reprodukálási kísérlet során is sikerült elérnünk.

A kétoldali árambevezetést az első két bemutatott kialakításnál is kipróbáltuk, de azoknál nem figyeltünk meg változást az ismertetett tapasztalatokhoz képest.

A sztent belső felszínének polírozatlansága a kialakítás továbbfejlesztésére ösztönzött minket.

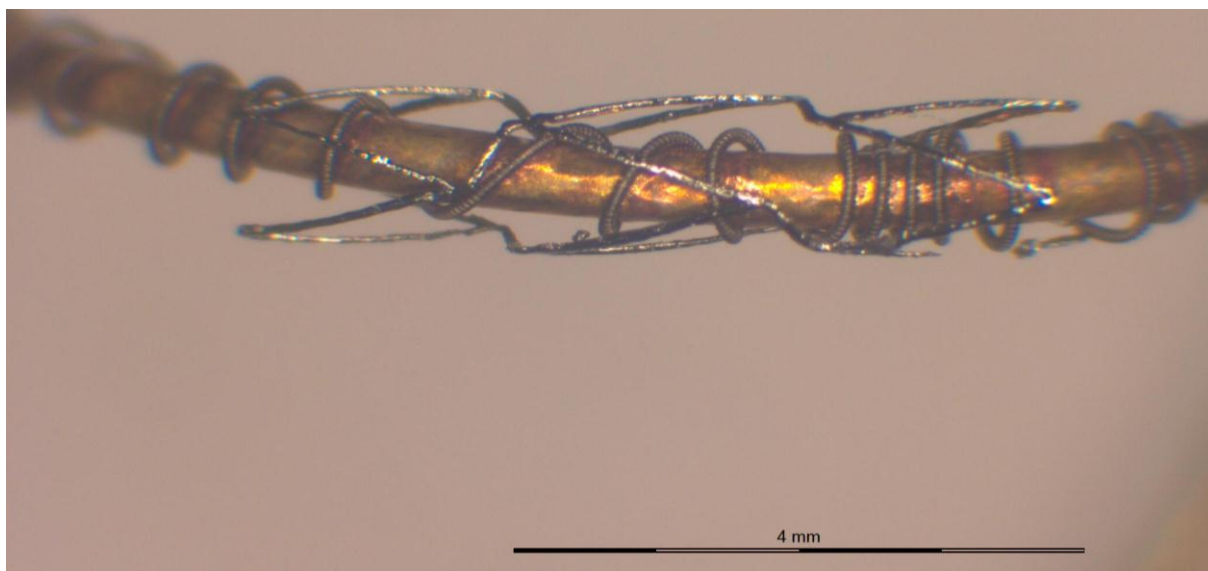
4.4.4.5. Szent tengelyén átmenő megfogás, kombinált huzalanyaggal, kétoldali árambevezetéssel

A sztent biokompatibilitásának fontos részét képezi a hemokompatibilitás. Ezt elsősorban a sztent belső felszínének tulajdonságai határozzák meg. Mivel előző kísérleteink során a sztent belső felszínét nem tudtuk megfelelően polírozni, annak hemokompatibilitása nem lett megfelelő, így mindenképpen megoldást kellett találni a problémára.

A megoldást keresve áttekintettük eddigi eredményeinket. Az első kísérletben ismertetett eredményeket vizsgálva megfigyeltük, hogy a térben középpontos köbös kristályrácsú huzalanyagokkal történt sztentmegfogásnál a sztent belső fele is polírozódott. Ezek közül a wolfram és a nitinol anyagú huzalok nem tudták megfelelően továbbítani az áramot a sztentnek, a molibdén huzal felületén kialakult, felületre jól tapadó oxidréteg miatt a mérés reprodukálhatósága megoldhatatlan volt. Ezenkívül a nitinol huzalok saját felületén a sztent felületén tapasztaltakkal megegyező felületbomlás is hátrányos volt.

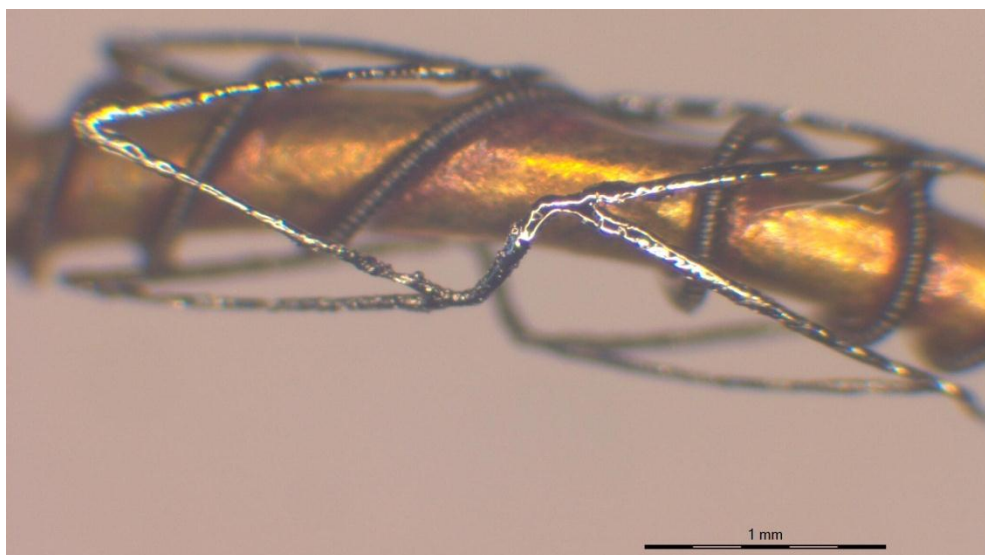
A wolfram huzalról megállapítottuk, hogy felülete a polírozás folyamán végig stabil marad.

Ezek tükrében megszületett egy új, több anyagból álló sztentmegfogó ötlete. Úgy gondoltuk, hogy ha a wolfram és a sztent között megoldjuk az áramátadódás problémáját, akkor megoldható a belső felület polírozatlanságának problémája. Amint azt már megállapítottuk, a wolfram huzal nem rendelkezik önmagában elég nagy merevséggel, hogy jó kontaktus jöhessen létre közte és a sztent között. Ezért a vékony wolframhuzalt a sárgaréz huzalra tekercseltük (84. ábra). A rendszerben a két huzal előnyös tulajdonságait ötvöztük.



84. ábra. Szent tengelye mentén átmenő megfogás kombinált huzalanyaggal, kétoldali árambevezetéssel

A sztentmegfogó tesztelésének eredményeit az 85. ábra és az 86. ábra szemlélteti.

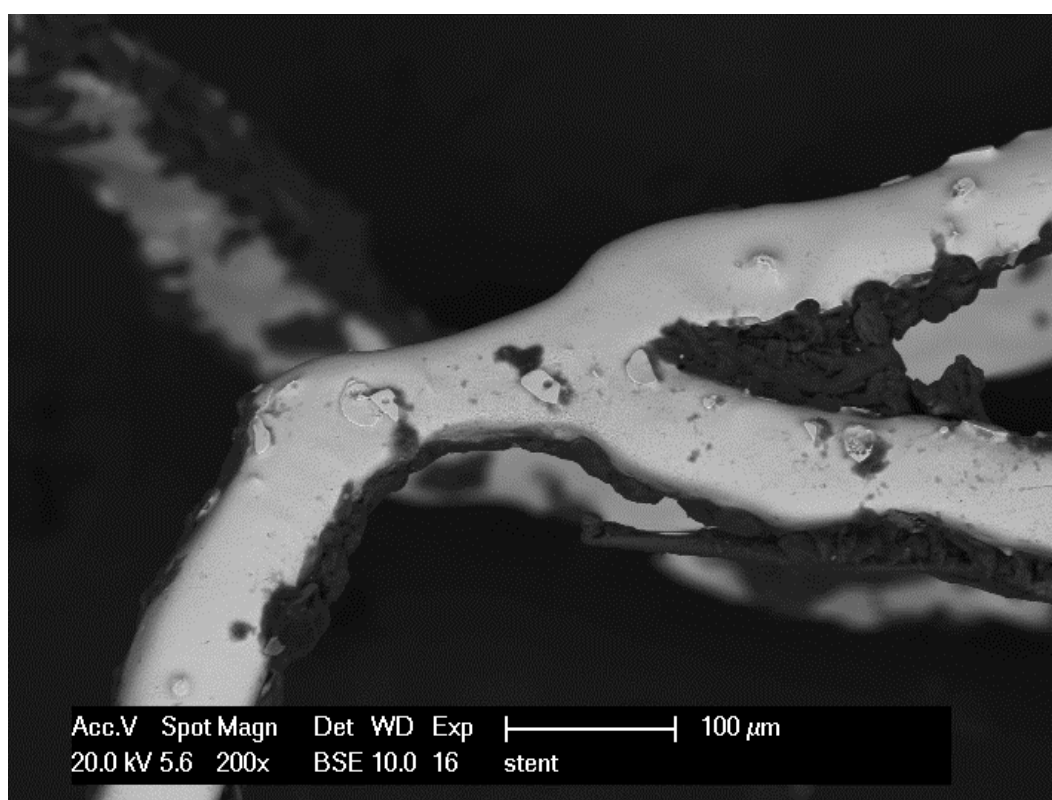


85. ábra. Szent tengelye mentén átmenő megfogás kombinált huzalanyaggal, kétoldali árambevezetéssel polírozott sztent sztereomikroszkópos képe

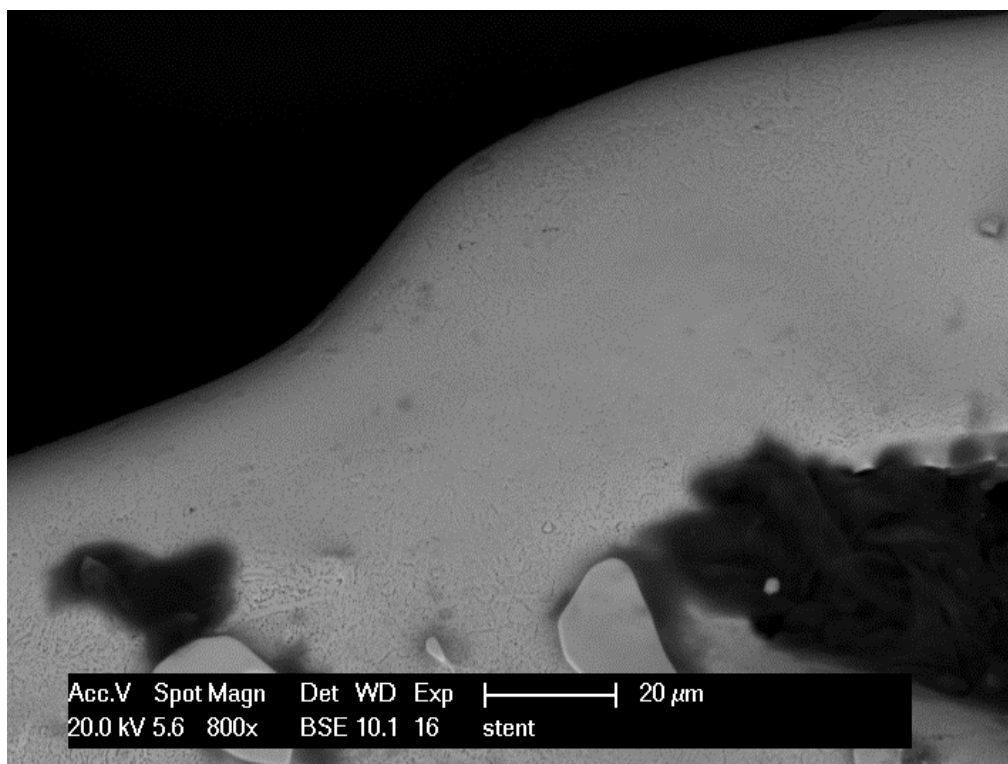


86. ábra. Szent tengelye mentén átmenő megfogás kombinált huzalanyaggal, kétoldali árambevezetéssel polírozott sztent sztereomikroszkópos képe

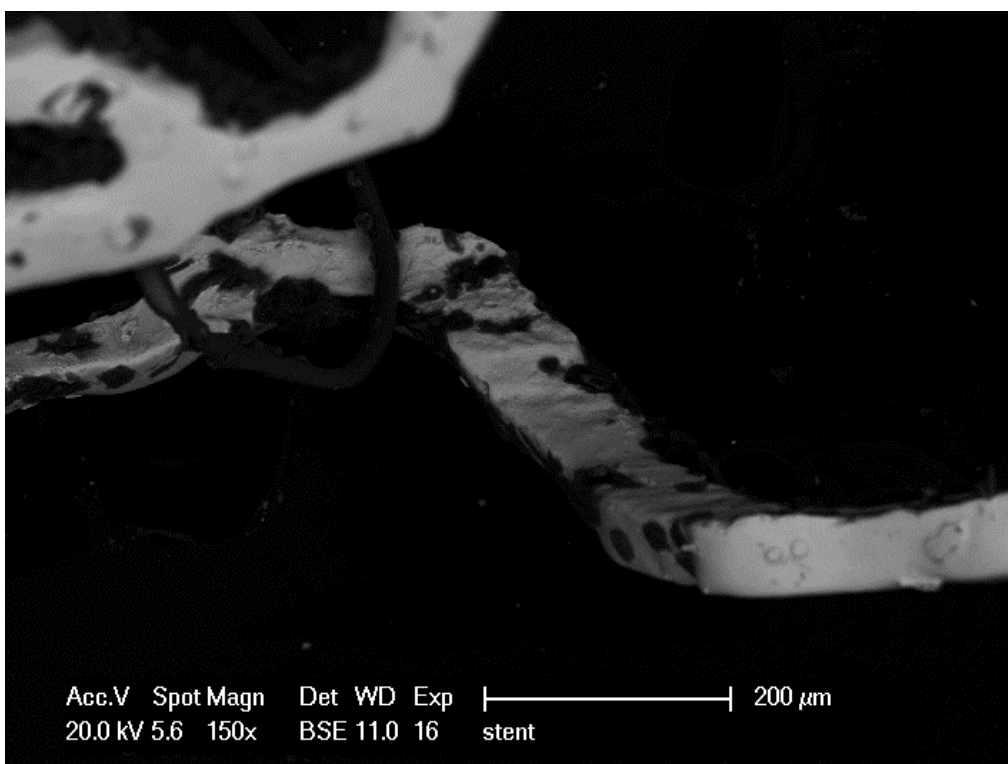
A pásztázó elektronmikroszkóppal készített képeken jól látszik, hogy nagyon jó minőségű felületet állítottunk elő (87. ábra, 88. ábra, 89. ábra).



87. ábra. Szent tengelye mentén átmenő megfogás kombinált huzalanyaggal, kétoldali árambevezetéssel polírozott sztent



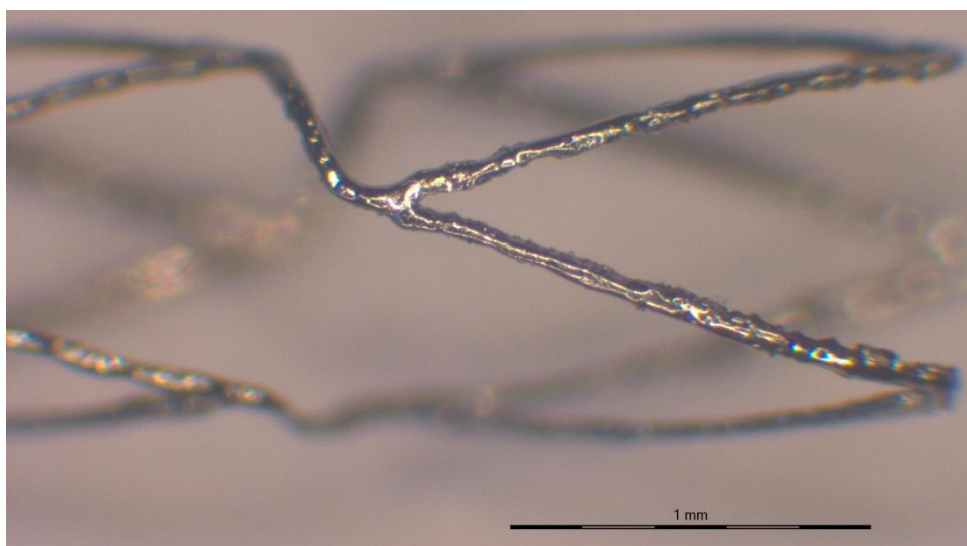
88. ábra. Sztent tengelye mentén átmenő megfogás kombinált huzalanyaggal, kétoldali árambevezetéssel polírozott sztent elektronmikroszkópos képei



89. ábra. Sztent tengelye mentén átmenő megfogás kombinált huzalanyaggal, kétoldali árambevezetéssel polírozott sztent belső felülete

Reprodukálhatóság

Az elért eredményt reprodukálhatósága kulcsfontosságú a technológia szempontjából, ezért újabb sztentet vetettünk alá a módszernek (90. ábra).



90. ábra. Szent tengelye mentén átmenő megfogás kombinált huzalanyaggal, kétoldali árambevezetéssel polírozott sztent reprodukálhatósági kísérletének sztereomikroszkópos képe

Azt tapasztaltuk, hogy az elért eredmény teljes mértékben reprodukálható.

Értékelés

A rendszer tulajdonságainak részletes vizsgálatát a 11. táblázat szemlélteti.

1-Egyszerű kialakítás	Az anyagok jó alakíthatósága miatt biztosított.
2-Né károsítsa a sztentet	Teljes mértékben teljesül, a wolfram huzal felülete stabil, és eltartja a sztentet a sárgaréz felületén képződő, felületre amúgy is rosszul tapadó oxidrétegtől, így az oxidréteg a reprodukálhatóságot sem zavarja.
3-Stabil tartás biztosítása	Az összes közül a legjobban teljesül, a wolframtekercselés több, kis érintkezési felületen fogja a sztentet, így az nem képes elmozdulni.
4-Kis affinitás az elektrolithoz	A wolfram huzalnál teljes mértékben teljesül, a wolfram huzal eltartja a sárgaréztől a sztentet, így annak felületén kialakuló oxidréteg nem zavaró, keveréssel lemosható.
5-Megfelelő áramátadó képesség	Teljes mértékben teljesül, a wolfram huzal és a sztent közötti több, kis felületű és szoros érintkezésen. A wolfram huzal „áramellátását” az áramforrás mellett a kitűnő vezetési tulajdonságokkal bíró sárgaréz segíti.
6-Jó vezetési tulajdonságok	Teljes mértékben teljesül, a sárgaréz vezetési tulajdonságai kitűnőek, amelyeket a wolfram huzal kis átmérője és egyenletes áramfelvétele miatt nem ront számottevően.
7-Olcsó	Teljesül, a rendszer alacsony költséggel előállítható, a wolframhuzal újrahasználható, a sárgaréz huzal elhasználódás esetén alacsony költséggel pótolható.

11. táblázat. A rendszer tulajdonságainak részletes vizsgálata

Konklúzió

A kombinált sztentmegfogóval nagyon jó és reprodukálható eredménnyel tudtunk sztentek teljes felületét polírozni. Az elektronmikroszkópos képen látható, hogy a felületen nagyon kis méretű porozitások vannak. Ezekre a szakirodalmakban is találtunk utalásokat, egyes esetekben előnyösek lehetnek, ugyanis ezek segítik a passzív bevonatok felvitelét a sztent felületére a még jobb biokompatibilitás elérése céljából [68], de elképzelhető, hogy aktív bevonatok felvitelére és tárolására is alkalmasak.

A sztentek felszínén megjelenő kiálló részek kialakulása további vizsgálatok elvégzését teszi szükségesé, ez azonban nem célja ennek az írásnak. Az azonban a pásztázó elektronmikroszkópos képek alapján kijelenthető, hogy ezek a részek is megfelelően polírozottak.

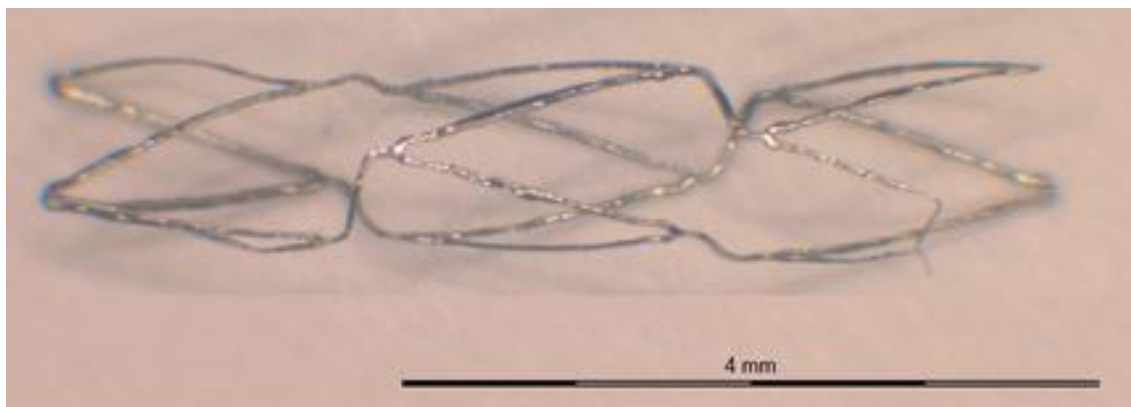
A sztentmegfogó tervezése után további kísérleteket végeztünk.

4.5. Optimális polírozási paraméterek kimérésére alkalmas áramtartomány meghatározása

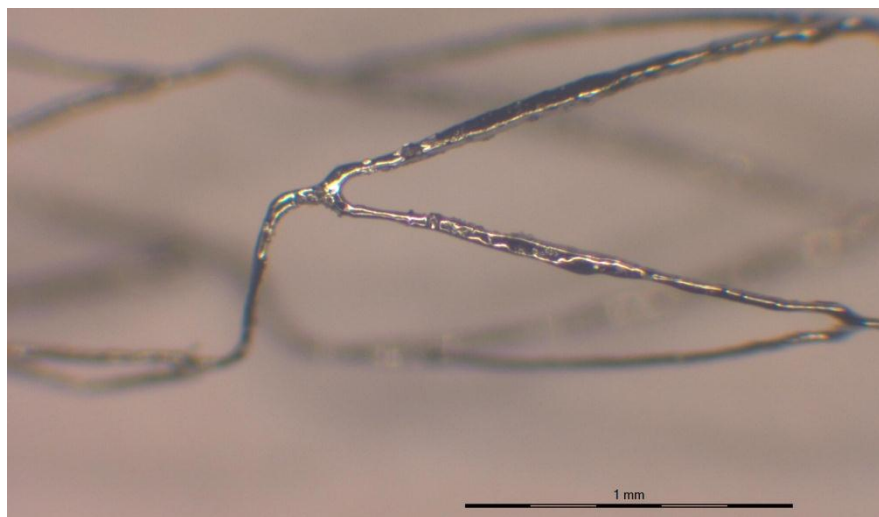
Mint azt az előzőekben bemutattuk 1,2 amperes áramerősséggel és 20 másodperces polírozási idővel igen jó eredménnyel políroztunk sztenteket. Ez azonban nem jelenti azt, hogy ezek a paraméterek a legideálisabbak. A következőkben bemutatásra kerülő kísérlettel célunk egy olyan áramtartomány meghatározása volt, amelyen belül további mérésekkel meghatározhatóak a legideálisabb paraméterek.

A mérést úgy végeztük el, hogy az áramot a beállítható legkisebb értékről addig növeltük, amíg az eddigi sikeres polírozáskor tapasztaltak nem jelentkeztek a polírozó cellában, a kísérlet során tehát főként eddig megszerzett tapasztalatainkra támaszkodtunk. Megfigyeléseink szerint 0,3 amperes áramerősség alatt a nitinol sztent polírozása nem megy végbe. Az áramerősséget 0,3 amperre állítva a megszokott gázfejlődés és a sztent anyagának beoldódása megfigyelhető volt. A mérést 30 másodpercig folytattuk 250 fordulat/másodperces keverés mellett.

A kísérlet eredményét a 91-96. ábra szemlélteti.



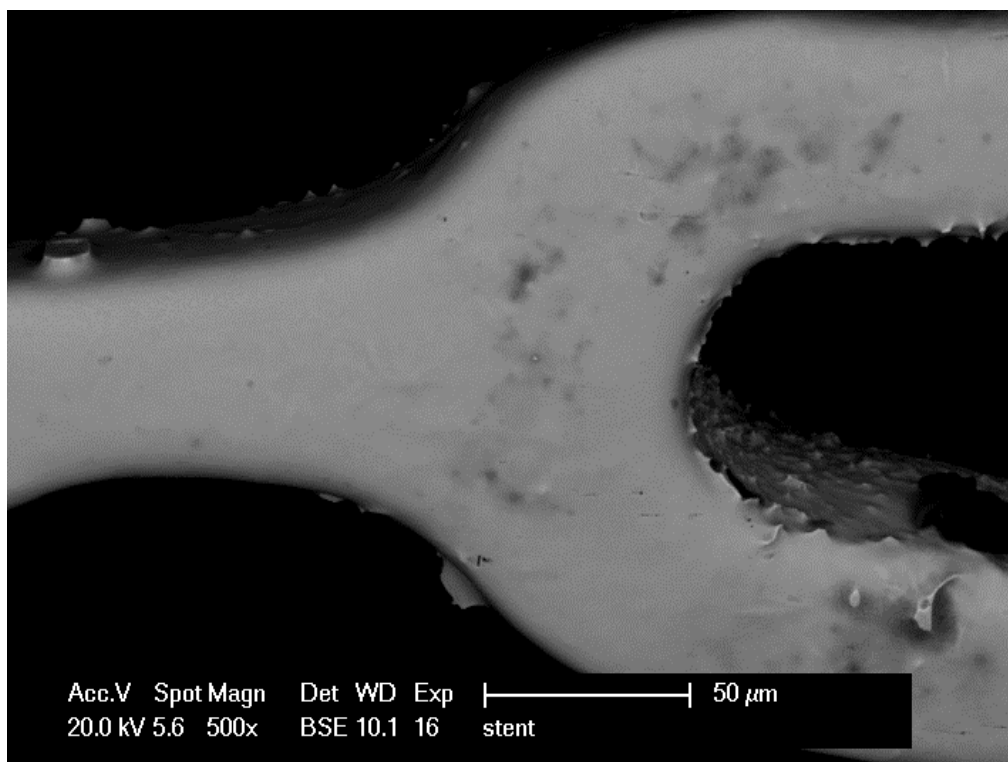
91. ábra. 0,3 amperes áramerősséggel elektropolírozott sztent sztereomikroszkópos képe



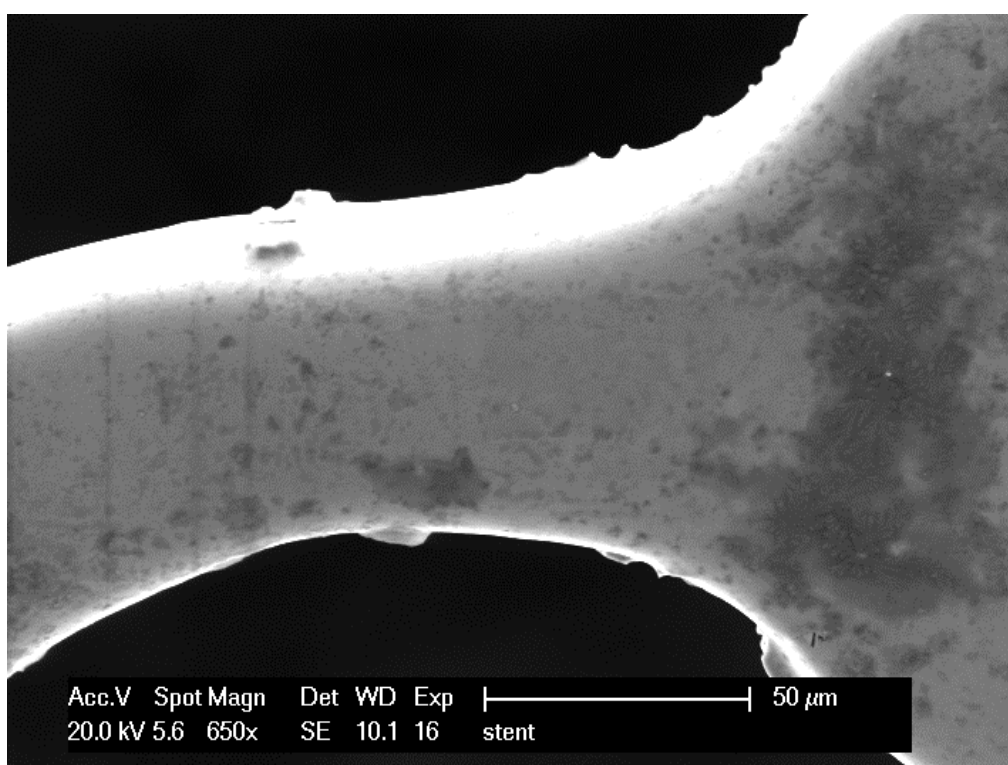
92. ábra. 0,3 amperes áramerősséggel elektropolírozott sztent sztereomikroszkópos képe



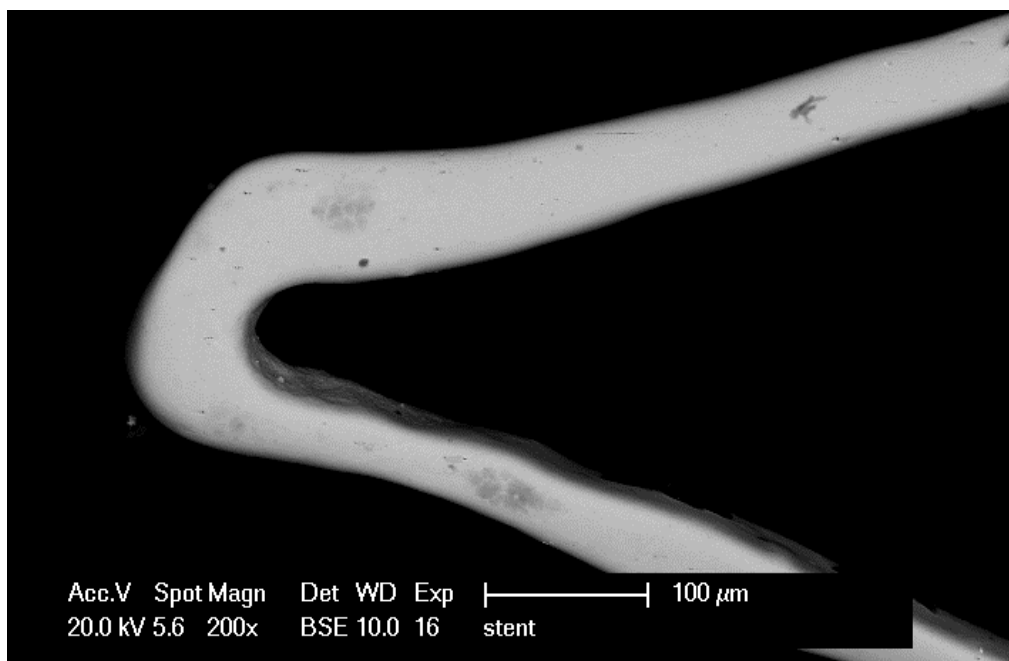
93. ábra. 0,3 amperes áramerősséggel elektropolírozott sztent elektronmikroszkópos képe



94. ábra. 0,3 amperes áramerősséggel elektropolírozott sztent elektronmikroszkópos képe



95. ábra. 0,3 amperes áramerősséggel elektropolírozott sztent elektronmikroszkópos képe

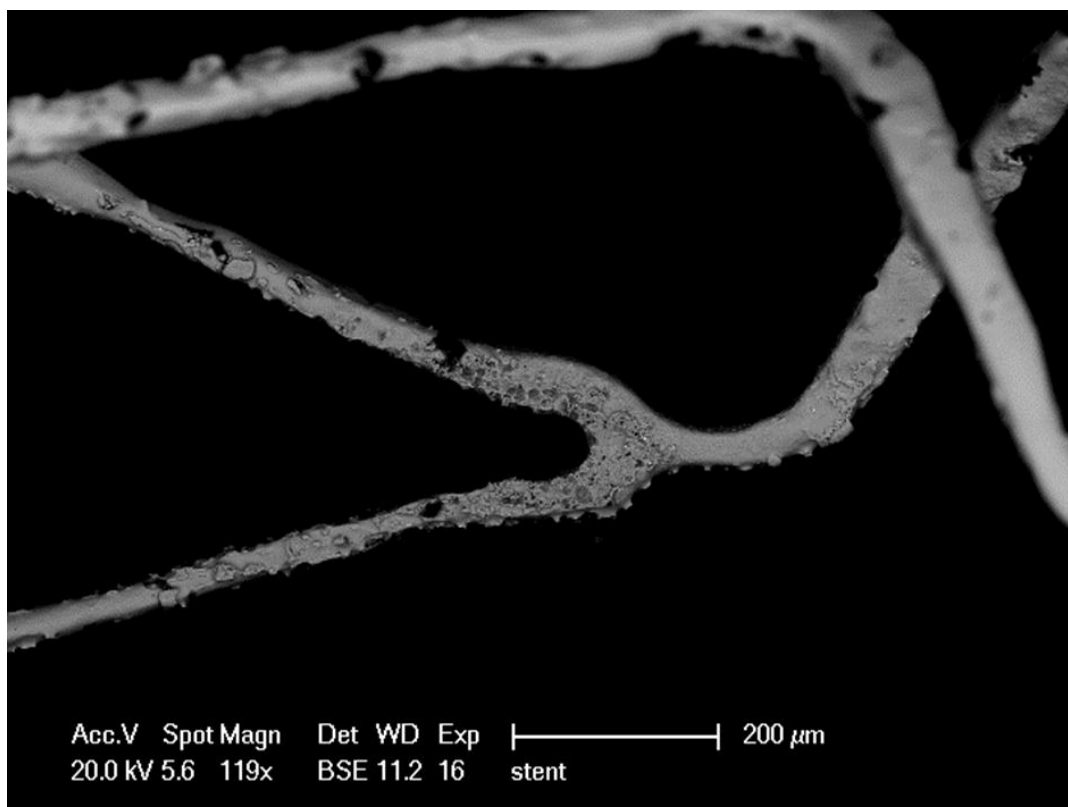


96. ábra. 0,3 amperes áramerősséggel elektropolírozott sztent elektronmikroszkópos képe

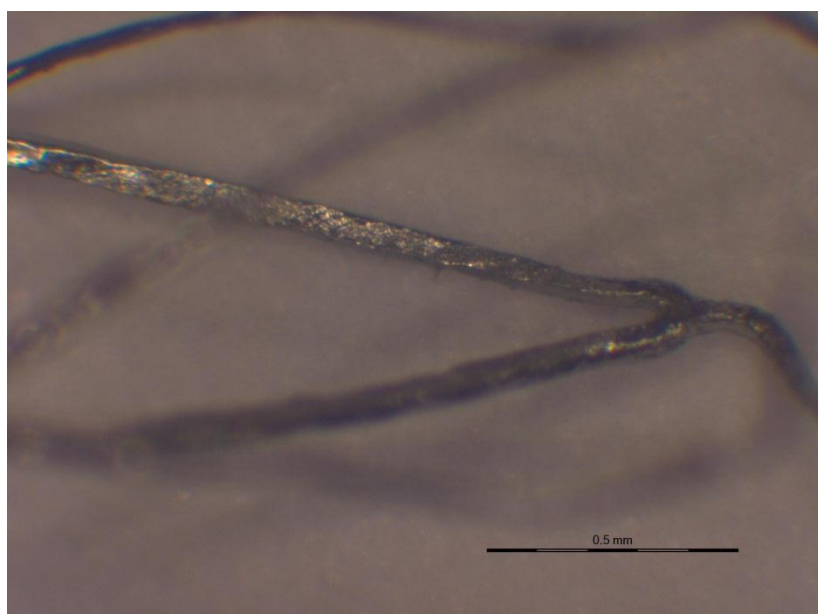
Látható, hogy a kísérlet során ismét egy nagyon jó minőségű polírozott felületet hoztunk létre.

Konklúzió

Az előbbiekben ismertetett méréssel meghatároztuk azt az áramtartományt, amelyen belül meghatározhatóak a polírozás optimális paraméterei. Az optimális paraméterek meghatározását egy másik TDK-dolgozat keretében kívánjuk elvégezni a jövőben. A meghatározott áramtartomány 0,3-1,4 amper. A két szélső értéken a polírozás már nem megfelelő, 0,3 ampernél olyan részek is találhatók a sztenten, amelyek nem polírozódtak, 1,4 ampernél fennáll a túlpolírozottság veszélye, amely a bordák alakjának torzulásához, túlzott elvékonyodásához, szélsőséges esetben elfogyásához vezethet (97. ábra, 98. ábra).



97. ábra. 0,3 amperes áramerősséggel elektropolírozott sztent elektronmikroszkópos képe, rosszul polírozott belső bordarész



98. ábra. 0,3 amperes áramerősséggel elektropolírozott sztent sztereomikroszkópos képe, rosszul polírozott belső bordarész

A polírozási kísérleteink bemutatás után annak záró lépését mutatjuk be.

4.6. Polírozás utáni tisztítási eljárás

Mint azt a kísérletek bemutatása során láthattuk a sztentek felületén szinte minden esetben valamilyen lerakódás keletkezett. A mikroszkópi képeken világos színű lerakódások az elektrolitból a polírozás hatására kiváló sók, a sötét színű kiválások valószínűleg a sztent felületének megbomlásakor keletkeznek, titán- és oxigéntartalmuk ugyanis magas. Ezekre a megállapításokra a pásztázó elektronmikroszkópi vizsgálat eredményei engednek következtetni.

A kiválások megjelenése indokoltá teszi a sztentek polírozás utáni tisztítását. Kísérleteink után a sztenteket ultrahangos tisztítóban 3 percig desztillált vízben, majd 3 percig acetonban tisztítottuk (99. ábra). Ez az eljárás megfelelően letisztította a sztent felületét.



99. ábra. Az ultrahangos tisztító berendezés

5. Összefoglalás, további terveink

Kutatásunk során kidolgoztunk egy erős savakat nélkülöző polírozási eljárást nitinol sztentek elektropolírozásához. Kísérleteink során egy teljesen új elektrolittal dolgoztunk, amelyről a feldolgozott szakirodalomban nem tesznek említést.

A meghatároztuk a nitinol felületén polírozás hatására végbemenő változásokat, és a változások összefüggését a polírozás paramétereivel.

A nitinol felületének polírozása érdekében több sztentmegfogót terveztünk, majd ezeket teszteltük. A kísérlet során különböző anyagú huzalokat vizsgáltunk, majd kiválasztottuk a legmegfelelőbbet a sztentmegfogó kialakításához. A tervezésnél arra törekedtünk, hogy az áramot minél egyenletesebben vezessük a sztent felületére, hogy a sztenten a felületi áramsűrűség minél egyenletesebb legyen, és így egyenletes és teljesen polírozott felületet kapjunk.

Kialakítottunk egy olyan sztentmegfogót, amelynek egyszerű kialakítása lehetővé teszi a rendkívül kisméretű sztent egyszerű és sérülésmentes felhelyezését illetve eltávolítását, és segítségével nagyon jó minőségű felületet tudunk előállítani. Eredményeinket reprodukálni is tudtuk.

Az általunk tervezett sztentmegfogó segítségével meghatároztunk azt az áramtartományt, amelyen belül részletesebb vizsgálattal meghatározhatóak a polírozás legideálisabb paramétere.

Meghatároztunk egy olyan tisztítási eljárást, amellyel a polírozást követően megfelelő tudjuk tisztítani a sztenteket.

Kísérleteink során figyelmen kívül hagytuk az elektrolit hőmérsékletének, az elektrolit keverésének és a sztent elektroliton belüli pozíciójának befolyásoló hatását. A sztentek elektroliton belüli pozícionálását az egyes kísérleteknél nem ismertettük külön-külön. Ezt minden esetben ugyanúgy végeztük, a sztentet az elektrolit felszínének közelébe, a katód által meghatározott henger középvonalától kis mértékben eltérve helyeztük el az elektrolit keverésének jobb érvényesülése céljából.

A nitinol sztentek elektropolírozási technológiájának jelen TDK-dolgozatunkkal csak a kezdeti lépéseit dolgoztuk ki. A polírozás optimális paramétereit, a létrehozott felületi érdesség AFM mérését, Az időben leválasztott anyagmennyiség mérését, az elektrolit áramsűrűség-feszültség diagramját, a felületi érdesség polírozási idő függését, a létrehozott felület bevonatolását, a felület nikkeltartalmának mérését és ennek csökkentését valamint a sztentek in vivo körülmények közötti resztenózisvizsgálatát a jövőben tervezzük elvégezni.

Irodalomjegyzék

- [1] Bloom D, Clayman R, McDougal E : Stents and Related Terms: A brief History. Urology, 1991, 54:767-771
- [2] Dorland's Illustrated Medical Dictionary. 27th Edition. Philadelphia, Saunders, 1988, p. 1580
- [3] Van Urk, H: „Repairing the body” in Duin, N. and Sutcliffe J. A History of Medicine from Prehistory to the Year 2020. London, Morgan Samuel, 1992, p. 235
- [4] Gillies H: Plastic Surgery of the Face. London, Oxford Univ. Pr, 1920, p. 10
- [5] Ring M: From the fertile minds of dentist, Calif Dent Assn J, 1995, 23(1): 23-28.
- [6] Cheng T: When a proper noun becomes a common noun, Amer I Cardiol. 1997, 80: 976
- [7] Hedin M: The origin of the word stent, Acta Radiologica, 1997, 38: 937-39
- [8] Bognár E: Koszorúérsztentek passzív és aktív bevonatai és bevonatolási technológiái, PhD- értekezés, 2009
- [10] US Patent: Patent number: 5484444 Date: jan. 16. 1996 Inventors: Braunschweiler R, Bachmann M
- [11] US Patent: Patent number: 5522882 Date: jan. jun. 4, 1996 Inventors: Gaterud M, Kowligi R, Khalilifard F, Banas C
- [12] US Patent, Patent number: US 2010/0234934 A1, Date: Sep. 16, 2010, Inventor: Eric Yu, Title: Balloon deployable coronary stent
- [13] S Lavine S, Meyers P: Application of New Techniques and Technologies: Stenting for Cerebral Aneurysm © 2007 The Congress of Neurological Surgeons , Clinical Neurosurgery Volume 54, 2007 //cnb00107....
- [14] Wu W , Qi M, Liu X, Yang D, Wang W: Delivery and release of nitinol stent in carotid artery and their interactions: A finite element analysis
- [15] US Patent: Patent number: 4637396 Date: jan. 20 1987 Inventor: Williem A. Cook
- [17] AAMI/ANSI/ISO 10993, – Biological Evaluation of Medical Devices, 1992. Part 1. Evaluation and testing.
- [18] Ratner Buddy D et al. Biomaterials Science: An Introduction to Materials in Medicine. Academic Press: San Diego, 1996.
- [19] Kannan R, Salacinski H, Vara D et al., J. Biomater. Appl., 2006, 21, 5.
- [20] Milner K, Snyder A, Siedlecki C J. Biomed. Mater. Res., Part. A, 2006, 76A, 561.

- [21] Har aH, Nakamura M, Palmaz J, Schwartz R: Role of stent design and coatings on restenosis and thrombosis
- [22] O'Brien B, Stinson J, Carroll W: Development of a new niobium-based alloy for vascular stent applications
- [23] Bognár E, Ring Gy, Dobránszky J: Koszorúérsztentek anyagvizsgálata, www.anyagvizsgaloklapja.hu 2004/4
- [24] Nitinol versus stainless steel stents: acute thrombogenicity study in an ex vivo porcine model - B. Thierry, Y. Merhib, L. Bilodeaub, C. Trepanierc, M. Tabriziana
- [25] Wieneke H, Sawitowski T, Wnendt S H et al: Stent Coating: A New Approach in Interventional Cardiology. *Herz.* 27 (2002) 518-526.
- [26] Issel A, Lim L: Biocompatibility of Stent Materials MURJ Volume 11; 2004
- [27] Jagur-Grodzinski J: Polymers for tissue engineering, medical devices, and regenerative medicine. Concise general review of recent studies. *Polymers for advanced technologies.* 17. (2006) 395–418.
- [28] Werner C, Maitz M, Sperling C: Current strategies towards hemocompatible coatings, *The Royal Society of Chemistry* 2007 *J. Mater. Chem.*, 2007, 17, 1–10
- [29] Heleen M, van Beusekom M, Serruys P, van der Giessen W: Coronary stent coating, *Coronary artery disease* 1994, 5:590-596
- [30] Acharya G, Park K: Mechanisms of controlled drug release from drug-eluting stents. *Adv. Drug Deliv. Rev.* 58. (2006) 387-401.
- [31] US Patent: Patent number: 5429634 Date: Jul. 4, 1995 Inventor: Hugh L. Narciso, Jr.
- [32] US Patent, Patent number: 5304200, Date: Apr. 19, 1994, Inventor: Ronald N. Spaulding Title: Welded radially expandable endoprosthesis and the like
- [33] US Patent, Patent number: 5780807, Date: Jul. 14, 1998, Inventor: Richard J. Saunders, Title: Method and apparatus for direct laser cutting of metal stents
- [34] Shabalovskaya S, Anderegg J, Laabs F, Thiel P, Rondelli G: Surface conditions of Nitinol wires, tubing, and as-cast alloys: the effect of chemical etching, aging in boiling water, and heat treatment. *J Biomed Mater Res* 2003;65B:193–203.
- [35] Shabalovskaya S, Anderegg J, Van Humbeeck J: Critical overview of Nitinol surfaces and their modifications for medical applications, 2008 *Acta Materialia Inc.* Published by Elsevier Ltd.
- [36] Theisen W, Schuermann A: Electro discharge machining of nickel–titanium shape memory alloys, *Materials Science and Engineering A* 378 (2004) 200–204, 2003
- [37] Katona B, Lengyel Á, Nagy P, Bognár E, Hirschberg K, Dobránszky J: Chemical etching of nitinol stents, *Danubia Adria Symposium* 2011

- [38] Shabalovskaya S., Rondelli G, Undisz A, Anderegg J et al.: The electrochemical characteristics of native Nitinol surfaces
- [39] Ramsden J, Allen D, Stephenson D, Alcock J, Peggs G, Fuller G, Goch G: The Design and Manufacture of Biomedical Surfaces
- [40] O'Brien B, Carroll W, Kelly M: Passivation of nitinol wire for vascular implants. A demonstration of the benefits, *Biomaterials* 23 (2002) 1739–1748
- [41] Hensel K: surface treatments: ELECTROPOLISHING
- [42] ASTM Standards: E 1558 – 99: Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens
- [43] Ölander A: *J. Amer. Chem. Soc.*, 56 (1932) 3819
- [44] Chang L, Read T: *Trans. AIME*, 189 (1951) 47
- [45] Buechler W, Gilfrich J, Wiley R.: *J. Appl. Phys.*, 34 (1963) 1475
- [46] Cohen M, Olson G: *Classical and Nonclassical Mechanism of Martensitic Transformations*, 1982
- [47] Dobránszky J, Magasdi A: Az alakemlékező ötvözetek alkalmazása, *Jövők anyagai és technológiái* 134. évfolyam, 11-12. szám 2001. nov.-dec.
- [48] Ryklina E, Prokoshkin S, Khmelevskaya I, Shakhmina A: One-way and two-way shape memory effect in thermomechanically treated TiNi-based alloys, *Materials Science and Engineering A* 481–482 (2008) 134–137
- [49] McNaney J, Imbeni V, Jung Y et al.: An experimental study of the superelastic effect in a shape-memory Nitinol alloy under biaxial loading, *Mechanics of Materials* 35 (2003) 969–986
- [50] Pelton A, Schroeder V, Mitchell M, Gong X, Barney M, Robertson S: Fatigue and durability of Nitinol stents, *Journal of the mechanical behavior of medical materials* 1 (2008) 153–164
- [51] Salman Fasih Khan, Mary Ann Sherbondy, Adrian Ormsby, Vic Velanovich: Occlusion of metallic biliary stent related to nickel allergy, *Volume 66, No. 2 : 2007 GASTROINTESTINAL ENDOSCOPY*
- [52] Shabalovskaya S, Wataha J, Anderegg J, Hauch K, Cunnick J: Surface treatments and biocompatibility of Nitinol. In: *Proceedings of international conference on shape memory and superelastic technologies*, Baden-Baden, Germany; 2004. p. 367–73.
- [53] Shabalovskaya S, Rondelli G, Undisz A, Anderegg J et al.: The electrochemical characteristics of native Nitinol surfaces, *Biomaterials* 30 (2009) 3662–3671
- [54] ASTM Standards: F2063-00: Specification for Wrought Nickel-Titanium Shape Memory Alloys for Medical Devices and Surgical Implants

- [55] Chu C, Wang R, Hu T, Yin L, Pu Y, Lin P, Wu S, Chung C et al.: Surface structure and biomedical properties of chemically polished and electropolished NiTi shape memory alloys, *Materials Science and Engineering C* 28 (2008) 1430–1434
- [56] Chu C, Guo C, Sheng X, Dong Y, Lin P, Yeung K, Chu K: Microstructure, nickel suppression and mechanical characteristics of electropolished and photoelectrocatalytically oxidized biomedical nickel titanium shape memory alloy, *Acta Biomaterialia* 5 (2009) 2238–2245
- [57] Neelakantan L, Walter Hassel A: Rotating disc electrode study of the electropolishing mechanism of NiTi in methanolic sulfuric acid, *Electrochimica Acta* 53 (2007) 915–919
- [58] Fushimi K, Stratmann M, Walter Hassel A: Electropolishing of NiTi shape memory alloys in methanolic H₂SO₄, *Electrochimica Acta* 52 (2006) 1290–1295
- [59] Pohl M, Heßing C, Frenzel J: Electrolytic processing of NiTi shape memory alloys, *Materials Science and Engineering A* 378 (2004) 191–199
- [60] Simka W, Kaczmarek M, Baron-Wieche A, Nawrat G et al.: Electropolishing and passivation of NiTi shape memory alloy, *Electrochimica Acta* 55 (2010) 2437–2441
- [61] Wei-dong M, Xu-jun M, Xin-lu W, Hua-chu L: Electropolishing parameters of NiTi alloy, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 16(2006) s130-s132
- [62] Raval A, Choubey A, Engineer C, Kothwala D: Development and assessment of 316LVM cardiovascular stents, *Surface & Coatings Technology* 202 (2008) 1668–1673
- [63] US Patent, Patent Number: 6679980 B1, Date: Jan. 20, 2004, Inventor: Anthony Andreacchi
- [64] US Patent, Patent number: 7776189 B2, Date: Aug. 17, 2010, Inventors: Shrivastava S, Moloney F, Yribarren T, Farina J, Thomas J, Young J
- [65] Hryniewicz T, Rokicki R, Rokosz K: Surface characterization of AISI 316L biomaterials obtained by electropolishing in a magnetic field, *Surface & Coatings Technology* 202 (2008) 1668–1673
- [66] Lengyel Á, Katona B, Nagy P, Bognár E, Hirschberg K, Dobránszky J: Process to insert Nitinol stents into the peripheral venous catheter, 10th Youth Symposium on Experimental Solid Mechanics (2011)
- [67] Jónás D: Koszorúersztentek felületi előkészítéséhez szükséges megfogó tervezése, TDK dolgozat 2010 BME ATT, BME GT3
- [68] Yang S, Guixue W, Liang C, et al.: Investigation of surface endothelialization on biomedical nitinol (NiTi) alloy: Effects of surface micropatterning combined with plasma nanocoatings, *Acta Biomaterialia* 5 (2009) 3593–3604

Képek, illusztrációk hivatkozásai

{1} Szilágyi Sz, Merkely B, Zima E, Róka a, Gellér L: A szinusz koronáriusz elektróda pozíciójának szabilizálása sztent implantációjával: új módszer a diszlokáció kezelésére és megelőzésére Cardiológia Hungarica 2008; 38: 30-34

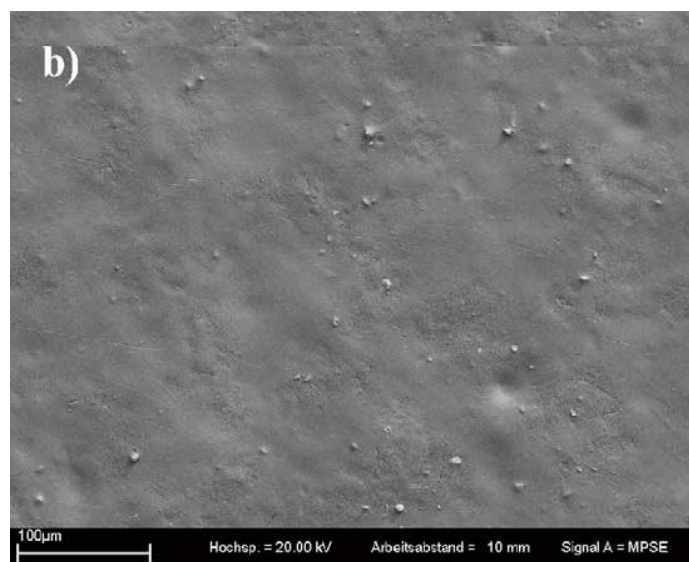
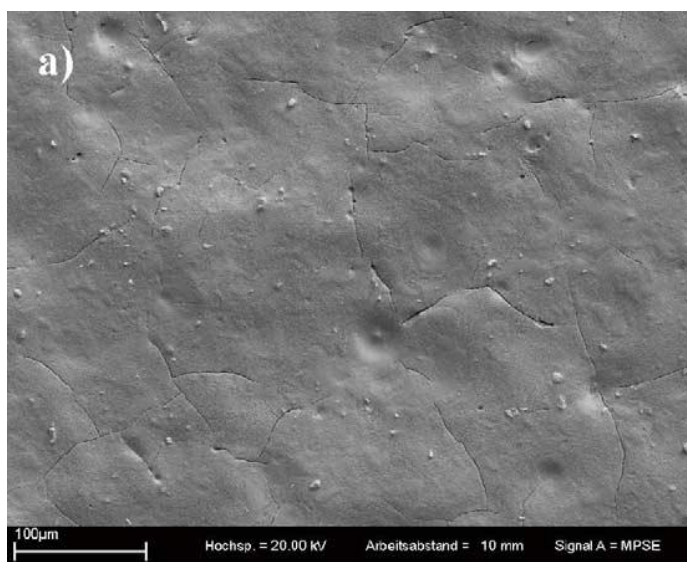
{2} www.fidell.tripod.com

Mellékletek:

Ismertetett szakirodalmakból származó (nem sztenteken végzett), összehasonlításra alkalmas képek, amelyek nagyítása nagyságrendben megegyezik az általunk készítettekkel:

I.

Cikk hivatkozási számmal	[36] Theisen W, Schuermann A: Electro discharge machining of nickel-titanium shape memory alloys, Materials Science and Engineering A 378 (2004) 200–204, 2003
Nitinol összetétele	nincs adat
Áramerősség	a, 2 amper b, 4 amper
Polírozási idő	a, 2 perc b, 4perc
Elektrolit	75% ecetsav and 25% perklórsav
Katód	hengeres nikkel katód



II,

Cikk hivatkozási számmal	[59] Pohl M, Heßing C, Frenzel J: Electrolytic processing of NiTi shape memory alloys, Materials Science and Engineering A 378 (2004) 191–199
Nitinol összetétele	55.68 wt.% Ni
Feszültség	10 volt
Polírozási idő	7,5 perc
Elektrolit	75% ecetsav and 25% perklórsav
Katód	hengeres nikkel katód



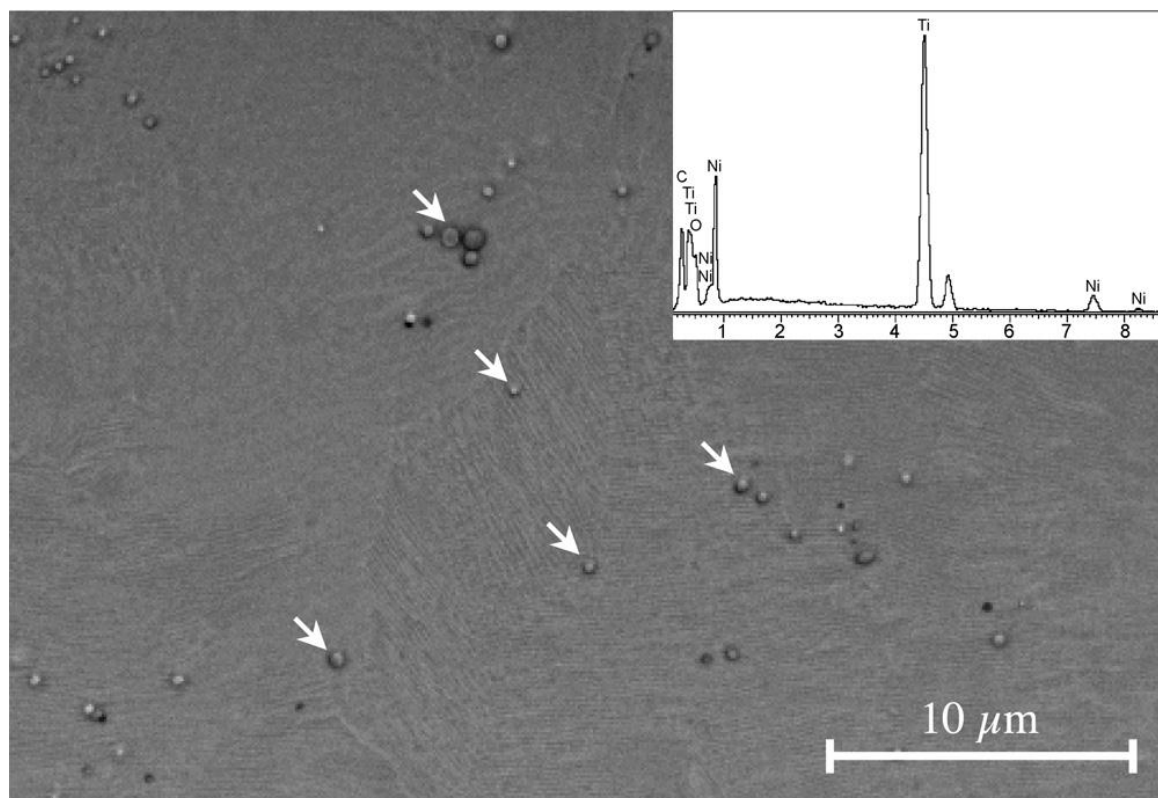
(a)



(b)

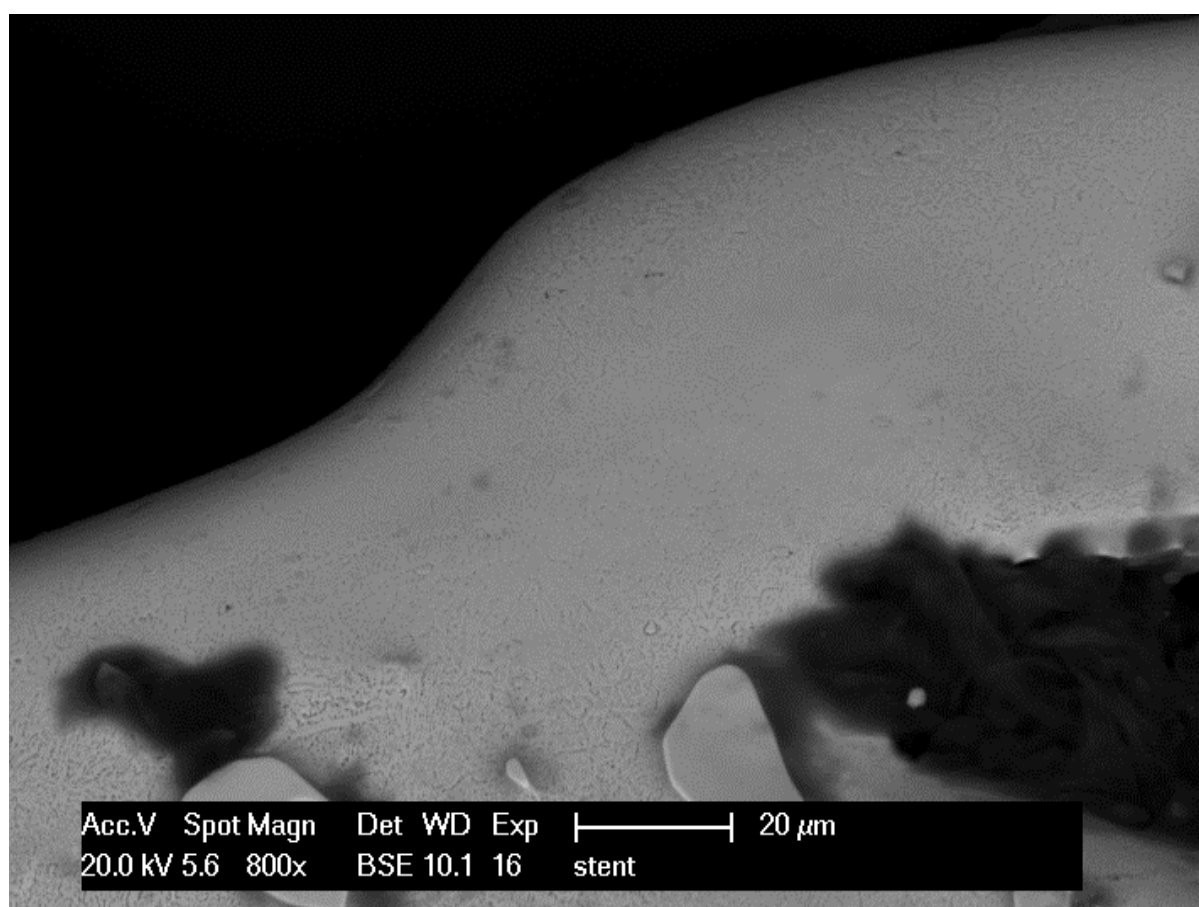
III,

Cikk hivatkozási számmal	[[58] Fushimi K, Stratmann M, Walter Hassel A: Electropolishing of NiTi shape memory alloys in methanolic H ₂ SO ₄ , Electrochimica Acta 52 (2006) 1290–1295
Nitinol összetétele	50.62 at.% Ni
Feszültség, áramsűrűség	8 volt, 500Am ⁻²
Polírozási idő	100 másodperc
Elektrolit	metanolos H ₂ SO ₄ (95%-os)
Katód	Ag/AgCl katód



Általunk elért eredmények:

Cikk hivatkozási számmal	Lengyel Á., Katona B. Nitinol sztentek elektropolírozása TDK-dolgozat 2011
Nitinol összetétele	53 at.% Ni, 58 wt. % Ni
Áramerősség	0,3 A
Polírozási idő	30 másodperc
Elektrolit	etanol,perklórsav(60%os), etilén-glikol-monobutil-éter
Katód	Auszténites korrozíóálló acél



Az elektrolit gyártó általközzétett adatlapja (www.struers.com):

A2/I-komponens:

SAFETY DATA SHEET



Product name:	ELECTROLYTE A2-I	Page:	1/5
Revision Date:	2010-08-17	Print date:	2010-09-09
Document No.:	M0010	SDS-ID:	GB-EN/11.0

1. IDENTIFICATION OF THE SUBSTANCE/PREPARATION AND OF THE COMPANY/UNDERTAKING

<u>Product name:</u>	ELECTROLYTE A2-I	<u>Container size:</u>	910 ml
	Cat. No.40900008, 40900009	<u>Emergency telephone:</u>	+45 44 600 800 (Only during office hours)
<u>Application:</u>	For electrolytic polishing of metallographic preparations		
<u>Supplier:</u>	Struers A/S Pederstrupvej 84 DK-2750 Ballerup Tel:+45 44 600 800		

Responsible for safety data sheet authoring. Any questions to the contents of this safety data sheet should be sent to:
SDS_info@dhigroup.com

2. HAZARDS IDENTIFICATION

The product is classified: F;R11

<u>Physical and Chemical Hazards:</u>	The product is highly flammable, and explosive vapours/air mixtures may be formed even at normal room temperatures.
<u>Human health:</u>	Organic solvents may be absorbed into the body by inhalation and ingestion and cause permanent damage to the nervous system, including the brain. The liquid may irritate the skin, the eyes and the respiratory tract.
<u>Environment:</u>	The product is not expected to be hazardous to the environment.

3. COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS

The product contains: organic solvents and water.

67/548/EEC

%:	CAS-No.:	EC No.:	Chemical name:	Hazard classification:	Notes:
65-85	64-17-5	200-578-6	Ethanol	F;R11	
10-15	111-76-2	203-905-0	Ethylene glycol monobutyl ether butyl cellosolve	Xn;R20/21/22 Xi;R36/38	
5-15	7732-18-5	231-791-2	Water	-	

4. FIRST-AID MEASURES

Burns: Flush with water immediately. While flushing, remove clothes which do not adhere to affected area. Call an ambulance. Continue flushing during transport to hospital.

Inhalation: Move into fresh air and keep at rest.

Skin contact: Remove contaminated clothes and rinse skin thoroughly with water.

Eye contact: Immediately flush with plenty of water for up to 15 minutes. Remove any contact lenses and open eyelids widely. If irritation persists: Continue flushing during transport to hospital. Bring these instructions.

Ingestion: Immediately rinse mouth and drink plenty of water. Keep person under observation. If person becomes uncomfortable seek hospital and bring these instructions. Do not induce vomiting.

A2/II komponens:

SAFETY DATA SHEET

Product name:	ELECTROLYTE A2-II	Page:	1/6
Revision Date:	2010-08-17	Print date:	2010-09-09
Document No.:	M0002	SDS-ID:	GB-EN/11.0

1. IDENTIFICATION OF THE SUBSTANCE/PREPARATION AND OF THE COMPANY/UNDERTAKING

<u>Product name:</u>	ELECTROLYTE A2-II	<u>Container size:</u>	78 ml
	Cat. No. 40900008, 40900010	<u>Emergency telephone:</u>	+45 44 600 800 (Only during office hours)
<u>Application:</u>	For electrolytic polishing of metallographic preparations		
<u>Supplier:</u>	Struers A/S Pederstrupvej 84 DK-2750 Ballerup Tel: +45 44 600 800		

Responsible for safety data sheet authoring. Any questions to the contents of this safety data sheet should be sent to:
SDS_info@dhigroup.com

2. HAZARDS IDENTIFICATION

The product is classified: R5 O;R8 C;R35

<u>Physical and Chemical Hazards:</u>	Heating may cause an explosion. Contact with combustible material may cause fire.
<u>Human health:</u>	Strongly corrosive to skin and eyes. Be aware that symptoms of lung oedema (shortness of breath) may develop up to 24 hours after exposure.
<u>Environment:</u>	The product may affect the acidity (pH-factor) in water with risk of harmful effects to aquatic organisms.

3. COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS

The product contains: acid and water.

67/548/EEC

%:	CAS-No.:	EC No.:	Chemical name:	Hazard classification:	Notes:
100	7601-90-3	231-512-4	Perchloric acid 60%	R5 O;R8 C;R35	B

4. FIRST-AID MEASURES

<u>Inhalation:</u>	Move into fresh air and keep at rest. Be aware that symptoms of lung oedema (shortness of breath) may develop up to 24 hours after exposure. Immediately call an ambulance.
<u>Skin contact:</u>	Remove contaminated clothes and rinse skin thoroughly with water.
<u>Eye contact:</u>	Immediately flush with plenty of water. Remove any contact lenses and open eyes wide apart. Call an ambulance and continue flushing during transportation to hospital. Bring these instructions.
<u>Ingestion:</u>	Immediately rinse mouth and drink plenty of water. Keep person under observation. If person becomes uncomfortable seek hospital and bring these instructions. Do not induce vomiting.

Gyártó ajánlása az elektrolit anyagok szerinti használhatóságára (www.struers.com):



Elektrolitok listája

Elektrolit	Anyag
A2 elektrolit	Alumínium Antimon Berillium Nikkel Ezüst Rozsdamentes acél Acél Ón Titánium
A3 elektrolit	Martenzites acél Mangán Molibdén Rozsdamentes acél, nagy terület Titánium Vanádium Cirkónium
A5 elektrolit	Ólom Ón Uránium
A6 elektrolit	Alumínium Kobalt Acél Ón
A8 elektrolit	Ausztenites acél Króm Hafnium Nikkel Rozsdamentes acél Tórium Titánium
AC2 elektrolit	Berillium Öntöttvas Alacsonyán ötvözött szén acél Magnézium Nikkel Rozsdamentes acél

B1 elektrolit	Antimon Kobalt Germánium Magnézium
C1 elektrolit	Kadmium Magnézium Ólom Cink
D2 elektrolit	Sárgaréz Vörösréz Arany
E2 elektrolit	Sárgaréz Bronz Cérium Arany Indium
E5 elektrolit	Bronz Szénacél Öntöttvas Nagyon különböző szerkezeti elemeket tartalmazó anyagok
F1 elektrolit	Szinterelt karbid Volfrám

Sok anyag többféle elektrolittal is polírozható/maratható. A jó választás függ az anyag összetételétől, a mintakészítés eredményével szemben támasztott követelményektől és az alkalmazott berendezéstől.