



M Ű E G Y E T E M 1 7 8 2

BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM

Gépészmérnöki Kar

Anyagtudomány és Technológia Tanszék



**BAKTÉRIUMOK MEGTAPADÁSÁT GÁTLÓ
TITÁN-DIOXID NANOSTRUKTÚRÁK
KIALAKÍTÁSA IMPLANTÁTUM ALAPANYAGOK
FELÜLETÉN**

**TUDOMÁNYOS DIÁKKÖRI KONFERENCIA
ORVOSTECHNIKA SEKCIÓ**

2012

Készítette: **Nádai Lilla**

1.évf. MSc gépészmérnök hallgató

Katona Bálint

1.évf. MSc gépészmérnök hallgató

Konzulens: **dr. Bognár Eszter**

egyetemi adjunktus

dr. Weszl Miklós

gyógyszerész

"A dolgozat bemutatását a TÁMOP - 4.2.2.B-10/1--2010-0009 "Új tehetséggondozó programok és kutatások a Műegyetem tudományos műhelyeiben" című program támogatta."

Tartalomjegyzék

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS	3
NYILATKOZAT.....	3
BEVEZETÉS	4
SZAKIRODALMI ÖSSZEFOGLALÓ	4
A fog	4
A fog anatómiája	5
A fogak leggyakoribb betegségei.....	9
Fogszuvasodás	9
Fogágybetegségek	10
Fogimplantátumok	11
A fogimplantátumok fő részei és funkciói	11
A fogimplantátum beültetése	13
A fogimplantátum felületkezelései	14
CÉLKITŰZÉSEINK	17
KÍSÉRLETI MUNKA	17
Kémiai maratás.....	19
Elektropolírozás.....	27
Anodizálás	37
Bakteriológiai vizsgálat.....	43
Első lépések	45
Második nap	46
Harmadik nap	53
További napokban	57
A minták előkészítése a végleges vizsgálatokhoz, a baktériumok fixálása	57
ÖSSZEFOGLALÁS	71
FELHASZNÁLT IRODALOM	72
KÉPEK HIVATKOZÁSAI	74

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Ezúton szeretnénk hálás köszönetet mondani konzulenseinknek, Bognár Eszternek és Weszl Miklósnak, akik lehetőséget adtak, hogy ezzel a nagyszerű témával foglalkozhassunk és munkánk során sokat segítettek és kitartóan támogattak.

Köszönettel tartozunk dr. Krállics Györgynek a felajánlott nanoszemcsés titán alapanyagért, Nagy Péternek a pásztázó elektronmikroszkópos mérésekben nyújtott segítségért és hasznos tanácsaiért, Bonyár Attilának az atomierő-mikroszkópos mérésben nyújtott segítségéért. Köszönettel tartozunk továbbá Pelyhe Lizának, Sélley Tordának és Drabik Gergőnek a mérésekben nyújtott segítségükért, továbbá Beate Katzschner-nek és Dr. René Beutner-nek a Max Bergmann Intézet munkatársainak a bakteriológiai vizsgálatokban nyújtott segítségükért.

A munka kapcsolódik az MTA-BME Kompozittechnológiai Kutatócsoport kutatásaihoz.

NYILATKOZAT

Alulírott Nádai Lilla (J0YQEW) és Katona Bálint (LP19X0) 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, 2012. november 4.

.....
Nádai Lilla

.....
Katona Bálint

BEVEZETÉS

Napjainkban egyre gyakoribb a titán implantátummal történő fogpótlás, viszont sajnálatos módon az utóbbi években jelentősen nőtt a fogászati implantátumok bakteriális befertőződéséből adódó szövődmények száma. A helyzetet tovább súlyosbítja a baktériumok növekvő ellenállóképessége a hagyományos antibakteriális gyógyszerekkel szemben, amely alternatív technológiák kidolgozását sürgeti. TDK dolgozatunk fő célkitűzése egy olyan felületmódosító eljárás alkalmazása volt, amellyel csökkenthető lehet a fogászati titán implantátumok bakteriális befertőződésének valószínűsége.

SZAKIRODALMI ÖSSZEFOGLALÓ

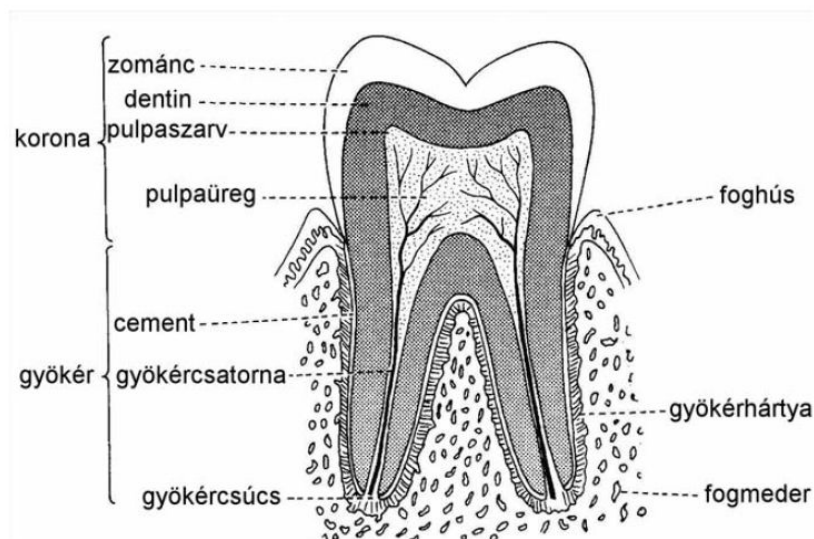
Az orvosi témában való elmélyülés elengedhetetlenül szükséges volt ahhoz, hogy a fogak funkcióját és betöltött szerepüket megértsük. Ezen információk birtokában könnyebben tudtunk következtetéseket levonni a fogászati titán implantátumok felületkezelési eljárása során.

A fog

A szájüreg speciális jelentőségű képződményei a fogak, amelyek a csontoknál keményebb, felső állcsont és az állkapocs fogmedri nyúlványaiba csapszerűen beékelt képződmények. Felül és alul egy-egy parabolához hasonló ívet alkotnak. Fő funkciójuk a rágás, de fontos szerepük van a hangképzésben is, főleg a f,n,l és v hangok képzésében. Biztosítják az arc esztétikus harmóniáját. A rágásban különböző funkciót töltenek be, ezért alakjuk és nagyságuk különböző. Ezt a fogazási típust heterodontiának nevezzük [1].

A fog anatómiája

A fog felépítése



1. ábra. A kétgyökerű fog felépítése {1}

Az 1. ábrán látható, hogy a fog szájüregbe nyúló részét koronának, a fogmederben rögzülő részét gyökérnek nevezzük. A kettő határánál van a fognyak. Megkülönböztetünk klinikai- és anatómiai koronát: a klinikai korona a fognak azt részét jelöli, amely látható, tehát az ínytől koronálisabban elhelyezkedő részt. Így az élet során a klinikai korona változó kiterjedésű, például a még teljesen elő nem tört fog klinikai koronája kisebb, majd később az ínyvisszahúzódás miatt nagyobb lehet. Az anatómiai korona ezzel szemben nem változik, mindig a zománccal fedett részt jelöli [1].

A fogak lehetnek egy- vagy többgyökerűek. A frontfogaknak és a kisőrlőknek általában egy gyökerük van, kivéve a felső első kisőrlőt. A kétgyökerű alsó nagyőrlőknek egy meziális és egy disztális gyökere van, míg a szintén kétgyökerű felső első kisőrlő egy vesztibuláris és egy palatinális gyökérrel rendelkezik. A felső nagyőrlők háromgyökerűek, amelyek közül kettő vesztibuláris és egy palatinális (1. táblázat) [2].

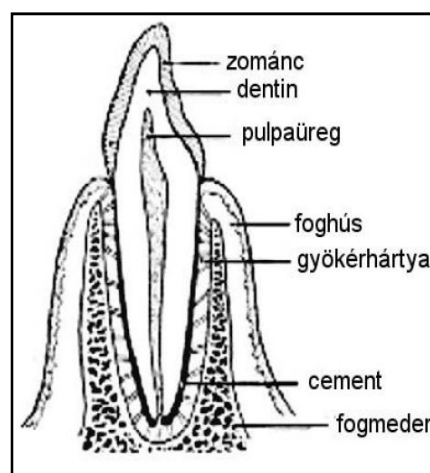
Fogtípusok	Számuk	Gyökerük száma
Felső metszőfogak	4	egygyökerűek
Alsó metszőfogak	4	egygyökerűek
Felső szemfogak	2	egygyökerűek
Alsó szemfogak	2	egygyökerűek
Felső kisőrlők	4	felső első kisőrlők jobb és baloldalon kétgyökerűek, a második kisőrlők egygyökerűek
Alsó kisőrlők	4	egygyökerűek
Felső nagyőrlők	6	háromgyökerű
Alsó nagyőrlők	6	kétgyökerű

1.táblázat. A fogak gyökerei {2}

A fog részei

A fog belsejében található a fogpulpa, ezt teljesen körbeveszi a dentin, melyet a koronai részen zománc, a gyökéren pedig cement fed. A zománc és a cement a fognyaknál találkozik. A fogak a fogmederben az úgy nevezett gyökérhártya által rögzülnek (2. ábra) [3].

A **zománc** a szervezet legkeményebb és leginkább mineralizált anyaga. Normális esetben csak ez látszik, de ha túl nagy a kopása a fognak, akkor a dentin is láthatóvá válhat. 96%-a szerves anyag, legnagyobb részt hidroxilapatit, a többi pedig víz és szerves anyag. Nagy szerves anyag tartalma miatt nagy a keménysége, de a törékenysége is. Ezért, ha nincs alátámasztva – dentin vagy tömőanyag által – könnyen letöredezik. Mivel a zománc áttetsző, a dentin színe nagymértékben meghatározza a színét, úgyszintén az odahelyezett fogászati anyagok (tömések) is. Vastagsága változó, a rágófelszínen a legvastagabb (kb. 2,5 mm), majd a fognyak fele fokozatosan elvékonyodik. Mivel nagy a szerves anyag tartalma csak fiziko-kémiai úton történhetnek változások a szerkezetében. A savak kioldják a szerves anyagot belőle, ezt demineralizációnak nevezzük, de ha megfelelő időn belül a szájüreg pH-ja megemelkedik, akkor ezek a nyálból visszaépülhetnek, amelyet remineralizációnak hívnak. A hidroxilapatit hidroxil része kicserélődhet egy fluor ionnal, és egy ellenállóbb fluoroapatit képződik. Ezért fluoroznak bizonyos anyagokat, mint például a fogkrém, víz, tej stb. Professzionális fluorozást kezdeti fogszuvasodások kezelésekor alkalmaznak [1,3].



2. ábra. Az egygyökerű fog metszete és részei {3}

A fog fő tömegét a **dentin** adja. A fogbélkamrát teljesen körbeveszi, kívülről pedig a zománc és a cement fedi. 70%-ban ásványi anyagot, 20%-ban szerves anyagot és 10%-ban vizet tartalmaz. Keménysége kisebb, mint a zománcnak, rugalmassága viszont nagyobb, ami előnyös. Magasabb szervesanyag tartalma miatt a fogszuvasodás könnyebben roncsolja. Szerkezetére jellemző, hogy dentincsatornák, úgy nevezett tubulusok járók át, melyekben az odontoblasztok nyúlványai, a Tomes-féle rostok, találhatóak. Tehát a csontokhoz hasonlóan élő szövetről van szó. A dentincsatornák átmérője az egyén korával és a dentinen belüli helynek megfelelően változik. A zománc felé eső részen szűkebbek, míg a fiatal korban 2,5-3 µm-es csatornák, 1,3-1,5 µm-re csökkenek. A tubulusokon keresztül bizonyos anyagok átjuthatnak, így például baktériumok által termelt különböző toxinok, melyek irritálhatják a fogbélben lévő idegvégződéseket, fájdalmat váltva ki. Maguk a baktériumok nem képesek áthaladni a tubulusokon. A fogászati beavatkozások során tapasztalt fájdalominger is a dentincsatornákon közvetítődnek: a csatornákban folyadékáramlás következik be, ami mechanikailag ingerli az idegvégződéseket. A dentin, a zománccal ellentétben, kis mértékben képes védekezni a külső behatások ellen. Amikor a szuvasodás eléri a zománc-dentin határt, a dentincsatornácskákban és a dentin pulpa felőli részén megindul a dentin lerakódás, ami gátat próbál szabni külső ingerek ellen [1,3].

A **fogbél**, más néven fogpulpa a fog legbelső része, mely egy speciális laza kötőszövetbe ágyazott ereket és idegeket tartalmaz. Három fő funkciója van, az induktív funkció, amely során a pulpa elindítja a fog fejlődésekor a dentin és zománc termelést illetve másik funkciója a tápláló, formatív funkció, amely során a fogbélben található odontoblasztok termelik a dentint. Továbbá rendelkezik védekezési funkcióval is, ha a szuvasodás eléri a dentint, vagy akár a pulpát, a szervezet többi szövetéhez hasonlóan a fogbélben is védekezési reakciók indulnak be [3].

Anatómiai szempontból megkülönböztetünk: a fog koronájában elhelyezkedő pulpakamrát, és a gyökérben található gyökércsatornát. A fogak csücskeinek megfelelően a pulpakamrában pulpaszarvakat találunk. A gyökér formáját követve a gyökércsatorna is egyre szűkül, amíg egy nyíláson keresztül kinyílik. Ezen a nyíláson át lépnek be a fogba az erek és az idegek.

A **fogág** szerepe a fog rögzítése az állcsontokban és a fogra ható erők érzékelése. Négy alkotóeleme van: fogmeder, cement, gyökérhártya, íny. Ezek közül a cement a fog alkotórésze. Közötte és a fogmeder közt húzódnak a gyökérhártyarostok, melyek rugalmasan felfüggesztik a fogat. Az íny szerepe a másik három alkotóelem védelme [1].

A **cement** a fogat rögzítő fogág, más néven parodontium egyik alkotórésze. Embernél csak a foggyökér felszínét fedi. Legvastagabb a gyökércsúcsnál, majd a zománc-cement határ

fele fokozatosan vékonyodik. Fő funkciója a gyökérhártya rostjainak az lehorgonyozása. A kémiai összetételét tekintve a csonthoz hasonlít, de hiányoznak belőle az erek és idegek. Megkülönböztetünk sejtes, más néven celluláris és sejtmentes, úgy nevezett acelluláris cementet. Acelluláris cement fedi a gyökér egész felszínét, ezt fedi a gyökércsúcsi harmadban a celluláris cement. Ez utóbbi a cement gyors lerakódása közben jön létre, amikor a sejtek benne maradnak a cement állományában.

A cementben kétféle rosttípust különböztetünk meg: egyrészt a gyökérhártya által termelt és a cement felszínére merőleges Sharpey-rostokat, külső rostokat, másrészt a cementoblasztok által termelt és a gyökérrel párhuzamos lefutású belső rostokat [1,3].

A **gyökérhártya**, más néven periodontium egy specializált kötőszövet, mely a fogmeder és a cement közt húzódik. Fő feladata a fog rögzítése és a rágóerők átvitele a csontra. A fő, Sharpey-féle rostokon kívül tartalmaz még laza rostos kötőszövetet, fibroblasztokat, védekező sejteket, véredényeket, idegeket és nyirokedényeket. Még találunk benne úgy nevezett Malassez-féle sejteket, melyek a fog fejlődése során a Hertwig-féle hüvelyből maradnak vissza, és később ciszták alakulhatnak ki belőlük. Vastagsága körülbelül 0,2 mm. Szerepük van még a fogak proprioreceptív érzékelésében. Mechanoreceptorok vannak benne, melyek érzékelik és továbbítják az agyhoz a fogat ért erők nagyságát [3].

A **fogmeder** egy bemélyedés az állcsontok fogmedri nyúlványában, melyben a fogak gyökerei ülnek. A fogmeder az élet során változik. Így, ha a fog elveszti szomszédját, akkor a rés felé vándorol „keresve társát”. Ilyenkor az oszteoklasztok és az oszteoblasztok modulálják a csontot. Ezt használják ki a fogszabályzás során is, amikor mesterségesen mozgatják a fogakat. Azon az oldalon, ahol az erő hat az oszteoklasztok lebontják a csontot, másik oldalon viszont az oszteoblasztok felépítik [3].

A **fogíny**, más néven *gingiva* az állcsontokat fedő szájnyálkahártya. Külső felszínét elszarusodó laphám borítja, míg a belső, fog fele néző, ínybarázdát fedő része soha nem szarusodik el. Az ínybarázda alján található a hámtapadás. Itt a hámsejtek szorosan a foghoz tapadnak, védve ezáltal a fogágy többi részét. A fogíny a fog többi részétől külön fejlődik a szájüreg nyálkahártyájából a fogelőtörés során [3].

A fogak funkciói

A lapát (felső) és véső (alsó) alakú metszőfogak harapásra, a hosszú és rögzítésében erősen biztosított szemfog tépésre, és a széles koronával rendelkező kis őrlőfogak a darabolásra és szétnyomásra, míg a nagyőrlők a legnagyobb rágómunkára alkalmasak (2. táblázat) [2].

Fogfajták	Számuk	Alakjuk	Funkciójuk (feladatuk)
Metszőfogak	8	koronájuk véső alakú, éles szélű	harapás
Szemfogak	4	koronájuk hegyes, metszőfogakénál hosszabb	megragadás, tépés
Kisőrlők	8	koronájuk kétsúcsú	zúzás, őrlés, rágás
Nagyőrlők	12	koronájuk széles, nagy rágófelszínnel, amelyen nagy gumó van	zúzás, őrlés, rágás

2. táblázat: A fogak funkciói {2}

A fogak leggyakoribb betegségei

Fogszuvasodás

A fogszuvasodás, más néven caries a fog keményszöveteinek a megbetegedése, mely a szerves anyag savak által történő kioldódásával, majd a szerves anyag szétesésével jár (3. ábra). Elterjedése a történelem folyamán egyre fokozódott. Csontvázleletek alapján megállapították, hogy már a neolitikumban jelen volt. Rohamos terjedése az utóbbi két évszázadban figyelhető meg, az ipari fejlődéssel párhuzamosan. Ma már az emberiség 90-100%-a szenved ebben a krónikus megbetegedésben. A mai napig sem teljesen tisztázott a fogszuvasodás keletkezése. A modern felfogás szerint több tényező



3. ábra. Fogszuvasodás {4}

együttes hatására alakul ki. A négy fő tényező a szervezet, elsősorban a fogfelszín, a baktériumok, a táplálék és az idő. Így a szuvasodás általában a nehezen tisztítható felszíneken kezdődik, úgy hogy miközben a baktériumok a dentális plakk felszínén lévő szénhidrátokból táplálkoznak melléktermékként savat termelnek. Ez demineralizálja a zománc szerves alkotóelemeit. Később, ha nem történik meg a remineralizáció a nyálból, vagy ha többször történik meg a kariogén támadás, a szerves állomány is tönkremegy. Először egy fehér folt jelenik meg a zománc felszínén, majd üreg képződik. Ha nem avatkoznak közbe, a folyamat továbbterjed egészen a fogbélig, ahol gyulladást vált ki, és erős fájdalmakkal jár [4,5].

Újabban egyre gyakoribb a gyökérszuvasodás, más néven gyökércaries, amelynek kialakulásához az íny visszahúzódása teremti meg a kedvező feltételeket. Lefolyása gyorsabb, mivel a cement kevésbé ellenálló, mint a zománc. A fogszuvasodást kezdeti fázisában üregalakítás nélkül lehet kezelni, különböző remineralizációs technikákkal. Később, attól

függően, hogy mennyi fogszövet ment tönkre, különböző módon lehet helyreállítani a fog funkcióját és morfológiáját: tömés, betét, korona, gyökércsapos fogmű készítésével. Végző esetben a fog eltávolítása is szükségessé válhat. A fogszuvasodás következtében a fog körül súlyos gyulladások, gennyedések, vagy akár a szervezet bakteriális inváziója is kialakulhat [5].

Fogágybetegségek

A fog elvesztésének második leggyakoribb oka a fogágybetegség (4. ábra). A fog rögzítő elemeit (íny, fogmeder, gyökérhártya, cement) támadja meg és ezáltal a fog lazulásához és kihullásához vezet. Normális körülmények között az íny hámtapadása és a sulcusváladék megvédi a fogágyat a külső ártalmaktól.



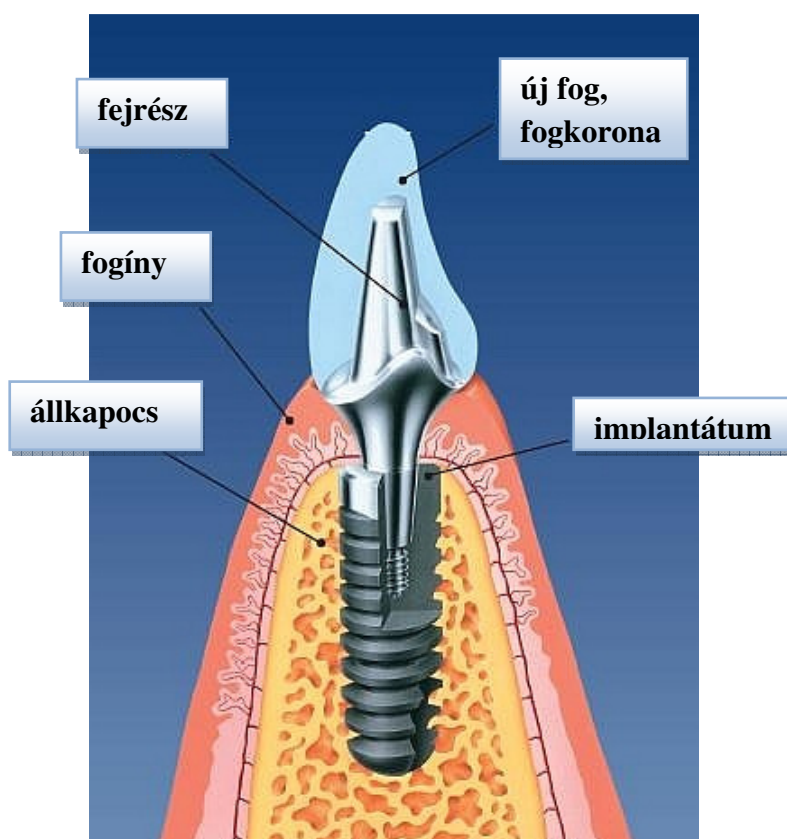
4. ábra. Fogágybetegségek{5}

De ha lepedék rakódik le a fogra és fogkő keletkezik, az gingivitiszhez, majd később parodontitiszhez vezet. A gingivitisz a fogíny gyulladása, amely nem jár csontpusztulással. Akut formájában általában fertőzések okozzák, mint például a Herpes vírus. Rossz szájhygiéné esetén a fogkő, mint állandó mechanikai irritációs tényező, és a lepedékben található baktériumok krónikus fogínygyulladásához vezetnek. Ilyenkor az íny duzzadt, vöröses, fogmosáskor vérzik, de fájdalommentes. Ha a kiváltó okokat nem számoljuk fel és további rizikótényezők, például nagyobb virulenciájú baktériumok, dohányzás, diabétesz, oszteoporózis, okkluzális túlterhelés, stressz, a szervezet védekezését csökkentő általános betegségek, genetikai tényezők vannak jelen, fogágygyulladás, parodontitisz alakul ki. Ez érinti a gyökérhártyát, cementet és az alveoláris csontot is, ezáltal csontpusztulást okozva. Kezdeti fázisban ínytasakok alakulnak ki, azáltal hogy a hámtapadás egyre apikálisabb. Itt az ételmaradékok már könnyebben megtapadnak tovább serkentve a gyulladást. Végül a fogágy teljes elpusztulása miatt a fog fellazul és kihull.

Fogimplantátumok

Fogaink elvesztése mindannyiunkat megvisel. A hiányzó fog nagyon zavaró lehet, akár esztétikai, akár rágófunkció, akár hangképzési szempontból. A hagyományos fogpótlási módszerek nem mindig képesek megfelelően orvosolni a meglévő problémáinkat, emiatt a fogorvosok azoknak a pácienseknek, akiknek a fix, illetve a kivehető pótlás nem felel meg, az implantátumot ajánlják. Ez a modern fogpótlástani módszer egy mesterséges foggyökér állcsontba való beültetésének segítségével pótolja a valódi foggyökeret, amelyre később különböző fogpótlások kerülnek. Az implantátum geometriai kidolgozása oly módon történik, hogy az bírja a megfelelő terhelést. A forgalomban lévő fogászati implantátumok esetében biokompatibilis, azaz az emberi szervezet számára nem idegen anyagokat használnak, leggyakrabban ötvözetlen titánt (Grade 2) alkalmaznak, de emellett a 6% alumíniumot és 4% vanádiumot tartalmazó titán (Grade 5) is előfordul alapanyagként [9].

A fogimplantátumok fő részei és funkciói



5. ábra. Fogimplantátum részei {6}

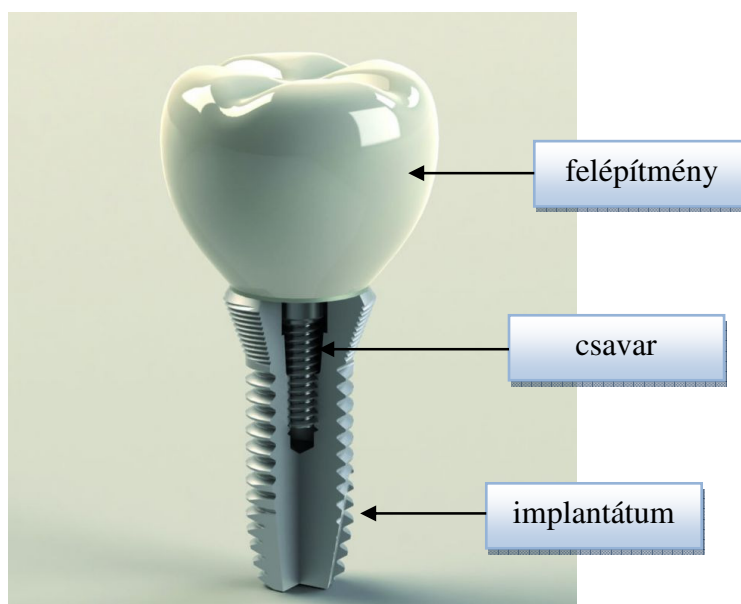
Az 5. ábrán látható, hogy az *implantátum* a csontba kerül behelyezésre és az abból nem lóg ki, akárcsak a természetes fog gyökere. Az implantátum belseje üreges és begyógyulása után ebbe az üreges részbe lehet belecsavarni az implantátum felépítményt.

Ez a felépítmény rész lesz az, amely már kiemelkedik a csont felszínéből, illetve az ínyből is. Ez még nem maga a korona. Úgy képzelhető el, mintha egy természetes fogat az orvos lecsiszolt volna ahhoz, hogy majd koronát lehessen rá tenni, tehát úgy néz ki, mint egy fogcsonk. Az implantátum *felépítmény* része készülhet titánból és fémmenetes cirkóniumból egyaránt. Ezek alkalmazása attól függ, hogy az adott fog, hol helyezkedik el. A frontfogak esetében például mindenképpen javasolt esztétikai megfontolásból cirkónium felépítményt alkalmazni, míg egy rágó zónában inkább a titánium felépítmény a javasolt. Mindkét felépítmény típus terhelhetősége kiváló. A kettő között elsősorban esztétikai különbség van.

A felépítmények két típusa ismert:

Hagyományos felépítmények, melyekre a végleges fogművet a fogorvos egy speciális ragasztóanyaggal véglegesen rögzíti.

Csavarokkal rögzített felépítmények, melyek technológiájukból fakadóan egy bontható kötést tesznek lehetővé, azaz ha a jövőben bármikor szükség lehet a pótlások korrekciójára vagy cseréjére, akkor az egyszerűen elvégezhető. A fogorvos egyszerűen lecsavarozza a pótlást, a fogtechnikus elvégzi a szükséges korrekciót és ezt követően a fogorvos visszacsavarozza a fogpótlást. Így a beavatkozás gyors, fájdalommentes és költségkímélő.



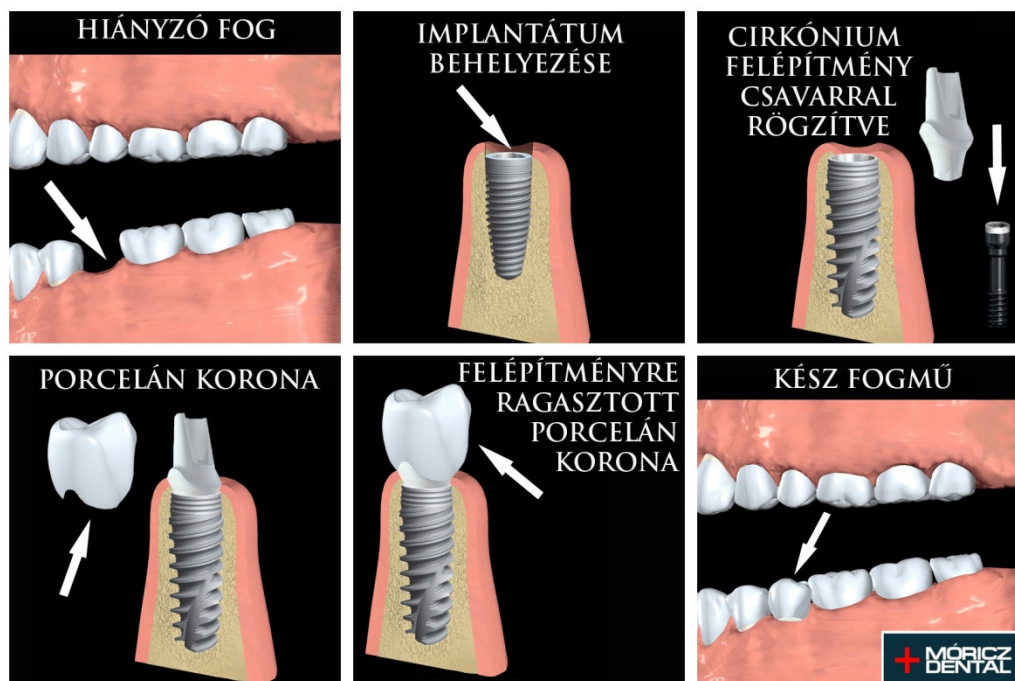
6. ábra. Fogimplantátum fő részei {7}

A fogimplantátum beültetése

A műtét előtt mindenképpen előzetes vizsgálatokra van szükség. Először a fogorvos készít egy panorámaröntgent. A röntgenfelvétel kiértékelése és az alapos szájvizsgálat során eldől, hogy mely fogakat kell pótolni. Ezt követően el kell bírálni, hogy a rendelkezésre álló csontkínálat elegendő-e egyáltalán implantátum beültetésére, továbbá a páciens általános állapota lehetővé teszi-e az implantációt.

Ha eddig sikeresen eljutottunk, és a műtét kivitelezhetőnek látszik, akkor meg kell tervezni az implantációs fogpótlást. Ilyenkor derül ki, hogy hány darab és milyen méretű implantátum behelyezésére van szükség. Ekkor tisztázódik a fogpótlás várható költsége, és a kezelések menete.

A fogimplantátum beültetésének lépéseit a 7. ábra szemlélteti. Az implantátum beültetését a fogorvosok steril körülmények között, helyi érzéstelenítésben végzik. Kis nyálkahártya metszés után feltávják a csontfelszínt, kialakítják az implantátum csontfészket, majd behelyezik az implantátumot. A műtét után közvetlenül kontroll panoráma röntgenfelvételt készítenek (anélkül nem végezhető felelősségteljesen fogbeültetés). A varratokat egy hét múlva eltávolítják, az implantátum a nyálkahártya alatt védetten gyógyul tovább.



7. ábra. Fogimplantátum beültetésének lépései {8}

A gyógyulási szakasz hozzávetőlegesen 3 hónapig tart, ennyi idő szükséges ahhoz, hogy az implantátumok felszínén lévő mikropórusokba közvetlenül belenőjenek a csontsejtek. Ez a csontos összenövés hozza létre az implantátumok stabil rögzülését, aminek révén képesek az implantátumok a rájuk ható rágónyomás tartós, károsodásmentes elviselésére. Ezután következik az implantátumos fogpótlás elkészítése. Először az íny védelme alatt gyógyuló implantátumokat szabadítjuk fel. Ez már nem jelent műtétet, csupán az implantátumba csavart úgy nevezett záró csavart kell kiszabadítanunk egy kis nyálkahártyametszés segítségével, majd behelyezzük az ínyformázó felépítményeket, melyek kb. 8-10 nap alatt megformázzák az ínyt. Ezután következik a lenyomatvétele melynek alapján elkészül rövid időn belül a fogtechnikai laboratóriumban az előzetesen megtervezett fogpótlás. Az implantátumos fogpótlás szájba helyezésével nem ér véget a páciens és kezelőorvosa közötti kapcsolat. Az implantációs fogpótlás hosszú távú sikerességének egyik legfontosabb feltétele ugyanis a száj tisztántartása és a rendszeres fogorvosi ellenőrzés. Az implantátumos fogpótlás behelyezését követően a betegnek általában évente egyszer kontrollvizsgálaton kell megjelennie. A fogorvos ilyenkor ellenőrzi az implantátum körüli csont- és hámtapadást, valamint a fogpótlás állapotát, és amennyiben szükséges, elvégzi a megfelelő korrekciókat.

A fogimplantátum felületkezelései

Mint minden implantátum esetében, így a fogimplantátumoknál is nagy szerepe van a megfelelő felületkezelésnek. Ennek hiánya vagy alkalmatlanul megválasztott paraméterekkel való elvégzése bakteriális befertőződéshez, esetleg nem megfelelő becsontosodáshoz vezethet, amely az implantátum gyors kilazulását eredményezheti. A forgalomba lévő fogászati implantátumok alapanyaga titán vagy titán-ötvözet, ezért a következőkben ezen anyagok egyes felületkezeléseit, azok paramétereit, valamint más kutatók által elért eredményeket mutatjuk be.

Carlos N. Elias kutatása során tiszta titánium alapanyagú fogászati implantátumokat valamint korongokat kezelt különböző eljárásokkal. A kémiai maratáshoz salétromsavból, sósavból és kénsavból álló maratópácot alkalmazott. Úgy találta, hogy a kémiai maratás homogén felületi érdességű, biológiai szempontból nagyméretű aktív felületet hoz létre. Ez elősegíti a csontsejtek megtapadását, így az implantátum megfelelő mechanikai tartással fog rendelkezni. Az anodizálást kalcium és foszfor tartalmú elektrolitban végezte mikor-íves oxidáció mellett korábbi kutatások alapján [6]. Kísérleteiből megállapította, hogy az említett felületkezelő eljárások megváltoztatják a felület morfológiáját valamint kémiai összetételét.

Továbbá kutatásaiból arra következtetett, hogy az anodizált minták nagyobb nyomatékkal csavarhatóak be a csontba, mint a kémiai maratásnak alávetettek [7].

A Struers nevű cég útmutatója szerint a titánhoz valamint ötvözeteihez maratószerként az úgynevezett Kroll reagens alkalmazható. Ez egy hidrogén-fluoridból salétromsavból és desztillált vízből álló elegy [8].

Kiyoshi és társai kutatásukban három különböző alapanyaggal dolgoztak: egy tiszta titánnal, egy 6% alumíniumot és 4% vanádiumot, valamint egy 6% alumíniumot és 7% nióbiumot tartalmazó titán ötvözzel. Kísérleteik során az elektropolírozáshoz használt elektrolit etil-alkoholt (700ml/L), izopropil-alkoholt (350ml/L), alumínium-kloridot (60g/L) és cink-kloridot (250g/L) tartalmazott. Az alkalmazott áramsűrűségek 0,9-3,7 kA/m², az alkalmazott polírozási időtartam pedig 15 perc volt. Az elektropolírozást egy általuk készített elektropolírozó gépen hajtották végre. Úgy találták, hogy a tiszta titán felülete tükörfényes és az elektropolírozás után kisebb felületi érdességgel rendelkezik, mint az elektropolírozott titán-ötvözetek felülete [9].

Chou és társai kutatásukban az elektropolírozást különböző feszültségek valamint időtartamok mellett végezték. Az alkalmazott elektrolit metanolból, butanolból és perklórsavból állt. Kutatásaik során azt tapasztalták, hogy az optimális elektropolírozási paraméterek 28 V feszültség és 4 perc polírozási idő volt. A cikkben külön hangsúlyt fektetnek, az elektrolit keverésének fontosságára, mivel az elektrolit áramlása nélkül nem jön létre megfelelő felület [10].

Mohn és társai kísérleteikben *Escherichia coli* biofilmmel rendelkező titán alapanyagú próbatesteket vizsgáltak. A mintákat fiziológiás sóoldattal kezelt zselatinba helyezték, majd rajtuk 0-10 mA egyenáramot vezettek át 15 percig. Kísérleteik során arra a következtetésre jutottak, hogy a 7,5 mA-es és 10 mA-es áramerősségű kezelés a baktériumokat teljesen elpusztítja a megváltozott pH értékek miatt [11].

A Struers nevű cég útmutatója szerint titán valamint ötvözeteinek elektropolírozáshoz az A3-as elektrolit alkalmazható. Ez egy perklórsavat, metanol és 2-butoxi-etanolt tartalmazó elegy [12].

Poznyak és kutató társai kísérleteikben tiszta titán alapanyagú próbatesteket anodizáltak titán katód használata mellett. A kísérlet előtt mechanikai és kémiai polírozást alkalmaztak meleg hidrogén-fluorid és salétromsav elegyében. Az alkalmazott áramsűrűség maximális értéke 1000 A/cm², a maximális feszültség 1350 V, a kezelés ideje pedig 20-40 ms volt. Az alkalmazott elektrolit salétromsavból és desztillált víz elegyéből állt. A kialakuló oxidréteg mélységi összetételét Auger-spektroszkópiával, a fázisösszetétel Röntgen-

diffrakcióval, a felületi morfológiát pedig pásztázó elektronmikroszkóppal határozták meg. Úgy találták, hogy a kialakult oxidréteg sűrűsége $3,2\text{--}3,9\text{ g/cm}^3$, amely 180nm vastag és 4-5% ként tartalmaz a savból. Ez annak köszönhető, hogy a sav jó oxigén megkötési képességgel rendelkezik. A vastagabb oxidfilm érdekesebb, összetételét tekintve, ha az oxidfilm vastagsága $d < 50\text{nm}$, akkor amorf film, ha $d \approx 100\text{nm}$, abban az esetben anatáz film és amennyiben $d \approx 300\text{nm}$, akkor anatáz és rutil tartalmú film alkotják [13].

Gong és társai kutatásukban tiszta titánium próbatestek anodizációját végezték 0,5 tömeg%-os hidrogén-fluorid oldatban, 18°C -on mágneses keverés alkalmazásával 20 percen keresztül. Megállapították, hogy 40 V-nál magasabb feszültség alkalmazása mellett nem alakul ki nanocsöves szerkezet. Úgy találták, hogy 20 V feszültség alkalmazása mellett 60nm átmérőjű és 250nm hosszú, sűrűn illesztett nanocsövek alakulnak ki [14].

Choi és társai kísérleteikben 0,5 mm vastag 99,99% titán fóliát vizsgáltak, amit 5 órán át Al-szuszpenzióval políroztak, majd 50 nm-es lyukakat nyomtak bele. Ezt követően salétromsav vizes oldatában 0,1 V/s feszültségnövekedés mellett 210V-ig emelték a feszültséget 60°C mellett. Megfigyelték, hogy amorf porózus réteg alakul ki a minta felszínén [15].

Chen és társai kutatásukban 0,3 mm vastag titán fóliát vizsgáltak, amelyet mechanikai polírozásnak, majd víz, acetón és deionizált víz elegyében ultrahangos tisztító berendezésben tisztítottak. A kísérleteket 6 wt%-os hidrogén-fluorid vizes elegyében végezték el. Kétkatódos elrendezést használtak, ahol a katódok felülete 9 cm^2 volt egymástól való távolságuk pedig 1 cm. Feszültségek tekintetében 40, 60, 80 és 100 V-ot alkalmaztak 2, 5 és 12 órán keresztül. Megállapították, hogy magas hidrogén-fluorid koncentráció és 80 V feszültség alkalmazása a felületen kialakuló nanobemélyedések szempontjából kulcsfontosságú [16].

Fröjd és társai munkájukban nanoporózus titán-dioxiddal borított és kalcium-ionokat tartalmazó titán felületeket vizsgáltak. A felületek bioaktivitását *streptococcus sanguinis* and *actinomyces naeslundii* törzsekkel vizsgálták, a megtapadt baktériumokat pedig fluoreszcens mikroszkóppal vizsgálták. Megfigyelték, hogy a két különböző baktériumtörzs megtapadása között az eltérő felületeken nincs különbség, valamint, hogy az alkalmazott felületkezelések nincsenek hatással a két baktériumtörzs megtapadására [17].

CÉLKITŰZÉSEINK

Manapság egyre gyakoribbak az implantátumos fogpótlások, azonban sajnos a beültetések számával arányosan megugrott a fogimplantátumok bakteriológias fertőzésének a száma is.

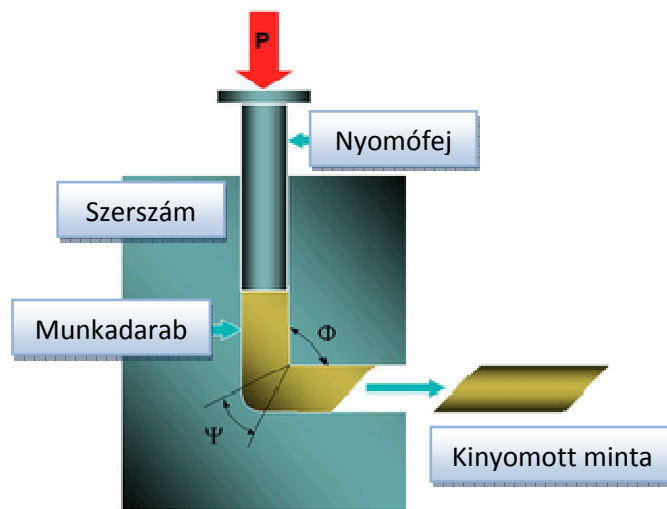
Fogorvosok felkerestek bennünket azzal a konkrét problémával kapcsolatban, hogy több páciensüket is olyan kellemetlenség érint, hogy adott idő után az állcsontba megfelelő steril körülményeket biztosítva beültetett implantátumok befertőződtek, ezt követően pedig kilazultak és emiatt nem tudták biztosítani a megfelelő terhelést.

Kutatásunk főcéljának tűztük ki, hogy olyan felületmódosító kezelési eljárást alkalmazzunk ki, amely segítségével csökkenthető a fogászati titán implantátumok bakteriális befertőződésének valószínűsége. Kutatásunk során három különböző titán alapanyagot alkalmazzunk, amelyeket különböző (kémiai maratás, elektropolírozás, anodizálás) felületkezelő eljárásnak vetettük alá. A felületkezelt mintákat optikai- (sztereo- és fémmikroszkóp) elektron- és atomerő-mikroszkóppal vizsgáltuk és tanulmányoztuk a kialakult struktúrákat. Ezt követően 300 mintánkon a drezdai Max Bergmann Intézetben bakteriológiai kísérleteket is végeztünk, amelyek eredményeként meghatározható, hogy melyik felületkezelési eljárás milyen mértékben befolyásolja a baktériumok megtelepedését.

KÍSÉRLETI MUNKA

Kísérleteinkhez három különböző alapanyagot használtunk, amelyek mindegyike alkalmas fogászati implantátumként való alkalmazásra. Fontos volt, hogy az egyes felületkezelési eljárásokat mindhárom alapanyag esetében azonos körülmények között, azonos paraméterekkel tudjuk elvégezni, mivel csak így lehet összehasonlítani a kapott eredményeket.

Az anyagok Grade 5-ös, Grade 2-es, és nanoszemcsés Grade 2-es titánok voltak. Míg a Grade 5-ös jelzésű titán 6% alumíniumot és 4% vanádiumot tartalmaz, addig a Grade 2-es jelzésű titán nem tartalmaz ötvöző anyagot. Gyártás szempontjából az első két alapanyagból húzással rudat állítanak elő, míg a nanoszemcsés alapanyagnál egy könyöksajtolásnak nevezett eljárást alkalmaznak (8.ábra).



8. ábra: A könyöksajtolás egyszerűsített folyamata {9}

A folyamat során az anyagban igen nagy mechanikai feszültség ébred, aminek hatására a hőkezelés során nanoméretű kristályok alakulnak ki. Ez a struktúra nagyobb szilárdsággal és nagyobb szívóssággal bír, mint a hagyományosan előállított titán rudak. A továbbiakban a különböző alapanyagokra Grade 2, Grade 5 és Nano Ti néven hivatkozunk.

Kísérleteinkhez a rudakból 2 mm vastag korongokat munkáltunk ki esztergálással, majd ezeket a korongokat egy gyémánttárcsás vágóberendezés segítségével 4 részre vágtuk. Az így kapott próbatestek mérete elegendő a felületkezelések, majd pedig a vizsgálatok elvégzéséhez. A darabolásnak köszönhetően nagyobb mintaszám áll rendelkezésünkre, amivel így statisztikailag pontosabb eredményeket kaphatunk.

A forgalomban lévő fogászati implantátumok geometriáját is valamely forgácsoló eljárással alakítják ki. A forgácsolás sorját, valamint a vágókésből származó hornyokat hagy maga után, ami a beültetés szempontjából nem megengedhető. A sorja sérüléseket okozhat, a kés által hagyott barázdák pedig jó megtapadási helyül szolgálhatnak a baktériumoknak. Ezért az így elkészített implantátumokat felületkezelésnek kell alávetni. Az általunk vizsgált minták alapanyagban és gyártástechnológiában teljes mértékben megegyeznek a forgalomban lévő fogászati implantátumokéval. Ennek köszönhetően az itt elért eredményeink a későbbiekben átültethetőek a tényleges fogászati implantátum geometriára.

A következőkben bemutatjuk az általunk alkalmazott felületkezelési eljárásokat és azok eredményeit.

Kémiai maratás

A kémiai maratás egy olyan felületkezelő eljárás, amely során a marószert és a kezelendő munkadarab felülete között kémiai reakció játszódik le. Ennek köszönhetően az alapanyag oldatba megy, ami így a kezelt munkadarab fogyását eredményezi. A kémiai maratást befolyásoló paraméterek a kezelendő alapanyag összetétele, a maratópác összetétele, a hőmérséklet és a kezelés ideje.

Kísérleteinkhez olyan marószert kellett találnunk, amely mindhárom alapanyag esetében alkalmazható. Szakirodalmak alapján a választott maratópác 9 V/V % hidrogén-fluoridot és 12 V/V % salétromsavat tartalmazó vizes oldat volt. Mivel a hidrogén-fluorid marja az üveget, ezért a folyamatot műanyagpohárban végeztük el.

Mivel a marószert csak véges mennyiségű anyagot tud oldani, vagyis van telítődési koncentrációja, ezért meg kellett határoznunk, hogy mennyi próbatestet kezelhetünk vele.

A kémiai maratás közben lejátszódó reakció exoterm, ezért a rendszerünk a kezelés során felmelegszik. Mivel a maratópác intenzitása függ a hőmérséklettől, ezért azt egy konstans értéken kellett tartanunk, mert csak így tudtuk biztosítani az állandó körülményeket az egyes kezeléseknél. Ehhez lehűtött acetont használtunk, amellyel a reakcióteret kívülről hűtöttük. Ezzel a kémiai maratás során a maratópác hőmérsékletét $30 \pm 1^\circ\text{C}$ -on tudtuk tartani.

A kémiai maratás idejétől függ a leváló anyag mennyisége, valamint a felület minősége. A hosszú idejű kezelés nagy anyagfogyást eredményez, amely nem gazdaságos, így jóval nagyobb kiinduló mintára van szükségünk. Ennek nagy szerepe elsősorban a valódi implantátum gyártásánál van. A túl rövid ideig tartó kémiai maratás pedig nem eredményez olyan felületet, amelyre a további műveletekhez szükség van, valamint sorja maradhat a felületen. Mivel a kémiai maratás egyik legfontosabb paramétere a kezelés időtartama, ezért ennél a folyamatnál ez volt a változó érték. Alapanyagonként 12 különböző ideig maratott munkadarabot készítettünk és vizsgáltunk. Az alkalmazott időtartamokat az 3. táblázat mutatja.

Minta	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.	11.	12.
Maratás ideje (min)	0,25	0,5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10

3.táblázat: Az egyes mintákhoz tartozó maratási idő

A kémiai maratáshoz ultrahangos tisztítóberendezést alkalmaztunk, ami segíti a forgácsolásból származó sorja leválást. Az alkalmazott berendezés összeállítása 9. ábrán látható.



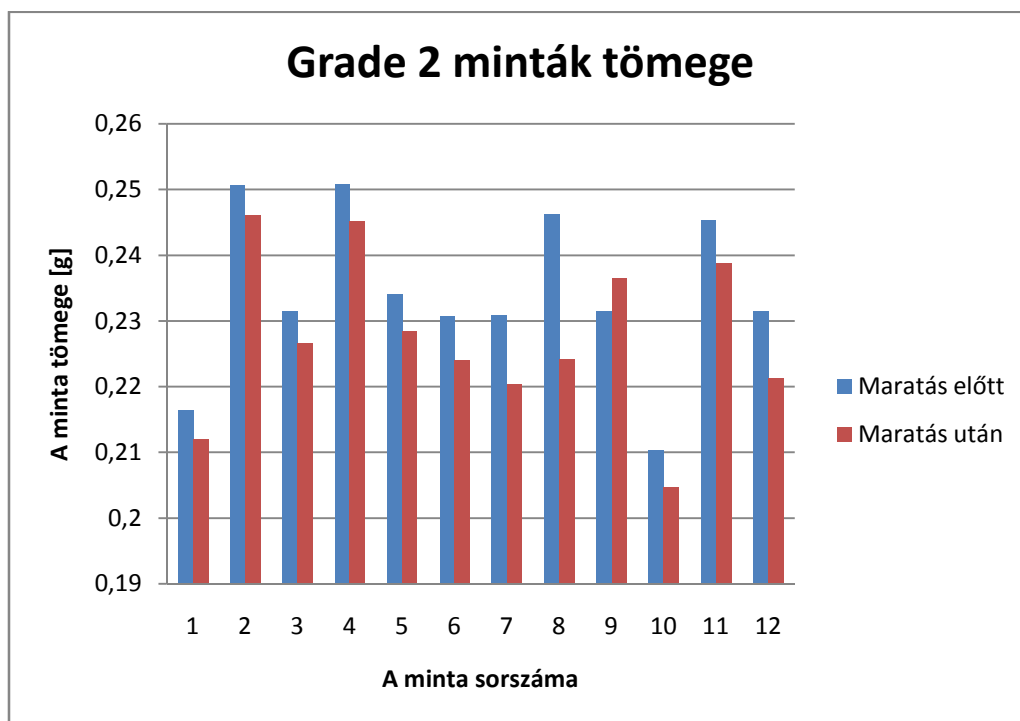
9. ábra. A kémiai maratáshoz használt berendezés összeállítása

A kémiai maratással szemben a következő követelményeket állítottuk:

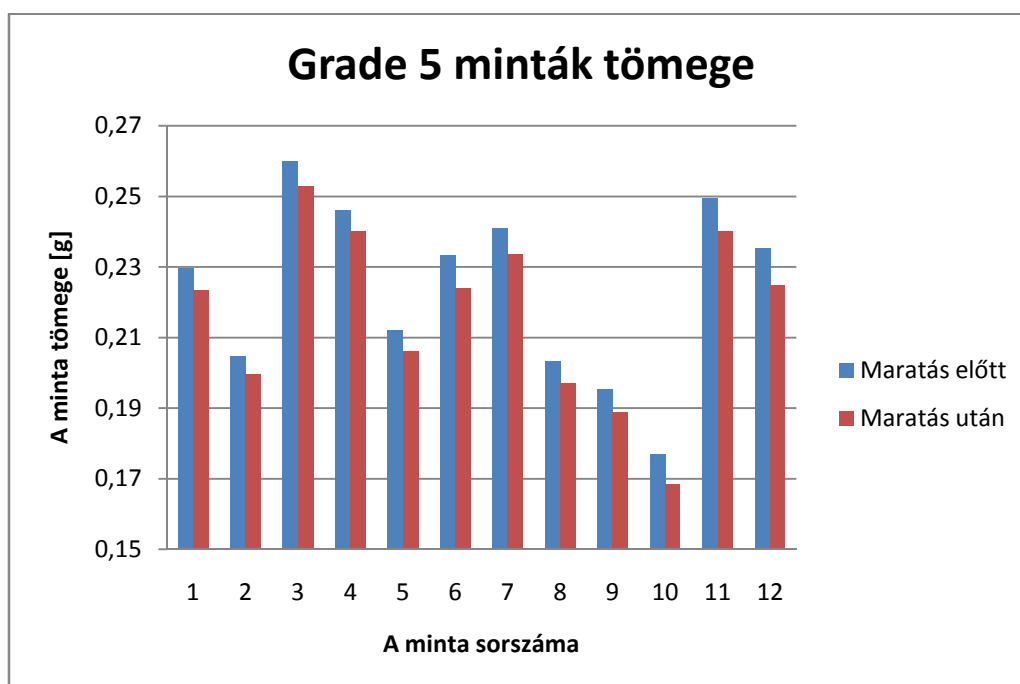
- legkisebb felületi érdesség
- legjobb reprodukálhatóság
- legkisebb anyagfogyás
- egységes paraméterek mindhárom alapanyagra
- legrövidebb maratási idő

A kezelés előtt minden mintának megmértük a vastagságát 3 helyen, a tömegét és mindkét oldalának felületi érdességét 5-5 helyen. A geometriai mérésekhez mikrométert, a tömeg méréséhez analitikai mérleget, a felületi érdesség méréséhez pedig felületi érdesség mérőt

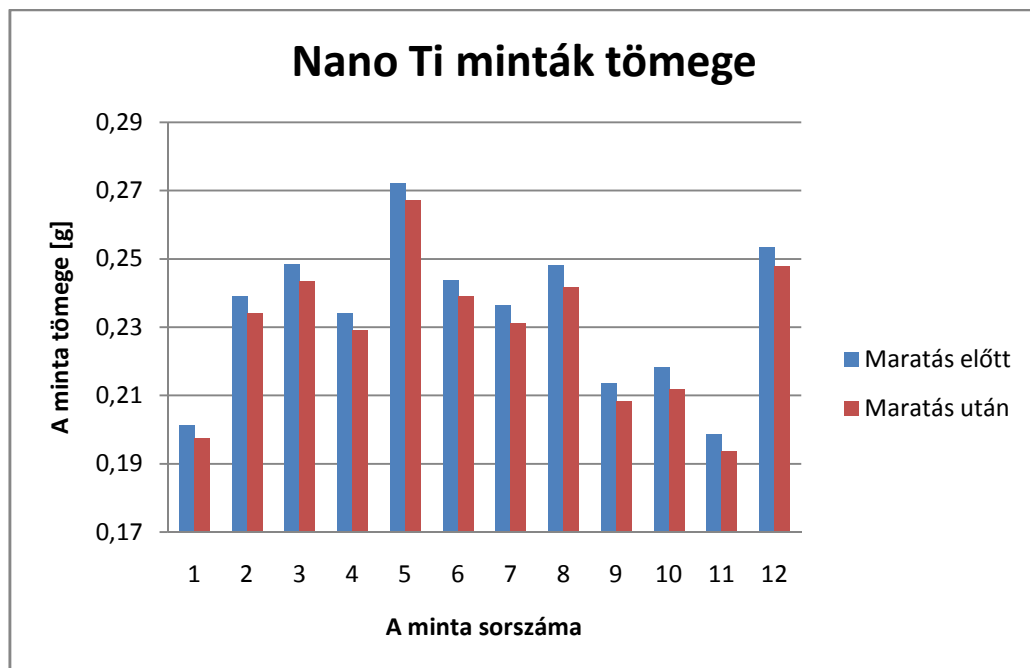
használtunk. Ezen méréseket elvégeztük a kémiai maratás után is, így információt kaptunk a különböző maratási idők felületre és anyagfogyásra gyakorolt hatásáról. A tömegmérés eredményeit az 1.-3. grafikonokon láthatjuk.



1.grafikon: Grade2 minták tömege maratás előtt és maratás után



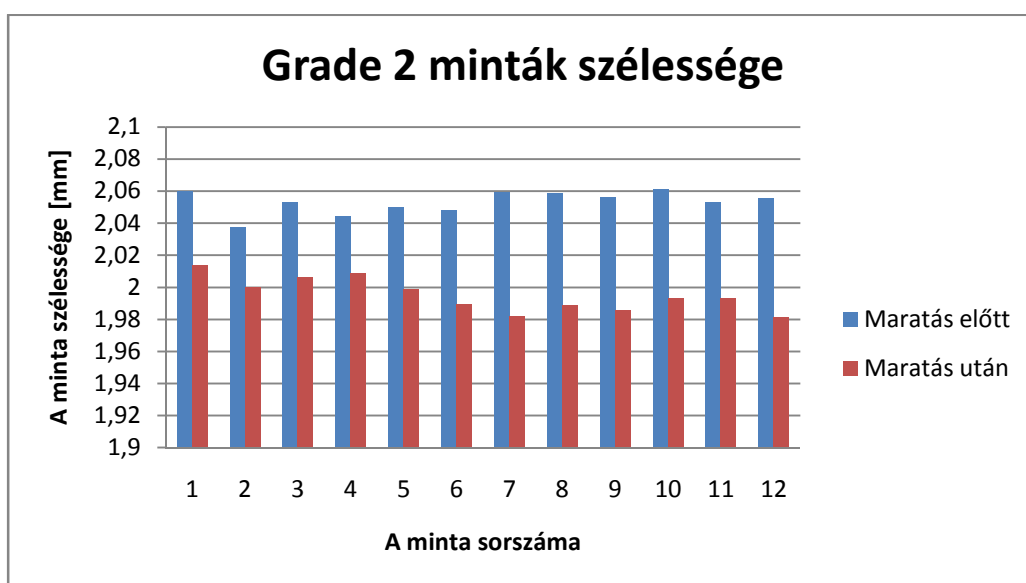
2.grafikon: Grade5 minták tömege maratás előtt és maratás után



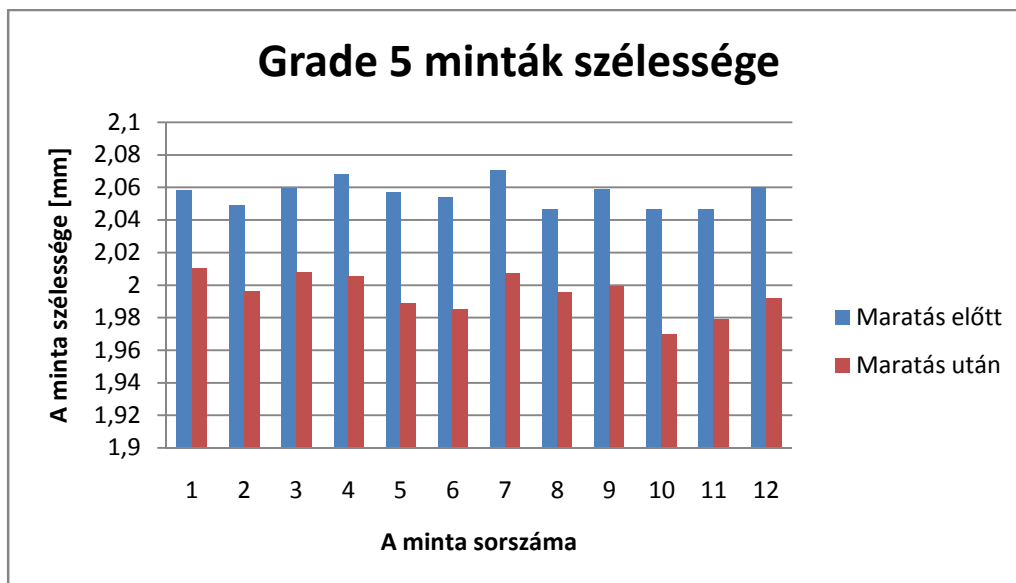
3.grafikon: Nano Ti minták tömege maratás előtt és maratás után

Megfigyelhető, hogy a hosszabb ideig tartó kémiai maratás nagyobb anyagfogyást eredményez. Ez gazdaságtalan, mivel így nagyobb kiinduló munkadarabra van szükség, ami a az esetleges implantátum tömeggyártása esetén jelentős többletköltséget jelent. Ezt szem előtt tartva a kémiai maratást érdemes minél rövidebb ideig végezni.

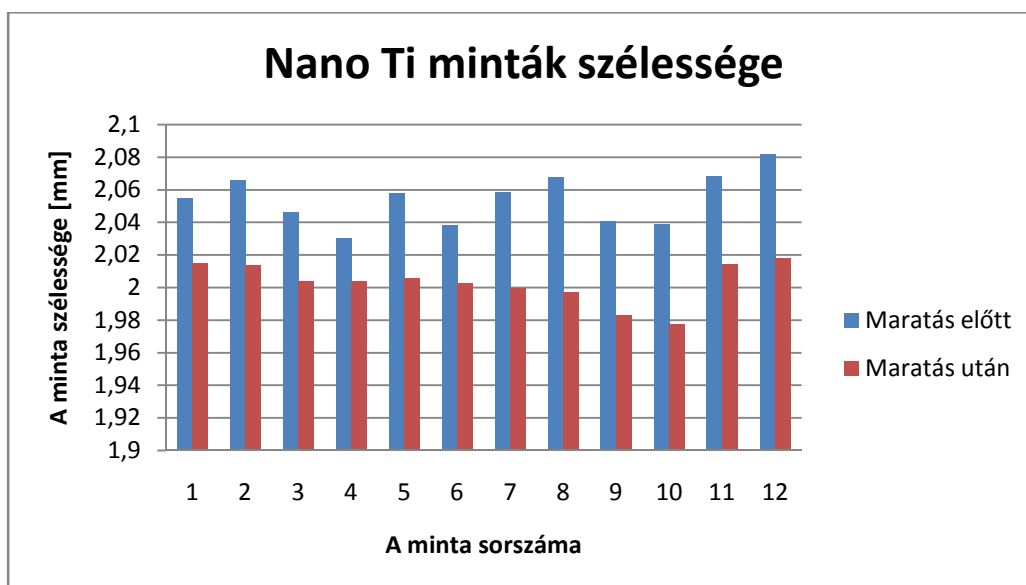
A 4.-5. grafikonokon a minták szélességeinek átlagolt értékeit láthatjuk maratás előtt és maratás után egyaránt.



4.grafikon: Grade 2 minták szélessége maratás előtt és maratás után



5.grafikon: Grade 5 minták szélessége maratás előtt és maratás után

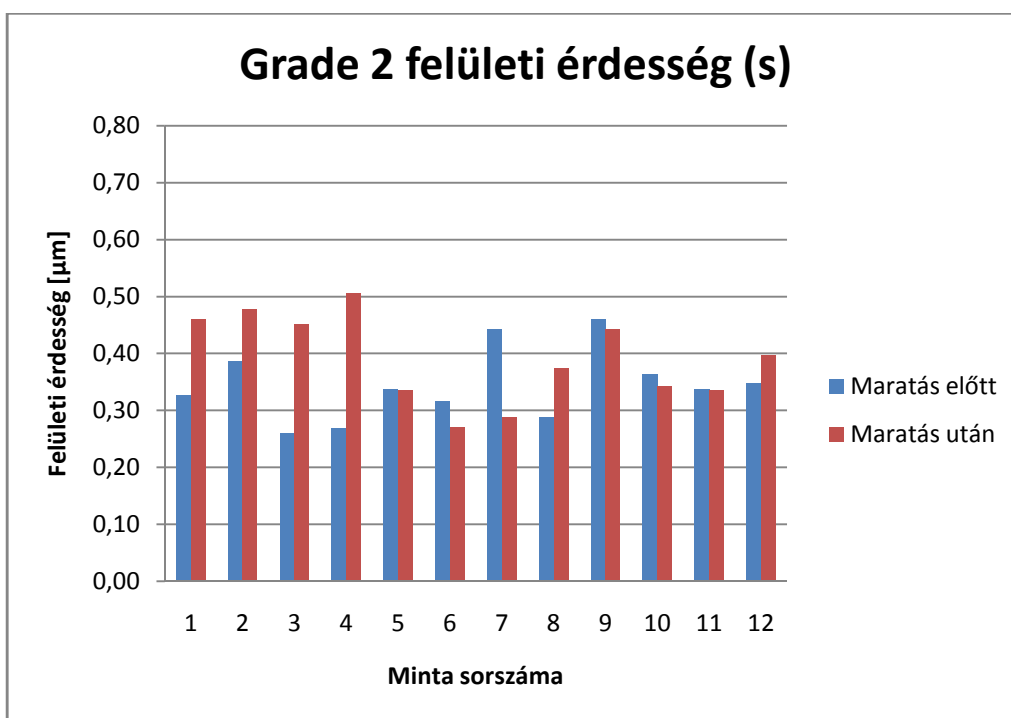


6.grafikon: Nano Ti minták szélessége maratás előtt és maratás után

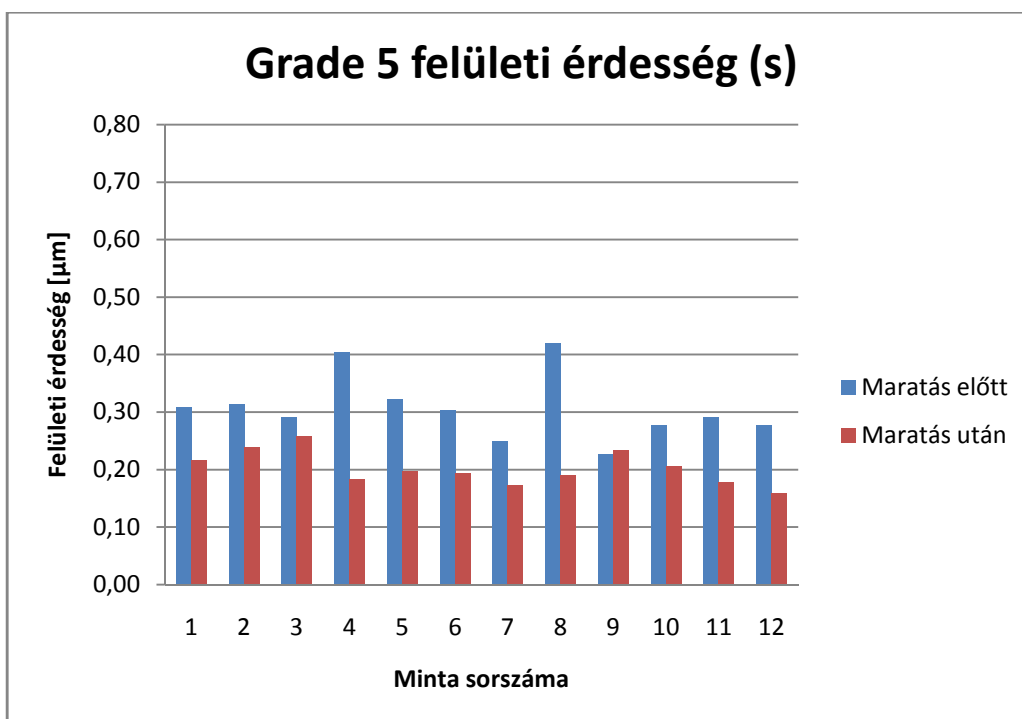
Ennél a vizsgálatnál a tömegfogyáshoz hasonló tendencia figyelhető meg. Ebből az adatból meg lehet határozni, hogy a kívánt geometria eléréséhez, mekkora ráhagyás kell a munkadarabon, hogy a kémiai maratás után a kívánt geometriát kapjuk.

A vizsgált minták két oldala eltérő felületi érdességgel rendelkezik a fogácsolás miatt. A nagyobb felületi érdességű oldalt „p-oldalnak” (pontosított oldal), míg a kisebb felületi érdességű oldalt „s-oldalnak” (sima oldal) neveztük el. Ennek megkülönböztetésére a p-oldalra

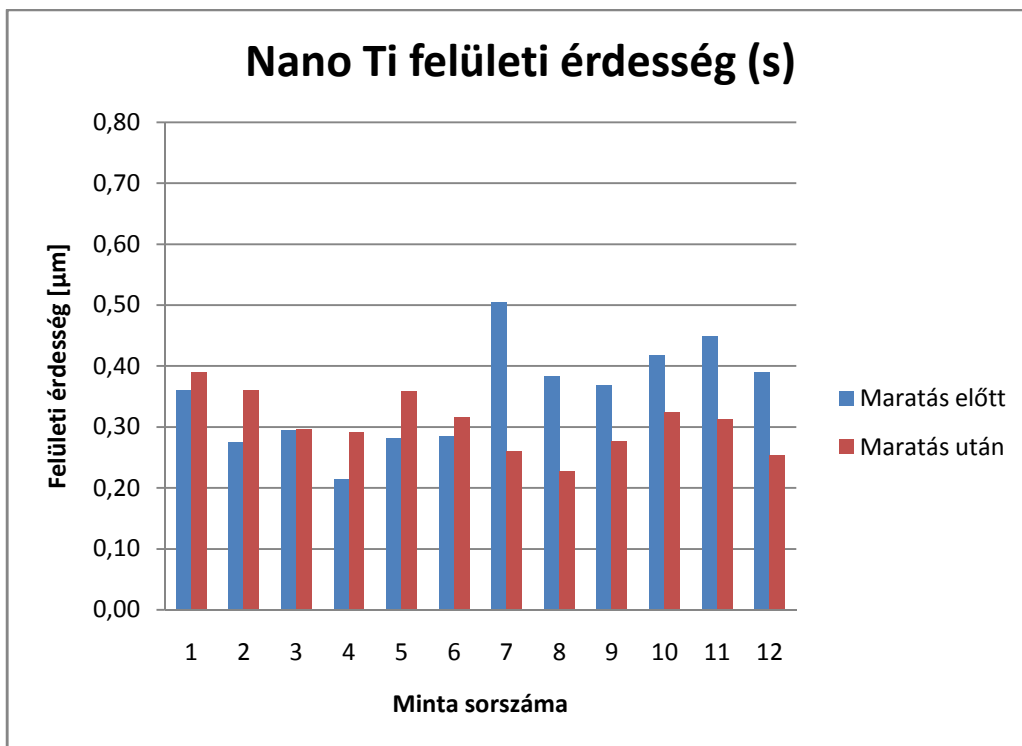
egy fekete pontot raktunk. A két oldalon mért felületi érdességek átlagolt értékeit a 7.-12. grafikonokon láthatjuk.



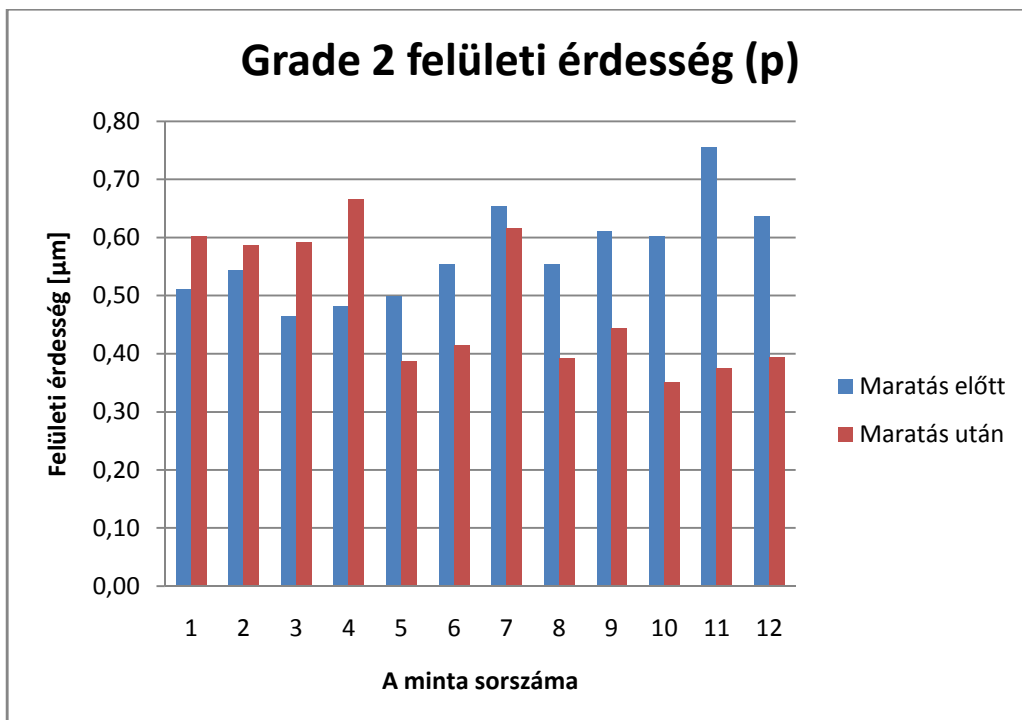
7.grafikon: Grade 2 minták felületi érdessége (s oldal) maratás előtt és maratás után



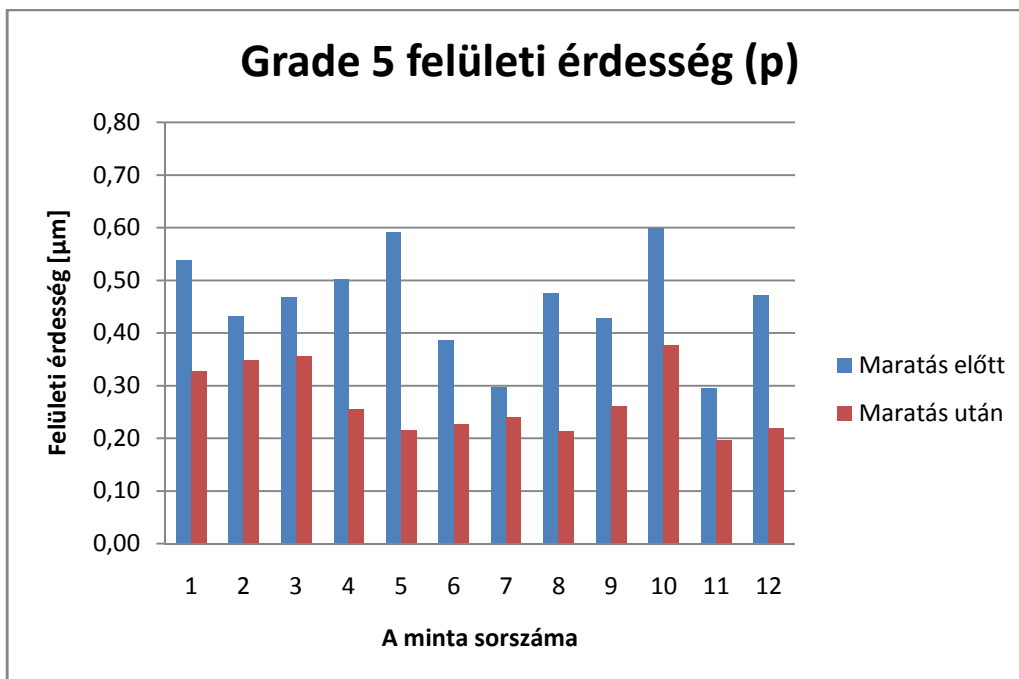
8.grafikon: Grade 5 minták felületi érdessége (s oldal) maratás előtt és maratás után



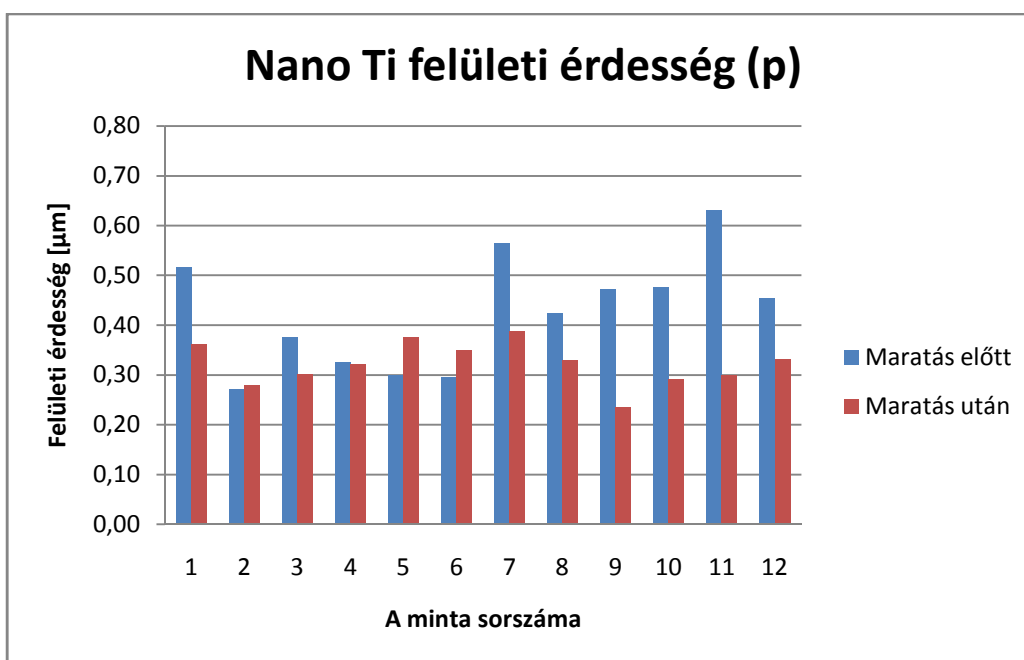
9.grafikon: Nano Ti minták felületi érdessége (s oldal) maratás előtt és maratás után



10.grafikon: Grade 2 minták felületi érdessége (p oldal) maratás előtt és maratás után



11.grafikon: Grade 5 minták felületi érdessége (p oldal) maratás előtt és maratás után



12.grafikon: Nano Ti minták felületi érdessége (p oldal) maratás előtt és maratás után

A felületi érdesség mérés ilyen kis minta esetében igen körülményes, a minta elmozdulása és a mérőfej pontos ráhelyezése miatt. Az 5 ponton való mérés átlaga azonban már megközelíti a tényleges értéket, így ezt mérvadónak tekinthetjük.

A felületi érdességmérés eredményeit megfigyelve láthatjuk, hogy a kémiai maratás időtartamának növekedése nem javít egyértelműen a felületi érdesség értékén. Ez az eljárás a sorját és a kisebb szennyeződések eltávolítja a felületről, azonban a felületi érdességet ronthatja.

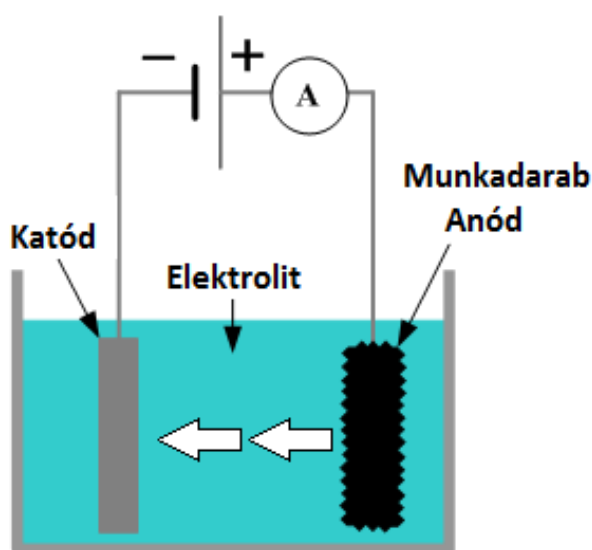
Ezen vizsgálatok eredményeit, valamint a kémiai maratással szemben állított követelményeinket összevetve úgy találtuk, hogy a számunkra optimális maratási idő 30 másodperc. Ennél maratási időtartamnál már leválik a forgácsolásból származó sorja, valamint a felületi szennyeződések. Ezen felül megkezdődik a vágókés által hagyott barázdák maródása, ami a felületi érdesség értékének javulását eredményezi.

Az így kialakuló felület még jó megtapadást tesz lehetővé, mind a csontsejtek, mind a baktériumok számára. Ennek elkerülése végett további felületkezelő eljárást nevezetesen elektropolírozást alkalmaztunk. A következőkben bemutatjuk ezen kezelést, valamint az kísérletekből származó eredményeinket.

Elektropolírozás

Az elektropolírozás egy mechanikai igénybevételek nélküli, elektrokémiai felületkezelő eljárás. Ennek köszönhetően kis munkadarabok, vagy a munkadarab nehezen megközelíthető részei is kezelhetők. A folyamat eredményeképpen egy sima, tükörfényes felületet kapunk.

Az eljárás elve, hogy a kezelendő munkadarabot anódként kötve és azt egy elektromos áramot vezető elektrolitba merítve zárjuk az áramkört. Az így kialakuló elektromos áram az anódtól, vagyis a munkadarabtól a katód felé folyik. Az elektropolírozás elrendezését a 10. ábrán láthatjuk



10. ábra. Az elektropolírozás elvének egyszerűsített ábrája {10}

Az átfolyó áram az érdesség csúcsokon nagyobb áramsűrűséget eredményez, mint a sima felületeken, ezért azok intenzívebb fogyása tapasztalható. Ennek köszönhető, hogy az elektropolírozással kezelt mintadarabok felülete ideális esetben nem tartalmaz csúcsokat, így végeredményben egy tükörsima felületet kapunk.

Az elektropolírozással kialakított felület milyenségét a kezelt alapanyag, az alkalmazott elektrolit, a folyamat hőmérséklete, a kezelés ideje, valamint az alkalmazott áramsűrűség határozza meg.

Kísérleteinkhez olyan elektrolitot használtunk, amely mindhárom alapanyaghoz megfelelő. A Struers® nevű cég A3 elektrolitja alkalmazható tiszta titán és titán-ötvözetekhez egyaránt. Kísérleteinkhez ezért ilyen, perklórsavból, metanolból és butoxi-etanolból álló elektrolitot használtunk.

Kísérleteinkben az elektropolírozást -30°C hőmérsékleten végeztük. Ezt szárazjéggel hűtött acetonnal értük el, amellyel a reakcióteret kívülről hűtöttük. Az elektropolírozás közben a hőmérsékletet folyamatosan nyomon követtük, így el tudtunk érni $30\pm 1^{\circ}\text{C}$ –os kezelési hőmérsékletet.

Előzetes kísérletek alapján az elektropolírozás idejére azt a megállapítást tettük, hogy 1 percnél rövidebb ideig, valamint 4 percnél hosszabb ideig nem érdemes a folyamatot végezni. Az alsó időkorlátot a még felületen maradó érdesség csúcsok jelenléte, a felső időkorlátot pedig a túlpolírozott felület indokolja. Ennek fényében az alkalmazott elektropolírozás idők rendre 1, 2, 3 és 4 perc voltak.

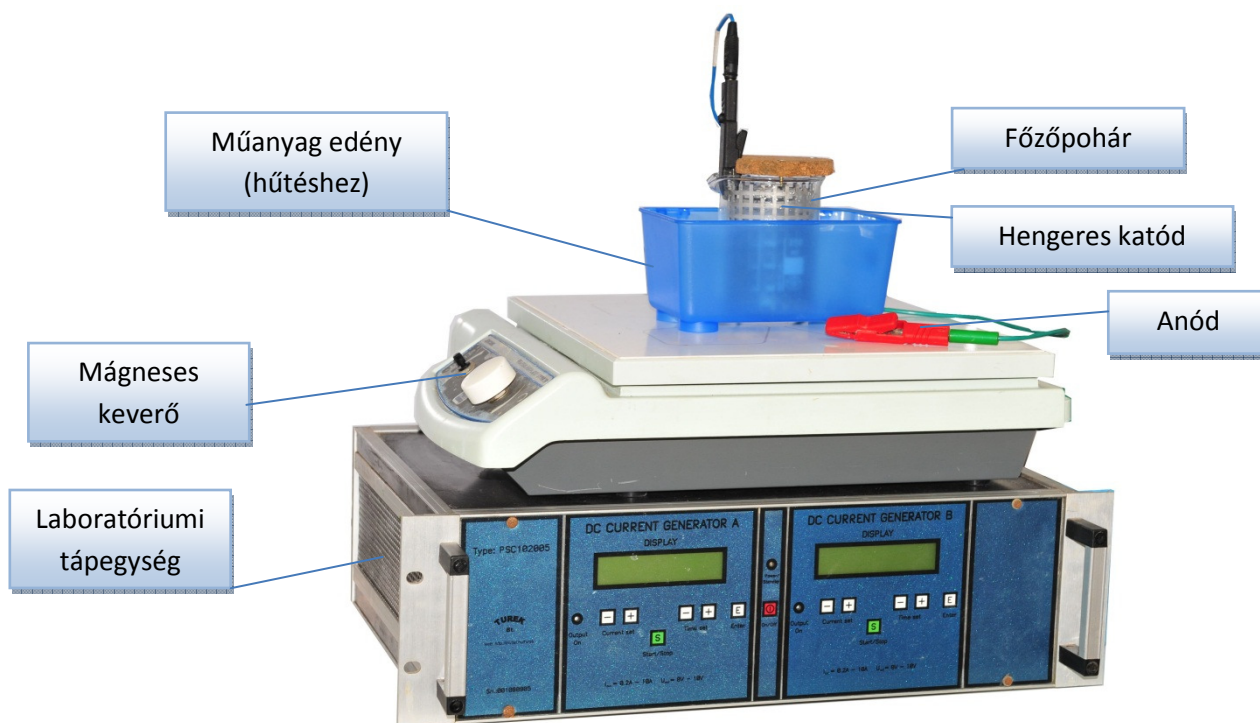
Az alkalmazott áramsűrűség meghatározása is előzetes kísérletek alapján történt. Ez alapján úgy találtuk, hogy a megfelelő értékek $1\text{--}2,5\text{ mA/mm}^2$ között vannak. A rendelkezésünkre álló berendezésen a feszültség beállítására volt lehetőségünk (amely egyenes arányosságban áll az alkalmazott áramerősséggel, így az áramsűrűséggel), értékei így 20V, 25V és 30V voltak.

Az elektropolírozást befolyásoló paramétereket összesítve, valamint az egyes paraméterkombinációkhoz tartozó minta sorszámát a 4.táblázat mutatja.

Minta	Feszültség [V]	Idő [min]	Hőmérséklet [°C]
1	20	1	-30
2	20	2	-30
3	20	3	-30
4	20	4	-30
5	25	1	-30
6	25	2	-30
7	25	3	-30
8	25	4	-30
9	30	1	-30
10	30	2	-30
11	30	3	-30
12	30	4	-30

4.táblázat: Az elektropolírozáshoz használt paraméterkombinációk és a hozzájuk tartozó minták

A felületkezeléshez mágneses keverő berendezést is alkalmaztunk, ami az elektrolit folyamatos mozgását, így a folyamatos anyagleválást segíti elő. Az elektropolírozáshoz használt berendezés összeállítása a 11. ábrán látható.

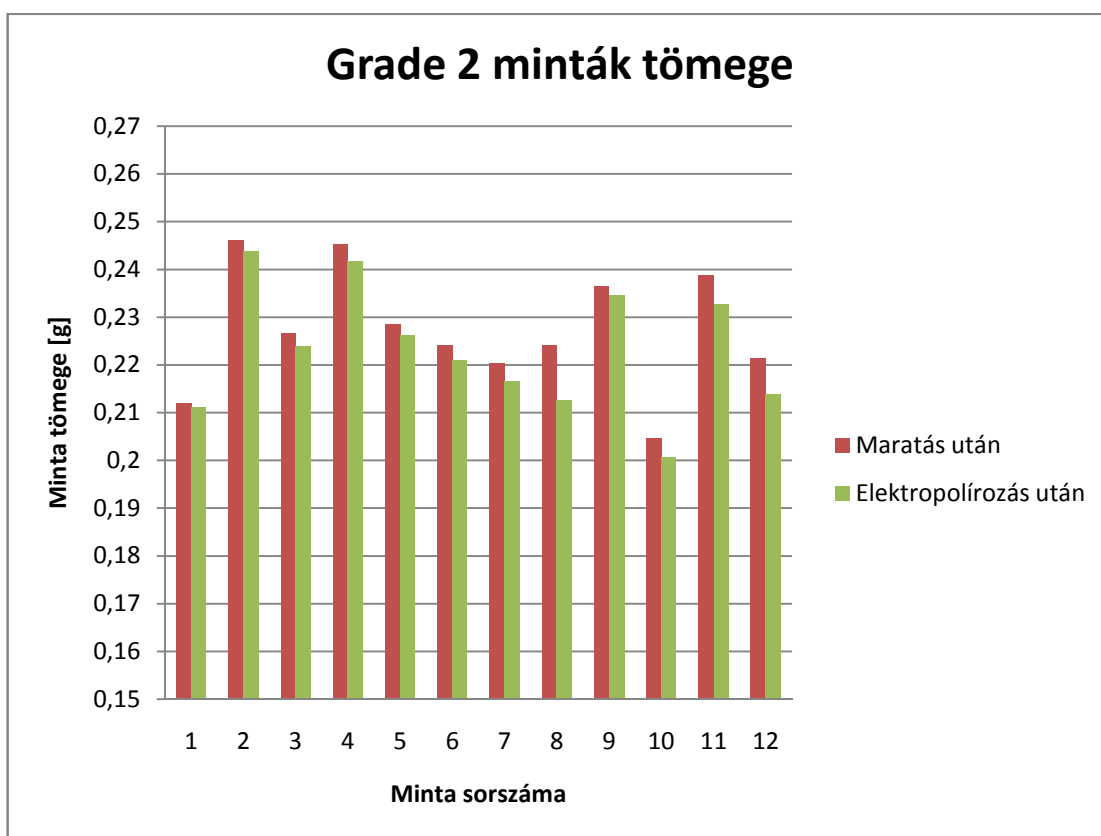


11. ábra. Az elektropolírozáshoz használt berendezés a fontosabb részek megnevezésével

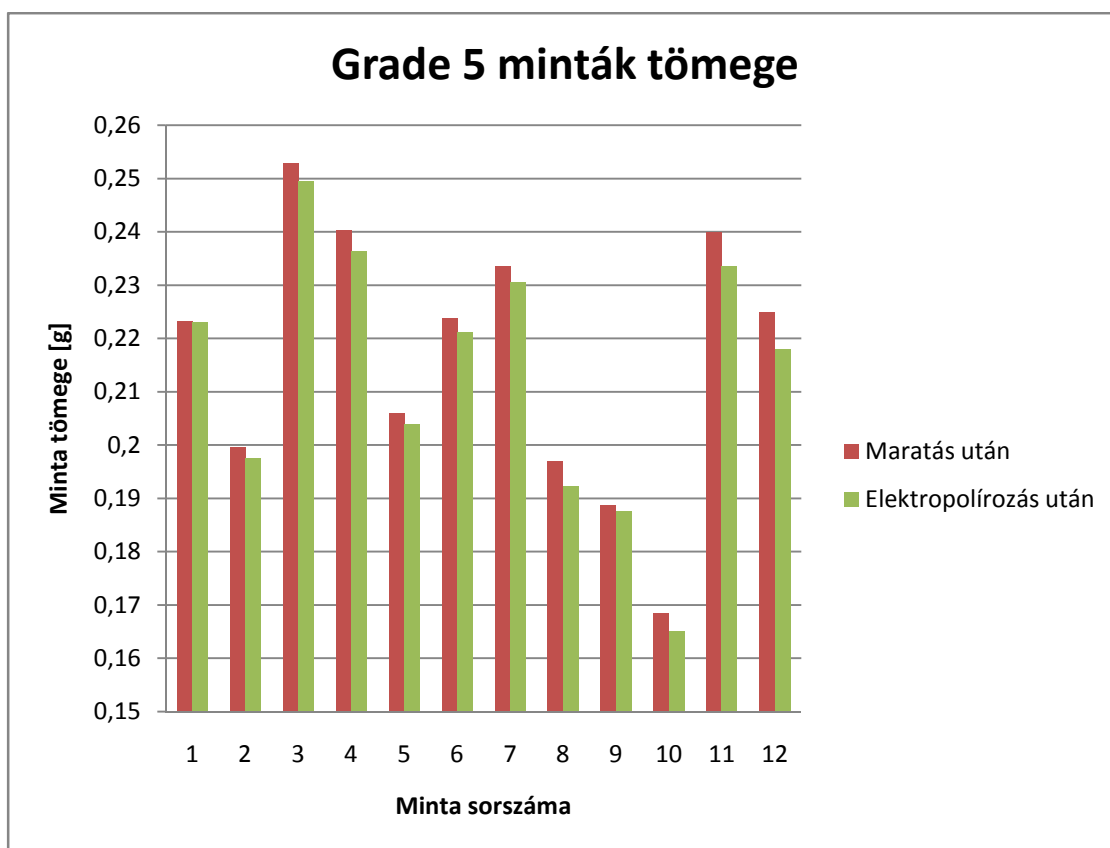
Az elektropolírozással szemben a következő követelményeket állítottuk:

- legkisebb felületi érdesség
- legkisebb anyagfogyás
- legjobb reprodukálhatóság
- legjobb reprodukálhatóság
- egységes paraméterek mindhárom alapanyagra
- legrövidebb elektropolírozási idő

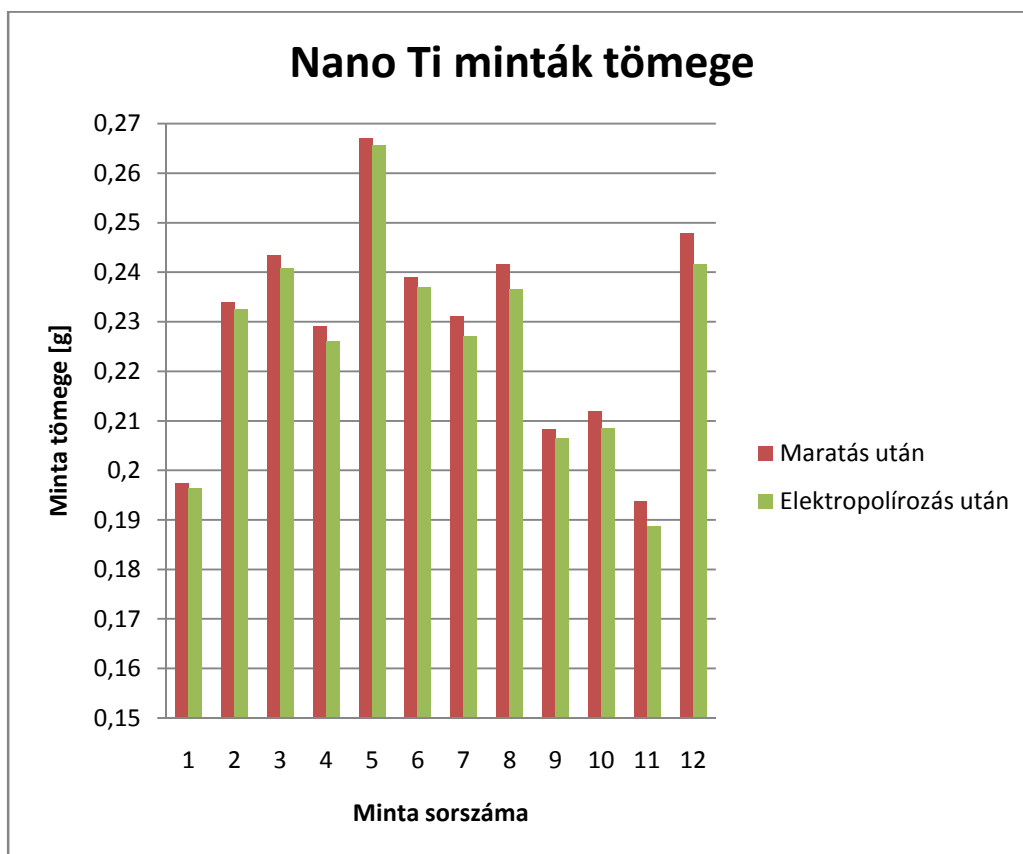
A kísérletek megkezdése előtt, a mintákat az előző fejezet végén leírt 30 másodperces kémiai maratásnak vetettük alá. Ezzel eltüntettük a sorját, valamint a szennyeződéseket. Ezen mintákon is elvégeztük kezelés előtt és után egyaránt a tömegmérést, a szélességmérést, valamint a felületi érdesség mérést a már ismertetett módszer szerint. A tömeg és szélességmérés átlagolt eredményeit az 13.-18. diagramok mutatják.



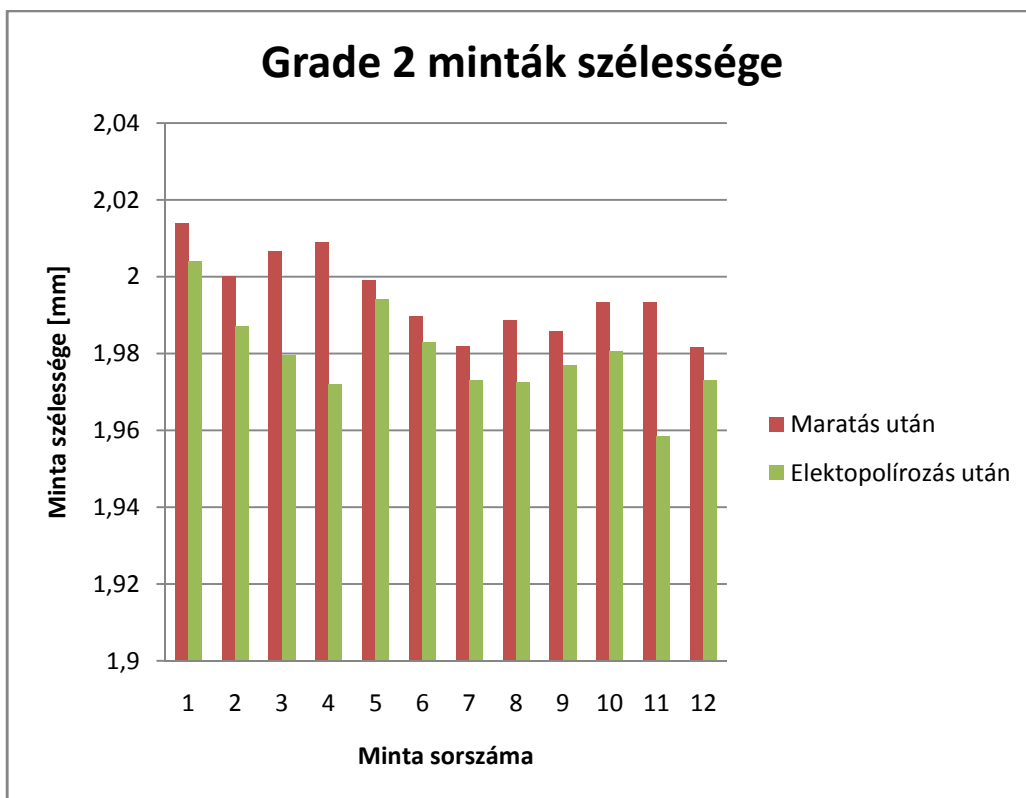
13.diagram: Grade 2 minták tömege polírozás előtt és után



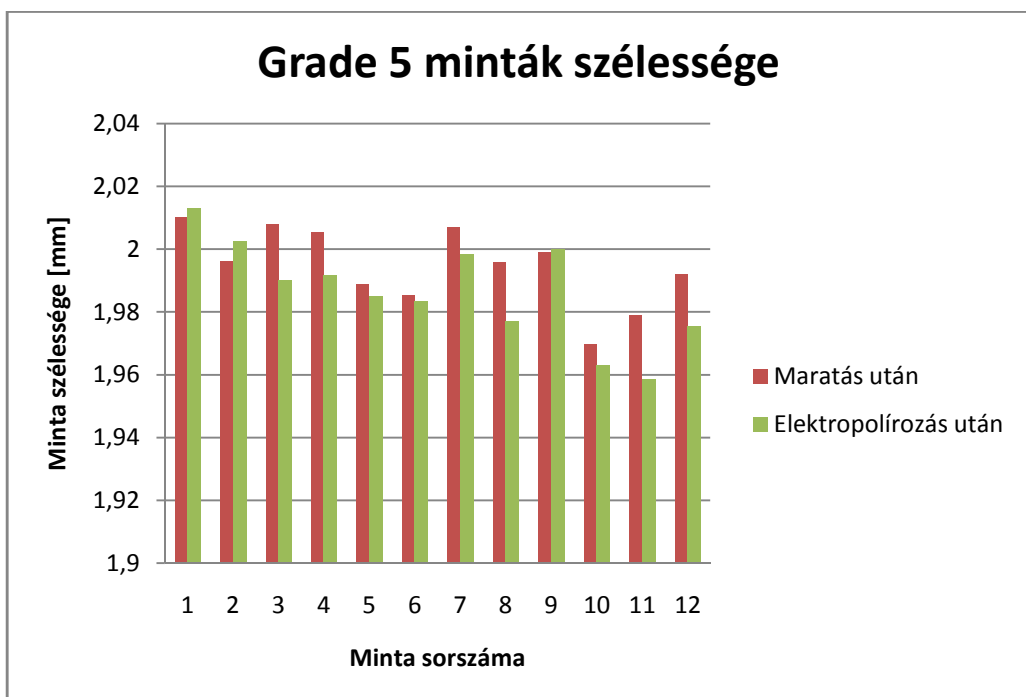
14.diagram: Grade 5 minták tömege polírozás előtt és után



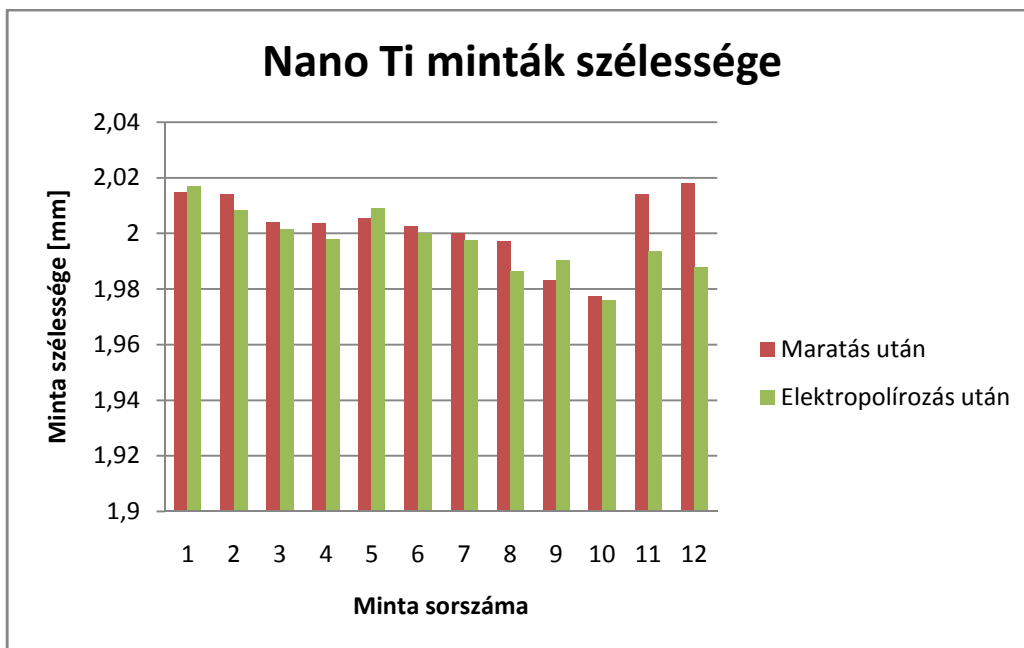
15.diagram: Nano Ti minták tömege polírozás előtt és után



16.diagram: Grade 2 minták szélessége polírozás előtt és után



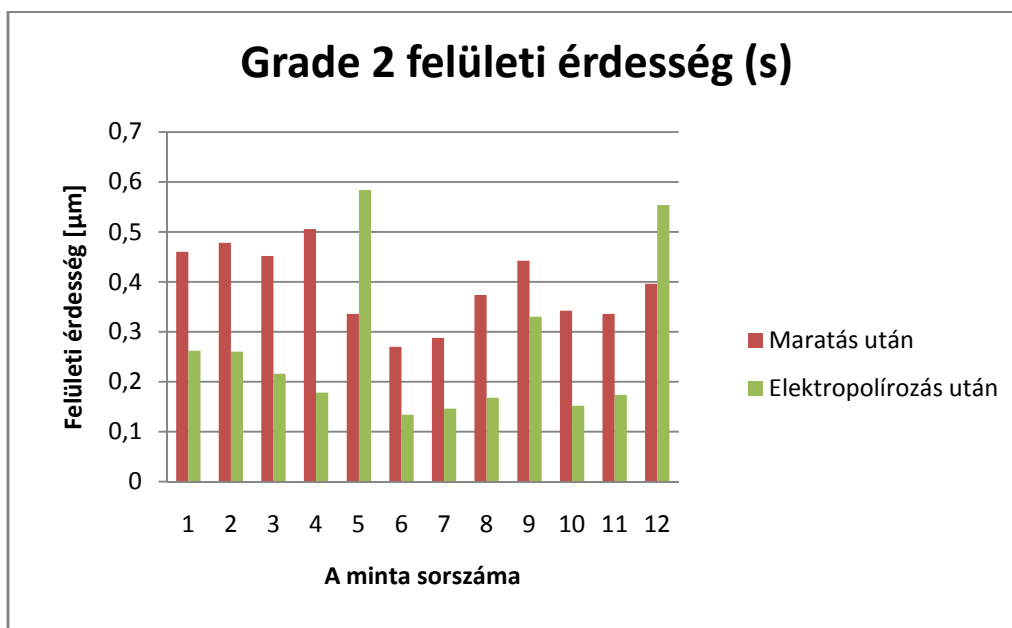
17.diagram: Grade 5 minták szélessége polírozás előtt és után



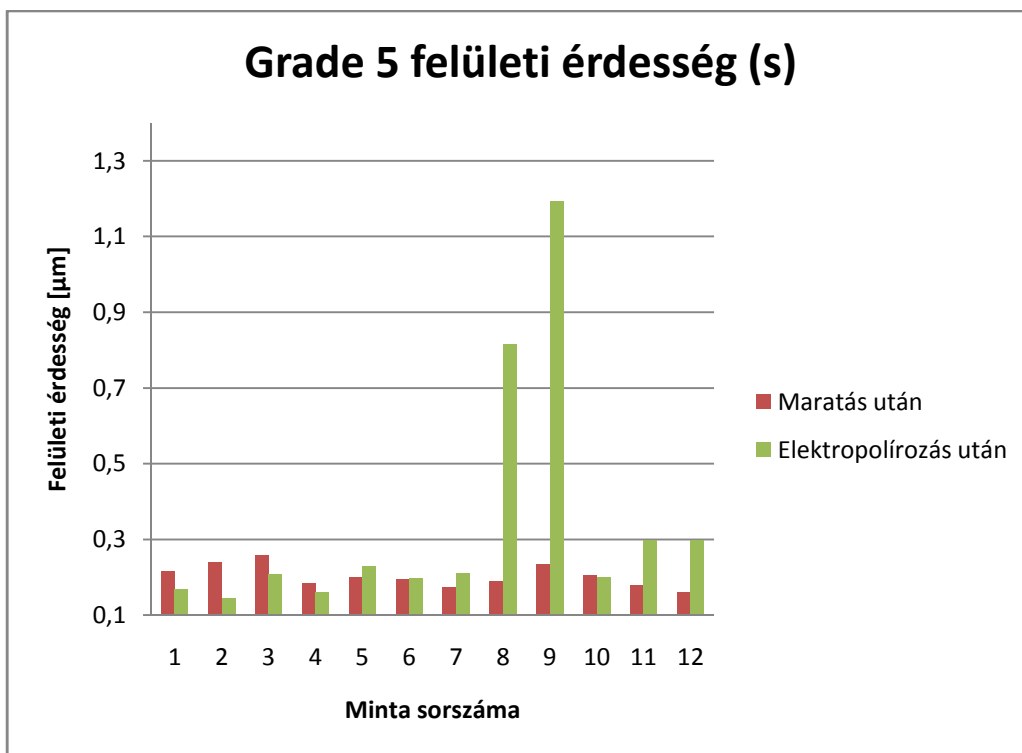
18.diagram: Nano Ti minták szélessége polírozás előtt és után

Megfigyelhető, hogy az elektropolírozás még a nagyobb idő és áramsűrűség tartományban sem okoz olyan jelentős anyagfogyást, mint a kémiai maratás. Ezt figyelembe véve ebből a szempontból a számunkra optimális paraméterkombinációk nem állapíthatók meg. Azonban érdemes egy rövidebb idejű kezelést választani, amivel a kezelésből sorozatgyártás esetén jelentős időt takaríthatunk meg.

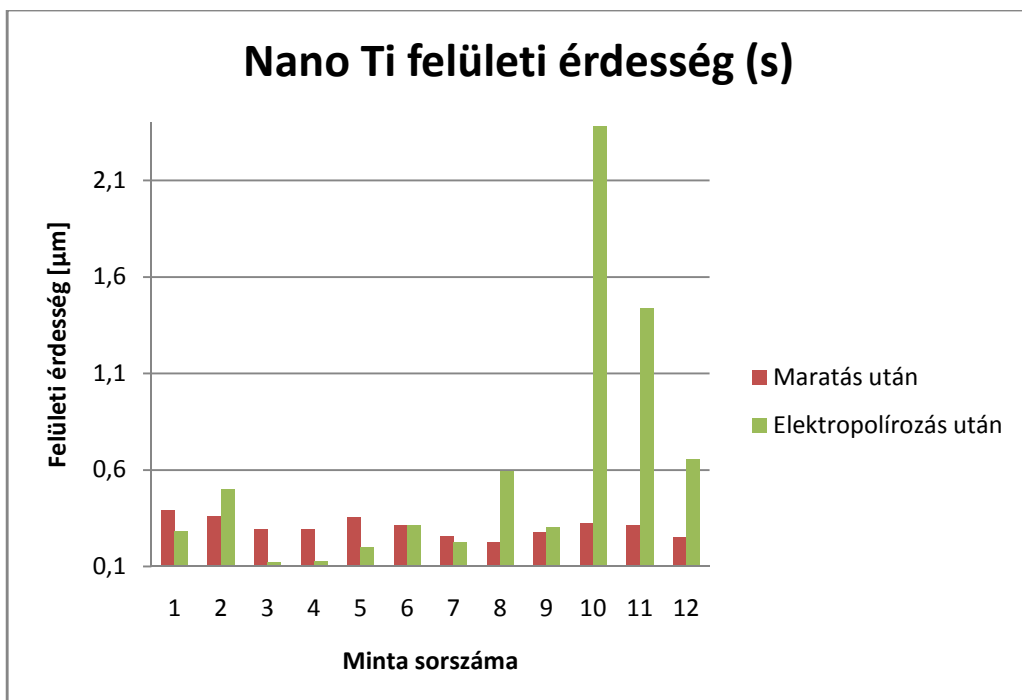
Ennél fontosabb a különböző paraméterkombinációk mellett kialakuló felület és annak érdessége. A felületi érdesség mérés átlagolt eredményeit a 19.-24. diagram mutatja.



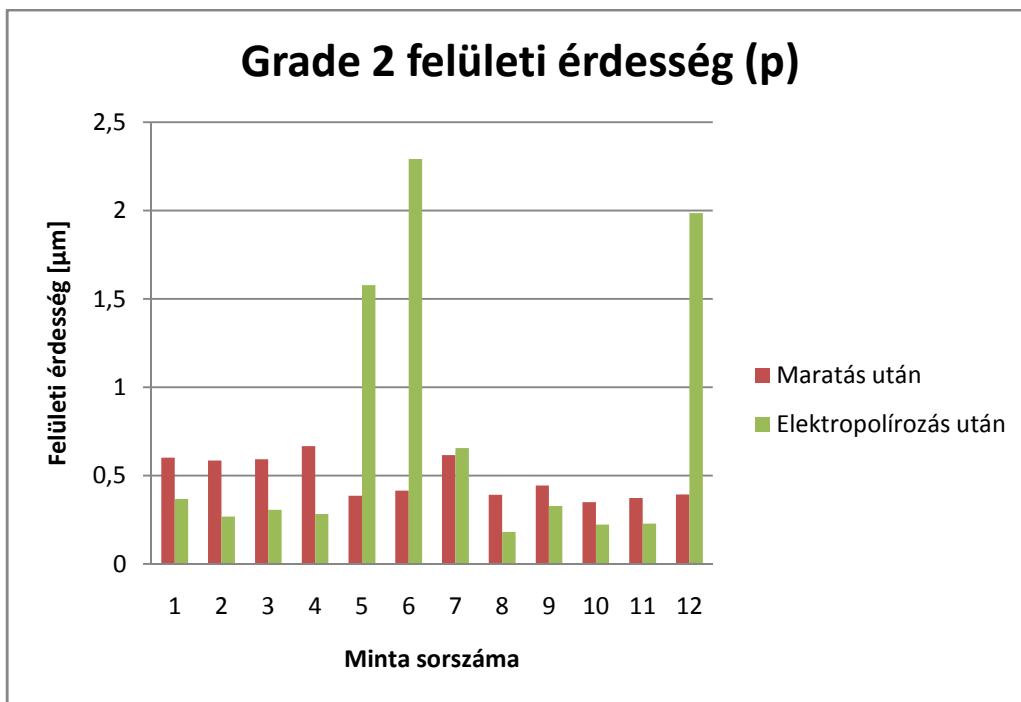
19.diagram: Grade 2 minták felületi érdessége (s oldal) elektropolírozás előtt és elektropolírozás után



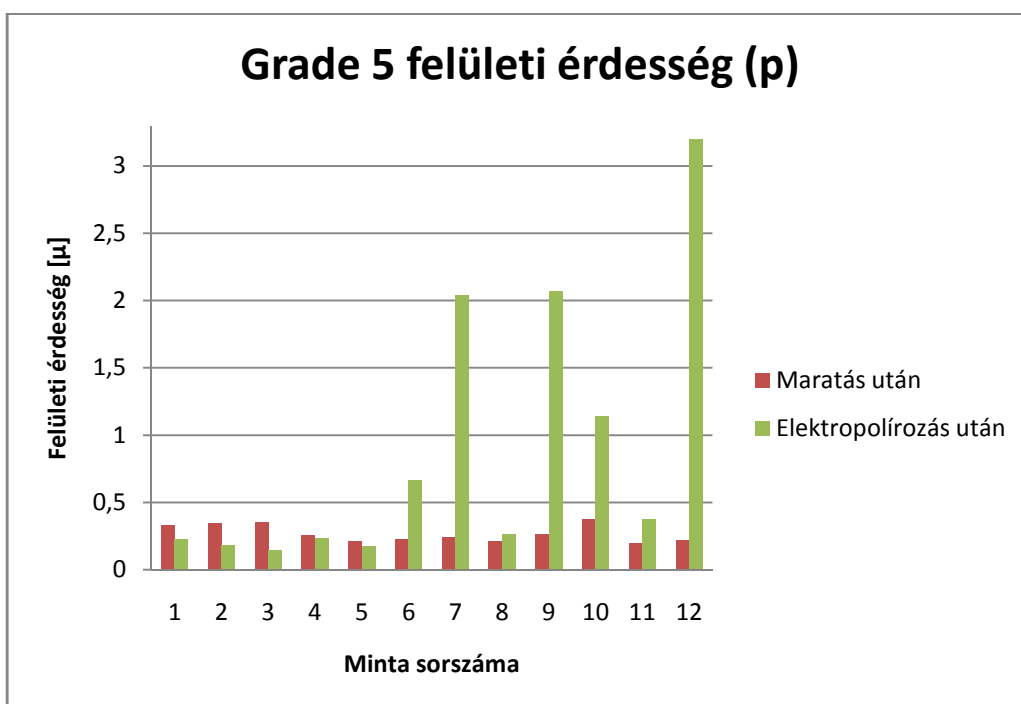
20.diagram: Grade 5 minták felületi érdessége (s oldal) elektropolírozás előtt és elektropolírozás után



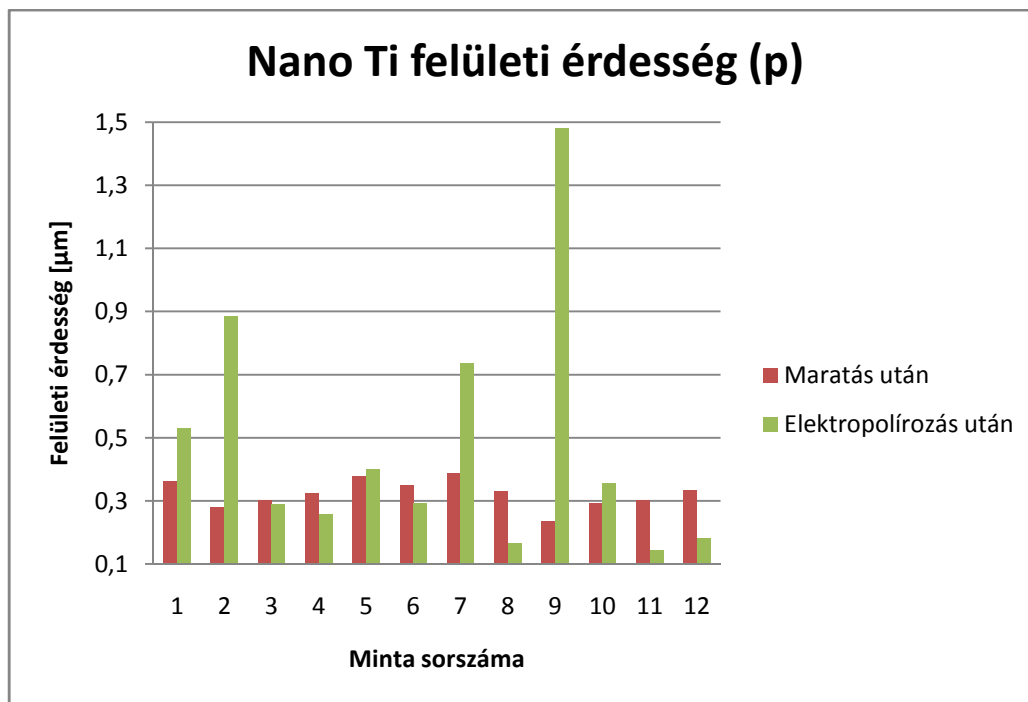
21.diagram: Nano Ti minták felületi érdessége (s oldal) elektropolírozás előtt és elektropolírozás után



22.diagram: Grade 2 minták felületi érdessége (p oldal) elektropolírozás előtt és elektropolírozás után



23.diagram: Grade 5 minták felületi érdessége (p oldal) elektropolírozás előtt és elektropolírozás után



24.diagram: Nano Ti minták felületi érdessége (p oldal) elektropolírozás előtt és elektropolírozás után

A diagramokból megfigyelhető, hogy egyes paraméterkombinációk mellett érdesebb felületet kapunk, mint a kémiai maratás után. Ennek oka valószínűsíthetően az, hogy az ilyen paraméterekkel kezelt minták felületen túlpolírozott vagy szennyeződések miatti hibásan polírozódott területek vannak jelen.

Ezen vizsgálatok eredményeit, valamint az elektropolírozással szemben állított követelményeinket összevetve úgy találtuk, hogy a számunkra optimális polírozási paraméterkombináció 20V feszültség és 3 perc polírozási időtartam. A mintáink esetében a 20V feszültség $\sim 1,2 \text{ mA/mm}^2$ áramsűrűséget jelent.

Az így kialakuló felület kis felületi érdessége miatt a baktériumok kevésbé tapadnak meg rajta, mint a maratott felületen megtapadását. Ezzel egyidejűleg a csontsejtek megtapadását és növekedését is gátolja, ami az ilyen felületkezeltségű implantátum kilazulását eredményezi. Ez az implantátum eltávolítását majd további beavatkozásokat von maga után.

Az eddig bemutatott felületkezelő eljárások gátolták vagy segítették a csontsejtek és a baktériumok megtapadását a felületen. A számunkra megfelelő felület a baktériumok megtapadását gátolja, viszont jó megtapadást biztosít a csontsejtek számára. A következőkben egy ilyen felületkezelő eljárást mutatunk be.

Anodizálás

Az anodizálás vagy anódos-oxidáció egy elektrolitikus felületkezelő eljárás. Neve onnan ered, hogy az így kezelendő munkadarabot anódként kötjük az áramkörbe, majd az anodizáló fürdőbe merítjük. A katód szintén a fürdőben merített a kezelendő munkadarabbal megegyező vagy attól eltérő alapanyagú lemez/henger. Így záródik az áramkör és megindulhat az elektronok áramlása. A feszültség hatására az anodizáló fürdőből oxigén szabadul fel, ami reagál az anódként bekötött munkadarabbal. Ennek hatására a felületén fém-oxid jön létre, aminek vastagsága függ az alkalmazott feszültségtől.

A folyamatot döntően az alkalmazott feszültség, az anodizáló fürdő összetétele és nem utolsósorban a kezelendő munkadarab anyaga határozza meg. Ez utóbbit az indokolja, hogy csak olyan fémek kezelhetők ezzel az eljárással, amik felületén a kialakuló oxidréteg jól megtapad. Ilyen fémek például az alumínium és ötvözetei, a titán és ötvözetei, a cink, a magnézium, a tantál vagy a nióbium, de nem alkalmazható például vas vagy szénacél esetében, mivel a keletkező vas-oxidok (rozsdák) nem képesek megtapadni a felületen.

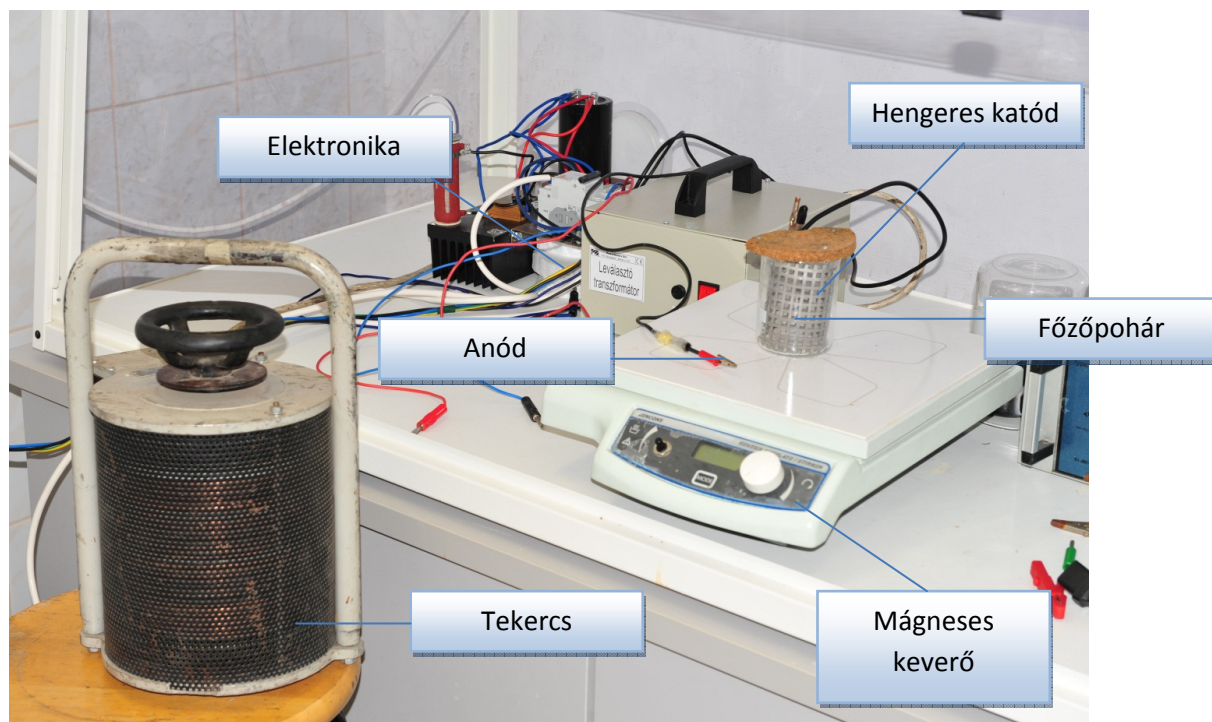
Mivel az alkalmazott fürdővel szemben támasztott legfőbb követelmény, hogy legyen savas jellege és tartalmazzon oxigént, ezért a kísérleteinkhez használt oldat 0,1% hidrogén-fluoridot tartalmazó desztillált víz volt. Ez mindhárom alapanyag esetében jól alkalmazható.

Kísérleteinkhez az alkalmazott feszültségtartomány 0-200 V volt, amihez egy nagy feszültséget is előállítani képes berendezést használtunk. Az anodizáló berendezést a 12. ábra mutatja. Az egyes mintákhoz tartozó feszültség értékeket az 5. táblázat foglalja magában.

Minta	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Feszültség[V]	10	20	30	40	50	60	70	80	90

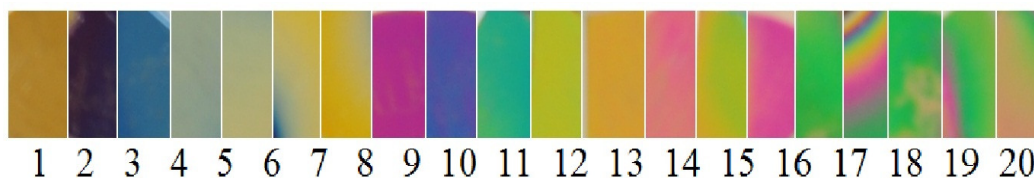
10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
100	110	120	130	140	150	160	170	180	190	200

5.táblázat: Az anodizáláshoz alkalmazott feszültség értékek

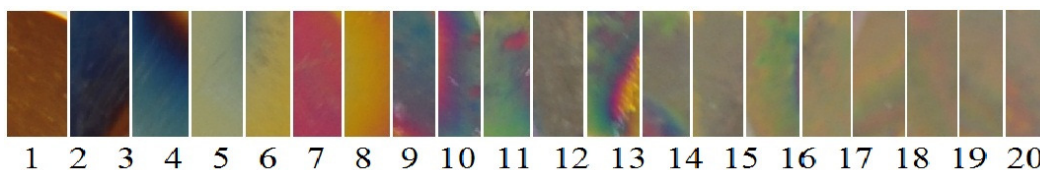


12. ábra. Az anodizáláshoz használt berendezés

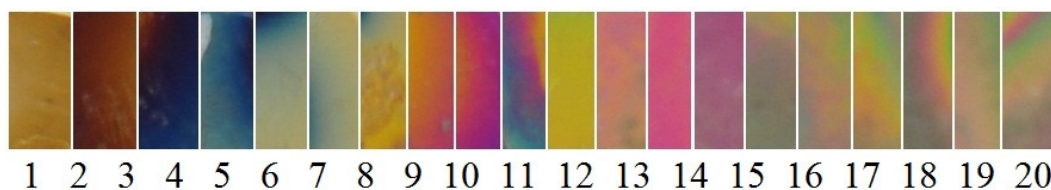
Az anodizálás során az oxidréteg azonnal kialakul, így a kezelést a kívánt feszültség elérésekor abbahagytuk. A felületen kialakuló oxidréteg azonnal láthatóvá vált, mivel igen élénk színei vannak a rétegvastagságtól függően. A 13.-15. ábrán a különböző alapanyagú és eltérő feszültségen kezelt minták felületeinek egy része látható.



13. ábra. Grade 2-es titán anodizált felületeinek egy darabja



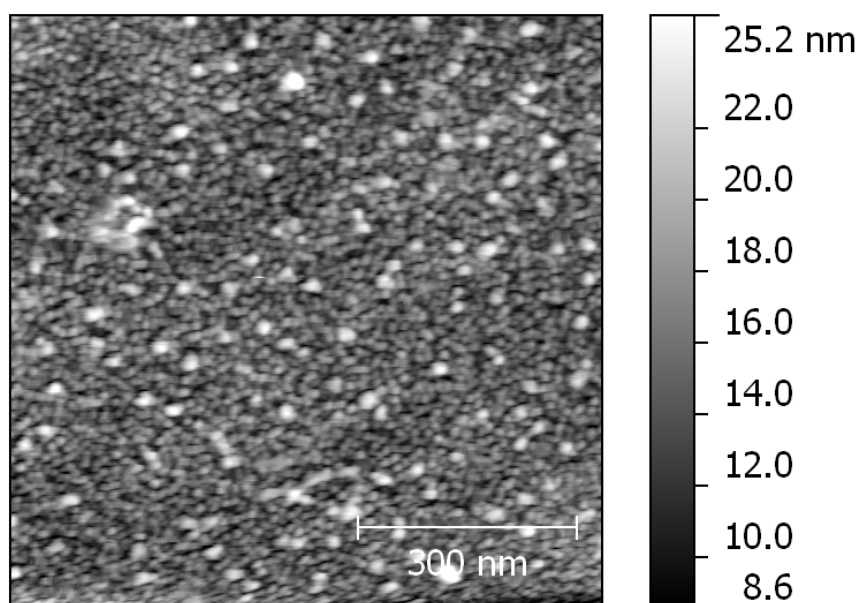
14. ábra. Grade 5-ös titán anodizált felületeinek egy darabja



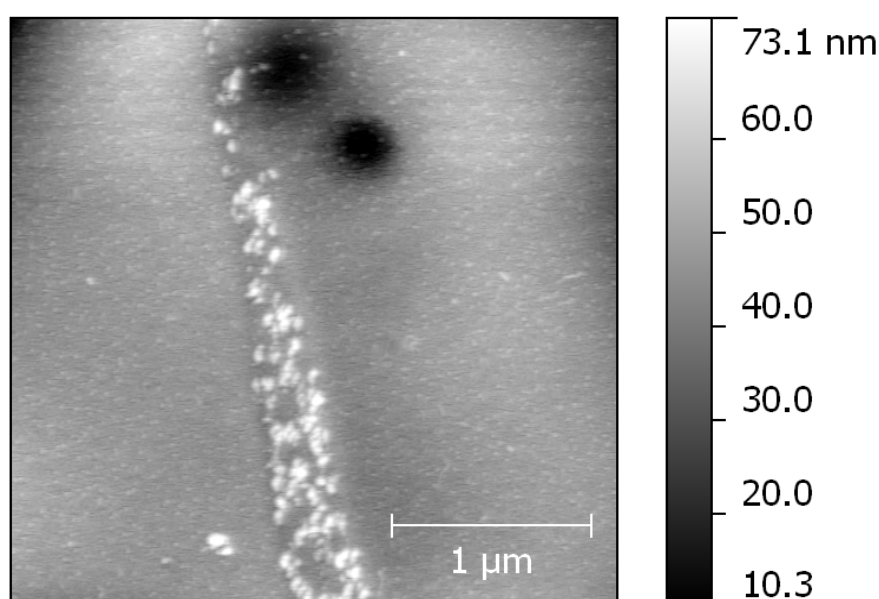
15. ábra. Nanoszemcsés titán anodizált felületeinek egy darabja

A kialakuló oxidréteg vastagsága az alkalmazott feszültséggel arányosan nő. Ez az érték 200 V feszültség esetén körülbelül 250 nm. Mivel az eddig alkalmazott felületérdességmérő pontatlansága ennél nagyobb, így ez a mérés nem vezetne eredményre.

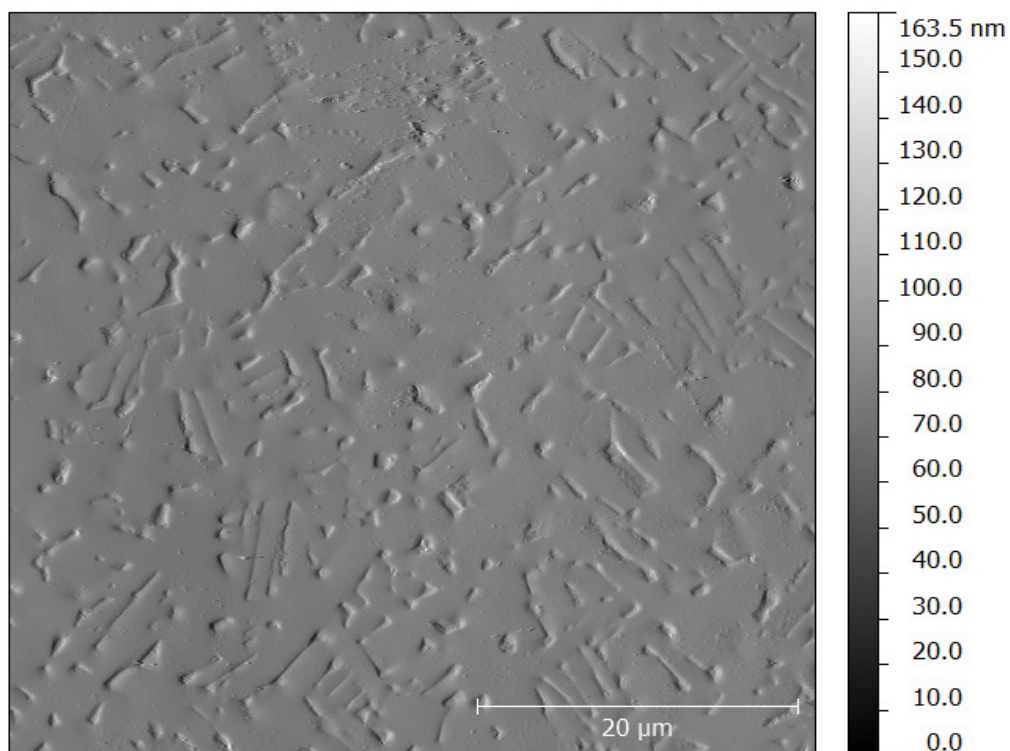
Az anodizált mintákat, az esetlegesen kialakult nanostruktúrák megfigyelése céljából atomerő-mikroszkóppal vizsgáltuk. A mikroszkóp fő jellemzője, hogy egy nagyon hegyes tűvel (melynek vége nanométeres nagyságrendbe esik) végigpásztáz egy adott felületet. A beépített detektor a tű függőleges irányú elmozdulást méri, aminek segítségével kirajzolja a felületi domborzat képét. Ilyen képeket láthatunk a 16.- 21. ábrákon.



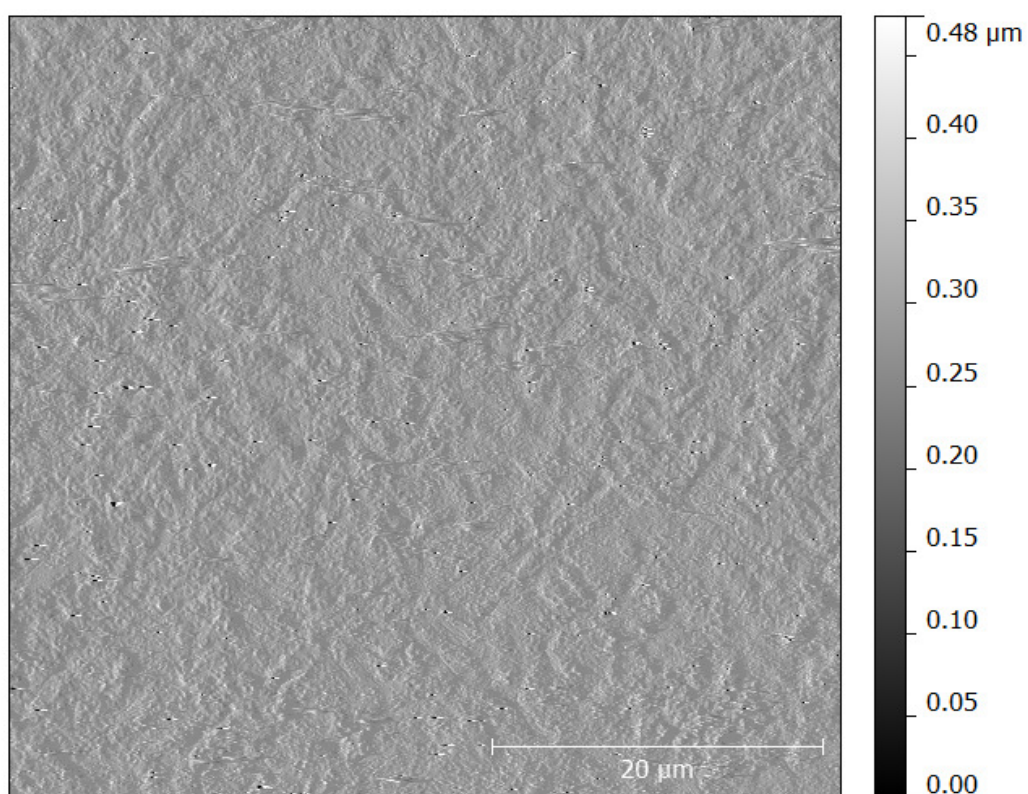
16. ábra. Grade 2 alapanyagú korong 30V-on anodizált felületének atomerő-mikroszkópos képe



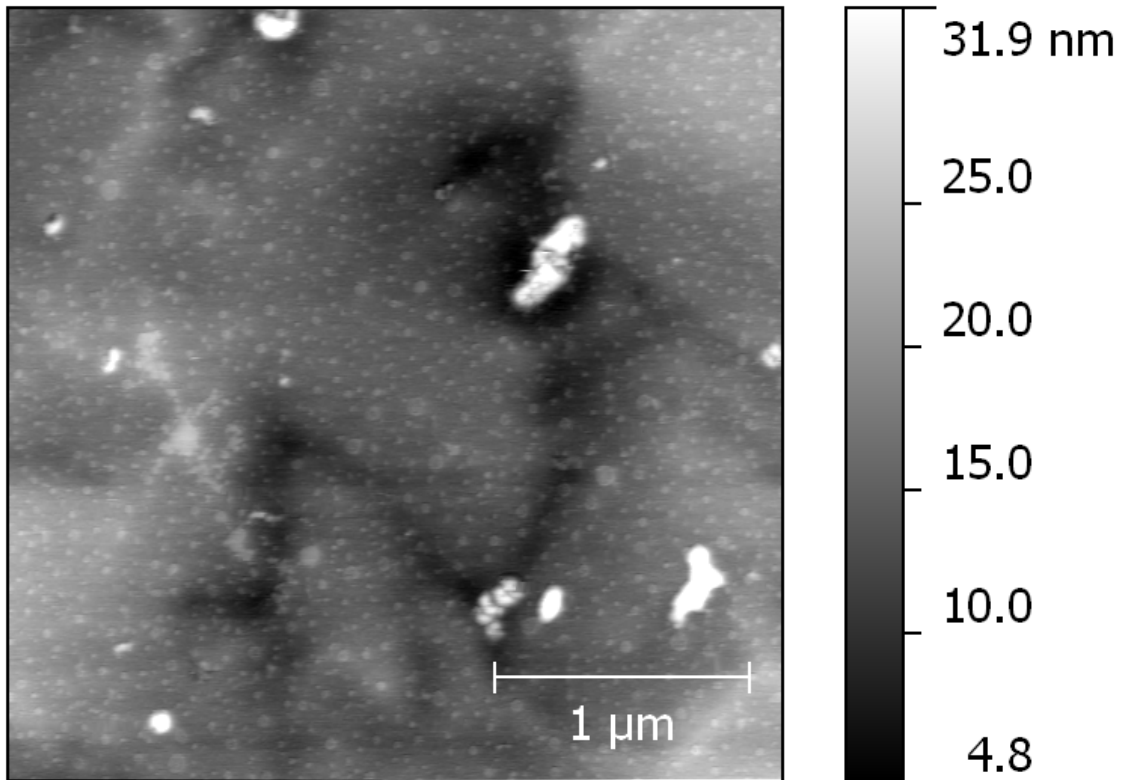
17. ábra. Grade 2 alapanyagú korong 200V-on anodizált felületének atomerő-mikroszkópos képe



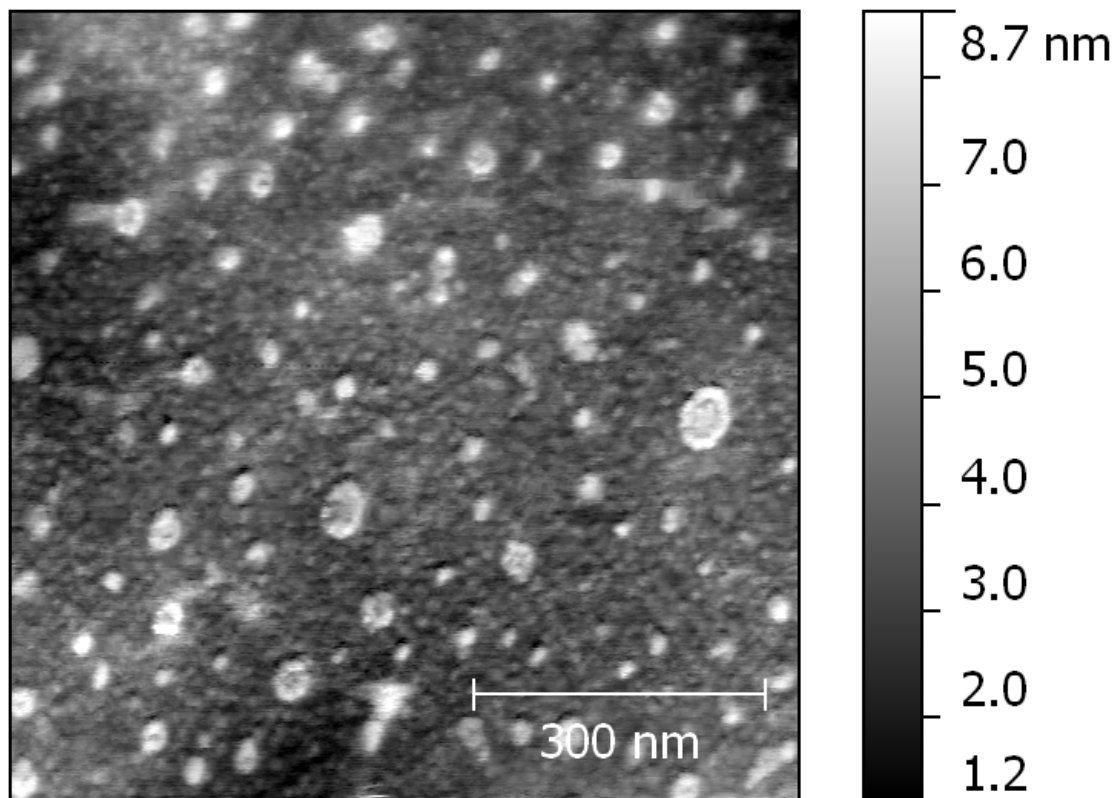
18. ábra. Grade 5 alapanyagú korong 30V-on anodizált felületének atomerő-mikroszkópos képe



19. ábra. Grade 5 alapanyagú korong 200V-on anodizált felületének atomerő-mikroszkópos képe

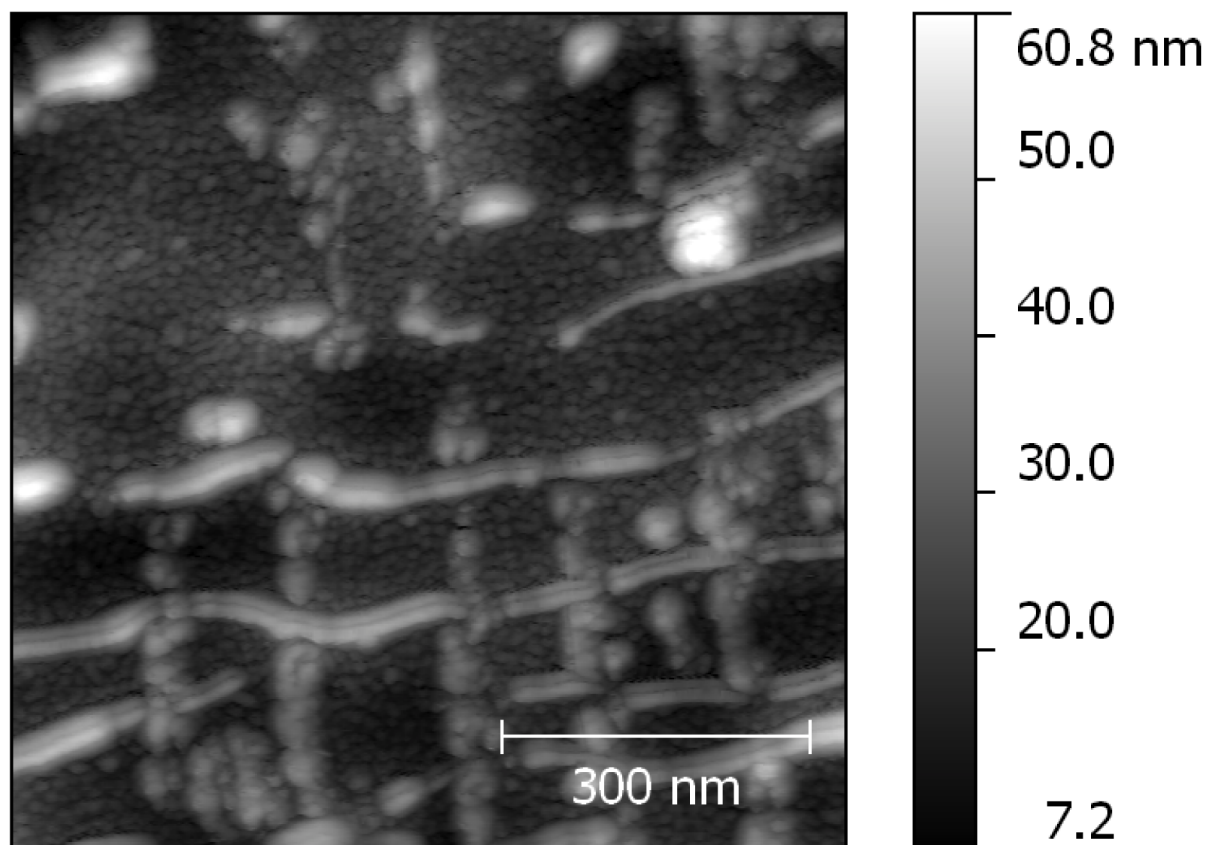


20. ábra. Nanoszemcsés titán alapanyagú korong 30V-on anodizált felületének atomerő-mikroszkópos képe



21. ábra. Nanoszemcsés titán alapanyagú korong 200V-on anodizált felületének atomerő-mikroszkópos képe

Megfigyelhető, hogy az eltérő alapanyag, valamint a különböző feszültség alkalmazása más-más felületeket hoz létre. Egyes mintákon nanocsöves struktúrákat figyeltünk meg (22.ábra). Ez megoldást nyújthat a baktériumok megtapadása ellen, mivel ez a felület rossz baktérium megtapadást eredményez. Másrészt viszont a csontsejteknek jó megtapadást biztosíthat, így e két hatás együttesével elkerülhető a bakteriális befertőződés, valamint a megfelelő mechanikai tartás.



22. ábra. Anodizált mina felületén kialakult nanocsöves szerkezet

Az előzőekben bemutattuk az általunk létrehozott felületeket valamint azok tulajdonságait. Fontos tudnunk, hogy az adott felület hogyan viselkedik bakteriológiai környezetben. Lehetőségünk nyílt ilyen jellegű kísérleteket végezni, amelyről a következő fejezetben tárgyalunk.

Bakteriológiai vizsgálat

A bakteriológiai kísérleteket a drezdai Max Bergmann Kutató Központban nemzetközi együttműködés keretében végeztük el, ahol Katzschner Beate és Dr. Beutner Ren  segítségével megismerkedhett nk egy bakteri l gi i labor eszk zeivel, az alapvet  biol gi i anyagok haszn lat val  s vizsg lat val.

Ebben fejezetben r szletesen besz molunk a Max Bergmann Kut t  K zpontban v gzett bakteri l gi i k s rleteinkr l, amelynek sor n a tit n korongjaink egy r sz nek a fel let re *bacillus sphaericus* bakt rium t rzs t, a marad k minta fel let re *lactobacillus casei* bakt rium t rzs t teny sztett nk. Az im nt eml tett bakt rium fajok jelent s m rt kben jelen vannak a sz j regben, emiatt d nt  fontoss g , hogy az  ltalunk kezelt  s vizsg lt mint k mennyire ny jtanak j  megtapad si fel letet a bakt riumok sz m ra. Az adott mint hoz tartoz  fel letkezel si elj r st  s a fel let re teny sztett bakt rium t rzs t az 6.t bl zatban foglaltuk  ssze. Igyekezt nk min l t bb fel letkezel si param terkombin ci val kialak tott fel letet vizsg lni. Az egyes fel letkezel si elj r sok pontos param tereit a 7.t bl zat tartalmazza.

Fel�letkezel�si elj�r�sok	Tit�n �tv�zetek t�pusai			Bakt�rium t�rzs�k
	G2	N	G5	
K�miai maratott [Negat�v kontroll] -	1-5	1-5	1-5	Species I.
	6-10	6-10	6-10	Species II.
	11-15	11-15	11-15	Species III.
	16-20	16-20	16-20	Species IV.
Elektropol�rozott [Pozit�v kontroll] +	1-5	1-5	1-5	Species I.
	6-10	6-10	6-10	Species II.
	11-15	11-15	11-15	Species III.
	16-20	16-20	16-20	Species IV.
Anodiz�lt I AI	1-5	1-5	1-5	Species I.
	6-10	6-10	6-10	Species II.
	11-15	11-15	11-15	Species III.

	16-20	16-20	16-20	Species IV.
Anodizált II AII	1-5	1-5	1-5	Species I.
	6-10	6-10	6-10	Species II.
	11-15	11-15	11-15	Species III.
	16-20	16-20	16-20	Species IV.
Anodizált III AIII	1-3	1-3	1-3	Species I.
	4-6	4-6	4-6	Species II.
	7-9	7-9	7-9	Species III.
	10-12	10-12	10-12	Species IV.
Anodizált IV AIV	1-3	1-3	1-3	Species I.
	4-6	4-6	4-6	Species II.
	7-9	7-9	7-9	Species III.
	10-12	10-12	10-12	Species IV.

6. táblázat. Titán korongokhoz tartozó felületkezelési eljárások és rájuk tenyésztett baktérium törzsek

Kémiai maratott	maratás 30s		
Elektropolírozott	maratás 30s	polírozás 20V, 3min	
Anodizált I	maratás 30s	polírozás 20V, 3min	anodizálás 30V
Anodizált II	maratás 30s		anodizálás 30V
Anodizált III	maratás 30s	polírozás 20V, 3min	anodizálás 200V
Anodizált IV	maratás 30s		anodizálás 200V

7. táblázat.: Az alkalmazott felületkezelő eljárásokhoz tartozó paraméterek

Mint minden élőlénynek, így a baktériumoknak is energia bevitelre van szükségük az életben maradáshoz. A bakteriológiában használt „baktérium-táplálékot” médiumnak hívják, amely összetétele függ a baktérium fajtájától. A médium típusa változtatható, attól függően, hogy milyen környezetet szeretnénk biztosítani a tenyésztési kívánt baktériumoknak. Eszerint egy médium lehet folyékony, szilárd vagy vegyes táptalaj. A 8.táblázatban részletesen kifejtjük, hogy az 6. táblázatban megjelölt Species I., II., III., IV. –hez mely baktérium fajok tartoznak továbbá, hogy adott minták felületére tenyésztett baktériumoknak milyen táptalajt biztosítottunk.

	Baktérium törzs fajtája	Táptalaj fajtája
Species I.	Bacillus sphaericus NCTC 9602	Folyékony közegen
Species II.	Bacillus sphaericus NCTC 9602	Szilárd közegen folyékony részekkel egy bemélyedésben
Species III.	Lactobacillus casei DSMZ 20011	Folyékony közegen
Species IV.	Lactobacillus casei DSMZ 20011	Szilárd közegen folyékony részekkel egy bemélyedésben

8. táblázat. Species I., II., III., IV-hez tartozó baktérium törzsek és táptalaj fajták

Mint minden bakteriológiai és biológia kísérletnek, így ennek is egy előre meghatározott protokollja van. A következőkben ezen előírás szerinti tagolásban mutatjuk be a kísérleteket.

Első lépések

A bakteriológia kísérletek megkezdése előtt a mintákat sterilizáltuk. Ezzel elkerültük, hogy más baktériumok is jelen legyenek a minta felületén, amelyek befolyásolnák a kísérlet lefutását.

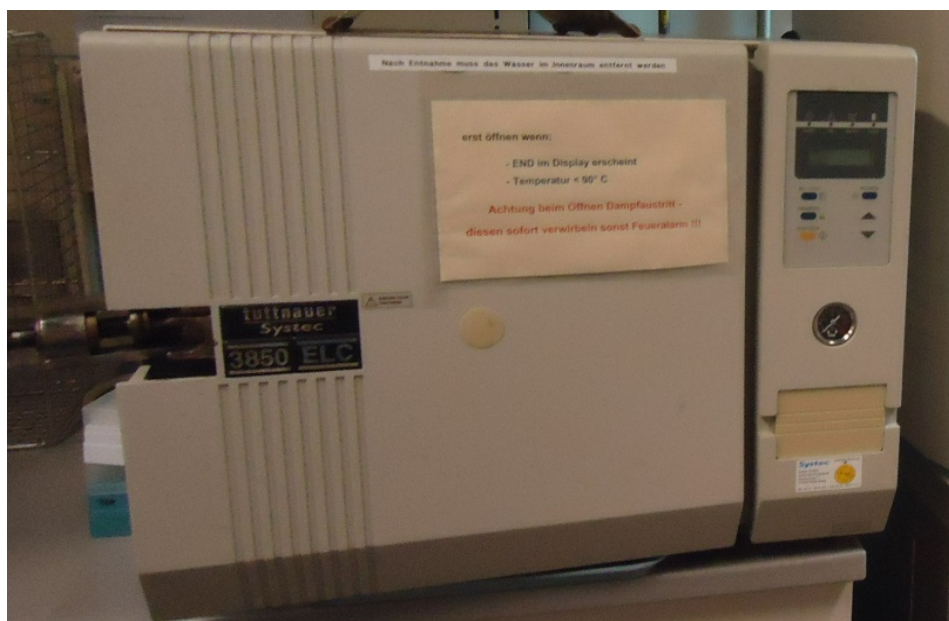
A titán korongokat ötvöző típusuk (NanoTi, G2, G5) szerint különválogattuk három autoklávozható üvegedénybe. Ezt a folyamatot az 23. ábra mutatja.

Az autokláv nagy nyomáson működő, fekvő kivitelű, gőzzel kavart és gőzzel fűtött, zárt készülék, amelyet sterilizálásra alkalmaznak.



23. ábra. Minták válogatása ötvöző típusuk szerint

A korongok szétválogatása után a mintákat 121°C-on 20 percig sterilizáltuk a 24. ábrán látható autoklávban.



24. ábra. Autokláv berendezés

A sterilizálást követően elkészítettük az előtenyészetet; 30ml médiumot adtunk mindkét baktérium kolóniához majd egy éjszakán keresztül 37°C-on tartottuk őket. Így a kísérletekhez megfelelő számú és aktivitású baktérium állt rendelkezésünkre.

Második nap

A kísérlet során célunk, hogy a mintáink egy részének felületére *bacillus sphaericus* NCTC 9602, a maradék minta felületére pedig *lactobacillus casei* DSMZ 20011 baktériumokat tenyészünk a 6-8 táblázatban összefoglalt paraméterek szerint. Mielőtt a baktériumokat a minták felületére helyeztük, előállítottuk a baktériumok számára szükséges táptalajokat. Az adott baktérium törzsekhez tartozó táptalajok fajtáit és összetevőit a 9. táblázatban foglaltuk. A táblázatban látható, hogy a *bacillus sphaericus* és a *lactobacillus casei* baktériumoknak egyaránt készítettünk folyékony és vegyes táptalajt. A vegyes táptalajt úgy állítottuk elő, hogy a szilárd, zseléhez hasonló halmazállapotú táptalajba mélyedéseket készítettünk, majd ezekbe a mélyedésekbe folyékony halmazállapotú táptalajt fecskendeztünk. Később ezekbe, a folyékony médiummal feltöltött mélyedésekbe helyeztük a titán korongokat. A 25. ábrán szemléltetjük a *lactobacillus casei*-hez tartozó médium kimért összetevőit.

Baktériumtörzs	Bacillus sphaericus NCTC 9602		Lactobacillus casei DSMZ 20011	
Táptalaj fajtája	Folyékony táptalaj	Szilárd táptalajban készített mélyedés folyékonyközeggel feltöltve	Folyékony táptalaj	Szilárd táptalajban készített mélyedés folyékonyközeggel feltöltve
Összetétel	1 literhez: 5g Pepton, 3g Húskivonat	1 literhez: 5g Pepton, 3g Húskivonat 15g Agar	1 literhez: 10,0g Pepton caseinből, 8,0g Húskivonat, 4,0g Élesztőkivonat 20,0g D(+) Glükóz, 2,0g Kálium-hidrogé-foszfát, 1,0g Tween80, 2,0g di-ammónium-hidrogén-citrát, 5,0g Nátrium-acetát, 2,0g Magnézium-szulfát , 0,04g Mangán-szulfát	1 literhez: 10,0g Pepton caseinből, 8,0g Húskivonat, 4,0g Élesztőkivonat 20,0g D(+) Glükóz, 2,0g Kálium-hidrogé-foszfát, 1,0g Tween80, 2,0g di-ammónium-hidrogén-citrát, 5,0g Nátrium-acetát, 2,0g Magnézium-szulfát , 0,04g Mangán-szulfát 15g Agar
Elkészített mennyiség	1000 ml	200 ml	1000 ml	200 ml

9. táblázat. Adott baktérium törzsekhez tartozó táptalajok fajtáit és összetevőit

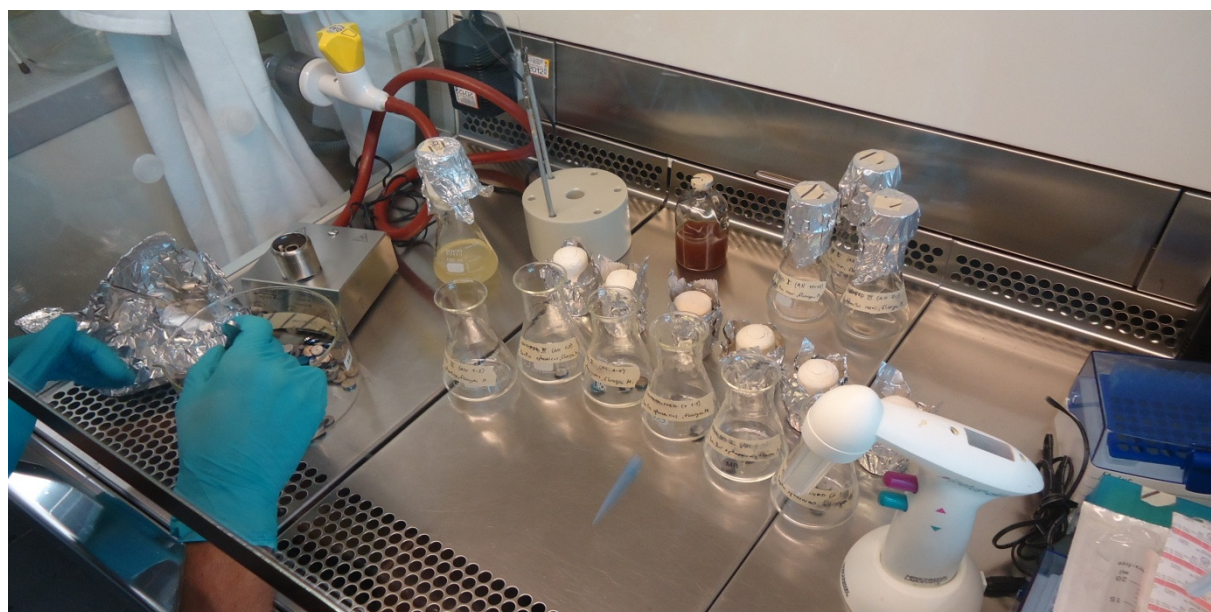


25. ábra. A *Lactobacillus casei*-hez tartozó médium kimért összetevői

A médiumok összetevőit külön-külön kimértük egy század gramm pontosságú mérleggel, majd egy üvegedénybe összeöntöttük és desztillált víz hozzáadásával előállítottuk a szükséges mennyiséget. A 9. táblázatból látható, hogy mindkét baktérium törzs számára a folyékony táptalajból 1000ml-t, a szilárd médiumból pedig 200ml-t készítettünk. Egy-egy baktérium faj számára szükséges táptalaj összetevői teljesen megegyeznek, azonban annak érdekében, hogy szilárd médiumot tudjunk előállítani, 15g agart kellett a rendszerhez hozzáadni. Az agar adalék zselatinként szolgál, a folyékony közeghez hozzáadva zselé szerű, szilárd médiumot kaptunk.

A bacillus sphaericus és a lactobacillus casei folyékony táptalajába helyezett minták elkészítése

Miután a médiumokat elkészítettük, megkezdjük a minták szétválogatását, amelyet 26. ábra mutat. A sterilizált titán korongok válogatása egy steril kamrában történt, így nem juthatott a minták felületére semmilyen szennyeződés, sem más organizmus. Az azonos felületkezeltségű mintákat 1-1 EllenMeyer-lombikba helyeztük (összesen 12) majd hozzáadtuk az adott baktériumhoz tartozó folyékony médiumokat. Ezt követően a 27-28 ábrán látható módon, az előző nap tenyésztett baktérium kultúrákból 40-40 ml -t fecskendeztünk minden lombikba, majd azokat egy 37°C-os szekrénybe helyeztük. A *lactobacillus casei* baktériumot anaerob körülmények között kell tartani, így azt egy légmentesen lezárható és nitrogénnel feltöltött konténerben helyeztük a 37°C-os szekrénybe. A *bacillus sphaericus* baktériumokat és a mintákat tartalmazó lombikokat illetve *lactobacillus casei* esetében a N₂ tartályt a 29-30 ábrák szemléltetik.



26. ábra. A minták szétválogatása a steril kamrában



27. ábra. A *bacillus sphaericus* baktériumkultúra hozzáadása a folyékony médiumot és a mintákat tartalmazó EllenMeyer-lombikokhoz



28. ábra. A *lactobacillus casei* baktériumkultúra hozzáadása a folyékony médiumot és a mintákat tartalmazó EllenMeyer-lombikokhoz



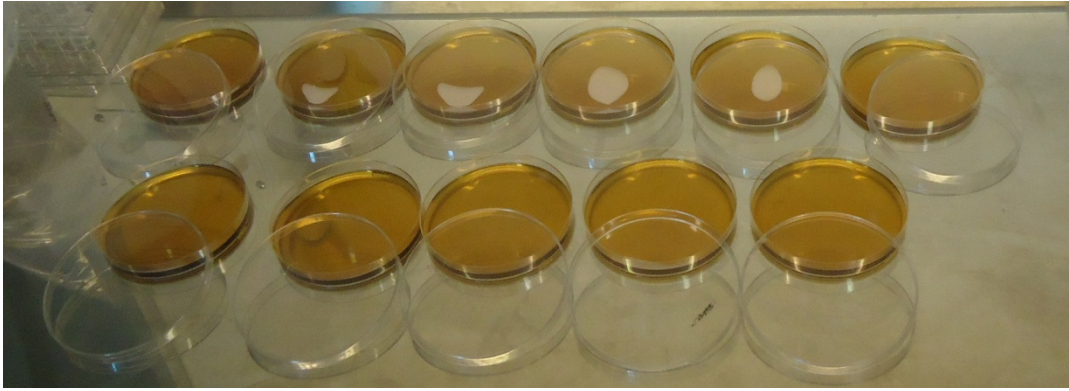
29. ábra. *Lactobacillus casei*-al kezelt minták 37 °C-os szekrényben N_2 közegben



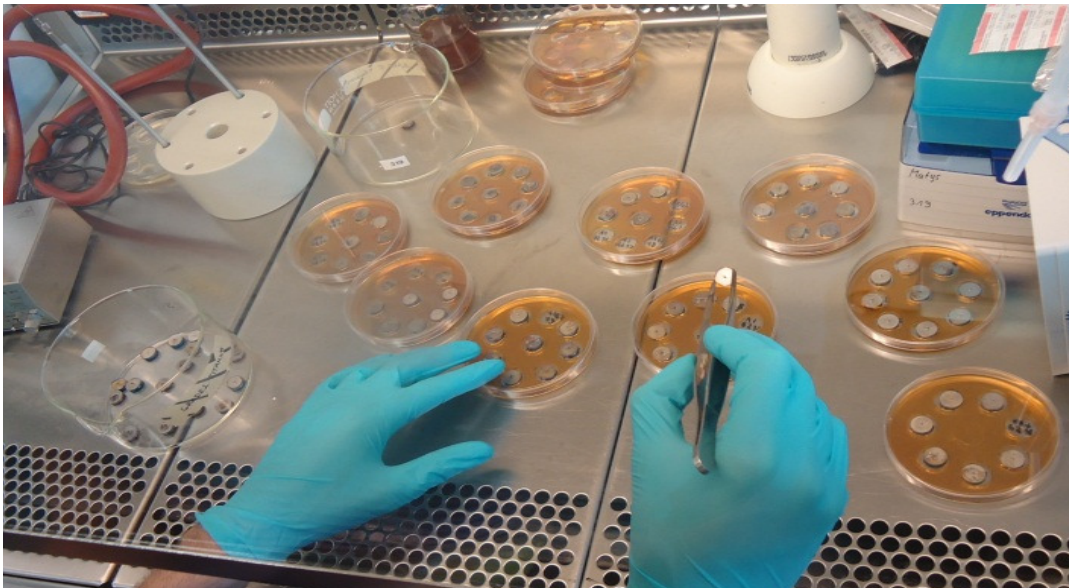
30. ábra. *Bacillus sphaericus* baktériummal "fertőzött" minták a 37 °C-os szekrényben

A bacillus sphaericus és a lactobacillus casei szilárd táptalajába helyezett minták elkészítése

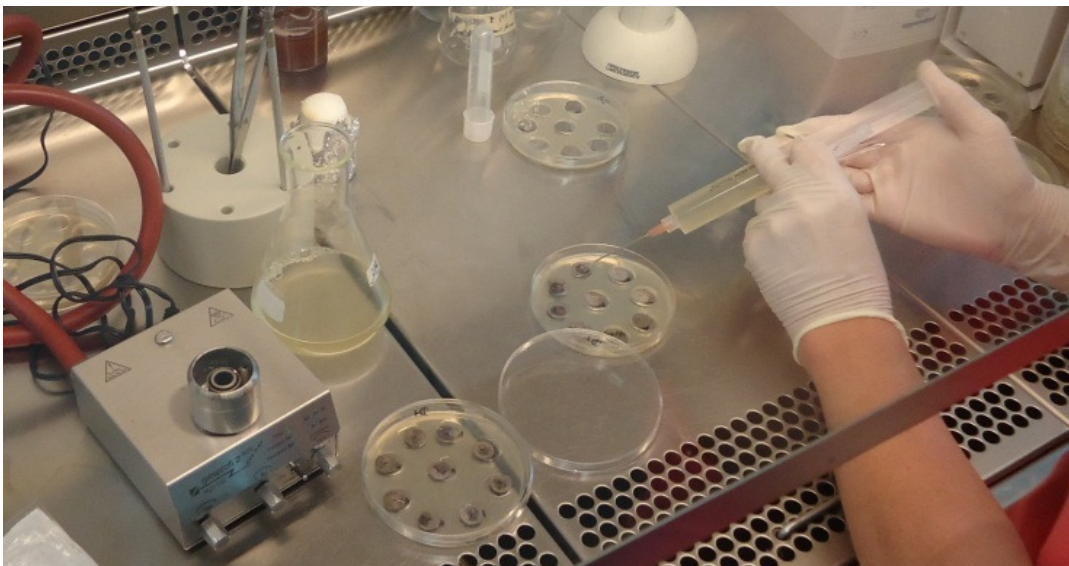
A szilárd médiumhoz az előzetesen bekevert agart műanyag Petri csészékbe öntöttük, majd hagytuk megszilárdulni. Ezt a folyamatot láthatjuk a 31. ábrán. Miután a táptalaj megdermedt, kör alakú mélyedéseket vágunk az agarba ,amelyekbe a minták befértek. A minták elhelyezését a *bacillus spahericus* baktériumkultúrához alkalmazott agar táptalajba a 32. ábrán láthatjuk. A minták behelyezése után az egyes mélyedéseket feltöltöttük a már baktériumokat is tartalmazó folyékony médiummal. Ezt a folyamatot a 33. ábra szemlélteti. Az elkészített mintákat a 37°C-os kamrába helyeztük, ahol a *lactobacillus sphaericus* –t tartalmazó Petri csészéket szintén nitrogéngázzal árasztottunk el, ezáltal biztosítottuk a baktériumok számára kedvező anaerob körülményeket.



31. ábra. A *Lactobacillus casei* baktériumkultúrához alkalmazott agar táptalaj

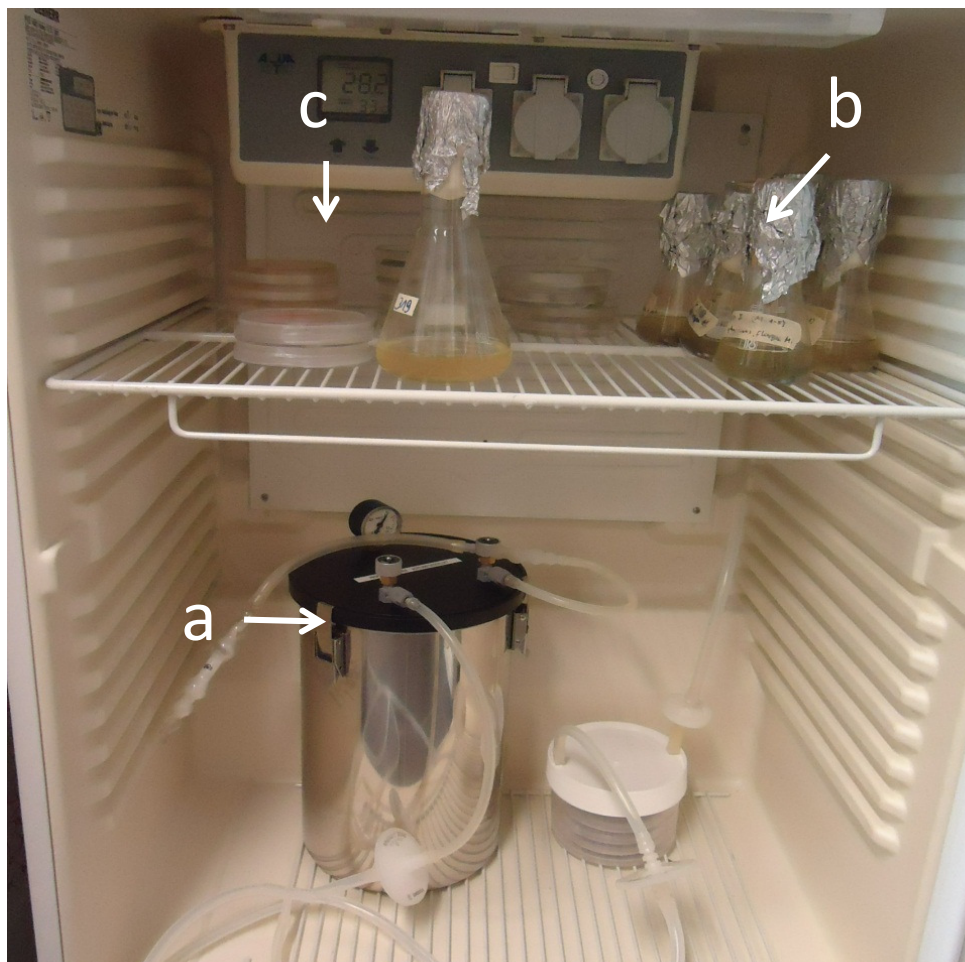


32. ábra. A *Bacillus spahericus* baktériumkultúrához alkalmazott agar táptalaj a mintákkal



33. ábra. A szilárd médiumot is tartalmazó tenyészetek feltöltése a baktériumot tartalmazó folyékony médiummal

A 34. ábrán látható a testhőmérsékletet, 37 °C-t biztosító szekrény, amelybe a mintákat és a baktériumokat tartalmazó Petri csészék, lombikok és korrózió álló acél tartály található.



34. ábra. A 37°C-os melegítőkamrába helyezett minták, anaerob tartály a *Lactobacillus casei*-vel tesztelt mintákhoz (a), folyékony médiumot tartalmazó *Bacillus spahericus*-szal tesztelt minták (b), szilárd médiumot is tartalmazó *Bacillus spahericus*-szal tesztelt minták (c)

Harmadik nap

A minták a melegen tartó szekrényben az 6-8 táblázatban meghatározott típusú táptalajban és baktérium törzs környezetében voltak egy éjszakán keresztül.

Következő napon néhány mintát szűrő próba szerűen megvizsgáltunk biophotometerrel és optikai mikroszkóppal, annak érdekében, hogy lássuk, mennyire aktívak a baktériumok a különböző közegekben és hogy fejlődnek-e.

A biophotometer egy olyan speciális műszer, amely egy arányszámmal határozza meg, hogy adott folyékony médiumban található baktériumoknak milyen a sűrűségük az eredeti,

baktérium mentes táptalajhoz képest. A mérés első lépéseként a baktérium mentes médiumot helyeztük a műszerbe, ezáltal beállítottuk a kezdeti értéket. Ezt követően a baktériumokat tartalmazó médiumokból mintát vettünk és eppendorforkba fecskendeztünk. Ezeket az eppendorfokat belehelyeztük a műszerbe, amely az értéket írta ki, hogy a vizsgált médiumban lévő baktériumoknak mennyivel nagyobb a száma, mint a baktérium mentes táptalajé.

A phasenkontrastmikroszkop-al megvizsgáltuk a különböző médiumokból vett baktériumok nagyságát és aktivitását. A vizsgálathoz először egy csöppnyi mintát vettünk a vizsgálandó médiumból, amelyet egy üveglapra helyeztünk. Ezután a mintát tartalmazó üveglapra még egy üveglapot tettünk, ezáltal a médiumból vett csöpp a két üveglap között elterült. Az üveglap felszínére olajat, immerziós közeget vittünk fel, amely a vizsgálathoz megfelelő felbontóképességet teremtett az objektív lencse és az üveglap között.

A 10. táblázatban látható a folyékony médiumokba helyezett *bacillus sphaericus* és *lactobacillus casei* baktériumok vizsgálati eredményei. A 11-12. táblázat néhány olyan mintának az eredményét tartalmazza, amelyet az agarral körülvett baktériumok táptalajából vételeztünk.

Folyékony médium				
Típus	Species I.		Species III.	
Baktériumtörzs	<i>bacillus sphaericus</i> NCTC 9602		<i>lactobacillus casei</i> DSMZ 20011	
Ötvözet típusa	G2, Nano G2, G5		G2, Nano G2, G5	
Jelölések	1-5 Minták/ 1-3 Minták a Anodizált III. és Anodizált IV. -ből		11-15 Minták/ 7-9 Minták a Anodizált III. és Anodizált IV. -ből.	
Vizsgálati eszköz	Biophotometer	Fáziskontraszt mikroszkóp	Biophotometer	Fáziskontraszt mikroszkóp
Vizsgálat célja	Optikai sűrűség	Baktériumok aktivitása	Optikai sűrűség	Baktériumok aktivitása
Eredeti médium	0,289	nem aktívak	6,6	nem aktívak
Hígított médium	-	-	1:10	nem aktívak
Kémiai maratott	0,573	aktívak	3,75	nem aktívak
Elektropolírozott	0,570	aktívak	3,73	nem aktívak
Anodizált I	0,555	nem túl aktívak	3,69	
Anodizált II	0,596	nem aktívak	3,69	nem aktívak
Anodizált III	0,583	aktívak	3,93	nem aktívak
Anodizált IV	0,655	aktívak	3,79	nem aktívak

10. táblázat. Folyékony médiumba helyezett baktériumok mérete és aktivitása egy nap elteltével

Szilárd táptalajban készített mélyedés folyékonyközeggel feltöltve (I.)	
Típus	Species II.
Baktériumtörzs	<i>bacillus sphaericus</i> NCTC 9602
Ötvözet típusa	G2, Nano G2, G5
Vizsgálati eszköz	Fáziskontraszt mikroszkóp
Vizsgálat célja	Optikai sűrűség és aktivitás megfigyelése
Kémiai maratott	
Grade5/6	
Elektropolírozott	
Grade2/6	lassú, hosszú láncok, elvértve látható baktérium szigetek
Grade5/8	lassú, hosszú láncok, elvértve látható baktérium szigetek
Anodizált I	
Grade2/8	
NanoTi/9	nagyon sok, aktív hosszú láncú baktérium
Grade2/9	nagyon sok, aktív hosszú láncú baktérium
Grade5/6	nagyon sok, aktív hosszú láncú baktérium
Anodizált II	
NanoTi/10	
Grade5/9	hosszú láncok, elvértve látható baktérium szigetek
Grade2/10	hosszú láncú lassú baktérium
Anodizált III	
NanoTi/6	nagyon sok, aktív baktérium
Grade2/4	nagyon sok, aktív baktérium
Grade5/6	nagyon sok, aktív baktérium
Anodizált IV	
NanoTi/6	
Grade2/6	sok baktérium
NanoTi/5	

11. táblázat. Folyékony közegben lévő bacillus sphaericus baktériumok mérete és aktivitása, amelyek szilárd táptalajjal vannak körülvéve

Szilárd táptalajban készített mélyedés folyékonyközeggel feltöltve (II.)	
Típus	Species IV.
Baktériumtörzs	<i>lactobacillus casei DSMZ 20011</i>
Ötvözet típusa	G2, Nano G2, G5
Vizsgálati eszköz	Fáziskontraszt mikroszkóp
Vizsgálat célja	Optikai sűrűség és aktivitás megfigyelése
Kémiai maratott	
Típus	
NanoTi/19	sok, aktív baktérium
Kémiai maratott	
Grade2/13	sok, aktív baktérium
Grade5/19	
Anodizált I	
Grade2/18	sok, aktív baktérium
NanoTi/17	sok, aktív baktérium
Anodizált II	
Grade5/16	nagyon sok baktérium
NanoTi/20	sok, aktív baktérium
Anodizált III	
NanoTi/ 15	sok, aktív baktérium
Anodizált IV	
N/12	sok, aktív baktérium

12. táblázat. Folyékony közegben lévő lactobacillus casei baktériumok mérete és aktivitása, amelyek szilárd táptalajjal vannak körülvéve

További napokban

A baktériumok életben tartásához friss médiumot adtunk az egyes lombikokhoz illetve Petri csészékhez.

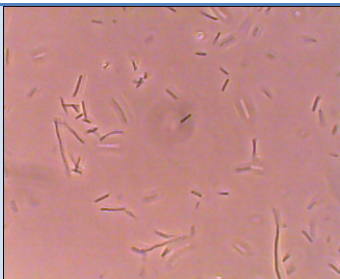
A minták előkészítése a végleges vizsgálatokhoz, a baktériumok fixálása

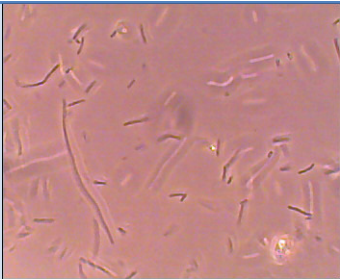
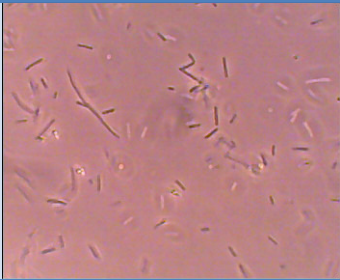
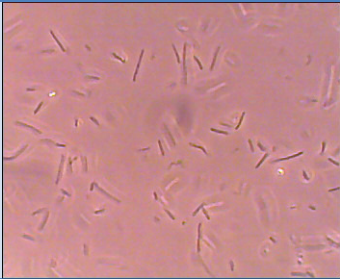
A bakteriológiai vizsgálat 9 napig tartott, amelyet a baktériumok élethossza határozott meg. 9 nap után látható volt, hogy a baktériumok aktivitása egyre kisebb és életpályájuk végéhez közelednek.

A titán minták felületeinek vizsgálatához a baktériumok növekedését be kell „fagyasztani”. Így a felületen megtapadt baktériumok helyben maradnak, de már nem képesek se nőni, se eltűnni onnan. Ezt a szaknyelv fixálásnak hívja. Ehhez a művelethez a mintákat kivettük a tároló helyeikről majd minden próbára 100 µl 0,25%-os glutaraldehidet

csöppentettünk. 1 perc után a folyadékot egy pipetta segítségével eltávolítottuk a minta felszínéről. Ezt követően 100 µl 2,5%-os glutaraldehidet vittünk a minta felületére, amelyre 15 perc után 100 µl H₂O-t csöppentettünk. Így megtörtént a fixálás. Végül a mintákat nitrogénes környezetben megszárítottuk és tartókba helyeztük. Ezeket a tárolókat egy éjszakán keresztül 25°C-os vákuumszekrénybe hagytuk teljesen megszáradni.

A 13. táblázatban összefoglaltuk a folyékony médiumban található bacillus sphaericus baktériumok optikai mikroszkópos képeit és jellegzetes tulajdonságait közvetlenül a fixálás előtti állapotban.

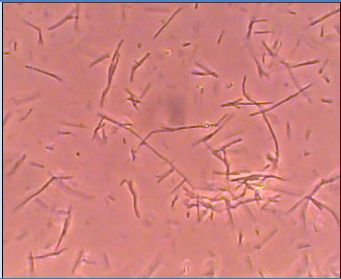
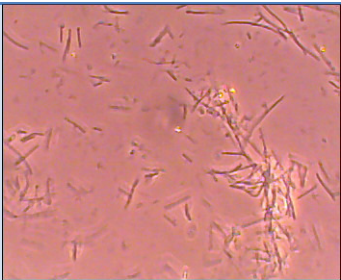
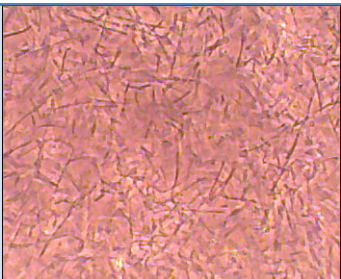
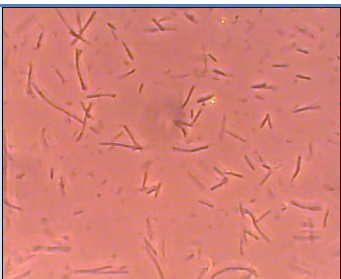
Folyékony médiumban található bacillus sphaericus baktériumok 9 nap elteltével			
Optikai fénymikroszkópos képek			Jellemzés
Eredeti folyékony médiumban			
			sok, rövid baktérium, néhány, hosszú baktérium minden baktérium aktív
Lombik A1 1-5			
			sok baktérium, sok, hosszú baktérium, nagyon aktívak a baktériumok
Lombik A2 1-5			
			kevesebb baktérium, hosszú láncú, aktív baktériumok,
Lombik A3 1-3			

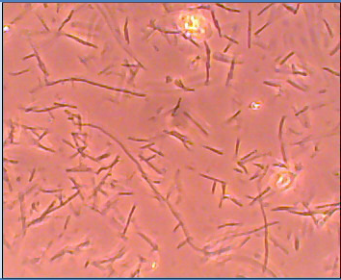
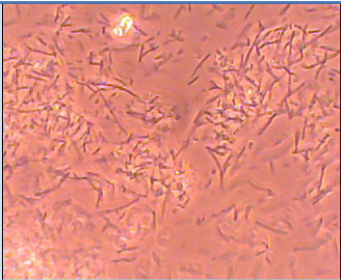
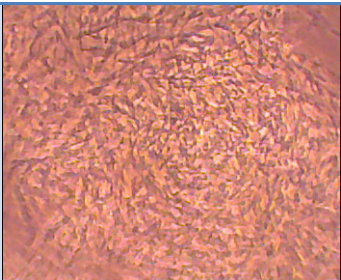
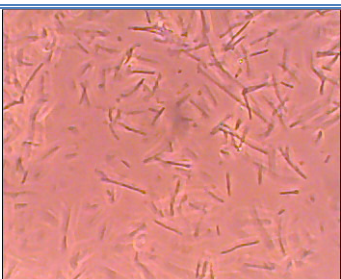
			nagyon sok baktérium, a legtöbb hosszú, aktív láncú baktérium
Lombik A4 1-3			
			nagyon sok baktérium, kevés a hosszú láncú, de mindegyik aktív
Lombik (-) 1-5			
			sok baktérium, ezek közül legtöbb hosszú láncú, amelyek nem túl aktívak
Lombik (+) 1-5			
			sok baktérium, ezek közül legtöbb hosszú láncú, aktívabbak mint a (-) 1-5-ös lombikban vizsgáltak

13. táblázat. Folyékony médiumban található bacillus sphaericus baktériumok vizsgálata közvetlenül fixálás előtt

A 14. táblázatban összefoglaltuk a szilárd és folyékony médiumban található bacillus sphaericus baktériumok optikai mikroszkópos képeit és jellegzetes tulajdonságait közvetlenül a fixálás előtti állapotban.

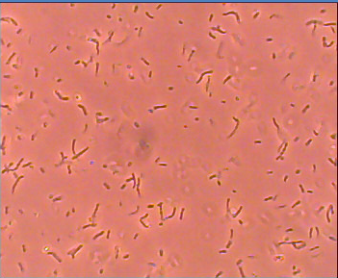
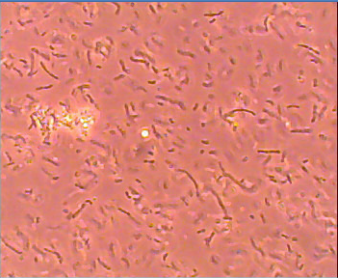
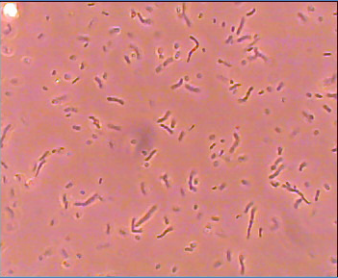
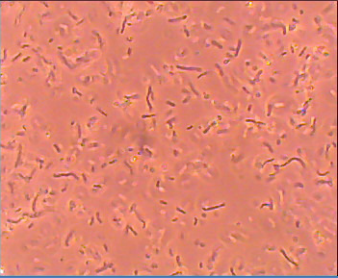
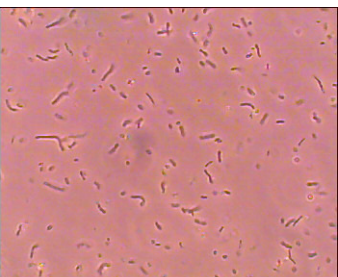
**Szilárd táptalajban készített mélyedés folyékonyközeggel feltöltve
Bacillus sphaericus baktériumok vizsgálata 9 nap elteltével**

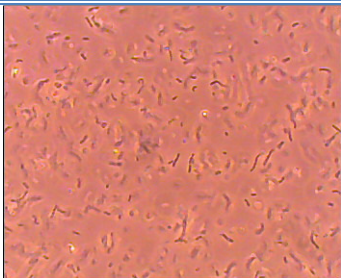
Optikai fénymikroszkópos képek		Jellemzés
Petri csésze 1		
		sok hosszú láncú baktérium, nem túl aktívak
Petri csésze 2		
		sok baktérium „sziget”, nem aktívak
Petri csésze 3		
		nagyon sok baktérium, hosszú láncúak is láthatók, nem aktívak
Petri csésze 4		
		kevés baktérium, néhány hosszú láncú, aktívak
Petri csésze 5		
		nagyon sok baktérium, baktérium „szigetek” találhatóak, nem túl aktívak

Petri csésze 6		
		nagyon hosszú baktériumok, összegabalyodottak, nem túl aktívak
Petri csésze 7		
		hússzú láncú, összegabalyodott baktériumok, kicsi aktivitásúak
Petri csésze 8		
		nagyon sok baktérium, nem túl aktívak
Petri csésze 9		
		hosszú láncú baktériumok, összegabalyodottak, nem aktívak

14. táblázat. A szilárd és folyékony médiumban található bacillus sphaericus baktériumok vizsgálata közvetlenül fixálás előtt

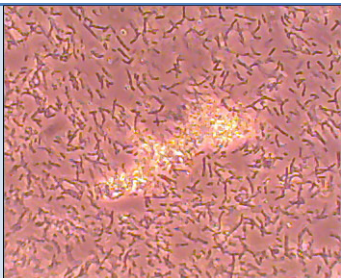
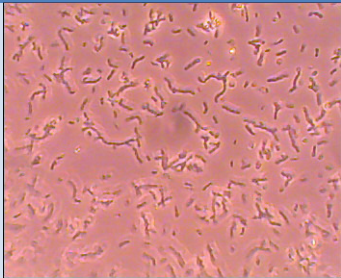
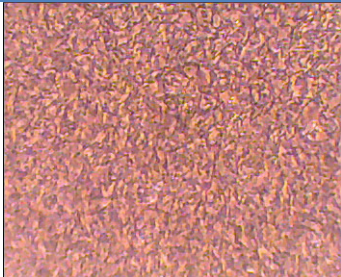
A 15. táblázatban láthatóak folyékony médiumban található lactobacillus casei baktériumok optikai mikroszkópos képei és jellegzetes tulajdonságai közvetlenül a fixálás előtti állapotban.

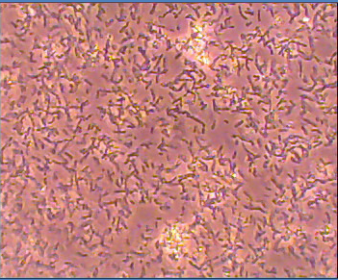
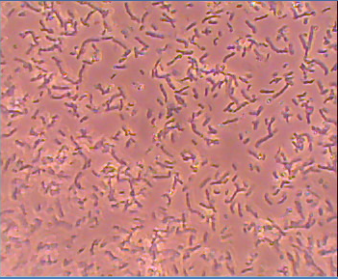
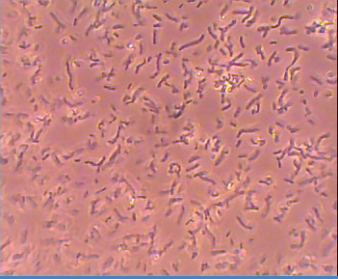
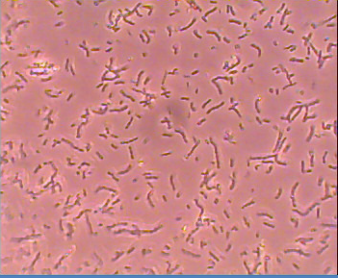
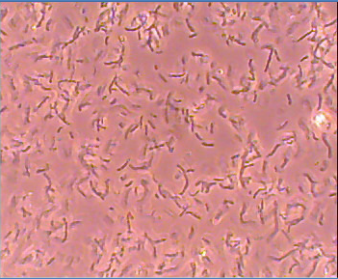
Folyékony médiumban található lactobacillus casei baktériumok 9 nap elteltével	
Optikai fénymikroszkópos képek	Jellemzés
Lombik A I 11-15	
	nem sok baktérium, részben hosszú láncúak, nem aktívak
Lombik A II 11 - 15	
	sok baktérium, hosszú láncúak, nem aktívak
Lombik III 7 - 9	
	kevés baktérium
Lombik IV 7 - 9	
	sok baktérium, hosszú láncúak, nem aktívak
Lombik – 11 - 15	
	kevés baktérium, alig aktívak

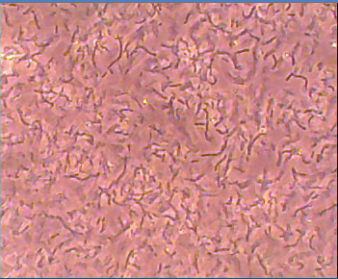
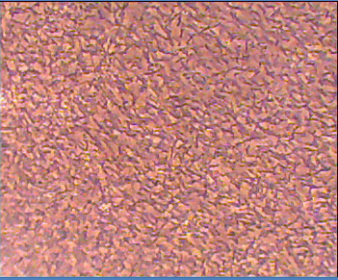
Lombik + 11-14		
		sok baktérium, hosszú láncúak, nem aktívak

15. táblázat. Folyékony médiumban található lactobacillus casei baktériumok vizsgálata közvetlenül fixálás előtt

A 16. táblázatban láthatóak folyékony és szilárd médiumban található lactobacillus casei baktériumok optikai mikroszkópos képei és jellegzetes tulajdonságai közvetlenül a fixálás előtti állapotban.

Szilárd táptalajban készített mélyedés folyékonyközeggel feltöltve Bacillus sphaericus baktériumok vizsgálata 9 nap elteltével		
Optikai fénymikroszkópos képek		Jellemzés
Petri csésze 1		
		sok, összegabalyodott rövid baktérium, nem aktívak
Petri csésze 2		
		kevés baktérium, hosszú láncúak, nem túl aktívak
Petri csésze 3		
		nagyon sok baktérium, nagyon rövid láncúak, nem aktívak

Petri csésze 4			
			nagyon sok összegabalyodott baktérium, rövid láncúak, nem aktívak
Petri csésze 5			
			kevés baktérium, hosszú láncúak, kevésbé aktívak
Petri csésze 6			
			kevés baktérium, hosszú láncúak, aktívak
Petri csésze 7			
			kevesebb baktériumok mint az előzőekben, hosszú láncúak, aktívak
Petri csésze 8			
			sok baktérium, hosszú láncúak, kevésbé aktívak

Petri csésze 9			
			nagyon sok baktérium, hosszú láncúak, kevésbé aktívak
Petri csésze 10			
			nagyon sok rövid láncú baktérium, nem aktívak

3. táblázat. folyékony és szilárd médiumban található lactobacillus casei baktériumok vizsgálata közvetlenül fixálás előtt

A 13-16. táblázatban összefoglalt képek és tulajdonságok a későbbi kutatásokhoz és az eredmények kiértékeléséhez fontos adatokkal szolgálnak.

A titán minták vizsgálata pásztázó elektronmikroszkóppal

Miután a drezdai Max-Bergmann Centrumban a titán korongok felületén lefixálták a baktériumokat, a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Anyagtudomány és Technológia Tanszékén pásztázó elektron mikroszkóppal 8 mintának megvizsgáltuk a felületét. A 17. táblázatban gyűjtöttük össze a vizsgált mintákhoz tartozó paramétereket.

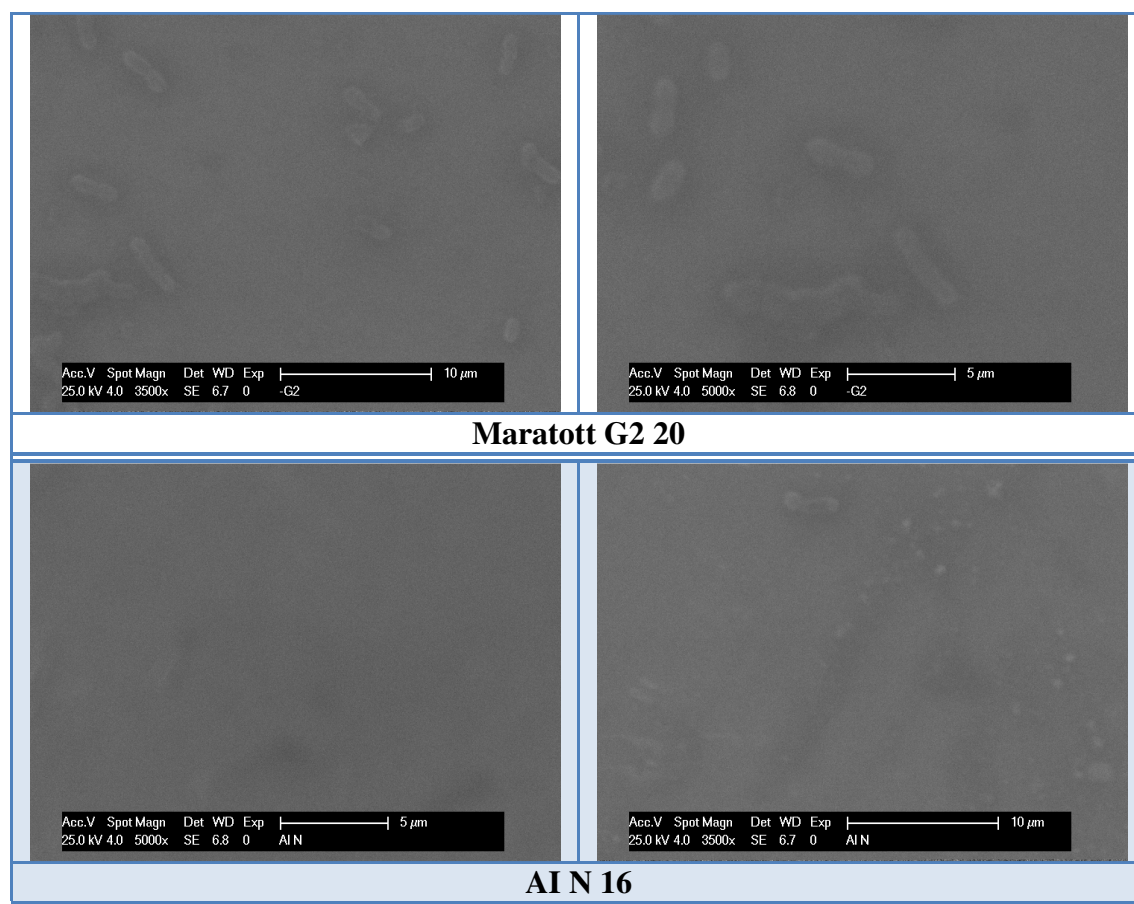
No.	Felületkezelési paraméterek	Titán típusa	Baktériumtörzs típusa
AIII G2 7	30 sec maratás és 30V anodizálás	G2	Lactobacillus casei DSMZ 20011, Folyékony közegben
AIII G5 9	30 sec maratás és 30V anodizálás	G5	Lactobacillus casei DSMZ 20011, Folyékony közegben
AI G2 15	30 sec maratás, 3 perc, 20V, mínusz 30 °C polírozás és 30V anodizálás	G2	Lactobacillus casei DSMZ 20011, Folyékony közegben
AIII N 7	30 sec maratás és 30V anodizálás	NanoTi	Lactobacillus casei DSMZ 20011, Folyékony közegben
AI N 16	30 sec maratás, 3 perc, 20V, mínusz 30 °C polírozás és 30V anodizálás	NanoTi	Lactobacillus casei DSMZ 20011, Szilárd közegen folyékony részekkel egy bemélyedésben
- G2 20	30 sec maratás	G2	Lactobacillus casei DSMZ 20011, Szilárd közegen folyékony részekkel egy bemélyedésben
+ N 17	30 sec maratás, 3 perc, 20V, mínusz 30 °C polírozás	NanoTi	Lactobacillus casei DSMZ 20011, Szilárd közegen folyékony részekkel egy bemélyedésben
AIV N 10	30 sec maratás és 200V anodizálás	NanoTi	Lactobacillus casei DSMZ 20011, Szilárd közegen folyékony részekkel egy bemélyedésben

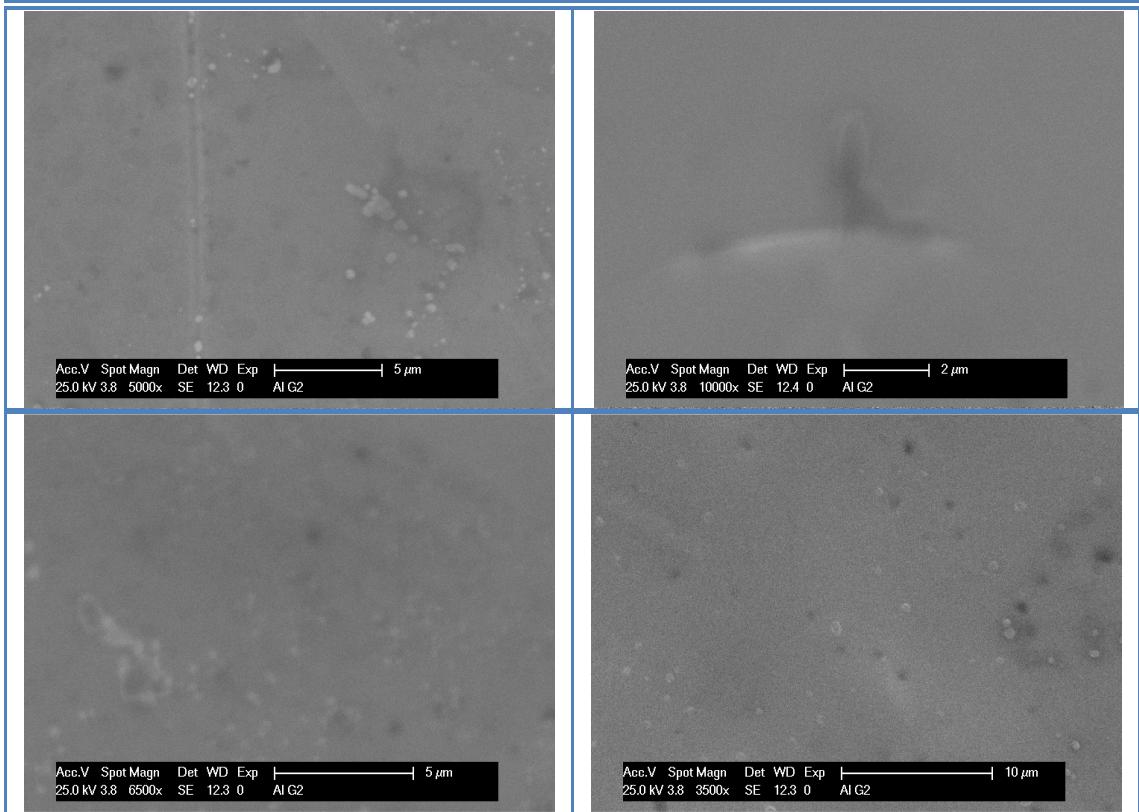
4. táblázat. Pásztázó elektronmikroszkóppal vizsgált minták paraméterei

A pásztázó elektronmikroszkópos mérés során célunknak tűztük ki, hogy a lehető legtöbb információt kigyűjtjük a minták felületéről. A titán korongok felszínét a

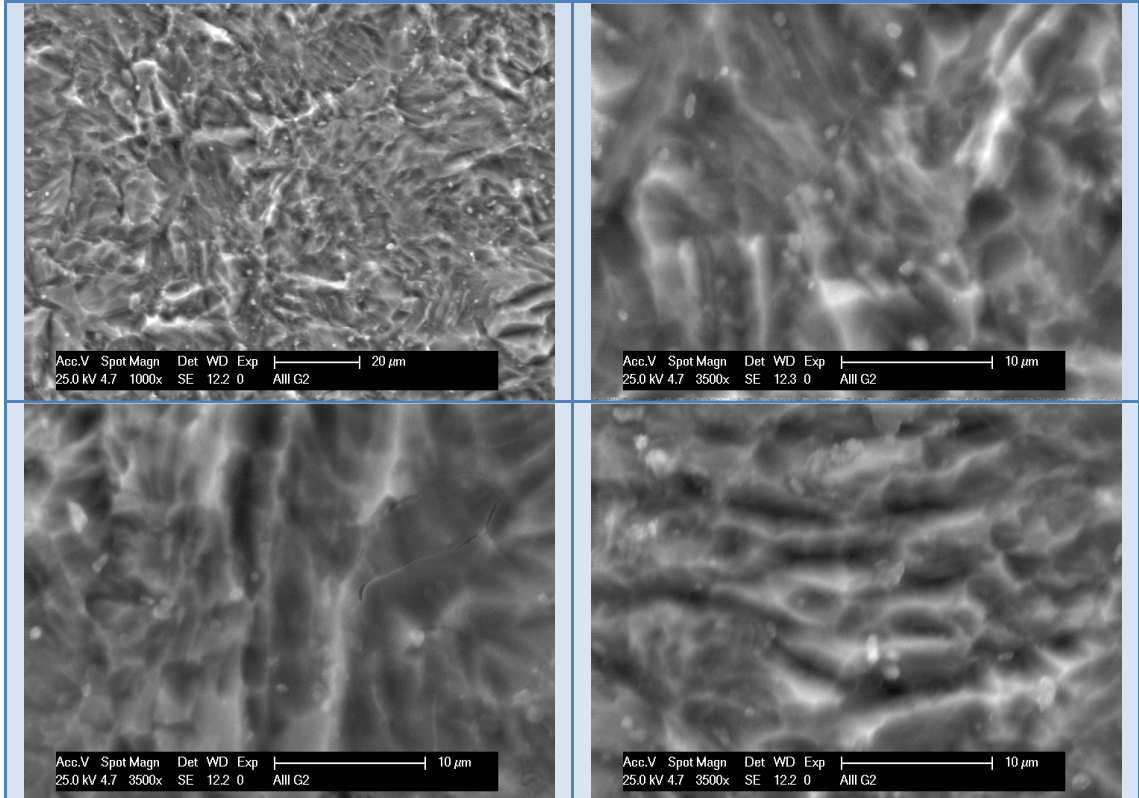
lehetőségekhez képest alaposan átpásztáztuk és a jellemző helyekről készítettünk fotókat. Ezeket a képeket a 18. táblázatba foglaltuk össze.

A mérés során azt tapasztaltuk, hogy a minták szélein több a baktérium, mint a közepén. Ez a vizsgálati eredmény tovább erősíti a szakirodalmak állítását, ami szerint a baktériumok kedvelt megtelepedési helye az adott minták szélső felületei. Az elektronmikroszkópos vizsgálat során egyértelművé vált, hogy a negatív kontroll (maratott) minták felületén sokkal több a baktérium, mint az anodizált korongokén. Kutatásunk szempontjából ez egy fontos megállapítás, mert ezáltal arra következtethetünk, hogy sikerült egy olyan felületet létrehozni, amelyeken a baktériumok nem szívesen telepednek le.

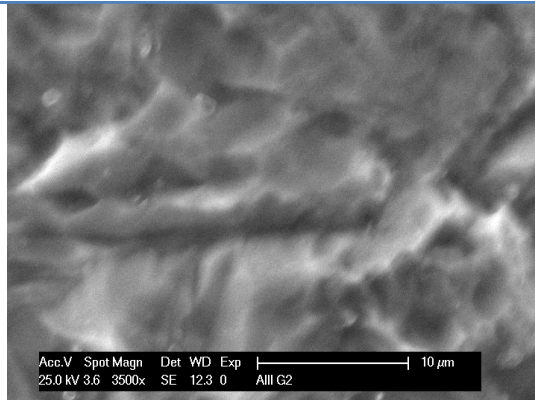
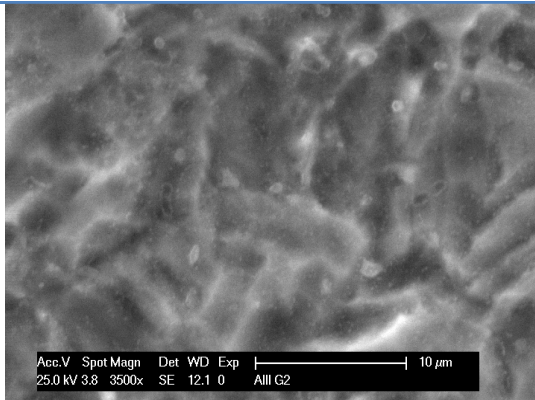




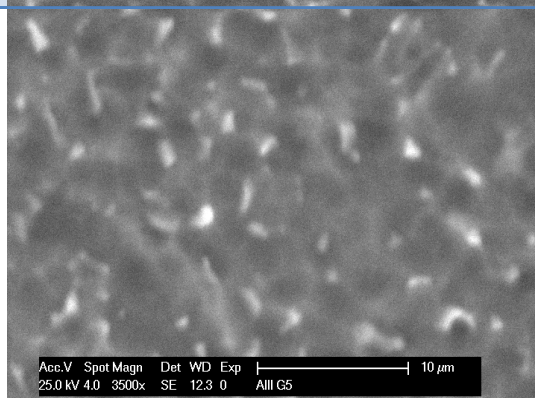
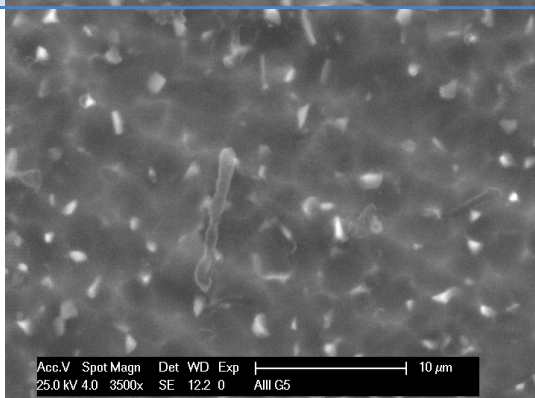
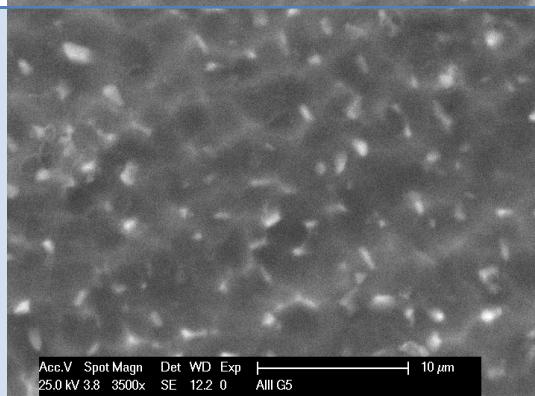
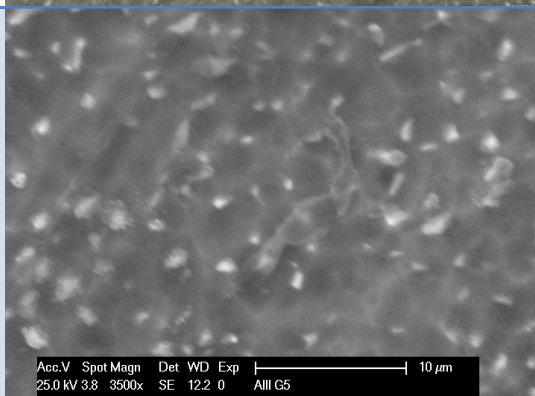
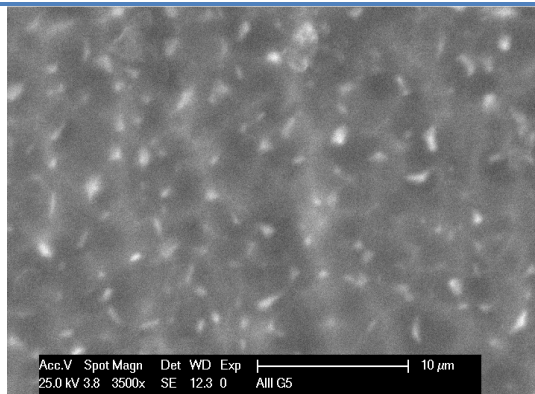
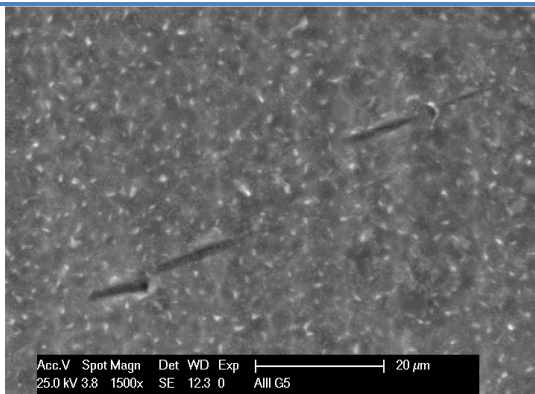
Al G2 15



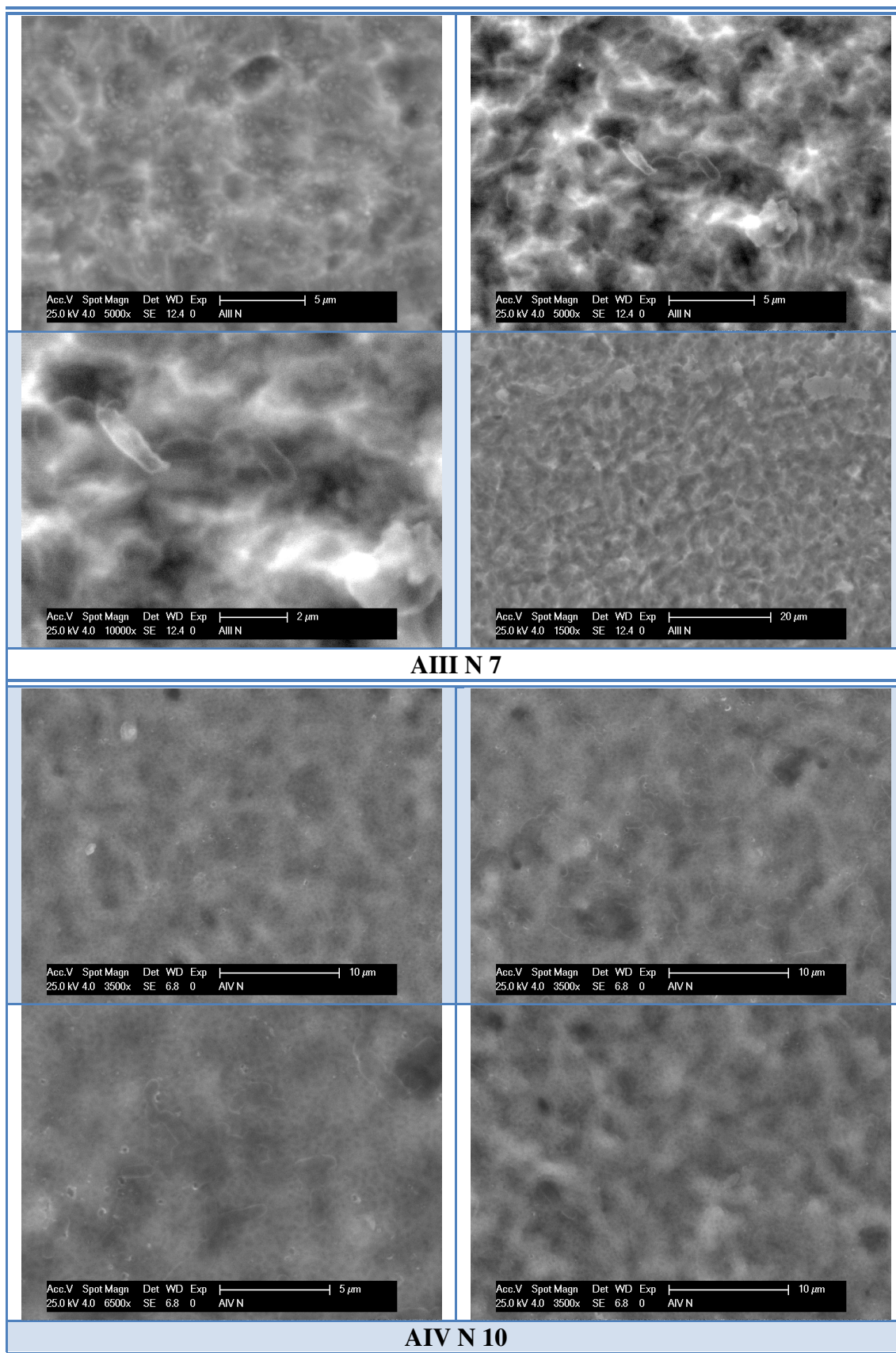
AlII G2 7



AIII G2 7



AIII G5 9



5. táblázat. Pásztázó elektronmikroszkóppal vizsgált minták képei

ÖSSZEFOGLALÁS

Dolgozatunkban bemutattuk a fogászati implantátumokat, azok alkalmazását, valamint a leggyakoribb problémáját a befertőződést. Ennek orvosolására 3 különböző alapanyagú – Grade2, Grade 5 és nanoszemcsés titán- titán korongokon felületkezelő eljárásokat végeztünk és figyeltük meg az okozott hatását.

A kémiai maratás a durva szennyeződések, valamint a sorját eltávolította, azonban az így kialakuló felületi érdesség igen nagy. Ennek következtében ezekre a mintákra jelentős mennyiségű baktérium tud megtapadni. Úgy találtuk, hogy a további felületkezelő eljárások (elektropolírozás, anodizálás) előtt 30 másodperces tisztító maratást végzünk.

Az elektropolírozás egyes paraméterkombinációk mellett jobb felületi minőséget eredményez, mint a kémiai maratás. Az így kialakuló felületen a baktériumok rosszul tudnak megtapadni, azonban ez igaz a csontsejtekre is. Ennek értelmében nem alakul ki befertőződés, azonban a kívánt mechanikai tartás sem jön létre, ami az implantátum kimozdulását eredményezi. A számunkra optimális elektropolírozási paraméterkombináció 3 perc polírozási idő, 1mA/mm² áramsűrűség és -30°C-os polírozási hőmérséklet.

Az anodizálással különböző vastagságú titán-oxid réteget tudtunk kialakítani a minták felületén. Ezen felül létrejöttek nanocsöves struktúrák is, amik a vizsgálatok alapján gátolják a baktériumok megtapadását. A maratás utáni anodizálás alkalmazása, elviekben jó csontmegtapadást és emellett antibakteriális felületet is biztosít. Ez ideális felület egy fogászati implantátum esetében.

FELHASZNÁLT IRODALOM

- [1] Bognár Eszter, Ring György, dr. Dobránszky János: *Fogászati szerszámok vizsgálata*, TDK-dolgozat, 2004. november 9.
- [2] http://drimmun.hu/index.php?option=com_content&task=view&id=235&Item (2012-11-03)
- [3] Szentágothai János, Réthelyi Miklós: *Funkcionális anatómia I., II., III.*, Medicina Könyvkiadó RT., Budapest 2002, ISBN 963 242 564 2
- [4] <http://fogaszatinfo.hu/a-fogszuvasodas-kialakulasa.html> (2012-11-03)
- [5] <http://hu.wikipedia.org/wiki/Fogszuvasod%C3%A1s> (2012-11-03)
- [6] Li L.H., Kong Y.M., Kim K.W., et al.: Improved biological performance of Ti implants due to surface modification by micro-arc oxidation, *Biomaterials*, v. 25, pp. 2867-2875, 2004.
- [7] Carlos Nelson Elias: Titanium dental implants surfaces, *Revista Matéria*, ISSN 1517-7076, v. 15, n. 2, pp. 138–142, 2010.
- [8] Struers Application Notes: Metallographic preparation of titanium
- [9] K. Tajima, M. Hironaka, K.-K. Chen et al.: Electropolishing of CP Titanium and Its Alloys in an Alcoholic Solution-based Electrolyte, *Dental Materials Journal* 27(2) : 258 – 265, 2008
- [10] B.Chou, R. Jain, D. McGervey, U. Landau, and G. Welsch: Electropolishing of Titanium, Department of Materials and Engineering, Case Western Reserve University, Cleveland, U.S.
- [11] D. Mohn, M. Zehnder WJ. Stark et al.: Electrochemical Disinfection of Dental Implants , *PLoS ONE* 6(1): e16157. doi:10.1371/journal.pone.0016157,
- [12] Struers Application Notes: Metallographic preparation of titanium
- [13] S.K. Poznyak, D.V. Talapin, A.I. Kulak: Electrochemical oxidation of titanium by pulsed discharge in electrolyte. *Journal of Electroanalytical Chemistry* 579 (2005) 299–310

- [14] D. Gong, C.A. Grimes, O. K. Varghese, et al.: Titanium oxide nanotube arrays prepared by anodic oxidation. Rapid Communications section of Journal of Materials Research.2001.
- [15] J. Choi et al.: Anodization of nanoimprinted titanium: a comparison with formation of porous alumina. *Electrochimica Acta* 49 (2004) 2645–2652
- [16] Y. Chen et al.: Formation of titanium oxide nanogrooves island arrays by anodization. *Electrochemistry Communications* 12 (2010) 86–89
- [17] V. Fröjd, P. Linderbäck, A. Wennerberg et al.: Effect of nanoporous TiO₂ coating and anodized Ca²⁺ modification of titanium surfaces on early microbial biofilm formation, *BMC Oral Health* 2011, 11:8
<http://www.biomedcentral.com/1472-6831/11/8>

KÉPEK HIVATKOZÁSAI

- {1} <http://www.archeo.mta.hu/antropologia/metodus.html>
- {2} http://drimmun.hu/index.php?option=com_content&task=view&id=235&Itemid
- {3} Kiss Ferenc, Szentágothai János: Az ember anatómiájának atlasza 1. kötet, 2. kötet, Medicina Könyvkiadó RT., Budapest 2000, ISBN 963 242 644 4
- {4} Fehér Erzsébet: Maxillofacialis anatómia; Medicina Könyvkiadó, Budapest, 2001
- {5} http://www.fogaszat.org/cikkek/sok_antitest_talalhato_az_egeszseges_szajban.
- {6} <http://szegedcafe.hu/2012/06/15/szte-lezeres-kezelessel-novelik-a-fogbeultetes-sikeresseget/>
- {7} <http://www.techmonitor.hu/termek-megoldas/gyartas-gepipar/szerszamok-teljes-valaszteka-a-fogtechnikai-iparnak-20120401>
- {8} <http://moriczdental.hu/fogaszati-implantacio-fogbeultetes>
- {9} <http://izerfranko.blogspot.hu/>
- {10} <http://www.substech.comdokuwikidoku.phpid=electropolishing>