

# Fogászati implantátum alapanyag vizsgálata és összehasonlítása

Asztalos Lilla

2014.  
TDK-dolgozat



ANYAGTUDOMÁNY ÉS TECHNOLÓGIA TANSZÉK



M Ű E G Y E T E M 1 7 8 2

## Konzulensek:

Nagy Péter

Tanársegéd, Anyagtudomány és  
Technológia Tanszék,  
Gépészmérnöki Kar, BME

Dr. Joób-Fancsaly Árpád

Docens, Arc-Állcsont- Szájsebészeti  
és Fogászati Klinika,  
Fogorvostudományi Kar, SOTE

Dr. Körmöczy Kinga

Szakorvos, Arc-Állcsont-  
Szájsebészeti és Fogászati Klinika,  
Fogorvostudományi Kar, SOTE

Dr. Bognár Eszter

Adjunktus, Anyagtudomány és  
Technológia Tanszék,  
Gépészmérnöki Kar, BME

## Hallgatói nyilatkozat

Alulírott Asztalos Lilla kijelentem, hogy ezt a TDK dolgozatot magam készítettem, és abban csak a megadott forrásokat használtam fel. Dolgozatomban minden olyan részt, amelyet szó szerint vagy azonos tartalommal átvettem, a forrás megadásával egyértelműen megjelöltem.

Budapest, 2014. október 21.

.....

Asztalos Lilla

## Tartalomjegyzék

|        |                                                                         |    |
|--------|-------------------------------------------------------------------------|----|
| 1.     | Bevezetés.....                                                          | 4  |
| 1.1.   | Abstract .....                                                          | 5  |
| 1.2.   | A dolgozatban előforduló idegen kifejezések és jelentésük .....         | 5  |
| 2.     | A fogászati implantátum: elvárások, alapanyag, felületkezelés .....     | 6  |
| 2.1.   | Fogászati implantátum alapanyagokkal szemben támasztott elvárások ..... | 6  |
| 2.2.   | Jelenleg használt fogászati implantátum alapanyagok .....               | 8  |
| 2.2.1. | A titán .....                                                           | 8  |
| 2.2.2. | A tantál .....                                                          | 9  |
| 2.2.3. | Alumínium-oxid kerámia .....                                            | 9  |
| 2.2.4. | A cirkónium-oxid .....                                                  | 9  |
| 2.3.   | Fogászati implantátumok felületkezelési módjai .....                    | 10 |
| 2.3.1. | Esztergált felület.....                                                 | 10 |
| 2.3.2. | Alumínium-oxiddal érdesített felület .....                              | 11 |
| 2.3.3. | Plazmaszórás .....                                                      | 11 |
| 2.3.4. | Bevonás bioaktív anyaggal.....                                          | 11 |
| 2.3.5. | Savval történő maratás .....                                            | 11 |
| 2.3.6. | Homokfúvás és kémiai maratás kombinált használata .....                 | 12 |
| 2.3.7. | Titán-oxiddal történő érdesítés .....                                   | 12 |
| 2.3.8. | Lézeres felületkezelés.....                                             | 12 |
| 2.4.   | Az ultrafinom szemcsés titán.....                                       | 12 |
| 3.     | A kutatás ismertetése, célja .....                                      | 14 |
| 4.     | Mérések, megfigyelések és eredményeik .....                             | 18 |
| 4.1.   | Sztereo mikroszkópos felvételek.....                                    | 18 |
| 4.2.   | Tömegmérési eredmények.....                                             | 21 |
| 4.3.   | Átmérő és vastagság mérés eredményei.....                               | 22 |
| 4.4.   | Felületi érdesség értékek megfigyelése .....                            | 24 |
| 4.5.   | Keménységmérési eredmények .....                                        | 27 |
| 4.6.   | SEM felvételek .....                                                    | 29 |
| 5.     | Összegzés .....                                                         | 32 |
| 6.     | Köszönetnyilvánítás .....                                               | 32 |
| 7.     | Irodalom- és forrásjegyzék .....                                        | 33 |

## 1. Bevezetés

Orvostechnikai eszköz alapanyag választáskor számos szigorú követelménynek kell megfelelnie az adott anyagnak, nem csak mechanikai és metallurgiai tulajdonságait, hanem biokompatibilitását, osseointegrációját is vizsgálni kell. Jelenleg fogászati implantátumokra a leggyakrabban használt alapanyagok a különböző titán ötvözetek (Grade2, Grade4, Grade5). A titán ideális az emberi testbe beültetésre kerülő eszközök esetében, ideális mechanikai tulajdonságokkal rendelkezik, illetve megfelelő felületkezelés után az implantátum és a csont között szoros kötés tud létrejönni. Jelen kutatás célja Grade 2-es ultra-finomszemcsés titán vizsgálata, a mért eredmények alapján pedig annak megállapítása, alkalmas-e fogászati implantátum alapanyagként való alkalmazásra.

A vizsgálat során felhasznált alapanyag intenzív képlékeny alakítással –jelen esetben meleg kaliberhengerral – készült ultra-finomszemcsés Grade2-es titán. A korongokat a rúd előgyártmányból esztergálással munkálták ki ~ 12 mm átmérőjű, 2 mm vastagságú korongokra. A legfontosabb tulajdonságok, amiket a kutatás során megfigyeltem: az alapanyag keménysége, felületi érdessége, tömege, átmérője, vastagsága, illetve annak a vizsgálata, hogy a különböző időintervallumokon, hőmérsékleteken és marószerezrel végzett kísérletek után a fent említett paraméterek milyen mértékben változtak, megfigyelhető-e összefüggés a különböző változók között. A kapott eredményeket összevetettem egy korábban Grade2-es és Grade5-ös titánokon elvégzett mérési sorozattal. A mérések összehasonlíthatósága miatt a marószerek, maratási idő, illetve maratási hőmérsékletek a korábbi kísérletben alkalmazottakkal azonosak. Az ultra-finomszemcsés titánkorongok felületéről maratás előtt és után is sztereo mikroszkópos felvételeket készítettem, hogy a felületi változások ilyen tekintetben is követhetők legyenek. A felületi morfológia módosulása különböző nagyításokban a pásztázó elektronmikroszkóppal készített felvételeken is megfigyelhető. A maratás után kapott felületi érdességeket összevetettem a felületkezelés nélküli esztergált felületen mért érdességgel, megfigyelhető a felületi érdesség változásának függése a különböző maratási paraméterektől.

A mérési eredmények és az összehasonlítás alapján meg lehet állapítani, alkalmas-e az ultra-finomszemcsés titán fogászati implantátum alapanyagként, mutat-e hasonlóságot az eddig alkalmazott alapanyagokkal, meghatározható a beültetéshez ideális felületi érdesség előállítására szolgáló felületkezelési eljárás is.

### 1.1. Abstract

Material for dental implants have to fulfill very strict requirements, thus it is necessary to study not only mechanical and metallurgical quality, but biocompatibility and osseointegration as well. The current dental implant materials made of different types of titanium for example Grade2, Grade4, or Grade5. Titanium is ideal in the aspect of the requirements and after surface treatment a strong relation can be evolve between titanium and bones. The purpose of this study is to examine the ultrafine grained (UFG) Grade2 titanium, and on the basis of the results to decide, is UFG titanium ideal material for dental implants.

The raw material was Grade2 UFG titanium, made by warm caliber rolling. The discs were turned of the billet. The following properties were noticed: hardness, diameter, thickness, weight, surface roughness, and the changing of these parameters after the several surface treatments. The surface quality was also obtained by SEM in different magnifications. Based on a further study I have chosen the etchant, the etching times and temperatures, so the results were able to comprise. In the further research Grade2 and Grade5 alloys were used. The etchant were hydrochloric acid and phosphoric acid, etching times were 10, 600, 1800, 3600, 5400, 7200 seconds, etching temperatures were 20, 40, 60 °C. After my experiments I could measure the changing of the obtained parameters, find out a function between surface roughness and etching parameters.

Based on the comparison of the results of both studies it can be decided, if the UFG titanium a possible material for dental implants is, and a surface treatment for an optimal surface roughness for the best osseointegration can be also set out.

### 1.2. A dolgozatban előforduló idegen kifejezések és jelentésük

A dolgozat témája miatt a szövegben néhány orvosi kifejezés is található. Az előforduló szakkifejezéseket és jelentésüket az alábbi táblázat tartalmazza.

|                                         |                                                                                                                                                       |
|-----------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <i>osseointegráció</i>                  | Az implantátum és a csontszövet direkt, kötőszöveti réteg nélküli kapcsolatát jelenti.                                                                |
| <i>bioadhezív</i>                       | Olyan anyagot jelöl, amely képes hozzátapadni az emberi szövetekhez.                                                                                  |
| bioanyag                                | Az orvosi célból, biológiai rendszerekkel történő kölcsönhatás érdekében alkalmazott anyagok.                                                         |
| <i>biokompatibilitás</i>                | Az anyag azon tulajdonsága, amely az implantátum és a környező szövetek közötti fiziológiás kapcsolatát jellemzi                                      |
| biomechanikai<br><i>funkcióképesség</i> | Azokat a szilárdsági és formaalakíthatósági tulajdonságokat jelenti, amelyek a rágóerő átvitelét teszik lehetővé az implantátumon keresztül a csontra |
| <i>biológiai stabilitás</i>             | Az implantátum hosszú távú funkciótartóssága, ellenállása a szöveti reakciókkal szemben.                                                              |

## 2. A fogászati implantátum: elvárások, alapanyag, felületkezelés

Magyarországon évente kb. 66 ezer implantátum kerül beültetésre [1], statisztikai adatok alapján a 35-44 éves korosztályú férfiaknak és nőknek átlagosan 4-6 foga hiányzik, az idősebb korosztály nagyjából negyede pedig az összes fogát elveszti. [2] A fogak elvesztésének leggyakoribb oka a szuvasodás, és a fogágy megbetegedése, de akár teljesen ép fogat is elveszthetünk egy baleset vagy sportolás során. A fogvesztést elősegítő körülmény a nem megfelelő szájápolás, illetve a dohányzás. Az elvesztett fogakat ajánlott minél hamarabb pótolni, ugyanis a terheletlenség miatt a hiányzó fog helyén a csont leépülhet. [2] A fogászati implantátumok szerepe ezért egyre fontosabb életünk során, ami megköveteli a technológia folyamatos fejlesztését. A beültetés sikeressége nem csak a páciens adottságain, az orvos ügyességén és gyakorlottságán múlik, hanem fontos pillére a helyesen választott alapanyag, gyártástechnológia, felületkialakítás, stb. Ezen a ponton csatlakozik be az anyagtudomány az orvostechnikába.

### 2.1. Fogászati implantátum alapanyagokkal szemben támasztott elvárások

Az implantátum általánosságban egy olyan szerkezetet, mesterséges pótlást jelent, melyet az emberi vagy állati szervezetbe ültetnek be, gyakran csontok, ízületek helyettesítésére szolgálnak. Fő céljuk az egészségállapot-változás következtében károsodott, funkcióját nehezebben vagy egyáltalán nem ellátni képes szerv, testrész, stb. támogatása, feladatának

átvétele. Ebből adódóan az implantátumok



1. ábra

A fogászati implantátum {1}

Az ábrán az implantátum két részéből: a csavarból és a hozzá tartozó felépítményből látható három változat

szoros kapcsolatba kerülnek az élő emberi szervezettel, így ahhoz, hogy feladatukat maradéktalanul el tudják végezni, és ne okozzanak nagyobb károsodást a szervezetben, mint amekkora beültetésük előtt volt, számos szigorú követelményt kell az implantátum alapanyagokkal szemben támasztani. A legfontosabb szempont, hogy a kiválasztott alapanyag az emberi test által befogadható legyen, az emberi szervezetben lévő anyagokkal

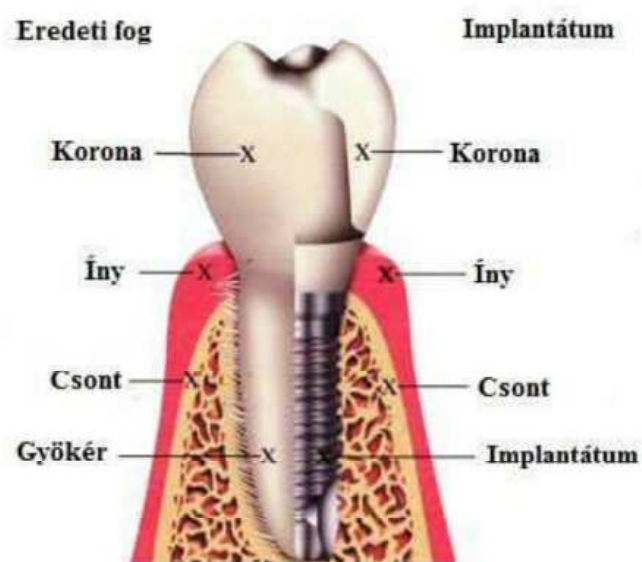
szemben legyen korrózióálló, *bioadhezív*, az ellátandó feladat betöltéséhez megfelelő mechanikai és fizikai tulajdonságokkal rendelkezzen. Ezen kívül a gyártástechnológiai és gazdaságossági szempontokból is kedvezzen: legyen jól reprodukálható, gyártható és a

javíthatósága is fontos szempont. A beültetett implantátum megfigyelhetősége és „nyomon követhetősége” érdekében érdemes olyan anyagot választani, melyek röntgenfelvételeken jól kivehetők, illetve paramágneses anyagok, hogy pl. MRI vizsgálat során a keletkező mágneses tér ne mozgassa el a beültetett implantátumot a páciensben. [4]

Ahhoz, hogy a témát jobban megértsük, szükséges tisztázni a kapcsolódó alapvető fogalmakat. A *csontintegráció (osseointegráció)* az implantátum és a csontszövet direkt, kötőszöveti réteg nélküli kapcsolatát jelenti. A csontintegráció jelentős biomechanikai szereppel bír, ugyanis az implantátummal létrejövő kapcsolat teszi lehetővé a beültetett szakaszon az erőátvitelt, így nem csak a nyomóerő tud eloszlni az implantátum felülete mentén, hanem a nyíró- és húzóerők is. Megfelelő felület-előkészítéssel gyorsabb osseointegrációt lehet elérni, a csont és a beültetett anyag között olyan szoros kapcsolat jöhet létre, hogy eltávolításkor a csont és az implantátum törése is bekövetkezhet [5].

A csontintegráció klinikai vizsgálatok szerint az alábbi tényezőktől függ [3]:

- implantátum anyaga
- implantátum formája
- implantátum felületi struktúrája
- sebészi technika
- az implantátumot körülvevő csont állapota
- a terhelési viszonyok a gyógyulási idő alatt



2. ábra {2}: Implantátum és eredeti csont felépítése

A beültetéstől számított teljes csontosodási idő 18-54 hét.

Az osseointegrációban az egyik legfontosabb szerepet az implantátum alapanyaga játssza. Az orvosi célból, biológiai rendszerekkel történő kölcsönhatás érdekében alkalmazott anyagokat bioanyagoknak nevezzük. Az anyag azon tulajdonsága, amely az implantátum és a környező szövetek közötti fiziológiás kapcsolatát jellemzi *biokompatibilitás*nak nevezzük. A *biomechanikai funkcióképesség* azokat a szilárdsági és formaalakíthatósági tulajdonságokat jelenti, amelyek a rágóerő átvitelét teszik lehetővé az implantátumon keresztül a csontra. A *biológiai stabilitás* az implantátum hosszú távú funkciótartóssága, ellenállása a szöveti reakciókkal szemben. Sajnos a biokompatibilitás és a biomechanikai funkcióképesség között

ellentétes arányosság figyelhető meg, a jelenleg ismert (alkalmazott) anyagokra igaz, hogy a biokompatibilitás növelésével az anyag mechanikai tulajdonságai romlanak. [3]

Számos szabvány vonatkozik orvostechnikai eszközökre, azon belül is implantátumokra. Az MSZ EN 1641:2010: Fogászat. Orvostechnikai eszközök fogászati célra. Anyagok szabvány tér ki részletesebben az alapanyagokra vonatkozó előírásokra. A szabvány tartalmazza a biokompatibilitásra, anyagtulajdonságokra vonatkozó előírások hivatkozásait, a gyártásra, raktározásra és szállításra vonatkozó utasításokat annak érdekében, hogy az implantátumok ne szennyeződjenek. Ezen kívül leírja, hogy a gyártónak milyen információkat és milyen formában kell megadnia a termékről, anyagról pl. összetétel, tárolásra és felhasználásra vonatkozó utasítások. Fel kell tüntetni a beültetés szempontjából fontos információkat pl. felületkezelés. [6]

## **2.2 Jelenleg használt fogászati implantátum alapanyagok**

A fogászati implantátumokkal szemben támasztott speciális követelményeknek, főleg a mechanikai elvárásoknak, elsősorban a fémek tesznek eleget. Kisebb mértékben kerámiát, és fém-kerámia hibrideket is alkalmaznak. A fémek és vegyületeik többségében toxikus hatásúak, a szervezetben oldódva a vér- és nyirokerek útján a nyirokcsomókban, a lépben és a csontvelőben raktározódhatnak, metallózist okoznak. A periódusos rendszerben lévő fémek közül csupán 5 nem mutatott ki toxikus hatást. Ezek a fémek: titán, tantál, cirkónium, platina és niób. [3] Korábban alkalmaztak különböző korrózióálló acélokat, illetve Co-Cr-Mo tartalmú ötvözeteket, de klinikailag bebizonyosodott, hogy használatuk nem célszerű. [7]

### **2.2.1. A titán**

A legelterjedtebb fogászati implantátum alapanyagok a titán és különböző ötvözei. A felületi oxidrétege korrózió szempontjából a legstabilabb fémek közé sorolja. A titán implantátumot élő szövetek közé helyezve olyan kétoldalú kapcsolat jön létre, melyben az implantátum befolyásolja környezetét, másrészt a környezet is hat a titánra. Az implantátumok csontban történő rögzülésének módját az 1950-60-as években Per-Ingvar Brånemark, svéd professzor fedezte fel egy véletlennek köszönhetően. A csontszövetek mikrocirkulációjának tanulmányozása közben Brånemark és kollégái titánháza helyezett mikroszkópot ültettek be a megfigyelésekhez, a titánkamra pedig megfelelő gyógyulási idő után szinte eltávolíthatatlan lett a csonttól. A fémek élő csontba való beépülése egészen addig ismeretlen jelenség volt. [3] A Grade 2-es titán kiváló fajlagos szilárdsággal, biokompatibilitással és korrózióállósággal rendelkezik. Nem mágneses, a rajta kialakuló természetes titán-dioxid rétegnek köszönhetően osseointegrációja kiváló.

Folyáshatára 275 MPa, szakítószilárdsága 344 MPa, sűrűsége 4,5 g/cm<sup>3</sup>. A Grade 5-ös titán (Ti-6Al-4V) lényegesen jobb mechanikai tulajdonságokkal rendelkezik a tiszta titánhoz képest, azonban biokompatibilitása rosszabb. Ez a fajta titánötvözet a legnagyobb tömegben előállított, így gazdasági szempontból is előnyösebb választás. Az ötvözői közt szereplő vanádiumból a szervezetbe jutó ionok egészségkárosítóak, igyekeznek azt más ötvözőkkel pl. nióbbiummal vagy vassal kiváltani. Az ötvözők kioldódását a szervezetbe felületkezeléssel is redukálják, a jellemző felületkezelések Grade 5 esetében a sörétezés és az anodizálás. Folyáshatára 880 MPa, szakítószilárdsága 950 MPa, sűrűsége 4,4 g/cm<sup>3</sup>. [8]

### 2.2.2. A tantál

A tantált korán kezdték alkalmazni csavar- és tüimplantátumokhoz és hajlíthatósága miatt az az állcsontokra préselt subperiostealis implantátumok készítéséhez is megfelelő. Fajsúlya nagy: 16-69 g/cm<sup>3</sup>, keménysége viszont csekély. Gyengébb mechanikai tulajdonságai miatt egyéb anyagok háttérbe szorították.[3] Alkalmazása napjainkban inkább a röntgenes láthatóság szempontjából fontos, ugyanis a relatív nagy fajsúlyának köszönhetően röntgenfelvételeken jól láthatóvá teszi az implantátumokat. [8]

### 2.2.3. Alumínium-oxid kerámia

A polikristályos alumínium-oxid kerámia 99,7% tisztaságú alapanyagporból, magas nyomáson és hőmérsékleten szintereléssel készül. Bár az alumínium maga toxikus fémnek számít, de az alumínium-oxid oxidkerámia, így teljes korróziómentességet biztosít. Klinikai szempontból a kerámiák előnye a fémmel szemben, hogy elektromosan semlegesek, viszont mechanikai tulajdonságai rosszabbak, terhelés hatására nagyobb eséllyel következik be törés. Alumínium-oxidból csak nagyobb, részleteiben nem megmunkált implantátumok készíthetők. Fogászati implantátumként való alkalmazása egyre inkább háttérbe szorul.[3]

### 2.2.4. A cirkónium-oxid

A cirkónium-oxid kitűnő biokompatibilitással és nyálkahártya affinitási képességgel rendelkezik. Utóbbi tulajdonsága a titánimplantátumokkal összehasonlítva is kisebb plakk-képződést jelent. A cirkónium-oxidot fémmentes fogpótlások céljára már több évc alkalmazzák, az egyrészes implantátumok



3. ábra {3}: Cirkónium-oxidból készült fogászati implantátum

csavarmenetekkel rögzülnek a csontba, a foghoz hasonló színűek, az alumínium-oxidnál kedvezőbb mechanikai tulajdonságokkal bírnak.[3]

### 2.3. Fogászati implantátumok felületkezelési módjai

A felületkialakítás jelentős szereppel bír az implantáció sikerességében. A felület módosítása befolyásolhatja az implantátumok teherviselő-képességét és a csontintegráció időtartamát is. A felület szerepének vizsgálatakor két fontos tulajdonságot kell megfigyelni: a felület tisztaságát és a felület morfológiáját. A mikrométeres nagyságrendű morfológiai elemek a csontsejtekkel, míg a nanométeres nagyságrendű képletek a fehérjékkel való kapcsolatokért felelősek. [9] A felületi morfológia az érdesség háromdimenziós megjelenítését jelenti. Érdesség szempontjából 4 csoportba sorolhatóak a jelenleg forgalmazott implantátumok:[7]

- Sima implantátum: Ra érték  $<0.5\ \mu\text{m}$
- Minimálisan érdes implantátum: Ra  $0.5\text{--}1.0\ \mu\text{m}$
- Mérsékeltén érdes implantátum: Ra  $1.0\text{--}2.0\ \mu\text{m}$
- Érdes implantátum: Ra  $>2.0\ \mu\text{m}$

A csontintegráció szempontjából az  $1.0\text{--}2.0\ \mu\text{m}$  közötti érték az optimális [3], a legtöbb modern implantátum érdessége is ebbe a kategóriába esik.[7] Egyéb tanulmányok alapján a finomabb felületi érdességű implantátumok is kedvezőek osseointegráció szempontjából. A tanulmány alapján a  $0,53\ \mu\text{m}$  érdességű felület bizonyult csontintegráció szempontjából megfelelőnek. A felület átalakítására három mód áll rendelkezésre: anyagfelhordás, anyageltávolítás, anyagtranszport-mentes eljárás. Anyagfelhordás során a bevonandó tárgy felületére szilárd anyagot visznek fel, anyageltávolítás során az implantátum felületéről a felszíni szennyeződések, megmunkálás során keletkezett deformált részeket távolítják el, Anyagtranszport- mentes kezelés esetén a kezelés hatására az anyagban tulajdonságváltozás jön létre.[3] Az alábbiakban a különböző technológiákkal módosított, az implantológiában legáltalánosabban használt felületi morfológiákat mutatom be.

#### 2.3.1. Esztergált felület

Az implantátumot eszterga gép munkálja ki, tehát az így létrehozott felület jellemző az implantátumra. A csontintegrációs kutatások kezdetén az esztergált felület számított kiindulási pontnak, manapság referenciamintaként alkalmazzák kísérletekben és összehasonlító tanulmányokban. Esztergált felületek esetén erős, masszív csontképződés figyelhető meg, ami stabil implantátum-csontszövet kapcsolatot eredményez, viszont a felületi

kialakítása a baktériumok megtelepedésének is kedvező, ami az implantálás sikertelenségéhez vezethet. [3]

### **2.3.2. Alumínium-oxiddal érdesített felület**

Az érdesítéshez általában alumínium-oxid port alkalmaznak, és ezt a felületre nagy sebességgel ráfújva, a becsapódó szemcsék egyenetlenségeket hoznak létre. Különböző szemcsenagyságokkal érdesítik a felületet, megfigyelések alapján a kisebb szemcsenagyság kedvezőbb csontintegrációt eredményez.[3]

### **2.3.3. Plazmaszórás**

Az eljárás lényege, hogy az implantátum felületén bevonatot képeznek úgy, hogy titán-hidrid-port visznek fel az implantátum felszínére. A technológiához magas hőmérsékletre van szükség, ugyanis így biztosítható a megfelelő nyomás és az egyenletes szóródás. Plazmaszóráskor a betáplált elektromos energia hatására a gázok ionizálódnak, elektronjaiktól megválnak, és egyúttal plazmaállapotba kerülnek. A titán-hidroxid szemcsék becsapódása hozza létre az új felületet 15-20  $\mu\text{m}$  vastagságban, melyet aztán egy 30-50  $\mu\text{m}$  vastagságú titán-oxid réteg is bevon. A kezelési módszer előnye, hogy a titán nem veszíti el orvostechikai szempontból kedvező tulajdonságait. Hátránya viszont, hogy a felszínről leváló titánrészecskék az implantátum körüli szövetekben metallózist okozhatnak, bár ennek negatív hatását egyelőre nem sikerült kimutatni.[9][11]

### **2.3.4. Bevonás bioaktív anyaggal**

A felület kialakítása plazmaszórással történik, de a felszínre hidroxí-apatit-kerámiát (HA) vagy trikálcium-foszfát-kerámiát (TCP) visznek fel. A fő probléma a bioaktív anyaggal történő bevonással, hogy a kecsegtető rövid távú sikerek ellenére, a hosszú távú eredmények nem kedvezőek. Egy évvel a beültetés után jó biomechanikai eredmények születnek, de az idő múlásával ezek az értékek rohamosan romlanak. [9]

### **2.3.5. Savval történő maratás**

A módszer lényege egy tisztaság és érdesség szempontjából is kiváló implantátumfelület kialakítása erős savak: hidrogén-fluorid, sósav, kénsav használatával. A felületkezelés során az implantátum felületén nagy számú, kis átmérőjű mikroérdesség jön létre, ami elősegíti az osseointegrációt. Osteogen sejtek érik el az implantátum közvetlen felszínét, és képesek lesznek ott közvetlen csontállomány kialakítására. Fontos előnye minden savazási eljárásnak,

hogy nagy felületi tisztaság érhető el, mivel a sav lemarja az implantátum felszínén lévő szennyeződések.[9][11]

#### **2.3.6. Homokfúvás és kémiai maratás kombinált használata**

Gyakran alkalmaznak kombinált módszereket, hogy a két metódus ötvözésével azok előnyös tulajdonságait kihasználják. A kombinált eljárások közül ez a legismertebb, illetve ez az egyetlen, mellyel iparilag előállított, humán implantátumok felületén is alkalmaznak. Megfigyelések alapján a titán-oxidos felületkezelés után csupán a savazással lehet a visszamaradó szemcséket teljes biztonsággal eltávolítani a felületről. A felületnek nem csak a nagy felületi tisztaságban pozitív, hanem korai terhelhetőség szempontjából is kiemelkedő értékeket mutat. Ilyen módszerrel felületkezelt implantátumok esetében jelentősen rövidül a gyógyulási idő.[3]

#### **2.3.7. Titán-oxiddal történő érdesítés**

A titán-oxiddal történő érdesítés elve, hogy a titán felületén kialakult titán-oxid réteget mesterségesen felduzzasztják. Lényege, hogy a felszínen lévő titán-dioxid réteget savval lemaratják, de ezzel párhuzamosan elektrokémiai úton újabb, vastagabb oxidréteget visznek fel a felszínre. Ezáltal a szerkezet szivacsosabb, porózusabb lesz. [3]

#### **2.3.8. Lézeres felületkezelés**

Lézerfény hatására az implantátum felületén rövid idő alatt nagy teljesítménysűrűség alakul ki. A magas felszíni hőmérséklet hatására 50-100 mikrométer mélységű, olvadt felületréteg jön létre. A kezelés vákuumban vagy gázatmoszférában történik. Az oldott gáztartalom buborékok formájában, krátereket hagyva maga után elhagyja a felszínt. A besugárzás végeztével az olvadt réteg nanoszekundum alatt megszilárdul, morfológiája megőrzi az olvadt állapot utolsó pillanatában jelenlévő felületi alakzatot. A lézerrel kezelt felület főbb jellemzői: nagy felületi tisztaság, kedvező felületi morfológia.[9]

A felsorolt eljárások közül technológiai és gazdaságossági szempontból is a kémiai maratás bizonyult a legkönnyebben kivitelezhetőnek, illetve az általa elérhető felület morfológiai és tisztasági szempontokból is nagyon kedvező, kutatásomhoz ezt választottam felületkezelési módszernek.

### **2.4. Az ultrafinom szemcsés titán**

A növekvő elvárások és a folyamatos fejlődés miatt szükségessé válik újfajta implantátum alapanyagokat fejleszteni azokat a gyakorlatban is alkalmazni. Cél minél jobb mechanikai

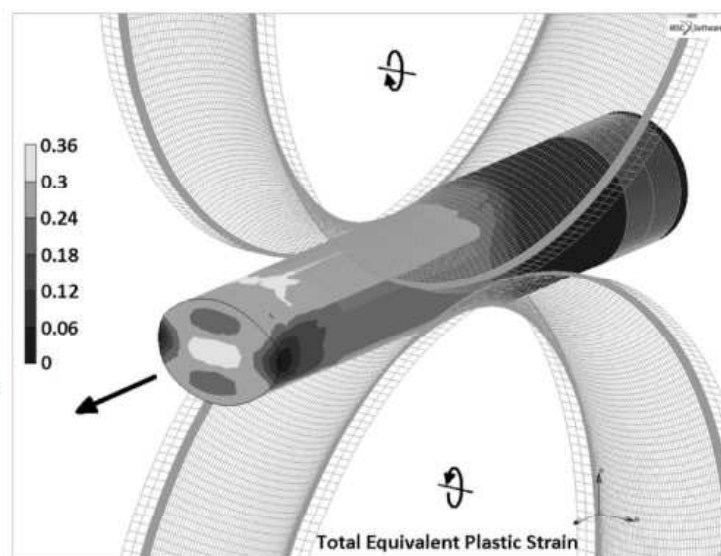
tulajdonságú anyagokat előállítani, viszont a felhasználható anyagok és ötvözők tekintetében végesek a lehetőségek. Szemcsefinomítással növelhető az anyag folyáshatára, szakítószilárdsága, nő az ütőmunka értéke. A változás mértéke a Hall-Petch egyenlet alapján számolható:

$$\sigma_y = \sigma_0 + kd^{-1/2}$$

Ahol  $\sigma_y$  – módosított folyáshatár,  $\sigma_0$  – az anyag kiindulási folyáshatára,  $d$  – átlagos szemcseátmérő,  $k$  – anyagállandó.

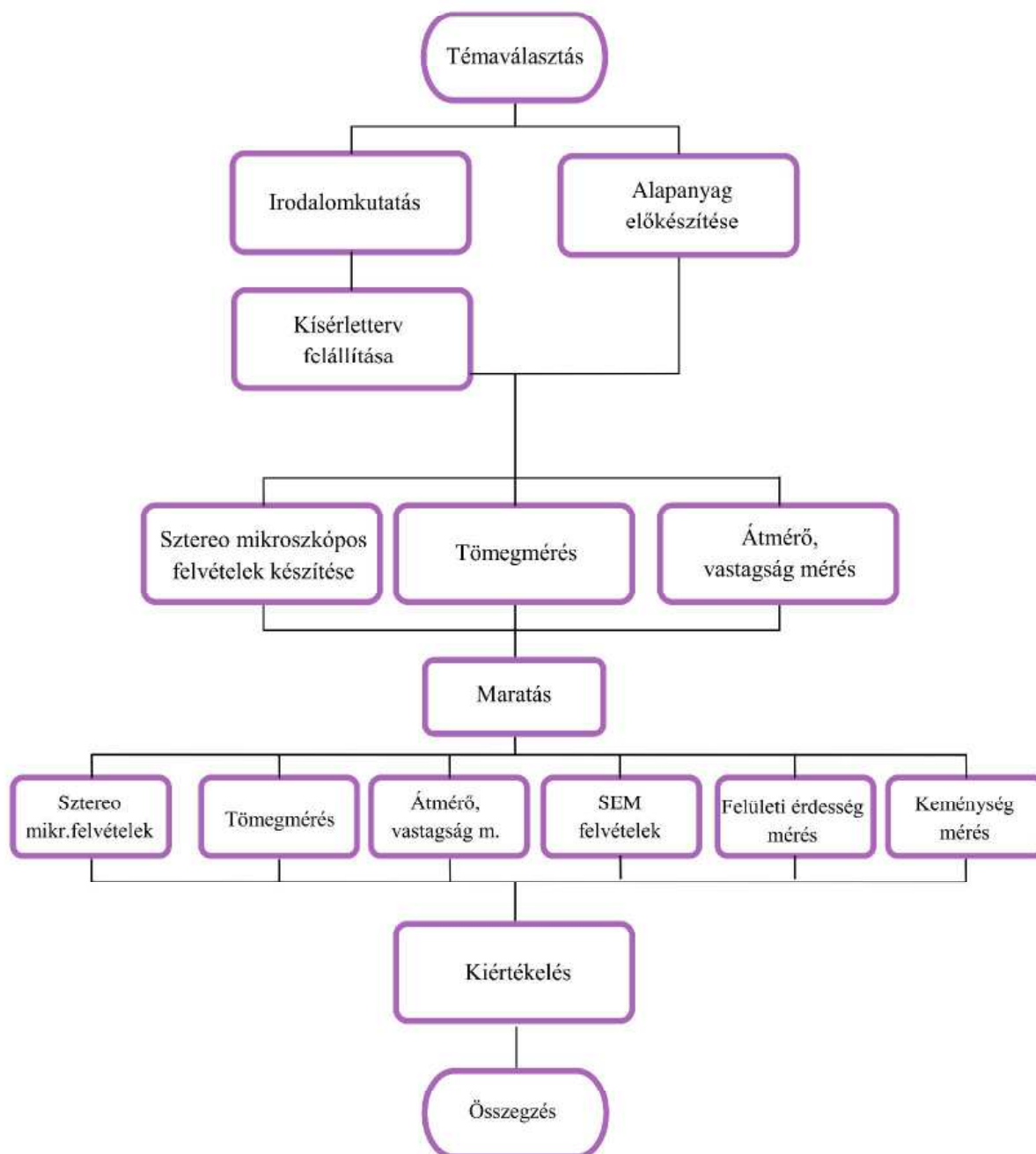
Szemcsefinomodást nagy energiasűrűségű eljárásokkal lehet előidézni, pl. könyöksajtolással, nagynyomású csavarással. Az eljárások során akár 80 nm szemcsenagyságot is el lehet érni. A legtöbb szemcsefinomító eljárás különleges, esetenként bonyolult berendezést igényel, illetve termelékenység szempontjából sem kedvező. A leghatékonyabb eljárás a nagynyomású csavarás, viszont jelentős hátránya, hogy csak kis térfogatú termékek előállítására képes. Titán esetében is szemcsefinomítással jelentősen javítani lehet a mechanikai tulajdonságokon [12][13], anélkül, hogy az orvostechikai szempontból nélkülözhetetlen tulajdonságain (biokompatibilitás, osseointegráció) változtatnánk. A szemcse méret csökkenésével egy adott térfogaton a szemcsehatár és a fázishatár növekszik, így az anyag energiája növekszik. Jelen esetben meleg kaliberhengerléssel készült az előgyártmány. A kör keresztmetszetű (rúd) előgyártmányt előmelegítés után, több lépésben, egyre kisebb keresztmetszeteken hengerlik, miközben az erőteljes alakváltozást szenved, ennek hatására szerkezetében szemcsefinomodás megy végbe. [13]

**4. ábra Kaliberhengerlés során az alakváltozás mértékének ábrázolása a rúd felülete mentén VEM segítségével. Az ábra szemlélteti az átmérőváltozást, a szerszám kialakítását és a munkadarab mozgását is. [13]**



### 3. A kutatás ismertetése, célja

Jelen tanulmány célja meleg kaliberhengerral készült ultra-finomszemcsés (UFSZ) Grade 2-es titán vizsgálata, a vizsgálat során kapott eredmények összehasonlítása hagyományos Grade 2-es és Grade 5-ös titánon végzett kísérletsorozat eredményeivel.[14] Az elvégzett méréseket, azok sorrendjét az alábbi folyamatábra mutatja.



5. ábra. A tanulmány során elvégzett mérések, kísérletek folyamatábrája.  
Az egyes szintek a párhuzamosan futó folyamatokat jelölik.

A méréshez szükséges korongokat az előgyártmányból esztergálással munkáltuk ki. A korongok kb. 12 mm átmérőjűek és 2 mm vastagok. Az előgyártmány a 6-8. ábrákon, a kimunkált, méréshez előkészített darabok pedig a 9. ábrán láthatóak. A korábban elvégzett kísérlet során Grade 2 és Grade 5 titánkorongokat különböző marószerekkel, maratási idővel és hőmérséklettel felületkezelték. Ahhoz, hogy az UFSZ titán alkalmasságát ellenőrizni lehessen, célszerű volt a maratási paramétereket hasonlóan választani, hogy látni lehessen az egyezéseket és az eltéréseket az eddig használatos és az újfajta anyag között. Ez alapján marószernak 30%-os sósav és 85%-os foszforsav, maratási intervallumoknak 10, 600, 1800, 3600, 5400, 7200 sec. maratási hőmérsékletnek pedig 20, 40 és 60 °C lett választva.[14] A minták jelölésrendszere az egyes számú táblázatban található.



**6-8. ábra Az előgyártmány. A nyers előgyártmány rúdanyagként érkezett, majd esztergálással lettek kimunkálva a mintadarabok.**

| Minta<br>sorszám | Marószer          | Maratási<br>hőm. | Mar.<br>idő | Minta<br>sorszám | Marósze<br>r | Maratási<br>hőm | Mar.<br>idő |
|------------------|-------------------|------------------|-------------|------------------|--------------|-----------------|-------------|
| S1               | Foszforsav<br>85% | 20 °C            | 10 s        | S19              | Sósav<br>30% | 20 °C           | 10 s        |
| S2               |                   |                  | 600 s       | S20              |              |                 | 600 s       |
| S3               |                   |                  | 1800 s      | S21              |              |                 | 1800 s      |
| S4               |                   |                  | 3600 s      | S22              |              |                 | 3600 s      |
| S5               |                   |                  | 5400 s      | S23              |              |                 | 5400 s      |
| S6               |                   |                  | 7200 s      | S24              |              |                 | 7200 s      |
| S7               |                   | 40 °C            | 10 s        | S25              |              | 40 °C           | 10 s        |
| S8               |                   |                  | 600 s       | S26              |              |                 | 600 s       |
| S9               |                   |                  | 1800 s      | S27              |              |                 | 1800 s      |
| S10              |                   |                  | 3600 s      | S28              |              |                 | 3600 s      |
| S11              |                   |                  | 5400 s      | S29              |              |                 | 5400 s      |
| S12              |                   |                  | 7200 s      | S30              |              |                 | 7200 s      |
| S13              |                   | 60 °C            | 10 s        | S31              |              | 60 °C           | 10 s        |
| S14              |                   |                  | 600 s       | S32              |              |                 | 600 s       |
| S15              |                   |                  | 1800 s      | S33              |              |                 | 1800 s      |
| S16              |                   |                  | 3600 s      | S34              |              |                 | 3600 s      |
| S17              |                   |                  | 5400 s      | S35              |              |                 | 5400 s      |
| S18              |                   |                  | 7200 s      | S36              |              |                 | 7200 s      |

1. táblázat Minták jelölése, alkalmazott maratási paraméterek

A mintákat Elmasonic S 71 H típusú ultrahangos tisztítóberendezésben (10. ábra) először negyed órán át acetonban, majd a szárítást követően szintén 15 percen át etanolban tisztítottam meg, majd külön-külön feliratozott tasakokba helyeztem őket. A felületkezeléshez a mintákat egy műanyag sablon furataiba helyeztem úgy, hogy a korongok közti távolság a lehető legnagyobb legyen. A rendelkezésre álló tartón a 11. ábrán látható módon oldottam



9. ábra A korongok tisztítás után, tasakokba helyezve

mérőközeg felmelegítése után kezdődtek. A behelyezéstől számított maratási idő leteltekor az adott mintát ismételtén acetonban, majd etanolban tisztítottam, a maratás előttihez hasonló módon. A vegyszerek bőrrel való érintkezése és egyéb balesetveszélyes

meg a korongok behelyezését. A berendezés közepébe egy savval töltött üvegkádát állítottam. A kísérletek megkezdése előtt megfigyeltem, hogy a töltött üvegkád mekkora vízmennyiséget szorít ki, így előre be tudtam tölteni a kellő mennyiséget a vályúba, nem a sav kitöltése után kellett beállítani az optimális vízszintet. A stopper indításakor ebbe a savval töltött kádba helyeztem bele csipeszek segítségével a műanyag mintatartót. A 20 °C-os méréshez szükséges volt a rendszer átfolyásossá tétele, hogy a rezgetés során ne melegedjen fel a közeg, a többi esetben a mérések a



10. ábra A mérés során használt ultrahangos tisztítóberendezés



11. ábra: A műanyag korongtartó, benne a korongokkal

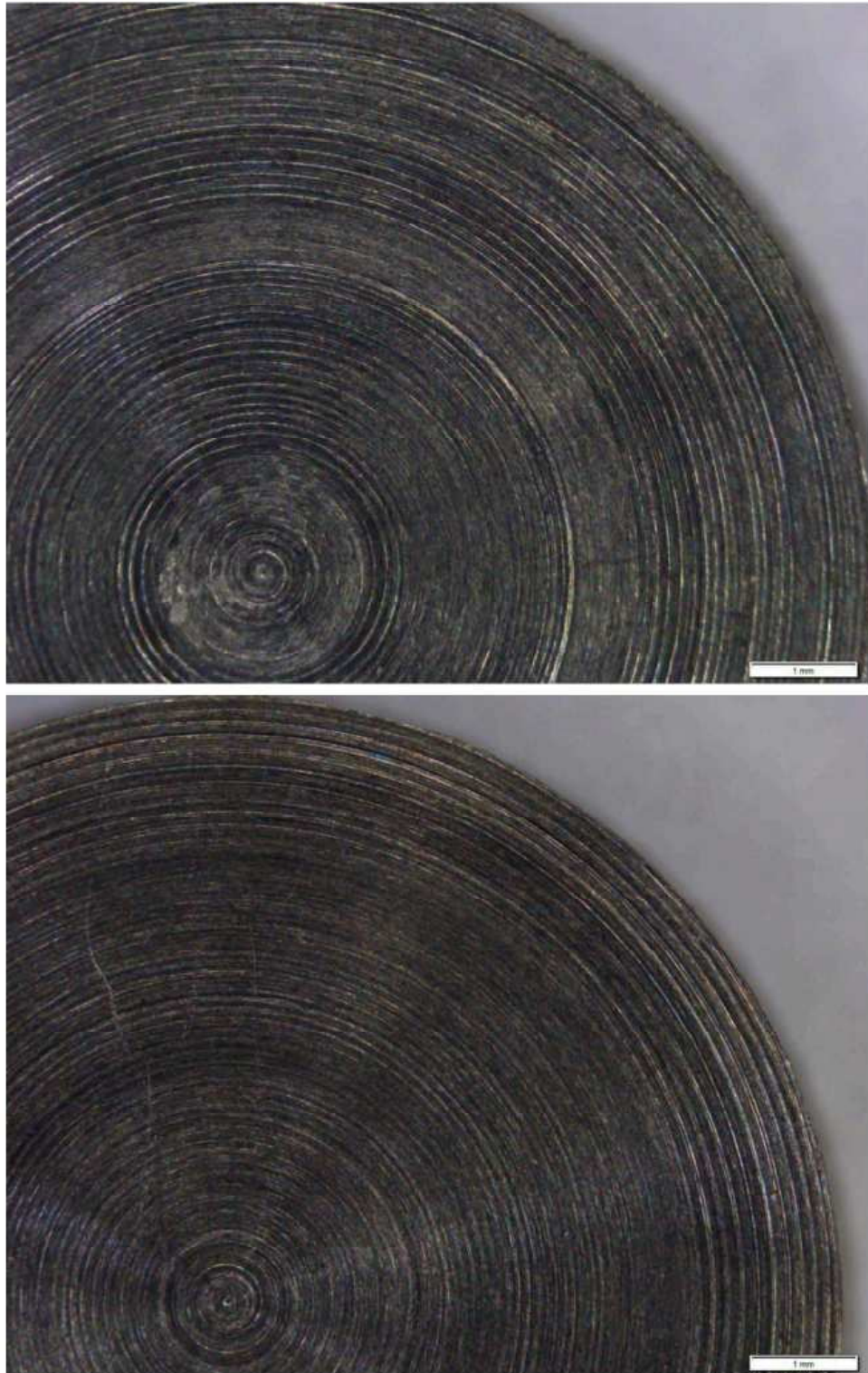
helyzetek elkerülése miatt, a mérések során végig kellő körültekintéssel és védőfelszerelésekben: köpeny, kesztyű, maszk, stb. dolgoztam. A foszforsav belégzése nem jelent különösebb veszélyt az emberi szervezet számára, a sósav viszont károsítja a nyálkahártyát, emiatt a sósavas maratásoknál a lehető legkevesebb ideig és speciális maszkban tartózkodtam csak a felületkezelő helyiségben. A titánkorongok maratás előtti és utáni állapotáról sztereo mikroszkópos képeket készítettem, megfigyeltem a korongok tömeg-, átmérő- és vastagság változását. A maratás utáni állapotban két különböző minta keménységét és a mintasorozat tagjainak felületi érdességét mértem.

## **4. Mérések, megfigyelések és eredményeik**

### **4.1. Sztereo mikroszkópos felvételek**

Ahhoz, hogy átfogó képet kapjunk a felület makroszkópikus változásairól, sztereo mikroszkóp segítségével felvételek készítettem két különböző nagyításban ( $0,7\times$  és  $2\times$ ) a korongokról a felületkezelést megelőző és követő állapotról is. Megfigyelhetőek ezeken a képeken az esztergakés húzta barázdák, a letörésből eredő kis csomók a korong közepén, kisebb karcolások, stb a kezdeti állapotban. Maratás után megfigyelhető, milyen mértékben mattultak a korongok, tűntek el a barázdák a felületéről. Néhány korong esetében különös foltok jelentek meg felületen, de sem a keménységértékek alakulásában, sem a felületi érdesség szempontjából nem mutatnak különbséget a foltos belüli és kívüli területek, jelen kutatás szempontjából csupán esztétikai hibát mutat. Ugyanez a jelenség figyelhető meg a korábbi kísérletsorozat elemein is. Magyarázatot egyelőre nem sikerült rá találni, lehetséges paraméterek a korongok tisztításakor nem egyenletes száradás, visszamaradó nedvesség, a maratás során a ultrahangos tisztítóban áramlástani jelenség, a felületen megtapadó buborék, vagy okozhatja az is, hogy a csipesz, amivel a korongok berakása és kivétele történik, barázdás felületű, így a korong megfogásakor kisebb mennyiségű sav/aceton/etanol a mozgatás közben a csipesz és a korong között marad. Vizsgálni lehet továbbá a felületi korrózió mértékét, illetve a felületi titánréteg összetételét, mely talán még magyarázatot tudna adni a jelenségre. Ezen paraméterek részletesebb vizsgálása, kizárása és a foltok egyéb hatásának vizsgálata egy további tanulmányt vetít előre. A 12-13. ábrák egy titánkorong maratás előtti és utáni felvétele  $2\times$ -es nagyításban, a 14-15. ábrák pedig egy másik korong felületkezelés előtti és után. Az előbbi korongon nem jelentek meg foltok a felületkezelés hatására, utóbbi korongon viszont jól látható a fentebb részletezett jelenség. A további képek

a Mellékletben megtekinthetők, a képek nevei a minta jelöléséből (pl. S1) és a nagyításra utaló számból: 1=0,7×, 2=2× nagyítású kép.



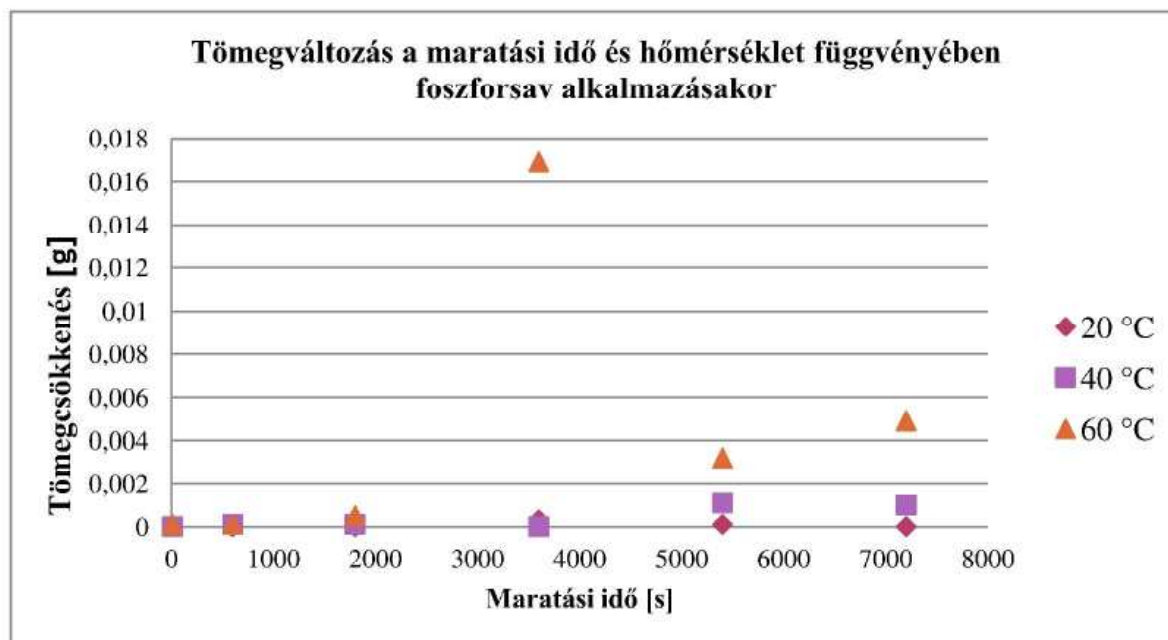
12.-13. ábra: S13-as korong maratás előtti (fent) és utáni (lent) felvétele 2×-es nagyításban



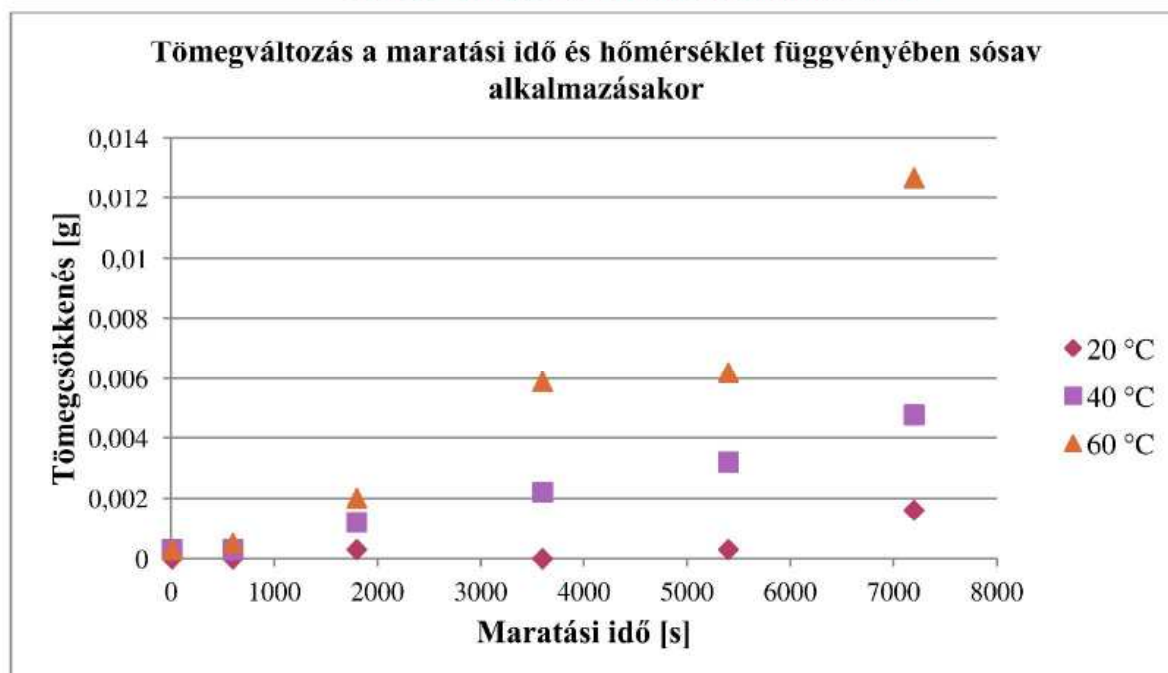
14.-15. ábra: S17-es korong maratás előtti (fent) és utáni (lent) felvétele 2×-es nagyításban

#### 4.2. Tömegmérési eredmények

A különböző felületkezelési paraméterek tömegváltozásra gyakorolt hatását figyeltem meg a korongok maratás előtti és utáni állapotában történő tömegmérésével. Minden esetben három mérési eredmény készült, a 16. és 17. ábrán a különböző marószerek esetében a tömegváltozás mértéke figyelhető meg a hőmérséklet és az idő függvényében. A Melléklet 1. táblázatában megtalálható minden mérési eredmény a kezdeti és a végső állapotra vonatkozóan.



16.ábra: Tömegváltozás foszforsav alkalmazásakor

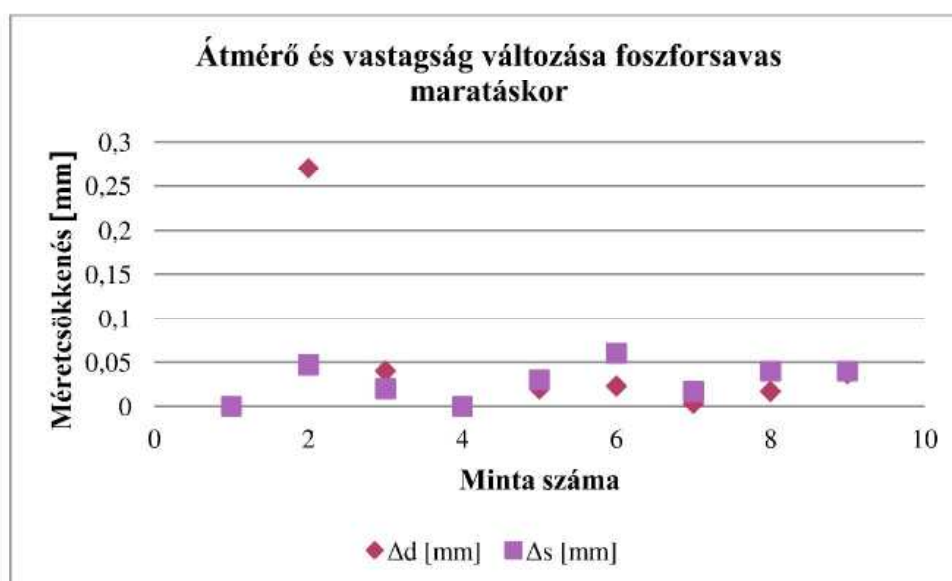


17.ábra: Tömegváltozás sósav alkalmazásakor

A diagramokon is látható, hogy foszforsav esetében nincs összefüggés a maratási idő és a tömegvesztés között, bizonyos maratási idő felett csökkent a tömegvesztés mértéke. A hőmérséklet növelése szintén nem mutat szignifikáns különbséget a legtöbb mérési pontban. A mérőberendezés 0,1 mg pontosságú, így a kiugró érték esetében sem feltétlenül mérési hiba játszott közre. A sósav esetében viszont látható, hogy a maratási idő szinte lineáris kapcsolatban van a tömegváltozással, illetve már a legrövidebb maratási idő alatt is tömegcsökkenést okozott, míg foszforsav esetében tömegváltozás leghamarabb 1800 másodperc után következik be. Sósav esetében a hőmérséklet növelésével a tömegvesztés mértéke is folyamatosan nőtt. Ebből látható, hogy a titán sokkal könnyebben és gyorsabban reagál a sósav hatására, mint a foszforéra.

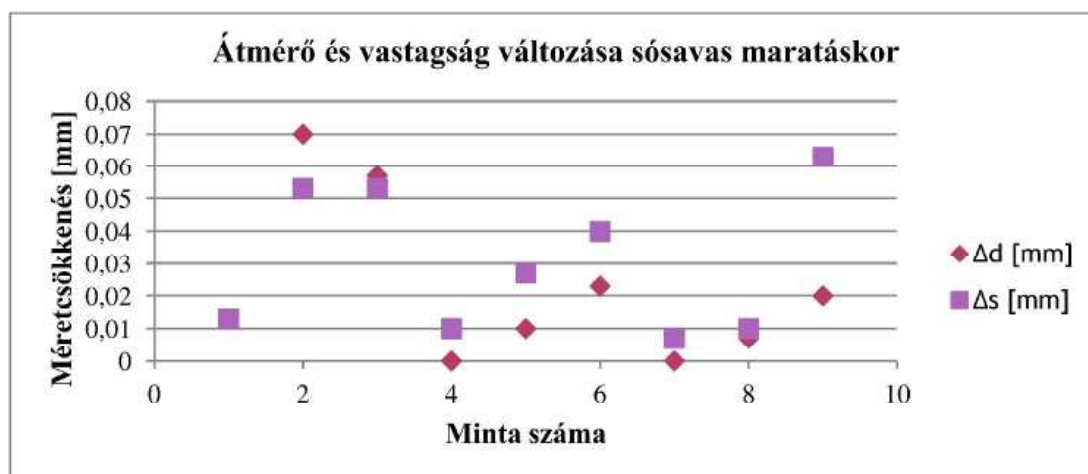
#### 4.3. Átmérő és vastagság mérés eredményei

A korongok hat darabos csoportokra osztása után minden csoportból három korong átmérőjét és vastagságát mértem. A mérési adatok két célt szolgáltak. Egyrészt a tömegmérési adatok felhasználásával kiszámítható volt a korongok sűrűsége, így ellenőrizni lehetett azt, hogy valóban homogén anyagról van szó, ugyanis ha a sűrűsége nem állandó, nem alkalmazható orvostechikai eszközként. Másrészt pedig külön-külön megfigyelhető a korongok hossz- és keresztirányú méretváltozása. Jelen esetben is minden mérés háromszor került ismételésre egy adott korongon, a 18. és 19. ábra az átlagértékek változását mutatja a két marószerszám esetében a vizsgált mintáknál. A 2. táblázat a csoportok első és utolsó tagjának maratás előtti és utáni sűrűségértékeit tartalmazza. A Melléklet 2. táblázatában található az összes mérési pont eredménye az átlagértékekkel együtt.



18.ábra: Átmérő és vastagság változása foszforsavas maratáskor

A diagramokon látható, hogy mind foszforsav, mind sósav esetében az alacsonyabb hőmérsékleten maratott korongoknál az átmérőváltozás dominált, a magasabb hőmérsékleten pedig a vastagság csökkenése. Mivel a korong felületének kisebb hányadát teszi ki a palástja, várható volt, hogy a nagyobb felületen indul meg jobban az oldódás, viszont nem mutatható ki egyértelmű összefüggés a mért értékek változása és a maratási paraméterek között. A későbbiekben olvashatóak a korongok felületi érdesség eredményei, amelyen látható, hogy a vastagság csökkenése nem az esztergálásból visszamaradt barázdák lemarásával magyarázható, annak mértéke ugyanis nagyon csekély.



19.ábra: Átmérő és vastagság változása

A táblázatban látható, hogy a számított értékek homogén sorozatot adnak, így ebből a szempontból is alkalmasnak mondható az UFSZ titán fogászati implantátum alapanyagként. További érdekesség, hogy bár kis mértékben, de a korong sűrűsége megnőtt, tehát nagyobb mértékben szenvedtek a korongok térfogat-, mint tömegcsökkenést. A Melléklet 3. táblázata tartalmazza a kiválasztott korongok kiszámított térfogatát és sűrűségét is.

| Minta | $\rho_1$ [g/cm <sup>3</sup> ] | $\rho_2$ [g/cm <sup>3</sup> ] | Minta | $\rho_1$ [g/cm <sup>3</sup> ] | $\rho_2$ [g/cm <sup>3</sup> ] |
|-------|-------------------------------|-------------------------------|-------|-------------------------------|-------------------------------|
| S1    | 4,343                         | 4,344                         | S19   | 4,463                         | 4,503                         |
| S6    | 4,421                         | 4,496                         | S24   | 4,385                         | 4,535                         |
| S7    | 4,492                         | 4,492                         | S25   | 4,516                         | 4,537                         |
| S12   | 4,433                         | 4,584                         | S30   | 4,466                         | 4,52                          |
| S13   | 4,476                         | 4,515                         | S31   | 4,503                         | 4,517                         |
| S18   | 4,43                          | 4,526                         | S36   | 4,434                         | 4,535                         |

2.táblázat: Felületkezelés előtti és utáni sűrűség

#### 4.4. Felületi érdesség értékek megfigyelése



A felhasznált mérőberendezés:

Típusa: Mitutoyo Surftest - 211

Gyártási száma: 019654

Osztása: 0,01 μm

Mérési tartománya: 0,05-40 μm

Négy kiválasztott maratlan, esztergált felülettel rendelkező ún. referenciakorongokon mért érdességek alapján statisztikai módszerekkel meghatároztam, mi az a felületi érdesség, amely pusztán esztergálással elérhető, és mi az, ami már biztosan a maratás hatása. A mérési eredmények átlagát, szórását meghatározva, a sorozatot normál eloszlásúnak tekintve tetszőleges konfidencia intervallum választása mellett a számolásokkal előre vetíthető, hogy a mért érték a jelen esetben választott 99%-os valószínűséggel a megadott értékhatárok közé esik-e.

A 3. táblázat tartalmazza a mért adatokat, annak szórását, átlagát, az adott szabadsági fokhoz ( $f = \text{sorozat elemszáma} - 1$ ) és konfidencia szinthez tartozó  $t$  értéket, a 20. ábra pedig a számoláshoz használt képletet mutatja. A Mellékletben megtalálható a  $t$  érték választásához szükséges táblázat. [15]

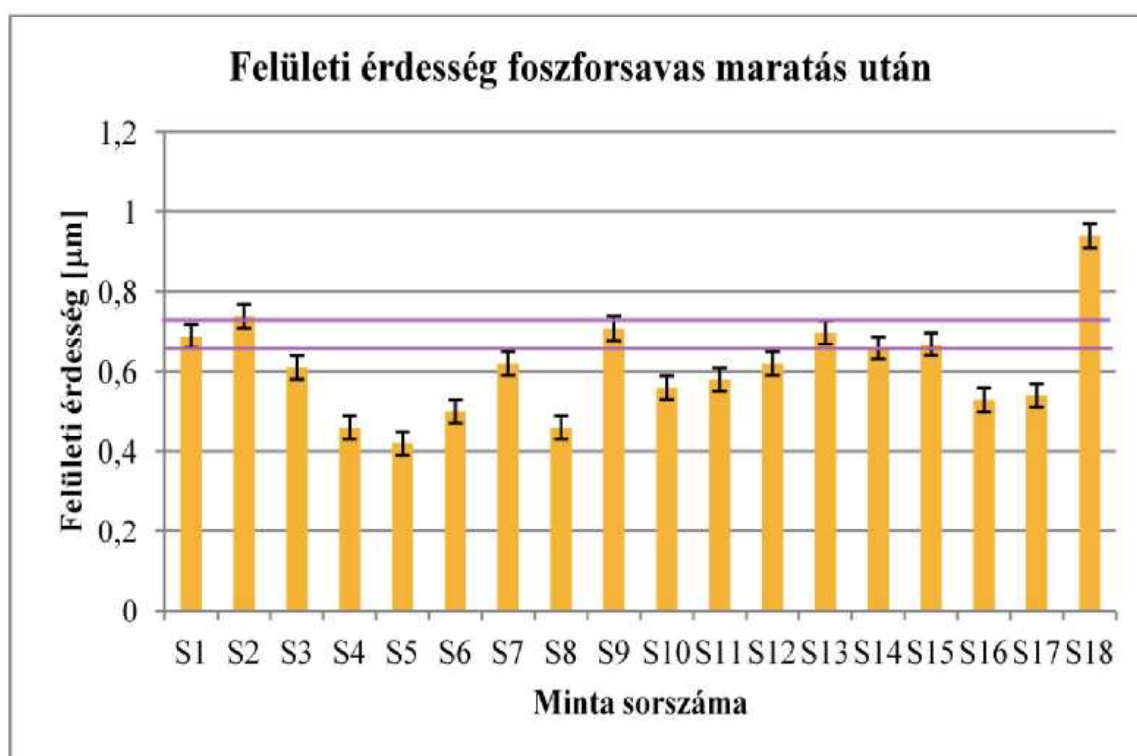
|     |      |      |      |      |        |              |
|-----|------|------|------|------|--------|--------------|
| S38 | 0,73 | 0,66 | 0,69 | 0,68 | Átlag  | Valószínűség |
| S39 | 0,72 | 0,64 | 0,69 | 0,69 | 0,69   | 99%          |
| S40 | 0,77 | 0,68 | 0,72 | 0,72 | Szórás | T-érték      |
| S41 | 0,67 | 0,62 | 0,73 | 0,67 | 0,04   | 2,947        |

3.táblázat Referencia-érdességek, statisztikai számoláshoz szükséges adatok

$$X_{\text{alsó}}^{\text{felső}} = \bar{X} \mp \frac{t * s}{\sqrt{n}}$$

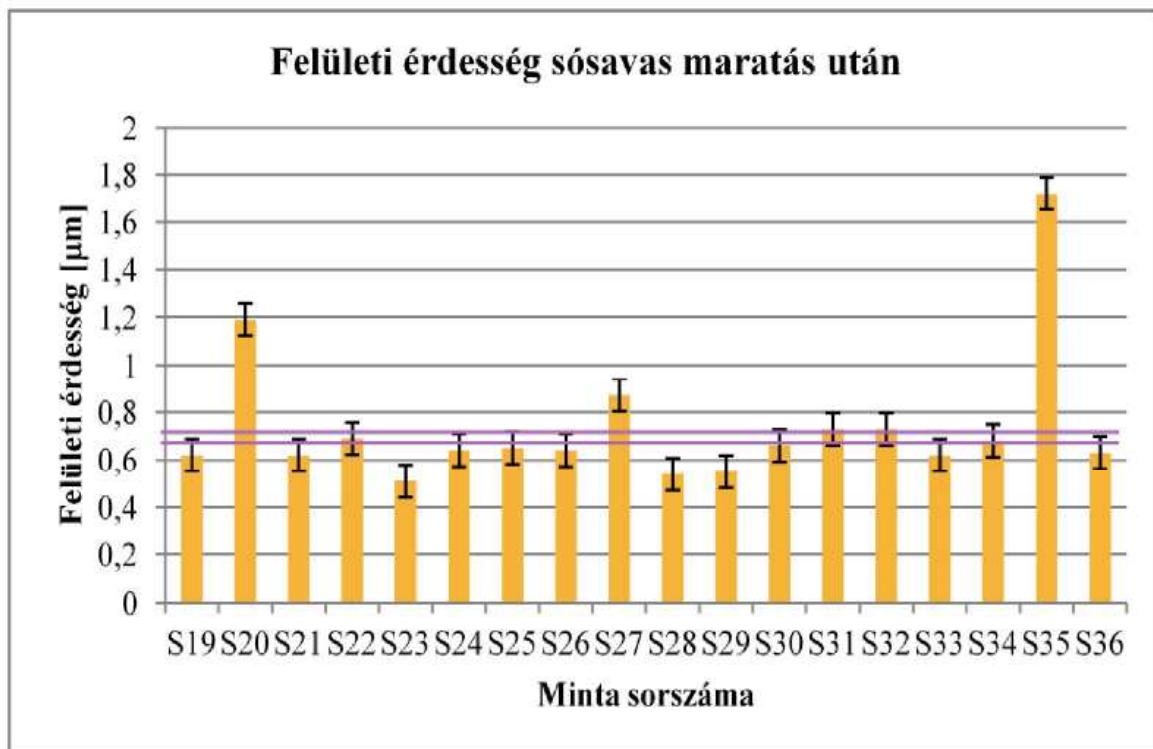
20.ábra Alsó és felső határértékek meghatározása

A képletben szereplő adatok:  $\bar{x}$ =átlag,  $s$ = szórás,  $n$ =sorozat elemszáma. A számolás eredményei alapján az alsó határ 0,66; a felső határ pedig 0,72  $\mu\text{m}$ -re adódik. A 21. és 22. ábrákon látható a korongok maratás utáni állapotában mért felületi érdességek. A diagramokon a számolások alapján kapott tűrésmezőt a lila vonalak jelölik. Ahogy az ábrákon is látszik, az elért érdességek semmilyen összefüggésben nem állnak a maratási paraméterekkel. Foszforsav esetén a felületi érdesség nagyobb mértékű finomodása figyelhető meg, míg sósav esetében az értékek nagyjából az esztergálással elérhető szint közelében maradtak. Maratás után számos esetben megfigyelhető volt a felületen apróbb porozítások megjelenése (23. ábra).

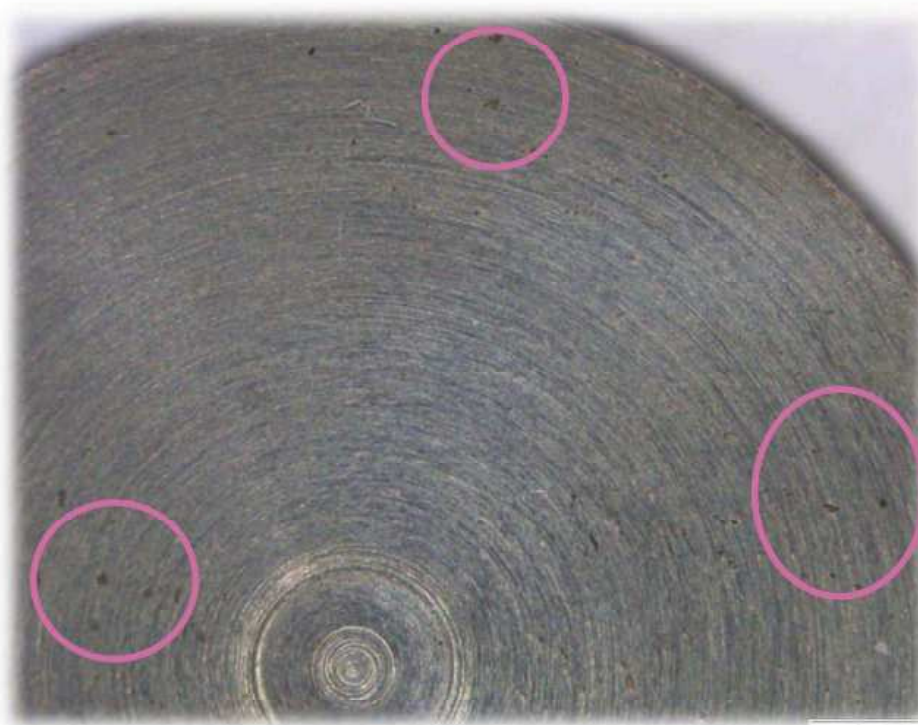


21.ábra Felületi érdesség foszforsavas maratás után

Érdesség-mérés közben a porózusabb felületeken a műszer megakadt ezekben az apró gödrökben, ezzel magyarázható pl. az S18 és S35 esetében a kiugróan magas érték, a felület érdesedése volt megfigyelhető. Az S20-as mintán kisebb esztergálási hibák maradtak vissza. A korongokon mért felületi érdesség értékeket a Melléklet 1. táblázata tartalmazza. Az UFSZ jól reagált a felületkezelésre, a sósav jelen aspektusban is reagánsabbnak bizonyult a foszforsavval szemben. Felületérdesítés szempontjából a sósav bizonyult kedvezőbbnek, a szakirodalomban [3] talált optimális értéket az S35-ös minta érte el, illetve az S27-es minta is megközelítette azt.



**22.ábra Felületi érdesség sósavas maratás után**



**23. ábra**  
**Porozitás a**  
**titánkorong felületén**

#### 4.5. Keménységmérési eredmények



Felhasznált berendezés:

Micro Vickers keménységmérő

Típusa: Buehler 1105

Gyártási száma: 624-MIT1105-00106

A szemcsefinomításból eredően magasabb keménység várható UFSZ titán esetében, mint hagyományos Grade 2-nél. Egy korábban Grade 2 és Grade 5 titánokon elvégzett hasonló maratási paraméterű kísérletsorozat eredményei összevetésével igazolható, valóban történt-e keményedés a hagyományos és az UFSZ Grade 2 titán esetében. A keménységet micro Vickers keménységmérővel, az UFSZ és Grade 2 titán esetében 100 g terhelőerővel, Grade 5-nél pedig 500 grammal végeztem. A keménységlefutást a korong egy tetszőleges keresztmetszete mentén, 0,5 mm-es lépésközökkel haladva mértem. A korábbi mérések alkalmával a titánkorongok átmérője nagyobb volt, emiatt található ott több mérési eredmény. A 4. táblázat a 20 °C-os 10 másodperces sósavban maratott korongok értékeit mutatja, az 5. táblázatban pedig ugyanebben a közegben, 60 °C-on, 5400 másodpercig felületkezelt mintadarab eredményeit tartalmazza.

A táblázat alján található a mért értékek átlaga, szórása, illetve relatív szórása, mely segítségével megállapítható, hogy az adott sorozat homogén-e. Ha ez az érték 0,1 alatt van, a sorozat biztosan homogén, ha értéke 0,1 és 0,2 között van még elfogadható az eredmény (illetve találkozni olyan változattal is, ahol 0,3 megengedett), 0,2 felett pedig inhomogén. A mérési eredmények excel-be való felvezetése után a számolásoknál a feltételes formázás segítségével a fent felsorolt határok beállításával a cella színe jelezte a homogenitást, tehát ha teljesül a homogenitás feltétele sötétzöld lett a cella, ha a határértékek között mozgott, halványzöld, ha az inhomogenitás tartományába esett pedig automatikusan pirosra váltott a cella.

| 10 másodperces sósavas maratás 20 °C-on |        |         |         |
|-----------------------------------------|--------|---------|---------|
|                                         | UFSZ   | Grade 2 | Grade 5 |
| Értékek [HV]                            | 553,7  | 264,1   | 297,8   |
|                                         | 468,3  | 275,4   | 330,7   |
|                                         | 383,1  | 246,1   | 288,4   |
|                                         | 364,7  | 229,1   | 328,8   |
|                                         | 416,5  | 230,7   | 295,7   |
|                                         | 399,3  | 213,1   | 339,2   |
|                                         | 399,3  | 290,9   | 337,7   |
|                                         | 395,6  | 217,5   | 307,1   |
|                                         | 420,5  | 210,9   | 331,3   |
|                                         | 418,5  | 226,7   | 339,5   |
|                                         | 378,0  | 255,3   | 322,1   |
|                                         | 426,6  | 238,2   | 324,5   |
|                                         | 401,2  | 197,4   | 304,8   |
|                                         | 392,0  | 240,8   | 385     |
|                                         | 376,3  | 222,0   | 329,5   |
|                                         | 468,3  | 269,1   | 296,7   |
|                                         | 395,6  | 307,7   | 356,5   |
|                                         | 392,0  | 210,9   | 345,6   |
|                                         | 338,7  | 207,4   | 342,9   |
|                                         | 367,9  | 201,3   | 354,4   |
|                                         | 381,4  | 268,1   | 339     |
|                                         |        | 254,4   | 339     |
|                                         |        | 306,4   | 308,2   |
|                                         |        | 318,2   | 341,6   |
|                                         |        |         | 335,8   |
|                                         |        |         | 291,5   |
| Átlag [HV]                              | 406,55 | 245,90  | 327,43  |
| Szórás                                  | 45,65  | 35,40   | 23,14   |
| Relatív Szórás                          | 0,11   | 0,14    | 0,07    |

4.táblázat Keménységértékek 20 °C-os sósavban 10 másodpercig maratott korongokon

Mivel az UFSZ titán keménységértékei lényegesen magasabbak a hagyományos Grade 2-nél, így a nanoszerkezet megfigyelése nélkül is biztosan állítható, hogy az adott alapanyag esetében szemcsefinomodás történt, a Grade 5-ös titánnál is magasabb eredményeket lehet elérni. A felületkezelés hatása viszont az UFSZ esetében mutatkozik a legkevésbé, míg a másik két korong esetében közel 100 HV-t keményedett a felület a maratás hatására, addig az UFSZ 'csupán' 20 HV-t.

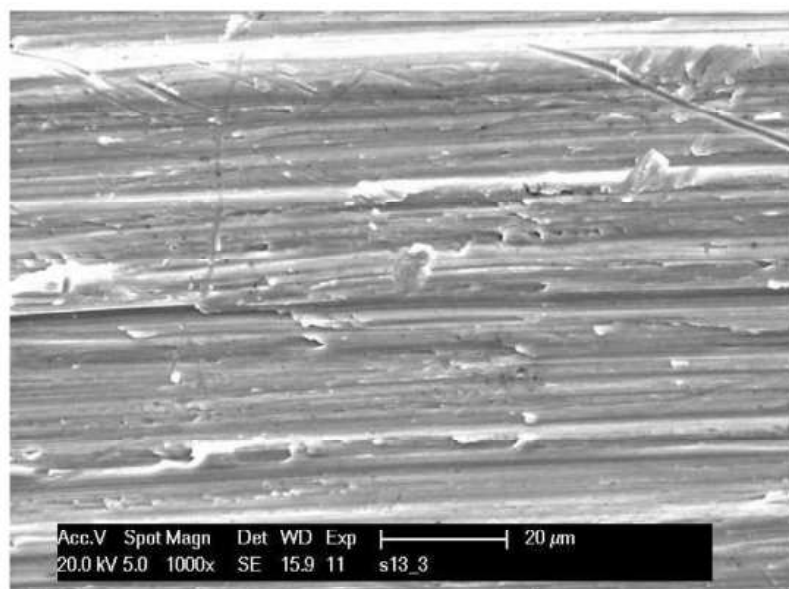
| 5400 másodperces sósavas maratás 60 °C-on |        |         |         |
|-------------------------------------------|--------|---------|---------|
|                                           | UFSZ   | Grade 2 | Grade 5 |
| Értékek [HV]                              | 418,5  | 358,3   | 427,9   |
|                                           | 503    | 323,3   | 324,5   |
|                                           | 390,2  | 366,3   | 441,1   |
|                                           | 433,5  | 263,1   | 424,2   |
|                                           | 363,1  | 333     | 451,8   |
|                                           | 473    | 304     | 478,9   |
|                                           | 459    | 335,8   | 474,6   |
|                                           | 437    | 370,4   | 474,6   |
|                                           | 422,5  | 399,3   | 382,3   |
|                                           | 406,8  | 311,5   | 448,9   |
|                                           | 364,6  | 312,8   | 398,9   |
|                                           | 406,8  | 319,3   | 427,4   |
|                                           | 413    | 349     | 424,2   |
|                                           | 485,2  | 346,7   | 464     |
|                                           | 448    | 367,9   | 443     |
|                                           | 399,3  | 489,6   | 390,4   |
|                                           | 412,6  | 386,6   | 378,4   |
|                                           | 439,3  | 527,6   | 452,8   |
|                                           | 408,7  | 408,7   | 438,2   |
|                                           | 363,1  | 369,6   | 431,6   |
|                                           | 456    | 487,7   | 394,2   |
|                                           |        | 355,2   | 447,9   |
|                                           |        | 378     | 466,1   |
|                                           |        | 323,3   | 452,3   |
|                                           |        | 306,4   | 463     |
| Átlag [HV]                                | 423,96 | 363,74  | 432,05  |
| Szórás                                    | 38,41  | 61,93   | 36,69   |
| Relatív szórás                            | 0,09   | 0,17    | 0,08    |

5.táblázat Keménységértékek 60 °C-os sósavban 5400 másodpercig maratott korongokon

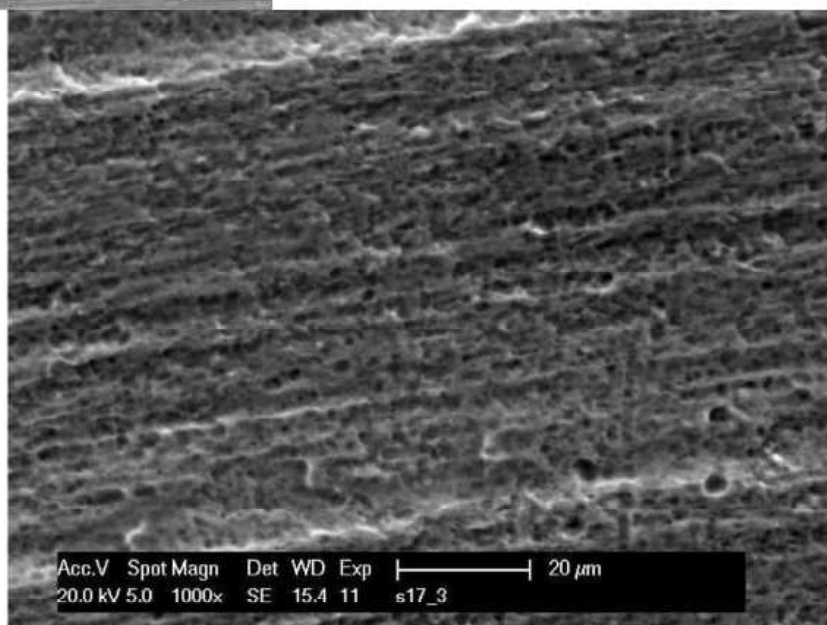
#### 4.6. SEM felvételek

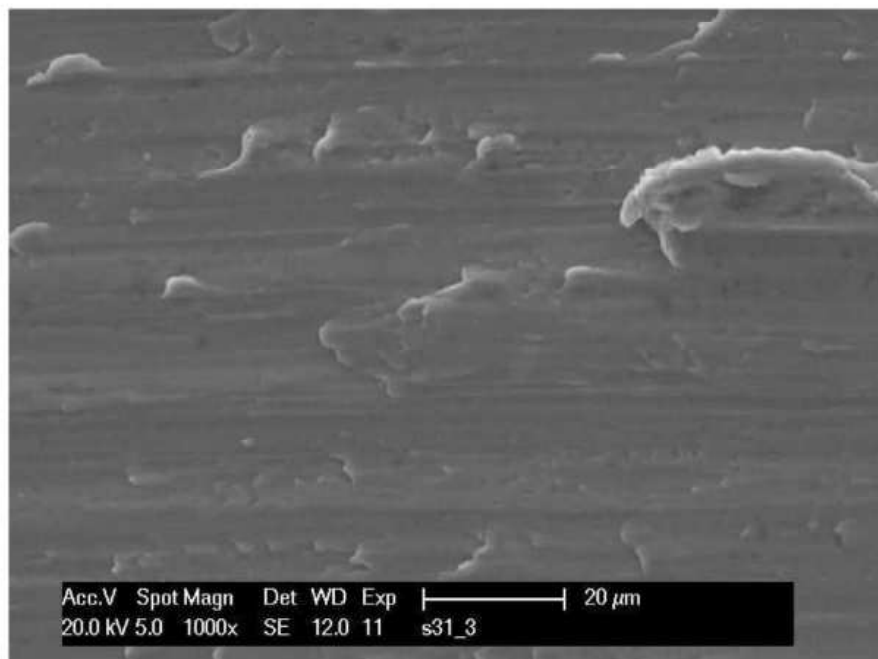
A korongokról pásztázó elektronmikroszkóppal is készítettem felvételeket, 100×, 500×, és 1000×-es nagyításban. Ekkora nagyításban már jól látszik a felület átalakulása, a felületkezelés hatása. Bár a valóságban kicsi, szabad szemmel nem is látható a különbség, de így tekintve óriási a különbség a kevésbé és a jobban maratott korong között. Az eleinte összefüggő felület szerkezete megbomlott, a létrejövő szivacsos szerkezetből eredően nőtt a korong fajlagos felülete. Kémiai maratás során az egyik fő cél a felületi morfológia

átalakítása, a növekvő fajlagos terület és a szerkezet jellege elősegíti a hatékonyabb osseointegrációt.[9] A 24-27. ábrákon 1000×-es nagyításban egy rövidebb ideig és egy hosszabb ideig maratott korong látható ugyanakkora hőmérsékleten kezelve más-más közegben. A különböző marószerek hatása a felület mikroszkopikus változására nagyjából ugyanolyan tendenciával hatott, a felület szerkezete az maratási idő növekedésével egyre jobban változott, a sósav esetében sokkal intenzívebben. Az összes SEM-felvétel megtalálható a Mellékletben, a minta és a nagyítás jelölésével: 1=100×, 2=500×, 3=1000× nagyítás, pl. S1\_1, az első minta 100×-os nagyításban.

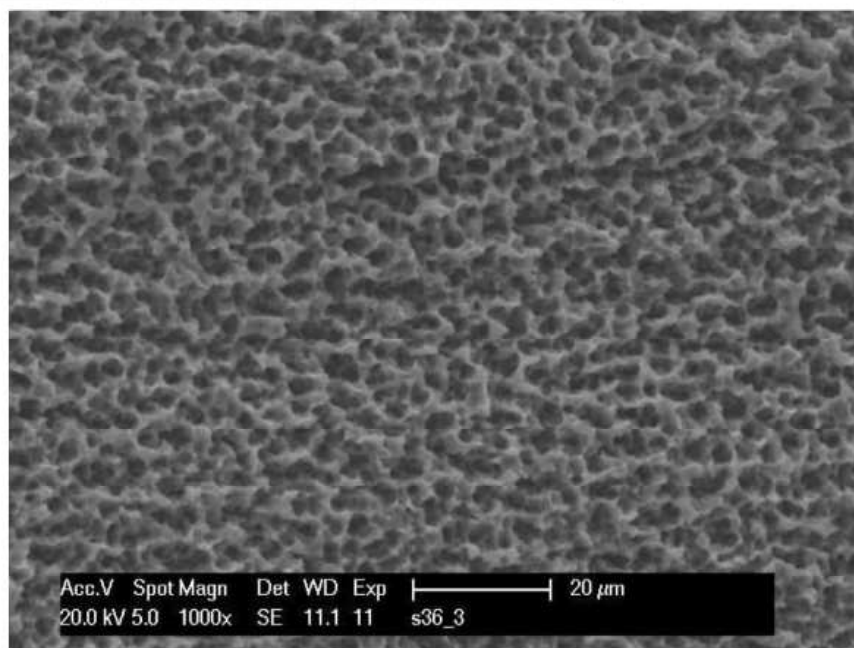


24-25. ábra: S13 és S18-as  
korong Sem felvétele





26-27. ábra S31 és S36  
korongok SEM felvétele



## 5. Összegzés

A tanulmány elkészítéséhez megfelelő ismereteket kellett szereznem a fogászati implantátumokkal kapcsolatosan, szükségessé tette egy átfogó körkép alkotását a jelenleg felhasznált anyagokból, felületkezelési eljárásokból. Lehetőséget adott egy újfajta anyaggal való kísérletezésre és összehasonlítására a korábban használt hasonló anyagokkal szemben. A kísérletek során számos eszköz, berendezés használatával kellett megismerkednem, az ultrahangos tisztítóberendezéstől kezdve a mikroszkópokon át az érdesség mérésig. A kutatás több szemszögből is megközelíti a témát, számos paramétert és egymásra gyakorolt hatásait vizsgálja. A sztereo mikroszkópos képeken megfigyelhetővé váltak a felületen bekövetkezett makroszkopikus változások. Az UFSZ titán nagy mértékben hasonlóságot mutat maratással szemben a hagyományos titán ötvözetekkel [14], hasonlóképp változott a felülete, a reakcióra való hajlam terén is a sósav bizonyult kedvezőnek a foszforsavval szemben. A vártak megfelelően a kiindulási alapanyag keménysége magasabb volt a hagyományos Grade 2-es titánénál, a felületkezelés pedig jelen esetben is a felület keményedéséhez vezetett. SEM felvételeken jól látható a felületi morfológia szivacsos jellege, a fajlagos felület növekedése, mely elősegíti az osseointegrációt, így alkalmasabbá téve az anyagot fogászati implantátum-alapanyagként való használatra.[3] A számos mérési eredmény és az elkészült felvételek jó alapot adnak mind a folyamat során, mind pedig a későbbiekben felmerülő további tanulmányok készítéséhez.

## 6. Köszönetnyilvánítás

Ezúton is szeretném hálámat kifejezni konzulenseimnek, Nagy Péternek, Dr. Joób-Fancsaly Árpádnak, Dr. Körmöczy Kingának és Dr. Bognár Eszternek a tanulmány elkészüléséhez nélkülözhetetlen segítségükért, a sok hasznos gondolatért és a rengeteg új ismeretért, amit a tanulmány során szerezhettem.

## 7. Irodalom- és forrásjegyzék

- [1] Dr. Orosz Mihály: A Denti® gyökérforma implantátumokkal szerzett klinikai tapasztalatok, Fogorvosi szemle, 102. évf. 6. sz. 2009. 211–216.
- [2] <http://toka.hu/implantatum/>
- [3] Divinyi Tamás: Orális implantológia; Semmelweis Kiadó és Multimédia Stúdió 2007; 4. fejezet: Az implantátumok körüli kemény és lágy szövetek morfológiája, élettana 33-44. oldal
- [4] Dr. Bognár Eszter, Nagy Péter: Implantátumok: az ötlettől a termékig c. előadás, Anyagismeret a gyakorlatban tantárgy, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, 2014.05.07.
- [5] Albrektsson T, Jacobsson M.: Bone-metal interface in osseointegration. J. Prosthet. Dent. 1987; 57:597:607
- [6] MSZ EN 1641:2010: Fogászat. Orvostechnikai eszközök fogászati célra. Anyagok
- [7] Zarb, George A.; Albrektsson, Tomas; Baker, Gerald; Eckert, Steven E.; Stanford, Clark; Tarnow, Dennis P.; Wennerberg, Ann Osseointegration: On Continuing Synergies in Surgery, Prosthodontics, Biomaterials; Quintessence Pub Co; Chapter 5: Materials, Designs, and Surfaces; Pages 51-57
- [8] Dr. Bognár Eszter: Orvostechnikai célra alkalmas fémek és ötvözetek alkalmazási lehetőségei c. előadás, Anyagismeret a gyakorlatban tantárgy, Anyagtudomány és Technológia Tanszék, Budapest, 2014. 04.11.
- [9] Dr. Joób-Fancsaly Árpád: Fogászati implantátumok felületi morfológiájának vizsgálata Ph.D. értekezés, Semmelweis Egyetem Doktori Iskola, 2003
- [10] Renata Pedrolli Renz, Alexandre Cunha, Gleisse Wantowski, Eduardo Blando, Roberto Hübler: Osseointegration evaluation of treated surfaces of titanium implants applying tensile pull out test; Rev. Clín. Pesq. Odontol. 2007 set/dez;3(3):149-157
- [11] L. Le Guéhennec, A. Soueidan, P. Layrolle, Y. Amouriq: Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration; Dental Materials 23 (2007); 844-854

[12] A.V. Sergueeva, V.V. Stolyarov, R.Z. Valiev and A.K. Mukherjee: Advanced mechanical properties of pure titanium with ultrafine grained structure; Scripta Materialia 45 (2001) 747-752.

[13] G. Krállics, J. Gubicza, Z. Bezi, I. Barkai: Manufacturing of ultrafine-grained titanium by caliber rolling in the laboratory and in industry; Journal of Materials Processing Technology; Volume 214, Issue 7, July 2014, Pages 1307–1315

[14] FP7-SME-2013-1 NanoTi Development of a titanium dental implant with superior antibacterial properties

[15]

[http://www.tankonyvtar.hu/en/tartalom/tamop425/0046\\_valoszinusegszamitas\\_es\\_statisztika/ch07s07.html](http://www.tankonyvtar.hu/en/tartalom/tamop425/0046_valoszinusegszamitas_es_statisztika/ch07s07.html)

#### Ábrák

{1} 1. ábra: [http://www.pimlicodental.com/images/dental\\_implant.jpg](http://www.pimlicodental.com/images/dental_implant.jpg)

{2} 2. ábra: <http://www.thedentalimplantcenter.com/images/Implant%20Illustration%201.jpg>

{3} 3. ábra: [http://axis-biodental.ch/images/petites/biodental\\_11\\_01.png](http://axis-biodental.ch/images/petites/biodental_11_01.png)

{4} Melléklet 4. táblázat:

[www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop425/0046\\_valoszinusegszamitas\\_es\\_statisztika/images/tab\\_student.png](http://www.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop425/0046_valoszinusegszamitas_es_statisztika/images/tab_student.png)

A további ábrák és táblázatok sajátkészítésűek.