



ÓBUDAI EGYETEM
ÓBUDA UNIVERSITY

DOKTORI (PHD) ÉRTEKEZÉS

KÓNYA JÁNOS

Felületkezelési technológia fejlesztése, titánötvözet implantátum, szövetintegrációjának javítására

Témavezetők:

Hargitai Hajnalka, Dr. habil. egyetemi tanár, Széchenyi István
Egyetem

Kovács Tünde Anna, Dr. habil. egyetemi docens, Óbudai
Egyetem

Nyilvános védés teljes bizottsága:

Elnök:

Réger Mihály DSc. egyetemi tanár

Titkár:

Dr. Lukács Judit PhD, egyetemi adjunktus

Tagok:

Balázsi Csaba DSc. tud. tanácsadó

Pinke Péter PhD. egyetemi docens

Berkes Mária PhD. egyetemi tanár

Bírálok:

Dusza János DSc. MTA külső tag, professzor emeritus

Zsoldos Ibolya DSc. egyetemi tanár

Nyilvános védés időpontja

2024.

**Nyilatkozat a munka önállóságáról, irodalmi források megfelelő módon történt
idézéséről**

Alulírott, Kónya János kijelentem, hogy a „Felületkezelési technológia fejlesztése, titánötvözet implantátum, szövetintegrációjának javítására” című, doktori értekezést magam készítettem, és abban csak az irodalmi hivatkozások listáján megadott forrásokat használtam fel. Minden olyan részt, amelyet szó szerint vagy azonos tartalomban, de átfogalmazva más forrásból átvettem, egyértelműen, a forrás megadásával megjelöltem.

Budapest, 2023. 10. 19.

.....

Kónya János

ELŐSZÓ

Okleveles gépészmérnökként, aranykoszorús fogtechnikus mesterként és a Dent-Art-Technik Kft. fogtechnikai laboratórium tulajdonos ügyvezetőjeként, illetve szakmai vezetőjeként dolgozom az 1992-es cégalapítás óta. Nagyon fontosnak tartom az egész életen át tartó tanulást, ezért folyamatosan képezem magam és igyekszem követni a fogtechnika, a fogászat, valamint az ehhez kapcsolódó általános orvostechnikai eszközök innovációit, legújabb trendjeit.

A fogtechnikusi iskola elvégzését követően tanulmányaimat a Miskolci Egyetem gépészmérnöki szakán folytattam, ahol először főiskolai, alapszakos majd azt követően mesterszakos diplomát szereztem okleveles gépészmérnökként.

A tanulmányaimat úgy választottam ki, hogy az a fogtechnikai tudásomat, ismereteimet kiegészítse és ennek segítségével részt tudjak venni a fogtechnikai termékek fejlesztésében, biomechanikai gyártástechnológia és az anyagtechnológia területén egyaránt. Jelenleg a humán csontszövet és csontpótlások, a 3D porágyas fémnyomtatás technológia alkalmazása a fogászatban és ezzel párhuzamosan a 3D porágyas fémnyomtatás nyomtatási technológiával előállított fogászati anyagokat anyagtudományi szempontból kutatom, vizsgálom. Ezen témakörökben számos tudományos előadással és publikációval is rendelkezem.

Számos országos szakmai szervezet tagjaként és vezetőjeként is tevékenykedem. Jelenleg a MOFI elnökségi tanácsadó tagjaként, a Mediklaszter regionális igazgatójaként, valamint társelnökéként és a Magyar Additív Technológiai Szövetség elnökeként látok el szakmai feladatokat. A 90-es évek közepétől tartok előadásokat hazai és nemzetközi szakmai rendezvényeken és továbbképző gyakorlati kurzusokban alap-, közép-, és mester szinten egyaránt.

A 2000-es évektől folyamatosan kutatási, fejlesztési és innovációs tevékenységet folytatok. Cégünkkel több sikeres projektben vettünk, illetve veszünk részt, amelynek keretében a K+F+I tevékenységek során együttműködünk számos szakmai partnerrel (Pl. Semmelweis Egyetem, Pécsi Tudományegyetem, Óbudai Egyetem, Budapesti Műszaki

Egyetem, Széchenyi István Egyetem), ezen szakmai projektek vezető kutató-fejlesztője vagyok. Véleményem szerint az eddigi kutatásaim és a PhD kutatásom jelentős termék és szolgáltatás fejlesztést, illetve fogtechnikai és orvostechnikai innovációkat hoztak létre. Ez lehetőséget teremt a számunkra, hogy a jövőben a termékeinket a biomechanikai gyártástechnológia és az anyagtechnológia területén is fejleszthessük.

TARTALOMJEGYZÉK

| | |
|---|----|
| ELŐSZÓ..... | 4 |
| JELÖLÉS ÉS RÖVIDÍTÉS JEGYZÉK | 8 |
| BEVEZETÉS | 10 |
| 1 IRODALMI ÁTTEKINTÉS | 12 |
| 1.1 Implantátumgyártáshoz használt titán és titánötvözetek osztályozása | 12 |
| 1.2 Titán implantátum gyártási technológiák | 14 |
| 1.2.1 Öntés..... | 14 |
| 1.2.2 Húzott-hengerelt előgyártmány | 15 |
| 1.2.3 Additív gyártástechnológia: „3D porágyas fémnyomtatás” | 15 |
| 1.3 Felületkezelési technológiák bemutatása..... | 19 |
| 1.4 Felületi struktúra kialakítása mechanikai módszerekkel | 20 |
| 1.5 Fizikai felületkezelési módszerek..... | 23 |
| 1.6 Kémiai felületkezelési módszerek | 24 |
| 1.7 Vegyes/összetett módszerek titán felületkezelésére | 26 |
| 1.8 Releváns szakirodalmi eredmények | 28 |
| 1.9 A szakirodalom kritikai elemzése..... | 34 |
| 2 CÉLKITŰZÉSEK | 35 |
| 2.1 Az SLA felületkezelési technológia elemzése..... | 35 |
| 2.2 Különböző gyártási technológiák hatásának elemzése..... | 35 |
| 2.3 3D porágyas fémnyomtatás orientáció hatásának elemzése..... | 36 |
| 3 A FELÜLETSZÓRÁS SZEMCSETÍPUSAINAK HATÁSVIZSGÁLATA..... | 37 |
| 3.1 Titán felület kialakítási lehetőségek előzetes vizsgálata | 37 |
| 3.2 Előkísérlet a titán felületének szemcseszórására | 38 |
| 3.2.1 A titán próbatestek elektronmikroszkópos vizsgálata | 39 |
| 3.3 A titán próbatestek kalcium-foszfát szórásos felületkezelése | 42 |

| | | |
|-------|--|-----|
| 3.3.1 | A kalcium-foszfátos szórás SEM vizsgálata | 43 |
| 4 | 3D PORÁGYAS FÉMNYOMTATÁSSAL, ÖNTÉSSEL ÉS KÉPLÉKENY ALAKÍTÁSSAL ELŐÁLLÍTOTT MINTÁK FELÜLETI ÉRDESSÉGÉNEK ELEMZÉSE | 46 |
| 4.1 | Ti6Al4V minták előállítása | 47 |
| 4.2 | Alkalmazott felületmódosító technológiák..... | 50 |
| 4.3 | Felületi érdesség és topográfia | 51 |
| 4.3.1 | Öntött minták vizsgálata..... | 53 |
| 4.3.2 | Húzott-hengerelt minták vizsgálatai..... | 56 |
| 4.3.3 | 3D porágyas fémnyomtatással készült minták vizsgálata | 58 |
| 4.4 | Összefoglalás | 61 |
| 5 | A 3D PORÁGYAS FÉMNYOMTATÁS ORIENTÁCIÓ VIZSGÁLATA | 62 |
| 5.1 | Előkísérlet..... | 62 |
| 5.2 | Minták felületi előkészítése | 64 |
| 5.3 | Vizsgálati eredmények | 65 |
| 5.4 | Vízszintes, függőleges és döntött orientációban nyomtatott minták morfológiai összehasonlítása | 68 |
| 5.5 | Összefoglalás | 71 |
| 6 | ÖSSZEGZETT KÖVETKEZTETÉSEK | 72 |
| 7 | ÚJ TUDOMÁNYOS EREDMÉNYEK | 73 |
| 8 | AJÁNLÁSOK ÉS JÖVŐBENI TERVEK | 78 |
| 9 | IRODALOMJEGYZÉK..... | 87 |
| 10 | ÁBRAJEGYZÉK | 96 |
| 11 | TÁBLÁZAT JEGYZÉK | 100 |
| | KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS..... | 101 |

JELÖLÉS ÉS RÖVIDÍTÉS JEGYZÉK

- AIM: alternatív merítési módszer (Alternative Immersion Method)
- ALE: titán atomi rétegmarás (Atomic Layer Etching)
- AM: additív gyártástechnológia (Additive Manufacturing – AM)
- APS: atmoszférikus plazma szórás (Atmospheric Plasma Spraying)
- BIC: a csont és az implantátum közötti kapcsolat (Bone-Implant Contact)
- BMG: humán csont mátrix zselatin (Bone Matrix Gelatin)
- CAD: számítógép támogatott tervezés (Computer Aided Design)
- CPTi: kereskedelmi tisztaságú titán (Commercially Pure Titanium)
- CT: számítógépes tomográfias vizsgálat (Computed Tomography)
- CVD: kémiai gőzfázisú leválasztás (Chemical Vapor Deposition)
- DAE: kettős savmaratás (Dual Acid Etching)
- DIC: Differenciális interferencia kontraszt (Differential Interference Contrast)
- DMLS: közvetlen fém lézerszinterezés (Direct Metal Laser Sintering)
- E: savas maratás (Etching)
- EBM: elektronsugaras olvasztás (Electron Beam Melting)
- EDS: energiadiszperzív elem analízis (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)
- ELI: extra alacsony interstíciós elemtartalom (Extra Low Interstitials)
- Grade: a titán minőségi osztályba sorolásnak megnevezése
- LBM: lézersugaras olvasztás (Laser Beam Melting)
- LMF: lézeres fémfúzió (Laser Metal Fusion)
- MRI: mágneses rezonanciás képalkotás (Magnetic Resonance Imaging)
- PVD: fizikai gőzfázisú leválasztás (Physical Vapour Deposition)
- Ra: átlagos felületi érdesség (Arithmetic Average Roughness)
- Rz: átlagos érdesség mélység (Mean roughness depth)
- Sa: átlagos felületi érdesség (Arithmetical Mean Height)
- S: szemcseszórás (Sand blasting)
- SE: szemcseszórás + maratás (Sand blasting + Etching)
- SEM: pásztázó elektronmikroszkóp (Scanning Electron Microscope)
- SLA: homokszórt, szemcseszórt és savmaratott felületképzés (Sand-blasting with Large grit corundum and Acid etching)
- SLM: szelektív lézerolvasztás (Selective Laser Melting)

SLS: szelektív lézer szinterezés (Selective Laser Sintering)

STL: 3D nyomtatási fájl formátum (Standard Triangle Language)

TNT: TiO₂ nanocső (TiO₂ nanotube)

TPS: titán plazmaszórás (Titan Plasma-Spraying)

VPS: vákuum plazma szórás (Vacuum Plasma-Spraying)

BEVEZETÉS

Napjainkban az implantátumok fejlesztésére egyre nagyobb figyelem irányul a konfekcionált, összetett geometriájú (femur, tibia, ízületi kehely stb.) és körszimmetrikus (fogászati) implantátumok mellett különösen az egyéni implantátumokat tekintve. Az implantátumok gyártását illetően a hagyományos technológiák (öntészet, forgácsolás) mellett a 3D porágyas fémnyomtatás is egyre nagyobb szerephez jut. Az implantátum emberi szervezetbe történő beépülése, szövetintegrációja, jelentősen függ az implantátum alapanyagától, megmunkálásától és a felület minőségétől.

Az egyénre szabott implantátumok gyártása titán, titánötvözet alapanyagból többféle módon megvalósítható: A hagyományos öntészet, egyedi viaszveszejtési precíziós eljárás alkalmazásával, illetve húzott hengerelt, kovácsolt előgyártmányból szubsztraktív módon marva, esztergálva, valamint porágyalapú lézer vagy elektronsugaras olvasztás (SLS, SLM, LMF és EBM).

A kutatásom első részében különböző technológiákkal titán alapanyagból próbatesteket gyártottam és ezeket különböző módon felületkezelttem. A próbatesteken a felületi morfológiát vizsgáltam kvalitatív és kvantitatív módszerekkel, hogy összehasonlítsam a tudományos publikációkban széleskörűen megfogalmazott csontintegrációhoz szükséges felületi érdesség értékekkel.

A kutatásom második részében porágyalapú lézersugaras olvasztás (LMF) gyártástechnológiával létrehozott építési orientációban különböző, de azonos felületkezelésnek alávetett próbatesteket vizsgáltam. A kísérletek során arra kerestem a választ, hogy a nyomtatási orientáció miként befolyásolja a felületképzést és a kialakult morfológiát, valamint, hogy ez a kialakult felületi érdesség megfelel-e a szakirodalomban leírt csontintegrációhoz szükséges értékeknek.

Elsősorban a fogászati alkalmazásokra egyénre tervezett és gyártott epiperiostealis (csonthártya alatti) implantátumok fejlesztése volt az első lépés, azonban napjainkban a virtuális tervezésnek, illetve a 3D porágyas fémnyomtatásnak köszönhetően egyéb arc és állcsont sebészetben, ortopédiában és traumatológiában használatos egyéni implantátumokat fejlesztenek és gyártanak. A fogászatban ezek az implantátumok az úgynevezett kortikális (csontfelszín külső és a csonthártya közötti) megtámasztású subperiostealis implantátumot jelentik. Amelyek lehetővé teszik a szükséges

csontalappal nem rendelkező páciensek számára az implantációt így a rágóképesség teljes helyreállítása rögzített pótlással lehetséges. Tapasztalataink szerint jelentősebb foghiánnyal rendelkező páciensek több mint 65 %-ának nem áll rendelkezésre elegendő csontvolumen a hagyományos körszimmetrikus implantációhoz. Azonban csonthiány nem csak a fogászatban alakulhat ki, hanem számos más egészségügyi területen is, amelyeknek különböző okai lehetnek, mint például a balesetből vagy az oszteoporózis csontreszorpcióból (csontállomány leépülése) vagy egyéb más, pl. daganatos betegségből származó csontvesztés. Ezekre nyújtanak megoldást az általunk tervezett és LMF technológiával gyártott titán epiperiostealis implantátumok.

A fogtechnikai szakmában eltöltött több mint 30 évem, illetve a fent említett egyéni implantátum fejlesztés adta az alapötletet a doktori kutatási témájára. Kutatásom során a célom az egyéni implantátumokhoz felületkezelési technológia fejlesztése, 3D porágyas fémnyomtatással gyártott titánötvözet implantátum szövet-integrációjának javítása volt.

1 IRODALMI ÁTTEKINTÉS

1.1 Implantátumgyártáshoz használt titán és titánötvözetek osztályozása

Az egyik leggyakoribb fogászati titán implantátum alapanyag a kereskedelmi tisztaságú titán (CPTi – Commercially Pure Titanium). Ezt a csoportot az alábbi négy fokozatra lehet bontani a titán tisztasága szerint, azaz az alapján, hogy mennyi oxigént, szenet, vasat tartalmaz szennyezőként: Grade 1, Grade 2, Grade 3, Grade 4. A leggyakrabban ezek közül a Grade 4 fokozatot használják, mivel jobb szilárdsági értékekkel bír, mint a többi fokozat.

A titánt gyakran ötvözik egyéb elemekkel, hogy valamilyen kémiai vagy mechanikai tulajdonságát javítsák. Az implantátumok területén legtöbbször használt ötvözet a Ti6Al4V ötvözet, amit Grade 5 fokozatként említ a szakirodalom. A Ti6Al4V ötvözetnek nagyobb a folyáshatára és jobb kifáradási tulajdonságai vannak, mint a kereskedelmi tisztaságú titánoknak [1, 2].

Marenzi és társai publikációjukban összehasonlították a Grade 4 fokozatú kereskedelemben kapható tiszta titán és a Grade 5 fokozatú (Ti6Al4V) titánötvözet összetételét és mechanikai tulajdonságait (1.1. és 1.2 táblázat) [3].

1.1. táblázat

A kereskedelemben kapható tiszta titán (CpTi) és a Ti6Al4V kémiai összetétele [3]

| Kémiai összetétel tömeg % | Fe | V | Al | O | C | N | H | Egyéb | Ti |
|-------------------------------------|-------------|---------------|---------------|-------------|-------------|-------------|---------------|-------------|---------|
| CpTi - Grade 4 | max 0,4 | 0,0 | 0,0 | max 0,18 | max 0,1 | max 0,05 | max 0,015 | max 0,30 | Balance |
| Ti6Al4V Grade 5, Grade 23 ELI | max 0,25 | 3,50- 4,50 | 5,50- 6,75 | max 0,20 | max 0,08 | max 0,03 | max 0,0125 | max 0,30 | Balance |

A kémiai összetétel (1.1 táblázat) összehasonlításánál megfigyelhető, hogy a szennyezők, mint az oxigén, a nitrogén és a hidrogén azonos mennyiségben vannak jelen, mint a Grade 4 fokozatnál, egyedül a széntartalom növekedése figyelhető meg Ti6Al4V ötvözet esetén.

A Grade 5 fokozatú Ti6Al4V neve azt mutatja, hogy az alumínium tartalom középértéke 6%, míg vanádium tartalom középértéke 4%.

A Grade 5 fokozatú titán nagyobb szakítószilárdsággal és folyáshatárral bír a Grade 4 fokozatú kereskedelmi tisztaságú titánhoz képest (1.2 táblázat). A rugalmassági modulus kismértékű növekedése is megfigyelhető (1.2. táblázat). A szakadási nyúlása viszont kisebb, mint a Grade 4 fokozat esetén, ami a megmunkálhatóságra van hatással.

1.2. táblázat

A kereskedelemben kapható tiszta titán (CpTi) és a Ti6Al4V mechanikai tulajdonságai [3]

| Mechanikai tulajdonság | Szakítószilárdság [MPa] | Folyáshatár [MPa] | Rugalmassági modulus [GPa] | Szakadási nyúlás [%] |
|------------------------------------|-------------------------|-------------------|----------------------------|----------------------|
| CpTi -Grade 4 | 660 | 590 | 105 | 20 |
| Ti6Al4V Grade 5, Grade 23ELI | 950 | 880 | 113,8 | 14 |

A Grade 5 fokozat egy kétfázisú $\alpha + \beta$ titánötvözet. Az alumínium stabilizálja az α -fázist, míg a vanádium stabilizálja a β -fázist. A Grade 23 fokozat szintén $\alpha + \beta$ fázisokból álló titánötvözet. Grade 23 fokozat a Grade 5 fokozatból készíthető mikroötvözéssel. Szokás a Grade 23 fokozatot Grade 5 ELI (Extra Low Interstitials – extra alacsony intersticiós elemeket tartalmazó) fokozatnak is hívni. Ez a fokozat kisebb mértékben engedi meg a szennyező anyagok jelenlétét, mint a Grade 5 fokozat. A vastartalma $\leq 0,25\%$ (szemben a $0,4\%$ -al), széntartalma $\leq 0,08\%$ (szemben a $\leq 0,1\%$ -al), hidrogén tartalma $\leq 0,0125\%$ (szemben a $\leq 0,015\%$ -al) (1.1. táblázat). Nagy tisztasága, kis szennyező tartalma miatt elterjedten használják implantátumok anyagaként. Szakítószilárdsága 860 MPa, folyáshatára 760 MPa, szakadási nyúlása 15%. Ezek a mechanikai tulajdonságok megfelelően nagy teherviselő képességű, de viszonylag könnyen megmunkálható implantátum alapanyagot jelentenek [4, 5].

1.2 Titán implantátum gyártási technológiák

A titán, mint alapanyag az implantátum gyártásban a 1960-as évektől kísérleti alkalmazásba került [6-8]. Ekkor még a nagy tisztaságú titánt használták implantációs célra a fogászatban. Az alapanyag húzott-hengerelt gyártástechnológiával készült. A titán beültetéséből stabilitásából, szövet közömbösségéből származó tapasztalatok alapján más orvostechnikai beültetésre kerülő eszközöket is kezdtek gyártani belőle (pl. ortopédiai csavarokat, rögzítő lemezeket). Ezeknek a szerkezeteknek a geometriai bonyolultsága indokoltta azt, hogy a precíziós öntési eljárást alkalmazzák gyártástechnológiaként, mert az egyre komplexebb és bonyolultabb implantátumok nem, vagy csak nagyon nehezen voltak megmunkálhatók a hagyományos forgácsolással. Napjainkban a porágyas fémolvasztásos 3D porágyas fémnyomtatás lehetősége és a titánötvözeteinek alkalmazása új lehetőségeket nyitott meg az összetett geometriájú implantátumok esetében. Ebben a fejezetben a titán három különböző gyártástechnológiáját mutatom be, amiket a mai napig is alkalmaznak az egészségiparban, illetve a gyógyászati segédeszközök gyártásában.

1.2.1 Öntés

A titán öntése bonyolult technológia, mivel a titán olvadáspontja magas, $1668 \pm 10^\circ\text{C}$ és ezen a hőmérsékleten, olvadt állapotban a titán rendkívül reakcióképes a légköri gázokkal, illetve a beágyazó anyagokkal. A formázó kerámia beágyazó anyagok célja és feladata a peremfelületeken létrejövő reakciók elkerülése. A titán hevítését és öntését vákuumban kell végezni, ennek hiányában elridegül, csökken a szilárdsága és szennyeződik. A titánnak 882°C -nál allotróp átalakulása van: a kezdeti hexagonális sűrű térkitöltésű α -fázisból térben középpontos köbös β -fázis keletkezik. Az α -fázis és β -fázis arányát ötvözőelemek hozzáadásával és a hűtés sebességének változtatásával lehet szabályozni. Minél lassabb a hűtés sebessége, annál nagyobb arányban keletkeznek β -fázisok. Az ötvözők hozzáadása módosítja az allotróp átalakulás hőmérsékletét. Titán-alumínium ötvözetek közül a leggyakoribb ötvözet a Ti6Al4V, azaz a Grade 5 fokozat, melynek allotróp átalakulási hőmérséklete 975°C . A titán öntésekor nagy az esélye a gázzárványok kialakulásának. Öntéskor a titán jól folyik, nagy az áramlási sebessége. Ez a két tényező befolyásolja a kerámia öntőforma kopását, aminek következményeként a lekoptatott szemcsék belekerülhetnek az öntvénybe. A titánt jellemzően

elektro-ívfényes vagy plazmasugaras olvasztógéppel argon védőgázos atmoszférában olvasztják meg és vákuumos öntőgéppel, argongázos túlnyomással öntik [4].

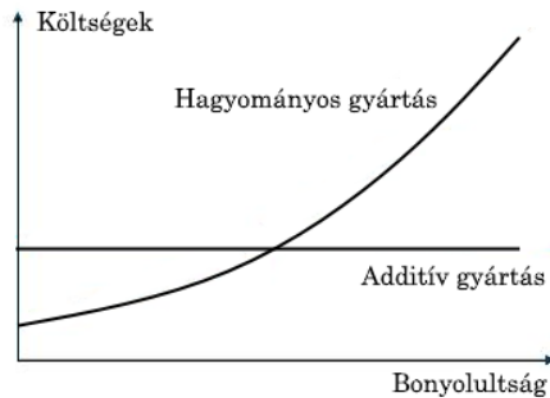
1.2.2 Húzott-hengerelt előgyártmány

Körszimmetrikus implantátumok gyártásához húzott, illetve hengerelt (húzott-hengerelt) rudakat használnak előgyártmányként. Titán rúdanyagok esetében a húzott-hengerelt kivitel technológiai lépései megegyeznek a hagyományos acél húzott-hengerelt rudak gyártástechnológiájával. A titán öntése után – mely lehet folyamatos, vagy bugaöntés – egy hengerson keresztül meleghengerlés során az öntött tuskóból vagy a folyamatosan öntött szálból, az úgynevezett pászmából a hengerson kör keresztmetszetű rudak készülnek, melyek megközelítik a végleges méretet. Jellemzően a rúdanyagokat folyamatos öntéssel készítik, mivel ez a gyártási eljárás sokkal gazdaságosabb. A hengerlési folyamat első fázisa mindig meleghengerlés, ezt követően lehet folytatni meleghengerléssel, vagy hideghengerléssel. A végső átmérőt húzással érik el, mivel ez sokkal jobban szabályozható folyamat, mint a hengerlés. Kisebb átmérőjű rudak esetében megoldható a rúd alakítása csak húzással is (főként huzaloknál). Ez esetben szükséges egy újrakristályosító hőkezelő eljárást beiktatni a folyamatba, mivel a hidegalakítás felkeményedést és ridegedést okoz [9, 10].

1.2.3 Additív gyártástechnológia: „3D porágyas fémnyomtatás”

Egyre nagyobb mértékben használják implantátumok gyártására a 3D porágyas fémnyomtatásnak nevezett additív gyártótechnológiát (Additive Manufacturing – AM). Ez egy rétegről rétegre történő építést jelent, melynek első lépésében a gyártandó darab 3D modelljét CAD (Computer Aided Design – számítógép támogatott tervezés) szoftverben megtervezik, majd ezt a modellt „szeletelik”, azaz adott távolságonként metszetet készítenek belőle, majd ezeket egymásra helyezik.

Az additív eljárások előnye az, hogy nem egy előgyártmányból anyageltávolítással készülnek el a darabok, hanem a rétegek egymásra építésével készül a végleges darab, ráhagyás nélkül. Ebből kifolyólag az additív technológiák gyártási költségeire a termék bonyolultsága kevésbé van hatással, mint hagyományos gyártási eljárások esetében, ahogy látható a 1.1. ábrán.



1.1. ábra

Hagyományos és additív gyártás költsége a bonyolultság függvényében [11]

Az adatok továbbítása a CAD szoftverből a szeletelő szoftver számára STL formátumban történik. Az STL egy olyan adatforma, amely háromszögekkel írja le a geometria formai felületét. A fájl minden háromszög csúcspontjainak koordinátáit (x, y, z) eltárolja. Továbbá minden háromszög normálvektora meghatározandó, amelyek mindig kifelé mutatnak, ez alapján határozza meg a szoftver a nyomtatandó keresztmetszeteket [11].

Bár a 3D porágyas fémnyomtatás és a fémporágyas lézeres olvasztó technológiája még csak pár évtizedes múltra tekint vissza, igen sokféle változata elterjedt és sok szempont szerint lehet ezeket a technológiákat csoportosítani. Megkülönböztetünk fém- és műanyagok feldolgozására alkalmas eljárásokat, de műszaki területeken használnak még papír-, beton-, kerámia nyomtató eljárásokat is. Tovább csoportosíthatóak az eljárások többek között az alapanyag bevitel módja, az alapanyag állaga vagy az energiabevitel módja szerint [12, 13].

A fém additívtechnológiák két fő kategóriába sorolhatók: lézer- és elektronsugaras bemeneti rendszerűekre. A két technológia a szelektív lézerolvasztás (SLM – Selective Laser Melting) és az elektronsugaras olvasztás (EBM – Electron Beam Melting). Az SLM folyamatait lézersugaras olvasztásnak (LBM – Laser Beam Melting), közvetlen fémlézeres szinterezésnek (DMLS – Direct Metal Laser Sintering), LaserCUSING-nek vagy lézeres fémfúzióknak (LMF – Laser Metal Fusion) is nevezik. Az SLM technológiával előállított implantátum felületi érdessége (átlagos felületi érdesség - Ra: 5-20 μm) kisebb, azaz a felület „simább”, mint az EBM technológiával előállított felületé (Ra: 20-50 μm) a kisebb lézerfolt mérete és vékonyabb rétegvastagsága, (30-50 μm a 50-70 μm -el szemben) illetve a kisebb por szemcseméret (átlagos átmérő 30-50 μm a 60-80 μm -el szemben) és az alacsonyabb energiabevitel miatt [12].

A nyomtatási folyamat ciklikus jellegű. Első lépésben a gép elteríti az alapanyagot, ami jellemzően finomszemcsés fémpor. Egy réteg vastagsága készüléktől és beállítástól függően 10-50 μm . A por egyenletes elterítése után a koncentrált elektron vagy lézersugár végigpásztázza a megolvasztandó felületet. Ha elkészült egy réteg, akkor a tálca lesüllyed egy rétegmagassággal, majd ismét a por terítése következik. A meg nem olvasztott por kitöltő szereppel bír. A nyomtatás végeztével ismét felhasználhatóvá válik tisztítás után [11].

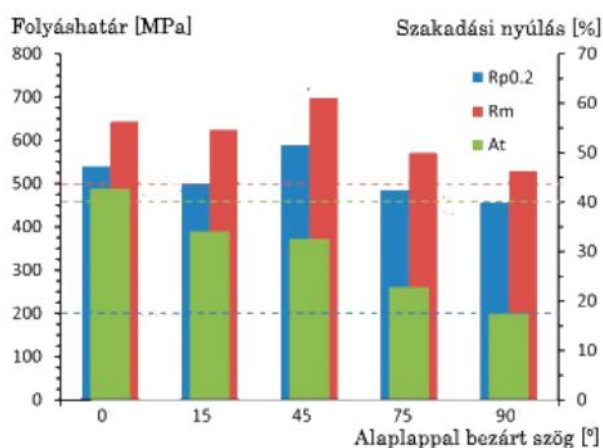
A darabok tulajdonságait befolyásoló paraméterek

A 3D porágyas fémnyomtatott darabok tulajdonságait jellemzően az alábbi paraméterek befolyásolják [13]:

- por alapanyag típusa,
- lézerteljesítmény,
- rétegvastagság,
- pásztázási sebesség,
- védőgáz összetétele,
- munkatér hőmérséklete,
- közegáramlás,
- építési orientáció.

A rosszul megválasztott beállítások gáz zárványokat, repedéseket, inhomogén szövetszerkezetet, illetve részben vagy meg nem olvadt porszemcséket okozhatnak. A nyomtatás során belső feszültségek keletkezhetnek, mivel a lézer- vagy elektronsugár a fémporral nagyon rövid időre találkozik, ám ez kis helyen koncentrálódik [11].

Hitzler és társai azt vizsgálták, hogyan hat az acél próbatestek asztallal bezárt szöge a mechanikai tulajdonságokra [12]. A kísérlet során 1.4404 acél anyagú próbatesteket nyomtattak vízszintesen, 15°, 45°, 75°-os bezárt szöggel, illetve függőlegesen, majd ezeknek vizsgálták a folyáshatárát [MPa] és szakadási nyúlását [%] (1.2. ábra). Az ábrán jól kivehető, hogy a legnagyobb folyáshatár és szakítószilárdság értékeket 45°-os asztallal bezárt szög esetén kapták [12]. Ehhez kapcsolódó saját kutatási eredményeim az ismertetett eredményekkel harmóniában állnak [14, 15].



1.2. ábra

Nyomatási orientáció hatása a szakítószilárdságra [12]

Felületi minőség

A nyomtatott termékek felületi minősége nem közelíti meg egy átlagos forgácsolással előállított munkadarabét. Mivel a termék egységnyi vastagságú szeletekből épül fel, a külső felületen lépcsők keletkezhetnek. Ezek nagysága függ a rétegvastagságtól és a felületnek az építés irányával bezárt szögétől. A felületi érdesség nem egyenletes, mivel a csak részben átolvasztott szemcsék megtapadhatnak a falon [11].

3D porógyas fémnyomatás szerepe implantátumok gyártásánál

B. Higgins és S. Tredinnick tanulmányukban bemutatták, hogy Új-Zélandon már régóta sikeresen alkalmazzák a 3D technológiákkal gyártott implantátumokat [16]. A folyamat kezdő lépése egy számítógépes tomográfias vizsgálat (CT) vagy mágneses rezonanciás képalkotás (MRI), majd ebből számítógépes CAD szoftverek segítségével létre tudják hozni a 3D implantátum modelljét, amit a 3D nyomtató le tud gyártani. B. Higgins és S. Tredinnick összegyűjtötték a 3D porógyas fémnyomatott implantátumok használatának előnyeit is [16].

- Illeszkedik a páciens anatómiájához,
- Csökkenti az egészséges szövetek reszekcióját,
- Porózus felépítmények használatával elő lehet segíteni a csontnövekedést és csökkenteni lehet az implantátum merevségét,

- Növeli a csont-implantátum közötti kapcsolat erősségét az oszeintegráció javítása által,
- Elosztja a rágóterhelést a csontfelszínen

A terhelésselnyelést a szerzők a Wolff-törvénnyel magyarázzák: a csont a terhelésre kétféleképpen tud reagálni, ha csökken a terhelés, akkor a csont felszívódik, ha pedig nő a terhelés, arra több csontszövet növekedésével reagál. Amikor egy merev implantátum veszi át a terhelés nagy részét, akkor a csontszövet kevésbé terhelődik és felszívódik [16].

Ezt a problémát küszöbölik ki a 3D porágyas fémnyomtatás által nyújtott lehetőségek. A 3D porágyas fémnyomtatással lehetőség nyílt arra, hogy pontosan olyan alakú, akár változó sűrűségű implantátumokat gyártsunk, amilyenre a páciensnek éppen szüksége van. Lehetőség van az implantátum egy részén vagy egészén porózus részeket kialakítani, így megközelíthető a páciens csontjának sűrűsége és rugalmassági modulusa. A helyesen kialakított implantátum segítségével megszüntethető a csontreszopció veszélye [16].

1.3 Felületkezelési technológiák bemutatása

Az implantátum felületeinek kémiai tulajdonsága és érdekessége nagy szerepet játszik a beültetés követő biológiai eseményekben. Ennek ellenére a felületeket gyakran empirikus megközelítéssel, in vitro és in vivo tesztekkel fejlesztik [1, 2].

A felületi érdekességet három csoportra lehet osztani: makro-, mikro-, és nanoérdességre. Az implantátumgyártásban a felületkezelések célja az, hogy a termék felületi topográfiáját olyan irányba módosítsa, hogy a szövetek és az implantátum között minél jobb kapcsolat jöjjön létre és minél tartósabb legyen az implantátum beágyazódása.

Makro érdesség

A makro érdesség osztályába tartozik a felületi egyenetlenség pár mikrométertől a milliméteres nagyságig terjedő mérettartománya. Makro érdesség tartományába sorolandó az implantátum geometriája, a csavarmenetek, makropórusok. A megfelelő makro érdesség segítheti az implantátum beépülések stabilitását és hosszú távú rögzülését [1, 2, 17].

Habár alapvetően a minél nagyobb felületi érdesség segíti a csontosodás folyamatát, a túl nagy felületi érdesség fő kockázata azonban a periimplantitis (az implantátum körüli szövetek gyulladása), valamint az fémion kioldódás növekedése lehet. A mérsékelt 1-2 μm nagyságú felületi érdesség korlátozhatja ezt a két jelenséget [1, 2].

Mikro érdesség

A mikro érdességi osztályba az 1-10 μm nagyságú felületi egyenetlenségek tartoznak. A mikro érdesség nagy szerepet játszik a csontszövet megfelelő növekedése és az implantátum határfelületével való összekapcsolódásában [17-19].

Az ideális felületet körülbelül 1,5 μm mély és 4 μm átmérőjű félgömb alakú gödrök borítják [20-22]. Számos tanulmány kimutatta, hogy a felületi érdesség ebben a tartományban erősebb csont-implantátum kapcsolatot eredményezett, és nagyobb ellenállást eredményezett csavaró terheléssel megvalósított eltávolítással szemben, mint más típusú felületi topográfia [5, 23].

Nano érdesség

A nano érdesség osztályába az 1 mikrométer nagyság alatti felületi egyenetlenségek tartoznak. A fogászati implantátumok esetében széles körben alkalmazzák a nanoszintű felületi topográfiai módosításokat, mivel vélhetően a nano érdesség elősegíti a fehérjék felszívódását és az oszteoblasztok megtapadását, ezzel segítve a csontképződést [1, 2, 17].

A felületen kialakult titán-oxid nanocsövek 15-100 nm közötti tartományban vannak, és anodizálással formálhatók. A nanocsövek ígéretes módszernek tűnnek az implantációs fogászat jövője szempontjából, köszönhetően az olcsó, rugalmas gyártásnak [17].

1.4 Felületi struktúra kialakítása mechanikai módszerekkel

Marás és esztergálás

A legelső modern implantátumok marással és esztergálással készültek. Bár a felületük viszonylag simának tűnhet, mikroszkóp alatt megvizsgálva barázdákat figyelhetünk meg, ami

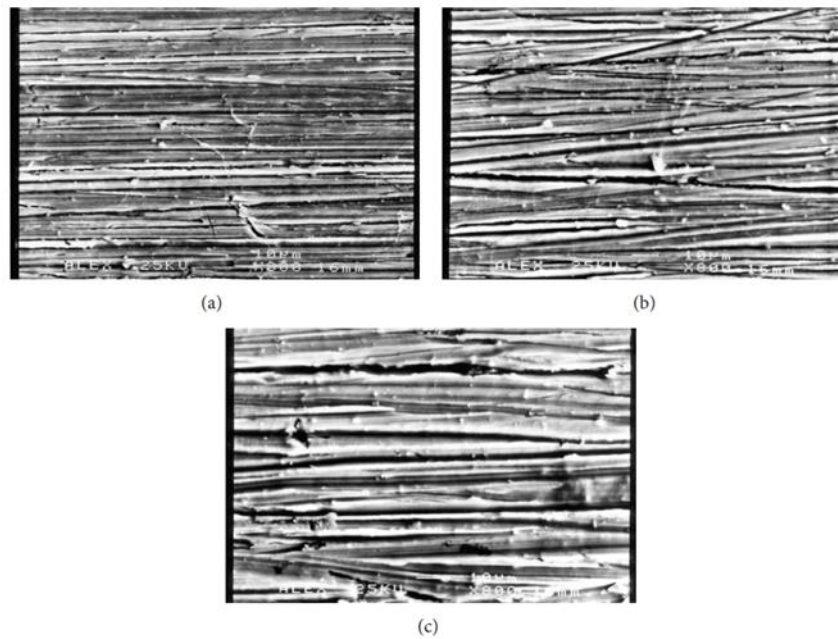
a gyártástechnológiából adódik. Hátránya, hogy ezek a hibák megnehezítik a csontszövet megtapadását a felületen és késleltetik a csontképződés folyamatát [17].

Nagy Péter és társai egy tanulmányban szintén megerősítették, hogy az esztergálás közben a próbatestek és implantátumok felületén sorja és felületi egyenetlenségek képződnek [24]. Pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM – Scanning Electron Microscope) megvizsgálva megállapították, hogy az esztergált felületeken 10-15 μm szélességű barázdák jöttek létre. Az esztergálás nyomait (sorják, barázdák) 30%-os HCL (hidrogén-klorid) maratópácban, 60°C-on, 60 percig tartó savas kezeléssel tüntették el [24].

Esztergálást alkalmaznak gyakran az egyéb technológiákkal készült implantátumok befejező műveleteként is, mivel a kapcsolat gyakran menetekben keresztül valósul meg az implantátum és a felépítménye között, vagy a többrészes implantátum részei között.

Polírozás

A polírozás az implantátumok esetében kettős szerepű: egyrészt esztétikai, másrészt a polírozás fontos előkészítő művelet a további felületmódosításokhoz. Az előkezelési folyamat kulcsfontosságú, mivel tiszta felületet biztosít azáltal, hogy kiküszöböli a nem kívánt hibákat, például a karcolásokat és az egyenetlenségeket. Az 1.3. ábrán jól megfigyelhetők a felületen lévő karcok és egyenetlenségek, mind a 180, a 600, de még az 1200 szemcseméretű csiszolópapírral történő csiszolást követő szövetkorongos, pasztás polírozás után is. A polírozott felület érdessége 0,1 μm - 3 μm között terjed, amely a polírozás paramétereitől függ [25, 26].



1.3. ábra

A Ti-ötvözet tipikus morfológiái SiC csiszolópapírral csiszolva (a) 1200 szemcseméretű, (b) 600 szemcseméretű és (c) 180 szemcseméretű [25]

Homokszórás és szemcseszórás

Homokszórás és szemcseszórás során kemény kerámia részecskéket sűrített levegő segítségével egy fúvókán keresztül szórnak a kezelendő felületre. A szemcsemérettől függően különböző felületi érdességek állíthatók elő. A szóróanyagoknak kémiaiailag stabilnak, biológiailag kompatibilisnek kell lennie, és nem akadályozhatja az implantátumok csontintegrációját. A leggyakrabban alkalmazott kerámia szemcsék az alumínium-oxid (Al_2O_3), a titán-dioxid (TiO_2) és a kalcium-foszfát ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)$). A szóróanyag gyakran beágyazódik az implantátum felületébe, és az ultrahangos tisztítás, savas passziválás és sterilizálás után is maradványként ott maradhat. Az alumínium-oxid savban oldhatatlan, ezért nehezen eltávolítható a titán felületéről. A kalcium-foszfátok, mint hidroxipatit (HA), a béta-trikalcium-foszfát és ezek keverékei biokompatibilisek, oszeokonduktívak és képesek felszívódni. Ezeknek a felszívódó anyagoknak a használata szóróanyagként tiszta, textúrált, letisztult felületet eredményeznek [1, 2].

Titán-dioxid szemcsékből jellemzően 0,25-0,50 μm méretű részecskéket használnak szemcseszórásra, ami durva felületet eredményez (1-2 μm). A szemcseszórással érdesített

implantátumfelületek esetén a klinikai eredmények kiszámíthatóbbak, mint a megmunkált felületű implantátumok esetében [1, 2, 17].

1.5 Fizikai felületkezelési módszerek

PVD bevonatképzés

A PVD (Physical Vapour Deposition - fizikai gőzfázisú leválasztás) eljárások segítségével szinte bármilyen anyagú hordozóanyagra felvihetünk fém, ötvözet vagy vegyület bevonatot, a kemény gyémántoktól egészen a szilárd vagy lágy halmazállapotú kenőanyagokig. Az eljárás előnye, hogy alacsony (50-500 °C) hőmérsékleten megy végbe, így nem változtatja meg a hordozóanyag szövetszerkezetét és tulajdonságait [27, 28].

A legegyszerűbb PVD eljárás a párologtatás, mely során a bevonóanyagról leváló atomok a hőenergiából mozgási energiát nyernek. Ezt az energiát az alacsony hőmérsékletű hordozóanyaghoz ütközve elveszítik, így alig keverednek a felület atomjaival, gyenge tapadás alakul ki. A folyamat általában vákuumban ($\sim 10^{-3}$ Pa) játszódik le. Ezzel az eljárással nehéz egyenletes bevonatot létrehozni, többnyire fémfilmek felrakására alkalmazzák [27, 28].

Katódporlasztás során a bevonat atomjainak mozgási energiáját nehéz gázionok biztosítják. A folyamat során alacsony nyomású argon gázban hideg plazmából nyert ionokat ütköztetnek a negatív előfeszültségű szilárd anóddal, ami a forrásanyagról atomokat választ le és a hordozóanyagnak ütközteti. Az így leváló atomok energiája nagyobb, mint a párologtatás termikus energiája, így egyenletes, erősebben tapadó bevonat lesz a végeredmény. Egyenáram használata esetén csak elektromosan vezető anyagokat lehet bevonatolni, ellenben váltóáram használata esetén nem szükséges a hordozónak elektromosan vezetőnek lennie [27, 28].

A leggyakoribb PVD eljárás az ionos bevonatolás. A bevonat anyagának atomjait plazmába gőzölik, melyek egy része pozitív ionizált állapotba kerül és a negatív feszültségű hordozó felé kezd mozogni. A többi atom ütközik a plazma gázának atomjaival és szintén a hordozó felületének ütközik. Ez az eljárás a hordozóanyag felületén létrejövő keveredés és az atomok nagy energiája miatt jól tapadó bevonatot képez. Többek között ionos bevonatolást alkalmaznak titán-nitrid bevonatok készítéséhez is. A $\sim 400^\circ\text{C}$ -os munkadarabot körülvevő plazmába titán fém gőzét párologtatják, ami a hordozó felületen rakódik le, létrehozva a titán-nitrid bevonatot [27, 28].

Titán Plazmaszórás (TPS – Titan Plasma-Spaying)

A plazmaszórás, mint biztonságos és megbízható bevonási technológiát több évtizede alkalmazzák az implantátum felületek érdesítésére. A plazmapermetező berendezés egyenáramú elektromos áramforrásból, gázáramlás-szabályozásból, vízhűtő rendszerből és poradagolóból áll. A plazma szórásos technológia egy fizikai módszer, melynek során egyenáramú íves plazmapisztollyal megolvadt bevonóanyagot szórnak a Ti szubsztrátum felületére, melyek ott lecsapódnak, összeolvadnak és 30-50 µm vastag bevonatot készítenek. A bevonat átlagos érdessége ~ 7 µm, ami növeli az implantátum felületét is [1, 2, 25, 26, 29].

Az alkalmazott plazmaszóró technikák lehetnek vákuum plazma szórás (VPS) és atmoszférikus plazma szórás (APS) [5].

Általánosságban elmondható, hogy a TPS felületi szerkezete nagyon érdes (makro érdesség 240 µm, mikroérdesség kb. 40 µm), mivel a felületet megszilárdult Ti cseppecskék egymást átfedő részei alkotják, és üregek, rések, hasadékok és ívelt területek vannak jelen, amik porózus megjelenést eredményeznek [1, 2]. Ez a speciális topográfia lehetővé teszi a csont benövését az implantátum felületébe, valamint közvetlen szerkezeti és funkcionális kapcsolatot teremt az élő csont és a teherhordó implantátum felülete között [12].

1.6 Kémiai felületkezelési módszerek

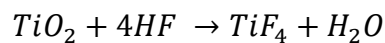
Savmaratás

Az implantátumok savmaratását erős savakkal szokták végezni. A leggyakrabban használt savak az alábbiak: hidrogén-fluorid (HF), salétromsav (HNO₃), sósav (HCl), kénsav (H₂SO₄). A savmaratás eltávolítja a titán felületén képződő oxidréteget, majd megmarja az alatta lévő anyagot. Nagyobb anyageltávolítást úgy érhetünk el, hogyha növeljük a sav koncentrációját, a hőmérsékletet vagy a savmaratás idejét. A savmaratással kezelt felületeken egyenletes érdesség figyelhető meg (kráterek, pittingek képződése nem jellemző). A kezelt alkatrészek felülete megnő, így fokozva a bioadhéziót [17]. A savas maratással kezelt titán implantátumok felületén 0,5-2 µm átmérőjű mikrogödrök figyelhetőek meg [1, 2, 30]. Juodzbals és társai szintén megfigyeltek savas maratás során mikrogödröket, de eltérő méretben: 1-3 µm átmérőjű mikrogödröket és 6-10 µm nagyságú nagyobb gödröket találtak [31].

A kémiai kezelések ronthatják a titán mechanikai tulajdonságait. Például a savmaratással a titánban hidrogén-ridegség jöhet létre, és mikrorepedések keletkezhetnek a felületén, ami csökkentheti az implantátumok kifáradással szembeni ellenálló képességét. A titánnak ez a hidrogénes ridegsége egy rideg hibrid fázis kialakulásával függ össze, ami a titán rugalmasságának csökkenéséhez vezet. Ez a jelenség a fogászati implantátumokban előforduló törési mechanizmusokkal hozható kapcsolatba [1, 2].

Lee és munkatársai vizsgálták a titán atomi rétegmaradásának (Atomic Layer Etching – ALE) lehetőségeit. Kutatásukban megállapították, hogy a titán felületén képződő TiO_2 réteg diffúziós gátat képez, amely korlátozza a további oxidációs reakciókat. A TiO_2 réteggel fluor tartalmú reagensek, mint a HF képesek reagálni és illékony titán-tetrafluorid (TiF_4) reakcióterméket képeznek. Megállapították azt is, hogy ez a reakció szobahőmérsékleten termokémiailag kedvező [30].

A reakció egyenlete az alábbi:



A maratási idő letelte után a felületet ioncserélt vízzel öblítik, ezt etanolban ultrahangos mosás követi, majd levegőn szárítják [30].

Kettős savmaratás (DAE – Dual Acid Etching)

A savas maratáshoz hasonlóan a DAE is savakkal kezeli a felületet, akár egymás után, akár a kettő vagy több különböző sav kombinációjával. Gyors csontintegráció érhető el kettős savmaratással a mikro érdes felületen keresztül. A kettős savas maratással létrejövő felületek érdessége $0,44 \mu m$ és $3,51 \mu m$ között van [25, 26]. Általánosságban elmondható, hogy a DAE a savak nagyobb összetettsége, mennyisége és koncentrációja miatt jobb, mint egy egyszeres savmaratás. A fogászati implantátumok esetében a savas maratás hatása a sav koncentrációján és típusán, valamint a kezelés hőmérsékletén és idején alapul. A savkoncentráció növekedésével a felületi érdesség általában nő [25, 26, 32].

CVD bevonatképzés

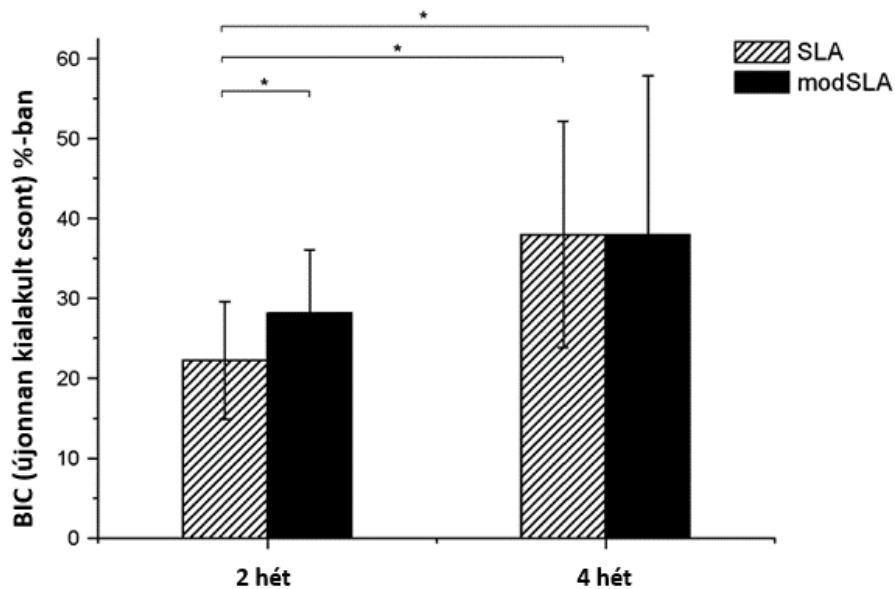
A CVD (Chemical Vapor Deposition - kémiai gőzfázisú leválasztás) olyan folyamat, amelyben a gőzfázisban lévő vegyi anyagok és a minta felülete között kémiai reakciók lépnek fel, és ennek eredményeként nem illékony vegyület rakódik le a hordozó felületen. A gőzfázisú leválasztási folyamatok általában magas hőmérsékleten (600-1100°C), vákuumkamrában zajlanak. A CVD bevonatok egyenletes vastagságúak, jól tapadnak és kis porozitásúak. Ezzel a módszerrel 30 nm alatti szemcseméretű vastag kristályos TiO₂ filmek, valamint 10 nm alatti TiO₂ nanorészecskék nyerhetők. Az ezzel a technikával létrehozott felületek elősegítik a csontszövet képző oszteoblasztok adhézióját, miközben minimalizálják a fibroblasztok adhézióját [27, 30].

1.7 Vegyes/összetett módszerek titán felületkezelésére

SLA (szemcseszórt és savmaratott) felületképzés

Az SLA-t felületi erózió indukálására használják erős sav felvitelével a szórt felületre. Ez a kezelés kombinálja a szemcseszórást nagyszemcsés homokszemcsékkel és a savas maratással egymás után a makro érdesség és a mikrogödrök elérése érdekében, hogy növeljék a felületi érdességet és a csontintegráció mértékét. Az SLA felületi morfológiája jellemzően homokfűvás után érdessé és szabálytalanná válik, de a savas maratási kezelés után a felület egyenletesebb lesz, és kis (1-2 µm átmérőjű) mikrogödrök keletkeznek [25, 26].

Bornstein és munkatársai azt találták, hogy a módosított SLA paraméterek jóval nagyobb BIC értéket, azaz csont-implantátum kapcsolatot mutattak ($28,2 \pm 7,9\%$), mint a hagyományos SLA kezelt implantátumok ($22,2 \pm 7,3\%$), ahogy ez látható is az 1.4. ábrán [33]. A kontroll csoport implantátumainak felülete SLA kezelt volt, 0,25-0,5 µm szemcsenagyságú homokkal szórva és HCl/H₂SO₄ savval maratva. A módosított implantátumok felülete ugyanígy volt kezelve, de N₂ gázzal öblítették és folyamatosan izotóniás NaCl-oldatban tárolták. Az implantátumokat öt Amerikai foxhound kutyába ültették be, melyek mindegyike megközelítőleg két éves volt és 30-35 kg volt a súlyuk [32-34].



1.4. ábra

SLA és módosított SLA kezelés BIC értékeinek összehasonlítása [33]

Az ábrán látható, hogy a kezdeti fázisban számottevően jobb eredményt mutatott a módosított SLA kezelés a csontképződés terén, ám ez az előny a negyedik hét után elfogyott. A kezdeti nagyarányú beágyazódás kulcsfontosságú az implantátum befogadása szempontjából [33].

Cho és Jung kutatásukban azt találták, hogy az SLA felületén széles üregek (5 μm -tól 20 μm átmérőjűek) és mikrogödröcskék (0,5 μm -tól 3 μm -ig terjedő átmérőjűek) vannak, ami a felületi érdesség és a felület növekedését jelzi [35].

Anodizálás/Eloxálás

Az eloxálás az egyik leggyakrabban használt technika 100 nm-nél kisebb átmérőjű nanoszerkezetek létrehozására titán implantátumokon. Mikro- vagy nanoporózus titán felületek erős savakban (H_2SO_4 , H_3PO_4 , HNO_3 , HF) nagy áramsűrűség vagy potenciál mellett történő eloxálásával is előállíthatók. A feszültség és egyenáram (galvanikus áram) az oxidréteg vastagítására szolgál az implantátum felületén. Az eloxálás eredményeként az oxidréteg több mint 1000 nm-re vastagodik a titánon. A titán szubsztrátumok anódként szolgálnak a folyamatban, míg egy inert platinalemezt a katód. Az anódot és a katódot ezután rézvezetékekkel csatlakoztatják, és egy tápegység pozitív és negatív portjához kapcsolják. Elektrolitként

általában hígított hidrogén-fluoridot (0,5 tömeg%-ban vagy 1,5 tömeg%-ban) használnak. Ezt követően egy erős sav feloldja az oxidréteget, olyan mintázatot hozva létre, amely követi a galvánáram konvektív vonalait. Az oxidréteg feloldódása a konvekciós vonalak mentén mikro- vagy nanopórusokat hoz létre a titán felületén. Az eloxálás módosítja a titán-oxid réteg mikroszerkezetét és kristályosságát. Ezért a feszültség és az áramsűrűség, illetve a savak koncentrációjának és összetételének szabályozásán keresztül lehetőség nyílik a nanocsövek átmérőjének és a köztük lévő hézag szabályozására [1, 2, 30].

1.8 Releváns szakirodalmi eredmények

Aparicio és munkatársai [36] 425-600 μm szemcseméretű alumínium-oxid szemcseszórást alkalmaztak, hogy nagy felületi érdességet érjenek el, a kapott értékek 4,15 - 0,26 μm közöttiek voltak [36], ami megközelítette más kutatók által ideálisnak tekintett felületi érdesség értékét [5]. Cicciù és társai a fogászati implantátumok felületkezelésével kapcsolatban végzett kutatásaikban közel azonos eredményre jutottak [37].

Guehenec és társai [1] végeztek összehasonlító kutatást a különböző felületkezelt implantátumok felületi érdességére és kontaktszögére vonatkozóan. Eredményeik az 1.3. táblázatban láthatók [1].

1.3. táblázat

Különböző felületkezelt implantátumok felületi érdessége és kontaktszöge [1]

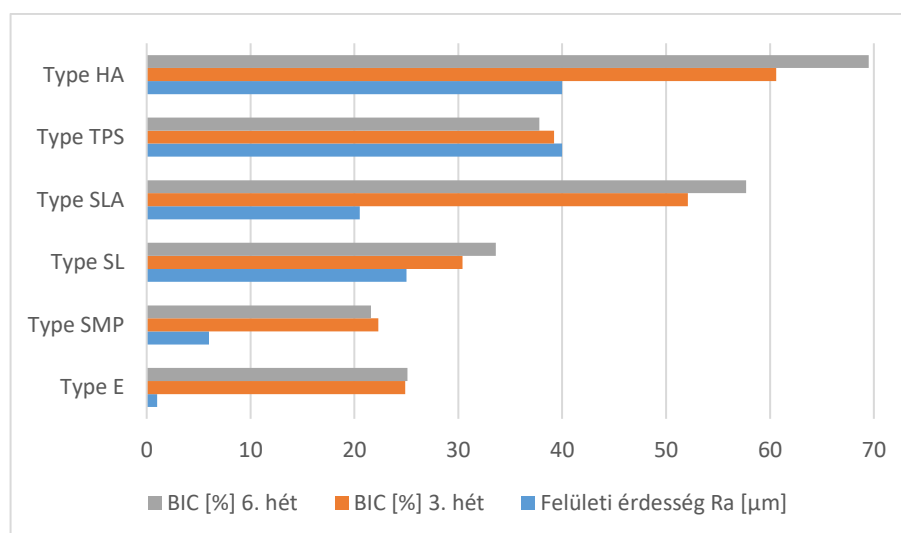
| Kezelés leírása | Felületi érdesség (μm) | Kontaktszög ($^\circ$) |
|---|-------------------------------------|--------------------------|
| Forgácsolt és polírozott CPTI | $R_a = 0,22 \pm 0,01$ | $55,4 \pm 4,1$ |
| Forgácsolt és polírozott Ti6Al4V | $R_a = 0,23 \pm 0,01$ | $56,3 \pm 2,7$ |
| Titan plazmaszórás (TPS) | $R_a = 7,01 \pm 2,09$ | nincs adat |
| Homokszórt és savmaratott (SLA) | $S_a = 1,15 \pm 0,05$ | $138,3 \pm 4,2$ |
| Módosított homokszórt és savmaratott (modified SLA) | $S_a = 1,16 \pm 0,06$ | 0 |
| Plazmaszórt HA bevonatolás | $R_a = 1,06 \pm 0,21$ | $57,4 \pm 3,2$ |
| Biomimetikus CaP bevonatolás | $R_a = 1,83 \pm 0,64$ | $13,4 \pm 0,17$ |

Jemat és társai [25] publikációjukban a TPS felületi érdességét $3,43 \pm 0,63 \mu\text{m}$ nagyságúnak mérték, míg az esztergált felület érdességét $0,15 \pm 0,04 \mu\text{m}$ nagyságúnak. Leírásuk alapján a bevonatos implantátumok, mint például a ZrO_2 , nagy felületi érdességgel rendelkeztek, mely megközelítőleg $5,7 \pm 0,2 \mu\text{m}$. Ez az érték akár $8,68 \pm 0,37 \mu\text{m}$ -re növelhető, ha a bevonat képzés előtt savas maratót alkalmaznak [25].

D. Buser és munkatársai [20] megvizsgálták több felületkezelés hatását CPTi (Commercially Pure Titanium – kereskedelmi tisztaságú titán) anyagú implantátumok esetén. Összesen 72 implantátumot teszteltek, mindegyik 3,55 mm külső átmérőjű, 10 mm hosszú üreges henger volt. Ezeket különféle felületkezelésnek alávetve létrehozták a lenti csoportokat [37].

- Type E = elektropolírozott,
- Type SMP = homokszórás közepes szemcsenagysággal ($0,12\text{-}0,15 \mu\text{m}$) és HF/HNO₃ savval pácolt,
- Type SL = homokszórt nagy szemcsenagysággal ($0,25\text{-}0,50 \mu\text{m}$),
- Type SLA = homokszórt nagy szemcsenagysággal ($0,25\text{-}0,50 \mu\text{m}$) és HCL/H₂SO₄ savval maratva,
- Type TPS = Titán plazma-szórt,
- Type HA = HA plazma-szórt

A 1.5. ábrán jól látható, hogy a felületi érdesség növekedése általánosságban pozitív hatással van a BIC értékre is, továbbá az SLA kezelés annak ellenére is kiemelkedő BIC értéket mutatott, hogy a felületi érdesség alapján következtetni lehetett volna [37].



1.5. ábra

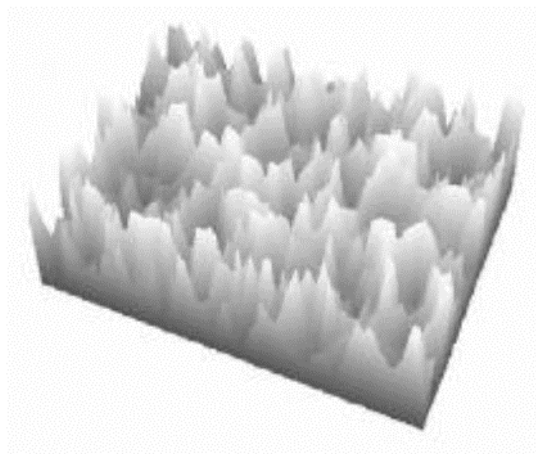
Különböző felületkezelések felületi érdességének és BIC értékének összehasonlítása [37]

Juodzbalyš és társai [31] csupán savas maratással szerettek volna létrehozni olyan topográfiát, mely hasonlít az SLA kezelt felületére. Kísérletükhöz Grade 5 osztályú titánból készült 8 mm átmérőjű, 2 mm magasságú korongokat használtak. A korongokat 4 féle savval és ezek keverékével maratták, 11 különböző időhosszig, így összesen 44 féle csoportot alkotva, mely mindegyike 5 korongot tartalmazott. Így összesen 220 minta állt rendelkezésükre [31].

Az alábbi savmaratási csoportokkal dolgoztak:

- I-es csoport: HCL maratás
- II-es csoport: HCL és H₂SO₄ maratás
- III-as csoport: H₂SO₄/HCL és H₃PO₄ maratás
- IV-es csoport: H₂SO₄ maratás 72 órán át, majd HCL maratás 30 órán át

Az I-es csoport elemei a maratási időtől függetlenül gyenge mikrotextúrával bírtak, a mikrogödrök jelenléte nélkül. A II-es csoport elemei a maratási időtől függetlenül meglehetősen érdes felületet eredményeztek, de a mikrotextúra itt is gyenge volt, kevés mikrogödrot lehetett megfigyelni és alacsony hullámokat. A III-as csoport tagjai olyan felületet eredményeztek, melyek mikrotextúra nélkül határozott hullámosságot mutattak. A IV-es csoport tagjai szignifikáns felületi érdességet mutattak 1-10 µm-es mikrogödörökkel és 20-30 µm-es mély völgyekkel és különböző méretű csúcsokkal. A felület hullámossága és érdessége szabályos volt, ép területek nélkül, ahogy a 1.6. ábrán is látható [31].



1.6. ábra

A IV-es csoport 3D- topográfiáját szemléltető ábra [31].

Qin és munkatársai [38] Ti6Al4V titánporból (Grade 5) 3D porágyas fémnyomtatással 12 mm x 12 mm x 0,6 mm nagyságú próbatesteket állítottak elő SLM típusú géppel. A nyomtató 300 W-os lézerrel (1070 nm 50%-os teljesítmény mellett) és argon atmoszféra (~500 ppm O₂) jelenlétében üzemelt. A kereskedelemben kapható titánfóliát szintén azonos méretűre vágta, kontroll mintaként használva. A próbatesteket 10 percig etanolban ultrahanggal tisztították, majd nitrogén közegben szárították. Ezt követően elektrokémiai eloxálással TiO₂ nanocső (TNT) réteget alakítottak ki a felületen. A folyamat során a 3D porágyas fémnyomtatott Ti anódként, egy vékony Ti fólia pedig katódként szolgált. Mindkét elektródát ammónium-fluoridot (0,1 M), tejsavat (1,5 M) és vizet (5 térfogat%) tartalmazó etilén-glikol elektrolitba merítették. Az egész rendszert állandó 60°C-on tartották, állandó fordulatszámú mágneses keverés mellett (50 fordulat/perc). 15 percig állandó 60 V feszültséget kapcsolnak, végül az eloxálás után a mintákat desztillált vízzel alaposan mosták és levegőn szárították. A felületkezelés utolsó lépése a HA bevonat felvitele volt, amit Kodama [39] alternatív merítési módszere (alternative immersion method - AIM) alapján végeztek. A pásztázó elektronmikroszkópos (SEM) felvételek az előkészített implantátumok felületi morfológiájáról azt mutatatták, hogy a 3D porágyas fémnyomtatott Ti implantátumokat számos, 5-20 µm (átlagosan ~12 µm) átmérőjű mikrogömb borította. Ebben a vizsgálatban az implantátum felületén reprodukálhatóan egységes titánoxid nanocsövek keletkeznek, amelyek átlagos egyedi csőátmérője ~120 nm, hossza ~3 µm és sűrűsége ~5 × 10⁹ nanocső/cm² [38, 39].

Ren és munkatársai [40] a 10 mm × 10 mm × 1 mm méretű Ti-6Al-4V titán lemezeket és a Ø2mm × 3 mm méretű hengeres titánrudakat EBM technológiával gyártották, majd savas maratással és anódos oxidációval tovább módosították, hogy hierarchikus mikro/nano-struktúrát hozzanak létre a felületen. A nyomtató tálcáját 750 °C-ra melegítették elő, majd a 45–106 µm nagyságú gömb alakú titán porból elkészítették a próbatesteket. Védőgázként nagy tisztaságú Hélium gázt használtak. A nyomtatás átlagos teljesítménye 900 W, pásztázási sebessége 800 mm·s⁻¹, nyálbátmérése 100 µm és rétegvastagsága 50 µm volt. A mintákat 2 tömeg%-os HF és 1,8 tömeg%-os HCl vegyes savas oldatába maratták 5 percig. Ezután egy ultrahangos savas maratási eljárást hajtottak végre. Anódos oxidációhoz 0,25 tömeg% ammónium-fluoridot (NH₄F) és 2 tömeg% desztillált vizet tartalmazó etilén-glikol elektrolitot használtak 1 órán keresztül 5 V állandó feszültség mellett. A Ti-6Al-4V lapokat platina gézelektrodával (10 mm × 10 mm × 1 mm), míg a Ti-6Al-4V rudakat tekercs alakú platina katóddal kötötték össze. Az anód és a katód távolságát 40 mm-re állították be. Az eloxálás után a mintákat desztillált vízzel alaposan leöblítették és levegőn szárították. SEM vizsgálattal

megállapították, hogy a felületen látható árkok szélessége körülbelül 100-200 μm . Az árok alján 1 μm -nél kisebb méretű, savas maratással keletkező szubmikronos gödröket és barázdákat találtak. Ugyanakkor, a makroszerkezet mellett nanostruktúrák is kialakultak, a SEM felvételek 40 nm-es nanocső struktúrákat mutattak a felületen. A minták nagy érdességet mutattak, $25,51 \pm 3,17 \mu\text{m}$ Sa értékkel nyomtatás után, majd $16,34 \pm 1,87 \mu\text{m}$ értéket savmaratás után, végül $15,62 \pm 1,85 \mu\text{m}$ értéket anodizálás után [40].

Az irodalomkutatás eredményeként több szerző publikációjának eredményét az 1.4. összefoglaló táblázat mutatja. Ahogy arról korábban már volt szó, a felületi topográfia és az azzal összefüggésben lévő felületi érdesség az egyik legmeghatározóbb tényező az implantátumok számára, így első sorban arra fókuszáltam a felületkezelő technológiák mellett.

1.4. táblázat

Különböző felületkezelések eredményei a kutatásokban [1,25,31,36,37,38,40,41]

| Szerző | Felületkezelés | Felületi érdesség (μm) |
|--------------|---|-------------------------------------|
| Guehenec [1] | Forgácsolt és polírozott CPTI | $Ra=0,22 \pm 0,01$ |
| Guehenec [1] | Forgácsolt és polírozott Ti6Al4V | $Ra=0,23 \pm 0,01$ |
| Guehenec [1] | Titan plazmaszórás (TPS) | $Ra=7,01 \pm 2,09$ |
| Guehenec [1] | Homokszórt és savmaratott (SLA) | $Sa=1,15 \pm 0,05$ |
| Guehenec [1] | Módosított homokszórt és savmaratott (modified SLA) | $Sa=1,16 \pm 0,06$ |
| Guehenec [1] | Plazmaszórt HA bevonatolás | $Ra=1,06 \pm 0,21$ |
| Guehenec [1] | Biomimetikus CaP bevonatolás | $Ra=1,83 \pm 0,64$ |
| Jemat [25] | Titan plazmaszórás (TPS) | $Ra=3,43 \pm 0,63$ |
| Jemat [25] | Esztergálás | $Ra=0,15 \pm 0,04$ |
| Jemat [25] | Zirkónium-dioxid (ZrO_2) bevonatolás | $Ra=5,7 \pm 0,2$ |
| Jemat [25] | Savas maratás majd zirkónium-dioxid (ZrO_2) bevonatolás | $Ra=8,68 \pm 0,37$ |

| | | |
|-----------------|---|-----------------|
| Juodzbalyš [31] | H ₂ SO ₄ + HCL maratás | Sa=1,16-2,24 |
| Aparicio [36] | Szemcsezórás | Ra=4,15 ± 0,26 |
| Buser [37] | Homokszórás 0,12-0,25 μm szemcseagysággal + HF/HNO ₃ savmaratás | Ra=6 |
| Buser [37] | Homokszórás 0,25-0,50 μm szemcseagysággal | Ra=22-28 |
| Buser [37] | Homokszórás 0,25-0,50 μm szemcseagysággal + HCl/H ₂ SO ₄ savmaratás | Ra=18-23 |
| Buser [37] | Titán plazmaszórás | Ra=30-50 |
| Buser [37] | HA plazmaszórás | Ra=30-50 |
| Qin [38] | Eloxálás + HA bevonat 3D porágyas fémnyomatott implantátumra | Ra=12 |
| Ren [40] | 3D porágyas fémnyomatott próbatest | Sa=25,51 ± 3,17 |
| Ren [40] | 3D porágyas fémnyomatott próbatest HF majd HCL savval maratva | Sa=16,34 ± 1,87 |
| Ren [40] | 3D porágyas fémnyomatott próbatest HF majd HCL savval maratva, anodizálva | Sa=15,62 ± 1,85 |
| Galli [41] | TPS | Ra=5,6 |
| Galli [41] | SLA | Ra=4,54 |

1.9 A szakirodalom kritikai elemzése

A titán implantátumok felületkezelésére a gyakorlatban széles körben alkalmazzák a szemcseszórást, amellyel hagyományosan alumínium-oxid, titán-dioxid, hidroxy-apatit, cirkónium-dioxid, kalcium-foszfát és szilícium-dioxid réteget hoznak létre.

A cirkónium-dioxid és az alumínium-oxid alkalmazásáról jelentős szakirodalom áll rendelkezésre. Érdekes lenne ugyanakkor a kalcium-foszfátot is kipróbálni, amely biológiai eredetű (humán, porított, előkészített) anyag, erről nem állt rendelkezésre tudományos közlemény, a kutatók csak a szintetikus kalcium-foszfátot vizsgálták. Továbbá, nem alkalmazták titán szemcseszórásához de érdemes lenne vizsgálni a fizikai eróziós, illetve beágyazódási képességét, valamint összehasonlítani a szemcse morfológiáját más szóró anyagokkal.

A fellelhető szakirodalomban nem találtam olyan kutatást, ahol a különböző gyártástechnológiákat hasonlítottak volna össze, bár külön-külön végeztek vizsgálatot erre vonatkozóan. A Ti-6Al-4V öntött, húzott-hengerelt és 3D porágyas fémnyomtatással létrehozott próbatestek felületi morfológia összehasonlító vizsgálatával kapcsolatban (kétféle szóróanyag alkalmazása esetére) az SLA felületképzésre nem találtam tudományos közleményt. Az előzőekre vonatkozó kutatást ezért hiánypótlónak tartom és az eredmények tézisértékűek lehetnek.

A 3D porágyas fémnyomtatásos prototípus gyártás alkalmazása a titán egyéni implantátumok előállítására egy napjainkban egyre intenzívebben kutatott terület. A megfelelő, optimális felületi struktúra elősegíti a hatékony szövetintegrációt. A felületi morfológiát, ahogy a szakirodalom kutatási eredményekből is látszik, számos tényező befolyásolja. A 3D porágyas fémnyomtatás során az acél anyagok esetében széleskörben vizsgálták a nyomtatási orientáció, azaz az építési szög hatását a felületi minőségre. Az összetett geometriájú implantátumoknál is jelentkezhet ugyanúgy akár jelentősebb eltérés is az egyes irányokban. A szakirodalom áttekintése alapján nem találtam olyan kutatást, amely a Ti-6Al-4V eltérő orientációjú 3D nyomtatásával kialakuló felületi érdességet és morfológiáját vizsgálta volna a nyomtatást követő SLA felületkezelés mellett. Ennek vizsgálata nemcsak tudományos szempontból, de a gyakorlati alkalmazásra vonatkozóan is új, értékes és egyben hiánypótló eredményeket hozhat.

2 CÉLKITŰZÉSEK

A témakörben szerzett többéves gyakorlati tapasztalatom és az átfogó részletes szakirodalom kutatásom során arra a megállapításra jutottam, hogy bár az implantátumokat legyen az konfekcionált vagy összetett geometriájú egyénre szabott, alapvetően háromféle gyártástechnológiával lehet előállítani és állítják is elő ily módon. Szakterületemen a napi munkám során ezt a három módszert alkalmazom attól függően, hogy milyen típusú implantátumot vagy alkatrészt kívánunk létrehozni. A disszertációmban tervezett kutatások célját három tématerületen határoztam meg.

2.1 Az SLA felületkezelési technológia elemzése

Az irodalom áttekintése rávilágított arra, hogy a különböző technológiákkal létrehozott Ti6Al4V Grade 5-ös implantátum SLA felület képzés többféle szóróanyag használatával kialakított összehasonlító felületi, morfológiai analízise témájában hiányosak a jelenlegi kutatások. Változó szemcseméret mellett változó anyagú szemcséket használva és különféle titán felület maratására alkalmas savakat használnak az eljárásban [42-44]. A kutatásomban célul tűztem ki az implantátumok gyártásánál a gyakorlatban általánosan használt szemcseméretű alumínium-oxid, valamint cirkónium-dioxid alkalmazását Ti6Al4V Grade 5 implantátum felületkezelésére, és annak morfológiai összehasonlító vizsgálatát, az eljárás hatékonyságának elemzését.

2.2 Különböző gyártási technológiák hatásának elemzése

Választ kerestem arra a kérdésre is, hogy az SLA felszín kialakítása különböző szóróanyaggal, de azonos savval, különböző gyártástechnológiával készült próbatestek felületén milyen mérhető változásokat eredményez. Válaszokat kerestem a tekintetben is, hogy a különböző gyártástechnológiával gyártott próbatestek polírozott felszínén a HF-os savmaratás, milyen mértékű felszíni érdességi változást hoz létre. A polírozott felszín mikro érdesítése a lágyszöveti tapadás kérdéskörében kulcsfontosságú lépés.

A tervezett kísérletek hiánypótló szerepe abban nyilvánul meg, hogy bár ezeket a titán gyártási technológiákat széles körben alkalmazzák és monitorozzák ezek sikerességét in vivo és in vitro vizsgálatok alapján, de összehasonlításuk ezidáig nem történt meg.

Elsődleges célkitűzésem volt a különböző gyártástechnológiákkal (öntés, húzott-hengerelt, 3D porágyas fémnyomtatás) előállított titán próbatesteken összehasonlító vizsgálatok elvégzése, a felületi topográfia jellemzésével.

További célkitűzés megvizsgálni, hogy a 3D porágyas fémnyomtatással előállított és különböző módokon felületkezelt titán próbatestek esetében melyik eljárás optimális az Ra és Rz értékek alapján a szöveti összeintegráció létrehozásához.

Az általam végzett kísérleti elemzések által bizonyítani akartam, hogy akár gyártástechnológiától függetlenül is létrehozható az ideális felszín, illetve célom meghatározni, hogy melyik gyártástechnológiával létrehozott SLA eljárással kialakított felszín áll a legközelebb a szakirodalomban műszaki paraméterekkel meghatározott „ideális felszínhez”. A szakirodalom részletes áttekintése során erre a kérdésemre nem kaptam választ.

2.3 3D porágyas fémnyomtatás orientáció hatásának elemzése

A szakirodalom részletesen tárgyalja 3D porágyas fémnyomtatással készült acél próbatestek esetében az építési szög hatását. Kutatásokból ismert, hogy az építőplatformon való eltérő elhelyezés, ha eltérő nyomtatási szög alkalmazásával hozunk létre próbatesteket, más-más struktúrát eredményez.

Kutatásomban célul tűztem ki függőleges (90°), vízszintes (0°) és a (45° -ban) döntött helyzetű próbatestek előállítását additív technológiával, 3D porágyas fémnyomtatással Ti6Al4V porból. Az irodalomkutatás során nem kaptam választ arra a kérdésre, hogy a nyomtatási orientáció függvényében az alkalmazott SLA felületképzéssel milyen felületi érdességi eredményeket, morfológiát kapunk. Ennek alapján célul tűztem ki ezeken a próbatesteken SLA felületképzési eljárás alkalmazását és a felületi morfológia elemzését, és annak vizsgálatát, hogy milyen feltételek mellett lehet kialakítani az összeintegráció szempontjából optimális felületi érdességet.

3 A FELÜLETSZÓRÁS SZEMCSETÍPUSAINAK HATÁSVIZSGÁLATA

Ebben a fejezetben mutatom be, hogy az szakirodalom áttekintése alapján kétféle szemcseszóró anyagot választottam ki, amely a titán felszínén képes szemcseszórás által a szükséges mértékű morfológiai módosítást létrehozni. Az anyagok kiválasztási szempontja a szövetközömbösség és bioinert (irritációmentes) készsége volt.

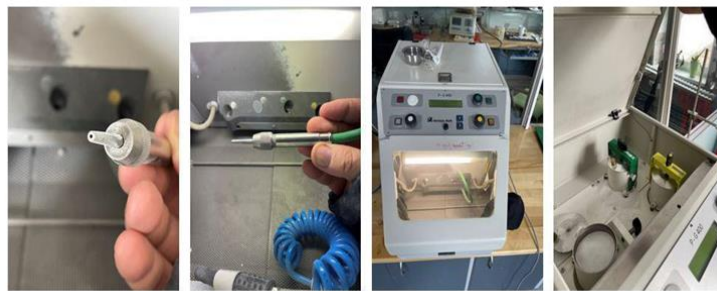
3.1 Titán felület kialakítási lehetőségek előzetes vizsgálata

Rendkívül nagyszámú publikáció foglalkozik az orvostechikai titán optimális, összeintegrációra kész felület kialakításával [11, 29, 33, 38, 40, 41, 45, 46]. Az ezzel foglalkozó szakirodalmak feldolgozása során arra a következtetésre jutottam, hogy bővíthető lehet a felületképzési eljárás, amely javíthatja a szöveti konduktivitást a kezelt titán felületén. Az általam vizsgált Grade 5-ös titán háromféle gyártástechnológiával kialakított vizsgálatára és összehasonlítására nem találtam releváns publikációt. Így tehát az általánosan is használt klasszikus előkészítést alkalmaztam, az alumínium-oxidos homokszórás és az azt követő salétromsavas és hidrogén-fluoridos savkeverékkel történő maratást. A kutatásom során az előzőeken kívül más felületeróziós alapanyagot is alkalmaztam, a cirkónium-dioxidot és a kalcium-foszfátot. Ezeknek az alapanyagoknak az előállítását a kutatásom részeként, magam végeztem. Azért esett a választásom e további két anyagra, mert a cirkónium-dioxid és a kalcium-foszfát néhány publikációban leírtak alapján bioinertnek minősítették és ezt tudományosan igazolták. Olyan publikációt azonban nem találtam, amelyben ezeket az anyagokat primer előkészítésként, azaz a szemcseszórás alapanyagaként használják a különböző gyártástechnológiával előállított titán felületképzésre és összehasonlító vizsgálatára.

3.2 Előkísérlet a titán felületének szemcseszórására

A szemcseszórásos abrazív előkészítést egy speciális fogtechnikai homokszóró készülékkel végeztem (3.1. ábra), aminek az alapanyag tartályait (3 db) alumínium-oxiddal (70-100 μm), cirkónium-dioxiddal (50-130 μm) és humán keramizált kalcium-foszfáttal (40-140 μm) töltöttem fel.

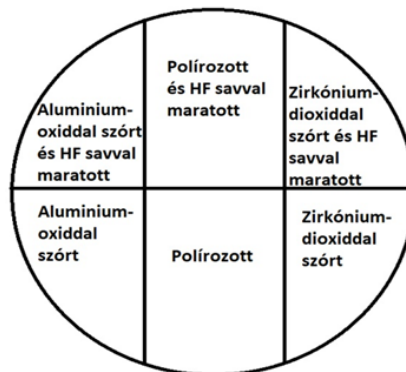
A készülékben szabályozható a nyomás (4 bar), az időegység (10 s). Az alkalmazott szemcsék morfológiája kristályos töret szerkezetű.



3.1. ábra

A szemcseszórás gépi eszköze

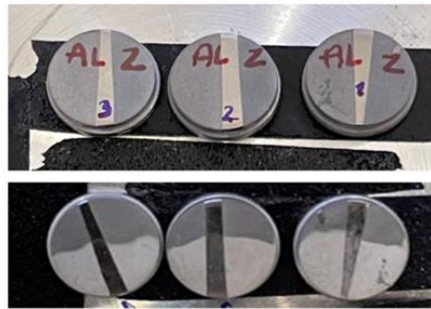
A próbatesteket (\varnothing 9 mm x 3 mm) azonos technológiai feltételek mellett políroztam (1.4. alfejezetben ismertetett módszer szerint), majd egy próbatest felszínén maszkolás segítségével különböző felületkezeléseket végeztem. Így a próbatesteknél egy felületen hoztam létre alumínium-oxiddal szórt, polírozott, illetve cirkónium-dioxiddal szórt szegmenst, valamint ezek savkezelt részeit. Ily módon egy próbatesten hat különféle felületet tudtam vizsgálni (3.2. ábra).



3.2. ábra

Próbatestek felosztása különböző felületkezelési eljárásokhoz

Ily módon egy próbatesten tudtam pásztázó elektronmikroszkóppal vizsgálni a hat különböző felületkezelési eljárással kialakított felületi struktúrát (3.3 ábra).

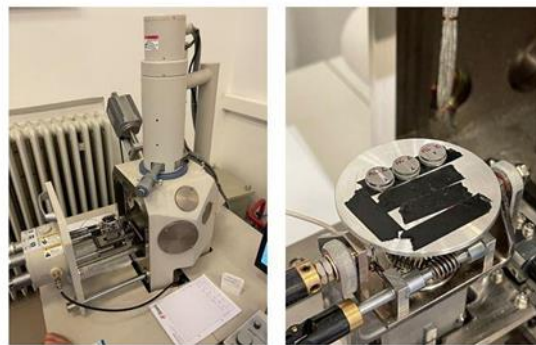


3.3. ábra

A szemcseszórás és maratással kialakított próbatestek

3.2.1 A titán próbatestek elektronmikroszkópos vizsgálata

A titán próbatestek elrendezése a pásztázó elektronmikroszkópos (SEM) vizsgálatnál (3.4. ábra), az energiadiszperzív elem analízist (EDS) (pont- és vonalmenti elemeloszlás, elemtérkép) HITACHI 3400 berendezéssel végeztem.

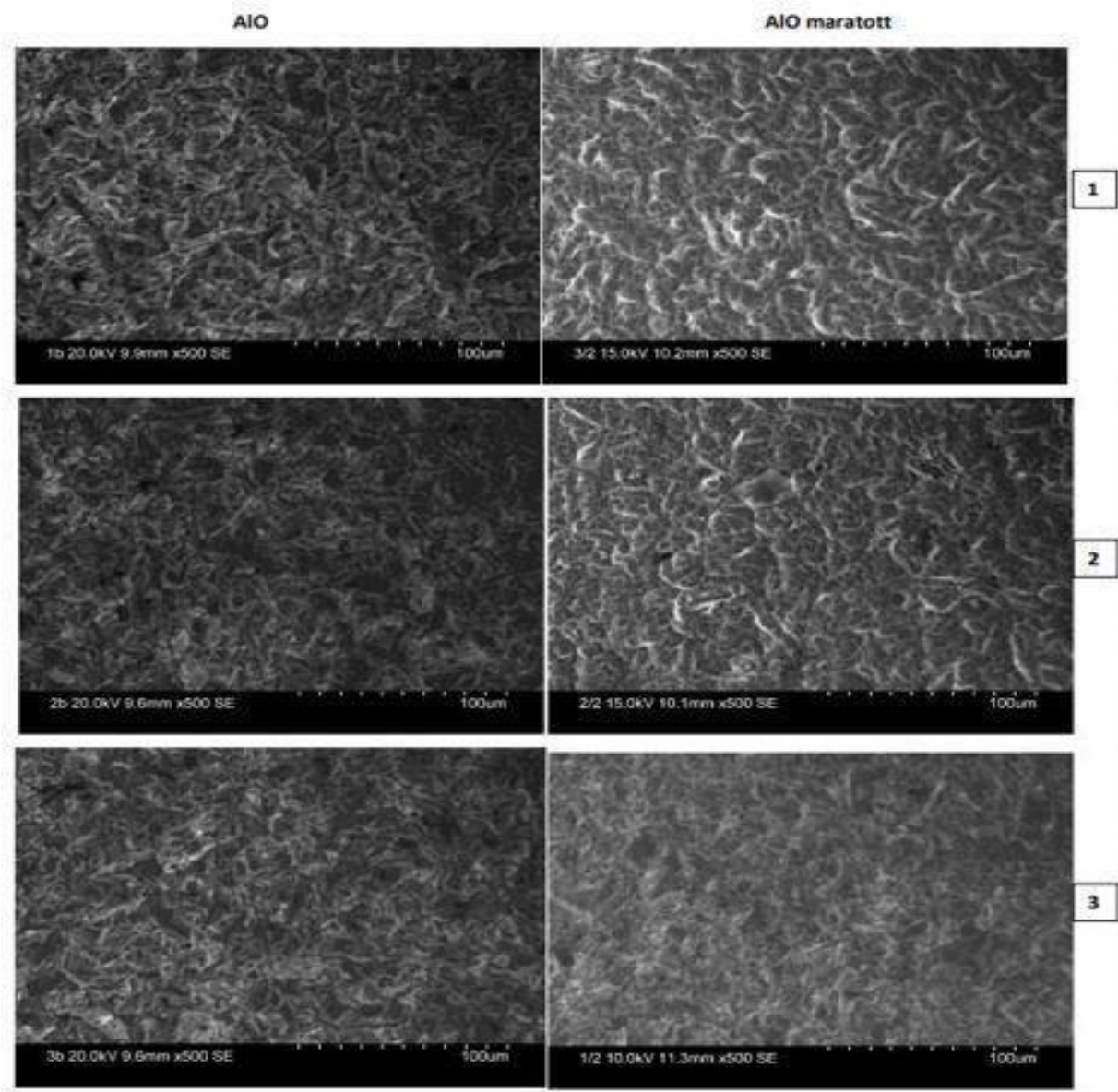


3.4. ábra

Elektronmikroszkóp és a próbatestek vizsgálatra kész elrendezése

A három különböző gyártástechnológiával készült Grade 5-ös titán próbatest vizsgálata során jól elkülönül a felszíni strukturáltság a felületkezelés változtatásával. A felületi struktúra és a titán anyagszerkezetének lényeges különbsége látható az eróziót okozó alapanyag függvényében. A felületeken a szóróanyag esetleges beágyazódását is vizsgáltam. Megállapítottam, hogy az alumínium-oxid esetében is előfordul beágyazódás a megelőző

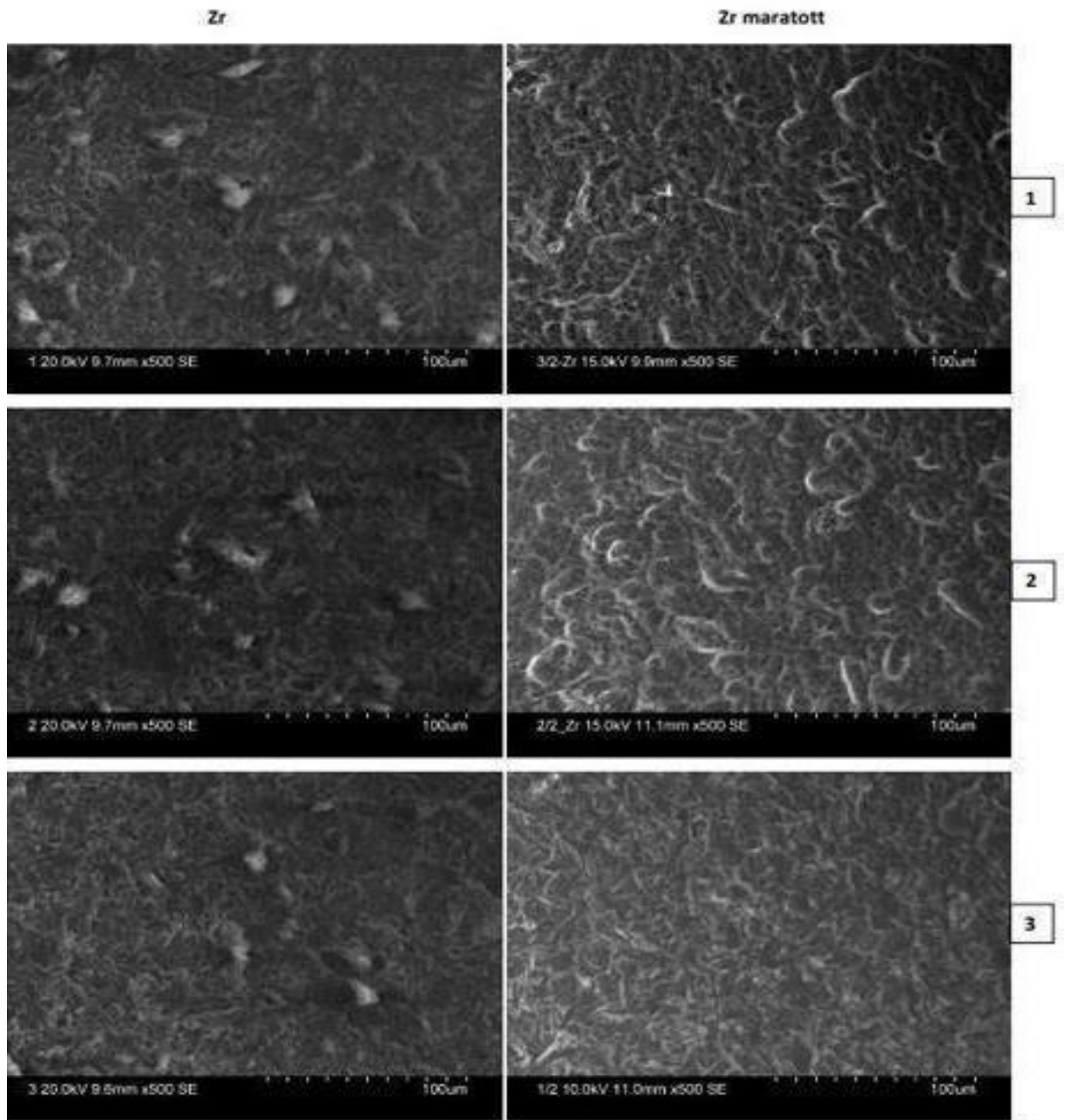
mechanikai tisztítás ellenére is. A cirkónium-dioxiddal kezelt felületeken az alumínium-oxiddal kezelthez képest a beágyazódott szemcsék többszörösét tapasztaltam. Ezt a megállapítást megerősítettem az EDS elemzéssel, pont- és vonalmenti elemeloszlás, elemtérkép felvételével (3.5. a, b, c ábra).



3.5.a) ábra

A titán próbatestek elektronmikroszkópos felvételei

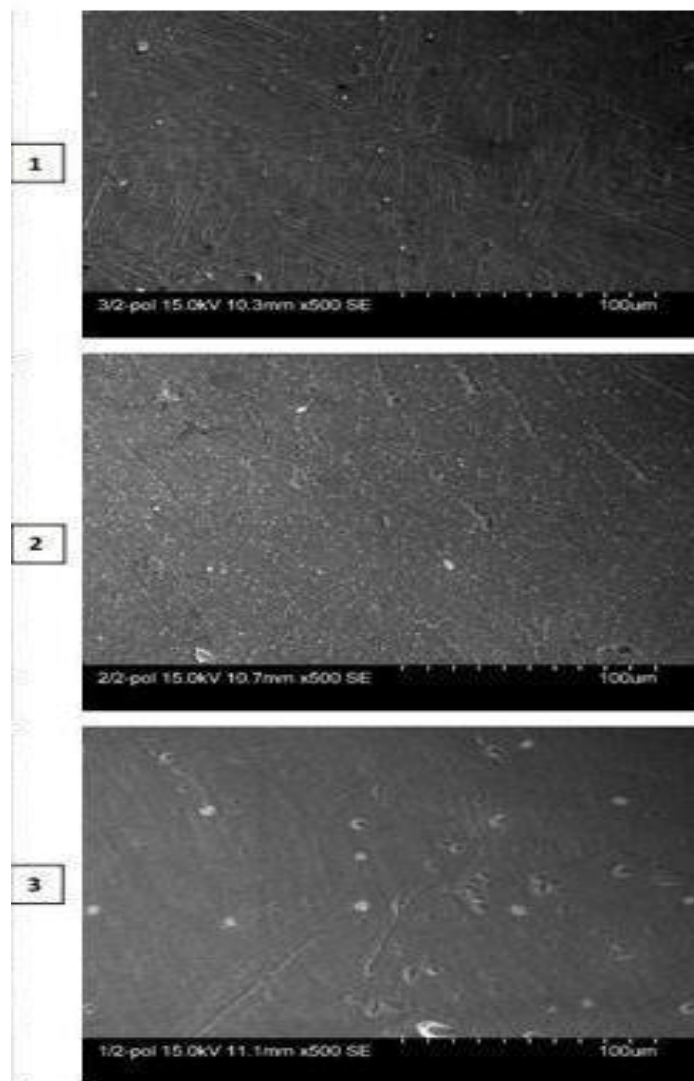
1) öntött, 2) húzott-hengerelt, 3) 3D porágyas fémnyomtatott



3.5.b) ábra

A titán próbatetek elektronmikroszkópos felvételei

1) öntött, 2) húzott-hengerelt, 3) 3D porágyas fémnyomtatott



3.5.c) ábra

A titán próbatestek elektronmikroszkópos felvételei

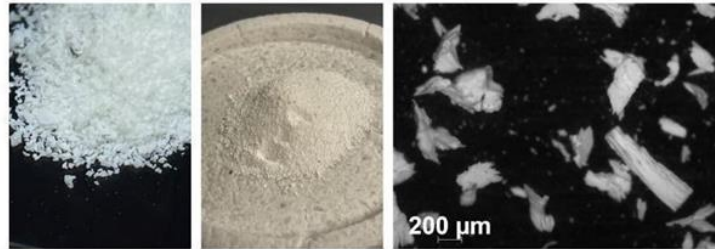
1) öntött, 2) húzott-hengerelt, 3) 3D porágyas fémnyomtatott

3.3 A titán próbatestek kalcium-foszfát szórásos felületkezelése

Az eddig már ismertetett homokfúvó berendezéssel kezeltem két különböző gyártástechnológiával készült, húzott hengerelt, illetve 3D porágyas fémnyomtatott alapanyagból készült próbatest polírozott felületét azzal a céllal, hogy a kalcium-foszfát eróziós és beágyazódási készségét vizsgáljam. Ehhez humán kortikális csontból származó őrleményt használtam alapanyagként, amely kb. 10 % vizet, 30 % kollagént, 5 % hidroxipapatitot illetve

55 % kalcium-foszfátot tartalmazott. A mechanikai szilárdsága és eróziós készsége, illetve szemcse stabilitás szempontjából, a tudományos publikációkból kapott információk alapján 3.6. ábra

[65] 800 °C-on először dehidratáltam, majd keramizáltam a finom őrleményt.



3.6.ábra

Humán kalcium-foszfát keramizálva

Az ily módon felületkezelt húzott-hengerelt és 3D porágyas fémnyomatott titán próbatestek szemmel láthatóan szignifikáns különbözőséget mutattak (3.7 ábra), majd alapos gőzborotvás tisztítás után a felület felén a már említett felületmódosító savmaratást végeztem (a felület felén már a korábban említett HF-os savmaratást végeztem). Az így kapott próbatesteket elektronmikroszkópon vizsgáltam meg.



3.7.ábra

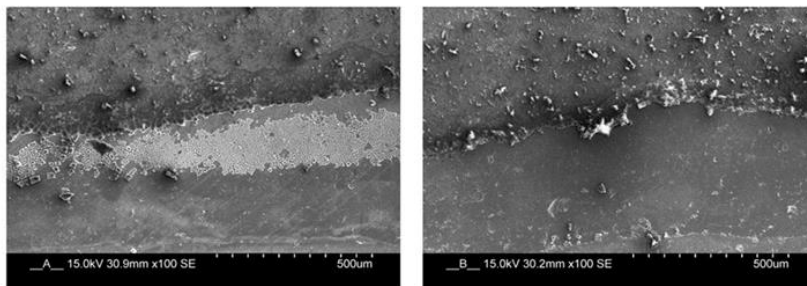
A titán próbatestek kalcium-foszfáttal szórt (húzott hengerelt (bal), a 3D porágyas fémnyomatott (jobb))

3.3.1 A kalcium-foszfátos szórás SEM vizsgálata

Az elektronmikroszkóp vizsgálat érdekes eredményt hozott. A felületen kiválóan elemezhető volt a kalcium-foszfát beágyazódása, de a HF savkezelt kalcium-foszfátos felület

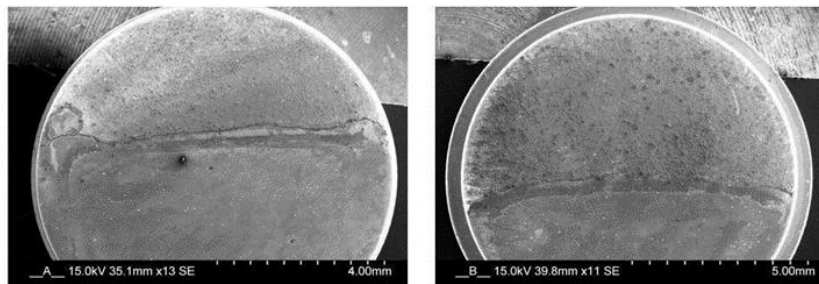
valószínűsíthetően a hidrogén-fluoridos savkomponensnek köszönhetően reakcióba lépett és kicsapódott, mikroszkopikus szikes kérget alkotva. Ezt a későbbiekben a doktori dolgozatomon kívül szeretném majd részletesebben vizsgálni. Szakirodalmi források alapján feltételezhető, hogy ennek stabil formája akár oszeoinduktivitást is fokozhat.

A kiválás a 3.8. és a 3.9. ábrákon látható, az átmenti zónában keletkezett a szemcseszórt savmaratott és a csak szemcseszórással kezelt rész között, jellemzően a húzott-hengerelt próbadarab felületén. Az így létrejött réteg szilárdságát felülethez való integráltságát és kémiai összetételét is szeretném a későbbiekben vizsgálni.



3.8. ábra

Húzott hengerelt (bal) és 3D nyomtatott (jobb) próbatetek felülete kiválással

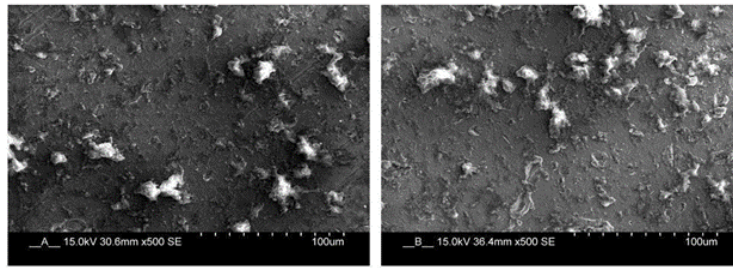


3.9. ábra

A vizsgált próbatetek (húzott hengerelt (bal), 3D porágyas fémnyomtatott (jobb)) elektronmikroszkópos képe

A gőzborotvás mechanikai tisztítás ellenére a beágyazódás relatív mennyisége és stabilitása megmaradt. A standard kezelést, amelyek a szemcseszórás és savmaratás egymást követő protokollján alapultak a következőkben megismételtem oly módon, hogy először kialakított, polírozott felületen a savmaratást végeztem el, majd a morfológiailag módosított felszínt szórtam meg a kalcium-foszfát szemcsével. Ettől azt vártam, hogy a savkezelés felületmódosító

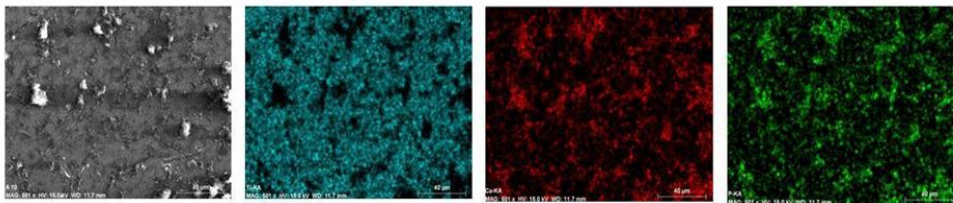
előnyeit és a kalcium-foszfátos szemcseszórás előnyeit egyesítem, ezáltal létrehozva a bioinert felületet. A 3.10. ábra a kalcium-foszfát savkezelés előtti felszíni beágyazódását mutatja.



3.10.ábra

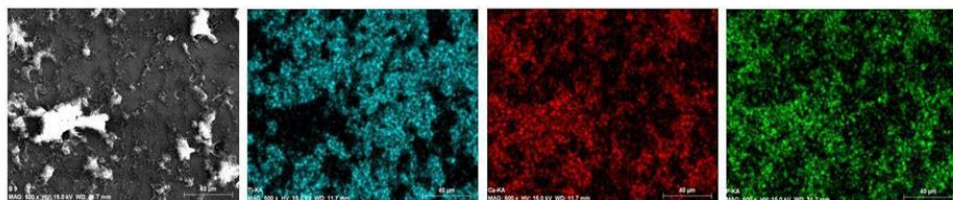
A kalcium-foszfát felszíni beágyazódása (sav maratás előtt,) SEM

A kalcium-foszfátos beágyazódást energiadiszperzív elem analízissel is vizsgáltam. A felvételeken jól látszik, hogy a 'B' minta sorozaton nagyobb mennyiségű kalcium-foszfát jelenléte mutatható ki. Ez a Ca elemet jelző piros területek nagyobb intenzitásából látható. A felületen titán (kék), kalcium (piros) és foszfor (zöld) jelenlétét lehetett kimutatni a 3.11. és 3.12. ábrákon látható eloszlásban.



3.11.ábra

Húzott hengerelt 'A' minta sorozat energiadiszperzív elem analízise



3.12.ábra

A 3D porágyas fémnyomatott 'B' minta sorozat energiadiszperzív elem analízise

4 3D PORÁGYAS FÉMNYOMTATÁSSAL, ÖNTÉSSEL ÉS KÉPLÉKENY ALAKÍTÁSSAL ELŐÁLLÍTOTT MINTÁK FELÜLETI ÉRDESSÉGÉNEK ELEMZÉSE

Az oszeintegráció a fogászati és csont implantátumok sikerének döntő tényezője [47, 48]. A fogalom alatt általában az implantátum felülete és az élő csontszövet közötti jó kölcsönhatás és funkcionális kapcsolat kialakulását értik. Ennek eredményeképpen az oszeintegrációs folyamatot nagymértékben befolyásolják az implantátum felszíni körülményei, mint például a felületi érdesség, a kémiai összetétel, a felületi feszültség és az energia [25, 26]. A felületi érdesség elismerten a legfontosabb paraméter, amely befolyásolja az oszeintegráció sebességét és minőségét [43, 44]. A felületi érdességnek három kategóriája van méret alapján: makro-érdesség (10-30 μm), mikro-érdesség (1-10 μm) és nano-érdesség (kevesebb, mint 1 μm). Kimutatták, hogy a makro-, mikro- és nanoszerkezetű felületi morfológiák növelése javíthatja az oszeintegrációt és fokozhatja az implantátum és a csont kapcsolatát [49, 50, 51, 52]. Ezért a fogászati implantátum minősége közvetlenül függ a felületi viszonyoktól. A fogászati implantátumok oszeintegrációjának javítására gyakran alkalmaznak felületmódosítási technológiákat, mint például a sugárzást, polírozást, vegyszereket (savas maratás), a felület szórás és savas maratást együttesen (SLA) [53, 54]. A felület szórás során kemény kerámia részecskéket szórnak egy fúvókán keresztül az implantátumok felületére sűrített levegő felhasználásával. A savas maratás során az implantátumokat erős savba, például fluorsavba (HF), salétromsavba (HNO_3) és/vagy kénsavba (H_2SO_4) merítik. Az SLA a szórás savas maratás követi, melynek célja az oszeintegráció szempontjából ideális felületi érdesség elérése. A különböző felületkezelésekkel a kutatók eltérő eredményeket értek el. Souza és munkatársai [54] vizsgálták a savas maratást (SLA) követő felületszórás hatását a nyálból és vérplazmából adszorbeált fehérjék rétegeinek proteomikai profiljára egy Ti-Zr ötvözet felületén, az ezzel elérhető felületi érdesség szempontjából. Wang és munkatársai [55] az elektronsugaras olvasztás (EBM) feldolgozási paramétereinek hatását vizsgálták a gyártott alkatrészek felületi érdességére. Stepanovska és társai [56] összegezték a felületkezelési eljárások hatásait az oszeintegráció szempontjából. Szymczyk-Zi'olkowska és munkatársai [57, 58] az EBM eljárással előállított Ti6Al4V implantátumok felületi módosításainak (polírozás, homokfúvás és savas polírozás) hatását vizsgálták az alapvető biológiai tulajdonságokra (nedvesíthetőség, citotoxicitás és biofilmképződés). Arra a következtetésre

jutottak, hogy a felületmódosítás nagyon erős hatással van a biológiai tulajdonságokra a módosított felület morfológiai eltérései miatt.

A titánötvözetek, különösen a Ti6Al4V, kiváló mechanikai és biológiai tulajdonságaik miatt fontos ötvözet a fogászati és ortopédiai implantátumok számára [59, 60]. Az utóbbi években egyre nagyobb érdeklődés mutatkozott a 3D porágyas fémnyomtatási technológia (szelektív lézerolvastás, SLM) alkalmazása iránt a Ti6Al4V orvosi implantátumok gyártásához a porkohászati, kovácsolt és öntési eljárások helyett [14, 15, 61, 62]. Ebben a munkában vizsgáltam és összehasonlítottam az SLM, az öntés és a képlékeny alakítás útján előállított Ti6Al4V minták [63] felületi érdességét az érdesség számtani átlaga (R_a) és az érdesség átlagos mélysége (R_z) tekintetében.

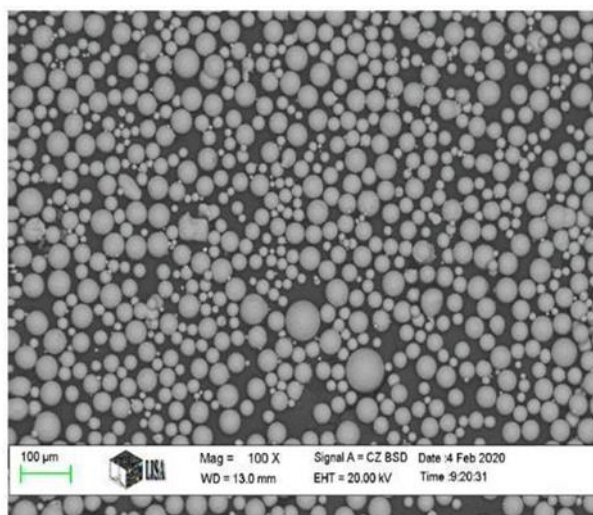
4.1 Ti6Al4V minták előállítása

A felületi érdesség vizsgálatához három módszerrel - SLM, öntés és képlékeny alakítás - előállított Ti6Al4V polírozott hengeres próbatesteket használtam alapanyagként (4.1. ábra). Az SLM Ti6Al4V mintadarabokat (4.1.a) ábra) egy 200 W-os fiber lézerrel és 55 μm -es lézer fókusszal rendelkező SLM-gépen (Sisma MYSINT 100) állítottam elő. Az SLM Ti6Al4V hengeres minták 9 mm átmérőjűek és 50 mm hosszúak voltak. A Ti6Al4V porágyas nyomtató cég ajánlása szerinti gyári beállítások: 125 W folyamatos lézerteljesítményt, 1000 mm/s pásztázási sebességet és 20 μm rétegvastagságot jelentettek. A védelemhez percnként 35 l argongáz állandó áramlását használtam. Az SLM Ti6Al4V próbatestek kiindulási anyaga az (LPW Technology, Runcorn UK) által biztosított Ti6Al4V plazma porlasztással készült gömb alakú por (Grade 5) volt, amint az a 4.2. ábrán látható. A Ti6Al4V por kémiai összetétele az 4.1. táblázatban látható. A méreteloszlás 15 és 45 μm között volt.



4.1. ábra

a) 3D porágyas fémnyomtatott, b) öntött és c) húzott-hengerelt minták.



4.2. ábra

A SEM mikroszkópos felvétel a Ti6Al4V por morfológiáját mutatja

4.1. táblázat

A Ti6Al4V por kémiai összetétele tömeg %

| Tömeg % | Al | V | Fe | O | N | C | H | Ti |
|----------------------------|-----------------|-------------|-------------|-------------|--------------|-------------|--------------|----------------|
| <i>Ti6Al4V por Grade 5</i> | <i>6,11</i> | <i>4,02</i> | <i>0,17</i> | <i>0,09</i> | <i>0,023</i> | <i>0,01</i> | <i>0,003</i> | <i>Balance</i> |
| <i>Grade 23</i> | <i>max 6,75</i> | <i>4,5</i> | <i>0,40</i> | <i>0,20</i> | <i>0,05</i> | <i>0,08</i> | <i>0,015</i> | <i>Balance</i> |
| | <i>max 5,50</i> | <i>3,5</i> | <i>-</i> | <i>-</i> | <i>-</i> | <i>-</i> | <i>-</i> | |

Az ebben a vizsgálatban használt kísérleti ötvözetek öntéséhez vörösréz kokillát használtam. A kokilla egy csonka kúp, amelynek felső átmérője 10 mm, alsó átmérője 14 mm, magassága pedig 50 mm volt melynek belsejében ~150-200 Pa nyomás van (4.1.b. ábra). A titán Grade 5 öntött próbatestek előgyártmányai vákuumnyomásos, plazmasugár hevítésű öntőgépen készültek a húzott hengerelt titán előgyártmányok átolvasztásával, majd réz kokillába való formázó öntésével. Az olvadék áramlásakor fellépő erózió, ami a hagyományos kerámia beágyazással készült kokilla sablon esetében előfordulhatnak, a réz esetében ez nem fordul elő. A beágyazó kerámia erodált szemcséiből adódó anyagszerkezeti szennyeződések, valamint az öntőcsatornáknak kialakuló turbulens áramlásokból keletkező gázzárványok elkerülhetők. Turbulencia esetén argonbeágyazódás keletkezik. Ez az argon porozitás nem jelent problémát az implantátumok esetében mindaddig, amíg az anyag belsejében van és mechanikailag nincsen befolyással a konstrukciós szerkezetre. Az öntésnek alapvető hibája a szemcsedurvulás, amit normalizáló hőkezeléssel lehet javítani. Öntéskor kialakul a titán felszínén egy 150-200 μm

vastagságú titán α -fázis réteg. Ez egy béta-titán kiválás (felületi oxigén reakció) következménye [64]. Ezt a felkeményedett réteget, forgácsolással és kézi utómunkával el kell távolítani. Ennek a periférián kialakult rétegnek a vastagsága az öntés technológiai folyamatába kerülő oxigén szintjétől függ. Az öntéssel létrehozott próbatestek gyártásához Autocast universal 230 típusú argon védőgáz, plazma hevítésű titán öntőgépet használtam.

A **húzott-hengerelt előgyártmányok** a kereskedelemben kapható 9 mm átmérőjű Grade 5 ELI anyagú előgyártmányból kerültek kialakításra. A 9mm-es átmérőjű anyagot gyakran használják a körszimmetrikus implantátum anyagok készítéséhez, így megfelelő referenciát jelent. (4.1.c. ábra). Az öntéssel, 3D porágyas fémnyomatással és húzott hengerelt előgyártmány rudakból esztergálással egységesen 8,5mm átmérőjű és 3,5 mm vastagságú próbatesteket készítettem (4.3.ábra) annak érdekében, hogy a próbatestek könnyen beazonosíthatók maradjanak, a húzott előgyártmányokat oxidálással arany színűre, a 3D porágyas fémnyomatott előgyártmányokat oxidálással kék színűre színeztük, az öntött darabokat natúr színben hagytuk meg (4.3.ábra).



4.3.ábra

Próbatestek előgyártmányai: húzott-hengerelt arany színben (bal), 3D porágyas fémnyomatott kék színben (középen), öntött natúr színben (jobb)

A gyártási folyamat után minden mintadarabot polírozási eljárásnak vettem alá. A polírozási folyamatot egy WP-EX 2000 gépen (Wassermann, Hamburg, Németország) végeztem, amely textil szövet polírozó korongokkal volt felszerelve. A mintákat 1200-as szemcseméretű SiC pasztával políroztam.

4.2 Alkalmazott felületmódosító technológiák

A legyártott és polírozott mintákat három csoportra osztottam: Öntött, húzott-hengerelt és 3D porágyas fémmnyomatott minták. Mindegyik csoportnál öt különböző felületmódosítást alkalmaztam (lásd alább).

Az általam gyártott próbatesteket az előkísérletekben is alkalmazott felosztás szerint kezeltem több módon egy felületen, maszkolás alkalmazásával (3.2. ábra). Így egyszerre egy próbatesten jelen volt csak polírozott, polírozott és savmaratott, alumínium-oxiddal szórt, alumínium-oxiddal szórt és savmaratott (SLA), zirkónium-dioxiddal szórt, illetve zirkónium-dioxiddal szórt és savmaratott (SLA) felület is.

A maratott illetve a maratott és felületszórással kialakított minták:

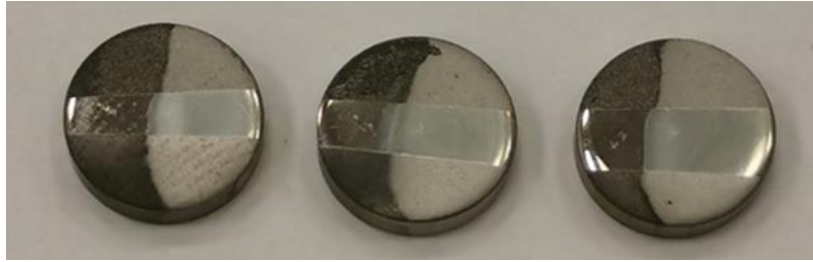
0. Nyers polírozott felszín.
1. Maratás $0,017 \text{ mol/dm}^3$ fluor savban (HF) 120 másodpercig szobahőmérsékleten.
2. Al_2O_3 részecskékkel ($70\text{-}100 \mu\text{m}$) 4 bar szóró nyomással kezelt. A felületszórást Renfert Basic Quattro IS berendezéssel végeztem.
3. Al_2O_3 részecskékkel szórt és $0,017 \text{ mol/dm}^3$ fluor savban (HF) 120 s-ig szobahőmérsékleten maratott.
4. ZrO_2 részecskékkel ($50\text{-}130 \mu\text{m}$) 4 bar nyomáson történő szemcseszórás,
5. ZrO_2 -vel szórt és $0,017 \text{ mol/dm}^3$ fluor savban (HF) 120 s-ig szobahőmérsékleten maratott (4.4.ábra, 4.5.ábra, 4.6.ábra).

A különböző felület előkészítésű próbatestek vizsgálat előtti állapotban.



4.4. ábra

Öntött titán próbatestek felületelőkészítés után



4.5.ábra

Húzott-hengerelt előgyártmányból készült próbatestek felületelőkészítés után



4.6.ábra

3D porágyas fémnyomtatott próbatestek felületelőkészítés után

Ezzel a próbatestek elkészültek a különböző felületkezelésekkel szegmentáltan a további vizsgálatokhoz.

4.3 Felületi érdesség és topográfia

A Ra és Rz felületi érdességet a Vision szoftverrel felszerelt ALICONA Infinite Focus berendezés segítségével határoztam meg. Minden felület esetében öt mérést végeztem.

A felületi érdesség Ra és Rz értékeit valamennyi próbatest esetében a 4.2. táblázat tartalmazza. A 3D porágyas fémnyomtatott (SLM) Ti6Al4V alkatrészek jelentősen különböznek az öntött és a megmunkált Ti6Al4V alkatrészektől, amikor a felületi érdesség optimalizálásáról van szó olyan felületkezelésekkel, mint az Al₂O₃ szórás + HF maratás. A 3D porágyas fémnyomtatással és Al₂O₃-dal történő szórással, majd HF maratással előállított Ti6Al4V ötvözetek mutatják a legnagyobb felületi érdességet az öntött és húzott-hengerelt Ti6Al4V alkatrészekhez képest. A 3D porágyas fémnyomtatott minták felületi érdessége a legdurvább (Ra = 2,043 μm, Rz = 11,742 μm), ezt követi az öntött minták felülete (Ra = 1,466 μm, Rz = 9,428 μm), majd a húzott-hengerelt minták felülete (Ra = 0,940 μm, Rz = 7,963 μm). Az eredmények a szakirodalomban fellelhető adatokkal összhangban vannak, a felületi érdesség növekedéséről és a Ti ötvözetek felületi morfológiájának megváltozásáról szemcseszórásos és sav maratásos eljárások során

Ferraris és társai számoltak be [65]. A konfokális mikroszkópból kinyert felületi érdességre vonatkozó (Ra és Rz) adatokat a 4.2. táblázatban összesítettem.

4.2.táblázat

A 3D porágyas fémnyomtatással, öntéssel és képlékeny alakítással előállított Ti6Al4V ötvözetek felületének Ra és Rz értékei a felületi módosítások után.

| Gyártás technológia | Felületkezelés típusa | Felületi érdesség, Ra [μm] | | | Átlag | Egyenetlenség magasság, Rz [μm] | | | Átlag |
|---------------------|--|---|-------|-------|-------|--|--------|--------|--------|
| | | Próbatest sorszáma | | | | Próbatest sorszáma | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | | 1 | 2 | 3 | |
| Öntött | Polírozott | 0.479 | 0.531 | 0.499 | 0.503 | 3.397 | 3.506 | 3.816 | 3,573 |
| Öntött | Polírozott és maratott | 0.312 | 0.353 | 0.367 | 0.344 | 2.317 | 2.889 | 2.964 | 2,723 |
| Öntött | Al ₂ O ₃ szórt | 1.208 | 1.140 | 1.360 | 1.236 | 9.329 | 7.482 | 8.265 | 8,359 |
| Öntött | Al ₂ O ₃ szórt és maratott | 1.423 | 1.468 | 1.508 | 1.466 | 11.703 | 8.000 | 8.580 | 9,428 |
| Öntött | ZrO ₂ szórt | 0.734 | 1.049 | 0.916 | 0.900 | 7.499 | 9.777 | 6.417 | 7,898 |
| Öntött | ZrO ₂ szórt és maratott | 0.804 | 1.307 | 1.061 | 1.075 | 8.198 | 9.843 | 8.670 | 8,904 |
| Húzott-hengerelt | Polírozott | 0.360 | 0.475 | 0.555 | 0.463 | 2.497 | 3.083 | 3.679 | 3,086 |
| Húzott-hengerelt | Polírozott és maratott | 0.332 | 0.499 | 0.556 | 0.462 | 2.416 | 3.310 | 3.610 | 3,112 |
| Húzott-hengerelt | Al ₂ O ₃ szórt | 0.493 | 0.634 | 0.823 | 0.650 | 3.515 | 4.415 | 6.222 | 4,171 |
| Húzott-hengerelt | Al ₂ O ₃ szórt és maratott | 0.729 | 0.877 | 1.215 | 0.940 | 6.144 | 5.982 | 10.953 | 7,693 |
| Húzott-hengerelt | ZrO ₂ szórt | 1.329 | 1.460 | 1.415 | 1.401 | 9.017 | 7.951 | 8.965 | 8,644 |
| Húzott-hengerelt | ZrO ₂ szórt és maratott | 1.519 | 1.636 | 1.738 | 1.631 | 10.001 | 10.462 | 12.397 | 10,953 |
| 3D nyomtatott | Polírozott | 0.474 | 0.701 | 0.502 | 0,559 | 4.079 | 4.915 | 3.4516 | 4,149 |
| 3D nyomtatott | Polírozott és maratott | 0.755 | 0.995 | 0.579 | 0,776 | 4.787 | 5.974 | 2.923 | 4,561 |
| 3D nyomtatott | Al ₂ O ₃ szórt | 1.328 | 1.239 | 1.444 | 1,377 | 9.091 | 7.507 | 9.183 | 8,594 |
| 3D nyomtatott | Al ₂ O ₃ szórt és maratott | 2.623 | 1.763 | 1.743 | 2,043 | 20.625 | 11.252 | 11.349 | 11,742 |
| 3D nyomtatott | ZrO ₂ szórt | 0.715 | 0.677 | 0.786 | 0,726 | 6.103 | 5.024 | 5.473 | 5,533 |
| 3D nyomtatott | ZrO ₂ szórt és maratott | 1.549 | 1.557 | 0.903 | 1,336 | 11.618 | 12.693 | 6.748 | 10,353 |

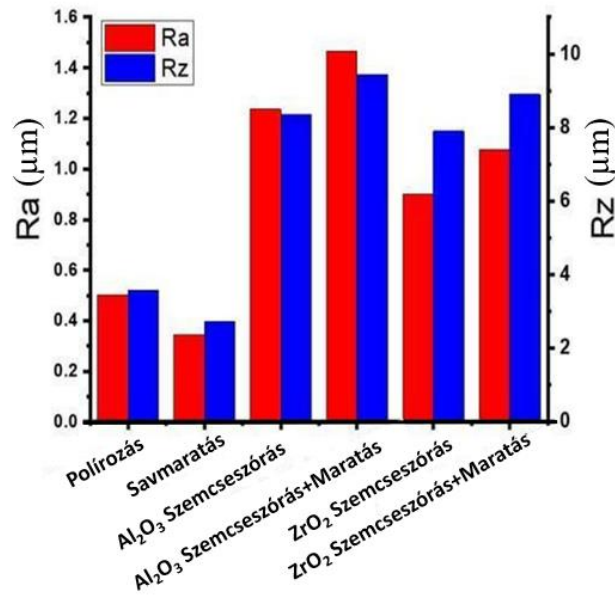
Érdekes megjegyezni, hogy a húzott-hengerelt Ti6Al4V minták felületi érdessége ZrO₂-dal szórt és maratott állapotban (Ra = 1,631 μm , Rz = 10,953 μm) nagyobb, mint az öntött ZrO₂-dal szórt és maratott (Ra = 1,075, Rz = 8,904 μm) és a 3D porágyas fémnyomtatott ZrO₂-dal szórt és maratott (Ra = 1,336 μm , Rz = 10,353 μm) mintáké. Ennek oka valószínűleg a gyártott minták felületi tulajdonságainak gyártási technológiából adódó különbözősége, ami a szórt részecskék eltérő erózióját és beépülését eredményezi a minták felületén.

Ezen kívül, ahogy a 4.2. táblázatból látható, a HF maratási eljárás a polírozott öntött minta felületi érdességének csökkenéséhez vezet (polírozás, majd maratás), ($R_a = 0,503 \mu\text{m}$, $R_z = 3,573 \mu\text{m}$) helyett ($R_a = 0,344 \mu\text{m}$, $R_z = 2,723 \mu\text{m}$), mivel a felületi oxidáció anyagot távolít el, ami az atomok ionizációját eredményezi. A megmunkált mintáknál (polírozott, majd maratott) az érdesség változatlan maradt, növekedés vagy csökkenés nélkül. Másrészt a HF maratási folyamat a polírozott 3D minta (polírozás, majd maratás) felületi érdességének növekedéséhez vezet. Ez a 3D porágyas fémnyomtatott minta nagy keménységének köszönhető, ami csökkenti az oxidációs folyamatot. A szakirodalom és saját mérések alapján megállapítottam, hogy a 3D porágyas fémnyomtatással (SLM) előállított minták keménysége (377 HV) [14] nagyobb, mint az öntéssel (340 HV) [66] vagy húzott-hengerelt (306 HV) [67] előállított mintáké.

4.3.1 Öntött minták vizsgálata

A 4.7. ábra bemutatja a polírozott, öntött minták felületi érdességét a maratás, az Al_2O_3 -dal vagy ZrO_2 -dal történő szórás, illetve e módszerek kombinációja után kapott minták felületi érdességét. Amint látható, a felületi érdesség a polírozott felülethez képest ($R_a = 0,503 \mu\text{m}$, $R_z = 3,573 \mu\text{m}$) (4.7.ábra):

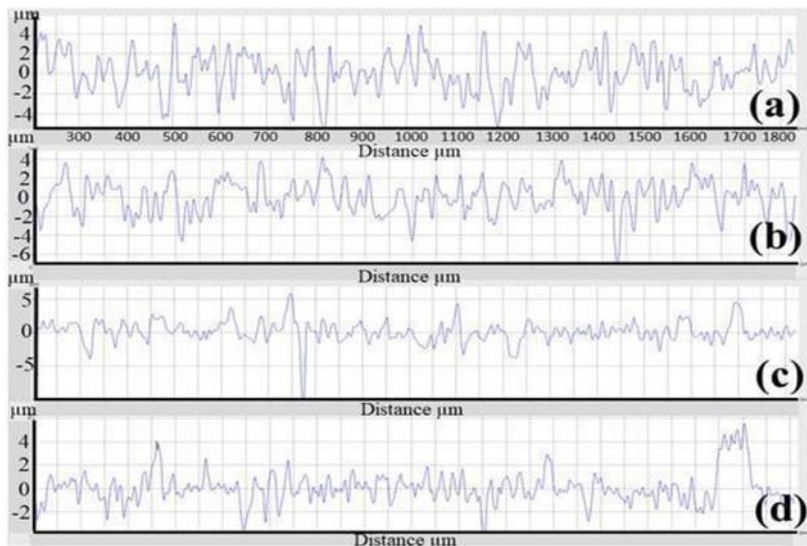
- maratással 0,344-re ($R_a = 0,344 \mu\text{m}$, $R_z = 2,723 \mu\text{m}$) csökkent,
- Al_2O_3 -dal történő szórással ($R_a = 1,236 \mu\text{m}$, $R_z = 8,359 \mu\text{m}$) nőtt,
- Al_2O_3 -dal szórással és maratással ($R_a = 1,466 \mu\text{m}$, $R_z = 9,428 \mu\text{m}$) nőtt,
- ZrO_2 -dal történő szórással ($R_a = 0,900 \mu\text{m}$, $R_z = 7,898 \mu\text{m}$) nőtt,
- ZrO_2 szórással és maratással ($R_a = 1,075 \mu\text{m}$, $R_z = 8,904 \mu\text{m}$) nőtt



4.7. ábra

Az öntött-polírozott és a felületmódosított próbatetek felületi érdességének eredményei.

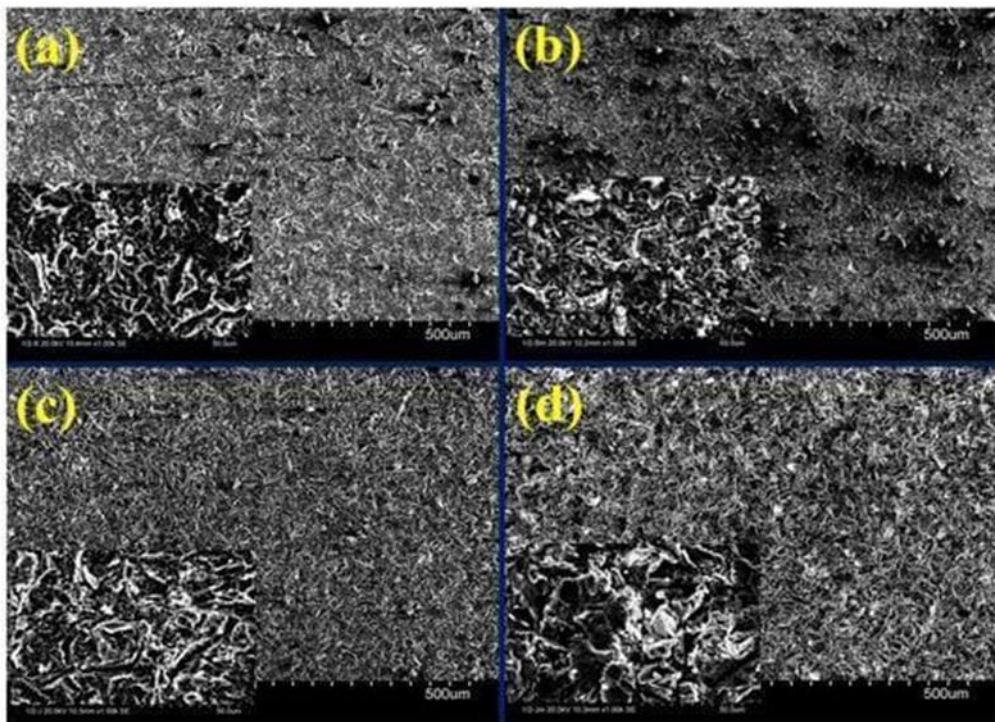
A legnagyobb felületi érdességet az Al₂O₃-dal történő szórás és maratás kombinációja mutatja. Ezt a minta felületi érdességi profilja (4.8.a. ábra) is megerősíti az Al₂O₃-dal történő szórás és maratás után. A felület érdesebb, mint a többi mintáé (4.8.b-d. ábra). Ezenkívül a 4. 8. a. ábra ~4 μm magasságú éles csúcsok és ~6 μm mélységű éles völgyek váltakozását mutatja.



4.8. ábra

A felületi érdesség profilja az öntött próbatest minden egyes állapotára. (a) Al₂O₃-dal történő szórás és HF maratás, (b) Al₂O₃-dal történő szórás, (c) ZrO₂-dal történő szórás és HF maratás, és (d) ZrO₂-dal történő szórás.

A 4.9. ábra a minták felületét mutatja, amikor (a) ZrO_2 -dal szórás, (b) ZrO_2 -dal szórás és HF maratással, (c) Al_2O_3 -dal szórás és (d) Al_2O_3 -dal szórás és HF maratással történik. A ZrO_2 -dal (4.9.a. ábra) és az Al_2O_3 -dal (4.9.c. ábra) végzett szórás körülményei között látható, hogy a szemcse-szórta felület az Al_2O_3 és a ZrO_2 részecskék becsapódása által okozott képlékeny deformáció miatt kráterekből, völgyekből és csúcsokból álló szerkezetet mutatott, valamint a felületben beágyazódott részecskék vannak. A képlékeny deformációs folyamat során egyes anyagok leválhatnak a felületről [68]. Az Al_2O_3 -dal szórta felület SEM-felvételei (4.9.c. ábra) hasonlóak a ZrO_2 -dal szórta felület képeivel (4.9.a. ábra). Látható a keletkezett völgyek és csúcsok rendezetlen helyzete is. Az 4.9.b. és 4.9.d. ábrán a ZrO_2 -dal szórta és HF-dal maratott minta, valamint az Al_2O_3 -dal szórta és HF-dal maratott minta felülete látható. A maratási folyamat nagyon durva felületet eredményezett a felülettisztítás, valamint az oxidáció miatt a felületről történő anyageltávolítás miatt. Ferraris és társai a Ti6Al4V ötvözetek alfa-fázisának nem egyenletes feloldódásáról számoltak be HF maratás során [65]. A HF maratás után az Al_2O_3 -dal szórta felület megjelenésében élesebbé válik (4.9.a. ábra). A lekerekített csúcsok (4.9.b. ábra) élesekké válnak, amit a felületi érdességi profil (4.9.a. ábra) is megerősít.



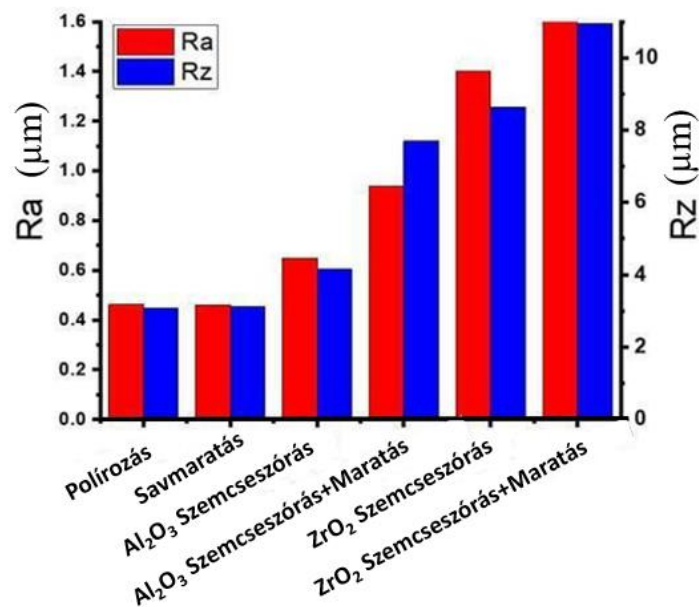
4.9. ábra

SEM-mikroszkópos felvételek az öntött próbatestek egyes állapotairól, (a) ZrO_2 -dal történő szórás, (b) ZrO_2 -dal történő szórás és HF maratás, (c) Al_2O_3 -dal történő szórás és (d) Al_2O_3 -dal történő szórás és HF maratás.

Konfokális mikroszkóppal megvizsgálva az öntött próbatesteket ZrO_2 szórt és savmaratott felület esetében 0,8-1,0 μm átlagos felületi érdességet (Ra) és 6,4-9,8 μm közötti egyenetlenség magasságot (Rz) mértem, míg Al_2O_3 szórt és savmaratott felület esetében 1,4-1,5 μm átlagos felületi érdességet (Ra) és 8,0-11,7 μm közötti egyenetlenség magasságot (Rz) mértem (4.9. ábrák).

4.3.2 Húzott-hengerelt minták vizsgálatai

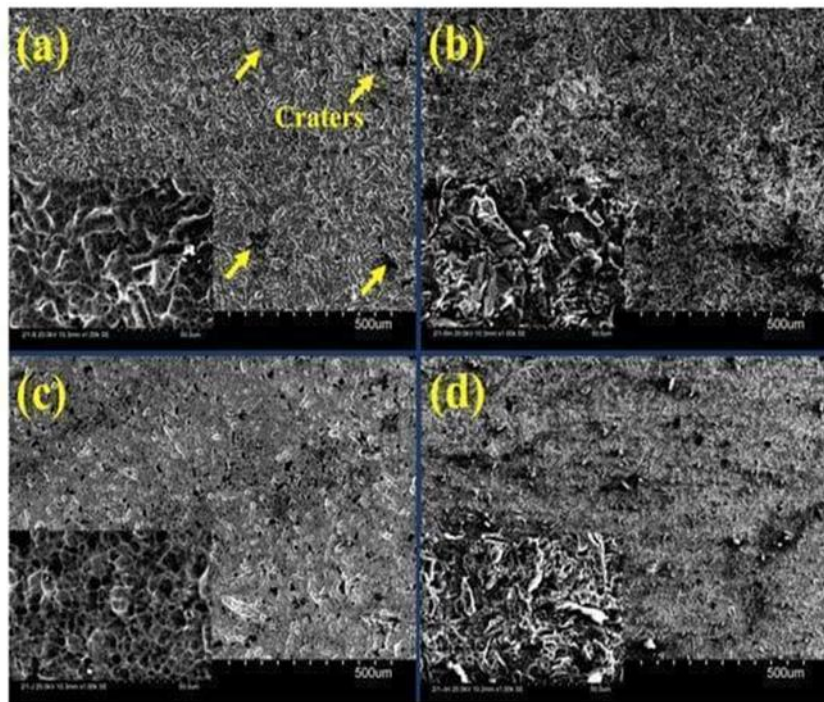
A 4.10. ábra polírozott, húzott-hengerelt Ti6Al4V gyártású alkatrészek felületi érdességét mutatja a különböző felületi módosítások után. Amint látható, a felületi érdesség jelentősen megnövekedett ($Ra = 0,463 \mu m$, $Rz = 3,086 \mu m$) (polírozott állapotban), ($Ra = 0,650 \mu m$, $Rz = 4,171 \mu m$) az Al_2O_3 -dal történő szórásst követően, ($Ra = 0,940 \mu m$, $Rz = 7,693 \mu m$) az Al_2O_3 -dal történő szórásst és maratást, ($Ra = 1,401 \mu m$, $Rz = 8,644 \mu m$) a ZrO_2 -vel történő szórásst, és ($Ra = 1,631 \mu m$, $Rz = 10,953 \mu m$) a ZrO_2 -vel történő szórásst és maratást követően. Meg kell jegyezni, hogy a maratott minta felületi érdessége ($Ra = 0,462 \mu m$, $Rz = 3,122 \mu m$) változatlanul megegyezik a polírozott állapotban ($Ra = 0,463 \mu m$, $Rz = 3,086 \mu m$) mért felületi érdességgel.



4.10. ábra

A húzott-hengerelt polírozott és felületmódosított próbatestek felületi érdességének eredményei

A Ti6Al4V felületét a ZrO_2 szórás követően több kráter jelenléte jellemezte, amint az a 4.11.a. ábrán látható. A kráterek kialakulása a ZrO_2 szemcsék erodáló hatásának tulajdonítható. A ZrO_2 -dal történő szórás és maratást követően (4.11.b. ábra) a felület megváltozása volt észrevehető. A maratás megtisztítja a felületet és részlegesen anyagot távolít el, ami durva felületet eredményez. A 4.11.c és 4.11.d. ábra az Al_2O_3 -dal történő szórás és az Al_2O_3 -dal történő szórás és maratás SEM-mikroszkópos felvételeiből áll, amelyeken néhány kis völgy és csúcs látható, amelyeket a 4.12.c és 4.12.d. ábra megerősít, hogy kisebb érdességűek, mint a ZrO_2 -dal történő szórás és maratás utáni minta (4.12.b). A 4.12. ábra az egyes állapotok érdességi profilját mutatja. Az Al_2O_3 -dal szórt felület szabályos és homogén pórusokat mutatott. Az Al_2O_3 -dal történő szórás után egyenletesebb és kisebb mikro érdességű völgyek (átlagosan $7\ \mu\text{m}$ átmérőjűek) alakultak ki a felületen, mint a többi kezelés esetén. Hasonló felületi jellemzőket figyeltek meg korábbi kutatás során [69].

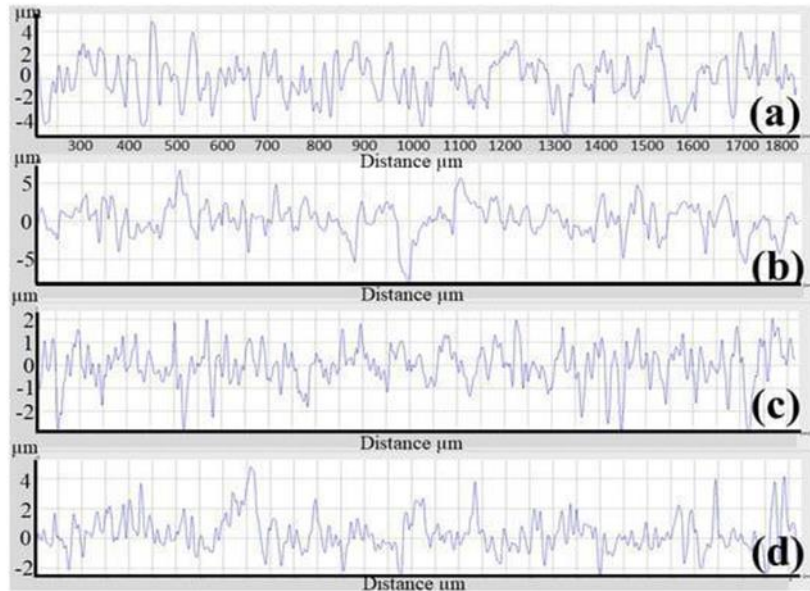


4.11. ábra

SEM mikroszkópos felvételek a megmunkált próbatestek minden egyes állapotáról. (a) ZrO_2 -dal történő felület szórás, (b) ZrO_2 -dal történő felület szórás és HF maratás, (c) Al_2O_3 -dal történő felület szórás és (d) Al_2O_3 -dal történő felület szórás és HF maratás.

A húzott-hengerelt mintákon az Al_2O_3 -dal történő felületszórás után határozott felületi változás figyelhető meg. A felületi topográfia völgyekből ($3\ \mu\text{m}$) és csúcsokból ($2\ \mu\text{m}$) áll, amint az a 4.12.c. ábrán látható. A csúcsok és völgyek megközelítőleg egyenlő arányban vannak jelen. A

ZrO₂ szórás és maratás után (4.12.b. ábra) a felületen több csúcs (6 μm)-völgy (6 μm) viszony látható, ami azt jelzi, hogy a felület durvábbá vált a savas maratás után (Ra = 1,631 μm, Rz = 10,953 μm) a szórt ZrO₂ mintához (Ra = 1,401 μm, Rz = 8,644 μm) és a többi felülethez képest.



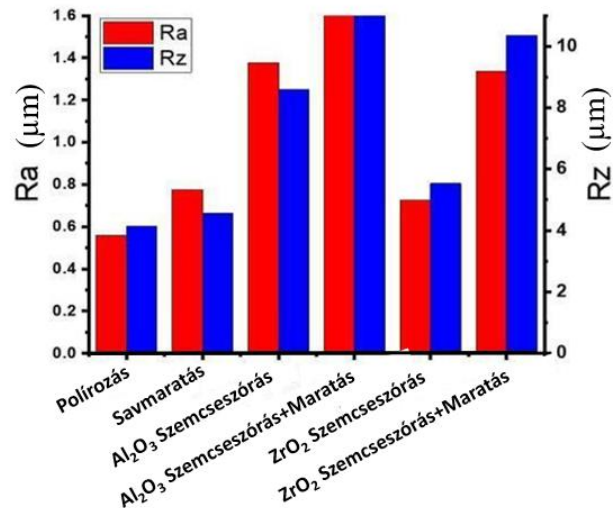
4.12. ábra

A felületi érdesség profilja a megmunkált minta minden egyes állapotára. (a) ZrO₂-dal történő szórás, (b) ZrO₂-dal történő szórás és HF maratás, (c) Al₂O₃-dal történő szórás és (d) Al₂O₃-dal történő szórás és HF maratás.

A húzott-hengerelt próbatestek esetében ZrO₂ szemcseszórás és HF savmaratás eredményeképp 1,5-1,7 μm átlagos felületi érdességet (Ra) és 10,0-12,4 μm közötti egyenetlenség magasságot (Rz) mértem (4.12. ábra), míg Al₂O₃ szemcseszórás és HF savmaratás után 0,7-1,2 μm átlagos felületi érdességet (Ra) és 6,0-11,0 μm közötti egyenetlenség magasságot (Rz) (4.12. ábra).

4.3.3 3D porágyas fémnyomtatással készült minták vizsgálata

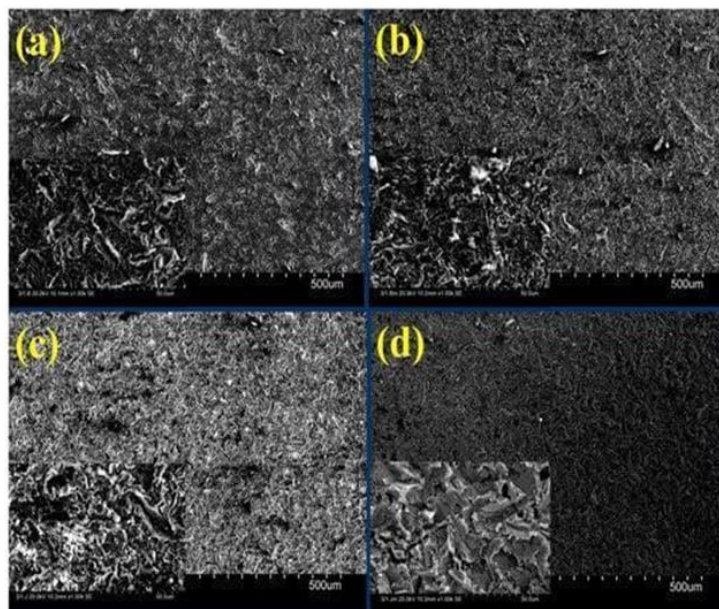
A polírozott 3D porágyas fémnyomtatott minta Ra és Rz értéke 0,559 μm, illetve 4,149 μm volt. A HF maratás, az Al₂O₃-dal történő szórás, az Al₂O₃-dal történő szórás és maratás, a ZrO₂-dal történő szórás, valamint a ZrO₂-dal történő szórás és maratás az Ra és Rz értékét megváltoztatta, amint az a 4.13. ábrán látható.



4.13. ábra

A 3D porágyas fémnyomatott és polírozott és felületmódosított próbatetek felületi érdességének eredményei.

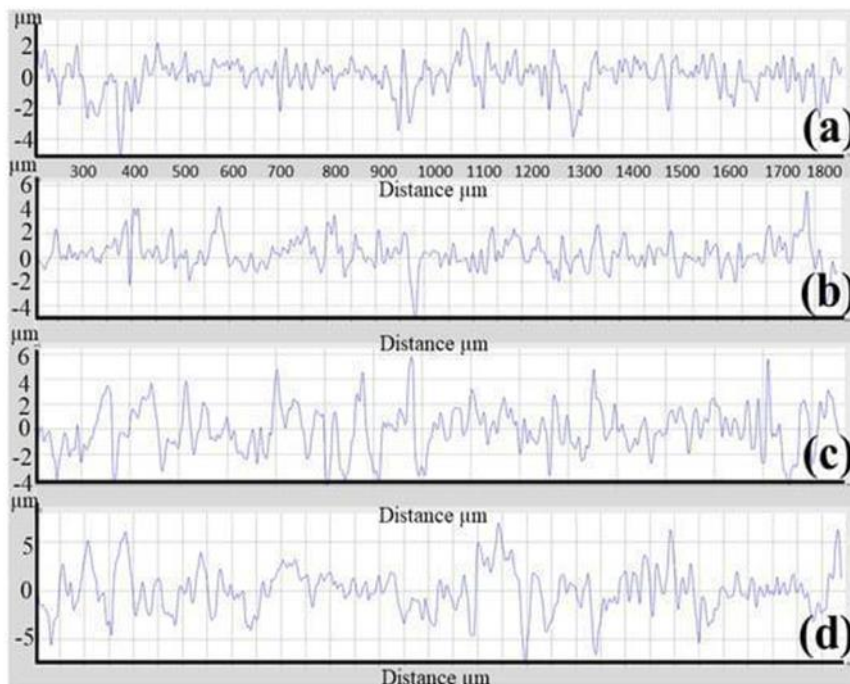
A 4.14.a- 4.14.d. ábra bemutatja a jellemző SEM mikroszkópos felvételeket a ZrO₂-dal történő felület szórás, a ZrO₂-dal történő felület szórás és maratás, az Al₂O₃-dal történő felület szórás, valamint az Al₂O₃-dal történő felület szórás és maratás után.



4.14. ábra

SEM mikroszkópos felvételek a 3D porágyas fémnyomatott minta minden egyes állapotáról. (a) ZrO₂-vel történő szórás, (b) ZrO₂-vel történő szórás és HF maratás, (c) Al₂O₃-mal történő szórás és (d) Al₂O₃-mal történő szórás és HF maratás.

A 4.15. ábra az egyes állapotok közötti érdességi profil különbséget mutatja. Az Al_2O_3 -dal történő szórás és maratás (4.15.d. ábra) és a többi minta (4.15.a-4.15.c. ábra) érdességi profilja közötti különbség a felületi topográfiában volt, amely mély völgyekből ($6\ \mu\text{m}$) és éles csúcsokból ($6\ \mu\text{m}$) áll. Ezek az eredmények azt mutatják, hogy a felületmódosítási eljárás (Al_2O_3 -dal történő szórás és maratás) alkalmas arra, hogy az előállított titánötvözeteken a legnagyobb felületi érdességet érjük el. Továbbá ez a felületi érdesség hierarchikus struktúraként írható le, amely a méretek alapján három különböző típusú felületi érdességből áll: makro-érdesség ($10\text{-}30\ \mu\text{m}$), mikro-érdesség ($1\text{-}10\ \mu\text{m}$) és nano-érdesség ($1\ \mu\text{m}$ -nél kisebb), amelyek mindegyike előnyös az összeintegrációs folyamat szempontjából [43].



4.15. ábra

A felületi érdesség profilja az SLM-mintadarab egyes állapotaihoz. (a) ZrO_2 -dal történő szórás, (b) ZrO_2 -dal történő szórás és HF maratás, (c) Al_2O_3 -dal történő szórás és (d) Al_2O_3 -dal történő szórás és HF maratás.

A 3D porágyas fémnyomatott próbatestek esetében ZrO_2 szemcseszórás és HF savval történő maratás $0,9\text{-}1,5\ \mu\text{m}$ átlagos felületi érdességet (R_a) és $6,7\text{-}12,7\ \mu\text{m}$ közötti egyenetlenség magasságot (R_z) eredményezett. A 3D porágyas fémnyomatott próbatestek esetében az Al_2O_3 -al történt szórás és savas maratás eredményeként egységes, lekerekedett völgyekből és csúcsokból álló topográfiát kaptam, melynek átlagos felületi érdessége (R_a) $1,7\text{-}2,6\ \mu\text{m}$ közötti, egyenetlenség magassága (R_z) pedig $11,2\text{-}20,6\ \mu\text{m}$ közötti (4.14 és 4.15. ábrák).

4.4 Összefoglalás

Részletesen megvizsgáltam különböző felületmódosító technológiák hatását a 3D porágyas fémnyomtatással, öntéssel és képlékeny alakítással előállított Ti6Al4V ötvözetből készült alkatrészek felületi érdességére. Az eredményekből a következő következtetések vonhatók le.

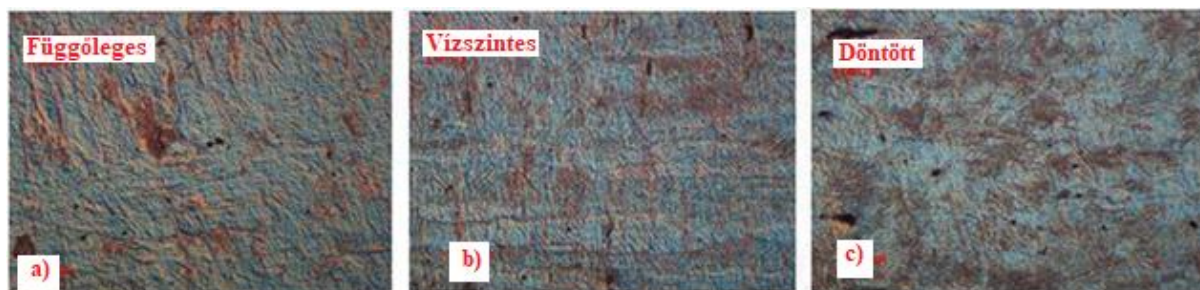
1. Jelentős különbségeket találtam a 3D porágyas fémnyomtatással előállított minták felületi érdességében az öntéssel és a képlékeny alakítással előállítottakhoz képest, miután a felületi módosításokat elvégeztem. Ez a gyártott minták felületi tulajdonságainak különbségére vezethető vissza, ami a szórt részecskék eltérő beépülését eredményezi a minták felületén.
2. A legnagyobb érdesség értékeket az SLM-technikával és Al_2O_3 -dal történő szórással, majd HF maratással előállított Ti6Al4V ötvözeteknél ($R_a = 2,043 \mu\text{m}$, $R_z = 11,742 \mu\text{m}$), illetve a képlékeny alakítással és ZrO_2 -dal történő szórással, majd HF maratással előállított Ti6Al4V-nél ($R_a = 1,631 \mu\text{m}$, $R_z = 10,953 \mu\text{m}$) értem el.
3. Az SLM-gyártott és az Al_2O_3 -dal vagy ZrO_2 -dal szórt minták felületi érdességét jelentősen befolyásolta a HF maratás.
 - Az Al_2O_3 -dal történő szórással + HF maratással készült minták esetében a felületi érdesség ($R_a = 1,337 \mu\text{m}$, $R_z = 8,594 \mu\text{m}$) és ($R_a = 2,043 \mu\text{m}$, $R_z = 11,742 \mu\text{m}$) között nőtt.
 - A ZrO_2 -dal történő szórással + HF maratással készült próbatestek esetében a felületi érdesség ($R_a = 0,726 \mu\text{m}$, $R_z = 5,533 \mu\text{m}$) és ($R_a = 1,336 \mu\text{m}$, $R_z = 10,353 \mu\text{m}$) között nőtt.

5 A 3D PORÁGYAS FÉMNYOMTATÁS ORIENTÁCIÓ VIZSGÁLATA

5.1 Előkísérlet

A vizsgálat során felismertem, hogy a 3D porágyas fémnyomtatással készült próbatestek esetében - ahol kutatásokból ismert, hogy az építőplatformon való elhelyezés (építés szögének változtatása) más-más anyagszerkezeti struktúrát eredményez, eltérő nyomtatási szög alkalmazásával hoztam létre próbatesteket. Ily módon függőleges (90°), vízszintes (0°) és döntött (45°) helyzetű próbatest előgyártmány készült. A próbatesteket az építő platformról történő eltávolításuk után esztergagéppel körszimmetrikusan hengeresre munkáltam. A hengerekből leszúrással öt-öt 8,5mm átmérőjű 3mm vastagságú próbatest korongot készítettem orientációs szögenként az elővizsgálat számára.

A próbatestek metallográfiai elemzése a csiszolat készítése után a ZEISS Axio Imager A1 optikai mikroszkóppal (DIC filterrel) készült. A nyomtatott minták esetében előkészített próbatesteknél jól látszik az eltérő nyomtatási szögből adódó különbség a szerkezetben (5.1. ábra).



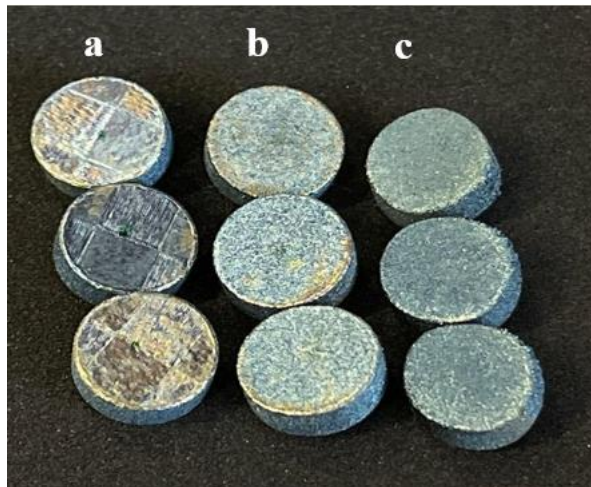
5.1. ábra

A különbözőség vizsgálatára 3D porágyas fémnyomtatással készült próbatestek

a) függőleges, b) vízszintes, c) döntött optikai mikroszkópos képe

Továbbá megfigyeltem, hogy a különböző orientációval kinyomtatott próbatestek az eltérő szögben álló végfelületein a nyers, nyomtatott felszín is jelentős különbséget mutat 5.2. ábra. Az ebben rejlő különbözőség vizsgálata határozta meg a második fő kutatási területemet. Ennek a vizsgálatnak azért van jelentősége, mert az összetett geometriájú implantátumok 3D porágyas fémnyomtatásánál az egyes felületek eltérő nyomtatási szögben készülnek és ebből adódóan a felületi érdesség is más lehet. Tehát az egyéni implantátumok esetében, mivel a felület

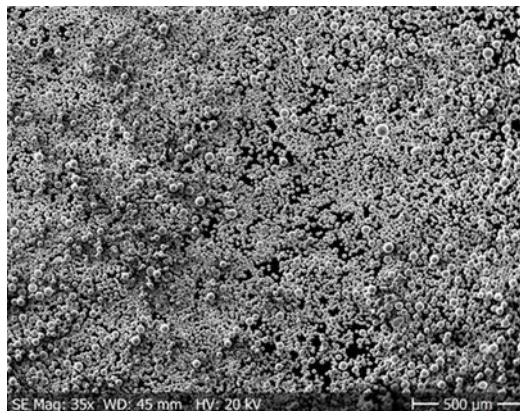
minőségének a szöveti integrációhoz szükséges felülettel kell rendelkezni, ezért az orientáció függő felületképzést szükséges vizsgálni.



5.2. ábra

*A 3D porágyas fémnyomtatással készült nyers felületű próbatetek
a) 90°, b) 45° és c) 0° orientációval*

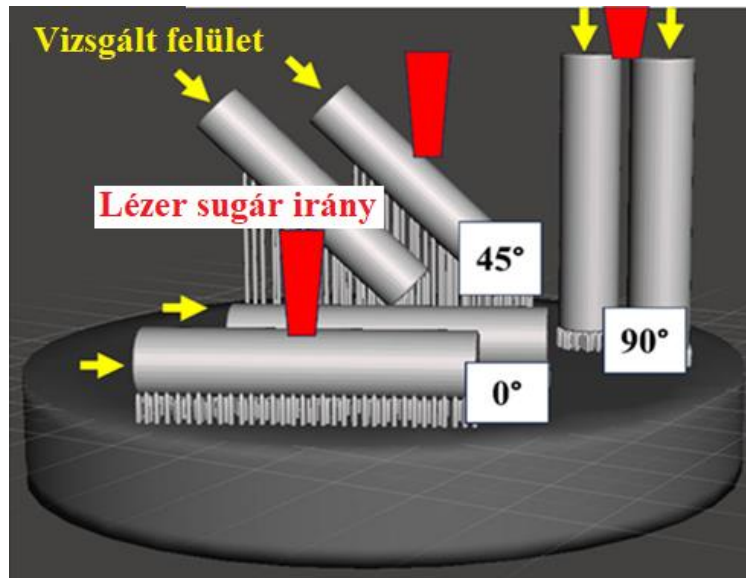
A felhasznált Ti6Al4V por egy plazmaporlasztással készült gömb alakú por (Grade 5), amelynek mérete 10 μm és 40 μm között van. A Ti6Al4V por morfológiáját a 5.3. ábra részletezi. A Ti6Al4V por kémiai összetétele: Ti - 6,11% Al - 4,02% V - 0,17% Fe - 0,09% O - 0,023% N - 0,01% C - 0,003% H tömegszázalékban. A minták elkészítését SLM eljárással géppel (Sisma MYSINT 100) végeztem [45]. Az alkalmazott eljárás paraméterei: 20 μm rétegvastagság, 125 W lézer teljesítmény, 1000 mm/sec pásztázási sebesség és 0,08 mm sraffozási távolság.



5.3. ábra

A felhasznált Ti6Al4V por morfológiáját bemutató SEM-kép.

Az 5.4. ábra a nyomtatási platformon elhelyezett nyomtatandó hengerek virtuális modell képe és elhelyezkedése látható. A nyomtatási program a modellnek megfelelően készült. Ezt követte az additív gyártás és a technológia részét képező feszültség mentesítő hőkezelés, a felhasznált alapanyag gyártójának ajánlása szerint ($^{\circ}\text{C}/\text{h}$). A platformról történő leválasztás után a henger jelölt végéből egy 3 mm magasságú korongot munkáltam le, elkészítve a mintákat (5.2. ábra).



5.4. ábra

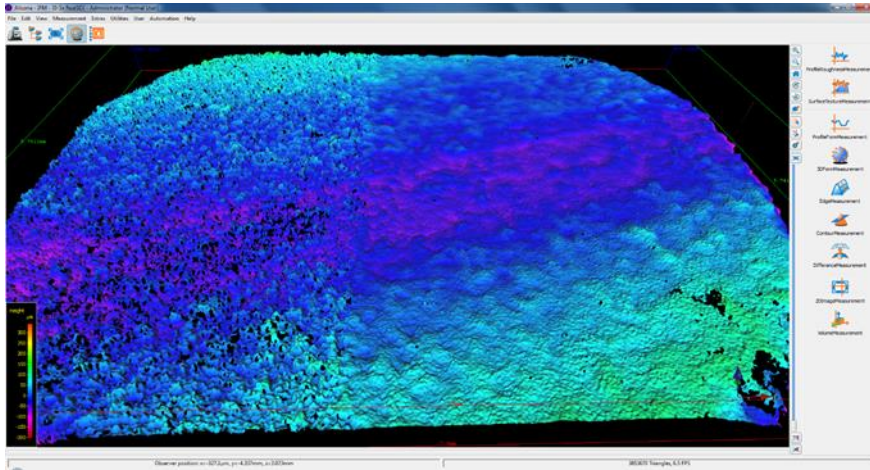
A Ti6Al4V minták 0°, 45° és 90°-os szögű 3D porágyas fémnyomtatási orientációs ábrázolása

5.2 Minták felületi előkészítése

Az SLM után a mintákon háromféle felületmódosítást végeztem, beleértve a savas maratást (E), a szemcseszórás (S) és a szemcseszórás és savas maratást (SE). A savas maratás során a mintákat 30 térfogat%-os fluor savba (HF) merítettem 120 másodpercig 25°C -on. A szemcseszórási eljárás során a mintákat Al_2O_3 szemcsékkel szórt (70-100 μm) 4 bar nyomással 10 másodpercig kezeltem. A szemcseszóráshoz egy Renfert Basic Quattro IS gépet használtam. Vizsgálatokat végeztem a nyers nyomtatott felülethez képest a kezelt felületeken, így négyféle felület állt rendelkezésemre a kutatás során.

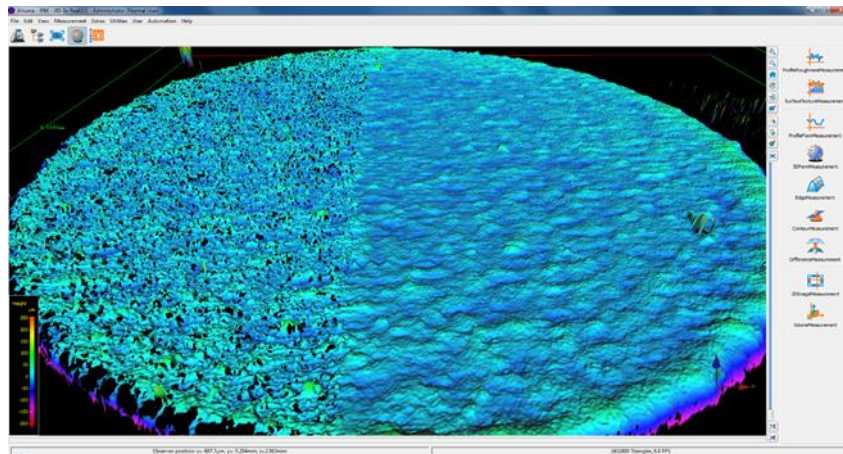
5.3 Vizsgálati eredmények

Tizenkét mintát készítettem a 5.4. ábrán látható 0° , 45° és 90° -os építési irányokban, és vizsgáltam ezeket Alicona fókuszvariációs optikai mikroszkóppal (5.5.ábra, 5.6.ábra, 5.7.ábra) valamint pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM).



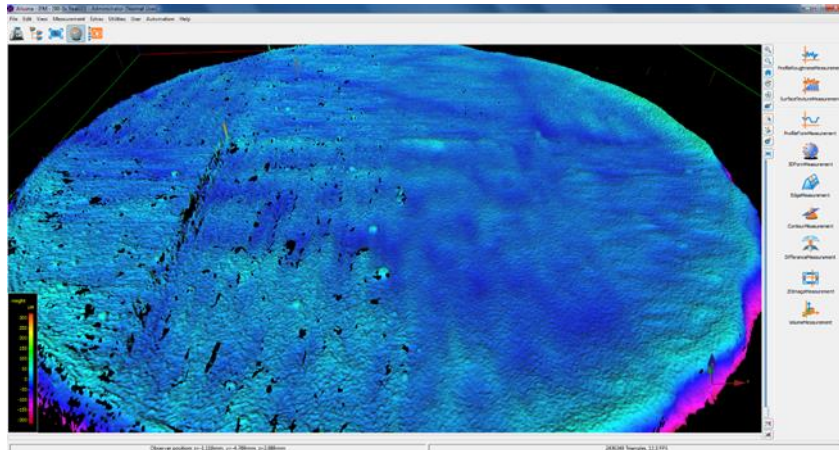
5.5. ábra

3D porágyas fémnyomtatott 0° -os orientációjú próbatest 3D Alicona kép



5.6. ábra

3D porágyas fémnyomtatott 45° -os orientációjú próbatest 3D Alicona kép

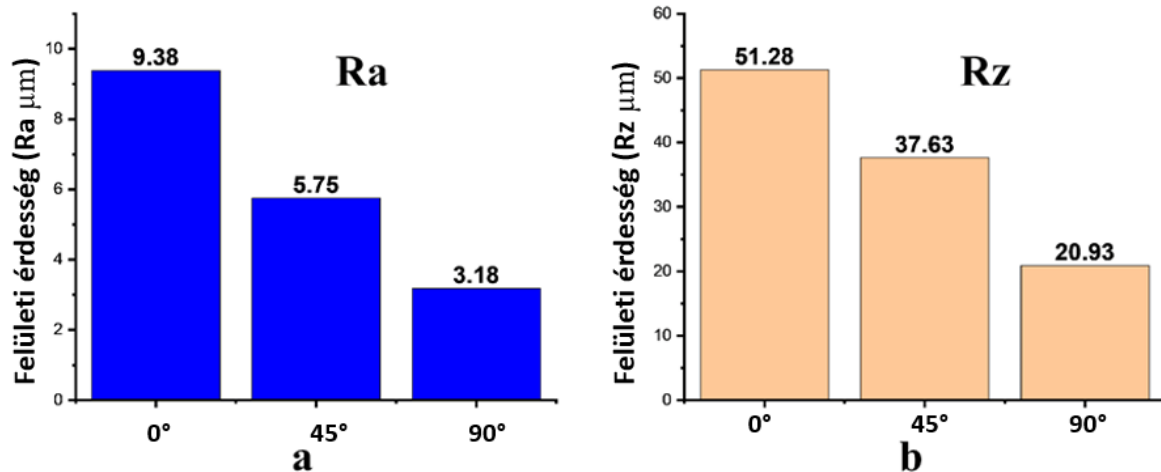


5.7. ábra

3D porágyas fémnyomtatott 90°-os orientációjú próbatest 3D Alicona kép

A 5.8. ábra (a és b) mutatja az építési irány (0° , 45° és 90°) hatását a Ti6Al4V minták felületi érdességére (R_a és R_z). Az R_a és R_z az építési irányok (0° , 45° és 90°) függvényének tekinthető. Látható, hogy az építési irány 0° -ról 90° -ra való növelése a felületi érdesség csökkenését eredményezi ($R_a = 9,38 \mu\text{m}$, $R_z = 51,28 \mu\text{m}$) és ($R_a = 3,18 \mu\text{m}$, $R_z = 20,93 \mu\text{m}$) között. Úgy tűnik, hogy a felületi érdesség értékeinek ez a különbsége hatással lehet az összeintegrációra a rövid és közepes gyógyulási időszakok alatt. Bebizonyosodott, hogy a rövid és a közepes gyógyulási időszakban a $R_a \sim 4,5 \mu\text{m}$ -es érdességi érték kedvez a fogászati implantátumok összeintegrációjának [36, 37, 54, 57, 58].

Az irodalomban fellelhető eredmények [36, 37, 70] alapján arra lehet következtetni, hogy az SLM által különböző építési irányokban előállított minták változó felületi érdessége nem ideális az összeintegráció szempontjából. Amint a 5.8.a. ábra kiemeli, a felületi érdesség 0° -nál ($R_a = 9,38 \mu\text{m}$) és 45° -nál ($R_a = 5,75 \mu\text{m}$) nagyobb, mint az ideálisnak tekinthető érték ($R_a = 4,5 \mu\text{m}$). Míg a felületi érdesség 90° -nál ($R_a = 3,18 \mu\text{m}$) kisebb, mint ($R_a \sim 4,5 \mu\text{m}$). Ezért az SLM-mel gyártott implantátumoknál felületkiegyenlítő eljárást kell alkalmazni, hogy az ideális felületi érdesség legyen elérhető az implantátum felületén az összeintegráció és a biokompatibilitás érdekében [71-73]. Vizsgálataim során a minták felületén az R_z értéket is mértem (5.8.b. ábra), de a szakirodalomban ennek értékére nem találtam az összeintegráció szempontjából egyértelmű ajánlást. Mérési eredményeimet (R_a és R_z) közzétettem.

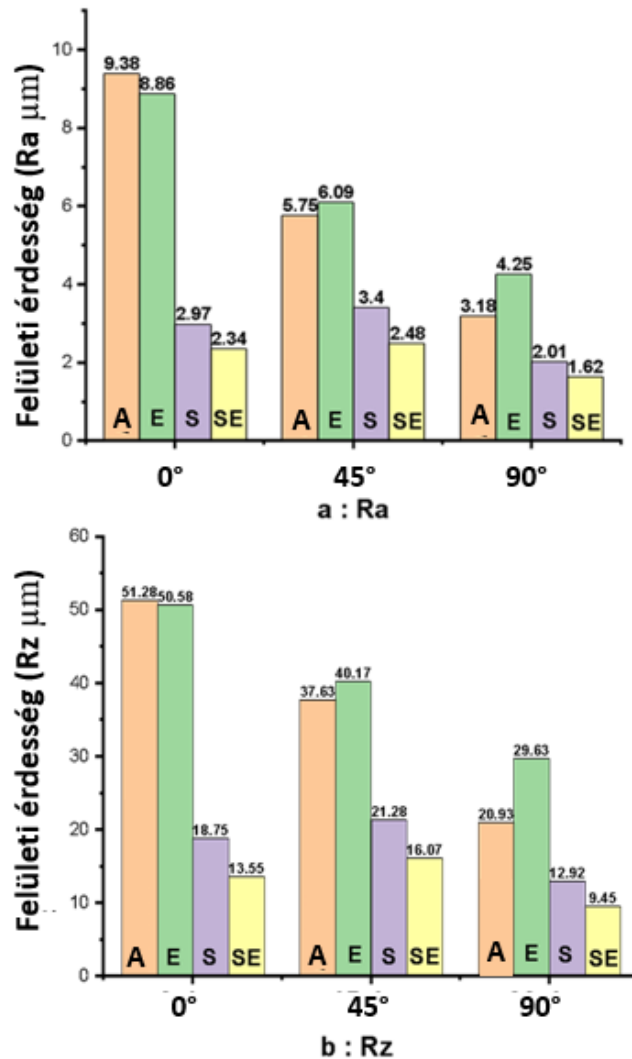


5.8. ábra

A különböző építési szögű 0°, 45° és 90°-os próbatestek felületi érdessége

A 5.9. ábra összefoglalva mutatja be a felületi módosítások hatását az SLM Ti6Al4V minták felületi érdességére (Ra és Rz). A 5.9.a. ábrán megfigyelhető, hogy a 90°-ban gyártott minta HF-dal történő marással a szakirodalomban ideálisnak tekintett átlagos felületi érdességhez ($Ra \sim 4,5 \mu m$) közeli eredményt mutatott ($Ra = 4,25 \mu m$). Az 5.9.b ábrán a felület hullámosságát jellemző Rz értékek láthatóak. A 90°-ban gyártott savmaratott minta átlagos felületi érdessége ($Ra = 4,25 \mu m$) esetén az $Rz = 29,63 \mu m$. Érdekes megjegyezni, hogy a savas maratási folyamat átlagos felületi érdesség (Ra) eredménye 0°-nál ellentmond a 45° és 90°-os orientációnál kapott eredményeknek.

Megállapítottam, hogy a savval maratott minták felületi érdessége 0°-os orientációnál ($Ra = 8,86 \mu m$, $Rz = 50,58 \mu m$), ami kisebb, mint a gyártáskori kezeletlen mintáké ($Ra = 9,38 \mu m$, $Rz = 51,28 \mu m$). A savval maratott minták felületi érdessége 45°-os orientációnál ($Ra = 6,09 \mu m$, $Rz = 40,17 \mu m$), ami nagyobb, mint a gyártáskori, kezeletlen minták felületi érdessége ($Ra = 5,75 \mu m$, $Rz = 37,61 \mu m$). A 90°-os orientáció esetében a savval maratott minták felületi érdessége ($Ra = 4,25 \mu m$, $Rz = 29,36 \mu m$), ami sokkal nagyobb, mint a gyártáskori kezeletlen mintáké ($Ra = 3,18 \mu m$, $Rz = 20,93 \mu m$) (5.9. ábra). Figyelemre méltó, hogy a savmaratás a felületi érdességet a kezeletlen nyers felülethez képest a 45°-os építési irány esetén 6%-kal, míg 90°-os építési irány esetén 34%-kal növeli. Ezen kívül megállapították, hogy a szemcseszórás jelentősen csökkentette a minták felületi érdességét. Továbbá megállapítható, hogy a szemcseszórás után végzett savas maratási eljárás csökkenti a felületi érdességet.



5.9. ábra

A különböző nyomtatási orientációjú irányú és felületmódosítású próbatestek felületi érdessége (A: kezeletlen; E: savas maratás; S: szemcseszórás; SE: szemcseszórás + maratás), a) Ra, b) Rz

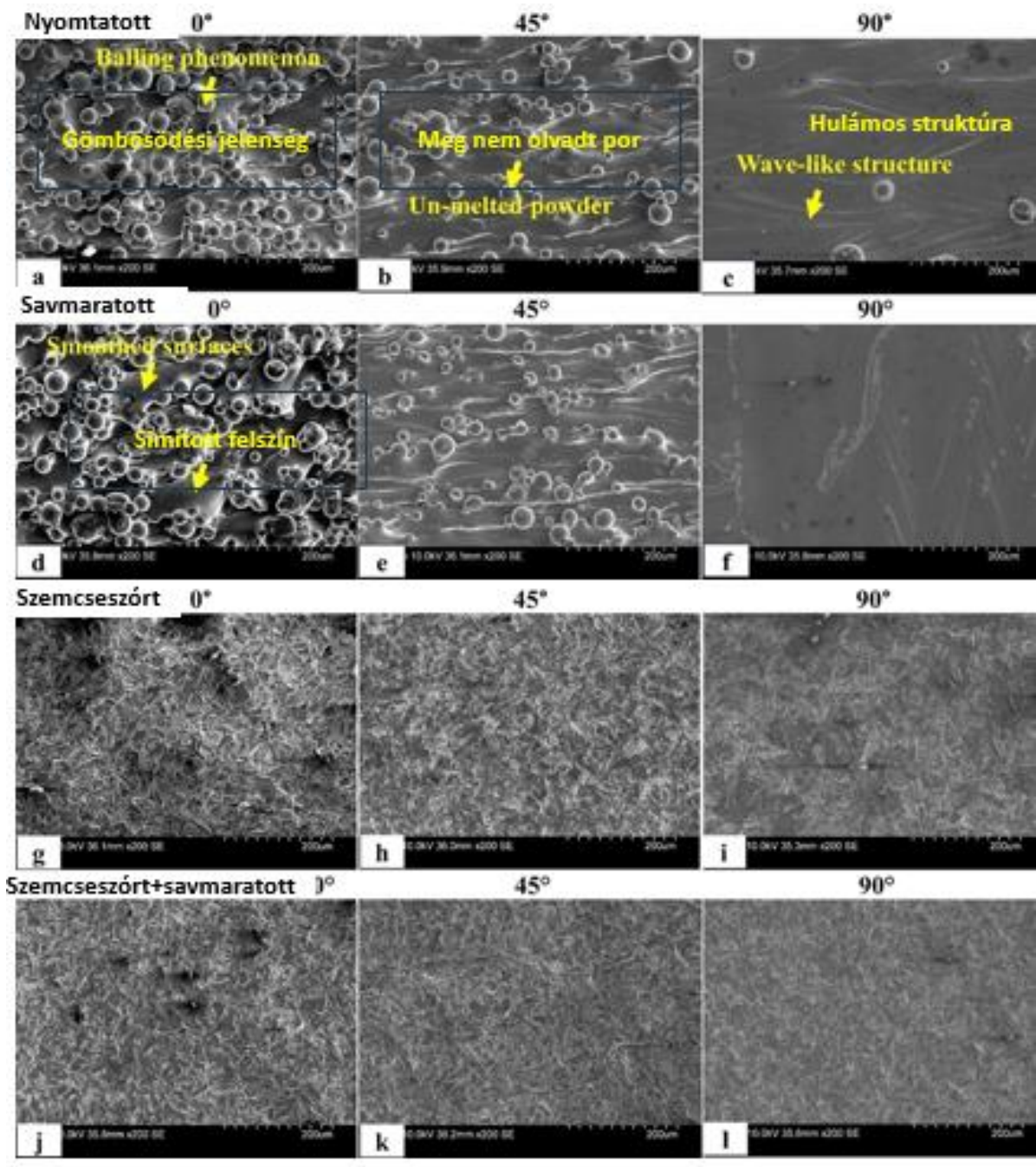
5.4 Vízszintes, függőleges és döntött orientációban nyomtatott minták morfológiai összehasonlítása

Az 5.10.a-c ábra összefoglalja a Ti6Al4V minták felületi morfológiáját a 0°, 45° és 90°-os nyomtatási orientációs állapotban. Az 5.10.a. ábrán látható 0°-nál durva felületet kapunk, és sok részlegesen megolvadt porszemcse marad a felülethez tapadva. Ez a Ti6Al4V porból történő 3D porágyas fémmnyomtatás során a nem elégséges periférián ható lézer energiasűrűségnek köszönhető, ami a Ti6Al4V részlegesen megolvadt porszemcséit

eredményezi, ez az úgynevezett gömbösödés jelensége [74, 75, 76]. Az 5.10.b. ábra a 45°-os orientációban nyomtatott Ti6Al4V minta felületi morfológiáját ábrázolja, ami azt mutatja, hogy a 45°-os orientációs irány erősen kisimítja a perifériás felületet. Az 5.10.c. ábra a 90°-os orientációs iránnyal nyomtatott minta felületét mutatja, ahol a felületen a fém porszemcsék be, illetve összeolvadással a szerkezetbe integrálódtak. A por 90°-os orientációnál másképp olvadt meg, mint a 0°-os és 45°-os orientációnál, ami a felület lépcsős-hullámos struktúráját eredményezi.

A nyomtatás során az egyes rétegek kialakulását a lézernyaláb által megolvasztott szemcsék összeolvadása és a fém porszemcsék részleges beolvadása eredményezi.

A kémiai maratás során a felület megváltozott, a kialakuló heglencsékbe be nem olvadt szemcsék leválnak (5.10. d-f ábra), míg a felületek kisimultak a 90°-os orientációval nyomtatott mintán (5.10.f. ábra), a 0°-os orientációval nyomtatott esetben a keskeny élek feloldódni látszódtak (5.8.d. ábra). A maratás utáni felületi érdesség csökkenés magyarázata a 0°-os orientációval nyomtatott mintában, hogy a nem olvadt porszemcsék egy része eltávolításra került. A 45°-os és 90°-os orientációval nyomtatott mintákban a felületi érdesség növekedése azzal függhet össze, hogy leváló nem beolvadt porszemcsék száma kicsi. Ezenkívül a maróoldatok eltávolítják a titán felületén képződött szennyeződések és titán-oxidot, ami a felületi érdesség növekedéséhez vezet. A szemcseszórt és a szemcseszórt + savmaratott (SE) felületek SEM-vizsgálatát az 5.10. ábra (g-i), illetve az 5.10. ábra (j-l) mutatja. Megállapítható, hogy az SE felületek simábbak, mint a szemcseszórt felületek. Ez annak tulajdonítható, hogy a HF maratás képes eltávolítani a Ti6Al4V felületeken megtapadt Al₂O₃ részecskék jelentős részét, majd ezt követően a titán-oxid réteg feloldódik, ami a felületi érdesség csökkenéséhez vezet.



5.10. ábra

SEM-felvételek az SLM-mel előállított Ti6Al4V különböző nyomtatási orientációs irányokkal és felület módosításokkal

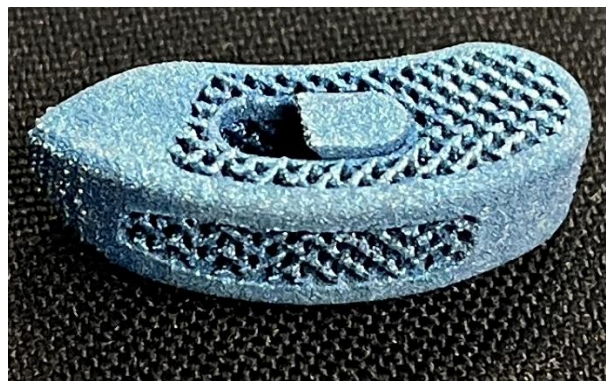
5.5 Összefoglalás

A kutatásom célja az SLM-eljárás orientációs irányának és a felület módosításoknak a Ti6Al4V ötvözet Ra és Rz értékére gyakorolt hatásának vizsgálata volt. A vizsgálati eredményekből a következő következtetéseket állapítottam meg:

- 1- Az SLM-eljárás orientációs iránya döntő szerepet játszik a Ti6Al4V ötvözet kialakuló felületi érdességében. Az orientációs irány 0° -ról 90° -ra történő növelése a Ti6Al4V ötvözet Ra és Rz értékének csökkenéséhez vezetett.
- 2- A felületi érdességi eredmények a 0° -os orientációval nyomtatott minták HF savas maratás után a felületi érdesség csökkenését mutatták, ami a 0° -os mintában lévő nem olvadt porszemcsék nagy csoportjának eltávolításának tulajdonítható.
- 3- A felületi érdesség eredményei a 45° -os és 90° -os orientációval nyomtatott minták HF savas maratása után a felületi érdesség növekedését mutatták, ami annak tulajdonítható, hogy az eltávolított nem olvadt porszemcsék száma viszonylag kicsi. A maróoldat eltávolítja a titán felületén képződött szennyeződések és titán-oxidot, ami a felületi érdesség növekedéséhez vezet.
- 4- A 90° -os orientációban nyomtatott minta HF savval maratott Ti6Al4V felületek a felületi érdességet ($R_a = 4,25 \mu\text{m}$, $R_z = 29,63 \mu\text{m}$) tekintve kiemelkedőnek bizonyultak, mert az R_a érték közelít az irodalmi kutatások szerinti $R_a=4,5\mu\text{m}$ összeintegráció ideális felületi érdességhez.

6 ÖSSZEGZETT KÖVETKEZTETÉSEK

A kutatásom során elvégeztem az öntött, a húzott-hengerelt és a 3D porágyas fémnyomtatott Ti6Al4V Grade 5-ös minőségű ötvözet különböző technológiával létrehozott az azonos módszerrel előállított felület érdesség képzését és vizsgálatát. Az alkalmazott gyártási technológiák és felületkezelési eljárások az orvostechnikai eszközök gyártásánál, valamint a fogtechnikai gyakorlatban is alkalmazottak. A mai kor műszaki követelményeinek megfelelő 3D porágyas fémnyomtatás alkalmazása lehetőséget adott arra, hogy a nyomtatási orientáció felületi érdességre gyakorolt hatását, valamint az azonos felületkezeléseknek a hatását egyaránt vizsgálhassam. A 3D porágyas fémnyomtatással gyártott Ti6Al4V összetett geometriájú egyéni implantátumok felületi érdessége különböző orientációjú helyzetekben azonosságot kell, hogy mutasson az ideális összeintegráció biztosítása érdekében, de az eltérő orientáció miatt ez csak közelíthető. Kutatási eredményeim az egyéni implantátumok gyártása során kiemelten fontosak, mivel a gyakorlatban olyan alakzatokat lehet létrehozni, amelyek felületét a gyártást követően nem lehet sem gépi sem manuális utómunkával kezelni. A 6.1. ábrán egy áltrabelkuláris szerkezetet formázó csigolya távtartó látható Ti6Al4V Grade 5 ötvözetből SLM nyomtatással. A speciális pórus szerkezet az utómunkához nem hozzáférhető felületeket tartalmaz, ezért szükséges a vizsgálata a szerkezeten belül kialakult felület orientációs különbözőségeinek és azok kezelhetőségének.



6.1. ábra

Áltrabelkuláris, strukturált nyomtatott szerkezet

A kutatási eredményeim alapján új tudományos megállapításokat fogalmaztam meg.

7 ÚJ TUDOMÁNYOS EREDMÉNYEK

A különböző technológiákkal előállított Ti6Al4V ötvözetek húzott hengerelt, öntött és 3D porágyas fémnyomtatással készült próbatestek felületi érdességét vizsgáltam polírozás, szemcseszórás (Al_2O_3 és ZrO_2), savmaratás (HF) és ez utóbbi két eljárás egymást követő alkalmazásával. Minden gyártási technológia esetén a felületelőkészítés, illetve felületkezelést azonos paraméterekkel végeztem.

1.) Tézis:

Kimutattam, hogy Ti6Al4V Grade 5 ötvözetek esetében, összehasonlítva a húzott hengerelt, öntött és 3D porágyas fémnyomtatással készült próbatestek felületi érdességét abszolút értékben a legnagyobb $R_a=1,401 \mu\text{m}$ értéket ZrO_2 szemcseszórással a húzott-hengerelt felületen lehet elérni az alkalmazott paraméterekkel (4 bar nyomás), amely 92 %-kal nagyobb a 3D porágyas fémnyomtatott felület $R_a=0,726 \mu\text{m}$ értékénél. Hasonló tendenciát mutattak a ZrO_2 szemcseszórást követően az R_z értékek is (3D porágyas fémnyomtatott $R_z=5,533 \mu\text{m}$, húzott $R_z=8,644 \mu\text{m}$) [14, 61, 77, 78].

Fókuszvariációs mikroszkóppal végzett felület topográfiai mérésekkel kimutattam, hogy míg az öntött és a 3D porágyas fémnyomtatott próbatestek esetén a polírozott felületen végzett Al_2O_3 szemcseszórás eredményezett nagyobb felületi érdesség értéket, addig a húzott-hengerelt alapanyagból készült próbatestnél a ZrO_2 szemcsék esetében volt kimutatható nagyobb felületi érdesség.

*7.1. táblázat
Szemcseszórás hatása a felületi érdességre*

| Minták | Polírozott R_a (μm) átlag | ZrO_2 -dal szemcseszórt R_z (μm) átlag | ZrO_2 -dal szemcseszórt R_a (μm) átlag | Al_2O_3 -dal szemcseszórt R_a (μm) átlag | Al_2O_3 -dal szemcseszórt R_z (μm) átlag |
|---------------------------|---|---|---|--|--|
| Öntött | 0,503 | 7,897 | 0,899 | 1,236 | 8,358 |
| Húzott-hengerelt | 0,463 | 8,644 | 1,401 | 0,65 | 4,717 |
| 3D porágyas fémnyomtatott | 0,559 | 5,533 | 0,726 | 1,337 | 8,593 |

2) Tézis:

Kimutattam, hogy a Ti6Al4V Grade 5 ötvözetek esetében kémiai HF savmaratás a 3D porágyas fémnymtatott minták polírozott felületeinek átlagos felületi érdességét ($R_a=0,559 \mu\text{m}$) 38,9 %-kal növeli a nyers felülethez képest, míg a húzott hengerelt daraboknál nem befolyásolja, az öntött minták esetén pedig csökkenti 31%-kal [14, 61, 77, 78].

7.2. táblázat
HF maratás hatása a felületi érdességre

| Minták | Polírozott R_a (μm) átlag | HF savmaratott R_a (μm) átlag |
|--------------------------|--|--|
| Öntött | 0,503 | 0,344 |
| Húzott-hengerelt | 0,463 | 0,462 |
| 3D porágyas fémnymtatott | 0,559 | 0,776 |

3.) Tézis:

Kimutattam, hogy 3D porágyas fémnyomtatott, húzott-hengerelt és öntött Ti6Al4V Grade 5 ötvözetek polírozott felületein a szemcseszórás (Al_2O_3 vagy ZrO_2 , 4 bar nyomás) követő maratással (HF sav) mindegyik esetben nő a felületi érdesség (Ra, Rz) [78].

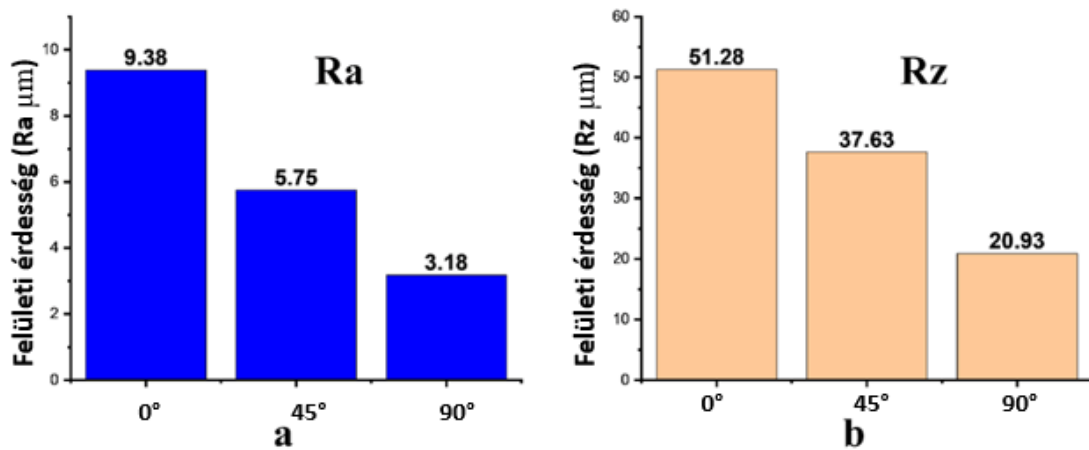
A kémiai maratás a felületi érdességet a különböző módon előállított minták esetében az alábbiak szerint befolyásolta, a 3D porágyas fémnyomtatás és Al_2O_3 -mal történő szórással, majd HF maratással előállított Ti6Al4V Grade 5 ötvözeteknél ($R_a = 2,043 \mu\text{m}$, $R_z = 11,742 \mu\text{m}$), illetve a képlékeny alakítással és ZrO_2 -dal történő szórással, majd HF maratással előállított Ti6Al4V-nél ($R_a = 1,631 \mu\text{m}$, $R_z = 10,953 \mu\text{m}$).

7.3. táblázat
Szemcseszórás és HF savmaratás hatása a felületi érdességre

| Minták | Polírozott R_a (μm) átlag | Al_2O_3 -dal szemcseszórt és HF savmaratott R_a (μm) átlag | ZrO_2 -dal szemcseszórt és HF savmaratott R_a (μm) átlag |
|-------------------------------|---|---|---|
| Öntött | 0,503 | 1,468 | 1,057 |
| Húzott-hengerelt | 0,463 | 0,940 | 1,631 |
| 3D porágyas fém nyomtatott | 0,559 | 2,043 | 1,336 |

4.) Tézis:

A Ti6Al4V Grade 5 (10-40 μm szemcseméret) alapanyag 3D porágyas fémnyomtatás (20 μm rétegvastagság, fókusztáv 55 μm ,) orientációjának a nyomtatással kapott felületi érdességre hatása van. 0° -os orientációs szögben nyomtatott felület esetében az $R_a=9,38$ μm , $R_z=51,28$ μm , 45° -os orientációs szögben nyomtatott felületeknél $R_a=5,75$ μm , $R_z=37,63$ μm , 90° -os orientációs szögben nyomtatott felületeknél $R_a=3,18$ μm , $R_z=20,93$ μm [14, 61, 77, 78].

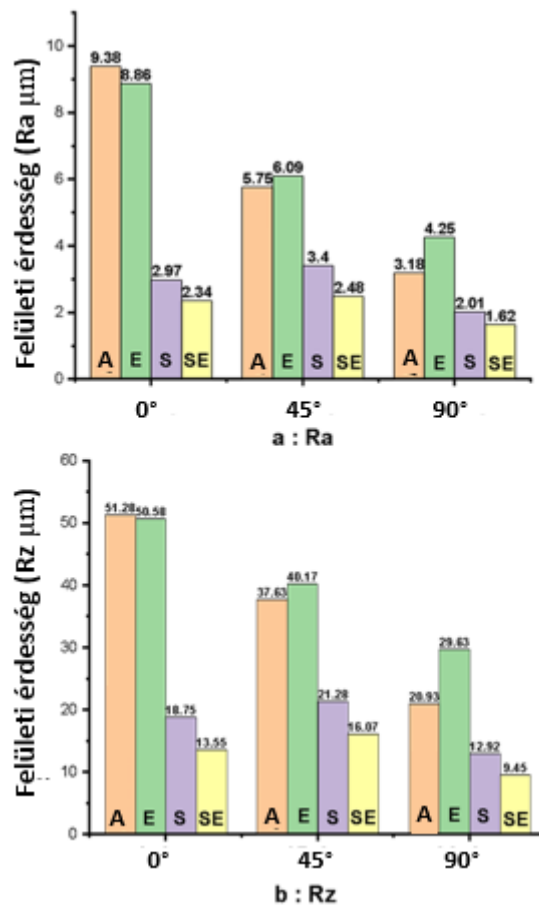


5.8. ábra

A különböző építési szögű 0° , 45° és 90° -os próbatestek felületi érdessége

5.) Tézis:

A Ti6Al4V Grade 5 (10-40 μm szemcseméret) alapanyag 3D porágyas fémnyomtatás (20 μm rétegvastagság, fókusztávolság 55 μm) orientációjának a nyomtatással és HF savmaratással kapott felületi érdességre hatása van, 0° -os orientációs szögben nyomtatott $R_a=8,86 \mu\text{m}$, $R_z=50,58 \mu\text{m}$, ami a nyomtatott felületi érdességhez képest csökkent, míg 45° -os orientációs szögben nyomtatott $R_a=6,09 \mu\text{m}$, $R_z=40,17 \mu\text{m}$, és a 90° -os orientációs szögben nyomtatott $R_a=4,25 \mu\text{m}$, $R_z=29,63 \mu\text{m}$ felületi érdesség nőtt [14, 61, 77, 78].



5.9. ábra

A különböző nyomtatási orientációjú irányú és felületmódosítású próbatestek felületi érdessége (A: kezeletlen E: savas maratás; S: szemcseszórás; SE: szemcseszórás + maratás).

8 AJÁNLÁSOK ÉS JÖVŐBENI TERVEK

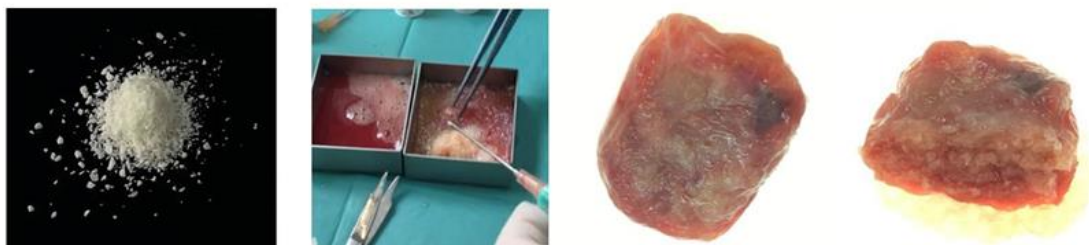
A humán csont mátrix zselatin (Bone Matrix Gelatin=BMG) kortikális csontból előállított steril csontpótló készítmény, amely kollagénmentes csontfehérjéket tartalmaz, köztük nagy számban csontnövekedési faktorokat aktív formában.

A BMG dezantigenizált, dekalcinált, részlegesen önemésztett partikulált, liofilizált csontpótló, aminek csontosodást kiváltó hatása igazoltan felülmúlja a szivacsos csontpótlókét. A létrejövő, jórészt kortikális csont biomechanikai tulajdonságai optimális környezetet nyújtanak az implantátumok beültetésére. Tapasztalatok alapján az ideális szemcseméret alkalmazási helytől függően 0 – 300 μm -ig használatos.

A BMG szervdonorok friss kortikális csontjából származik. Szigorú donorselektációs kritériumok után a nemzetközi standardoknak megfelelő szerológiai és PCR teszttel szűrik a donorokat, így zárva ki a hepatitis B, C, a HIV 1 és 2, a SARS Cov-2 valamint a treponema átvitelét. A feldolgozási folyamat végén a BMG-t sterilizálják.

A Xenograftokkal (szintetikus csontkészítmények) szemben számos előnye van. Például:

- gyorsabb beépülés
- jobb csontindukció
- nincs fajidegen fehérje terhelés
- a beültetett BMG teljesen lebomlik fokozatosan, a párhuzamosan helyén újonképződő saját csont semmiben nem különbözik a környezettől. Nincsenek szigetszerű zárványok, amik biomechanikailag gyengébbé, vagy törékenyebbé tenné a csontot

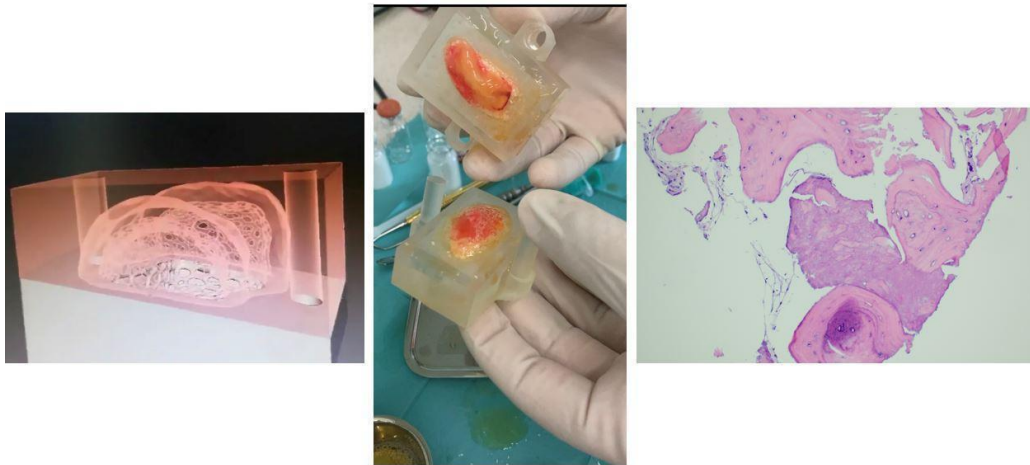


8.1. ábra

A BMG regeneratív élő szövettenyésztés folyamata (kortikális őrlemény, fibrin emulzió, nyers szövetkompozit)

A recipiens páciens saját véréből hozzuk létre a centrifugálással izolált, számunkra fontos fibrint, vérlemezkét, fehérvérsejtet és őssejtet.

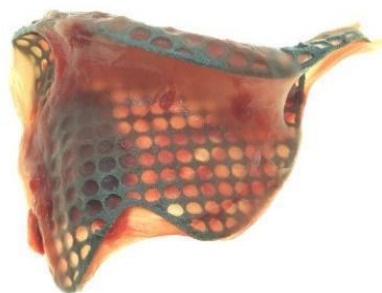
Az ily módon létrehozott sticky bone, BMG sebészeti és szájsebészeti ellátások során egyre gyakrabban alkalmazott szövetpótló rekonstruáló eljárás. Személyesen öt éve foglalkozom szakterületemet érintően humán eredetű csontrekonstrukcióval, ami mérnökként a pótlandó terület képző eljárásokkal támogatott virtuális tervezését és a fizikai megmunkálást jelenti. Kutató orvosokkal való együttműködés és a jó kapcsolat során folyamatos innovációban vehetek részt ezen a mérnöki és orvosi multidiszciplináris tudományokat ötvöző határterületen. A korábban jött ötlet alapján például szövetek 3D formázással, nyomtatással kezdtünk foglalkozni, de egy egyszerűbb formázási mód hamarabb teret hódított és használhatóvá vált a gyakorlatban, ami egy virtuális tervezéssel megalkotott és 3D gyártással létrehozott formázósablon volt, amelyben az élő szövetelemeket további szintézisre, fejlődésre bírtuk a számunkra létrehozott idealizált körülmények között. A végeredményként kapott szövettani vizsgálat bizonyította a szöveti integrációt.



8.2. ábra

Formázó bioreaktor és a szövet kialakítás valamint annak szövettani metszete

Egy vizsgálat során a PRF membrán azon kísérletét végeztük el, hogy képes-e in vitro a titánháló felületén is megtapadva fejlődni élő szövetként. Mivel a kísérlet sikerült ez indította el tudományos kutatásomat abba az irányba, hogy hogyan tudjuk tökéletesíteni a szervezeten kívüli, szintetikus körülmények között a fém és a szöveti kapcsolat kialakulását.



8.3. ábra

A felület kezeletlen „nyers” titánháló vascularizált szövetesedési eredménye

A fenti képen is jól látható a kecsegtető eredmény, amely in vitro szöveti tapadását és kialakuló vascularizációját (átereződését) mutatja.

A további kutatásom célkitűzései a titán, mint egyéni implantátumoknál használt vázszerkezet (scaffold) minimalizálása, a szöveti összeintegrációs kapcsolat és a vascularizációs készség maximalizálásának érdekében végzett vizsgálatok elvégzése. A célkitűzéseim között szerepel továbbá, hogy a kutatásom során olyan eszköz kerüljön kifejlesztésre (bioreaktor), amely arra szolgál, hogy a pácienseknek egyéni, beültetésre alkalmas titán implantátum felületén saját élő csontszövetet lehessen tenyészteni a hiánypótló 3D-s formai követelményeknek megfelelően az előzőekben bemutatott csont mátrix zselatin (BMG) felhasználásával.

Biológiai vizsgálatok

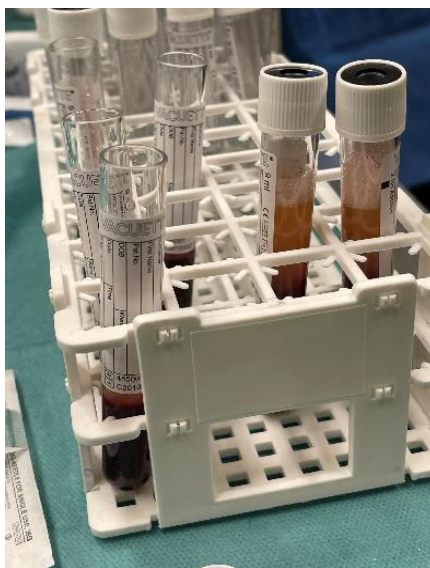
Előzetes vizsgálatokat végeztem két próbatestenen, a sárga feliratú húzott hengerelt és a kék feliratú 3D nyomatott SLA felszínnel kialakított titán felületen (8.4. ábra).



8.4. ábra

A 3D porágyas fémnyomatott és a húzott hengerelt próbatestek sterilizálás után

A szövet integrációs vizsgálatokat a győri Petz Aladár Megyei Oktató Kórház Nyugat Magyarországi Regionális Szövetbankjában végeztem. A vizsgálatok célja, hogy trombocita-gazdag humán vérkomponensekből álló PRF sejtenyészetet hozzak létre in vitro körülmények között a vizsgált titán próbatesteken.



8.5. ábra

A szövettenyésztés alapjául szolgáló fázis elválasztással létrehozott vérkomponensek izolált körülmények között

Steril körülmények között, steril eszközökkel a titán próbatest felület kezelt oldalára felhelyezésre került a PRF szövetelem (8.6. ábra), majd ezt követően a biológiai sejt kultúra

tenyésztésére alkalmas tégelybe helyeztem el és feltöltöttem a sejt szaporításhoz szükséges fehérvérsejtet, albumint, növekedési hormont stb. tartalmazó vérkomponenssel (8.7. ábra).



8.6. ábra

Az élő szövet elhelyezése a titán próbatesten



8.7. ábra

Tenyésztésre elkészített humán szövet

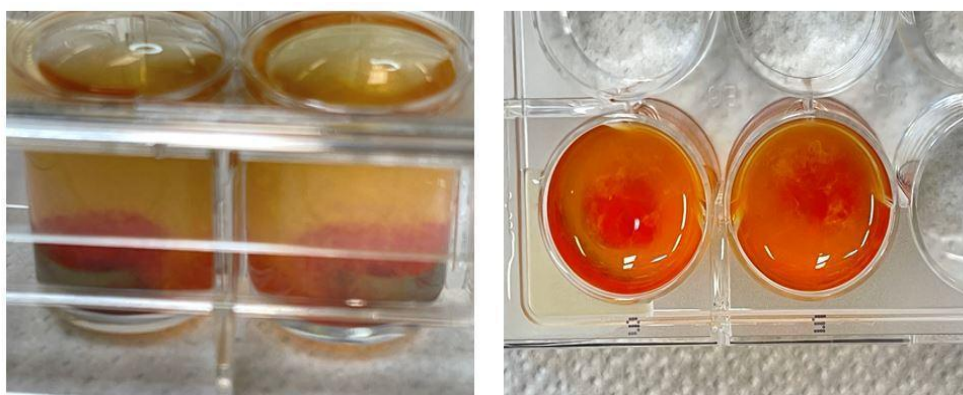
Az ily módon előkészített sejt kultúra 5 napra +4°-os hőmérsékletre került (8.8. ábra). Az 5 nap a sejt kultúra életének első ciklusa, azaz a körülményt fenntartó folyadékot frissíteni és/vagy cserélni kell. Ez az időszak elegendő kell legyen ahhoz, hogy a szövetelem élet illetve integrációs készsége a titán felületen megjelenjen.



8.8. ábra

A szövettenyésztés hűtve tárolása

5 nap eltelte után a szövetelemet elővettük és megvizsgáltam, hogy kialakult-e ilyen rövid idő alatt bármilyen felületi tapadás, integráció a szövet és a titán között (8.9. ábra).



8.9. ábra

A tenyésztett szövetelemek

Az irodalomkutatás alapján ismert volt számomra, hogy a szövetelem hogyan tartható életben és hogyan szaporítható in vitro, de ennek a tesztjére szükség volt, mert a kutatásom további része a PRF membránból létrehozott BMG egy kifinomultabb sejt kultúra létrehozása komplex humán komponensekkel, ahol már nem csak a sejtes adhesiv primer tapadást vizsgálom, hanem a csontszövetek szaporítása és ennek szöveti tapadása mi módon valósul meg az erre az

integrációs célra kialakított titán felületen. Az elsődleges kísérletek egyértelműen mutatták, hogy a szövetelemek életképesek maradtak, láthatóan kialakult bennünk a mikro vascularizáció (erezettség), de igazán nagy előrelépést annak a vizsgálatnak az eredménye jelentette számomra, hogy megjelent a szöveti tapadás a felületen, amit ugyan nem mért körülmények között, viszonylag csekély erővel távolítottam el (8.10. ábra). Az eltávolítás után a titán próbatesteket formalinba tárolva további mikroszkópos vizsgálatokra készítettem elő (8.11. ábra).



8.10. ábra

A szövetelem integrációja és eltávolítása a próbatestről



8.11. ábra

Szövettapadás mikroszkópos vizsgálatára formalinban előkészített próbatestek

A szöveti kísérletek következő lépése a korábbi vizsgálatok eredményeként kapott nyomtatott titán próbatesten kialakított SLA felszín, mely alumínium-oxiddal és zirkónium-dioxiddal

külön-külön egyaránt kezelést kap. A szövetelem ebben a vizsgálatban már BMG szövetkompozit lesz, amely az el nem kötelezett sejtek „fejlődési motivációjaként” humán kortikális csont frakciókat tartalmaz. Ez a vizsgálat alapozza meg a bioreaktor tézisémet, amelyben már nem csak funkcionálisan alakítom a szövetelemeket, hanem geometrikusan is a mechanikai vizsgálatokhoz.

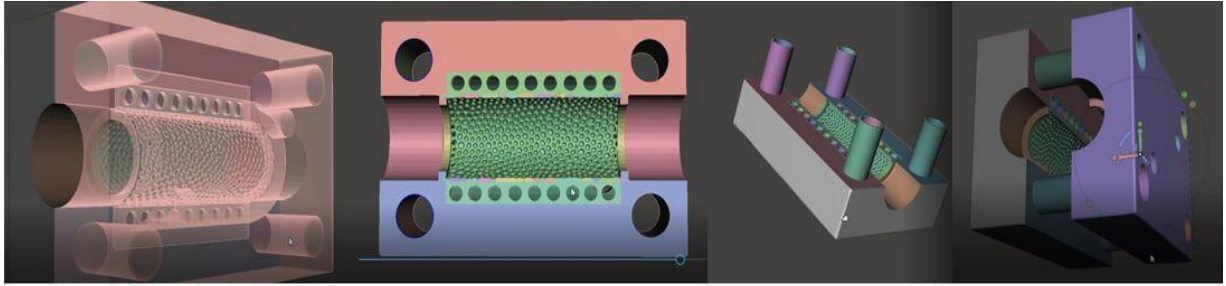
Bioreaktor

Az előzőekben bemutatott eredmények alapján bizonyítást nyert a kalcium foszfátos felületkezelési eljárás sikere és az, hogy a kalcium-foszfát nagy mennyiségben stabilan a felszínbe ágyazódott. A titán és a kalcium-foszfát együttes jelenléte és megfelelő morfológiája optimális felületet kínál a fibrin szálak megtapadásához, ami elindítja az extracellorális mátrix képződését és a csont morfogenezist. Tehát azt várjuk, hogy a fibrin szálak minél gyorsabban és minél nagyobb számban hozzá tapadjanak a felszínhez, ahol stabil összeintegráció és intenzív csontképződés jön létre.

Ez a biológiai folyamat az alapja az általam megalkotott bioreaktornak. Ennek a kialakításával a cél, hogy egy optimális élő szövet – titán szintézist hozzunk létre, amely kapcsolódásának a mechanikai szilárdságát vizsgálni tudjuk a „próbatesszt” létrehozásával.

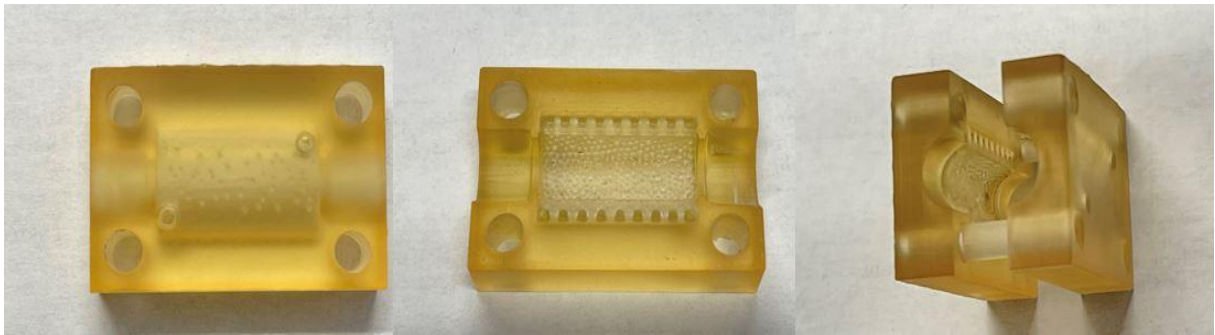
A tervezés során figyelmet fordítottunk a titán próbatesszt pontos és stabil elhelyezésére, a bioreaktor funkció készségére, amely a hálóstruktúrán keresztül az élő szövet növekedéséhez szükséges „tápfolyadék” folyamatos ellátását biztosítja. A hálóstruktúra kialakítása és a perforáció méreteinek a meghatározása a korábbi kísérleteken és tapasztalatok alapján történt, figyelembe véve a BMG-ben használt kortikális csont granulátum frakciójának méreteit.

A BMG-ben (Bone Matrix Gelatin) megtalálható fehérvérsejtek (leukociták) és a vérlemezkékből kiáramló cytokinek és növekedési faktorok elindítják a csontosodás folyamatát, amely optimális esetben elvezet a csontszövet képződéséhez, ezáltal önálló vascularizációt is eredményez.



8.12. ábra

A bioreaktor virtuális terve



8.13. ábra

A sterilizálható fotopolimer alapanyagból SLA technológiával készült bioreaktor

9 IRODALOMJEGYZÉK

[1] Le Guéhennec L, Soueidan A, Layrolle P, Amouriq Y.: Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration. *Dent Mater.* 2007 Jul;23(7):844-54. doi: 10.1016/j.dental.2006.06.025.

[2] Rohit Raghavan et al.: Surface Treatments of Implant: A Review, *International Journal of Science and Healthcare Research*, Vol.5; Issue: 1; Jan.-March 2020, Review Article ISSN: 2455-7587

[3] Gaetano Marenzi, Filomena Impero, Fabio Scherillo, Josè Camilla Sammartino, Antonino Squillace, Gianrico Spagnuolo: Effect of Different Surface Treatments on Titanium Dental Implant Micro-Morphology, *Materials*, vol. 12, issue 5, Article ID 733, 2019, pp. 1-14

[4] Rafael Menezes Nunes et al.: Volume 4 heat treating, 10th edition, ASM International, Ohio, 1991, 1012 pages

[5] Eman Abuhajar: Effect of Implant Material And Surface Characteristics on The Surface and Mechanical Properties of Dental Implants, PhD thesis, The University of Sydney School of Medical Sciences, Sydney, 2019

[6] Dobránszky J: Titán: a fém, amelyet a repülés tett nagyvá, *Fémkohászat*, 137.évf. 1. szám 2004. p. 29-36

[7] Koppány, F., Bérczy, K., Körmöczy, K., & Németh, Z. (2019). A fogászati implantátumok csontbeépülését befolyásoló „klasszikus” tényezők változásai az elmúlt évtizedekben. *Orvosi Hetilap*, 160(37), 1455–1463. doi:10.1556/650.2019.31503

[8] Nagy P, Joób-Fancsaly Á, Schindler Á, et al.: Surface modification of dental implants. *Biomech Hung.* 2014; 7: 42–49.

[9] Verő József, Káldor Mihály: *Fémtan*; Miskolci Egyetem 1977

[10] Dr. Gácsi Zoltán, Dr. Mertinger Valéria: *Fémtan*; TÁMOP-4.2.5.B-11/1-2011- 0001; http://www.tankonyvtar.hu/en/tartalom/tamop425/2011_0001_531_femtan/index.html

- [11] Hatos István: Additív szerszámgyártás technológiájának fejlesztése járműipari alkatrészek gyártásához, doktori értekezés, Széchenyi István Egyetem, Győr, 2020
- [12] L. Hitzler, J. Hirsch, B. Heine, M. Merkel, W. Hall, A. Öchsner: On the Anisotropic Mechanical Properties of Selective Laser-Melted Stainless Steel, *Materials* (Basel). 10 (2017) 1136. <https://doi.org/10.3390/ma10101136>.
- [13] N. Shahrubudin, T.C. Lee, R. Ramlan: An Overview on 3D Printing Technology: Technological, Materials, and Applications, *Procedia Manufacturing*, Volume 35, 2019, Pages 1286-1296, ISSN 2351-9789, <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2019.06.089>.
- [14] Jaber, H.; Kónya, J.; Kulcsár, K.; Kovács, T. Effects of Annealing and Solution Treatments on the Microstructure and Mechanical Properties of Ti6Al4V Manufactured by Selective Laser Melting. *Materials* 2022, 15, 1978.
- [15] Omoniyi, P. O., Akinlabi, E. T., & Mahamood, R. M. (2021). Heat Treatments of Ti6Al4V Alloys for Industrial Applications: An Overview. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 1107(1), 012094. doi:10.1088/1757-899x/1107/1/012094
- [16] Brent Higgins, Seamus Tredinnick: 3D printed implants and osseointegration: What you can do with 3D printed implants, *Proceedings of the Annual Seminars of the Companion Animal Society of the NZVA*, Volume 2016 Proceedings of the CAS of the NZVA Annual Conference, Issue 312, Hamilton, New-Zealand, 2016 Jan, pp. 63-67
- [17] A. Barfeie, J. Wilson and J. Rees: Implant surface characteristics and their effect on osseointegration, *British Dental Journal*, vol. 218, issue 9, 2015
- [18] Kim, M.-J., Kim, C.-W., Lim, Y.-J. & Heo, S.-J. (2006). Microrough titanium surface affects biologic response in MG63 osteoblast-like cells. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 79A(4), 1023-1032.
- [19] Wennerberg, A. & Albrektsson, T. (2009). Effects of titanium surface topography on boneintegration: a systematic review. *Clinical Oral Implants Research*, 20(s4), 172-184
- [20] Albrektsson, T., Brånemark, P.-I., Hansson, H.-A. & Lindström, J. (1981). Osseointegrated titanium implants: requirements for ensuring a long-lasting, direct bone-to- implant anchorage in man. *Acta Orthopaedica*, 52(2), 155-170. Davies, 2003

- [21] Boyan, B., Cheng, A., Olivares-Navarrete, R. & Schwartz, Z. (2016). Implant surface design regulates mesenchymal stem cell differentiation and maturation. *Advances in Dental Research*, 28(1), 10-17. Schwartz and Boyan, 1994; Rompen et al., 2006
- [22] Schwarz, F., Ferrari, D., Hertel, M., Mihatovic, I., Wieland, M., Sager, M. & Becker, J. (2007). Effects of surface hydrophilicity and microtopography on early stages of soft and hard tissue integration at non-submerged titanium implants: an immunohistochemical study in dogs. *Journal of Periodontology*, 78(11), 2171-2184.
- [23] Bächle, M. & Kohal, R. J. (2004). A systematic review of the influence of different titanium surfaces on proliferation, differentiation and protein synthesis of osteoblast-like MG63 cells. *Clinical Oral Implants Research*, 15(6), 683-692
- [24] Nagy Péter, Joób-Fancsaly Árpád, Schindler Árpád, Pammer Dávid, Bognár Eszter: Fogászati implantátumok felületkezelése, *Biomechanica Hungarica*, VII. évfolyam, 1. szám, 2014 November, pp. 42-49
- [25] A. Jemat, M. J. Ghazali, M. Razali, Y. Otsuka: Surface Modifications and Their Effects on Titanium Dental Implants, *BioMed Research International*, vol. 2015, Article ID 791725, 2015 September, pp. 1-11
- [26] Stanford, C.: Surface modifications of dental implants. *Australian Dental Journal*, (2008). 53(s1), S26–S33. doi:10.1111/j.1834-7819.2008.00038.x
- [27] Kocsisné dr. Baán Mária, Szilágyiné Biró Andrea: Duplex felületmódosító eljárások – kiemelten plazma-nitridálás és PVD eljárás kombinációja - autóipari alkatrészek kopásállóságának növelése érdekében, TÁMOP-4.2.2.A-11/1/KONV-2012-0029, Miskolc, 2013
- [28] Kocsisné dr. Baán Mária, Marosné Berkes Mária, Szilágyiné Biró Andrea: Nitridálás – korszerű eljárások és vizsgálati módszerek, TÁMOP-4.2.2.A-11/1/KONV-2012-0029, Miskolc, 2015.
- [29] Qingge Wang, Peng Zhou, Shifeng Liu, Shokouh Attarilar, Robin Lok-Wang Ma, Yinsheng Zhong, Liqiang Wang: Multi-Scale Surface Treatments of Titanium Implants for Rapid Osseointegration: A Review, *Nanomaterials*, vol. 10, issue 6, Article ID 1244, 2020, pp. 1244-1271

- [30] Preeti Satheesh Kumar, Satheesh Kumar, Vyoma Venkatesh Grandhi, Vrinda Gupta: The Effects of Titanium Implant Surface Topography on Osseointegration: Literature Review, *JMIR Biomedical Engineering*, vol. 4, issue 1, pp. 1-14
- [31] Gintaras Juodzbaly, Marija Sapragoniene, Ann Wennerberg: New Acid Etched Titanium Dental Implant Surface, *Stomatologija, Baltic Dental and Maxillofacial Journal*, vol. 5, issue 3, 2003, pp. 101-105
- [32] H. Kim, S.-H. Choi, J.-J. Ryu, S.-Y. Koh, J.-H. Park, and I.-S. Lee, “The biocompatibility of SLA-treated titanium implants,” *Biomedical Materials*, vol. 3, no. 2, p. 25011, 2008.
- [33] Bornstein M. M., Valderrama P., Jones A. A., Wilson T. G., Seibl R., Cochran D. L.: Bone apposition around two different sandblasted and acid-etched titanium implant surfaces: a histomorphometric study in canine mandibles, *Clinical Oral Implants Research*, vol. 19, issue 3, 2008, pp. 233-241
- [34] Nasatzky E, Gultchin J, Schwartz Z.: The role of surface roughness in promoting osteointegration. *Refuat Hapeh Vehashinayim* (1993). 2003 Jul;20(3):8-19, 98.
- [35] S.-A. Cho and S.-K. Jung: “A removal torque of the laser-treated titanium implants in rabbit tibia,” *Biomaterials*, vol. 24, issue 26, 2003, pp. 4859–4863
- [36] C. Aparicio, A. Padrós, F.-J. Gil: “In vivo evaluation of micro-rough and bioactive titanium dental implants using histometry and pull-out tests,” *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 4, issue 8, 2011, pp. 1672–1682
- [37] Buser D., Schenk R.K., Steinemann S.: Influence of surface characteristics on bone integration of titanium implants. A histomorphometric study in miniature pigs *Journal of Biomedical Materials Research*, vol. 25, issue 7, 1991, pp. 889-902.
- [38] Jie Qin, Dongqing Yang, Shaheer Maher, Luis Lima-Marques, Yanmin Zhou, Yujie Chen, Gerald J. Atkins, Dusan Losic: Micro- and Nano-structured 3D Printed Titanium Implants with Hydroxyapatite Coating for Improved Osseointegration, *Royal Society of Chemistry*, vol. 6, issue 19, 2018, pp. 3136-3144

- [39] A. Kodama, S. Bauer, A. Komatsu, H. Asoh, S. Ono and P. Schmuki, Bioactivation of titanium surfaces using coatings of TiO₂ nanotubes rapidly pre-loaded with synthetic hydroxyapatite *Acta Biomater*, 2009, 5, 2322-2330. doi:10.1016/j.actbio.2009.02.032
- [40] Bing Ren, Yi Wan, Chao Liu, Hongwei Wang, Mingzhi Yu, Xiao Zhang, Yong Huang: Improved osseointegration of 3D printed Ti-6Al-4V implant with a hierarchical micro/nano surface topography: An in vitro and in vivo study, *Materials Science & Engineering: C*, vol. 118, Article ID 111505, 2021, pp. 1-14
- [41] Carlo Galli, Stefano Guizzardi, Giovanni Passeri, Desiree Martini, Anna Tinti, Giovanni Mauro, Guido Maria Macaluso: Comparison of Human Mandibular Osteoblasts Grown on Two Commercially Available Titanium Implant Surfaces, *Journal of Periodontology*, vol. 76, issue 3, 2005, pp. 364-372
- [42] Younghee Lee and Steven M. George: Thermal Atomic Layer Etching of Titanium Nitride Using Sequential, Self-Limiting Reactions: Oxidation to TiO₂ and Fluorination to Volatile TiF₄, *Chemistry of Materials*, vol. 29, issue 19, 2017, pp. 8202-8210
- [43] Monetta, T.; Bellucci, F. The effect of sand-blasting and hydrofluoric acid etching on Ti CP2 and Ti CP4 surface topography. *Open J. Regen. Med.* 2012, 1, 41–50.
- [44] Rigolin FJ, Negreiros WM, Giannini M, Rizzatti Barbosa CM. Effects of Sandblasting and Hydrofluoric Acid Etching on Surface Topography, Flexural Strength, Modulus and Bond Strength of Composite Cement to Ceramics. *J Adhes Dent.* 2021 Apr 7;23(2):113-119. doi: 10.3290/j.jad.b1079547. PMID: 33825425.
- [45] SISMA S.p.A.: SISMA / ADDITIVE MANUFACTURING MYSINT100 RM, <https://www.sisma.com/en/products/mysint100-rm/>
- [46] Gyurika István Gábor: Mart gránitfelület-élek minősítése és kitöredéseinek vizsgálatára technológiai optimalizálás céljából, doktori értekezés, Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Budapest, 2015
- [47] Jaber, H.; Kovacs, T.: Selective laser melting of Ti alloys and hydroxyapatite for tissue engineering: Progress and challenges. *Mater. Res. Express* 2019, 6, 082003.

- [48] Amir Arifin, Abu Bakar Sulong, Norhamidi Muhamad, Junaidi Syarif, Mohd Ikram Ramli, Material processing of hydroxyapatite and titanium alloy (HA/Ti) composite as implant materials using powder metallurgy: A review, *Materials & Design*, Volume 55, 2014. Pages 165-175, ISSN 0261-3069, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.09.045>.
- [49] Li, J.; Zhou, P.; Attarilar, S.; Shi, H. Innovative Surface Modification Procedures to Achieve Micro/Nano-Graded Ti-Based Biomedical Alloys and Implants. *Coatings* 2021, 11, 647.
- [50] Li, Y., Yang, C., Zhao, H., Qu, S., Li, X., & Li, Y. (2014). New Developments of Ti-Based Alloys for Biomedical Applications. *Materials*, 7(3), 1709–1800. doi:10.3390/ma7031709
- [51] Liu, X.; Chu, P.K.; Ding, C. Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications. *Mater. Sci. Eng. R Rep.* 2004, 47, 49–121.
- [52] Xu J, Zhang J, Shi Y, Tang J, Huang D, Yan M, Dargusch MS. Surface Modification of Biomedical Ti and Ti Alloys: A Review on Current Advances. *Materials (Basel)*. 2022 Feb 25;15(5):1749. doi: 10.3390/ma15051749. PMID: 35268983; PMCID: PMC8911755.
- [53] Simone Trautmann et al.: Is the proteomic composition of the salivary pellicle dependent on the substrate material? *Proteomics Clinical Applications*, Volume16, Issue 3 May 2022. <https://doi.org/10.1002/prca.202100109>
- [54] Souza, J.G.S.; Bertolini, M.; Costa, R.C.; Lima, C.V.; Barão, V.A.R. Proteomic profile of the saliva and plasma protein layer adsorbed on Ti–Zr alloy: the effect of sandblasted and acid-etched surface treatment. *Biofouling* 2020, 36, 428–441, doi:10.1080/08927014.2020.1769613.
- [55] Wang, P.; Sin, W.J.; Nai, M.L.S.; Wei, J. Effects of Processing Parameters on Surface Roughness of Additive Manufactured Ti-6Al-4V via Electron Beam Melting. *Materials* 2017, 10, 1121.
- [56] Stepanovska J, Matejka R, Rosina J, Bacakova L, Kolarova H. Treatments for enhancing the biocompatibility of titanium implants. *Biomed Pap Med Fac Univ Palacky Olomouc Czech Repub.* 2020 Mar;164(1):23-33. doi: 10.5507/bp.2019.062. Epub 2020 Jan 6. DOI: 10.5507/bp.2019.062.

- [57] Szymczyk-Ziółkowska, P.; Hoppe, V.; Rusińska, M.; Gąsiorek, J.; Ziółkowski, G.; Dydak, K.; Czajkowska, J.; Junka, A. The Impact of EBM-Manufactured Ti6Al4V ELI Alloy Surface Modifications on Cytotoxicity toward Eukaryotic Cells and Microbial Biofilm Formation. *Materials* 2020, 13, 2822.
- [58] Patrycja Szymczyk-Ziółkowska, Grzegorz Ziółkowski, Viktoria Hoppe, Małgorzata Rusińska, Karol Kobiela, Marcin Madeja, Robert Dziedzic, Adam Junka, Jerzy Detyna, Improved quality and functional properties of Ti-6Al-4V ELI alloy for personalized orthopedic implants fabrication with EBM process, *Journal of Manufacturing Processes*, Volume 76, 2022, Pages 175-194, ISSN 1526-6125, <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2022.02.011>.
- [59] Jaber, H.; Kónya, J.; Kovács, T.A. Selective Laser Melting of Ti6Al4V 2% Hydroxyapatite Composites: Manufacturing Behavior and Microstructure Evolution. *Metals* 2021, 11, 1295.
- [60] Khor, K.A., Yip, C.S. & Cheang, P. Ti- 6Al-4V/hydroxyapatite composite coatings prepared by thermal spray techniques. *JTST* 6, 109–115 (1997). <https://doi.org/10.1007/BF02646320>
- [61] Jaber, H.; Kovacs, T.; János, K. Investigating the impact of a selective laser melting process on Ti6Al4V alloy hybrid powders with spherical and irregular shapes. *Adv. Mater. Process. Technol.* 2020, 8, 715–731.
- [62] Eskandar Fereiduni, Ali Ghasemi, Mohamed Elbestawi, Selective laser melting of hybrid ex-situ/in-situ reinforced titanium matrix composites: Laser/powder interaction, reinforcement formation mechanism, and non-equilibrium microstructural evolutions, *Materials & Design*, Volume 184, 2019, 108185, ISSN 0264-1275, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.108185>.
- [63] ASTM Standard B348/B348M; Standard Specification for Titanium and Titanium Alloy Bars and Billets. ASTM International: West Conshohocken, PA, USA, 2019; pp. 1–5.
- [64] Yu Guilin, Li Nan, Li Yousheng, Wang Yining: The effects of different types of investments on the alpha-case layer of titanium castings, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, Volume 97, Issue 3, 2007, Pages 157-164, ISSN 0022-3913, <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2007.01.005>
- [65] Ferraris, S.; Spriano, S.; Pan, G.; Venturello, A.; Bianchi, C.L.; Chiesa, R.; Faga, M.G.; Maina, G.; Verné, E. Surface modification of Ti–6Al–4V alloy for biomineralization and

specific biological response: Part I, inorganic modification. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 2011, 22, 533–545.

[66] Da Rocha, S.S.; Adabo, G.L.; Henriques, G.E.P.; Nóbilo, M.A.D.A. Vickers hardness of cast commercially pure titanium and Ti-6Al-4V alloy submitted to heat treatments. *Braz. Dent. J.* 2006, 17, 126–129.

[67] Shunmugavel, M.; Polishetty, A.; Goldberg, M.; Singh, R.; Littlefair, G. A comparative study of mechanical properties and machinability of wrought and additive manufactured (selective laser melting) titanium alloy—Ti-6Al-4V. *Rapid Prototyp. J.* 2017, 23, 1051–1056.

[68] Reshadi, F.; Khorasani, S.; Faraji, G. Surface characterization of nanostructured commercially pure titanium modified by sandblasting and acid-etching for implant applications. *Proc. Inst. Mech. Eng. Part J J. Eng. Tribol.* 2019, 234, 414–423.

[69] Demirci, S.; Dikici, T.; Güllüoğlu, A.N. Micro/Nanoscale Surface Modification of Ti6Al4V Alloy for Implant Applications. *J. Mater. Eng. Perform.* 2021, 31, 1503–1511.

[70] Delfs, P.; Töws, M.; Schmid, H.J. Optimized build orientation of additive manufactured parts for improved surface quality and build time. *Addit. Manuf.* 2016, 12, 314–320, doi:10.1016/j.addma.2016.06.003.

[71] Chen, Z.; Wu, X.; Tomus, D.; Davies, C.H.J. Surface roughness of Selective Laser Melted Ti-6Al-4V alloy components. *Addit. Manuf.* 2018, 21, 91–103, doi:10.1016/j.addma.2018.02.009.

[72] JIS B0601 (JAPANESE INDUSTRIAL STANDARD); (4287), I. Geometrical Product Specifications (GPS)-Surface texture: Profile method - Terms, definitions and surface texture parameters; 2013;

[73] Qi, X.; Shang, Y.; Sui, L. State of Osseointegrated Titanium Implant Surfaces in Topographical Aspect. *J. Nanosci. Nanotechnol.* 2018, 18, 8016–8028, doi:10.1166/jnn.2018.16381.

[74] Li, R.; Liu, J.; Shi, Y.; Wang, L.; Jiang, W. Balling behavior of stainless steel and nickel powder during selective laser melting process. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 2012, 59, 1025–1035, doi:10.1007/s00170-011-3566-1.

- [75] Souza, J.C.M.; Sordi, M.B.; Kanazawa, M.; Ravindran, S.; Henriques, B.; Silva, F.S.; Aparicio, C.; Cooper, L.F. Nano-scale modification of titanium implant surfaces to enhance osseointegration. *Acta Biomater.* 2019, 94, 112–131.
- [76] Hao Zhang, Jingyi Zhao, Jun Liu, Haifeng Qin, Zhencheng Ren, G.L. Doll, Yalin Dong, Chang Ye, The effects of electrically-assisted ultrasonic nanocrystal surface modification on 3D-printed Ti-6Al-4V alloy, *Additive Manufacturing*, Volume 22, 2018, Pages 60-68, ISSN 2214-8604, <https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.04.035>.
- [77] Konya J. et al: Effects of Selective Laser Melting Building Directions and Surface Modifications on Surface Roughness of Ti6Al4V Alloy, *Springer Nature Applied Sciences* (submitted) 2023.
- [78] Kónya, J.; Hargitai, H.; Jaber, H.; Pinke, P.; Kovács, T.A.: Effect of Surface Modifications on Surface Roughness of Ti6Al4V Alloy Manufactured by 3D Printing, Casting, and Wrought. *Materials* (Basel). 2016, 16, 2–11, doi:10.3390/ma16113989.

10 ÁBRAJEGYZÉK

- 1.1. ábra: Hagyományos és additív gyártás költsége a bonyolultság függvényében [11]
- 1.2. ábra: Nyomatási orientáció hatása a szakítószilárdságra [12]
- 1.3. ábra: A Ti-ötvözet tipikus morfológiái SiC papírral polírozva (a) 1200 szemcseméretű, (b) 6000 szemcseméretű és (c) 180 szemcseméretű [25]
- 1.4. ábra: SLA és módosított SLA kezelés BIC értékeinek összehasonlítása [33]
- 1.5. ábra: Különböző felületkezelések felületi érdességének és BIC értékének összehasonlítása [37]
- 1.6. ábra: A IV-es csoport 3D- topográfiaja [31].
- 3.1. ábra: A szemcseszórás gépi eszköze
- 3.2. ábra: Próbatetek felosztása különböző felületkezelési eljárásokhoz
- 3.3. ábra: A szemcseszórás és maratással kialakított próbatetek
- 3.4. ábra: Elektronmikroszkóp és a próbatetek vizsgálatra kész elrendezése
- 3.4. ábra: A titán próbatetek elektronmikroszkópos felvételei
- 3.5.a) ábra: A titán próbatetek elektronmikroszkópos felvételei 1) öntött, 2) húzott-hengerelt, 3) 3D nyomtatott
- 3.5.b) ábra: A titán próbatetek elektronmikroszkópos felvételei 1) öntött, 2) húzott-hengerelt, 3) 3D nyomtatott
- 3.5.c) ábra: A titán próbatetek elektronmikroszkópos felvételei 1) öntött, 2) húzott-hengerelt, 3) 3D nyomtatott
- 3.6. ábra: Humán kalcium-foszfát keramizálva
- 3.7. ábra: A titán próbatetek kalcium-foszfáttal szórt (húzott hengerelt (bal), a 3D nyomtatott (jobb))
- 3.8. ábra: Húzott hengerelt (bal) és 3D nyomtatott (jobb) próbatetek felülete kiválással
- 3.9. ábra: A vizsgált próbatetek (húzott hengerelt (bal), 3D nyomtatott (jobb)) elektronmikroszkópos képe
- 3.10. ábra: A kalcium-foszfát felszíni beágyazódása (sav maratás előtt,) SEM

- 3.11. ábra: Húzott hengerelt 'A' minta sorozat energiadiszperzív elem analízise
- 3.12. ábra: A 3D nyomtatott 'B' minta sorozat energiadiszperzív elem analízise
- 4.1. ábra: a) 3D-nyomtatott, b) öntött és c) húzott-hengerelt minták
- 4.2. ábra: A SEM mikroszkópos felvétel a Ti6Al4V por morfológiáját mutatja
- 4.3. ábra: Próbatetek előgyártmányai: húzott-hengerelt arany színben (bal), 3D nyomtatott kék színben (középen), öntött natúr színben (jobb)
- 4.4. ábra: Öntött titán próbatetek felületelőkészítés után
- 4.5. ábra: Húzott-hengerelt előgyártmányból készült próbatetek felületelőkészítés után
- 4.6. ábra: 3D nyomtatott próbatetek felületelőkészítés után
- 4.7. ábra: Az öntött-polírozott és a felületmódosított próbatetek felületi érdességének eredményei
- 4.8. ábra: A felületi érdesség profilja az öntött próbatest minden egyes állapotára. (a) Al_2O_3 -dal történő szórás és HF maratás, (b) Al_2O_3 -dal történő szórás, (c) ZrO_2 -dal történő szórás és HF maratás, és (d) ZrO_2 -dal történő szórás.
- 4.9. ábra: SEM-mikroszkópos felvételek az öntött próbatetek minden egyes állapotáról. (a) ZrO_2 -dal történő szórás, (b) ZrO_2 -dal történő szórás és HF maratás, (c) Al_2O_3 -dal történő szórás és (d) Al_2O_3 -dal történő szórás és HF maratás
- 4.10. ábra: A húzott-hengerelt polírozott és felületmódosított próbatetek felületi érdességének eredményei
- 4.11. ábra: SEM mikroszkópos felvételek a megmunkált próbatetek minden egyes állapotáról. (a) ZrO_2 -dal történő felület szórás, (b) ZrO_2 -dal történő felület szórás és HF maratás, (c) Al_2O_3 -dal történő felület szórás és (d) Al_2O_3 -dal történő felület szórás és HF maratás.
- 4.12. ábra: A felületi érdesség profilja a megmunkált minta minden egyes állapotára. (a) ZrO_2 -dal történő szórás, (b) ZrO_2 -dal történő szórás és HF maratás, (c) Al_2O_3 -dal történő szórás és (d) Al_2O_3 -dal történő szórás és HF maratás.
- 4.13. ábra: A 3D nyomtatott és polírozott és felületmódosított próbatetek felületi érdességének eredményei.

4.14. ábra: SEM mikroszkópos felvételek a 3D-s minta minden egyes állapotáról. (a) ZrO_2 -vel történő szórás, (b) ZrO_2 -vel történő szórás és HF maratás, (c) Al_2O_3 -mal történő szórás és (d) Al_2O_3 -mal történő szórás és HF maratás.

4.15. ábra: A felületi érdesség profilja az SLM-mintadarab egyes állapotaihoz. (a) ZrO_2 -dal történő szórás, (b) ZrO_2 -dal történő szórás és HF maratás, (c) Al_2O_3 -dal történő szórás és (d) Al_2O_3 -dal történő szórás és HF maratás.

5.1. ábra: A különbözőség vizsgálatára 3D nyomtatással készült próbatestek a) függőleges, b) vízszintes, c) döntött optikai mikroszkópos képe

5.2. ábra: A 3D nyomtatással készült nyers felületű próbatestek, a) 90° , b) 45° és c) 0° orientációval

5.3. ábra: A felhasznált Ti6Al4V por morfológiáját bemutató SEM-kép.

5.4. ábra: A Ti6Al4V minták 0° , 45° és 90° -os szögű 3D nyomtatási orientációs ábrázolása

5.5. ábra: 3D nyomtatott 0° -os orientációjú próbatest 3D Alicona kép

5.6. ábra: 3D nyomtatott 45° -os orientációjú próbatest 3D Alicona kép

5.7. ábra: 3D nyomtatott 90° -os orientációjú próbatest 3D Alicona kép

5.8. ábra: A különböző építési szögű 0° , 45° és 90° -os próbatestek felületi érdessége

5.9. ábra: A különböző nyomtatási orientációjú irányú és felületmódosítású próbatestek felületi érdessége (A: kezeletlen; E: savas maratás; S: szemcseszórás; SE: szemcseszórás + maratás), a) Ra, b) Rz

5.10. ábra: SEM-felvételek az SLM-mel előállított Ti6Al4V különböző nyomtatási orientációs irányokkal és felület módosításokkal

6.1. ábra: Trabelkuláris, strukturált nyomtatott szerkezet

8.1. ábra: A BMG regeneratív élő szövettenyésztés folyamata (kortikális örlemény, fibrin emulzió, nyers szövetkompozit)

8.2. ábra: Formázó biorekator és a szövet kialakítás valamint annak szövettani metszete

8.3. ábra: A felület kezeletlen „nyers” titánháló vascularizált szövetesedési eredménye

8.4. ábra: A 3D nyomtatott és a húzott hengerelt próbatestek sterilizálás után

8.5.ábra: A szövettenyésztés alapjául szolgáló fázis elválasztással létrehozott vérkomponensek izolált körülmények között

8.6. ábra: Az élő szövet elhelyezése a titán próbatesten

8.7. ábra: Tenyésztésre elkészített humán szövet

8.8. ábra: A szövettenyésztés hűtve tárolása

8.9. ábra: A tenyésztett szövetelemek

8.10. ábra: A szövetelem integrációja és eltávolítása a próbatestről

8.11. ábra: Szövettapadás mikroszkópos vizsgálatára formalinban előkészített próbatestek

8.12. ábra: A bioreaktor virtuális terve

8.13. ábra: A sterilizálható fotopolimer alapanyagból SLA technológiával készült bioreaktor

11 TÁBLÁZAT JEGYZÉK

- 1.1. táblázat: A kereskedelemben kapható tiszta titán (CpTi) és a Ti6Al4V névleges tömegösszetétele és mechanikai tulajdonságai [3]
- 1.2. táblázat: A kereskedelemben kapható tiszta titán (CpTi) és a Ti6Al4V mechanikai tulajdonságai [3]
- 1.3. táblázat: Különböző felületkezelt implantátumok felületi érdessége és kontaktszöge [1]
- 1.4. táblázat: Különböző felületkezelések eredményei a kutatásokban [1,25,31,36,37,38,40,41]
- 4.1. táblázat: A Ti6Al4V por kémiai összetétele tömeg %
- 4.2. táblázat: A 3D nyomtatással, öntéssel és képlékeny alakítással előállított Ti6Al4V ötvözetek felületének Ra és Rz értékei a felületi módosítások után.
- 7.1. táblázat: Szemcseszórás hatása a felületi érdességre
- 7.2. táblázat: HF maratás hatása a felületi érdességre
- 7.3. táblázat: Szemcseszórás és HF savmaratás hatása a felületi érdességre

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Ezúton szeretnék köszönetet mondani témavezetőimnek, dr. Kovács Tünde Annának és dr. Hargitai Hajnalkának, akiknek a szakértelmük, iránymutatásuk és segítőkészségük nélkül ez a PhD értekezés nem jöhetett volna létre. Nagyon szépen köszönöm a motivációt, a sok biztatást és a rendkívüli támogatásukat.

Valamint szeretném megköszönni az Óbudai Egyetem Anyagtudományok és Technológiák Doktori Iskolájának és a Széchenyi István Egyetem Anyagtudományi és Technológiai Tanszékének, hogy a laborberendezéseit a rendelkezésemre bocsátotta.

Köszönöm Ibriksz Tamásnak, hogy szakmai tudásával segítette a labormérések megfelelő minőségben történő kivitelezését.

Továbbá hálás vagyok a Dent-Art-Technik Kft. egész csapatának és a közreműködő kollégáknak az önzetlen segítségért, különösen asszisztensemnek Takács Fanninak. Valamint köszönöm szépen a Premet Kft.-nek a segítséget.

Végül, de nem utolsó sorban kiemelten szeretném megköszönni a családomnak és feleségemnek, hogy türelemmel viselték az erre fordított szabadidőmet és mindenben támogattak a PhD kutatási munkám során.