

TESTRESZABOTT ADDITÍV GYÁRTÁSÚ FÉM PROTÉZISEK ANYAGTULAJDONSÁGAI ÉS VIZSGÁLATUK

MATERIALS AND MEASUREMENTS FOR ADDITIVE MANUFACTURED CUSTOMIZED HUMAN IMPLANTS

Fehér Márk, Dr. Takács János BME KJK Gépjárműtechnológia Tanszék

ÖSSZEFOGLALÁS

Az orvosi implantátumok tervezése és gyártása komplex feladat. A megfelelő működéshez ezen protéziseknek különféle követelményeknek kell megfelelniük mind a geometria, mind az anyag oldaláról. Az anyag összetételének pontos meghatározása így kiemelten fontos, amelyre gyors és megbízható vizsgálati eredményt ad GDOES alkalmazása. Ez a publikáció egy ilyen mérés eredményeit mutatja be, kitérve az implantátum legfontosabb minőségi követelményeire.

ABSTRACT

Designing and manufacturing medical implants are complex tasks. These implants have to fit numerous requirements in their geometries and materials for a proper behaviour. To determine the exact composition of their materials is important, and by the use of GDOES we can get reliable and quick results about that. This presentation demonstrates the results of a GDOES measurement taking the implants' quality requirements into account.

1. BEVEZETÉS

Az orvosi implantátumok tervezése és gyártása komplex feladat. Valamennyi esetben egyénre szabott, szabálytalan geometriákat kell készíteni olyan drága anyagokból, melyeknek az élő szövetbe ültetéshez különféle követelményeknek kell megfelelniük. Így könnyen belátható, hogy hagyományos eljárásokkal csak magas költségek és sok idő árán lennének képesek ilyen protézisek gyártására. Ezeket a problémákat küszöbölik ki az additív gyártási eljárások. Az előadás

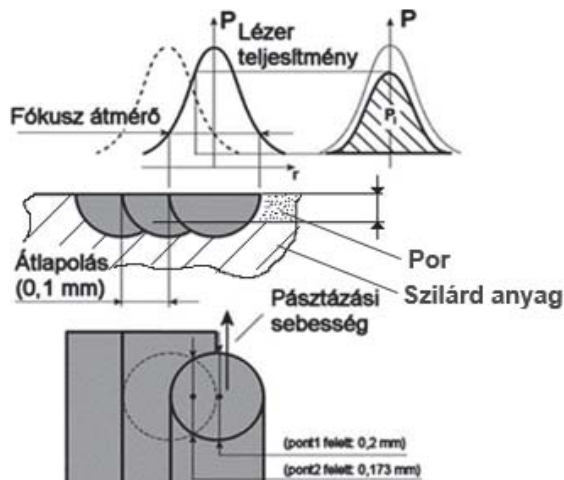
bemutatja a fémorból felépítő szelektív lézeres olvasztást, áttekinti a technológiát befolyásoló legjelentősebb tényezőket, ezek hatását a várható geometriára, szerkezetre. Kitér a beépítés során az élő szervezettel való felületi érintkezés szempontjából fontos követelményekre, kielégítésük módjára. Az anyagi megfelelés az egyik fontos összetevő. Az anyagösszetétel gyors és pontos meghatározására a „Glow-discharge optical emission spectroscopy (GDOES)” alkalmazása megfelelő megoldást jelenthet.

2. SZELEKTÍV LÉZERES OLVASZTÁS

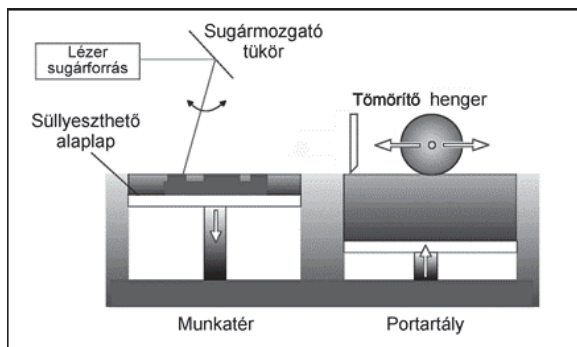
A szelektív lézeres olvasztás – vagy angol nevén Selective Laser Melting, SLM – egy additív gyártási eljárás. Az additív gyártás a rétegről rétegre építkező gyártási módszereket foglalja magába, amelyek egy része ismert, elsősorban a gyors prototípusgyártásban elterjedt (Rapid Prototyping – RP), azonban a technológia rohamos fejlődésének köszönhetően már bizonyos orvosi alkalmazásokhoz is megfelelő minőségű alkatrészek készíthetők vele.

A szelektív lézeres olvasztás során a rétegépítés fémpor (Ti6Al4V, 316L rozsdamentes acél stb.) és lézerek használataval történik. A porral feltöltött munkatérben a lézerek a megtervezett keresztmetszetben végigpásztázza, hatására a besugárzott területen a felterített porrágy a sugárban közölt és a porban elnyelt energia hevítő hatására megolvad, így az az adott rétegben és az alatta lévő réteggel is összeolvad, és a bepásztázott területek között is kohéziós kapcsolat jön létre. A pásztázás hatásmechanizmusát mutatja be az *1. ábra*. Miután egy réteg elkészült, az építési munkatér

tartálya a rétegvastagságnak megfelelő mérettel lejjebb süllyed, majd egy portartályból egy porterítő mechanizmus (pl. egy henger és a rétegvastagságot kalibráló penge) újabb réteg port juttat az addig elkészült rétegek fölé, a maradék túlsorduló por pedig egy gyűjtőbe kerül. Egy ilyen berendezés általános felépítése látható a 2. ábrán. A folyamat lépései addig ismétlődnek, amíg el nem készül az alkatrész.



1. ábra Az SLM hatásmechanizmusa [1]



2. ábra Az SLM berendezés általános működése [2]

3. IMPLANTÁTUMOK TERVEZÉSE, GYÁRTÁSA

3.1. A csont tulajdonságai

A csont 39%-ban szerves (95% kollagén, 5% proteoglykan), 49%-ban szervetlen anyagokat (kalcium hydroxiapatite kristályok) és 12%-ban folyadékot tartalmaz. A csontállománynak két típusa van, a tömör (cortical) és a szivacsos

(cancellous) csont. A tömör csont kemény, ez viseli a feszültség nagy részét, azonban szakadási nyúlása alacsony (~2%). A szivacsos csont porózusabb, sokkal nagyobb rugalmas alakváltozásra képes (~75%), viszont alacsony a teherbírása. A kétfajta állomány, az életkor, a nem, az életmód (pl. sportoló vagy sem) valamint a csont funkciója és testbeli elhelyezkedése (pl. lábujj- vagy lábszárcsont) együttesen alakítja a csont mechanikai tulajdonságait, így tehát azokat nem lehet egyértelműen meghatározni [3]. A csontrol azonban összességében elmondható, hogy az implantátumként használt fémekhez képest igencsak eltérő mechanikai tulajdonságokkal rendelkeznek, melyet jól szemléltet az 1. táblázat.

1. Táblázat. Főbb implantátum anyagok és a csont néhány mechanikai tulajdonsága [4]

Anyag	E modulus [GPa]	Folyáshatár [MPa]	Szakítószilárdság [GPa]
Rozsdamentes acél	190	221-1213	586-1351
Co-Cr ötvözetek	210-253	448-1606	655-1896
Titán	110	485	760
Ti6Al4V	116	896-1034	965-1103
Tömör csont	15-30	30-70	70-150

3.1. Az implantátumok

Az implantátumok olyan, biológiailag megfelelő anyagból készült orvostechnikai eszközök, amelyek szándékosan kerülnek beültetésre az emberi testbe, és melyeket részben vagy egészben hámszövet fed majd be. Tervezésük során ügyelni kell arra, hogy behelyezéskor és a „karbantartások” alkalmával a lehető legkevésbé váltsanak ki invazív reakciókat a szervezetben [5].

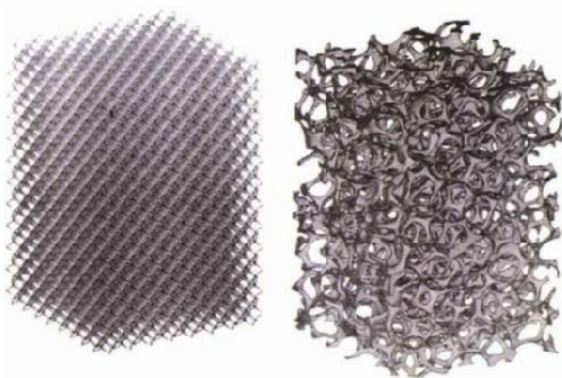
Az implantátumokkal szemben támasztott követelmények [6, 7] a biokompatibilitás (a szervezet ne lökje ki), a bioaktivitás (sejtek képesek legyenek megtapadni a falán), a megfelelő felületi minőség, megfelelő porozitás és pórusméret (sejtnövekedés

beindulhasson, szövet képződjön), megfelelő mechanikai tulajdonságok (ne károsítsa a környező csontállományt). Ez utóbbi követelmény magyarázatát a Wolff-törvény adja, mely a terhelő erőkből adódó feszültség átterhelődését jelenti a rugalmas csonttól a merevebb implantátumra (3. ábra). Ilyen hatásra csonttriturálás következhet be az implantátum körüli csontállományban, mely akár a beültetett „alkatrész” elvesztésével is járhat a teherviselésben.



3. ábra. Feszültség átterhelődés a csonttól az implantátumra [8]

Valamennyi fenti követelmény kielégíthető a szelektív lézeres olvasztás alkalmazásával olyan struktúrák gyártásával, melyek relatív rugalmassági modulusa közelít a csontéhoz (4. ábra).



4. ábra. Nyílt celluláris struktúrák az implantátumokhoz [9]

4. AZ SLM GYÁRTMÁNYOK MINŐSÉGÉT BEFOLYÁSOLÓ FŐBB TÉNYEZŐK ÉS HATÁSUK

A szelektív lézeres olvasztás eredménye a technológia összetettségéből adódóan számos tényezőtől (technológiai paramétertől) függ, ezek a következő alcsoportokba sorolhatók [10]:

1. lézersugár tulajdonságai (hullámhossz, sugár átmérő a bevilágított felületen, teljesítménysűrűség stb.)
2. alapanyag tulajdonságai (por szemcsemérete, olvadáspontja, nedvesítőképessége, folyékonysága stb.)
3. szkennelési paraméterek (pásztázási sebesség, vonalak távolsága, átlapolás mértéke, pásztázási stratégiák stb.)
4. környezeti tényezők (hőmérséklet, védőgáz atmoszféra, maradék O₂ szint stb.)

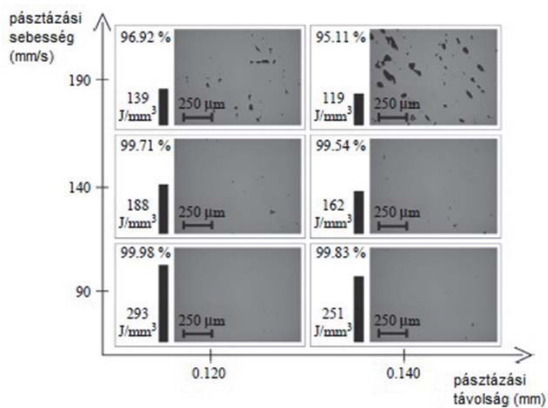
A legtöbb esetben azonban nincs lehetőségünk minden paramétert változtatni, a főbb, általában állítható tényezők a következőkben foglalhatók össze.

5.1 Energiasűrűség

Az egyik legbefolyásosabb megmunkálási paraméter az energiasűrűség, melynek képlete:

$$E = \frac{P}{v \cdot h \cdot t}$$

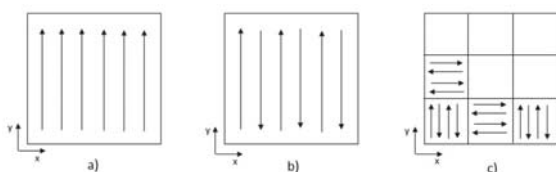
ahol E: energiasűrűség [J/mm³], P: lézersugár teljesítménye (W), v: pásztázási sebesség [mm/s], h: szomszédos pásztázási vonalak középvonalainak távolsága (angolul: hatch spacing) [mm], t: rétegvastagság [mm] [11]. Az energiasűrűség tehát egységnyi térfogatrészbe bevitt energiát jelent, mely több tényezőtől áll. Általánosságban elmondható, hogy ezen paraméterek – és összességében az energiasűrűség – megfelelő beállításával bármilyen alapanyag a megfelelő minőségűre alakítható [12]. Az energiasűrűség hatására mutat példát az 5. ábra, ahol az elkészült munkadarabok porozitásán keresztül figyelhető meg a paraméterek hatása.



5. ábra. Az energiasűrűség hatása a porozításra [11]

4.2 Pásztázási stratégiák

Pásztázási stratégia (6. ábra) a lézersugár végig vezetésének „szkenelésének” módját jelenti. Nagymértékben befolyásolja a testen belüli hőprofilok és a szövetszerkezet kialakulását és a szemcsék növekedésének irányát a megszilárdulás során. A stratégia megválasztása nemcsak a gyártás idejét, hanem a gyártmány minőségét is befolyásolja mind mechanikai (maradó feszültségek), mind érdességi szempontból. A sokáig általánosan az egyirányú (csak x vagy y tengely irányú) pásztázást használtak, amelyek a szkennelendő geometria függvényében eltérő hőmérsékleti gradienseket és rossz minőséget, nagy felületi érdességet eredményeztek. Valamivel jobb anyagtulajdonságokat biztosít, ha váltakozó irányban pásztázzák végig a keresztmetszetet. A legjobb végeredmény úgy érhető el, ha a teljes keresztmetszetet kisebb területekre bontjuk (pl. 5x5 mm-es négyzetekre), majd ezeket egyesével sorban haladva, az oda-vissza stratégiát választva, négyzetenként az irányt 90°-kal elforgatva, majd a rétegeket egymáshoz képest szintén 45-90°-kal elforgatva pásztázunk (sakkárta-szerű stratégia, 6. ábra / c).



6. ábra. Pásztázási stratégiák. a) egyirányú, b) váltakozó irányú, c) sakkárta-szerű

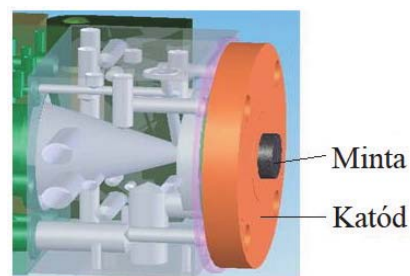
5. ÖSSZETÉTELVIZSGÁLAT

Ahhoz, hogy egy implantátum a fokozott egészségügyi követelményeket kielégítse, fontos, hogy az anyag összetétele megfeleljen a szigorú előírásoknak. A lézeres technológia következtében bármilyen zavaró tényező hatással lehet a folyamatra, megváltozhat az elkészült darab összetételében a szennyezőtartalom. Például a környezetből oxigén, nitrogén kerülhet az anyagba. valamint esetleg túlhevítési hatásokra bizonyos komponensek elgőzölgése esetén akár a fém komponensekben is eltérés fordulhat elő annak ellenére, hogy a gyártó berendezés általában minden technológiai jellemző szempontjából folyamatfelügyelt.

Ezért olyan anyagvizsgáló, összetétel gyorselmező szükséges a gyártóberendezés által előállított darabok gyors kontrolljára, ami a prototípus mintákkal egyidejűen, egy munkatérben előállított anyagvizsgáló mintákon meg tudja határozni az összetételt, a gázszennyezők (H, N, O) jelenlétét, esetlegesen a C-tartalom változását az alapösszetevőkön kívül, megfelelő pontossággal.

5.1 GDOES optikai emissziós spektrométer

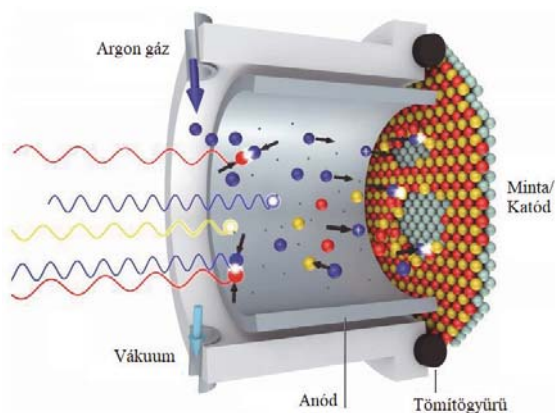
A gyűrűszerűen gerjesztett plazma kisüléssel leválasztó optikai emissziós spektrometria (angolul: Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy, röviden: GDOES) egy minőségi és mennyiségi összetétel elemzésre alkalmas eljárás fém és nem fém anyagok esetében egyaránt. A fényenergia forrása egy Grimm típusú kibocsátó cső, amely jellemzője az elektródák különleges elhelyezése.



7. ábra. A fénykibocsátó forrás vázlatja. A minta gumigyűrűn tömítve zárja le a katódon lévő furat körüli teret a vákuumtér létrehozásához [13]

Az egyenáram két elektródája egy üreges henger alakú anódból és egy katódból (a vizsgálandó darab) épül fel. A mintadarab közvetlenül a katódra kerül, és így az is katódként funkcionál. A darabnak, egy tömítő gyűrű felületén jól kell zárnia a teret, hogy vákuumot lehessen létrehozni, így a vizsgálandó mintán megfelelően sima sík felületet, kell kialakítani (7. ábra).

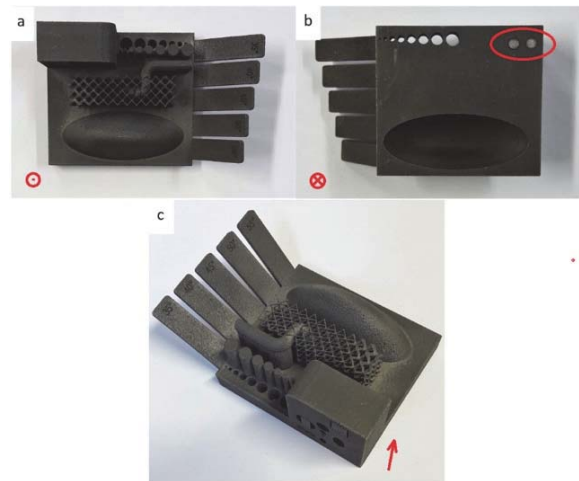
A fénykibocsátó forrás vákuumterét alacsony nyomású argonnal kell feltölteni. Az üreges anód és a katód (vagyis a minta) közötti egyenfeszültség az argon atomokat ionizálja plazmát létrehozva. Az argon kationok ekkor a minta negatív felülete felé gyorsulnak, és kiütnek néhány atomot a vizsgálandó felületből. Ezek a részecskék a plazmába kerülve nagyenergiájú elektronokkal ütköznek. Az ütközések során az atomok egy magasabb, gerjesztett energiaszintre jutnak, amelyről alapállapotba visszaesve karakterisztikus hullámhosszú fényt bocsátanak ki (8. ábra). A spektrométer a fényt a spektrális komponenseire bontja, amelyek az érzékelő rendszerből megfelelő frekvenciánként és intenzitásként szolgáltatja az információt az adatok feldolgozásához. Az egyes hullámhosszokon érzékelhető intenzitás arányos a megfelelő, a plazmában gerjesztett elemek mennyiségi előfordulásával, amelyet az etalonokkal elvégzett kalibráláskor beállított erősítési szintek segítenek hitelesen értékelhetővé tenni.



8. ábra. Porlasztó folyamat a fénykibocsátó forráson belül. Sárga/piros gömbök: minta atomjai, kék gömbök: argon atomok vagy kationok [13]

5.2 Vizsgálati eredmények

A berendezés segítségével egy lézeres olvasztással kialakított tesztadarabot vizsgáltunk, ellenőrizve annak a tervezett összetételét, valamint a felületi réteg mélységi elemzését is lefolytattuk a darabon. Egy ilyen vizsgálat eredménye látható a 10. ábra grafikonján és a 2. táblázatban, ahol a különböző, összetevők színes jelölésű felépítő anyagainak mennyisége (tömeg%-ban) látható a mélység függvényében, az áttekinthetőség érdekében anyagonként eltérő erősítéssel 1-10-100-1000-szeres nagyításban. A vizsgálati minta egy Ti-6Al-4V porból lézeres olvasztással (SLM) készült, melynek képeit és a vizsgálat helyét mutatja a 9. ábra. A mintadarab szabad levegőn volt tárolva hosszabb ideig (>> 72 óra) a vizsgálat előtt.



9. ábra. A vizsgálati darab, a) felülnézetben, b) alulnézetben a vizsgálati helyekkel kiemelve, c) axonometrikus nézetben. Az építés z irányja jelölve minden ábrán

Az összetétel változása (10. ábra) a diagramok mélységi eltérései alapján jól láthatóan 4-5 μm -es mélységtől (lásd: a 2. táblázat első oszlopa) megszűnik, ekkor áll be az összetevők egyensúlyi aránya az alkotók között. Megfigyelhető, hogy a legfelső rétegben (0-4 μm) oxigén és nitrogén nagyobb mértékben volt jelen, mint azt az elméleti összetétel megengedte volna, ez a darab vizsgálatot megelőző tárolási módjának valószínűsíthető következménye.

6. ÖSSZEFOGLALÁS

A felépítő additív gyártással fémporból lézersugaras olvasztással előállított testreszabott protézisek minősége sok tényezőtől függ. Valamennyi befolyásoló tényező pontos beállítása és a gyártási és ellenőrzési folyamatokban előírt értékek biztosítása lehet a garanciája annak, hogy az implantátumok hozzájáruljanak a gyógyítandó páciensek jobb életminőségének elősegítéséhez.

Ahhoz, hogy minden szempontból megfelelő minőségű (csonthoz hasonló tömegű, egyenmerevségű, pontos összetételű, a csontbenövést segítő) implantátumokat készíthessünk, további kutatások, vizsgálatok, minősítések szükségesek a folyamat valamennyi területén (tervezés, gyártás, tárolás, minősítés), hogy a komplex feladatot testreszabottan és minősítetten tudjuk megoldani.

7. KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

A projekt a Nemzeti Kutatási és Innovációs Hivatal támogatásával az NKIH Alapból valósul meg, a projekt címe: „Egyénre szabott orvos-biológiai implantátumok és segédeszközök új generációs gyártási folyamatának kidolgozása additív technológiákra”; a pályázat azonosító száma: NVKP_16-1-2016-0022.

A kidolgozók köszönik a támogatást.

8. IRODALOMJEGYZÉK

- [1] Sz. Herczeg, J. Takács: Influence of scanning speed on the mechanical and structural properties of laser sintered prototypes, *Periodica Polytechnica Transport Engineering*, Budapest. 2004 32/1-2, pp.: 83-90, HU ISSN 0303-7800
- [2] KESZTE R: Korszerű járműgyártás technológiák OMFB TEP tanulmány, Budapest, 2000
- [3] Bankoff, A. D. P. (2012). Biomechanical characteristics of the bone. INTECH Open Access Publisher.
- [5] Bartolo, P., Kruth, J. P., Silva, J., Levy, G., Malshe, A., Rajurkar, K., ... & Leu, M. (2012). Biomedical production of implants by additive electro-chemical and physical processes. *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, 61(2), 635-655.
- [6] Bartolo, P. J., Chua, C. K., Almeida, H. A., Chou, S. M., & Lim, A. S. C. (2009). Biomanufacturing for tissue engineering: present and future trends. *Virtual and Physical Prototyping*, 4(4), 203-216.
- [7] Liu, C. Z., & Czernuszka, J. T. (2007). Development of biodegradable scaffolds for tissue engineering: a perspective on emerging technology. *Materials science and technology*, 23(4), 379-391.
- [8] Sealy, M. P., & Guo, Y. B. (2011). Fabrication and characterization of surface texture for bone ingrowth by sequential laser peening biodegradable orthopedic magnesium-calcium implants. *Journal of Medical Devices*, 5(1), 011003.
- [9] Murr, L. E., Gaytan, S. M., Ramirez, D. A., Martinez, E., Hernandez, J., Amato, K. N., & Wicker, R. B. (2012). Metal fabrication by additive manufacturing using laser and electron beam melting technologies. *Journal of Materials Science & Technology*, 28(1), 1-14.
- [10] Dai, K., & Shaw, L. (2005). Finite element analysis of the effect of volume shrinkage during laser densification. *Acta materialia*, 53(18), 4743-4754.
- [11] Vandenbroucke, B., & Kruth, J. P. (2007). Selective laser melting of biocompatible metals for rapid manufacturing of medical parts. *Rapid Prototyping Journal*, 13(4), 196-203.
- [12] Kruth, J. P., Mercelis, P., Van Vaerenbergh, J., Froyen, L., & Rombouts, M. (2005). Binding mechanisms in selective laser sintering and selective laser melting. *Rapid prototyping journal*, 11(1), 26-36.
- [13] Spektruma Analytik GmbH. Fabrikzeile 21. 95028 Hof, Deutschland
- [14] Ellis, H. A., McCarthy, J. H., & Herrington, J. (1979). Bone aluminium in haemodialysed patients and in rats injected with aluminium chloride: relationship to impaired bone mineralisation. *Journal of clinical pathology*, 32(8), 832-844.