



Különböző módon formázott bioaktív üvegkerámiák tulajdonságainak vizsgálata

KÉSZÍTETTE: KISGYÖRGY ANDRÁS

TÉMAVEZETŐ: DR. ENISZNÉ DR. BÓDOGH MARGIT

ANYAGMÉRNÖKI INTÉZET

2016.05.11.

Diplomadolgozat célja

Különböző összetételű,

- csapadékos módszerrel előállított hidroxapatittal (HA) adalékolt,
- természetes forrásból származó hidroxapatittal (BA) adalékolt,

különböző formázási módszerrel készült,

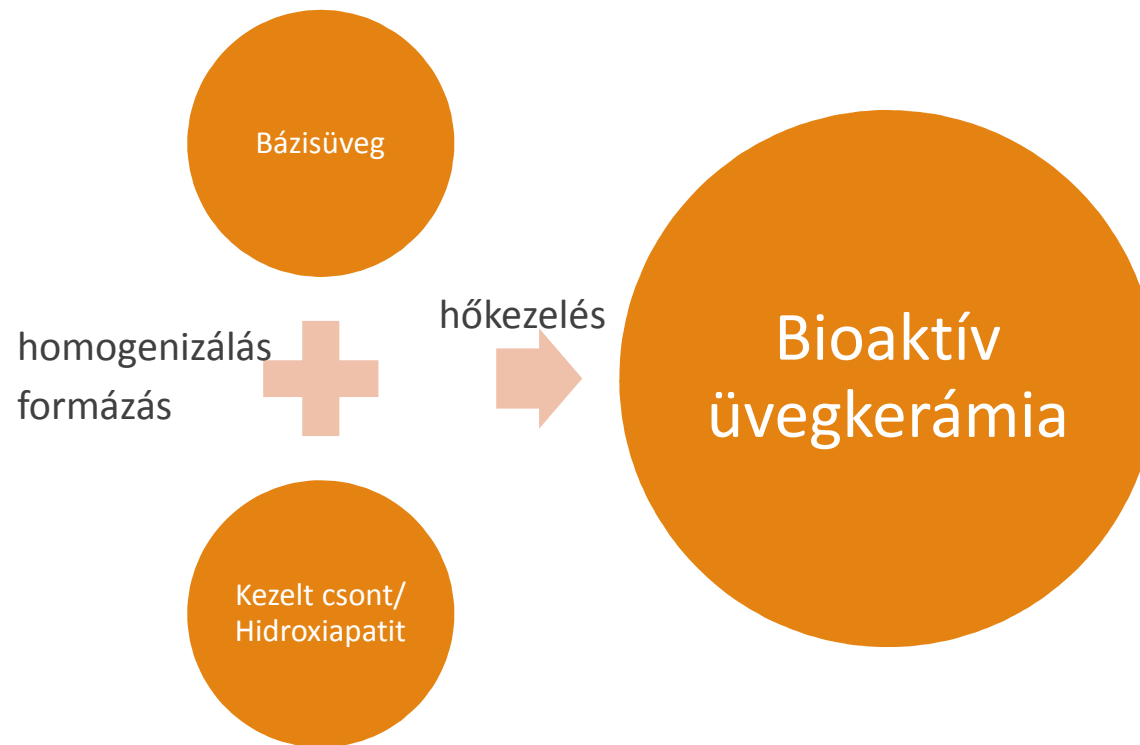
- **öntéssel,**
- hidraulikus préssel,

különböző csúcshőmérsékleten égetett,

- 900 °C,
- 1000 °C,

bioaktív üvegkerámiák tulajdonságainak összehasonlítása.

Bioaktív üvegkerámia készítése



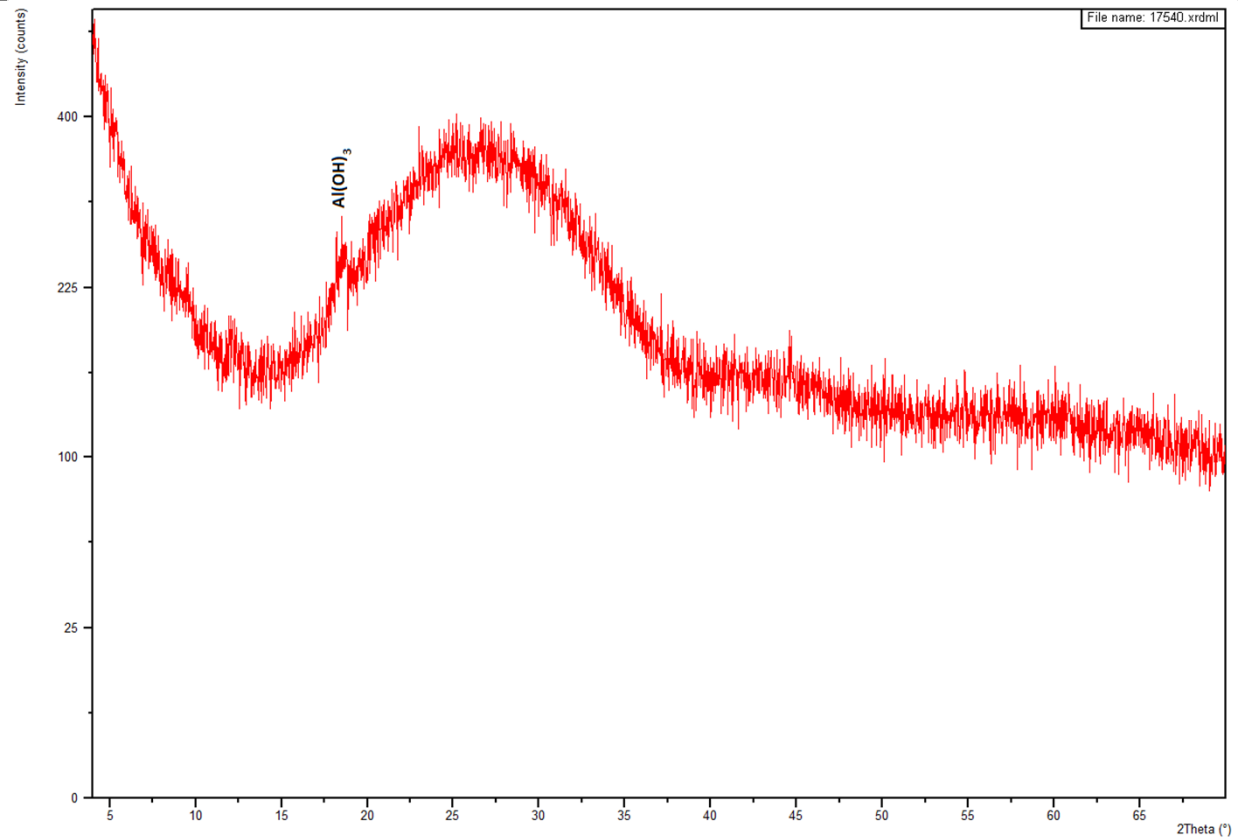
Bázisüveg

Előállítás

- Fritteléssel (1350 °C)
- Száraz őrlés (<100 μm)

Bázisüveg felhasználása

- 900 °C hőmérséklet felett



Természetes és mesterséges úton előállított hidroxiapatit

Biológiai hidroxiapatit

- Kezelt szarvasmarha csont: Alfalox Bt.
- 10-15 cm-es darabok → száraz őrlés (<100 μm)
- Kis mennyiségű β-whitlockitot tartalmazó hidroxiapatit

Biológiai apatit rtg. diffr. vizsgálat	d (Å)	Beütésszám (cts)
Hidroxiapatit	2,81	3284,92
β-whitlockit	2,88	100,71
Háttér		23,98

Csapadékos módszerrel előállított hidroxiapatit

- Előállította: Anyagmérnöki Intézet
- Szemcseméret < 45 μm
- Kis mennyiségű β-whitlockitot tartalmazó hidroxiapatit

Mesterséges apatit rtg. diffr. vizsgálat	d (Å)	Beütésszám (cts)
Hidroxiapatit	2,81	3381,56
β-whitlockit	2,88	477,52
Háttér		23,31

Bázisüveg-hidroxiapatit (HA) és bázisüveg-biológiai apatit (BA) keverékek előállítása

HA	65 % (m/m) őrölt fritt (<100 µm) + 35 % (m/m) őrölt, csapadékos módszerrel előállított hidroxiapatit (<100 µm)
BA	65 % (m/m) őrölt fritt (<100 µm) + 35 % (m/m) őrölt, kezelt szivacsos marhacsont (<100 µm)

Keverékek homgenizálása

- 3 órás száraz őrlés

Próbatestek formázása

- Hidraulikus prézelés
- Öntés

Próbatestek formázása hidraulikus préssel

Henger alakú próbatestek (\varnothing 25 mm x 2-3 mm) formázása porozitás vizsgálathoz

- 40 MPa,
- 50 MPa,
- 60 MPa

nyomást alkalmazva.

Hasáb alakú próbatestek (12 mm x 60 mm x 3,5 mm) formázása hajlítószilárdság és porozitás vizsgálathoz

- 42 MPa

nyomást alkalmazva.

Próbatestek formázása öntéssel, öntőiszap készítése

Keverék:folyadék arányok meghatározása ($\rho = 1,66 \text{ g/cm}^3$)

Öntőiszaphoz használt **adalékanyag** meghatározása

- Adalék nélküli desztillált víz **X**
- Étkezési keményítő-desztillált víz oldat **X**
- Étkezési zselatin-desztillált víz oldat **✓**

Zselatinos oldatok

10 ml desztillált víz + 0,4 g étkezési zselatin (1. jelű)

10 ml desztillált víz + 0,67 g étkezési zselatin (2. jelű)

HA és BA jelű minták esetén eltérő keverék:folyadék arány

10 g HA + 4 ml zselatinos oldat

10 g BA + 5,3 ml zselatinos oldat

Próbatestek formázása öntéssel, öntési folyamat

Öntési folyamat

- Szilikon formába öntés
- Szárítási idő: 2 nap szobahőmérsékleten
- Henger alakú próbatestek ($\varnothing 33$ mm x 2-4 mm) eltávolítása

Vizsgálatok

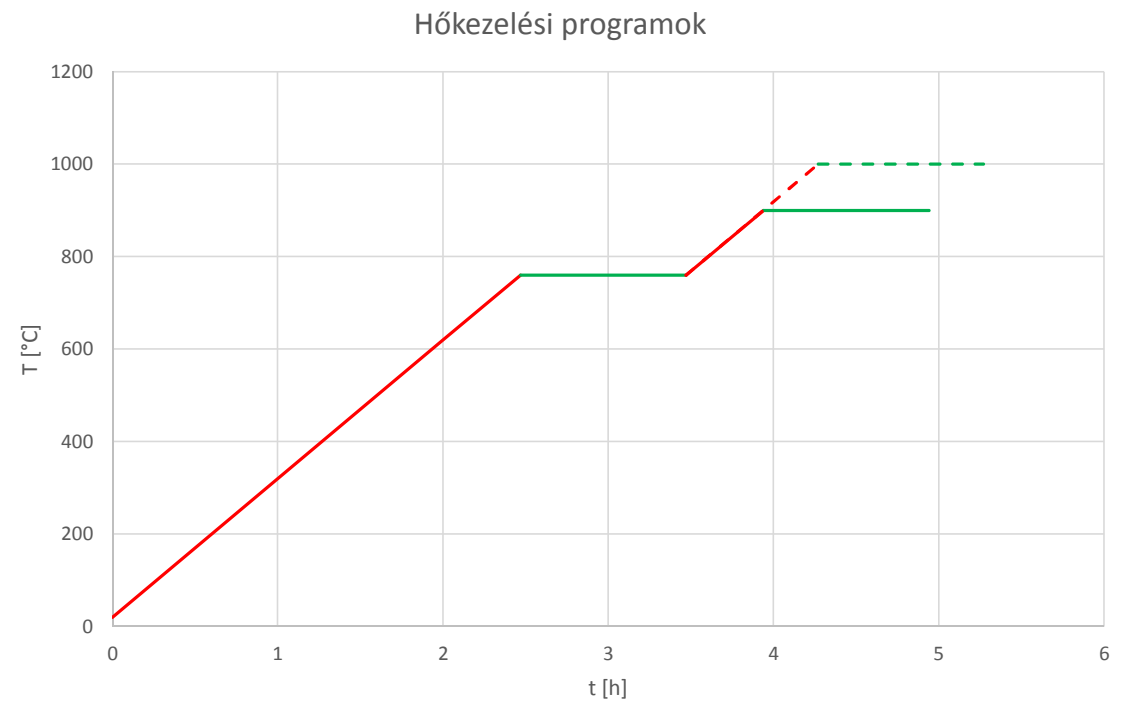
- Porozitás
- Oldhatóság
- Mikrokeménység
- Morfológia

Minták hőkezelése

Próbatestek szárítószekrényben szárítása (100 °C)

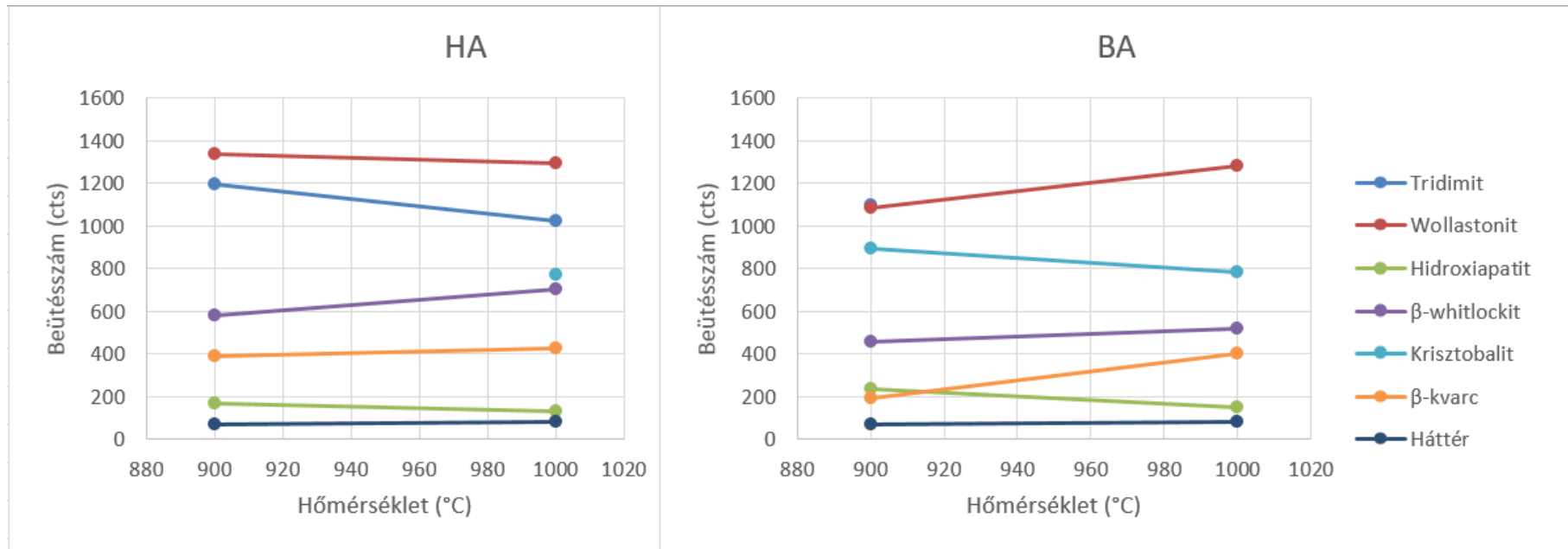
Kétlépcsős hőkezelés

- Első lépcső
 - 760 °C-ig hevítés
 - Egy órás hőntartás (nukleáció)
- Második lépcső
 - 900 °C illetve 1000 °C hőmérsékletre hevítés
 - Egy órás hőntartás (kristálynövekedés)



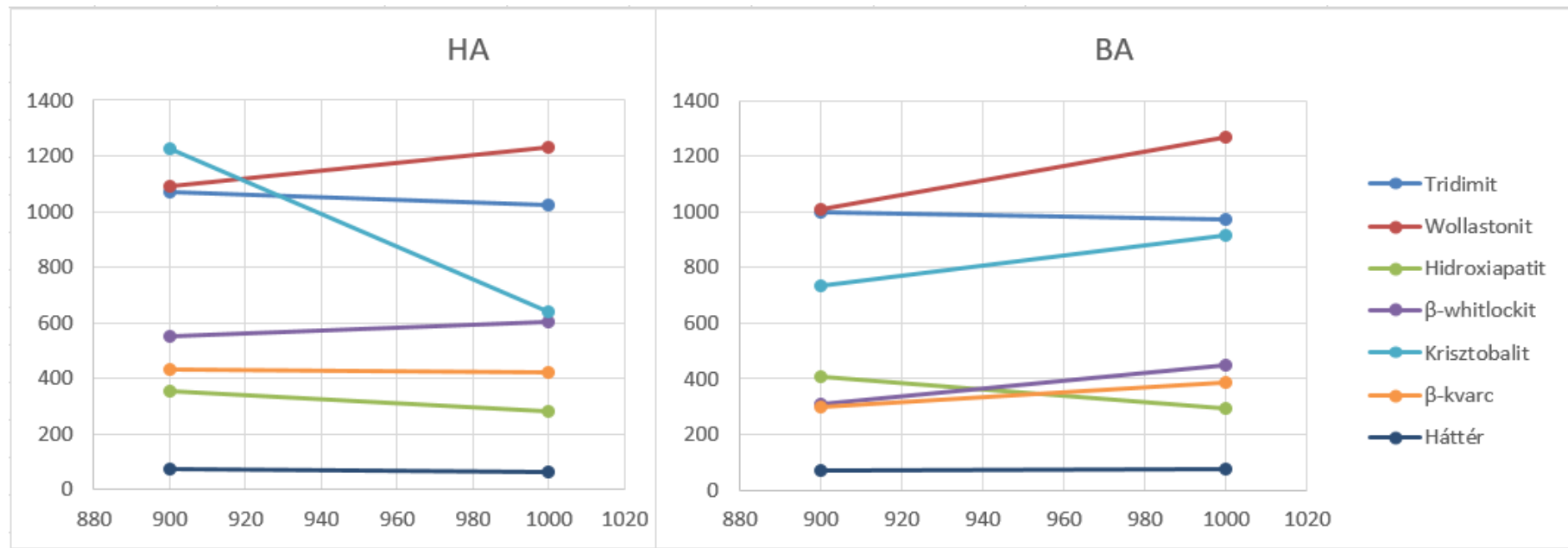
Fázisösszetétel vizsgálata, hidraulikusan préselt minták esetén

Hasáb alakú minták



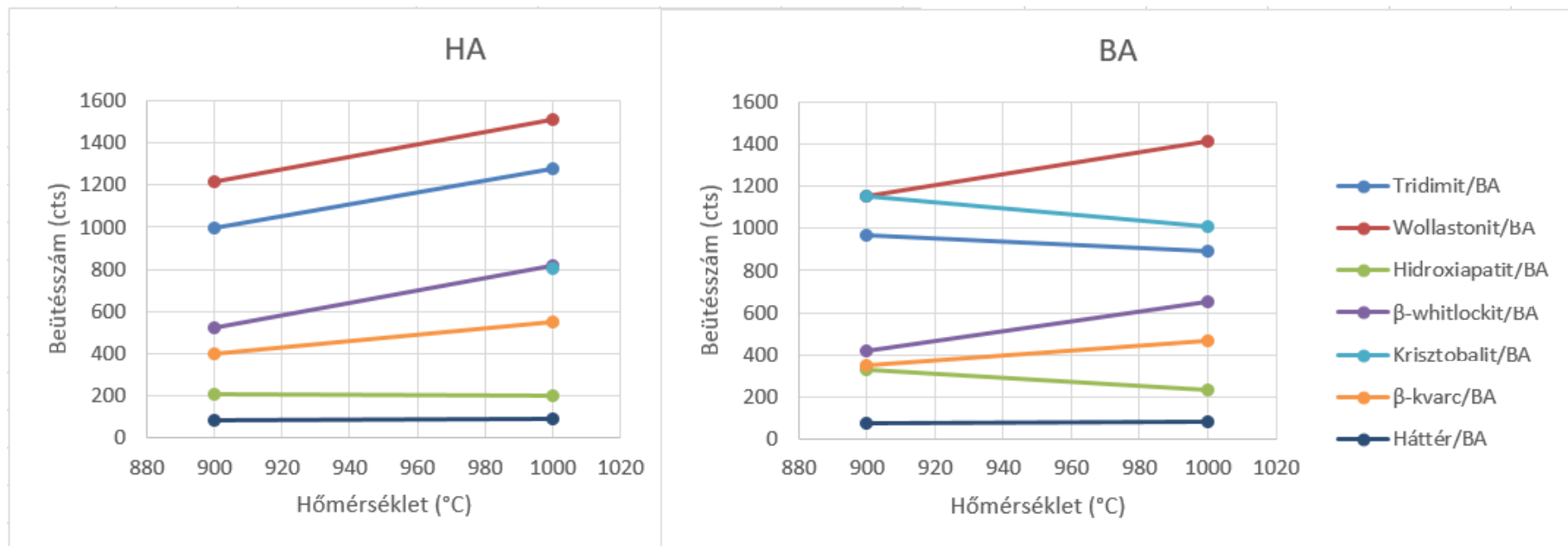
Fázisösszetétel vizsgálata, öntött minták esetén

Kiseb zselatin koncentrációjú oldatot (10 ml + 0,4 g étkezési zselatin) tartalmazó minták (1. jelű)



Fázisösszetétel vizsgálata, öntött minták esetén

Nagyobb zselatin koncentrációjú oldatot (10 ml + 0,67 g étkezési zselatin) tartalmazó minták (2.jelű)



Fázisösszetétel vizsgálata

Összefoglalva

- A hőmérséklet növekedésével
 - nőtt a β -whitlockit tartalom
 - csökkent a hidroxipatit tartalom
- β -whitlockit fázis mennyisége
 - BA esetén kisebb
 - HA esetén nagyobb

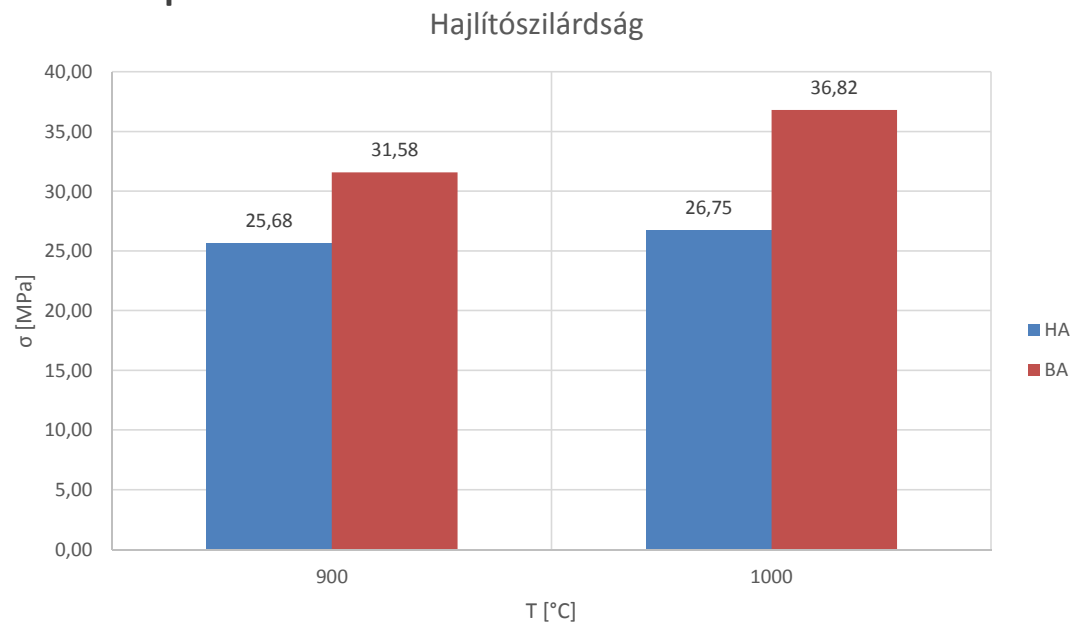


Felületi réteg eltérő oldhatóságára utal

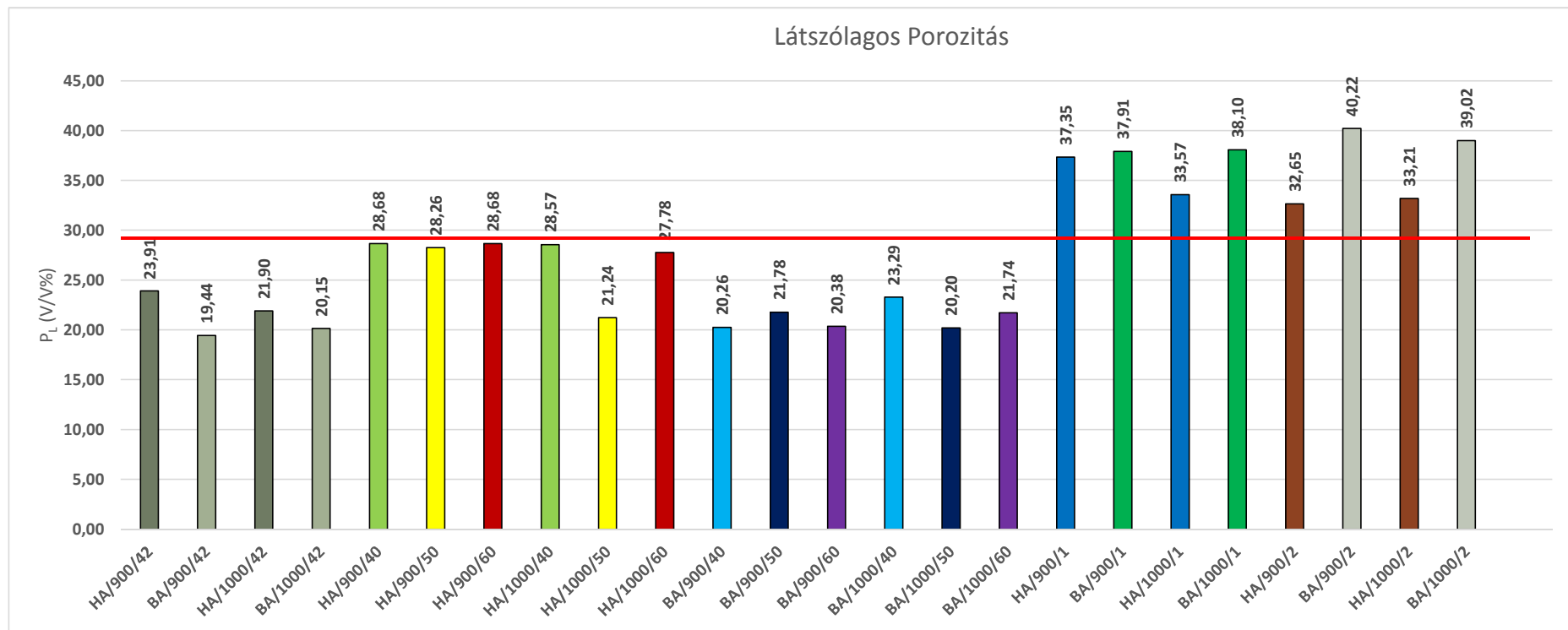
Szilárdsági vizsgálat

BA és HA jelű minták összehasonlítása

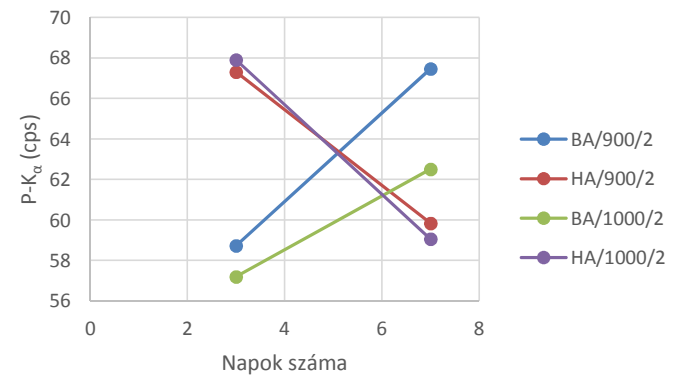
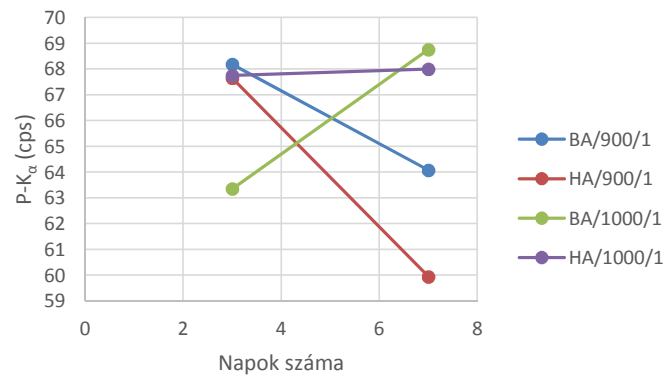
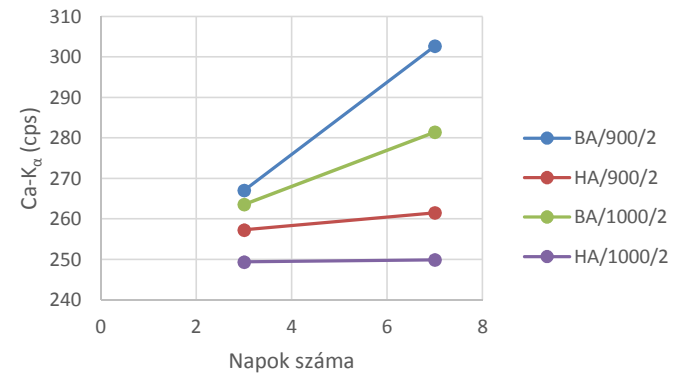
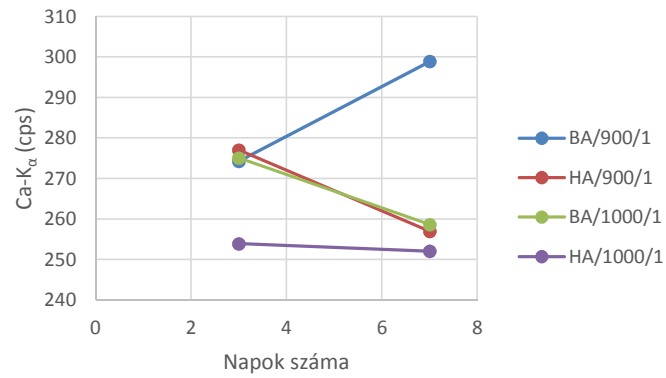
Hidraulikusan préselt próbatestek



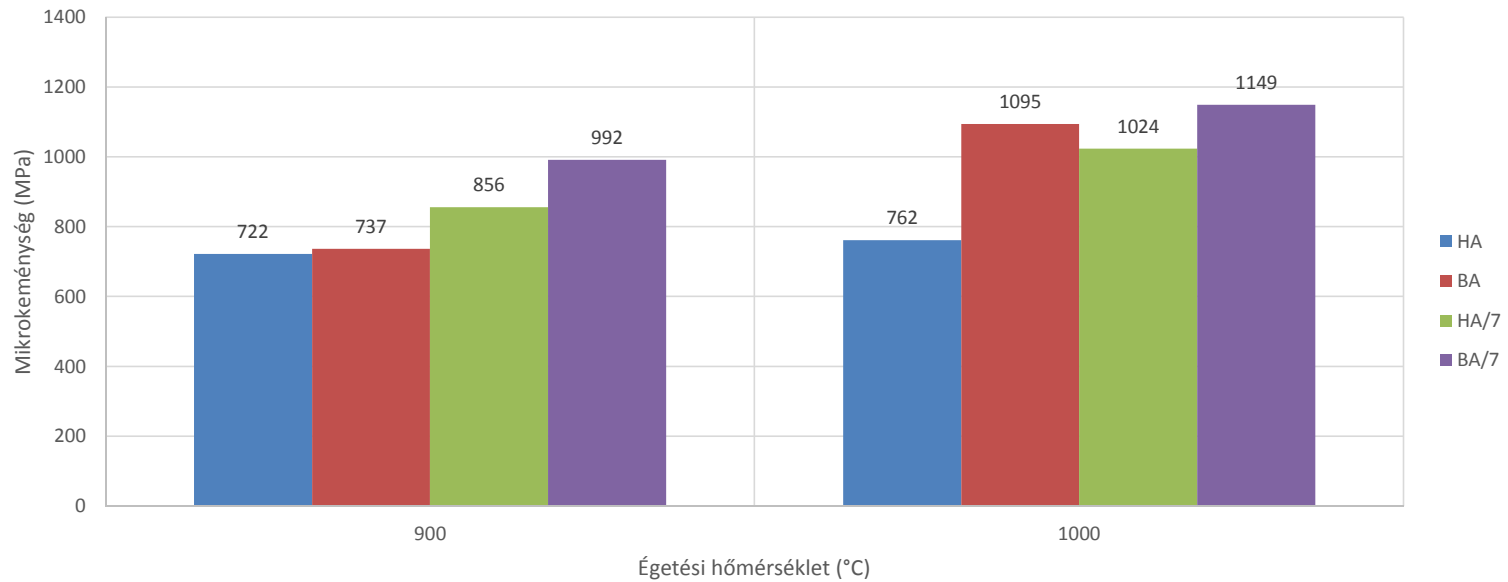
Porozitás vizsgálata



Kioldódási vizsgálat

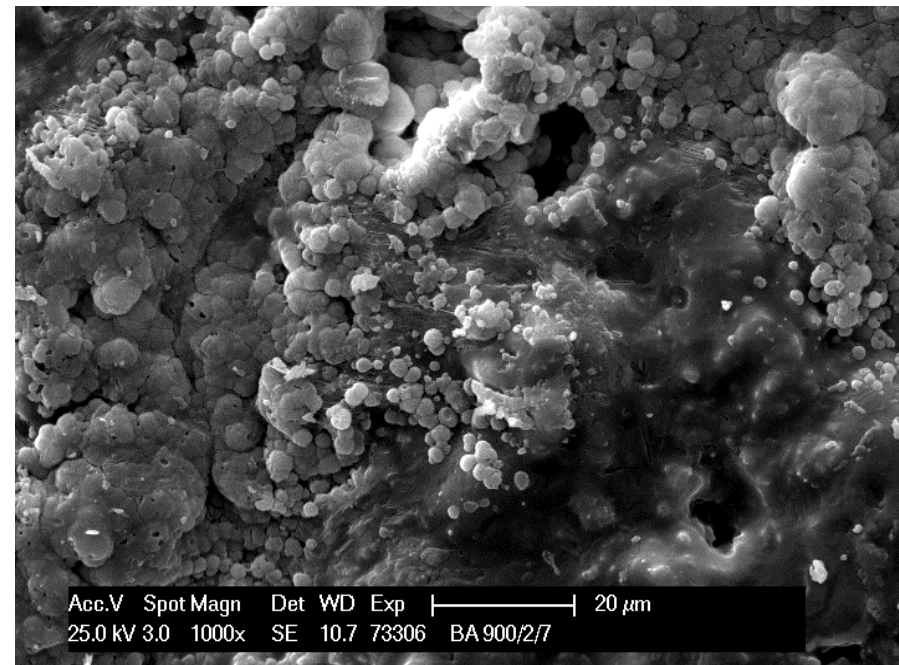
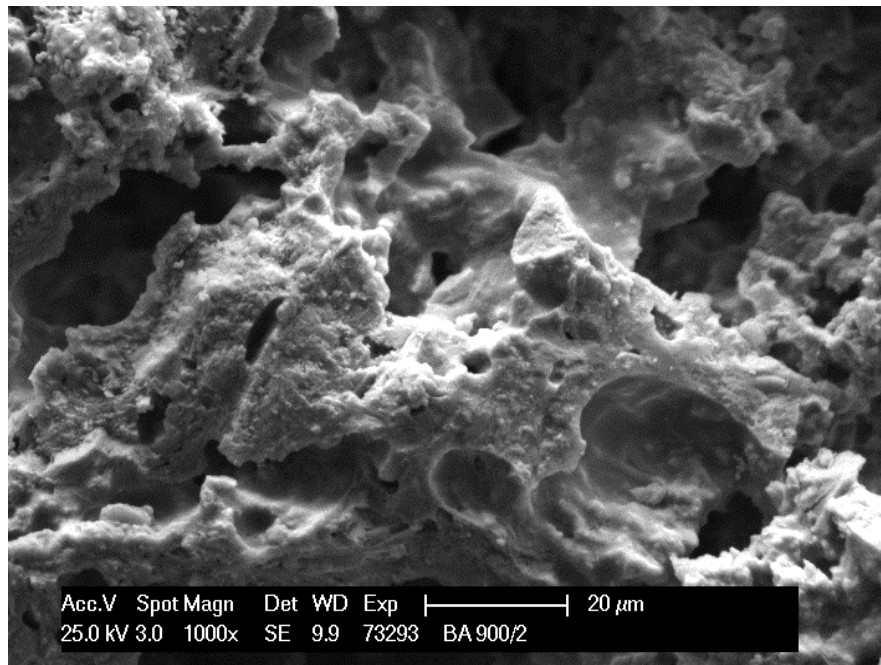


Vickers-féle mikrokeménység vizsgálat



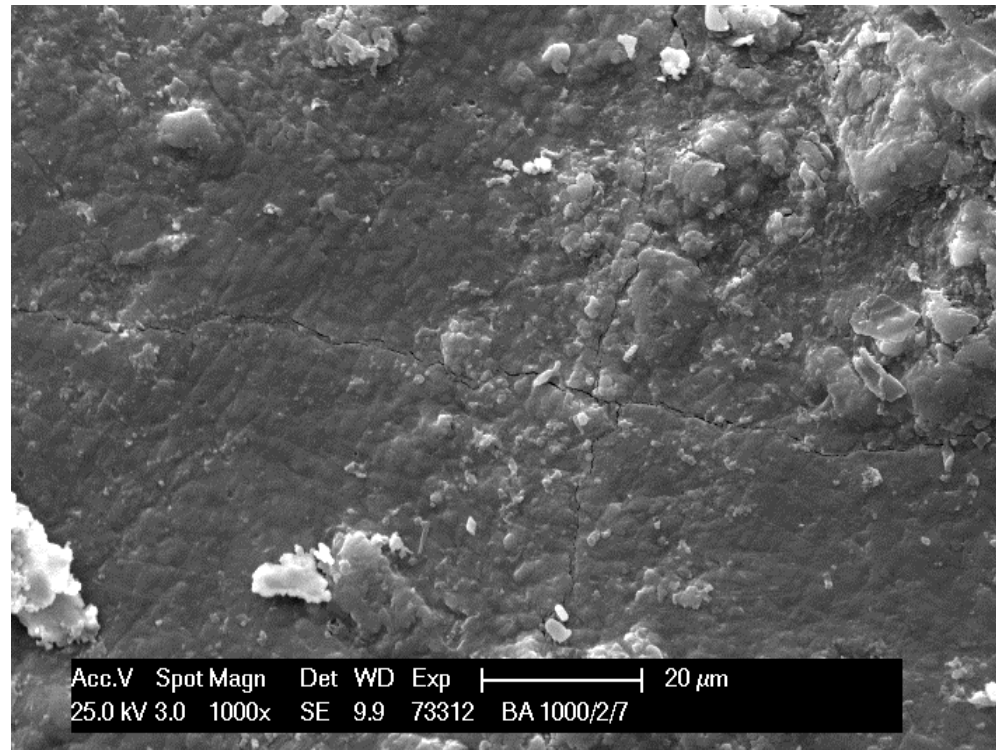
Pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat

Megfigyelhető a szimulált testfolyadékban bekövetkező oldódás és kristályosodás



Pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálat

Égetési hőmérséklet 1000 °C-ra növelésével nagyobb mennyiségű olvadék/üveges fázis lesz jelen.



Összefoglalás

Különböző (kezelt csont és hidroxipatit) adalék tartalmú keverékek

Eltérő (hidraulikus préselés, öntés) formázási módszerek

Eltérő (900 °C és 1000 °C) égetési csúcshőmérsékletek

} Bio-üvegkerámia

Öntés előnyei

Bonyolultabb formák

Porozitás szabályozása

A BA jelű üvegkerámiák

- nagyobb oldhatósággal,
 - nagyobb porozitással,
 - nagyobb kopásállósággal,
- rendelkeznek, mint a HA jelűek.

Köszönöm a megtisztelő figyelmet!



Forrás: <http://3dprint.com/19099/wasp-to-3d-print-bone-implants-with-clay-3d-printers/>