FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA XVIII.

Kolozsvár, 2013. március 21–22.

TITÁN MINTÁK ANODIZÁLÁSA ÉS BAKTERIOLÓGIAI VIZSGÁLATA

KATONA Bálint, NÁDAI Lilla, NAGY Péter, TERDIK Attila,

BONYÁR Attila, WESZL Miklós, BOGNÁR Eszter

Abstract

Tooth replacement by titanium implants has emerged during the last decade, but unfortunately the number of implant-associated infections is also increasing. The growing resistance of bacteria to antibacterial medicines exacerbates the problem that necessitates the development of alternative solutions. The most common implant materials in dentistry are titanium alloys so the goal of our study was to develop titanium-oxide nanostructures on the surface of titanium implant materials that may impede the attachment of contagious bacteria on the surface. In our experiments three different type of titanium discs were subjected to anodic oxidation. We investigated the effect of voltage (10-200 V) on the surface pattern of emerging TiO_2 . We examined the surfaces by scanning electron microscopy (SEM) and atomic force microscopy (AFM). After surface characterization the discs were subjected to bacterial contamination study. We observed lattice-like nano-structures parallel with the plane of the titanium disc. We found fewer bacteria on these surfaces than on the chemical etched. The parallel TiO_2 nanophase topography may exhibit particular characteristics in terms of chemical and biological activity that could open up new opportunities in nanosurface research.

Keywords:

titanium, anodization, bacteriology, nanostructure, surface treatment

Összefoglalás

Az utóbbi évtizedben jelentős mértékben növekedett a titán fogászati implantátumok alkalmazása, de sajnos a behelyezést követő befertőződések száma is. Ennek fő oka a baktériumok antibiotikumokkal szemben növekvő ellenállóképessége, így a probléma egy alternatív megoldás kifejlesztését sürgeti. A gyakorlatban a fogászati implantátumok titán ötvözetekből készülnek, ezért célunk ilyen alapanyagok felületén olyan titán-oxid struktúrák létrehozása, amelyek gátolják a baktériumok megtapadását. Vizsgálatainkban különböző titán alapanyagokból készült korong próbatesteket anodizáltunk különböző feszültség értékek (10-200 V) mellett. Ezen felületkezelés hatására a felületen különböző titán-oxid struktúrák alakulnak ki. A kezelt titán korongok felületét pásztázó elektronmikroszkóppal és atomerő mikroszkóppal vizsgáltuk meg a kialakuló struktúrák megfigyelése céljából. A különböző paraméterekkel felületkezelt mintákat bakteriológiai kísérleteknek vetettük alá. Az atomerő mikroszkópos vizsgálat során egyes anodizált mintákon „árokszerű” titán-oxid struktúrákat jöttek létre. Ezen minták felületén kevesebb baktériumot figyeltünk meg, mint a maratott minták esetében. Kísérleteink eredményeképpen megállapíthatjuk, hogy a nanoméretű titán-oxid struktúrák biológiai aktivitással rendelkezhetnek.

Kulcsszavak:

titán, anodizálás, bakteriológia, struktúra, felületkezelés

1. Bevezetés

Az utóbbi években jelentősen megnövekedett a titán implantátumokkal történő fogpótlások száma [1]. Ezzel egyidőben azonban az implantátumok bakteriális befertőződésének száma is megugrott, amely sajnos a baktériumok antibiotikumokkal szembeni egyre növekvő ellenállóképességével párosul. A

bakteriális fertőzés továbbterjedésével a befertőződött implantátum nem képes tovább ellátni funkcióját, így annak cseréjére van szükség a súlyosabb szövődmények elkerülése érdekében [2]. Néhány tanulmány foglalkozik a baktériumok megtapadását gátló titán-dioxid (TiO_2) felület létrehozásával [3-4]. Egyes szakirodalmak szerint a nanoméretű felületi TiO_2 struktúrák képesek lehetnek csökkenteni egyes baktériumok megtapadását [5-6].

Célunk, hogy nanofelületeket hozzunk létre különböző titán implantátum alapanyagokon anódos oxidációval és vizsgáljuk a felületek szerkezetét és tulajdonságait az alkalmazott kísérleti paraméterek függvényében.

2. Anodizálási kísérletek

Munkánk során három különböző alapanyagból készült korongon végeztük el a kísérleteket. Az anyagok Grade 5-ös, Grade 2-es, és nanokristályos Grade 2-es Ti voltak. Míg a Grade 5-ös jelzésű titán 6 % alumíniumot és 4 % vanádiumot tartalmaz, addig a Grade 2-es jelzésű titán nem tartalmaz ötvöző anyagot. Gyártás szempontjából az első két alapanyagból húzással rudat állítanak elő, míg a nanokristályos Ti alapanyagból egy könnyűsajtolásnak nevezett eljárást alkalmaznak [7].

Kísérleteinkhez a rudakból 2 mm vastag korongokat munkáltunk ki esztergálással, majd ezeket a korongokat egy gyémánttárcsás vágóberendezés segítségével négy részre vágtuk.

Az anodizálás előtt a próbatesteket kémiai maratásnak, ezt követően pedig elektropolírozásnak vetettük alá. A kémiai maratást az esztergálásból származó sorja eltávolítása, az elektropolírozást pedig a felületi minőség javítása érdekében alkalmaztuk.

Az anodizálás során a munkadarabot anódként kötjük az áramkörbe, majd az anodizáló fürdőbe merítjük (1. ábra). A feszültség hatására az anodizáló fürdőből oxigén szabadul fel, ami fém-oxidot hoz létre a munkadarab felületén. Ezen réteg vastagsága, valamint színe függ az alkalmazott feszültségtől. Előzetes kísérleteink eredményeként a folyamatot 0,1 V/V% hidrogén-fluoridot tartalmazó desztillált vizes oldatban, mágneses keverés mellett, szobahőmérsékleten végeztük el [8]. Kísérleteinkben az alkalmazott feszültségtartomány 10-200 V volt, 10 V-os lépcsőkben növelve.

1. ábra. Az anodizálás során alkalmazott mérési összeállítás és a folyamat egyszerűsített ábrája

3. Bakteriológiai vizsgálatok

A bakteriológiai vizsgálatokat a drezdai Max Bergmann Intézetben végeztük el, alapanyagonként 84 teljes korong mintán. Az 1. táblázat az egyes mintacsoportokon alkalmazott felületkezelések sorrendjét mutatja be.

1. táblázat. A bakteriológiai vizsgálatokban alkalmazott minták felületkezelései

Csoport neve	Alkalmazott felületkezelések sorrendje
Maratott	kémiai maratás
Anodizált I	kémiai maratás – elektropolírozás - anodizálás 30 V-on
Anodizált II	kémiai maratás - anodizálás 30 V-on
Anodizált III	kémiai maratás – elektropolírozás - anodizálás 200 V-on
Anodizált IV	kémiai maratás - anodizálás 200 V-on

Vizsgáltunk csak maratott mintákat is, mivel a forgalomban lévő implantátumok többségét ilyen felületkezelésnek vetik alá. Ezen minták a későbbi vizsgálatok során referenciaként szolgáltak.

A kísérletekben egy aerob és egy anaerob baktérium törzset használtunk, amelyek megtalálhatóak az emberi szájüregben is. Ezek a *lactobacillus casei* DSMZ 20011 (anaerob baktérium) és a *bacillus sphaericus* NCTC 9602 (aerob baktérium) voltak.

A kísérlet során a baktériumokat 9 napig növesztettük a minták felületén, majd 2,5 %-os glutár-aldehid oldattal lefixáltuk őket. Ennek köszönhetően a felületet vizsgálni tudtuk.

4. Eredmények

Az anodizált mintákat atomerő- és pásztázó elektronmikroszkóppal, a bakteriológiai kísérletekben használt mintákat pásztázó elektronmikroszkóppal vizsgáltuk. Az atomerő mikroszkópos vizsgálat során a 30 V-on anodizált Grade 5-ös alapanyagú mintákon „árokszerű”, a 200 V-on anodizált mintákon „pontszerű” nanostruktúrákat figyeltünk meg (2. ábra). Ez utóbbi mindegyik alapanyagra jellemző.

2. ábra. Nano Ti 200 V-on (bal) és Grade 5 Ti 30 V-on (jobb) anodizált felülete

A fixált baktériumokat tartalmazó titán minták elektronmikroszkópos vizsgálata alapján azt feltételezhetjük, hogy az anodizált mintákon kevesebb baktérium telepedett meg, mint a maratott minták felületén (3. ábra). Ezt a feltételezésünket azonban a további kísérleteink során kvantitatív molekuláris biológiai módszerekkel fogjuk alaposabban megvizsgálni.

3. ábra. Egy maratott (bal) és egy 30 V-on anodizált (jobb) minta felületének elektronmikroszkópos képe a baktériumok kiemelésével

5. Összefoglalás

Az anodizálással különböző vastagságú TiO_2 réteget hoztunk létre Grade2, Grade5 és nanoszemcsés Grade2 titán minták felületén. Ezeken atomerő mikroszkópos, valamint bakteriológiai vizsgálatokat végeztünk. Megfigyeltük, hogy anodizálás hatására különböző nanostruktúrák jöttek létre a felületen, amelyek kezdeti eredményeink alapján biológiailag aktív tulajdonsággal is rendelkezhetnek.

6. Irodalom

- [1] D. Criswell: The „Evolution” of Antibacterial Resistance, Impact #378, 2004
- [2] A. Tanner, M. F. J. Maiden, K. Lee et al.: Dental Implants Infections, Clinical Infectious Diseases, 1997, 25(Suppl 2):S213–7
- [3] Y. Chen et al.: Formation of titanium oxide nanogrooves island arrays by anodization, Electrochemistry Communications 12, 2010, pp 86–89
- [4] Carlos Nelson Elias: Titanium dental implants surfaces, Revista Matéria Vol. 15, 2010, pp 138-142
- [5] S.D. Puckett, E. Taylor, T. Raimondo et al.: The relationship between the nanostructure of titanium surfaces and bacterial attachment, Biomaterials 31, 2010, pp 706-713
- [6] D. Mohn, M. Zehnder WJ. Stark et al.: Electrochemical Disinfection of Dental Implants , PLoS ONE, 2011, doi:10.1371/journal.pone.0016157
- [7] J. Gubicza, Zs. Fogarassy, Gy. Krállics et al.: Microstructure and mechanical behavior of ultrafine-grained titanium, Materials Science Forum Vol. 589, 2008, pp 99-104
- [8] Náday L., Katona B: Baktériumok megtapadását gátló titán-dioxid nanostruktúrák kialakítása implantátum alapanyagok felületén, 2012, TDK

Katona Bálint, MSc hallgató

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem

Anyagtudomány és Technológia Tanszék

Cím: 1111, Magyarország, Budapest, Bertalan Lajos utca 7.

Telefon / Fax: +361-463-1361/+361-463-1366

E-mail: katona@eik.bme.hu