FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA XVIII.

Kolozsvár, 2013. március 21–22.

TITÁN KÉMIAI MARATÁSA ÉS ELEKTROPOLÍROZÁSA

NÁDAI Lilla, KATONA Bálint, TERDIK Attila, NAGY Péter, WESZL Miklós,
BOGNÁR Eszter

Abstract

We studied treatments to the surface of titanium implant materials, specifically 2 mm thick Grade 2 and Grade 5 titanium discs. The discs were subjected to two consecutive surface treatment procedures, chemical etching and electropolishing. For chemical etching we investigated changes in reaction time on the surface, while in electropolishing we looked at the electric-current density and the reaction time. As a result of our research we determined the optimal parameters for surface treatment by chemical etching, taking into account both the amounts of material lost and its surface grain. After completion of surface treatment, we examined the titanium discs with both optical microscopy (stereo and metal-microscope) and electron microscopy.

We established that with an etching solution containing 9 V/V % hydrogen-fluoride, 12 V/V % nitric acid and distilled water at 30°C, a chemical etching time of 30 seconds is optimal. The optimal electropolishing parameter combination we found to be 180 seconds polishing time, minus 30°C temperature, and a voltage of 20 volts.

Keywords:

titanium, chemical etching, electropolishing, surface treatment

Összefoglalás

Kutatásunkban kémiai maratást és elektropolírozást végeztünk Grade 2-es és Grade 5-ös titán alapanyagokból esztérgált, 2 mm vastagságú korong alakú próbatesteken. A kémiai maratáskor az időt, míg az elektropolírozás során a feszültséget és az időt változtattuk. A kutatás eredményeként meghatároztuk a felületkezelésekhez tartozó optimális paramétertartományokat a minták anyagmennyiségének csökkenését és a felületi érdességet figyelembe véve. A felületkezelések elvégzése után a titánkorongokat optikai- (sztereo- és fémmikroszkóp) és elektronmikroszkóppal vizsgáltuk meg.

Megállapítottuk, hogy a 9 V/V % hidrogén-fluoridot, 12 V/V % salétromsavat és desztillált vizet tartalmazó maratópáccal 30°C-on történő kémiai maratás esetében, a vizsgált mintáknál 30 másodperc maratási idő az optimális. Az optimális elektropolírozási paraméterkombinációnak a 180 másodperc polírozási időt, - 30°C-os polírozási hőmérsékletet és 20V feszültséget találtuk.

Kulcsszavak:

titán, kémiai maratás, elektropolírozás, felületkezelés

1. Bevezetés

Napjainkban elterjedt fogpótlási módszer az implantátum, amelynek segítségével a fogorvosok a valódi foggyökeret pótolják [1].

Kutatásunk céljának tűztük ki, hogy kémiai maratásnál és elektropolírozásnál kidolgozzuk azokat az optimális paramétereket, amelyek egy új geometriával rendelkező implantátum számára megfelelő felületi minőséget biztosítanak.

A szakirodalomban titán kémiai maratásához hidrogén-fluoridot, salétromsavat és desztillált vizet alkalmaznak [2], elektropolírozásához pedig metanolból, butanolból és perklór-savból álló elektrolitot [3,4].

2. Kísérleti munka

Kísérleteinkhez Grade 5-ös (6% Al, 4% V), Grade 2-es és nanoszemcsés Grade 2-es titán korongokat használtunk [5]. Az alapanyagokból 2 mm vastag korongokat munkáltunk ki esztergálással, majd ezeket a korongokat gyémánttárcsás vágóval 4 részre vágtuk. A kísérletek során összesen 72 mintát vizsgáltunk meg.

A fogászati implantátumok geometriáját forgácsolással alakítják ki, ez pedig sorját, valamint a vágókésből származó hornyokat hagy maga után, emiatt az így elkészített implantátumokat felületkezelésnek kell alávetni.

2.1. Kémiai maratás

Kutatásunkban kémiai maratással távolítottuk el a minták felületéről az esztergáláskor keletkezett sorját. A minta kémiai maratását ultrahangos berendezésben végezzük a reakció hatékonyságának növelése érdekében. Az eljárás során a minta és a maratópác között lejátszódó kémiai reakció a kezelt munkadarab anyagfogyását eredményezi. A kémiai maratást a kezelendő alapanyag összetétele, a maratópác összetétele, a hőmérséklet és a kezelés ideje befolyásolja.

Kísérleteinkben 9 V/V % hidrogén-fluoridot, 12 V/V % salétromsavat és desztillált vizet tartalmazó maratópácot alkalmaztunk, amelyet előzetes kísérletek alapján választottunk ki. A kezelés során a rendszerünk felmelegedett a lejátszódó exoterm folyamat miatt. Mivel a maratópác intenzitása függ a hőmérséklettől, ezért azt egy optimális, konstans értéken kellett tartanunk, amelyet a méréseink alapján 30°C-ra állapítottunk meg. Ehhez lehűtött acetont használtunk, amellyel a reakcióteret kívülről hűtöttük és a maratópác hőmérsékletét 30±1°C-on tudtuk tartani.

A kémiai maratás idejével arányos a leváló anyag mennyisége, valamint a felület minősége. A hosszú idejű kezelés jelentős anyagfogyást eredményez, amely nem gazdaságos, továbbá egy implantátum esetében a felületen kialakított menet lemaródását is előidézheti. A túl rövid ideig tartó kémiai maratás pedig nem okoz sorjamentes felületi minőséget. Mivel a kémiai maratás minőségét jelentős mértékben meghatározó paraméter a kezelés időtartama, ezért alapanyagonként különböző ideig maratott munkadarabot, tehát 3x12 mintát készítettünk és vizsgáltunk. Az alkalmazott időtartamokat az 1. táblázat mutatja.

1. táblázat. Az egyes mintákhoz tartozó maratási idő

Minta sorszáma	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.	10.	11.	12.
Maratás ideje (sec)	15	30	60	120	180	240	300	360	420	480	540	600

A kezelés előtt minden mintának megmértük a vastagságát 3 helyen, a tömegét és mindkét oldalának felületi érdességét 5-5 helyen. A geometriai mérésekhez mikrométert, a tömeg méréséhez analitikai

mérleget, a felületi érdesség méréséhez pedig felületi érdességmérőt használtunk. Ezeket a méréseket elvégeztük a kémiai maratás után is az előzőekben említett helyeken, így információt kaptunk a különböző maratási idők felületre és anyagfogyásra gyakorolt hatásáról. Továbbá megvizsgáltuk a titán korongokat optikai- (sztereo- és fémmikroszkóp) és elektronmikroszkóppal [6].

A kémiai maratás optimális paramétertartományának kiválasztása során a következő követelményeket állítottuk: a legkisebb felületi érdesség és anyagfogyás, a legjobb reprodukálhatóság, egységes paraméterek használata mindhárom alapanyagra és legrövidebb maratási idő.

A vizsgálatok eredményeit, valamint a kémiai maratással szemben állított követelményeinket összevetve úgy találtuk, hogy az optimális maratási idő 30 másodperc, ugyanis leválik a forgácsolásból származó sorja, továbbá megkezdődik a vágókés által hagyott barázda maródása, amely a felületi érdesség értékének javulását eredményezi.

2.2. Elektropolírozás

Az előző fejezetben meghatározott 30 másodperces kémiai maratást követően elektropolírozást végeztünk a mintákon. Az elektropolírozás során a kezelendő munkadarabot anódként kötöttük és azt egy elektromos áramot vezető elektrolitba merítettük, így zártuk az áramkört. Az elektropolírozással kialakított felület minőségét az alapanyag, az elektrolit, annak hőmérséklete, a kezelés ideje, az elektrolit keverésének sebessége, valamint az alkalmazott áramsűrűség határozza meg.

Kísérleteinkhez a Struers® cég A3 típusú elektrolitját alkalmaztuk, amely, perklórsavból, metanolból és butoxi-etanolból áll. Az elektropolírozást $-30 \pm 1^\circ\text{C}$ hőmérsékleten végeztük, amelyet szárazjéggel hűtött acetonnal értük el. Előzetes kísérletek alapján az elektropolírozás idejére azt a megállapítást tettük, hogy 60 másodpercnél rövidebb ideig, valamint 240 másodpercnél hosszabb ideig nem érdemes a folyamatot végezni. Az alsó időkorlátot a még felületen maradó érdességcsúcsok jelenléte, a felső időkorlátot pedig a túlpolírozott felület indokolja. Ennek fényében az alkalmazott elektropolírozási idők rendre 60, 120, 180 és 240 másodperc voltak. Az alkalmazott áramsűrűség meghatározása is előzetes kísérletek alapján történt. Ezek alapján a megfelelő értékek $0,01 - 0,5 \text{ A/cm}^2$ között vannak. A rendelkezésünkre álló berendezésen a feszültség beállítására volt lehetőségünk, amely egyenes arányosságban áll az alkalmazott áramerősséggel, így az áramsűrűséggel. A választott feszültség értékek 20V, 25V és 30V voltak.

Az elektropolírozással szemben a következő követelményeket állítottuk: legkisebb felületi érdesség és anyagfogyás, legjobb reprodukálhatóság, egységes paraméterek mindhárom alapanyagra és legrövidebb elektropolírozási idő. Ezeken a mintákon is elvégeztük a kezelés előtt és után egyaránt a tömegmérést, a vastagságmérést, valamint a felületi érdesség mérést. Továbbá megvizsgáltuk a titán korongokat optikai- (sztereo- és fémmikroszkóp) és elektronmikroszkóppal [6].

Ezen vizsgálatok eredményeit, valamint az elektropolírozással szemben állított követelményeinket összehasonlítva úgy találtuk, hogy a számunkra optimális polírozási paraméterek a 20 V feszültség és 180 másodperc polírozási időtartam.

Az **1. ábrán** pásztázó elektronmikroszkóppal készített képeken megfigyelhető, hogy az elektropolírozás egyes paraméterek mellett jobb felületi minőséget eredményez, mint a kémiai maratás.

1. ábra. Grade 2-es minta kémiai maratással (a) és elektropolírozással (b) kezelt felülete

7. Összefoglalás

Megállapítottuk, hogy mindhárom alapanyag típusnál a minták felületén esztergálás közben keletkezett sorja eltávolítására a következő maratási paraméterek az optimálisak: 30°C hőmérséklet, 30 másodperc maratási idő és 9 V/V % hidrogén-fluoridot, 12 V/V % salétromsavat és desztillált vizet tartalmazó maratópác. Az így kialakuló felületi érdesség 0,2-0,5 µm tartományba esett.

Az optimális elektropolírozási paraméterkombinációnak a 180 másodperc polírozási időt, - 30°C-os polírozási hőmérsékletet és 20V feszültséget találtuk. Az így kialakuló felületi érdességre 0,1-0,3 µm tartományba eső értékeket mértünk.

Ezek az eredmények jelentős segítséget nyújtanak a további kutatásokhoz a titán implantátumok felületkezelésével kapcsolatban.

Irodalom

- [1] A. Tanner et al.:Dental Implants Infections, Clinical Infectious Diseases 25(2):S213–7 (1997)
- [2] Struers Application Notes: Metallographic preparation of titanium
- [3] B.Chou, R. Jain, D. McGervey, U. Landau, and G. Welsch: Electropolishing of Titanium, Department of Materials and Engineering, Case Western Reserve University, Cleveland, U.S.
- [4] K. Tajima, M. Hironaka, K.-K. Chen et al.: Electropolishing of CP Titanium and Its Alloys in an Alcoholic Solution-based Electrolyte, Dental Materials Journal 27(2), pp. 258–265. (2008)
- [5] J. Gubicza, Zs. Fogarassy,Gy. Krallics, J.Lábár, T. Törköly: Microstructure and mechanical behaviour of ultrafine grained titanium, Materials Science Forum 589: pp. 99-104. (2008)
- [6] B. Katona, L. Nádai, E. Bognár, M. Weszl: Baktériumok megtapadását gátló titán-dioxid nanostruktúrák kialakítása implantátum alapanyagok felületén, TDK-dolgozat (2012)

Nádai Lilla, MSc-hallgató

Munkahely: Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar,
Anyagtudomány és Technológia Tanszék

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

Telefon / Fax: (+36) 1463-1366

E-mail: nadai.lilla@gmail.com