

FOGÁSZATI IMPLANTÁTUMOK FELÜLETKEZELÉSE

Nagy Péter^{1,2}, Joób-Fancsaly Árpád³, Schindler Árpád⁴, Pammer Dávid¹,
Bognár Eszter^{1,2}

¹Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék

²MTA–BME Kompozittechnológiai Kutatócsoport

³Semmelweis Egyetem Fogorvostudományi Kar, Arc- Állcsont- Szájsebészeti és Fogászati Klinika, Dentoalveolaris Sebészeti Osztály

⁴Radix Kft.

npeter@cik.bme.hu

Absztrakt

Jelen tanulmány célja az utóbbi években orvosi és műszaki kihívások szempontjából egyre nagyobb szerepet betöltő fogászati implantátumok, pontosabban egy hazai fejlesztésű fogászati implantátum, az Emotion Implant[®] implantátum morfológiájának módosítására szolgáló technológia és a létrehozott felület vizsgálati lehetőségeinek bemutatása. Az implantátumokat forgácsolással és ezt követő felületkezeléssel állítják elő. A felületkezelés lehetőséget biztosít a gyártás során keletkezett morfológiai hibák eliminálására. Felületkezeléssel olyan morfológiát hozhatunk létre, amely elősegítheti a csontszövet implantátumon történő megtapadását, az úgynevezett csontintegrációt. Leggyakrabban homokszórást, kémiai maratást vagy ezeket együttesen alkalmazva végzik el a felületkezelést az oszseointegráció elősegítése érdekében. Kutatómunkánkban Ti Grade 5 alapanyagból forgácsolással készített, 2 mm vastagságú korongokat, és azonos alapanyagból készített hármastagoltságú, 4,1 mm átmérőjű és 10 mm hosszúságú implantátumokat használtunk. Esztergálás közben a korongok és az implantátumok felületén egyaránt sorja képződött, valamint felületi egyenetlenségek jöttek létre. Az esztergálást követően a mintákat kémiai maratással kezeltük. Az alkalmazott három maratópác: 45%-os HNO₃, 30%-os HCl és 85%-os H₃PO₄. A maratási hőmérsékletek 20-40-60 °C, a maratási idő pedig 5-10-45-60-120 perc volt. A korongok és implantátumok morfológiáját pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) és atomerő mikroszkóppal (AFM) vizsgáltuk (vizsgált felület: 25 μm²). A különböző morfológiájú maratott korongokat és implantátumokat az esztergált mintával mint referenciával hasonlítottuk össze. A mérések kvantitatív eredményeket szolgáltatnak. SEM vizsgálatokkal megállapítottuk, hogy az esztergált felületeken 10–15 μm szélességű barázdákat hoztunk létre. A 45%-os HNO₃ estében az esztergálás nyomai láthatók a korongok felületén, 120 perces maratási időt követően is. A 30%-os HCl oldatban 60 °C-on és 60 percig felületkezelt titánkorongról az esztergálás nyomait és a sorját is sikerült eltávolítani. A 85%-os H₃PO₄ önmagában nem távolítja el az esztergálás nyomait. Az oszseointegráció elősegítése érdekében azonban célszerűnek tartjuk a 30%-os HCl oldatban 60 °C-on és 60 percig végzett felületkezelést 60 °C-on és 30 percig 85%-os H₃PO₄ kezeléssel kiegészíteni.

Kulcsszavak: fogászati implantátum, felületkezelés, morfológia

Surface modification of dental implants

Abstract

The aim of this study is to show the surface modification and examination possibilities of the Emotion Implant® dental implants. The medical and technical role of dental implants is increasing recently. These implants are manufactured by turning and followed by surface modification techniques. The surface modification helps to eliminate the failures produced by the turning process. The morphology of the surface, which was produced by surface treatment, can prevent colonization and growth of bacteria; furthermore it can promote the osseointegration as well. The most frequently used surface treatment methods are sand blasting and chemical etching or the combination of these two methods. In our recent work, 2 mm thick Ti Grade 5 discs, and dental implants ($\varnothing 4.1$ mm and length 10 mm) were used. As a result of turning, burr and rough surface was created. After turning, the samples were treated by chemical etching. The applied etchants were: 45% HNO_3 , 30% HCl and 85% H_3PO_4 . The etching temperature was 20-40-60 °C, and the applied etching time was 5-10-45-60-120 minutes. The morphologies of the discs and implants were examined by Scanning Electron Microscope (SEM) and Atomic Force Microscope (AFM). In case of AFM, the examined surface area was $25 \mu\text{m}^2$. The reference was the turned sample. These measurements gave us quantitative results. SEM studies revealed that in the turned surface 10-15 μm width grooves were produced. In case of HNO_3 after 120 minutes of etching, the signs of turning were still visible, while the 30% HCl , used for 60 minutes at 60 °C, was totally removed the signs of turning. The 85% H_3PO_4 did not remove the burr itself. To promote osseointegration, we prefer to use 30% HCl for 60 minutes at 60 °C, combined with 85% H_3PO_4 for 30 minutes.

Keywords: dental implant, surface treatment, morphology

Bevezetés

Napjainkban a felületek tudatos kialakításával és módosításával kapcsolatos eljárások fejlődése tapasztalható, amelynek következtében kialakult az anyagtudomány egy új fejezete, nevezetesen a műszaki felülettudományok.¹ Ehhez kapcsolható a fogászati implantáció is, hiszen az implantátum felületének kiemelt szerepe van biokompatibilitás szempontjából. A fogászati implantátumok jelenleg a foghiányok pótlásának legmodernebb eszközének számítanak. Alkalmazásukkal a rágófunkció helyreállítható, továbbá megakadályozható, hogy a funkció kiesés miatt állcsont atrophia következzen be.^{2,3} A fogászati implantátumokat leggyakrabban esztergálással készítik. Geometriai kialakításukat úgy kell megter-

vezni, hogy a csontban rögzülő rész elviselje a felépítményre ható erőket, a felépítmény pedig olyan módon terhelje az implantátumot, hogy az ne okozzon csontfelszívódást a hibás irányú vagy nagyságú terhelés miatt.^{4,5} Napjainkban a fogászati implantátumok alapanyagát és geometriai felépítését tekintve számos változatot alkalmaznak a klinikai gyakorlatban. A legkedveltebb alapanyag a Grade 4 és a Grade 5 titán, valamint a Grade 5 ELI változata. Vannak azonban olyan gyártók is, akik az implantátumukat cirkónium-oxidból készítik.⁶⁻⁹ Az esztergálással kialakított felülettel rendelkező implantátum még nem alkalmas a beültetésre, ugyanis sorja, valamint az esztergakés által okozott jelentős felületi egyenetlenségek komplikációkat okozhatnak, például sorjaleválás becsavarás közben. A felület mó-

dosítására alkalmazott eljárások a homokfúvás, kémiai maratás, elektropolírozás, anódos oxidáció és a lézersugaras felületkezelés. Napjainkban a kedvező morfológia elérése érdekében ezeket együttesen alkalmazzák.^{10–12} A felület morfológiája szerepet játszik a sejtekkel való kapcsolatban. A makropórusoknak (>100 μm) a csontszövetrel történő mechanikai kapcsolat kialakításában van szerepe, amíg a mikropórusok gyorsítják az osteocyták migrációját. Mikropórusos felület alakítható ki plazmaszórással (15 mm), homokfúvással (20–25 mm), lézeres felületkezeléssel (10–60 mm). A felületkezelések egy másik lehetséges módja a bioaktív anyaggal történő bevonás, például kalcium-foszfát kerámia alkalmazása, ezáltal kémiai kapcsolat is létrejön, ioncserét biztosítva az implantátum és a csont között.¹³ Park és munkatársai kutatási eredményei alapján a H_3PO_4 meghatározott paraméterekkel, kémiai maratáskor történő alkalmazásával javíthatja a titánimplantátumok biokompatibilitását.¹⁴ Faria és munkatársai kutatásaik alapján azt tapasztalták, hogy a HNO_3 meghatározott paraméterekkel történő alkalmazása nincs hatással a titán biokompatibilitására az osteoblastok megtapadása, proliferációja és differenciálódása tekintetében.¹⁵ Bathomarco és munkatársai esztergálással, kémiai maratással, TiO_2 szórással, valamint kémiai maratással és TiO_2 szórással egyaránt kezelt titánminták felületi érdességeit mérték atomerő mikroszkóppal. A vizsgálatokat $\sim 10200 \mu\text{m}^2$ kiterjedésű felületen végezték. A szerzők megállapították, hogy az esztergált minta rendelkezett a legnagyobb felületi érdességgel ($R_a = 0,458 \pm 0,096 \mu\text{m}$), továbbá a kémiai maratással kezelt minta $R_a = 0,370 \pm 0,0065 \mu\text{m}$ és TiO_2 szórással kezelt $R_a = 0,484 \pm 0,042 \mu\text{m}$, amíg a kémiai maratással és TiO_2 szórással együttesen kezelt minták $R_a = 0,429 \pm 0,035 \mu\text{m}$ felületi érdességgel rendelkeztek.¹⁶ Elias és munkatársai esztergálással ($R_a = 0,65 \pm 0,11 \mu\text{m}$), kémiai maratással ($R_a = 0,51 \pm 0,10 \mu\text{m}$), homokszó-

rással ($R_a = 0,75 \pm 0,005 \mu\text{m}$), valamint anódos oxidációval ($R_a = 0,87 \pm 0,14 \mu\text{m}$) kezelt titánkorongok (Grade 4) felületi érdességeit mérték lézersugaras konfokális mikroszkóppal. A felületi érdességet kettő különböző méretű zónában határozták meg. Esztergált mintáknál $24,71 \pm 5,42 \mu\text{m}$ és $70,66 \pm 16,20 \mu\text{m}$, kémiai maratással kezelt mintáknál $34,76 \pm 7,35 \mu\text{m}$, illetve $103,86 \pm 14,80 \mu\text{m}$, homokszórással kezeltéknél $99,75 \pm 6,76 \mu\text{m}$, illetve $190,13 \pm 4,90 \mu\text{m}$, továbbá anódos oxidációval kezelt mintáknál $97,67 \pm 11,43 \mu\text{m}$ és $215,37 \pm 1,67 \mu\text{m}$ méretű felületeken végeztek méréseket.¹⁷

Jelen kutatásunk célja a hazai gyártású, egyedi, hármas tagoltságú geometriával rendelkező Emotion Implant[®] fogászati implantátum morfológiájának kialakítása, amely elősegítheti a csontintegrációt.

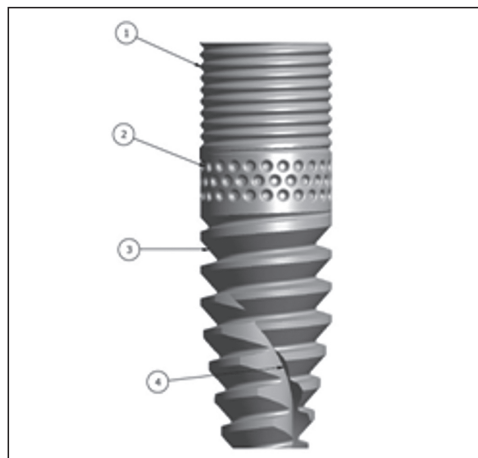
Módszerek

Kutatómunkánkban Ti Grade 5 alapanyagból forgácsolással készített 2 mm vastagságú korongokat és azonos alapanyagból készített hármas tagoltságú, 4,1 mm átmérőjű és 10 mm hosszúságú Emotion Implant[®] implantátumokat használtunk (1. ábra). Az implantátumon jól látszik, hogy három domináns geometriai kialakítás (1, 2, 3) alkotja. A nyakrészen található kialakítás (1) kis menetemelkedésű és menetmélységű menet. Célja, hogy a beültetett implantátum és a csontszövet között megfelelő „tömítő” kapcsolat jöjjön létre és a mechanikai terhelések egyenletesen adódjanak át a csontszövetre, elkerülve a csontreszorpciót. A nyakrész alatti geometriai kialakítás (2) egy egyedi profilú terület. Fogászati implantátumok geometriai fejlesztésénél elengedhetetlen feltétel a minél nagyobb felület létrehozása. Ennek köszönhetően a csontsejtek nagyobb felületen tudnak megtapadni, amely a BIC (Bone to Implant Contact) szá-

zalékos értékét növeli. A szekunder stabilitás mértéke függ a BIC értékétől. Az implantátumok nyaki részénél hagyományosan alkalmazott kis menetemelkedésű és kis menetmélységű csavargeometriai kialakítást az Emotion Implant® implantátumoknál egy felületnövelő geometriai kialakítással egészítettük ki. Az általunk alkalmazott furatolást az implantátum palástján alkalmaztuk több sorban. Az implantátum átmérőjével azonos $d = 4,1$ mm és $h = 2$ mm magasságú hengeren alkalmaztuk és hasonlítottuk össze a különböző felületek nagyságát (hagyományos csavargeometria és furatolt geometria). A hengerpalást felülete a csavargeometriával $A_{\text{csavar}} = 28,82$ mm². A hengerpalást felülete a furatos kialakítással $A_{\text{furat}} = 43,63$ mm². Számított eredmények alapján a furatos geometriai kialakítással az implantátum egy adott részén (a „sima” hengerpalást felülethez képest) 69,47%-os felületnövekedést értünk el, szemben a hagyományos csavargeometriával, amely 12%-os felületnövekedést okozott. A harmadik geometriai kialakítás (3) egy nagy menetmélységű és menetemelkedésű menet. Ennek a területnek a funkciója, hogy az implantátum

behelyezését elősegítse és megfelelően rögzítse a csont szivacsos állományában. A behelyezést tovább segíti az implantátumon kialakított önmetsző geometria (4), amely pontosan a menet számára készíti elő a csontban a furatot. A spirálisan emelkedő önmetsző geometriának köszönhetően a metszés során levált csontörlemény nem az implantátum utolsó meneteiben sűrűsödik össze (akadályozva ezzel a behajtást), hanem az implantátum nyakrészé felé haladva a spirális vajatban egyenletesen oszlik el. A korongok és az implantátumok esztergálása közben ezek felületén egyaránt sorja képződött, valamint felületi egyenetlenségek jöttek létre. Az esztergálást követően a mintákat kémiai maratással kezeltük.

Az alkalmazott három maratópác: 45%-os HNO₃, 30%-os HCl és 85%-os H₃PO₄. A maratósi hőmérsékletek 20-40-60 °C, a maratósi idő pedig 5-10-45-60-120 perc volt. A korongok és implantátumok morfológiáját pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) és atomerő mikroszkóppal (AFM) vizsgáltuk. A különböző morfológiájú maratott korongokat és implantátumokat az esztergált mintával mint referenciával hasonlítottuk össze. A mérések kvantitatív eredményeket szolgáltattak.



1. ábra. Emotion Implant® implantátum 3 dimenziós modellje az egyes külső geometriai elemek megjelölésével

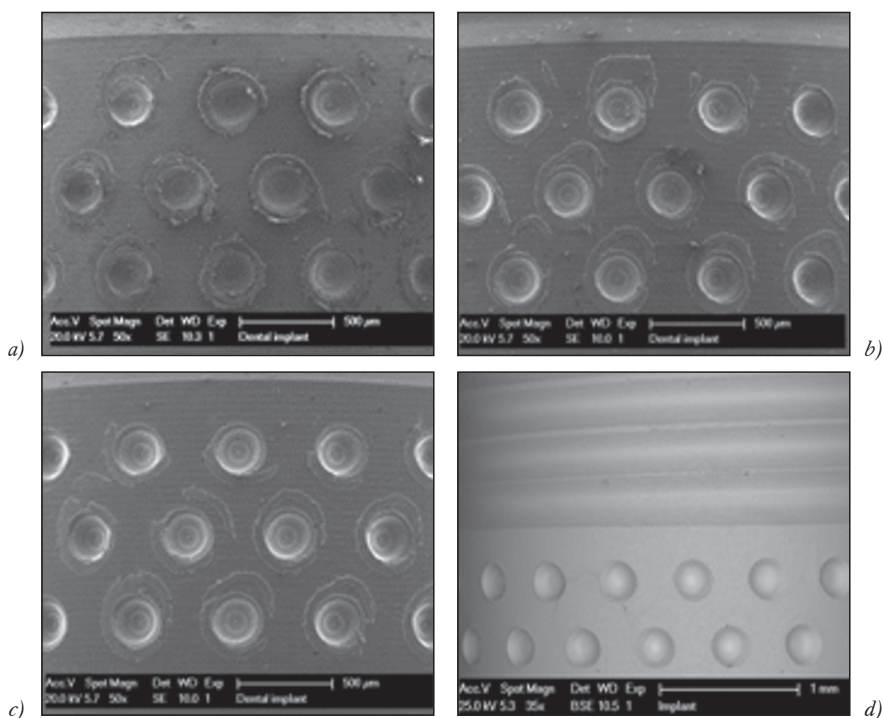
Korongokon végzett kísérletek eredményeit felhasználtuk az implantátumok felületkezeléséhez. A 45%-os HNO₃ maratópácban végzett kísérletek eredményei alapján megállapítottuk, hogy a 20-40-60 °C-os hőmérsékleteken végzett felületkezelések hatására a 120 perc ideig tartó maratás sem eredményezte a felületen lévő sorja eltávolítását. Továbbá összehasonlítottuk a referenciamintával a 60 °C-on 120 percig kezelt minta felületét, amelyen azonosan a referenciamintával láthatóak voltak a 10-15 μm szélességű barázdák, amelyek esztergáláskor keletkeztek. 30%-os HCl maratópácban kezelt korongokon 20 °C hőmérsékleten, 120 percig tartó kezelést követően is láthatóak voltak az esztergálás nyomai. 40 °C

hőmérsékleten, 120 percig kezelt minták felületén az esztergálás nyomai láthatóak voltak, azonban a barázdák élei lekerekedtek. 60 °C-on, 60 percig végzett maratás az esztergálás nyomait teljes mértékben eliminálta. A maratási idő további növelésével a korongok morfológiájában nem következett be változás. 85%-os H_3PO_4 maratópácban végzett kísérleteket követően azt tapasztaltuk, hogy azonosan a 45%-os HNO_3 kísérletek eredményeivel, az esztergálás nyomai láthatóak a korongok felületein 60 °C-os és 120 percig tartó felületkezelés után is. 85%-os H_3PO_4 alkalmazása önmagában nem távolította el az esztergálás nyomait. Az összeintegráció elősegítése érdekében azonban célszerűnek tartottuk a 30%-os HCl oldatban 60 °C-on és 60 percig végzett felületkezelést 60 °C-on és 30 percig 85%-os H_3PO_4 kezeléssel kiegészíteni.

Az implantátumokat a korongokon végzett kísérleti eredményekkel összhangban 30%-os HCl oldatban 60 °C-on és 60 percig felületkezeltek, ugyanis a hosszabb ideig tartó maratás nem eredményezett további változást a minták felületén, továbbá elegendőnek bizonyultak ezek a kezelési paraméterek a furatok körüli sorja teljes mértékű eltávolításához. A feldolgozott szakirodalmi adatokat figyelembe véve a csontintegráció elősegítése érdekében 85%-os H_3PO_4 maratópácban 60 °C-on és 30 percig kezeltük a mintákat.

Eredmények

A korongokon végzett kísérleteket fontosnak tartottuk elvégezni implantátumokon is. Ezt indokolták az egyedi geometriai kialakítások.



2. ábra. Emotion Implant® implantátum SEM felvétele esztergálást (a), 120 percig 85%-os H_3PO_4 maratópácban (b), 120 percig 45%-os HNO_3 maratópácban (c) és 120 percig 30% HCl maratópácban történő kezelést követően (d)

Fontos, hogy az implantátum palástfelületén található felületnövelő furatok környezetéből teljes egészében el tudjuk távolítani a sorját. Az implantátumok felületéről SEM felvételeket készítettünk esztergálást, illetve az egyes maratópácbokban történt felületkezeléseket követően (2. ábra).

A korongokon elért eredményekkel azonosan a H_3PO_4 és HNO_3 esetében az Emotion Implant[®] implantátum furatai körül található sorját nem tudtuk eltávolítani még 120 perc maratás után sem. Az esztergálás nyomai is láthatóak az implantátum felületén. Ezeket a kritériumokat nem teljesítette az alkalmazott maratópác és kezelési paraméterek.

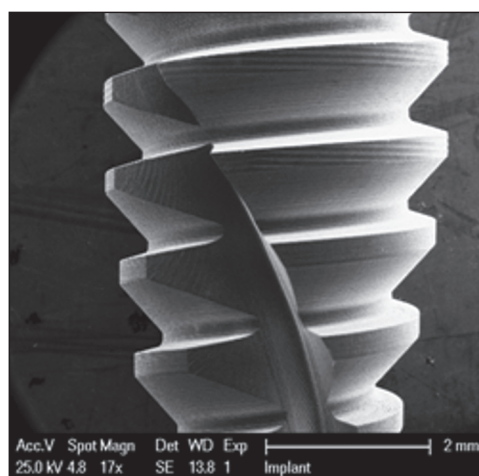
Összehasonlítottuk az esztergált referenciaminta felületét 30%-os HCl oldatban 60 °C-on 60 percig, majd ezt követően 60 °C-on, 30 percig 85%-os H_3PO_4 maratópácbokban kezelt implantátumok felületeivel. Megállapítottuk, hogy az implantátum furatai körül lévő

sortját teljes mértékben el tudtuk távolítani, továbbá az esztergálás nyomai sem láthatóak az implantátum felületén. Az implantátum morfológiáját és geometriáját (felületkezelést követően) SEM felvételeken ellenőriztük (3. ábra).

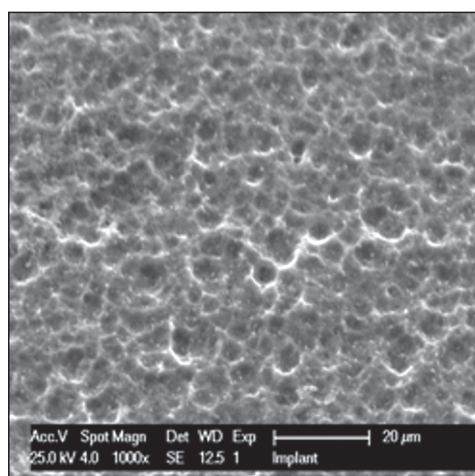
Az Emotion Implant[®] implantátum SEM felvételein látható, hogy a menetprofilok élesen, jól kivehetően látszanak (3.a ábra). A palástfelületen elhelyezett furatok kontrasztosan kivehetőek. A felvételeken megfigyelhető továbbá, hogy az implantátum felületén 3-7 μm átmérőjű üregek jöttek létre felületkezelést követően (3.b ábra).

Az implantátum felületi érdességét AFM mérésekkel határoztuk meg (4. ábra).

Felületkezelést követően az Emotion Implant[®] implantátum $R_a = 48,2$ nm felületi érdességgel rendelkezett (vizsgált felület: 25 μm^2).

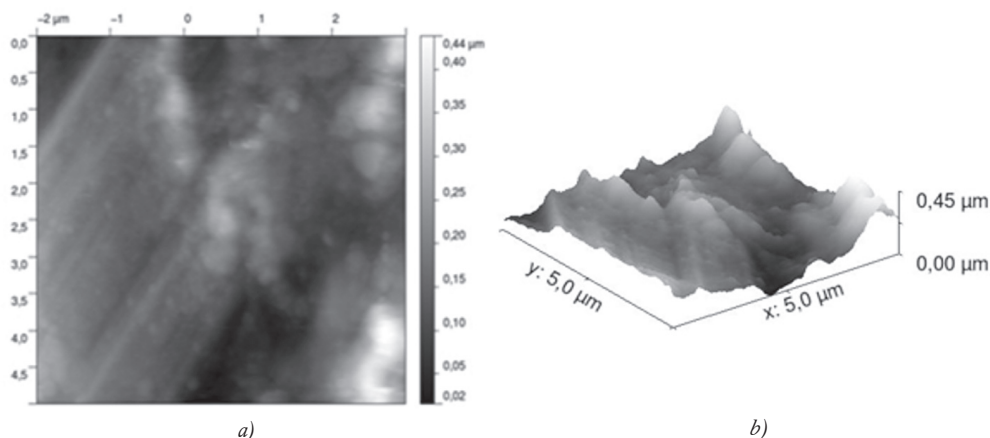


a)



b)

3. ábra. Az Emotion Implant[®] implantátum pásztázó elektronmikroszkópos felvételei az alsó menetprofilról (a) és nagyítású felvétel (b)



4. ábra. Az Emotion Implant[®] implantátum AFM felvétele, a vizsgált felület képe (a), a vizsgált felület érdessége (b)

Megbeszélés

Az Emotion Implant[®] implantátumokat 30%-os HCl oldatban 60 °C-on és 60 percig szükséges kezelni. Megállapítottuk, hogy az implantátum furatai körül lévő sorját teljes mértékben el tudtuk távolítani, továbbá az esztergálás nyomai sem láthatóak az implantátum felületén. Az összeintegráció elősegítése érdekében célszerűnek tartjuk 85%-os H₃PO₄ maratópácban 60 °C-on 30 percig tartó felü-

letkezeléssel kiegészíteni a felületkezelési folyamatot. Az elvégzett mérési eredmények alapján megállapítottuk, hogy az Emotion Implant[®] implantátum menetprofilja felületkezelést követően élesen látható, valamint a felületén 3-7 μm átmérőjű üregek alakultak ki. Az implantátumon kialakult felület egyenletes a teljes külső geometria mentén. Az Emotion Implant[®] implantátum R_a = 48,2 nm felületi érdességgel rendelkezik (vizsgált felület: 25 μm²).

IRODALOM

1. Bertóti I, Marosi Gy, Tóth A. Műszaki felülettudomány és orvosbiológiai alkalmazásai. Budapest: B+V Medical+Technical Lap- és Könyvkiadó; 2003.
2. Oshida Y. Bioscience and bioengineering of titanium materials. 2nd ed. London; Waltham, MA: Elsevier; 2013.
3. Leblebicioglu B, Rawal S, Mariotti A. A review of the functional and esthetic requirements for dental implants. J Am Dent Assoc 2007 Mar; 138(3):321–9.
4. Coelho PG, Granjeiro JM, Romanos GE, Suzuki M, Silva NR, et al. Basic research methods and current trends of dental implant surfaces. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2009 Feb; 88(2):579–96.
5. Huang HL, Hsu JT, Fuh LJ, Lin DJ, Chen MYC. Biomechanical simulation of various surface roughnesses and geometric designs on an immediately loaded dental implant. Computers in biology and medicine 2010 May;40(5):525–32.

6. *Wataha JC*. Materials for endosseous dental implants. *J Oral Rehabil* 1996 Feb;23(2):79–90.
7. *Taylor JC, Anderson GI, Sutow EJ, Driscoll CF, Mackey DC*. The effects of the coupling of titanium implants and dissimilar metal abutments on osteoblast differentiation in vitro. *Int J Oral Maxillofac Implants* 1999 Nov-Dec;14(6):785–97.
8. *Elias KL, Daehn GS, Brantley WA, McGlumphy EA*. An initial study of diffusion bonds between superplastic Ti-6Al-4V for implant dentistry applications. *J Prosthet Dent*. 2007;97(6):357–65.
9. *Ferraris S, Spriano S, Pan G, Venturello A, Bianchi CL, et al*. Surface modification of Ti-6Al-4V alloy for biomineralization and specific biological response: Part I, inorganic modification. *J Mater Sci-Mater M* 2011 Mar;22(3):533–45, doi.
10. *Carlos NE*. Titanium dental implants surfaces. *Revista Matéria* 2010;15(2):138–42.
11. *Li D, Liu B, Han Y, Xu K*. Effects of a modified sandblasting surface treatment on topographic and chemical properties of titanium surface. *Implant Dent* 2001;10(1):59–64.
12. *Seung KM, Jae SK, Seong WB*. Surface characteristics of nanostructure formed on sand blasted with large grit and acid etched dental implant. *Advanced Materials Research* 2013; 647(80):80–7.
13. *Lakstein D, Kopelovitch W, Barkay Z, Bahaa M, Hendel D, et al*. Enhanced osseointegration of grit-blasted, NaOH-treated and electrochemically hydroxyapatite-coated Ti-6Al-4V implants in rabbits. *Acta Biomater* 2009 Jul; 5(6):2258–69.
14. *Parik JW, Kim YJ, Jang JH, Kwon TG, Bac YC, et al*. Effects of phosphoric acid treatment of titanium surfaces on surface properties, osteoblast response and removal of torque forces. *Acta Biomater* 2010 Apr;6(4):1661–70.
15. *Faria AC, Beloti MM, Rosa AL*. Nitric acid passivation does not affect in vitro biocompatibility of titanium. *Int J Oral Maxillofac Implants* 2003;18(6):820–5.
16. *Bathomarco RV, Solorzano G, Elias CN, Prioli R*. Atomic force microscopy analysis of different surface treatments of Ti dental implant surfaces. *Appl Surf Sci* 2004 Jun 30;233(1-4):29–34.
17. *Mendonca G, Mendonca DB, Aragao FJ, Cooper LF*. Advancing dental implant surface technology – from micron – to nanotopography. *Biomaterials* 2008 Oct;29(28):3822–35.

Ezúton mondunk köszönetet Bonyár Attilának az AFM mérésekben és az eredmények kiértékelésében nyújtott segítségével. A munka szakmai tartalma kapcsolódik a „Minőségorientált, összehangolt oktatási és K+F+I stratégia, valamint működési modell kidolgozása a Műegyetemen” c. projekt szakmai célkitűzéseinek megvalósításához. A projekt megvalósítását az ÚMFT TÁMOP-4.2.1/B-09/1/KMR-2010-0002 programja támogatja.

Nagy Péter

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

H–1111 Budapest, Bertalan Lajos u. 7.

Tel.: (+36) 1 463-1361