



M Ű E G Y E T E M 1 7 8 2

BUDAPESTI MŰSZAKI ÉS GAZDASÁGTUDOMÁNYI EGYETEM

GÉPÉSZMÉRNÖKI KAR

POLIMERTECHNIKA TANSZÉK

MIKULA BRIGITTA

TDK DOLGOZAT

SZINTEREZÉSI TECHNOLOGIA FEJLESZTÉSE ORVOSTECHNIKAI
ALKALMAZÁSÚ ÖNERŐSÍTETT UHMWPE KOMPOZITOKHOZ

Témavezető:

Dr. Szabó Gábor

egyetemi docens

Konzulens:

Nemes-Károly István

doktorandusz

Dr. Kocsis György

tanársegéd

BUDAPEST, 2023

KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Ezúton szeretnék köszönetet mondani konzulensemnek Nemes-Károly Istvánnak, hogy lelkiismeretesen segített a mérés és dolgozat minden pontján, de legfőképpen, hogy osztozott velem a Dyneema szálak felvágásával járó szenvedésben.

Köszönöm témavezetőmnek Dr. Szabó Gábornak a türelmét és segítségét, illetve a Polimertechnika Tanszéknek, hogy lehetőséget adott a mérések megvalósítására azzal, hogy használhattam a labor berendezéseit és biztosított számomra alapanyagot.

Nem utolsó sorban köszönöm Szüleimnek a támogatást és Bereczky Botondnak, hogy csinált nekem vacsorát amikor nekem nem volt rá időm.

TARTALOMJEGYZÉK

Köszönetnyilvánítás	ii
1. Bevezetés	2
2. Irodalmi áttekintés	3
2.1. Ortopéd protézisek	3
2.1.1. Ortopéd protézisek tönkremenetele.....	4
2.2. Ultranagy molekulatömegű polietilén anyagjellemzői.....	5
2.2.1. UHMWPE biotechnológiai felhasználása	6
2.2.2. UHMWPE önerősítéssel kompozitok	7
2.2.3. UHMWPE erősítő szálak	9
2.2.4. UHMWPE mátrix anyag.....	12
2.3. Polimerek szinterezési technológiája	13
2.3.1. UHMWPE feldolgozása	13
2.3.2. Szinterezés technológiai leírása	14
2.3.3. Szinterezéshez kapcsolódó esettanulmányok	15
2.4. Irodalomkutatás összegzése.....	21
3. Felhasznált anyagok, alkalmazott berendezések	23
3.1. Felhasznált alapanyagok	23
3.1.1. Ultranagy molekulatömegű polietilén erősítőszál	23
3.1.2. GUR 1020	23
3.2. Alkalmazott berendezések	24
3.2.1. Alakadó szerszámok.....	24
3.2.2. Zwick 2050 szakítógéppel hőkamrával.....	24
3.2.3. Bimetál hőmérő.....	24
3.2.4. TA Instruments Q20 differenciális pásztázó kaloriméter	24
3.2.5. Retsch ZM200 ultracentrifugális malom.....	25
3.2.6. JEOL JSM 6380LA pásztázó elektronmikroszkóp.....	25
3.2.7. KB Prüftechnik 250 BVRZ univerzális keménységmérő gép.....	25
3.2.8. Keyence VHX-5000 optikai mikroszkóp	25
3.2.9. Buehler Beta polírozó gép	26
3.2.10. Anton Paar TRB3 pin-on-disc tribométer.....	26
3.2.11. Keyence VR-5000 nagy látómezejű 3D mérőmikroszkóp.....	27
4. Kísérleti rész.....	28
4.1. Gyártási paraméterek meghatározása iterálással	28
4.1.1. Szál és mátrix termikus analízise	29
4.1.2. Kriogén őrlés.....	31

4.1.3.	<i>Szinterezési paraméterek megállapítása</i>	33
4.2.	Különböző száltartalmak hatásának vizsgálata a kompozitok szerkezetére, morfológiai, mechanikai és tribológiai tulajdonságaira	36
4.2.1.	<i>Önerősítéses kompozit próbatetek előállítása kopásteszthez</i>	37
4.2.2.	<i>Tribológiai vizsgálatok</i>	37
4.2.3.	<i>Keménységmérés</i>	39
4.2.4.	<i>Nagy látószögű 3D mérőmikroszkópos vizsgálat</i>	41
5.	ÖSSZEFOGLALÁS	45
5.1.	Kutatási eredmények összegzése.....	45
5.2.	További megoldásra váró feladatok	46
6.	Felhasznált források	47

1. BEVEZETÉS

Az egyes rohamosan fejlődő húzóiparágakban elért sikerek könnyedén felkarolhatnak más tudományágakat is. Ilyen eset az is, amikor a számítástechnika, elektrotechnika, gyártás-termelés vagy akár a műanyagipar innovációi hatást gyakorolnak az orvostudományra. Az implantátumok fejlődésének szükségességét nem hagyhatjuk figyelmen kívül, hiszen csak önmagában Magyarországon évente hozzávetőlegesen 12-15 ezer csípőprotézis-beültetés, és nagyjából 5-6 ezer térdprotézis-beültetés történik. Ez a szám növekvő tendenciát mutat a javuló életkörülmények miatt, egyre többen élnek meg azt az életkort, hogy ízületi porcuk jelentős kopást szenvedjen. Száz, illetve kétszáz évvel ezelőtt nem volt ekkora aktualitása a témának, de ma már az Angliában születetteknek 90-100 év várható élettartamot jósolnak, viszont a csípő, illetve a térd porcborítékának tönkremenetele a reprodukciós kor végén legkésőbb megkezdődik [1]. A környezetemben rokonok, ismerőseim többen protézissel élnek, és adódtak belőle későbbi komplikációk is bizonyos esetekben, így számomra különös jelentőséggel bír a téma.

Az implantátumok fejlődésük során jelentősen módosultak a minél inkább anatómiailag pontos, kiváló mechanikai tulajdonságokkal bíró ortopéd protézisek irányába. Ennek során nagy jelentőséget kell tulajdonítanunk a biokompatibilis polimerek megjelenésének, azon belül is az ultranagy molekulatömegű polietilénnek (UHMWPE), amely nagy ütésszilárdságával, jó kopásállóságával és remek mechanikai tulajdonságainak köszönhetően hamar népszerű alapanyaggá vált az implantátum gyártást tekintve. Idővel viszont élettartam növelés szempontjából szükséges volt a kompozitanyagok megjelenése, ahol szénszállal erősített UHMWPE mátrix kombinációjával igyekeztek a tribológiai és mechanikai tulajdonságokat növelni. Bár az említett pontokban bizonyítottan sikereket értek el, a szénszál túlzott merevséget, ridegséget okozott, és a törési hajlamot is növelte a szénszál-UHMWPE nehezebb felületi adhéziója.

Ezekre a problémákra nyújthatnak megoldást a 2000-es évek elején megjelent első orvostechnikai minősítést szerzett UHMWPE szálak, amelyek segítségével az önerősített kompozitokkal kiküszöbölhetőek a ridegedési, adhéziós problémák.

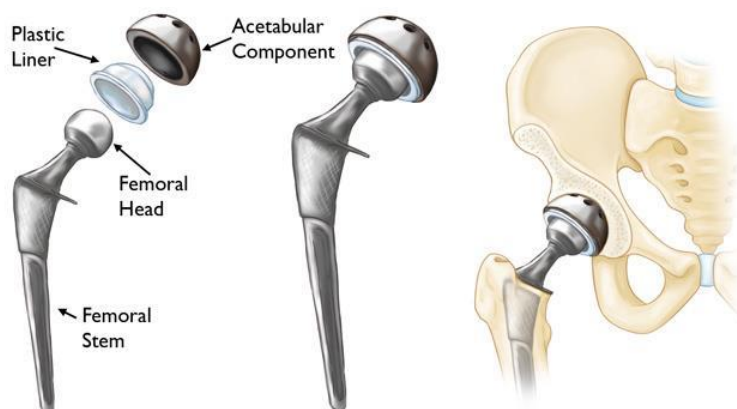
TDK dolgozatom célja, hogy az orvostechnikai minősítésű ultranagy molekulatömegű polietilén erősítőszál implementálásával a kompozit technológiába, olyan ortopéd protézis alapanyagot állítsak elő szinterelési technológiával, amelynek mechanikai és morfológiai tulajdonságai meghaladják a ma használatos egyfázisú UHMWPE alapanyagú protézisek nyújtotta határokat. A felhasznált alapanyagok Dyneema Purity orvostechnikai minősítésű erősítő szál és GUR 1020 mátrix alapanyag.

2. IRODALMI ÁTTEKINTÉS

Az önálló munka megkezdése előtt irodalomkutatást végeztem a protézisekről, az UHMWPE anyagjellemzőiről, az önerősítéses kompozitokról és a szinterezési technológiáról. Fontos megemlíteni, hogy bár az említett témákról széles körű szakirodalom lelhető fel, összességében az orvostechnikai célzatú önerősítéses UHMWPE alapanyagú kompozitok irányába történő kutatás még elég kezdetleges.

2.1. Ortopéd protézisek

A külsőleg használt protézisek (végtagok, fogak pótlása) egyidősek az orvostudománnyal, de belsőleg használt protéziseket (ízületi pótlás) feltehetőleg - a moldvai - Themistocles Glück készítette először 1853-ban, akkor még elefántcsontból. Integrációs potenciálja nem igazolódott be, fertőzéses szövődmények léptek fel, ugyanúgy később Jules-Émile Péan (1830-1898) esetében is, aki platinát és kaucsukot használt. Innentől számítva másfél évszázadra volt szüksége az emberiségnek, hogy a megfelelő kialakítás és anyag megszülessen. Az 1950-es években megjelentek az első fém-fém kapcsolódású protézisek és néhány polimerből (akril, polietilén, poliamid) készült darab, de többségük hamar tönkrement vagy el is tört [2]. A fém alkatrészek érintkezésének legnagyobb problémája a súrlódás miatt leváló fém szemcsék, amelyek immunreakciót váltanak ki és gyulladáshoz vezetnek. Sir John Charnley brit sebész az 1960-as években egy kisebb súrlódású protézis megalkotására törekedett, ami három részből állt: egy fém combcsontszárból, egy polietilén acetabularis komponensből és egy akril csontcementből [3]. Gyakorlatilag ez teremtette meg a mai standard ortopéd protézisek felépítését, amelyet az 1. ábra is szemléltet.



1. ábra Csípőprotézis felépítése: protézis szár (femoral stem), gömbfej (femoral head), polimer betét (plastic liner) és ízületi vápa (acetabular component)[4]

Charnley használt először UHMWPE polimert, és azóta is a legelterjedtebb párosítás a polimer-fém, ha protézisek anyagválasztására kerül sor. A ma használatos modern protézisek átlagosan több, mint 90%-a legalább 10 éves élettartammal bír, de ma már jellemzőbb a 15 év. Mindezek ellenére a protézisek fejlesztése továbbra is aktuális téma kell, hogy maradjon, mert sajnálatos módon az adatok azt mutatják, hogy az

implantátum túlélése 10 év után csökken, különösen az 55 évnél fiatalabb betegek esetében [3].

2.1.1. Ortopéd protézisek tönkremenetele

Az implantátumokra tönkremenetelüket tekintve a legjellemzőbb a kilazulás, ami bekövetkezhet rögtön a műtétet után, és 10 évvel a beavatkozást követően is akár. Amennyiben szinte azonnal jelentkeznek, úgy valószínűleg nem sikerült jól a beágyazás és azonnali revíziós műtétre van szükség. Sok év után viszont a nagyfokú súrlódás miatt polietilén darabkák válhatnak le és ezek a kopástermékek a szövetekbe jutva immunválaszt idéznek elő, ami pedig a környező csont lebontását okozhatja. Ez ma már kiküszöbölhető a biokompatibilis UHMWPE használatával, illetve az optimális fejméret kiválasztásával [1]. Az implantátum helyzetváltozásában (süllyedésében) nagy szerepet játszhat még a feszültségárnyékolás (stress shielding) jelensége, ami abból adódik, hogy a pótolandó porchoz képest a választott pótló anyag rugalmassági modulusa jelentősen eltér, sokkal merevebb, emiatt a környező szövetek leépülnek a tehermentesítés következtében. Erre irányulóan folynak jelenleg is kutatások, hogy additív gyártástechnológiával hogyan lehetne célzottan porózus anyagot létrehozni, ami modulusát tekintve közelebb áll a biológiai rendszerhez [5].

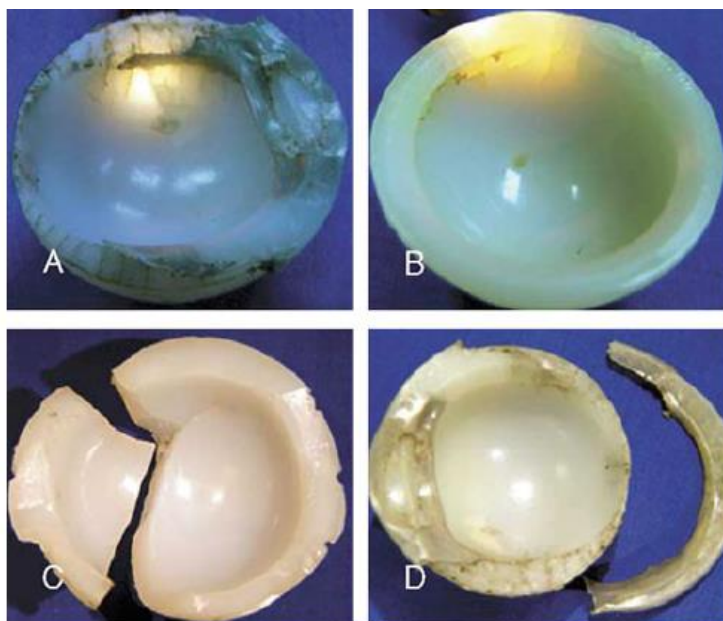


2. ábra Revíziós úton eltávolított, UHMWPE alapanyagú delaminálódott protézis [6]

Egyes esetekben ficam okozhatja a protézis elmozdulását, akár a vápa teljes leválását. Előfordulhat törés túl nagy terhelés hatására, delamináció (2. ábra) következtében vagy ciklikus terhelés okozta fáradás által.

Egy kutatás alkalmával megvizsgálták 113 revíziós műtét után eltávolított vápa meghibásodását, ahol a polimer vápák tönkremenetelének fő oka a kilazulás (22%), fertőzés (16%), ficam (25%), kopás (20%), fájdalom (4%) és csonttritkulás (8%) volt. A visszaszerzett vápák közül 48-ban (40%) repedések voltak láthatóak, ezek közül 45 esetben többszörös repedések. Ezeknek a meghibásodásoknak nagy százalékát

valamilyen külső mechanikai behatás okozta repedés indította el, illetve az UHMWPE oxidációja következtében megjelenő repedések, ezeket szemlélteti a 3. ábra[7].



3. ábra a) erősen oxidált vápa, kiterjedt peremrepedésekkel, amelyek az ízületi felszínre is kiterjedtek (b) többszörös felszín alatti peremrepedések (c) töredezés következtében bekövetkezett teljes mechanikai meghibásodás (d) oxidáció miatt a perem kiterjedt repedés leválásához vezetett [7]

2.2. Ultranagy molekulatömegű polietilén anyagjellemzői

Az ultranagy molekulatömegű polietilén vagy UHMWPE egy részben kristályos polimer (tehát amorf fázisát kristályos lamellák törik meg), amely a polietilének családjába tartozik. Lineáris homopolimer, szerkezetileg a HDPE-hez (magas sűrűségű polietilén) hasonló, elsődlegesen a molekulaláncok hosszában különbözik. „Ultranagy” megnevezését az átlagosan 10-100-szor nagyobb molekulatömegéről kapta, mint amivel a HDPE rendelkezik. Az UHMWPE rendelkezik a legjobb kopásállósággal és ütésállósággal a polimerek közül, amelyet a hosszú molekulaláncoknak és a korábban említett részben kristályos szerkezetnek köszönhet [8]. UHMWPE polimerből készíthető szál és tömbi – esetemben mátrix- anyag egyaránt, akár forgácsoláshoz felhasználható kompozit, emiatt elmondható, hogy nagyon széles körben és változatosan felhasználható anyag.

Előnyeihez tartozik még biokompatibilitása, nagy ellenállóképessége például szerves oldószerekkel, UV sugárzással szemben, viszont nem ennyire előnyös alacsony hőállósága, ami miatt hővel nem is sterilizálható, illetve erős oxidációs hajlama. Anyagszerkezeti szinten javítható a kopásállósága az UHMWPE-nek gamma- vagy elektronsugaras kezelésekkel, amik korlátozzák a mobilitását a molekulaláncoknak, ezzel javítva ellenállásukat a kopással szemben, mindemellett a kristályosság mértékét is. Ellenben negatív hatás, hogy ha egy polimer anyagot nagy energiájú besugárzásnak tesznek ki, akkor a kötéshasadás következtében valószínűleg szabad gyökök képződnek, és így a polimer mechanikai tulajdonságai csökkennek,

amit a lánctöredezés idéz elő. Ha a degradáció során oxigén is jelen van, akkor oxidációnak nevezzük. Az oxidációs folyamatot nem lehet megszakítani, ha már elindult, és az oxidációs sebesség folyamatosan nő a szabad gyökök és az oxigén részvételével lejátszódó reakciók sorozatával. Az oxidáció mértéke erősen függ az oxigén mennyiségétől [3,5].

Az UHMWPE szál legfőbb felhasználási területe a ballisztikus páncélok (katonaság), vitorlás kötelek, halászhálók vagy vágásálló kesztyűk. Nagy szilárdságának, ellenállóképességének és rugalmasságának hála egyre jobban elterjedt a felhasználása orvostechikai területeken is, mint például ortopédiai varratok, implantátumok, de jelenleg is folyik több kutatás az orvosi célú felhasználásokat illetően [9].

2.2.1. UHMWPE biotechnológiai felhasználása

A kis súrlódású ízületi protézisekbe már 1962-ben bevezették az UHMWPE polimert - fémmel vagy kerámiával társítva - köszönhetően a jó kémiai, fizikai és biokompatibilitási tulajdonságainak. Az igény az lenne, hogy ezeket a protéziseket több évtizedre helyezték be a páciensekbe, viszont hosszútávon aggodalomra ad okot, hogy a polimerek teljesítőképességének határa hamar megjelenik kopás, kúszás és fáradásos törés formájában. A polimerek viszkoelasztikus anyagok, protéziseknél a fém-polimer kapcsolat esetében kitűnnek a polimerek gyengébb szilárdsági jellemzői, mint a kúszás és fáradás, amit mindenképpen csökkenteni kell. A kúszás különösen nagy probléma a hosszú távú viselés során, legfőképpen, ha fiatalabb, aktívabb vagy nehezebb páciensekről van szó [10]. Ezeket az alkatrészeket általában szűk túrésekkel munkálják meg, és az implantátum hosszú távú stabilitása attól függ, hogy a testben megmaradnak-e ezek a méretek. Ha egy polimer inzert vagy vápa túlzott kúszáson megy keresztül, a láb megrövidülhet, vagy ficamok léphetnek fel. Az első két év "beágyazódási" időszakát, amelyet a kopás klinikai értékelésénél gyakran emlegetnek, az UHMWPE polimer kúszásának tulajdonítják. A kúszási hajlam gyakran csökkenthető térhálósítással, de ez a korábban említett ridegedést és nagyobb oxidációs hajlamot okozhatja [9].

Az UHMWPE szálak első alkalmazási területe a sebészeti varróanyag volt, ahol a jó sűrűség/szilárdság arányát remekül ki lehet használni. Több tanulmány kiemelte előnyeit, például a szilárdságát, viszkoelasztikusságát, merevségét és a műtétek során fontos könnyű használhatóságát. Dyneema Purity szálakból készült drótokat gerinc és traumás eljárásokban is használják, például cerclage-drótként vagy gerinc stabilizálására szánt eszköz részeként. Szív és érrendszeri területeken a vékony Dyneema szálakat katéterek és ballonok megerősítésére használták eddig, a szálak nagy merevsége/alacsony nyúlása miatt. A vékony szövött szálak továbbá szívbillentyűkhöz is használatosak [9].

Ezek természetesen csak alapvető szabványoknak való megfelelés után valósulhattak meg. Ha orvostechikai minőségű UHMWPE polimer alapanyagú implantátumokról van szó, a tanúsítványt nyújtó cégek Európában az EU MDR

szabványok szerint dolgoznak (ISO 10933-1:2018), vagy például az Egyesült Államokban az FDA (Food and Drug Administration) szabályozza az orvosi eszközök tanúsítását, ilyenkor iránymutatásokat adnak a kutatóknak, hogy milyen vizsgálatokat szükséges elvégezni az anyagon, hogy az később esetlegesen orvostechnikai tanúsítványt kaphasson.

2.2.2. UHMWPE önerősítéses kompozitok

Az orvosi célú UHMWPE anyagok fejlesztésére az 1960-as években kettő jelentősebb irány volt jellemzőbb, az egyik az UHMWPE anyagok sugárzással történő térhálósításának vizsgálata volt, a másik pedig a szénszállal erősített UHMWPE mátrixú kompozitok voltak, a kúszási tulajdonságok csökkentésének érdekében [10]

Előbbinél a kísérletek nem jártak túl nagy sikerrel, mert túlságosan nagy dózisu sugárzással lehetett csak elérni a térhálósodást, ami viszont már negatív hatással volt a polietilén szívósságára. A szénszállal erősített kompozit esetében viszont úgy tűnt eleinte, hogy jelentősen növekedett a nyomószilárdság, szakítószilárdság, folyáshatár, rugalmassági modulus, kúszásállóság és kifáradási határ. Azt is állították, hogy a kopás mértéke is csökken, mert a koptatott szén szemcsék felveszik a kenőanyag szerepét, viszont ezzel szemben a későbbi eredmények ellentmondásosak voltak: bár a szénszál erősítésű polietilén súrlódási együtthatója kisebb volt az erősítetlen polimerhez képest, kopási sebessége 2,6-10,3-szor gyorsabb volt. A felületi minőség is egyértelműen romlott a kiálló szénszálak miatt, de mindenek fellett a nem megfelelő összeférhetősége az UHMWPE-nek és szénszállnak vezetett több ízben töréshez, szakadáshoz. A szénszálakkal erősített UHMWPE fáradással szembeni ellenállása jelentősen rosszabbnak bizonyult, mint a sima UHMWPE polimeré. Shalaby szerint a tönkremenetelek okai az alábbi pontokra vezethetőek vissza [10]:

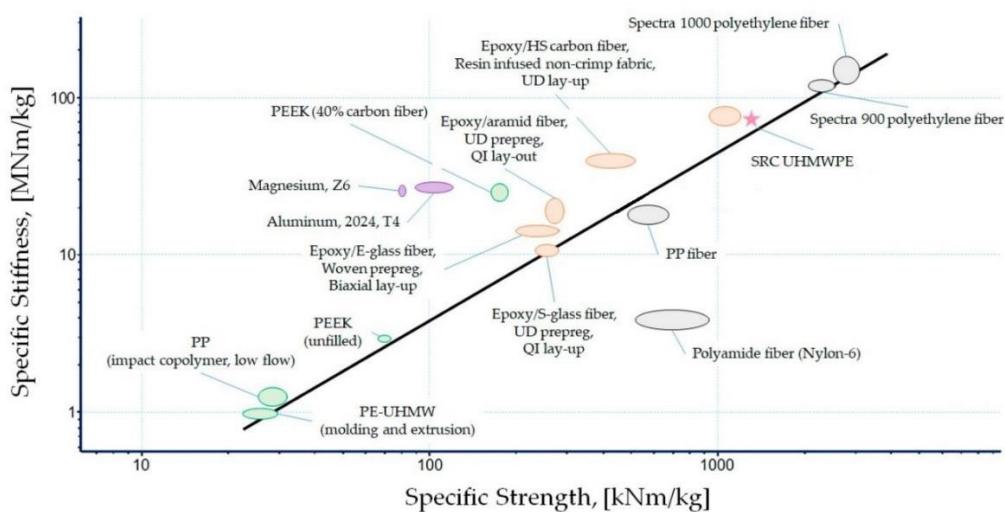
- szénszál rideg tulajdonsága,
- gyenge adhéziós kapcsolat a mátrix és szál között,
- maradó feszültségek jelenléte a szén és polimer eltérő hőtágulási együtthatói miatt,
- mátrix anyag képlékenysége.

A kompozit anyagok önerősítésének (self-reinforced composite vagy SRC) koncepcióját először Capiati és Porter vetette fel 1975-ben. A poliolefineken alapuló önerősített kompozit anyagokat tanulmányozták és több ízben publikáltak róla. Manapság kereskedelemben polipropilén alapú SRC-k kaphatóak, például bőröndök anyagaként, de egyelőre UHMWPE alapanyagú még nem érhető el a piacon. A kompozitoknál az egyik legfontosabb kritérium az erősítő szál és mátrix anyag közötti megfelelő mértékű adhézió, szükséges a két anyag kompatibilitása egymáshoz, különben a szálak terhelés hatására könnyedén kicsúsznak a mátrixból. Az önerősített kompozitok leginkább várt előnye pontosan ez a garantáltan erős adhéziós kötés, amely jó mechanikai tulajdonságot biztosít. Ezenfelül az UHMWPE alapú SRC-k sűrűsége alacsonyabb, mint a hagyományos kompozitoké, mivel a polimer erősítőszálak sűrűsége kisebb, mint például a szén- vagy üvegszálaké (nagyjából 1,0

g/cm³, szemben az 1,8-2,5 g/cm³-rel). Ezenkívül újrahasznosíthatóság szempontjából is kiválóak, termoplasztikus tulajdonságuk miatt és a hagyományos kompozitok újrahasznosításához szükséges szétválasztás szükségletelensége miatt [11].

SRC-k esetében a megvalósítás az úgynevezett technológiai időablakon nyugszik: Feltétlen szükséges megtalálni azt a hőmérséklet intervallumot, amikor a mátrixanyag már kellően ömledék állapotban van, de ez a hőmérséklet még az erősítő szál kristályolvadási hőmérséklete alatt helyezkedik el, így az teljes egészében megőrzi integritását és mechanikai tulajdonságait. Az önerősítéses kompozitok előállításának két elterjedtebb módja van: az SRC-eket egyetlen kiindulási polimer alapanyagból állítják elő, vagy ugyanazon polimer típus különböző altípusainak felhasználásával, például HDPE/LDPE vagy UHMWPE/HDPE párosításokkal. Az utóbbi koncepció lehetővé teszi egy széles technológiai ablak elérését, amely fontos az SRC végtermék stabil tulajdonságai szempontjából, viszont a polimer típusának különbsége általában véve negatívan hat a mechanikai tulajdonságokra. Értendő itt például az az eset, amikor az UHMWPE kedvezőbb mechanikai és tribológiai tulajdonságokkal rendelkezik az LDPE-hez és HDPE-hez képest, így az UHMWPE keverése más PE-típusokkal rontja a jelzett tulajdonságokat. Ezenfelül orvostechikai alkalmazás esetén az ízületi pótlások csak tiszta UHMWPE felhasználásával történhetnek [9,11].

Ha el szeretnénk helyezni az UHMWPE anyagú önerősítéses kompozit számunkra fontos mechanikai tulajdonságait más jellegű anyagokhoz képest, érdemes azt Ashby-diagramon tenni. Az Ashby-diagram lehetőséget ad arra, hogy kettő dimenzióban ábrázolhassuk a különböző vizsgált anyagokat, majd erre a diagramra egy egyenest illesztünk, aminek egyenletébe a felhasználás szempontjából szükséges kritérium értékeket helyettesítjük. Azok az anyagok, amelyek az egyenesen helyezkednek el, vagy afelett, megfelelnek anyagválasztás szempontjából, viszont amik az egyenes alatt, azok nem. A 4. ábra az anyagok fajlagos szívóssága szerepel, a fajlagos szilárdság függvényében.



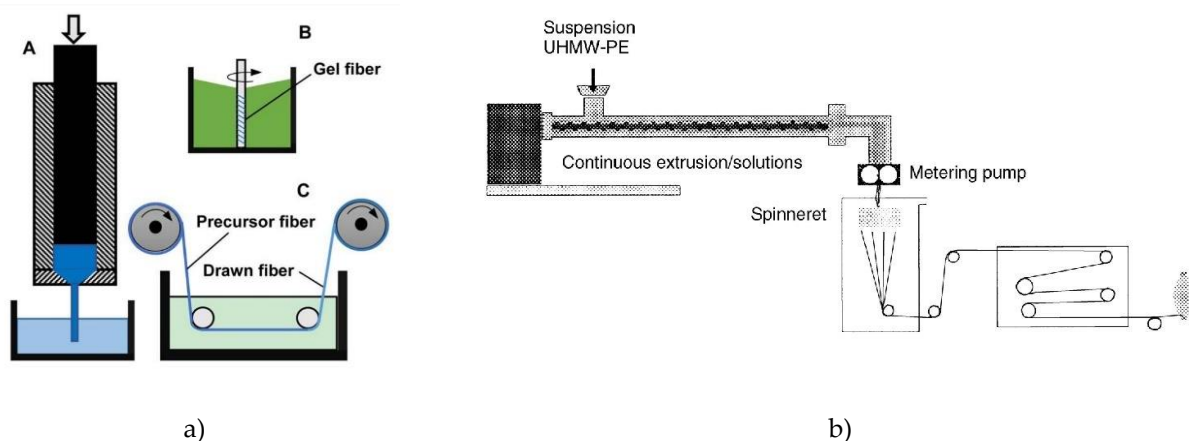
4. ábra Különböző anyagok fajlagos szívóssága a fajlagos szilárdság függvényében Ashby-diagramon ábrázolva [11]

Ami a 4. ábra elsőként kitűnik, hogy az UHMWPE önerősítéses kompozitok egyedülállóan jól teljesítenek szívósság és szilárdság tekintetében együttesen. Legközelebb mechanikai tulajdonságaiban a szénszál és epoxi gyanta alapú kompozit szerepel, viszont így is bőven elmarad a vizsgált jellemzőkben az UHMWPE-től, és orvostechikailag sem alkalmazható. Fontos megjegyezni, hogy a diagrammon UHMWPE erősítő szálként a Honeywell Spectra megnevezésű szála szerepel, mivel a forrásként használt cikkben ez szolgált alapanyagként, viszont mechanikai jellemzőiben nem sokban tér el a DSM által forgalmazott orvostechikailag minősítésű Dyneema Purity szálhoz képest. Megemlítendő még, hogy SRC-k esetében is a kompozitokra jellemző általános keverék szabály alkalmazandó, ebből az okból kifolyólag maradnak el a kompozit mechanikai tulajdonságai a szálétól.

Az UHMWPE önerősítéses kompozitokról az utóbbi években kevés publikáció jelent meg. Az 1990-es években bár nagyobb volt az érdeklődés a téma irányába, kereskedelmi forgalomba sosem hozták üzletpótló alkalmazásokban. Ebből az időszakból fellelhető szakirodalomban Spectra szál és GUR gyantát használtak, és egyik kutatási csoport sem számolt be magas szintű térhálósodásról és a kompozitok mechanikai tulajdonságai is jóval szerényebbek voltak, mint ahogy az a Spectra szál merevségétől elvárható lett volna. A kopási eredményeket sem tudták bizonyítani, hogy ténylegesen javultak volna. Kiemelendő, hogy korábban a legtöbb kísérletben nem csak a szál esetében, hanem a mátrix anyagnál sem orvostechikailag minősítésű alapanyagot használtak. Összességében az UHMWPE önerősítéses kompozit kutatás orvostechikailag szegmense egy olyan terület, aminek egyelőre nem sikerült gyümölcsözővé válnia, ez több okból is eredeztethető, az egyik legfontosabb ilyen, hogy a Honeywell által forgalmazott Spectra szálak nem rendelkeztek orvostechikailag tanúsítvánnyal, de a 2010-es években megjelenő Dyneema Purity szál valószínűsíthetően előrébb fogja lendíteni a kutatásokat a témában [9].

2.2.3. UHMWPE erősítő szálak

Az ultranagy molekulatömegű polietilénből készült szálak a legerősebb és legkönnyebb szálak jelenleg, amelyek az iparban elérhetőek, köszönhetően annak, hogy nagy szilárdságuk alacsony sűrűséggel párosul. Az UHMWPE új fibrilláris kristályszerkezetét a holland DSM cég fejlesztette ki az 1980-as években, de csak évekkel később, az úgynevezett gel spinning eljárás felfedezése tette lehetővé a nagy szilárdságú és nagy modulusú UHMWPE szálak kereskedelmi méretű előállítását. Manapság a DSM, illetve a Honeywell a legnagyobb piacon jelenlévő cégek. A nagyszilárdságú és nagy modulusú UHMWPE szálak előállítására szolgáló gel spinning eljárás lényegét vázlatosan a 5. ábra szemlélteti.



5. ábra Polietilének gél spinning szálhúzásának sematikus folyamatábrája baloldról az első képen (a) a betűk jelölése: (A) gél spinning (B) oldószeres extrakció (C) meglehúzás [12,13]

A gel spinning eljárás során az UHMWPE por nagymennyiségű oldószerben lévő szuszpenzióját egy extrúderbe vezetik, amely folyamatos melegítéssel megömlösztí az UHMWPE port. Az oldószer UHMWPE esetén legtöbbször dekahidronaftalin vagy paraffinolaj. A keveréket ezután egy kúp alakú szerszámon keresztül nagyjából 1 méter/perc sebességgel extrudálják. A szálképződés az UHMWPE hűtéssel történő kristályosodásával hozható létre. Az így kapott szálból az oldószert eltávolítják (elpárologtatással vagy extrakcióval) és meglehúzást végeznek rajta. A polimerlánconkénti összefonódások számának az oldódás által bekövetkező csökkenése és a polietilénláncok közötti alacsony kölcsönhatás miatt nagyon magas húzási arányok érhetőek el. [12,13]

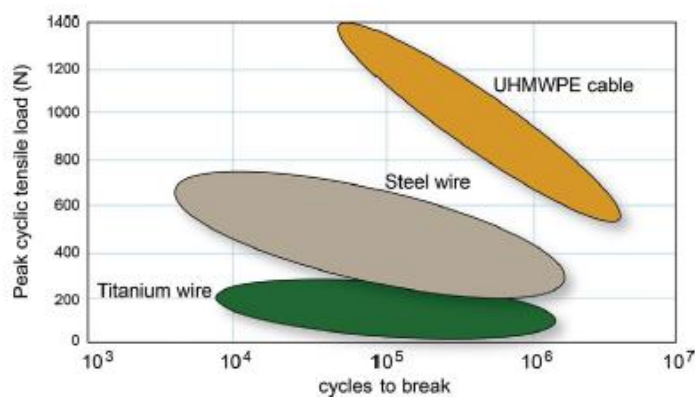
Az UHMWPE polimer alapvetően magában hordozza a PE számunkra előnyös tulajdonságait, viszont emellett erősebb anizotróp szerkezettel rendelkezik, ami jól láthatóan megmutatkozik a nagyobb lehetséges átmérő-szálhossz arányban. A száltengelyhez képesti egyirányú orientáció 95%-nál nagyobb, és a kristályos részarány is akár 95%-os. Az orientáció mértéke leginkább a mechanikai szilárdság, termikus tulajdonságok és kémiai adszorpció/reaktivitás miatt fontos, mivel közvetlen összefüggés áll fent köztük [9].

Az UHMWPE szál mechanikai tulajdonságaihoz tartozik a jellemzően nagy axiális irányú rugalmassági modulus és szakítószilárdság, ilyen tekintetben nagyon magas a tömegre és térfogatra vetített szilárdsága a többi közismert polimerhez képest, mint a PP, PET, PA. Ebből az okból kifolyólag tömeg- illetve térfogatcsökkentés mellett is nagy szilárdság őrizhető meg, aminek nagy jelentősége van a minimál invazív sebészetben használt eszközök tekintetében. Mindemellett alacsony szakadási nyúlással rendelkezik köszönhetően az erősen orientált kristályos szerkezetnek és az egyenes polimer konfigurációnak [9].

A hajlító és húzó fárasztási vizsgálatok mutatják meg az anyag ismételt terheléssel szembeni ellenállóképességét, aminek élettartambecslés szempontjából kivételesen nagy jelentősége van. A hajlítóvizsgálat egy adott pontban ismétlődő hajlítás okozta tönkremenetelt modellezi, míg a húzóvizsgálat a teljes testre ható ciklikus húzóterheléssel szembeni ellenállóképességét. Az UHMWPE szálak hajlítófáradással

szemben kellően ellenállóak (ami érrendszeri alkalmazásokban különösen fontos), de a ciklikus húzó terheléssel szemben is remekül helytáll. Utóbbira vonatkozóan több tanulmány is született, ahol poliészter és UHMWPE szálakból csomózott varrathurkok ciklikus terhelését vizsgálták és utóbbi nyúlása a tönkremenetelig sokkal kedvezőbb volt (bár emellett a csomók viszont sokkal többször csúsztak szét). A Dyneema Purity szálak ciklikus terhelés utáni nyúlásának, mértékét fémhuzallal is összehasonlították (Ethicon Surgical steel M649C), ahol annak a gyakorlati alkalmazásnak a modellezése volt a cél, hogy a szegycsontok szétválasztást követően hogyan mozdulnak el egymáshoz képest, ha az előbb említett szálakkal készítik a hurkokat. A vizsgálat végeredménye alapján a polimer hurkok sokkal kisebb mértékben nyúltak meg [9].

A legrepresentatívabb vizsgálat viszont különböző acél-, titán- és UHMWPE anyagokból készült gerinchuzalok szakításával történt. A 6. ábra mutatja a törésig tartó ciklusok számát a különböző alkalmazott terheléseknél. Ez a szám az UHMWPE huzal esetén minden vizsgált terhelési szinten magasabb volt [9].



6. ábra A törésig tartó ciklusok száma különböző ciklikus terhelések esetén UHMWPE kábelek, acél- és titánhuzalok összehasonlításával[9]

Az UHMWPE szálak természetüktől fogva érzékenyek a kúszásra és feszültségrelaxációra, ezekre nyilvánvalóan ki kell térni az UHMWPE szálakkal való tervezésnél. A kúszást befolyásolja az anyagminőség, a terhelés és a hőmérséklet, utóbbi kettő felgyorsítja azt, de még a szálgyártás módja is hatással van rá. Orvostechikai felhasználás esetén legtöbbször hosszútávú terhelésnek vannak kitéve az anyagok, így UHMWPE esetén feltétlen figyelembe kell vennünk a kúszás jelenségét, mert az befolyásolhatja az eszköz teljesítményét[9].

A tribológiában megkülönböztetünk belső súrlódást, ahol a belső részecskék egymáshoz képest relatívan mozdulnak el, külső súrlódásnak pedig a testek felszínén fellépő jelenséget nevezzük. Az UHMWPE kimondottan jó kopásállósággal rendelkezik mindkét tekintetben. Belső kopás esetén a különböző hosszúságú polimerszálak ciklikus terheléséből adódóan egymáshoz surlódnak, viszont UHMWPE anyag esetében sokkal kisebb a szál-szál súrlódási együttható, mint más szintetikus anyagok esetében. Külső kopásnál a szálak felszíne találkozik egy másik anyag felületével, ahol összedörzsölődnek, majd ez idővel töréshez vezet. A kopásállóság meghatározására nincsenek ipari szintű szabványok. Erre vonatkozó

kutatást végzett Lo kollégáival, ahol UHMWPE és poliészter szálak keverékét (USP No.2 FiberWire) használták csak poliésztert tartalmazó szállal szemben (Ethibond) varratok kopásállóságának vizsgálatánál. A méréseket öt különböző varrathornyon végezték különböző szögben száraz és nedves közegben. Minden esetben az UHMWPE és poliészter keveréke érte el a magasabb tönkremenetelig tartó ciklusszámot [9].

2.2.4. UHMWPE mátrix anyag

Feldolgozás szempontjából UHMWPE alapanyagú termékeket elsődlegesen porból lehet előállítani (ennek okai a 2.3. szakaszban). A piacon teljes mértékben a Celanese márka uralkodik, GUR névre keresztelt UHMWPE por alapanyaguk széles skálája elérhető. Orvostechikai alkalmazhatóság esetében a Gur 1020 és 1050 típusú anyagminőségeik felelnek meg az előírt ISO szabványoknak. Weboldaluk szerint ezek az anyagtypusok kiváló kopásállóságot, ütésállóságot, tapadásmentes és önkenő tulajdonságokat, valamint kitűnő mechanikai jellemzőket biztosítanak, még kriogén állapotban is. Ezek az alapanyagok felhasználhatóak fröccsöntéshez, forgácsoláshoz, sajtolásos és szinterezéshez is akár [14]].

A GUR 1020 és 1050 anyagtulajdonságait Klapps és munkatársai vizsgálták tanulmányukban [15], nagy hangsúlyt fektetve a tribológiai összehasonlításra, hiszen implantátumok esetében a kopás az elsődleges probléma. A két anyagot egyedül molekulatömegük különbözteti meg, GUR 1020 esetében $3,5 \times 10^6$ g/mol és a GUR 1050 esetében $5,5-6 \times 10^6$ g/mol [16]. Klapps társaival a két anyagból téglalap alakú lemezeket alakított ki és a tribométerbe téve egy acélgolyó lineárisan ide-oda mozgott a mintadarabon. A kapott eredmények azt bizonyították, hogy a súrlódásban nincsenek különbségek a két anyag átlagértékeihez képest. Azonban a szórást vizsgálva kitűnt, hogy a GUR 1020 instabilabb, mint a GUR 1050, előbbinek sokkal nagyobb szórása volt a teljesítményében Ez összefüggésbe hozható a GUR 1020 nagyobb érzékenységgel a kopási mechanizmusok dinamikus változásaira a tribológiai vizsgálat során. A GUR 1020-nak a kopási mechanizmusok dinamikus változásaira való ilyen fokozott érzékenysége a röntgendiffrakciós elemzés eredményei szerint azzal magyarázható, hogy az anyag kevésbé áll ellen a szerkezeti deformációnak [15].

Az érintkezési nyomás volt a kopást leginkább befolyásoló paraméter. A gyanták közötti különbség egyértelmű volt amint az anyag szilárdságánál nagyobb érintkezési nyomáson végezték, ekkor a GUR 1020 tribológiai szempontból több mint 30%-kal rosszabb volt a GUR 1050-nél. A polimer mechanikai szilárdságához közeli érintkezési nyomáson végzett vizsgálatokban nem volt különbség a gyanták között a kopás tekintetében. A kopás mértéke ebben az esetben a felületi érdesség tartományában volt [15].

A korábbi tanulmányokat áttekintve viszont több példa volt rá, hogy nem állapítottak meg semmilyen szignifikánsan eltérő kopási viselkedést a két anyag között, mint arra, hogy igen [17,18].

A GUR 1020 folyáshatára alacsonyabb a GUR 1050-étől, emiatt bevett, hogy a térdimplantátumoknál - ahol nagyobb terhelések érik az anyagot - az 1050-es port alkalmazzák, míg csípőimplantátumoknál inkább a GUR 1020 jellemzőbb [9].

2.3. Polimerek szinterezési technológiája

Az ultranagy molekulatömegű polietilénnek számos kereskedelmi alkalmazása létezik, például az élelmiszer- és italgéártásban, az öntödékben, a vegyiparban, a bányászatban, a faiparban, a textiliparban, a papírgéártásban, a szállításban és a gyógyászatban. Ugyanakkor az UHMWPE-t nehéz feldolgozni hagyományos módszerekkel a magas olvadákvizkozitása miatt, ezért az alapanyag feldolgozása céljából különböző por szinterezésén alapuló eljárásokat alkalmaznak. Bár a korlátozott feldolgozási lehetőségek visszaveszik az UHMWPE alkalmazását, feldolgozása javítható töltőanyagokkal vagy adalékanyagokkal.

2.3.1. UHMWPE feldolgozása

Az UHMWPE dinamikai olvadákvizkozitása 10^{10} Pa.s tartományban van, tehát nagyon kis MFI-vel (Melting Flow Index) rendelkezik, ezért nem lehet a szokásos nagy nyírószilárdságú módszerekkel feldolgozni. Ha nyírásnak teszik ki, ezek a molekulárisan mozdulatlan molekulák olyan mértékű lánchasadáson mennek keresztül, hogy a polimer végső ütő- és kopási tulajdonságai csökkennek. Összehasonlításképpen az olyan nyírési eljárásokhoz, mint a fröccsöntés, az extrudálás vagy a fűvás, 10^4 és 10^6 Pa.s közötti viszkozitású anyagokra van szükség. Emiatt az UHMWPE por szilárd alakzattá való alakítására alacsony áramlási folyamat szükséges, mint például a szinterezés. Két általánosan alkalmazott szinterezési eljárás a ram extrúzió és a melegsajtolás, de ezeknek különböző alváltozatai is ismertek [19].

A szinterezés hő és nyomás segítségével tömöríti és olvasztja össze a szabadon áramló port. A nagy nyomás hatására a durva UHMWPE részecskék morfológiája lehetővé teszi a sűrű tömör szerkezet kialakulását. A tömörítés kezdetben a részecskék átrendeződésével történik. Ahogy a tömörítési nyomás növekszik, a részecskék rugalmasan deformálódnak[19].

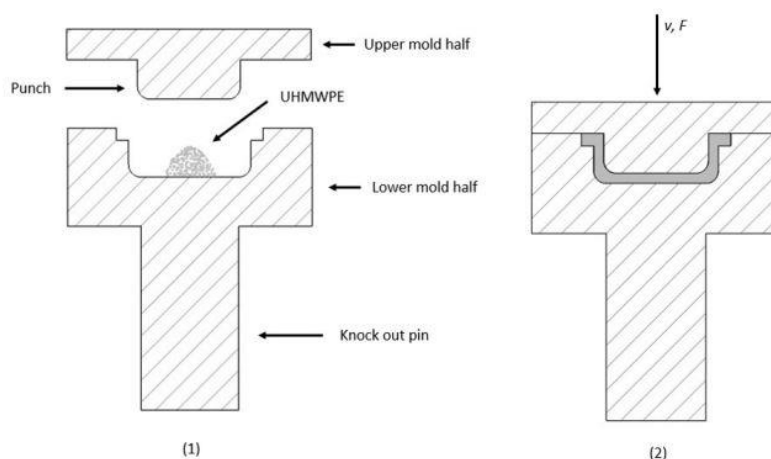
A polimerek szinterezési eljárásra való alkalmasságának értékeléséhez a legjobb módszer a differenciál pásztázó kalorimetria (DSC), ami lehetővé teszi a polimer olvadási és kristályosodási viselkedésének meghatározását. Az olvadás és a kristályosodás során bekövetkező fázisátalakulások kulcsfontosságú paraméterek. Az olyan anyagok esetében, amelyek viszonylag éles olvadási jelleggörbét mutatnak, a szinterezési folyamat teljes ciklusa alatt közvetlenül az olvadáspont alatti hőmérsékletre melegíthető. A sikeres szinterezéshez szükséges másik termikus jellemző a széles feldolgozási ablak, amelyet a melegítéskor az olvadás kezdeténél és a hűtéskor az újrakristályosodás kezdeténél fellépő hőmérsékletek közötti különbségként határoznak meg[19].

2.3.2. Szinterezés technológiai leírása

A ram extrúzió (ram extrusion) fejlesztése az 1970-es években indult ki az Egyesült Államokból és Japánból, abból a célból, hogy a részben kristályos polimerek szilárd halmazállapotú alakításával minél nagyobb szilárdságot, orientációt és kristályos rendezettséget érjenek el. Szinterezési technológia alkalmazásával jól közelíthetőek a polimer alapanyagok anyagjellemzői feldolgozást követően is [20].

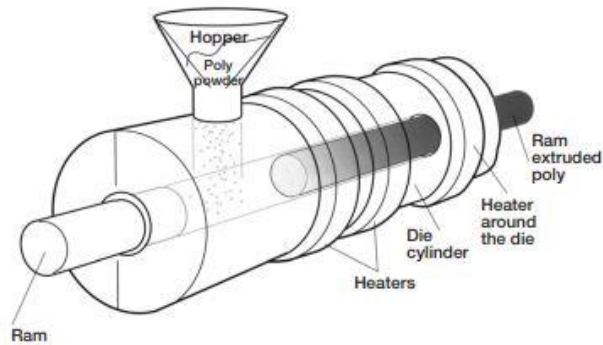
Az UHMWPE por konszolidálásának alapja a megfelelő idő, nyomás és hőmérséklet hármasan nyugszik. Ezeket a paramétereket gyártók rendszerint nem teszik közzé, hiszen ez is része a piaci versenynek, de a publikusan közzétett tanulmányok jó kiindulási alapot nyújtanak. A feldolgozás során úgynevezett öndiffúzió megy végbe, amelyet a molekulaláncok egymás felületén való elcsúszása és az emelt hőmérsékleten beinduló molekula mozgások segítenek. Ezek miatt a végbemenő mozgások miatt lényeges paraméter az idő. Amennyiben a három paraméter kiválasztása nem volt megfelelő, konszolidációs hibák keletkezhetnek. Ezek rendszerint lokálisan inhomogén területek, ahol nem volt teljesmértékű az összeolvadás [21].

A szinterezés legkorábbi formája a melegsajtolásos öntés (compression molding) volt, amelynek sematikus gyártási folyamata a 7. ábra látható. A gyártás során hidraulikus présgépeket használnak, ezeknek mérete akár 3 emelet is lehet. Az UHMWPE viszonylag rosszabb hővezető képessége miatt a formázási idő hossza nagyban függ a gyártmány geometriájától, de a folyamat 24 óra hosszú is lehet indokolt esetben. A hosszú formázási idő azért lényeges, hogy a lassú, egyenletes fűtési és hűtési hőmérsékletet a lemez teljes térfogatán fent lehessen tartani az alakadás során. Az elkészült darabok lemez vagy rúd előgyártmányként kerülnek az ortopéd protézis gyártókhoz. A melegsajtolás egyik változata, amikor már kvázi végleges alakadó formában szinterezik az alapanyagot, emiatt azt később nem, vagy csak minimálisan szükséges másodlagosan alakítani [21].



7. ábra Melegsajtolás gyártási folyamata[22]

A ram extrúzió során (8. ábra) egy adagoló tölcseren keresztül juttatják be a por alapú UHMWPE polimert egy fűtött tartályba. A felmelegedett polimert a kos (ram) folyamatos vízszintes oda-vissza mozgás segítségével nyomja ki a csőszerszámon. A polimert az extruderben a kos tartja nyomás alatt, illetve a súrlódási erő, ami az ömledék és a palástfal között lép fel. Az elkészült rúd előgyártmány egy sor elektromos fűtőköpenyben hűl le. Ezzel a technológiával a rúdátmérők széles skálája érhető el, határt a hűlés sebessége ad[21,23].



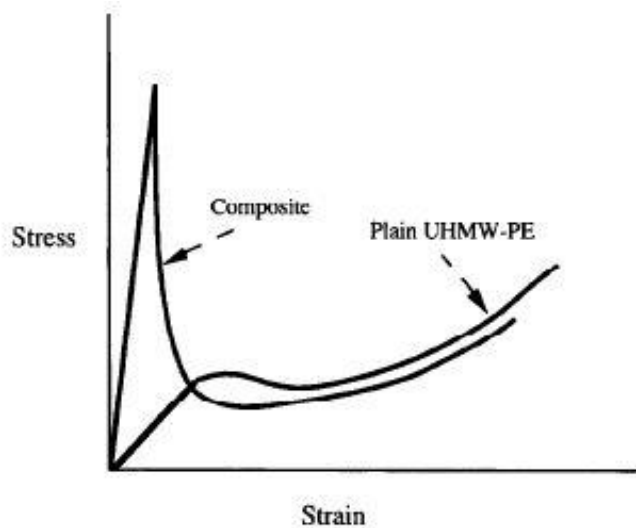
8. ábra Ram extrúziós gyártási folyamat [23]

2.3.3. Szinterezéshez kapcsolódó esettanulmányok

A polimer por szinterezésének sikerességéhez szükséges a megfelelő gyártási paraméterek megtalálása. Mivel ezeket a gyártók ipari titokként őrzik, így a témában közölt tanulmányok tudnak iránymutatást adni.

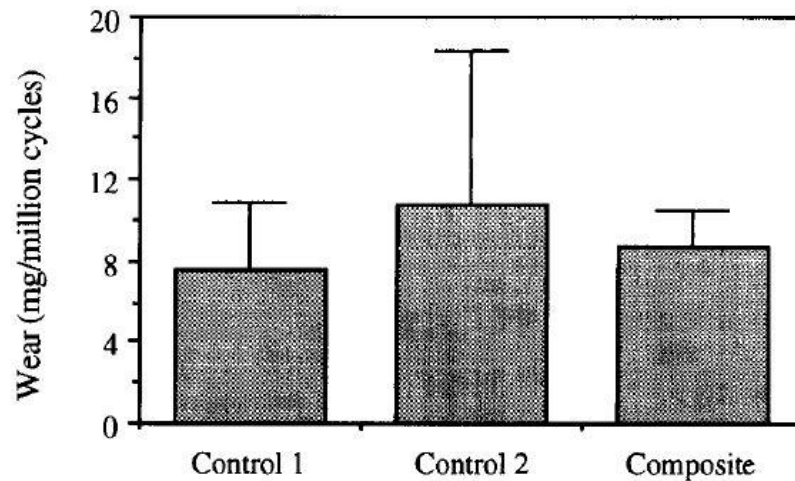
Az UHMWPE önerősítéses kompozitként való előállítását először a Zimmer cégnél hajtották végre Spectra 1000 erősítőszálak szinterezésével és szabadalmaztatták is a technológiát. A szinterezett UHMWPE szálak a csapágyfelületre merőlegesen voltak orientálva, így a kapott UHMWPE kompozitok a szálak orientációjának iránya mentén vizsgálva drámaian, egy nagyságrenddel megnövekedett modulust és szilárdságot mutattak [3].

M. Deng és S.W. Shalaby tanulmányában UHMWPE szintiszta gyanta és önerősítéses kompozit kopási különbségeit vizsgálta. Az alapanyagok GUR 405 mátrix anyag és Spectra 1000 erősítő szál volt. Az alapanyagok DSC vizsgálata után megállapították, hogy az érintetlen gyanta megömlési hőmérséklete 145 °C, míg a megolvasztott és újból kristályosított GUR 405 gyantáé már 135 °C alatt van, és hogy ezt a 10 °C fokos histerézist a szokásos feldolgozási feltételek mellett nem lehet visszanyerni. A Spectra szálak két olvadási csúcsot mutatnak, egyszer $T_m=153$ °C körüli és $T_g=146$ °C. Ezekből jól látható, hogy van egy technológiai hőmérséklet ablak, amikor a szálak integritása és egységessége még megőrizhető, de a gyanta már megömlesztett állapotban van[10].



9. ábra Az erősített és erősítetlen UHMWPE feszültség-alakváltozás vázolt diagramja[10]

A próbatesteket tiszta UHMWPE gyanta melegsajtolásával készítették el présgépen 180 °C-on 7 MPa nyomóerő mellett, majd ugyanezzel a módszerrel az egyirányú és keresztirányú önerősítéses kompozit laminátokat 5%-os száltartalommal. A kész piskóta alakú próbatesteken szakítóvizsgálatot, ütésvizsgálatot, tribológiai és kúszás vizsgálatot végeztek. A pásztázó elektronmikroszkóppal készült képeken jól láthatóak az ép szálak, illetve nem voltak különösebb gyártási hibák, például delamináció, üregek. A szakítóvizsgálatok során azt tapasztalták, hogy az UHMWPE polimer szakítószilárdságánál valamivel alacsonyabb terhelésnél következik be a törés, ami valószínűleg az effektív keresztmetszet csökkenéséből és a szálak töréséből következő növekvő hibahelyek számából adódhatott. Legeffektívebbek az egyirányú laminátok voltak, itt kimutatható, hogy a maximális hosszirányú szakítószilárdság lineárisan növekszik a szálak tömegarányával, ez a lineáris szilárdságnövelés és a keverési szabály segítségével írható le. Az is megfigyelhető, hogy a hosszirányú laminátoknál 5%-os szál-tömegarány esetén 80%-os a szilárdságcsökkenés, míg keresztirányú laminátoknál ugyanígy 5%-os szinten már megduplázódott a szakítószilárdság a sima UHMWPE-hez képest. A szakító modulus mindkét irányú laminát esetében jelentősen megnőtt az említett szál-tömegarány szinten, a [0/90] laminátok modulusa kétszerese a sima UHMWPE modulusának. A kúszási eredmények azt mutatták, hogy szobahőmérsékleten 5 MPa nyomáson mind az egyirányú, mind a keresztirányú laminátok sokkal jobban ellenálltak a kúszásnak, mint az erősítetlen UHMWPE. Ellenben kopási szempontból túlságosan nagy szórást mutattak az eredmények, és szignifikáns különbséget nem is mutattak az önerősített próbatestek a kontrollcsoportéhoz képest (10. ábra). A hőkezelt UHMWPE nem tért el nagyban az érintetlen UHMWPE alapanyaghoz képest, például a kristályosodási hőmérséklet 1-2 °C fokkal növekedett [10].



10. ábra Kopási eredményei a két kontrollcsoportnak és az önerősítéses kompozitnak[10]

Fontos megjegyezni, hogy Shalaby és Deng által használt alapanyagok nem voltak orvostechnikai minősítésűek.

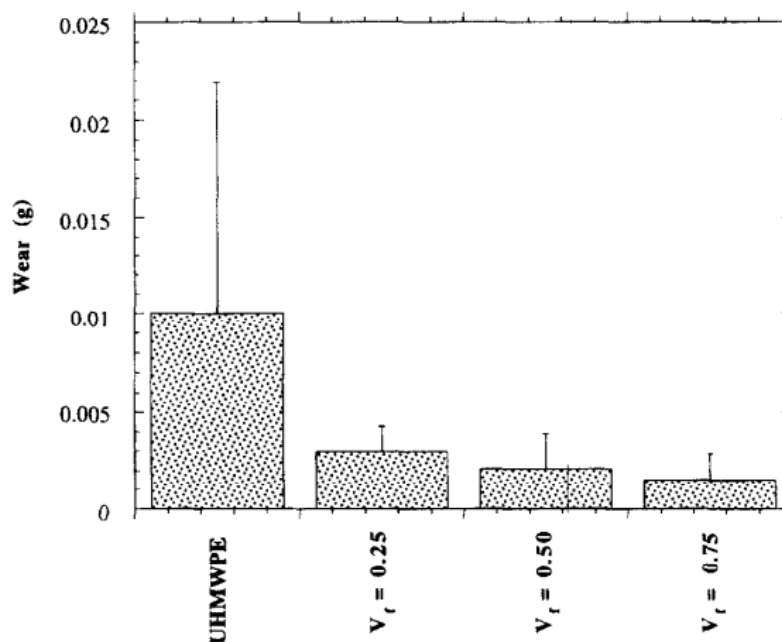
Hasonló kutatásokat végzett Mosleh és Suh több tanulmányában is[24,25].

Egyik esetben vizsgálták, hogy hogyan lehet előállítani úgy önerősítéses UHMWPE-t, hogy annak mechanikai, tribológiai és morfológiai tulajdonságai javulást mutassanak az akkor tájt használt protézisanyagokkal szemben. Alapanyagként GUR 415 gyantát használtak, erősítőszálnak pedig Spectra 1000 UHMWPE szálakat, a kontrollcsoport extrudált UHMWPE volt. Kétféle módszert alkalmaztak az erősítést tekintve, egyik esetben szövet erősítésű kompozitot állítottak elő, másik esetben pedig vágott szálakkal mechanikai keveréssel irányítottság nélkül. A sajtoláshoz belső hűtőcsatornákkal ellátott acélformát használtak. A szinterezési ciklus magában foglalta a keverék nyomás alatti felmelegítését, a keverék 30 percig tartó állandósult hőmérsékleten és nyomáson tartását, majd végül a szerszám és a keverék nyomás alatti lehűtését. Az állandósult hőmérséklet 152,5°C és 162,5°C a két különböző kompozit esetében. A szövet/gyanta kompozit száltartama 0,6 volt. A szálak térfogatszázaléka a polietilén homokkompozitokban azonban megközelítőleg megegyeznek a szálak tömeghányadával, mivel az UHMWPE és a Spectra szálak sűrűsége hasonló. Ebben a folyamatban a gyanta azokkal a szálakkal érintkezik, amelyek a szövet külső felületén vannak[25].

Másik esetben a Spectra szálakat körülbelül 25 mm hosszúságúra vágták, majd keverőgépben összekeverték az UHMWPE gyantával. A keverő nagy fordulatszámon vegyítette el egymás közt az alapanyagokat, olyan módon, hogy az egyes vágott szálakból álló rostok szétváljanak és összekeverednek a porral. A keveréket ezután a szövet/gyanta kompozitoknál megadott feltételek mellett sajtolták. A szálak térfogattartalmát 0,25, 0,50 és 0,70 értéken változtatták, míg a formázási hőmérsékletet 152,5 °C-on tartották állandó jelleggel. A nyomás 760 N nagyságú normálterhelés volt[25].

A tesztelés során szakító és nyomó vizsgálatokat végeztek, ezen felül kopási tulajdonságokat vizsgáltak, ahol az ellenfelület a protézisek esetében is használt CoCr anyagú henger volt. Mivel a polimerek a kenéses kopási vizsgálatok során

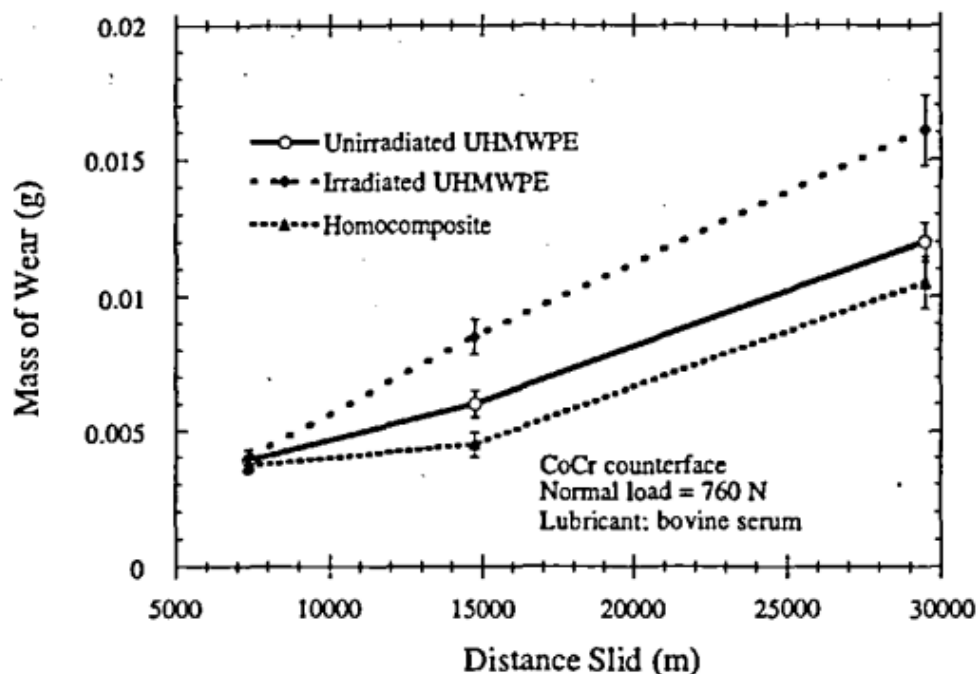
kenőanyagot szívhatnak magukba, a vizsgálatokat szárazon végezték, hogy a kopásminták súlyának pontos mérését a vizsgálat előtt és után megkaphassák. A homokkompozitok mechanikai tulajdonságai nagymértékben függtek a formázási hőmérséklettől. 145 °C-nál alacsonyabb formázási hőmérsékleten a szövet homokkompozitok nem rendelkeztek megfelelő kötéssel, így azok alkalmatlanok voltak a mechanikai vizsgálatokra. A 162,5°-os hőmérsékleten az SRC-k szakító- és nyomószilárdsága megegyezett az UHMWPE-ével, 152,5°C-on pedig a szakítószilárdságuk jelentősen magasabb volt, mint az UHMWPE-é. Például a szövetet tartalmazó homokkompozit szakítószilárdsága az erősítetlen UHMWPE-hez képest mintegy 700%- kal nagyobb. A kopási tulajdonságokat tekintve is hasonlóan pozitív eredményeket kaptak (ezeket a 11. ábra szemlélteti), az erősített UHMWPE sokkal kisebb mértékben kopott a kontrollcsoporthoz képest, illetve a szál/gyanta próbatestek esetében a különböző száltartalmat is vizsgálták és azt tapasztalták, hogy a 0,75 térfogattartalom volt a legelőnyösebb[25].



11. ábra szál/gyanta erősítés esetén különböző száltartalom melletti kopás mértéke[25]

A szövet/gyanta kompozitok esetében több hátrány is felmerült, például a kompozit nyomószilárdságának csökkenése a delamináció miatt. A szövet/gyanta kompozitban csak a szövet külső felületén lévő szálaknak van jó gyanta diffúziója a sajtolásos formázás során. A szövet belsejében lévő többi szál egymáshoz van préselve, ezért a gyantának nincs lehetősége a diffúzióra ezekbe a belső szálakba. Ezenkívül ezek a szálak a tömörítés során egymáshoz képest nyíródhatnak is. Ez a probléma nem jelentkezik a szál/gyanta kompozitban, mivel a levágott szálak elkülönülnek, és szálaik jól keverednek a gyantával. Összességében a kutatás végeredményében a 152,5°C-os sajtolási hőmérséklet, 760 N nyomás és 0,70 térfogatszázalékos száltartalom bizonyult a legoptimálisabbnak[25].

Suh és Mosleh másik tanulmányában hasonlóan szövet/gyanta és szál/gyanta UHMWPE SRC-eket vizsgált, hasonló körülmények mellett, viszont a kopási vizsgálatokat szárazon és szarvasmarha ízületi folyadékkal is elvégezték. A vizsgálat során azt találták, hogy a szál erősített homokompozitok kopási sebessége jelentősen javult a szövet/gyanta kompozitokhoz képest. Ugyanakkor az ízületi folyadékkal végzett mérések nem jártak sikerrel (12. ábra), az önerősített UHMWPE kompozit kopása rosszabb eredménnyel jött ki, mint a kontrollcsoporté, tehát az erősítetlen UHMWPE esetében. Ennek értékelésénél mérési hibára hivatkoztak. Az UHMWPE a tribológiai vizsgálat során felveszi a nedvesség egy részét, emiatt ugyanennyi időre beáztattak a folyadékba szintén egy UHMWPE munkadarabot, hogy kimérjék mennyi nedvességet vett fel a tribométerben az eredendően vizsgált darab. Azzal viszont csak utólag számoltak, hogy a szál és mátrix anyag tökéletlen kapcsolódása közé is be tud férközni a folyadék, így kiszámíthatatlan ilyen formán, hogy pontosan mennyi folyadékot vesz fel a kompozit. Emiatt az sem számolható ki, hogy a kopás során mekkora tömeget veszített ténylegesen, mert innentől túlbecsülté válnak az eredmények [24].



12. ábra a kopási eredmények kiértékelésénél felmerülő mérési hibával terhelt diagram [24]

Érdeemes lehet még vizsgálni Zhrebtsov munkatársai munkáját, akik arra a kérdésre keresték a választ, hogy a szinterezéses feldolgozás milyen hatással van az UHMWPE SRC-k mechanikai, morfológiai tulajdonságaira. Alapanyagul Dyneema szálakat választottak, viszont ez szolgált a mátrix és erősítőszál anyagaként egyben, ezt mutatja a 13. ábra. A kezdeti szálakat egyirányúan két rögzített orsó közé tekerték, amelyeket később eltávolítottak, és a feltekert szálakat a szerszámba helyezték. A próbatesteket melegsajtolással állították elő, 50 perces fűtési idővel és 10 perces formázási idővel, majd a szerszámban szobahőmérsékletre hűtve, formázási nyomáson. Az egyes szálak felülete a sajtolás során részleges olvadáson megy keresztül, majd a hűtés során az UHMWPE újra megszilárdul. Ez az újra megszilárdult UHMWPE SRC mátrixot alkot, amint azt a 13. ábra szemlélteti. A mintákat 145 °C-os,

155 °C-os vagy 165 °C-os hőmérsékleten állították elő, hogy szemléltetni lehessen a feldolgozási hőmérséklet hatását is. Nyomás szempontjából is hasonló megfontolás mentén különböző nagyságú nyomások (25 MPa és 50 MPa) hatását vizsgálták a Clausius-Clapeyron összefüggés nyomán, mi szerint a megemelkedett nyomás magasabb értékre tolja az olvadási hőmérsékletet, ezzel szemben a nyomáscsökkentés elősegíti a szálak olvadását[11].



13. ábra az önerősítéses UHMWPE kompozit előállításának sematikus ábrája [11]

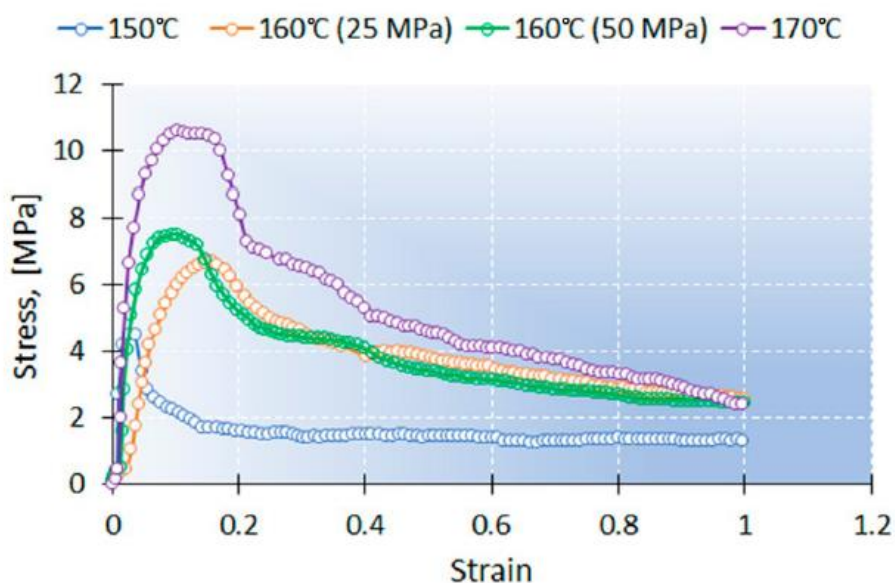
Zherebtsovék széleskörű vizsgálatot végeztek az elkészült mintákon (SEM, szakítóvizsgálat, Raman-spektroszkópia, röntgentomográfiás elemzés). A morfológiát nézve az eredmények azt mutatták (14. ábra), hogy a magasabb szinterezési hőmérsékleten alacsonyabb orientáltsági fokot mutattak a próbatestek, ezzel szemben a megemelt nyomás lehetővé teszi a kristályok és a kristályos molekulaláncok orientációjának megőrzését, amit a differenciál pásztázó kalorimetriából származó adatok is alátámasztottak. A nyomás csökkentése nagyobb mobilitást biztosít a hosszú polimerláncoknak, és ezen keresztül nagyobb a valószínűsége, hogy szálak felülete intenzívebben megolvad, azaz kevésbé orientált mátrix jön létre[11].

Feltételek				
T, °C	Nyomás	Rendszer	UTShosszú, MPa	UTStrans, MPa
145 °C	25 MPa	1	67.8	4.1
155 °C	25 MPa	1	174.3	7.7
155 °C	25 MPa	2	164.7	8.3
165 °C	25 MPa	1	142.3	16.5
155 °C	50 MPa	1	129.5	4.3

14. ábra Mechanikai tulajdonságok változása a feltüntetett paraméterek mellett [11]

A mechanikai tulajdonságok vizsgálatánál azt tapasztalták, hogy a szakítószilárdság hosszirányban pozitívan változott a szinterezési hőmérséklet növelésével, amit feltehetően a mátrix térfogatarányának növekedése okoz, ami pedig jobb teherátadást biztosít az erősítőszálaknak. A szinterezési hőmérséklet további növelése 165 °C-ig azonban hosszirányban már a szilárdság csökkenéséhez vezetett. Ezzel szemben a szakítószilárdság keresztirányban fokozatosan nőtt a hőmérséklet emelésével, mivel unidirekcionális kompozit keresztirányban történő húzásakor a mechanikai terhelés a mátrixon keresztül kerül átvitelre. Hasonló tendenciát figyeltek

meg mindkét irányban a hajlítóvizsgálat során. A várakozásoknak megfelelően a megemelt nyomás (50 MPa a 25 MPa-al szemben) alacsonyabb mátrixtartalmat és ezért rosszabb szakítószilárdságot eredményezett mind hosszanti, mind keresztirányban, ezek a 15. ábra láthatóak. A 155 °C-on nyert minták esetében: a hosszanti szakítószilárdság 25,7%-kal csökkent a keresztirányú szakítószilárdság pedig 44,1%-kal. Másrészt úgy tűnik, hogy a nyomás csökkentése javítja a merőleges szakítószilárdságot. Következtetésként levonták, hogy az optimális feldolgozási paraméterek 165 °C 25 MPa nyomáson [11].



15. ábra különböző gyártási paraméterekkel előállított mintadarab feszültség-alakváltozás diagramja [11]

2.4. Irodalomkutatás összegzése

Elmondható, hogy a témához kapcsolódó irodalom elég hiányos, nehéz volt az én mérési paramétereimhez erősen kapcsolódó kutatást találni. Korábban még nem volt tanulmányban arra példa, hogy az UHMWPE erősítőszála és tömbi anyaga is orvostechikai minősítésű, de arra vonatkozóan is kevés publikáció van, hogy hogyan lehet a kompozitok technológiai sajátosságait a protézisek tervezésénél kamatoztatni.

M. Deng és S.W. Shalaby kimondottan a szálerősített kompozit és az erősítetlen gyanta tulajdonságait hasonlította össze, ami az én esetemben pozitívum, viszont véleményem szerint nem volt előnyös a próbatest piskóta alakja, aminek elvékonyodó részénél kompozit esetében növekszik a lehetséges hibahelyek száma, így a szilárdsági eredmények nem teljesen reprezentatívak, ha ugyanezt mondjuk vápa anyagként szeretnénk kivitelezni. A szálak irányítottan voltak lehelyezve, viszont az irányfüggő tulajdonságok egy vápa alapanyagának esetében nem feltétlen előny. Az 5%-os száltartalom a többi kutatási anyaghoz képest elég kevés, hiányoltam, hogy magasabb száltartalommal nem próbálkoztak.

Suh és Mosleh kutatásai álltak a legközelebb a saját méréséhez. Vizsgáltak irányítottan erősített és irányfüggetlen erősítést is, utóbbinak ki is tűntek előnyösebb tulajdonságai vápa alapanyagként. Az első vizsgált tanulmányban a száltartalom is kellően magas volt, illetve másik kutatásukban már több száltartalmat is összehasonlítottak, így sokkal jobban értelmezhetőek egymáshoz viszonyítva az eredmények. Hiányoltam viszont, hogy az ízületi folyadékkal való mérést nem ismételték meg.

Zherebtsov és munkatársai eredményénél fontos tényező, hogy unidirekcionálisan használták az erősítőszálakat kísérletükben, illetve az önerősítéses kompozitok adják a munka alapját, ugyanakkor csak egykomponensű alapanyagból gyártottak próbatesteket, ahol a Dyneema szál vette fel egyszerre az erősítő szál és mátrix szerepét, emiatt véleményem szerint vitatható a kísérlet során az SRC megnevezés használata. A kísérlet végén az optimális feldolgozási paramétereket befolyásolta az is, hogy itt cél volt, hogy a szál megolvadjon, különben nem lett volna mátrix anyag, viszont az ezt megelőzően vizsgált kutatások mind egy alacsonyabb olvadáspontú mátrixanyaggal is dolgoztak, így a technológiai ablak betartásával a szálak meg tudták őrizni integritásukat. Emellett a tanulmányból hiányoltam a tribológiai tulajdonságok vizsgálatát.

3. FELHASZNÁLT ANYAGOK, ALKALMAZOTT BERENDEZÉSEK

A vizsgálatok célja, hogy olyan UHMWPE szállal erősített UHMWPE mátrixanyagú kompozitot állítsak elő, amelynek mechanikai, morfológiai és tribológiai tulajdonságai meghaladják a ma használatos egyfázisú UHMWPE alapanyagú protézisek nyújtotta határokat. Az alábbiakban az ehhez felhasznált alapanyagokat, technológiát, gépeket, berendezéseket, vizsgálati módszereket részletezem.

3.1. Felhasznált alapanyagok

Implantátumokban a vápa rész anyagául jellemzően polimert választanak, azon belül is ultranagy molekulatömegű polietilént, mivel csak az UHMWPE képes polimerként azokat a kopási viszonyokat elviselni minimális abrazív tönkremenetel mellett, mint amilyenek az ízületek esetében vannak jelen. Mindemellett még biokompatibilis polimer is, emiatt esett az én választásom is az UHMWPE-re. Az anyag további erősítését szolgálja, hogy abból homokkompozit készítenek: a magasan orientált erősítőszál elméletben javítja az UHMWPE mátrixanyag tribológiai és mechanikai tulajdonságait.

3.1.1. *Ultranagy molekulatömegű polietilén erősítőszál*

UHMWPE erősítőszálból több márka is jelen van az iparban, ennek nagyobb képviselői a DSM és Honeywell, de manapság már több kínai cég is állít elő UHMWPE alapanyagú erősítőszálat. Ugyanakkor orvostechikai minősítést (ISO 13486:2016) egyedül a DSM által gyártott Dyneema Purity száltípus szerzett az évek során. Ebből az okból kifolyólag a szinterezés során is ezt a típust használtam.

3.1.2. *GUR 1020*

Az irodalomkutatásban említett feldolgozási okokból kifolyólag a mátrix anyaga csak por lehet. A Celanese cég uralkodó a piacon UHMWPE alapanyag gyártását tekintve, GUR megnevezésű gyantái közül a 1020 és 1050 biokompatibilis. A kettő alapanyag közötti különbség a molekulatömegben nyilvánul meg (az 1020 molekulatömege kisebb), de tribológiai viselkedésükben nincsen szignifikáns különbség az én mérésem szempontjából. A tapasztalatok azt mutatják, hogy a GUR 1020 gyantát könnyebb feldolgozni a rövidebb molekulaláncok miatt és valamivel jobb az ütésszilárdsága, míg a GUR 1050 szakítószilárdsága nagyobb kis mértékben. Ezen megfontolások mentén a GUR 1020-at használtam mátrix anyagként a kompozit gyártás során.

3.2. Alkalmazott berendezések

Azt, hogy milyen mérőeszközökre, illetve berendezésekre volt szükség a mérés során azt alapvetően az irodalomkutatásom segítette, tehát hogy hasonló jellegű méréseknél milyen eszközök váltak be (ilyen például a szerszám, a szinterező gép). A legtöbb berendezés használatára a Polimertechnika Tanszéken volt lehetőségem.

3.2.1. *Alakadó szerszámok*

A szinterezés során a por mátrix anyagot és vágott erősítőszálat szükséges valamilyen alakadó szerszamba beletölteni, amiben a melegsajtolás meg tud valósulni. A szerszám anyagát tekintve fontos a jó hővezetés, illetve a hengeres alakadás, mivel a későbbi tribológiai vizsgálatok szempontjából ez a legelőnyösebb, illetve ezenfelül egyszerű praktikus okai vannak. Két szerszámot használtam a mérések során, az egyik belső furata 10 mm, a másiké pedig 32 mm átmérőjű. A szerszám belső furatába behelyezhető csap segíti a tömörítést a próbatesteknek. Mindkét szerszám található egy-egy kisátmérőjű furat, amibe behelyezhető a hőmérő, hogy nyomon lehessen követni a szerszámon belüli hőmérsékletet is.

3.2.2. *Zwick 2050 szakítógépj hőkamrával*

Az iparban használatos szinterező gépek elérhetősége eléggé korlátos, magas költségük és korlátozott használhatóságuk miatt. Mivel ilyen berendezés az én esetemben sem volt elérhető, alternatívát kellett találni a gyárthatóságra. A szinterezést egy átalakított Zwick típusú szakítógépen végeztem, ahol húzó terhelés helyett nyomóterhelést alkalmaztam. A két alapvetően befogó csap, de a szinterezés során nyomócsap közé behelyezett szerszám köré egy fűtőkamra húzható, ami biztosította a szükséges hőmérsékletet a tömörítéshez.

3.2.3. *Bimetál hőmérő*

A szerszámon lévő furatba egy digitális hőmérő vezetékét helyeztem. Mivel a hőkamra hőmérséklete nem teljesen egyezik meg a szerszám belső hőmérsékletével, ezért a mérés során a hőkamra által jelzett hőmérsékleti értéket csak irányadónak tekintettem.

3.2.4. *TA Instruments Q20 differenciális pásztázó kaloriméter*

A szál és mátrix anyag termikus analíziséhez differenciális pásztázó kalorimétert (DSC) használtam, mivel fontos a vizsgálat során az említett technológiai ablak nagyságának és elhelyezkedésének ismerete. A DSC az anyag hőkapacitását vizsgálja a hőmérséklet függvényében, miközben egy ismert anyag viselkedését tekinti

referenciának. Ennek segítségével meghatározható a vizsgált anyag üvegesedési átmenete, kristályolvadási hőmérséklete, de akár a kristályos részarány nagysága is.

3.2.5. *Retsch ZM200 ultracentrifugális malom*

Az UHMWPE szál feldarabolásához egy ultracentrifugális malmot használtam. A cél kriogén őrlés volt, amihez a szálakat előtte folyékony nitrogénnel öntöttük le, hogy a fagyott UHMWPE szálakat ridegen törje el a malom, és ne roncsolódjanak el illetve tekeredjenek fel a szálak az aprítóban.

3.2.6. *JEOL JSM 6380LA pásztázó elektronmikroszkóp*

A kész mintadarabok vágott felszínét pásztázó elektronmikroszkóppal (SEM) vizsgáltam a technológiai paraméterek iterálása során, hogy megállapíthassam milyen arányban őrizték meg a szálak az integrációjukat, illetve a mátrix anyag teljes egészében tömörödött-e, mennyire alkot átvadott egységet. A pásztázó elektronmikroszkóp vékony irányított elektronnyalábokkal pásztázza végig a minta felszínét vákuumban, és az ezzel kapott jeleket egy detektor érzékeli. A SEM leginkább nagyfelbontású és mélységélességű képek készítésére alkalmas a minta felszínéről, de anyagösszetétel meghatározására is alkalmas lehet.

3.2.7. *KB Prüftechnik 250 BVRZ univerzális keménységmérő gép*

Az elkészült mintáim keménységét Vickers-keménységmérővel határoztam meg, ezért a KB Prüftechnik univerzális keménységmérő gépét használtam. A Vickers-keménységmérésnél nem befolyásolja a használt szerszámfejet a vizsgálandó anyagminőség. Minden esetben egy gyémánt gúlával kell a szabvány szerint mérni, amelynek lapszöge 136° . A terhelő erő más keménységmérő módszerekhez képest jóval kisebb, a szabványos mérések nyomóterhelései 9,81 N-tól akár több, mint 1000 N nagyságig is terjedhetnek. A mintában hagyott gúla lenyomata alapján értékelhető ki a vizsgált anyag keménysége, hogy ha a terhelt erőt leosztjuk az átlóinak az átlagával.

3.2.8. *Keyence VHX-5000 optikai mikroszkóp*

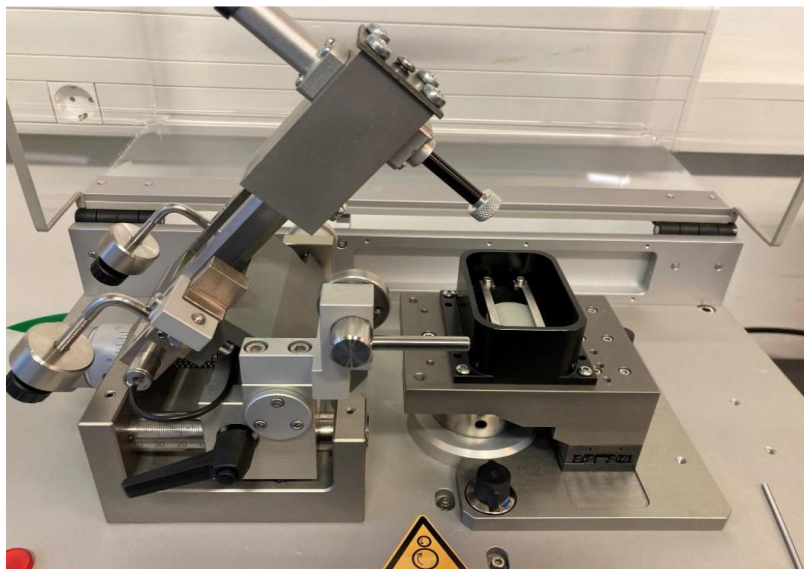
A keménységmérés eredményeinek kiértékeléséhez le kell mérni a gúla lenyomatának átlóit. Ezt a műveletet egyszerű, Keyence márkájú optikai mikroszkóppal végeztem, mivel a kiértékeléshez elegendő 50-100-szoros nagyítás. A mikroszkópra szerelt objektív nagyítása 60-szoros volt.

3.2.9. Buehler Beta polírozó gép

Az elkészült próbatesteket a tribométerbe helyezés előtt lepolíroztam. A minták mindkét oldalát szükséges volt kezelni, az átellenes oldalt durvább csiszoló lappal (500-as), hogy az minél egyenletesebb síkon mozogjon a tribométerben, a másik oldalát (aminek kopási jellemzőit vizsgáltam) finomabbra políroztam, hogy a kopásnyom minél pontosabb visszajelzést adjon az anyag tribológiai tulajdonágairól, illetve felületi minősége megegyezzen az implantátumok esetében előírtakkal. Először 500-as, majd 1000-es és végül 2000-es csiszolópapírt használtam a vizsgált oldal előkészítéséhez.

3.2.10. Anton Paar TRB3 pin-on-disc tribométer

Az elkészült kompozit minták kopási tulajdonságait pin-on-disc tribométer (csap-tárcsa tribométer) segítségével határoztam meg száraz körülmények között, a berendezés a 16. ábra látható. A tribométerbe helyezve a próbatest egy álló csap alatt végez folyamatos lineáris mozgást oda-vissza előre meghatározott ciklusszámmal. A csap végére egy titán pin szerelhető, ami adott terhelés hatására hozzáér a tárcsa alakú próbatesthez. A polimer elcsúszása a titán testen jól közelíti a protézisben jelenlévő anyagok közti súrlódást. A műszerben beépített hőmérséklet és páratartalom mérőeszköz is van, mivel ezeknek a folytonos monitorozása fontos, hogy a mérési eredmények kiértékelése minél pontosabb legyen.



16. ábra Anton Paar TRB3 pin-on-disc típusú tribométer mérés elrendezése a behelyezett próbatesttel

3.2.11. Keyence VR-5000 nagy látómezejű 3D mérőmikroszkóp

A próbatesteken a kopásnyomok könnyebb vizsgálhatóságának és kiértékelhetőségének érdekében 3D mérőmikroszkópot (17. ábra) használtam. A mikroszkóp működését tekintve strukturált fényt használ, amit projektor vetít ki a vizsgált testre. A fénynek a referenciasíktól való eltérését több kamera detektálja, ami alapján a műszer elhelyezi a térben a próbatest pontjait, ezzel pontról pontra felépítve a 3D-s modellt a pontfelhő alapján. Mivel szabad szemmel a kopásnyom kiértékelhetetlen, a mikroszkóp segített a mintázat kiemelésében, illetve a kopásnyom különböző mélységeinek elkülönítésében.



17. ábra Keyence VR-5000 nagy látómezejű 3D mérőmikroszkóp[26]

4. KÍSÉRLETI RÉSZ

Korábban az irodalomkutatás során vizsgált hasonló jellegű mérésekhez képest az általam végzett vizsgálatokhoz teljes mértékben orvostechnikai minősítéssel rendelkező anyagokat használtam. Természetesen a gyártás és vizsgálatok során ezt nem tudtam kellő tisztasággal és a szabványoknak megfelelően megtartani, de ennek relevanciája nincs a mérés eredményeit tekintve. A vizsgált kutatások többségében Spectra szálak alkalmaztak, amelynek anyagtulajdonságai nem térnek el különösebben a Dyneema szálak jellemzőitől, emiatt elméletileg ennek nem kellene negatívan hatnia a mérési eredményekre.

Másik fontos tényező a kompozit erősítésének módja. Mosleh társaival összehasonlította a szöveterősítésű kompozitok tulajdonságait az irányfüggetlen erősítéssel. A tapasztalatok azt mutatták, hogy az irányfüggetlen, rétegrend nélküli kivitelezés tribológiai szempontból kedvezőbb, emiatt én is ezt alkalmaztam.

Végül felmerülő probléma volt még, hogy a kopási vizsgálatokat nem száraz körülmények között végezték. Az UHMWPE nedvességfelvétele megakadályozza a kopás mértékének pontos megállapítását, mivel a szabálytalan kompozit szerkezet zárványai, illetve üregei kiszámíthatatlan mértékben veszik fel a nedvességet. Így a reprezentatív eredmények érdekében száraz közegben végeztem a kopási vizsgálatokat.

4.1. Gyártási paraméterek meghatározása iterálással

Az iparban használatos hidraulikus présgépek és ram extrúderék elérhetősége korlátozott, az én esetemben sem volt lehetőség ilyen berendezés használatára. A tanszéken található egyik szakítógépet alakítottam át a mérési körülményeknek megfelelően. A korábban bemutatott 7. ábra látható melegsajtólási folyamatot a szerszámokban való tömörítéssel helyettesítettem, miközben a szakítógép nyomással terhelte. A berendezésre hőkamra is szerelhető, ezzel segítve a szinterzési környezet modellezését.



a)



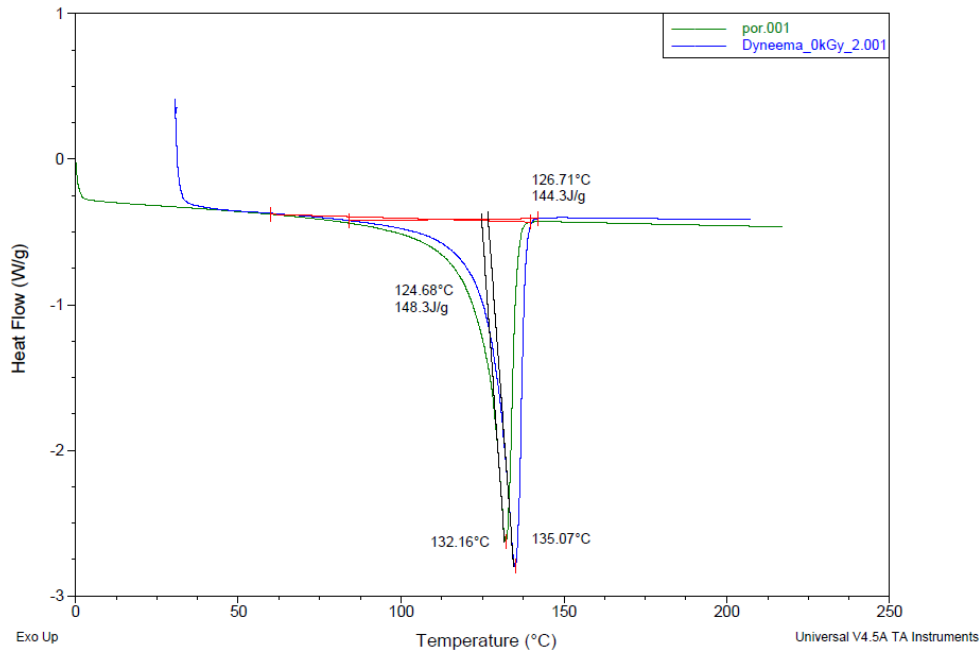
b)

18. ábra Mérési elrendezés a hőkamra belsejében (a) és a hőkamrán kívül (b)

A mérési elrendezés a 18. ábra látható. A bal oldali első képen (a) a hőkamra belsejében lévő két összenyomó csap közötti szerszám szerepel, körülötte vasrudak, amelyek segítették az egyenletes hűlést. A szerszámból kilógó vezeték a második képen (b) is látható hőmérő, amivel a szinterezés alatt folyamatosan figyeltem a szerszámban lévő hőmérsékletet. Az egész elrendezés egy számítógéphez van csatlakoztatva, ezzel monitorozva a ciklikus terheléseket.

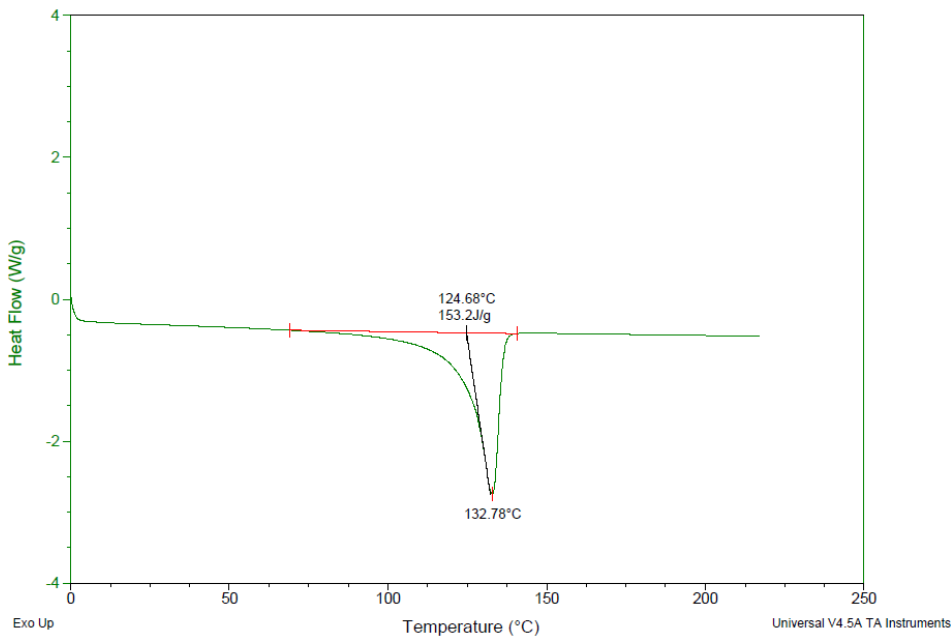
4.1.1. Szál és mátrix termikus analízise

A szinterelési folyamat alapvetően ciklikus felterhelésekből áll, amelyeket különböző hőmérsékleti szinteken végeznek. Az irodalomkutatás és az alapanyag beszállítója által küldött gyártási instrukciók adtak - első sorban - iránymutatást a nyomás és hőmérséklettartományról. Pontos hőmérsékleti jellemzőket anyagspecifikusan csak termikus analízissel szerezhettünk, emiatt differenciál pásztázó kalorimetriát használtam a szál és mátrix kimérésére is. Másik indokot a DSC mérésre az adott, hogy a gyártó által küldött értékek jelentősen különböztek az irodalomban fellelhető tartományoktól. A felfűtés sebessége $10^{\circ}\text{C}/\text{perc}$ volt, a hőmérséklet tartomány szobahőmérséklettől 210°C -ig terjedt. A mérés eredményei a 19. ábra láthatóak, egy diagramon ábrázolva a szinterezetlen Dyneema szál és a tiszta GUR 1020 görbéjét, hogy jobban viszonyíthatóak lehessenek egymáshoz.



19. ábra Dyneema szál és GUR1020 hőáramának változása a hőmérséklet függvényében

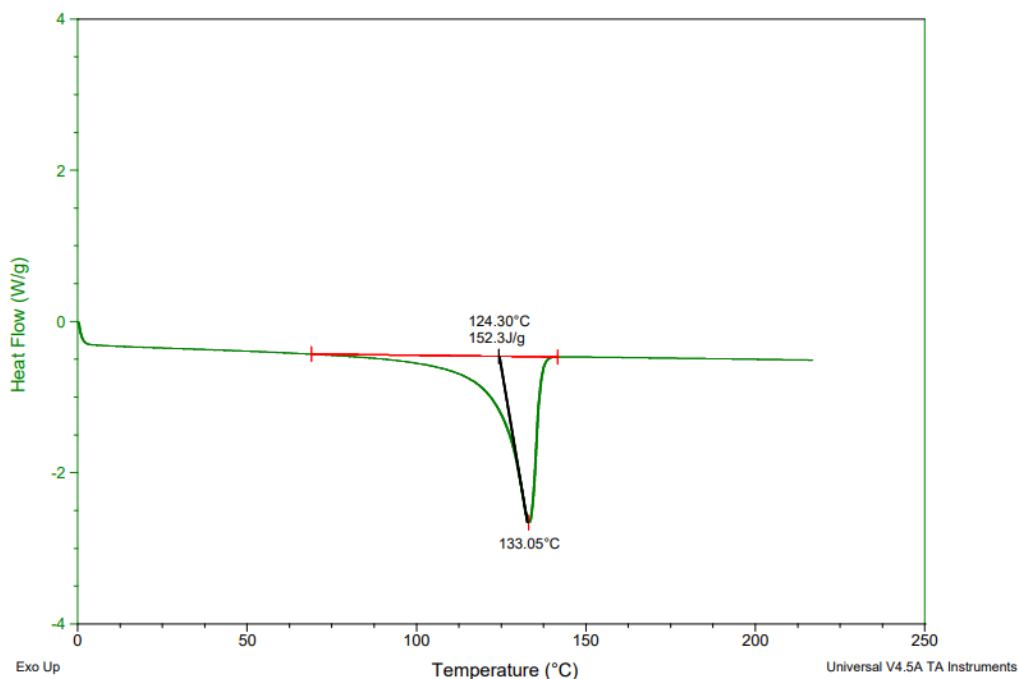
A mérés során kitűnt, hogy az előre jelzett 10 °C-os technológiai ablak kisebb ennél, nagyjából 3°C. Ez nagyban megnehezíti a gyárthatóságot, mivel ilyen kis mértékű hőmérséklet különbséget nagyon nehéz fenntartani. Egy iparilag szinterezett vápa tiszta GUR 1020-as anyagát is megvizsgáltam a DSC-vel, ennek a diagramját a 20. ábra mutatja. Levonható következtetésként, hogy a feldolgozás nem degradálta az alapanyag termikus tulajdonságait nagyobb mértékben.



20. ábra GUR 1020 alapanyagú szinterézéssel előállított vápa DSC görbéje

Annak vizsgálatára, hogy az általam behatárolt gyártási paraméterek esetleg rontanak-e az anyag minőségén termikus szempontból, szintén végeztem egy DSC mérést, amit a 21. ábra mutat. Itt a későbbiekben közölt, a koptató próbatesthez is

használt hőmérsékleti és nyomás értékeket használtam 50 térfogat%-os száltartalmú mintán. Számottevő változás itt sem vehető észre, emiatt azt gondolom, hogy a választott szinterelési paraméterek nem rontanak az anyagminőségen.



21. ábra Általam szinterezett próbatest DSC görbéje

4.1.2. Kriogén őrlés

A szálak előkezelése elengedhetetlen a gyártás megkezdéséhez. A tekercs kiszerelésben megvásárolható Dyneema szálakat lehetőleg azok hosszirányú hasítása nélkül kellett felvágnom. Emiatt a szál kriogénen való eltörésével próbálkoztam, különben a szívós szálakat nem lehet elvágni azok teljes szétroncsolása nélkül, sőt esetleges megolvasztása nélkül. A folyékony nitrogénnel való leöntés előtt viszont ollóval próbáltam felvágni minél apróbbra a szálakat, de az nagyon nehezen tudta csak elnyírni -az UHMWPE szál kiemelkedő mechanikai tulajdonságainak köszönhetően- így ez több órás próbálkozás volt. A nagy nehezen felvágott szálakat kisebb gömbölyű csomókba hengereltem, majd a folyékony nitrogénnel való megfagyasztás után egy ultracentrifugális malomba helyeztem, ami nagy fordulatszám felaprította a szálakat. A nagy fordulatszám következtében a hőmérséklet is nagyon megemelkedett, miután befejeztem az őrlést, a berendezés forró volt, és az aprító fejre tapadt UHMWPE részlegesen összeolvadt (22. ábra(a)).



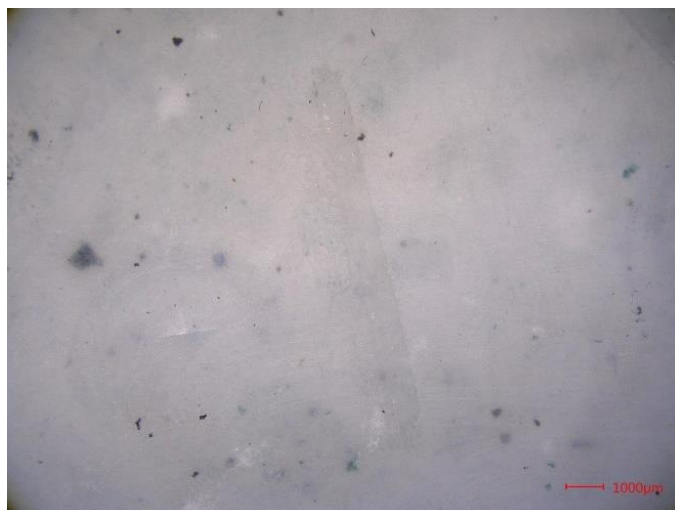
a)



b)

22. ábra A kriogén őrlőben megolvadt szálak (a) és a feltekeredett erősítőszálak a Vegyész-mérnöki Karon található őrlő késére (b)

Az aprítást követően a fehér rövid szálak között apró fekete szemcsék voltak észrevehetőek, amik sajnos a szinterezést követően még erőteljesebben kitűntek. Utólag kiderült, hogy a fekete szemcsék másik mérésből származó gumiőrlemény maradványok voltak, amit szintén a malomban aprítottak. Az őrlő tömítései, illetve peremei alá szorultak be ezek az apró darabok, amik minden egyes adag Dyneema erősítőszál őrlésénél újra és újra belekerültek a szálak közé. Próbálkoztam etilalkohol és csigatisztító (egyszerű polietilén) keverékével kitisztítani az őrlőt, de a tömítések alá beszorult darabokat ez sem tudta kiszedni. A Vegyész-mérnöki Karon is található egy hasonló malom kisebb méretben, az ebben való aprítás során viszont teljesen felcsavarodtak a szálak, a súrlódásból származó hő pedig szinte azonnal megolvasztotta a szálakat, amiket a malom így csak szétroncsolt teljesen, az erről készült kép szemügyre vehető a 22. ábra jobb oldali részén (b). Egyelőre sajnos a gumitól való megtisztítása a próbateteknek nem sikerült, ehhez valószínűleg egy teljesen tiszta őrlőre lenne szükség, ami nincs jelenleg az egyetemen. Így az orvostechikai minősítése azonnal elveszett a mintáimnak, és a tribológiai eredményeket is befolyásolta valószínűleg a vizsgált darab felszínén kitüremkedő gumi.



23. ábra Szinterezett próbatest szennyezettsége mikroszkópi képen az őrlőből bekerült gumi miatt

Következő nehézséget a szálak elvegyítése jelentette a por mátrix anyaggal. A por nem tudott a pamutszerűen összegabalyodott szálak felületéhez hozzátapadni, emiatt egyáltalán nem egyenletesen oszlott szét azok között. Ezt a szerszám megtöltésénél igyekeztem kikompenzálni a két külön komponens egyenletes adagolásával, de tökéletes keverés így nem valósítható meg semmiképpen. A mérések során két szerszámot használtam, egy kisebb 10 mm átmérőjű, illetve egy nagyobb, 32 mm átmérőjű próbatest gyártására alkalmas szerszámot (24. ábra). Előbbit a paraméterek megtalálásának folyamata alatt használtam, míg utóbbit a tribológiai és egyéb vizsgálatokhoz, mivel a nagyobb átmérő pont befért a pin-on-disc tribométerbe.



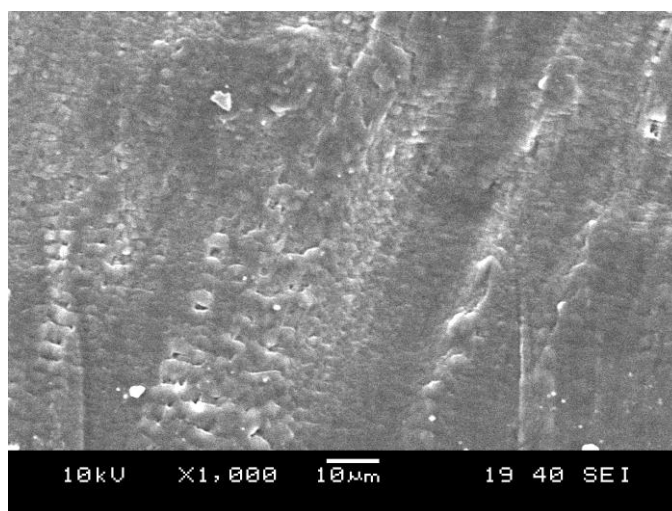
24. ábra A 32 mm átmérőjű próbatest szinterezésére alkalmas szerszám

4.1.3. Szinterezési paraméterek megállapítása

A kezdetben felmerülő problémák kiküszöbölésére tett igyekezeteimet követően elkezdődhetett a számomra megfelelő gyártási paraméterek megtalálása. A DSC által kimért termikus jellemzők alapján csak elindulni tudtam, hogy nagyjából hol

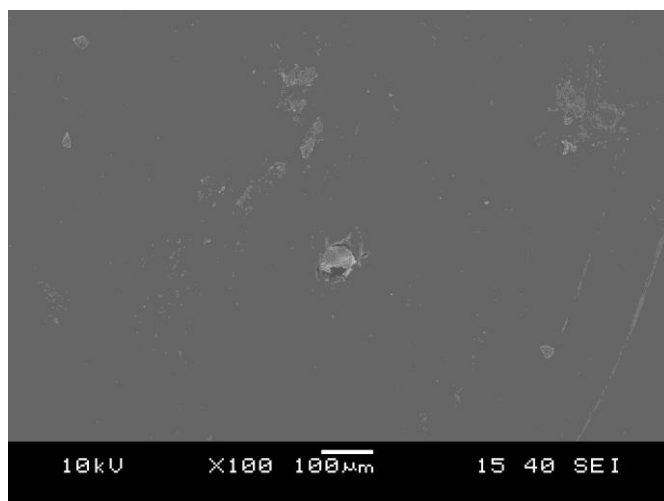
érdeemes elkezdni vizsgálni a mintákat. A korábban említett pár celsius fokos technológiai ablakot különösen nehéz volt megtalálni, hosszú iterálási folyamat eredménye volt, mire olyan mintadarabot készítettem, amelyben a mátrix teljes egészében konszolidált és a szál pedig megőrizte egységét. Ezt a folyamatot nehezítette, hogy a hőkamra hőmérséklete nem volt pontosan szabályozható és hőn tartható, illetve, hogy a kijelzőn mutatott és a kamra tényleges hőmérséklete között nagy mértékű differenciál volt tapasztalható. Ehhez még hozzájön az a különbség is, ami a kamra és a szerszámban lévő minta hőmérséklete között áll fent. Ennek kiküszöbölésére egy-egy furat került mindkét szerszámba, amibe egy hőmérő csatlakozóját bele tudtam helyezni, így a digitális hőmérő által mutatott mennyiségek alapján könnyebben tudtam közelíteni a szükséges technológiai paramétereket.

Próbálkozásaimat eleinte a DSC által kimért technológiai ablak szerinti hőfok beállításával kezdtem, ami 135°C-os véghőmérsékletet adott meg. A kész próbatest a szerszámból való kiszedést követően több darabra szétesett, de a SEM mikroszkópos vizsgálatnál is kiütközött, hogy a mátrix anyag esetében ez a véghőmérséklet kevés volt a teljes átolvadáshoz. A szálak teljesen megőrizték integritásukat ezen a hőfokon, 50%-os száltérfogat mellett (25. ábra).



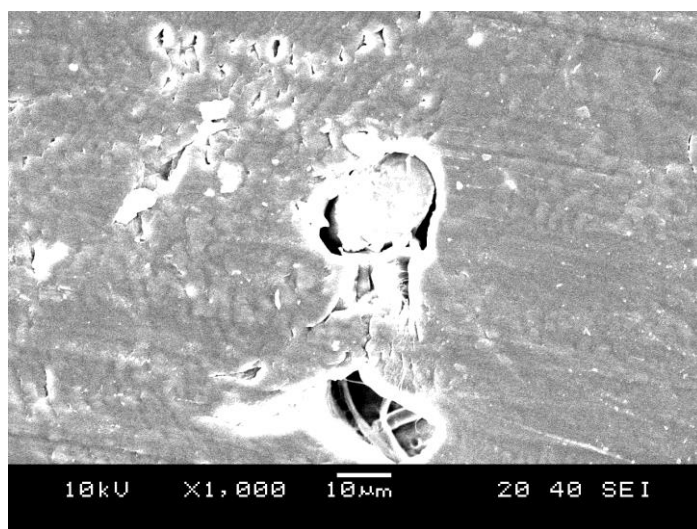
25. ábra Túlságosan alacsony szinterzési hőmérséklet hatása

A következő szinterzés véghőmérsékletét emiatt 10 °C-al emeltem meg, ez viszont már túl magasnak bizonyult és a szálak teljesen eltűntek a mikroszkópi képeken (26. ábra). Ezzel párhuzamosan felmerült ötletként, hogy a kamra minél lassabb lehűlést segítené, ha a kamrát felfűtés előtt vasrudakkal raknám tele, így a továbbiakban ezek is a mérés részét képezték.



26. ábra Túlságosan magas szinterkezési hőmérséklet hatása

Ezután már inkább a tisztán por és tisztán szál szinterkezésével igyekeztem kitapasztalni a megfelelő hőfokokat. A hőkamrát a behelyezett, megtöltött szerszámmal együtt melegítettem fel 120 °C-ra, ahol 10 percig hűn tartva ráadtam a nagyobb mértékű terhelést, ami szintén 10 percen át terhelte a próbatestet. Ezután magasabb hőfokra emeltem fel a kamra hőmérsékletét, ugyanúgy hűn tartva egy kis ideig, hogy a szerszám belseje is teljesen átmelegedhessen, majd az előző terhelés felével sajtoltam össze a mintadarabot 10 percen át. Ennek végeztével a hőkamrát kikapcsoltam és a kamrában történő lassú kihűlés alatt végig a nagyobb mértékű nyomással terheltem a darabot. A véghőmérséklet 145 °C fok volt, a SEM mikroszkópos vizsgálatnál úgy tűnt a hőmérséklet beleesett a kívánt tartományba, mivel a mátrix por teljesen konszolidálódott, de a szálak csak néhol olvadtak egybe a külső rétegekben, és láthatóan megőrizték egységességüket, ez látható a 27. ábra is. A megtalált etalon hőfokon ezután 50%-os száltartalommal is végeztem egy próba szinterkezést, ami teljesen sikeres volt a szál megóvás és mátrix átolvadás tekintetében a mikroszkópi képek alapján. A továbbiakban ezt a hőmérsékleti és felterhelési ciklust alkalmaztam az összes próbatestnél, a különböző száltartalom változtatások esetében.



27. ábra Látszólag egyben maradt szálak és konszolidált mátrix

Mivel nehezen megállapítható a SEM felvételeken, hogy hol vannak ténylegesen megmaradt szálak, és hol inkább csak a mátrix rossz minőségű összeolvadása látható, fénymikroszkóppal is megvizsgáltam a mintákat. A mikroszkópi képeken is észrevehetőek sötét foltok, amelyek beazonosíthatóak a szálaknak.



28. ábra 50 térfogat% száltartalommal szinterezett minta fénymikroszkópi képe

Itt viszont érdemes megjegyezni, hogy milyen problémát jelentett a szálak felvágása, illetve őrlése, úgy a kész próbatetek kettévágása is nehézkes volt, hogy a vágott felületet megvizsgálhassam elektronmikroszkóppal. Ez látható a 28. ábra is, az egymással párhuzamos vonalak, amik a kép bal alsó sarkában erőteljesebbek, a vágásból származnak és ilyen formában roncsolta a felszínt. A darab felvágásánál a felület elkenésének elkerülése még megoldandó probléma, mivel a vágott felületen a szálak így lényegesen nehezebben detektálhatóak. Ennek ellenére azonban így is több szál látható a mikroszkópi képeken.

A technológiai paraméterek megtalálásával elkezdődhetett a száltartalom hatásának vizsgálata és a kopási tulajdonságok kimérése.

4.2. Különböző száltartalmak hatásának vizsgálata a kompozitok szerkezetére, morfológiai, mechanikai és tribológiai tulajdonságaira

A szakirodalomban az optimális száltartalomra vonatkozóan többféle adatot is találtam. Az UHMWPE Biomaterials Handbook [9] szerint az önerősítéses kompozitok erősítésének a mértéke 50 térfogat%-ig erősíti a polimer mechanikai jellemzőit, annál nagyobb mértékű száltartalomnál viszont már inkább gyengíti a szilárdságát a kompozitnak a nehézkes kötés miatt. Ezért elsődlegesen 0, 25 és 50 térfogatszázalékban szálerősített UHMWPE homokkompozit próbatesteket

gyártottam, amelyeket egy töltetlen GUR 1020 iparilag szinterezett kontrollmintához tudtam viszonyítani.

4.2.1. Önerősítéses kompozit próbatestek előállításuk kopástervezhez

A 4.1. fejezetben taglaltak során a két rendelkezésemre álló szerszámból a kisebb átmérőjű darabot használtam. A kopási tulajdonságok vizsgálatához viszont már a nagyobb szerszámban kellett szintereznem, így megvizsgálhattam, hogy a beállított hőmérséklet nagyobb méretű test esetén is jó minőségű mintát produkálnak-e. A nagyobb próbatesthez természetesen egy nagyságrenddel nagyobb nyomó terhelés is társult a szinterezés során, hiszen térfogatra levetítve így érvényesek ugyanazok a körülmények. A felterhelési és hőmérsékleti program körülményei minden másban megegyeztek a 4.1. fejezetben leírtakkal.

A legyártott első 0,50 száltérfogat tartalmú nagyobb méretű próbatest elektronmikroszkópi képei alapján továbbra is maradtak szálak a mintadarabban. Sajnos a test feldarabolásánál hasonlóan az előzőekhez, probléma volt a felület elkenése, illetve a nagyobb mintánál is jelen voltak a gumidarabok a szinterezett testben.

Ezt követően legyártottam három kopási vizsgálatához alkalmas próbatestet, 0, 25 és 50 térfogat% száltartalommal (29. ábra). Érdemes megjegyezni, hogy a száltartalom alapjaiban véve tömeg szerint lett kimérve, viszont mivel a mátrix és a szál egyazon anyag révén, térfogatukban nem különböznek számottevően, ez teljesen jó közelítésként alkalmazható, és a szakirodalomban több helyen is volt rá példa. Az irodalomkutatás alapján a 0,50 száltartalommal bíró darab kopási teljesítménye ígéretesebb kellene, hogy legyen, a 0,25-össel szemben.



29. ábra Szinterezett próbatestek tribológiai vizsgálatához, balról sorban a referencia töltetlen, általam gyártott töltetlen, 25 térfogat% száltartalom és 50 térfogat% száltartalom

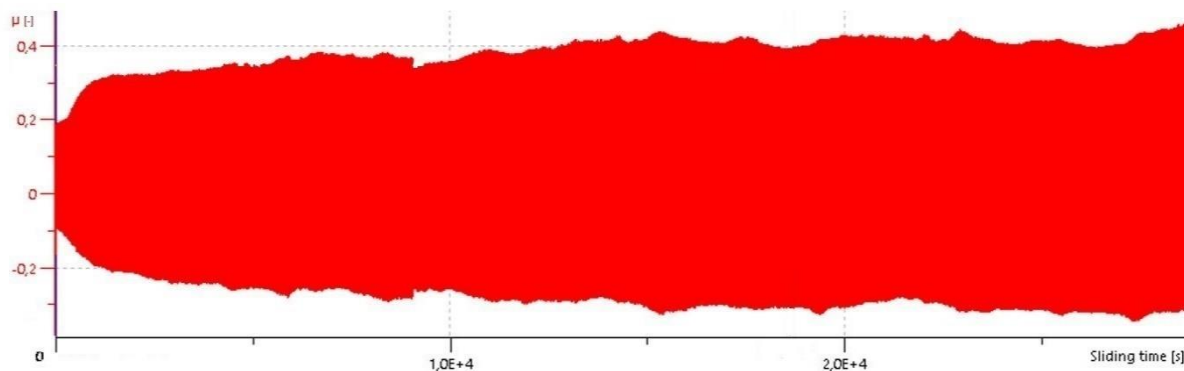
4.2.2. Tribológiai vizsgálatok

A kopási vizsgálatok előtt elengedhetetlen a minta felületének gondos előkezelése. A korong alakú mintákat polírozógéppel lecsiszoltam, a mérendő oldalt finomabb papírral, mint a darab másik oldalát. Fontos, hogy mindkét oldalt le kellett csiszolni,

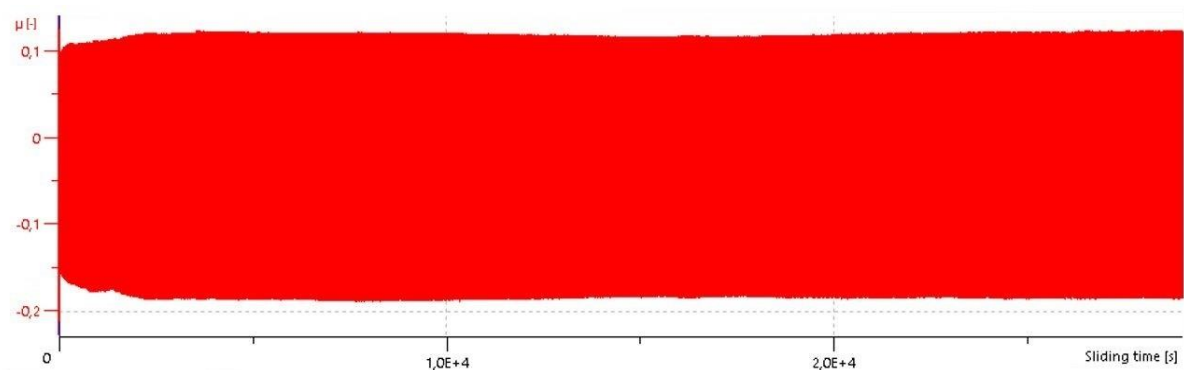
hogy biztosan teljesen sima felületre feküdjön fel a minta és lehetőleg minél párhuzamosabbak legyenek egymással a síkjai, mert a kopásnyomon a legkisebb eltérés is észrevehető és nem kapunk kiértékelhető végeredményt. A polírozást a Buehler márka, Beta típusú polírozó gépével végeztem. Három különböző érdességű papírt használtam a finomabb felülethez (500, 1000 és 2000), mindegyik papírral 90 másodpercig 10 N terhelés mellett 150 fordulat/perccel políroztam.

A polírozást követően a tribométerbe helyeztem a darabokat, egyenként 8 óra hosszú tribológiai vizsgálatra. A ciklusszám 28800 volt, 15 N terhelés érte a próbatestet a titán pinen keresztül. A maximális amplitúdó 10 mm volt, frekvenciája 1 Hz, maximális lineáris sebessége 3,1416 cm/s. Így összességében négy kopásvizsgálatot végeztem, egyet az iparilag szinterezett kontrollmintán, illetve hármat az általam gyártott darabokon, a töltetlen, a 25 és az 50 térfogat% száltartalmú darabokon.

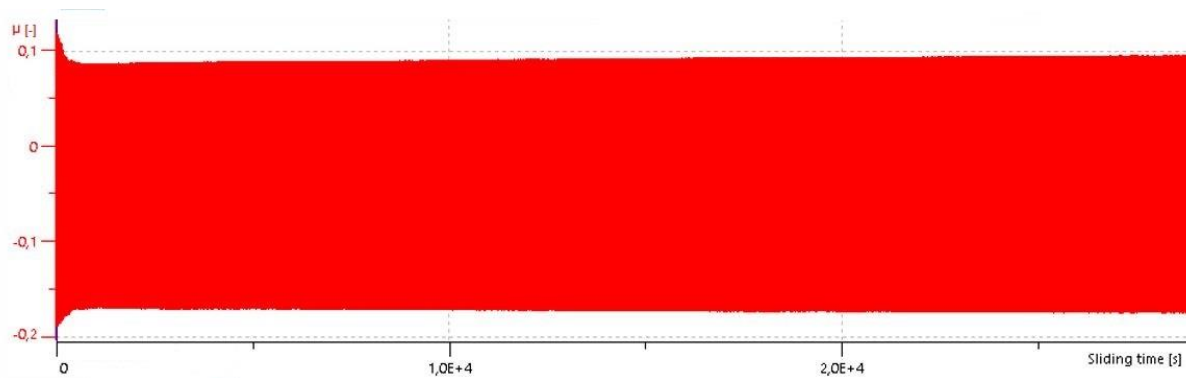
Az eredményeket a 30. ábra diagramjai szemléltetik. A súrlódási együttható a referencia minta esetében volt a legalacsonyabb $\mu_{ref}=0,041$ (a), és itt kaptam a legkevésbé egyenletes diagramot. Összehasonlítva a másik két diagrammal feltűnő, hogy mennyivel zajosabb.



a)



b)



c)

30. ábra A súrlódási együttható változása az idő függvényében erősítetlen (a), 25 térfogat%-os (b) és 50 térfogat%-os erősítés (c) esetén

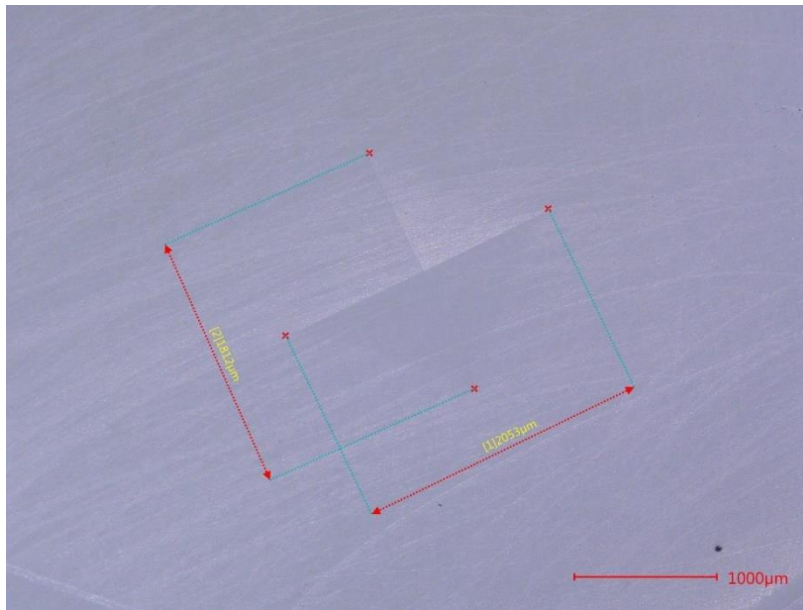
Az erősített mintáknál a 25 térfogat%-os $\mu_{25}=0,0514$ és 50 térfogat%-os $\mu_{50}=0,0734$ súrlódási együtthatók jöttek ki eredményül, tehát az erősítőszal tartalmának növelésével a súrlódási együttható is növekszik, illetve vele együtt sokkal egyenletesebben alakul a diagramjuk is. A referencia minta sztochasztikusabb diagramja az ellenállóképesség korlátozottságát is mutathatja, ahogyan a kopás során esetlegesen nagyobb darabok kiszakadtak. Emiatt az egyenletesebb diagram a kompozitoknál az ellenállóképesség fokozottságát is mutatja.

4.2.3. Keménységmérés

Ezt követően Vickers-keménységet mértem a próbatesteken. Amiatt esett a választásom erre a keménységmérési módszerre, mert ez a legszélesebb skálán alkalmazható keménységi mérőszám, így könnyebben összehasonlítható más anyagok keménységével, mint mondjuk shore keménység esetén, ahol jellemzően elasztomerekkel és polimerekkel tudjuk csak összevetni az eredményt. A mérés során egy 136°-os gyémántgúlat nyom a próbatestbe a berendezés meghatározott erővel és a deformáció geometriai jellemzőiből kiszámítható az anyag Vickers-keménysége (HV). A próbatestek keménységét a

$$HV = \frac{0,102 \cdot F}{A} = \frac{0,189 \cdot F}{d^2} \quad (1)$$

képlet segítségével számolhatjuk, ahol F - terhelő erő (N), A -lenyomat felület (mm^2), d - a lenyomat átlóinak átlaga (mm). Vickers-keménységet a KB Prüftechnik márka, 250 BVRZ típusú univerzális keménységmérő gépével végeztem. A terhelés 10 kg volt, vagyis 98,1 N. Sajnos a kijelzőn nem volt kellően jól detektálható a benyomódás, mert a polimer minta visszaverődése nem olyan erőteljes, mint a fémes anyagok esetében. Emiatt optikai fénymikroszkóppal kellett bemérem az átlók nagyságát. Erre láthatunk példát a 31. ábra, ahol a referencia próbatest egyik mérési pontját igyekeztem kiértékelni. A leméréshez 60-szoros nagyítást használtam.



31. ábra Referencia próbatest lemérése fénymikroszkóppal

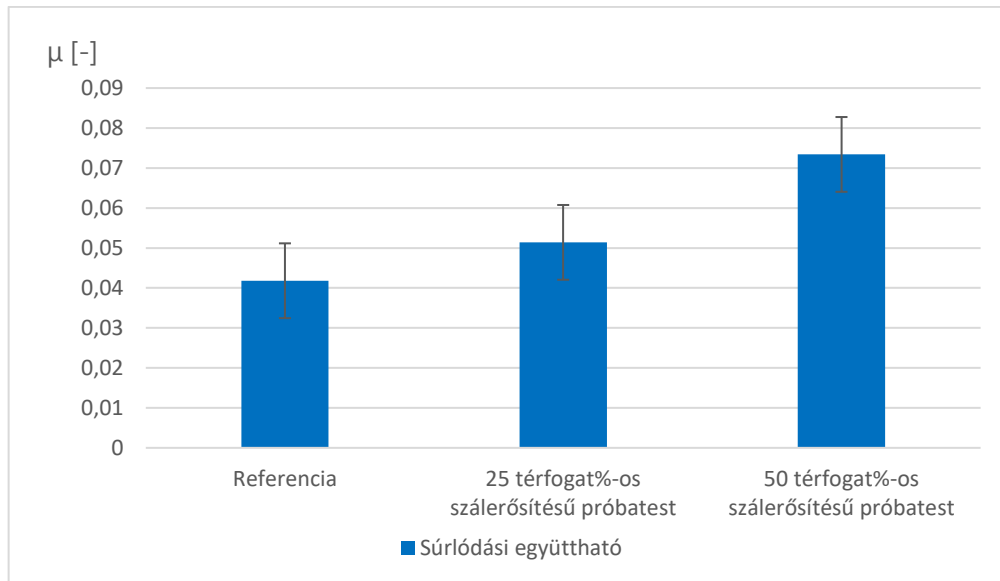
Minden próbatesten négy darab mérést végeztem, ezek összesítése és az (1) képlet alapján kiszámolt keménység az 1. táblázatban szerepel. A próbatestek sorszámának első fele a száltartalomra utal, míg a pont utáni szám a sorszáma, hogy hányadik próbatestként készült el az adott száltartalommal.

Próbatest sorszáma	1. mérés [μm]		2. mérés [μm]		3. mérés [μm]		4. mérés [μm]		d [μm]	HV [-]
	d_1	d_2	d_1	d_2	d_1	d_2	d_1	d_2		
0.1	2033	1812	2040	1940	1971	1848	1993	2004	1955,13	4,85
0.2.	1654	1473	1815	1706	1744	1439	1703	1974	1688,50	6,50
0.3.	1504	1690	1586	1537	1598	1619	1535	1673	1592,75	7,31
25.1.	1631	1521	1753	1899	1758	1878	1755	1818	1751,63	6,04
50.1.	1673	1538	1705	1421	1476	1563	1546	1523	1555,63	7,66

1. táblázat Vickers-keménységmérés adatsora és eredménye

Az eredményekből az tűnik ki, hogy a legkeményebb minta az 50 térfogat% szálerősítéses volt, nagy különbséggel a 25 térfogat%-os darabhoz képest. Ugyanakkor

nagyfokú bizonytalanság van benne, ami abból is látszódik, hogy elméletileg a töltetlen darabok között nem kellene nagy eltérésnek lennie, viszont itt a legnagyobb a szórás. Másik bizonytalanságot növelő tényező, hogy a 0.2 és 0.3 minta ugyanabból a szinterezett próbatestből származik, mégis viszonylag nagyobb eltérés van köztük.

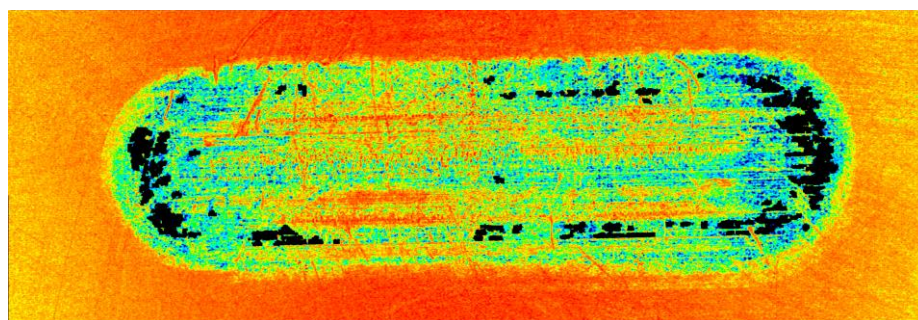


32. ábra A súrlódási együttható változása a száltartalom függvényében

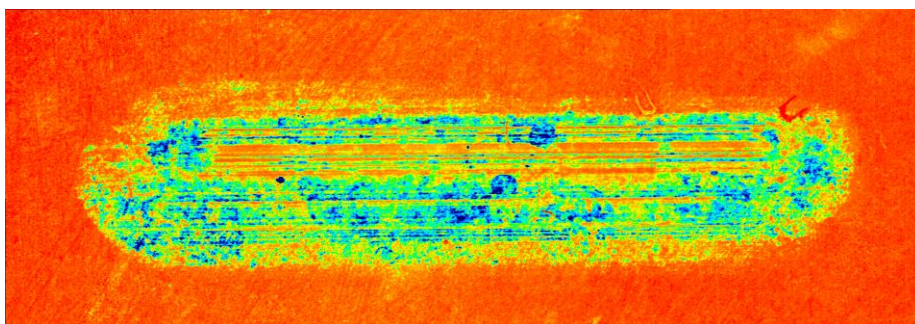
A súrlódási együtthatók összehasonlítva a 32. ábra szerepelnek, jól látható a növekvő tendencia a száltartalom növekedésével, illetve a szórása a súrlódási együtthatónak a mérés során.

4.2.4. Nagy látószögű 3D mérőmikroszkópos vizsgálat

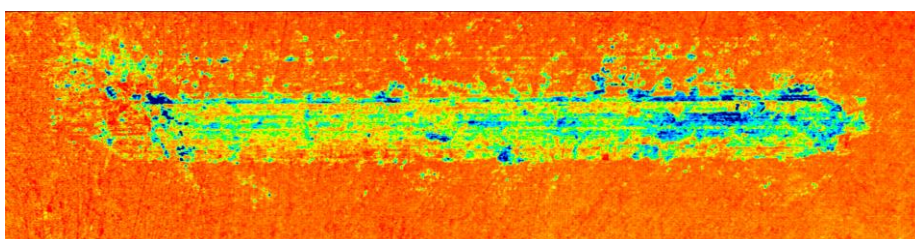
A tribométerből kivett minták kopásnyomait 3D mikroszkóppal vizsgáltam meg, hogy a kialakult felszín geometriájáról is információt nyerjek. A mérést három mintámon hajtottam végre, a referencia mintán, a 25 térfogat% és 50 térfogat% száltartalmú próbatesten. A 33. ábra mutatja a mikroszkóp által leképzett felszínt.



a)



b)



c)

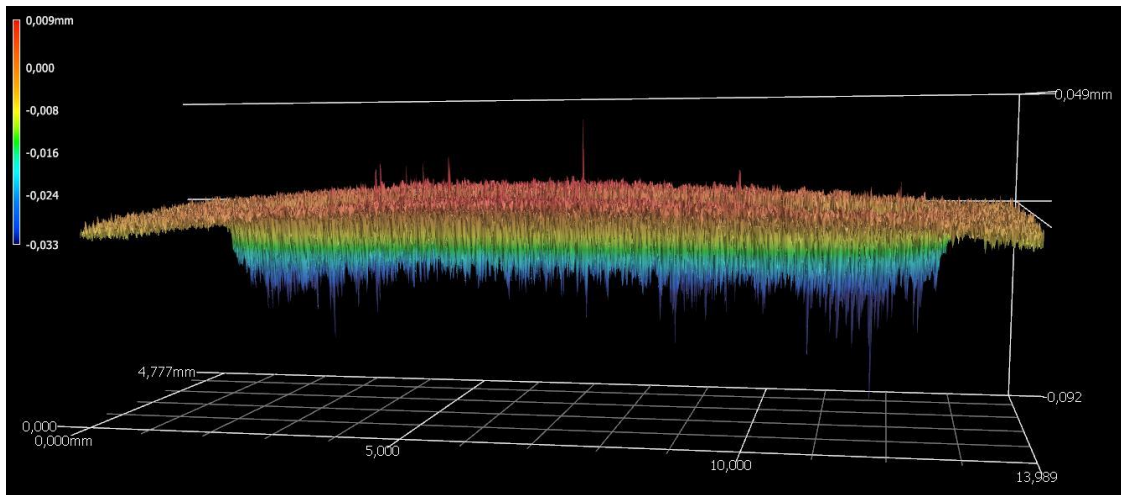
33. ábra Strukturált fényvel vizsgált kopásnyomok: referencia próbatest (a), 25 térf% (b) és 50 térf% (c) száltartalmú minta

Az ábrákon a minél hidegebb színek jelölik a mélyebben kikopott pontokat, a melegebb színek a magasabban lévő pontokat. A fekete területekről sajnos nem volt megfelelő a fényvisszaverődés, azokról a részokről nincs adat. A legegyszerűsebb kopásnyom a referencia mintán keletkezett, viszont egyúttal ez a legmélyebb is. Ez valószínűsíthetően a minta tisztaságának és az ipari szinterezés magasabb minőségének is köszönhető. A 25 térfogat%-os mintánál hasonló formájú kopásnyom keletkezett, de már sokkal nagyobb a szórása, nem olyan egységes és egyenletes, viszont a kopásnyom már kevésbé mély. Végül az 50 térfogat%-os alakja torzult a legjobban a referenciához képest, sokkal keskenyebb lett a kopásnyom, de ezzel együtt még egyenletlenebb és szórtabb. Ha a 34. ábra vesszük jobban szemügyre, láthatjuk, hogy (főleg a kopásnyom szélén feltűnőbben) kitörés jellegű mintázatok vannak a testen. Valószínűleg ez a gumival való szennyezettség miatt történt, ahogy a felszínből kitüremkedő gumiba a titán pin belekapott és kiszakított bizonyos részeket a kompozitból.

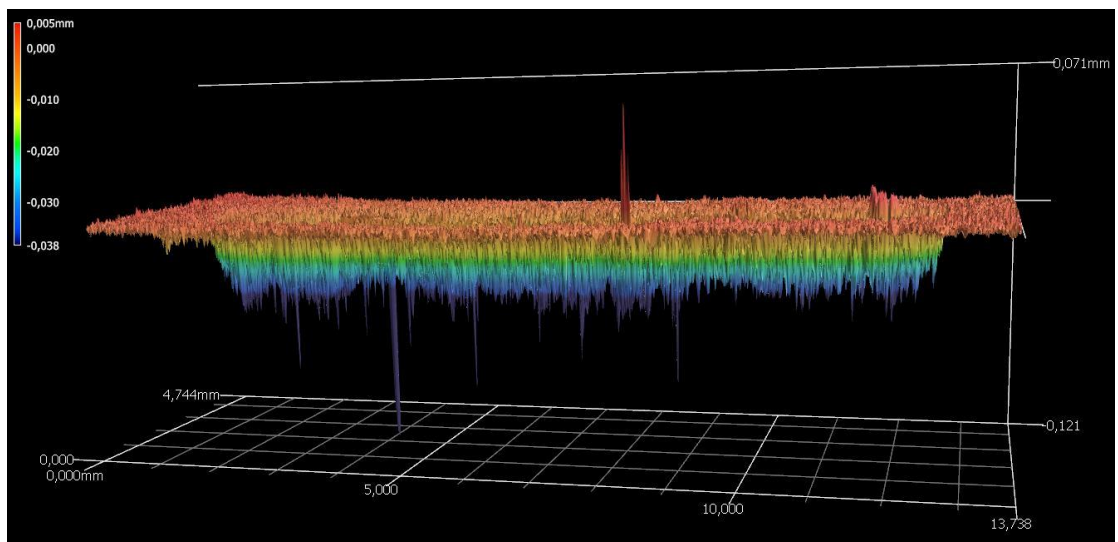


34. ábra 50 térfogat%-os száltartalmú minta mikroszkópi képe

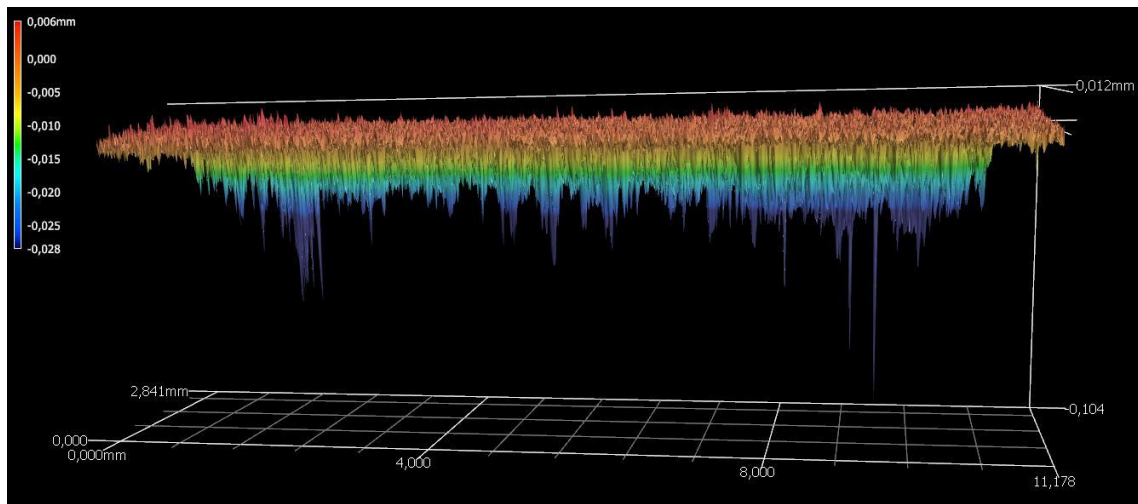
A 35. ábrán 3500%-os torzítással látható a kopásnyom modellje oldalról. A képek bal oldalán lévő skála mutatja a színjelölést, ami a referencia síktól való eltérést hasonlóképp mutatja a 33. ábra képest. Ha egymáshoz hasonlítjuk őket, akkor a száltartalom növekedésével a kopási mélység csökken. Az 50 térf% száltartalmú próbatest kopása sokkal sekélyebb, mint a referencia kopásnyoma, bár a mélysége is egyenlőtlenebbnek látszik. A 25 térf%-os minta is már észrevehetően sekélyebb kopásnyommal rendelkezik, mint a töltetlen darab, és sokkal kevesebb negatív irányban is a kiugró érték a referenciához viszonyítva.



a)



b)



c)

35. ábra 3D mérőmikroszkóp által generált kopási felület modellje oldalnézetből 3500-szoros torzításban

5. ÖSSZEFOGLALÁS

5.1. Kutatási eredmények összegzése

Az ortopéd protézisek fejlesztésének fontossága és aktualitása vitathatatlan, mivel egyre többen élnek hosszú évtizedeken át velük a szervezetükben. A protézisek tönkremenetele legtöbb esetben a teljesen elkopott vápa és az abból származó kopó törmelék darabok miatt következik be, így az anyagfejlesztésre kell a legnagyobb hangsúlyt fektetni e téren. Ennek ígéretes módja lehet a kompozit technológia alkalmazása a protézisek gyártásánál, ahol önerősítéses UHMWPE alapanyagú kompozit szinterezésével állítjuk elő a vápát.

A kutatás első felében a technológiai paraméterek beállítása volt a cél. A szinterezéshez használt Dyneema szál és GUR 1020 alapanyag DSC vizsgálatát követően megállapítottam, hogy a várt 10 °C-os technológiai ablak, aminek megléte az önerősítéses kompozitoknál elengedhetetlen, valójában 3°C. A kapott eredmények alapján már el tudtam indulni a szinterezési paraméterek iterálásával. A próbatestek gyártásához először az erősítőszálak felvágását kellett megoldanom, amit egy kriogén őrle berendezés segítségével valósítottam meg. A méréseket leginkább negatívan befolyásoló tényező, a szennyeződés belekerülése az alapanyagba ezen a ponton történt, mivel sajnos a malom nem tisztítható megfelelően a tömitései miatt.

Több próbálkozást követően sikerült megtalálni a megfelelő nyomási és hőmérsékleti értékeket, amelyek mellett az elektronmikroszkópi képen úgy ítélt meg, hogy tartalmaz még a próbatest egybefüggő szálakat, de mindeközben a mátrix anyaga egységes és teljesen átolvadt.

A mérések második fele elsődlegesen a tribológiai jellemzők meghatározására irányult. A beállított gyártási paraméterek mellett szintereztem erősítetlen, 0,25 és 0,50 száltartalmú mintát, amelyeket egy olyan referencia darabhoz viszonyítottam, amit ipari körülmények között tisztán GUR 1020 UHMWPE porból szintereztek. A próbatestek polírozás után a tribométerbe kerültek, ahol eredményül azt kaptam, hogy a súrlódási együtthatója a referencia mintának a legalacsonyabb, majd az erősítőszál tartalmának növelésével az együttható is növekszik. A súrlódási együttható az idő múlásával a referencia minta esetében enyhén ingadozó volt, a száltartalom növelésével a diagrammok is egyre egyenletesebbek lettek. A darabokon Vickers-keménységet is mértem, az 50 térfogat%-os száltartalommal bíró darab volt a legkeményebb, viszont a kiértékelt eredmények egymáshoz viszonyítva elég nagy szórást mutattak. Végül a mintáimat 3D mérőmikroszkóppal is megvizsgáltam, modell készült a kopásnyomok geometriájáról. Az eredmények azt mutatták, hogy a referencia minta kopásnyoma lett a legegyszerűsebb és legrövidebb, de ezzel együtt a legszélesebb és legmélyebb is. Az erősítőszál tartalom növelésével a kopásnyom keskenyebb lett, ugyanakkor szórta is. A kopás mélysége is egyértelműen csökkent a nagyobb száltartalommal. Összességében a mintáim keménysége és ellenállóképessége növekedett, a töltetlen UHMWPE tömbi anyaghoz képest.

5.2. További megoldásra váró feladatok

A mérés során több probléma is felmerült, amelyeket a dolgozat során egyenként részleteztem. Összességében az ígéretes mérési eredményeket sajnálatos módon több tényező is korlátozza, illetve negatívan befolyásolja.

Rövid távon megoldandó problémát jelentenek a kriogén őrlés során az alapanyagba jutó szennyeződések, azon belül is a legjelentősebb a gumitörmelék. Ennek megoldását valószínűleg egy teljesen másik őrlő jelentené, mert a jelenlegi kitakarítása manuálisan nem lehetséges a tömítések tisztíthatatlansága miatt. Amennyiben sikerülne ezt kiküszöbölni, azt követően szükség lenne több próbatest készítésére, mind a referencia és mind a 0,25 és 0,5 száltartalmú kompozit mintákból, hogy az esetleges mérési pontatlanságok és hibák minél jobban kiszűrhetőek legyenek. Érdemes lenne ezeken felül 75 és 100 térfogat%-os kompozitokat is színterezni a még jobb viszonyíthatóság végett, illetve az irodalomkutatás is azt mutatta, hogy a nagyobb száltartalom jobb kopási jellemzőket biztosít, viszont túl magas száltartalomnál a mechanikai jellemzők rovására megy, így ezeket is érdemes lenne megvizsgálni.

Hosszabb távon fejlesztésre szorul a keverés, mivel jelenleg nem lehetséges a teljesen egyenletes eloszlása a szálnak a por mátrixban, mivel az utóbbi leülepszik a keverő tál aljára. A kopási jellemzők vizsgálatát is szeretném kiterjeszteni többtengelyű ízületi szimulátor használatával, hogy a felhasználási körülményeket minél jobban tudjam modellezni. A fejlesztési folyamat végén egyértelműen a klinikai tesztelés állna, hogy a gyakorlatban is a mért eredményekhez hasonlóan pozitív tendenciát mutatnak-e az UHMWPE önerősítéses kompozit alapanyagú protézisek.

6. FELHASZNÁLT FORRÁSOK

1. Orvosok Lapja: Csípőprotézis a XXI. században | Ortopédiai Klinika. 2023 <http://semmelweis.hu/ortopedklinika/2016/05/21/orvosok-lapja-csipoprotezis-a-xxi-szazadban/> (5 November 2023, date last accessed).
2. Kocsis G. A vállízületi arthroplastica rövid története. *Magy Traumatol Ortop Kezseb Plasztikai Seb* 2019; 62: 133–137.
3. Chen J, Gao G, Fu J. Clinical applications of UHMWPE in joint implants. In: *Springer Series in Biomaterials Science and Engineering*. Springer Science and Business Media, LLC, 2019: 1–20.
4. Total Hip Replacement. 2023;
5. Keszei K, Kovács N K. Személyre szabható ízületi protézisek alternatív polimer anyagai és gyártástechnológiái. 2021.
6. Gomez-Barrena E, Puertolas JA, Munuera L, Kontinen YT. Update on UHMWPE research: From the bench to the bedside. *Acta Orthopaedica* 79 2008 832–840.
7. Birman M V., Noble PC, Conditt MA, Li S, Mathis KB. Cracking and Impingement in Ultra-High-Molecular-Weight Polyethylene Acetabular Liners. *J Arthroplasty* 2005; 20: 87–92.
8. Kelly JM. Ultra-high molecular weight polyethylene. *Journal of Macromolecular Science - Polymer Reviews* 2002; 42: 355–371.
9. Siskey R, Smelt H, Boon-Ceelen K, Persson M. UHMWPE Biomaterials Handbook 22 UHMWPE Homocomposites and Fibers. 2016.
10. Deng M, Shalaby W. Properties of self-reinforced ultra-high-molecular-weight polyethylene composites. 1997.
11. Zherebtsov D, Chukov D, Royaud I *et al.* On the structural peculiarities of self-reinforced composite materials based on uhmwpe fibers. *Polymers (Basel)* 2021; 13.
12. Fang X, Wyatt T, Hong Y, Yao D. Gel spinning of UHMWPE fibers with polybutene as a new spin solvent. *Polym Eng Sci* 2016; 56: 697–706.
13. Chen X. Advanced fibrous composite materials for ballistic protection. 2016.
14. Celanese Co. <https://www.celanese.com/products/medical-gur-uhmw-pe-mt-ultra-high-molecular-weight-polyethylene> (5 November 2023, date last accessed).
15. Kapps V, Maru MM, Kuznetsov O, Achete CA. Identifying differences in the tribological performance of GUR 1020 and GUR 1050 UHMWPE resins associated to pressure × velocity conditions in linear reciprocating sliding tests. *J Mech Behav Biomed Mater* 2023; 145.
16. Kurtz SM. A Primer on UHMWPE. *UHMWPE Biomaterials Handbook: Ultra High Molecular Weight Polyethylene in Total Joint Replacement and Medical Devices* 2016; 1–6.

17. Hunt BJ, Joyce TJ. A Tribological Assessment of Ultra High Molecular Weight Polyethylene Types GUR 1020 and GUR 1050 for Orthopedic Applications. 2018;
18. Atwood SA, Van Citters DW, Patten EW, Furmanski J, Ries MD, Pruitt LA. Tradeoffs amongst fatigue, wear, and oxidation resistance of cross-linked ultra-high molecular weight polyethylene. 2011;
19. Kelly JM. Ultra-high molecular weight polyethylene. *Journal of Macromolecular Science - Polymer Reviews* 2002; 42: 355–371.
20. Legros N, Aji A, Dumoulin MM. Ram Extrusion of High-Density Polyethylene and Polypropylene in Solid State: Process Conditions and Properties. .
21. Kurtz SM. From Ethylene Gas to UHMWPE Component: The Process of Producing Orthopedic Implants. *UHMWPE Biomaterials Handbook: Ultra High Molecular Weight Polyethylene in Total Joint Replacement and Medical Devices* 2015; 7–20.
22. Azizul Nasa Al Hakim R, Arrohman S, Saputra E *et al.* The Contact Simulation Comparison of UHMWPE to the Crosslink Intensity Effect. 2018;
23. Digas G. New polymer materials in total hip arthroplasty. Evaluation with radiostereometry, bone densitometry, radiography and clinical parameters. (22 October 2023, date last accessed).
24. Suh NP, Mosleh M, Arinez J. Tribology of polyethylene homocomposites. *WEAR* 1998; 214: 231–236.
25. Mosleha M, Suhb NP, Arinezb J. Manufacture and properties of a polyethylene homocomposite. *Composites Part A* 1998; 29: 17.
26. Keyence Co. <https://www.keyence.eu/products/microscope/macroscope/vr-6000/> (5 November 2023, date last accessed).