



Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem
Közlekedésmérnöki és Járműmérnöki Kar
Gépjárműtechnológia Tanszék



TDK dolgozat

Testreszabott additív gyártású fém protézisek, technológiához alkalmas anyagok

Készítette:

Fehér Márk

Témavezető:

Dr. Takács János

Budapest, 2017.10.27.



Tartalom

1. BEVEZETÉS	4
2. ADDITÍV GYÁRTÁSI ELJÁRÁSOK.....	4
2.1 Szelektív lézeres olvasztás (Selective Laser Melting – SLM)	5
2.2 Szelektív lézeres szinterezés (Selective Laser Sintering – SLS).....	6
3. IMPLANTÁTUMOK TERVEZÉSE, GYÁRTÁSA	7
3.1. A csont tulajdonságai.....	7
3.2. Az implantátumok	8
3.3. Felületkezelések, bevonatok.....	12
4. ANYAGOK	13
4.1. 316L rozsdamentes acél (X2CrNiMo18-12-2).....	14
4.2. Ti6Al4V.....	15
5. AZ SLM GYÁRTMÁNYOK MINŐSÉGÉT BEFOLYÁSOLÓ FŐBB TÉNYEZŐK ÉS HATÁSUK.....	16
5.1. Energiasűrűség.....	17
5.2. A lézersugár teljesítménye.....	17
5.3. A pásztázási sebesség	18
5.4. Pásztázási vonalak távolsága	19
5.5. Rétegvastagság	20
5.6. Az építés iránya	20
5.7. Pásztázási stratégiák	23
5.8. Érdesség.....	24
5.9. A por tulajdonságai.....	24
5.10. Porozitás.....	25
5.11. Hőmérsékleti gradiensek.....	25
5.13. Nedvesítés	27



6. ÖSSZETÉTEL VIZSGÁLAT	27
6.1. GDOES optikai emissziós spektrométer	28
6.2. A mérőeszköz felépítése	28
6.3. A mérőberendezés működési elve	29
6.4. Vizsgálat egy mintadarabon	30
7. ÖSSZEGZÉS	32
8. KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS	33
9. IRODALOMJEGYZÉK	34



1. BEVEZETÉS

Az orvosi implantátumok tervezése és gyártása komplex feladat. Valamennyi esetben egyénre szabott, szabálytalan geometriákat kell készíteni olyan drága anyagokból, melyeknek az élő szövetbe ültetéshez különféle követelményeknek kell megfelelniük. Így tehát könnyen belátható, hogy hagyományos eljárásokkal csak magas költségek és sok idő árán lennének képesek ilyen protézisek gyártására. Ezeket a problémákat küszöbölik ki az additív gyártási eljárások. A dolgozat bemutatja a fémorból felépítő modern eljárásokat, áttekinti a technológiát befolyásoló legjelentősebb tényezőket, ezek hatását a várható geometriára, érdességre, szerkezetre. Kitér a beépítés során az élő szervezettel való felületi érintkezés szempontjából fontos követelményekre, kielégítésük módjára. Az anyagösszetétel meghatározása az anyagi megfelelés egyik fontos összetevője, amelyre gyors vizsgálattal, modern technológiával nyílik lehetőség.

2. ADDITÍV GYÁRTÁSI ELJÁRÁSOK

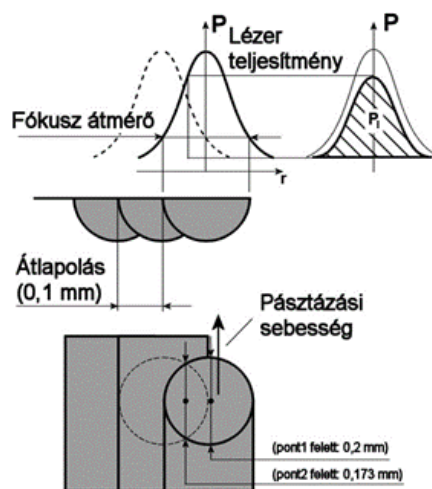
Az additív gyártás a rétegről rétegre építkező gyártási módszereket foglalja magába. Ezek egy része már régebb óta ismert, elsősorban a gyors prototípusgyártásban (Rapid Prototyping – RP) terjedtek el. A technológiát kínáló cégek azonban az utóbbi pár tíz évben fejlesztéseik eredményeként olyan berendezéseket alakítottak ki, amelyekkel már alkatrészeket direkt is gyárthatnak.

Az additív gyártás módszere, hogy valamilyen anyag (fém, műanyag, kerámia, kompozit) alapú porból vagy folyadékból rétegről rétegre felépítve készül el egy alkatrész. A gyártási folyamat az elkészítendő munkadarab CAD-fájljával kezdődik, melyet elkészülte után STL (stereolitography) fájl formátumba alakítanak. Az STL az alkatrész egy háromszögelt formáját tartalmazza, melyet aztán a gyártó berendezés szeletekre bont, így az építési irányra merőleges keresztmetszeteket hoz létre az alkatrészből a gyártási paraméterek alapján beállított rétegepítési távolságra egymástól. Az elkészült keresztmetszetek alapján a gép valamilyen eljárással (pl. szelektív lézeres szinterezés, szelektív lézeres olvasztás, elektronsugaras olvasztás) rétegenként megépíti a kívánt alkatrészt. A rétegről rétegre építkezés lecsökkenti a tervezési korlátokat, létrehozhatók különböző bonyolultságú belső struktúrák, és akár teljesen egyedi alkatrészek (bennszületett geometriákkal) is legyárthatók a hagyományos szerszámozás és technológia megkötöttségeinek megszűnésének köszönhetően. A még meglévő hátrányai ellenére is egyes iparágazatokban, mint az orvosi, fogászati, autó- és repülőipar egyre inkább kezd elterjedni. A

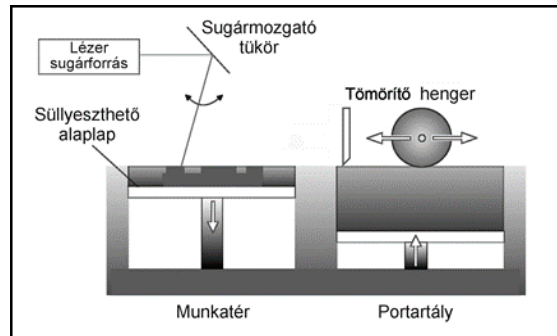
különböző eljárások a rétegek megépítésének módjában, sebességében, pontosságában, az elkészült alkatrészek minőségében, továbbá egyéb technológiai és gazdasági tényezőkben különböznek egymástól.

2.1 Szelektív lézeres olvasztás (Selective Laser Melting – SLM)

Működése során a lézersugár a megtervezett keresztmetszetet végig pásztázza, hatására a besugárzott területen a felterített porágy a sugárban közölt és a porban elnyelt energia hevítő hatására megolvad, így az adott rétegben és az alatta lévő réteggel is összeolvad, és a bepásztázott területek között is kohéziós kapcsolat jön létre. A pásztázás hatásmechanizmusát mutatja be az 1. ábra. Miután egy réteg elkészült, az építési munkatér tartálya a rétegvastagságnak megfelelő mérettel lejjebb süllyed, majd egy portartályból egy porterítő mechanizmus (pl. egy henger és a rétegvastagságot kalibráló penge) újabb réteg port juttat az addig elkészült rétegek fölé, a maradék túlsorduló por pedig egy gyűjtőbe kerül. Egy ilyen berendezés általános felépítése látható a 2. ábrán. A folyamat lépései addig ismétlődnek, amíg el nem készül az alkatrész. A folyamat során vákuumban védőgáz atmoszférát (Ar, N₂) hoznak létre, mely az oxigén kiszorításával csökkenti az oxidációt, továbbá javítja a hővezetést és a hűlést.



1. ábra Az SLM hatásmechanizmusa [1]



2. ábra Az SLM/SLS berendezés általános működése [2]

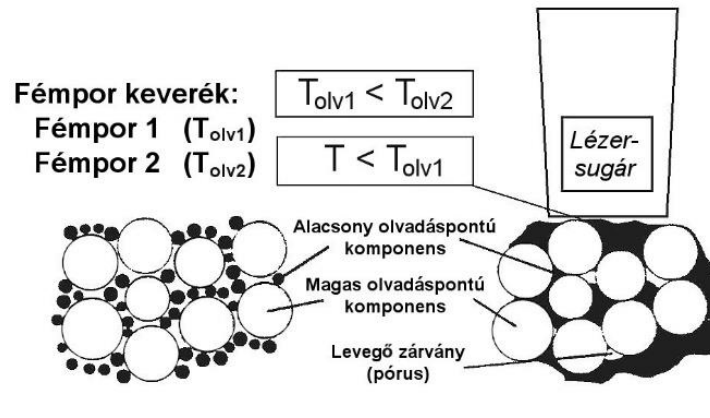
Az SLM előnyeit és hátrányait ismerteti az 1. táblázat.

1. táblázat. Az SLM előnyei, hátrányai [3]

	Előnyök	Hátrányok
Anyag	Nincs szükség különféle kötőanyagokra	Kevésbé használható meghatározott összetételű kompozitokra (pl. WC-Co)
Gyártási idő és költség	Nincs szükség az időigényes és drága berendezéseket igénylő kötőanyag eltávolításra, szinterezési üregek kitöltésére vagy utószinterezésre	Nagy teljesítményű és jó sugárminőségű (drága) lézerek szükségesek, alacsonyabbak a pásztázási sebességek (emiat hosszabb az építési idő)
Alkatrész minősége	Teljesen tömör alkatrészek is előállíthatók.	A lézersugár alatti olvadék esetenként instabil, nagy maradó feszültségek is lehetnek

2.2 Szelektív lézeres szinterezés (Selective Laser Sintering – SLS)

Az eljárás hasonlít a hagyományos szinterezéshez, mely során egy vagy két komponensből álló porkeverékből készül az alkatrész. Egykomponensű por esetén szilárd fázisban végbemenő diffúzió idézi elő a kötést ($T < T_{olv}$), utóbbiban az egyik komponens olvadáspontja alacsonyabb, mint a másiké. Fókuszált lézersugarat használva végig pásztázzák a kívánt keresztmetszetet, ahol az alacsonyabb olvadáspontú anyag megolvad, mely jó nedvesítő képessége miatt körbefolyja és megköti a magasabb olvadáspontú anyag porszemcséit (lásd: 3. ábra). A rétegépítés mechanizmusa szinte teljesen megegyezik a SLM-nél látottakkal.

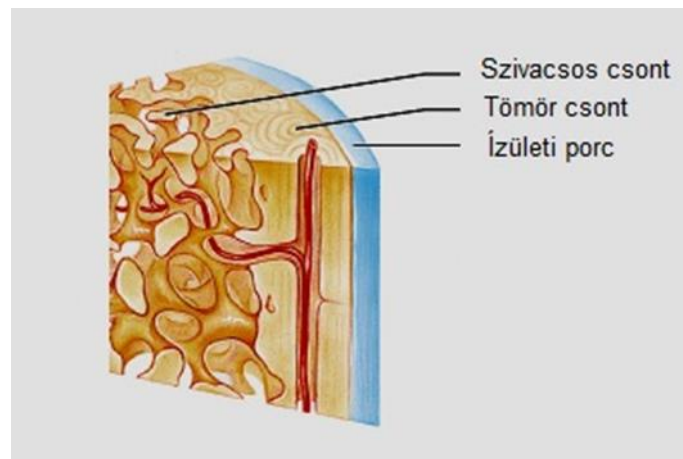


3. ábra Szelektív lézeres szinterezés kétkomponensű por esetén [3]

3. IMPLANTÁTUMOK TERVEZÉSE, GYÁRTÁSA

3.1. A csont tulajdonságai

A csont 39%-ban szerves (95% kollagén, 5% proteoglykan), 49%-ban szervetlen anyagokat (kalcium hydroxiapatite kristályok) és 12%-ban folyadékot tartalmaz. A csontállománynak két típusa van, a tömör (cortical) és a szivacsos (cancellous) csont. A tömör csont kemény, ez viseli a feszültség nagy részét, azonban szakadási nyúlása alacsony (~2%). A szivacsos csont porózusabb, sokkal nagyobb rugalmas alakváltozásra képes (~75%), viszont alacsony a teherbírása. A kétfajta állomány, az életkor, a nem és az életmód (sportoló vagy sem) együttesen alakítja a csont mechanikai tulajdonságait. A csontra ható igénybevételek leginkább nyomó, hajlító, csavaró, kisebb mértékben húzó és nyíró terhelések [4, 5].



4. ábra Ízületi csontszövet felépítése [5]

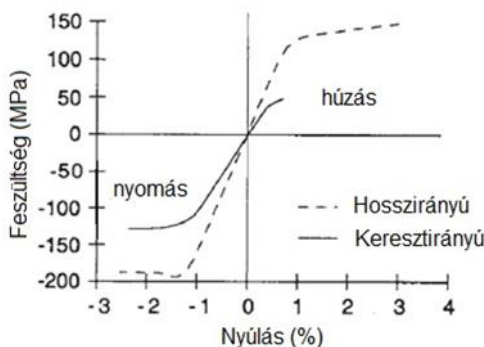
A csont mechanikai tulajdonságai (általánosan) [6, 7] alapján:

Sűrűsége: 1.810 kg/m^3

Young modulus: 18 GPa


TDK dolgozat

Nyírési modulus:	3.5 GPa
Szakítószilárdság:	135 Mpa
Nyomószilárdság:	200 Mpa
Hajlítószilárdság:	174 Mpa
Szakadási nyúlás:	2-3%



5. ábra A csont feszültség-nyúlás diagramja [6]

3.2. Az implantátumok

Az implantátum egy olyan, biológiailag megfelelő anyagból készült orvostechikai eszköz, mely szándékosan kerül beültetésre az emberi testbe, és melyet részben vagy egészben hámszövet fed be. Tervezésük során ügyelni kell arra, hogy behelyezéskor és a „karbantartások” alkalmával a lehető legkevésbé váltsanak ki invazív reakciókat a szervezetben [3].

Az implantátumokkal szemben támasztott követelmények [8, 9, 10, 11]:

Biokompatibilitás: Mind a nyers, mind a feldolgozott anyagnak pozitívan kell kapcsolódnia a befogadó környezettel, vagyis anélkül, hogy kedvezőtlen hatást váltana ki.

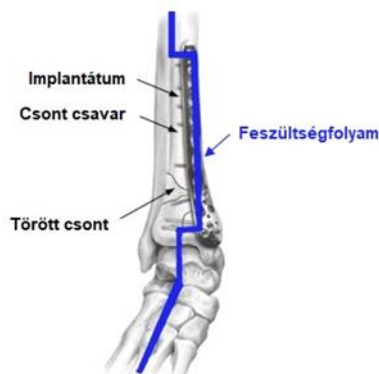
Bioaktivitás: A beültetett, állandó protéziseknek bioaktívnak kell lenniük ahhoz, hogy segítsék és irányítsák a sejtfejlődést, sejtek osztódását és az élő szövet növekedését. Ez fehérjedús és a tapadást elősegítő bevonatokkal, speciális felületaktiválással érhető el.

Megfelelő felületi minőség: Biztosítja, hogy az élő szövet és a vázszerkezet megfelelően kapcsolódjanak.

Megfelelő porozitás, pórusméret és -alak: Általánosságban nagymértékű porozitás (>90%) az ideális, ugyanis így elég nagy az implantátum felülete ahhoz, hogy a sejtek megtapadása, növekedése és szaporodása hatékonyan mehessen végbe. A pórusok méretének szintén nem elhanyagolható a hatása a sejtfejlődést, szövetnövekedést illetően. A makro méretű pórusok (>50 μm) a szövetek, míg a mikro pórusok (<50 μm) a sejtek működését befolyásolják. A 20

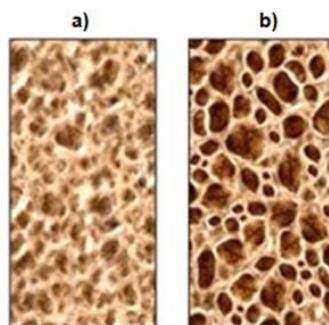
μm -es pórusok optimálisak a fibroblasztok növekedéséhez, 20-125 μm -es pórusok a hepatocytáknak, 100-250 μm között pedig a csont regenerációjának megfelelőek. Túl kicsi vagy túl nagy pórusok esetén a sejtek képtelenek lesznek elterjedni, és ezáltal hálózatot kialakítani a protézisben. Az ideális pórusméret nagymértékben függ az alkalmazás helyétől és az implantátumban megtelepedő sejtek típusától, kultúrájától, azonban valamennyi esetben a 100-500 μm -es pórusok jelenléte pozitívan hat a beültetés utáni folyamatokra. A pórusok egymással való közvetlen kapcsolata nem elhanyagolható, ugyanis ez biztosítja a sejtek diffúziós és anyagcsere folyamatainak zavartalan működését. A pórusok közötti kapcsolat mértékét és minőségét legtöbb esetben folyadékáteresztéses vizsgálattal, kép analízissel vagy mikro-CT vizsgálattal határozzák meg.

Megfelelő mechanikai tulajdonságok: Az implantátumoknak nemcsak a mechanikai igénybevételeknek kell ellenállniuk, de túlságosan merevek sem lehetnek, ugyanis így elkerülhető a terhelés átvétele a csonttól (Wolff törvény; 6. ábra).



6. ábra A nem megfelelő implantátum csonttrikulást (osteoporosis) okozó hatása [12]

Ez hosszú távon csonttömeg elvesztéséhez (osteoporosis, 7. ábra), így pedig az implantátum kieséséhez vezetne, mely az egyik legjellemzőbb módja a beültetett „alkatrészek meghibásodásának” [13].



7. ábra Osteoporosis, csonttömeg elvesztése. a) fiatal, b) idős kori, leépült csontszövet [5]

A beépítés után a csontra ható igénybevétel (σ_{csont}) alakulását az alábbi képletek mutatják, [12]:



Implantátum nélkül:

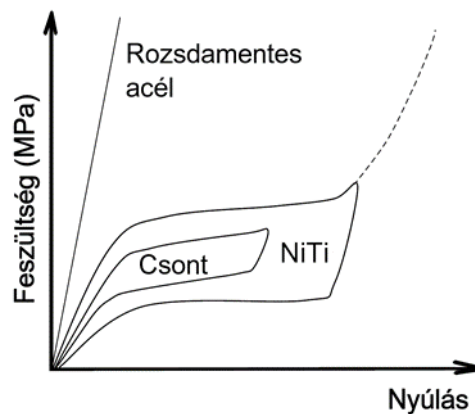
$$\sigma_{csont} = \frac{P}{A_{csont}} = \frac{E_{csont} \cdot P}{E_{csont} \cdot A_{csont}}$$

Implantátummal:

$$\sigma_{csont} = \frac{E_{csont} \cdot P}{E_{csont} \cdot A_{csont} + E_{implantátum} \cdot A_{implantátum}}$$

ahol: P - a terhelés, E - az adott anyag rugalmassági modulusa, A - pedig az indexelt alkatrész felületének nagysága. Ebből a képletből látható, hogy minél jobban közelíti az implantátum a csont anyagtulajdonságát, annál kevésbé jelentkezik az átterhelődés.

Természetükből adódó biokompatibilitásuk, alacsony tömegük és jó mechanikai tulajdonságaik miatt az egyik legelterjedtebb implantátum alapanyagok a szuperötvözetek [3, 14, 15], azonban alapállapotban ezek mechanikai tulajdonságai egy nagyságrenddel magasabbak, mint a csonté (pl. Ti6Al4V: $E \approx 110$ GPa) (8. ábra).

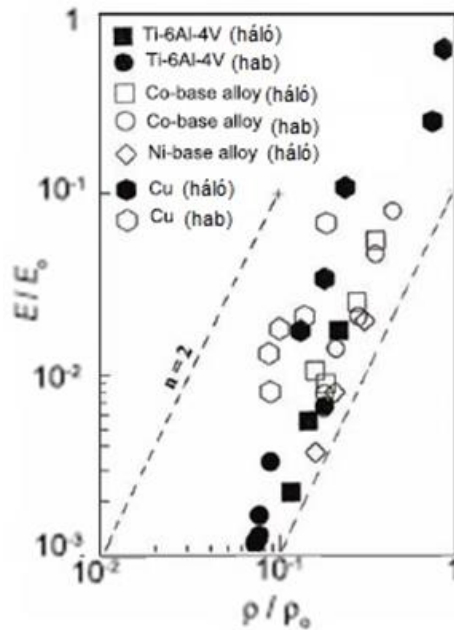


8. ábra A rozsdamentes acél, a szuperelasztikus NiTi ötvözet és a csont feszültség-nyúlás görbéi [16]

A mechanikai tulajdonságok, főként a rugalmassági modulus, arányosan csökkenthető a porozitás növelésével, így tervezett szilárdságú és rugalmasságú protézisek készíthetők, melyek megfelelhetnek a követelményeknek. Az alábbi összefüggés igaz a relatív rugalmassági modulusra (E) és a relatív sűrűsége (ρ):

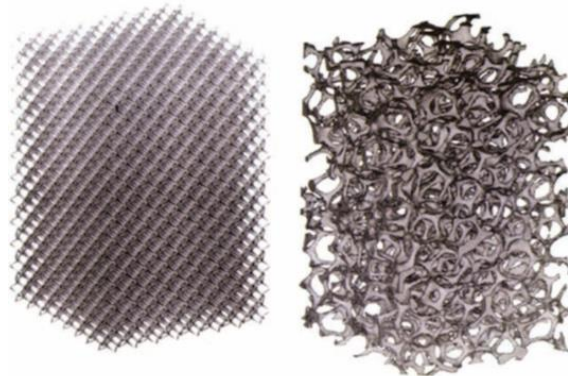
$$E = E_0 \cdot \left(\frac{\rho}{\rho_0}\right)^2,$$

ahol: E - a ρ sűrűségű struktúra relatív Young-modulusa, E_0 és ρ_0 a tömbi anyag Young-modulusa és sűrűsége (9. ábra) [12, 17, 18].



9. ábra A relatív rugalmassági modulus a relatív sűrűség függvényében különböző anyagok és struktúrák használata esetén [12, 19, 20]

Legtöbb esetben a porozitást, a tulajdonságok befolyásolását a 10. ábrán is látható nyílt celluláris struktúrával oldják meg. Ilyen nyílt falú alakzatok gyártása hagyományos eljárásokkal meglehetősen nehézkes és drága, azonban az additív technológiák, mint például a SLM, sok tekintetben egyedi és megfelelő megoldást nyújtanak. Fontos megjegyezni, hogy a változatos, heterogén struktúrák hátrányos hatással lehetnek a SLM által gyártott alkatrészekre [21].



10. ábra Nyílt celluláris struktúrák. Balra: szabályos rácsos, jobbra: a csont szerkezetét közelítő váz [22]

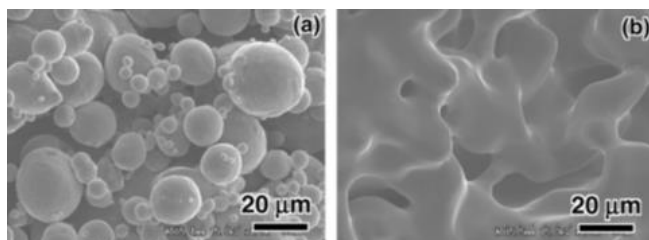
Az effajta struktúrák és az így készült implantátumok szilárdsági vizsgálata komplikált és költséges lehet az egyedi alakú próbatetek megtervezése miatt. Ezt helyettesítendő vége-selemes módszerrel is kaphatunk információt a létrehozott alkatrész mechanikai tulajdonságairól, azonban ez az eredmény más irodalmak alapján [21] bizonyos fokú eltérést mutat a valós vizsgálatok eredményeitől. Ennek az eltérésnek az az oka, hogy a szelektív lézeres olvasztás során fellépő magas hőmérsékletek és a megszilárdulás folyamata elváltozásokat

(görbületek, hullámosság) okoz a celluláris struktúrában, mely végeredményül egy geometriai szabálytalanságokkal és egyenlőtlen felületi minőséggel jellemezhető struktúrát ad. Ez a jelenség pedig feszültséggyűjtő helyeket és heterogén mintát hoz létre, mely idő előtti törékenyen eleredményez ezen helyek és a vékonyabb területek környezetében megjelenő repedések miatt [23, 24].

3.3. Felületkezelések, bevonatok

Klinikailag megfelelő implantátumok készítésének egyik fontos követelménye az erős és hatékony kapcsolat kialakulása a beültetett rész és az élő szövet között [25]. A megbízható csont-implantátumok egyik legfőbb minőségi befolyásoló tényezője a felületi érdesség [26]. Beültetések esetében az érdesség fontos szerepet játszik az adhézióban, a sejtnövekedésben és összességében a sejtek életképességében. Ha az érdesség túl nagy, a sejtek nem lesznek képesek kapcsolatokat kialakítani, ami pedig nagymértékben lerontja a sejtnövekedést és a sejt-vándorlást. Bár a működése még viszonylag ismeretlen, a tapasztalatok azt mutatják, hogy a nano méretű topológia szabályozza a sejtek és implantátumok közötti kötés erőket [26].

Ugyan egyes anyagok lehetnek biokompatibilisek (pl. titán és ötvözetei), ez nem feltétlen jelenti azt, hogy azokon képes lenne új szövet megtapadni, kifejlődni, ezért ezeket az anyagokat bioaktiválni szükséges különböző felületkezelésekkel. Az egyik legelterjedtebb felületkezelési eljárás a plazmaszórás, ugyanis a folyamattal meghatározott módon változtathatók különböző biológiai működési csoportok felületi sűrűségei anélkül, hogy az implantátum mechanikai tulajdonságai eltérnének az eredetitől. Azok a vázak, melyek tartalmaznak felszíni poláris molekulacsoportokat (pl. NH_2 , COOH , OH stb.), plazmás kezelés nélkül is nagy bioaktivitást és így sejttapadást és –növekedést tesznek lehetővé. A plazmás módosítás nagyban hozzájárul az enzimek, peptidek, fehérjék, poliszacharidok és egyéb biomolekulák megkötéséhez és beépüléséhez [27].

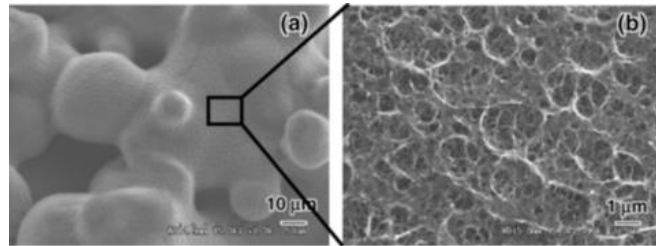


11. ábra SLM-mel készült darab felülete a) utókezelés nélkül, b) hőkezelés után [28]

Fém protézisek felülete módosítható bevonatokkal, különböző anyagokkal való szórással, savas kezelésekkel vagy ezen eljárások kombinálásával. Általánosságban elmondható, hogy a sejtek



reakciója nagyban függ az implantátum kémiai összetételétől, felületi töltésétől és -feszültségétől. Savmaratással a legtöbb esetben viszonylag vastag oxidréteg hozható létre a felületen, amely így a fizikai és kémiai tulajdonságokat is befolyásolja. Az oxidréteg segíti a csont keletkezését és megtapadását, azonban vastagságának és mikroszerkezetének erre nincs különösebb hatása [26]. Hőkezelés hatására a környezetből az elkészült darab felületére szinterelődött por szemcséi által előidézett szabálytalan felület finom felületi struktúrává alakul, erre mutat példát a 11. ábra.



12. ábra Kémiai felületkezelés hatása a Ti6Al4V mikrostruktúrájára, a) kép az anyag felületéről, b) többszörös nagyításban [28]

Egy példa a porózus titán kísérleti darabok kémiai és hőkezelésére bioaktiválási célból: 5 M NaOH oldatban áztatás 60 °C-on 24 órán át, majd 0,5 mM HCl oldatban 40°C-on 3 órán át. Később ultratiszta vízben tisztítás, egy éjszakán át szárítás egy kemencében 40 °C-on, majd 5 °C/min sebességgel 600 °C-ra hevítés, 1 órán át hőntartás levegő atmoszféra alatt, végül szobahőmérsékletre hűlés a kemencében természetes módon [28].

4. ANYAGOK

Fém protézisek esetében tehát az anyagok választásának határt szab azoknak biokompatibilitása, bioaktivitása. Bővebben ez azt jelenti, hogy beültetésük után az élő szövetet nem mérgezik a belőlük kiváló anyagokkal, ötvözőkkel, azaz a test különböző nedvei nem korrodálják vagy oldják, továbbá a szervezet nem akarja kilökni a beültetett alkatrészeket. Implantátumok szelektív lézeres gyártása során fontos, hogy, bár inert atmoszféra alatt történik az építés, az alapanyagoknak korrózióállóaknak kell lennie.

A sok követelmény miatt viszonylag kevés fém alkalmas protézisgyártásra, így a gyártók kínálati palettája többnyire egységes, azonban a megmunkáló berendezéstől is függ, melyik anyagot választhatjuk. A legelterjedtebb ilyen fémek a 316L jelzésű rozsdamentes acél, a titán és ötvözetei (Ti6Al4V), nikkel-titán ötvözet (Nitinol), kobalt-króm (CoCr). Jelen esetben az



első két ötvözetet mutatom be részletesen az EOS gyártó meghatározásaival, ugyanis az általuk előállított porból és géppel készült vizsgálati minta összetételvizsgálata zárja a dolgozatot.

4.1. 316L rozsdamentes acél (X2CrNiMo18-12-2)

A gyártó meghatározása alapján [29] az ebből készült alkatrészek forgácsolhatók, szemcseszórhatók és polírozhatók hőkezeletlen és feszültségmentesített (AMS 2759) állapotban is. Kiválásos keményítésre sincs szükség, ugyanis az elkészítés utáni állapotban is megfelelőek a mechanikai tulajdonságok. (ASTM A403). Az alkatrészek 427-816 °C-os tartományban való alkalmazása nem ajánlott, mert a króm-karbid itt kezd kiválni. A rétegről rétegre való felépítés némi anizotrópiát eredményez, mely a mechanikai tulajdonságokban is megjelenik.

Technikai adatok:

Anyagösszetétel [wt%]:	Elem	Min.	Max.
	Fe		bal.
	Cr	17.00	19.00
	Ni	13.00	15.00
	Mo	2.25	3.00
	C	-	0.030
	Mn	-	2.00
	Cu	-	0.50
	P	-	0.025
	S	-	0.010
	Si	-	0.75
	N	-	0.10

Alkatrészek fizikai és kémiai tulajdonságai:

Sűrűség:	7.98 g/cm ³
Érdesség szemcseszórás után:	R _a <12 μm; R _z <62 μm

Szilárdsági adatok szobahőmérsékleten:

	Építés után
Szakítószilárdság	625 Mpa
Folyáshatár	535 Mpa
Szakadási nyúlás	46%



4.2. Ti6Al4V

A titán ötvözete, mely nevét a benne található két fő ötvözőről kapta, 6 tömegszázalék alumínium és 4 tömegszázalék vanádium. A titán és ötvözetei elterjedt protézis alapanyagok, ugyanis biokompatibilisek, és jó a szilárdság-tömeg arányuk. Az EOS meghatározása szerint [30] az ebből készült alkatrészek forgácsolhatók, szemcseszórhatók és polírozhatók akár elkészült, akár hőkezelés utáni állapotban. A rétegépítési eljárás miatt az alkatrészek rendelkeznek némi anizotrópiával.

Technikai adatok:

Anyagösszetétel [wt%]:	Elem	Min.	Max.
	Al	5.50	6.50
	V	3.50	4.50
	O	-	0.150
	N	-	0.040
	C	-	0.080
	H	-	0.012
	Fe	-	0.250
	Y	-	0.005
	más	-	0.40
	Ti		bal.

Alkatrészek fizikai és kémiai tulajdonságai:

Sűrűség:	4.41 g/cm ³
Minimális falvastagság:	0.3-0.4 mm
Érdesség szemcseszórás után:	Ra 5-9 μm, Rz 20-50 μm

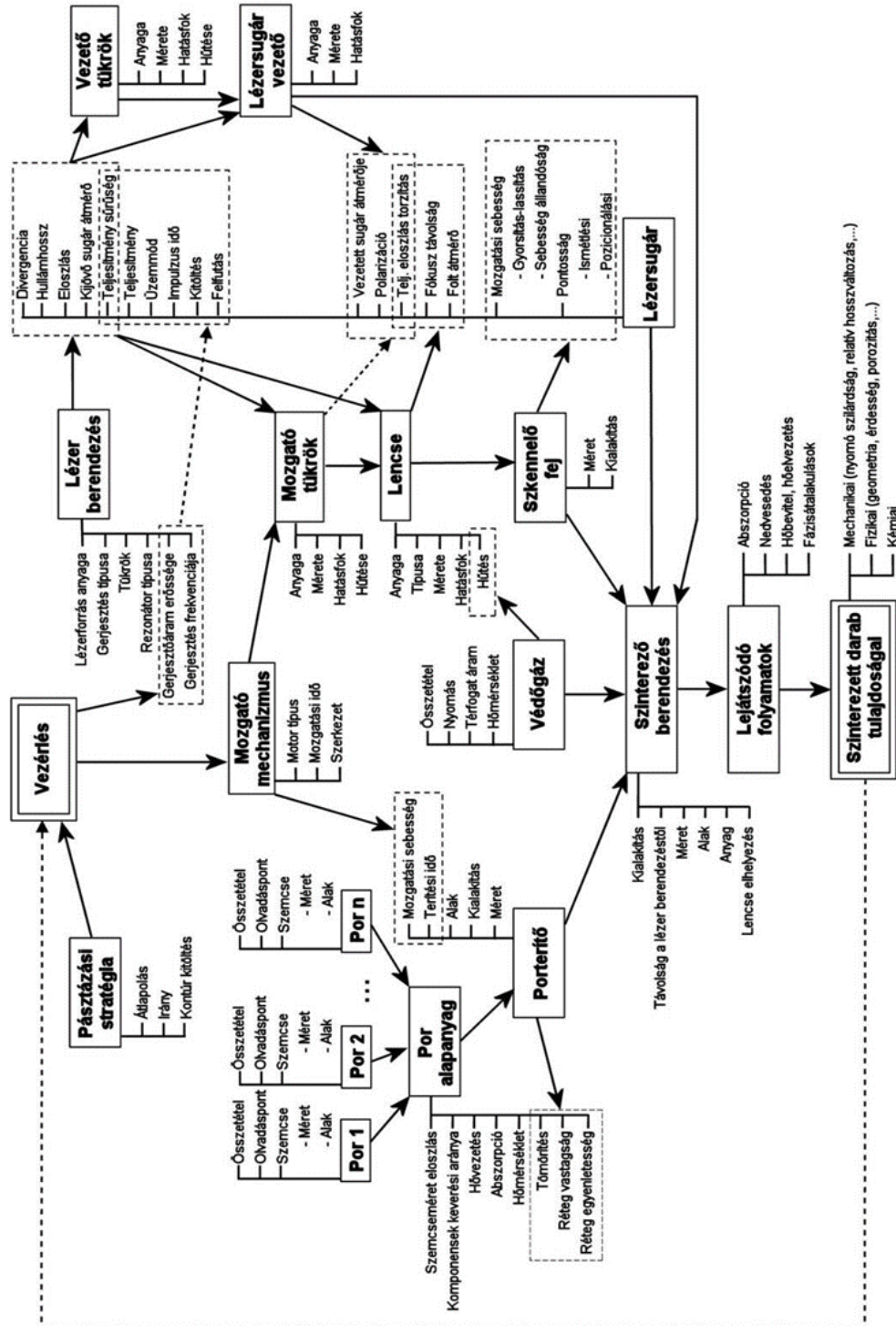
Szilárdsági adatok szobahőmérsékleten:

	Építés után	Hőkezelés után
Szakítószilárdság	1290 ± 80 MPa	1070 ± 80 Mpa
Folyáshatár	1150 ± 80 MPa	1010 ± 80 Mpa
Szakadási nyúlás	8 ± 4 %	14 ± 4 %



5. AZ SLM GYÁRTMÁNYOK MINŐSÉGÉT BEFOLYÁSOLÓ FŐBB TÉNYEZŐK ÉS HATÁSUK

A 13. ábrán látható gráf szemlélteti a befolyásoló tényezők megjelenési helyét a folyamatban, illetve azok egymásra gyakorolt hatását.



13. ábra Az SLM végeredményét befolyásoló technológiai csoportok, azok paraméterei és egymásra gyakorolt hatásuk [31]



A szelektív lézeres olvasztás eredménye láthatóan számos tényezőtől függ, melyek [32] szerint következő alcsoportokba sorolhatók:

1. lézersugár tulajdonságai (hullámhossz, sugár átmérő a bevilágított felületen, teljesítménysűrűség stb.)
2. alapanyag tulajdonságai (por szemcseméret, olvadáspont, por folyékonysága stb.)
3. szkennelési paraméterek (pásztázási sebesség, vonalak távolsága, átlapolás mértéke stb.)
4. környezeti tényezők (hőmérséklet, védőgáz atmoszféra, maradék O₂ szint stb.)

A legtöbb esetben azonban nincs lehetőségünk minden paramétert változtatni, a főbb, általában állítható tényezők a következőkben foglalhatók össze.

5.1. Energiasűrűség

Az egyik legbefolyásosabb megmunkálási paraméter az energiasűrűség, melynek képlete:

$$E = \frac{P}{v \cdot h \cdot t}$$

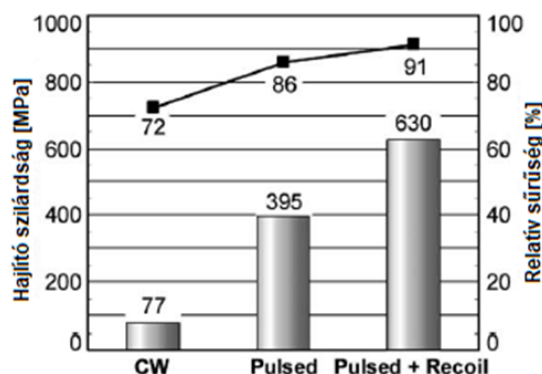
ahol E: energiasűrűség [J/mm³], P: lézersugár teljesítménye (W), v: pásztázási sebesség [mm/s], h: szomszédos pásztázási vonalak középvonalainak távolsága (angolul: hatch spacing) [mm], t: rétegvastagság [mm] [15]. Az energiasűrűség tehát egységnyi térfogatrészbe bevitt energiát jelent, mely több tényezőtől áll. Általánosságban elmondható, hogy ezen paraméterek – és összességében az energiasűrűség – megfelelő beállításával bármilyen alapanyag kellő minőségűre munkálható [33]. Az energiasűrűség nagysága az olvadéktócsa méretét, alakját befolyásolja. Túl nagy E esetén hosszabb, instabilabb olvadékfürdők keletkeznek, melyek nem egyenletesen, egyensúlyi átalakulásokkal szilárdulnak meg, így a kívánthoz képest eltérő mechanikai és fizikai tulajdonságokat kapunk eredményül (maradó feszültségek, nem egyensúlyi szövetelemek stb.). A túl alacsony energiasűrűség pedig nem megfelelően átolvasztott port és így a tervezettnél gyengébb szerkezeti tulajdonságokat, porózusabb végeredményt ad.

5.2. A lézersugár teljesítménye

A teljesítmény hatását befolyásolja a lézer üzemmódja, azaz folyamatos üzemben eltérő eredményt kapunk az impulzus üzemben működő lézerhez képest. Impulzus üzem esetén a pásztázási sebesség és az impulzus frekvenciája között megfelelő arányt kell találni, hogy folyamatos olvasztási vonalat kapjunk. Az impulzusüzemben a nagy csúcsteljesítmények jó rétegek közti kapcsolatot, nagyobb megmunkálási hőmérsékletet eredményeznek, mely utóbbi

a nedvesítésre pozitív hatással van, azonban ilyenkor a hőmérsékleti gradiensek is jóval nagyobbak. A nagyon magas csúcsteljesítmények az alapanyag gyors elpárolgását is eredményezhetik, mely a gyors expanzió hatására egy nyomó terheléssel visszahat az olvadéokra, és így jobb tulajdonságokat eredményez, azonban túl nagy teljesítmény esetén ez plazmaképződéshez, az olvadék szétfröccsenéséhez vezethet, ami a tulajdonságokat már rontja [15].

A különböző üzemmódokkal készült próbatestek hárompontos hajlítóvizsgálati eredményeit és relatív sűrűségüket mutatja a 14. ábra diagramja [34]. Ugyan a folyamatos vagy impulzus üzemmel készült darabok relatív sűrűségének (fekete négyzetek) eltérése nem igazán nagy, a szilárdságok (oszlopok) között számottevő a különbség. Ennek magyarázata, hogy a folyamatos üzem során gyenge kapcsolat jön létre a rétegek között. A korábban magyarázott expanziós visszahatás jó tulajdonságát is megfigyelhetjük, a sima impulzus üzemmódhoz képest bár csak 5%-kal nőtt a relatív sűrűség, a hajlítószilárdság azonban több mint másfélszeresére nőtt.

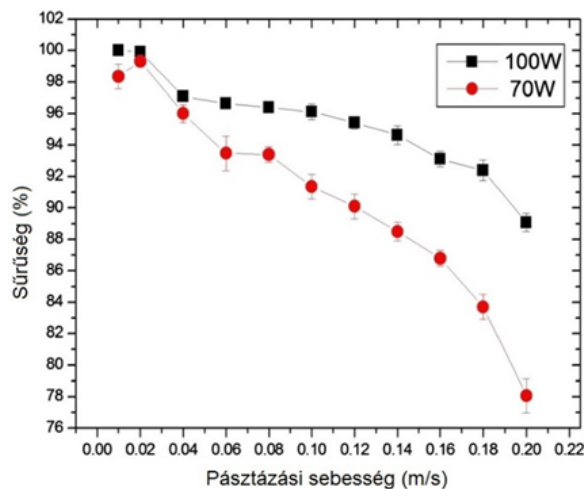


14. ábra A relatív sűrűség és a hajlító szilárdság változása az eltérő üzemmódok esetében [34]

5.3. A pásztázási sebesség

A lézertölt mozgásának sebessége. Minél nagyobb az értéke, annál kevesebb energia bevitelére van lehetőség, azaz csökken az energiasűrűség. Nagyságának a szelektív lézeres olvasztó berendezés képességei szabnak határt (általában max. 7-10 m/s). Egy réteg felületi minősége jobb, ha kisebb a sebesség, azonban nagyobb sebesség szükséges ahhoz, hogy jobb legyen a többretegű felületek minősége [35]. Alacsony pásztázási sebesség esetén az olvadék alakja elnyújtott, jellege pedig instabil lesz. Ez az instabilitás az olvadék hidrodinamikájának hatása, mely a sebesség csökkenésével egyre jelentősebb mértékben befolyásoló tényező [36]. Pattanayak [28] összefüggést figyelt meg az elkészült alkatrészek porozitására a pásztázási sebesség és a lézerteljesítmény arányának függvényében. Vizsgálati anyaguk titán volt, kapott eredményük azt mutatja, hogy egy bizonyos mérték fölött (itt 0,5 Ws/mm) a sűrűség

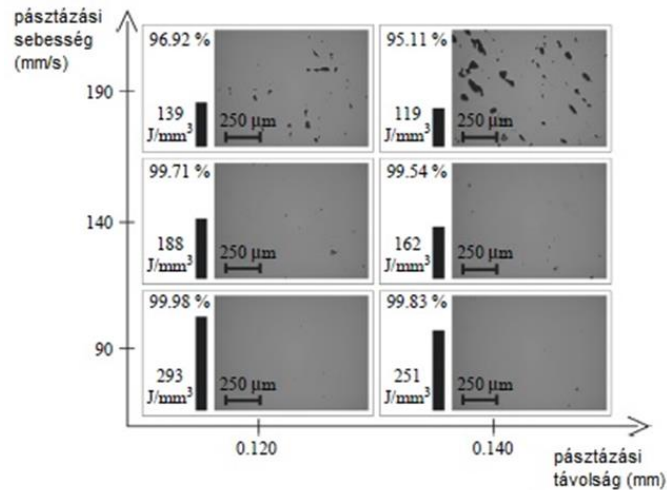
állandósul P/v függvényében. Ez természetesen csak egy összefüggés, más paraméterek (pásztázási vonalak távolsága, pásztázási stratégiák megválasztása, rétegvastagság) hatását sem szabad elhanyagolni, ugyanis ezek jelentős befolyással lehetnek a porozitáson kívül más minőségi tulajdonságokra is. Továbbá a sebesség csökkenésével a Vickers mikrokeménység nő [14].



15. ábra Az elkészült alkatrész sűrűsége a pásztázási sebesség és a lézersugár teljesítményének függvényében [37]

5.4. Pásztázási vonalak távolsága

A lézersugár átmérőjének függvényében változtatja a szomszédos pásztázási vonalak átfedését. Ez azért fontos, mert az esetlegesen megszilárdult vonal átfedés nélkül nem fog összekapcsolódni a szomszédos, később készített vonallal, így inhomogén, nem tömbi tulajdonságokkal rendelkező alkatrészt kapunk végeredményül. Megfelelő méretre választva az újraolvasztott anyag kohéziós kapcsolatot hoz létre az újonnan keletkezett olvadékkal, melynek általános feltétele, hogy kisebb legyen a lézersugár átmérőjénél ($h < d$). Ez a paraméter azonban nemcsak a sűrűsége van hatással, hanem az elérhető legkisebb falvastagságra is. Minél kisebb két párhuzamos vonal távolsága, annál vékonyabb, stabilabb és kevesebb hibával rendelkező falak készíthetők, ugyanis a porba sűrűn táplált hőenergia lassítja az olvadék kihűlését, ezáltal kellőképpen átolvad a szükséges pormennyiség [28].



16. ábra Az elkészült alkatrész sűrűsége és felszíni fénymikroszkópos képei a teljesítménysűrűség, pásztázási sebesség és -távolság függvényében [15]

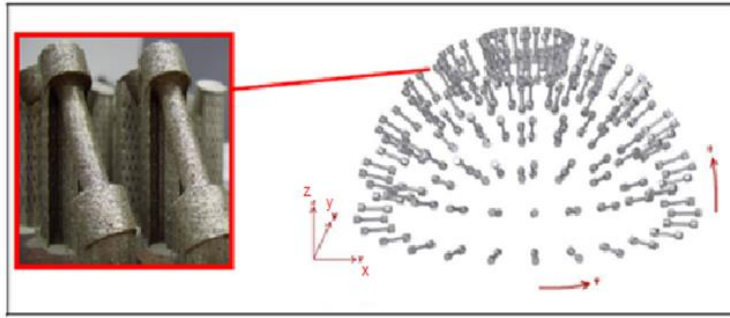
5.5. Rétegvastagság

Leginkább a por tulajdonságaitól (szemcseméret, -alak) és a gép képességeitől függő paraméter, mely az olvasztással készülő alkatrészek pontosságát, sűrűségét, az elkészítési időt befolyásolja. Értéke többnyire 30-50 μm között változtatható, azonban általánosságban elmondható, hogy a 30 μm -es vastagsággal készült alkatrészek felületi minősége megfelelő, és a szelektív lézeres olvasztott alkatrészekre jellemző lépcsőzetesség is minimális mértékű [38].

5.6. Az építés iránya

Egy alkatrész gyártásakor az építési irányok nemcsak az elkészítéshez szükséges időt, hanem legfőképp a munkadarab mechanikai tulajdonságait is befolyásolják. Az additív gyártás egyik tulajdonsága az így készült alkatrészek anizotrópiája a különböző irányokban.

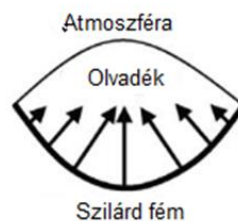
Rehme és társai [19] az irányfüggőséget 145 darab 316L jelzésű rozsdamentes acélból készített, 15 fokként félgömb alakban elhelyezett szakító próbatest gyártásával vizsgálták (17. ábra). Az építés iránya nagyban befolyásolja egy SLM-mel vagy additívan gyártott alkatrész mechanikai tulajdonságait orthotróp viselkedést kölcsönözve neki [20]. Az általuk vizsgált próbatestek folyáshatára az x-y síkban építve átlagosan 525 MPa, míg a z irányban építetteké átlagosan 486 MPa volt. Hasonló eltérést figyeltek meg a szakítószilárdság esetében, az x-y síkban itt 605 MPa, míg a z irányban 543 MPa értékeket mértek, azonban a maximumot az x-y síkkal 15°-ot bezáró szögben mérték, 618 MPa-t, a minimumot pedig 75°-ot bezáró szög esetén, 540 MPa-t.



17. ábra A szakirodalmi kísérletben használt próbatetek alakja és elhelyezkedésük a munkatérben gömbi koordinátarendszerben láthatók [19]

A szakadási nyúlások is a 15° -nál mutattak maximumot (29,7%), 75° -nál pedig minimumot (10,5%). A vizsgált irányok közül az x-y síkban való elforgatás a próbatesteken kisebb eltéréseket eredményezett a mechanikai tulajdonságok tekintetében, az x irányban gyengébb tulajdonságú próbatetek készültek az y-hoz képest. Ennek oka azonban az optikai rendszerben keresendő, ugyanis a kollimátor lencsék pontatlansága miatt a sugár M^2 tényezője az x irányban 1,5-ször nagyobb volt az y irányhoz képest, így az y irányban nagyobb energiasűrűséggel készült alkatrészek magasabb szilárdsággal is rendelkeztek. Az irányfüggőséget tehát a sugárminőség és az optikai rendszer is befolyásolhatja. Az építési irány azonban az E modulust nem befolyásolja, mivel az a kristályszerkezettől, nem pedig a mikrostruktúrától függ [19].

A [39.] irodalom szerint a különböző irányokban tapasztalt eltérő mechanikai tulajdonságok, vagyis az anizotrópia oka a megszilárdulás folyamatában keresendő, a különbözőség ugyanis a szemcsék növekedési irányától függ. A szemcsék jellemzően a hidegebb oldal irányából a melegebb oldal felé kezdenek növekedni. SLM során a hidegebb oldal az olvadék alja, ott a már előzetesen megolvastott és megszilárdult, kihűlt tömör anyag található (ekkor a hővezetés is sokkal nagyobb a por állapothoz képest). Az ömledékfürdő tetejét a lézersugárból érkező energia hevíti, a felszínnel szomszédos gáz atmoszféra pedig sokkal gyengébb hőelvonó képességgel rendelkezik, mint a tömör fém. A növekedési irány vázlatát mutatja a 18. ábra.

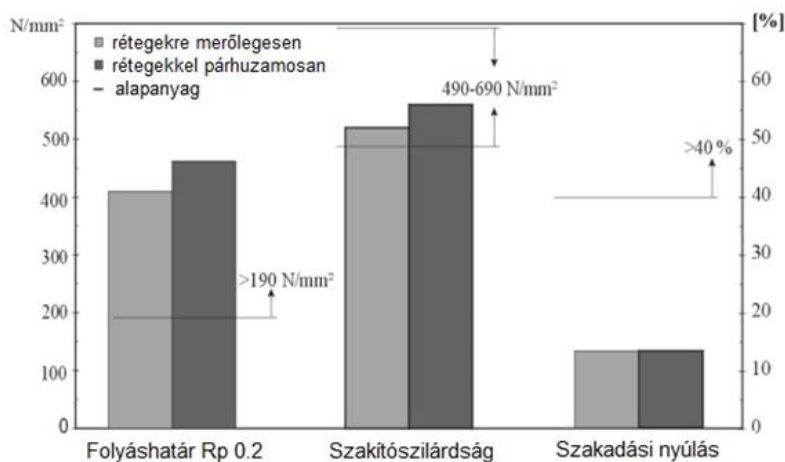


18. ábra Olvadék megszilárdulásának folyamata [39]

Fontos még megemlíteni, hogy az SLM-mel készült alkatrészek hagyományosokhoz viszonyított nagyobb szilárdságának oka a gyors hűlések miatt kialakuló finomabb szemcseszerkezet is (2. táblázat) [7]. Nyomószilárdság nőhet a kémiai- és hő-kezelés hatására. A keménység növekedése SLM esetén a gyors lehülésnek köszönhető, azonban növekvő energiasűrűséggel való megmunkáláskor nő a keménység is a porozitás csökkenése miatt.

2. táblázat Az SLM-mel és hagyományosan készített Ti6Al4V alkatrészek mechanikai tulajdonságai [15]

		SLM Ti6Al4V	Lágyított Ti6Al4V	Kiválósan keményített Ti6Al4V
Arkhimédész	Sűrűség (kg/m ³)	4420	4430	4430
Vickers	Keménység (HV)	410 (micro) 400 (macro)	350	395
Szakítás	Young-modulus (GPa)	94	110	110
	Folyáshatár (MPa)	1125	920	1100
	Szakítószilárdság (MPa)	1250	1000	1200
	Szakadási nyúlás (%)	6	12	10
Hajlítás	Young modulus (GPa)	93	110	110
	Folyáshatár (MPa)	1900	1500	1800
	Szakítószilárdság (MPa)	2000	1900	2050



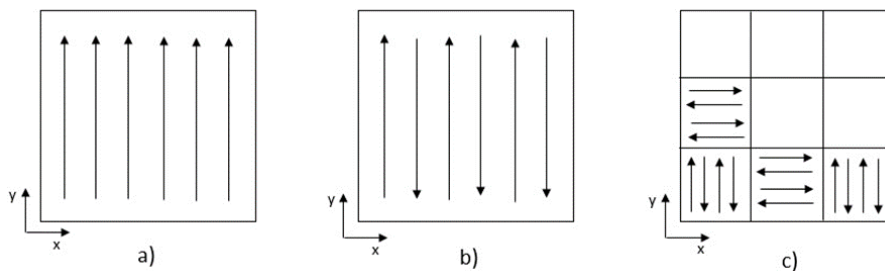
19. ábra SLM-mel készült Ti6Al4V alkatrész szilárdsági tulajdonságai a rétegépítéssel párhuzamosan és arra merőlegesen mérve [33]



5.7. Pásztázási stratégiák

Pásztázási stratégia a rétegek végig „szkennelésének” módját jelenti. Nagymértékben befolyásolja a hővezetést, ennek megfelelően a kialakuló szövetszerkezetet és a szemcsék növekedésének irányát a megszilárdulás során. A stratégia megválasztása tehát nemcsak a gyártás idejét, hanem a gyártmány minőségét is befolyásolja mind mechanikai, mind érdességi szempontból. Általános esetben a keresztmetszeteket egymással párhuzamos vektorokkal pásztázzák végig. Ha a pásztázandó terület kicsi, rövid szkennelési vektorokat kapunk, így a szomszédos vonalak egymás után gyorsan kerülnek olvasztásra, kevés idő lesz a hűlésre, ezáltal nagyobb lesz a hőmérséklet is. Nagy területek pásztázásakor a megolvasztott részeknek elég idejük van kihűlni, így kisebb lesz a hőmérséklet. Ennek eredményeképpen rosszabb lesz a nedvesítés, porózusabb, kevésbé sűrű végeredményt kapunk.

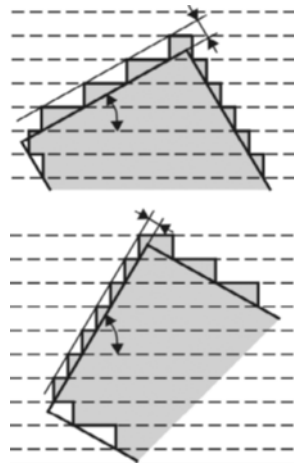
A fentiek alapján többfajta pásztázási stratégiát is összehasonlítottak. A sokáig általános, egyirányú (csak x vagy y irányú) pásztázás a szkennelendő geometria függvényében eltérő hőmérsékleti gradienseket és rossz minőséget, továbbá a pásztázás irányára merőlegesen a szkennelési vonalak barázdái nagy felületi érdességet eredményeznek. Valamivel jobb, az izotróphoz közeli anyagtulajdonságokat biztosít, ha váltakozóan oda-vissza irányban pásztázzák végig a keresztmetszetet, valamint ha az új réteget az előzőhöz képest 45-90°-kal elforgatva hozzák létre. A legjobb végeredmény úgy érhető el, ha a teljes keresztmetszetet kisebb területekre bontjuk (pl. 5x5 mm-es négyzetekre), majd ezeket egyesével sorban haladva, az oda-vissza stratégiát választva, négyzetenként az irányt 90°-kal elforgatva, majd a rétegeket egymáshoz képest szintén 45-90°-kal elforgatva pásztázzunk (sakktábla-szerű stratégia, 20. ábra, c)). Ekkor kisebb lesz a hőmérsékleti gradiens, továbbá a kis területek miatt kisebb teljesítmény is elegendő a megfelelő hőmérséklet eléréséhez. A legtöbb gyártó ehhez hasonló stratégiát ajánl és használ alapértelmezett beállításként berendezéseiken (EOS, Concept Laser, stb.). Az oldalak megfelelő érdességének eléréséhez a kontúrokat a teljes terület sraffozása előtt pásztázzák végig jellemzően a kitöltésnél kisebb teljesítménnyel.



20. ábra Pásztázási stratégiák. a) egyirányú, b) váltakozó irányú, c) sakktábla-szerű, váltott irányú

5.8. Érdesség

Az additív gyártás sajátossága, hogy az építési irányhoz képest ferde síkú felületeken lépcsőzetes topográfiát tapasztalhatunk. Ez nagyban befolyásolja az adott felület tulajdonságait, érdességét, így lehetőleg úgy kell megválasztani az építési elrendezést, hogy a működő felületek minél kevesebb vagy kisebb lépcsővel rendelkezzenek. A lépcső mérete a sík szögének koszinuszával arányosan csökken, azonban a rétegvastagság csökkentésével is csökkenthető. Mindkét esetben több lépcső jelenik meg, azonban méretük kisebb lesz, így a felületi érdesség is csökken.



21. ábra A felület lépcsőzetességének alakulása a felület dőlésszögének változásával [15]

A felszíni érdesség csökkenthető a vékonyabb rétegek alkalmazásával, ugyanis a jobb hővezetés és a kevesebb por kisebb és stabilabb olvadéktócsákat eredményeznek. Az oldali érdesség nem kiemelkedő, mert még viszonylag vastag ($50\ \mu\text{m}$) rétegek esetén is megfelelő az átlapolás. Az alsó felületeken az érdesség durvább, sőt 20 foknál nagyobb ferdeséggel nem állíthatók elő támaszok használata nélkül. A nagyobb érdességi értékeknek és a szabálytalan felületnek két oka van. Az egyik, hogy a lézer nem szilárd felület fölött pásztázza végig a port, hanem poron, így a hővezetés rosszabb, az olvadék hőmérséklete pedig kisebb lesz, aminek következménye instabil olvadéktócsa. A másik, hogy lecsüngő cseppkő alakú képződmények jönnek létre a felületen, mert az olvadék a gravitáció hatására a porba folyik. Az első rétegek építésére ennek megfelelően beállított lézeres paraméterek használata ajánlott [15].

5.9. A por tulajdonságai

Bár ezek egy normál építési folyamat során közvetlenül nem befolyásolható tényezők, a por minőségének hatásáról fontos említést tenni.



Szemcseméret

A szemcseméret, főként annak porbeli eloszlása befolyással bír a gyártási folyamat sebességére, az elkészült alkatrész felületi minőségére, mechanikai tulajdonságaira és rugalmasságára. Spierings és Levy [40] különböző szemcseméret eloszlású porokat, azokból azonos paraméterekkel készült alkatrészek sűrűségét vizsgálva arra jutottak, hogy a finom méretű szemcsék jelenléte az átlagosan akár nagyobb szemcsemérettel rendelkező porokból készült alkatrészek sűrűségét növelik, ugyanis az apró szemcsék képesek kitölteni a nagyobb szemcsék közti teret. Azonban egy bizonyos mennyiség felett ezek az apró szemcsék (5-6 μm) felhalmozódhatnak, csökkentve a por folyékonyságát, ezzel pedig nehezebbé teszik az egyenletes, homogén, megfelelő sűrűségű rétegek terítését. A többnyire durva porok nagyobb felületi érdességet eredményeznek főleg akkor, amikor a durva szemcsék csak részlegesen olvadnak meg a lézersugár hatására [41]. Minél nagyobb a rétegvastagság, a finom méretű szemcsék jelenlétének hatása annál kisebb lesz, a nagyobb átmérőjű szemcsék pedig kisebb sűrűséget eredményeznek, ugyanis ezek megolvasztásához több idő és energia szükséges, az energiaáram pedig csökken a rétegvastagság növelésével [42].

Szemcsealak

A szemcsék alakja sokféle lehet, azonban minél gömbszerűbbek, annál nagyobb a por tárolási sűrűsége, mivel alacsony a szemcsék közti súrlódás és mozgékonyabbak a részecskék [43].

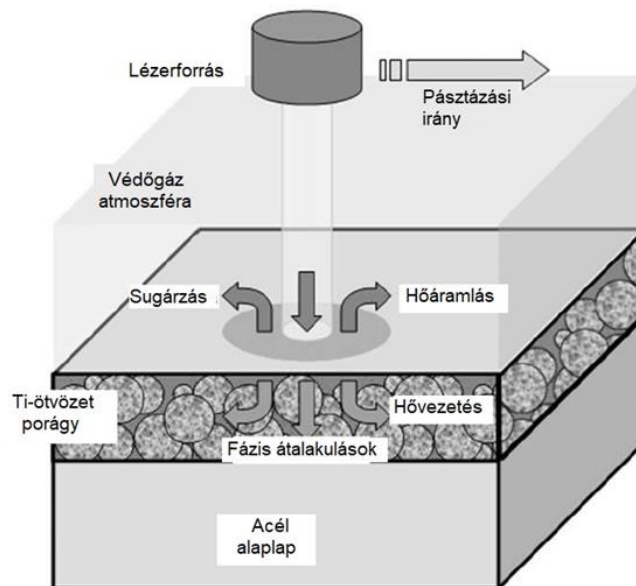
5.10. Porozitás

Pórusok keletkezésének több oka is lehet: gázzárványok, zsugorodás és a nem megfelelő olvasztás. Helytelen gyártási paraméterek választásával a legfőbb ok a rossz minőségű átolvasztás, azonban az optimális módon előállított, legnagyobb sűrűségű alkatrészek is rendelkeznek némi porozitással, mely a megszilárdulás során bekövetkező zsugorodásnak köszönhető [13]. A porozitás káros hatással van a mechanikai tulajdonságokra [15], viszont elengedhetetlen a megfelelő protézisek gyártásához, ugyanis elősegíti a csont sejtek növekedését a protézisen belül, ez pedig feleslegessé teszi a ragasztó alapú kötéseket, rögzítéseket alkalmazását [22].

5.11. Hőmérsékleti gradiensek

Fémek esetében a nagy hőmérsékleti gradiensek növelik a maradó feszültségeket és a deformációt, sőt akár a munkadarab töréséhez, repedéséhez is vezethetnek. Az effajta torzulások az SLM egyik legkomolyabb problémája [44]. A hővezetés folyamata (22. ábra) több összetevőből áll: a porágy sugárzása, hőáramlás a porágy és a környezet között, hővezetés a poron belül valamint a por és a szubsztrátum között, pórusok alakja és mennyisége,

gáztartalmuk [45]. A folyamat során előforduló nagy hőmérsékleti gradiensek hatására legtöbbször nem egyensúlyi szövetszerkezet alakul ki. A Ti6Al4V esetében ez finomszemcsés, tűske alakú martenzites fázist jelent. A szemcsék növekedésének iránya a helyi hővezetésnek megfelelő. A túl nagy hűlési sebességek és a túl nagy hőbevitel (pl. a lassú pásztázási sebesség miatt) Ti6Al4V esetében a Ti3Al intermetallikus fázis és alumínium kiválását eredményezhetik [14].

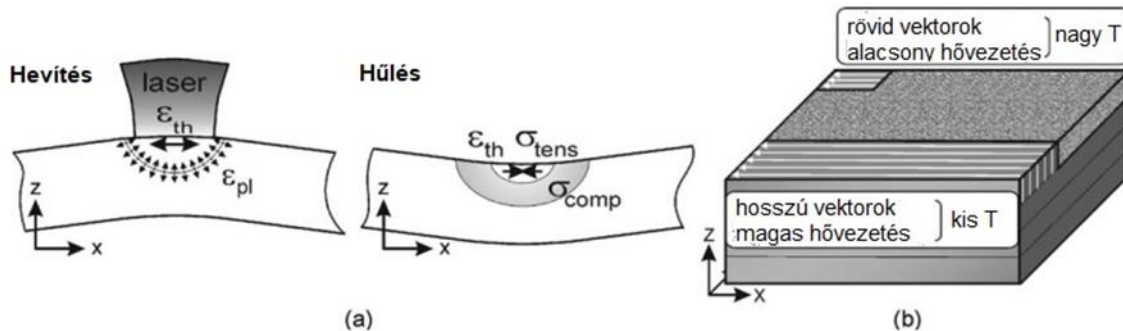


22. ábra A lézersugaras átolvasztási folyamat során a munkatérben lokálisan kialakuló hőmérsékletet befolyásoló tényezők [46]

5.12. Maradó feszültségek

A maradó feszültség egy SLM folyamat során függ az anyag tulajdonságaitól, a minták és támaszok geometriájától, a folyamat paramétereitől, mint például energiabevitel, rétegvastagság, pásztázási stratégia, előmelegítés. Yadroitsev és társai [4] kimutatták, hogy egy szelektív lézeres olvasztással készült alkatrészben a maradó feszültségek húzó jellegűek voltak, és a pásztázás irányában nagyobb mértékkel bírtak, mint arra merőlegesen. Ti6Al4V ötvözet esetében a húzófeszültség a rétegek számával nőtt, azonban jelentős eltéréseket mutattak ki két réteg feszültsége között is. A maradó feszültségeket és a nagy hőmérsékleti gradienseket legtöbb esetben a szubsztrátum és/vagy a kamra előmelegítésével, megfelelő pásztázási stratégia kiválasztásával csökkentik. A felület gyors hevítése és a lassú hővezetés miatt egy meredek hőmérsékleti gradiens keletkezik. Az emelkedő hőmérséklet hatására az anyag szilárdsága csökkenni kezd. A hevített felső réteg tágulása (23. ábra, a) rugalmas és képlékeny nyomó (ϵ_{pl}) alakváltozást szenved a környező anyagmennyiség szabad hőtágulást (ϵ_{th}) akadályozó hatása miatt. A nyomott, plasztikusan alakváltozott felső réteg a hűlés és

zsugorodás során rövidebb lesz az alsó rétegnél, így a lézersugár irányában hajlító alakváltozás lép fel. Minden megszilárdult réteg a fölé kerülő újabb porréteg megolvasztásakor hasonló jellegű hőterhelést kap. Az ennek hatására keletkező feszültségek a megszilárdult réteget a lézersugár irányába akarják elhajlítani (σ_{tens}), ami a munkadarab torzulásához, tönkremeneteléhez vezethet (repedések) [47, 48].



23. ábra a) Maradó feszültségek kialakulásának folyamata, b) pásztázási stratégia hatása a kialakuló hőmérsékletre [48] alapján

5.13. Nedvesítés

Az SLM során jelentkező egyik hátrányos jelenség a gömb alakú cseppek képződése. Ez akkor történik meg, ha az olvadék a nagy felületi feszültsége miatt nem nedvesíti az alatta lévő szilárd réteget, így gömb alakúvá áll össze durva, gyöngyszerű felületet eredményezve. Emiatt az elkészült darab sűrűsége a vártnál alacsonyabb lesz. A valóságban az olvadék tócsa egy félhengerrel modellezhető, ezért a megmunkálási paramétereket úgy kell megválasztani, hogy az olvadék hossz/átmérő (l/d) viszonya a lehető legkisebb legyen [49]. Mivel a folyékony fémek nem igazán nedvesítik az oxidált felületeket, az oxidációt kerülni kell. Ennek érdekében az előző réteg megfelelő mértékű újraolvasztása szükséges ahhoz, hogy a felületi szennyező anyagokat, oxidréteget eltávolítsuk, és hogy biztosítsuk az atomi szintű szilárd-folyadék kapcsolatot [50].

6. ÖSSZETÉTELVIZSGÁLAT

Ahhoz, hogy egy implantátum a fokozott egészségügyi követelményeket kielégítse, fontos, hogy az anyag összetétele megfeleljen a szigorú előírásoknak. A lézeres technológia következtében bármilyen zavaró tényező hatással lehet a folyamatra, megváltozhat az elkészült darab összetételében a szennyezőtartalom. Például a környezetből oxigén, nitrogén kerülhet az anyagba, valamint esetleg túlhevítési hatásokra bizonyos komponensek elgőzölgése esetén akár a fém komponensekben is eltérés fordulhat elő annak ellenére, hogy a gyártó berendezés



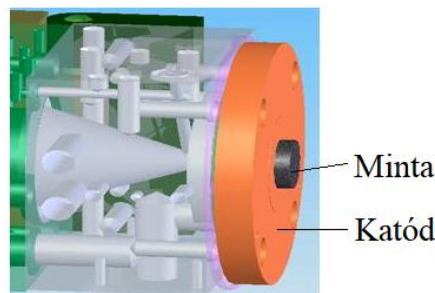
általában minden technológiai jellemző szempontjából folyamatfelügyelt. Ezért olyan anyagvizsgáló, összetétel gyorslemező szükséges a gyártóberendezés által előállított darabok gyors kontrolljára, ami a prototípusmintákkal egyidejűen, egy munkatérben előállított anyagvizsgáló mintákon meg tudja határozni a gázszennyezők (H, N, O) jelenlétét, esetlegesen a C-tartalom változását az alapösszetevőkön kívül megfelelő pontossággal. A vizsgáló berendezés még annak az ellenőrzésére is képes, hogyha egy darab hosszabb ideig szobakörnyezetben levegő hatásának van kitéve, akkor a tárolásból adódó felületi szennyezőtartalmat vagy az összetétel mélységi változását mélységi elemzéssel is ki tudja egészíteni.

6.1. GDOES optikai emissziós spektrométer

A gyűrűszerűen gerjesztett plazma kisüléssel leválasztó optikai emissziós spektrometria (angolul: Glow Discharge Optical Emission Spectrometry, röviden: GDOES) egy minőségi és mennyiségi összetétel elemzésre alkalmas eljárás fémes és nem fémes anyagok esetében egyaránt. A módszer lehetővé teszi a minta elemi összetevőinek mérését valamint a mélységi elemzést és a rétegstruktúrák vizsgálatát. Az így analizálható rétegek vastagsága 50 nm és néhány száz μm között változhat. A vizsgálatra alkalmas anyagok közé tartoznak fémek, félvezetők, üveg, kerámiák és polimerek [51].

6.2. A mérőeszköz felépítése

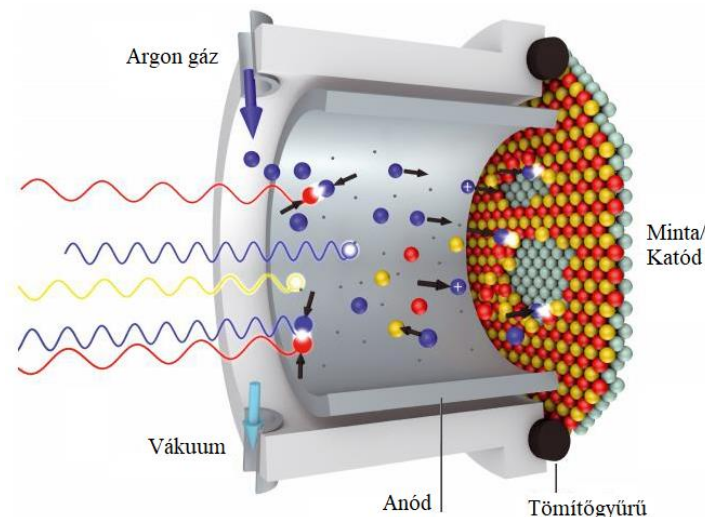
A fényenergia forrása egy Grimm típusú kibocsátó cső, amely jellemzője az elektródák különleges elhelyezése. Az egyenáram két elektródája egy üreges henger alakú anódból és egy katódból épül fel. A mintadarab közvetlenül a katódra kerül, és így az is katódként funkcionál. A darabnak, egy tömítő gyűrű felületén jól kell zárnia a teret, hogy vákuumot lehessen generálni, így a vizsgálandó mintán megfelelően sima sík felületet, kell kialakítani (24. ábra). Plazmagázként legtöbbször argont használnak, azonban olyan gázok is alkalmazhatók, mint a neon vagy az argon és hidrogén keveréke [51].



24. ábra A fénykibocsátó forrás vázlata. A minta gumigyűrűn tömítve zárja le a katódon lévő furat körül teret, a vákuumtér létrehozásához [51]

6.3. A mérőberendezés működési elve

A fénykibocsátó forrás vákuumterét alacsony nyomású argonnal töltik fel. Az üreges anód és a katód (vagyis a minta) közötti egyenfeszültség az argon atomokat ionizálja, plazmát létrehozva. Az argon kationok ekkor a minta negatív felülete felé gyorsulnak, és kiütnek néhány atomot a vizsgálandó felületből. Ezek a részecskék a plazmába kerülve nagyenergiájú elektronokkal ütköznek. Az ütközések során az atomok egy magasabb, gerjesztett energiaszintre jutnak, amelyről alapállapotba visszaesve karakterisztikus hullámhosszú fényt bocsátanak ki (25. ábra). A spektrométer a fényt a spektrális komponenseire bontja, amelyeket az érzékelő rendszerből megfelelő frekvenciánként és intenzitásként szolgáltatja az információt az adatok feldolgozásához. Az egyes hullámhosszokon érzékelhető intenzitás arányos a megfelelő elem mennyiségi előfordulásával a plazmában, amelyet az etalonokkal elvégzett kalibráláskor beállított erősítési szintek segítenek hitelessé tenni.

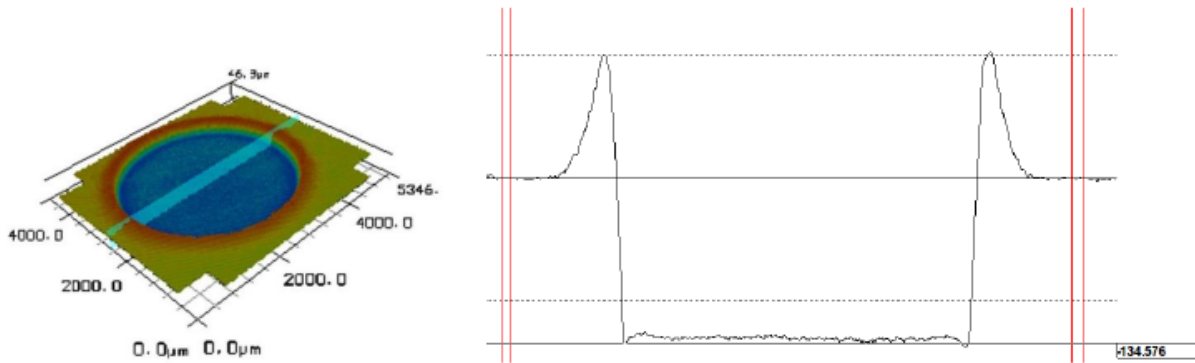


25. ábra Porlasztó folyamat a fénykibocsátó forráson belül. Sárga/piros gömbök: minta atomjai; kék gömbök: argon atomok vagy kationok [51]

Szigetelő anyagok vizsgálatához rádiófrekvenciás gerjesztést (RF) használnak. A RF-generátor működhet folyamatos és impulzus üzemben is. A plazmában lévő állapotok néhány ms alatt stabilizálódnak. Az impulzus üzemben való vizsgálat az ultravékony rétegek (néhány nanométer vastagság) jobb felbontását, valamint az alacsony energiabevitelnek köszönhetően a hőérzékeny minták óvatos vizsgálatát teszi lehetővé.

A vizsgálati atomok a felülettel párhuzamosan kerülnek eltávolításra, vagyis a minta rétegről rétegre elemezhető. A megfelelő körülmények alkalmazása lokális sík mérési részfelületeket

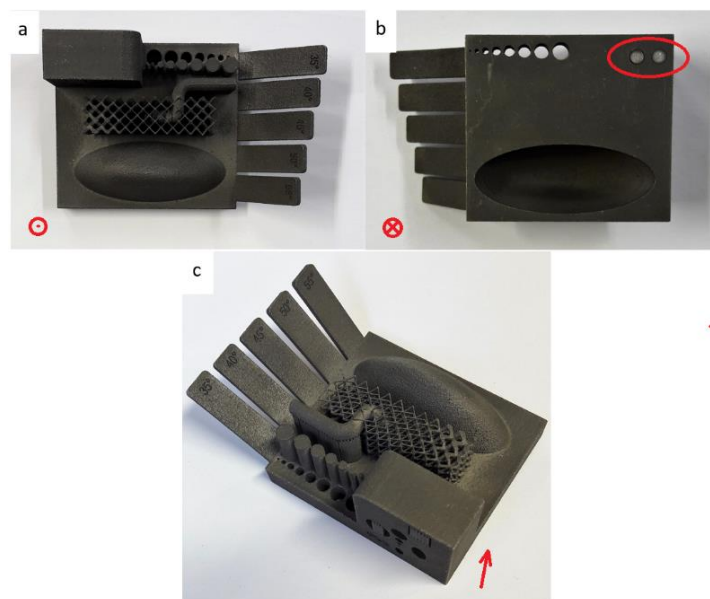
eredményeznek a mintán (26. ábra). Mivel az eróziós sebesség néhány nanométer másodpercenként, a vizsgálatok mindössze néhány percet vesznek igénybe [51].



26. ábra 3D ábra (balra) és keresztmetszet (jobbra) egy átlagos mérési foltról [51]

6.4. Vizsgálat egy mintadarabon

A berendezés segítségével egy lézeres olvasztással kialakított tesztarabot vizsgáltunk, ellenőrizve annak a tervezett összetételét, valamint a felületi réteg mélységi elemzését is lefolytattuk a darabon. Egy ilyen vizsgálat eredménye látható a 28. ábra grafikonján és a 3. táblázatban, ahol a különböző, összetevők színes jelölésű felépítő anyagainak mennyisége (tömeg%-ban) látható a mélység függvényében, az áttekinthetőség érdekében anyagonként eltérően 1-10-100-1000-szeres nagyításban. A vizsgálati minta egy Ti-6Al-4V porból lézeres olvasztással (SLM) készült, melynek képeit és a vizsgálat helyét mutatja a 27. ábra. A mintadarab szabad levegőn volt tárolva hosszabb ideig (>> 72 óra) a vizsgálat előtt.



27. ábra A vizsgálati darab, a) felülnézetben, b) alulnézetben a vizsgálati helyekkel kiemelve, c) axonometrikus nézetben. Az építés z iránya jelölve minden ábrán



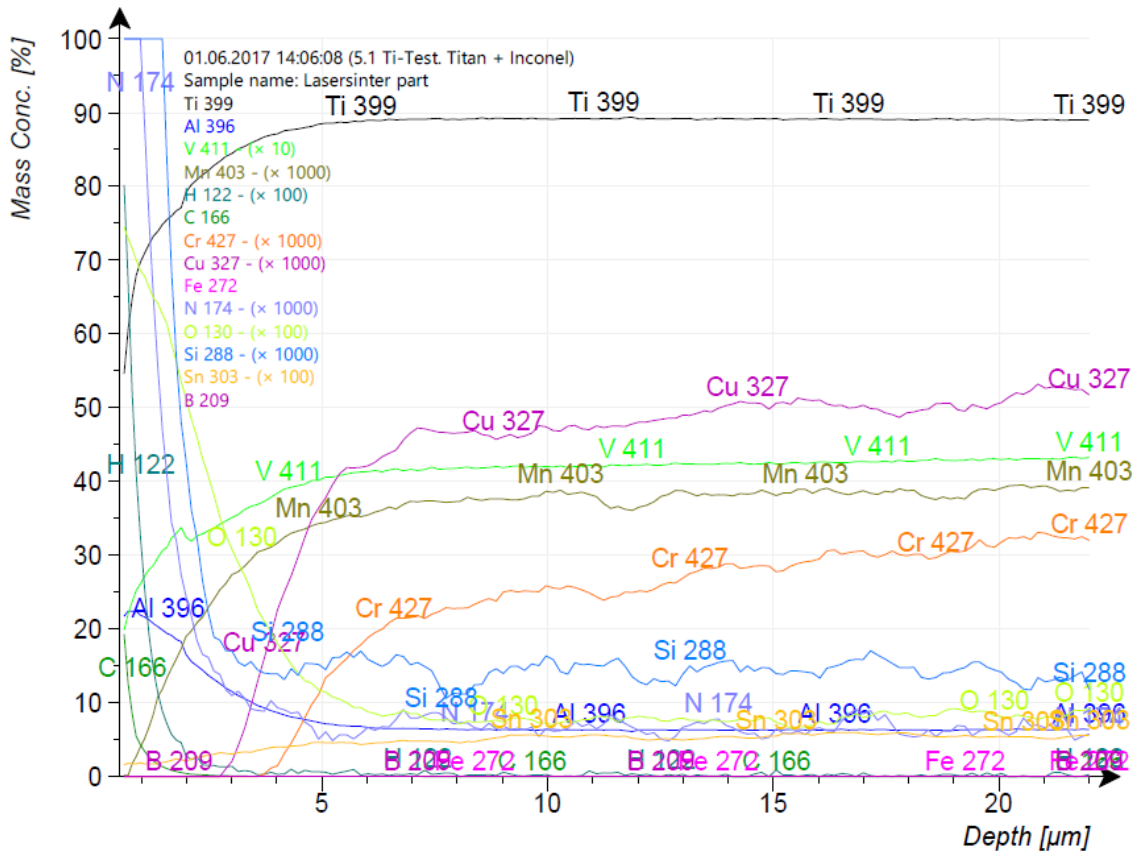
TDK dolgozat

Az összetétel változása a diagramok mélységi eltérései alapján jól láthatóan 4-5 μm -es mélységtől állandósul, ekkor áll be az egyensúlyi összetétel arány az alkotók között. Megfigyelhető, hogy a legfelső rétegben (0-4 μm) oxigén és nitrogén nagyobb mértékben volt jelen, mint azt az elméleti összetétel megengedte volna, mely a tárolás módjának következménye.

A szerkezeti összetétel változása is szembeűnő ebben a tartományban, melyről pontos adatot a táblázatban olvashatunk 2,6119 μm -nél. A Ti mennyisége ugyanis majdnem 20%-kal alacsonyabb az egyensúlyi szinthez ($\approx 90\%$) képest, míg alumíniumból 19,263% található 5,5-6,5% helyett, vanádiumból pedig kevesebb, 2,849% a 3,5-4,5% helyett. Az alumínium és titán ilyesfajta aránya nem egyensúlyi szövetszerkezetre enged következtetni, melynek több oka lehet, például az építés során keletkező nagy hőelvonás. Ezeket a hatásokat későbbi, célzott vizsgálatokkal lenne érdemes tovább kutatni legfőképp azért, mert az alumínium csontszövetbe jutása késlelteti, csökkenti vagy megakadályozza a csontosodást, a kalcium-foszfát kiválását. Az alumínium sók továbbá chondrogenesis-t (porcdifferenciáció) és osteogenesis-t (csonttörékenység vagy üvegcsont) okoznak az élő szervezetben [52]. A nem egyensúlyi arány valószínűsíti, hogy az alumínium, jelentős része nincs lekötve vegyületformában, így protézisként ezzel a felszíni réteggel érintkezve a szervezet könnyedén kioldhatja azt.

Figyelemre méltó itt még a szén mennyisége is, ami ebben a mélységben majdnem 5%, a grafikon alapján pedig a felszínhez még közelebb majdnem eléri a 20%-ot is, azonban pár μm -rel mélyebben már az előírt 0,08%-os szint alatt van. Feltételezhetően ez annak köszönhető, hogy a mintadarabot szabad kézzel kezelték, és szennyeződések tapadtak rá. Ennek pontos okát, továbbá a tárolás megfelelő módját is fontos tovább vizsgálni a későbbiekben.

Alsóbb rétegekben (5 μm -nél mélyebben) azonban megfigyelhető, hogy minden anyag mennyisége beáll egy állandó szintre. Összevetve az EOS ugyanerre az anyagra vonatkozó összetételével, a következők állapíthatók meg. Az alumínium tartalom 9 μm -tól 6,4-6,3%, mely már az elfogadható tartományba (5,5-6,5%) esik. A másik fontos összetevő, a vanádium mennyisége már 4,7782 μm -tól eléri a megadott szintet (3,5-4,5%), és a vizsgált mélységig benne is marad, bár enyhe növekedést mutat a munkadarab belseje felé. Az oxigéntartalom csak 6,9616 μm -nél megy az előírt maximális 0,150% alá, a nitrogén és a hidrogén viszont már 4,7782 μm mélységben a maximális érték alatt van. Bármely másik elemet nézve egyik sem haladja meg a gyártói ajánlást (0,1%).

28. ábra A GDOES vizsgálat eredménye 20 μm mélységig [51]

3. táblázat Az anyagösszetételek változása az első oszlopban megadott mélységben az induló felülettől [51]

Tiefe [μm]	Ti 399	Al 396	V 411	Mn 403	H 122	C 166	Cr 427	Cu 327	N 174	O 130	Si 288	Sn 303
2,6119	71,746	19,263	2,849	0,011	0,231	4,956	0,002	0	0,072	0,637	0,18	0,02
4,7782	85,942	9,972	3,692	0,03	0,008	0,064	0,002	0,014	0,01	0,216	0,015	0,037
6,9616	88,764	6,85	4,105	0,035	0,005	0,023	0,017	0,041	0,006	0,091	0,016	0,05
9,1781	89,15	6,404	4,179	0,037	0,003	0,018	0,023	0,047	0,007	0,075	0,013	0,045
11,2428	89,171	6,336	4,203	0,038	0,002	0,016	0,025	0,047	0,007	0,077	0,015	0,058
13,4716	89,188	6,309	4,226	0,037	0,003	0,015	0,026	0,048	0,007	0,078	0,014	0,05
15,549	89,15	6,324	4,242	0,038	0,002	0,014	0,028	0,05	0,006	0,073	0,015	0,054
17,6369	89,123	6,337	4,261	0,039	0,002	0,014	0,03	0,05	0,007	0,069	0,015	0,059
19,8951	89,082	6,323	4,267	0,038	0,002	0,013	0,03	0,05	0,006	0,094	0,015	0,055
22,0014	89,023	6,376	4,308	0,039	0,002	0,013	0,032	0,052	0,006	0,084	0,013	0,054

7. ÖSSZEFOGLALÁS

A dolgozatban bemutatott implantátum előállítási módszer és a darabok vizsgálati technikája megmutatta, hogy a szelektív lézeres olvasztás (SLM) számos paraméteren keresztül képes befolyásolni a gyártmány minőségét. Ez az implantátumok esetében kiemelkedően fontos, hogy a legmegfelelőbb anyagokból és tulajdonságokkal alakítsuk ki a humán implantátumokat, hogy ne veszélyeztessük a páciensek mielőbbi egészség visszaállítását, a jobb életminőség elérését. A minőségbiztosítási rendszer helyes kialakítása és működtetése, valamint a technológia fejlesztése, a megfelelő felületi kezelések, az elkészült darabok tárolásának módja együttesen



segít az egyedi testreszabott implantátumok magas szintű automatizált előállításában. A dolgozat rámutatott a tevékenységek összetettségére és a különféle tudományterületek integrált tovább fejlesztésének szükségességére.

8. KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Köszönjük a Varinex Zrt., valamint a Grimas Kft. és a Spektruma Analytik Gmbh. összetétel elemzéshez nyújtott segítségét.

A projekt a Nemzeti Kutatási és Innovációs Hivatal támogatásával az NKIH Alapból valósul meg, a projekt címe: „Egyénre szabott orvos-biológiai implantátumok és segédeszközök új generációs gyártási folyamatának kidolgozása additív technológiákra”; a pályázat azonosító száma: NVKP_16-1-2016-0022.

A kidolgozók köszönik a támogatást.



9. IRODALOMJEGYZÉK

- [1] Sz. Herczeg, J. Takács: Influence of scanning speed on the mechanical and structural properties of laser sintered prototypes, *Periodica Polytechnica Transport Engineering*, Budapest. 2004 32/1-2, pp.: 83-90, HU ISSN 0303-7800
- [2] KESZTE R: Korszerű járműgyártás technológiák OMFB TEP tanulmány, Budapest, 2000
- [3] Bartolo, P., Kruth, J. P., Silva, J., Levy, G., Malshe, A., Rajurkar, K., ... & Leu, M. (2012). Biomedical production of implants by additive electro-chemical and physical processes. *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, 61(2), 635-655.
- [4] Bankoff, A. D. P. (2012). Biomechanical characteristics of the bone. INTECH Open Access Publisher.
- [5] Bodnárné Veronika: A csont biomechanikája, előadás, <http://slideplayer.hu/slide/2162380/>
- [6] Pal, S. (2014). Mechanical properties of biological materials. In *Design of Artificial Human Joints & Organs* (pp. 23-40). Springer US.
- [7] Keller, T. S., Mao, Z., & Spengler, D. M. (1990). Young's modulus, bending strength, and tissue physical properties of human compact bone. *Journal of Orthopaedic Research*, 8(4), 592-603.
- [8] Bartolo, P. J., Chua, C. K., Almeida, H. A., Chou, S. M., & Lim, A. S. C. (2009). Biomanufacturing for tissue engineering: present and future trends. *Virtual and Physical Prototyping*, 4(4), 203-216.
- [9] Liu, C. Z., & Czernuszka, J. T. (2007). Development of biodegradable scaffolds for tissue engineering: a perspective on emerging technology. *Materials science and technology*, 23(4), 379-391.
- [10] Lin, F. H., Liao, C. J., Chen, K. S., Sun, J. S., & Liu, H. C. (1997). Degradation behaviour of a new bioceramic: Ca₂P₂O₇ with addition of Na₄P₂O₇· 10H₂O. *Biomaterials*, 18(13), 915-921.
- [11] Heymann D, Pradal G, Behahmed M (1999) Cellular Mechanisms of Calcium Phosphate Ceramic Degradation. *Histology and Histopathology* 14:871–877.
- [12] Sealy, M. P., & Guo, Y. B. (2011). Fabrication and characterization of surface texture for bone ingrowth by sequential laser peening biodegradable orthopedic magnesium-calcium implants. *Journal of Medical Devices*, 5(1), 011003.
- [13] Hao, L., Dadbakhsh, S., Seaman, O., & Felstead, M. (2009). Selective laser melting of a stainless steel and hydroxyapatite composite for load-bearing implant development. *Journal of Materials Processing Technology*, 209(17), 5793-5801.



- [14] Thijs, L., Verhaeghe, F., Craeghs, T., Van Humbeeck, J., & Kruth, J. P. (2010). A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V. *Acta Materialia*, 58(9), 3303-3312.
- [15] Vandenbroucke, B., & Kruth, J. P. (2007). Selective laser melting of biocompatible metals for rapid manufacturing of medical parts. *Rapid Prototyping Journal*, 13(4), 196-203.
- [16] Morgan, N. B.: Medical shape memory alloy applications—the market and its products. *Mater. Sci. Eng.: A* 378 (2004), 16–23.
- [17] Ashby, M. F., & Gibson, L. J. (1997). *Cellular solids: structure and properties*. In Cambridge University Press. Cambridge New York.
- [18] Gibson, L. J. (2000). Mechanical behavior of metallic foams. *Annual review of materials science*, 30(1), 191-227.
- [19] Ramirez, D. A., Murr, L. E., Martinez, E., Hernandez, D. H., Martinez, J. L., Machado, B. I., ... & Wicker, R. B. (2011). Novel precipitate–microstructural architecture developed in the fabrication of solid copper components by additive manufacturing using electron beam melting. *Acta Materialia*, 59(10), 4088-4099.
- [20] Murr, L. E., Gaytan, S. M., Medina, F., Lopez, H., Martinez, E., Machado, B. I., ... & Bracke, J. (2010). Next-generation biomedical implants using additive manufacturing of complex, cellular and functional mesh arrays. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 368(1917), 1999-2032.
- [21] Hazlehurst, K., Wang, C. J., & Stanford, M. (2013). Evaluation of the stiffness characteristics of square pore CoCrMo cellular structures manufactured using laser melting technology for potential orthopaedic applications. *Materials & Design*, 51, 949-955.
- [22] Murr, L. E., Gaytan, S. M., Ramirez, D. A., Martinez, E., Hernandez, J., Amato, K. N., ... & Wicker, R. B. (2012). Metal fabrication by additive manufacturing using laser and electron beam melting technologies. *Journal of Materials Science & Technology*, 28(1), 1-14.
- [23] Smith, M., Guan, Z., & Cantwell, W. J. (2013). Finite element modelling of the compressive response of lattice structures manufactured using the selective laser melting technique. *International Journal of Mechanical Sciences*, 67, 28-41.
- [24] Parthasarathy, J., Starly, B., Raman, S., & Christensen, A. (2010). Mechanical evaluation of porous titanium (Ti6Al4V) structures with electron beam melting (EBM). *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 3(3), 249-259.



- [25] Rainer, A., Giannitelli, S. M., Abbruzzese, F., Traversa, E., Licoccia, S., & Trombetta, M. (2008). Fabrication of bioactive glass–ceramic foams mimicking human bone portions for regenerative medicine. *Acta Biomaterialia*, 4(2), 362-369.
- [26] Boyan, B. D., Hummert, T. W., Dean, D. D., & Schwartz, Z. (1996). Role of material surfaces in regulating bone and cartilage cell response. *Biomaterials*, 17(2), 137-146.
- [27] Zhang Jian, Li Deying et al. "Simulation of Temperature Field in Selective Laser Sintering of Copper Powder", available at: <http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp?arnumber=05535715> (accessed 2 August 2012).
- [28] Pattanayak, D. K., Fukuda, A., Matsushita, T., Takemoto, M., Fujibayashi, S., Sasaki, K., ... & Kokubo, T. (2011). Bioactive Ti metal analogous to human cancellous bone: fabrication by selective laser melting and chemical treatments. *Acta Biomaterialia*, 7(3), 1398-1406.
- [29] https://www.eos.info/eos_binaries3/eos/65318fda028eb6d5/f17c9ab6a26a/SS-17-4PH_M280-M290_Flexline_Material_data_sheet_12-15_en.pdf
- [30] https://cdn2.scrvt.com/eos/fe8d0271508e1e03/d6e4d305e880/EOS_Titanium_Ti64_en.pdf
- [31] Herczeg Szabolcs: Gyorsprototípus gyártás feltételrendszerének kidolgozása lézeres szinterezéshez és az Fe-Ni-Cu(P) alapú modellek tulajdonságainak vizsgálata 2006 BME-KSK Budapest
- [32] Dai, K., & Shaw, L. (2005). Finite element analysis of the effect of volume shrinkage during laser densification. *Acta materialia*, 53(18), 4743-4754.
- [33] Kruth, J. P., Mercelis, P., Van Vaerenbergh, J., Froyen, L., & Rombouts, M. (2005). Binding mechanisms in selective laser sintering and selective laser melting. *Rapid prototyping journal*, 11(1), 26-36.
- [34] Kruth, J. P., Froyen, L., Van Vaerenbergh, J., Mercelis, P., Rombouts, M., & Lauwers, B. (2004). Selective laser melting of iron-based powder. *Journal of Materials Processing Technology*, 149(1), 616-622.
- [35] Zhang Jian, Li Deying et al. "Simulation of Temperature Field in Selective Laser Sintering of Copper Powder", available at: <http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp?arnumber=05535715> (accessed 2 August 2012).
- [36] Vandenbroucke B. PhD thesis. KU Leuven; 2008.
- [37] Zhang, B., Liao, H., & Coddet, C. (2013). Selective laser melting commercially pure Ti under vacuum. *Vacuum*, 95, 25-29.



- [38] Kruth, J. P., Vandenbroucke, B., Vaerenbergh, J., & Naert, I. (2005). Rapid manufacturing of dental prostheses by means of selective laser sintering/melting.
- [39] Hanzl, P., Zetek, M., Bakša, T., & Kroupa, T. (2015). The influence of processing parameters on the mechanical properties of SLM Parts. *Procedia Engineering*, 100, 1405-1413.
- [40] Spierings, A. B., & Levy, G. (2009, August). Comparison of density of stainless steel 316L parts produced with selective laser melting using different powder grades. In *Proceedings of the Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium* (pp. 342-353). Austin, TX.
- [41] Karapatis, P. (2002). A sub-process approach of selective laser sintering.
- [42] Gusarov, A. V., & Kruth, J. P. (2005). Modelling of radiation transfer in metallic powders at laser treatment. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 48(16), 3423-3434.
- [43] Karapatis, N. P., Egger, G., Gygax, P. E., & Glardon, R. (1999, August). Optimization of powder layer density in selective laser sintering. In *Proc. of Solid Freeform Fabrication Symposium 1999* (pp. 255-263).
- [44] Contuzzi, N., Campanelli, S. L., & Ludovico, A. D. (2011). 3 D FINITE ELEMENT ANALYSIS IN THE SELECTIVE LASER MELTING PROCESS. *International Journal of Simulation Modelling*, 10(3), 113-121.
- [45] Zeng, K., Pal, D., & Stucker, B. (2012, August). A review of thermal analysis methods in Laser Sintering and Selective Laser Melting. In *Proceedings of Solid Freeform Fabrication Symposium Austin, TX*.
- [46] Roberts, I. A., Wang, C. J., Esterlein, R., Stanford, M., & Mynors, D. J. (2009). A three-dimensional finite element analysis of the temperature field during laser melting of metal powders in additive layer manufacturing. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 49(12), 916-923.
- [47] Kruth, J. P., Froyen, L., Van Vaerenbergh, J., Mercelis, P., Rombouts, M., & Lauwers, B. (2004). Selective laser melting of iron-based powder. *Journal of Materials Processing Technology*, 149(1), 616-622.
- [48] Yadroitsev, I., & Yadroitsava, I. (2015). Evaluation of residual stress in stainless steel 316L and Ti6Al4V samples produced by selective laser melting. *Virtual and Physical Prototyping*, 10(2), 67-76.
- [49] N.P. Karapatis, A sub-process approach of selective laser sintering, Ph.D. Thesis, Ecole Polytechnique Federal de Lausanne, 2001.



- [50] Eustathopoulos, M.G. Nicholas, B. Drevet, Wettability at High Temperatures, Pergamon Press, Oxford, 1999.
- [51] Spektruma Analytik GmbH. Fabrikzeile 21. 95028 Hof, Deutschland
- [52] Ellis, H. A., McCarthy, J. H., & Herrington, J. (1979). Bone aluminium in haemodialysed patients and in rats injected with aluminium chloride: relationship to impaired bone mineralisation. Journal of clinical pathology, 32(8), 832-844.