

ELFT Vákuumfizikai, -technológiai és Alkalmazásai Szakcsoport szeminárium,  
2012.02.28, TTK MTA MFA, Budapest

Balácsi Katalin  
(balazsi.katalin@ttk.mta.hu)

# **Titán alapú biokompatibilis vékonyrétegek: előállítása és vizsgálata**

Vékonyrétegfizika Osztály,  
Műszaki Fizikai és Anyagtudományi Intézet  
Természettudományi Kutatóközpont  
Magyar Tudományos Akadémia

## TARTALOM

- Bevezetés, Kutatás célja
- Előállítás, Technológia
  - Szerkezeti vizsgálatok
    - Mechanikai vizsgálatok
      - Biológiai vizsgálatok
        - Összefoglaló

## BEVEZETÉS, KUTATÁS CÉLJA

A fémből készült orvosi implantátumok nagy részét **titánból** készítik kedvező **biokompatibilitása** miatt. A titánnak kiváló kémiai, fizikai és mechanikai tulajdonságai vannak.

Ennek ellenére a beültetés után titánionokat lehet kimutatni a szervezetben. Annak érdekében, hogy növeljük a fém szigetelését, korrózióállóságát, így a biokompatibilitását, többféle módszert lehet alkalmazni.

Egyik lehetséges módszer a felület „passziválása” kristályos és amorf nanofázis kombinációból álló kompozitok anyagokkal.

# BEVEZETÉS, KUTATÁS CÉLJA

## A bioanyagok felosztása

### 1. Biotoleráns anyagok (Co-Cr-Mo ötvözetek, Műanyagok)

a szervezet „eltűri”, de kötőszövetes réteggel választja el azokat az élő szövetektől.

### 2. Bioinert anyagok (Titán, tantál, alumíniumoxid, karbon)

kis, vagy egyáltalán semmilyen fiziológiai reakciót nem vált ki a szervezetből

Előny: igen erősek

Hátrány: mechanikusan kell őket rögzíteni

### 3. Bioaktív anyagok (hidroxiapatit, trikálciumfoszfát, bioüveg)

fiziológiai reakcióba lép a szervezettel, többnyire beépíti az anyagot a helyi szövetbe

Előny: képesek beépülni a szervezetbe

Hátrány: kis teherbírás

# ELŐÁLLÍTÁS, TECHNOLÓGIA

Technológia: vákuum- porlasztás

C és Ti

$T = 25 \div 800 \text{ } ^\circ\text{C}$

Ti 10 és 40W, C 150W

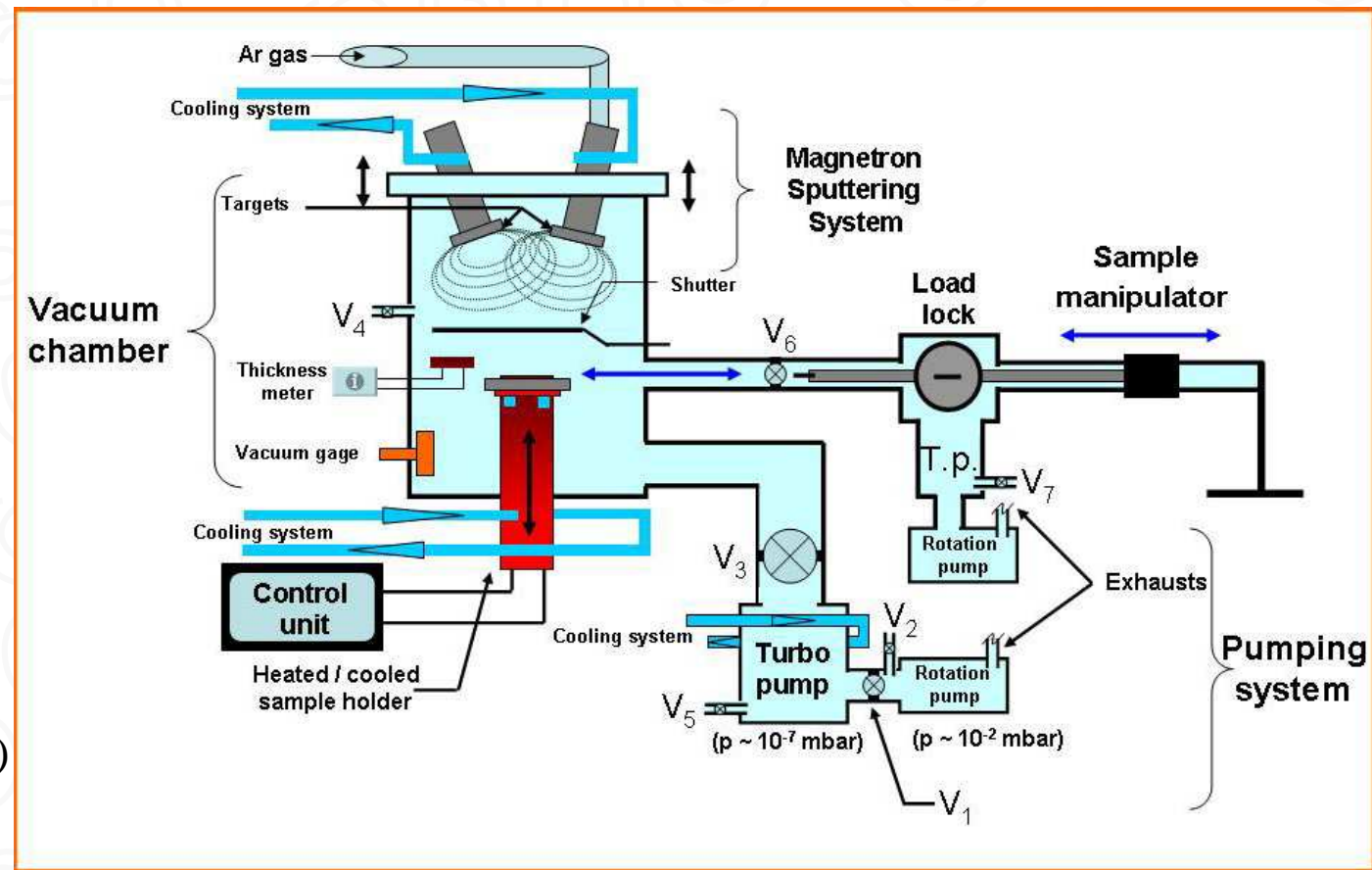
$\text{Ar}_2, \text{N}_2, 2,5 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$

Háttér vákuum:  
 $1.0 \times 10^{-6} \text{ mbar}$ .

Nitrogén, Argon:  
99.9999 % (V/V).

Target: Ti (99,995%),  
grafit (99,999%).

Hordozó:  
(100) Si / SiO<sub>2</sub> (300 nm)



## SZERKEZETI VIZSGÁLATOK

TEM Philips CM-20



200 KV, EDS analízis

Jeol 3010



300 KV, EELS analízis

## SZERKEZETI VIZSGÁLATOK

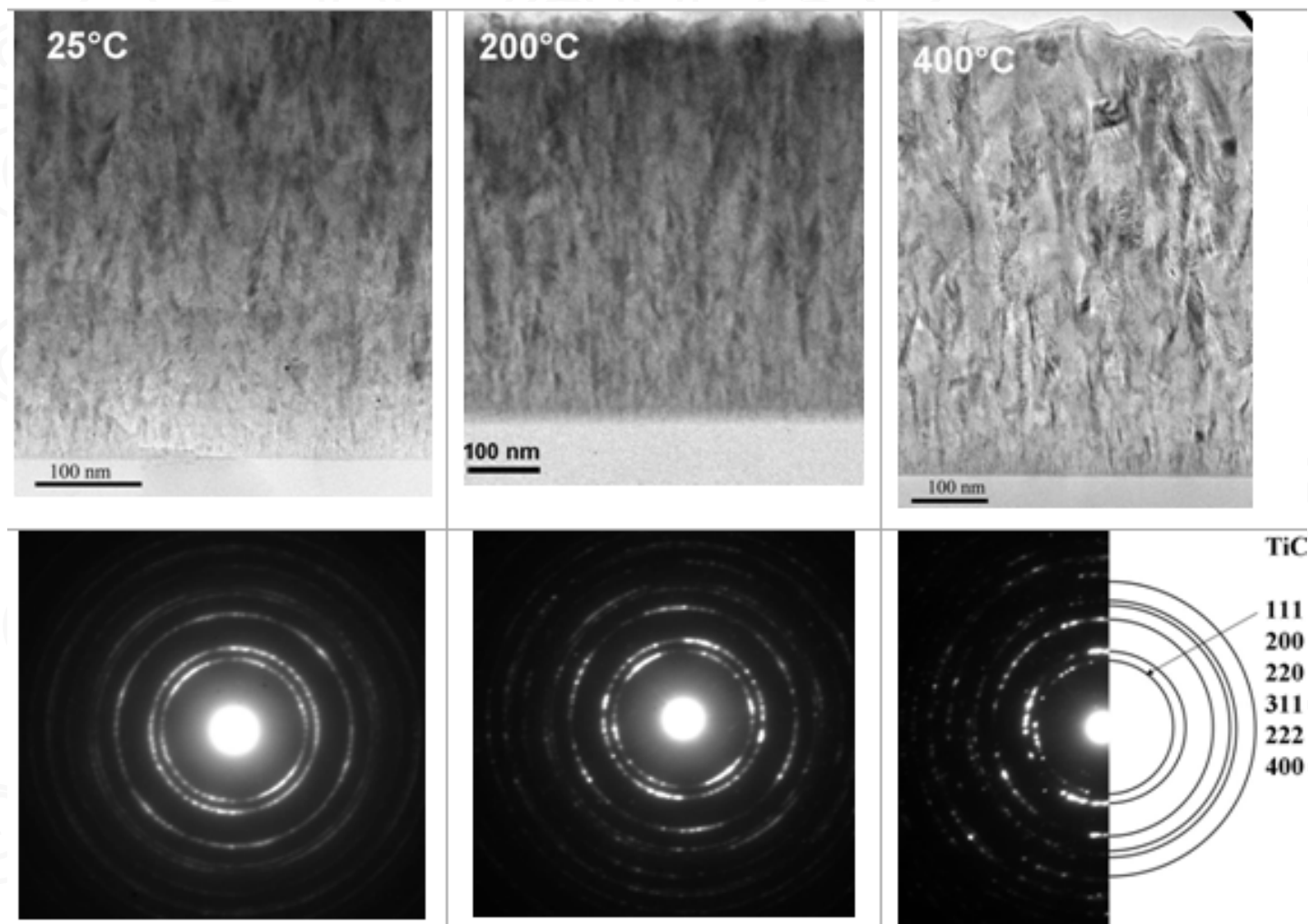
- depozíciós hőm.  
200° - 400°C

- oszlopos kristályos  
szerkezet

- oszlopok köbös TiC

- vékony szén mátrix

- mátrix szerkezete  
amorf



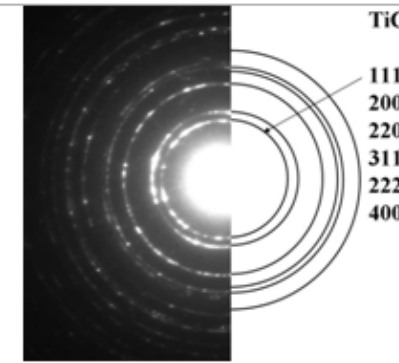
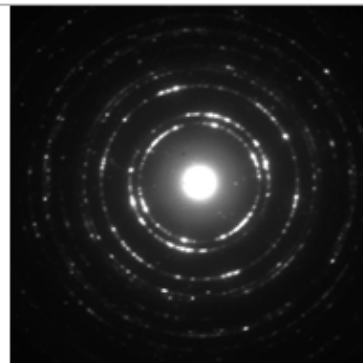
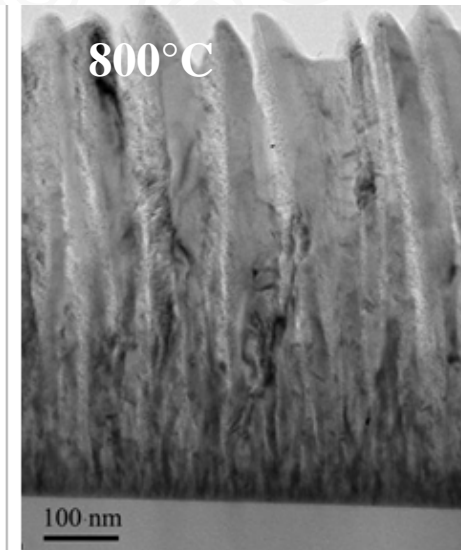
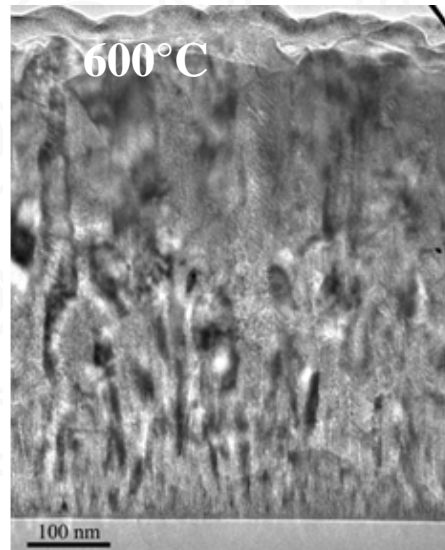
*K Sedláčková, et al., VACUUM 82: 214-216 (2008)*

## SZERKEZETI VIZSGÁLATOK

Összetétel  
~ 80 at% C  
és  
20 at% Ti

„Optimális összetétel  
szerkezet szempontjából  
(vékony szén mátrixal  
elválasztott kristályok)  
alacsony 1 – 20 at%.  
fém tartalomnál érhető el. „

Balden, M., et al. *Surface & Coatings Technology* 2005, 200, 413- 417



*K. Sedláčková, et al. Solid State Sciences, 11 (10) (2009) 1815-1818*

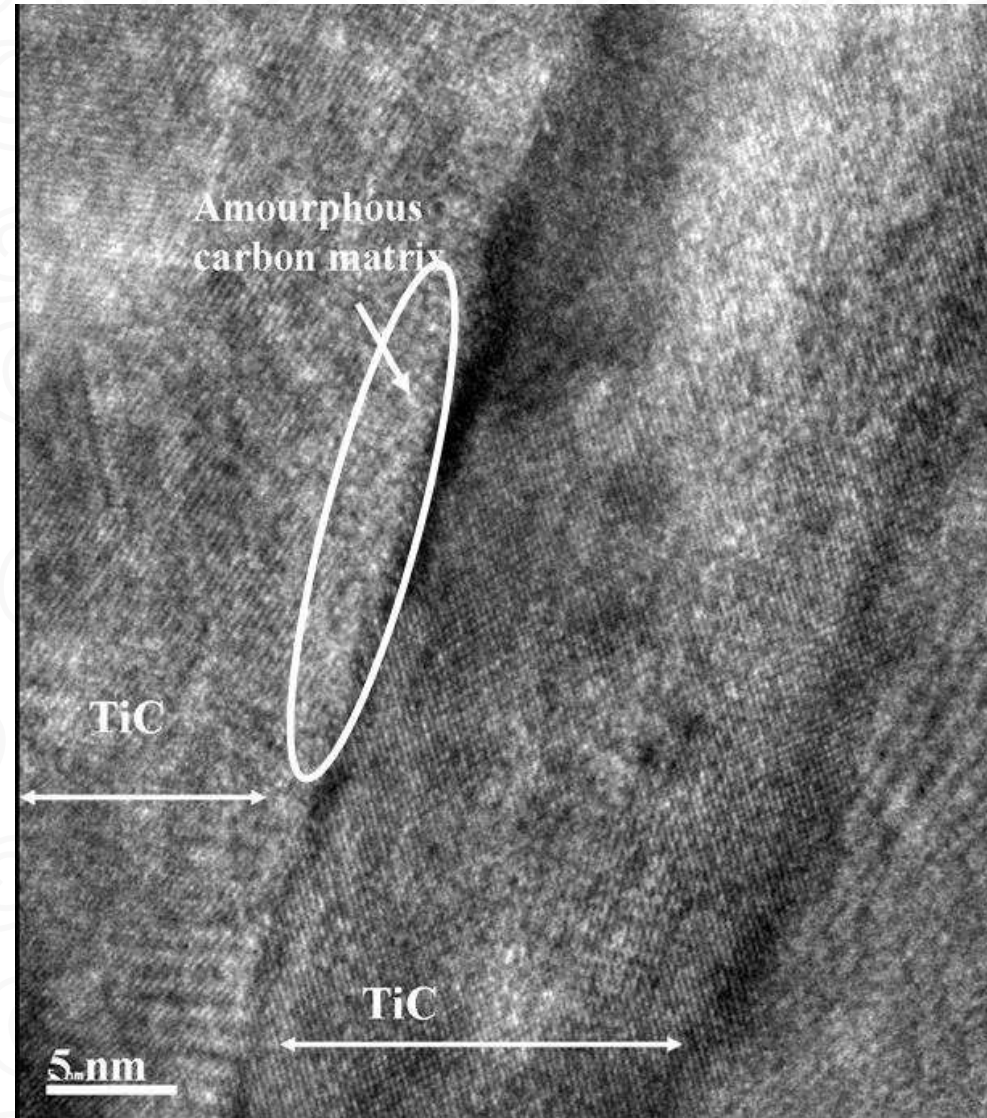


## SZERKEZETI VIZSGÁLATOK

### HREM felvétel

- depozíciós hőmérséklet 200°C
- oszlopos kristályos szerkezet
- oszlopok TiC köbös fázis
- 15 – 20 nm széles oszlopok
- vékony 2 - 5 nm szén mátrix
- mátrix szerkezete amorf

*Sedlácková K, et al. New Research on Nanocomposites, Nova Science Publ., New York; 2008, p. 223-46.*

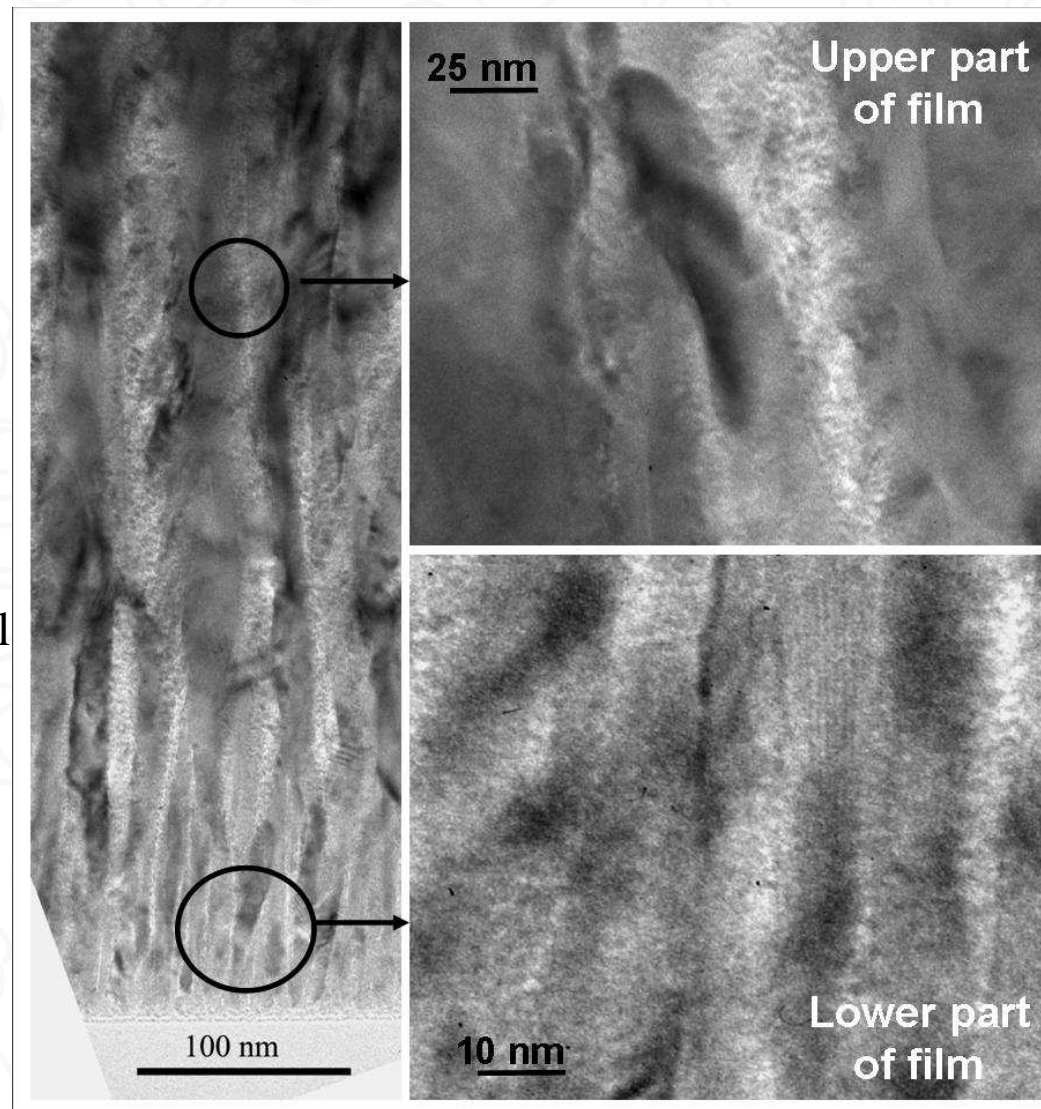


## SZERKEZETI VIZSGÁLATOK

TEM, HREM felvétel

- depozíciós hőmérséklet 800°C
- oszlopos kristályos szerkezet
- oszlopok TiC köbös fázis
- oszlopok szélessége változó
- ~15 nm alsó részben, 100 nm felül
- szén mátrix 20 nm vastag
- mátrix szerkezete amorf

*Sedlácková K, et al. New Research on Nanocomposites, Nova Science Publ., New York; 2008, p. 223-46.*



## MECHANIKAI VIZSGÁLATOK

Dr. I. Bertóti, **Anyag-és Környezetkémiai Intézet**, Természettudományi Kutatóközpont, Budapest

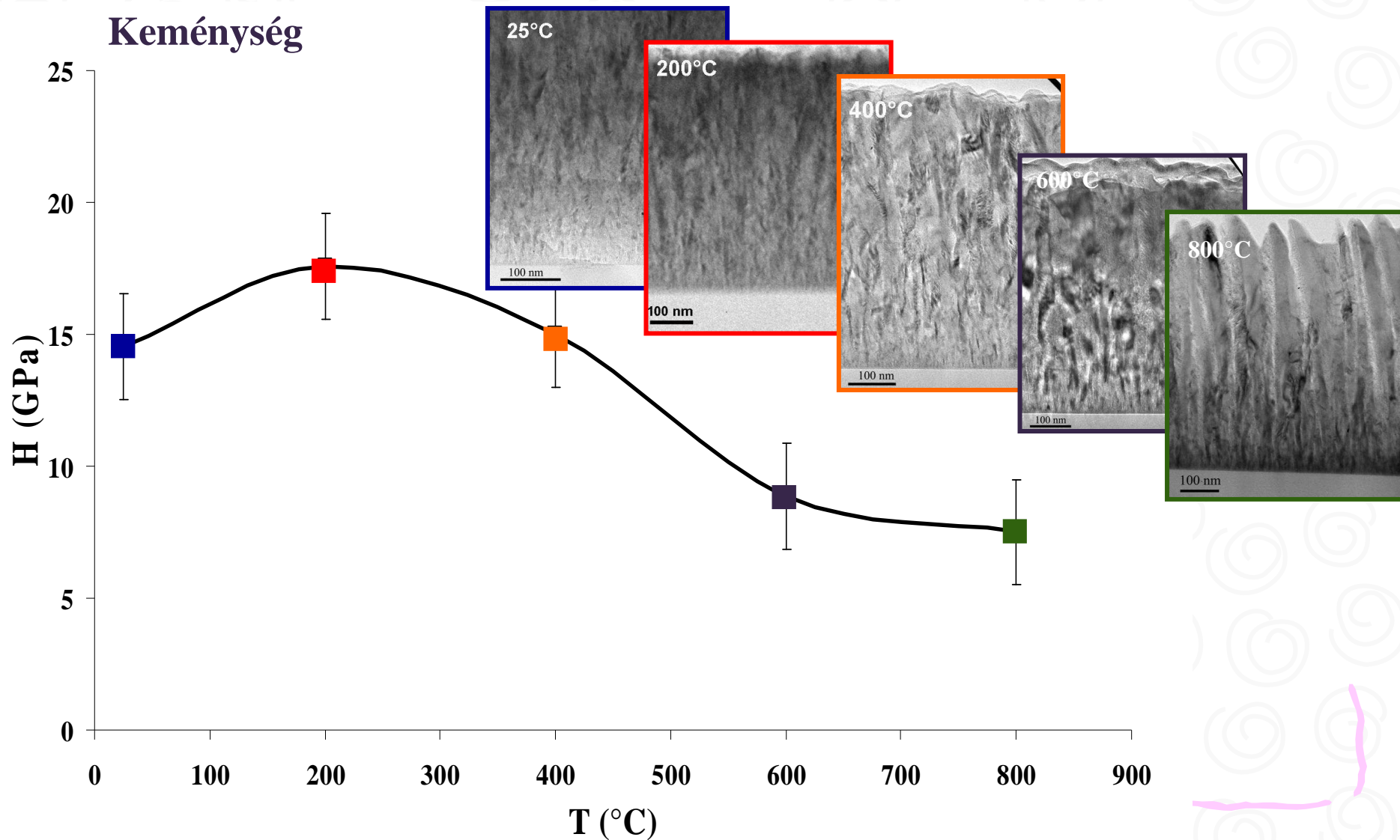
NanoTest 600 nanomechanical tester (Micro Materials Ltd., UK)

Kusano, Y.; Hutchings, I.M.; *Surf Coat Technol* 2003,169-170,739-742

- Berkovich típusú indentor-fej
- 50 nm maximum nyomat
- Oliver-Pharr képlet használata

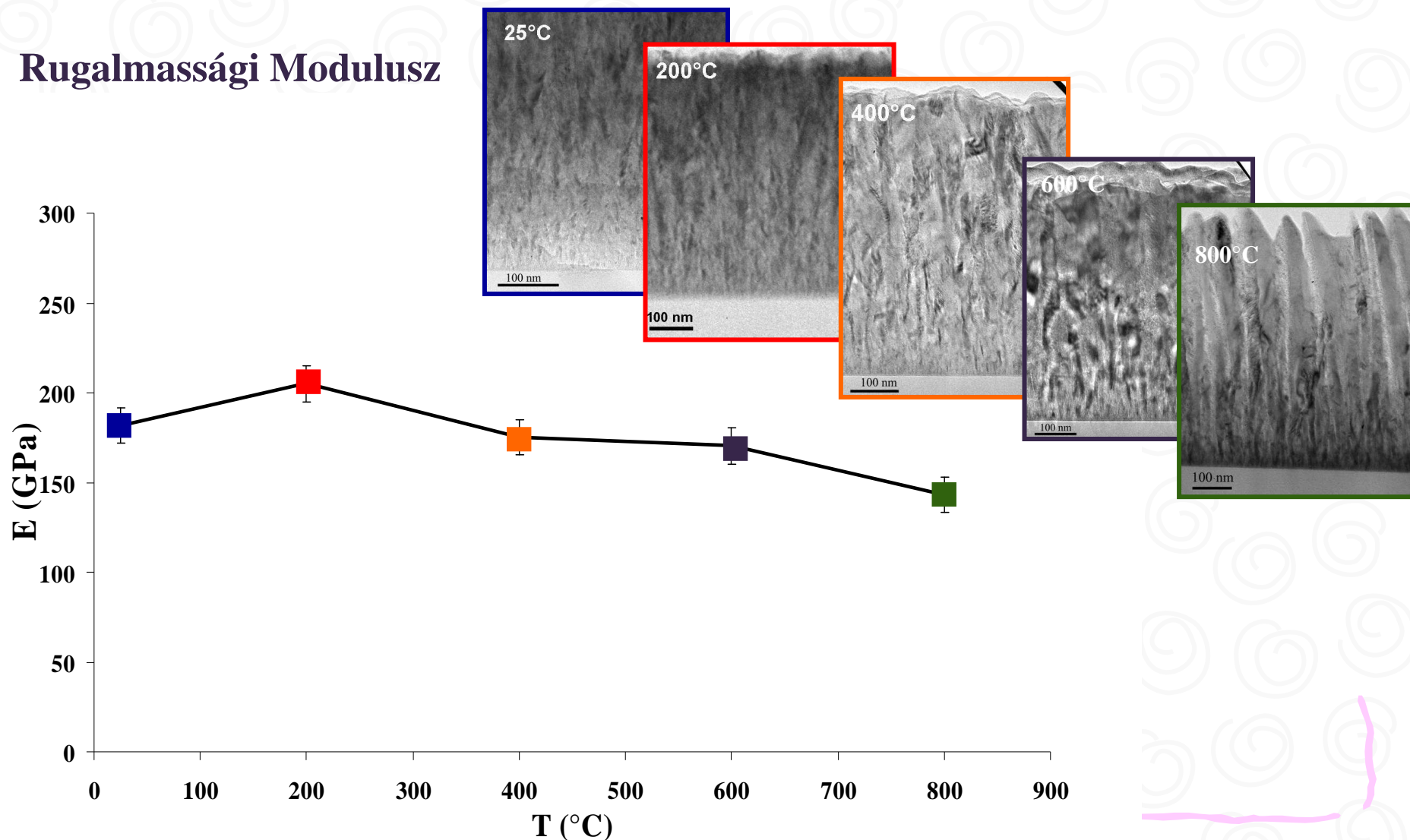
Oliver, W.C.; and Pharr, G.M.; *J. Mater. Res.* 1992, 7, 1564-1583.

# MECHANIKAI VIZSGÁLATOK



# MECHANIKAI VIZSGÁLATOK

## Rugalmassági Modulusz



## MECHANIKAI VIZSGÁLATOK

ERP (elastic recovery parameter) elasztikus visszanyerési paraméter  
H/E keménység / rugalmassági modulusz aránya

$T_{\text{substrate}} (^\circ\text{C})$	25	200	400	600	800
ERP	$0.41 \pm 0.07$	$0.47 \pm 0.09$	$0.4 \pm 0.14$	$0.25 \pm 0.07$	$0.26 \pm 0.06$
H/E	0.079	0.086	0.085	0.052	0.052

Magas H/E arány  $\sim 0.1$  és elastic recovery  $\sim 0.5$  indikálja, hogy a nanokompozitok deformációját nagy részben a szén mátrixban történő elasztikus deformáció határozza meg.

*Neidhardt, J.; et al. J.; Appl. Phys. 2003, 93, 3002- 3014.*

## BIOLÓGIAI VIZSGÁLATOK

Prof. L. Bacakova, Department of Growth and Differentiation of Cell Populations,  
Institute of Physiology, Czech Republic



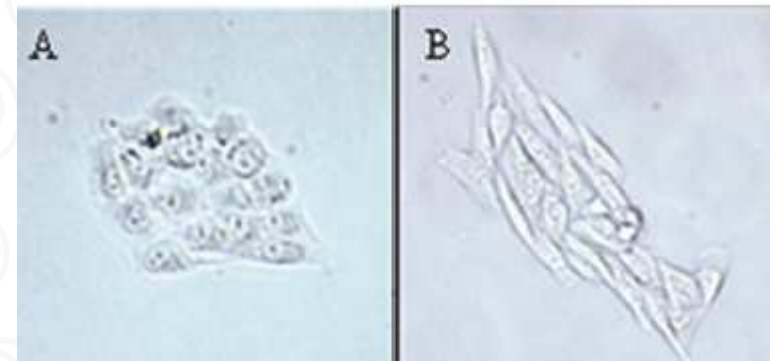
MG 63 oszteoblaszt humán sejt

1,3 és 7 napos tenyészet

A sejtenyészetek fenntartása

### CO<sub>2</sub> inkubátor

- 37°C
- 5% CO<sub>2</sub> atmoszféra
- 100% páratartalom



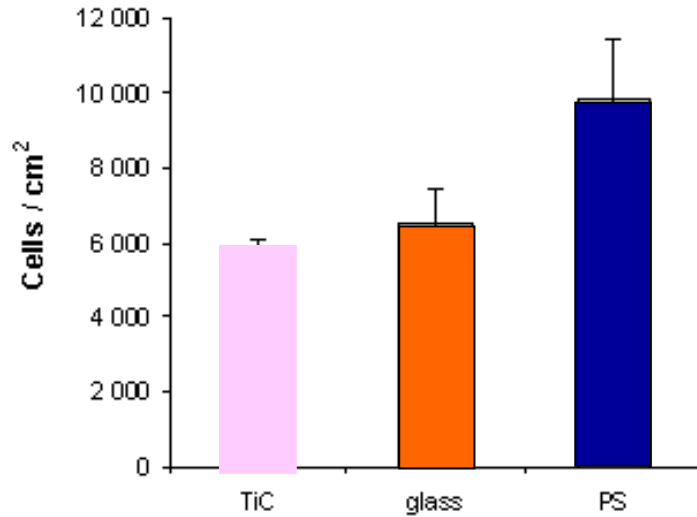
*Lou et al., Indian J. Biochem Biophys, 47(2010) 340-347*

3 nap tenyészet után

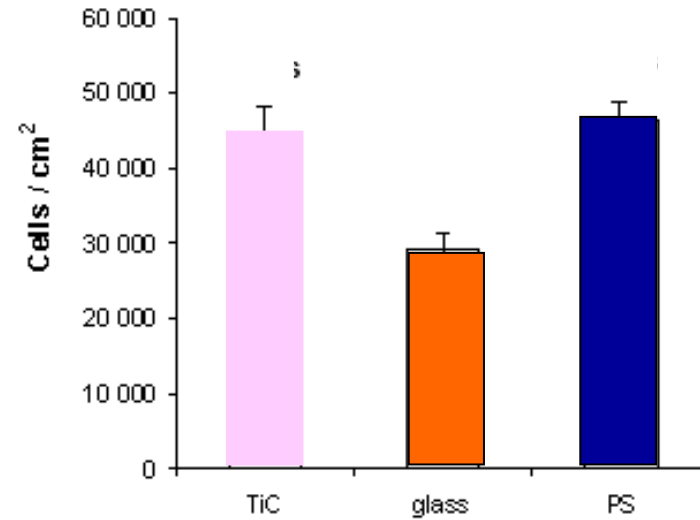
**integrin és vinculin hozzáadása.**

# BIOLÓGIAI VIZSGÁLATOK

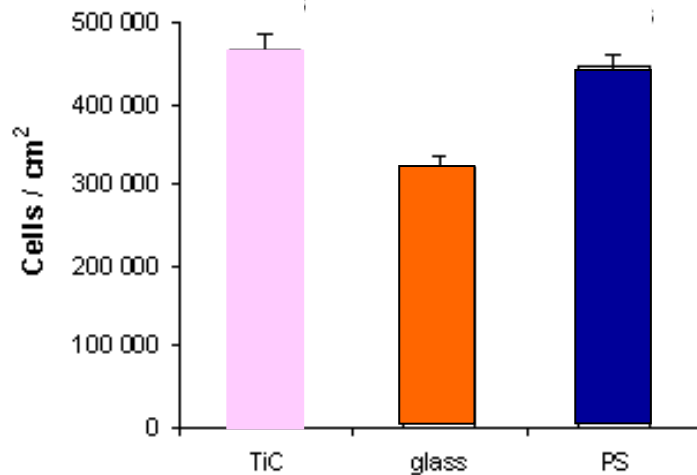
1 napos tenyésztés



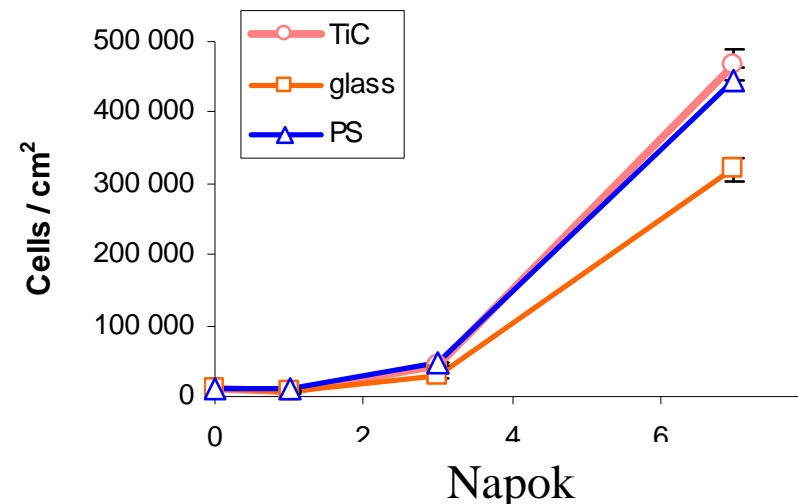
3 napos tenyésztés



7 napos tenyésztés



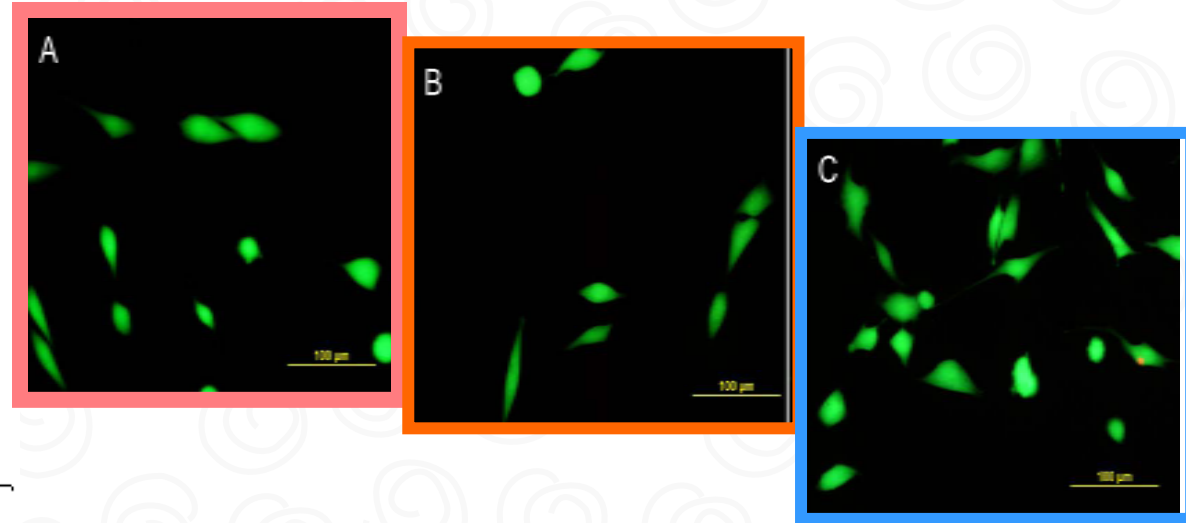
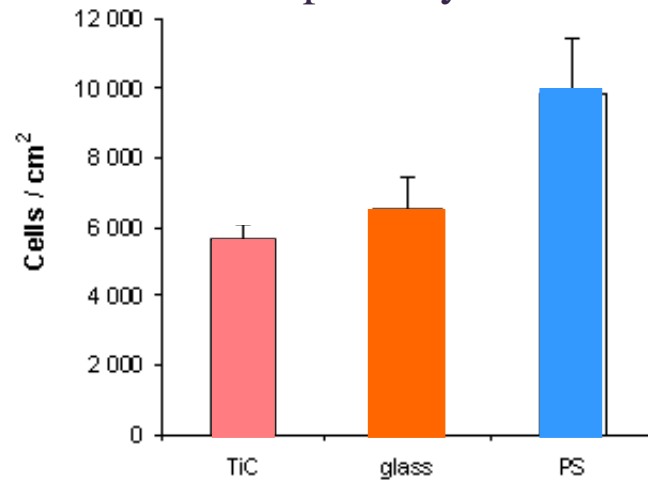
Növekedési görbe



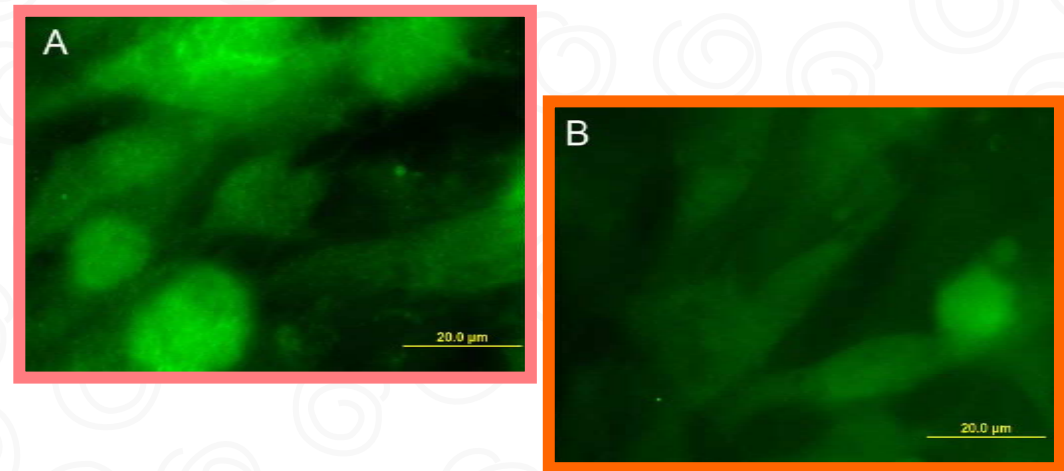
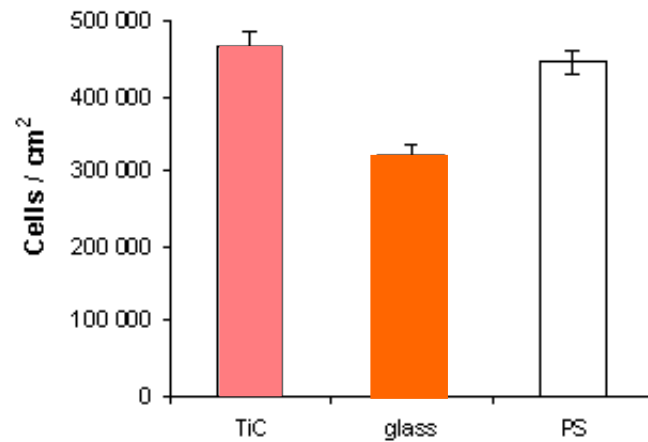


## BIOLÓGIAI VIZSGÁLATOK

1 napos tenyésztés



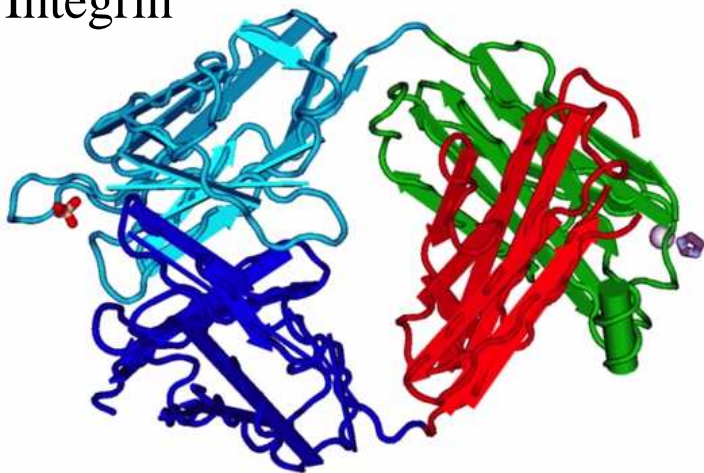
7 napos tenyésztés



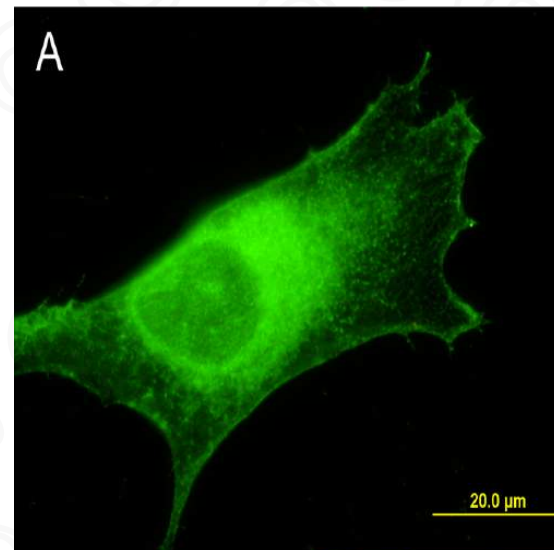
## BIOLÓGIAI VIZSGÁLATOK

A sejt és a környező  
extracelluláris mátrix  
kapcsolódási pontjai a  
fokális adhéziók

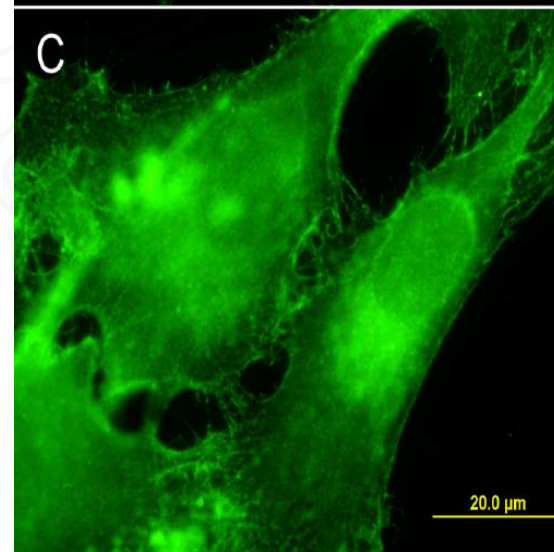
Integrin



TiC  
nanokompozit

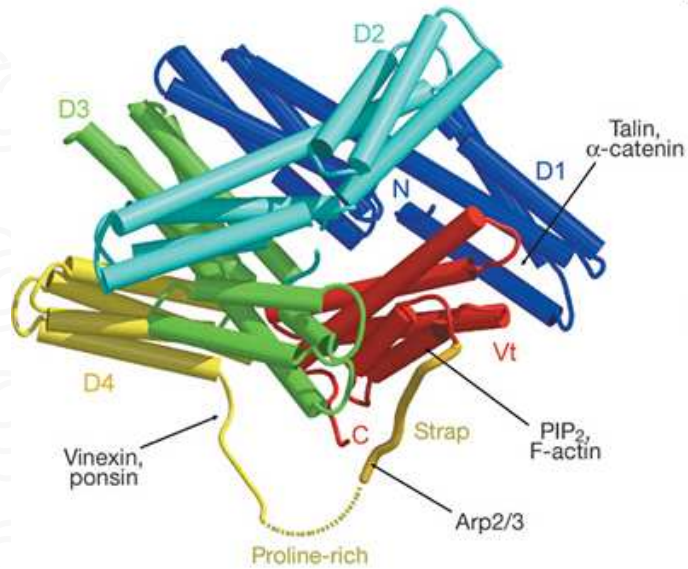


Üveg

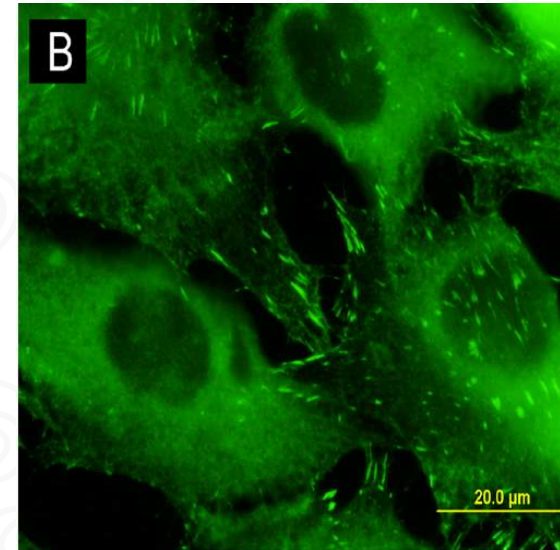


## BIOLÓGIAI VIZSGÁLATOK

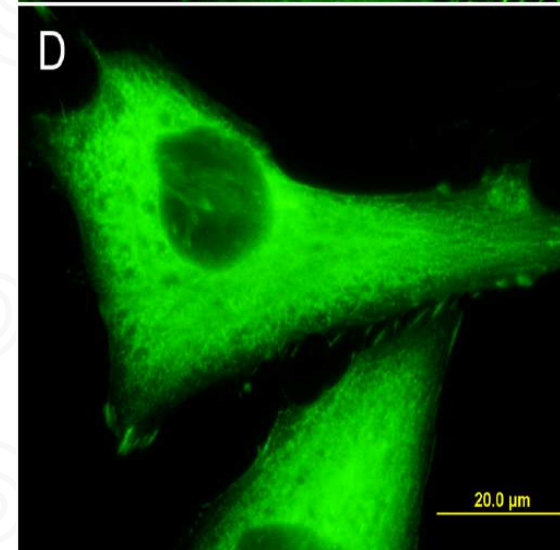
Vinculin



TiC  
nanokompozit



Üveg



## ÖSSZEFOGLALÓ

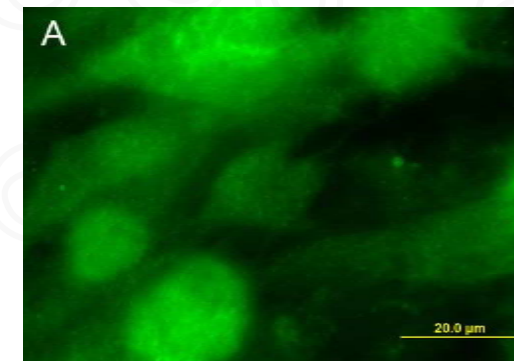
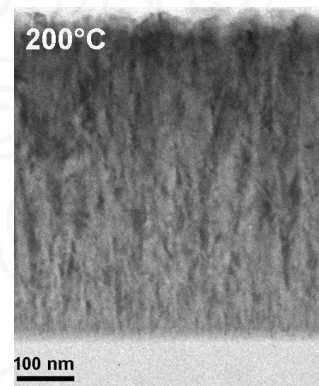
- Magnetronos porlasztással állítottunk elő TiC / C nanokompozit vékonyrétegeket
- Szerkezetük oszlopos (TiC köbös kristályok) vastagságuk 10 – 100 nm
- Mátrix szerkezete amorf szén, vastagsága 2 – 20 nm
- Rétegek kéménysége és rugalmassági modulusza változó, max. 18 GPa és 205 GPa (200°C-os)
- Biokompatibilitás mérések kimutatták, hogy 7 napos tenyésztés után a sejtek növekedése magasabb mint a kontrol mintákon

### Célok:

A felület morfológiának optimalizálása

Bioaktív HAp réteg bevonat a TiC kompozitra

További in vitro, in vivo kísérletek



## KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Gy. Radnóczy, Cs. Balázsi TTK MTA MFA, Budapest

L. Bacáková, M. Vandrovcová Institute of Physiology, Czech Academy of Sciences Praha

I. Bertóti TTK MTA AKI, Budapest

F. Davin CSM Instruments, Peseux, Switzerland

**OTKA PD101453** „Szén - fém (Ti) nanokompozit vékonyrétegek „  
és

**Bolyai János Kutatási Ösztöndíj MTA**

**Köszönöm a figyelmet!**