Fasci di ioni a bassa energia applicati a biomateriali

A. Lorusso⁽¹⁾, M.V. Siciliano^{(1),(2)}, L. Velardi^{(1),(3)} and V. Nassisi⁽¹⁾

 ⁽¹⁾Dipartimento di Fisica, Università del Salento, Laboratorio di Elettronica Applicata e Strumentazione, LEAS, I.N.F.N. sect. of Lecce, C.P. 193, 73100 Lecce, Italia <u>vincenzo.nassisi@le.infn.it</u>
⁽²⁾Dipartimento di Scienza dei Materiali, Università del Salento INFN, Via per Arnesano, 73100 Lecce, Italia
⁽³⁾Dipartimento di Fisica, Università di Bari, Via Amendola, 70126 Bari, Italia

SOMMARIO

Recentemente, i fasci di ioni di bassa energia sono sempre più utilizzati per l'Ultra High Molecular Weight Polyethylene (UHMWPE). In questo lavoro presentiamo lo studio e la caratterizzazione di fasci di ioni a bassa energia applicati a biomateriali e la loro conseguente modifica. L'acceleratore sviluppato per generare il fascio di ioni è un laser ion source. Per la modifica del polietilene è stato necessario accelerare il fascio con una tensione di 50 kV e si è sviluppato un nuovo apparato a doppia gap di accelerazione. In questo lavoro mostriamo le caratteristiche del fascio di ioni di rame per una accelerazione massima di 60 kV anche se con questo apparato è possibile raggiungere valori fino a 150 kV. A 60 kV la corrente massima raggiunta con un'energia laser di 17 mJ è stata di 3 mA che produce una dose di circa 10¹² ioni/cm². Impiantando atomi di C e di Ti la superficie del polietilene ha aumentato la sua micro-durezza. Infatti, operando lo scratch test sui campioni non trattati e su quelli trattati si è trovata una differente dimensione del solco. Nei primi si ottiene un solco avente una sezione trasversale di 8.2×10^{-12} m² mentre nei campioni trattati con il fascio di C e Ti una sezione rispettivamente di 2.9×10^{-12} m² e di 6.1×10^{-12} m². In tutti i campioni trattati la diminuzione del solco è dovuta quindi all'aumento della micro durezza del polimero. Definendo la microdurezza come l'inverso della sezione del solco possiamo affermare che nel campione impiantato con Ti aumenta di 1.3 volte mentre in quello impiantato con C la microdurezza aumenta di circa 3 volte.

INTRODUZIONE

La richiesta sempre più crescente di protesi e ortesi ha stimolato l'interesse a sviluppare e migliorare le caratteristiche dei biomateriali [1]. Fasci di ioni di bassa energia possono penetrare per poche decine di nanometri nei biomateriali e nel contempo ne migliorano le proprietà superficiali senza nessuna alterazione nelle caratteristiche meccaniche e chimiche [2-5]. Le caratteristiche, specialmente per le endoprotesi, si concentrano principalmente sul livello della sicurezza, affidabilità e costi accessibili.

In questo lavoro, presentiamo lo sviluppo di un acceleratore Laser Ion Source (LIS) capace di operare modifiche sui materiali polimerici rendendoli più resistenti senza alterare nessun'altra proprietà meccanica. L'acceleratore è composto da un laser ad eccimeri KrF con lunghezza d'onda di 248 nm e durata dell'impulso di 27 ns e da una camera di interazione da vuoto. Il fascio laser è focalizzato su un target solido. Dal target si genera una piuma di plasma che si espande idrodinamicamente e perpendicolarmente alla sua superficie. Le temperature elettroniche e ioniche raggiunte durante questo processo sono dell'ordine di centinaia di migliaia di Kelvin [6,7].

Studi preliminari hanno dimostrato che il grado di ionizzazione del plasma è di circa 16% vicino al target, dovuto all'energia laser assorbita via bremsstrahlung [8]. Inoltre l'estrazione delle cariche avviene mediante l'applicazione di un opportuno campo elettrico in una fase in cui il plasma è rarefatto, in maniera da evitare la formazione di cortocircuiti.

L'energia del fascio dipende dal valore della tensione di accelerazione e dallo stato di ionizzazione delle particelle. Il massimo valore di tensione applicabile dipende dal volume della camera e dalla sua morfologia. Pertanto per aumentare l'accelerazione, senza aumentare il valore del campo elettrico, si aumenta l'area di accelerazione.

In questo lavoro utilizziamo un nuovo acceleratore composto da due gap di accelerazione connesse a due differenti alimentatori di polarità opposta. Mediante una coppa di Faraday misuriamo la corrente prodotta e studiamo il regime di carica spaziale. Infine presentiamo i risultati dell'impiantazione condotti su campioni di polietilene U-HMWPE.

APPARATO SPERIMENTALE

L'apparato sperimentale sviluppato ed utilizzato in questo esperimento consiste di una camera di generazione con al suo interno una seconda camera detta di espansione che permette l'espansione idrodinamica del plasma. La camera di espansione è un unico blocco ermetico insieme al supporto del target ed è connessa ad un alimentatore di polarità positiva. Di fronte ad essa c'è un elettrodo forato posto a massa e l'apparecchiatura termina con il tubo di deriva nel quale è posizionato un secondo elettrodo connesso ad un altro alimentatore di potenziale opposto al primo. In Fig. 1 è riportato uno schema dell'apparato. Questo dispositivo è capace di accelerare la componente ionica del plasma fino a 150 keV per stato di carica. La caratterizzazione è stata condotta utilizzando l'elettrodo negativo, del



Fig. 1. Apparato Sperimentale.

secondo gap di accelerazione, come una coppa di Faraday. Un condensatore di alta tensione collega il segnale dovuto al fascio ionico raccolto dalla coppa all'oscilloscopio. Poiché l'elettrodo del secondo gap è posto ad una tensione piuttosto alta, vi è il rischio che nel caso ci siano delle scariche, esse possano danneggiare le apparecchiature. Pertanto, le massime tensioni applicate durante la caratterizzazione del fascio, allo scopo di salvaguardare la strumentazione connessa sono state di 40 e 20 kV, rispettivamente nel primo ed nel secondo gap. Gli ioni del fascio hanno quindi un'energia di 60 keV per stato di carica e in queste condizioni la dose è risultata di 1.0x10¹² ioni/cm² per impulso laser. Le prove di funzionamento le abbiamo condotte con un target di rame puro.

Abbiamo condotto misure di estrazione per un'energia laser di 11 mJ. Poiché lo spot laser è di 0.005 cm^2 la rispettiva fluenza laser risulta di 2.2 J/ cm². La corrente massima misurata è stata di 5 mA. Fig. 2 mostra l'impulso degli ioni registrato per una tensione di 40 kV nel primo gap di accelerazione e 10 kV per il secondo gap. La Fig. 3 invece riporta l'andamento della carica ionica estratta in funzione delle tensioni applicate.

Il valore di corrente è determinato dal valore di tensione fornito dalla coppa di Faraday diviso per 50 ohm e moltiplicato per il coefficiente di attenuazione, 5.

Dalla Fig. 3 si può notare che la fase di saturazione non è stata raggiunta, mentre la pendenza della carica estratta in funzione della tensione del primo gap di accelerazione è più alta rispetto quella



Fig. 2. Forma d'onda dell'impulso degli ioni a 40 kV per il primo gap e 10 kV per il secondo .L'energia laser è di11 mJ e la corrente di picco 5 mA.

del secondo gap. Teoricamente ci si aspetta che la pendenza di quest'ultima risulti nulla visto che in



Fig. 3. Carica estratta in funzione delle tensioni. Energia laser 11 mJ, fluenza 2.2 J/cm².

questa fase il fascio è già estratto e la carica contenuta è fissa. Poiché in queste misure non abbiamo e non possiamo applicare l'elettrodo per la soppressione dell'emissione secondaria degli elettroni per via dell'alta tensione applicata, dobbiamo aspettarci che la carica letta con la coppa necessariamente cresca.

L'aumento delle curve della carica estratta nel primo gap implica un aumento dell'efficienza di estrazione all'aumentare della tensione. Si potrebbe pensare che poiché la sorgente è costituita da un cilindro con un'apertura (ϕ =1.5 cm) per estrarre gli ioni, la presenza del campo elettrico in prossimità del foro estrattore dovrebbe esclusivamente accelerare la carica esistente. Dalle misure condotte invece sembra che il campo esterno applicato influenzi anche la parte di plasma all'interno dell'estrattore incrementando la carica totale, con l'aumentare dell'intensità del campo, fino alla fase di carica spaziale. Questo importante risultato, confermato da simulazioni eseguite mediante software COM-SOL, dimostra la validità della tecnica LIS.

APPLICAZIONE AI BIOMATERIALI

Per la modifica dei biomateriali abbiamo utilizzato fasci di carbonio e di titanio. I primi perché sono compatibili con i biomateriali, i secondi perché aumentano la durezza dei materiali. I campioni di polietilene sono stati posizionati sull'elettrodo a potenziale negativo alloggiandoli su un supporto dal fondo metallico in modo da distribuire uniformemente il campo elettrico. Fig. 4 mostra il particolare dell'elettrodo. Ai campioni sono stati applicati 6000 impulsi di ioni ad una tensione di accelerazione di 50 kV. Questi hanno prodotto una dose di circa $6x10^{14}$ ioni/cm².

La microdurezza è stata valutata col metodo dello "*scratch test*". Esso consiste nell'effettuare sul campione un graffio applicando un carico di pochi grammi su una punta di elevata durezza, metallica o di diamante. Facendo traslare il campione con una velocità costante si produce quindi uno scratch. Le dimensioni dello scratch indicano il grado di durezza del campione. Nel nostro esperimento abbiamo scelto di applicare per il polietilene una forza di 30 g. Un esempio di profilo di solco è mostrato in Fig. 5.

I valori delle dimensioni dello scratch per il campione non trattato e per quelli trattati sono riportati in Tabella I.



Fig. 4. Sezione del porta campione.

Nel campione non trattato si ottiene un solco con una area trasversale di 8.2×10^{-12} m² mentre nel campioni trattati con il fascio di C e Ti si ottiene un solco con un'area rispettivamente di 2.9 $\times 10^{-12}$ m² e di Ti di 6.1 $\times 10^{-12}$ m². Si vede che nei campioni trattati il solco è più piccolo a causa dell'aumento



Fig. 5. Tipico profilo di un solco.

della microdurezza Per valutare ciò operiamo il rapporto dell'inverso delle aree e troviamo che la durezza è aumentata di 1.3 volte per il campione

	Campione vergine	Impianto Ti (6x10 ¹⁴ ions/cm ²)	Impianto C (6x10 ¹⁴ ions/cm ²)
Profondità			
(µm)	2.1	1.8	1.3
Larghezza			
del graffio			
(µm)	5.6	5.1	4.1
FWHM			
(µm)	3.9	3.4	2.2
Area (µm) ²	8.2	6.1	2.9

Tabella I. Caratteristiche dello scratch.

impiantato col Ti e di circa 3 volte per quello impiantato con C.

RIFERIMENTI

- L. Torrisi, A. Visco and N. Campo, *Bio-Medical Mater. and Engineering* 14, 251 (2004).
- [2] V. Nassisi, L. Torrisi, A. Visco, A. Lorusso, L. Velardi, G. Caretto, F. Belloni, J. Beltrano and N. Campo, *Proc. SPIE 6346, GCL/HPL* 2006, 634638-1/634638-6.
- [3] A. Lorusso, F. Paladini, V. Nassisi, L. Torrisi, A. Visco, N. Campo, Rad. Eff. Def. Solids 163 (2008).

- [4] A. Lorusso, L. Velardi, V. Nassisi, F. Paladini, A. M. Visco, N. Campo, L. Torrisi, D. Margarone, L. Giuffrida, A. Rainò, Nucl. Instrum. Meth. B266 2490-93 (2008).
- [5] A. Lorusso, L. Velardi, V. Nassisi, L. Torrisi, D. Margarone, A. Mezzasalma and A. Rainò, Rad. Eff. Def. Solids 163 (2008).
- [6] K.J. Koivusaari, J. Levoska and S. Leppavuori, J. Appl. Phys., 84, 2915 (1999).
- [7] D. Doria, A. Lorusso, F. Belloni, V. Nassisi, Rev. Sc., Instrum. 75, 387 (2004).
- [8] S. Amoruso, R. Bruzzese, N. Spinelli, R. Velotta, J. Phys B: At. Mol. Opt. Phys.; 32, R131 (1999).