

# CHARAKTERYSTYKA STRUKTURALNA SPIEKANEGO POROWATEGO TYTANU

MAGDALENA KLIMAS<sup>1\*</sup>, AGATA DUDEK<sup>2</sup>

POLITECHNIKA CZĘSTOCHOWSKA,  
WYDZIAŁ INŻYNIERII PRODUKCJI I TECHNOLOGII MATERIAŁÓW,  
INSTYTUT INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ,  
AL. ARMII KRAJOWEJ 19, 42-200 CZĘSTOCHOWA

\*E-MAIL: MAGDAKLIMAS@WIP.PCZ.PL

## Streszczenie

Celem niniejszej pracy było otrzymanie porowatych próbek tytanowych metodą metalurgii proszków. Podczas spiekania zastosowano dwie temperatury spiekania (1000 i 1100°C) i następujące atmosfery ochronne: argon, próżnia. Otrzymane materiały poddano badaniom mikrostrukturalnym. Celem określenia gęstości, porowatości oraz nasiąkliwości otrzymanych materiałów dokonano ważenia hydrostatycznego w wodzie zdejonizowanej zgodnie z normą PN EN ISO 2738: 2001. Określono również topografię powierzchni wytworzonych materiałów.

**Słowa kluczowe:** porowaty tytan, spiekanie, metalurgia proszków

[Inżynieria Biomateriałów, 128-129, (2014), 40-42]

## Wstęp

Spośród biomateriałów metalicznych, ze względu na bardzo dobre parametry mechaniczne, stosunkowo niską gęstość, bardzo dobrą odporność korozyjną oraz najlepszą wśród biomateriałów metalicznych biogodność, najczęściej stosowany jest tytan oraz jego stopy [1,2]. Celem poprawy procesów osteointegracji stosuje się porowate warstwy wierzchnie lub materiały spiekane. Zastosowanie materiałów porowatych zapewnia również dopasowanie własności mechanicznych do wartości zbliżonych do kości, co pozwala uniknąć zjawiska niekorzystnego umocnienia kości znanego jako stress shielding [3,4].

Jedną z metod otrzymywania porowatych materiałów tytanowych jest metoda metalurgii proszków, która pozwala na uzyskanie jednorodnej drobnoziarnistej struktury o poprawionych właściwościach funkcjonalnych w porównaniu z materiałem otrzymanym za pomocą innych metod [5].

## Materiały i metody

Materiałem do badań były próbki wykonane metodą metalurgii proszków. Celem otrzymania materiałów metalicznych użyto proszku tytanu o nieregularnym kształcie zakupionym komercyjnie (HDH Ti 99,10%, rozmiar cząstek 0-45 µm). Proszek był prasowany pod ciśnieniem 270 MPa a następnie otrzymane wypraski suszono w suszarce laboratoryjnej. Dwie serie wyprasek były spiekane w atmosferze ochronnej argonu w temperaturach 1000°C i 1100°C odpowiednio przez czas jednej godziny, seria trzecia wyprasek była spiekana w próżni w temperaturze 1000°C przez czas 1 godziny (TABELA 1).

## Wyniki i dyskusja

Materiały otrzymane metodą metalurgii proszków poddano badaniom mikrostrukturalnym używając do tego celu mikroskopu skaningowego JEOL JSM-6610LV. Otrzymane mikrostruktury przedstawiono na RYS. 1.

# MICROSTRUCTURAL CHARACTERISATION OF SINTERED POROUS TITANIUM

MAGDALENA KLIMAS<sup>1\*</sup>, AGATA DUDEK<sup>2</sup>

CZESTOCHOWA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY  
FACULTY OF PRODUCTION ENGINEERING  
AND MATERIALS TECHNOLOGY  
19 ARMII KRAJOWEJ AVE., 42-200 CZESTOCHOWA, POLAND

\*E-MAIL: MAGDAKLIMAS@WIP.PCZ.PL

## Abstract

The aim of this work was to obtain porous titanium specimens using a powder metallurgy process. During sintering, two sintering temperatures (1000 and 1100°C) and two shielding gases (argon, vacuum) were used. The materials obtained were subjected to microstructural analysis. Furthermore, hydrostatic weighing in deionized water according to the PN EN ISO 2738: 2001 standard was used to evaluate density, porosity and water absorption capacity. Topology of the surface of the materials was also determined.

**Keywords:** porous titanium, sintering, powder metallurgy

[Engineering of Biomaterials, 128-129, (2014), 40-42]

## Introduction

Due to good mechanical parameters, relatively low density, very good corrosion resistance and best biocompatibility among metallic biomaterials, titanium and its alloys are the most popular materials among metallic biomaterials [1,2]. In order to improve osseointegration processes, porous surface layers and sintered materials are used in practice. The use of bulk porous materials also enables to adjust the mechanical properties to the values closer to the bone to prevent "stress shielding" [3,4].

One of the methods to obtain porous titanium materials is powder metallurgy, which ensures a homogeneous fine-grain structure with improved functional properties compared to the materials obtained using other methods [5].

## Materials and methods

The materials used in the study were specimens obtained by means of powder metallurgy. In order to obtain metallic material, the authors used Ti powder with an irregular shape of particles purchased commercially (HDH Ti 99.10%, particle size 0-45 µm). The powder was axially compressed at the load of 270 MPa and dried in a laboratory drier. Two sets of moulded pieces were sintered in argon atmosphere at the temperature 1000°C and 1100°C for 1 hour, whereas the third set of moulded piece was sintered in vacuum, also at temperature of 1000°C for 1 hour (TABLE 1).

## Results and discussion

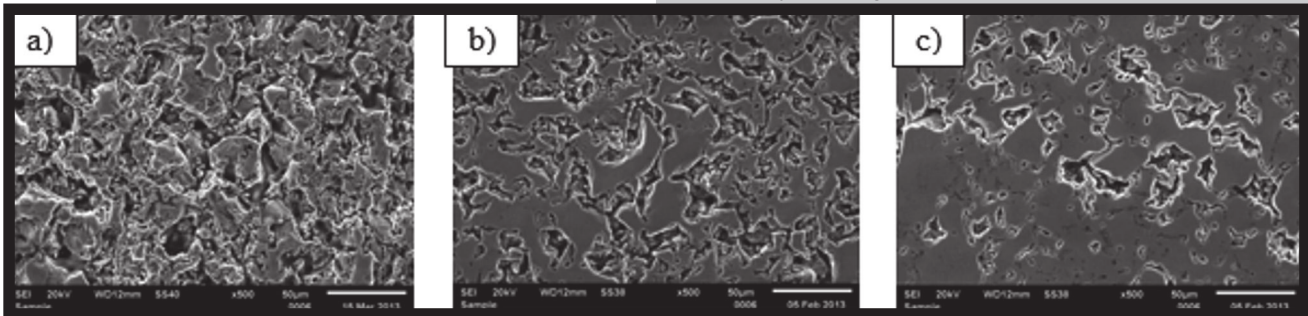
The materials obtained by means of powder metallurgy were used for microstructural examinations using JEOL JSM-6610LV scanning microscope. The microstructures obtained are presented in FIG.1.

**TABELA 1. Próbkki użyte do badań.**  
**TABLE 1. The specimens used in the study.**

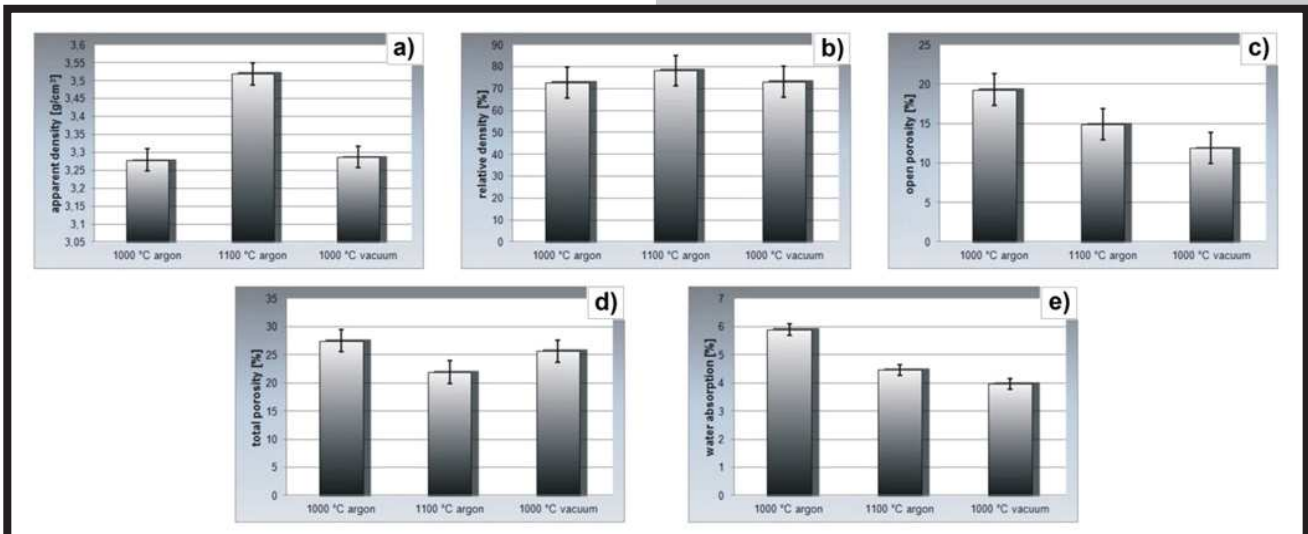
Numer serii próbek Specimen series number	Rodzaj próbek Specimen Type	
	Temperatura spiekania Sintering temperature	Atmosfera ochronna Shielding gas medium
1	1000°C	argon
2	1100°C	argon
3	1000°C	Próżnia/vacuum

Microstructural analysis revealed presence of substantial number of pores in the materials obtained. The greatest porosity was found for titanium sintered at the temperature of 1000°C with argon used as a shielding gas. Increasing the sintering temperature to 1100°C resulted in decreasing porosity of the material obtained, which has also been documented in other studies [6]. Sintering in vacuum yielded materials with the lowest porosity.

The density, porosity and water absorption capacity in the obtained materials were measured using hydrostatic weighing in deionized water according to standard PN EN ISO 2738:2001P. The specimens were afterwards washed and dried. The measurements were carried out with an accuracy of 0.01g for 3 specimens of each specimen.



**RYS. 1. Mikrostruktury z serii próbek: a) numer 1, b) numer 2, c) numer 3 otrzymanych metodą metalurgii proszków.**  
**FIG. 1. Microstructure from specimen series: a) number 1, b) number 2, c) number 3 obtained by metallurgy powder method.**



**RYS. 2. Wykresy: a) gęstości pozornej, b) gęstości względnej, c) porowatości otwartej, d) porowatości całkowitej, e) nasiąkliwości spieków metalicznych.**  
**FIG. 2. Graph of: a) apparent density, b) relative density, c) open porosity, d) total porosity, e) water absorption of metallic sinters.**

Analiza mikrostrukturalna ujawniła obecność znacznej ilości porów w wytworzonych materiałach. Największą porowatością charakteryzował się tytan spiekany w temperaturze 1000°C w atmosferze ochronnej argonu. Podwyższenie temperatury spiekania do 1100°C skutkowało zmniejszeniem porowatości wytworzonego materiału, co potwierdzają m.in. badania [6]. Spiekanie w próżni skutkowało otrzymaniem materiału o najmniejszej porowatości.

Gęstość, porowatość i nasiąkliwość otrzymanych materiałów zmierzono za pomocą metody ważenia hydrostatycznego w wodzie zdejonizowanej zgodnie z normą PN EN ISO 2738:2001P. Próbkki wcześniej oczyszczono i wysuszono. Pomiary dokonano z dokładnością do 0.01g dla 5 próbek z każdego rodzaju.

The density, porosity and water absorption capacity of the obtained materials are presented in FIGs.2a-e, respectively.

The highest apparent and relative density among the materials obtained was found for the specimen sintered with argon used as a shielding gas at the temperature of 1100°C. Using the shielding atmosphere of argon and increased sintering temperature leads to obtaining materials with lower apparent density. The conclusions drawn during microstructural examinations concerning porosity of the materials obtained are supported by the examinations using hydrostatic weighing. Among other factors, material water absorption capacity depends first and foremost on open porosity.

**TABELA 2. Parametry chropowatości badanych próbek.**  
**TABLE 2. Roughness parameters measured on specimen surface.**

Numer serii próbek Specimen series number	$R_t, \mu\text{m}$	$R_{\text{max}}, \mu\text{m}$	$R_z, \mu\text{m}$	$R_a, \mu\text{m}$	$R_p, \mu\text{m}$	$R_{\text{Sm}}, \text{mm}$
1	56,02	52,74	35,55	6,43	37,92	0,0976
2	40,61	40,61	23,88	4,14	14,16	0,0667
3	33,20	29,73	18,13	2,96	11,32	0,0618

Gęstość, porowatość i nasiąkliwość próbek zaprezentowano na RYS. 2a-e, odpowiednio.

Największą gęstość pozorną i względną wśród wytworzonych materiałów posiadała próbka spiekana

w argonie w temperaturze 1100°C. Zastosowanie atmosfery ochronnej argonu, jak również podniesienie temperatury spiekania powoduje otrzymanie materiału o coraz mniejszej gęstości pozornej. Wnioski wyciągnięte podczas badań mikrostrukturalnych, dotyczące porowatości wytworzonych materiałów, potwierdziły się podczas badań przy użyciu ważenia hydrostatycznego. Nasiąkliwość materiałów zależy, oprócz innych czynników, przede wszystkim od porowatości otwartej.

Celem określenia parametrów chropowatości powierzchni autorzy zastosowali profilometr Hommel T1000. Pomiar wykonano z dokładnością do 0,01  $\mu\text{m}$ . Wyznaczenie parametrów chropowatości powierzchni wykonano w kontakcie z badaną powierzchnią poprzez sprzężenie igły różnicowym układem pomiarowym.

Otrzymane wyniki będące średnią arytmetyczną trzech pomiarów dla każdej próbki prezentuje TABELA 2.

Najwyższą wartość średniego arytmetycznego odchylenia rzędnych profilu od linii średniej, określane jako parametr  $R_a$  zaobserwowano dla serii próbek, które były spiekane w atmosferze ochronnej argonu w temperaturze 1000°C przez czas 1 godziny. Podwyższenie temperatury spiekania do 1100°C wpłynęło na spadek parametrów chropowatości. Rodzaj zastosowanej atmosfery podczas spiekania (argon, próżnia) przy stałej temperaturze (1100°C) przyczynia się do spadku parametrów chropowatości w porównaniu do próbki spiekanej w atmosferze argonu. Fakt ten jest bardzo ważny, ponieważ zmiana chropowatości powierzchni biomateriału wpływa na absorpcję białek, co ma znaczenie przy przetrastaniu tkanki kostnej na wszczepionej protezie [7,8].

## Wnioski

Stopień porowatości otrzymanych metodą metalurgii proszków materiałów zależy od temperatury jak również atmosfery ochronnej stosowanej podczas spiekania. Przeprowadzone badania pozwalają stwierdzić, że zarówno temperatura jak i atmosfera spiekania mają wpływ na stopień porowatości wytworzonego materiału, Stopień porowatości otwartej wytworzonych materiałów bezpośrednio przekłada się na parametry chropowatości tych materiałów.

To determine the parameters of the surface profile, the authors used a Hommel T1000 roughness tester. The measurements were performed with an accuracy of 0.01  $\mu\text{m}$  using an electromagnetic profilometer with a differential system equipped with a stylus moving on the measured surface.

The results of the roughness parameter represented by arithmetic means from three measurements for each specimen are presented in TABLE 2.

The highest value of mean arithmetic vertical deviations of the roughness profile from the mean line, denoted as  $R_a$  parameter, was observed for the specimens which were sintered in the shielding atmosphere of argon at the temperature of 1000°C for 1 hour. Increasing sintering temperature to 1100°C caused a decline in roughness parameters. The type of shielding atmosphere used during sintering (argon, vacuum) at the constant temperature (1100°C) contributes to the decline in roughness parameters compared to the specimen sintered in the argon atmosphere. This fact is very important since the change in roughness of biomaterial causes protein absorption, which is essential for osseointegration of bone tissue in the prosthesis implanted [7,8].

## Conclusions

Porosity degree of the materials obtained using powder metallurgy depends on the temperature as well as shielding gas used during sintering. The present study demonstrated that both temperature and type of sintering gas affect porosity degree of the material obtained. Open porosity degree of the materials directly affects the roughness parameter for these materials.

## Piśmiennictwo

## References

- [1] Rack H.J., Quazi J.I., Titanium alloys for biomedical applications, Materials Science and Engineering C 2006, 26, 1269-1277.
- [2] Niinomi M., Mechanical properties of biomedical titanium alloys, Materials Science and Engineering A 1998, 243, 231-236.
- [3] Szaraniec B., Ziąbka M., Chłopek J., Papargyri S., Tsipias D.: Obtaining of porous titanium for medical implants. Engineering of Biomaterials 11 81-84 (2008) 49-52
- [4] Sobieszczyk S.: Rozwój bioaktywnych implantów porowatych na podstawie stopów tytanu, Wydawnictwo Politechniki Gdańskiej, Gdańsk 2013.
- [5] Król M., Dobrzański L.A., Reimann Ł., Czaja I., Surface quality in selective laser melting of metal powders, Archives of Materials Science and Engineering 2013, 60/2, 87-92
- [6] Esen Z., Tarhan Bor E., Bor S.: Characterization of loose powder sintered porous titanium and Ti6Al4V alloy, Turkish J. Eng. Env. Sci.33 (2009) , 207 – 219.
- [7] Tang F., Fudouzi H., Uchikoshi T., Sakka Y., Preparation of porous materials with controlled pore size and porosity, Journal of the European Ceramic Society 2004, 24, 341.
- [8] De Aza P.N., Luklinska Z.B., Guitian F., De Aza F., Mechanism of bonelike formation on a bioactive implant in vivo, Biomaterials 2003, 24, 1437