

Magdalena NIEMCZEWSKA-WÓJCIK^{*}, Anita MAŃKOWSKA-SNOPCZYŃSKA^{}, Witold PIEKOSZEWSKI^{**}**

BADANIA TRIBOLOGICZNE MATERIAŁÓW DO ZASTOSOWAŃ W TECHNICIE MEDYCZNEJ

THE TRIBOLOGICAL RESEARCH OF MATERIALS FOR USE IN A MEDICAL TECHNIQUE

Słowa kluczowe:

biomateriały, topografia powierzchni, tarcie, zużywanie

Key words:

biomaterials, surface topography, friction, wear

Streszczenie

W pracy przedstawiono procedurę przeprowadzania badań technologicznych nowych materiałów przeznaczanych do zastosowania w technice medycznej, w szczególności na implanty stawów. Przedmiotem badań oraz analiz było przykładowe skojarzenie materiałowe: metal-polimer, w węzłach tarcia:

^{*} Politechnika Krakowska, Instytut Technologii Maszyn i Automatykacji Produkcji, Al. Jana Pawła II 37, 31-864 Kraków, Polska, tel. 012 628 32 59 lub 501 456 836, e-mail: niemczewska@mech.pk.edu.pl.

^{**} Instytut Technologii Eksploatacji – Państwowy Instytut Badawczy, Zakład Tribologii, ul. Pułaskiego 6/10, 26-600 Radom, Polska, e-mail: anita.mankowska@itee.radom.pl, e-mail: witold.piekoszewski@itee.radom.pl.

trzpień–płytką oraz panewka–główka. Powierzchnie badanych elementów zostały ukształtowane oraz przygotowane zgodnie z wytycznymi norm. Modelowe i symulacyjne badania tribologiczne przeprowadzono w otoczeniu płynu Ringera. Wyznaczono charakterystyki tribologiczne oraz przeprowadzono analizę korelacji pomiędzy czynnikami technologicznymi (cechami geometrycznymi) ukonstytuowanymi w procesie wytwarzania a charakterystykami tribologicznymi (współczynnik tarcia/moment tarcia) oraz ukonstytuowaną w trakcie eksploatacji powierzchnią (produkty zużycia).

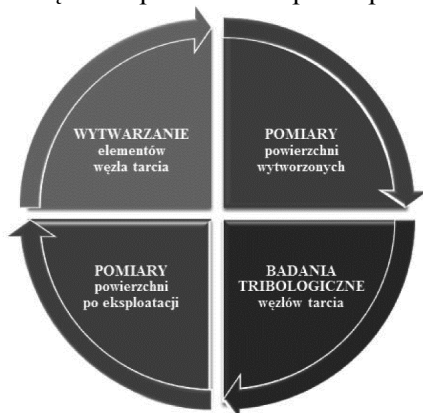
WPROWADZENIE

Materiały, które znajdują zastosowanie w technice medycznej (tzw. biomateriały) muszą spełniać restrykcyjne wymagania opisane w odpowiednich normach. Bez względu jednak na typ zastosowania każdy biomateriał powinna charakteryzować biogodność, biotolerancja, biofunkcjonalność, odporność na zużycie, odporność na pękanie, odporność na korozję, wysoka wytrzymałość zmęczeniowa, odpowiednia sprężystość (moduł sprężystości podłużnej) [L. 3].

Pomimo wielu biomateriałów dostępnych na rynku, w dalszym ciągu poszukiwane są nowsze rozwiązania, które przed wprowadzeniem wymagają przeprowadzenia wielu badań, zarówno od strony biomedycznej, jak też technologicznej.

Nawet spełnienie przez materiały wymagań biomedycznych nie gwarantuje możliwości ich zastosowania w technice medycznej. Istotny etap, po uzyskaniu pozytywnych wyników badań biomedycznych, stanowią badania technologiczne, które poza badaniami własności materiałowych obejmują badania właściwości użytkowych powierzchni elementów danego układu.

Badania technologiczne obejmują technologię kształtowania walorów użytkowych powierzchni roboczych wraz z ich pomiarem oraz badania tribologiczne z pomiarem i oceną stanu powierzchni po eksploatacji – **Rys. 1**.



Rys. 1. Schemat przebiegu badań technologicznych biomateriałów

Fig. 1. The scheme of technological research of biomaterials

Ukształtowanie powierzchni wyrobu wynika z właściwego doboru procesu technologicznego wytwarzania z uwzględnieniem rodzaju materiału oraz jego właściwości. Końcowym etapem procesu technologicznego jest obróbka wykończeniowa, w wyniku której otrzymywana jest topografia powierzchni obrabianej decydująca o jej funkcjonalności (walorach użytkowych) [L. 5, 10].

Właściwości użytkowe biomateriałów następnie poddawane są weryfikacji z wykorzystaniem stanowisk do badań (testów) tribologicznych.

Badania tribologiczne obejmują dwa etapy. Pierwszy etap stanowią modelowe badania tribologiczne na prostych próbkach. Badania te realizowane są w skojarzeniu badawczym typu: trzpień–płytką, w ruchu posuwisto-zwrotnym. Efektem badania jest wybór skojarzenia o najlepszych charakterystykach tribologicznych, tzn. o najniższym współczynniku tarcia i najmniejszej intensywności zużywania. Badania modelowe są czasochłonne (czas pojedynczego testu trwa około 11,5 dnia), mimo to trwają znacznie krócej niż badania na symulatorach.

Drugi etap stanowią symulacyjne badania tribologiczne na próbkach, których kształty odwzorowują rzeczywisty węzeł tribologiczny. Badania te realizowane są w skojarzeniu badawczym typu: panewka–główka, w ruchu symulującym chód człowieka. Badaniom na symulatorach poddaje się elementy wykonane z materiałów, które zostały wytypowane w badaniach modelowych. Badania symulacyjne (czas pojedynczego testu) trwają około 30 dni.

Metody badań, zarówno modelowych, jak też symulacyjnych, zostały znormalizowane i ujęte w amerykańskiej normie ASTM F 732-00 (*Standard test method for wear testing of polymeric materials used in total joint prostheses*) [L. 1].

Zalecanym medium smarującym w badanych skojarzeniach materiałowych jest przefiltrowana i wysterylizowana surowica z krwi wołu (cielęcica), ale z uwagi na ograniczony dostęp do tego środka i kłopoty związane z jego użytkowaniem (szybkie utlenianie się) do badań laboratoryjnych spośród dostępnych na rynku płynów fizjologicznych o określonym składzie chemicznym (Ringera, Tyroda, Hanksa) wybrano płyn Ringera.

W trakcie badań dozowana jest zalecana, niezmienna ilość medium smarującego o temperaturze wynikającej z temperatury ciała ludzkiego. Badania przeprowadza się w klimatyzowanym pomieszczeniu, w którym temperatura jest stabilizowana w zakresie $23\pm 1^{\circ}\text{C}$, a wilgotność względna wynosi $50\pm 5\%$.

W trakcie badań, zarówno w skojarzeniu badawczym trzpień–płytką, jak też panewka–główka, pozostające we wzajemnym kontakcie technicznie wytworzone powierzchnie elementów węzła tarcia wzajemnie się przemieszczają i poddawane są działaniu sił tarcia. Na etapie wzajemnego docierania powierzchni elementów współpracujących dochodzi od ich stopniowego zużywania, czemu towarzyszy powstawanie produktów zużycia [L. 3, 5, 7].

Ocena ukształtowania powierzchni badanej, zarówno wytworzonej technologicznie, jak też powstałej w wyniku eksploatacji, może mieć charakter zarówno ilościowy, jak też jakościowy [L. 6]. Ocena ilościowa powstaje na pod-

stawie analizy parametrów opisujących zmierzoną powierzchnię, co pozwala na dokładne określanie związków między elementami topografii powierzchni oraz walorami użytkowymi [L. 8, 9, 10].

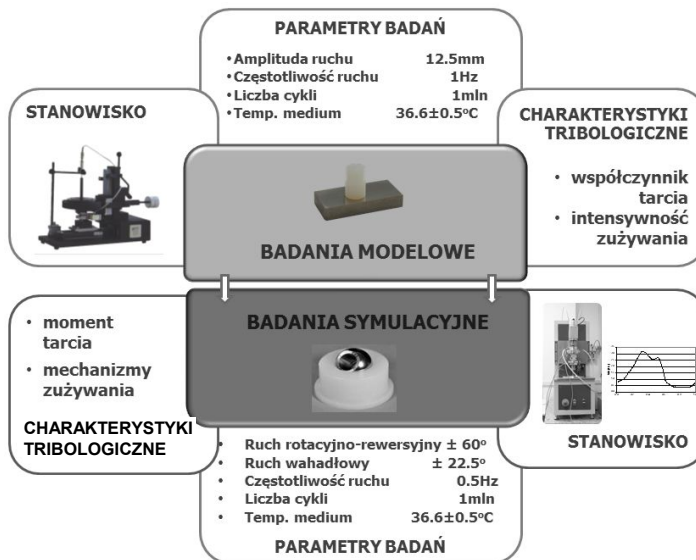
Natomiast ocena jakościowa opiera się na analizie obrazów będących wynikiem zastosowania różnych urządzeń pomiarowych, m.in. mikroskopu optycznego (OM), skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM), mikroskopu sił atomowych (AFM).

Dokonując analizy mechanizmu zużywania elementów współpracujących, należy brać pod uwagę wszystkie możliwe czynniki, w tym czynniki eksploatacyjne (środek smarowy, mechanika kontaktu) oraz czynniki technologiczne (cechy materiałowe oraz cechy geometryczne).

PRZEDMIOT I METODYKA BADAŃ

Przedmiotem badań były różne skojarzenia materiałowe typu polimer–ceramika monokrystaliczna, polimer–ceramika polikrystaliczna oraz polimer–metal. Na potrzeby niniejszego opracowania przedstawiono wyniki badań i analiz dla wybranego skojarzenia materiałowego: polimer (polietylen UHMWPE)–metal (stop tytanu Ti-6,5Al-1,3Si-2Zr). Zarówno stop tytanu, jak i polimer posiadają certyfikaty potwierdzające możliwość ich zastosowania w technice medycznej (pozytywne wyniki badań biomedycznych).

Na **Rys. 2** przedstawiono etapy badań tribologicznych: modelowe i symulacyjne biomateriałów.



Rys. 2. Etapy badań tribologicznych

Fig. 2. The stages of tribological research

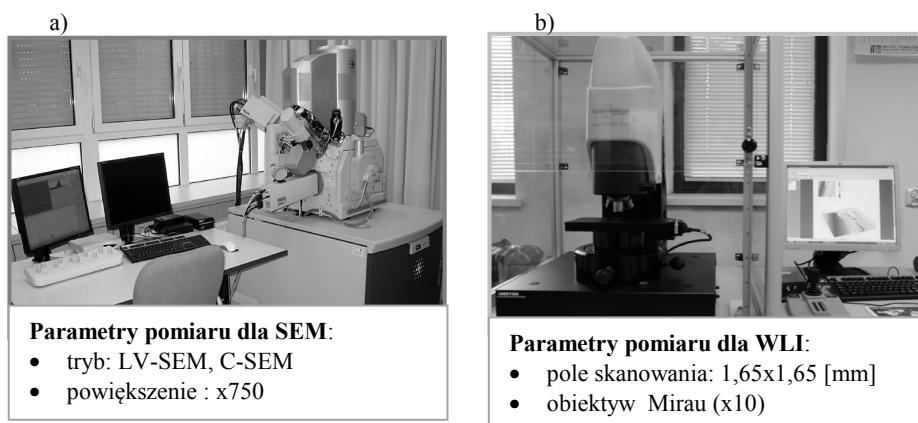
Modelowe badania tribologiczne przeprowadzono za pomocą testera T-17 w ruchu posuwisto-zwrotnym w skojarzeniu badawczym typu trzpień–płytką.

Symulacyjne badania tribologiczne przeprowadzono za pomocą testera T-24 (symulator stawu biodrowego), w warunkach odwzorowujących ruchy kinematyczne oraz warunki pracy naturalnych stawów. Podczas biegu badawczego główka porusza się w panewce ruchem oscylacyjnym (rotacyjno-rewersyjnym) wokół własnej osi oraz ruchem wahadłowym w stosunku do osi panewki.

Obydwa etapy badań (modelowe i symulacyjne) prowadzono w obecności płynu Ringera. Powierzchnie elementów węzłów tarcia zostały przygotowane zgodnie z wytycznymi norm ASTM F732-00 [L. 1] oraz ASTM F2033-12 [L. 2]. Chropowatość powierzchni wyrażona parametrem R_a zawarta była w zakresie, odpowiednio dla trzpieni i panewek: $1,0 \div 2,0 \mu\text{m}$, natomiast dla płytek i główek: $0,025 \div 0,055 \mu\text{m}$.

Na podstawie przeprowadzonych badań wyznaczono charakterystyki tarciove (współczynnik tarcia, moment tarcia) i zużyciowe (intensywność zużycia, mechanizm zużycia) badanych skojarzeń materiałowych.

Analizę struktury geometrycznej powierzchni przed (TWW) i po testach tribologicznych (EWW) przeprowadzono w oparciu o wyniki pomiarów otrzymane na skaningowym mikroskopie elektronowym (*Scanning Electron Microscope SEM*) oraz mikroskopie interferometrycznym (*White Light Interferometry WLI*) – Rys. 3.



Rys. 3. Urządzenia pomiarowe: a) SEM, b) WLI

Fig. 3. Measurement devices: a) SEM, b) WLI

Pomiary przeprowadzone za pomocą mikroskopu SEM pozwoliły na wizualizację stanu powierzchni badanych w dużej rozdzielczości. Natomiast wykorzystanie mikroskopu interferometrycznego WLI umożliwiło określenie parametrów charakteryzujących jej geometryczne ukształtowanie (topografię powierzchni).

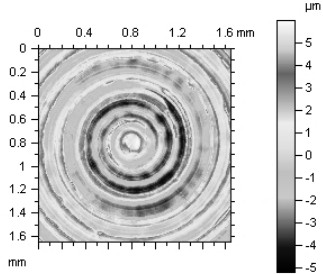
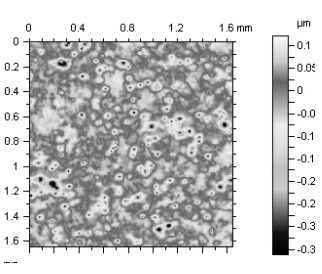
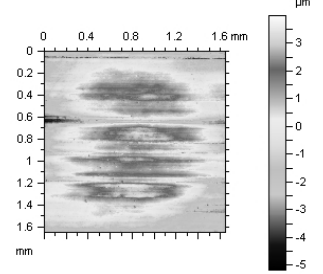
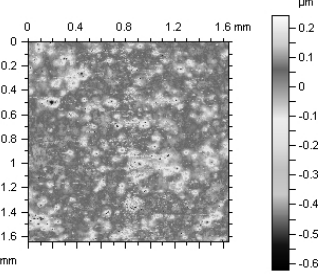
Stan powierzchni przed i po testach tribologicznych oceniono na podstawie wybranych funkcji oraz parametrów topografii powierzchni [L. 4, 9]. W tym celu wykorzystano specjalistyczne oprogramowanie metrologiczne.

Należy w tym miejscu podkreślić, że ze względu na ilość przeprowadzonych badań w niniejszym opracowaniu zaprezentowane zostały wybrane, reprezentatywne wyniki ukazujące istotę problemu trwałości układów medycznych oraz potrzebę prowadzenia kompleksowych badań biomateriałów wykorzystywanych na elementy tych układów.

WYNIKI BADAŃ I DISKUSJA

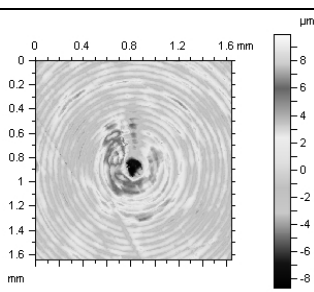
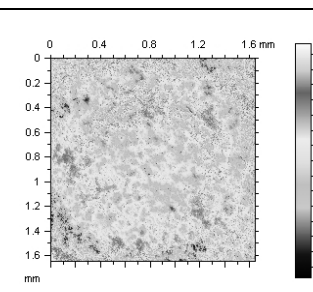
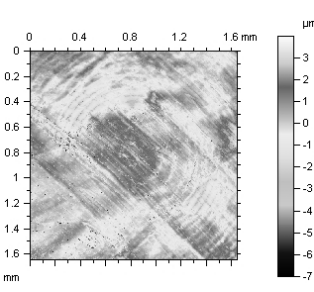
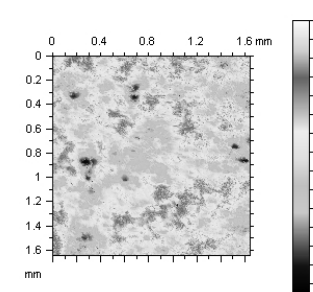
Stan powierzchni elementów węzła tarcia, zarówno przed (TWW) jak też po (EWW) badaniach tribologicznych, poddano analizie ilościowej oraz jakościowej.

Tabela 1. Wyniki pomiaru (WLI) dla elementów węzła tarcia: trzpień–płytką
Tabela 1. Measurement results (WLI) for friction pair elements: pin-on-plate

| | <i>TRZPIEŃ</i> | <i>PLYTKA</i> |
|------------|---|--|
| <i>TWW</i> |  |  |
| | Sq[µm] = 2.05 Ssk [-] = 0.114 Sku [-] = 2.50 | Sq[µm] = 0.064 Ssk [-] = -1.81 Sku [-] = 8.02 |
| <i>EWW</i> |  |  |
| | Sq[µm] = 1.41 Ssk [-] = -0.0599 Sku [-] = 2.49 | Sq[µm] = 0.0884 Ssk [-] = -2.15 Sku [-] = 10 |

W **Tab. 1** przedstawiono wyniki otrzymane za pomocą mikroskopu interferometrycznego *WLI* dla elementów węzła tarcia: trzpień- płytki w badaniach modelowych. Natomiast w **Tab. 2** przedstawiono wyniki otrzymane dla elementów węzła tarcia: panewka-główka w badaniach symulacyjnych.

Tabela 2. Wyniki pomiaru (WLI) dla elementów węzła tarcia: panewka-główka
Table 2. Measurement results (WLI) for friction pair elements: socket-and-ball

| | <i>PANEWKA</i> | <i>GLÓWKA</i> |
|------------|--|---|
| <i>TWW</i> |  |  |
| | Sq[μm] = 1.97 Ssk [-] = 0.720 Sku [-] = 5.63 | Sq[μm] = 0.101 Ssk [-] = 0.0439 Sku [-] = 3.27 |
| <i>EWW</i> |  |  |
| | Sq[μm] = 1.02 Ssk [-] = -0.772 Sku [-] = 5.94 | Sq[μm] = 0.186 Ssk [-] = -0.0085 Sku [-] = 3.08 |

Topografia powierzchni polimerowego trzpienia ukazuje cechy geometryczne technologicznej warstwy wierzchniej (*TWW*). Widoczne na powierzchni wyraźne ślady, o głębokości nieprzekraczającej $4,5 \mu\text{m}$, są wynikiem zastosowanego procesu obróbki toczeniem z polerowaniem wykończeniowym. Wartość parametru *Ssk* (skośność) równa $0,114$ wskazuje na występowanie wzniesień o stromych zboczach i zastrzonych wierzchołkach, których charakter zmienił się w wyniku przeprowadzonych badań tribologicznych. Wierzchołki zostały ścięte i wygładzone, o czym świadczy ujemna wartość parametru *Ssk* dla *EWW*.

Topografię powierzchni metalowej płytki charakteryzowały liczne (kurtoza $\text{Sku} > 3$), równomiernie rozmieszczone wgłębienia, których głębokość nie

przekraczała 0,35 μm . Powierzchnia miała charakter płaskowyżowy, o wzniesieniach z łagodnymi zboczami, o czym świadczy ujemna wartość parametru Ssk. W wyniku tarcia parametry charakteryzujące topografię powierzchni uległy zmianie (w tym parametr Sq – średnie kwadratowe odchylenie chropowatości powierzchni), a charakter tych zmian świadczy o deponowaniu się materiału polimerowego trzpienia (produkty zużycia) na powierzchniach metalowych płytek.

Wyniki pomiarów topografii powierzchni otrzymane dla elementów skojarzenia panewka–główka wskazują również na zużywanie polimerowego elementu oraz zmiany w ukształtowaniu powierzchni będące wynikiem przeprowadzonych badań tribologicznych w układzie odwzorowującym rzeczywiste ruchy podczas chodu człowieka.

Powierzchnie panewki tworzyły symetrycznie rozłożone okręgi (wgłębienia), charakterystyczne dla obróbki toczeniem z polerowaniem wykończeniowym, których głębokość nie przekraczała 7,5 μm . Wzniesienia o stromych zboczach oraz zastrzonych wierzchołkach ($Ssk > 0$ dla TWW), podobnie jak w przypadku trzpienia w badaniach modelowych, uległy starciu ($Ssk < 0$ dla EWW) w wyniku oddziaływania nierówności główki. Na powierzchni panewki EWW widoczne są ślady tego oddziaływania. Wysokość nierówności uległa znacznemu zmniejszeniu, o czym świadczą wartości parametrów dla EWW.

Topografia powierzchni metalowej główki miała charakter izotropowy. Wzniesienia tworzące powierzchnię charakteryzowały zastrzone wierzchołki, które podczas współpracy z polimerową panewką, z uwagi na większą twardość materiału główki, powodowały niszczenie powierzchni panewki. Produkty zużycia, będące wynikiem takiego oddziaływania, zostały zdeponowane na powierzchni główki, tworząc miejscowo rozłożyste obszary, co wpłynęło na zmianę wartości parametrów główki EWW – niemal dwukrotne zwiększenie Sq oraz zmniejszenie Ssk.

W **Tab. 3 i 4** przedstawiono wyniki uzyskane za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego SEM, odpowiednio dla węzła tarcia: trzpień–płytki oraz panewka–główka.

Obrazy SEM powierzchni badanych elementów przedstawiają charakterystykę ukształtowania tych powierzchni w procesie technologicznego wytwarzania (TWW) oraz powierzchni po procesie eksploatacji (EWW).

Zarówno dla badań modelowych, jak też symulacyjnych, wyniki SEM uzupełniają informacje z WLI, umożliwiając kompletną analizę badanych układów.

Obrazy SEM oddają rzeczywisty obraz powierzchni badanej. Wyniki TWW ukazują charakter ukształtowania powierzchni elementów par trących, natomiast wyniki EWW bardziej szczegółowo oddają charakter zużywania elementów polimerowych (trzpienia i panewki) oraz deponowania produktów zużycia na powierzchniach elementów metalowych (płytki i główki).

Tabela 3. Wyniki pomiaru (SEM) dla elementów węzła tarcia: trzpień–plytka
 Table 3. Measurement results (SEM) for friction pair elements: pin-on-plate

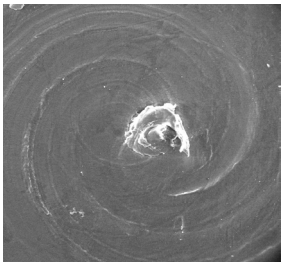
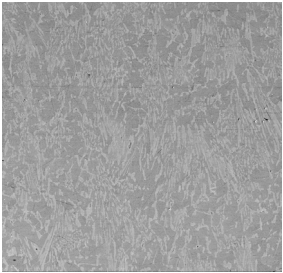
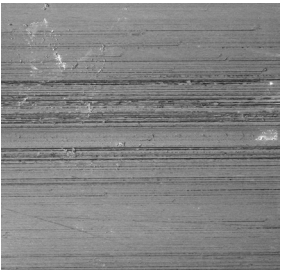
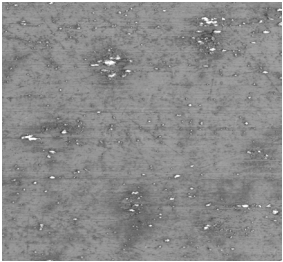
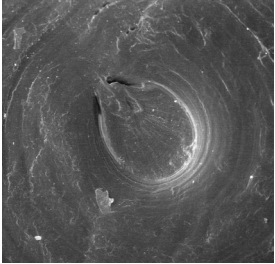
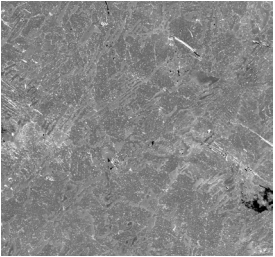
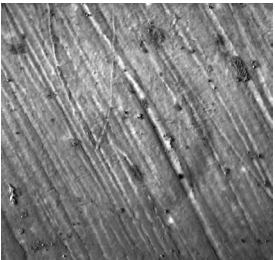
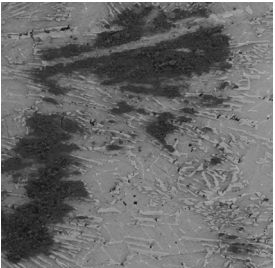
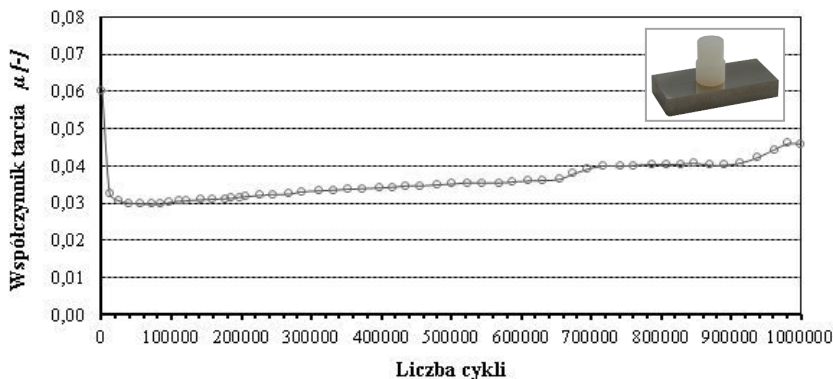
| | <i>TRZPIEŃ</i> | <i>PŁYTKA</i> |
|------------|---|--|
| <i>TWW</i> |  |  |
| <i>EWV</i> |  |  |

Tabela 4. Wyniki pomiaru (SEM) dla elementów węzła tarcia: panewka–główka
 Table 4. Measurement results (SEM) for friction pair elements: socket-and-ball

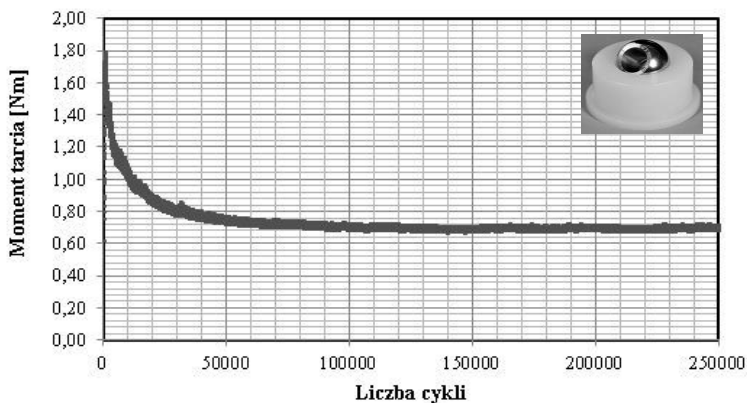
| | <i>PANEWKA</i> | <i>GŁÓWKA</i> |
|------------|---|--|
| <i>TWW</i> |  |  |
| <i>EWV</i> |  |  |

Przykładowe charakterystyki tribologiczne uzyskane w badaniach modelowych i symulacyjnych przedstawiono na **Rys. 4 i 5**. Należy zaznaczyć, że w przypadku badań modelowych charakterystyka dotyczy całego cyklu badawczego, natomiast w przypadku badań weryfikacyjnych tylko jednego przykładowego etapu (od 0÷250000 cykli) z czterech składających się na cały bieg badawczy.



Rys. 4. Przebieg współczynnika tarcia dla węzła tarcia: trzpień–płytką

Fig. 4. Friction coefficient for friction pair: pin-on-plate



Rys. 5. Przebieg momentu tarcia dla węzła tarcia: panewka–główka

Fig. 5. Friction torque for friction pair: socket-and-ball

Dla skojarzenia modelowego wartości współczynnika tarcia po początkowym okresie docierania mają tendencję niewielkiego wzrostu, natomiast w przypadku skojarzenia rzeczywistego (badania symulacyjne) po początko-

wym okresie dotarcia wartość oporów ruchu utrzymuje się na stałym, niezmiennym poziomie.

W przypadku skojarzenia modelowego zmiany wynikają prawdopodobnie ze zwiększonego przenoszenia się materiału polimerowego trzpienia na współpracującą płytkę w miarę wzrostu liczby wykonanych cykli, będącego wynikiem szczypania się materiału już zdeponowanego na płytce z materiałem trzpienia (kontakt polimer–polimer).

PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Wyniki badań i analiza stanu eksploatacyjnej warstwy wierzchniej EWW elementów węzła tarcia przeprowadzona w ramach modelowych oraz symulacyjnych (weryfikacyjnych) badaniach tribologicznych wykazała, że zidentyfikowanym produktem zużycia zdeponowanym na powierzchniach płytek/główek był materiał polimerowy trzpienia/panewki. Ilość produktów zużycia została określona głównie na podstawie zdjęć (analiza jakościowa stanu powierzchni) otrzymanych za pomocą wybranych, komplementarnych metod pomiarowych, w tym mikroskopii optycznej (WLI) i skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM).

Mechanizm zużywania polimerowych elementów w badanych skojarzeniach stanowi efekt wielu procesów, w tym ścierania, zmęczenia, adhezji oraz kohezji warstwy wierzchniej powstałej podczas testów tribologicznych.

Przedstawione w niniejszym opracowaniu wyniki badań technologicznych stanowią zaledwie część badań, które zrealizowano w celu określenia czynników, mających wpływ na trwałość układu panewka–główna w endoprotezie stawu biodrowego. W badaniach oraz analizie wyników wzięto pod uwagę zarówno warunki eksploatacyjne (rodzaj węzła tarcia), cechy materiałowe (skojarzenie materiałowe), jak również geometryczne (ukształtowanie powierzchni trących od skali makro do nano).

Praca naukowa finansowana ze środków budżetowych na naukę w latach 2011–2014 (0384/IP2/2011/71).

LITERATURA

1. ASTM F732-00: Standard Test Method for Wear Testing of Polymeric Materials Used in Total Joint Prostheses, 2006.
2. ASTM F2033-12: Standard Specification for Total Hip Prosthesis and Hip Endoprosthesis Bearing Surfaces Made of Metallic, Ceramic and Polymeric Materials, 2012.
3. Gierzyńska-Dolna M.: Biotribologia. Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 2002.

4. ISO 25178-2:2012 – Geometrical Product Specifications (GPS) Surface texture: Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters.
5. Niemczewska-Wójcik M.: The influence of the surface geometric structure on the functionality of implants. *Wear*. Vol. 271, Issues 3–4, 2011, pp. 596–603.
6. Niemczewska-Wójcik M., Mathia T., Wójcik A.: Measurement techniques used for analysis of the geometric structure of machined surfaces. *Management and Production Engineering Review*, Vol. 5, Number 2, 2014, s. 27–32.
7. Niemczewska-Wójcik M., Mańkowska-Snopczyńska A., Piekoszewski W.: Wpływ ukształtowania struktury geometrycznej powierzchni stopu tytanu na charakterystyki tribologiczne polimeru. *Tribologia: teoria i praktyka* 6/2014, s. 97–112.
8. Pawlus P., Wieczorowski M. and Mathia T.: *The Errors of Stylus Methods in Surface Topography Measurements*. Wydawnictwo ZAPOL, 2014.
9. Stout K.J., Blunt L.: *Three Dimensional Surface Topography*. Penton Press, London 2000.
10. Wieczorowski M.: *Wykorzystanie analizy topograficznej w pomiarach nierówności powierzchni*. Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Poznań 2009.

Summary

The paper presents the procedure for technological research of new materials to be applied in a medical technique, especially for hip joint implants. The subject of the research and analysis was the metal-polymer combination in the plate-on-pin and ball-and-socket friction pairs. The surfaces of the tested components were shaped and prepared in accordance with the relevant guidelines of the standards. Tribological tests (modelling and simulating) were carried out using Ringer's fluid. Tribological characteristics were determined. The correlation between technology factors (geometric features) constituted in the manufacturing process and tribological characteristics (friction coefficient, friction torque) as well as the surface shaped during operation (wear products) were established.