

STOP MAGNEZU AZ91 Z NANIESIONĄ PLAZMOWO POWŁOKĄ HAp

JUSTYNA KLIMAS*, AGATA DUDEK, MAGDALENA KLIMAS

POLITECHNIKA CZĘSTOCHOWSKA,
WYDZIAŁ INŻYNIERII PROCESOWEJ MATERIAŁOWEJ
I FIZYKI STOSOWANEJ, INSTYTUT INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ,
AL. ARMII KRAJOWEJ 19, 42-200 CZĘSTOCHOWA, POLSKA
*E-MAIL: JKlimas@wip.pcz.pl

Streszczenie

W ramach niniejszej pracy przedstawiono wyniki badań stopu magnezu AZ91 z naniesioną plazmowo powłoką hydroksyapatytową.

Przeprowadzono charakterystykę stereologiczną proszku HAp. Zamieszczono analizę mikrostruktury oraz budowy naniesionej powłoki HAp. Dokonano porównania własności mechanicznych stopu magnezu i stopu z naniesioną powłoką ceramiczną.

Słowa kluczowe: biomateriały, stop magnezu, hydroksyapatyt, natryskiwanie plazmowe
[Inżynieria Biomateriałów, 122-123, (2013), 16-18]

Wprowadzenie

Ciągły rozwój medycyny, inżynierii biomedycznej i materiałowej związany jest z postępowaniem w dziedzinie implantacji biomateriałów pochodzenia naturalnego jak i syntetycznego w celu wspomaganie czy odbudowy funkcji tkanek i organów [1].

Od materiałów przeznaczonych na implanty wymaga się, aby odznaczały się dużą biogodnością, nie powodowały reakcji immunologicznych, nie były toksyczne czy kancerogenne. Co więcej powinny charakteryzować się, biofunkcjonalnością, w niektórych przypadkach bioaktywnością powierzchniową, biodegradacją i bioresorpcją, a więc spełniać założone funkcje przez dany okres czasu [2].

W grupie materiałów spełniających wymienione kryteria plasuje się magnez i jego stopy, który w ostatnim czasie zyskał duże znaczenie w dziedzinie biomateriałów jako materiał biodegradowalny i bioresorbowalny, mogący znaleźć w przyszłości zastosowanie w medycynie na szerszą skalę. Produkty rozkładu magnezu i jego stopów nie wpływają toksycznie na tkanki okołowszczepowe, nie mniej jednak tempo korozji jest zbyt szybkie, aby zapewnić wystarczający czas na regenerację leczonęj tkanki. Celem zwiększenia odporności magnezu na korozję nanosi się na jego powierzchnię warstwy hydroksyapatytu, które dodatkowo podwyższają biogodność i bioaktywność implantu [1,3-5].

Materiały i metody

Materiał badawczy stanowił stop magnezu o oznaczeniu AZ91, którego skład chemiczny zamieszczono w TABELI 1.

Podłoże metaliczne poddano w pierwszym etapie piaskowaniu, a następnie naniesiono powłokę ceramiczną metodą natryskiwania plazmowego APS (Atmosferic Plasma Sprayed). Do wytworzenia powłoki wykorzystano proszek hydroksyapatytu $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, o bardzo wysokim stopniu czystości, powyżej 99% wagowych.

MAGNESIUM ALLOY AZ91 WITH PLASMA-DEPOSITED HAp COATING

JUSTYNA KLIMAS*, AGATA DUDEK, MAGDALENA KLIMAS

CZESTOCHOWA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY,
FACULTY OF PROCESSING AND MATERIAL ENGINEERING
AND APPLIED PHYSICS, INSTITUTE FOR MATERIAL ENGINEERING,
19 ARMII KRAJOWEJ AVE, 42-200 CZESTOCHOWA, POLAND
*E-MAIL: JKlimas@wip.pcz.pl

Abstract

This study discusses the results obtained from examinations of magnesium alloy AZ91 with plasma-deposited hydroxyapatite (HAp) coating.

Stereological characterization of HAp powder was also presented. The authors also conducted a microstructure analysis of the HAp coating. Mechanical properties of magnesium alloy and alloy with ceramic coating were compared.

Keywords: biomaterials, magnesium alloy, hydroxyapatite, plasma spraying
Engineering of Biomaterials, 122-123, (2013), 16-18

Introduction

Continuous advances in medicine, biomedical engineering and material engineering is connected with the progress in implantation of biomaterials of natural origins of both natural and synthetic origins in order to reconstruct the function of both tissues and body organs [1].

The materials used for implants are expected to be characterized by high biocompatibility, cannot cause immune response and be toxic or carcinogenic. Moreover, they have to be characterized by biofunctionality and, in some cases, surface bioactivity, biodegradation and bioresorption and thus perform certain functions for a particular time [2].

A group of materials that perform certain criteria includes magnesium and its alloys. Magnesium has been given much attention in the field of biomaterial engineering as a biodegradable and bioresorbable material, which might be in the future used in medicine to a broader scale. Products of distribution of magnesium and its alloys do not have a toxic effect on implant tissues. However, the corrosion rate is too fast to ensure sufficient time for the damaged tissue to reconstruct. In order to increase magnesium resistance to corrosion, its surface is often added a hydroxyapatite layer, which also improves biocompatibility and bioactivity of the implant [1,3-5].

Materials and methods

The research material was composed of the magnesium alloy AZ91 with chemical composition as presented in TABLE 1.

At the first stage, the metallic base material was sanded and then a ceramic coating was deposited using the method of atmospheric plasma spraying (APS). The coating was obtained using hydroxyapatite powder $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, with very high degree of purity of over 99%wt.

The stereological examinations of the hydroxyapatite powder consisted in description of geometrical parameters of the powder particles.

TABELA 1. Skład chemiczny stopu magnezu AZ91 [6]
TABLE 1. Chemical composition of the magnesium alloy AZ91 [6].

Składnik chemiczny Chemical component	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Ni	Mg
Procent wagowy Weight percentage	8,5	0,75	0,13	0,02	0,02	0,01	0,002	reszta

Przeprowadzono stereologiczne badania proszku hydroksyapatytu, wykonując opis parametrów geometrycznych, które charakteryzowały cząsteczki proszku.

Stop magnezu AZ91, jak również natrykiwaną powłokę poddano badaniom mikrostrukturalnym przy użyciu mikroskopu konfokalnego Olympus LEXT OLS4000.

Powierzchnię stopu magnezu AZ91 w stanie wyjściowym jak również z naniesioną powłoką HAp poddano badaniom twardości. Badania przeprowadzono metodą Vickersa przy obciążeniu 100g - HV 0,1 przy pomocy mikrotwardościomierza półautomatycznego FM-7 firmy FUTURE-TECH.

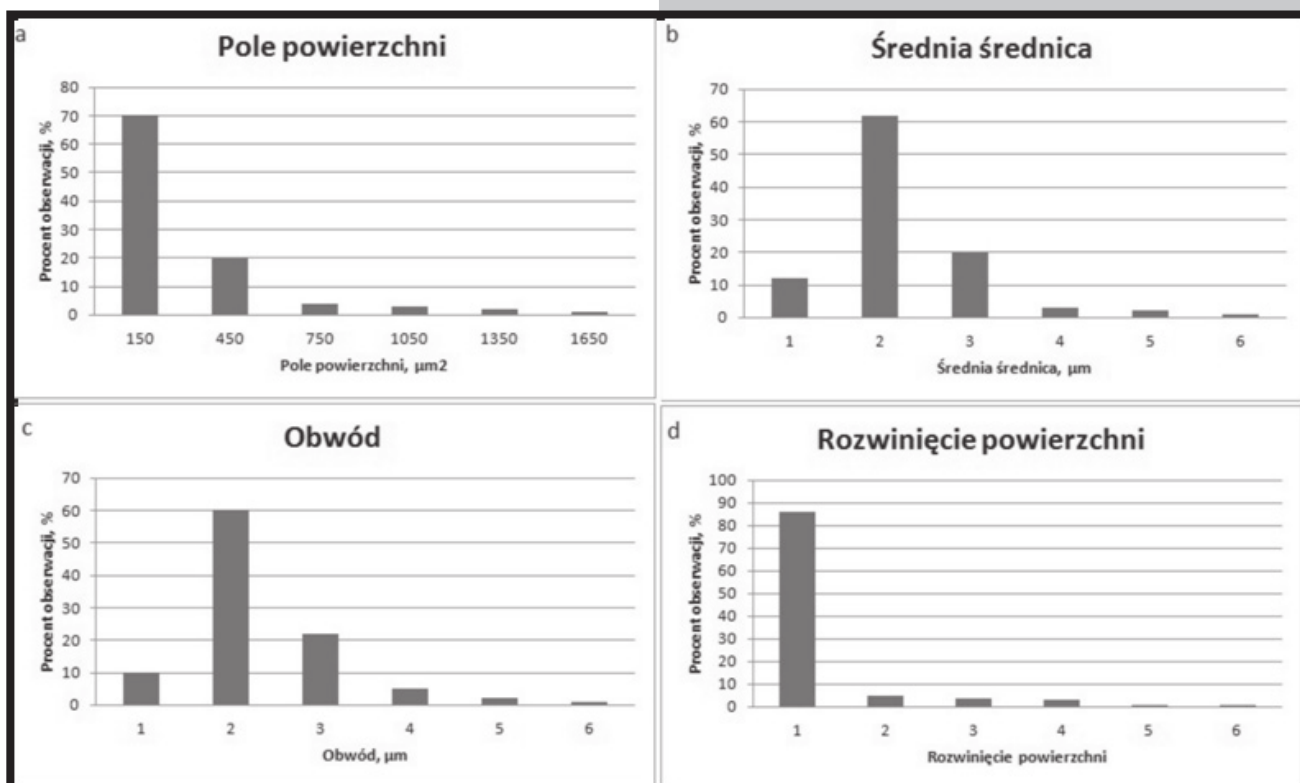
Wyniki i dyskusja

The magnesium alloy of AZ91 and the deposited coating were subjected to microstructural examinations using confocal microscope Olympus LEXT OLS4000.

Hardness was measured on the surface of the magnesium AZ91 alloy in the initial state and with the HAp layer. The examinations were carried out using the Vicker's method with the load of 100g - HV 0.1 by means of semi-automatic microhardness tester FM - 7 (FUTURE-TECH).

Results and discussion

The following parameters of HAp powder particles were analysed: surface area, perimeter, diameter, surface roughness. The results are presented in the form of histograms in FIG.1.



RYS.1. Histogramy przedstawiające: a) pole powierzchni cząstek, b) średnią średnicę, c) obwód, d) rozwinięcie powierzchni cząstek HAp
FIG.1. Histograms of (a) particle surface area, (b) mean diameter, (c) perimeter and (d) HAp particles roundness

Dokonano analizy następujących parametrów cząstek proszku HAp: pole powierzchni, obwód, średnicę, współczynnik rozwinięcia powierzchni. Wyniki w formie histogramów przedstawiono na RYS.1.

Badania stereologiczne wykazały, że ziarna proszku hydroksyapatytu mają regularny, kulisty kształt – świadczy o tym wartość rozwinięcia powierzchni ziaren bliska 1. Średnia średnica cząstek wynosi około 15 μm, pole cząstek około 240 μm², natomiast obwód około 50 μm.

Stereological examinations demonstrated that the hydroxyapatite powder grains had regular, spherical shape, which was confirmed by the roundness of nearly 1. Mean diameter of the particles was ca. 15 μm, mean surface area was 240 μm², and perimeter was 50 μm.

The microstructures obtained of the HAp layer deposited on the metallic base material and a cross-section of alloy AZ91 with the coating are presented in FIG.2 and 3.

Otrzymane mikrostruktury naniesionej powłoki HAp na podłoże metaliczne oraz przekroj poprzeczny stopu AZ91 z powłoką przedstawiono na RYS.2 i 3.

Otrzymana powłok HAp charakteryzuje się budową typową dla powłok wytwarzanych metodą natryskiwania plazmowego. Posiada ona nieregularny, falisty kształt z widoczną porowatością i laminarnością (ciemniejsze elementy w obszarze powłoki) umiejscowioną pomiędzy krzepnącymi warstwami proszku HAp. Uzyskana poprzez natryskiwanie plazmowe powłoka HAp posiada średnio grubość 160µm.

W TABELI 2 zestawiono wyniki mikrotwardości stopu magnezu AZ91 oraz powłoki hydroksyapatytowej na podłożu stopu magnezu.

Zestawione w TABELI wyniki przedstawiają zróżnicowaną mikrotwardość w przypadku stopu magnezu AZ91 i tego stopu z naniesioną powłoką hydroksyapatytową.

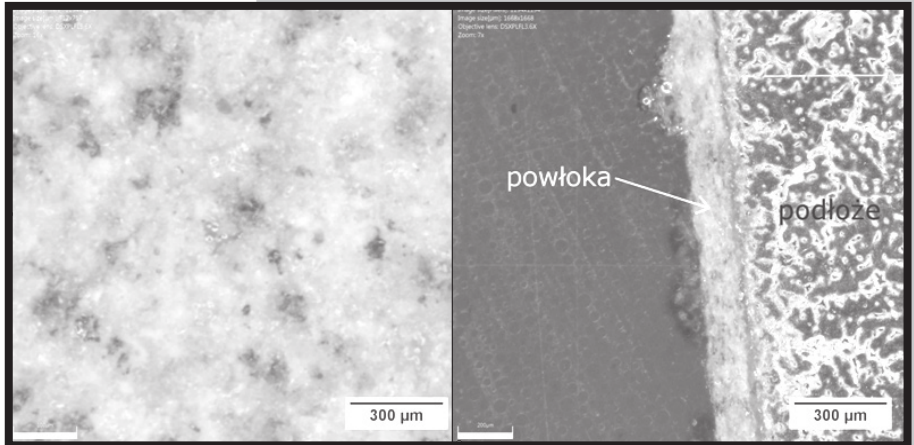
TABELA 2. Mikrotwardość stopu magnezu AZ91 oraz stopu AZ91 z powłoką HAp
TABLE 2. Microhardness of magnesium alloy AZ91 and the alloy AZ91 with HAP coating

Próbka Specimen		AZ91	Powłoka HAp HAp coating
Pomiar Measurement	I	84,1 HV0,1	165,3 HV0,1
	II	71,2 HV0,1	158,9 HV0,1
	III	80,9 HV0,1	154,2 HV0,1
Wartość średnia Mean		78,3 HV0,1	160,2 HV0,1

Wnioski

Napylenie powłoki HAp na powierzchnię stopu magnezu gwarantuje uzyskanie kompozycji o szczególnych, z punktu widzenia zastosowania w medycynie własnościach. Uzyskano powłokę o grubości 160 µm mającą na celu między innymi ograniczenie szybkości korozji stopu magnezu w środowisku ludzkich płynów ustrojowych.

Naniesienie powłoki HAp, wpływa w znaczny sposób na własności wytrzymałościowe stopu magnezu AZ91. Przeprowadzone badania mikrotwardości wykazały, że twardość stopu AZ91 w stanie wyjściowym jest dwa razy mniejsza niż naniesionej powłoki hydroksyapatytowej na podłożu stopu AZ91.



RYS. 2. Mikrostruktura powłoki HAp – mikroskop konfokalny

RYS.3. Mikrostruktura przekroju poprzecznego podłoża z naniesioną powłoką – mikroskop konfokalny

The HAp coating was characterized by the structure typical of coatings obtained using the method of plasma spraying. It had the irregular, wavy shape with noticeable porosity and laminarity (darker fields in the area of the coating) located between the solidifying layers of HAp powder. The HAp coating obtained through plasma spraying had the thickness of 160 µm on average.

TABLE 2 presents the results obtained from the measurements of microhardness of magnesium alloy AZ91 and hydroxyapatite layer based on magnesium alloy.

The results presented in the TABLE reveal varied microhardness in the case of magnesium alloy AZ91 and the alloy with deposited hydroxyapatite coating.

Conclusions

Plasma spraying of HAp coating on the surface of magnesium alloy allows for obtaining of the composition with particular, from the standpoint of application in medicine, properties. The coating with thickness of 160 µm was obtained in order to limit the corrosion rate in the magnesium alloy in the environment of human body fluids.

Deposition of the HAp coating considerably affects strength properties of the magnesium alloy AZ91. The microhardness tests demonstrated that hardness of alloy AZ91 in the initial state is twice lower than for the hydroxyapatite coating deposited on the base material (alloy AZ91).

Piśmiennictwo

- [1] Dudek A.: Kształtowanie własności użytkowych biomateriałów metalicznych i ceramicznych, Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 2010
- [2] Przybyszewska – Dorosł I., Okrój W., Walkowiak B.: Modyfikacje powierzchni implantów metalicznych, Inżynieria Biomateriałów, 1 – 3 (2005), s. 54 -62.
- [3] Staiger M.P., Pietak A.M., Huadmai J., Dias G.: Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials: a review, Biomaterials Volume: 27, Issue 9, March, 2006, pp. 1728–1734.

References

- [4] Dudek A., Malik M.A.: Characteristics of utilizable properties of magnesium alloy with the hydroxyapatite coating, Engineering of Biomaterials, Volume XV, Kraków 2012, s. 42–45.
- [5] Gu Xue–Nan, Zheng Yu–Feng: A review on magnesium alloys as biodegradable materials, Frontiers of Materials Science in China Volume: 4, Issue: 2, June 2010, pp. 111–115.
- [6] Reguła T.: Badanie wpływu obróbki cieplnej na właściwości mechaniczne odlewniczego stopu AZ91, AGH im. Stanisława Staszica, Kraków, 2007.