

USZLACHETNIANIE NARZĘDZI MEDYCZNYCH

MARTA BIEL GOŁASKA*, IZABELA KALEMBA **

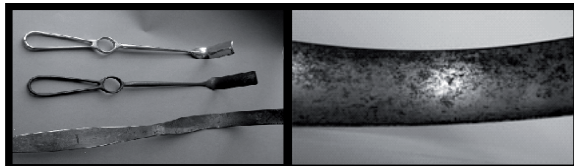
*INSTYTUT ODLEWNICTWA, KRAKÓW

**AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA, KRAKÓW

E-MAIL: MARTABIEL@IOD.KRAKOW.PL

[Inżynieria Biomateriałów, 58-60,(2006),90-93]

Wprowadzenie

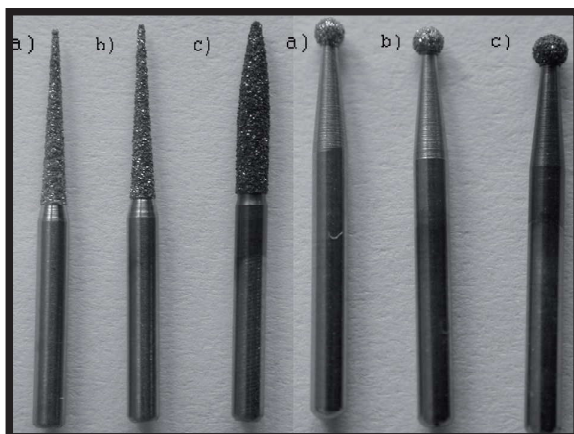


RYS.1. Stan narzędzi chirurgicznych wziętych z sali operacyjnej jednego z polskich szpitali.
FIG.1. The state of the surgical tools taken from the operating theatre of one of the Polish hospitals.

RYS.2. Korozja wżerowa na narzędziach medycznych.
FIG.2. Pitting corrosion on medical tools.

Inspiracją do podjęcia tematyki uszlachetniania powierzchni narzędzi medycznych był obraz stanu narzędzi eksploatowanych w różnych szpitalach w Polsce (RYS.1 i 2). Wiele narzędzi było zniszczonych przez korozję wżerową, co widać na zamieszczonych zdjęciach.

Narzędzia chirurgiczne mają bezpośredni kontakt z tkankami i płynami ustrojowymi w organizmie ludzkim, ze środkami do sterylizacji i odkażania, lekami, jak również podlegają zużyciu eksploatacyjnemu wynikającemu z ich zastosowania, a niekiedy uszkodzeniu. Wymienione warunki użytkowania narzędzi determinują dobór tworzywa, które powinno zabez-



RYS.6. Wiertła stomatologiczne a) bez powłoki oraz z powłokami b) z azotku tytanu TiN i c) z glinoazotku tytanu TiAlN.

FIG.6. Dental borers a) without a coating and with coatings b) of titanium nitride TiN and c) of titanium aluminonitride TiAlN.

ENRICHMENT OF MEDICAL TOOLS

MARTA BIEL GOŁASKA*, IZABELA KALEMBA**

*FOUNDRY RESEARCH INSTITUTE, KRAKOW

**UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY, KRAKOW

E-MAIL: MARTABIEL@IOD.KRAKOW.PL

[Engineering of Biomaterials, 58-60,(2006),90-93]

Introduction



Rys.3. Narzędzia pokryte powłoką diamentopodobną.
FIG.3. Surgical tools covered with diamond-like carbon coating DLC.

Rys.4. Narzędzia pokryte azotkiem tytanu TiN.
FIG.4. Tools covered with titanium nitride TiN.

Rys.5. Narzędzia pokryte glinoazotkiem tytanu TiAlN.
FIG.5. Tools covered with titanium aluminonitride TiAlN.

The sight of the state of tools which are utilized in various hospitals in Poland inspired the authors to undertake the subject of refining the surface of medical tools (FIG.1 and 2). A lot of tools were damaged by pitting corrosion, what can be seen in the photos.

Surgical tools are in a direct contact with tissues and systemic liquids in human organism, with agents for sterilization and disinfection, medicines. They are also worn up because of their exploitation and they are sometimes damaged. The above mentioned conditions of the utilization of medical tools determine the choice of materials which should ensure their reliable exploitation.

The aim of investigation was to refine the surface of medical tools with spreading different coatings in order to increase their durability during their exploitation and sterilization maintaining at the same time suitable biocompatibility. During the work adhesion tests of the applied coatings to metal substrate were carried out as well as their biocompatibility and metallographic examinations of coatings by means of a light microscope and a scanning one.

During the work the surface was modified with two types of medical tools: surgical and dental ones. The surgical tools were refined with three kinds of coatings: diamond-like carbon coating DLC (FIG.3), titanium nitride TiN coating (FIG.4) and titanium aluminonitride coating TiAlN (FIG.5), while the dental ones with titanium nitride coating and titanium aluminonitride coating spread over the diamond-nickel composite (FIG.6). The diamond-like carbon coating was obtained by means of PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition), whereas the titanium nitride and titanium aluminonitride were acquired using the PAPVD (Plasma Assisted Physical Vapour Deposition) [1].

Material

Specimens and medical tools were made of three steel grades, namely: tools of steel X15Cr13 and X20Cr13 and

pieczyć niezawodną ich eksploatację.

Celem badań było uszlachetnienie powierzchni narzędzi medycznych poprzez nałożenie różnych powłok w celu zwiększenia ich trwałości w trakcie eksploatacji i sterylizacji przy zachowaniu odpowiedniej biogodności. W pracy przeprowadzono badania adhezji zastosowanych powłok do podłoża metalowych, ich biogodności oraz obserwacje metalograficzne powłok przeprowadzone na mikroskopie świetlnym oraz skaningowym.

W niniejszej pracy modyfikowano powierzchnię w dwóch rodzajach narzędzi medycznych: chirurgicznych oraz stomatologicznych. Narzędzia chirurgiczne uszlachetniano trzema rodzajami powłok: diamentopodobną DLC (RYS.3), azotkiem tytanu TiN (RYS.4) oraz glinoazotkiem tytanu TiAlN (RYS.5), a stomatologiczne azotkiem tytanu oraz glinoazotkiem tytanu nałożonym na kompozyt diamentowo-niklowy (RYS.6). Powłokę diamentopodobną uzyskano metodą PACVD (Plasma Assisted Chemical Vapour Deposition), natomiast powłoki z azotku tytanu oraz glinoazotku tytanu uzyskano metodą PAPVD (Plasma Assisted Physical Vapour Deposition) [1].

Material

Badaniom poddano próbki i narzędzia medyczne wykonane z trzech gatunków stali: narzędzia wykonane ze stali X15Cr13 i X20Cr13 oraz wiertła stomatologiczne ze stali X45Cr13.

Powłoki z trzech rodzajów materiałów: DLC (Diamond-like carbon coating), azotku tytanu TiN oraz glinoazotku tytanu TiAlN wykonano zarówno na próbkach, narzędziach medycznych jak i stomatologicznych.

Metody badań

Próbki oraz narzędzia uszlachetnione powłokami podane zostały następującym badaniom:

- badania adhezji powłok do podłoża metalowych oraz ocena ich własności wytrzymałościowych,
- wstępne badania biogodności trzech rodzajów powłok,
- badania eksploatacyjne narzędzi i wiertel stomatologicznych,
- badania metalograficzne.

Wyniki badań

Badania stopnia przywierania powłok do podłoża oraz własności mechanicznych powłok wykonano na Micro-Combi Testerze [2]. W teście zarysowania zwanego scratch-testem wyznaczono obciążenie krytyczne L_c charakteryzujące adhezję powłok do podłoża. Ponadto określono

dental borers of steel X45Cr13.

Coatings of three types of materials: DLC (Diamond-like carbon coating), titanium nitride TiN and titanium aluminonitride TiAlN were spread both over the specimens and medical and dental tools.

Research methods

The specimens and tool refined with coatings were subjected to the following tests:

- tests of coatings adhesion to the metal substrate and evaluation of their mechanical properties,
- initial tests of biocompatibility of three types of coatings,
- exploitation tests of tools and dental borers,
- metallographical examinations.

Tests results

Tests of the degree of coatings adhesion to the substrate and mechanical properties of coatings were made by means of Micro-Combi Tester [2]. In the scratch test the critical load L_c which characterized the coatings adhesion to the substrate, was determined. Moreover, microhardness of the metallic materials and coatings was defined by means of Vickers method and modules of elasticity (TABLE1).

Tests of the biocompatibility of DLC, TiN and TiAlN coatings made on specimens of steel grades X15Cr13 and X20Cr13.

Before testing the biocompatibility, the specimens were covered by three kinds of coatings: diamond-like carbon coating, titanium nitride TiN coating and titanium aluminonitride TiAlN coating. Next they were washed with ethyl alcohol and subjected to ultraviolet radiation. In order to prove the biocompatibility of the investigated material with the human organism the culture of bone forming cells named osteoblasts was carried out and also of the basic cells of the connective tissue called fibroblasts on the specimens of steels designed for tools. A suspension of osteoblasts and fibroblasts in concentration 2×10^4 in 1 cm^3 , which was subjected to seven-day culture, was prepared. After this time their vitality on the investigated materials was determined as well as the secretion of collagen of the type I, it means of albumen composing 90% of the bone matrix and being also present in such tissues as: skin, tendons, gristles and blood vessels [3].

The results of the biocompatibility tests are given in diagram which presents the concentration of collagen produced by culture cells as percentage of the value of collagen produced by control cells (FIG.7). From among the tested materials steel X15Cr13 covered with diamond-like carbon coating

Material do badań / Material for the tests	Obciążenie krytyczne / Critical load L_c [N]	Mikrotwardość / Microhardness [HV]	Moduł Younga / Young's modulus E [GPa]
Próbka ze stali / Specimen made of steel grade X15Cr13 + DLC	19,9	344	209
Pinceta ze stali / Tweezers made of steel grade X15Cr13 + TiN	16	559	207
Pinceta ze stali / Tweezers made of steel grade X15Cr13 + TiAlN	20,2	2186	336
Pierścień ze stali / Ring made of steel grade X20Cr13 + DLC	17,3	331	204
Pierścień ze stali / Ring made of steel grade X20Cr13 + TiN	26,8	824	244
Pierścień ze stali / Ring made of steel grade X20Cr13 + TiAlN	19,9	1148	266

TABELA 1. Wyniki badań własności mikromechanicznych powłok.
TABLE 1. Tests results of the micromechanical properties of coatings

mikrotwardość materiałów metalowych i powłok, metoda Vickersa oraz moduł sprężystości (TABELA 1).

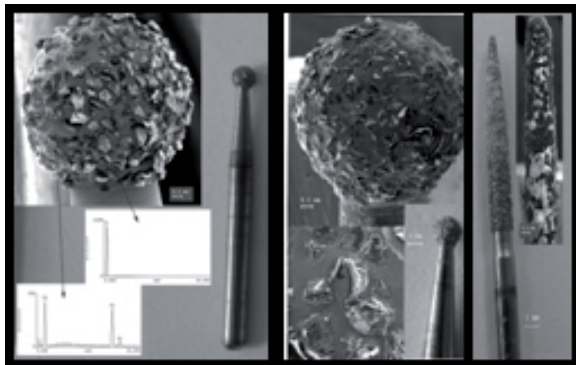
Badania biogodności powłok DLC, TiN oraz TiAlN wykonanych na próbkach ze stali X15Cr13 oraz

X20Cr13

Przed badaniem biogodności próbki pokryto trzema rodzajami powłok: diamentopodobną, azotkiem tytanu oraz glinoazotkiem tytanu i przemyto alkoholem etylowym oraz poddano działaniu promieniowania UV. W celu sprawdzenia biogodności badanych materiałów z organizmem ludzkim, przeprowadzono hodowlę komórek kościotwórczych zwanych osteoblastami, a także podstawowych komórek tkanki łącznej zwanych fibroblastami na próbkach ze stali przeznaczonych na narzędzia. Sporządzono zawiesinę komórek osteoblastów i fibroblastów w stężeniach 2×10^4 w 1 cm^3 , którą poddano siedmiodniowej hodowli. Po tym czasie oznaczano ich żywotność na badanych materiałach, a także wydzielanie kolagenu typu I, czyli białka stanowiącego 90% macierzy kostnej, występującego także w takich tkankach jak: skóra, ścięgna, chrząstka, naczynia krwionośne [3]. Wyniki badań biogodności przedstawiono na wykresie przedstawiającym procentowe stężenie kolagenu wyprodukowanego przez komórki hodowane w stosunku do kolagenu wyprodukowanego przez komórki kontrolne (RYS.7). Spośród przebadanych materiałów wysoką biogodność z tkanką kostną wykazała stal X15 pokryta powłoką DLC oraz stal X20 pokryta powłokami TiN i TiAlN.

Badania eksploatacyjne pincet i wiertel stomatologicznych pokrytych powłokami z azotku tytanu TiN oraz glinoazotku tytanu TiAlN

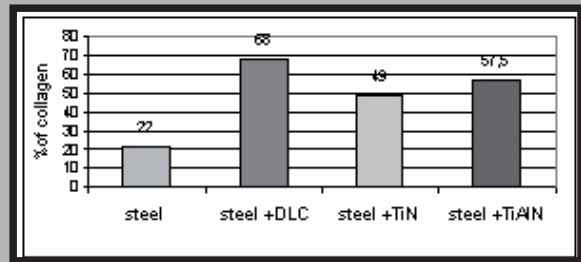
Badania eksploatacyjne narzędzi medycznych oraz wiertel stomatologicznych podsumowano po raz pierwszy po eksploatacji przez 6 miesięcy. W przypadku wiertel dwa razy dziennie zastosowano sterylizację wstępną polegającą na wytrzymaniu ich przez 15 minut w roztworze Sekudrilu. Następnie zastosowano sterylizację w autoklawie w tempe-



RYS.8. Zdjęcia wiertel pokrytych kompozytem diamentowo-niklowym oraz azotkiem tytanu TiN a) przed eksploatacją, b) wiertło okrągłe po 6 miesiącach eksploatacji, c) wiertło ostre po 6 miesiącach eksploatacji.

FIG.8. Photos of bores covered with diamond nickel composite and with titanium nitride a) before, b) rounded borer after 6 months of their exploitation, c) sharp borer after 6 months of their exploitation.

Wiertła stomatologiczne Dental borers	Powłoka TiN Coating TiN		Powłoka TiAlN Coating TiAlN	
	Ostre Sharp	Zaokrąglone Rounded	Ostre Sharp	Zaokrąglone Rounded
	24,5	48,5	22	47,5



RYS.7. Wyniki badań biogodności stali na narzędzia pokrytej różnymi powłokami.

FIG.7. Results of biocompatibility testing of steels covered with various coating on medical tools.

DLC and steel X20Cr13 covered with TiN and TiAlN coatings showed high biocompatibility with osseous tissue.

The operation tests of tweezers and dental borers covered with TiN and TiAlN coatings

The operation tests of medical tools and dental borers were evaluated for the first time after the operation time of 6 months. In the case of borers initial sterilization was applied twice a day. It consisted of holding them in the solution of Sekudril for 15 minute. Then the sterilization was applied in an autoclave in the temperature of 134°C during 18 minutes. In the case of medical tools sterilization was applied in 2% solution of Sekusept for two hours and then in an autoclave under the same conditions as borers.

After the time of six months of operation of the medical tools (tweezers), which included their use and daily sterilization the perceptible wear was not stated. There were also no dye penetrations connected with the chemical reactions on dental medicines and disinfecting liquids. In the case of the tested borers with sharp ends the operation time was two times shorter in comparison with the borers having rounded ends. Both types of borers, it means those with titanium nitride TiN coatings and titanium aluminonitride TiAlN coatings were observed after the operation time of three and six months. After three months wear traces were noticed, however the borers were sharp enough and wear resistant what allowed them further utilization. After the repeated visual inspection (after six months) successive wear traces appeared on the borers, but they still showed the required sharpness. According to the evaluation and expectations of the dentist the borers to acknowledge them as completely damaged should be operated by at least six successive months.

Metallographic examinations

Metallographic examinations of coatings made with the light microscope are shown in FIGURE 9, whereas the examinations of coatings made with the scanning microscope are shown in FIGURE 10.

Conclusions

1. The coating made of titanium aluminonitride showed decidedly the highest microhardness maintaining at the same time high biocompatibility.
2. The diamond like carbon coating with the lowest microhardness proved to have the highest biocompatibility.
3. All kinds of coatings showed comparable adhesion to the steel substrate.
4. The operation tests of borers covered with a diamond - nickel composite and with a titanium nitride coating showed two or three times longer operation time in comparison with the borers without any coatings.

raturze 134°C przez 18 minut. W przypadku narzędzi medycznych (pincet) zastosowano sterylizację w 2% roztworze Sekuseptu przez 2 godziny, a następnie w autoklawie w tych samych warunkach co wiertła.

Po półrocznej eksploatacji narzędzi medycznych (pincety) polegającej na użytkowaniu ich oraz codziennej sterylizacji nie stwierdzono zauważalnego zużycia, jak również przebarwień związanych z reakcjami chemicznymi z lekami stomatologicznymi lub płynami dezynfekującymi.

W przypadku badanych wiertel ostro zakończonych czas eksploatacji był dwukrotnie mniejszy w porównaniu z wiertłami zakończonymi kulką. Oba rodzaje wiertel zarówno pokryte azotkiem tytanu TiN jak i glinoazotkiem tytanu TiAlN obserwowane były po 3 oraz 6 miesiącach eksploatacji. Po 3 miesiącach zauważono ślady zużycia, jednakże wiertła miały wystarczającą ostrość i odporność na zużycie pozwalające na dalszą eksploatację. Po ponownych oględzinach (po 6 miesiącach) na wiertłach pojawiły się kolejne ślady zużycia, lecz w dalszym ciągu wykazywały one wymaganą ostrość. Według oceny i przewidywań stomatologów, aby wiertła uznać za całkowicie zniszczone, powinny one być eksploatowane co najmniej przez kolejne pół roku.

Obserwacje metalograficzne

Obserwacje metalograficzne powłok wykonanych na mikroskopie świetlnym pokazano na RYSUNKU 9.

Natomiast obserwacje powłok wykonane na mikroskopie skaningowym przedstawiono na RYSUNKU 10.

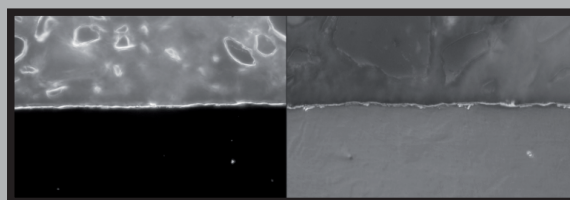
Wnioski

1. Spośród badanych powłok, powłoka wykonana z glinoazotku tytanu wykazała zdecydowanie najwyższą mikrotwardość przy zachowaniu wysokiej biogodności.
2. Najwyższą biogodność wykazała powłoka diamentopodobna o najniższej mikrotwardości.
3. Wszystkie rodzaje powłok wykazały porównywalną adhezję do podłoża stalowego.
4. Badania eksploatacyjne wiertel pokrytych kompozytem diamentu z niklem oraz powłoką z azotku tytanu wykazały dwu do trzykrotnie dłuższy czas eksploatacji w porównaniu z wiertłami pozbawionymi powłok.
5. Obserwacje metalograficzne pozwoliły na ocenę jakości i grubości powłok wynoszącą w przybliżeniu 2µm.

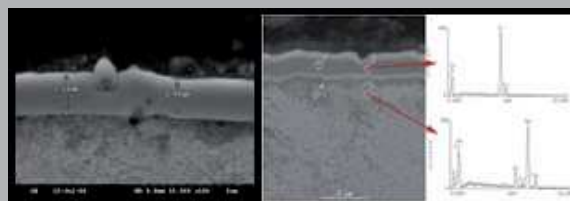
Podziękowania

Praca została zrealizowana w ramach projektu badawczego nr 4 T08A 002 25 finansowanego przez Komitet Badań Naukowych.

Wyrażam serdeczne podziękowania pani dr Barbarze Czajkowskiej za przeprowadzenie badań biogodności, pani mgr inż. Janinie Radzikowskiej za wykonanie zdjęć powłok na mikroskopie świetlnym, panu mgr inż. Wacławowi Cieśle za obserwacje na mikroskopie skaningowym uwieńczone zdjęciami, pani Ewie Kozakiewicz za przeprowadzenie wielokrotnej sterylizacji oraz odkażania narzędzi stomatologicznych oraz panu mgr inż. Arturowi Kudybie za wykonanie zdjęć narzędzi.



RYS.9. Mikrofotografie powłoki azotku tytanu wykonane w świetle spolaryzowanym (pow.1000x).
FIG.9. Microphotograph of titanium nitride TiN coating taken in the polarized light (mag.1000x).



RYS.10. Mikrofotografia powłoki TiN wraz z analizą EDS wykonaną na mikroskopie skaningowym firmy Hitachi 3500N.
FIG.10. Microphotograph of titanium nitride TiN coating together with EDS analysis taken with a scanning microscope of the firm HITACHI 3500N.

5. Metallographic examinations allowed the evaluation of the quality and thickness of coatings amounting approximately to 2µm.

Acknowledgements

The work was realized within the framework of the research project No 4 T08A 00225 financed by the Committee for Scientific Research.

I would like to express my thanks to: Dr Barbara Czajkowska for carrying out biocompatibility tests, M.Sc.Eng Janina Radzikowska for taking photos of coatings with the light microscope, M.Sc.Eng. Wacław Cieśla for examinations on scanning microscope, Mrs. Ewa Kozakiewicz for carrying out repeated sterilization and disinfection of dental tools and to M.Sc.Eng. Artur Kudyba for taking the photos of the tools.

Piśmiennictwo

References

- [1] Biel Gołaska M., Analiza mechanizmów zniszczenia narzędzi chirurgicznych pokrytych warstwą diamentową, sprawozdanie z projektu badawczego KBN realizowanego w latach 2004-2006, Instytut Odlewnictwa, Kraków
- [2] Biel Gołaska M. i in., Modyfikacja powierzchni tytanu powłoką diamentopodobną, Inżynieria Biomateriałów, 2006, nr 56-57, s. 1-11
- [3] Czajkowska B. i in., Oddziaływanie fibroblastów, osteoblastów i makrofażów z chirurgicznymi siatkami polipropylenowymi, Inżynieria Biomateriałów, 2002, nr 23-25, s.42-43