

STRUKTURA I WŁAŚCIWOŚCI WARSTW TLENOAZOTOWANYCH NAKLADANYCH NA STOP Ni-Ti

T.GORYCZKA*, P.PĄCZKOWSKI*, J.LEŁĄTKO*, T.WIERZCHOŃ**,
Z.PASZENDA***, H.MORAWIEC*

*ISTYTUT NAUKI O MATERIAŁACH, UNIwersYTET ŚLĄSKI,
40-007 KATOWICE, BANKOWA 12, POLSKA, **POLITECHNIKA
WARSZAWSKA,
WYDZIAŁ INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ,
02-507 WARSZAWA, WOŁOWSKA 141, POLSKA
*POLITECHNIKA ŚLĄSKA, CENTRUM INŻYNIERII BIOMEDYCZNEJ,
44-100 GLIWICE, AKADEMICKA 2A, POLAND
JLELATKO@US.EDU.PL

[Inżynieria Biomateriałów, 58-60,(2006),159-161]

Wprowadzenie

Z uwagi na takie właściwości jak efekt pamięci kształtu, pseudosprężystość i dobra biokompatybilność, stopy NiTi znajdują szerokie zastosowanie jako biomateriały w takich dziedzinach jak ortopedia, ortodoncja czy małoinwazyjna chirurgia [1]. Jednakże wysoka zawartość niklu oraz możliwość uwalniania jonów niklu do tkanki wciąż budzi obawy przed stosowaniem stopu w medycynie [2]. W celu zmniejszenia tego zagrożenia oraz poprawy odporności biologicznej, stosuje się nakładanie warstw ochronnych na powierzchnię stopu. Szczególnie dobre rezultaty poprawy biozgodności uzyskuje się poprzez wytworzenie warstwy tlenków i azotków tytanu na powierzchni stopu [3,4]. W pracy zbadano właściwości warstw tlenoazotowanych wytworzonych na powierzchni stopu NiTi. Badania zostały nakierowane na poznanie struktury oraz odporności korozyjnej tych warstw.

Eksperymenty

Warstwy wytwarzano na stopie NiTi (50.6 at%Ni) w temperaturach 350, 380 i 400°C metodą azotowania jarzeniowego. Dodatkowo w końcowej fazie procesu atmosfera azotu została wzbogacona w niewielkie ilości tlenu. Identyfikacja fazowa naniesionych warstw została przeprowadzona w oparciu o wysokorozdzielczą mikroskopię elektronową i technikę dyfrakcji promieni rentgenowskich przy stałym kącie padania wiązki pierwotnej. Przy pomocy techniki reflektometrii rentgenowskiej została wyznaczona grubość, gęstość oraz chropowatość tlenoazotowanych warstw oraz osnowy. Skład chemiczny został wyznaczony przy użyciu spektroskopii dyspersji energii.

Wyniki

Wyniki pomiarów grubości, gęstości oraz chropowatości warstw tlenoazotowanych wyznaczone techniką reflektometrii zostały umieszczone w TABELI 1. Wyznaczony model struktury fazowej i chemicznej warstw tlenoazotowanych zmienia się wraz ze wzrostem tempe-

Warstwa Layer	Grubość [nm] Thickness [nm]			Chropowatość po- wierzchni [nm] Surface roughness [nm]			Gęstość [g cm ⁻³] Density [g cm ⁻³]		
	350°C	380°C	400°C	350°C	380°C	400°C	350°C	380°C	400°C
Ni ₂ Ti	---	---	---	39.3	46.6	---	7.355	7.181	---
Ni ₂ Ti ₄ O	9.3	19.2	24.2	30.9	34.4	19.9	3.713	4.172	3.84
TiN	9.9	9.5	45.3	25.4	28.9	11.9	5.388	5.406	4.57
Ti ₃ O ₅	8.9	9.7	18.1	7.4	9.1	6.9	2.887	2.743	2.44

TABELA 1. Wyniki pomiarów reflektometrii rentgenowskiej.
TABLE 1. The results obtained from the XRR measurements.

STRUCTURE AND PROPERTIES OF NITRIDED/OXIDIZED LAYERS COVERING A Ni-Ti SHAPE MEMORY ALLOY

159

T.GORYCZKA*, P.PĄCZKOWSKI*, J.LEŁĄTKO*, T.WIERZCHOŃ**,
Z.PASZENDA***, H.MORAWIEC*

*INSTITUTE OF MATERIAL SCIENCE, UNIVERSITY OF SILESIA,
40-007 KATOWICE, BANKOWA 12, POLAND,
**WARSAW UNIVERSITY OF TECHNOLOGY,
FACULTY OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING,
02-507 WARSZAWA, WOŁOWSKA 141, POLAND
***SILESIA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY, BIOMEDICAL ENGINEER-
ING CENTER, 44-100 GLIWICE, AKADEMICKA 2A, POLAND
JLELATKO@US.EDU.PL

[Engineering of Biomaterials, 58-60,(2006),159-161]

Introduction

The characteristic properties of NiTi alloy like shape memory effect, superelasticity and good biocompatibility, make possible to use it as an excellent biomaterial for orthopedics, dental application, vascular and organ surgeries [1]. However, high nickel content in NiTi alloy and potential nickel ions release often stimulates some concerns for their medical use [2]. To decrease this menace and improve the biological resistance, surface of NiTi alloy has been covered by protective layers. Titanium oxide and nitride has been found as a good candidate for layers, which sufficiently protect human body [3,4]. Moreover, combining the sequence of the layers increases corrosion resistance and biocompatibility.

In the present work the nitride-oxide layers covered the NiTi alloy were investigated. The studies were focused on structure of the layers and their corrosion resistance.

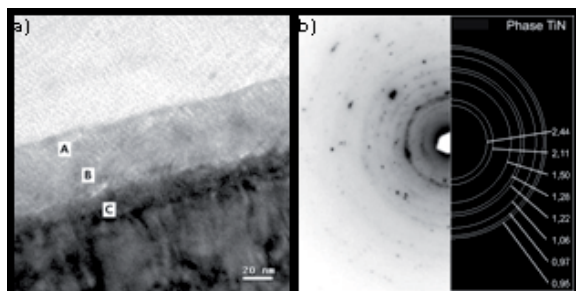
Experimental

The nearly-equiatomic NiTi (50.6 at%Ni) alloy was nitrided at temperatures: 350, 380 and 400°C using glow discharge method. Additionally, at the end of the process some amount of oxygen was added.

The phase identification of the layers was done using high resolution electron microscopy and the X-ray grazing technique. The thickness, surface roughness, interface roughness and density of the nitrided layers and metal matrix were calculated from X-ray reflectivity measurement. The chemical composition of the layers was determined using energy dispersive spectrometer.

Results

Thickness, roughness and density of the nitrided layers were determined from X-Ray reflectivity measurements and collected together in TABLE 1. Results revealed that the thickness, morphology, chemical and phase



RYS.1. Mikrostruktura warstw tlenoazotowanych w temperaturze 380°C: (a) przekrój poprzeczny warstwy; (b) obraz dyfrakcyjny.

FIG.1. Microstructure of the cross-section of the layer, which was nitrided at 380° (a) and selected area diffraction pattern (b).

ratury azotowania. Zewnętrzna warstwa jest zbudowana z fazy Ti_3O_5 oraz TiN.

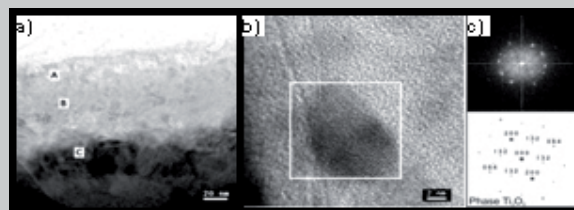
Następnie identyfikowano warstwę Ni_2Ti_4O . Faza przejściowa pomiędzy warstwą a osnową została oznaczona jako Ni_3Ti . Wyniki badań rentgenowskich potwierdzono badając skład chemiczny metodą EDS oraz prowadząc obserwacje przy pomocy mikroskopu elektronowego i identyfikację fazową wykonaną w oparciu o obrazy dyfrakcyjne i obrazy FFT uzyskane z obrazów wysokorozdzielczych. Obliczona w modelu wysoka chropowatość pomiędzy subwarstwami może wskazywać na płynne przejście jednej fazy w drugą ze wzrostem głębokości.

Warstwy wytworzone na wszystkich trzech próbkach posiadają podobną budowę oraz skład fazowy. Warstwa zewnętrzna o grubości ok. 20 nm (FIG. 1a A) posiada budowę nanokrystaliczną o rozmiarze ziaren kilku nm. Dodatkowo na zdjęciach wysokorozdzielczych widoczna jest również faza amorficzna, zanikająca wraz ze wzrostem głębokości. Grubość poszczególnych warstw rośnie wraz ze wzrostem temperatury azotowania. W warstwie wierzchniej zaobserwowano nanoziarna Ti_3O_5 otoczone niewielką ilością fazy amorficznej. Średnia wielkość tych ziaren wynosi od 2 do 8 nm i zmienia się wraz ze zmianą warunków azotowania. Grubość fazy przejściowej Ni_3Ti , pomiędzy warstwą zewnętrzną a osnową, rośnie wraz ze wzrostem temperatury nakładania od około 20 nm do 50 nm. Ziarna mają budowę kolumnową o szerokości kilkunastu nm

Pomiary korozyjne wskazują na wysoką odporność korozyjną azotowanych próbek. Najwyższa wyznaczona wartość potencjału korozyjnego $E_{corr} = -66mV$ oraz potencjału przebiecia $E_{br} = +2143mV$, zostały uzyskane dla warstwy nakładanej w temperaturze 400°C. Wartości te są dwukrotnie wyższe niż uzyskane dla warstw pasywowanych [5]. Odporność korozyjna została zmierzona w roztworze Tyroda w procesie cyklicznej potencjodynamicznej polaryzacji.

Wnioski

1. W wyniku azotowania stopu NiTi metodą jarzeniową w temperaturze 350–400°C otrzymano cienkie, jednorodne, nanokrystaliczne warstwy, złożone głównie z TiN
2. Wprowadzenie, w końcowym etapie procesu, tlenu skutkuje wytworzeniem się na powierzchni warstwy fazy Ti_3O_5 , co powinno wpłynąć na poprawę biokompatybilności stopów NiTi
3. Zewnętrzna warstwa zbudowana głównie z TiN oraz niewielkiej ilości Ti_3O_5 jest wolna od atomów niklu.
4. Tlenoazotowanie stopu NiTi metodą jarzeniową w temperaturze 350–400°C znacznie podwyższa odporność korozyjną tych stopów.



RYS.2. Obraz wysokorozdzielczy warstwy A (400°C) (a) oraz obraz FFT z zaznaczonego obszaru z dopasowanym symulowanym obrazem dyfrakcyjnym dla fazy Ti_3O_5 (b).

FIG.2. Microstructure of the cross-section of the layer, which was nitrided at 400°C (a), HREM image from the zone A (b) and the FFT pattern from the selected area with simulated diffraction pattern of the Ti_3O_5 phase (c).

composition of the layers change with increasing of the nitriding temperature.

The outer sub-layers contain Ti_3O_5 and TiN phase followed by the Ni_2Ti_4O phase. The Ni_3Ti phase was found between the outer layer and the matrix.

The model of multilayer sequence has been confirmed by the chemical composition measurement, which was carried out using EDX system. The fluently change of the phase composition can explain the high surface roughness between sub-layers and the matrix. The TEM observations of the layers also proved that the outer layer is approximately 20 nm of thickness (FIG. 1a – zone A). The surface layer (zone A and B) has a nanocrystalline structure with the grain size of a few nm. Moreover, some amount of the amorphous phase was stated from the HRTEM images. The phase identification of the sub-layers was carried out using the selected area diffraction patterns and the FFT patterns obtained from the high resolution images. Once again it confirms the results obtained from X-ray diffraction. Regardless the temperature of glow discharge, the sequence of the phases is the same in all samples. However, thickness of the layers increases with increase of the nitriding temperature. It was also observed that the outer zone is a mixture of the Ti_3O_5 nano-grains (FIG.2) surrounded by the amorphous phase which amount decreases with increasing the nitriding temperature. The average diameter of the Ti_3O_5 nano-grains was estimated as 2 nm and 8 nm for samples nitrided at 350°C and 400°C, respectively. The thickness of Ni_3Ti intermediate layer was estimated from the TEM images and varies from 20 to 50 nm corresponding to the rising of the temperature of the nitriding process. The grains have a columnar shape of several nm width.

The results obtained from corrosion measurement show high corrosion resistance of the nitrided samples. The best established value were $E_{corr} = -66mV$ and breakdown potential $E_{br} = +2143mV$ for the process at 400°C. These values are twice times higher than that one obtained for TiO_2 layers after passivation [5]. The corrosion resistance was tested in the physiological Tyrod's solution using the cyclic potentiodynamic polarization.

Conclusions

1. The nitriding of the NiTi surface using glow discharge method produces continuous, homogenous and nanocrystalline layers with complex microstructure.
2. The surface layer, which consists of the TiN and Ti_3O_5 phase, is free from the nickel atoms.
3. The nitriding of the NiTi alloys results in increasing its corrosion resistance.

Podziękowania

Niniejsza praca była finansowana z grantu PBZ-KBN-100/T08/2003.

Piśmiennictwo

- [1] C.M. Wayman, J. Met., 6 (1980) 129
- [2] J. Rychänen, Proc. of the third Intern. Conf. on Shape Memory and Superelastic Technologies, California, SMST-2000, p. 251
- [3] D. Starosvetsky, I. Gotman, Surface and Coatings Technology, 148 (2001) 268-276

MODELOWANIE STANU NAPRĘŻEŃ PINCETY W ASPEKTCIE POPRAWY JEJ ERGONOMII

PIOTR LACKI^{*} JÓZEF JASIŃSKI^{**}, LEOPOLD JEZIORSKI^{**},
MAŁGORZATA LUBAS^{**}, MICHAŁ SZOTA^{**}, MARCIN DYNER^{***}

^{*}POLITECHNIKA CZĘSTOCHOWSKA,
WYDZIAŁ INŻYNIERII MECHANICZNEJ I INFORMATYKI, INSTYTUT
OBRÓBKI PLASTYCZNEJ, INŻYNIERII JAKOŚCI I BIOINŻYNIERII,
^{**}POLITECHNIKA CZĘSTOCHOWSKA,
WYDZIAŁ INŻYNIERII PROCESOWEJ, MATERIAŁOWEJ I FIZYKI
STOSOWANEJ, INSTYTUT INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ,
^{***}FABRYKA NARZĘDZI MEDYCZNYCH CHIRMED® W RUD-
NIKACH K/CZĘSTOCHOWY
LACKI@IOP.PCZ.CZEST.PL

Streszczenie

Proces projektowania pincety wymaga optymalizacji wielu parametrów, należy rozważyć wiele funkcji jakie powinna spełniać, a także uwzględnić ograniczenia projektowe. Należy również uwzględnić hierarchię ich ważności. W niniejszej pracy zaprezentowano część metodyki rozwiązania tego typu problemów. Zwrócono szczególną uwagę na problem ergonomiczności. Zaprezentowane w niniejszej pracy procedury analizy pincet pozwalają na dokładne określenie wymiarów geometrycznych zgodnie z wymaganiami funkcjonalnymi jakie musi spełnić pinceta. Prezentowana analiza numeryczna opisuje nieznaczący obszar zastosowań pincet, jednak zastosowany algorytm postępowania można dostosować do każdego typu pincet.

[Inżynieria Biomateriałów, 58-60,(2006),161-164]

Wprowadzenie

Pincety są jednym z najpopularniejszych narzędzi medycznych. Wykorzystuje się je w wielu dziedzinach medycyny takich jak stomatologia, laryngologia, chirurgia, farmakologia, genetyka, . Oprócz medycyny pincety stosowane są w takich dziedzinach jak elektronika, protetyka, filatelistyka, montaż drobnych elementów, badania laboratoryjne i wiele innych. W zależności od przeznaczenia pincety mają różne kształty i wymiary. Najbardziej typowym przykładem są standardowe pincety anatomiczne, które mają płaskie szczęki chwytne i typowy kształt ramion. Pincety te w zależności od przeznaczenia występują z różnymi szerokościami końcówek

Acknowledgement

The studies were financially supported from the grant PBZ-KBN-100/T08/2003.

References

- [4] Ying Fu, Xingfang Wu, Yue Wang, Bin Li, Si-ze Yang, Applied Surface Science, 157 (2000) 167-177
- [5] H. Morawiec, J. Lełątko, G. Stergioudis, T. Goryczka, A. Winiarski, P. Pączkowski, Engineering of Biomaterials, 37 (2004) 32-35.

SIMULATION OF THE STRESS STATE IN THE FORCEPS IN ORDER TO IMPROVE ITS ERGONOMICS

PIOTR LACKI^{*} JÓZEF JASIŃSKI^{**}, LEOPOLD JEZIORSKI^{**},
MAŁGORZATA LUBAS^{**}, MICHAŁ SZOTA^{**}, MARCIN DYNER^{***}

^{*}POLITECHNIKA CZĘSTOCHOWSKA,
WYDZIAŁ INŻYNIERII MECHANICZNEJ I INFORMATYKI, INSTYTUT
OBRÓBKI PLASTYCZNEJ, INŻYNIERII JAKOŚCI I BIOINŻYNIERII,
^{**}POLITECHNIKA CZĘSTOCHOWSKA,
WYDZIAŁ INŻYNIERII PROCESOWEJ, MATERIAŁOWEJ I FIZYKI
STOSOWANEJ, INSTYTUT INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ,
^{***}FABRYKA NARZĘDZI MEDYCZNYCH CHIRMED® W RUD-
NIKACH K/CZĘSTOCHOWY
LACKI@IOP.PCZ.CZEST.PL

Abstract

In order to design forceps properly it is necessary to optimise many parameters and consider the functions, which forceps should fulfil. Of course, some simplifications are necessary respecting calculation methodology. In the paper solution procedure of such a problem has been presented.

The presented solution allows for precise determination of the geometrical dimensions according to the functional requirements that forceps should fulfil. The presented numerical analysis describes small range of the forceps application but the used algorithm can be applied in any other type of forceps.

The carried out calculations allow for determination of the geometrical parameters with reference to the expected spring rate. The charts elaborated on the basis of the calculations are very useful during a design process. The numerical calculations show an essential problem, namely change in contact surface as a function of load. The observed phenomenon can affect the forceps functioning badly.

[Engineering of Biomaterials, 58-60,(2006),161-164]

Introduction

Forceps are one of the most popular medical tools. They are used in many medical fields such as: stomatology, laryngology, surgery, pharmacology, genetics etc. Moreover, forceps are applied in other domains such as: electronics, prosthetics, philately, assembly of tiny elements, labora-