

STRUKTURA I WŁAŚCIWOŚCI WARSTW POWIERZCHNIOWYCH WYTWORZONYCH NA STOPIE TYTANU Ti-1Al- 1Mn W WARUNKACH WYŁADOWANIA JARZENIOWEGO

A. MARANDA-NIEDBAŁA*, T. WIERZCHOŃ*, E. CZARNOWSKA**

*WYDZIAŁ INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ,
POLITECHNIKA WARSZAWSKA, WARSZAWA

**ZAKŁAD PATOLOGII

INSTYTUT „POMNIK - CENTRUM ZDROWIA DZIECKA”, WARSZAWA

Wprowadzenie

Tytan i jego stopy ze względu na ich szczególne właściwości fizyczne, chemiczne oraz dobrą biogodność w środowisku ludzkich komórek i tkanek znajdują coraz szersze zastosowanie w medycynie. Szerokie zastosowanie tych materiałów ogranicza jednak ich stosunkowo niska odporność na ścieranie oraz podnoszone coraz częściej przechodzenie tytanu i składników stopu do otaczającego je środowiska biologicznego [1]. Do niedawna sądzono, że przechodzenie tytanu nie ma większego znaczenia klinicznego [2], jednak może on indukować uwalnianie czynników zapalenia [3], oraz prowadzić do lymphadenopatii [4]. Te problemy mogą być wyeliminowane poprzez procesy azotowania i węglazotowania jarzeniowego. Dlatego celem prezentowanych badań było wytworzenie warstw powierzchniowych, poprawiających właściwości użytkowe stopu tytanu z zachowaniem biogodności z ludzkimi komórkami.

Metodyka badań

Próbki ze stopu tytanu Ti-1Al-1Mn zostały poddane procesom azotowania lub węglazotowania w warunkach wyładowania jarzeniowego w temperaturze 850°C, przy ciśnieniu 4 hPa przez 4 h. Wytworzone warstwy poddano badaniom: składu fazowego na dyfraktometrze rentgenowskim, składu chemicznego na mikroanalizatorze rentgenowskim topografii powierzchni przy użyciu profilometru skanującego oraz badaniom biomedycznym *in vitro* z zastosowaniem ludzkich fibroblastów i *in vivo* na królikach.

Wyniki badań

W procesie azotowania jarzeniowego uzyskuje się warstwy typu - $TiN+Ti_2N+\alpha Ti(N)$, a węglazotowania - $Ti(CN)+Ti_2N+\alpha Ti(N)$. Zawartość węgla w zewnętrznej warstwie $Ti(CN)$ jest rzędu do 12% atomowych (RYS.1), przy czym za pomocą parametrów technologicznych procesów można kontrolować nie tylko skład chemiczny warstw, ale i topografię ich powierzchni (TABELA 1). Są to warstwy o wysokiej odporności na korozję i zużycie przez tarcie cha-

STRUCTURE AND PROPERTIES OF THE SURFACE LAYERS PRODUCED ON Ti-1Al- 1Mn TITANIUM ALLOY UNDER GLOW DISCHARGE CONDITIONS

...25...

A. MARANDA-NIEDBAŁA*, T. WIERZCHOŃ*, E. CZARNOWSKA**

*FACULTY OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING,
WARSAW UNIVERSITY OF TECHNOLOGY, WARSAW,

**THE CHILDREN'S MEMORIAL HEALTH INSTITUTE, WARSAW

Introduction

In view of their specific physical and chemical properties and good biocompatibility with the environment of human cells and tissues, titanium and its alloys have been increasingly used in medicine. There however exist limitations to the wide application of these materials because of their low frictional wear resistance and, which has been given increasing attention, the penetration of titanium and other alloying constituents to the surrounding biological environment [1]. Till recently, it has been believed that the transition of titanium has only a minute effect on the human body [2]. It has however appeared that this effect can release inflammatory factors [3] and lead to lymphadenopathy [4]. This problem can however be eliminated by subjecting the material to glow discharge assisted nitriding or carbonitriding. The aim of the present study was therefore to produce surface layers that improve the performance properties of titanium alloys without impeding their good biocompatibility with human cells.

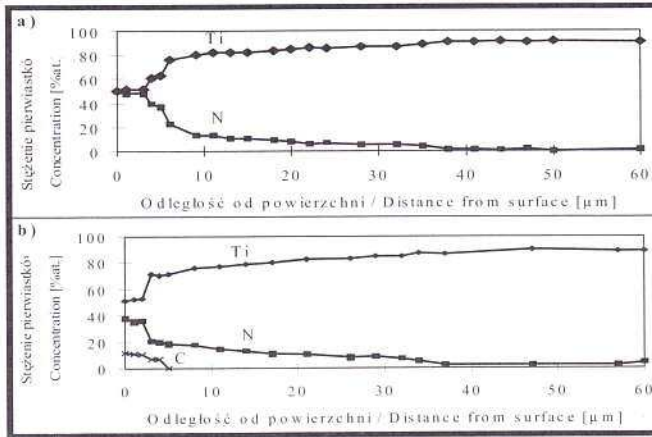
Methods

Samples of Ti-1Al-1Mn titanium alloy were subjected to glow discharge assisted nitriding and carbonitriding carried out at a temperature of 850°C and pressure of 4 hPa for 4 hours. The following properties of the surface layers thus produced were examined: the phase composition using an X-ray diffractometer, the chemical composition using an X-ray microanalyser, the surface topography with the use of a scanning profilometer and the biomedical properties examined *in vitro* with the use of human fibroblasts culture and *in vivo* by implantation into rabbit body.

Results

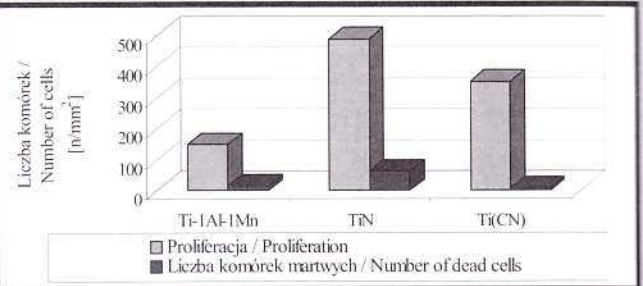
The glow discharge assisted nitriding process gives layers of the $TiN+Ti_2N+\alpha Ti(N)$ type, whereas the carbonitriding process - of the $Ti(CN)+Ti_2N+\alpha Ti(N)$ type. The carbon content in the outer $Ti(CN)$ layer amounts to 12 at.% (FIG.1). The chemical composition and surface topography of the layers can be controlled by modifying the process parameters (TABLE 1).

The surface layers thus produced show a high resist-



RYS.1. Wyniki badań składu chemicznego warstw azotowanych (a) i węglazotowanych (b).

FIG.1. Results of the chemical composition of the nitrided (a) and carbonitrided (b) layers.



RYS.2. Zależność między proliferacją a liczbą komórek martwych w hodowli ludzkich fibroblastów prowadzonej na warstwach azotowanych i węglazotowanych oraz na stopie Ti-1Al-1Mn po dwunastu dniach eksperymentu.

FIG.2. Fibroblast proliferation and the number of dead cells present on Ti-1Al-1Mn titanium alloy, TiN and Ti(CN) layer after a 12 day culture.

Parametry Parameters		TiN+Ti ₂ N+αTi(N)	Ti(CN)+Ti ₂ N+αTi(N)
Sa - średnie arytmetyczne odchylenie profilu chropowatości Sa - arithmetic mean deviation of the roughness profile [μm]	[μm]	0.253	0.395
Sq - średnie kwadratowe odchylenie profilu chropowatości Sq - square mean deviation of the roughness profile	[μm]	0.322	0.492
Sp - maksymalna wysokość wzniesienia profilu chropowatości Sp - maximum height of the peak of the roughness profile	[μm]	1.31	2.08
Sv - maksymalna głębokość wgłębienia profilu chropowatości Sv - maximum depth of the valley of the roughness profile	[μm]	1.18	1.34
St - maksymalna wysokość chropowatości (St = Sp + Sv) St - maximum height of the roughness (St=Sp+Sv)	[μm]	2.33	3.31
Sds - gęstość wierzchołków Sds - peak's density	[pików/mm ²]	46430	39870

TABELA 1. Parametry stereometryczne charakteryzujące topografię powierzchni warstw azotowanych i węglazotowanych.

TABLE 1. Stereometric parameters characterising the topography of the surface of the nitrided and carbonitrided layers.

Charakteryzujące się wysoką biogodnością (RYS.2), która zależy od chropowatości i składu fazowego zewnętrznej strefy warstwy.

ance to corrosion and frictional wear and a good biocompatibility dependent on the roughness and phase composition of the layer outer zone (FIG.2).

Podsumowanie

Procesy azotowania i węglazotowania jarzeniowego umożliwiają wytwarzanie dyfuzyjnych warstw powierzchniowych stanowiących barierę przed przebiegiem zjawiska metalozy, charakteryzujących się dobrą odpornością na korozję i na zużycie przez tarcie.

Poprzez dobór parametrów technologicznych w/w procesów można kształtować mikrostrukturę, stan chropowatości oraz skład chemiczny i fazowy wytworzonych warstw, a co za tym idzie ich biogodność, wyrażoną wysoką proliferacją komórek i niewielką liczbą komórek martwych w badaniach *in vitro*. W przeprowadzonych badaniach *in vivo* nie stwierdzono obecności składników stopu w tkankach otaczających wszczepy i obserwowano statystycznie znaczne zmniejszenie grubości torebek wytworzonych wokół wszczepów po ośmiu tygodniach doświadczeń co potwierdza niską reakcję tkanek na implantowany wszczep (TABELA 2) [5].

Conclusions

The nitriding and carbonitriding processes permit producing diffusion-type surface layers that prevent the metalosis effect and are well resistant to corrosion and frictional wear.

By a proper choice of the process parameters, we can modify the microstructure, the roughness and the chemical and phase compositions of the layers produced and hence their biocompatibility expressed by high proliferation and low number of dead cells in culture of human fibroblasts. The *in vivo* examinations did not show the presence of the alloy constituents within the tissues that surrounded the implant, whereas the thickness of the capsules formed around the implants decreased in a statistically significant degree after eight weeks of experiment, what confirmed low tissue response to implanted material (TABLE 2) [5].

Warstwa wierzchnia Surface layer	Okres doświadczenia (tyg.) Experiment duration (weeks)	Średnia grubość torebki Average thickness of the capsule (μm)	Odchylenie standardowe Standard deviation
Ti-1Al-Mn	2	0,76	0,30
	8	0,56	0,18
TiN	2	1,08	0,35
	8	0,61	0,21
Ti(CN)	2	0,97	0,27
	8	0,60	0,12

TABELA 2. Grubość torebki łącznotkankowej wytworzonej wokół wszczepów wykonanych ze stopu tytanu Ti-1Al-1Mn oraz z wytworzonymi warstwami azotku (TiN) i węglazotku (Ti(CN)) tytanu [5].

TABLE 2. Thickness of the connective-tissue capsules formed around the implants made of the untreated Ti-1Al-1Mn titanium alloy and of this alloy coated with titanium nitride (TiN) or titanium carbonitride (Ti(CN)) layers.

Podziękowania

Praca finansowana jest przez Komitet Badań Naukowych
- projekt badawczy nr: 7 T08C 038 19

Acknowledgements

These investigations are supported by the Polish State
Committee for Scientific Research - project No: 7 T08C
038 19.

Piśmiennictwo

- [1] Czarnowska E., Wierzchoń T., Maranda - Niedbala A., Kaczmarewicz E., *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 11, 2000, p. 73.
[2] Jacobs J. J., Skipor A. K., et al., *J. Bone Joint Surg.* 73A (1991) 1475.
[3] Haynes D. R., Rogers S. D., Hay S., et al., *J. Bone Joint Surg.* (Am), 75A (1993) 825.

References

- [4] Shinto Y., Uchida A., Yoshikawa H., et al. *J. Bone Joint Surg.* (Br), 75B (1993) 266.
[5] Wierzchoń T., Czarnowska E., Maranda-Niedbala A., Czyrska-Filemonowicz A., *Proceed. of Euromat'2001 Conference*, Rimini, June 2001, Italy.

WPŁYW RODZAJU MATERIAŁU ORAZ KSZTAŁTU TRZPIENIA ENDOPROTEZY STAWU BIODROWEGO NA ROZKŁAD NAPRĘŻEŃ W UKŁADZIE KOŚĆ- CEMENT-IMPLANT

WOJCIECH WIĘCKOWSKI

Alloplastyka stawu biodrowego jest jedyną metodą pozwalającą przywrócić funkcje uszkodzonego stawu biodrowego. Polega ona na zastąpieniu chorego stawu sztucznym stawem (endoprotezą), przez co umożliwia zlikwidowanie zmian patologicznych stawu biodrowego, zmniejszenie bólu oraz odtworzenie funkcji biodra. Obluzowanie trzpieni endoprotez jest jednym z najczęściej występujących problemów występujących w alloplastyce biodra. Powoduje to konieczność prowadzenia szeregu badań pozwalających określić przydatność danej konstrukcji endoprotezy.[1].

Decydujący wpływ na długotrwałą biofunkcjonalność sztucznego stawu biodrowego ma relacja sztywności trzpienia endoprotezy do sztywności kości, która w znacznej mie-

EFFECT OF TYPE OF MATERIAL AND HIP JOINT ENDOPROSTHESIS STEM SHAPE ON THE STRESS DISTRIBUTION IN THE BONE-CEMENT- IMPLANT SYSTEM

WOJCIECH WIĘCKOWSKI

The hip joint alloplasty is the only one method allowing to restore functions of the injured hip joint. It consists in the replacing of the damaged joint with the artificial one (endoprosthesis) and therefore allows to eliminate pathological changes of the hip joint, lessen the pain and restore the functions of the hip. Loosening of the endoprosthesis stem is one of the most common problems occurring in the hip alloplasty causing the necessity of conducting the investigations to determine the usability of the endoprosthesis construction. The relation of the endoprosthesis stem stiffness to the bone stiffness reveals the most important effect on the long-term bio-functionality of the artificial hip joint. The above relation depends mainly on the geometrical and