

Prof. dr hab. inż. Volf LESHCHYNSKY¹⁾, dr inż. Yakov SOIFER²⁾,
prof. dr hab. med. Małgorzata WIERUSZ-KOZŁOWSKA³⁾, dr n.med. Jacek MARKUSZEWSKI³⁾,
dr n.med. Waldemar WOŹNIAK³⁾, Olexandra BIELOUSOVA¹⁾, dr inż. Hanna WEINERT¹⁾

¹⁾ Instytut Obróbki Plastycznej, Poznań, ²⁾ Uniwersytet Tel Aviv, Wydział Inżynierii, Tel Aviv, Izrael

³⁾ Uniwersytet Medyczny w Poznaniu, Wydział Ortopedii, Onkologii Ortopedycznej i Traumatologii,
Ortopedyczno-Rehabilitacyjny Szpital Kliniczny im. W. Degi, Poznań

Badania doświadczalne zużycia główki endoprotezy stawu biodrowego ze stopu kobalt-chrom oraz z tlenku aluminium

An experimental study of the nano-scratch behavior of a femoral head

Streszczenie

Artykuł dotyczy badań doświadczalnych zużycia główek endoprotez stawu biodrowego wykonanych w ramach zakresu badań na symulatorach ruchu endoprotez kolanowych i biodrowych prowadzonych w Instytucie Obróbki Plastycznej w Poznaniu we współpracy z Katedrą i kliniką Ortopedii i Traumatologii Uniwersytetu Medycznego w Poznaniu z udziałem Uniwersytetu Tel Aviv.

Zużycie wciąż jest znaczącym czynnikiem wpływającym na uszkodzenia implantów. Badania in-vivo wykazują, że na większe zużycie wpływa chropowatość powierzchni protez główki kości udowej. W przypadku endoprotezy stawu biodrowego z wkładką z polietylenu, zużycie bardziej miękkiego polietylenu jest powodowane chropowatością powierzchni główki, która niszczy powierzchnię polietylenu i odłącza jego cząstki. W artykule opisano wyniki badań morfologii powierzchni główki implantu po eksploatacji oraz wyniki modelowania procesu uszkodzenia tej powierzchni poprzez nanoindentację i nanozarysowania celem lepszego zrozumienia mechanizmu procesu zużywania się endoprotezy stawu biodrowego. Badania przeprowadzono metodą mikroskopii sił atomowych (AFM). Badania wykazały poważne uszkodzenia powierzchni kobaltowo – chromowej i ceramicznej główki. Stwierdzono, że zarysowania na główce kości udowej w nanoskali powstają w wyniku formowania się bryłowatych wypukłości o niskiej gęstości, które mogą działać jako inicjatory powstawania produktów zużycia, co wydaje się być jedną z głównych przyczyn zużycia polietylenu w pierwszym etapie eksploatacji implantu stawu biodrowego.

Abstract

Bearing wear continues to be a contributing factor to implant failure. Prosthetic femoral heads roughen in vivo which leads to increased wear. For a femoral head articulating against polyethylene, wear of softer polyethylene is known to be caused by the hard asperities on the surface of the femoral head, that destroy polyethylene surface and detach polyethylene particles. In the present work in order to better understand the mechanism of femoral head prosthesis wear process we studied the femoral head surface morphology after implant articulation and modeled the damage of the femoral head surface by nanoindentation and nano-scratching with Atomic Force Microscopy Technique. The Atomic Force Microscopy examination of scratching process revealed a severe surface damage cobalt-chrome and alumina femoral head surface. The nano-scale scratch of femoral heads is shown to result in formation of lumpy protuberances with low density which can act as a precursor for wear particles that seems to be one of the main reasons of polyethylene wear at least at the first (running) stage of the HIP implant articulation .

Słowa kluczowe: endoproteza stawu biodrowego, mechanizm zużycia, topografia powierzchni, mikroskopia sił atomowych

Key words: hip replacement prosthesis, wear mechanism, surface topography, Atomic Force Microscopy

1. WSTĘP

Całkowita artroplastyka stawu biodrowego jest dzisiaj metodą wysoce skuteczną i efektywną pod względem przywracania funkcjonowania stawów milionów pacjentów [1]. Jednak zużycie ściernie wciąż jest znaczącym czynnikiem uszkadzającym implant. Początkowo w całkowitej artroplastyce stosowano elementy protez wykonane z metalu i polietylenu o ultra wysokiej masie cząsteczkowej (UHMWPE). Tworzywo UHMWPE jest organicznym polimerem, powszechnie stosowanym jako element panewki (wkładka) przy wymianie stawu biodrowego. Materiał ten charakteryzuje się niskim współczynnikiem tarcia i małym zużyciem oraz dobrymi właściwościami mechanicznymi, takimi jak sztywność i wytrzymałość oraz biokompatybilność i stabilność w organizmie [2].

Jednym z najpoważniejszych problemów w całkowitej artroplastyce jest zużywanie się powierzchni panewki protezy z UHMWPE. Cząstki zużycia, uwalniane do otaczających tkanek miękkich, mogą powodować w organizmie ziarniniakową reakcję na ciało obce i wywoływać osteolizę i aseptyczne obluzowanie endoprotez [1, 2]. Degradacja powierzchni główki kości udowej na skutek zarysowania zwiększa szybkość zużywania się powierzchni polietylenowej endoprotezy stawu biodrowego, ma więc wpływ na osteolizę. Wiedza na temat mechanizmu zarysowania jest więc niezwykle ważna dla poprawienia żywotności tych endoprotez. W przypadku endoprotezy stawu udowego, zużycie bardziej miękkiego polietylenu jest prawdopodobnie powodowane przez chropowatość powierzchni główki [4], która przenosi się na powierzchnię panewki z polietylenu i przyczynia się do odrywania cząstek. Dowson i inni [5] przeprowadzili badania zużycia panewki z polietylenu celem określenia wpływu pojedynczego defektu powierzchni metalowej. Okazało się, że defekty takie, jak: zarysowanie i nacięcie, powodowały znaczący wzrost zużycia polietylenu.

1. INTRODUCTION

Total hip arthroplasty is a highly successful procedure where the hip joint is replaced by an artificial ball and socket joint. Total joint replacement is very successful and cost effective in restoring function and mobility to millions of patients [1]. Bearing wear continues to be a contributing factor to implant failure. In the total hip arthroplasty the use of metal-on-ultrahigh molecular weight polyethylene (UHMWPE) was adopted as the primary articulating combination. UHMWPE is an organic polymer widely used as an acetabular component in hip joint replacement because this material combines low both friction coefficients and wear rates with a good mechanical properties such as stiffness and strength, biocompatibility and stability in the body [2].

One of the most serious problems in total arthroplasty is wear of UHMWPE surfaces. Wear particles liberated into the surrounding soft tissues can produce a foreign-body granulomatous reaction and cause periprosthetic osteolysis and aseptic loosening [1, 2]. The degradation of the femoral head roughness caused by scratching is known to increase the wear rate of the polyethylene counterface of the total hip prostheses and therefore to have an impact on osteolysis. The knowledge of the scratching mechanism is hence of paramount importance to improve the long-term clinical performance of these prostheses. For a femoral head articulating against polyethylene, wear of softer polyethylene is suggested [4] to be caused by the hard asperities (imperfections) on the surface of the femoral head, that destroy polyethylene surface and detach polyethylene particles. Dowson et al [5] conducted polyethylene wear study to determine the effect of a single imperfection in the metal counterface. They found that imperfections with a raised edge, such a scratch and indent, yielded remarkable increases in polyethylene wear. They concluded that raised edges induced more polyethylene wear and that surface valleys (grooves) had no essential effect [5].

Coraz częściej podejrzewa się, że zarysowanie metalowej główki komponentu udowego w protezie typu Charnley jest powodowane przez twarde trzecie ciała, jak cząstki kości, cementu kostnego lub metalu, które często były obecne w panewkach i w tkankach [6, 7]. Ze względu na aspekty stochastyczne, związane z powstawaniem, migracją i charakterystykami tych twardych ciał trzecich, zlokalizowanie niekorzystnych położeń główki jest trudne do przewidzenia [14], tak samo jak moment, w którym następuje niekorzystna zmiana chropowatości [8]. Dokładna wiedza na temat mechanizmu zarysowania główki kości udowej nie jest pełna. Tak więc ma to pierwszorzędne znaczenie zarówno dla dokładnego określenia warunków tarcia powierzchni przylegającej w badaniach laboratoryjnych, przy odtworzeniu topografii powierzchni, jak i dla poprawy żywotności endoprotezy typu Charnley.

Wkładki protezowe metalowe, ceramiczne i polietylenowe są obecnie stosowane przy całkowitej wymianie stawu biodrowego. Każda z nich ma ograniczenia w zakresie konstrukcji, metod wytwarzania i lokalizacji chirurgicznej. W przypadku polietylenu, większe główki udowe wykazują ograniczenia konstrukcyjne oraz potencjalne problemy w zakresie zużycia. Z drugiej strony polietylen ma korzystne właściwości np.: cicha praca oraz brak zużycia pasmowego. Natomiast połączenia twardych materiałów (metal-metal i ceramika-ceramika) charakteryzują się niskim stopniem zużycia, jednak ich konstrukcja (sztywna krawędź wkładki) powoduje zużycie pasmowe. [9]. Z tego względu podstawowe znaczenie ma zrozumienie mechanizmu zarysowań występującego w połączeniach z twardych materiałów.

Autorzy [3, 10] wykazują, iż zużycie polietylenu w endoprotezie stawu biodrowego jest determinowane przez następujące czynniki:

- 1) swoiste właściwości polietylenu (chemiczne i fizyczne),
- 2) czynniki zewnętrzne (wielkość naprężeń kontaktowych, ilość cykli).

Z tych względów właściwości powierzchni główki: twardość, chropowatość i samosmarność (zwilżalność), odgrywają ważną rolę w procesie zużycia.

The scratching of metallic femoral heads of the Charnley type prostheses is increasingly suspected to be caused by hard third bodies such as particles of bone, cement and/or metal, which have often been found embedded in acetabular cups and in the peri-prosthetic tissues [6, 7]. Due to the stochastic aspects related to the generation, the migration and the characteristics of these hard third bodies, the locations of a deleterious head sites are difficult to predict as well as the point in service life at which roughening occurred [8]. An accurate knowledge of the mechanism of the femoral head scratching is not fully understood. So, this is of prime importance both for an accurate understanding counterface conditions in laboratory wear tests reproducing relevant clinical topography and for improving the long-term performance of the Charnley total hip prostheses.

Metal, ceramic, and polyethylene liners represent contemporary bearing choices for total joint replacement. Each has limitations in terms of design, sensitivity to manufacturing, and surgical placement. With polyethylene, larger femoral heads represent a design restriction and a potential wear issue. One side

benefit is that polyethylene does not click, squeak, or create stripe wear. The attraction

of hard-on-hard bearings (metal-on-metal, ceramic-on-ceramic) is that their typically ultra-low wear alleviates concerns with large femoral head designs. However, hard-on-hard bearings produce stripe wear due to the effects of the rigid liner edge [9]. Thus, the understanding scratch behavior of the hard-on-hard bearings is of prime importance as well.

Authors [3, 10] shown the wear of polyethylene in total joint replacements is determined by different factors:

- 1) *intrinsic properties of polyethylene (chemical and physical),*
- 2) *external factors (the magnitude of the contact stresses, the number of cycles).*

Thus, the femoral head surface properties such as a surface hardness, wettability and surface finish play the most important role in wear process.

Celem zapobiegania zarysowaniu, główka endoprotezy stawu biodrowego musi być jak najbardziej twarda [5]. Istnieją różne metody zwiększania jej twardości:

- 1) zastosowanie różnych rodzajów ceramiki,
- 2) zastosowanie powierzchniowego utwardzenia metalu (kobalt – chrom).

W pracy [11] wykazano, że powierzchnie ceramiczne mają dużą odporność na zarysowanie. Dlatego też są one mniej podatne na zużycie, niż bardziej miękkie główki z metalu. Jednak badania główek endoprotez wykonanych z tlenku aluminium, dwutlenku cyrkonu i mieszanin tlenków wykazały również obecność cząstek zużycia nie tylko z polietylenu, lecz również ceramicznych [12, 13]. Okazało się, że wpływ na zużycie i na morfologię cząstek polietylenu ma skład ceramiczny materiału główek [2, 6, 7]. W wykonanych badaniach główek z tlenku aluminium, cząstki polietylenu występowały w postaci cienkich płatków i wydłużonych cząstek [2, 6, 7]. W przypadku główek z dwutlenku cyrkonu zużyte cząstki materiału UHMWPE były zaokrąglone o rozmiarach mikronowych i submikronowych. Z tego wynika, że zwiększenie twardości samego materiału główki endoprotezy nie przeciwdziała procesowi zużycia.

Jednym z nowych sposobów poprawienia powierzchni metalowych główek endoprotez stawu biodrowego jest implantacja jonowa, w wyniku której powstaje cienka utwardzona warstwa o grubości około 0,2 μm [14]. Ten proces zwiększa twardość powierzchni i poprawia jej zwilżalność, a więc zużycie główki endoprotezy z UHMWPE jest mniejsze w porównaniu z nieimplantowaną główką z podobnego materiału [10].

Obróbka wykończeniowa powierzchni główki endoprotezy stawu biodrowego, określana parametrem chropowatości, jest ważnym czynnikiem wpływającym na zużycie główki endoprotezy z polietylenu. Wcześniej wspomniano, że cząstki trzeciego ciała powodują zarysowanie powierzchni główki, a więc zwiększa się chropowatość. Badania [2–6] wykazały, że zarysowanie główki oraz cząstki trzeciego ciała, powstające podczas pracy sztucznego stawu są głównymi przyczynami zużycia główki endoprotezy z UHMWPE.

According to [5] in order to resist scratching, the femoral head must be harder as much as possible. There are several methods to increase the femoral heads hardness:

- 1) *by application of different kinds of ceramics and*
- 2) *by application of surface hardened metal (cobalt-chrome) femoral heads.*

It was shown by [11], that the ceramic surfaces have a greater potential to resist scratching. Therefore, they are less susceptible to wear as compared with softer metal heads. However, the wear study of ceramic femoral heads made of alumina, zirconia and mixtures of oxides showed presence of not only polyethylene but also ceramic wear particles [12, 13]. The different composition of the ceramic femoral heads also influenced the wear and morphology of polyethylene debris [2, 6, 7]. In the tests [2, 6, 7] carried out with the alumina heads, the polyethylene debris is found to be in the form of rather thick flakes and elongated particles. With the zirconia heads rounded-type particles of UHMWPE were found, essentially built up by agglomeration of micron and submicron particles. That is, only the increase of femoral head material hardness does not result in a corresponding retardation of wear process.

More recently, additional efforts have been made to improve the surface of metal femoral heads. Ion implantation was used to produce a thin hardened layer approximately 0.2 microns thick on a metal surface. This process could increase surface hardness and improve wettability, which was favorable in decrease of UHMWPE wear. However, the thin implanted layer is known to be susceptible to scratching, that affects the polyethylene wear performance as compared with nonimplanted femoral head of similar material [10].

The surface finish of femoral heads which is defined by roughness parameters is an important determinant of polyethylene wear. Scratching femoral head surface by the third body particulates makes worse the roughness. The investigations [2-6] clearly show that scratching femoral heads and third body particles generated during articulating process are the main reasons of UHMWPE wear.

Przyczyna powstawania tych cząstek jednoznacznie nie została jeszcze wyjaśniona. Celem przeprowadzonych badań była identyfikacja mechanizmu procesu zarysowania główki endoprotezy w nanoskali poprzez analizę topografii powierzchni za pomocą AFM. Zbadano morfologię powierzchni główki implantu stawu po okresie eksploatacji.

2. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Do badań wytypowano trzy główki kobaltowo – chromowe i dwie wykonane z tlenku aluminium uzyskane po operacjach rewizyjnych. Zabiegi chirurgiczne wykonane były z zastosowaniem cementu kostnego. Główki endoprotezy po ekstrakcji zostały odcięte, umyte mydłem i wodą, oczyszczone heksanem i alkoholem, wysuszone, zarysowane i przebadane za pomocą AFM.

Do badań zastosowano mikroskop sił atomowych Dimension 3100, wyposażony w diamentową końcówkę (ostrze), zamontowaną na końcu metalowej dźwigienki. Dźwigienka AFM ma współczynnik sprężystości $k = 297$ N/m, częstotliwość rezonansu 78 kHz i może być używana do obrazowania i nacinania powierzchni. Diamentowe ostrze jest czworobokiem o kącie wierzchołkowym około 90 stopni i promieniu poniżej 25 nm dla zapewnienia dobrej rozdzielczości obrazowania i nacięć w skali nanometrów. W celu zwiększenia symetrii nacięć diamentowa końcówka jest mocowana w taki sposób, że pionowa oś czworoboku podczas montażu w mikroskopie jest w przybliżeniu prostopadła do powierzchni próbki. Odciski mogą być wykonywane przy różnych wartościach obciążenia, którego miarą jest ugięcie dźwigienki. Kończówka jest następnie unoszona do pozycji wyjściowej nad powierzchnią próbki. Przy każdym odcisku rejestrowany jest wykres ugięcia dźwigienki względem przemieszczenia w kierunku z. Po wykonaniu nacięć ich wymiary geometryczne i względne pozycje są mierzone w trybie półkontaktowym AFM. Nacięcia mają trójkątny kształt, odzwierciedlając przekrój końcówki sondy. Siła nacisku w eksperymentach wynosiła 60-100 μ N. Wartość twardości H była obliczona wg wzoru $H = F/A$, gdzie F i A są

However the origin of this third body particulate generation has not been clear yet. The aim of this study is to identify mechanism of scratch process at nanoscale through an analysis of surface topography by Atomic Force Microscopy. Additionally, we studied the femoral head surface morphology after implant articulation.

2. MATERIALS AND EXPERIMENTAL PROCEDURE

Three cobalt-chrome and two alumina femoral heads were retrieved at revision arthroplasty. All of arthroplasties had been performed with cement. All the heads were carefully removed to avoid damage during extraction. The femoral heads were then cut, washed with nonabrasive soap and water, cleaned with hexane and alcohol, dried, scratched and examined by AFM.

All the measurements were carried out with DI Dimension 3100 Atomic Force Microscope (AFM) equipped with a diamond tip mounted to the end of the metal cantilever. An indentation cantilever had a spring constant of 297 N/m, a resonant frequency of 78 kHz and can be used to image and to indent surfaces. The diamond tip is a three-sided pyramid with an apex angle of about 90 degrees and a tip radius less than 25 nm to ensure good imaging resolution and nanometer-scale indents. To increase the symmetry of indents, the diamond tip is mounted in such a way that the vertical axis of the pyramid is approximately normal to the sample when mounted on the microscope. Indents can be done at various forces and rates, using the deflection of the cantilever as a measure of the force. Pressing the tip against the sample surface until the required cantilever deflection is reached makes an indent. The tip is then lifted to its initial position above the sample surface. For each indent, a plot of the cantilever deflection versus the displacement in the z-direction is recorded. After indents are produced, their geometrical dimensions and the relative positions are measured in the AFM tapping mode. The indents exhibit triangular shape because they reproduce the triangular cross-section

odpowiednio obciążeniem i powierzchnią styku odcisku. Powierzchnię styku określano przez bezpośredni pomiar obszaru odkształcenia i zweryfikowano metodą Olivera–Pharra. Do kalibracji badań odcisków, jako „idealnie sztywny” materiał, użyto próbki szafirowej ($E = 470$ GPa, gdzie E jest modułem Younga). Jako materiał standardowy wykorzystano szkło kwarcowe ze względu na jego amorficzną naturę i znane z dużej dokładności parametry: moduł Younga ($E = 72$ GPa) i twardość ($H = 9$ GPa). Wyniki były powtarzalne dla różnych obszarów próbki.

Dźwigienki do nanoindentacji mogą być też używane do zarysowań. Zarysowania mogą być wykonywane z różną siłą (od **10 μN** do **200 μN**), prędkością (od **0,1 Hz** do **120 Hz**), o długości ograniczoną przez maksymalny rozmiar skanowania (w badaniach stosowano długość od **0,6** do **5 μm**). Nanozarysowanie jest takim samym procesem jak nanoindentacja z tym, że ostrze AFM porusza się prostopadle do dźwigienki. Badaniom poddano również niezarysowane obszary.

3. ANALIZA WYNIKÓW

Wykonano dwie serie badań doświadczalnych:

- 1) nanoindentacja – nanozarysowanie powierzchni kobaltowo – chromowej główki endoprotezy,
- 2) nanoindentacja – nanozarysowanie powierzchni główki endoprotezy wykonanej z tlenku aluminium.

Wykonano nanomechaniczne badanie pomiarów topografii główek. Średnia nanochropowość (R_a) powierzchni (mierzona za pomocą mikroskopu sił atomowych) wynosiła 2,4 nm dla główek kobaltowo – chromowych i 0,3 nm dla główek ceramicznych. Badanie przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM) wykazało wiele drobnych zarysowań powierzchni o szerokości od 0,1 do 5 μm . Podobne uszkodzenia zostały też zaobserwowane przez [15]. Autorzy [15] wyjaśnili je jako rezultat zużycia przez cząstki cementu kostnego.

of the probe tip. The indentation force range used in this experiment was 60-100 μN with a resolution of better than 0.5 μN . The value of hardness, H , was calculated using the well-known relationship $H = F/A$, where F and A are the applied load and the contact area of the indent, respectively. Contact area was determined by the direct measuring of deformation area and checked by Oliver-Pharr method. To provide a calibration reference for the indentation studies, a sapphire sample ($E = 470$ GPa, where E is the Young modulus) was used as an "infinitely stiff" material. As a standard material we used fused quartz. Due to its amorphous nature, it is highly isotropic, and its Young's modulus ($E=72$ GPa) and hardness ($H = 9$ GPa) are known with a high accuracy. The results were reproducible at several locations of the sample.

Indentation cantilevers can be also be used for scratch testing. Scratches can be made at different forces (from 10 μN to 200 μN), rates (from 0.1 Hz to 120 Hz), lengths, which is limited by the maximum Scan size (we use scratch lengths from 0.6 to 5 μm). Nano-scratching is essentially the same process as nanoindentation, except that the tip is moved laterally by a prescribed amount after the sample surface is penetrated. A scratch is made by forcing the tip into the sample surface until the required cantilever deflection is reached. Then, the tip move laterally using the preset distance, direction and rate. The tip is then lifted to its initial position above the sample surface. After scratches are produced, their profile and geometrical dimensions are measured in the AFM tapping mode. The un-scratched areas were also examined.

3. RESULTS AND DISCUSSION

Two series of experiments were carried out on the retrieved femoral heads:

- 1) nanoindentation – nanoscratching of cobalt-chrome surfaces and
- 2) nanoindentation – nanoscratching of alumina surfaces.

First, before the nanomechanical testing the topography measurements of femoral heads were made. The mean nano-roughness (R_a) of surfaces (measured by AFM) was 2.4 nm for

3.1. Nanoindentacja główek kobaltowo-chromowych

Nanoindentacja główek kobaltowo-chromowych wykazała wartość nanotwardości 5,8 GPa. Wartość ta była zbliżona do mikro-twardości $HV10 = 5,8 - 6,0$ GPa takiej samej powierzchni, zmierzonej pod normalnym obciążeniem 1g przy użyciu testera MXT-50.

Obraz mikroskopii sił atomowych, wykonany pod normalnym obciążeniem $100 \mu\text{N}$ na główce kobaltowo-chromowej implantu, jest przedstawiony na rys. 1a. Obserwujemy, że penetracji powierzchni towarzyszy przemieszczenie materiału. Zmierzono głębokość nanoindentacji (rys. 1b) i obliczono objętość nagromadzonego materiału, wypchniętego przez wgłębnik podczas kontaktu.

Dla materiału kobaltowo-chromowego nie zaobserwowano widocznych pęknięć wokół nanoindentacji przy obciążeniu do $100 \mu\text{N}$. Jednak we wszystkich badaniach wykryto znaczące nagromadzenie materiału wokół nacięcia. Materiał ten jest rozproszony na obszarach porównywalnych z wielkością nacięcia, gdzie maksymalna wysokość wypiętrzenia materiału sięga 70-80% głębokości odcisku. W przypadku trójkątnej końcówki uzyskano bryłowate wypukłości o średniej wysokości 30 nm, podczas gdy głębokość nacięcia wynosiła 35–40 nm. Symetria rozkładu i położenia nagromadzeń wynika z kształtu wgłębniaka i rozkładu naprężeń wywołanych przez wgłębnik o kącie 90° .

Można obliczyć objętość nagromadzonego materiału, przemieszczonego ponad powierzchnię, jak też objętość powstałego wgłębienia. Wpływ normalnego obciążenia nanoindentacji na przemieszczenie materiału określono jako związek pomiędzy: objętością materiału nagromadzonego i objętością nacięcia a obciążeniem normalnym (rys. 2). Widoczne jest, że objętość nagromadzonego materiału 3–5-krotnie przekracza objętość nacięcia, co jest prawdopodobnie związane ze zmniejszeniem gęstości tego materiału w porównaniu z materiałem litym. Poprzez analogię do eksperymentów z mikronacięciami [16] można przypuszczać, że takie zmniejszenie gęstości może być wywołane przez intensywne powstawanie luk i nanopęknięć.

cobalt-chrome heads and 0.3 nm for alumina heads. Scanning Electron Microscopy revealed the numerous fine scratches with width from 0.1 to $5 \mu\text{m}$ on the surface. The similar surface damage was also observed by [15]. The authors [15] explained such a damage as a result of wear due to bone-cement particles.

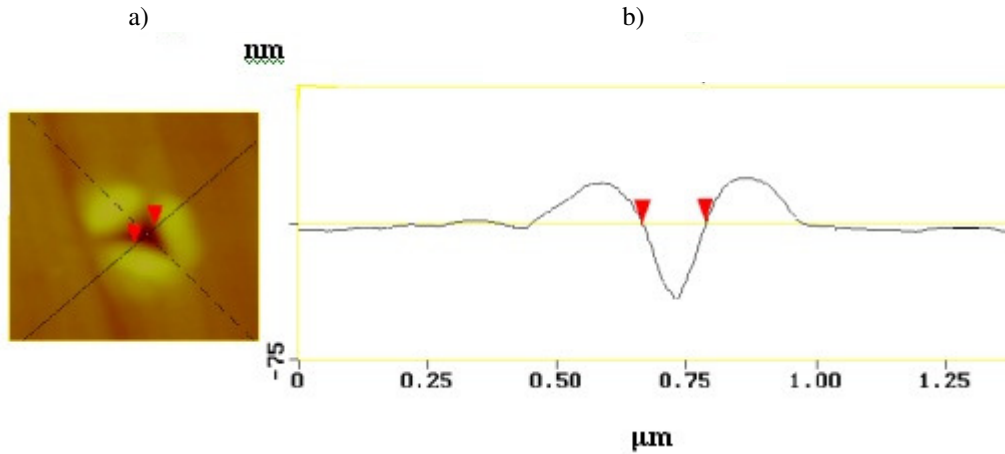
3.1. A nanoindentation of cobalt-chrome femoral

A nanoindentation of cobalt-chrome femoral heads gave the nanohardness value of 5.8 GPa. This value was close to the microhardness $HV10=5.8-6.0$ GPa of the same surface which was measured under normal load 10g with microhardness tester MXT-50.

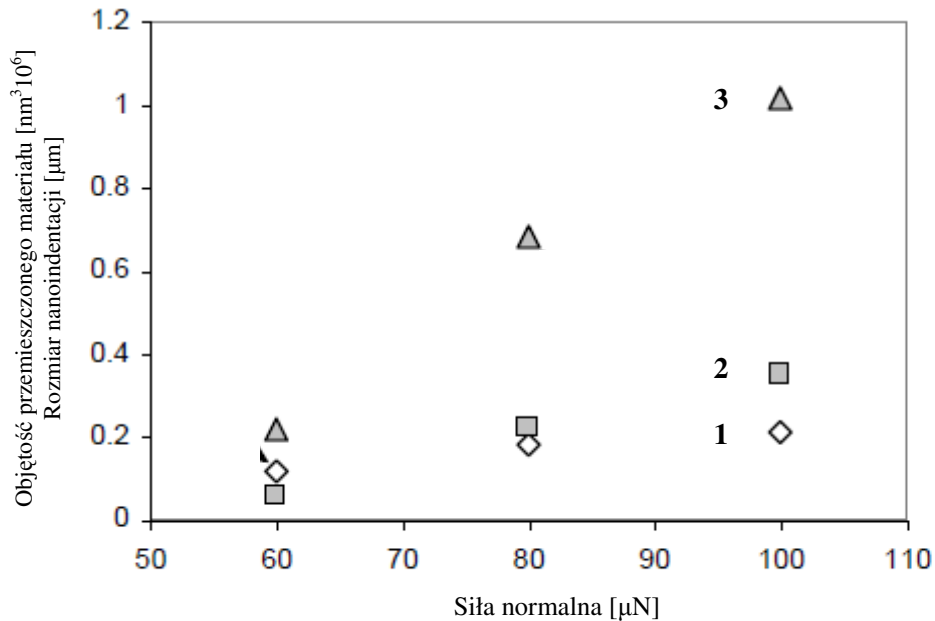
The AFM image of nanoindent made under the normal load of $100 \mu\text{N}$ on cobalt-chrome femoral head is shown on Fig. 1a. One can see that indenter penetration into the surface is accompanied by material displacement and results in piled-up volumes around the indent. The depth of the indent was measured and the piled-up volume of material pushed above the surface by the indenter during contact interaction was calculated with respect to the zero-level plane.

For cobalt-chrome no visible cracks were observed around indents under loads up to $100 \mu\text{N}$. However, considerable pile-up (lumpy protuberances) formation was found for indentation with all normal loads studied. The pile-up material spread over the distances comparable with the size of indent. The maximal height of piled-ups reaches 70...80 % of the indent depth. For the case of triangular tip the lumpy protuberances with an average height of 30 nm were obtained while the depth of indent was of 35-40 nm. The symmetry of distribution and position of the piled-ups coincided with the indenter geometry, that is, with the stress distribution pattern induced by 90° indenter.

We can manage to calculate the volume of piled-up material displaced above the surface as well as the volume of the residual indentation. The effect of normal nanoindentation load on displacement of material was estimated as a relationships between volume of both piled-up material and volume of



Rys. 1. Obraz AFM nanoindentacji pod obciążeniem normalnym 100 μN główki kobaltowo-chromowej implantu:
 a – obraz, b – zmiana wysokości obszaru nanoindentacji
 Fig. 1. The AFM image of nanoindent under the normal load of 100 μN on cobalt-chromefemoral head:
 a – image, b – variation of height in the nanoindent area



Rys. 2. Objętość nagromadzonego materiału podczas nanoindentacji przy różnej sile obciążającej dla powierzchni kobaltowo-chromowej
 1 (\diamond) – wielkość nanoindentacji w μm , 2 (\blacksquare) – objętość nanoindentacji w $\text{nm}^3 10^6$, 3 (\blacktriangle) – objętość nagromadzonego materiału w $\text{nm}^3 10^6$
 Fig. 2. Comparison of the volumes of nanoindent and pile up material after nanoindentation under different loads for cobalt-chrome surface
 1 - size of nanoindent in μm 2 – volume of nanoindent in $\text{nm}^3 10^6$, 3 – volume of piled-up material in $\text{nm}^3 10^6$

Powstawanie i wzrost mikropęknięć wystąpiło na skutek naprężeń rozciągających w twardym i kruchym materiale [16]. Proces uszkodzeń powierzchni staje się bardziej dostrzegalny w eksperymentach z zarysowaniem. Obrazy z mikroskopu sił atomowych trzech zarysowań powierzchni kobaltowo-chromowej są przedstawione na rys. 3a.

the residual indentation and normal load (Fig. 2). One can see that the volume of piled-up material 3-5 times exceeds the indent volume that is probably associated with a decrease of the density of the piled-up material as compared with bulk one. One can suppose that by analogy with the microindentation experiments [16] such a decrease of density may be caused

Zarysowania 1, 2 i 3 zostały wykonane przy obciążeniu normalnym odpowiednio 60, 80 i 100 μN . Długość każdego zarysowania wynosiła 2 μm , a szerokość rowków 120, 180 i 210 nm (patrz rys. 3b). Ruch końcówki prowadzi do intensywnego procesu nagromadzenia cząstek materiału. Poza tym nagromadzony materiał (bryłowate wypukłości) był przemieszczany przez końcówkę podczas zarysowania, a jego skupiska były gromadzone na końcu zarysowania. Większa część objętości nagromadzonego materiału była wypychana z rowka przez przednią płaszczyznę trójkątnej diamentowej końcówki (rys. 3a). Nagromadzony materiał przemieszczał się i wypełniał rowek zarysowania za końcówką.

Zauważono, że maksymalna wysokość nagromadzonego materiału zależy od obciążenia normalnego i wynosi 20 nm dla 100 μN (rys. 3b). Nagromadzony materiał nie jest rozłożony równomiernie na powierzchni czołowej (rys. 3b). Rys 4 przedstawia trójwymiarowy układ zarysowania pod obciążeniem 100 μN . Zmniejszenie gęstości nagromadzonego materiału, zaobserwowane dla nacięcia przedstawionego na rys. 1. Stosunek objętości nagromadzonego materiału i objętości rowka wyniósł od 8-10. Dla nanozarysowania pod obciążeniem normalnym 100 μN objętość nagromadzenia wyniosła $3,8 \times 10^7 \text{ nm}^3$, a objętość rowka około $5 \times 10^6 \text{ nm}^3$ (rys. 7). Jest to wynikiem intensywnego uszkodzenia powierzchni czołowej. Stwierdzono, że nanozarysowania wytwarzają bryłowate wypukłości o niskiej gęstości, które mogą działać jako inicjatory powstawania cząstek zużycia.

3.2. Nanoindentacja główek z tlenku aluminium

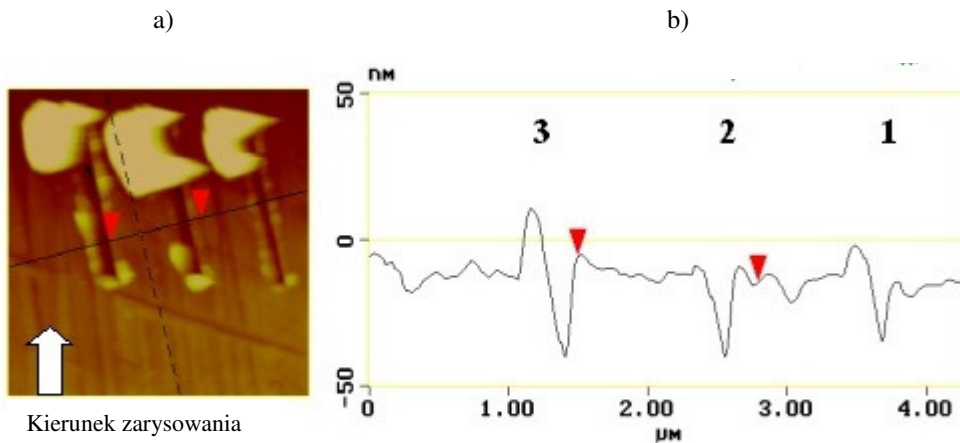
Nanoindentacja i zarysowanie powierzchni główki z tlenku aluminium pod obciążeniem normalnym również prowadzi do powstawania rowka. Zarysowanie wykonane przy obciążeniu normalnym 180 μN przedstawiono na rys. 5a. Rozmiary rowka wyniosły 180 nm szerokości i 4 nm głębokości. Nagromadzone objętości materiału na bokach rowka były małe w porównaniu ze stopem Co-Cr (wysokość 0,5–0,8 nm), natomiast wysokość nagromadzonego

by intensive vacancy and nano-crack generation. Nucleation and growth of the microcracks occurred due to tensile stresses at the tip area especially for hard and brittle materials [16]. Unfortunately, the nanocracks as well as nanoparicles in pile-up volume are not distinctly resolved by AFM because of high nanoroughness (3.4 nm) of cobalt-chrome surface.

More essentially surface damage process becomes apparent in scratching experiments. AFM images of three scratches on the cobalt-chrome surface is shown on Fig. 3a. The scratches N 1, 2 and 3 were made with the normal loads of 60, 80 and 100 μN respectively. A length of each scratch was of 2 μm and width of grooves are of 120, 180 and 210 nm (see Fig. 3b). The tip movement leads to an intensive pile-up process. Moreover, piled-up material (lumpy protuberances) was displaced by tip during scratching and the aggregates of this material were accumulated at the end of the scratch. The main volume of piled-up material was emerged from scratch groove by a front flat of triangle diamond tip (Fig. 3a). The pile-up material was seen to flow and fill the scratch groove after tip. The main reason of such behavior seems to be in a particulate origin of piled-up material.

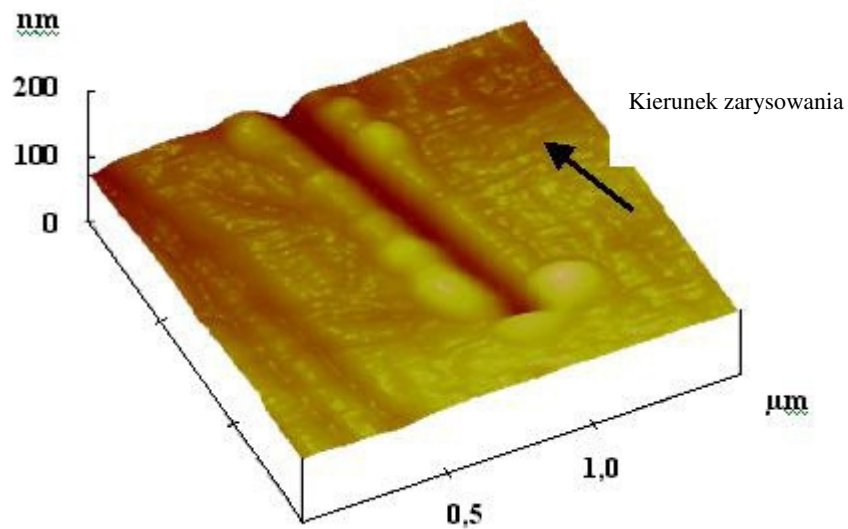
One should note that the maximal piled-up material height depends on the normal load and reaches 30 nm for 100 μN (Fig. 3b). Piled-up material is not distributed uniformly on the head surface (Fig. 3b), that may be due to its particulate nature as we assumed above. The 3D pattern of the scratch under load of 100 μN confirmed this assumption (Fig. 4).

The decrease of piled-up material density observed for indentation (Fig. 1) and described above is much more exhibited for nanoscratching. The ratio between piled-up (lumpy protuberances) and scratched groove volumes was achieved about 8-10. For example, for nanoscratching under normal load of 100 μN the piled-up volume was of $3.8 \cdot 10^7 \text{ nm}^3$ while groove volume was about $5 \cdot 10^6 \text{ nm}^3$ (Fig. 7). Just this fact reveals still more about the intensive head surface damage. It is found that the nano-scratches produce lumpy protuberances with low density which can act as a precursor for wear particles.



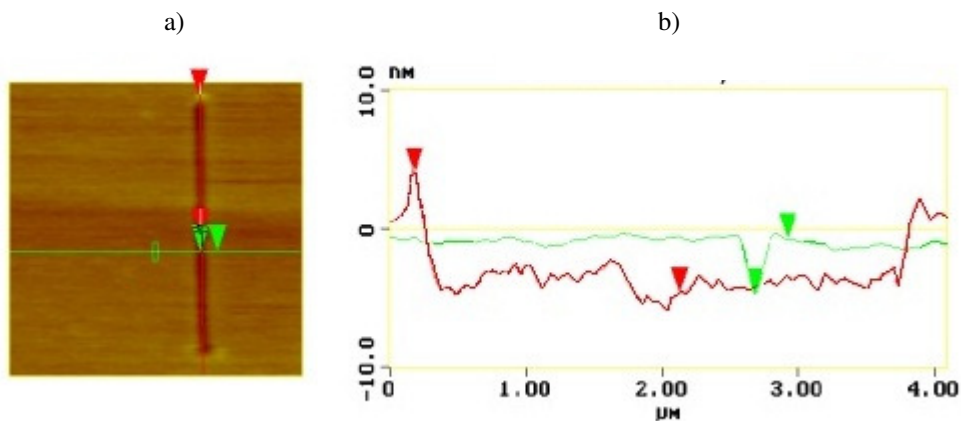
Rys. 3. Obraz AFM śladów nanozarysowania pod obciążeniami normalnymi 60 (1), 80 (2) i 100 μN (3) dla główki kobaltowo-chromowej stawu biodrowego; a – obraz, b – zmiana wysokości obszaru nanozarysowania

Fig. 3. The AFM image of nanoscratch traces under the normal loads of 60 (1), 80 (2) and 100 μN (3) on cobalt-chrome femoral head; a – picture, b – variation of height in the scratching area



Rys. 4. Trójwymiarowy obraz AFM śladu nanozarysowania pod obciążeniem normalnym 100 μN główki kobaltowo-chromowej stawu biodrowego

Fig. 4. The 3D AFM image of nanoscratch trace under the normal load of 100 μN on cobalt-chrome femoral head



Rys. 5. Obraz AFM śladu nanozarysowania pod obciążeniem normalnym 180 μN główki stawu biodrowego wykonanej z tlenku aluminium; a – obraz, b – zmiana wysokości obszaru zarysowania

Fig. 5. The AFM picture of nanoscratch trace under the normal load of 180 μN on alumina femoral head; a – image b – variation of height in the scratching area

materiału w niektórych miejscach wyniosła 4–5 nm (rys. 5b).

Ze względu na dużą twardość tlenku aluminium (25 GPa) penetracja końcówki i naprężenia szczątkowe były bardzo małe. Pomimo tego wystąpiło odłączenie materiału od powierzchni, wywołane przez diamentową końcówkę, co spowodowało pojawienie się skupisk cząstek na końcu rowka (rys. 6).

W przypadku tlenku aluminium o znacznie wyższej twardości objętość nagromadzonego materiału jest w przybliżeniu równa objętości rowka (rys. 7). Nagromadzony materiał, zbierający się na końcu rowka jest prawdopodobnie wynikiem procesu uszkodzenia powierzchni z tworzeniem pęknięć i odłączaniem nanocząstek tlenku aluminium. Z tej przyczyny rozkład nagromadzenia cząstek materiału w obszarze krawędzi rowka nie jest równomierny (rys. 5).

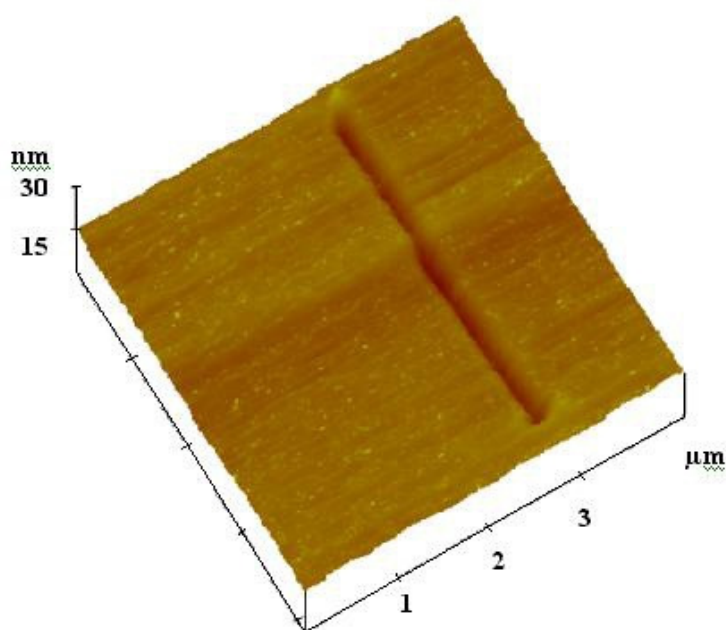
Przeprowadzone badania wykazują, że materiały ceramiczne mają dużą odporność na nanozarysowanie, co potwierdzają również badania kliniczne. Materiały ceramiczne w badaniach klinicznych wykazywały 2-3 krotnie mniejsze zużycie polietylenu w porównaniu z bardziej miękkimi główkami kobaltochromowymi [4].

3.2. A nanoindentation of alumina femoral

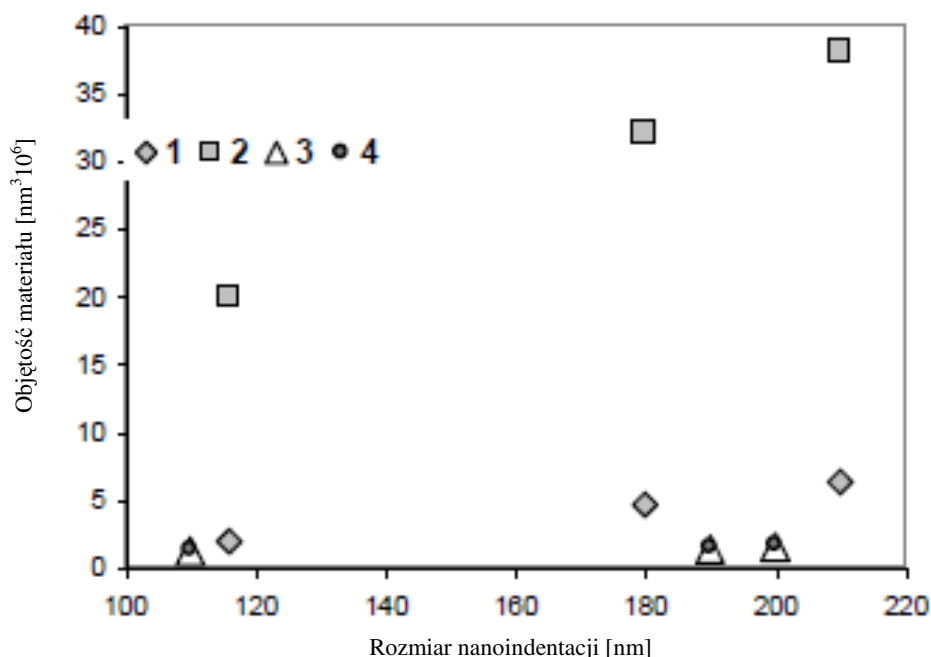
Nanoindentation and scratching of alumina surface under normal load of leads to groove formation too. Scratch made with normal load of 180 μN is shown in Fig. 5a. The size of scratched track are of 180 nm (width) and 4 nm (depth). The piledup volumes on the sides of grooves were of small sizes as compared to Co-Cr alloy (height is of 0.5-0.8 nm) while the height of front piled-up material was of 4-5nm (Fig. 5b).

Because of high alumina nanohardness (25 GPa) the tip penetration was very small and residue strains were small too. Nevertheless a detachment of material from the surface affected by diamond tip did occurred and resulted in occurrence of a piledups at the end of the scratch groove (Fig. 6). The elastic effect for alumina was found to be considerable.

For alumina of much higher hardness the volume of piled-up material approximately is equal to groove volume (Fig. 7). The piled-up material which is gathered at the end of scratch groove probably is a result of surface damage process with crack generation and detachment of alumina nanoparticles. For this reason the piled-up distribution in the area of grooves' edges is not uniform (Fig. 5). This conclusion is argued and needs to the further evidence.



Rys. 6. Trójwymiarowy obraz AFM śladu nanozarysowania pod obciążeniem normalnym 180 μN główki z tlenku aluminium
 Fig. 6. The 3D AFM image of nanoscratch trace under the normal load of 180 μN on alumina femoral head



Rys. 7. Porównanie objętości rowka i nagromadzonego materiału po nanozarysowaniu pod różnymi obciążeniami na powierzchni główki kobaltowo-chromowej i główki stawu biodrowego z tlenku aluminium; 1 (◇) – rowek na powierzchni główki ze stopu kobalt–chrom, 2 (■) – nagromadzenie materiału kobaltowo-chromowego, 3 (▲) – rowek na powierzchni główki z tlenku aluminium, 4 (●) – nagromadzenie materiału tlenku aluminium

Fig. 7. Comparison of the volumes of grooves and piled-up material after nanoscratching under different loads for cobalt-chrome and alumina surfaces

1 (◇) - cobalt-chrome groove 2 (■) - cobalt-chrome piled-up 3 (▲) - alumina groove 4 (●) - alumina piled-up

Jak wykazano w [15], podczas eksploatacji implantu zachodzi proces zarysowania w nanoskali. Dane [4, 15] pokazują, że proces eksploatacji endoprotezy stawu biodrowego powoduje intensywne uszkodzenie powierzchni i tworzenie cząstek z materiału główki. Cząstki te znacząco wpływają na formowanie „trzeciego ciała” na początku okresu eksploatacji implantu, i odgrywają rolę ścierniwa w procesie zużycia polietylenu. Dlatego też intensywność tego zużycia może zależeć od składu materiału główki endoprotezy. Charakterystyki materiałów, takie jak odporność na zarysowanie i objętość nagromadzenia cząstek materiału, mogą wywierać znaczący wpływ na zjawisko zużycia.

Podobne zachowanie materiału ceramicznego (węgliku krzemu) zaobserwowali autorzy [17]. Stwierdzono, że nagromadzenie było kształtowane przez zarysowanie powierzchni próbki diamentowym wgłębniakiem. Wysokość tego nagromadzenia zależy od twardości i modułu Younga materiału.

The present results show that ceramic materials have a great potential to resist nanoscratching. This fact is confirmed by the clinical studies. Ceramic materials were observed clinically to produce 2 to 3 times lower polyethylene wear as compared with softer cobalt-chrome heads [4].

As shown in [15] the processes of scratching on nano-scale level really occur during implant articulation. The data [4, 15] reveal that the articulation processes results in intensive surface damage and generation of femoral head material particles. These particles significantly affect on the “third body” formation at the beginning of implant articulation and play a role of abrasive in the polyethylene wear. Thus the intensity of polyethylene wear may depend on content of femoral head material particles in interface at the first cycles of articulation. The materials characteristics such as scratch resistance and piled-up volume can exert a significant influence on wear phenomena.

Przy zarysowaniu powierzchni węgla krzemu stwierdzono przejście z przepływu plastycznego do przełomu, co pozwoliło na oszacowanie odporności na kruche pękanie tego materiału. W [18] produkty zużycia zostały określone jako jedna z głównych przyczyn, powodujących zarysowanie metalowych powierzchni. Działają one jak ścierniwo. Badania wykazały, że ilość i rozmiar produktów zużycia może wpływać na intensywność zużycia.

4. PODSUMOWANIE

Badania procesu nanozarysowania za pomocą mikroskopu sił atomowych ujawniły poważne uszkodzenia powierzchni główki endoprotezy stawu biodrowego, wykonanej ze stopu kobalt-chrom i z tlenku aluminium. Stwierdzono, że nanozarysowania wytwarzają bryłowe wypukłości o niskiej gęstości, które mogą być prekursorami cząstek zużycia implantu. Uszkodzenia główek implantów w nanoskali powodują, zdaniem autorów, tworzenie cząstek materiału główki, które mogą być jedną z głównych przyczyn zużycia polietylenu, przynajmniej w pierwszym etapie eksploatacji implantu stawu biodrowego.

The similar behavior of ceramic material (silicon carbide) was observed by authors [17]. It was found, that pile-up was forming at scratching sample surface with use of diamond indenter. Height of this pile-up depends on hardness and elastic modulus of the material. At scratching of silicon carbide surface a transition from plastic flow to fracture was found out that allowed to estimate fracture toughness KIC for silicon carbide. In [18] wear debris has been recognized as one of the main reason caused of scratching of the metallic bearing surfaces. It acts like an abrasive and results in an enhancement of material removal. Studies have shown that the amount and the size of the abrasives can affect the wear rate.

4. CONCLUSION

The Atomic Force Microscopy nano-scratching process reveals a surface damage cobalt-chrome and alumina femoral head surfaces. It is found that the nano-scratches produce lumpy protuberances with low density which can act as a precursor for wear particles. The nano-scale surface damage of femoral heads is suggested to result in head material particles generation that may be one of the main reasons of polyethylene wear at least at the first stage of hip implant articulation.

LITERATURA/REFERENCES

- [1] Archibeck M.J., Jacobs J.J., Black J.: Alternate Bearing Surfaces in Total Joint Arthroplasty. *Clinical Orthopaedics and Related Research*: 2000; 379: 12-21.
- [2] Affatato S., Fernandes B., Tucci A., Esposito L., Toni A.: Isolation and Morphological Characterisation of UHMWPE Wear Debris Generated in Vitro. *Biomaterials*: 2001; 22: 2325-2331.
- [3] Jasty M., Bragdon Ch.R., Lee K., Hanson A., Harris W.H.: Surface Damage to Cobalt-Chrome Femoral Head Prostheses. *The Journal of Bone and Joint Surgery*: 1994; 76-B: 73-77.
- [4] Cuckler J.M., Bearcroft J., Asgian C.M.: Femoral Head Technologies to Reduce Polyethylene Wear in Total Hip Arthroplasty. *Clinical Orthopaedics and Related Research*: 1995; 317: 57-63.
- [5] Dowson D., Taheri S., Wallbridge N.C.: The Role of Counterface Imperfections in the Wear of Polyethylene. *Wear*: 1987; 119: 277-293.
- [6] Lee, R., Essner, A., Wang, A., Jaffe, W.L.: Scratch and wear performance of prosthetic femoral head components against crosslinked UHMWPE sockets, *Wear*, Article in press.
- [7] Clarke, I.C., Manley, M.T.: How do alternative bearing surfaces influence wear behavior?, *The Journal of the American Academy of Orthopaedic Surgeons*, V16 (1), 2008, pp. S86-93.
- [8] Najjara D., Bigerellea M., Migaudc H., Iosta A.: Identification of scratch mechanisms on a retrieved metallic femoral head, *Wear* 258 (2005) 240–250.
- [9] Dowson D., Wang F.C., Wang W.Z., Jin Z.M.: A predictive analysis of long-term friction and wear characteristics of metal-on-metal total HIP replacements, *Proc. IMechE (2007)V. 221 Part J: J. Engineering Tribology*, pp. 367-378.

-
- [10] Isaak G.H., Wroblewski B.M., Atkinson J.R., Dowson D.A.: Tribological Study of Retrieved Hip Prostheses. *Clinical Orthopaedy*:1992; 276: 115-128.
- [11] Farrar D.F., Brain A.A.: The microstructure of ultra-high molecular weight polyethylene used in total joint replacements. *Biomaterials*:1997;18:1677-85.
- [12] Savio J.A., Overcamp L.M., Black J.: Size and Shape of Biomaterial Wear Debris. *Clinical Materials*:1994; 15: 101-147.
- [13] Bos I., Johannisson R., Lohrs U., Linder B., Seydel U.: Comparative investigations of regional lymph nodes and pseudocapsules after implantation of joint endoprostheses. *Pathology Res. Pract.*: 1990; 186: 707-716.
- [14] Davidson J.A., Kovacs P.: Evaluation of Metal Ion Release during Articulation of Metal and Ceramic Femoral Heads. *Proc.8th Southern Biomed. Eng. Conference*: 1989: 33-37.
- [15] Isaak G.H., Atkinson J.R., Dowson D.: The causes of femoral head roughening in explanted Charnley hip prostheses. *Eng. Med.*:1987;16(3):167-173.
- [16] Evans A.G., Wilshaw T.R.: Quasi-static solid particle damage in brittle solids. Observations, analysis and implications. *Act. Met.*: 1976; 24: 939-956.
- [17] Lvova N.A., Blank V.D., Gogolinskiy K.V., Kulibaba V.F.: Investigation of specificity of mechanical properties of hard materials on nanoscale with use of SPM-Nanohardness tester, *Journal of Physics: Conference Series*, V61,1(2007) 724-729.
- [18] Yan Y., Neville A., Dowson D., Williams S., Fisher J.: Effect of metallic nanoparticles on the bio-tribo-corrosion behavior of Metal-on-Metal hip prostheses, *Wear* 267 (2009) 683–688.