

Zmierzone widmo elektronów Augera dla próbki wygrzanej przedstawiało podobny przebieg do widma otrzymanego dla powierzchni warstwy platyny w stanie wyjściowym. Temperatura 42°C i wydłużony czas wygrzewania nie spowodowało migracji niklu i kobaltu poprzez warstwę platyny. Ponadto pik pochodzący od elektronów wtórnych (oznaczony jako SE) zmierzony dla warstwy przed i po wygrzaniu nie zmienia swojego położenia ani kształtu. Z tego wynika że wygrzewanie nie zmienia struktury elektronowej warstwy.

Wnioski

- Naniesiona magnetronowo warstwa platyny o grubości 1.45µm może ochronić ludzki organizm przed dyfuzją niklu i kobaltu z implantów wykonanych ze stopu typu Ni-Ti-Co.
- Ochronne właściwości otrzymanej warstwy platyny są stabilne nawet wówczas, gdy temperatura ludzkiego ciała osiągnie 42°C i pozostanie na tym poziomie przez okres 6 tygodni.

the sample was heated up to 42°C and left for 6 weeks – approximate time for fractured bone healing. Measured Auger spectrum for annealed sample reveals similar shape to that obtained for the as-received surface. Temperature of 42°C and elongated time of annealing do not cause nickel either cobalt diffusion to top of the platinum layer. Moreover, the peak of secondary electrons (marked as SE) measured for the layer before and after annealing does not change its position and shape. It means that annealing did not change electron structure of the layer.

Conclusions

- Magnetron sputtered platinum layer with its thickness of 1.45µm can protect human body against nickel and cobalt migration from the Ni-Ti-Co alloy matrix.
- Protective properties of obtained platinum layer are stable even temperature of human body rises up to 42°C and will keep its level for 6 weeks.

Piśmiennictwo

- [1]. Duerig T., Pelton A., Stöckel D., Mat. Sci. Eng. A273–275 (1999) 149–160.
[2]. Schiff N., Grosgeat B., Lissac M., Dalard F., Biomat. 25 (2004) 4535–4542.

References

- [3]. Starosvetsky D., Gotman I., Biomaterials 22 (2001) 1853–1859.
[4]. Goryczka T., Lelatko J., Vokoun D., Ochinn P., Eng. Biomat., 77-80 (2008) 67-69.

OCENA STANU POWIERZCHNI STALI STOSOWANEJ NA NARZĘDZIA CHIRURGICZNE ZA POMOCĄ MIKROSKOPU SIŁ ATOMOWYCH (AFM)

MONIKA GWOŹDZIK

INSTYTUT INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ,
WYDZIAŁ INŻYNIERII PROCESOWEJ, MATERIAŁOWEJ I FIZYKI STOSOWANEJ,
POLITECHNIKA CZĘSTOCHOWSKA
AL. ARMII KRAJOWEJ 19, 42-200 CZĘSTOCHOWA
MAILTO: GWOZDZIK@WIP.PCZ.PL

Streszczenie

Prezentowana praca przedstawia wyniki badań stanu powierzchni stali X39Cr13 z gatunku stali stopowych odpornych na korozję stosowanych na narzędzia chirurgiczne. Badaną stal poddano obróbce cieplnej (hartowanie + odpuszczanie) oraz powierzchniowej (azotowanie jarzeniowe). Po zastosowanych obróbkach powierzchnię próbek analizowano za pomocą mikroskopu sił atomowych (AFM).

Przeprowadzone badania pozwoliły na ocenę wpływu różnych wariantów obróbek na stan powierzchni poprzez parametr chropowatości.

[Inżynieria Biomateriałów, 89-91, (2009), 74-76]

EVALUATION OF THE SURFACE CONDITION OF STEEL USED FOR SURGICAL INSTRUMENTS BY MEANS OF ATOMIC FORCES MICROSCOPE (AFM)

MONIKA GWOŹDZIK

INSTITUTE OF MATERIALS ENGINEERING,
FACULTY OF PROCESSES AND MATERIALS ENGINEERING AND APPLIED PHYSICS,
CZESTOCHOWA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY
19 ARMII KRAJOWEJ AVE., 42-200 CZĘSTOCHOWA
MAILTO: GWOZDZIK@WIP.PCZ.PL

Abstract

The paper presents results of surface condition examinations of X39Cr13 steel from the group of corrosion-resisting alloy steels used for surgical instruments. The tested steel was subject to heat (quenching + tempering) and surface (plasma nitriding) treatment. After the treatments applied the specimens surface was analysed by means of atomic forces microscope (AFM).

The examinations carried out allowed evaluating the effect of various treatments' variants on the surface condition through the roughness.

[Engineering of Biomaterials, 89-91, (2009), 74-76]

Wstęp

W ostatnich latach nastąpił znaczny rozwój inżynierii powierzchni. Coraz to nowe metody modyfikacji warstwy wierzchniej są stosowane na różnego typu materiały metaliczne, a w szczególności na materiały w aspekcie zastosowań w medycynie [1,2]. Powszechnie stosowanymi materiałami na instrumentarium medyczne są trzy grupy stali stopowych odpornych na korozję: martenzytyczne, austenityczne, ferrytyczne [3]. Modyfikacja warstwy wierzchniej tych stali a w szczególności stali martenzytycznych poprzez azotowanie może zwiększyć trwałość eksploatacyjną wytwarzanych narzędzi, które nie będą wymagały ostrzenia, szlifowania [4,5].

Celem pracy było porównanie parametru chropowości R_a (średnie arytmetyczne odchylenie profilu) próbek obrobionych cieplnie oraz powierzchniowo przy użyciu mikroskopu sił atomowych (AFM).

Materiał i metodyka badań

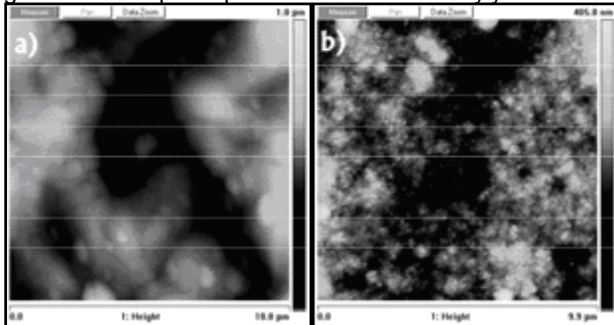
Do badań wytypowano stal martenzytyczną należącą do grupy stali nierdzewnych z gatunku X39Cr13 wg normy

wg acc. to	Skład chemiczny, % masowe / Chemical composition, wt. %					
	C	Si	Mn	P	S	Cr
analizy / analysis	0,42	0,39	0,55	0,020	0,004	13,73
normy / standard	0,36÷0,42	max. 1,00	max. 1,00	max. 0,040	max. 0,015	12,5÷14,5

TABELA 1 Skład chemiczny stali X39Cr13, % masowe
TABLE 1. Chemical composition of X39Cr13 steel, wt. %

PN-EN 10088-1:1998 [6]. Analizę składu chemicznego stali wykonano metodą emisyjnej spektroskopii iskrowej na Emisyjnym Spektrometrze Iskrowym firmy Spectro (TABELA 1).

Materiał do badań dostarczono w postaci blachy o grubości 1mm po wyżarzaniu zmiękczającym. Obróbka cieplna została przeprowadzona w piecu próżniowym i polegała na hartowaniu z temperatury 1050°C sprężonym azotem. Czas austenitizacji wynosił 20 minut. Następnie część próbek odpuszczano przez dwie godziny w temperaturze 300°C, drugą w temperaturze 620°C. Próbkę, które były odpuszczane w temperaturze 620°C poddano zabiegowi azotowania jarzeniowego. Proces azotowania przeprowadzono w urządzeniu do obróbek jarzeniowych z chłodzoną anodą typu JON-600. Próbkę umieszczono na katodzie, gdzie ich powierzchnia była bombardowana jonami o energiach wynikających z wartości spadku katodowego. Azotowanie przeprowadzono w temperaturze 460°C przy ciśnieniu 150Pa i czasie 20 godzin. Próbkę przed procesem azotowania były szlifowane



RYS.1. Obraz 2D (AFM) powierzchni stali X39Cr13: (a) po obróbce cieplnej, (b) po obróbce powierzchniowej.

FIG.1. 2D image (AFM) of X39Cr13 steel surface: (a) heat treatment, (b) surface treatment.

Introduction

The surface engineering has substantially developed in recent years. Newer and newer methods of top layer modification are used for various types of metallic materials, in particular for materials to be used in medicine [1,2]. Three groups of corrosion-resisting alloy steels are materials commonly used for medical instruments: martensitic, austenitic, and ferritic [3]. The modification via nitriding of the top layer of such steels, especially martensitic steels, may increase the service life of instruments produced, which will not require sharpening and grinding [4,5].

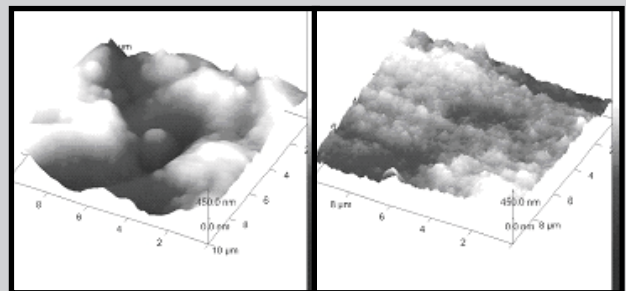
The study aimed at comparison of roughness R_a (average arithmetical roughness) of heat and surface treated specimens using an atomic forces microscope (AFM).

Material and methodology of tests

Martensitic steel, classified as stainless steel, grade X39Cr13 acc. to standard PN-EN 10088-1:1998 [6], was selected for tests. The analysis of steel chemical composition was carried out using spark emission spectroscopy on a Spectro Spark Emission Spectrometer (TABLE 1).

The material for tests was delivered in the form of soft annealed 1 mm thick sheet. The heat treatment was performed in a vacuum furnace and consisted of quenching from 1050°C by means of compressed nitrogen. The austenitising time was equal to 20 minutes. Then one part of specimens was tempered for two hours at 300°C and the other part at 620°C. Specimens tempered at 620°C were subject to plasma nitriding. The nitriding was carried out in JON-600 type installation for ion treatment with a cooled anode. Specimens were placed on the cathode, where their surface was bombarded with ions of energies resulting from the cathode drop value. The nitriding was carried out at 460°C at the pressure of 150Pa, during 20 hours. Before nitriding the specimens were grinded and polished.

Examinations of surface topography were performed on a MULTIMODE VEECO atomic forces microscope (AFM) with NANOSCOPE controller, using the Tapping Mode. The area of 10µm x 10µm was the scanned surface.



RYS.2. Obraz 3D (AFM) powierzchni stali X39Cr13: (lewy) po obróbce cieplnej, (prawy) po obróbce powierzchniowej.

FIG.2. 3D image (AFM) of X39Cr13 steel surface: (left) heat treatment, (right) surface treatment.

i polerowane.

Badania topografii powierzchni wykonano na mikroskopie sił atomowych (AFM) firmy VEECO model MULTIMODE z kontrolerem NANOSCOPE za pomocą metody Tapping Mode. Obszarem skanowanym była powierzchnia $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$.

Wyniki badań

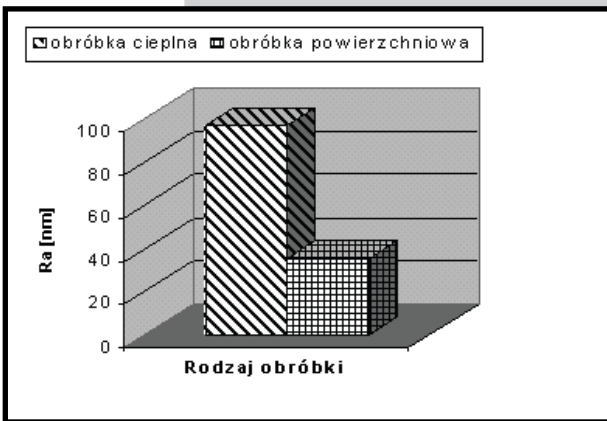
Na RYS.1 przedstawiono obrazy 2D, natomiast na RYS.2 obrazy 3D badanych powierzchni przy pomocy AFM.

Badania topografii powierzchni wykazują, że dla azotowania jarzeniowego można zaobserwować charakterystyczną trójwymiarową strukturę wysepkową. W przypadku materiału obrabianego cieplnie nie zaobserwowano struktur wysepkowych. Uzyskane parametry chropowatości wykazują (RYS.3) wyższe wartości R_a dla próbek obrobionych cieplnie w porównaniu z próbkami po obróbce powierzchniowej.

Uzyskane wyniki przeprowadzone na mikroskopie sił atomowych potwierdziły wcześniejsze badania przeprowadzone na profilografometrze [7], w wyniku których zaobserwowano także strukturę wysepkową dla materiału azotowanego.

Podsumowanie

Prezentowane badania topografii powierzchni stali martenzytycznej poddanej różnym wariantom obróbki wskazują, że powierzchnia próbek po obróbce cieplnej jest bardziej rozwinięta w porównaniu z próbkami azotowanymi, o czym świadczy parametr R_a . Dla próbek obrobionych cieplnie R_a wyniosło $\sim 96\text{nm}$, natomiast dla obrobionych powierzchniowo $R_a \sim 35\text{nm}$.



RYS.3. Średnie arytmetyczne odchylenie profilu dla poszczególnych obróbek.

FIG.3. Average arithmetical roughness for individual treatments.

Results of examinations

FIG.1 presents 2D images, while FIG.2 3D images of surfaces examined by means of AFM.

The surface topography examinations show that a characteristic three-dimensional island structure may be observed for the plasma nitriding. No island structures were observed for heat-treatment material. The obtained

roughness results show (FIG.3) higher R_a values for heat-treatment specimens as compared with surface-treatment specimens.

The results obtained on the atomic forces microscope have confirmed previous studies carried out with the use of a profilographometer [7], which also resulted in the observation of island structure for the nitrided material.

Summary

The presented examinations of surface topography of martensitic steel subject to various treatments show that specimens' surface after heat treatment is more developed as compared with nitrided specimens, what is proved by parameter R_a . For heat treatment specimens R_a was $\sim 96\text{nm}$, while for surface treatment specimens $R_a \sim 35\text{nm}$.

Piśmiennictwo

- [1]. Gierzyńska-Dolna M., Marciniak J., Adamus J., Lacki P.: A role of surface treatment in modification of the useable properties of the medical tools. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. Volume 25, 2007, pp. 69-72.
- [2]. Gwoździk M., Nitkiewicz Z.: Wear resistance of steel designed for surgical instruments after heat and surface treatments. *Archives of Metallurgy and Materials*. Volume 54, Issue 1, 2009, pp. 241-246.
- [3]. Paszcenda Z., Tyrlik-Held J.: *Instrumentarium Chirurgiczne*. Wyd. Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2003, s. 9, 13-21, 23-31, 33, 69-199.

References

- [4]. Gwoździk M., Nitkiewicz Z.: Zużywanie się ostrzy wiertel chirurgicznych przeznaczonych dla chirurgii tkanki kostnej. *Inżynieria Stomatologiczna - Biomateriały* (w druku).
- [5]. Gwoździk M.: Optimization of heat and surface treatment of X39Cr13 steel designated for surgical instruments. *Monografie nr 2. Wydawnictwo Wydziału Inżynierii Procesowej, Materiałowej i Fizyki Stosowanej Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 2009*, pp. 73-93.
- [6]. PN-EN 10088-1:1998: *Stale odporne na korozję. Gatunki*.
- [7]. Gwoździk M., Nitkiewicz Z.: *Topography of X39Cr13 steel surface after heat and surface treatment*. *Optica Applicata* (w druku).