

EFEKTY UTLENIANIA TYTANU PO RÓŻNYCH METODACH MODYFIKACJI POWIERZCHNI

JÓZEF JASIŃSKI, MAŁGORZATA LUBAS*,
JAROSŁAW JASIŃSKI, PAWEŁ WIECZOREK

POLITECHNIKA CZĘSTOCHOWSKA,
INSTYTUT INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ,
AL. ARMII KRAJOWEJ 19, 42-200 CZĘSTOCHOWA

* E-MAIL: MLUBAS@WIP.PCZ.PL

Streszczenie

W pracy przedstawiono analizę topografii powierzchni tytanu Grade 2 po obróbce mechanicznej (szlifowanie i piaskowanie) oraz wpływ aktywacji powierzchni na właściwości warstwy po procesie utleniania w złożu w temperaturze 610°C i czasie 6, 8 i 12 godzin. Do badań topografii powierzchni oraz analizy adhezji zastosowano metodę AFM i scratch test, natomiast strukturę i zmiany składu fazowego badano z zastosowaniem metody SEM-EDS i XRD. Badania topografii powierzchni tytanu Grade 2 przed procesem utleniania potwierdziły, że przeprowadzona aktywacja powierzchni z wykorzystaniem medium piaskującego w postaci Al_2O_3 korzystnie wpływa na zwiększenie chropowatości oraz poprawę stanu powierzchni tytanu po procesie utleniania szczególnie w czasie 8 godzin. Stwierdzono również, że zastosowanie złoża fluidalnego do procesów utleniania tytanu pozwala na otrzymanie jednorodnych powłok tlenkowych o dobrej adhezji z podłożem, a tym samym poprawę właściwości powierzchni tytanu w aspekcie zastosowań biomedycznych.

Słowa kluczowe: obróbka powierzchniowa (szlifowanie i polerowanie), utlenienie tytanu, złożo fluidalne, chropowatość powierzchni

[Inżynieria Biomateriałów 120 (2013) 41-47]

Wstęp

Tytan i jego stopy to powszechnie stosowane materiały do wytwarzania implantów m.in.: w ortopedii, kardiochirurgii i stomatologii. Materiały te charakteryzuje przede wszystkim dobra odporność korozyjna i właściwości wytrzymałościowe, przy niskim ciężarze właściwym. Należy jednak pamiętać, że znajomość właściwości mechanicznych trzeba rozważyć w aspekcie roli fizjologicznej, jaką spełnia dany biomateriał [1]. Bardzo ważną rolę w przypadku biomateriałów metalicznych odgrywa również powierzchnia materiału. Jakość powierzchni implantu jest bardzo ważna w procesie osseointegracji, regeneracji tkanek miękkich, jak również zachowania się implantu w czasie eksploatacji. Prace naukowe potwierdzają, że odbudowa kości jest silnie związana z powierzchnią implantu, jej zdefektowaniem oraz morfologią. Bardzo ważnym zatem jest stan powierzchni implantów w trakcie leczenia, ze względu na możliwość kontrolowania regeneracji tkanek oraz właściwości implantu. Stosując różne techniki badawcze, naukowcy wykazali w badaniach in vivo, że chropowatość powierzchni materiału ma znaczący wpływ na odpowiedź biologiczną implantów z tytanu i jego stopów.

TITANIUM OXIDATION EFFECTS AFTER VARIOUS SURFACE MODIFICATION METHODS

JÓZEF JASIŃSKI, MAŁGORZATA LUBAS*,
JAROSŁAW JASIŃSKI, PAWEŁ WIECZOREK

CZESTOCHOWA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY,
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE,
ARMII KRAJOWEJ AV. 19, 42-200 CZESTOCHOWA, POLAND

* E-MAIL: MLUBAS@WIP.PCZ.PL

Abstract

The paper presents an analysis of titanium grade 2 surface topography after surface treatment (grinding and sandblasting) and the influence of surface activating on the properties of the surface layer after the oxidation process in a Al_2O_3 fluidized bed, at 610°C and for 6, 8 and 12 hours. AFM and scratch test methods were used for surface topography and layer adhesion analysis, while SEM-EDX and XRD methods were used to examine the microstructure and changes in phase composition. Studies of Grade 2 titanium surface topography before oxidation confirmed that the surface activation carried out using the Al_2O_3 blasting medium increases the roughness and improves the state of titanium surface after oxidation, especially after 8 h. The results also showed that using of a fluidized bed for titanium oxidation allows to obtain uniform oxide layers for biomedical applications.

Keywords: surface treatment (grinding and sandblasting), titanium oxidation, fluidized bed, surface roughness

[Engineering of Biomaterials 120 (2013) 41-47]

Introduction

Titanium and its alloys are widely used for the production of implants, for example: in orthopaedics, cardiosurgery and dentistry. These materials are primarily characterized by good corrosion resistance and good mechanical properties in relation to their density. However, it should be noted that mechanical properties need to be considered in terms of the physiological role that the biomaterial (implant) fulfils [1]. A very important role in the case of metallic biomaterials is also played by the surface. The quality of implant surface is crucial for the process of osseointegration and soft tissue regeneration and also affects the behavior of the implant during use. Scientific research confirms that bone reconstruction is strongly related to implant surface properties and presence of defects. Therefore, implant surface condition is significant in the process of treatment, due to the possibility of controlling tissue repair and implant properties. Using a variety of research techniques, scientists have demonstrated in vivo that the roughness of the material surface has a major impact on the biological response to implants made of titanium and its alloys. They have also shown enhanced adhesion of osteoblast on titanium with highly developed surface, while fibroblasts and epithelial cells preferentially adhered on smooth implant surfaces [2,3].

Wykazały one również, że występuje większe prawdopodobieństwo przylegania osteoblastów do powierzchni tytanu o znacznym rozwinięciu, natomiast fibroblasty i komórki nabłonkowe wykazują większą adhezję do gładkich powierzchni implantów [2,3]. Chropowata powierzchnia jest zatem funkcjonalna ze względu na lepszy wzrost tkanki kostnej na powierzchni implantu, a tym samym stwarza warunki do poprawy jej przyczepności do implantu. Dane literaturowe nie przedstawiają jednak optymalnej, ściśle określonej wartości chropowatości powierzchni dla implantów metalicznych, która jest wymagana do najkorzystniejszych warunków regeneracji tkanek [4,5]. Jedną z nowoczesnych metod stosowanych do analizy topografii powierzchni jest mikroskopia sił atomowych. Autorzy przedstawili wyniki badań stanu powierzchni próbek tytanu implantów z zastosowaniem tej techniki. W pracy wykazano, że chropowatość powierzchni zależy w znacznym stopniu od zastosowanej metody aktywacji powierzchni, co sugeruje, że powierzchnia, często pomijana w badaniach implantów, jest bardzo ważna dla oceny ich charakterystyki i właściwości [6]. Przedstawiono również analizę stanu powierzchni tytanu po utlenianiu z zastosowaniem różnych metod obróbki powierzchniowej przed procesem tj. szlifowaniem i piaskowaniem z zastosowaniem Al_2O_3 . Utlenianie tytanu zastosowano jako podstawową obróbkę cieplno-chemiczną, w celu uzyskania ochronnych warstw tlenkowych TiO_2 o dobrej adhezji do podłoża.

Materiały i metody

Badania przeprowadzono stosując próbki tytanu Grade 2 o wymiarach 30x15x2 mm, przed i po powierzchniowej obróbce mechanicznej: piaskowaniu i szlifowaniu. Następnie na próbkach wytworzono warstwy tlenkowe TiO_x z zastosowaniem złoża fluidalnego z materiałem ziarnistym w postaci Al_2O_3 . Proces przeprowadzono dla dwóch serii próbek: seria 1 – próbka szlifowana na papierze o gradacji ≤ 1000 , seria 2 – próbka piaskowana Al_2O_3 o uziarnieniu 110 μm . Próbkę po aktywacji mechanicznej utleniano w złożu fluidalnym w temperaturze 610°C, w czasie 6, 8 i 12 godzin i atmosferze powietrza. Próbkę zarówno przed, jak i po procesie obróbki mechanicznej i cieplnej były odtłuszczone i czyszczone w myjce ultradźwiękowej w roztworze aceton + alkohol etylowy + woda w czasie 10 min. Do badań topografii powierzchni po poszczególnych procesach aktywacji i obróbce cieplnej zastosowano mikroskop sił atomowych MULTI MODE NANOSCOPE V VEECO. Analizowany obszar skanowania wynosił 10 μm x 10 μm . Wiadomo bowiem na podstawie danych literaturowych, że chropowatość zależna jest także od obszaru skanowania [7]. Wyznaczono również podstawowe parametry chropowatości (R_a , R_q) i określono wpływ obróbki mechanicznej i cieplnej na stan powierzchni. Badania scratch test wykonano z zastosowaniem urządzenia CSEM REVETEST w zakresie obciążeń 0÷10 N. Zmiany składu fazowego przeprowadzono z zastosowaniem rentgenowskiej analizy fazowej przy użyciu dyfraktometru rentgenowskiego SEIFERT XRD 3003, stosując promieniowanie, $Co K_{\alpha}$, natomiast badania SEM-EDS przeprowadzono z zastosowaniem mikroskopu JOEL JSM-6610 LV z mikroanalizatorem EDS firmy Oxford Instruments.

Wyniki i dyskusja

W pierwszym etapie wykonano rentgenowską analizę fazową próbek tytanu po procesie szlifowania oraz piaskowania zaprezentowaną na RYS. 1. Następnie powierzchnię próbek o wymiarach 10 mm x 5 mm skanowano przy użyciu mikroskopu sił atomowych w obszarze 10 μm x 10 μm . Uzyskane wyniki przedstawiono na RYS. 2.

A rough surface is therefore functional due to a better growth of bone tissue on implant surface, thus it creates the conditions for improving tissue adhesion to the implant. However, the literature does not present the optimal strictly-defined surface roughness values for metal implants which is required for the regeneration of tissues [4,5]. One of the modern methods used to analyze surface topography is atomic force microscopy. The authors present the results of titanium surface analysis using this method. The paper confirms that surface roughness depends significantly on its activation method, and this parameter is also very important for the evaluation of the surface characteristics and properties [6]. The paper also presents an analysis of titanium surface after oxidation treatment in order to obtain protective oxide layers of TiO_2 having good adhesion to the substrate.

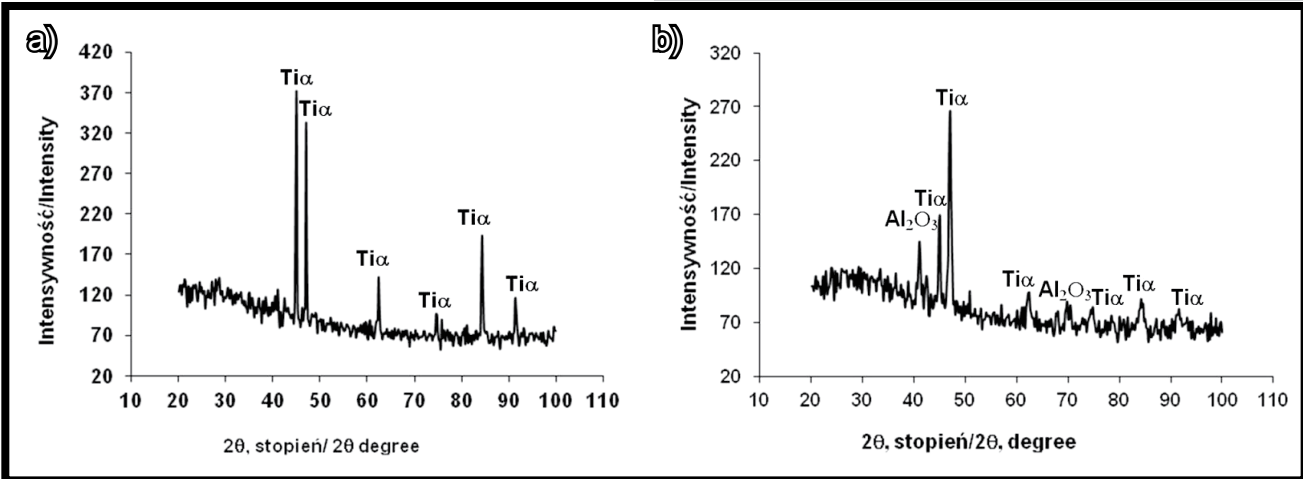
Materials and Methods

The research was conducted using Grade 2 titanium samples (30x15x2 mm) before and after surface sand blasting and grinding. TiO_x oxide layers were formed using a fluidized bed with Al_2O_3 as a grain material. The process was realized for two series of samples: series 1 - sample ground with SiC paper grit ≤ 1000 , series 2 - sample blasted with Al_2O_3 , grain size 110 μm . The samples were oxidized after mechanical activation in a fluidized bed at 610°C, for 6, 8 and 12 hours, in air atmosphere. The samples both before and after mechanical and thermal treatment were degreased and ultrasonically cleaned in acetone, ethanol and water for 10 min. In order to analyse surface topography after each activation process and after thermal treatment, the atomic force microscope VEECO MULTIMODE AFM with a nanoscope controller was used. The analyzed scan area was 10 μm x 10 μm . It is also known from the literature that roughness is dependant on scan area [7]. Roughness parameters (R_a , R_q) were measured, and the influence of mechanical and thermal treatment on surface condition was also identified. Scratch tests were realized using CSEM REVETEST tester with test load in the range between 0÷10 N. Phase composition evaluation were followed out using XRD method with the SEIFERT XRD 3003 diffractometer with $Co K_{\alpha}$ radiation and SEM-EDX investigation was carried out using JOEL JSM-6610 LV with Oxford Instruments EDX microanalyzer.

Results and Discussion

In the first stage, a phase analysis of titanium samples after grinding and sandblasting was carried out (FIG. 1). Then, the samples with size of 10 mm x 5 mm were scanned using an atomic force microscope at the area of 10 μm x 10 μm . The results are shown in FIG. 2.

The X-ray diffractogram of sample no. 1 (ground) showed the presence of reflections derived from Ti alpha. For the titanium sample after sandblasting, reflections from Al_2O_3 phase are also visible. Simultaneously, there were reductions in the intensity of the main reflections (Ti_{α}), which may indicate a change in the surface topography of the analysed titanium samples and their surface roughness. On the other hand, surface topography analyses confirmed that mechanical treatment, with the use of Al_2O_3 as a blasting medium, results in a change in the surface roughness. The main parameter related to roughness depth (R_q) for the blasted sample is 205 nm, whereas for the ground sample it is 12.2 nm. Other roughness parameters, such as the arithmetic mean of the roughness profile deviation from the centre line R_a of the ground sample is 5,37 nm, while for the sandblasted line it increases to 257 nm.

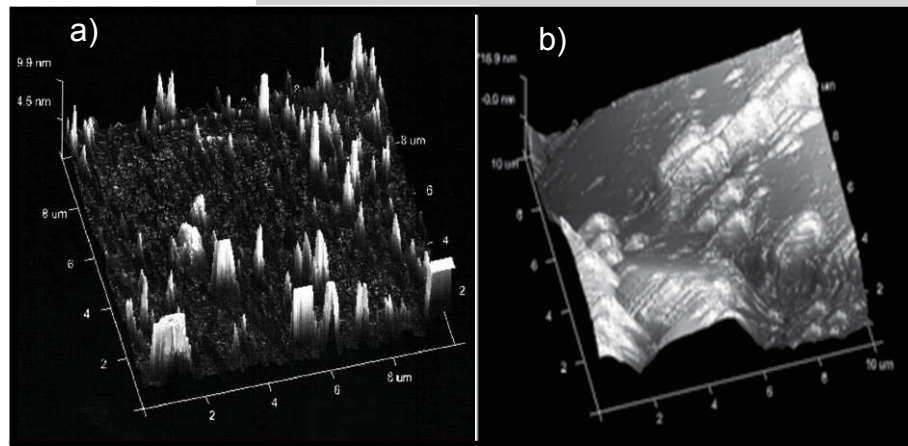


RYS. 1. Dyfraktogramy rentgenowskie tytanu Grade 2: a) po szlifowaniu, b) po piaskowaniu Al_2O_3 .
FIG. 1. Diffractograms for GRADE 2 titanium: a) after grinding, b) after Al_2O_3 sandblasting.

Dyfraktogram rentgenowski dla próbki nr 1 (szlifowana) ujawnił obecność refleksów pochodzących od tytanu (Ti_α). Dla próbki tytanu po procesie piaskowania na dyfraktogramie widoczne są również refleksy pochodzące od fazy Al_2O_3 . Jednocześnie zaobserwowano zmniejszenie intensywności głównych refleksów (Ti_α), co może świadczyć o zmianie stanu powierzchni analizowanych próbek tytanu i jej znacznym rozwinięciu. Z kolei badania topografii powierzchni potwierdziły, że przeprowadzona obróbka mechaniczna z zastosowaniem medium piaskującego w postaci Al_2O_3 wpływa na zmianę stanu chropowatości i aktywację powierzchni. Podstawowy parametr dotyczący wysokości nierówności (R_q) dla próbki piaskowanej wynosi 205 nm, podczas gdy dla próbki szlifowanej jest równy 12,2 nm. Pozostałe parametry chropowatości, w tym średnia arytmetyczna odchylenia profilu nierówności od linii średniej, R_a próbki szlifowanej wynosi 5,37 nm, a piaskowanej wzrasta do 257 nm.

W dalszym etapie badań określono wpływ zastosowanej mechanicznej obróbki powierzchniowej na proces utleniania tytanu w złożu fluidalnym w temperaturze 610°C w czasie 6, 8 i 12 godzin. W tym celu również wykonano badania rentgenograficzne oraz przeprowadzono analizę stanu powierzchni i określono podstawowe parametry chropowatości R_a , R_q , R_{max} dla wszystkich wariantów obróbki powierzchniowej i cieplnej. Na RYS. 3 przedstawiono wyniki badań rentgenograficznych. Badania te wykazały, że dla tytanu utlenianego w złożu fluidalnym charakterystyczne jest występowanie pików pochodzących od fazy TiO_2 , co świadczy o utworzeniu przypowierzchniowych warstw tlenkowych. Ponadto zauważono niewielkie przesunięcie pików pochodzących od fazy Ti_α w stosunku do stanu wyjściowego, co z kolei należy tłumaczyć zmianą stopnia nasycenia podłoża tlenem [8].

Wyniki podstawowych parametrów chropowatości analizowanych próbek tytanu, wyznaczonych na podstawie badań topografii i morfologii powierzchni z zastosowaniem mikroskopu sił atomowych zestawiono w TABELI 1.

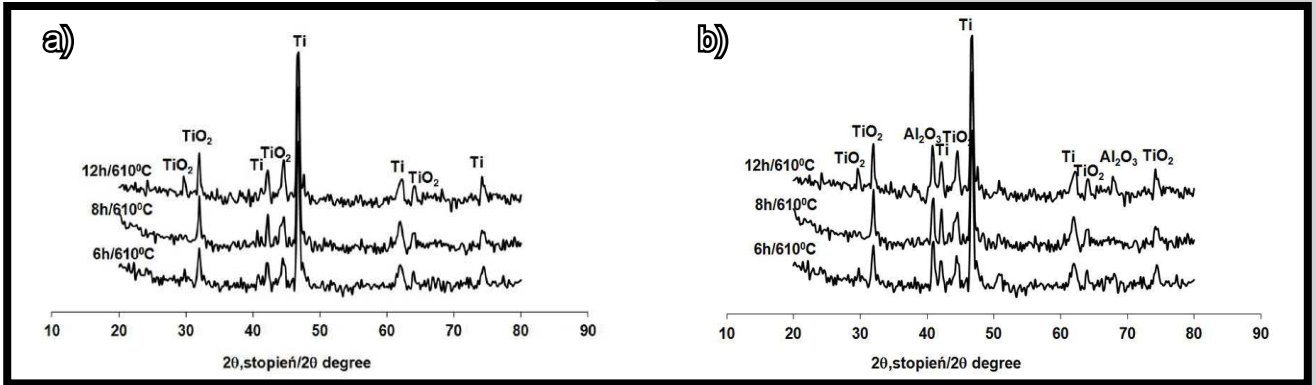


RYS. 2. Topografia powierzchni próbek tytanowych wraz z podstawowymi parametrami chropowatości: a) szlifowanej, b) piaskowanej Al_2O_3 .
FIG. 2. Surface topography of titanium samples with basic roughness parameters: a) after grinding, b) after Al_2O_3 sandblasting.

a) $R_a = 5.37 \text{ nm}$, $R_q = 12.2 \text{ nm}$, $R_{\text{max}} = 230 \text{ nm}$
 b) $R_a = 257 \text{ nm}$, $R_q = 205 \text{ nm}$, $R_{\text{max}} = 1349 \text{ nm}$

In the next stage of the study, the influence of the mechanical surface treatment on titanium oxidation process in a fluidized bed at 610°C for 6, 8 and 12 hours was determined. For this purpose, XRD, SEM-EDX, surface topography and scratch test were realized. The roughness parameters R_a , R_q , R_{max} were set out for all surface treatment options and also after thermal treatment. FIG. 3 shows the results of X-ray diffraction analyses. This shows that for titanium oxidized in the fluidized bed, the oxide TiO_2 is characteristic, indicating that surface oxide layers thickness has increased. Moreover, shifting of the Ti_α peaks was observed as compared with initial state, which is linked to the increment of substrate saturation with oxygen [8].

Results of the roughness parameters of the analysed titanium samples, obtained from atomic force microscopy are shown in TABLE 1.



RYS. 3. Dyfraktogramy rentgenowskie próbek tytanu Grade 2 po utlenianiu w złożu fluidalnym w temperaturze 610°C w czasie 6, 8 i 12 godzin: a) po szlifowaniu, b) po piaskowaniu.
FIG. 3. X-ray diffractograms of titanium Grade 2 samples after oxidation in a fluidized bed at the temperature of 610°C for 6, 8 and 12 hours: a) after grinding, b) after sandblasting.

Topografię powierzchni próbek tytanu Grade 2 po utlenianiu w złożu fluidalnym przedstawiono na RYS. 4 i 5.

Na podstawie obserwacji stanu powierzchni stwierdzono, że rodzaj aktywowania powierzchni przed procesem utleniania w znacznym stopniu wpływa na budowę i topografię otrzymanych powłok. Dla poszczególnych zmian parametru czasu procesu utleniania charakterystyczna jest różnica w topografii powierzchni. Po utlenianiu w czasie 6 h powierzchnia warstwy Ti po szlifowaniu posiada mniejsze parametry chropowatości od Ti po piaskowaniu, jednak topografia powierzchni (RYS. 4) wskazuje na występujące lokalne nierówności i różnice chropowatości w powłoce tlenkowej. Natomiast obserwując powierzchnię powłoki tlenkowej po utlenianiu w złożu fluidalnym w czasie 8 h zarówno po szlifowaniu i po piaskowaniu stwierdza się występowanie jednorodnej powłoki tlenkowej (RYS. 4b, 5b), co zaprezentowano na zdjęciach SEM i potwierdzono analizą składu chemicznego w mikroobszarach SEM-EDS (RYS. 6).

Dodatkowo widoczne są efekty wpływu aktywacji powierzchni na tworzenie się zwartej powłoki TiO_x , szczególnie w próbce po piaskowaniu, gdzie zauważalny jest wzrost globularnych obszarów powłoki, związanych ze zmianą energii powierzchniowej próbki po piaskowaniu i dążenia układu do zmniejszenia energii w stosunku do objętości powłoki. W tym wariancie aktywacji połączonej z fluidalną obróbką powierzchniową nie występują obszary porowate oraz złuszczenia powłoki związane z jej wzrostem. Wyniki badań metodą scratch test zaprezentowane na RYS. 7 również potwierdziły, że znacznie większą adhezję do podłoża oraz właściwości mechaniczne uzyskano dla warstw TiO_x wytworzonych na podłożu piaskowanym. Obciążenie krytyczne w przypadku warstw utworzonych na podłożu szlifowanym wynosiło ok. 0,9 N, natomiast na podłożu piaskowanym ok. 1,4 N.

TABELA 1. Podstawowe parametry chropowatości dla analizowanych próbek tytanu dla różnych wariantów obróbki powierzchniowej.

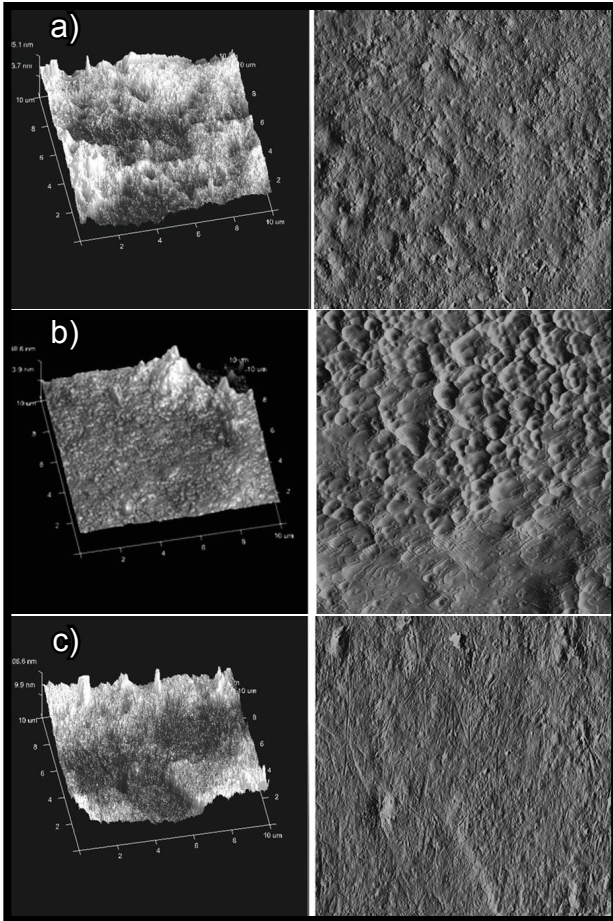
TABLE 1. Basic roughness parameters for the analysed titanium samples for different options of titanium surface treatment.

Wariant obróbki Heat treatment variant	Parametry chropowatości / Roughness parameter		
	Ra, nm	Rmax, nm	Rq, nm
Tytan Grade 2 utleniony w 610°C – po szlifowaniu Grade 2 titanium after grinding and oxidation in a fluidized bed at 610°C			
6 godz./ h	26	217	31.9
8 godz./ h	39	663	65.3
12 godz./ h	22.2	381	28.1
Tytan Grade 2 utleniony w 610°C – po piaskowaniu Grade 2 titanium after sandblasted and oxidation in a fluidized bed at 610°C			
6 godz./h	298	2032	346
8 godz./h	395	2399	473
12 godz./h	399	2830	490

Surface topography of Grade 2 titanium samples is shown in FIG. 4 and 5.

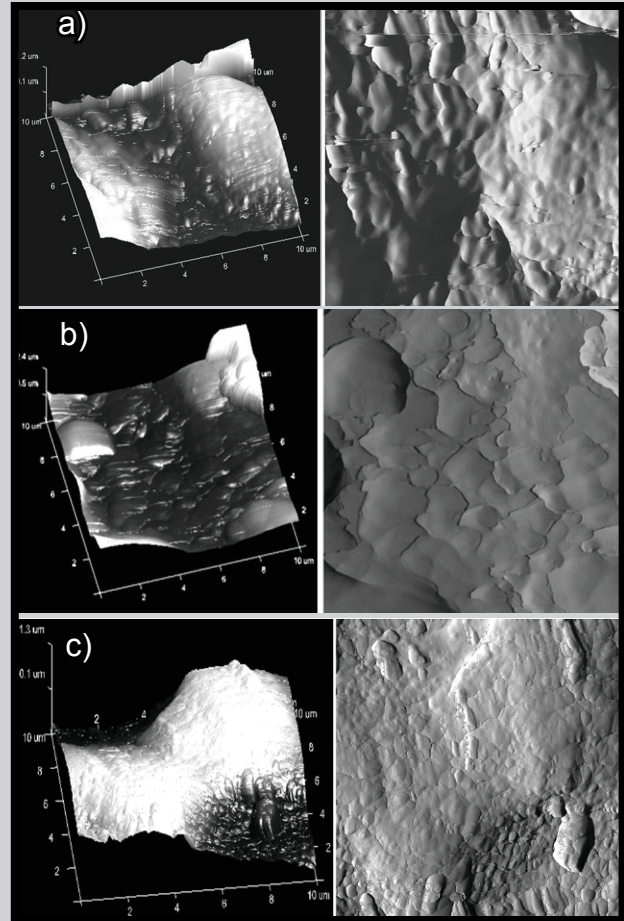
Based on surface observation, it was found that the type of surface activation prior to the oxidation process has a significant impact on the structure and topography of the coatings. For each oxidation time there is a difference in surface topography. After oxidation for 6 h, the Ti oxide layer after grinding has lower roughness parameters than the Ti layer surface after sandblasting, but the surface topography (FIG. 4) shows local irregularities and differences in the roughness of the oxide layer. However, observing both the ground and sandblasted samples after oxidation in a fluidized bed for 8 h, a homogeneous oxide layer is formed (FIG. 4b, 5b) which is shown in the SEM pictures and SEM-EDX analysis (FIG. 6).

Additionally, surface activating visibly influences the formation of a compact TiO_x layer, especially in the sample after sandblasting, with a noticeable growth of the globular areas associated with decrease of the surface energy of the sample after sandblasting and the tendency of the system to reduce the energy in relation to the layer. In this variant of the activation combined with a fluidized bed surface treatment, no porous and flaking areas which are related to the growth of the layer occurs. Scratch tests results shown in the FIG. 7 confirmed also that better adhesion to the substrate and mechanical properties had the TiO_x layers obtained for sandblasted substrate. Critical load for oxide layers obtained on grounded samples was ca. 0.9 N while for the sandblasted substrate was ca. 1.4 N.



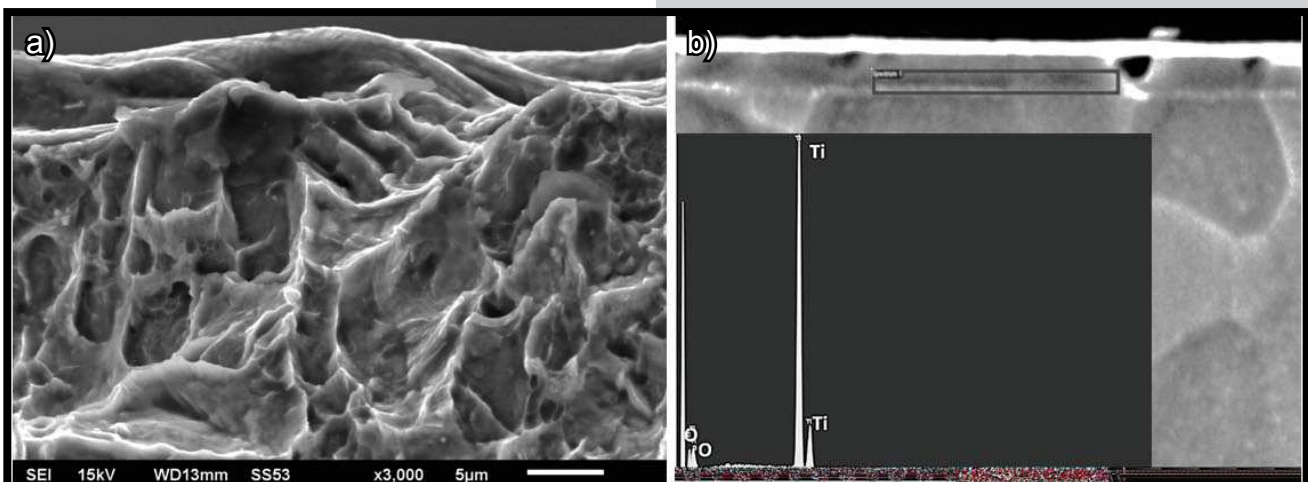
RYS. 4. Topografia powierzchni (2D i 3D) tytanu Grade 2 po szlifowaniu i utlenianiu w złożu fluidalnym w temp. 610°C, obszar skanowania 10 µm x 10 µm: a) czas utleniania 6 h, b) czas utleniania 8 h, c) czas utleniania 12 h.

FIG. 4. Surface topography (2D and 3D) of ground titanium oxidized in a fluidized bed at 610°C, the scanning area 10 µm x 10 µm: a) oxidation time 6 h, b) oxidation time 8 h, c) oxidation time 12 h.



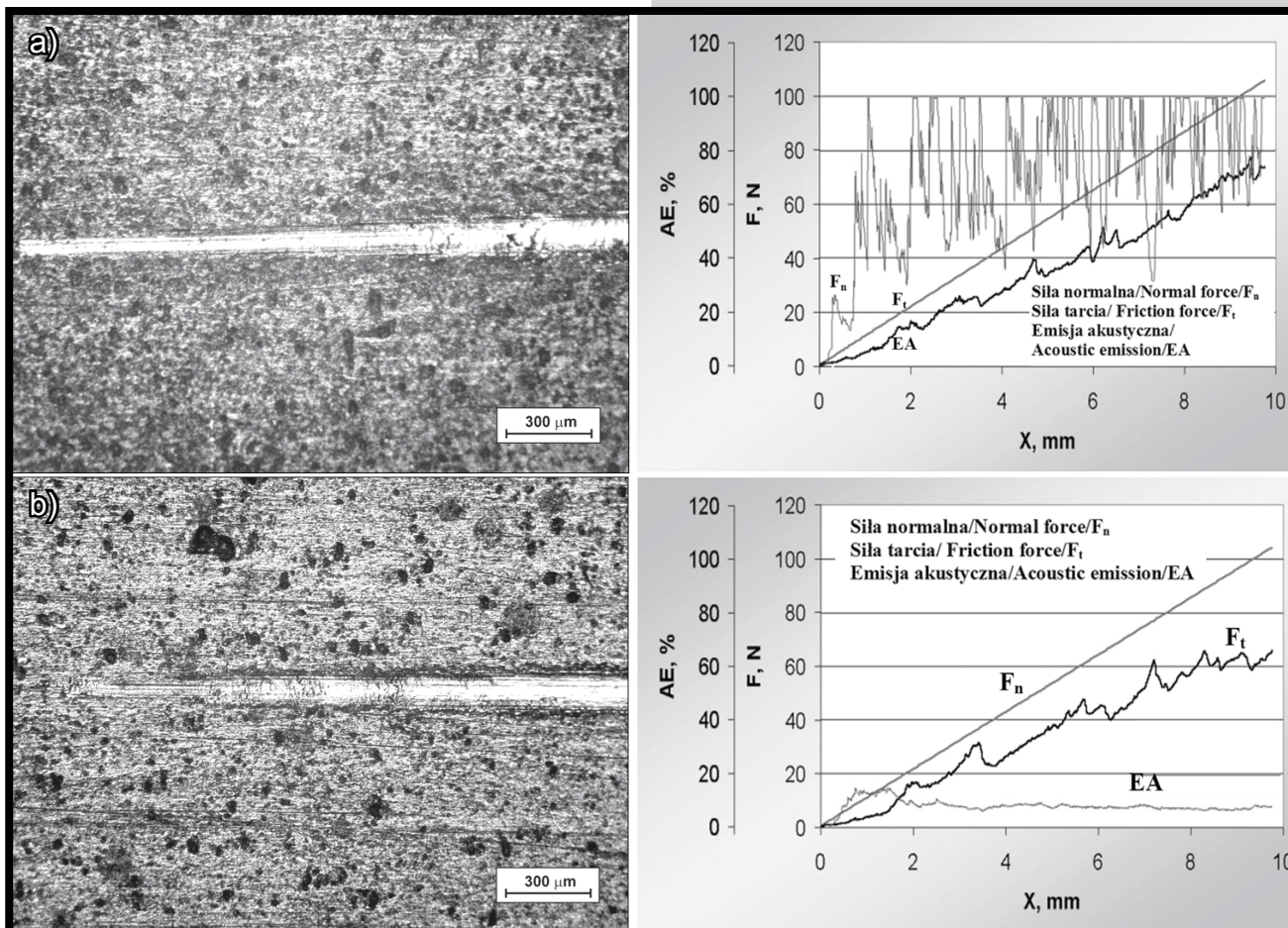
RYS. 5. Topografia powierzchni (2D i 3D) tytanu Grade 2 po piaskowaniu i utlenianiu w złożu fluidalnym w temp. 610°C, obszar skanowania 10 µm x 10 µm: a) czas utleniania 6 godzin, b) czas utleniania 8 godzin, c) czas utleniania 12 godzin.

FIG. 5. Surface topography (2D and 3D) of sandblasted titanium, oxidized in a fluidized bed at 610°C, the scanning area 10 µm x 10 µm: a) oxidation time 6 h, b) oxidation time 8 h, c) oxidation time 12 h.



RYS. 6. Mikrostruktura piaskowanego Ti Grade 2 po utlenianiu w złożu fluidalnym w temperaturze 610°C i czasie 8 h, a) warstwa TiO_x – SEM, b) warstwa TiO_x – analiza SEM-EDX.

FIG. 6. Microstructure of sandblasted Ti Grade 2 oxidized in a fluidized bed at the temperature of 610°C for 8 hours, a) TiO_x layer – SEM, b) TiO_x layer – SEM-EDX analysis.



RYS. 7. Wyniki badań scratch test Ti Grade 2 po utlenieniu w złożu fluidalnym w temperaturze 610°C w czasie 8 h: a) powierzchnia szlifowana – obciążenie krytyczne 0,9 N, b) powierzchnia piaskowana – obciążenie krytyczne 1,4 N. **FIG. 7.** Scratch test results of Ti Grade 2 oxidized in a fluidized bed at 610°C for 8 hours: a) grounded surface – critical load 0.9 N, b) sandblasted surface – critical load 1.4 N.

Taka budowa powierzchni warstwy wierzchniej tytanu, wskazuje na możliwości doboru parametrów utleniania do konkretnych wymagań stawianych implantom przed wszczęciem. Natomiast zwiększenie czasu utleniania tytanu w złożu fluidalnym w temperaturze 610°C do 12 godzin po piaskowaniu powoduje powstawanie porów oraz złuszczeń warstwy tlenkowej (RYS. 5 i 7), co znacznie zwiększa podatność na korozję i właściwości mechaniczne uzyskanych powłok tlenkowych (słaba przyczepność), a co za tym idzie jakość powierzchni implantu [9,10].

Podsumowanie

Artykuł prezentuje wyniki umożliwiające dokonanie wyboru wariantu aktywacji mechanicznej i parametrów utleniania tytanu Grade 2 w złożu fluidalnym dla formowania powłok tlenkowych o zróżnicowanej energii powierzchniowej spełniających wymogi stawiane materiałom stosowanym w biomedycynie. Autorzy wskazują również na potrzebę stosowania procesu aktywacji mechanicznej powierzchni przed utlenianiem, w celu jej poprawy oraz zapewnienia odpowiednich właściwości użytkowych implantów.

Podziękowania

Praca naukowa sfinansowana z środków budżetowych na naukę w latach 2010-2013 jako projekt badawczy N N507 231240 i N N507 472837.

Such a structure of titanium surface layer makes it possible for the implant manufacturer to select oxidation parameters for specific implant requirements prior to implantation. However, increasing the time of titanium oxidation in a fluidized bed at 610°C to 12 hours after sandblasting leads to generating pores (FIG. 5 and 7) which significantly reduce the corrosion resistance and mechanical properties of the oxide coatings (poor adhesion) and therefore worsens implant surface quality [9,10].

Conclusions

The article presents the results that make it possible to select one of the mechanical activation variants and parameters of Grade 2 titanium oxidation in a fluidized bed for the formation of homogenous oxide coatings which meet the requirements for materials used in biomedicine. The authors also point to the need for a mechanical activation process of the surface before oxidation, in order to change its topography, improve oxide layer adhesion and mechanical properties and finally to ensure adequate exploitation properties of implants.

Acknowledgements

Scientific research financed from the budget for science in the years 2010-2013 as a research project N N507 231240 and N N507 472837.

Piśmiennictwo

- [1] Paduch D.A., Niedzielski J.: Materiały biomedyczne. Część I: Pojęcie filmu biologicznego (biofilmu) i fizykochemiczne podstawy przyczepności substancji organicznych do biomateriałów. *Chirurgia Polska* 7, 3 (2005) 180-191.
- [2] Cacciafesta P., Hallam K.R., Watkinson A.C., Allen G.C., Miles M.J., Jandt K.D.: Visualisation of human plasma fibrinogen absorbed on titanium implant surfaces with different roughness. *Surf. Sci* 491 (2001) 405-420.
- [3] Anselme K., Linez P., Bigerelle M., Le Maguer D., Le Maguer A., Hardouin P., Hildebrand H.F., Iost A., Leroy J.M.: The relative influence of the topography and chemistry TiAl64V surfaces on osteoblastic cell behavior. *Biomaterials* 21 (2000) 1567-157.
- [4] Lopez M.F., Gutierrez A., Jimenez J.A.: In vitro corrosion behavior of Ti alloys without V for biomedical applications. *Electrochim. Acta* 47 (2002) 1359-1364.
- [5] Zappa-Gałkowska J., Cieślik T.: Od obsydianu do tytanu, czyli historia wszczepów śródkostnych – na podstawie piśmiennictwa. *Czas. Stomatolog.* 61 (2008) 366-372.

References

- [6] Davies J.E.: Mechanisms of endosseous integration, *Int. J. Prosthodont* 11, 5 (1998) 391-401.
- [7] Bathomarco R.V., Solorzano G., Elias C.N., Prioli R.: Atomic force microscopy analysis of different surface treatment of Ti dental implant surfaces. *Applied Surface Science* 233 (2004) 29-34.
- [8] Chauvy P.F., Madore C., Landolt D.: Variable length scale analysis of surface topography: characterization of titanium surfaces for biomedical applications. *Surface and Coatings Technology* 110 (1998) 48-56.
- [9] Jasiński J., Podsiad P., Szymańska S., Jeziorski L.: Warstwa wierzchnia tytanu GRADE 2 po utlenianiu w złożu fluidalnym. *Inżynieria Powierzchni* 2 (2011) 49-52.
- [10] Jasiński J., Podsiad P., Szymańska S., Lubas M.: Właściwości tytanu po utlenianiu w złożu fluidalnym. *Inżynieria Materiałowa* 4, 182 (2011) 446-449.