УДК 621.922.079. 678

***О.А. РОЗЕНБЕРГ***, д-р техн. наук, ***В.В. ВОЗНЫЙ***, канд. техн. наук,
***С.В. СОХАНЬ,*** д-р техн. наук, Киев, Украина
***Й. ГАВЛИК***, д-р техн. наук, Краков, Польша

# ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ РАБОТЫ БИОСОВМЕСТИМЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ И МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

З метою визначення оптимуму біологічно сумісних матеріалів для пари тертя Хірулен-матеріал що до великих суглобів людини досліджені сучасні, керамічні та металеві матеріали медичного призначення. У результаті проведення трибологічних досліджень показана можливість їх застосування як матеріалу для виготовлення пар тертя в ендопротзах суглобів людини.

С целью определения оптимума биологически совместимых материалов для пары трения Хирулен-материал применительно к крупным суставам человека исследованы современные, керамические и металлические материалы медицинского назначения. В результате проведения трибологических исследований показана возможность их применения в качестве материала для изготовления пар трения в эндопротзах суставов человека

*O.A. ROZENBERG, V.V. VOZNYJ, S.V. SOHAN', J. GAVLIK*

*FRICTIONAL FEATURES OF WORK OF BIOCOMPATIBLE CERAMIC AND METAL MATERIALS*

For the purpose of sampling of optimum biologically compatible material for a pair of a friction the Hirulen-material with reference to hip-joint of the person have been explored crystalline, ceramic and metal a material. Possibility of application of the specified materials is shown, the priority materials and complexities related to their use are spotted.

Эндопротезирование суставов на сегодняшний день является наиболее прогрессивным методом хирургического лечения поражений суставов разной этиологии, который быстро развивается и находит все большее применение в ортопедической практике.

Статистика разных стран мира свидетельствует, что в среднем ежегодно в протезировании нуждаются 500 – 1000 больных и травмированных на 1 млн. населения, то есть с учетом населения Украины, ежегодно в нашей стране нуждаются в протезировании 25 – 40 тысяч больных. На сегодняшний день в Украине выполняется в 10 раз меньше прогнозированного количества эндопротезирований суставов [1].

На сегодняшний день пары трения для производства эндопротезов тазобедренного сустава человека изготавливаются из керамических и металлических материалов, а так же полиэтилена Хирулен или Кросслинк. Эндопротезы тазобедренного сустава человека с парой трения метал (Co-Cr-Mo)–полиэтилен являются наиболее распространенные и занимают более 50% от общего объема производимых в мире. Кроме того, для людей в возрасте более 70 лет, пары трения металл-полиэтилен применяются практически в 100% случаях. Однако статистические данные исследований работы пары металл-полиэтилен показывают, что износ происходит в пределах до 5 - 10 мкм в год.

С одной стороны ресурс работы данной пары позволяет полноценно жить несколько лет, но в ряде случаев данного временного периода бывает недостаточно. Поэтому является актуальными применение новых металлических и керамических материалов в паре с полиэтиленом.

Сегодня отечественными материаловедами наработана широкая гамма материалов как металлических, керамических так и кристаллических медицинского назначения обладающих биологической инертностью. К таким материалам относятся (табл. 1.)

Таблица 1 – Свойства биосовместимых материалов

| | Saphire | $ZrO_2$-ceramic (IPMS) | $ZrO_2$-ceramic (DonFTI) | Nano-Ti | Nano-Ti с азотированием поверхности |
|---|---|---|---|---|---|
| Прочность при изгибе | >400 MPa | >800 MPa | 850 MPa | – | |
| Прочность при растяжении | – | – | – | 840 MPa | |
| Предел текучести | – | – | – | 760 MPa | |
| Коэффициент трещиностойкости, $K_{1C}$ | 3.5 $MPa \cdot m^{-1/2}$ | >7–9 $MPa \cdot m^{-1/2}$ | 8–11 $MPa \cdot m^{-1/2}$ | – | |
| Модуль Юнга | 400 GPa | 200 GPa | 209 GPa | 102.6–111.7 GPa | |
| Содержание тетрагональной фазы | – | >98 % | 100 % | – | |
| Плотность | 3.99 $g/cm^3$ | 6.01–6.02$g/cm^3$ | 6.03–6.05$g/cm^3$ | 4.505 $g/cm^3$ | |
| Общая пористость | 0 | 0 | 0 | – | |
| Открытая пористость | 0 | 0 | 0 | – | |
| Микротвердость | 19.4–22 GPa | 10–12 GPa | 10–12 GPa | 2550–2730 MPa | 7900–8900 MPa |
| Содержание $Y_2O_3$ | – | 3 % | 3 % | – | |
| Обработка в автоклаве | – | Возможна | | – | |

Для изучения трибологических свойств биосовместимых керамических, кристаллических и металлических материалов, в Польском городе Радом (Институт трибологии и эксплуатации), под руководством д.т.н., проф. Щерака М. проведены трибологические испытания пар трения с различным их сочетанием (керамика-керамика, керамика –металл, керамика сапфир, сапфир-металл, сапфир-сапфир, металл-металл) и определены коэффициенты трения пар по схеме вращающийся шар-диск (экспресс метод для сопоставления материалов между собой). Следующим этапом считаем проведение долгосрочных исследований пар трения по схеме возвратно-поступательного движения цилиндра по пластине и в завершение симмуляционные исследования работы шарнира тазобедренного сустава.

На данном этапе исследований определяли коэффициенты трения пар хирулен-сапфир, хирулен-диоксид циркония, хирулен-Виталиум (сплав системы Co-Cr-Mo) по схеме возвратно-поступательного движения цилиндра по пластине. Для проведения указанных испытаний были изготовлены образцы, приведенные на рис. 1. Цилиндр изготавливали из хирулена, а плитку из диоксида циркония, искусственного сапфира, Виталиума (сплав системы Co-Cr-Mo).

Трибологические испытания проводили на установке Т-17 (рис. 2) с условиями проведения [2]:

| | |
|---|---|
| Амплитуда возвратно-поступательного движения | 12.5 мм |
| Нагрузка | 225 Н |
| Частота движения | 1 цикл/сек |
| Рабочая жидкость | раствор Рингера |
| Предел проведения испытаний | $1\times10^6$ циклов |
| Температура проведения испытаний | 37 °С |
| Интервал регистрации данных | $5\times10^4$ циклов |

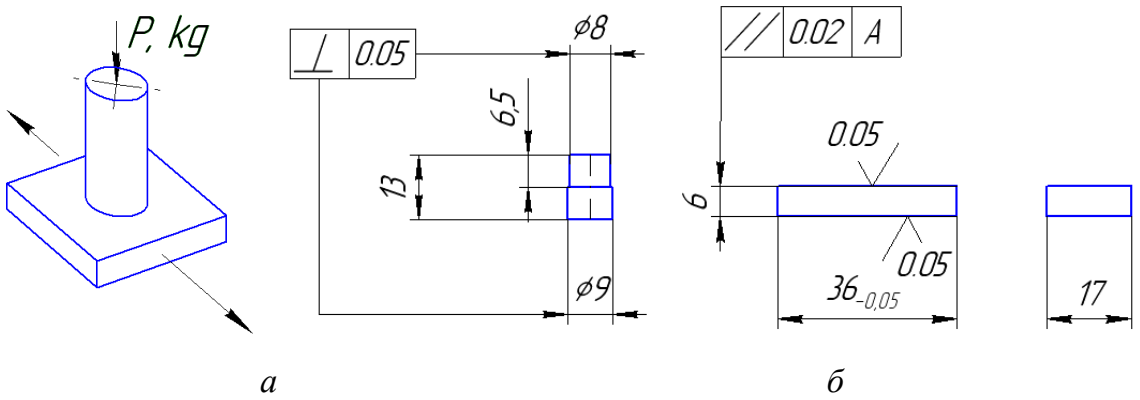



Рисунок 1 – Схема трибологических испытаний – *а,* и размеры деталей для проведения исследований – *б*

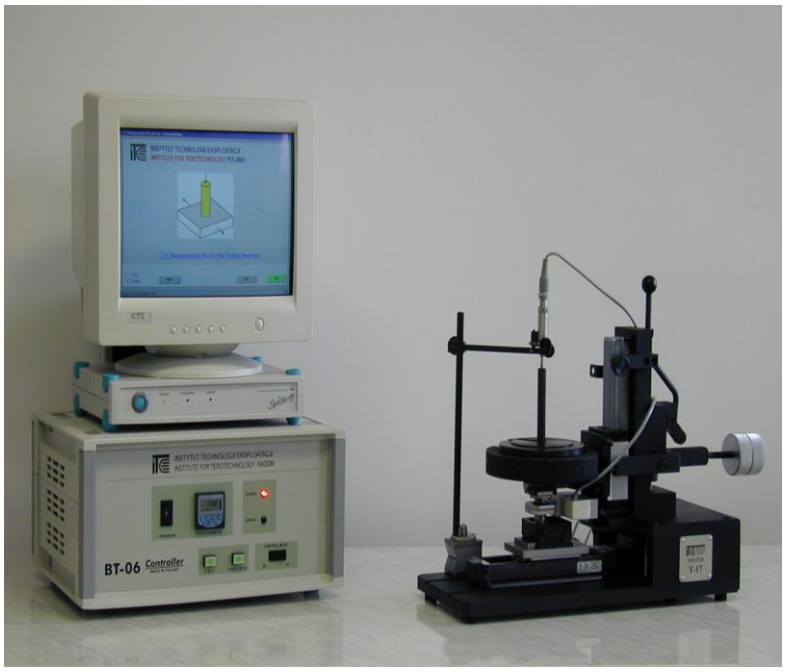



Рисунок 2 – Установка для проведения трибологических испытаний Т-17

В процессе проведения исследований контролировали следующие параметры процесса изнашивания пары трения:

- Линейный износ пары;
- Рабочая среда – р-р. Рингера (табл. 2.);
- Температура процесса (поддерживали постоянную температуру процесса изнашивания □37 □С);
- Сила трения;
- Количество циклов.

Таблица 2 – Состав используемого раствора Рингера

| No. | Компоненты раствора рингера | Концентрация [г/л] |
|---|---|---|
| 1 | NaCl | 0,75 |
| 2 | $CaCl_2$ | 0,125 |
| 3 | KCl | 0,0075 |
| 4 | $NaHCO_3$ | 0,0125 |
| pH=7,0 | | |

Для анализа пары трения проводили два повтора эксперимента, в случае отклонения показаний фиксируемых данных работы пары проводили третий повтор.

В результате проведения трибологических исследований гаммы биосовместимых материалов на машине трения Т-17 были получены следующие зависимости:

- зависимость коэффициента трения от количества циклов работы пары трения (рис. 3);
- зависимость линейного износа пар трения от времени работы от количества циклов работы пары трения (рис. 4);
- математическая обработка полученных результатов (рис. 5, 6)

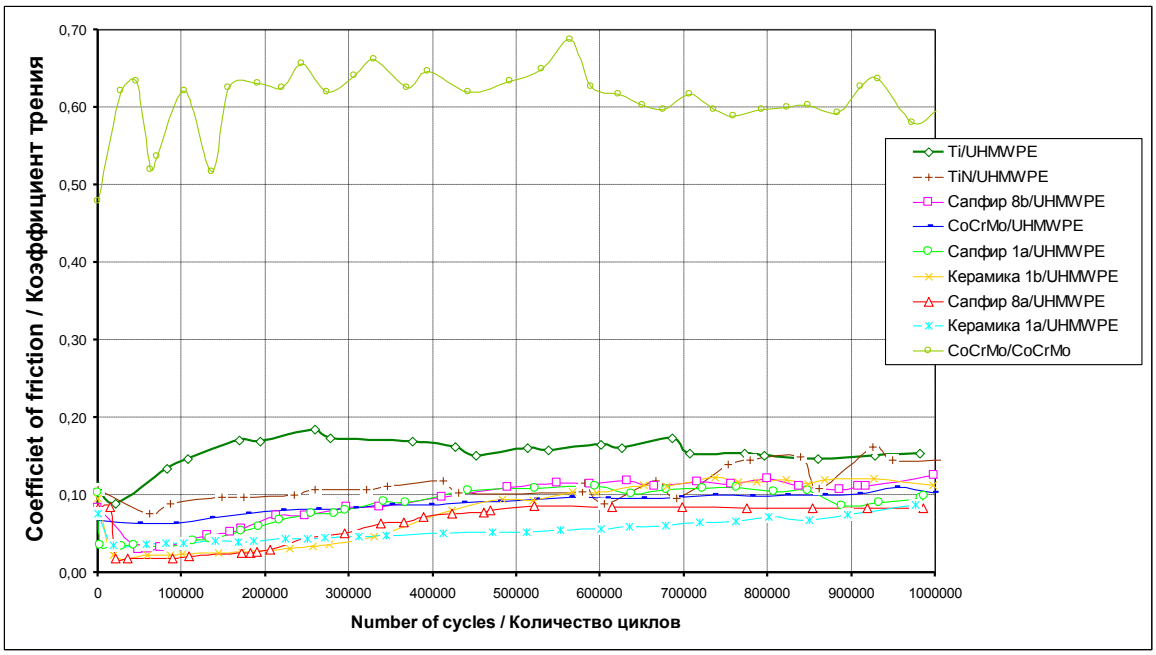



Рисунок 3 – Экспериментальные кривые изменения коэффициента трения пар скольжения за 1 млн. циклов

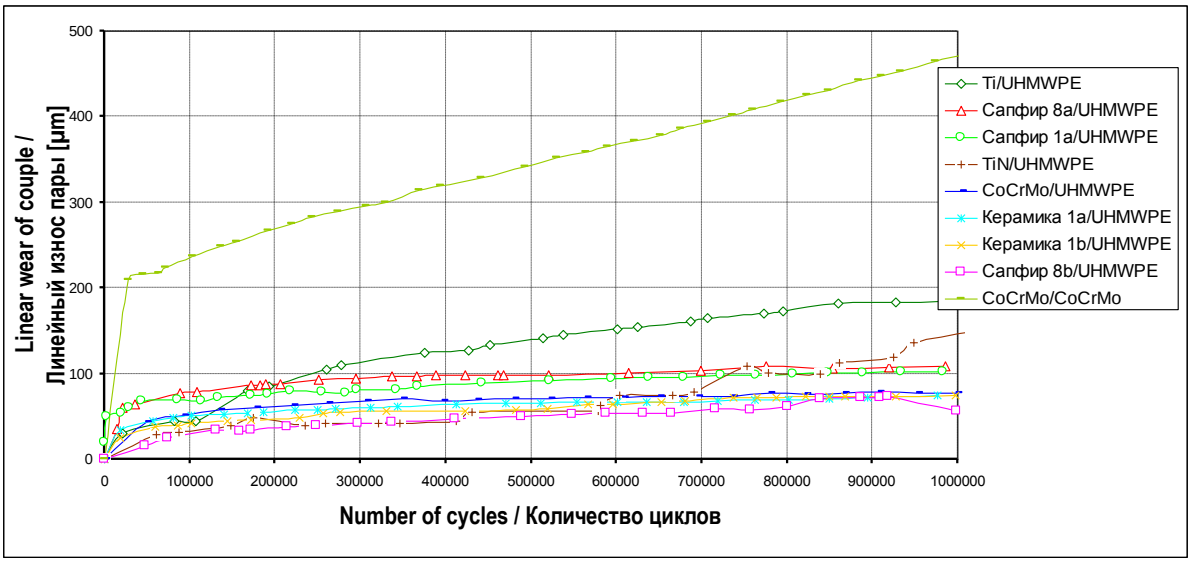



Рисунок 4 – Экспериментальные кривые изменения линейного износа пар скольжения за 1 млн. циклов

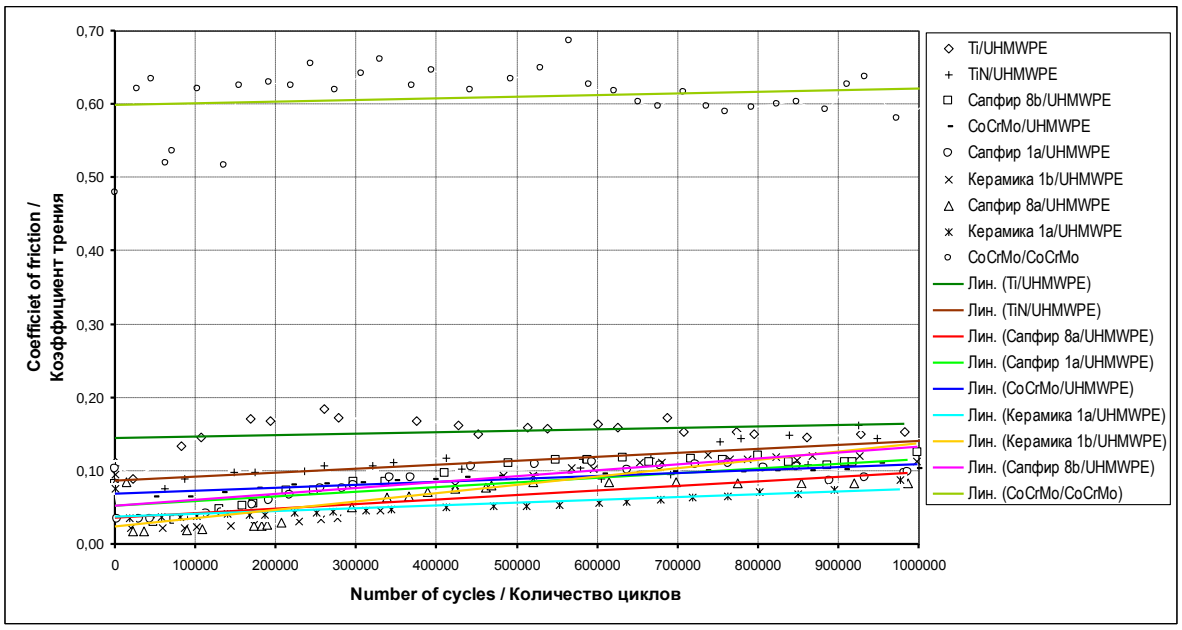



Рисунок 5 – Линейная аппроксимация кривых изменения коэффициента трения за 1 млн. циклов

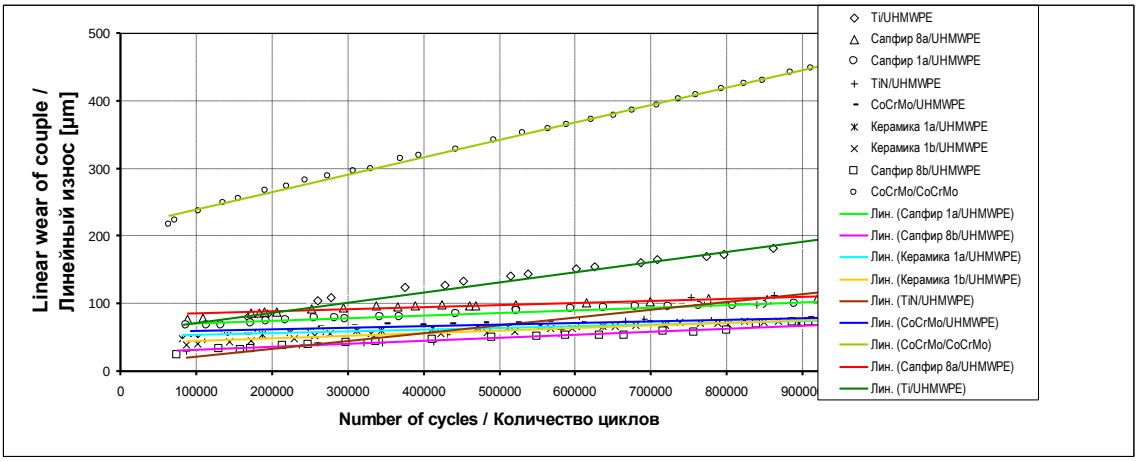



Рисунок 6 – Линейная аппроксимация кривых изменения линейного износа за 1 млн. циклов

Из анализа приведенных графиков видно, что:

- Наименьшие значения линейного износа UHMWPE демонстрирует сапфир 8b при уровне коэффициента трения этой пары, сопоставимом с коэффициентом трения пары сплав Co-Cr-Mo/UHMWPE.
- Линейный износ UHMWPE в парах с сапфиром 1a, 8a выше, чем у сплава Co-Cr-Mo, а уровень коэффициента трения у пары с керамикой 8a стабильно ниже, чем у пары со сплавом Co-Cr-Mo.
- Линейный износ UHMWPE в парах трения с $ZrO_2$-керамикой обоих видов несколько ниже, чем у сплава Co-Cr-Mo, а коэффициент трения у пары с керамикой 1a на 0,04 ед. ниже, чем у пары со сплавом CoCrMo.

- Среднее значение линейного износа пары трения с UHMWPE за 1 млн. циклов у наноструктурного титана с азотированием поверхности сопоставимо с этим показателем у сплава Co-Cr-Mo, однако темп его возрастания за тот же период времени в 6 раз выше. При этом коэффициент трения у пары с нано-Ti на 0,025–0,03 ед. выше, чем у пары со сплавом Co-Cr-Mo, и темп его возрастания несколько выше.
- Темп возрастания линейного износа пары трения нано-Ti/UHMWPE на порядок выше, чем у пары сплав Co-Cr-Mo/UHMWPE. Коэффициент трения у пары с нано-Ti на 0,07 ед. выше, чем у пары со сплавом Co-Cr-Mo.

Более детальный анализ указанных выше результатов исследований и их интерпретация с учетом состояния обработанной поверхности до и после процесса трибологических испытаний дает возможность утверждать, что большое влияние на работоспособность пары оказывает качественное и количественное состояние обработанной поверхности. То есть отклонение от формы (плоскостности), наличие карманов для смазывания и скопления продуктов износа, шероховатость поверхности может, как увеличить ресурс работы, так и резко его снизить.

Из рисунка 10а, 10б видно, что испытания проводили на пластинках имеющих одинаковую шероховатость, но на одной из них явно видны следы предшествующей полировке – шлифовки (рис. 10а). Как видно из рисунков 10в и 10г шероховатости данных образцов практически не отличаются Sa = 0.0276 мкм и Sa = 0.0233 мкм.

Следует отметить, что на результаты проведенных трибологических исследований в значительной меле оказывают, как механическая обработка, дефекты приповерхностного слоя, качество обработанной поверхности, адгезия на поверхности образцов и т.д.

Так рабочие поверхности образцов обрабатывались методом свободной притирки на доводочных станках алмазными пастами марок АСМ 28/20, 20/14, 5/3.

После механической обработки поверхность исследовали при помощи атомно-силового микроскопа модели AFM Q-Scope 250.

При измерении характеристик обработанной поверхности следует учитывать большую дискретность проведенных измерений, а именно измерение на этом микроскопе происходит на площади поверхности размерами 20× 20 мкм (рис. 7.).

Как видно из рисунка 7. четко видны следы финишной алмазной обработки поверхности. Тем не менее, возможности атомно-силового микро-

скопа модели AFM Q-Scope 250 не дают возможности зафиксировать ни глубоких царапин, ни их размеров. Измерение характеристик обработанной поверхности следует проводить только как контрольную проверку полученных данных (на заранее выбранном участке) с помощью других приборов для регистрации данных.

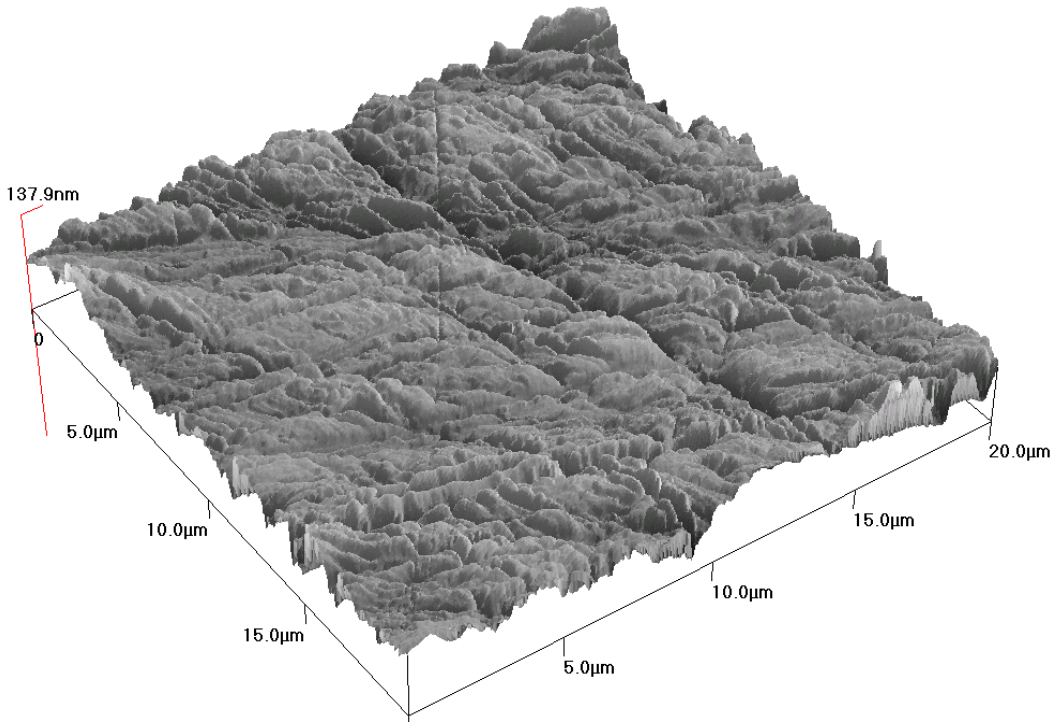



Рисунок 7 – Профиль поверхности керамического образца полученный с помощью атомно-силового микроскопа модели AFM Q-Scope 250 фирмы Quesant Instrument Corporation в сотрудничестве с Schaefer Technologie Gmb

Для оценки технологического процесса механической обработки проводили микроанализ поверхности. В результате микроанализа полированной поверхности биосовместимой керамики на основе диоксида циркония и сапфира установлено, что шаржирование алмазных частиц в обработанную поверхность не происходит (рис. 8.).

Результаты получены на сканирующем электронном микроскопе модели S 2460N фирмы Hitachi. В случае наличия дефектов изготовления керамического материала, которые выходят на поверхность, вследствие его механической обработки возможно забивание алмазными абразивными частицами (рис. 9.). Это связано с дефектами материала, которые вскрываются во время обработки материала. Причиной возникновения этих дефектов является предыдущая перед механической обработка.

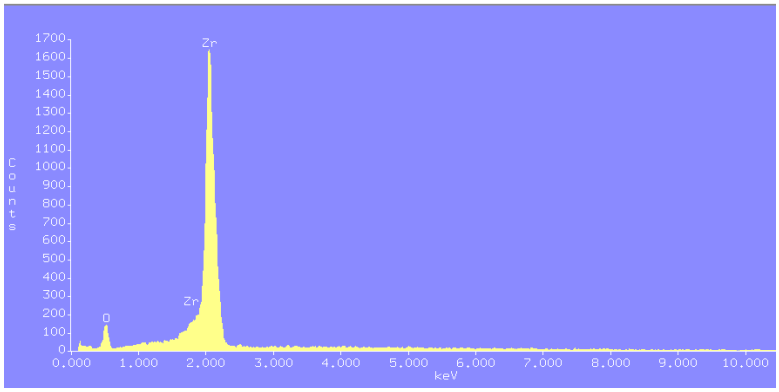
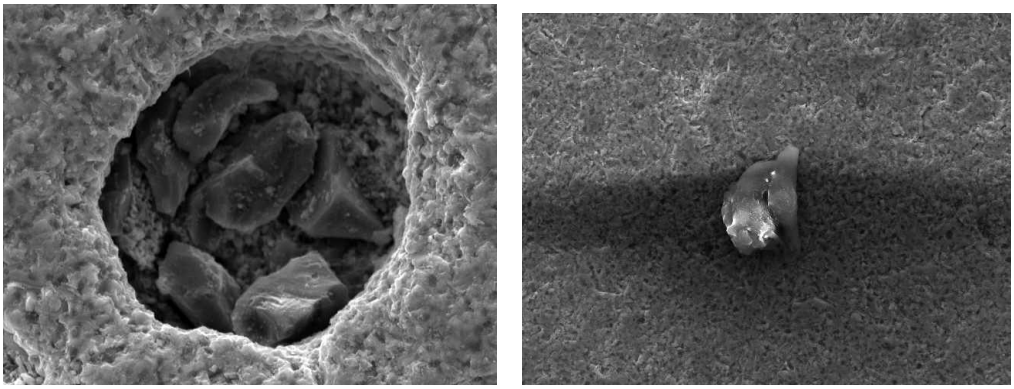
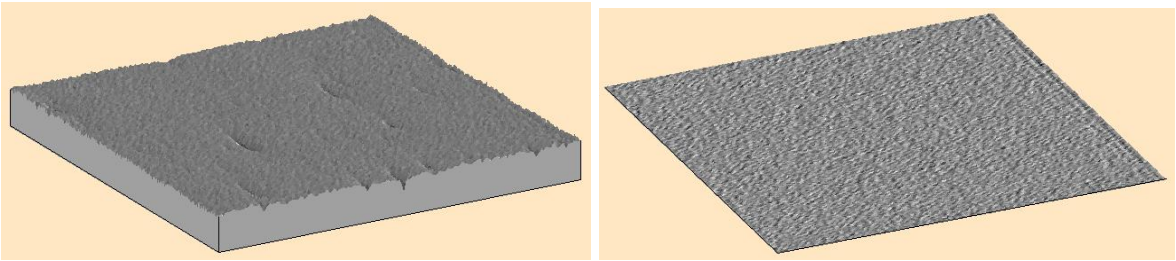



Рисунок 8 – Элементный состав поверхностного пласта керамики на основе диоксида циркония



*×2500* *×1000*

Рисунок 9 – Фотография дефектов поверхности керамических образцов на основе $ZrO_2$



*а* *б*

Parameters calculated on the surface Protszafp-8-a.2 > ... > Form removed : Polynomial of order 5

Amplitude parameters

Sa = 0.0276 µm
Sq = 0.0394 µm
Sp = 0.118 µm
Sv = 0.805 µm
St = 0.923 µm
Ssk = -2.64
Sku = 28.4
Sz = 0.615 µm

Parameters calculated on the surface Protszafp-8-b.3 > ... > Form removed : Polynomial of order 5

Amplitude parameters

Sa = 0.0233 µm
Sq = 0.0292 µm
Sp = 0.122 µm
Sv = 0.136 µm
St = 0.258 µm
Ssk = -0.0291
Sku = 3.03
Sz = 0.23 µm

*в* *г*

Рисунок 10 – Внешний вид и количественные характеристики обработанной поверхности пластинки из искусственного сапфира [3]

Так после анализа состояния обработанной поверхности пластинок из искусственного сапфира и диоксида циркония следует пересмотреть кривые зависимости линейного износа и коэффициента трения от количества циклов работы пары трения.

Как видно из рисунка 11 изменение коэффициента трения в зависимости от качества обработанной поверхности составляет до 30% и это расхождение не зависит от количества проведенных циклов испытаний.

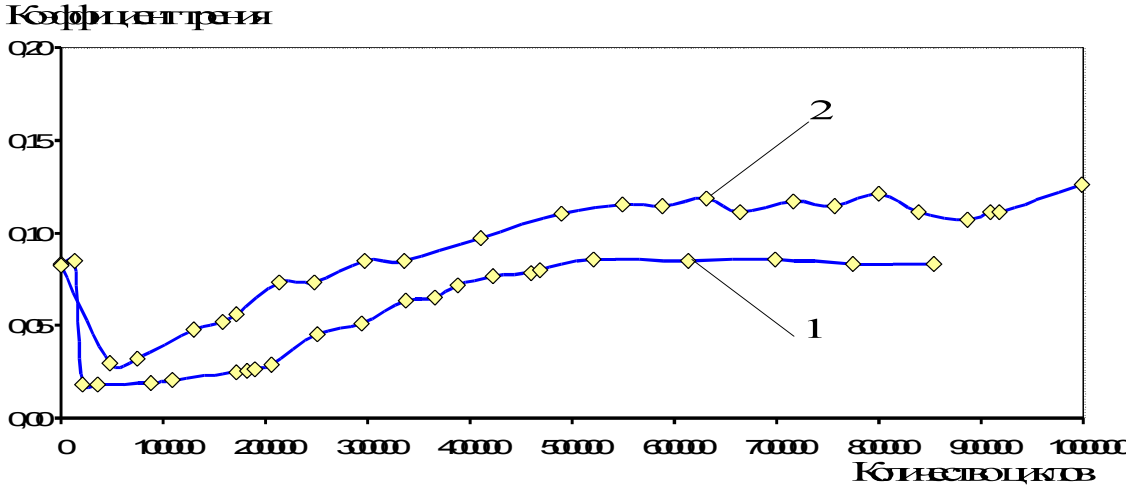
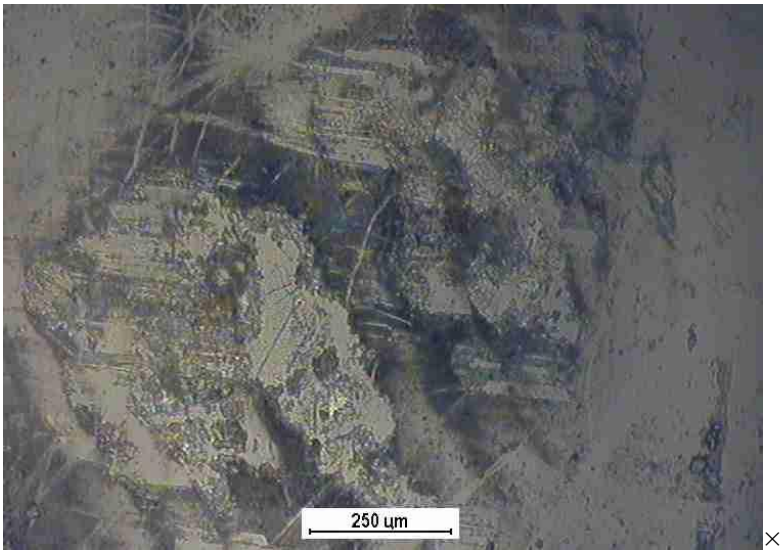


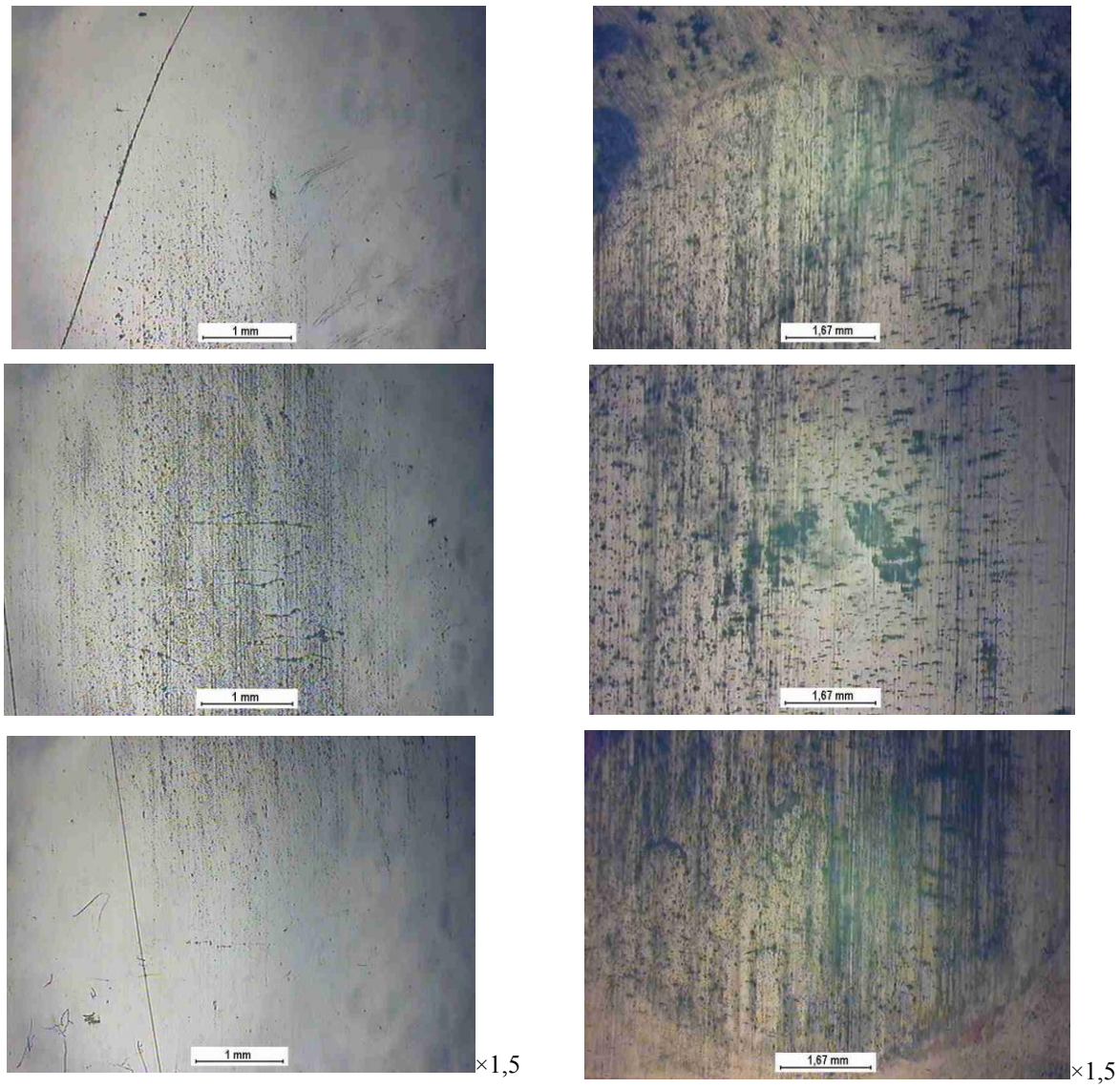

Рисунок 11 – Зависимость коэффициента трения пары сапфир-хирулен от количества циклов испытания [4]: 1 – поверхность искусственного сапфира, имеющая дефекты предварительной обработки; 2 – поверхность искусственного сапфира не имеющая дефектов предварительной обработки.

Так же проводили исследование состояния поверхности исследуемых образцов после $\times 10^6$ циклов работы пары трения на оптическом микроскопе (рис. 12, 13).




×10

Рисунок 12 – Состояние поверхности исследуемого образца из искусственного




*а* *б*

Рисунок 13 – Состояние поверхности исследуемых образцов после $\times 10^6$ циклов работы пары трения: а – искусственного монокристалла сапфира; б – Диоксида циркония монокристалла сапфира после ×106 циклов работы пары трения

Как видно из рисунков 12, 13 на поверхности образцов, как из искусственного монокристалла сапфира, так и керамики на основе диоксида циркония присутствуют налипшие частицы контртела – Хирулен. Справедливым будет утверждение, что процесс трения пары происходит в первый период работы пары по поверхности искусственный монокристалл сапфира – хирулен, керамика на основе диоксида циркония – Хирулен. Далее процесс трения происходит по поверхностям Хирулен – Хирулен, и соответственно линейный износ пары связан в первую очередь с адгезионным износом самого Хирулена и в незначительной степени исследуемого материала.

1. При сравнении и анализа комплекса результатов трибологических исследований металлических, керамических биосовместимых материалов и искусственного монокристалла сапфира выделены пары трения сапфр-Хирулен и керамика на основе диоксида циркония-Хирулен, как наиболее перспективные для применения в эндопротезах тазобедренного сустава человека. Исследования показали, что искусственный монокристалл сапфира и керамика на основе диоксида циркония при их использовании в паре с Хируленом увеличивают до 30% ресурс работы эндопротеза тазобедренного сустава человека по сравнению с парой Co-Cr-Mo-Хирулен

2. Проведен детальный анализ обработанной поверхности пластинок из диоксида циркония и искусственного сапфира. Установлена зависимость коэффициента трения и работоспособности пары трения от наличия дефектов предшествующей механической обработки. На основании установленной взаимосвязи необходимо определить оптимальное соотношение площадей опорной поверхности и карманов, для снижения времени и стоимости технологии обработки поверхности.

3. Выявлено позитивное влияние дефектов предшествующей обработки на работоспособность пары трения. Установлено, что линейный износ пары трения искусственный сапфир-хирулен с наличием дефектов предшествующей механической обработки снижается до 30 %, коэффициент трения – до 25%. Наличие дефектов поверхности отыграет роль карманов для смазывающей биологической жидкости и емкостей для выхода продуктов износа. Последние эффективно удаляются с рабочих поверхностей и не осуществляют процесс их микрорезания. Наличие карманов для биологической жидкости и продуктов износа пары трения никаким образом не снижает общую опорную площадь рабочей поверхности детали. Так на глубине до 0.2 мкм она составляет более 98 % исследуемой площади поверхности.

4. При повторном анализе результатов проведенных трибологических испытаний наилучшие показатели работоспособности и условий изнашивания показала пара трения искусственный сапфир-хирулен, где на поверхности сапфировой пластинки были оставлены карманы для удержания биологической жидкости и продуктов износа. Это позволяет утверждать, что выведение данных карманов является излишним и снижает затраты времени, дорогостоящего инструмента и материалов при изготовлении поверхностей подвижного соединения. Установленный факт дает возможность сделать предположение, что при создании пары трения искусственный монокристалл сапфира-диоксид циркония или искусственный сапфир - искусственный сапфир эффективная работа пары и максимальная ра-

ботоспособность будет достигнута в случае обеспечения на одной из поверхностей удерживающих карманов

5. Наименьшие значения линейного износа UHMWPE демонстрирует сапфир 8b при уровне коэффициента трения этой пары, сопоставимом с коэффициентом трения пары сплав Co-Cr-Mo/UHMWPE.

6. Линейный износ UHMWPE в парах с сапфиром 1a, 8a выше, чем у сплава Co-Cr-Mo, а уровень коэффициента трения у пары с керамикой 8a стабильно ниже, чем у пары со сплавом Co-Cr-Mo.

7. Линейный износ UHMWPE в парах трения с $ZrO_2$-керамикой обоих видов несколько ниже, чем у сплава Co-Cr-Mo, а коэффициент трения у пары с керамикой 1a на 0,04 ед. ниже, чем у пары со сплавом Co-Cr-Mo.

8. Среднее значение линейного износа пары трения с UHMWPE за 1 млн. циклов у наноструктурного титана с азотированием поверхности сопоставимо с этим показателем у сплава Co-Cr-Mo, однако темп его возрастания за тот же период времени в 6 раз выше. При этом коэффициент трения у пары с нано-Ti на 0,025–0,03 ед. выше, чем у пары со сплавом CoCrMo, и темп его возрастания несколько выше.

9. Темп возрастания линейного износа пары трения нано-Ti/UHMWPE на порядок выше, чем у пары сплав Co-Cr-Mo/UHMWPE. Коэффициент трения у пары с нано-Ti на 0,07 ед. выше, чем у пары со сплавом Co-Cr-Mo.

**Список использованных источников: 1.** Протезирование суставов, эндопротезирование [Cited 2009, 22 June].- Available from: < http://www.health-ua.org/mc/?topic=1206>. **2.** *Розенберг О.А., Сохань С.В., Возный В.В., Турманидзе Р.С.* Исследование пар трения сапфир/сапфир и сапфир/рубин. Сучасні технології в машинобудуванні Зб. Наукових праць. Вип. 1. – Харків НТУ «ХПІ» 2008. - С.164-176. **3.** *Gawlik J., L.A. Litvinow, W. Piecoszewski, Rozenberg O.A., Sokhan S.V., M. Szczerek, Voznyy V.V* Tribologiczne badania materialow ceramicznych na endoprotezy stawu biodrowego. Tribologia. Rradom. № 3/2005 (201). P.59 – 73. **4.** *О.А. Розенберг А.А. Шульженко, С.В.Сохань, А.Н.Соколов, Возный В.В.* Влияние анизотропии сапфира на иммунологические, трибологические и прочностные характеристики материала. Високі технології в машинобудуванні: Зб. наук праць НТУ “ХПІ”. – Харків, 2007. – Вип.2 (15). – 281 с.

**Bibliography (transliterated):** 1. Protezirovanie sustavov, jendoprotezirovanie [Cited 2009, 22 June].- Available from: < http://www.health-ua.org/mc/?topic=1206>. 2. Rozenberg O.A., Sohan' S.V., Voznyij V.V., Turmanidze R.S. Issledovanie par trenija sapfir/sapfir i sapfir/rubin. Suchasni tehnologiї v mashinobuduvanni Zb. Naukovih prac'. Vip. 1. – Harkiv NTU «HPI» 2008. - S.164-176. 3. Gawlik J., L.A. Litvinow, W. Piecoszewski, Rozenberg O.A., Sokhan S.V., M. Szczerek, Voznyy V.V Tribologiczne badania materialow ceramicznych na endoprotezy stawu biodrowego. Tribologia. Rradom. № 3/2005 (201). P.59 – 73. 4. O.A. Rozenberg A.A. Shul'zhenko, S.V.Sohan', A.N.Sokolov, Voznyj V.V. Vlijanie anizotropii sapfira na immunologicheskie, tribologicheskie i prochnostnye harakteristiki materiala. Visoki tehnologiї v mashinobuduvanni: Zb. nauk prac' NTU “HPI”. – Harkiv, 2007. – Vip.2 (15). – 281 s.