

Porowate warstwy do zastosowań medycznych wytworzone w procesie wysokonapięciowego utleniania anodowego tytanu

Streszczenie

Cel: Zbadanie procesu wysokonapięciowego utleniania anodowego tytanu w elektrolicie zawierającym 2M kwasu ortofosforowego z dodatkiem kwasu fluorowodorowego pod kątem zastosowań biomedycznych (wszczepy).

Materiały i metody: W badaniach zastosowano próbki tytanu (99,6%) o średnicy 10mm i wysokości 5mm. Próbkę poddano utlenianiu anodowemu w elektrolicie 2M H₃PO₄ + 0÷2% HF przy napięciu 30÷240V w czasie 30min. Wytworzone powierzchnie tlenkowe zbadano za pomocą Elektronowego Mikroskopu Skaningowego (SEM), Mikroskopu Sił Atomowych (AFM), dyfraktometru rentgenowskiego (XRD) i oceniono odporność korozyjną w roztworze Ringera. Na podstawie uzyskanych wyników wyznaczono serię próbek do dalszych badań. Na wybranej serii przeprowadzono proces osadzania cząstek srebra metodą elektrolityczną. Podczas osadzania srebra zastosowano elektrolit zawierający 0,01M HNO₃ + 0,01M AgNO₃ przy napięciu -1V (względem OCP) w czasie 60s. Powierzchnie wybranych próbek poddano badaniom zwilżalności (statycznej i dynamicznej) z dodatkowym wygrzewaniem w temperaturze 120⁰C. Wykonano badania spektroskopii fotoelektronów (XPS) oraz biozgodności *in vitro* na komórkach ludzkich fibroblastów i osteoblastów. Zastosowano proces utleniania anodowego na komercyjnie stosowanym implancie.

Wyniki: Próbkę tytanu po utlenianiu anodowym charakteryzowały się różną morfologią, silnie zależną od zastosowanego elektrolitu oraz napięcia anodowego. Mała zawartość HF w elektrolicie sprzyjała powstawaniu płaskich warstw tlenkowych z obecnością wykwitów korozyjnych. Zawartość 2% HF w elektrolicie sprzyjała silnemu wytrawianiu tlenków. W elektrolicie zawierającym 1% HF obserwowano równowagę pomiędzy szybkością tworzenia się tlenków a ich wytrawianiem. Dla wszystkich próbek, począwszy od napięcia 180V, obserwowano utlenianie wspomagane ogniskami plazmy. Wszystkie próbki cechują się dobrą odpornością korozyjną oraz strukturą odpowiednią dla celów medycznych. Na wybranej serii próbek utlenionych w elektrolicie 2M H₃PO₄ + 1% HF przeprowadzono proces osadzania cząstek srebra. Osadzone cząstki przyjęły postać dendrytów wyrastających bezpośrednio z porów w warstwie tlenkowej. Statyczne badania zwilżalności klasyfikują większość próbek w zakresie silnej bioadhezji (<55⁰). Badania dynamicznej zwilżalności dla wybranych próbek wykazały ich superhydrofilowość. Wygrzewanie próbek utlenionych anodowo spowodowało ich dalsze utlenienie i krystalizację tlenków TiO₂ z fazy amorficznej oraz pogorszenie zwilżalności. Badania XPS wykazały obecność Ti⁺³ w warstwie wierzchniej co odpowiada tlenkom Ti₂O₃. Badania biozgodności *in vitro* na próbce utlenionej w elektrolicie 2M H₃PO₄ + 1% HF przy napięciu 210V wskazują na jej przydatność dla celów medycznych. Osadzone cząstki srebra zwiększyły żywotność i przeżywalność komórek w badaniach biozgodności *in vitro*. Anodowanie komercyjnego implantu wskazało na możliwość przeniesienia opracowanej technologii na odmienne materiały i podłoża bez utraty jakości uzyskanych warstw.

Podsumowanie: Możliwe jest wytworzenie anodowej warstwy tlenkowej na tytanie o właściwościach odpowiednich do zastosowań medycznych. Najlepszą warstwę tlenkową uzyskano podczas anodowania tytanu w elektrolicie 2M H₃PO₄ + 1% HF przy napięciu 210V z późniejszym osadzeniem cząstek srebra. Uzyskana warstwa charakteryzowała się dużą chropowatością, dobrą zwilżalnością, wysoką odpornością korozyjną i odpowiednią biozgodnością.

Słowa kluczowe: tytan, utlenianie anodowe, elektrochemia, srebro, zwilżalność, biozgodność *in vitro*.