

I N Ż Y N I E R I A BIOMATERIAŁÓW

ENGINEERING OF BIOMATERIALS
CZASOPISMO POLSKIEGO STOWARZYSZENIA BIOMATERIAŁÓW

Numer 13
Rok IV
ISSN 1429-7248

MARZEC 2001

WYDAWCA:

Polskie
Stowarzyszenie
Biomateriałów
w Krakowie

KOMITET REDAKCYJNY:

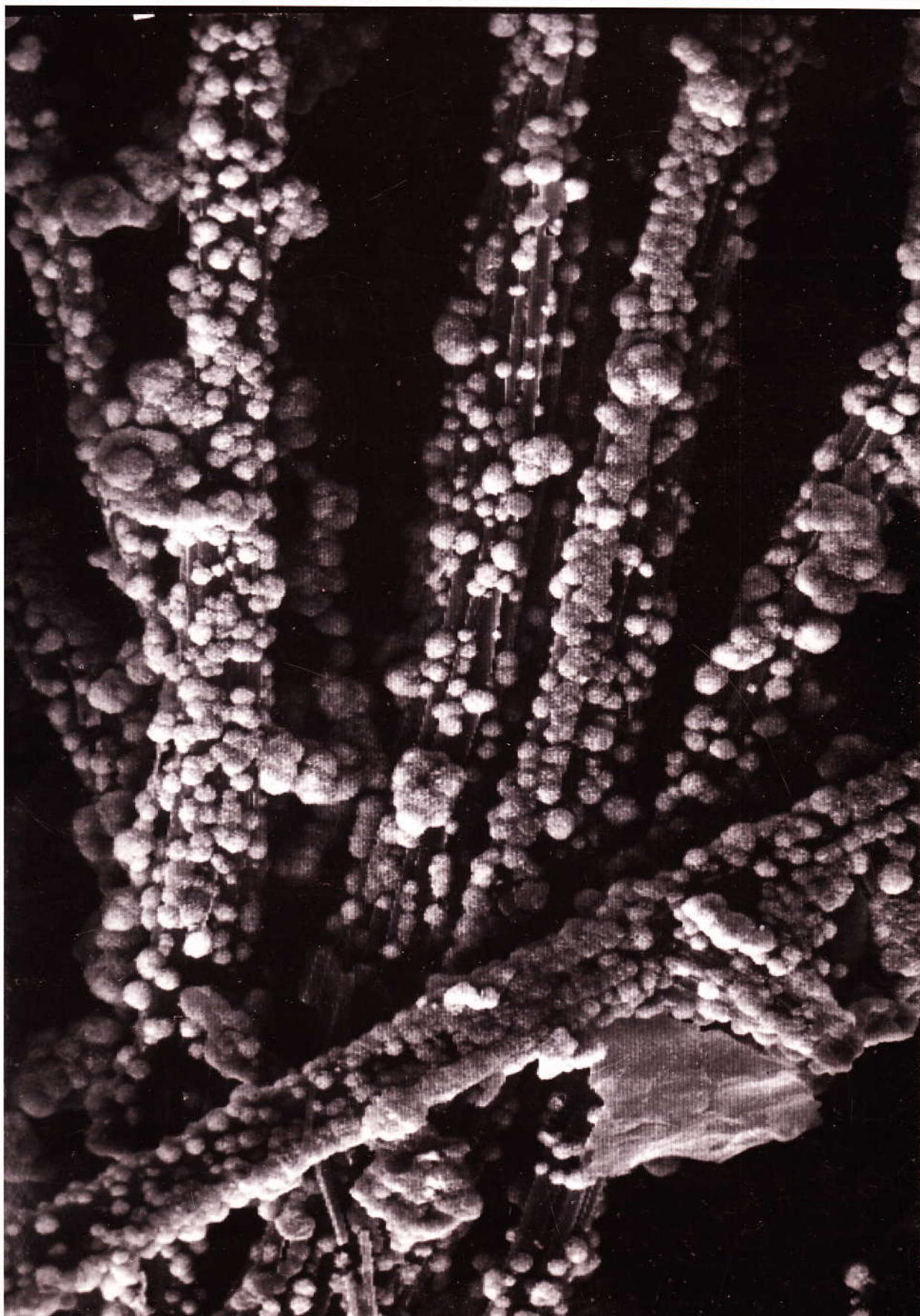
Redaktor naczelny
Stanisław Błażewicz
Sekretarz redakcji,
Skład komputerowy
Augustyn Powroźnik
Redaktorzy
Elżbieta Godlewska
Cezary Wajler

RADA NAUKOWA:

Jan Ryszard
Dąbrowski
Politechnika Białostocka
Monika
Gierzyńska-Dolna
Politechnika
Częstochowska
Andrzej Górecki
Akademia Medyczna
Warszawa
Wojciech Maria Kuś
Akademia Medyczna
Warszawa
Jan Marciniak
Politechnika Śląska
Stanisław
Mazurkiewicz
Politechnika Krakowska
Roman Pampuch
Akademia
Górnictwo-Hutnicza
Bogna Pogorzelska-
Stronczak
Śląska Akademia
Medyczna

ADRES REDAKCJI:

Akademia
Górnictwo-Hutnicza
al. Mickiewicza 30/A-3
30-059 Kraków



SPIS TREŚCI

ŚREDNI STOPIEŃ SZAROŚCI - OBIEKTYWNY
PARAMETR BIODEGRADACJI WŁÓKIEŃ
WĘGLOWYCH 3KRZYSZTOF DĄBRÓWKA, JERZY NOŻYŃSKI,
EWA ZEMBALA - NOŻYŃSKA, STANISŁAW BŁĄŻEWICZZASTOSOWANIE OCENY STOPNIA
MINERALIZACJI JAWNEJ BADANEJ PRZY
UŻYCIU MIKROSKOPU SKANINGOWEGO
W DIAGNOSTYCE NOWOTWORÓW
ZŁOŚLIWYCH JAMY USTNEJ 8TADEUSZ CIEŚLIK, TOMASZ J. MĘCIK,
ZBIGNIEW SZCZUREK, DANIEL SABATPRZYDATNOŚĆ CODOGARDU
W PROFILAKTYCE ZESPOŁU
PRZEDZIAŁÓW POWIĘZIOWYCH 15

JACEK ŻOŁNOWSKI, ANDRZEJ DYSZKIEWICZ

BADANIA WŁAŚCIWOŚCI WARSTWY
FOSFORANOWEJ NA POWIERZCHNI
TYTANU WYTWORZONEJ METODĄ IBAD 21JACEK BASZKIEWICZ, DANUTA KRUPA, BOGUSŁAW
RAJCHEL, ADAM BARCZ, JANUSZ W. SOB CZAK,
ANDRZEJ BILIŃSKI

CONTENTS

MEAN GREYNESS LEVEL - AN OBJECTIVE
PARAMETER OF CARBON
FIBRE BIODEGRADATION 3KRZYSZTOF DĄBRÓWKA, JERZY NOŻYŃSKI,
EWA ZEMBALA - NOŻYŃSKA, STANISŁAW BŁĄŻEWICZAPPLICATION OF SCANNING ELECTRON
MICROSCOPY IN THE EVALUATION OF
EVIDENT MINERALIZATION DEGREE IN
THE DIAGNOSTICS OF ORAL CAVITY
CARCINOMAS 8TADEUSZ CIEŚLIK, TOMASZ J. MĘCIK,
ZBIGNIEW SZCZUREK, DANIEL SABATUSEFULNESS OF CODOGARD
IN THE PREVENTION OF COMPARTMENT
SYNDROME 15

JACEK ŻOŁNOWSKI, ANDRZEJ DYSZKIEWICZ

PROPERTIES OF THE PHOSPHATE
LAYER PRODUCED ON TITANIUM
SURFACE BY THE IBAD METHOD 21JACEK BASZKIEWICZ, DANUTA KRUPA, BOGUSŁAW
RAJCHEL, ADAM BARCZ, JANUSZ W. SOB CZAK,
ANDRZEJ BILIŃSKIIlustracja na okładce pochodzi z pracy: A. Stoch
„Bionimetyczne depozyty apatytowe na kompozytach
węglowych”Wydanie dofinansowane przez Komitet Badań Naukowych
Edition financed by State Committee for Scientific Research

ŚREDNI STOPIEŃ SZAROŚCI - OBIEKTYWNY PARAMETR BIODEGRADACJI WŁÓKIEN WĘGLOWYCH

KRZYSZTOF DĄBRÓWKA*, JERZY NOŻYŃSKI**, EWA ZEMBALA - NOŻYŃSKA*, STANISŁAW BŁĄŻEWICZ***

*I KATEDRA I ZAKŁAD PATOMORFOLOGII

ŚLĄSKIEJ AKADEMII MEDYCZNEJ W KATOWICACH

**FUNDACJA ROZWOJU KARDIOCHIRURGII W ZABRZU

***KATEDRA CERAMIKI SPECJALNEJ

AKADEMII GÓRNICZO - HUTNICZEJ W KRAKOWIE

Streszczenie

Oceniano średnio stopień szarości odzwierciedlający gęstość optyczną włókien węglowych implantowanych królikom w okolicę tkanki podśluzówkowej w I, II, III, IV, VI, VIII, XII i XVI tygodniu po zabiegu. Badania przeprowadzono wykorzystując system analizy obrazu mikroskopowego. Ocena statystyczna wybranego parametru wykazała cykliczne wahania wartości przeciętnej, mediany, wskazujące na naprzemienne zagęszczanie bądź rozluźnianie struktury włókien węglowych. Średni stopień szarości jest obiektywnym i użytecznym parametrem charakteryzującym biodegradację nici węglowej.

Słowa kluczowe: nić węglowa, średni stopień szarości, biodegradacja, analiza obrazu, patologia.

Wprowadzenie

Zastosowanie węgla we współczesnej technologii materiałów organicznych, a następnie w medycynie rozpoczęło się po wyprodukowaniu form węgla obdarzonych elastycznością, zwłaszcza włókien węglowych produkowanych na drodze pirolizy. Badania nad wykorzystaniem węgla pirolitycznego, w postaci elastycznych włókien w medycynie prowadzono zarówno w USA, Francji i Wielkiej Brytanii [1]. W Polsce produkcję biomateriałów węglowych rozpoczęła Katedra Ceramiki Specjalnej Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie. Nici węglowe i włókna węglowa cechują się korzystnymi parametrami biologicznymi oraz wytrzymałościowymi wykazanymi w modelu doświadczalnego i klinicznego zespolenia złamań żuchwy [2,3,4,5,6,7]. Wykazano znaczną biozgodność, bioaktywność i biofunkcyjność pęczków nici węglowej [8].

W wyniku badań doświadczalnych zaobserwowano zjawisko biodegradacji materiałów węglowych. Pierwsze opisy tego zjawiska obejmowały ocenę morfologiczną oraz mikroskopią elektronową [2,3,9,10,11]. Szczegółowy mechanizm biodegradacji nie jest jeszcze poznany, stąd poszukiwania parametru cyfrowego, obiektywnie oddającego złożone zjawisko destrukcji inertnego biologicznie materiału. Celem badań było porównanie średniego stopnia szarości odzwierciedlającego gęstość optyczną włókien węglowych w różnych okresach biodegradacji.

Materiał i metodyka

Materiałem badawczym były wycinki tkankowe pochodzące z 24 królików rasy mieszanej o masie ciała od 2500

AVERAGE GREYNESS DEGREE - AS AN OBJECTIVE PARAMETER OF CARBON FIBRE BIODEGRADATION

3
.....

KRZYSZTOF DĄBRÓWKA*, JERZY NOŻYŃSKI**, EWA ZEMBALA - NOŻYŃSKA*, STANISŁAW BŁĄŻEWICZ***

*I KATEDRA I ZAKŁAD PATOMORFOLOGII

ŚLĄSKIEJ AKADEMII MEDYCZNEJ W KATOWICACH

**FUNDACJA ROZWOJU KARDIOCHIRURGII W ZABRZU

***KATEDRA CERAMIKI SPECJALNEJ

AKADEMII GÓRNICZO - HUTNICZEJ W KRAKOWIE

Abstract

The mean level of greyness reflecting the optical density of carbon fibres implanted in the area of sub-mucosal tissue of rabbits was evaluated after week I, II, III, IV, VI, VIII, XII and XVI from the operation. The investigations were carried out with the aid of the microscopic image analysis. Statistical evaluation of the selected parameter revealed cyclic fluctuations of the mean value and the median, which indicated alternating thickening and loosening of the carbon fibre structure. The mean level of greyness is an objective and useful parameter that characterises the biodegradation of carbon suture.

Key words: carbon suture, mean level of greyness, biodegradation, image analysis, pathology

Introduction

The application of carbon in the contemporary organic technology and later in medicine started after the development of flexible forms of carbon, especially carbon fibres produced by pyrolysis. The investigations concerning application of the pyrolytic carbon in the form of flexible fibres in medicine were undertaken in the U.S.A., France and Great Britain [1]. In Poland, manufacturing of carbon biomaterials was initiated at the Department of Special Ceramics, University of Mining and Metallurgy in Kraków. Carbon sutures and fabrics have advantageous biological and mechanical properties evidenced in the experimental and clinical model of mandible fracture uniting [2-7]. It has been shown that the carbon thread bundles exhibit good biocompatibility, bioactivity and biofunctionality [8].

The experimental studies allowed observation of the carbon fibre biodegradation. First descriptions of that phenomenon involved the morphological and microscopic evaluation [2,3,9-11]. The detailed mechanism of biodegradation has not been recognised so far and therefore the research is continued in order to find a digital parameter that would objectively evaluate the complex destruction process of the biologically inert material. The aim of this work was to compare the mean level of greyness, reflecting the optical density of carbon fibres at different biodegradation stages.

Materials and methods

The experimental material comprised tissue specimens resected from 24 rabbits of mixed breed and weight of 2500 - 3500 g. In general anaesthesia, the carbon sutures

do 3500 g, którym w znieczuleniu ogólnym zakładano szew chirurgiczny na granicy tkanki podskórnej, mięśni i tkanki łącznej podśluzówkowej nicią węglową nr 4 wyprodukowaną przez Katedrę Ceramiki Specjalnej Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie. Ranę zamykano na głucho szwem chirurgicznym Ethicon. Zwierzęta poddawano eutanazji w znieczuleniu ogólnym po I, II, III, IV, VI, VIII, XII, XVI tygodniu od przeprowadzenia zabiegu. Okolicę rany chirurgicznej wycinano i utwardzano w 10% zbuforowanej formalinie. Tkanke poddawano rutynowej obróbce histopatologicznej zatapiając ją w parafinie. Skrawki o grubości 6 μ m barwiono hematoksyliną i eozyną. Ocenę średniej szarości, gęstości optycznej nici węglowych widocznych pod powiększeniem mikroskopowym 500x przeprowadzono wykorzystując system analizy obrazu Quantimet Color Option Wykrycie (detekcję) włókien węglowych prowadzono wykorzystując funkcję "Auto-detect", uwidaczniającą jedynie najbardziej zróżnicowane elementy obrazu. Średni stopień szarości odzwierciedlał gęstość optyczną. Kalibrację prowadzono z założeniem, że ciało idealnie czarne (drobiny grafitu lub sadzy), nieprzepuszczalne dla światła posiada wartość szarości równą 0, zaś ciało idealnie przepuszczalne (szkiełko podstawowe lub niezabarwione tło preparatu) - 256. W przypadku struktur węglowych szarość 0 odpowiada więc grafitowi lub drobinom węgla, zaś pośrednie stopnie szarości większe od 0 wskazują na rozluźnienie struktury węglowej.

Analiza statystyczna wyników badań obejmowała:

1. określenie zgodności rozkładu wartości morfometrycznej z rozkładem normalnym testem Liliefors [12,13],
2. obliczenie statystyki opisowej danego parametru dla poszczególnego okresu obserwacji czyli tygodnia od zabiegu; zakładając wstępnie typową dla danych morfometrycznych niezgodność z rozkładem normalnym nie podawano wartości błędu standardowego co zastapiono wartością 25 percentyla (kwartyla dolnego) i 75 percentyla (kwartyla górnego).
3. porównanie pomiędzy sobą kolejnych tygodni z zastosowaniem testów stosownych do stwierdzonego rozkładu wartości (testów nieparametrycznych przy niezgodności rozkładu badanego z rozkładem normalnym lub parametrycznych przy zgodności rozkładów). Za testy nieparametryczne przydatne w ocenie przyjęto test Kruskala-Wallisa (nieparametryczna ANOVA), test mediany, test Manna-Whitneya. Za wyniki statystycznie znamienne przyjęto wyniki o prawdopodobieństwie $p < 0.05$.

Analizę statystyczną przeprowadzono w oparciu o oprogramowanie statystyczne SPSS for Windows. Wyniki zestawiono tabelarycznie i przedstawiono graficznie.

Wyniki

Przeanalizowano 72 preparaty histopatologiczne tkanek miękkich okolicy szwu z zastosowaniem nici węglowej pochodzących od 24 królików, w tym analizowano morfometrycznie 8691 fragmentów włókien węglowych.

W trakcie oceny kolejnych preparatów stwierdzono w 2 i 3 tygodniu obserwacji tworzenie przez włókna węglowe skupiska krótkich fragmentów, drobin grafitu oraz odcinkowe przejaśnienia włókien (RYS. 1). W szóstym tygodniu obserwacji stwierdzano obecność skupisk drobnych fragmentów nici węglowej, oraz nieregularnych drobin węgla o kształcie okrągłym lub owalnym (RYS. 2). W 12 i 16 tygodniu obserwacji w miejscu szwu znajdowano drobiny węgla niejednokrotnie wewnątrz komórek fagocytujących (RYS. 3). Zmiany średniego stopnia szarości zilustrowano w TABLE 1. Rozkłady wartości średniego stopnia szarości badanego testem Liliefors nie wykazały zgodności z rozkładem normalnym ($p < 0.01$). Skośność określająca symetrię rozkładu wahała się od wartości -1.4017 (XII tydzień obserwacji)

no. 4 (produced at the Department of Special Ceramics, University of Mining and Metallurgy in Kraków) were placed at the boundary between the subcutaneous tissue, muscles and connective submucosal tissue. The wound was closed with surgical sutures Ethicon. The animals were subjected to euthanasia in general anaesthesia after week I, II, III, IV, VI, VIII, XII and XVI from the operation. The area of wound was resected and fixed in a 10% buffered formalin. The tissue was given a routine histopathological treatment after being mounted in paraffin. The 6mm-sections were stained with hematoxylin and eosin. The mean greyness level and thereby optical density of carbon thread, observed at the magnification of 500x, was evaluated with the aid of image analysis system Quantimet Color Option. The carbon fibres were detected by means of the "Auto-detect" function, which reveals exclusively the most differentiated elements of the image. The mean level of greyness reflected optical density. The calibration was made with the assumption that the black body (e.g. graphite or carbon black particles), has the greyness value of zero, and that the totally transparent body (microscopic cover glass or unstained background of the specimen) - the value of 256. In the case of carbon structures the greyness value zero corresponds to graphite or carbon particles while the greyness values higher than zero indicate loosening of the carbon structure.

The statistical analysis comprised:

1. goodness of fit of the morphometric value distribution with the normal distribution by means of the Liliefors test [12,13].
2. calculation of the descriptive statistics of a given parameter at different observation periods, i.e. weeks from operation; having assumed a typical deviation of the morphometric data from the normal distribution, we have not quoted the values of standard error but the value of 25 percentile (lower quartile) and that of 75 percentile (upper quartile).
3. comparison of consecutive weeks of the experiment by means of tests suitable for the stated distribution (non-parametric tests when the examined distribution was not consistent with the normal distribution and the parametric ones when the distributions were consistent). The non-parametric tests used in this study were the Kruskal-Wallis test (the non-parametric ANOVA), the median test, and the Mann-Whitney test. It has been assumed that the statistically significant results were those with the probability $p < 0.05$.

The statistical analysis was carried out on the basis of software SPSS for Windows. The results are collected in Tables.

Results

Analysed were 72 histopathological specimens of soft tissues from the vicinity of carbon-thread suture of 24 rabbits; the morphometric analysis comprised 8691 segments of carbon fibres.

After the second and third week of the experiment it has been stated that carbon fibres formed agglomerates of short segments and graphite particles and that locally some faded fibres appeared (FIG. 1). After six weeks the agglomerates of small segments of carbon thread were observed along with irregular, spherical or oval, carbon particles (FIG. 2). After twelve and sixteen weeks in the area of suture there were found carbon particles placed inside the phagocytising cells. (FIG. 3). The variations of the average degree of greyness are presented in TABLE 1. The distributions of the average greyness degree examined with the Liliefors test were not consistent with the normal distribution ($p < 0.01$). The skewness, characterising the symmetry of distribution, ranged from -1.4017 (XII week of experiment) to 5.5794 (II week of experiment); zero value being typi-



RYS. 1. Skupiska włókien węglowych oraz drobin grafitu z odcinkowymi brzeżnymi przejaśnieniami włókien. Drugi tydzień obserwacji (H&E, 250x).

FIG. 1. Agglomerates of carbon fibres and graphite particles with locally faded edges. Week II (H&E, 250x).

RYS. 2. Obecność skupisk drobnych fragmentów nici węglowej oraz nieregularnych drobin węgla o kształcie okrągłym lub owalnym. Szósty tydzień obserwacji (H&E, 250x).

FIG. 2. Agglomerates of fine segments of carbon thread and irregular particles of carbon, having spherical or oval shapes. Week VI (H&E, 250x).

RYS. 3. Drobin węgla w istocie pozakomórkowej oraz wewnątrz komórek fagocytujących (H&E, 250x).

FIG. 3. Carbon particles in the intercellular substance and inside the phagocytising cells (H&E, 250x).

	Tydzień obserwacji / week of observations							
	I	II	III	IV	VI	VIII	XII	XVI
Liczba pomiarów Number of measurements	981	599	1410	880	1068	1224	1305	1244
Średnia Mean value	68,1252	39,4453	38,6608	145,0001	41,3955	45,9913	158,4876	78,5324
Mediana Median	42,5	35,011	37,85	164,257	42,1315	46,625	166,666	46,5855
Wartość najmniejsza Minimum value	0	25,2	26,333	0	29,333	28	0	0
Wartość największa Maximum value	231,555	185,5	52,8	206,888	52,142	54,833	234	214,857
25 percentyl 25 percentile	34,05	33,494	34,492	121,611	37,518	42,4845	145	37,49
75 percentyl 75 percentile	90,718	38,416	42,543	179,5175	45,66	49,666	179,3905	107,448
Skośność Skewness	1,3052	5,5794	0,4083	-0,9578	-0,1601	-0,5154	-1,4017	0,9527
Kurtoza Kurtosis	0,4203	32,5443	-0,6224	0,1134	-0,8113	0,064	2,8205	-0,7222
Zgodność z rozkładem normalnym (t.Liliefors) Godness of fit to the normal distribution	p < 0,01	p < 0,01	p < 0,01	p < 0,01	p < 0,01	p < 0,01	p < 0,01	p < 0,01

TABELA 1. Średni stopień szarości włókien węglowych w poszczególnych tygodniach obserwacji.
TABLE 1. Average greyness degree of carbon fibres in different observation periods.

do 5.5794 (II tydzień obserwacji), różniąc się od wartości 0, charakterystycznej dla rozkładu normalnego. Kurtoza określająca kierunek pochylecia rozkładu przyjmowała wartości tak dodatnie jak i ujemne.

Rozkład prawoskośny stwierdzano w I, II, IV, VIII i XII tygodniu obserwacji. Najmniejszą prawoskośność stwierdzano w VIII tygodniu obserwacji, największą zaś w II tygodniu (odpowiednio 0.064 i 32.5443). Rozkład lewoskośny obserwowano w III, VI i XVI tygodniu obserwacji. Najmniejszą lewoskośność stwierdzano w III tygodniu obserwacji, największą zaś w VI tygodniu (odpowiednio -0.6224 i -0.8113). Dynamika zmian kurtozy wskazuje na zmienną przewagę jaśniejszych bądź ciemniejszych włókien, zależnie od czasu obserwacji.

Wartość najmniejsza średniej szarości, 0 czyli idealna czerń stwierdzana jest w I, IV, XII i XVI tygodniu, w pozostałych tygodniach obserwacji wartość najmniejsza waha się pomiędzy 25.5 (II tydzień) a 29.333 (VI tydzień). Wartość największa wykazywała spadek od 231.555 w tygodniu I poprzez 185.5 w II tygodniu i 52.8 w III tygodniu, wzrost do 206.888 w IV tygodniu i spadek do 52.142 w VI w tygodniu, ponowny wzrost do 234 w XII tygodniu i nieznaczny spadek do 214.857 przy końcu obserwacji (XVI tydzień).

cal of normal distribution. The kurtosis that determines the direction of distribution asymmetry assumed both positive and negative values. The positive skewness was observed after week I, II, IV, VIII and XII. The smallest positive skewness was stated after week VIII, while the greatest one after week II (0.064 and 32.5443, respectively). The negative skewness was observed after week II, VI and XVI. The smallest negative skewness was stated after week III and the greatest one after week VI (-0.6224 and -0.8113). The dynamics of kurtosis variation indicates that the lighter or darker fibres were alternately the predominant ones, depending on the observation time.

The smallest value of the average greyness, i.e. zero, corresponding to the black body, was observed after week I, IV, XII and XVI, in the remaining cases it ranged from 25.5 (week II) to 29.333 (week VI). The highest value decreased from 231.555 in week I, through 185.5 in week II to 52.8 in week III, then it increased to 206.888 in week IV and decreased to 52.142 in week VI, then it increased again to 234 in week XII and slightly decreased to 214.857 in week XVI. The fluctuations of the highest and the lowest value result in significant fluctuations of the variation ranges in weeks I, IV, XII and XVI.

Porównywane grupy Compared groups	Test Manna-Whitney'a Mann-Whitney test	Test Kruskala-Wallis (ANOVA) Kruskal-Wallis test (ANOVA)	Test mediany Median test
I tydzień : II tydzień week I : week II	$p < 0,001$	$p < 0,0001$	$p < 0,0001$
II tydzień : III tydzień week II : week III	$p < 0,0001$		
III tydzień : IV tydzień week III : week IV	$p < 0,0001$		
IV tydzień : VI tydzień week IV : week VI	$p < 0,0001$		
VI tydzień : VIII tydzień week VI : week VIII	$p < 0,0001$		
VIII tydzień : XII tydzień week VIII : week XII	$p < 0,0001$		
XII tydzień : XVI tydzień week XII : week XVI	$p < 0,001$		

TABELA 2. Porównanie średniego stopnia szarości włókien węglowych w poszczególnych tygodniach obserwacji.

TABLE 2. Comparison of the mean greyness level of the carbon fibres in different observation periods.

Wynikiem wahań wartości największej i najmniejszej są znaczne wahania zakresu zmienności w I, IV, XII i XVI tygodniu.

Wartość przeciętna średniej szarości (mediana) wykazywała spadek w II tygodniu (z 42.5 w I do 35.0110 wzrost w III i IV tygodniu (do 37.85 i aż 164.257) oraz spadek i wzrost w dalszych tygodniach (odpowiednio 42.1215 w VI, 46.625 w VIII i 166.666 w XII) i ponowny spadek w XVI tygodniu (46.5855).

Analiza statystyczna została zestawiona w TABELI 2. Test Kruskala-Wallis, test mediany jak i test Manna-Whitneya wskazują znamienne ($P < 0.0001$) na zależność zmian wartości od czasu obserwacji.

Podsumowując wyniki obliczeń średniego stopnia szarości można stwierdzić, że

a. wyniki wartości najmniejszej wskazują na pojawienie się silnie skondensowanych fragmentów nici w I tygodniu oraz drobin węgla w XII i XVI tygodniu, odpowiadając więc w I tygodniu skondensowanej strukturze włókien analogicznej ze strukturą węgla, w kolejnych tygodniach zmianom struktury nici przy pojawianiu się czarnych drobin węgla w tygodniu IV, XII i XVI,

b. wahania wartości największej odpowiadają przejaśnieniu, zmianie struktury włókien węglowych odpowiadającej ich rozluźnieniu w IV i XII tygodniu,

c. wielkości przedziału ufności (odległość międzykwartylowa) wskazuje na stabilizację gęstości odzwierciedlanej poprzez jej gęstość optyczną w II tygodniu i największą zmianę w IV tygodniu. a na dużą dynamikę zmian obliczonej szerokości XVI tygodniu oraz pewną stabilizację w VI, VIII i XII tygodniu obserwacji,

d. analiza statystyczna ujawnia istotne statystycznie różnice średniego stopnia szarości pomiędzy badanymi tygodniami, jak również na znamiennej zależności średniego stopnia szarości od czasu obserwacji.

Dyskusja

Wykorzystanie węgla w medycynie wiąże się z faktem występowania tego pierwiastka w różnej postaci, w tym węgla szkłopodobnego oraz turbostratycznego [14]. Klinicznie węgiel pirolityczny został wykorzystany w 1969 roku do pokrywania sztucznych zastawek serca [15,16], co znacznie zmniejszyło liczbę powikłań zakrzepowych. Syntetyczny węgiel otrzymywany drogą pirolizy wykorzystano celem modyfikacji powierzchni protez naczyniowych oraz implantów kontaktujących się z krwią i innymi rodzajami tkanki łącznej [17,18]. Istotną grupą biomateriałów węglowych wy-

The mean value of mean greyness (median) decreased in week II (from 42.5 in week I to 35.0110), increased in week II and IV (up to 37.85 and 164.257), decreased and increased again in the following weeks (42.1215 in week VI, 46.625 in week VIII and 166.666 in week XII) and finally decreased to 46.5855 in week XVI.

The results of statistical analysis are collected in TABLE 2. The Kruskal-Wallis test, the median test and the Mann-Whitney test indicate (at $P < 0.0001$) that the analysed values depend on the observation time.

To sum up the obtained results the following statements can be formulated:

a. the smallest values indicate the presence of strongly condensed segments of carbon thread in week I and carbon particles in week XII and XVI, corresponding in week I to the condensed structure of fibres, analogous to that of carbon, in the following weeks to the changes of thread structure accompanying the appearance of black carbon particles (week IV, XII and XVI),

b. fluctuations of the highest value indicate fading and structural changes of carbon fibres that correspond to their loosening in week IV and XII,

c. range of confidence interval (interquartile distance) indicates stabilisation of density reflected in its optical density in week II and the greatest greatest in week VI, significant dynamics of changes of the calculated range in week XVI and certain stabilisation in week VI, VIII and XII.

d. revealed are statistically significant differences of the average greyness degree between the examined weeks, as well as significant dependence of the mean degree of greyness on the observation time.

Discussion

The application of carbon in medicine is connected with the occurrence of this element in different forms, such as glass-like or turbostratic carbon [14]. The clinical applications started in 1969, from coating of the artificial valves with pyrolytic carbon [15,16], which remarkably decreased the number of thrombotic complications. The synthetic carbon received by pyrolysis was used in order to modify the surface of vessel prosthesis and of implants having a contact with blood and with other types of connective tissue [17,18]. An important group of carbon biomaterials used in dental surgery and in orthopaedics are screws, plates or nails made of carbon composites [19,20]. In spite of wide application of carbon thread and carbon composites

korzystywanych w chirurgii stomatologicznej jak i w ortopedii stanowią śruby, płytki, gwoździe wykonane z kompozytów węglowych [19,20]. Pomimo szerokiego wykorzystania nici węglowej czy kompozytów węglowych piśmiennictwo z zakresu biotolerancji tkankowej czy biodegradacji tych materiałów jest bardzo skąpe. Badania Jenkinsa i wsp. [21], implantujących włókna węglowe w miejsce doświadczalnego uszkodzenia ścięgien wykazały brak odrzucenia przez organizm owcy implantu oraz stopniowy rozpad włókien węglowych. Stewart i Watson [22] omawiając reakcje tkankowe na materiały węglowe, zwracają uwagę na skąpość oraz szybkie wygasanie nacieku zapalnego. Badania żywic poliakrylowych, prekursorów biomateriałów wykonanych z węgla turbostratycznego, używanych w stomatologii wykazały również, że wraz ze wzrostem temperatury polimeryzacji ujawniają się cechy ich pęcznienia, dostrzegalne zarówno w mikroskopie elektronowym skaningowym jak i w mikroskopie świetlnym [23]. W chwili obecnej nie wskazano jednak użytecznego i powtarzalnego parametru oceny biodegradacji nici czy włókien węglowej. Należy założyć, że szwy wykonane z nici węglowej będą ulegały wieloczynnikowej biodegradacji. Proces ten będzie sumą naprzemiennych naprężeń tkankowych przenoszonych na strukturę nici - szwu, zmęczenia materiału na skutek zginania, działania komórek żernych oraz biochemicznych zmian środowiska blizny. Niewątpliwie będzie dochodziło do pękania i fragmentacji nici węglowej na krótsze fragmenty i być może pomiar długości poszczególnych odcinków nici znajdujących się w strukturze blizny mógłby dostarczyć informacji bezpośredniej, o skuteczności i trwałości szwu. Przesłanki do wykorzystania cyfrowej analizy obrazu wynikały ze wstępnych obserwacji morfologicznych, dokonywanych na materiale histopatologicznym w ustalonych przedziałach czasowych. Wstępnie oceniona zmienność szarości zilustrowana jako brzeżne czy naprzemiennie rozjaśnienia włókien węglowych zyskała odzwierciedlenie w ocenie cyfrowej gęstości optycznej, zilustrowanej jako średni stopień szarości. Dane cyfrowe mogą także wskazywać na niejednorodność nici węglowej, polegającej na zmiennej gęstości, co ulega zaznaczeniu wkrótce po implantacji nici, podczas działania zarówno sił mechanicznych jak i biologicznych procesów degradacyjnych. Obrazy mikroskopowe, wskazujące na zmienną barwliwość włókien węglowych powtarzają się w kolejnych tygodniach obserwacji, trzecim, czwartym, natomiast w tygodniu VI pojawiają się owalne drobiny resztek nici węglowej, odpowiadające drobinom grafitu. Biorąc pod uwagę spostrzeżenia zarówno wskazujące na pęcznienie polimerów [23], jak i obserwacji i pomiarów pojedynczych badanych włókien czy implantowanych struktur [3,11] należy wnosić o naprzemiennie występujących zmianach gęstości włókien węglowych, co można tłumaczyć bądź zwiększonym nasyceniem włókien płynami tkankowymi oraz następowym zagęszczaniem ich struktury, względnie zmianą konformacji struktur turbostratycznych tworzących nić lub włókno węglowe, ujawniającymi się podczas upływu czasu, czy biodegradacji. Powyżej opisane zjawisko nie zostało jednak skomentowane w dostępnym piśmiennictwie. Próba wyjaśnienia tak sformułowanej koncepcji stają się właśnie wyniki pomiaru gęstości optycznej włókien, przedstawione jako analiza średniego stopnia szarości. Każdy analizowany okres obserwacji posiada średni stopień szarości znamienne różniący się od pozostałych. Wartości średniego stopnia szarości odzwierciedlającego gęstość optyczną czyli pośrednio gęstość badanej struktury wskazują na nieznaczne zagęszczenie w II tygodniu, rozrzedzenie struktury nieznaczne w III oraz bardzo wyraźne w IV tygodniu, ponowne zagęszczenie w VI i VIII tygodniu, rozluźnienie struktury w XII i zagęszczenie w XVI tygodniu.

Całością powyżej opisanych wyników pomiarów przemawia za cykliczną biodegradacją włókien węglowych, prze-

there are not many data in the literature on tissue biotolerance or biodegradation of those materials. The investigations by Jenkins et al. [21], who implanted carbon fibres in the experimentally damaged tendons of a sheep, showed no rejection of the implant and gradual decomposition of the carbon fibres. Steward and Watson [22], on discussing the tissue reactions on carbon materials, drew attention to small and rapidly disappearing inflammatory infiltration. The examination of polyacrylic resins as precursors of biomaterials prepared from turbostratic carbon, used in dental surgery, indicated also that with the increasing polymerisation temperature the symptoms of swelling became visible in both scanning electron microscope and in light microscope [23]. Up to now a useful and reproducible parameter enabling the evaluation of carbon thread or fibrin biodegradation has not been found. It should be assumed that the sutures made of carbon thread would undergo multifactorial biodegradation. This process would be a sum of alternating stresses transferred to the thread structure, fatigue of the material due to bending, activity of phagocytes and biochemical changes within the scar. Undoubtedly the carbon thread would undergo fracturing and fragmentation and maybe the measurement of thread segments in the scar area would give direct information on the effectiveness and durability of the suture. The idea of using the digital image analysis originated from the preliminary morphological observations of the histopathological specimens after fixed time intervals. The preliminary evaluation of greyness changes illustrated as edge fading or alternating fading of carbon fibres was reflected in the digital evaluation of optical density expressed as an mean greyness level. The digital values may also indicate the non-homogeneity of carbon thread, such as varying density, which is possible to observe soon after the implantation of the thread under the influence of mechanical and biological degradation processes. The microscopic images, indicating varying stainability of the carbon fibres are observed repeatedly in consecutive weeks of experiment: week II, IV but in week VI there appear oval particles of carbon thread remains, i.e. graphite. When the facts indicating polymer swelling [23] are taken into consideration together with the observations and measurements of single fibres or implanted structures [3,11] it becomes clear that carbon fibres undergo alternating changes in density. This can be explained by an increased saturation of fibres with the tissue fluids and sequential thickening of their structure or by a changing conformation of turbostratic structures making up the carbon thread or fibre, manifesting themselves with the passage of time or biodegradation progress. The above phenomenon has not been discussed in the literature. The results of optical density measurements and the analysis of mean level degree of greyness may be helpful in justifying the concept formulated above. Every observation period analysed is characteristic by the average degree of greyness, significantly different from others. The values of the average greyness degree, reflecting optical density and indirectly density of the examined structure, indicate slight thickening in week II and slight loosening in week III and remarkable loosening in week IV, then thickening in weeks VI and VIII, loosening in week XII and finally thickening in week XVI.

All of the obtained results testify to cyclic biodegradation of carbon fibres that involve repeated fibre density variations.

biegającą ze zmianami gęstości włókien, pojawiającą się naprzemiennie.

Wnioski

Średnia szarość włókien węglowych odzwierciedlająca ich gęstość optyczną ulega cyklicznym wahaniom istotnie różnić się w kolejnych okresach obserwacyjnych.

Średnia szarość włókien węglowych może być obiektywnym parametrem analizy obrazu opisującym proces ich biodegradacji.

Piśmiennictwo

- [1] Benson J.: "Elemental carbon as a biomaterial". J Biomed Mater Res Symp 1971;2:41-7
- [2] Cieślak T., Pogorzelska-Stronczak B., Szczurek Z., Sabat D.: "Obserwacje nad wpływem włókniny węglowej na gojenie się tkanki kostnej w ubytkach pooperacyjnych wyrostków zębodołowych szczęk" Materiały III Konferencji "Biomateriały Węglowe" Ryto 1992, 23-28
- [3] Cieślak T.: "Płytki i śruby z kompozytu węgiel-węgiel do zespolenia odłamów żuchwy. Badania doświadczalne i kliniczne." Rozprawa habilitacyjna. Śl.A.M. Katowice 1993r.
- [4] Cieślak T., Pogorzelska-Stronczak B.: "Kilkuletnia ocena gojenia ubytków kości wyrostków zębodołowych w obecności włókniny węglowej" Materiały VI Konferencji "Biomateriały Węglowe i Ceramiczne", Ryto 1995, 35-37
- [5] Cronin A.J., Llewelyn J., Hopkins R.: "Complications of use of carbon fibre in the temporomandibular joint: a case report." Br J Oral Maxillofac Surg. 1992;30:186-9
- [6] Pogorzelska-Stronczak B., Skulski St., Cieślak T., Szczurek Z.: "Zastosowanie nici węglowych do szycia ran błony śluzowej oraz łączenia odłamów żuchwy. Badania doświadczalne" w: Kuś W.M. (red.): "Biomateriały w Medycynie" Drukarnia Agencji Poligraficzno-Wydawniczej KARNIOWICE, 1993, 228-231
- [7] Pogorzelska-Stronczak B., Szczurek Z., Cieślak T., Sabat D.: "Badania doświadczalne i kliniczne nad wpływem włókniny węglowej na gojenie ubytków kości szczęk" w: Kuś W.M. (red.): "Biomateriały w Medycynie" Drukarnia Agencji Poligraficzno-Wydawniczej KARNIOWICE, 1993, 232-235
- [8] Błażewicz M., Błażewicz S., Wajler C.: "Mechanical and implant behaviour of chemically modified carbon braids" Ceramics Int 1994;20:99-103
- [9] Cieślak T., Pogorzelska-Stronczak B., Szczurek Z., Skulski S., Sabat D.: "Technika skaningowa w ocenie płytek i śrub z kompozytu węgiel-węgiel stosowanych do zespolenia żuchwy" Inż Mater 1993;5:142-3
- [10] Pogorzelska-Stronczak B., Skulski S., Szczurek Z., Cieślak T.: "Ocena powierzchni nici węglowej umieszczonej w tkance kostnej żuchwy królików na podstawie badań w mikroskopie skaningowym" Inż Mater 1993;5:127-8

Conclusions

Mean greyness of carbon fibres reflecting their optical density undergoes cyclic fluctuations, differing in consecutive observation periods. Mean greyness of carbon fibres can be used as an objective parameter of the image analysis to describe the biodegradation process.

References

- [11] Skulski S.: "Ocena przydatności nici węglowej do zespolenia odłamów żuchwy na podstawie badań doświadczalnych" rozprawa doktorska, Śl.A.M. Zabrze 1993 r.
- [12] Siegel P.: "Nonparametric statistics". McGraw Hill New York 1957
- [13] SPSS v.6.0 for Windows. MANUAL. SPSS Inc. 1993.
- [14] Ismail I.M.K., Rodgers S.L.: "Comparison between fullerene and forms of well-known carbons. Carbon 1992;30:229-39
- [15] Borkos J.C.: "Carbon biomedical devices" Carbon 1977;15:355-71
- [16] Haubold A.D., Shim H.S., Bokros J.C.: "Carbon Biomedical devices" w: Williams D.F.(red): "Biocompatibility of clinical implant materials", vol.II, CRC Press, Boca Raton 1982
- [17] Bjork V.O.: "The pyrolytic carbon occluder for the Bjork-Shiley tilting disc valve prosthesis" Scand J Thorac Cardiovasc Surg 1972;6:109-113
- [18] Louis J.P., Dabadie M.: "Fibrous carbon implants for the maintenance of bone volume after tooth avulsion. Biomaterials 1990;11:525-528
- [19] Jenkins G.M., Carvalho F.X.: "Biomedical applications of carbon fibre reinforced carbon in implanted prostheses". Carbon 1977;15:33-37
- [20] Prakash R., Marwah S., Goel S.C., Tuli S.M.: "Carbon fibre reinforced epoxy implants for bridging large osteoperiosteal gaps". Biomaterials 1988;9:198-202
- [21] Jenkins D.H.R., Forster I.W., McKibbin B., Ralis Z.A.: "Induction of tendon and ligament formation by carbon implant". J Bone Joint Surg 1977;59B:53
- [22] Stewart C.M., Watson R.E.: "Experimental oral foreign body reactions. Commonly employed dental materials". Oral Surg Oral Med Oral Pathol. 1990; 69:713-9
- [23] Vallittu PK; Ruyter IE; Nat R.: "The swelling phenomenon of acrylic resin polymer teeth at the interface with denture base polymers", J.Prosthet.Dent., 1997; 78: 194-9

ZASTOSOWANIE OCENY STOPNIA MINERALIZACJI JAWNEJ BADANEJ PRZY UŻYCIU MIKROSKOPU SKANINGOWEGO W DIAGNOSTYCE NOWOTWORÓW ZŁOŚLIWYCH JAMY USTNEJ

TADEUSZ CIEŚLIK*, TOMASZ J. MĘCIK*, ZBIGNIEW SZCZUREK**, DANIEL SABAT**

* I KATEDRA I KLINIKA CHIRURGII SZCZĘKOWO-TWARZOWEJ ŚLĄSKIEJ AKADEMII MEDYCZNEJ W ZABRZU;

** I KATEDRA I ZAKŁAD PATOMORFOLOGII ŚLĄSKIEJ AKADEMII MEDYCZNEJ W ZABRZU;

Streszczenie

Rokowanie w chorobie nowotworowej zależy głównie od wczesnego rozpoznania. Etiopatogeneza raka płaskonabłonkowego jamy ustnej jest przedmiotem badań i pozostaje nadal niewyjaśniona. Wprowadzenie do diagnostyki medycznej mikroskopii skaningowej może przybliżyć obraz zmian jakie zachodzą w tkankach objętych procesem nowotworowym. Analizie poddano 62 preparaty pochodzące od osób obojga płci z rozpoznanym histopatologicznie nowotworem płaskonabłonkowym zlokalizowanym w różnych miejscach jamy ustnej. Autorzy potwierdzili pełną przydatność metody w badaniach nowotworów złośliwych jamy ustnej.

Słowa kluczowe: rak płaskonabłonkowy, diagnostyka, mikroskop elektronowy, mineralizacja jawa,

Wstęp

Nowotwory jamy ustnej stanowią na świecie około 3% ogółu nowotworów złośliwych [1]. W Polsce odsetki te wynoszą średnio około 2.5% [2]. Przeważająca część z nich to rak płaskonabłonkowy (RP) o różnym stopniu zróżnicowania. Wartości procentowe udziału raka płaskonabłonkowego w ogólnej ilości nowotworów jamy ustnej są zależne od czynników geograficznych, etnicznych i socjalno-ekonomicznych [3].

Pomimo znacznego rozwoju metod leczniczych RP jamy ustnej w dalszym ciągu obserwuje się znaczną śmiertelność. Stąd duża część świata nauki skupiła się nad udoskonalaniem różnorodnych metod obrazowania nowotworów. Jedną z nich jest obrazowanie tkanek zmienionych chorobowo przy pomocy mikroskopu skaningowego.

Mikroskopia skaningowa jest odmianą mikroskopu elektronowego, w którym wiązka elektronów o średnicy do 1000 Å bombarduje powierzchnię badanego preparatu, omiatając ją w sposób liniowy - skanując. Padające na powierzchnie próbki elektrony powodują emisję elektro-

APPLICATION OF SCANNING ELECTRON MICROSCOPY IN THE EVALUATION OF EVIDENT MINERALIZATION DEGREE IN THE DIAGNOSTICS OF ORAL CAVITY CARCINOMAS

...?...

TADEUSZ CIEŚLIK*, TOMASZ J. MĘCIK*, ZBIGNIEW SZCZUREK**, DANIEL SABAT**

* I DEPARTMENT OF MAXILLOFACIAL SURGERY SILESIA ACADEMY OF MEDICINE IN ZABRZE

** I DEPARTMENT OF PATHOMORFOLOGY SILESIA ACADEMY OF MEDICINE IN ZABRZE

Summary

Prognosis in carcinoma depends mainly on early diagnosis. Etiopathogenesis of squamous oral epithelium carcinoma is continually under investigation and remains unclear. The introduction of scanning electron microscopy (SEM) into medical diagnostics may clear up the picture of lesions taking place in carcinous tissue. 62 preparations from patients of both sexes with histopathologically confirmed squamous cell carcinoma located in oral cavity were analysed. The authors confirmed the usefulness of the method in the study of squamous oral epithelium carcinomas.

Key words: squamous cell carcinoma, diagnostics, electron microscopy, evident mineralization

Introduction

Oral cavity carcinomas make up about 3% of all carcinomas [1]. In Poland, the percentage is about 2.5% [2]. Most of them are squamous cell carcinomas (SCC) with various differentiation degree. The percentage of squamous cell carcinomas in the total amount of carcinomas depends on geographic, ethnic, social and economical factors [3].

Despite considerable improvement of treatment methods of squamous oral epithelium carcinoma, a significant number of deaths is observed. Therefore, the scientists around the world concentrate on different methods of picturing the carcinoma. One of them is picturing the infected tissue by scanning electron microscopy.

Scanning electron microscopy is an analytical method in which an electron beam, diameter of up to 1000 Å, sweeps or scans the surface of a preparation. This induces emission of electrons from the sample in the range of X-radiation. The scanning electron microscope having a big depth of field enables observation of samples with

nów z samej próbki i wywołują jej emisję w zakresie promieniowania rentgenowskiego. Mikroskop skaningowy posiadając dużą głębie ostrości umożliwia uzyskiwanie obrazu z powierzchni próbek o znacznie zróżnicowanej morfologii. Celem badań była ocena przydatności mikroskopii skaningowej SEM w diagnostyce nowotworów złośliwych jamy ustnej - w oparciu o występowanie mineralizacji jawnej nowotworu.

Material i metody

Materiał do badań stanowiły 62 bloczki paraplasterowe pochodzące od pacjentów w wieku od 40 - 79 roku życia z rozpoznaniem histopatologicznym RP jamy ustnej. Kostki paraplasterowe pochodziły w całości z archiwum Zakładu Patomorfologii Śl.A.M. w Zabrze. Grupę kontrolną stanowiły fragmenty błony śluzowej jamy ustnej pobrane od 20 osób w trakcie chirurgicznego opracowania ran u pacjentów leczonych operacyjnie w Klinice z powodu przetok ustno-zatokowych po ekstrakcjach zębów przedtrzonowych w szczęcie oraz zębów zatrzymanych w szczęcie i żuchwie*. Badania drobnowidowe zostały przeprowadzone przy pomocy mikroskopu skaningowego JEOL JSM 5400**. Analizowano mikroskopowe struktury tkanek oraz ich budowę wewnętrzną, oceniając głównie centralną i brzeżną część preparatów histopatologicznych. Obserwacje obejmujące analizę wewnętrzną struktury tkanek wykonano przy powiększeniach 500 oraz 5000 razy. Materiał tkankowy przygotowywano w sposób typowy - zgodnie z zasadami obowiązującymi w mikroskopii skaningowej - i napyłano go 24 karatowym złotem. Wyniki udokumentowano mikrofotografiami analizowanych obszarów.

* Uzyskano zgodę komisji ds. wykonywania Badań na Ludziach przy Śl.A.M.

** Badania wykonano w Pracowni Biomineralogii A.G.H. w Krakowie - Kierownik - Prof. dr hab. inż. Maciej Pawlikowski

Wyniki

W analizowanej grupie preparatów pochodzących od osób chorych stwierdzono występowanie ziarnistych form substancji mineralnych. Grupowały się one w strefach najbliższych komórkom nowotworowym. W badanym materiale większość ziaren mineralnych charakteryzowała się występowaniem niedojrzałych form kulistych o trudnej do zdefiniowania strukturze (RYS. 1). Miejscami również zauważono formy dojrzałe, które charakteryzowały się ostrymi obrysami, przypominającymi swoją budową kryształ (RYS. 2). Dokładna analiza preparatów wykazała także moment przejścia mineralizacji jawnej niedojrzałej w dojrzałą (RYS. 3). W grupie porównawczej nie obserwowano żadnych form mineralizacji jawnej. Wyjątek stanowiły próbki tkankowe pacjentów w grupie wiekowej powyżej 70 roku życia u których stwierdzono występowanie mineralizacji jawnej niedojrzałej (RYS. 4).

Dyskusja

Nasze badania wykazały jak istotna jest obserwacja mineralizacji wtórnej - patologicznej organizmu człowieka żyjącego. Jest ona efektem zaburzeń funkcjonalnych tkanek i narządów.

Nie spotkaliśmy doniesień traktujących o występowaniu mineralizacji jawnej w RP. Pawlikowski wspomina jednak o występowaniu ziaren mineralnych w mięsaku tkanki łącznej, o charakterze mineralizacji niedojrzałej [4]. Ten

much different morphology. The aim of this study was to evaluate the usefulness of scanning electron microscopy in the diagnostics of squamous oral epithelium carcinomas based on evident mineralization of the carcinoma.

Materials and methods

The experimental material included 62 paraplast blocks from the patients, age from 40 to 79, with histopathologically diagnosed SCC of oral cavity. The paraplast blocks were received from the archives of Pathomorphology Department, Silesian Medical University in Zabrze. The control group consisted of fragments of oral mucosa taken from 20 people during the debridement of wounds on surgical treatment connected with the oro-antral fistula formed after extractions of the premolar teeth in maxilla and unerupted teeth remaining in maxilla and mandible. The examinations were performed with a scanning electron microscope JEOL JSM 5400. The microscopic tissue structures and their internal constitution were analysed; mainly marginal and central part of the preparations were evaluated. The observations including internal structure of the tissue were made at magnifications 500 and 5000. The tissue material was prepared in a standard way. Prior to analysis a thin film of 24 carat gold was deposited on its surface. The results were recorded as microphotographs of the analysed areas.

Results

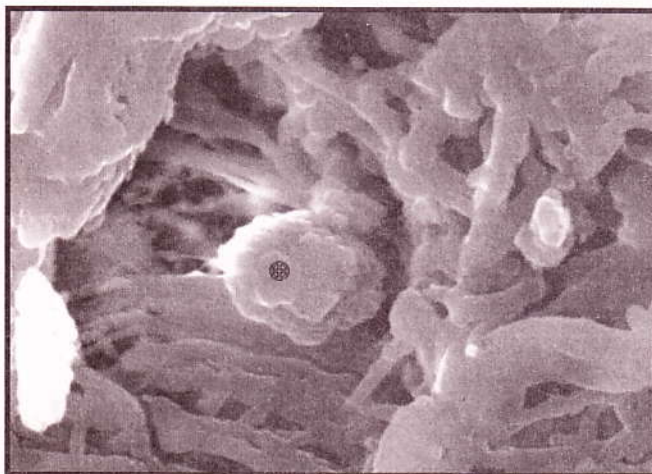
In the analysed group of preparations from ill people, some grainy forms of mineral substances were found. They accumulated in the zones closest to carcinous cells. In our experimental material, most of the mineral grains were characterised by immature spherical forms having a structure difficult to define (FIG. 1). In some areas there were also mature forms characterised by sharp outlines, resembling a crystalline structure (FIG. 2). The detailed analysis of preparations showed a transition from immature evident mineralization into a mature one (FIG. 3). No forms of evident mineralization were observed in the control group, with some exceptions of the preparations from patients at the age group over 70, where immature evident mineralization was found (FIG. 4).

Discussion

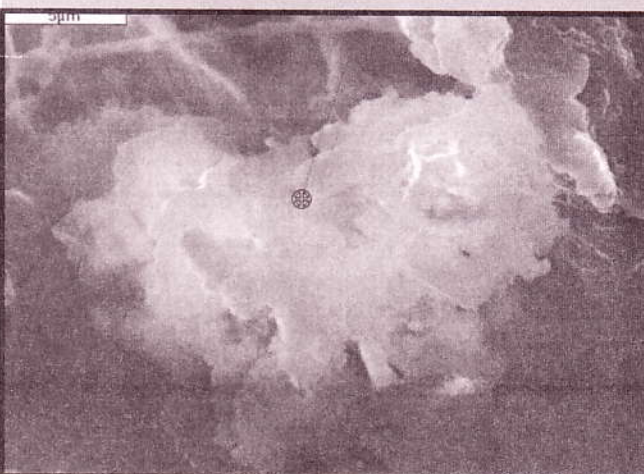
Our study showed how important is the observation of secondary pathologic mineralization for a living human body. It is an effect of functional disorders of tissues and organs. We have not encountered any articles in the literature concerning evident mineralization in SCC. However, Pawlikowski mentions mineral grains located in a connective tissue sarcoma, having the character of immature mineralization (4). The same author also states that it is mostly hidden mineralization that occurs in carcinous tumours. This might result from the fact that the hidden mineralization has not got enough time to transform into the evident mineralization, since a patient usually dies before the phase of evident mineralization is reached (5). This statement is consistent with our results because most of the patients apply for diagnosing and treatment at the stage of high differentiation of carcinoma (G-1).

Conclusions

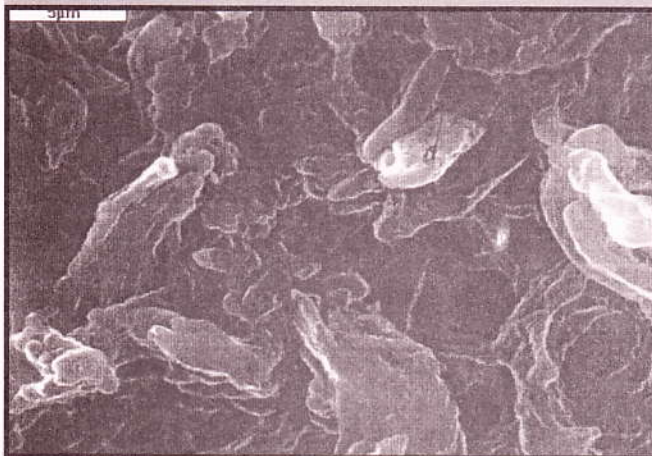
1. Despite the fact that evident mineralization was found in the studied preparations, it cannot be stated that it is a



RYS. 1. Kobieta z rakiem płaskonabłonkowym jamy ustnej. Mineralizacja jawna - niedojrzała (SEM 5000x).
FIG. 1. Woman with cancer located in the oral cavity. Immature evident mineralization (SEM 5000x).



RYS. 2. Mężczyzna z rakiem płaskonabłonkowym jamy ustnej. Mineralizacja jawna - dojrzała, przybierająca formę kryształu (SEM 5000x).
FIG. 2. Man with cancer located in the oral cavity. Mature evident mineralization resembling a crystalline form (SEM 5000x).



RYS. 3. Mężczyzna z rakiem płaskonabłonkowym jamy ustnej. Przemiana mineralizacji jawnej z formy niedojrzałej w dojrzałą (SEM 5000x).
FIG. 3. Man with cancer located in the oral cavity. Transformation of evident mineralization from the immature to mature one (SEM 5000x).



RYS. 4. Mężczyzna z grupy kontrolnej. Mineralizacja jawna - niedojrzała dziąsła (SEM 5000x).
FIG. 4. Man from the control group of healthy people with immature evident mineralization (SEM 5000x).

sam autor w innej pracy stwierdza, że w guzach nowotworowych na ogół występuje mineralizacja ukryta. Wynika to prawdopodobnie stąd, iż mineralizacja ukryta nie ma wystarczająco dużo czasu, by przekształcić się w mineralizację jawną, albowiem zazwyczaj przed osiągnięciem fazy mineralizacji jawnej pacjent umiera [5]. Stwierdzenie to zgadza się z otrzymanymi przez nas wynikami badań - gdyż przeważająca grupa pacjentów zgłaszała się celem podjęcia diagnostyki i leczenia w stadium wysokiego zróżnicowania nowotworu (G - 1).

Wnioski

1. Pomimo występowania mineralizacji jawnej w badanych preparatach nie można ostatecznie stwierdzić, że warunkuje ona występowanie nowotworu.
2. Przeprowadzona analiza za pomocą mikroskopu skaningowego w pełni dowodzi ogromnej przydatności mikroskopii skaningowej w badaniu różnych typów mineralizacji jawnej nowotworów złośliwych jamy ustnej.

necessary condition for the occurrence of carcinoma.

2. The analysis performed in the present study proves the usefulness of scanning electron microscopy in examining different types of evident mineralization of oral cavity carcinomas.

Piśmiennictwo

References

- [1] Chiodo G.T., Einger T., Rosenstein D.J.: Oral cancer detection. The importance of routine screening for prolongation of survival. Postgraduate Med., 1986, 80, 2, 231 - 236.
- [2] Juszyk-Popowska B.: Analiza zachorowań na nowotwory złośliwe w Polsce. Czas. Stomat., 1994, 37, 1, 45 - 48
- [3] Johanson N.W., Walnakalasuriya K.A.: Epidemiology and ethiology of oral cancer in the United Kingdom. Com.Dent.Heal., 1993, 10, 13 - 29.
- [4] Pawlikowski M.: Kryształy w organizmie człowieka. SECESJA, Kraków, 1993, 120 - 125.
- [5] Pawlikowski M.: Sekrety mineralizacji tkanek. P.A.N., Kraków, 1995, 51 - 54.

POTENCJAŁY ELEKTROKINETYCZNE NA GRANICY FAZ: IMPLANT- PŁYNY USTROJOWE

BEATA ZBOROMIRSKA-WNUKIEWICZ*, ADAM SOKOŁOWSKI**, JAN
WNUKIEWICZ***, JOLANTA STANISZEWSKA-KUŚ***

* INSTYTUT ELEKTROTECHNIKI ODDZIAŁ TECHNOLOGII I MATERIAŁOZNAW-
STWA ELEKTRO-TECHNICZNEGO WE WROCŁAWIU

** INSTYTUT TECHNOLOGII ORGANICZNEJ I TWORZYW SZTUCZNYCH
POLITECHNIKI WROCŁAWSKIEJ

*** AKADEMIA MEDYCZNA WE WROCŁAWIU

Streszczenie

W pracy badano potencjały elektrokinetyczne tworzyw bioceramicznych otrzymywanych metodą zol-żel przez zamrażanie, biomateriałów korundowych otrzymywanych metodą tradycyjną oraz zębów króliczych. Jednocześnie wykonano pomiary potencjału elektrokinetycznego - zeta poszczególnych upostaciowanych elementów krwi. Badane potencjały zeta silanowanych i nie modyfikowanych implantów mogą stanowić wstępną selekcję materiałów bioceramicznych.

Słowa kluczowe: materiały bioceramiczne, implanty, potencjał elektrokinetyczny, składowe krwi, płyny fizjologiczne

Wprowadzenie

Podczas wytwarzania współczesnych bioceramicznych kompozytów często występuje potrzeba wprowadzania specyficznych spoiw i stosowania niekonwencjonalnych metod technologicznych do ich otrzymania. Prowadzi się modyfikacje powierzchni, tak, żeby w końcowym efekcie uzyskać optymalne, wcześniej zaprogramowane, właściwości. Jedną z takich niekonwencjonalnych metod jest metoda zol-żel modyfikowana procesem zamrażania. Zastosowanie jako spoiwa polimerów SiO_2 i procesu zamrażania pozwala na sterowanie struktury i tekstury kompozytu bioceramicznego [1]. Oprócz struktury i tekstury kompozytu, bardzo ważne są właściwości powierzchni implantu. Istotna jest jego zwilżalność przez upostaciowane elementy płynów ustrojowych, wielkość energii swobodnej powierzchni, wielkość i rodzaj ładunku elektrostatycznego powierzchni oraz potencjał elektrokinetyczny zeta [2].

Na granicy faz występuje zawsze skok potencjału elektrycznego. Różne procesy mogą poprzedzać ustalenie się równowagi i wytworzenie się warstwy elektrochemicznej. Najbardziej istotnym czynnikiem mającym wpływ na występowanie ładunku na powierzchni jest charakter powierzchni materiału. Warstwa elektrochemiczna i występujący przy tym skok potencjału powstaje w wyniku następujących procesów [2, 3, 4]:

- polaryzacji atomów i cząsteczek ciała stałego w obszarze granicy faz,
- selektywnej adsorpcji anionów i kationów,
- dysocjacji grup jonogennych,
- zróżnicowania stopnia rozpuszczalności jonów na powierzchni ciała stałego itp.

Potencjał elektrokinetyczny można wyznaczyć na podstawie pomiaru ruchliwości elektroforetycznej lub elektro-

ELECTROKINETIC POTENTIALS ON AN IMPLANT-FLUID INTERFACE

BEATA ZBOROMIRSKA-WNUKIEWICZ*, ADAM SOKOŁOWSKI**,
JAN WNUKIEWICZ***, JOLANTA STANISZEWSKA-KUŚ***

* INSTITUTE OF ELECTROTECHNICS, DEPARTMENT OF TECHNOLOGY AND
ELECTROTECHNICAL MATERIALS, WROCŁAW,

** INSTITUTE OF ORGANIC AND POLYMER TECHNOLOGY
WROCŁAW UNIVERSITY OF TECHNOLOGY,

*** WROCŁAW MEDICAL ACADEMY

Abstract

The paper deals with an evaluation of electrokinetic potentials of artificial and natural bodies. Special attention was paid to alumina species obtained by sol-gel inversion at freezing mode and to ordinary corundum. Rabbit teeth served as a reference material in this study. It has been shown that ξ -potential might be very useful for first selection of substrates designated for use as artificial implants.

Key words: ceramic biomaterial, implant, electrokinetic potential, blood element, tissue fluids.

Introduction

Today, the preparation of biocompatible ceramic substrates requires special technology. One approach is directed to bioceramics which structure and texture may be altered during the preparation cycle [1]. Another one is focused on modification of the implant surface. The modification of surface properties results in ξ -potential variation [2].

The following phenomena are involved [2, 3, 4]:

- molecular polarisation within the interface,
- selective adsorption of ions on the solid surface,
- dissociation of surface functional groups,
- various solubilisation of ions into solid surface.

The conventional way to estimate ξ -potential is to evaluate the electrophoretic mobility of small particles in an electric field. The following equation is used in calculation [5]:

$$\zeta = \frac{u4\pi\eta}{D}$$

where: u is the particle mobility, η is the medium viscosity and D its dielectric constant.

The main goal of the presented paper is to show some possibilities of the use of zeta potential measurements in selecting the biocompatible materials.

Materials and methods

Preparation of ceramic substrates.

In the studies two types of ceramics were used:

- A) Specimen A: alumina that contains 95% Al_2O_3 , 3% MgO

osmotycznej w polu elektrycznym. Wyznaczenie go umożliwia następująca zależność [5]:

$$\zeta = \frac{u4\pi\eta}{D}$$

gdzie: u - ruchliwość ziaren w polu elektrycznym, η - lepkość ośrodka ciekłego, D - stała dielektryczna ośrodka.

Głównym celem pracy jest pokazanie możliwości użycia potencjału zeta jako kryterium wstępnej weryfikacji materiałów biokompatybilnych.

Material i metoda

Otrzymywanie ceramicznych surowców.

Badano dwa rodzaje materiałów ceramicznych.

A) Próbką A: tworzywo bioceramiczne otrzymywane metodą zol-żel przez zamrażanie o składzie chemicznym: Al_2O_3 - 95%, MgO - 3%, CaO 2% spajane polimerami SiO_2 w postaci ludoksów firmy Duponta [6],

B) Próbką B: korund otrzymywany metodą tradycyjną o składzie chemicznym wyjściowym: Al_2O_3 - 95%, MgO - 3%, CaCO_3 - 2%.

Powierzchnia implantów modyfikowana była N-b-aminoetylo-g-aminopropylotrimetoksylanem, $\{\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3(\text{OCH}_3)_3\}$ produkowanym pod nazwą Z6020, w sposób opisany poniżej.

Wypalone, w temperaturze 1500°C przez 0.5 godz, implanty ceramiczne poddawano procesowi silanowania. Zwilżano je 0,12% (objętościowo) roztworem silanu w izopropanolu. Implanty pozostawiano na 72 godziny w temp. otoczenia. Roztwór zdekantowano. Implanty suszono w temp. 60°C przez 3 godziny. Następnie wielokrotnie odmywano je do uzyskania roztworu o pH około 6-7, w którym były zanurzone.

Upostaciowane elementy krwi oraz pełną krew otrzymano z Akademii Medycznej we Wrocławiu.

Potencjał elektrokinetyczny zeta mierzono przy użyciu aparatu do pomiaru dynamicznego rozpraszania światła Nicomp 380/ZLS z programem Zeta Potential, produkowanym przez Nicomp Particle Sizing Systems, Santa Barbara Calif. USA. Parametry pomiaru: wartości przyłożonego pola elektrycznego 8-10 V/cm, kąt światłowodowy $19,8^\circ$, kąt rozpraszania $14,7^\circ$, temp pomiaru 23°C .

Dyskusja

Stwierdzono, że modyfikacja powierzchni bioceramicznych substratów przez silan głęboko zmienia właściwości powierzchniowe materiałów. Zmiana pH w czasie próbki biomateriału otrzymanej metodą zol-żel niemodyfikowanej i modyfikowanej silanem po różnych cyklach płukania przedstawiają RYS. 1 i 2.

Potencjały zeta badanych materiałów, po rozdrobnieniu do koloidalnej wielkości cząstek i następnie w niektórych wypadkach po ich silanowaniu podano w TABELI 1.

Wartości potencjału ζ otrzymane dla zmielonego zęba królika, rozpatrywane jako wzorcowe, są zbliżone do próbki A silanowanej powierzchniowo przy użyciu Z-6020. Z drugiej strony, obie niemodyfikowane próbki A i B mają dużo bardziej ujemny potencjał w porównaniu do wzorca. Istotna zmiana wartości potencjałów w kierunku ujemnych wartości świadczy o tym, że struktura i charakter powierzchni odgrywa ważną rolę we właściwościach elektrycznych powierzchni.

W realnym systemie, implanty kontaktują się bezpośrednio z pełną krwią. Wzajemne oddziaływania implant-składniki krwi mogą modyfikować powierzchnię stałą i ule-

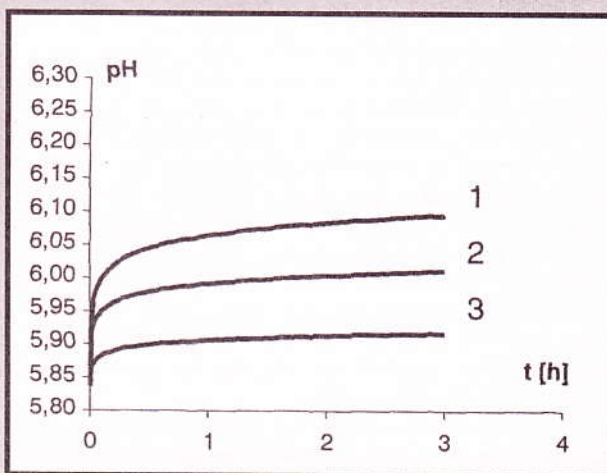
and 2% CaO . The oxide composite was bound by means of a SiO_2 binder (du Point's ludox) [6],

B) Specimen B: ordinary corundum that containing 95% Al_2O_3 , 3% MgO and 2% CaO .

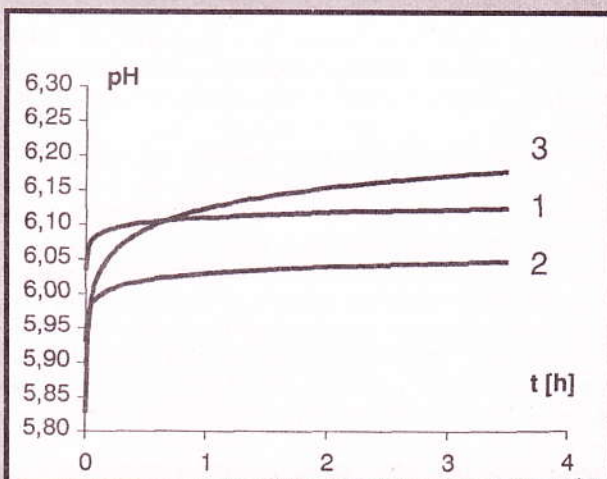
The substrates were surface-modified by N-b-aminoethylo-g-aminopropylotrimethoxy silane, $\{\text{H}_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{NH}(\text{CH}_2)_3(\text{OCH}_3)_3\}$, manufactured under the trade name of Z6020 in the way described below. The ceramics were kept in oven at 1500°C for 0.5 h. Then, after cooling, they were immersed in 0.12% v/v isopropanol solution of Z6020. The substrates were kept there for 72h. Then, they were air-dried and kept at 60°C for 3 hrs. After that time, the modified species were three-times washed with water (FIGS. 1, 2).

Grinding conditions. The prepared substrates were ground to obtain particles of colloidal diameters. These particles were applied in the evaluation of zeta potential. The same conditions were used to grind rabbit's teeth that served as reference.

Zeta potential measurement. The potential was measured in the Nicomp 380/ZLS Dynamic Light Scattering (Zeta



RYS. 1. Próbką A bez modyfikacji powierzchni.
1-jedno płukanie; 2-dwa płukania; 3-trzy płukania.
FIG. 1. Specimen A sample - without surface modification.
1-rinsed once; 2-rinsed twice; 3-rinsed three times.



RYS. 2. Próbką A po modyfikacji
1-jedno płukanie; 2-dwa płukania; 3-trzy płukania.
FIG. 2. Specimen A sample - modified with silane.
1-rinsed once; 2-rinsed twice; 3-rinsed three times.

Substrat Substrate	Potencjał zeta Zeta potential [mV]
Próbka A – niemodyfikowana Specimen A - unmodified	-11.1
Próbka A modyfikowana silanem Specimen A modified with silane	-9.4
Próbka B (korund) – niemodyfikowana Specimen B (corundum) - unmodified	-14.0
Próbka B (korund) – modyfikowana silanem Specimen B (corundum) – modified with silane	-12
Ząb królika Rabbit's teeth	-9.0

TABELA 1. Potencjały zeta badanych substratów
TABLE 1. Zeta potential of the investigated substrates

gać zmianom w trakcie realnego procesu. Potencjały zeta wybranych upostaciowanych elementów krwi i dwu wybranych stałych materiałów z TABELI 1 układają się w następującym szeregu:

Pełna krew (-5,5 mV) > płytki krwi (-6,3 mV) > erytrocyty (-7,8 mV) > plazma krwi (-8,2 mV) > leukocyty (-8,5 mV) " ząb królika (-9,0 mV) " silanowana próbka A (-9,4 mV)

Wartość potencjału zeta cząstek ciekłych i stałych zależy od ich rodzaju i właściwości fazy ciągłej. Rodzaj i stężenie jonów oraz cząstek powierzchniowo aktywnych obecnych w roztworze wpływa na wartość potencjału elektrokinetycznego, powodując nawet zmianę jego znaku. Toteż potencjał próbki żol-żel o modyfikowanej powierzchni różni się od potencjału elektrokinetycznego korundu i zęba króliczego. Jeszcze większe różnice występują na granicach faz różnych biomateriałów i fazy ciekłej, w której występują różne upostaciowane elementy krwi. Ma na to wpływ wielkość cząstek upostaciowanych elementów jak też i ich charakter chemiczny.

W pierwszej fazie po wszczepieniu najistotniejsze znaczenie mają krew pełna, płytki i następnie leukocyty. U ludzi ogólnie zdrowych średni czas krwawienia waha się w granicach od 4 do 8 minut. Czas krzepnięcia krwi zależy głównie od płytek i zawartych w nich składowych kaskady krzepnięcia również u ludzi ogólnie zdrowych, waha się od 8 do 12 minut. Po ustaniu krwawienia i utrwaleniu się skrzepu w następnej fazie istotne znaczenie odgrywiają leukocyty, obserwuje się ich migrację i skupianie wokół wszczepów, albowiem jest to naturalna reakcja zaporowo ochronna przed stanem zapalnym. Wszczep jest ciałem obcym i organizm zawsze podejmuje próbę jego odrzutu na drodze reakcji w postaci miejscowego odczynu zapalnego.

Rolą leukocytów jest wygaszanie tej reakcji. W dalszym etapie gojenia dochodzi do retrakcji skrzepu a więc jego przemiany w struktury tworzące naturalną zabudowę powstałej rany. Chodzi głównie o pączkowanie nowych naczyń krwionośnych włosniczkowych i przedwłosniczkowych określanych jako faza angiogenezy. Pomiedzy zaś tworzącymi się naczyniami powstaje siatka złożona z włókien tkanki łącznej. Ten etap fizjologicznie powinien zakończyć się pomiędzy 8 a 12 dniem od zabiegu. W tym okresie wprowadzony wszczep ma styczność, oprócz omówionych poprzednich upostaciowanych elementów krwi, z pozostałymi składnikami jak osocze, erytrocyty i płytki krwi w tak zwanym płynie wysiękowym. Dalszy etap gojenia wokół wszczepu to tworzenie kostniny pierwotnej trwający około 4 do 6 tygodni i ostatecznie przy braku powikłań zapalnych kostniny wtórnej z pełnym uwapnieniem w okresie 3 do 6 miesięcy.

Porównanie tworzyw bioceramicznych wskazuje na pozytywny wpływ modyfikowania powierzchni przez silanowa-

Potential Windows Based Software) instrument produced by Nicomp Particle Sizing Systems, Santa Barbara, CA, U.S.A. The measurements were performed at the following parameters: electric force (E) of 8-10 V/cm, external fibre angle 18.9 deg, scattering angle 14.7 deg., temperature 23°C.

Discussion

It is well established that the modification of alumina substrate by N-β-aminoethylo-γ-aminopropyltrimethoxy silane deeply alters the surface properties of materials.

The pH changes with time of the biomaterial samples, received by a sol-gel method, unmodified and modified with silane, after different rinsing cycles are presented in FIGS.1 and 2.

When one compares zeta potential of substrates under investigation one notes again this relationship. The calculated data are given in TABLE 1.

The value of zeta potential obtained for rabbit's teeth, considered here as the reference material, is close to that measured for specimen A surface-modified with silane Z-6020. On the other hand, both unmodified ceramics, A and B, have zeta potentials quite large in relation to the reference material. The more negative zeta potentials for the unmodified alumina substrates (specimen A and B) indicate that surface structure and texture play an important role in the surface electrical properties.

In the real system, the implants are in close contact with whole blood. The blood-implant interactions may affect the solid surface and treatment process. The measured zeta potentials of selected elements are shown in the series whole blood (-5.5mV) > blood platelets (-6.3 mV) > erythrocytes (-7.8 mV) > blood plasma (-8.2 mV) > leukocytes (-8.5 mV) " rabbit's teeth (-9,0 mV) " specimen A modified with silane (-9,4 mV)

In the first phase after grafting the most important are whole blood, blood platelets and then leukocytes. In the case of healthy people, the average bleeding time varies between 4 and 8 minutes. The coagulation time of blood depends mainly on blood platelets and on the content of coagulation components, also in the case of generally healthy people and ranges from 8 to 12 minutes. In the next phase, when the bleeding stops and the clot is formed, the important role is played by leukocytes. They migrate and accumulate around the implants because this is a natural defence reaction against the inflammatory state. The implant is a foreign body and the organism always tends to reject it by local inflammatory reaction. The role of leukocytes is to stop this reaction. In the further stage of healing, the clotted blood retraction takes place, i.e. transformation to structures corresponding to the naturally reconstructed tissues. It mostly relies on the gemmation of new blood vessels, capillary and precapillary ones, and is called an angiogenesis phase. Between the vessels there appears a network of connective tissue fibres. This stage should end physiologically between 8th and 12th day from the operation. In this period, in addition to the above-mentioned newly developed blood elements, the implanted graft has contact with other blood components, such as plasma, erythrocytes and blood platelets in the so-called exudate. Further stage of healing the wound around implants comprises the formation of a primitive callus and it lasts for about 4 to 6 weeks and the final stage leading to full calcification, provided that no inflammatory complications of the secondary callus appear, lasts for 3 to 6 months.

Comparison of ceramic biomaterials shows positive effects of surface modification of the investigated specimens A and B with silane. The observed values of zeta potentials between the modified implant and the considered

nie. Obserwowane różnice potencjałów elektrokinetycznych ξ między modyfikowanym tworzywem ceramicznym otrzymywanym metodą zol-żel, a korundem i zębem króliczym przemawiają na korzyść tworzywa o modyfikowanej powierzchni, które ma własności najbardziej zbliżone do naturalnego zęba pod względem oddziaływań elektrostatycznych a upostaciowanymi elementami płynów ustrojowych.

Wnioski

Tworzywo bioceramiczne otrzymywane metodą zol-żel o modyfikowanej powierzchni, poprzez proces silanowania, posiada właściwości elektryczne najbardziej zbliżone do naturalnego zęba króliczego. Stwierdzono, że metoda pomiarów potencjału elektrokinetycznego ξ może być dogodnym i nieinwazyjnym narzędziem do określania przypuszczalnych oddziaływań elektrostatycznych pomiędzy tworzywami ceramicznymi - implantami a upostaciowanymi elementami płynów ustrojowych. Ostateczne wnioski wymagają jeszcze weryfikacji po-przez przeprowadzenie znacznie większej liczby badań.

Piśmiennictwo

- [1] Zboromirska-Wnukiewicz B., Zubiński J.: Method of preparation of sol-gel composite by its freezing, in Composite materials - preparation, properties and usage (in Polish), Proceedings of Civil Engineering Institute, Technical University of Wrocław, Wrocław 1997, pp.245-251.
[2] Sonntag H.: Colloids (in Polish), PWN Warszawa 1982, Chapter 4 and 5.

References

- [3] Kucharska L., Rheological and physicochemical principles of ceramic processes (in Polish), Wrocław Technical University Pub. Wrocław 1976, Chapter 2.
[4] Zboromirska-Wnukiewicz B., Sokołowski A., Gasperowicz A., Surface modification of ceramic supports for immobilization improvements for microorganisms used in fermentation processes (in Polish), Wrocław Technical University Pub., Wrocław 2000, pp. 292-296.
[5] Horitsu H., A study of yeast adsorption on ceramic braeds by zeta potential, Biosc.Biochem. 56, 1992, 1501.
[6] Zboromirska-Wnukiewicz B., Bioceramic composites prepared by sol-gel method, in Biomaterials and mechanics in dentistry (in Polish), Silesian Medical Academy, Katowice 1998, pp. 259-265.

blood elements are close to those of natural rabbit's tooth. The zeta potentials for the unmodified ceramics are significantly different.

Conclusions

Surface-modified alumina behaves better than its unmodified analogue. N- β -aminoethylo- γ -amino-propylo-trimethoxy silane makes the implant surface more haemocompatible and increases the surface zeta potential. Evaluation of zeta potential can be a convenient and non-invasive tool in the selection of suitable ceramic implant materials. However, this conclusion requires verification by a larger number of experimental data.

PRZYDATNOŚĆ CODOGARDU W PROFILAKTYCE ZESPOŁU PRZEDZIAŁÓW POWIĘZIOWYCH

JACEK ŻOŁNOWSKI*, ANDRZEJ DYSZKIEWICZ**

*ODDZIAŁ CHIRURGII URAZOWO-ORTOPEDYCZNEJ
SZPITALA ŚLĄSKIEGO W CIESZYNIE

**ODDZIAŁ REHABILITACJI
SZPITALA ŚLĄSKIEGO W CIESZYNIE

Streszczenie

Prezentowano 3 przypadki praktycznego zastosowania tworzywa poliamidowo-poliuretanowego Codogard w skomplikowanych urazach kończyn, w celu uniknięcia zespołu przedziałów powięziowych. Zwrócono uwagę na powikłania związane z ciężkimi urazami kończyn oraz możliwości lecznicze. Autorzy opisują nieskomplikowaną i szybką metodę skutecznej, doraźnej interwencji, możliwej do zastosowania w każdym oddziale chirurgicznym.

Słowa kluczowe: zespół przedziałów powięziowych, urazy kończyn, Codogard, poliuretan, biomateriały.

USEFULNESS OF CODOGARD IN THE PREVENTION OF COMPARTMENT SYNDROME

JACEK ŻOŁNOWSKI*, ANDRZEJ DYSZKIEWICZ**

*ODDZIAŁ CHIRURGII URAZOWO-ORTOPEDYCZNEJ
SZPITALA ŚLĄSKIEGO W CIESZYNIE

**ODDZIAŁ REHABILITACJI
SZPITALA ŚLĄSKIEGO W CIESZYNIE

Abstract

Three cases of complicated limb injuries are presented, in which the polyamide-polyurethane material Codogard was used in order to avoid the acute compartment syndrome. Attention is drawn to the complications connected with serious limb injuries and possible ways of treatment. The authors describe a simple and quick method of effective immediate intervention, which can be executed in every surgical department.

Key words: compartment syndrome, limb injuries, Codogard, polyurethane, biomaterials.

Ciężkie urazy kończyn, zwłaszcza otwarte, sprawiają niezmienne poważne problemy terapeutyczne wielu oddziałom chirurgicznym. Znajomość możliwych powikłań, pozwala zastosować środki zaradcze. Spośród wielu zagrożeń, na czoło wysuwają się zaburzenia krążenia obwodowego oraz rozwój infekcji, przy czym obydwa te czynniki wykazują wzajemną zależność. Zapewnienie prawidłowego ukrwienia okolicy dotkniętej urazem, jest podstawowym warunkiem dla rekonstrukcji tkanek oraz głównym czynnikiem determinującym przebieg gojenia.

Do jednego z najgroźniejszych zaburzeń ukrwienia kończyn, należy ostry zespół przedziałów powięziowych (ozpp). W 1869 r. Richard von Volkmann opisał przypadek przykurczów mięśniowych w obrębie kończyn górnych, spowodowanych niedokrwieniem [7,9]. Pomimo opisanej w 1911 r. przez Berdenchauera i w 1914 r. przez Murphy'ego fascjotomii, dającej możliwości leczenia, przykurcz Volkmana przez wiele dziesiątków lat pozostawał najcięższym, obok utraty kończyny, powikłaniem urazów okolicy ramienia i stawu łokciowego, najczęściej u dzieci i młodzieży [5,7,11].

Mianem zespołu powięziowego, określa się stan, w którym w wyniku zwiększonego ciśnienia w obrębie jakiegoś przedziału anatomicznego kończyny, dochodzi do zaburzeń krążenia krwi oraz następnych zaburzeń unerwienia i czynności mięśni [4,9].

Na wzrost ciśnienia w obrębie przedziałów powięziowych ma wpływ obrzęk mięśni, wywołany zarówno obrażeniami mechanicznymi czy termicznymi, jak i niedokrwieniem spowodowanym uciskiem lub przerwaniem ciągłości naczyń [4,8,11,13]. Wynaczyniona krew dodatkowo powiększa zawartość przedziałów powięziowych.

Częstość występowania ozpp w złamaniach goleni oceniana jest od kilkunastu do nawet 30% [11]. W przypadkach uszkodzeń urazowych naczyń kończyn dolnych, ozpp podudzia, wymagający wykonania fascjotomii stwierdzono w ponad 70% [8]. Objawy ozpp, niezależnie od przyczyny są podobne: narastający ból kończyny, obrzęk, zaburzenia czucia i osłabienie siły mięśniowej [4,8,11]. Najbardziej charakterystycznym a zarazem najwcześniejszym objawem ozpp jest uporczywy ból, nie ustępujący nawet po silnych lekach analgetycznych. Zachowana świadomość chorego znacznie ułatwia rozpoznanie, poprzez niecierpliwe zgłaszanie dolegliwości bólowych a także możliwość oceny czucia i wykonania ruchów czynnych. Skorelowanie powyższych objawów ze stwierdzonym twardym obrzękiem oraz zmianą zabarwienia kończyny, jest wystarczające do podjęcia decyzji o leczeniu odbarczającym [11]. Inaczej przedstawia się sytuacja u chorych nieprzytomnych lub u chorych poddanych długotrwałemu znieczuleniu, u których niezbędne jest zastosowanie obiektywnego pomiaru ciśnienia tkankowego [1,10,11]. Opisano wiele różnorodnych metod pomiaru ciśnienia tkanek w kończynach podejrzanych o rozwój ozpp. Do najczęściej stosowanych należą metody manometryczne opisane przez Whidesidesa, Matse, Mubarakę [1]. Jako wartość progową ciśnienia tkankowego, wymagającego dekompresji, przyjmuje się najczęściej 30 mmHg (dokładna wartość ciśnienia zależy od indywidualnych właściwości reologicznych: gradientu tętniczko-żylnego, oporu naczyniowego i lepkości krwi) [1,5,10,11].

Stosowane dawniej próby leczenia zachowawczego, polegające na ochłodzeniu kończyny, elewacji czy farmakoterapii oraz tzw. "obserwacja kończyn", doprowadzały do poważnych powikłań z utratą kończyny włącznie. Wraz z rozwojem chirurgii naczyniowej, zaczęto dostrzegać korzyści wczesnej dekompresji przedziałów powięziowych, wykonując fascjotomię równocześnie a nawet przed rekonstrukcją naczyń [8,14].

Introduction

Serious limb injuries, especially compound ones, cause invariably serious therapeutic problems for surgical departments. The knowledge of possible complications enables the application of remedial measures. Among many dangers peripheral circulation disturbances and development of infections take the leading place; both of them being mutually dependent. Maintaining the normal blood supply to the region affected by the injury, is the basic condition for the reconstruction of tissues and the main factor determining the course of healing.

One of the most dangerous disturbances of the limb blood supply is that of acute compartment syndrome. In 1869 Richard von Volkmann described cases of muscular contractures in upper limbs caused by ischaemia [7,9]. Despite fasciotomy, described in 1911 by Berdenchauer and in 1914 by Murphy, which gives some possibilities of treatment, Volkmann's contracture, along with the loss of a limb, have remained the most serious complications in the injuries of arm- and elbow-joint region, especially among children and young people [5,7,11].

The condition, in which an increased pressure in an anatomic compartment of a limb results in blood circulatory disturbances and further nerve supply disturbances, as well as dysfunction of muscles, is called fascial syndrome [4,9]. Myodema has an influence on the pressure rise in fascial compartments and is caused by mechanical or thermal damage as well as ischaemia due to vessel compression or breakage [4,8,11,13]. Extravasated blood additionally enlarges the contents of fascial compartments.

The acute compartment syndrome occurs in up to 30% of shin fractures [11]. In the injuries to lower limb vessels, the acute compartment syndrome in the shank, that required fasciotomy, was affirmed in 70% cases [8]. Signs of acute compartment syndrome, regardless its cause, are similar: increasing pain, swelling, dysaesthesia and decreased muscle power [4,8,11]. Persistent pain, which does not cease even on taking strong analgetic drugs, is the most characteristic and, at the same time, the earliest sign of acute compartment syndrome. Consciousness of the patient makes the diagnosis easier: he impatiently complains of ailments and it is possible to evaluate the sensitivity and performance of active movements. The appearance of the above-mentioned syndromes, as well as the affirmed hard swelling and changed colour of the limb, are sufficient to decide about the decompression treatment [11]. The situation of unconscious patients or patients after a long-lasting anaesthesia is completely different. An objective tissue pressure must be taken in such cases [1,10,11]. Many different methods of taking the tissue pressure in limbs suspected of the acute compartment syndrome have been described. The most often used ones are manometric methods described by Whidesidesa, Matse and Mubarak [1]. The threshold value of tissue pressure which requires decompression is 30 mmHg (the exact value of the pressure depends on individual rheological properties: arteriovenous gradient, vascular resistance and blood viscosity) [1,5,10,11].

Conservative therapy, which used to be applied, such as: cooling of a limb, elevation or pharmacotherapy and 'observation of a limb', caused serious complications, loss of a limb inclusive. Together with the development of vascular surgery the advantages of early decompression in fascial compartments were noticed and the fasciotomy was carried out simultaneously or even earlier than the reconstruction of vessels [8,14].

Nowadays the immediate execution of extensive fasciotomy is considered to be the only effective way of treat-

Współcześnie uważa się, że jedynym skutecznym leczeniem jest niezwłoczne wykonanie rozległej fascjotomii [4,8,10,11,14]. Istnieje wiele sposobów wykonania fascjotomii w zależności od miejscowych warunków anatomicznych i doświadczenia chirurga. Z punktu widzenia klinicznego w obrębie ramienia, przedramienia, ręki, uda i stopy wyróżnia się po dwa przedziały powięziowe - po stronie zginaczy i po stronie prostowników. Na podudziu rozróżnia się 4 przedziały powięziowe: przedni, boczny, tylny powierzchowny i tylny głęboki [11,15]. Spośród różnego rodzaju fascjotomii, najmniej skuteczną pod względem hemodynamicznym okazała się fascjotomia podskórna a najskuteczniejszą na podudziu - wycięcie kości strzałkowej (fibulektomia) [8]. Wskazania do fascjotomii, najczęściej występują w obrębie podudzia. W przypadkach ozpp po urazach otwartych, należy liczyć się z rozwojem ciężkich, rozległych infekcji. W odbarzeniach ozpp, czynnikiem decydującym o powodzeniu, jest czas upływający od pojawienia się objawów do wykonania fascjotomii oraz jej rozległość. Skuteczność odbarzenia oceniamy po cofnięciu się objawów ozpp. Ranę po fascjotomii pozostawia się na otwarty, do późniejszego zeszcicia po ustąpieniu obrzęku tkanek lub pokrywa przeszczepem skóry pośredniej grubości [4,8,10]. Niekiedy pokrywa się ranę czasowo środkiem zastępującym skórę np. epigardem [11].

Nie rozpoznany ozpp lub opóźnione wykonanie fascjotomii, jest przyczyną groźnych, najczęściej nieodwracalnych powikłań, od niedowładów nerwów obwodowych, poprzez utrwalone przykurcze mięśniowe, do utraty kończyny włącznie. Należy pamiętać, że do zaburzeń funkcji nerwów dochodzi zaledwie po upływie 30 minut istnienia niedokrwienia, zaś do nieodwracalnych zaburzeń ich czynności, po upływie 12-24 godzin całkowitego niedokrwienia. Zaburzenia czynności mięśni występują po upływie 2-4 godzin niedokrwienia, a zmiany nieodwracalne, już po upływie 4-12 godzin [4,11].

Opis przypadków

1. Pacjent J.K. lat 50, nr ks. gł. 5025/99, w wyniku wkręcenia prawej kończyny górnej w wał korbowy, doznał otwartego złamania 1/3 dalszej trzonu kości ramiennej II° z uszkodzeniem tętnicy ramiennej. Stwierdzono ranę tłuczoną ramienia długości 5 cm oraz cechy stłuczenia skóry w jej okolicy, bez ubytków. Doraźnie, po zrewidowaniu cewnikiem Fogarty'ego i przepłukaniu heparyną, dokonano zespolenia kikutów tętnicy koniec do końca, na poziomie 2cm dogłównowo od trójpodziału. Rewizja nerwów nie wykazała ich uszkodzeń. Następnie po repozycji odłamów kostnych, zespolono je samodociskową płytką A-O.

Z powodu znacznego obrzęku mięśni i niemożności zbliżenia brzegów skóry, dokonano częściowego zeszcicia skóry, a w przestrzeń między oddalonymi brzegami rany, wszyto łatę z Codogardu 15x5cm. Skóra ramienia po zabiegu luźna z wyraźną grą naczyń. Łączny czas operacji - 3 godziny. Podwieszenie kończyny operowanej na chustce trójkątnej. Przebieg pooperacyjny niepowikłany. Po 12 dniach od operacji, usunięto Codogard, pokrywając czystą, dobrze ukrwioną ziarninę, przeszczepem skóry pośredniej grubości. W 11 dobie po przeszczepie skóry, wypisano pacjenta z wygojoną raną do leczenia ambulatoryjnego. Dalsze prowadzenie bez unieruchomienia zewnętrznego z wcześniej wdrożoną rehabilitacją. Zrost kostny w ustawieniu anatomicznym oraz powrót funkcji kończyny, bez zaburzeń ukrwienia i unerwienia kończyny, stwierdzono po 4 miesiącach od urazu.

2. Pacjent R.K. lat 22, nr ks. gł. 11347/99, doznał urazu przedramienia prawego szybą drzwiową. Przy przyjęciu do szpitala, stwierdzono dwie poprzeczne rany cięte na powierzchni dłoniowej przedramienia: na wysokości 1/3 dal-

ment [4,8,10,11,14]. There are many ways of executing the fasciotomy; the method depends on local anatomic conditions and the surgeon's experience. From the clinical point of view in arm, forearm, hand, thigh and foot regions there are two fascial compartments: on the flexor and on the extensor muscle side. In the shank there are four fascial compartments: anterior, lateral, posterior superficial and posterior deep [11,15]. Among different kinds of fasciotomy the least effective haemodynamically was the subcutaneous fasciotomy, and the most effective one - in the shank: cutting out the calf bone (fibulaectomy) [8]. Indications for fasciotomy appear most often in the shank region. In the cases of acute compartment syndrome the development of serious and extensive infections should be taken into account. In decompressions of acute compartment syndrome the effectiveness depends on time between the occurrence of symptoms and the execution of fasciotomy and on its extent. The effectiveness of decompression is judged after the subsidence of symptoms of the acute compartment syndrome. The fasciotomy wound is left gaping to be sutured later, when the tissue is no longer swollen, or to be covered by skin graft of mean thickness [4,8,10]. Sometimes the wound is temporarily covered by a substitute material e.g. epigard [11].

Unrecognised acute compartment syndrome or fasciotomy executed too late, may cause dangerous and, most often, irreversible complications such as peripheral nerves paresis, persistent muscular contractions or loss of a limb. It should be remembered that some disturbances of nerve functioning occur after only 30 minutes of ischaemia and the irreversible disturbances - after 12-24 hours of complete ischaemia. Disturbances of muscle functioning occur after 2-4 hours of ischaemia and the irreversible changes - after only 4-12 hours [4,11].

Description of individual cases

1. Patient J.K. 50 years old, no. 5025/99, as a result of putting his right upper limb in a crankshaft, sustained a compound fracture in the lower 1/3 of the shaft of the humeral bone (II°) together with brachial artery damage. A contused, 5-cm long, arm injury and features of skin contusion around it, without defects, were affirmed. Directly on verification by means of Fogarty's catheter and rinsing with heparin, the end-to-end stump anastomosis was executed. Control of the nerves did not indicate any damage. Then, after repositioning, the fragments of fractured bone were joined by means of the autocompressive plate A-O. Because of massive myodema and impossibility of bringing the skin edges closer, partial skin suture was executed and a patch of Codogard (15x5cm) was sutured into the space between the wound edges. The skin on the arm was loose and vascular functions were clearly visible after the operation. Duration of the whole surgical procedure: 3 hours. Suspension of the limb with a triangular bandage. Postoperative course uncomplicated. Twelve days after the operation the Codogard was removed and clean, granulation tissue well supplied with blood, was covered with skin graft of mean thickness. On the eleventh day after the suturing of skin graft, the patient with the healed-up wound was released for ambulatory treatment. Further management without external immobilisation and with early rehabilitation. Union of the fractured bone in anatomic position and return of limb functions, without disturbances in blood or nerve supply, were affirmed 4 months after the injury.

2. Patient R.K. 22 years old, no. 11347/99, suffered from injury to his right forearm caused by a door pane. On admission to hospital two transverse incised wounds were af-

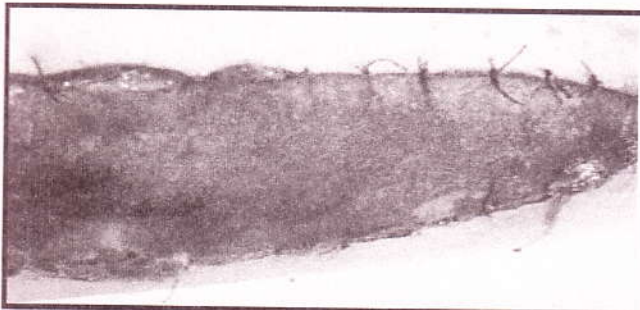
szej, rana długości 10cm i na poziomie nadgarstka rana długości 8 cm. W wyniku zranienia, doszło do całkowitego przecięcia ścięgien powierzchownego i głębokiego zginacza palców od II do V, ścięgna długiego zginacza kciuka, ścięgna promieniowego zginacza nadgarstka, tętnicy promieniowej oraz dwupoziomowego przecięcia nerwu pośrodkowego w odstępnie 3 cm. Po udrożnieniu kikutów tętnicy promieniowej cewnikiem Fogaty'ego i przeplukaniu heparyną, wykonano zespolenie tętnicy koniec do końca. Następnie zespolono zmodyfikowanym szwem Kesslera, końce wszystkich przeciętych ścięgien z wyjątkiem promieniowego zginacza nadgarstka i mięśnia dłoniowego długiego. Kikuty nerwu pośrodkowego zespolono szwami epineuralnymi na obu poziomach uszkodzenia. Próba doraźnego zeszczenia ran skóry, nie powiodła się z powodu znacznego obrzęku w obrębie przedramienia. Zdecydowano się na zamknięcie rany częściowo szwami węzłkowymi a oddalone brzegi skóry połączono poprzez wszycie łaty z Codogardu o wymiarach 5x3 cm. Czas trwania zabiegu 3,5 godziny. Po zabiegu skóra w obrębie przedramienia luźna, różowa z żywą grą naczyniową. Złożono szynę gipsową przedramienną. Przebieg pooperacyjny niepowikłany, codzienna zmiana opatrunku z nasączaniem Codogardu środkiem antyseptycznym (Dodosept). Po 7 dniach leczenia szpitalnego, pacjent wypisany bez dolegliwości do dalszego leczenia ambulatoryjnego.

Po 15 dniach od operacji, przyjęty ponownie do szpitala. W znieczuleniu miejscowym, nasiętkowym, usunięto Codogard. Stwierdzono czystą, dobrze ukrwioną ziarninę. Okolica dotknięta urazem bez obrzęku. Po mobilizacji brzegów, dokonano wtórnego zeszczenia rany. Po kolejnych 14 dniach nastąpiło wygojenie rany. Szynę gipsową usunięto po 6 tygodniach od urazu, wdrażając leczenie usprawniające. Po 3 miesiącach uzyskano powrót pełnej funkcji ruchowej ręki prawej. Z powodu utrzymującego się zaburzenia czucia, skierowano pacjenta do kliniki urazowej w celu wykonania zabiegu rekonstrukcyjnego nerwu pośrodkowego.

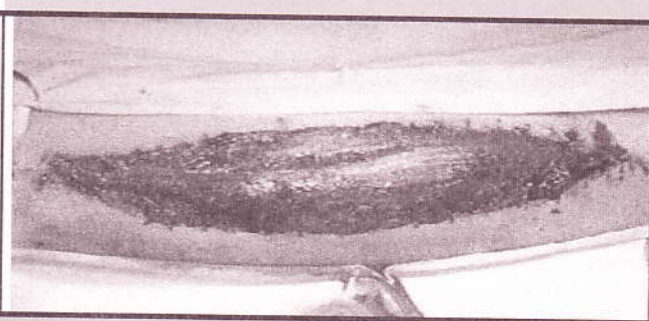
3. Pacjentka A.G. lat 18 nr ks. gł. 3691/00, w wyniku potrącenia przez samochód, doznała otwartego, wieloodłamowego złamania I0 trzonu kości udowej prawej w 1/3 dalszej z uszkodzeniem tętnicy i żyły udowej. Dokonano zespolenia złamania kości udowej stabilizatorem Zespol a następnie wykonano zespolenie żyły udowej koniec do końca oraz wycięcia kilkucentymetrowego odcinka stłuczonej tętnicy udowej. Z użyciem wstawki żyły odpiszczelowej, zrekonstruowano tętnicę, przywracając krążenie w uszkodzonej kończynie. Z powodu dużych trudności w zamknięciu rany operacyjnej, wywołanych masywnym obrzękiem mięśni, wszyto między oddalone brzegi rany, łatę z Codogardu o rozmiarach 25x5cm. Czas trwania operacji 4 godziny. W przebiegu pooperacyjnym, wystąpiła niewielka martwica opuszki palucha oraz niedowład nerwu strzałkowego. Codziennie zmieniano opatrunki, nasączając Codogard płynem dezynfekcyjnym (Dodosept), (RYS. 1). Po 18 dniach leczenia uzyskano znaczne ustąpienie obrzęku uda prawego co pozwoliło usunąć Codogard. Stwierdzono czystą, dobrze ukrwioną ziarninę (RYS. 2). Dokonano zamknięcia rany, zeszywając jej brzegi bez trudności (RYS. 3). Wygojenie tak zeszytej rany uda, nastąpiło po 14 dniach z pozostawieniem liniowej blizny pooperacyjnej (RYS. 4). Wypisano pacjentkę bez unieruchomienia zewnętrznego, do dalszego leczenia ambulatoryjnego. Po 7 tygodniach od operacji, nastąpiła destabilizacja zespolenia. Unieruchomiono prawą kończynę dolną w gipsie stopowo-biodrowym na dalsze 4 tygodnie, uzyskując zrost. Poprzez intensywną rehabilitację w ciągu kolejnych 6 miesięcy, nastąpił powrót funkcji prawej kończyny dolnej z wyjątkiem utrzymującego się porażenia nerwu strzałkowego.

firmed on the palmar surface - on the lower 1/3 a wound of 10 cm and on the wrist level - a wound of 8 cm. The affirmed injuries comprised the tenotomies of: superficial flexor muscle of fingers, deep flexor muscle of fingers II to V, long flexor muscle of thumb, radial flexor muscle of wrist, as well as the arteriotomy of radial artery and the neurotomy of median nerve at two levels, distant by 3 cm. After restoring radial artery patency by means of Fogarty's catheter and rinsing with heparin, end-to-end anastomosis was executed. Then the ends of all the cut tendons, except radial flexor of wrist and long palmar muscle, were joined by modified Kessler's suture. Median nerve stumps were joined at both injured levels by epineural suture. An effort to suture the skin wounds immediately failed because of considerable swelling in the arm region. It was decided that the wound would be partially closed by noose suture and the remote edges joined by means of a Codogard patch (5x3 cm). Duration of the whole operation procedure - 3,5 hours. The skin in the arm region was loose and pink, vascular functions were clearly visible after the operation. Forearm splint plaster was put on. Postoperative course was uncomplicated, dressing was changed every day and the Codogard patch was soaked with antiseptic liquid (Dodosept). After seven days of hospital treatment, the patient was released for further ambulatory treatment. Fifteen days after the operation he was admitted to hospital again. Under local infiltration anaesthesia, the Codogard patch was removed and clean, granulation tissue well supplied with blood was affirmed. The region affected by the injury did not show any swelling. After the mobilisation of wound edges, secondary suture was performed. Fourteen days later the wound was healed-up. The splint plaster was removed 6 weeks after the injury and rehabilitation treatment was introduced. After three months, all motor functions of the right hand returned. Because of remaining dysaesthesia, the patient was referred to hospital for a reconstructive operation on the median nerve.

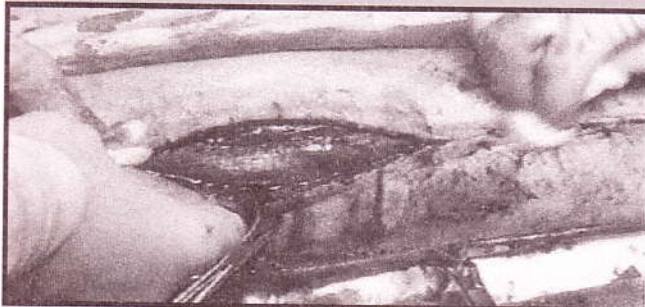
3. Patient A.G. 18 years old no. 3691/00, as a result of being run down by a car suffered from an open comminuted fracture (I0) of the shaft of the thigh bone in the lower 1/3 together with damage to the femoral artery and femoral vein. The fractured thighbone was put together by means of a Zespol stabiliser and then the end-to-end anastomosis of the femoral vein was created. The arterectomy of the contused segment of the femoral artery was executed. The circulation in the injured limb was restored by reconstruction of the artery by means of an intermediate lamella of the saphenous vein. Because of serious difficulties in closing the surgical wound, caused by massive myodema, a patch of Codogard was sutured (25x5cm) between the remote edges of the wound. The duration of the whole operating procedure - 4 hours. During the postoperative course a minor necrosis in the pulp of the hallux and paresis of peroneal nerve occurred. The dressing was changed every day and the Codogard was soaked with antiseptic liquid (Dodosept), (FIG. 1). After eighteen days of treatment the right thigh swelling reduced considerably and removal of the Codogard was possible. Clean, granulation tissue well supplied with blood, was affirmed (FIG. 2). The wound edges were sutured without any difficulties (FIG. 3). Healing of the sutured wound took fourteen days and left a line-shaped postoperative scar (FIG. 4). The patient was released without outside immobilisation for further ambulatory treatment. Seven weeks after the operation destabilisation of the connection occurred. The right lower limb was immobilised in plaster for next four weeks and the union of fractured bone was obtained. By means of intensive rehabilitation during the next six months the functions of the right lower limb returned, except continuing peroneal nerve paralysis.



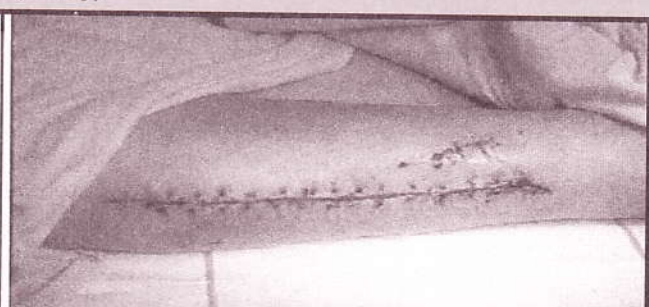
RYS. 1. Rana uda pokryta Codogardem (18 doba).
FIG. 1. The thigh wound covered with Codogard (18 day).



RYS. 2. Rana uda po usunięciu Codogardu (18 doba).
FIG. 2. The thigh wound after extraction of Codogard (18 day).



RYS. 3. Zamykanie rany uda szwami wtórnymi (po usunięciu Codogardu).
FIG. 3. Closing of the thigh wound with secondary sutures after the Codogard extraction.



RYS. 4. 14 doba po wtórnym zeszytciu rany uda.
FIG. 4. The thigh wound appearance 14 days after laying secondary sutures.

Omówienie

W przedstawionych przypadkach skomplikowanych urazów kończyn, obok problemu rekonstrukcji naczyń, ścięgien czy kości, wystąpił istotny problem zamknięcia ran. Należy zwrócić uwagę, że w żadnym z tych przypadków nie było pierwotnych ubytków skóry a niemożność zamknięcia rany wynikała z obrzęku tkanek. W zamkniętych urazach, to właśnie obrzęk stłuczonych czy niedokrwionych tkanek jest w stanie wywołać ozpp, co zmusza do wykonania cięć odbarczających (fascjotomii). Z doświadczeń chirurgów naczyniowych wynika jednoznacznie, że w ozpp spowodowanych urazami kończyn, ze współistniejącymi uszkodzeniami naczyniowymi, najlepsze wyniki daje fascjotomia wykonana jednocześnie z rekonstrukcją naczyń (doraźne rozcięcie powięzi, prawie dwukrotnie częściej pozwoliło uratować kończynę) [8,14,15]. W urazach otwartych, lub zamkniętych leczonych operacyjnie, "fascjotomia" jest dokonana w chwili zranienia albo cięcia chirurgicznego. Wynika stąd konieczność pozostawienia rany rozwartej w celu zapobieżenia ozpp.

Obawa przed zakażeniem rany, skłania wielu chirurgów do usiłowania jej zamknięcia za wszelką cenę. Próbuje się zamykać ranę szwami, przy czym w tych razach nie udaje się zeszyć rany warstwowo, zwłaszcza powięzi. Pozostaje więc wentyl bezpieczeństwa w postaci zluźnionej (nie zeszytej) powięzi. Jednakże wynikające z obrzęku naprężenie, przenosi się na skórę i tkankę podskórną, zaciskając sploty naczyniowe skórno-podskórne. Zeszywając zatem jedynie skórę, można uniknąć ciasnoty przedziałów powięziowych lecz nie unika się zmian martwiczych (niedokrwienych) skóry, wiodących do powikłań infekcyjnych [2,3]. Problem rezygnacji z zamykania ran "pod napięciem", jest szeroko omawiany w pracach dotyczących leczenia złamań otwartych [2,3,6,12,16].

Jednym z najczęściej stosowanych sposobów zamykania ran w ubytkach skóry - jest doraźne pokrywanie ich wolnymi przeszczepami pośredniej grubości. W opisywanych przez nas przypadkach nie mieliśmy do czynienia z

Discussion

In the described cases of the complicated limb injuries, alongside the problems of reconstruction of vessels, tendons or bones, the crucial problem of wound closing occurred. Attention should be drawn to the fact that in none of the cases described the skin was defected and the impossibility of closing the wound was caused by tissue swelling. In simple injuries it is the swelling of tissues, contused or afflicted with ischaemia, that may cause acute compartment syndrome, requiring the execution of decompression cuts (fasciotomy). Vascular surgeons experience proves that in acute compartment syndrome, caused by limb injury connected with damage to vessels, the best results are received when fasciotomy is performed together with the reconstruction of vessels (immediate cut in the fascia enabled saving twice as many limbs) [8,14,15]. In open fractures or simple injuries treated by operation, the fasciotomy occurs when the injury is received or when the surgical cut is performed. Because of that, it is necessary to leave the wound gaping to prevent the acute compartment syndrome.

Fear of infecting the wound makes that many surgeons try to close it at all costs. They make attempts to suture the wound but in such cases it is impossible to close the wound, especially the fascia, in layers. A 'safety valve' is left in a form of loose (not sutured) fascia. But tension resulting from swelling is transferred onto skin and subcutaneous tissue and constricts cutaneous-subcutaneous vascular plexuses. By suturing the skin only, the lack of space in fascial compartments may be avoided but not the necrosis changes (ischaemia) of the skin, which may cause infections [2,3]. The problem of refraining from closing wounds 'under tension' is widely discussed in papers dealing with the compound fractures treatment [2,3,6,12,16].

One of the most often applied methods to close wounds, when defect of skin occurs, is immediate coverage with free grafts of mean thickness. In the cases described we did not

ubytkami skóry a jedynie oddaleniem brzegów rany spowodowanych obrzękiem, dlatego też w zapobieganiu ozpp, po leczeniu operacyjnym uszkodzonych tkanek a także po wykonanych fascjotomiach, zastosowanie Codogardu uważamy za bardziej uzasadnione niż stosowanie przeszczepów skóry.

Codogard jest biomateriałem składającym się z gąbki poliuretanowej połączonej z dzianiną poliamidową, stosowany od wielu lat, głównie w oparzeniach i trudno gojących się ranach.

Po odwzorowaniu kształtu rany, wycięty płat Codogardu przykładaliśmy warstwą poliuretanową do rany, przyszywając jego brzegi do brzegów rany. Codziennie przy zmianie opatrunku smarowaliśmy warstwę poliamidową środkiem antyseptycznym. Wszyty Codogard stanowi opatrunek chroniący ranę przed wysychaniem i infekcją z zewnątrz.

W przedstawionych przypadkach nie stwierdziliśmy żadnych objawów infekcji lub nietolerancji użytego biomateriału. Zmiany opatrunków są niebolesne dla pacjenta w odróżnieniu od prowadzenia rany "na otwarty". Po ustąpieniu obrzęku, średnio po kilkunastu dniach, usuwa się Codogard. Czysta, dobrze ukrwiona rana nadaje się do wtórnego zeszczenia. W przypadku małej mobilności skóry, można ranę wtórnie pokryć przeszczepem skóry pośredniej grubości. Gojenie rany zeszytej wtórnie, następuje bez zaburzeń z pozostawieniem linijnej blizny. Przeszczepy skóry natomiast, wgajają się w całości pozostawiając szeroką bliznę oraz dodatkowo bliznę w miejscu biórczym.

Wnioski

1. Zamknięcie rany Codogardem w przypadkach urazów kończyn, powikłanych urazem naczyń, stwarza dogodne warunki jej gojenia, zapobiegając jednocześnie wystąpieniu ostrego zespołu przedziałów powięziowych.
2. Codogard w sposób dostateczny chroni rany przed infekcją, pozwalając na odroczone ich zamknięcie w optymalnym czasie.
3. W przedstawionych przypadkach nie stwierdzono powikłań lub nietolerancji po stosowaniu Codogardu.
4. Codogard jest cennym biomateriałem, powszechnie dostępnym, możliwym do zastosowania w każdym oddziale chirurgicznym.

encounter any defect of skin but only a distance between skin edges caused by swelling. Because of that, we consider the application of Codogard more justified than skin grafts, in the prevention of acute compartment syndrome after operation procedures on the injured tissues.

Codogard is a biomaterial, which consists of polyurethane sponge and polyamide fabric. It has been used for many years especially in cases of burned skin and wounds difficult to heal.

The patch of Codogard, with the shape matching that of the wound, was cut out and put on the wound, polyurethane side down, and its edges were sutured to the edges of the wound. Every day, on changing the dressing, antiseptic liquid was applied to the polyamide side of Codogard. The sutured Codogard patch constitutes a dressing, which protects the wound against xerosis and infection from the outside.

In the cases described, there were no symptoms of infection or intolerance against the biomaterial used. The changes of dressing are painless to the patient as opposed to 'gaping wound'. When the swelling ceased, after a dozen days or so on average, the Codogard was removed. The clean wound well supplied with blood could be sutured again. The healing of such a wound takes place without any disturbances and leaves a line-shaped scar. In the cases of low skin mobility the wound may be secondarily covered by a skin graft of mean thickness but the whole graft heals in and leaves a wide scar and an additional scar in the donor site.

Conclusions

1. Closing the injury with Codogard, in cases of limb injury complicated by vessel injury, creates good conditions for healing and, at the same time, prevents acute compartment syndrome.
2. Codogard protects the wound against infection sufficiently and allows it to be closed later, when it is advantageous for the patient.
3. In the cases described no complication or intolerance was observed on using Codogard.
4. Codogard is a valuable biomaterial widely accessible and can be used in every surgical department.

Piśmiennictwo

- [1] Berezowski K., Kozakiewicz E., Tokarowski A.: W sprawie etiopatogenezy, diagnostyki i leczenia zespołów ciasnoty kanałów powięziowych. Ann. Acad. Med. Siles., 18-19, (1989), 133-137.
- [2] Bielawski J., Kwapisiewicz S., Kowal R.: W sprawie leczenia otwartych złamań goleni z rozległymi obrażeniami tkanek miękkich. Chir. Narz. Ruchu Ortop. Pol., 47, (1982), 257-261.
- [3] Bielawski J.: Profilaktyka i leczenie pourazowego zapalenia kości. Chir. Narz. Ruchu Ortop. Pol., 47, (1982), 437-441.
- [4] Dziak A.: Rozpoznawanie i leczenie zespołów przedziałów powięziowych w obrębie kończyny dolnej. Chir. Narz. Ruchu Ortop. Pol., 47, (1982), 13-18.
- [5] Dziak A.: Zespoły ciasnoty przedziałów powięziowych w obrębie kończyny górnej. Chir. Narz. Ruchu Ortop. Pol., 50, (1985), 1-4.
- [6] Garlicki M.: Chirurgia urazowa. PZWL, Warszawa, 1968.
- [7] Koszla M.M.: Złamania i zwichnięcia u dzieci. PZWL, Warszawa, 1986.
- [8] Motyka M., Majewski E., Gubała M.: Znaczenie wczesnej dekompresji goleni w leczeniu urazów naczyń podkolanowych. Pol. Przegl. Chir., 64, (1992), 799-806.

References

- [9] Oestern H. J.: Kompartment syndrom. Definition, Etiologie, Pathophysiologie. Unfallchirurgie, 94, (1991), 210.
- [10] Ovre S., Hvaal K., Holm I., Stromsoe K., Nordsletten L., Skjeldal S.: Compartment pressure in nailed tibial fractures. A threshold of 30 mmHg for decompression gives 29% fasciotomies. Arch. Orthop. Trauma. Surg., 118, (1998), 29-31.
- [11] Piotrowski W.: Współczesne poglądy na patogenezę i leczenie ostrego zespołu przedziałów powięziowych. Pol. Przegl. Chir., 71, (1999), 535-545.
- [12] Ramotowski W.: Uszkodzenia goleni. W: Traumatologia narządu ruchu, red. Tylman D., Dziak A., t.II, PZWL, Warszawa, 1996.
- [13] Wong L., Spence R. J.: Escharotomy and fasciotomy of the burned upper extremity. Hand Clin., 16, (2000), 165-174. Prace medyczne, PWN, Warszawa-Wrocław, 1981.
- [14] Zapalski S., Chęciński P., Dyszkiewicz W.: Znaczenie fascjotomii w leczeniu ostrego niedokrwienia kończyn. Pol. Przegl. Chir., 56, (1984), 419-422.

BADANIA WŁAŚCIWOŚCI WARSTWY FOSFORANOWEJ NA POWIERZCHNI TYTANU WYTWORZONEJ METODĄ IBAD

JACEK BASZKIEWICZ*, DANUTA KRUPA*, BOGUSŁAW RAJCHEL**,
ADAM BARCZ***, JANUSZ W. SOBCZAK****, ANDRZEJ BILIŃSKI****

* WYDZIAŁ INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ POLITECHNIKI WARSZAWSKIEJ

** INSTYTUT FIZYKI JĄDROWEJ W KRAKOWIE

*** INSTYTUT TECHNIKI ELEKTRONOWEJ W WARSZAWIE

**** INSTYTUT CHEMII FIZYCZNEJ PAN W WARSZAWIE

Streszczenie

W pracy przedstawiono wstępne wyniki badań odporności korozyjnej tytanu pokrytego warstwą fosforanową uzyskaną metodą IBAD. Badania składu chemicznego uzyskanej warstwy prowadzono następującymi metodami: RBS, PIXE, SIMS i XPS. Badania odporności korozyjnej były prowadzone metodami elektrochemicznymi w roztworze symulującym płyn ustrojowy (SBF) w temperaturze pokojowej. Próbkę przed pomiarami elektrochemicznymi eksponowano w warunkach badań przez 13h.

Wyniki badań SIMS wskazują, że na powierzchni tytanu powstaje zewnętrzna warstwa zawierająca wapń, tlen i fosfor. Pod zewnętrzną warstwą istnieje warstwa przejściowa, którą tworzą zaimplantowane w powierzchnię tytanu jony wapnia. Grubość uzyskanych warstw zależy od czasu osadzania. Analiza XPS wskazuje, że w uzyskanej warstwie istnieją fosforany oraz tlenek lub wodorotlenek wapnia.

Na podstawie badań elektrochemicznych stwierdzono, że odporność korozyjna badanych próbek zależy od czasu formowania warstwy.

Słowa kluczowe: tytan, hydroksyapatyt, IBAD, korozja

PROPERTIES OF THE PHOSPHATE LAYER PRODUCED ON TITANIUM SURFACE BY THE IBAD METHOD

...21...

JACEK BASZKIEWICZ*, DANUTA KRUPA*, BOGUSŁAW RAJCHEL**,
ADAM BARCZ***, JANUSZ W. SOBCZAK****, ANDRZEJ BILIŃSKI****

* Department of Materials Science and Engineering,
Warsaw University of Technology in Warsaw

** Institute of Nuclear Physics in Cracow

*** Institute of Electron Technology in Warsaw

**** Institute of Physical Chemistry,
Polish Academy of Science in Warsaw

Abstract

The paper presents preliminary results concerning the corrosion resistance of titanium coated with a phosphate layer produced by the IBAD method. Chemical composition of the layer was determined using the RBS, PIXE, SIMS and XPS methods. The corrosion resistance was measured electrochemically in a simulated body fluid (SBF) at room temperature. Prior to the measurements, the samples were exposed to the test conditions for 13 h.

The SIMS analysis indicates that the layer formed on the titanium surface contains calcium, oxygen and phosphorus. Beneath there is a transition zone, formed by calcium ions implanted into the titanium surface. Thickness of the phosphate layer depends on coating formation time. The XPS analysis shows that the coating contains phosphates and calcium oxide or hydroxide.

Electrochemical examinations indicate that corrosion resistance of the samples depends on coating formation time.

Keywords: titanium, hydroxyapatite, IBAD, corrosion

Introduction

Among the materials used as implants in the human body, titanium and hydroxyapatite have the best properties. Within the human organism, titanium shows high chemical stability whereas hydroxyapatite is able to bind chemically with the bone tissue. Ceramic materials (such as hydroxyapatite) cannot be used alone since they are brittle and have poor impact strength. Titanium and its alloys, on the other hand, have good mechanical properties, but their bioactivity is not as good as that of ceramic materials. The properties of titanium and ceramics can be combined by coating titanium with bioactive layers. The method, which is most often used to deposit the hydroxyapatite coatings on titanium implants, is plasma spraying. Other methods such as ion sputtering, electrochemical deposition, electrophoresis and sol-gel process were also investigated. Recently, several papers have been published concerning the formation of hydroxyapatite layers by the IBAD method [1-5].

The investigations referred to in the present paper are concerned with the chemical composition, structure and solu-

Wstęp

Spośród materiałów stosowanych w medycynie na implanty w ciele ludzkim jednymi z materiałów o najlepszych właściwościach są tytan i hydroksyapatyt. Tytan wykazuje dużą stabilność chemiczną w organizmie ludzkim, natomiast hydroksyapatyt wykazuje zdolność do chemicznego wiązania się z tkanką kostną. Materiały ceramiczne (hydroksyapatyt) nie mogą być stosowane samodzielnie ponieważ są kruche i charakteryzują się niską odpornością na obciążenia udarowe. Natomiast tytan i jego stopy mają dobre właściwości mechaniczne, ale bioaktywność tytanu i jego stopów nie jest tak dobra jak materiałów ceramicznych. Połączenie właściwości tytanu i ceramiki można uzyskać przez nakładanie powłok bioaktywnych na podłoże tytanowe.

Najczęściej stosowaną metodą pokrywania implantów tytanowych hydroksyapatytem jest natryskiwanie plazmowe. Prowadzono również prace nad otrzymywaniem warstw hydroksyapatytu na powierzchni tytanu innymi metodami jak: rozpylanie jonowe, osadzenie elektrochemiczne,

elektroforeza, proces sol-żel. W ostatnim okresie pojawiły się prace na temat otrzymywania warstw hydroksyapatytu metodą IBAD [1-5].

Cytowane prace ograniczały się do badania składu chemicznego, struktury i rozpuszczalności otrzymanych warstw. Brak jest natomiast danych o zachowaniu się metalu podłoża.

Celem niniejszej pracy jest dobór warunków uzyskania warstwy hydroksyapatytu metodą IBAD oraz zbadanie wpływu obecności warstwy na odporność korozyjną podłoża.

Metodyka badań

Przedmiotem badań był tytan o czystości 99,6%. Próbki do badań w postaci krążków o średnicy 14 mm polerowano jednostronnie na lustro. Powłoki hydroksyapatytowe na powierzchni tytanu formowano dwuwiązkową metodą IBAD. W metodzie tej wiązką jonów argonu o energii 25 keV rozpylano powierzchnię płaskiej płyty sprasowanego hydroksyapatytu. Rozpylająca wiązka jonów argonu padała na rozpylaną płytę pod kątem 67° względem normalnej. Tworzącą się powłokę dodatkowo bombardowano wiązką jonów wapnia o energii 25 keV. Wiązka ta bombardowała tworzącą się powłokę równolegle do normalnej do pokrywanej powierzchni. Proces formowania powłok prowadzono w trzech różnych czasach. Pokrywanie powierzchni przeprowadzono w Instytucie Fizyki Jądrowej w Krakowie.

Skład chemiczny wytworzonej warstwy badano metodami: SIMS, XPS, RBS, PIXE. Badania odporności korozyjnej w nie odpowietrzonym roztworze symulującym płyn ustrojowy w temperaturze pokojowej prowadzono dwoma metodami: metodą polaryzacji liniowej (metoda Sterna) i metodą potencjodynamiczną. Skład chemiczny roztworu do badań w mmol/dm³: Na⁺ - 142, K⁺ - 5, Ca²⁺ - 2,5, Mg²⁺ - 11,5, HPO₄²⁻ - 1, HCO₃⁻ - 4,2, SO₄²⁻ - 0,5, Cl⁻ - 192,8 oraz Trizma Base 50. Jako elektrodę odniesienia stosowano nasyconą elektrodę kalomelową. Próbkę przed pomiarami elektrochemicznymi ekspozowano w warunkach badań przez 13h. Polaryzację próbek w stronę anodową rozpoczynano od wartości potencjału -800 mV do wartości potencjału 5000 mV. Szybkość zmian potencjału wynosiła 20 mV/min. Po polaryzacji próbki oglądano za pomocą mikroskopu optycznego i elektronowego mikroskopu skaningowego (SEM).

Wyniki badań

Wyniki badań SIMS.

Na RYS. 1 podano profile stężenia wapnia, fosforu, tlenu i tytanu. Wyniki wskazują, że na powierzchni powstała warstwa zawierająca wapń, tlen i fosfor pod którą istnieje warstwa przejściowa, którą tworzą zaimplantowane w powierzchnię tytanu jony wapnia. Uzyskane profile stężenia badanych pierwiastków są podobne dla wszystkich czasów prowadzenie procesu for-

mowania. There are no data on the behaviour of the deposited layers. There are no data on the behaviour of the substrate metal.

The aim of the present study was to find the optimum conditions of the formation of hydroxyapatite layers by the IBAD method and to examine how the layers affect the corrosion resistance of the substrate.

Materials and methods

The material examined was titanium, purity of 99.6%. The samples in the form of discs, 14 mm in diameter, were polished on one-side to a mirror finish. The hydroxyapatite coatings on titanium surface were produced by a two-beam IBAD method in which the surface of a flat pressed hydroxyapatite plate was sputtered with an argon ion beam, energy of 25keV. The argon ion beam bombarded the plate at an angle of 67° with respect to the normal. Additionally, the surface to be coated was bombarded with calcium ions, energy of 25 keV, incident beam normal to the surface. The process was conducted for three different times. The coatings were produced at the Institute of Nuclear Physics in Krakow.

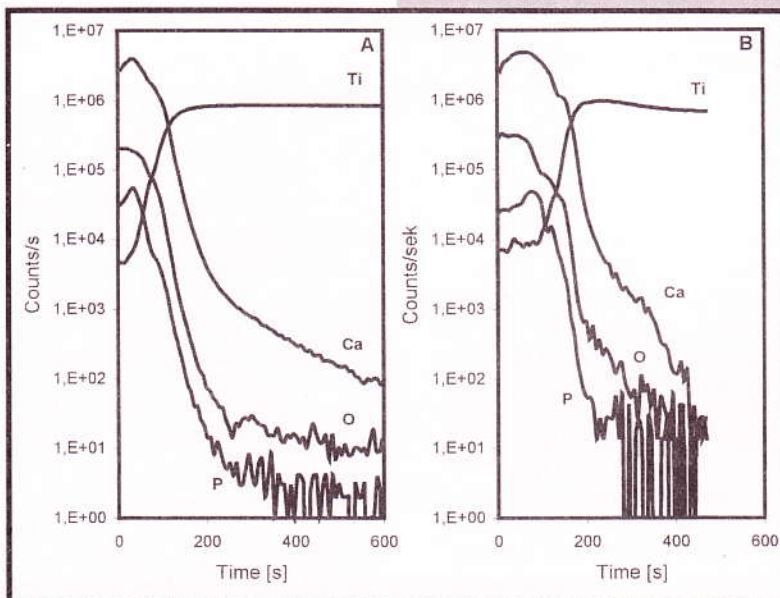
Chemical composition of the deposited layer was examined using the SIMS, XPS, RBS and PIXE methods. The corrosion resistance in a deaerated solution simulating the physiological fluid was measured at room temperature, using two methods: linear polarisation method (Stern's method) and potentiodynamic method. Chemical composition of the test solution was (in mmol/dm³): Na⁺ - 142, K⁺ - 5, Ca²⁺ - 2,5, Mg²⁺ - 11,5, HPO₄²⁻ - 1, HCO₃⁻ - 4,2, SO₄²⁻ - 0,5, Cl⁻ - 192,8 plus a Trizma Base 50. The reference electrode was a saturated calomel electrode. Prior to the electrochemical measurements, the samples were exposed to the test conditions for 13 h. Polarisation of the samples in the anodic direction started from the potential of -800 mV and was gradually raised to +5000 mV. The potential variation rate was 20 mV/min. After the polarisation, the samples were examined under an optical microscope and a scanning electron microscope (SEM).

Results

SIMS results

FIG.1 shows the concentration profiles of calcium, phosphorus, oxygen and titanium. We can see that the layer formed on the surface contains calcium, oxygen and phosphorus; the sub-jacent transition layer contains calcium ions implanted into the titanium surface. The concentration profiles of these elements are similar in all the layers obtained in the present study, irrespective of the duration of the coating process.

The depths of craters formed during the SIMS analysis were



RYS. 1. Profile stężenia wapnia, fosforu, tlenu i tytanu otrzymane dla warstw po różnym czasie formowania: A - 7h 35'; B - 14h.

FIG. 1. Calcium, phosphorus, oxygen and titanium concentration depth profiles in coatings formed for A - 7h 35' and B - 14h.

mowania warstwy.

Pomiary głębokości krateru jaki powstaje w trakcie pomiaru SIMS, wykonane mikroskopem optycznym wskazują, że grubość uzyskanej warstwy po 7,5 godzinach pokrywania wynosi około 1 μm natomiast dla próbki pokrywanej przez 14h wzrasta do około 1,5 μm .

Wyniki badań XPS.

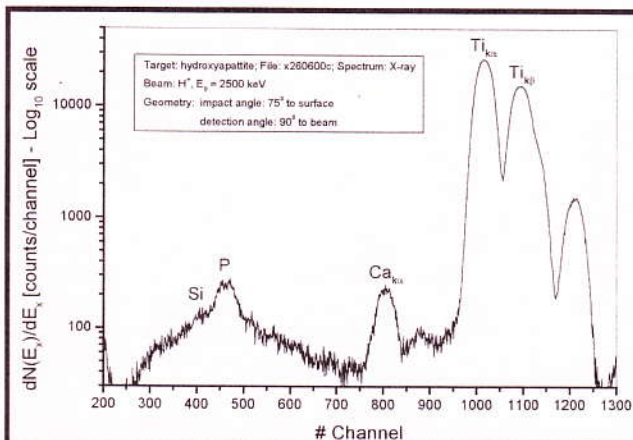
Analizowano warstwę formowaną przez 7h35'. Skład zewnętrznej części warstwy wyrażony w procentach atomowych wynosi: tlen - 55,8%, wapń - 30,6%, węgiel - 6,3% i fosfor - 4,4%. Stwierdzono również obecność krzemu - 2,0% i chloru - 0,7%. Zawartość tytanu wzrosła od 0% na samej powierzchni do 0,2% na głębokości badania.

Analiza widm badanych pierwiastków wskazuje, że fosfor obecny w warstwie tworzy jony $\text{H}_2\text{PO}_4^{-1}$. Tytan istnieje najprawdopodobniej w postaci TiO_2 . Wapń obecny w warstwie istnieje jako składnik fosforanu oraz tworzy tlenek lub wodorotlenek.

Wyniki badań RBS i PIXE

Skład chemiczny, a szczególnie stosunek stężeń $[\text{Ca}]/[\text{P}]$ określono kontrolnie korzystając z detekcji wstecznie rozpraszonych protonów (RBS) oraz promieniowania charakterystycznego wytworzonego poruszając się w bombardowanej substancji wiązką wysokoenergetycznych protonów (PIXE). Widma eksperymentalne PIXE dla hydroksyapatytowej powłoki uformowanej metodą IBA na powierzchni tytanu przedstawiono na RYS. 2. Korzystając z widma PIXE określono stosunek $[\text{Ca}]/[\text{P}] = 1,8$ z błędem 0,4. Tak duży błąd jest spowodowany nałożeniem się linii charakterystycznych promieniowania X pochodzących od Si_K (detektor) oraz P_K .

Na RYS. 3 przedstawiono porównanie widm RBS zmierzonych dla dwóch warstw: jednej formowanej w obecności tylko wiązki jonów argonu i drugiej bombardowanej dodatkowo jonami wapnia.



RYS. 2. Widmo PIXE dla tarczy Ti z uformowaną metodą IBA powłoką hydroksyapatytu.

FIG. 2. The PIXE spectrum for a Ti target with a layer of hydroxyapatite formed by the IBA method.

Wyniki badań elektrochemicznych.

Wyniki badań elektrochemicznych przedstawiono w TABELI 1 i na RYS. 4.

Na podstawie wyników przedstawionych w TABELI 1

measured using an optical microscope. The results show that thickness of the deposited layer is about 1 μm when the coating process was continued for 7.5h and about 1.5 μm when it lasted 14h.

XPS results

The layer examined by XPS was formed for 7h 35'. Composition of the outer zone (in at %) was: oxygen - 55.8, calcium - 30.6, carbon - 6.3, and phosphorus - 4.4. Other elements identified were: silicon - 2.0 % and chlorine - 0.7 %. The titanium content increased from 0% at the surface to 0.2% at the examined depth.

The analysed spectra indicate that phosphorus is present in the layer in the form of $\text{H}_2\text{PO}_4^{-1}$ ions, titanium - most probably in the form of TiO_2 and calcium - as a component of phosphate and as oxide or hydroxide.

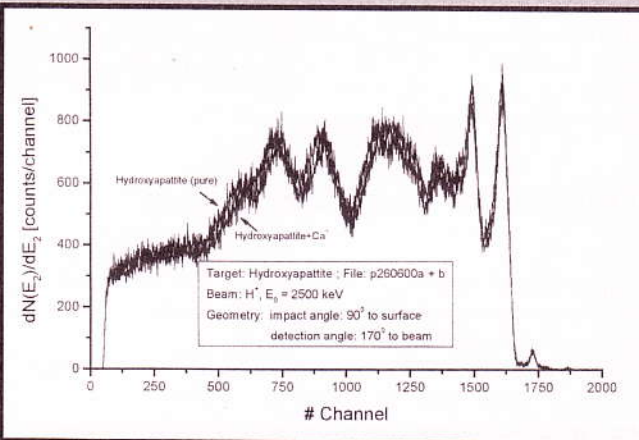
RBS and PIXE results

The chemical composition, in particular the concentration ratio $[\text{Ca}]/[\text{P}]$, was determined using the detection of back-scattered protons (RBS) and the characteristic radiation induced by high-energy protons passing through the bombarded substance (PIXE). The PIXE spectra, obtained for a hydroxyapatite coating formed on titanium surface by the IBA method, are shown in FIG. 2. The $[\text{Ca}]/[\text{P}]$ ratio determined from these spectra was 1.8 with an error of 0.4. This high error is due to the superposition of the X-ray characteristic lines of Si_K induced in Si crystal used as an X-ray detector) and those of P_K .

FIG.3 compares the RBS spectra measured for two different layers: one formed with a beam of argon alone and the other bombarded additionally with calcium ions.

Results of electrochemical examinations

The results are collected in FIG. 4 and TABLE 1. The data in TABLE 1 indicate that the hydroxyapatite layer on titanium lowers the corrosion potential and the polarisation resistance in both layers formed for 4h50' and for 14h. A slight increase of the polarisation resistance was observed in the samples coated for 7h 35'.



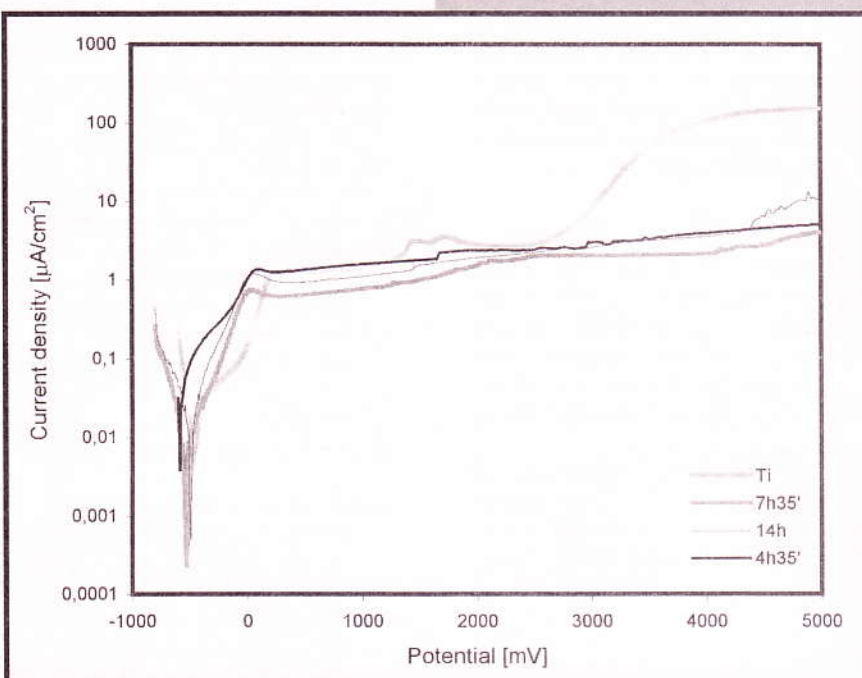
RYS. 3. Porównanie widm RBS zmierzonych dla dwóch próbek: jednej formowanej w obecności wiązki jonów argonu - (Hydroksyapatite pure), drugiej bombardowanej dodatkowo jonami wapnia - (Hydroksyapatite + Ca^+).

FIG. 3. Comparison of RBS spectra for two layers: one formed with a beam of argon ion alone - (Hydroxyapatite pure) and the other bombarded additionally with calcium ions - (Hydroxyapatite + Ca^+).

The anodic polarisation curves obtained for the hydroxyapatite-coated samples show increased anodic current densities within the potential range from -800 to about 0 V (to 1000 mV for the sample coated for 4h 35'). At higher potentials, the anodic current densities are lower compared with the val-

stwierdzono, że obecność warstwy hydroksyapatytu powoduje spadek potencjału korozyjnego, oraz oporu polaryzacji warstw formowanych przez 4h 50' i 14h w porównaniu z czystym tytanem. Nieznaczny wzrost oporu polaryzacji obserwowano dla próbek z warstwą formowaną przez 7h 35'.

Krzywe polaryzacji anodowej uzyskane dla próbek pokrytych warstwą hydroksyapatytu wskazują na podwyższenie gęstości prądów anodowych w zakresie potencjałów od -800 do około 0V (dla próbki pokrywanej przez 4h 35' do 1000 mV), natomiast powyżej tej wartości potencjału gęstości prądów anodowych są niższe w porównaniu z wartościami uzyskanymi dla czystego tytanu. Z próbek pokrywanych warstwą hydroksyapatytu najniższe wartości gęstości prądu anodowego w całym badanym zakresie potencjału wykazała próbka pokrywana przez 7h35'.



RYS. 4. Krzywe polaryzacji anodowej tytanu i tytanu pokrytego warstwą hydroksyapatytu.

FIG. 4. The anodic polarization curves recorded for titanium and titanium with a hydroxyapatite layer.

Rodzaj próbki (czas tworzenia warstwy) Sample (Coating process duration)	Potencjał korozyjny Corrosion potential [mV]	Opór polaryzacji Polarisation resistance [$M\Omega \cdot cm^2$]
Titanium	-112	6,3
4h 50'	-350	3,5
7h 35'	-415	7,5
14h	-350	3,2

TABELA 1. Zestawienie wyników badań elektrochemicznych.

TABLE 1. Results of electrochemical measurements.

Omówienie wyników badań

Uzyskane wyniki badań SIMS, PIXE, RBS wskazują na możliwość zastosowania dwuwieżkowej metody IBAD do formowania powłok hydroksyapatytu.

Wyniki badań SIMS wskazują, że wytworzona na powierzchni tytanu warstwa składa się z warstwy przejściowej i warstwy zewnętrznej. Obecność warstwy przejściowej pozwala przypuszczać, że wytworzona warstwa jest dobrze związana z podłożem.

Wartość stosunku $[Ca]/[P]$ wyznaczona metodą PIXE jest zbliżona do wartości teoretycznej.

W TABELI 2 podano skład chemiczny czystego hydroksyapatytu oraz wyniki badań XPS uzyskane dla wytworzonej warstwy powierzchniowej.

Skład chemiczny uzyskanej warstwy odbiega od teoretycznego składu hydroksyapatytu. Zbyt duża ilość wapnia i zbyt mała ilość fosforu powodują, że stosunek $[Ca]/[P]$ jest znacznie wyższy niż w hydroksyapatycie. Uzyskany wynik różni się od wyniku uzyskanego metodą PIXE. Obserwowana różnica wynika z tego, że wynik PIXE dotyczy składu chemicznego całego przekroju warstwy natomiast wynik XPS odnosi się tylko do warstwy zewnętrznej.

ues recorded for pure titanium. The hydroxyapatite-coated samples showed the lowest anodic current densities within the entire potential range examined when the coating process was carried out for 7h35'.

Discussion

The SIMS, PIXE and RBS results obtained in the present study indicate that the two-beam IBAD method can be used for producing hydroxyapatite coatings on titanium. The fact revealed by SIMS that, in addition to the outer layer the coating contains a subjacent transition layer suggests good adherence of the coating to the substrate.

The average value of the $[Ca]/[P]$ ratio determined by PIXE is close to the theoretical one.

TABLE 2 gives the chemical composition of pure hydroxyapatite, and

the XPS results obtained for a hydroxyapatite coating produced on titanium.

Chemical composition of the coating differs from the theoretical composition of hydroxyapatite. Because of the excess of calcium and the deficiency of phosphorus, the $[Ca]/[P]$ ratio is considerably greater than that of hydroxyapatite. This result is not consistent with the PIXE analysis. The reason is that in the PIXE method the chemical composition is analysed on the whole cross-section of the coating, whereas in the XPS method - merely on the surface.

The results of corrosion tests indicate that corrosion resistance of titanium depends on how long the coating proc-

Material Material	Ca	O	P	$[Ca]/[P]$
Hydroksyapatyt Hydroxyapatite	22,7	59,1	13,6	1,66
Warstwa Coating	30,6	55,8	4,4	6,96

TABELA 2. Skład chemiczny hydroksyapatytu i uzyskanej warstwy [%at].

TABLE 2. The chemical composition of hydroxyapatite and of the coating [at%].

Wyniki badań odporności korozyjnej wykazały, że odporność korozyjna tytanu zależy od czasu formowania warstwy. Najkorzystniejszy efekt obserwowano dla warstw formowanych przez 7h. Dla warstw formowanych poniżej 7 godzin i powyżej 7 godzin obserwowano spadek odporności tytanu. Wyjaśnienie przyczyn obserwowanego zjawiska wymaga dalszych badań.

Wnioski

1. Wstępne wyniki badań wykazały, że metoda IBAD może być wykorzystana do formowania warstwy hydroksyapatytu na powierzchni tytanu. Uzyskane wyniki wskazują na potrzebę większej kontroli stosunku $[Ca]/[P]$.
2. Odporność korozyjna tytanu pokrytego warstwą hydroksyapatytu zależy od czasu formowania. Można przypuszczać, że istnieje optymalny czas formowania warstwy.

Podziękowania

Praca finansowana przez KBN - projekt badawczy nr 7T 08C 00317

Piśmiennictwo

- [1] Yoshinari M., Ohtsuka Y., Dérand T., Thin hydroxyapatite coating produced by the ion beam dynamic mixing method. *Biomaterials* 15(7) (1994) 529-535
- [2] Ohtsuka Y., Matasura M., Chida N., Yoshinari M., Sumii T., Dérand T., Formation of hydroxyapatite coating on pure titanium substrates by ion beam dynamic mixing. *Surf. and Coat. Technol.* 65 (1994) 224-230

ess was continued. The most advantageous result was obtained in the layers formed for 7h. Shorter or longer deposition times lead to decreased corrosion resistance of the coated titanium samples. Explanation of this effect needs further investigations.

Conclusions

1. The preliminary results suggest that the IBAD method can be used for coating titanium with a hydroxyapatite layer. The results obtained in the present study reveal the need for better control of the $[Ca]/[P]$ ratio.
2. The corrosion resistance of titanium coated with a hydroxyapatite layer depends on time of coating process. It is expected that the deposition time can be optimised.

Acknowledgement

This work was supported by the State Committee for Scientific Research project no. 7T 08C 00317

References

- [3] Ektessabi A.M., Surface modification of biomedical implants using ion-beam-assisted sputter deposition. *Nucl. Instr. and Meth. B* 127/128 (1997) 1008-1014
- [4] Choi J., Kim H., Lee I., Ion-beam-assisted deposition (IBAD) of hydroxyapatite coating layer on Ti-based metal substrate. *Biomaterials* 21 (2000) 469-473
- [5] Wang Ch., Chen Z., Guan L., Liu Z., Wang P., Zheng S., Liao X., Structural characterization of ion beam sputter deposited calcium phosphate coatings. *Surf. and Coat. Technol.* 130 (2000) 39-45

Wskazówki dla autorów

Prace do opublikowania w czasopiśmie "Inżynieria Biomateriałów" będą przyjmowane wyłącznie z tłumaczeniem na język angielski.

Prosimy je nadsyłać na dyskietkach wyłącznie w formacie Word 6.x (lub wyższy) wraz z jednym egzemplarzem kontrolnego wydruku i kompletem rysunków i zdjęć.

Możliwe jest również dołączanie ilustracji w różnych formatach grafiki typu .eps, .jpg, .tif, .cdr, .cpt, .gif.

Rozmiar artykułu:

- przeglądowego i pracy oryginalnej - do 10 stron standardowego maszynopisu,
 - komunikatu - do 5 stron,
 - noty technicznej - do 3 stron
- Obowiązuje układ jednostek SI.
Rysunki, tabele i równania powinny być kolejno ponumerowane.

Struktura artykułu:

- streszczenie (do 200 słów),
 - słowa kluczowe (3-10 słów),
 - wprowadzenie,
 - materiał i metodyka,
 - wyniki,
 - dyskusja,
 - wnioski,
 - piśmiennictwo (wg systemu Harvard).
- Odnosniki literaturowe w tekście należy podawać jako kolejne liczby arabskie w nawiasach kwadratowych.

Piśmiennictwo (zawierające nazwiska autorów i skróty ich imion, tytuł artykułu, tytuł czasopisma, tom, rok w nawiasach okrągłych i strony) powinno być zamieszczone na końcu artykułu. Skróty tytułów czasopism należy unikać bądź podawać zgodnie z Chemical Abstract. Cytując książki należy podawać numery odpowiednich rozdziałów.

Nie przewiduje się wypłacania honorariów autorskich.

Prace należy nadsyłać na adres:

Redakcja "Inżynieria Biomateriałów"
Akademia Górniczo - Hutnicza
Katedra Ceramiki Specjalnej
30-059 Kraków, al. Mickiewicza 30/A-3
fax. (48-12) 633-46-30
tel. (48-12) 617-24-62
e-mail: apowroz@uci.agh.edu.pl

Warunki prenumeraty

Wydawnictwo Polskie Stowarzyszenie Biomateriałów w Krakowie przyjmuje zamówienia na prenumeratę, która może obejmować dowolny okres, w którym wydawane są kolejne zeszyty. Zamawiający otrzyma zaprenumerowane zeszyty poczynawszy od daty dokonania wpłaty. Zamówienia wstecz będą realizowane w miarę posiadanych zapasów.

Realizacja zamówienia

Warunkiem realizacji zamówienia jest otrzymanie z banku potwierdzenia dokonania wpłaty przez prenumeratę.

Konto

Polskie Stowarzyszenie Biomateriałów
30-059 Kraków, al. Mickiewicza 30/A-3
Bank Śląski S.A. O/Kraków,
nr rachunku 10501445-1200856001

Należy podać swój adres, tytuł czasopisma, okres prenumeraty i liczbę zamawianych egzemplarzy.

Opłata

roczna - 48,- zł

Instructions to authors

Contributions in English language version should be submitted to:

Editorial Office

"Engineering of Biomaterials"

University of Mining and Metallurgy,

Special Ceramics Department,

Al. Mickiewicza 30/A-3, 30-059 Kraków, Poland

fax. (48-12) 633-46-30, tel. (48-12) 617-24-62,

e-mail: apowroz@uci.agh.edu.pl

Texts should be delivered on a 3.5-inch diskette, accompanied by a printout (with a double spacing) including drawings, photographs, tables etc. Recommended is IBM-compatible MS format, e.g. Word 6.x (or higher). Illustrations can be enclosed on diskettes in the formats: .eps, .jpg, .tif, .cdr, .cpt, .gif.

Advised paper length is:

- review papers and accounts of original unpublished research - up to 10 pages (standard manuscript pages);
- short communications - up to 5 pages;
- technical notes - up to 3 pages.

SI units should be used in the text.

Figures, Tables and Equations should be numbered in corresponding consecutive series of the Arabic numbers.

Layout of the paper should be the following:

- Abstract (up to 200 words)
- Key words (3-10 words)
- Introduction
- Materials and Methods
- Results
- Discussion
- Conclusions
- References

References should be made in the text by using consecutive Arabic numbers in brackets. Full references (including author's surname and abbreviated names, title of the paper, title of the journal, volume, year in parenthesis and pages) should be given in a list at the end of the paper. Abbreviations of journal titles should be avoided or used in accordance with those listed in Chemical Abstracts. Whenever a book is cited, the number of the relevant chapter should be given.

The journal makes no page charges.

Subscription terms

Subscription orders should be addressed to the Polish Society for Biomaterials in Kraków.

The ordered issues will be delivered consecutively starting from the date of payment, acknowledged by the bank.

Earlier issues will be supplied if available.

Subscription rates:

12 months - 48,0 zł
6 months - 24,0 zł

Payment should be made to:

Polish Society for Biomaterials,
Al. Mickiewicza 30/A-3,
30-059 Kraków, Poland
Bank Śląski S.A. O/Kraków,
account no. 10501445-1200856001

It is requested to quote the subscriber's name, title of the journal, desired subscription period and number of the ordered copies.

ŚREDNI STOPIEŃ SZAROŚCI - OBIEKTYWNY PARAMETR BIODegradACJI WŁÓKIEN WĘGLOWYCH

Krzysztof Dąbrówka*, Jerzy Nożyński**, Ewa Zembala - Nożyńska*, Stanisław Błażewicz***

*I Katedra i Zakład Patomorfologii Śląskiej Akademii Medycznej w Katowicach

**Fundacja Rozwoju Kardiochirurgii w Zabrze

***Katedra Ceramiki Specjalnej Akademii Górniczo - Hutniczej w Krakowie

Streszczenie

Oceniano średnio stopień szarości odzwierciedlający gęstość optyczną włókien węglowych implantowanych królikom w okolice tkanki podśluzówkowej w I, II, III, IV, VI, VIII, XII i XVI tygodniu po zabiegu. Badania przeprowadzano wykorzystując system analizy obrazu mikroskopowego. Ocena statystyczna wybranego parametru wykazała cykliczne wahania wartości przeciętnej, mediany, wskazujące na naprzemienne zagęszczanie bądź rozluźnianie struktury włókien węglowych. Średni stopień szarości jest obiektywnym i użytecznym parametrem charakteryzującym biodegradację nici węglowej.

Słowa kluczowe: nić węglowa, średni stopień szarości, biodegradacja, analiza obrazu, patologia

[Inżynieria Biomateriałów, 13, (2001), 3-8]

AVERAGE GREYNESS DEGREE - AS AN OBJECTIVE PARAMETER OF CARBON FIBRE BIODEGRADATION

Krzysztof Dąbrówka*, Jerzy Nożyński**, Ewa Zembala - Nożyńska*, Stanisław Błażewicz***

*I Katedra i Zakład Patomorfologii Śląskiej Akademii Medycznej w Katowicach

**Fundacja Rozwoju Kardiochirurgii w Zabrze

***Katedra Ceramiki Specjalnej Akademii Górniczo - Hutniczej w Krakowie

Abstract

The mean level of greyness reflecting the optical density of carbon fibres implanted in the area of submucosal tissue of rabbits was evaluated after week I, II, III, IV, VI, VIII, XII and XVI from the operation. The investigations were carried out with the aid of the microscopic image analysis. Statistical evaluation of the selected parameter revealed cyclic fluctuations of the mean value and the median, which indicated alternating thickening and loosening of the carbon fibre structure. The mean level of greyness is an objective and useful parameter that characterises the biodegradation of carbon suture.

Key words: carbon suture, mean level of greyness, biodegradation, image analysis, pathology
{Engineering of Biomaterials, 13, (2001), 3-8}

ZASTOSOWANIE OCENY STOPNIA MINERALIZACJI JAWNEJ BADANEJ PRZY UŻYCIU MIKROSKOPU SKANINGOWEGO W DIAGNOSTYCE NOWOTWORÓW ZŁOŚLIWYCH JAMY USTNEJ

Tadeusz Cieślak*, Tomasz J. Męcik*, Zbigniew Szczurek**, Daniel Sabat**

* I Katedra i Klinika Chirurgii Szcękowo-Twarzowej Śląskiej Akademii Medycznej w Zabrzu;

** I Katedra i Zakład Patomorfologii Śląskiej Akademii Medycznej w Zabrzu;

Streszczenie

Rokowanie w chorobie nowotworowej zależy głównie od wczesnego rozpoznania. Etiopatogeneza raka płaskonabłonkowego jamy ustnej jest przedmiotem badań i pozostaje nadal niewyjaśniona. Wprowadzenie do diagnostyki medycznej mikroskopii skaningowej może przybliżyć obraz zmian jakie zachodzą w tkankach objętych procesem nowotworowym. Analizie poddano 62 preparaty pochodzące od osób obojga płci z rozpoznanym histopatologicznie nowotworem płaskonabłonkowym zlokalizowanym w różnych miejscach

jamy ustnej. Autorzy potwierdzili pełną przydatność metody w badaniach nowotworów złośliwych jamy ustnej.

Słowa kluczowe: rak płaskonabłonkowy, diagnostyka, mikroskop elektronowy, mineralizacja jamna,

[Inżynieria Biomateriałów, 13, (2001), 9-11]

APPLICATION OF SCANNING ELECTRON MICROSCOPY IN THE EVALUATION OF EVIDENT MINERALIZATION DEGREE IN THE DIAGNOSTICS OF ORAL CAVITY CARCINOMAS

Tadeusz Cieślak*, Tomasz J. Męcik*, Zbigniew Szczurek**, Daniel Sabat**

* I Department of Maxillofacial Surgery Silesian Academy of Medicine in Zabrze

** I Department of Pathomorfology Silesian Academy of Medicine in Zabrze

Abstract

Prognosis in carcinoma depends mainly on early diagnosis. Etiopathogenesis of squamous oral epithelium carcinoma is continually under investigation and remains unclear. The introduction of scanning electron microscopy (SEM) into medical diagnostics may clear up the picture of lesions taking place in carcinous tissue. 62 preparations from patients of both sexes with histopathologically confirmed squamous cell carcinoma located in oral cavity were analysed. The authors confirmed the usefulness of the method in the study of squamous oral epithelium carcinomas.

Key words: squamous cell carcinoma, diagnostics, electron microscopy, evident mineralization

[Engineering of Biomaterials, 13, (2001), 9-11]

POTENCJAŁY ELEKTROKINETYCZNE NA GRANICY FAZ: IMPLANT-PŁYNY USTROJOWE

Beata Zboromirska-Wnukiewicz*, Adam Sokołowski**, Jan Wnukiewicz***, Jolanta Staniszevska-Kuś***

* Instytut Elektrotechniki Oddział Technologii i Materiałoznawstwa Elektro-technicznego we Wrocławiu

** Instytut Technologii Organicznej i Tworzyw Sztucznych Politechniki Wrocławskiej

*** Akademia Medyczna we Wrocławiu

Streszczenie:

W pracy badano potencjały elektrokinetyczne tworzyw bioceramicznych otrzymywanych metodą zol-żel przez zamrażanie, biomateriałów korundowych otrzymywanych metodą tradycyjną oraz zębów króliczych. Jednocześnie wykonano pomiary potencjału elektrokinetycznego -zeta poszczególnych upostaciowanych elementów krwi. Badane potencjały zeta silanowanych i nie modyfikowanych implantów mogą stanowić wstępną selekcję materiałów bioceramicznych.

Słowa kluczowe: materiały bioceramiczne, implanty, potencjał elektrokinetyczny, składowe krwi, płyny fizjologiczne

[Inżynieria Biomateriałów, 13, (2001), 12-15]

ELECTROKINETIC POTENTIALS ON AN IMPLANT-FLUID INTERFACE

Beata Zboromirska-Wnukiewicz*, Adam Sokołowski**, Jan Wnukiewicz***, Jolanta Staniszevska-Kuś***

* Institute of Electrotechnics, Department of Technology and Electrotechnical Materials, Wrocław,

**Institute of Organic and Polymer Technology Wrocław University of Technology,

***Wrocław Medical Academy

Abstract

The paper deals with an evaluation of electrokinetic potentials of artificial and natural bodies. Special attention was paid to alumina species obtained by sol-gel inversion at freezing mode and to ordinary corundum. Rabbit teeth served as a reference material in this study. It has been shown that x-potential might be very useful for first selection of substrates designated for use as artificial implants.

Key words: ceramic biomaterial, implant, electrokinetic potential, blood element, tissue fluids.

[Engineering of Biomaterials, 13, (2001), 12-15]

PRZYDATNOŚĆ CODOGARDU W PROFILAKTYCE ZESPOŁU PRZEDZIAŁÓW POWIĘZIOWYCH

Jacek Żołnowski*, Andrzej Dyszkiewicz**

*Oddział Chirurgii Urazowo-Ortopedycznej Szpitala śląskiego w Cieszynie

**Oddział Rehabilitacji Szpitala Śląskiego w Cieszynie

Streszczenie

Przedstawiono 3 przypadki praktycznego zastosowania tworzywa poliamidowo-poliuretanowego Codogard w skomplikowanych urazach kończyn, w celu uniknięcia zespołu przedziałów powięziowych. Zwrócono uwagę na powikłania związane z ciężkimi urazami kończyn oraz możliwości lecznicze. Autorzy opisują nieskomplikowaną i szybką metodę skutecznej, doraźnej interwencji, możliwej do zastosowania w każdym oddziale chirurgicznym.

Słowa kluczowe: zespół przedziałów powięziowych, urazy kończyn, Codogard, poliuretan, biomateriały.

[Inżynieria Biomateriałów, 13, (2001), 15-20]

USEFULNESS OF CODOGARD IN THE PREVENTION OF COMPARTMENT SYNDROME

Jacek Żołnowski*, Andrzej Dyszkiewicz**

*Oddział Chirurgii Urazowo-Ortopedycznej Szpitala śląskiego w Cieszynie

**Oddział Rehabilitacji Szpitala Śląskiego w Cieszynie

Abstract

Three cases of complicated limb injuries are presented, in which the polyamide-poliurethane material Codogard was used in order to avoid the acute compartment syndrome. Attention is drawn to the complications connected with serious limb injuries and possible ways of treatment. The authors describe a simple and quick method of effective immediate intervention, which can be executed in every surgical department.

Key words: compartment syndrome, limb injuries, Codogard, poliurethane, biomaterials.

[Engineering of Biomaterials, 13, (2001), 15-20]

BADANIA WŁAŚCIWOŚCI WARSTWY FOSFORANOWEJ NA POWIERZCHNI TYTANU WYTWORZONEJ METODĄ IBAD

Jacek Baszkiewicz*, Danuta Krupa*, Bogusław Rajchel**, Adam Barcz***, Janusz W. Sobczak****, Andrzej Biliński****

* Wydział Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej

** Instytut Fizyki Jądrowej w Krakowie

*** Instytut Techniki Elektronowej w Warszawie

**** Instytut Chemii Fizycznej PAN w Warszawie

Streszczenie

W pracy przedstawiono wstępne wyniki badań odporności korozyjnej tytanu pokrytego warstwą fosforanową uzyskaną metodą IBAD. Badania składu chemicznego uzyskanej warstwy prowadzono następującymi metodami: RBS, PIXE, SIMS i XPS. Badania

odporności korozyjnej były prowadzone metodami elektrochemicznymi w roztworze symulującym płyn ustrojowy (SBF) w temperaturze pokojowej. Próbki przed pomiarami elektrochemicznymi eksponowano w warunkach badań przez 13h.

Wyniki badań SIMS wskazują, że na powierzchni tytanu powstaje zewnętrzna warstwa zawierająca wapń, tlen i fosfor. Pod zewnętrzną warstwą istnieje warstwa przejściowa, którą tworzą zaimplantowane w powierzchnię tytanu jony wapnia. Grubość uzyskanych warstw zależy od czasu osadzania. Analiza XPS wskazuje, że w uzyskanej warstwie istnieją fosforany oraz tlenek lub wodorotlenek wapnia.

Na podstawie badań elektrochemicznych stwierdzono, że odporność korozyjna badanych próbek zależy od czasu formowania warstwy.

Słowa kluczowe: tytan, hydroksyapatyt, IBAD, korozja

[Inżynieria Biomateriałów, 13, (2001), 21-25]

PROPERTIES OF THE PHOSPHATE LAYER PRODUCED ON TITANIUM SURFACE BY THE IBAD METHOD

Jacek Baszkiewicz*, Danuta Krupa*, Bogusław Rajchel**, Adam Barcz***, Janusz W. Sobczak****, Andrzej Biliński****

* Department of Materials Science and Engineering.

Warsaw University of Technology in Warsaw

** Institute of Nuclear Physics in Cracow

*** Institute of Electron Technology in Warsaw

**** Institute of Physical Chemistry, Polish Academy of Science in Warsaw

Abstract

The paper presents preliminary results concerning the corrosion resistance of titanium coated with a phosphate layer produced by the IBAD method. Chemical composition of the layer was determined using the RBS, PIXE, SIMS and XPS methods. The corrosion resistance was measured electrochemically in a simulated body fluid (SBF) at room temperature. Prior to the measurements, the samples were exposed to the test conditions for 13 h.

The SIMS analysis indicates that the layer formed on the titanium surface contains calcium, oxygen and phosphorus. Beneath there is a transition zone, formed by calcium ions implanted into the titanium surface. Thickness of the phosphate layer depends on coating formation time. The XPS analysis shows that the coating contains phosphates and calcium oxide or hydroxide.

Electrochemical examinations indicate that corrosion resistance of the samples depends on coating formation time.

Keywords: titanium, hydroxyapatite, IBAD, corrosion

[Engineering of Biomaterials, 13, (2001), 21-25]