

mgr inż. Marta Zwolińska

*Oporność na korozję i modyfikacja powierzchni tytanu Grade2 kształtowanego metodą wyciskania hydrostatycznego*

W pracy badaniom poddano tytan Grade2 kształtowany metodą wyciskania hydrostatycznego. Podczas prowadzonych badań zostały postawione dwa cele badawcze. Pierwszym z nich była analiza oporności na korozję tytanu Grade2 kształtowanego metodą wieloetapowego wyciskania hydrostatycznego. Do badań korozyjnych wybrano 4 spośród 10 stanów wyciskania hydrostatycznego, a jako materiał odniesienia przyjęto mikrokrystaliczny tytan. Testy korozyjne prowadzono na przekrojach poprzecznych jak i wzdłużnych każdego z prętów. Analizowano wpływ wielkości odkształcenia, rozmiaru ziaren i tekstury krystalograficznej na oporność korozyjną tytanu w środowisku 0,9% NaCl oraz 0,9% NaCl z dodatkiem fluorku sodu. W wyniku przeprowadzonych badań potwierdzono, że kształtowanie mikrostruktury metodami dużego odkształcenia plastycznego może przyczynić się do poprawy oporności na korozję tytanu Grade2.

Drugim celem badań był opis wpływu nanostruktury na efekty modyfikacji powierzchni tytanu Grade2. Obróbkę prowadzono na próbkach pobranych ze stanu wyjściowego oraz końcowego – nanokrystalicznego. Próbki zostały poddane modyfikacjom, stosowanym w aplikacjach biomedycznych do kształtowania powierzchni tytanu, takim jak wyżarzanie, utlenianie elektrolityczne – anodowanie i trawienie chemiczne. Obróbkę cieplną prowadzono w trzech temperaturach 100, 300 i 400°C przez 1 godzinę. Warstwę nanorurek z TiO<sub>2</sub> na powierzchni próbek tytanowych wytworzono na drodze utleniania elektrolitycznego stosując napięcia 10, 15 i 20 V. Powierzchnie próbek nano i mikrokrystalicznego tytanu zostały poddane również trawieniu trzema roztworami. Pierwszym był 3M roztwór NaOH. Trawienie chemiczne prowadzono w temperaturze 60°C przez 24 h. Następnie próbki wygrzano w 400 °C przez 2h. Drugim roztworem była mieszanina 85% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> i 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> w stosunku objętościowym 1:1. Proces trwał 24 h w temperaturze pokojowej. Jako trzeci zastosowany 3% roztwór HF. Powierzchnie poddano działaniu kwasu przez 3 min w temperaturze pokojowej. W pracy do badań mikrostruktury podłoża wykorzystano mikroskopię świetlną i TEM, dodatkowo do analizy mikrostruktury i grubości warstw tlenkowych po anodowaniu elektrolitycznym zastosowano FIB. Badania topografii powierzchni prowadzono przy użyciu AFM i SEM. Skład chemiczny i budowę warstw tlenkowych analizowano wykorzystując metody AES i XPS.

mgr inż. Marta Zwolińska

*Corrosion resistance and surface modification of titanium Grade2 obtained by hydrostatic extrusion*

In present work, titanium Grade2 obtained by hydrostatic extrusion was subjected to tests. Two research goals were set during the conducted tests. The first one was to analyze the corrosion resistance of titanium Grade2 obtained by multi-stage hydrostatic extrusion. For the corrosion tests, 4 out of 10 hydrostatic extrusion states were selected, microcrystalline titanium was adopted as the reference material. Corrosion tests were conducted on cross-sections and longitudinal sections of each of the rods. The influence of the deformation size, grain size and texture on the corrosion resistance of titanium in the environment of 0.9% NaCl and 0.9% NaCl with the addition of 1g NaF per liter of solution was analyzed. The conducted tests confirmed that shaping the microstructure by large plastic deformation methods can contribute to improving the corrosion resistance of Grade2 titanium.

The second goal of the research was to describe the influence of nanostructure on the effects of surface modification of Grade2 titanium. The treatment was carried out on samples taken from the initial and final - nanocrystalline state. The samples were subjected to modifications used in biomedical applications for shaping the titanium surface, such as annealing, electrolytic oxidation – anodizing and chemical etching. The samples were annealed at three temperatures of 100, 300 and 400°C for 1 hour. The layer of TiO<sub>2</sub> nanotubes on the surface of the titanium samples was produced by electrolytic oxidation using voltages of 10, 15 and 20 V. The surfaces of the nano and microcrystalline titanium samples were also etched with three solutions. The first was a 3M NaOH solution. Chemical etching was carried out at 60°C for 24 hours. Then the samples were annealed at 400°C for 2 hours. The second solution was a mixture of 85% H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> and 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> in a volume ratio of 1:1. The process lasted for 24 hours at room temperature. The third solution was a 3% HF solution. The surfaces were exposed to acid for 3 minutes at room temperature.

In this work, light microscopy and TEM were used to study the microstructure of the substrate, and FIB was also used to analyze the microstructure and thickness of the oxide layers after electrolytic anodizing. Surface topography studies were conducted using AFM and SEM. The chemical composition and structure of the oxide layers were analyzed using AES and XPS methods.