

文章编号: 1004-7220(2016)02-0124-05

关节软骨的微摩擦接触力学特性

李 锋¹, 王成焘²

(1. 青岛科技大学 机电工程学院, 青岛 266061; 2. 上海交通大学 机械与动力工程学院, 上海 200240)

摘要: **目的** 使用修饰后的原子力显微镜 (atomic force microscopy, AFM) 探针研究关节软骨的微摩擦接触力学性能。**方法** 使用微操作器对 AFM 氮化硅探针进行修饰处理, 具体操作为在探针上粘贴玻璃微球作为针尖, 然后使用修饰后的探针研究人体和牛关节软骨的微摩擦接触力学性能。**结果** 人体和牛软骨的粗糙度分别为 (68.63 ± 6.22) 、 (50.16 ± 6.47) nm, 随着载荷的增大, 人体和牛软骨的摩擦力逐渐增大。当探针滑动速度从 0 增加到 $100 \mu\text{m/s}$ 时, 试样与探针之间的摩擦力增速很快; 当速度从 $100 \mu\text{m/s}$ 增加到 $300 \mu\text{m/s}$ 时, 摩擦力上升缓慢。**结论**

软骨表面具有明显的纤维状结构, 软骨的粗糙度与测量范围直接相关。随着速度或载荷的增大, 人体和牛软骨的摩擦力增大, 变化范围相同。探讨关节软骨在微摩擦试验中的力学和摩擦学性能表现, 对于认识软骨损伤机制和医用人工关节抗磨材料的开发具有重要意义。

关键词: 关节软骨; 摩擦接触力; 探针修饰; 表面粗糙度

中图分类号: TH117.1; R318.01 **文献标志码:** A

DOI: 10.3871/j.1004-7220.2016.02.124

Micro-frictional contact force properties of articular cartilage

LI Feng¹, WANG Cheng-tao² (1. College of Electromechanical Engineering, Qingdao University of Science and Technology, Qingdao 266061, Shandong, China; 2. School of Mechanical Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China)

Abstract: **Objective** To study the frictional contact force properties of articular cartilage by modified silicon probes of the atomic force micro-scopy (AFM). **Methods** Modification was conducted on the silicon nitride probes of AFM by micromanipulator, and the glass microsphere was glued on the probe by glass adhesive as the pinhead. Micro-tribology properties of human and bovine articular cartilage were then investigated by using the modified AFM probes. **Results** With the increase of load, the friction force on human and bovine cartilage also increased gradually. When the sliding speed increased from 0 to $100 \mu\text{m/s}$, the friction force between the specimens and probes increased very quickly; when the sliding speed increased from $100 \mu\text{m/s}$ to $300 \mu\text{m/s}$, the friction force increased but slowly. **Conclusions** Articular cartilage obviously has fibrous structure in its surface. The experiment shows a direct relationship existing between the surface roughness of articular cartilage and the measuring range. When the load or sliding speed increases, the friction forces in both human and bovine cartilage show an increase with the same variation range. The investigation on mechanical and tribological properties of articular cartilage in micro-frictional experiment will contribute to understanding the injury mechanism of articular cartilage and help to develop wear-resistant materials for medical artificial joints.

Key words: Articular cartilage; Frictional contact force; Probe modification; Surface roughness

收稿日期: 2015-07-02; 修回日期: 2015-10-19

基金项目: 国家重点基础研究发展计划 (973 计划) (2011CB706600), 山东省博士后创新项目专项资金 (201203029), 青岛科技大学科研启动基金项目 (0022642)。

通信作者: 李锋, 讲师, E-mail: lifnsd@163.com。

人体关节的表面覆盖有关节软骨,这层软骨组织具有独特的力学特性,能够分散关节面的压力负荷,减轻震荡,降低关节面的摩擦系数^[1-2]。关节系统在运行过程中磨损量很少,而且大部分能保持安全运行 70 ~ 80 年而不损坏。在已有的测量中发现,人体髋关节在运动中的摩擦系数为 0.01 ~ 0.03,动物踝关节则达到 0.004 ~ 0.009^[3]。关节软骨独特的摩擦学性能保证了关节能在整个生命过程中承受如此之长的持续时间和如此强大的力学作用。在以往对关节软骨的摩擦学研究中,主要从宏观的角度对软骨摩擦性能进行研究,原子力显微镜(atomic force microscopy, AFM)的出现则为研究关节软骨的微观摩擦性能提供了更好的途径。AFM 可以在真空、气体、电化学环境中进行试验,试样不用必须导电^[4]。经过进一步的改进,AFM 可以用来研究原子和微米尺度下的摩擦和润滑行为,它可以测量沿着试样表面滑动方向的摩擦力,使用刚度较大的探针还可以对表面进行划痕和磨损试验。在摩擦过程中,试样通过表面大量微凸体进行接触和传递载荷,AFM 探针可以在微凸体的尺度进行摩擦学研究,这对于深入研究摩擦学具有重要意义。

关节软骨是一种典型的具有分层结构的材料,在关节软骨与关节材料的摩擦过程中,试样中微凸体相互接触和影响,最终会导致关节软骨的磨损。国外的相关研究集中在软骨的宏观摩擦磨损性能方面^[5-7],软骨微观领域摩擦的文献较少且集中在对动物软骨的研究方面^[8-9]。使用 AFM 对软骨进行微摩擦试验可以去除软骨摩擦中两相性能和流体动力润滑的影响,而只考虑表面接触的影响。本研究针对人体和牛关节软骨的特点,对 AFM 探针进行粘贴玻璃微球的修饰处理,通过探针模拟摩擦中微凸体相互接触;并去除软骨中的液相承载作用,用修饰后的 AFM 探针对人体和牛关节软骨的微摩擦学接触力学性能进行初步探索。

1 AFM 应用原理

AFM 通过探针的针尖与样品表面的相互作用来达到测量样品表面特性的目的。常用的操作模式有接触式、非接触式和轻敲模式 3 种。接触模式下测量表面形貌通常采用微加工制造的氮化硅探针,轻敲模式下则需要使用共振频率较高的刚性悬臂

梁。为模拟材料间微凸体的接触,常把硅球等粘在探针头上作为针尖进行测量^[10-11]。进行测量时,试样被安装在一个压电陶瓷管扫描器(piezoelectric transducer, PZT)上, PZT 可控制试样在空间 x 、 y 方向上的精确扫描,并在垂直方向 z 上移动试样。激光器产生的激光光束通过棱镜引导到悬臂末端的背面上,光束在悬臂背面被反射后由分光镜引导到一个四象限光电探测器上,通过上、下部的光电探测器发出的差动信号得到悬臂的垂直偏转量。当探针扫描试样时,试样表面高度变化导致探针垂直方向的偏斜,反射激光的方向因此改变,进而改变上、下光电探测器的强度差,经过处理得到试样表面形貌或者摩擦力。

2 试验方法

2.1 试样制备和试验设备

牛软骨试样来自新鲜牛膝关节股骨,18 月龄以内,关节打开后 1 h 内得到软骨试样。人体软骨试样来自人尸体膝关节股骨,尸体均为男性,年龄 20 ~ 30 岁,其加工方法与牛软骨试样相同。通过空心钻在牛和人体软骨试样中切取直径为 12 mm 的销试样,并对销试样尽量打薄以便于 AFM 的安装。在软骨试样的加工过程中,始终用生理盐水冲洗软骨表面,以保持软骨的自然润湿状态。取下试样后浸入生理盐水并迅速放入 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱冷冻保存,试验前 2 h 解冻。

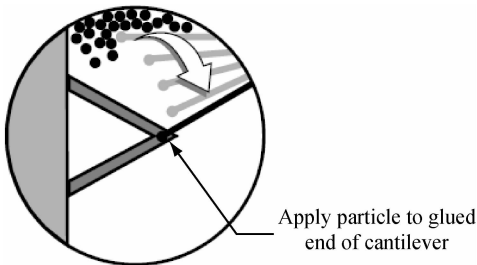
使用上海交通大学分析测试中心 Nanoscope-III 型原子力显微镜(DI 公司,美国),试验中得到摩擦力测试值和表面形貌的观察图。微摩擦试验中使用氮化硅探针,其法向弹性系数为 60 mN/m,长度为 200 μm ,探针针尖直径约为 40 nm。试验中取反馈电压信号表示摩擦力的大小,同一试样取 3 个位置测量,然后取平均值。

2.2 探针修饰

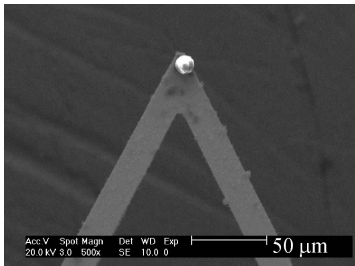
为模拟材料间微凸体的接触,同时也为便于软骨微摩擦试验的进行,把玻璃微球粘贴在探针头部作为针尖与试样进行摩擦试验。玻璃微球是直径为 12 μm 硼硅玻璃球,购自上海市计量测试技术研究院。用微操作器对玻璃微球进行粘贴操作[见图 1(a)],所用胶水为杜邦专用玻璃胶(PATTEX)。安装玻璃微球需要多步操作,粘贴玻璃微球修饰后的

探针如图1(b)所示。探针修饰的具体过程如下:

- (1) 在微操作器上安装两条细金属丝,载玻片上将 AFM 探针置于金属丝下部;
- (2) 取少量胶水放在载玻片表面,使用第 1 条金属丝末端蘸取少量胶水;
- (3) 把金属丝末端蘸取的胶水涂抹在悬臂需要粘贴玻璃微球的部位;
- (4) 使用第 2 条金属丝将玻璃微球放置于悬臂上涂抹胶水的部位,等干燥后即可。



(a) 粘贴玻璃微球操作^[12]



(b) 粘贴玻璃微球修饰后的探针

图1 粘贴玻璃微球

Fig. 1 Attaching glass microsphere (a) Procedure of attaching glass microsphere^[12], (b) Probes attached by glass microsphere

2.3 探针标定

探针粘贴微球后,其弹性系数会发生变化,故需要对弹性系数进行重新标定。根据 Ruan 等^[13]提出的方法进行标定操作。标定时,取标准悬臂样品进行测试,标准悬臂样品固定安装在 PZT 固定端,一边与被测试的悬臂接触。

首先,用待标定探针对高硬度试样(例如宝石)进行测量,得到 PZT 移动的距离 z_1 (从探头与试样接触点开始测量)与悬臂的偏斜距离相等。然后,对标准悬臂样品进行测试,由于标准悬臂试验是弹性体,为保持悬臂的偏斜一致水平,此时 PZT 移动的距离 z'_1 就会不同于 z_1 。 z'_1 与 z_1 的不同与标准试样

的偏斜相关。

假设标准试样的弹性系数为 k_s ,则被测悬臂的弹性系数 k_c 计算公式为:

$$k_c = \frac{k_s(z'_1 - z_1)}{z_1} \quad (1)$$

标定用的标准悬臂样品弹性系数为 83 mN/m。根据式(1),计算得到修饰后探针的弹性系数为 92 mN/m。施加载荷时,1 V 信号约代表 4.582 nN 载荷。

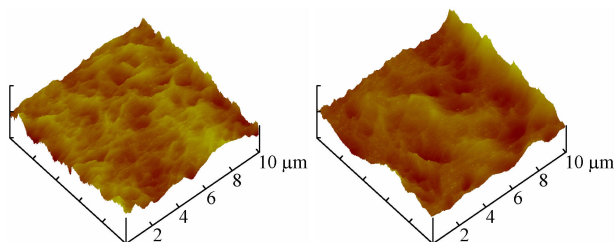
2.4 试验参数

在人体关节的运动中,关节表面的软骨始终在液体润滑的状态下完成其相对运动。以往电子显微镜需要在高真空的模式下工作,AFM 不但可以在常压而且还可在具有液体环境的条件下工作。采用 AFM 在液体环境进行操作,模仿关节软骨在生理环境下的液体润滑状态,使用生理盐水作为环境液体,试验温度为 25 °C。首先,用未修饰的探针对牛和人体软骨试样的表面进行观察,扫描频率为 2 Hz,得到试样的表面形貌和粗糙度;然后,用修饰后的探针进行微摩擦试验。其中,摩擦力与载荷试验中,扫描长度为 25 μm,速度恒定为 10 μm/s,压力为 0 ~ 18 V。摩擦力与速度试验中,扫描长度为 25 μm,速度分别为 5、25、50、100、150、200、250、300、350 和 400 μm/s,载荷电压为 12 V,摩擦力电压为去程和折返电压差的平均值。

3 结果与分析

3.1 牛软骨和人体软骨的 AFM 观察

图 2 所示为人体和牛关节软骨在 AFM 下观察到的表面形貌。人软骨表面高低起伏不规则,有许多凹坑出现;牛软骨表面与人软骨表面相似,表面不平整,也有许多凹坑出现。人体和牛关节软骨的粗糙度分别为 (68.63 ± 6.22) 、 (50.16 ± 6.47) nm。与人体关节软骨的粗糙度相比,牛关节软骨具有更小的粗糙度。同时,从 AFM 得到的三维视图和平面图中可以发现,软骨表面具有纤维状结构。以往的文献认为,软骨表面是纤维状结构和无定形结构的混合^[14-16];而本试验结果表明,人体软骨的纤维状结构明显,但无定形结构并不明显。人体和牛关节软骨的粗糙度都明显小于文献[8]中的粗糙度,可见粗糙度的测量与 AFM 探针的测量范围直接相关。



(a) 人关节软骨

(b) 牛关节软骨

图2 不同关节软骨的表面 AFM 图

Fig.2 AFM surface images of different cartilage

(a) Human cartilage, (b) Bovine cartilage

3.2 载荷对微摩擦的影响

图3所示为不同试样与探针之间摩擦力随载荷的变化曲线。随着载荷的上升,不同试样与探针间的摩擦力呈上升趋势。在没有施加载荷时,探针对软骨表面没有任何作用力,但探针在表面的滑动仍会有摩擦力的产生,说明试样与探针之间存在黏着力,这是由于范德华力作用的结果。

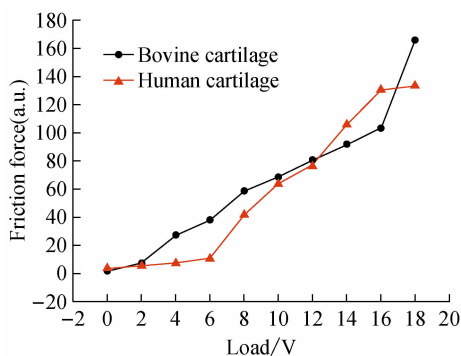


图3 摩擦力随载荷的变化曲线

Fig.3 Variation of friction forces with loads

在软骨的宏观摩擦学研究中,通常认为软骨摩擦系数的增加与软骨两相性能的变化有关。软骨在承受载荷的过程中,液相的不断流失将导致液相承受载荷能力的下降,固相承受载荷增大后,固相和固相的接触导致摩擦系数的上升。在微摩擦的研究中,两个摩擦副都处于微观的接触状态,可以模拟微凸体的接触状态。同时,微摩擦的小尺度和低载荷可以去除软骨摩擦中两相性能和流体动力润滑的影响,而只是考虑表面接触和表面边界润滑层的影响。微摩擦主要有3种主导摩擦机制,包括黏着、棘齿和犁沟机制^[11]。天然软骨表面有不定型存在,载荷使

得探针头与不定型层中的边界润滑成分更容易发生物理或化学上的黏着现象,探针头与试样表面微凸体的接触中产生的摩擦力与棘齿和犁沟机制有关。

试验曲线的斜率代表了不同材料的摩擦系数。当载荷增加时,软骨微观摩擦系数一直在增大,由此可见,微摩擦中天然软骨不适用 Amontons 公式中摩擦系数与接触面积和载荷无关的结论。Derjaguin 对 Amontons 公式进行修正得到^[9]:

$$F = \mu(L_0 + L) = F_0 + \mu L \quad (2)$$

式中: F 为试样承受的总的载荷; μ 为摩擦系数; F_0 为零载荷下的黏附力; L 为外界施加的载荷。依照修正后的式(2),在本试验中,在载荷变化的同时,探针针头与软骨接触产生的黏附力也随着发生变化,这会导致摩擦力和摩擦系数的变化。随着载荷的增大,软骨摩擦系数变化较大,推测与软骨表面无结构层中物质的黏着力增大有关。在相同载荷条件下,牛和人体软骨的摩擦力大小在相同的范围中变化,两者摩擦力大小有一定差异,但变化趋势一致。

3.3 速度对微摩擦的影响

图4所示为不同试样与探针之间摩擦力随扫描速度的变化曲线。滑动速度对摩擦力有明显影响,主要表现为在不同的速度变化阶段表现不同。对人体和牛软骨,当速度在0~100 $\mu\text{m/s}$ 范围增长时,试样与探针之间的摩擦力增速很快;当速度在100~300 $\mu\text{m/s}$ 范围增长时,摩擦力缓慢上升,同时保持在一定范围;当速度在350~400 $\mu\text{m/s}$ 范围增长时,牛软骨试样与探针之间的摩擦力又明显增大,此时人体软骨增长不明显。

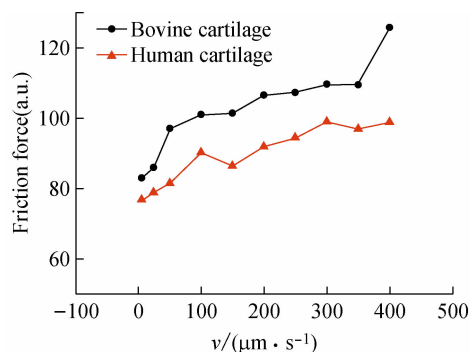


图4 摩擦力随扫描速度的变化曲线

Fig.4 Variation of friction forces with scanning speed

当试样与探针在较低速度下摩擦时,试样表面的微凸体与探针接触后会发生弹性变形,发生弹性变形的微凸体使得探针更加易于划过试样表面;随着扫描速度的上升,探针通过时微凸体将会来不及发生变形,摩擦力会增长,此时是微摩擦的棘齿效应起作用。当微凸体对探针的滑动已经无法反应时,摩擦力将会达到缓慢上升状态。同时,试样表面的微凸体可能有部分已经被划擦,此时犁沟效应起作用,试样表面会有材料的聚集,使得试样表面更加不平,摩擦力会因此而上升。与 Coles 等^[9]的研究结果相比,本试验中人体和牛软骨都表现出随速度增大而摩擦力上升的趋势,推测与检测中的速度范围不同有关;本试验中的速度范围更加平均和细化,可见软骨微摩擦性能对滑动速度的变化十分敏感。

4 结语

本研究采用微操作器对 AFM 的氮化硅探针进行修饰操作,通过使用金属细丝进行多步操作,把直径为 12 μm 的硼硅玻璃球粘贴在探针头部作为针尖用于软骨试样的微摩擦试验;使用 AFM 对软骨试样进行观察,测得牛软骨具有更小的粗糙度;从平面和三维观察图中可以发现,软骨表面的纤维状结构明显,软骨的粗糙度与测量范围直接相关。牛和人体软骨的摩擦性能受载荷和速度的影响十分明显。随着载荷的增大,两者的摩擦力逐渐增大。随着速度的增大,两者摩擦力增大;当速度在 100 ~ 300 $\mu\text{m}/\text{s}$ 范围增长时,摩擦力缓慢上升,同时保持在一定范围。本文探讨了关节软骨的微摩擦力学性能,研究结果对揭示软骨损伤机制和促进医用人工关节抗磨材料的开发具有重要意义。

参考文献:

- [1] 刘志动,高丽兰,张春秋,等. 关节软骨不同层区的率相关性研究[J]. 医用生物力学, 2014, 12(2): 141-145.
Liu ZD, Gao LL, Zhang CQ, *et al.* Loading rate-dependent property of different layers for articular cartilage [J]. J Med Biomech, 2014, 12(2): 141-145.
- [2] 钟红刚,张万强,关继超,等. 外置式人工关节控制下的家兔膝关节再生与功能恢复[J]. 医用生物力学, 2014, 12(4): 72-78.

- Zhong HG, Zhang WQ, Guan JC, *et al.* Regeneration and functional recovery of rabbit knee joint after osteotomy under control of external artificial joint [J]. J Med Biomech, 12(4): 72-78.
- [3] Wright V, Dowson D. Lubrication and cartilage [J]. J Anat, 1976, 121 (1): 107-118.
- [4] 聂时春. 原子力显微镜在纳米摩擦学中应用的进展[J]. 摩擦学学报, 1998, 18(1): 88-96.
- [5] Patel AM, Spector M. Tribological evaluation of oxidized zirconium using an articular cartilage counterface: A novel material for potential use in hemiarthroplasty [J]. Biomaterials, 1997, 18(5): 441-447.
- [6] Forster H, Fisher J. The influence of loading time and lubricant on the friction of articular cartilage [J]. P I Mech Eeg H, 1996, 210(2): 109-118.
- [7] 钱善华,王庆良. 牛膝关节软骨的摩擦行为研究[J]. 摩擦学学报, 2006, 26(5): 397-401.
- [8] Park S, Costa KD, Ateshian GA. Microscale frictional response of bovine articular cartilage from atomic force microscopy [J]. J Biomech, 2004, 37(11): 1679-1687.
- [9] Coles JM, Blum JJ, Jay GD, *et al.* *In situ* friction measurement on murine cartilage by atomic force microscopy [J]. J Biomech, 2008, 41(3): 541-548.
- [10] Veeco Metrology Group. Training notebook [M]. USA: Digital Instruments, 1999: 198-212.
- [11] 葛世荣. 摩擦学导论[M]. 北京: 机械工业出版社, 2006: 60-76.
- [12] Veeco metrology group. Attaching particles to AFM cantilevers, support note 226 [M]. USA: Digital Instruments, 1996: 1-20.
- [13] Ruan JA, Bhushan B. Atomic-scale friction measurements using friction force microscopy: Part I-general principles and new measurement techniques [J]. J Tribol, 1994, 116 (2): 378-388.
- [14] Jurvelin JS, Muller JD, Wong M, *et al.* Surface and subsurface morphology of bovine humeral articular cartilage as assessed by atomic force and transmission electron microscopy [J]. J Struct Biol 1996, 117 (1): 45-54.
- [15] Kumar P, Oka M, Toguchida J, *et al.* Role of uppermost superficial surface layer of articular cartilage in the lubrication mechanism of joints [J]. J Anat, 2001, 199 (3): 241-250.
- [16] Moa-Anderson BJ, Costa KD, Hung CT, *et al.* Bovine articular cartilage surface topography and roughness in fresh versus frozen tissue samples using atomic force microscopy [C]//Proceedings of 2003 Summer Bioengineering Conference. Key Biscayne: [s. n.]: 267-271.