

## ارزیابی خواص مکانیکی ترکیب متخلخل NiTi تولید شده به روش متالورژی پودر جهت کاربردهای پزشکی

سیدعلیرضا حسینی<sup>۱</sup>، سید خطیب الاسلام صدرنژاد<sup>۲</sup>، علی اکبر اکرامی<sup>۳</sup>

### چکیده

ترکیب NiTi به خاطر رفتار حافظه داری و سوپرالاستیسیته قوی جزء پرکاربردترین مواد حافظه دار است. اخیراً استفاده از ترکیبات متخلخل NiTi بعنوان مواد جایگزین استخوان مورد توجه قرار گرفته است. از این نظر بررسی خواص مکانیکی این قطعات از اهمیت خاصی برخوردار است. در این پژوهش قطعات NiTi با حدود ۴۰ درصد تخلخل به روش متالورژی پودر تهیه شده است. سپس خواص مکانیکی آن در دو حالت تنش کششی و خمشی، در دماهای پایداری فاز آستنیت و همچنین فاز مارتنزیت مورد بررسی قرار گرفته است. نتایج بدست آمده با خواص بافت سخت استخوان مقایسه شد. تطابق عالی خواص مکانیکی NiTi متخلخل و بافت سخت استخوان مخصوصاً در مورد استحکام کششی و مدول الاستیسیته مشاهده شده است. همچنین رفتار سوپرالاستیسیته و حافظه داری (ترموالاستیسیته) در نمونه ها بخوبی قابل مشاهده است.

**کلمات کلیدی:** ترکیب NiTi متخلخل، خواص مکانیکی، کشش، خمش سه نقطه، مدول الاستیسیته، حافظه داری، سوپرالاستیسیته

<sup>۱</sup> کارشناسی ارشد مهندسی مواد، پژوهشگاه مواد و انرژی

<sup>۲</sup> استاد دانشگاه صنعتی شریف و پژوهشگاه مواد و انرژی

<sup>۳</sup> استاد دانشگاه صنعتی شریف

## مقدمه

ترکیب NiTi با دارا بودن خواص حافظه‌داری و سوپراالاستیسیته بسیار قوی و همچنین مقاومت به خوردگی عالی، سازگاری زیستی خوب هم اکنون دارای کاربرد وسیعی در حیطه ی مواد پزشکی است [1,2]. در سال های اخیر NiTi متخلخل<sup>۱</sup> برای تولید ایمپلنت و پروتزهای بافت سخت بدن نظیر بافت استخوانی، ریشه‌های دندانی و ... مورد توجه قرار گرفته است. آلیاژ NiTi قابلیت زیست سازگاری<sup>۲</sup> مناسبی با بافت بدن نشان می دهد که ساختار متخلخل این آلیاژ به افزایش خصوصیات مکانیکی - پزشکی کمک می کند. ساختار متخلخل، امکان رشد بافت استخوانی و انتقال مایعات حیاتی را فراهم می کند. بدین ترتیب ارتباط مستحکمی بین ایمپلنت و بافت‌های استخوانی و غیراستخوانی مجاور ایجاد می شود که احتمال پس زدن ایمپلنت را توسط بدن کاهش می دهد [3]. همچنین در مقایسه با آلیاژ NiTi به صورت بالک، خواص مکانیکی NiTi متخلخل را برای مطابقت دادن با بافت استخوانی می توان به آسانی کنترل نمود. این عمل به وسیله ی کنترل تخلخل ساختار، چگالی و اندازه ی حفره‌ها، در شرایط سنتز نمونه انجام می شود [4]. در واقع یکی از مهمترین مشکلات در زمینه ایمپلنت‌های فلزی مورد استفاده در ارتوپدی، عدم تطابق مدول الاستیسیته ی استخوان و ایمپلنت می باشد. به طور کلی، مدول الاستیسیته ی اکثر فلزات بیومتریال بالاتر از مدول الاستیسیته ی بافت استخوانی می باشد. این عدم انطباق منجر به ایجاد پدیده ی سایه دار شدن تنش<sup>۳</sup> و متعاقب آن عارضه ی پوکی استخوان می شود. مدول الاستیسیته ی بافت استخوانی زیر ۲۰ GPa می باشد، در حالیکه برای مثال آلیاژهای تیتانیوم دارای مدول الاستیسیته ی ۱۱۰ GPa، فولادهای زنگ نزن ۲۱۰ GPa و ترکیب NiTi به صورت بالک ۴۸ GPa می باشد. به همین جهت برای تولید ایمپلنت ها، مدول الاستیک پایین تر مورد نیاز می باشد. با ایجاد ساختار متخلخل در آلیاژهای NiTi این امر محقق شده است و مدول الاستیسه این آلیاژها در حالت متخلخل به زیر ۲۰ GPa می رسد [5].

با توجه به موارد ذکر شده بررسی خواص مکانیکی این ترکیبات از اهمیت خاصی برخوردار است. در این تحقیق خواص مکانیکی و نمودار های تنش - کرنش ترکیب متخلخل NiTi در حالت تنش کششی و

---

1 Porous  
2 Biocompatibility  
3 Stress-shielding

خمش سه نقطه<sup>۱</sup> مورد بررسی قرار گرفته است. همچنین مدول الاستیسیته قطعات تولید شده اندازه گیری شده و با مدول الاستیسیته بافت استخوانی مقایسه شده است.

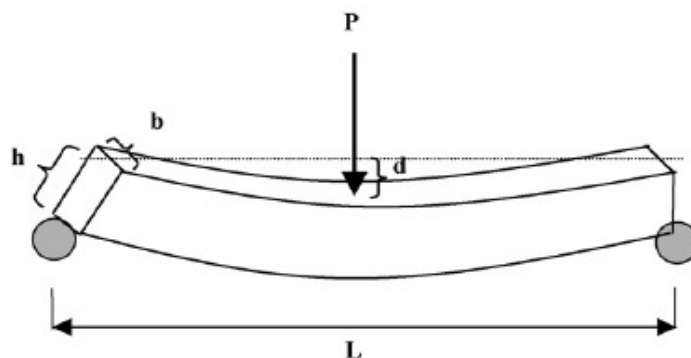
#### مواد و روش تحقیق

پودر تیتانیم با خلوص ۹۹/۹۹ درصد با اندازه‌ی زیر ۵۰ میکرون (Jonhson Matthey) و پودر نیکل با خلوص بالای ۹۹/۵ و با اندازه‌ی زیر ۱۰ میکرون (Merck) با نسبت اتمی ۵۰-۵۰ با هم مخلوط شدند. سپس مخلوط پودرها بوسیله‌ی یک پرس هیدرولیک تک محوره تحت فشار ۷۵۰ MPa فشرده شدند. در ادامه قطعات بمدت دو ساعت در دمای °C ۱۰۵۰ تحت خلاء تفجوشی شده و سپس در کوره سرد شدند. جهت ایجاد خواص حافظه‌داری و سوپرالاستیسیته‌ی مناسب، نمونه‌ها در دماهای ۵۰۰ درجه‌ی سانتی‌گراد تحت عملیات پیرسازی قرار گرفتند. این عملیات در کوره‌ی تونلی با اتمسفر آرگون انجام شد. نمونه‌ها پس از پیرسازی در هوا سرد شده‌اند. پس از تفجوشی و عملیات حرارتی، دماهای استحاله‌ی نمونه‌ها توسط روش کالریمتری (DSC) اندازه‌گیری شده‌اند. برای انجام این تست، میزان حدود ۵۰ میلی‌گرم از هر نمونه داخل بوتله‌ی آلومینیمی دستگاه مدل DSC Q100 V9/4 قرار داده شد. سیکل گرم و سرد کردن با آهنگ ۱۰ °K/min انجام گرفت و پیک‌های استحاله ثبت گردیده است. در ادامه با استفاده از دستگاه سایش جرقه‌ای (Spark Erosion) جهت انجام تست خمش سه نقطه نمونه‌ها به ابعاد ۴۰×۶×۱/۵ mm<sup>3</sup> تهیه شد. آزمایش خمش سه نقطه مطابق شکل ۱ در دماهای پایداری آستنیت و مارتنزیت انجام گرفت تا رفتار تنش - کرنش آن مورد بررسی قرار گیرد. برای این منظور از یک دستگاه تست مکانیکی سروو هیدرولیک zwick استفاده شده است. در این حالت میزان تنش طبق رابطه‌ی (۱) و میزان کرنش طبق رابطه‌ی (۲) محاسبه گردیده است.

$$\sigma_f = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (1)$$

$$\epsilon_f = \frac{6Dd}{L^2} \quad (2)$$

<sup>۱</sup> Three-point bending



شکل ۱ نحوه انجام تست خمش سه نقطه و فرارگیری نمونه ها

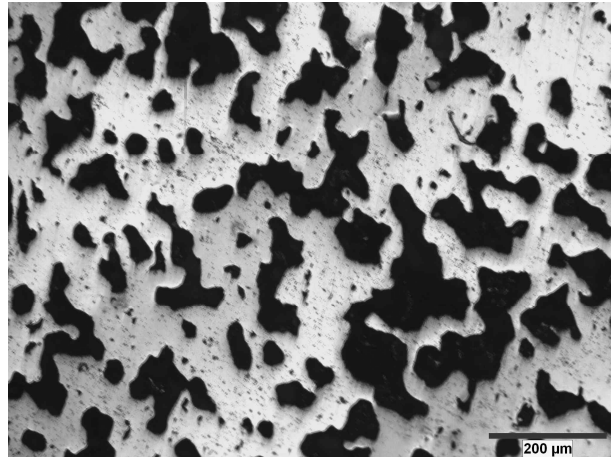
همچنین نمونه ی تست کشش طبق استاندارد ASTM E8 آماده سازی شد. از دستگاه SANTAM ساخت ایران دارای یک کرنش سنج دقیق (Extensimeter) جهت انجام این تست استفاده شده است.

#### یافته‌ها و بحث

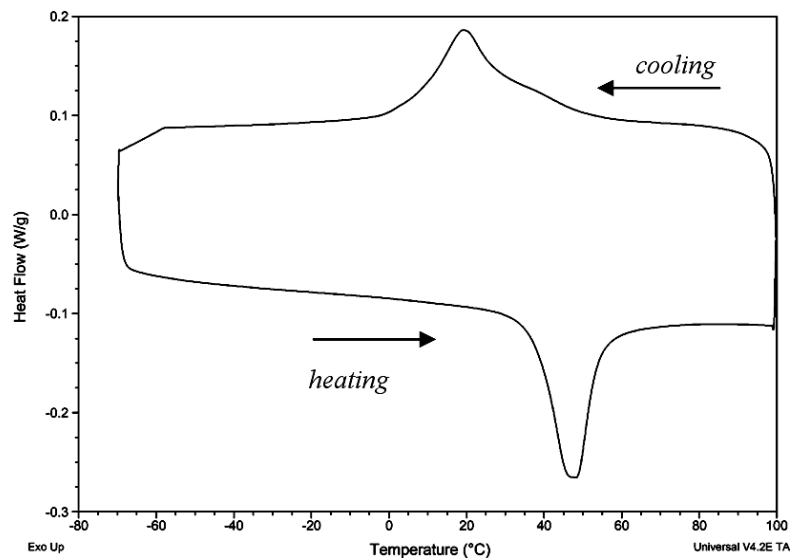
تصاویر متالوگرافی وجود ساختار متخلخل را در نمونه های تولیدی بخوبی نشان می دهد (شکل ۲). با استفاده از روش آنالیز تصویری میزان تخلخل حدود ۴۰ درصد تخمین زده شده است.

همانطور که در شکل ۳ نشان داده شده است نمودار DSC برای نمونه های متخلخل NiTi پس از پیرسازی در  $500^{\circ}\text{C}$  دارای پیک های مشخص یک مرحله ای است. دمای شروع تبدیل مارتنزیت به آستنیت،  $27^{\circ}\text{C}$  و دمای پایان این استتاله ( $A_f$ )،  $62^{\circ}\text{C}$  می باشد. همچنین در سیکل سرد کردن دمای شروع و پایان تبدیل آستنیت به مارتنزیت  $57^{\circ}\text{C}$  و  $-6^{\circ}\text{C}$  می باشد.

بر پایه نتایج، دمای  $80^{\circ}\text{C}$  جهت بررسی رفتار مکانیکی در فاز آستنیت و دمای صفر درجه سانتی گراد در حالت مارتنزیتی انتخاب شده است. البته در دمای صفر درجه سانتیگراد علاوه بر مارتنزیت مقداری فاز آستنیت نیز در ساختار وجود دارد.



شکل ۲ تصویر متالوگرافی نمونه های NiTi تولیدی



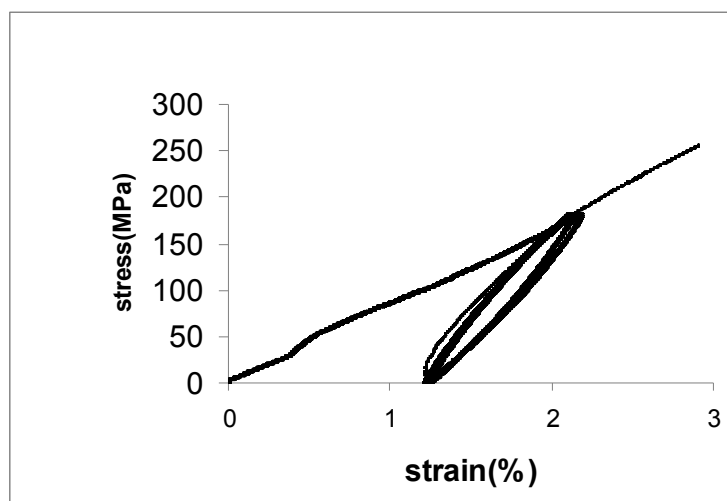
شکل ۳ منحنی DSC نمونه های متخلخل NiTi پس از تفجوشی و پیرسازی بمدت ۲ ساعت در  $500^{\circ}\text{C}$

### بررسی خواص مکانیکی

#### الف) کشش

در شکل ۳ نمودار تنش- کرنش در حالت کشش برای نمونه ی  $50\% \text{at Ni-Ti}$  پس از پیرسازی بمدت ۲ ساعت در  $500^{\circ}\text{C}$  رسم شده است. نمونه تا نقطه ی شکست در دمای اتاق ( $21^{\circ}\text{C}$ ) کشیده شده است.

در قسمت اول نمودار، به نمونه تا میزان  $180 \text{ MPa}$  تنش وارد شده است. با توجه به این که آزمایش در دمای اتاق انجام گرفته است و دمای پایان استحاله‌ی آستنیتی  $62^\circ \text{C}$  است، پس نمونه در منطقه‌ی دو فازی آستنیت و مارتنزیت قرار دارد. در این حالت نمونه رفتار حافظه‌داری و سوپراالاستیسیته را توأم نشان می‌دهد. همچنین عدم وجود منطقه‌ی مسطح در نمودار ناشی از وجود حفره‌ها و ایجاد مناطق تمرکز تنش در قطعه است. نشان داده شده است با افزایش تخریل قسمت مسطح در نمودار تنش - کرنش نمونه‌های حافظه دار بصورت مایل در می‌آید [6]. بخشی از کرنش باقیمانده در این حالت کرنش پلاستیک ایجاد شده در نمونه بخاطر وجود حفره‌ها و بخش دیگر آن کرنش مربوط به رفتار حافظه‌داری در نمونه است که با افزایش دما بازیابی می‌شود. در ادامه نمونه تحت دو سیکل بارگذاری و باربرداری قرار گرفته است. رفتار سوپراالاستیک نمونه در این منطقه کاملاً واضح است. در این دو سیکل نزدیک به یک درصد کرنش ایجاد شده در مرحله‌ی بارگذاری، حین باربرداری بطور صد درصد بازیابی شده است. منحنی باربرداری در این دو سیکل بر منحنی بارگذاری منطبق نیست. همین امر باعث ایجاد حلقه‌ی هیسترزیس مکانیکی در نمودار شده است که یکی از خصوصیات مواد حافظه دار می‌باشد.



شکل ۴ نمودار تنش - کرنش برای نمونه NiTi متخلخل در حالت کشش

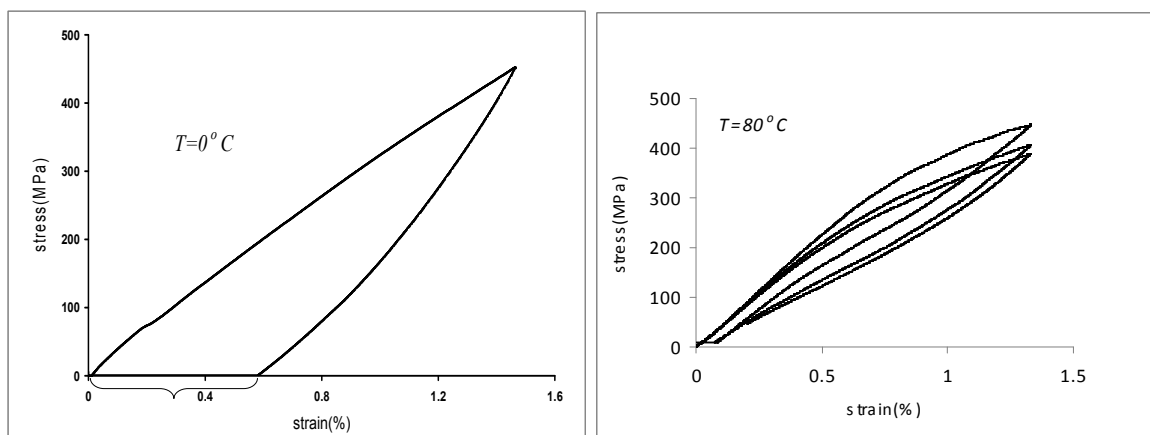
در ادامه نمونه تا نقطه‌ی شکست کشیده شده است تا استحکام نمونه اندازه گیری شود. میزان تنش شکست برای این نمونه در حالت تنش‌های کششی حدود  $275 \text{ MPa}$  است. با توجه به ساختار متخلخل نمونه، این

میزان استحکام قابل توجه است. استحکام بدست آمده از استحکام پلیمرهای مورد استفاده در کاربردهای ارتوپدی بیشتر است

مدول الاستیسیته در ترکیبات حافظه‌دار به علت رفتار سوپراالاستیک و وجود سطح تنش ثابت در نمودار تنش - کرنش، با مدول الاستیسیته فلزات عادی متفاوت است. در طراحی مهندسی قسمت خطی و الاستیک ابتدای نمودار برای اندازه‌گیری مدول الاستیسیته استفاده می‌شود. اما از آنجا که در این مواد بخش الاستیک و سوپراالاستیک هم‌پوشانی دارند، سیکل دوم جهت اندازه‌گیری مورد استفاده قرار گرفته است و شیب بهترین خط در این ناحیه بعنوان مدول الاستیسیته ظاهری معرفی شده است. مدول الاستیسیته ظاهری  $19/8$  GPa در این ناحیه بعنوان مدول الاستیسیته ظاهری معرفی شده است. مدول الاستیسیته ظاهری  $48$  GPa، پس در واقع وجود  $40$  درصد تخلخل در این نمونه، موجب کاهش مدول الاستیسیته شده است. با توجه به اینکه مدول الاستیسیته استخوان اکثراً در مقالات زیر  $20$  GPa گزارش شده است، این مقدار جهت قطعات پروتزهای استخوانی مناسب است. البته مدول الاستیسیته ظاهری محاسبه شده از مقداری کمتر از مدول الاستیسیته واقعی است. اما با توجه به تحقیقات Greiner و همکارانش این مدول الاستیسیته جهت توصیف رفتار قطعات ایمپلنت مفید است [7]. در جدول ۱ استحکام و مدول الاستیسیته قطعات NiTi متخلخل تولیدی با NiTi چگال و همچنین بافت استخوانی انسان مقایسه شده است [8]. نتایج شباهت خواص NiTi متخلخل را با بافت استخوانی بخوبی نشان می‌دهد.

جدول ۱ مقایسه خواص مکانیکی استخوان و NiTi بصورت چگال و متخلخل

|                        | استخوان فشرده | چگال NiTi | متخلخل NiTi |
|------------------------|---------------|-----------|-------------|
| Young's modulus (GPa)  | ۱۷            | ۲۸-۷۵     | ۱۹/۸        |
| Tensile strength (MPa) | ۱۳۰           | ۷۴۵-۹۶۰   | ۲۵۵         |



(b)

(a)

شکل ۵ نمودار تنش- کرنش NiTi متخلخل در حالت خمش سه نقطه در دماهای پایداری مارتنزیت (a) و آستنیت (b)

### ب) خمش سه نقطه

برای مطالعه ی رفتار مکانیکی در دماهای پایداری آستنیت و مارتنزیت از روش خمش سه نقطه استفاده شده است. در این حالت رفتار سوپرالاستیسیته و حافظه داری ( ترموالاستیسیته) بطور مشخص قابل بررسی است. بطور کلی در حالت خمش سه نقطه میزان سطح تنش و مدول الاستیک بالاتر از حالت کششی است. در شکل ۵(a) در دمای پایداری آستنیت، یعنی  $80^{\circ}C$ ، هیستریزس مکانیکی بصورت کامل مشاهده می شود و پس از باربرداری کرنش بطور کامل (۱/۴ درصد) بازیابی می شود. این رفتار ناشی از اثرات الاستیک و سوپرالاستیک بطور همزمان است. میزان ناچیزی کرنش ناشی از تغییر فرم در اطراف تخلخل ها دیده می شود که قابل بازیابی نمی باشد. در سیکل های بعدی نیز بازیابی کرنش بصورت کامل انجام می شود اما سطح تنش افزایش می یابد. این امر می تواند ناشی از ایجاد نابجایی ها در لبه های تیز حفرات باشد. همچنین مدول الاستیسیته ظاهری با افزایش تعداد سیکل ها افزایش می یابد.

در دمای صفر درجه سانتی گراد بمیزان ۱/۵ درصد کرنش در نمونه ایجاد شده است که میزان ۰/۹ در حین باربرداری بازیابی می شود (شکل ۵(b)). میزان ۰/۶ کرنش دائمی باقیمانده با افزایش دما به بالای  $A_f$  نیز بازیابی می گردد. که ناشی از رفتار حافظه داری یا ترموالاستیک می باشد. چون دما کاملاً زیر دمای پایین استحاله ی مارتنزیتی نیست، میزانی آستنیت در ساختار وجود دارد که رفتار سوپرالاستیسیته در حین



باربرداری نیز مشاهده می شود. چنانچه دما را پایین تر بیاوریم می توانیم بیش از ۱ درصد کرنش را با بالا بردن دما در این نمونه ها بازیابی کنیم [9].

### نتیجه گیری

قطعات NiTi متخلخل تولیدی با وجود حدود ۴۰ درصد تخلخل استحکام مناسبی در مقابل تنش های کششی و خمشی نشان می دهند. میزان استحکام در حالت کشش ۲۷۵ MPa و در حالت خمش بیش از ۴۵۰ MPa اندازه گیری شده است. همچنین مدول الاستیسیته ی قطعات پایین و نزدیک به مدول الاستیسیته ی استخوان ( $< 20$  MPa) اندازه گیری شده است. از این نظر این قطعات جهت کاربردهای ارتوپدی مناسب می باشند. همچنین نمونه ها رفتار حافظه داری و سوپر الاستیسیته را در بازه ی مربوطه را بخوبی نشان می دهند.

### مراجع

1. T. Duerig, A. Pelton, and D. Stockel, "An overview of Nitinol medical applications," Materials Science and Engineering: A, 273–275, 1999, 149–160.
2. N. B. Morgan, Medical shape memory alloy applications—the market and its products, Materials Science and Engineering A, 378, 2004, 16–23.
3. Kujala, Sauli, Biocompatibility and biomechanical aspects of nitinol shape memory metal implants, Department of Surgery, Department of Anatomy and Cell Biology, University of Oulu press, Finland, 2003.
4. B. Yuan, C. Y. Chung, X. P. Zhang, M. Q. Zeng and M. Zhu, "Control of porosity and superelasticity of porous NiTi shape memory alloys prepared by hot isostatic pressing", Smart Mater. Struct, 14, 2005, S201–S206.
5. Svetlana A. Shabalovskaya, "Surface, corrosion and biocompatibility aspects of Nitinol as an implant material," Bio-Medical Materials and Engineering, 12, 2002, 69–109.
6. B. Yuan, C. Y. Chung, P. Huang, M. Zhu, Superelastic properties of porous TiNi shape memory alloys prepared by hot isostatic pressing, Materials Science and Engineering A, 438–440, 2006, 657–660.
7. Christian Greiner, Scott M. Oppenheimer, David C. Dunand, High strength low stiffness porous NiTi with superelastic properties, Acta Biomaterialia, 1, 2005, 705–716.
8. <http://www.matweb.com> visited at August 2008.
9. سید علیرضا حسینی، "بررسی سوپر الاستیسیته و ترمو الاستیسیته در آلیاژهای حافظه دار NiTi ساخته شده به روش متالورژی پودر"، پایان نامه ی کارشناسی ارشد مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی شریف، ۱۳۸۶.

## Mechanical Behavior of Porous NiTi Fabricated by Powder Metallurgy Method for Biomedical applications

S. A. Hoseini<sup>1</sup>, S. K. Sadrnezhad<sup>2</sup>, A. Ekrami<sup>3</sup>  
a\_hoseini@alum.sharif.edu-sadrnezhd@sharif.ir

### Abstract

NiTi alloy combines the characteristics of shape memory effect and superelasticity with excellent corrosion resistance, wear resistance, mechanical properties and good biocompatibility. Recently, porous NiTi shape memory alloy (SMA) with the cellular structure has been acknowledged as a promising biomaterial for use as artificial bones or teeth roots. In this study, Porous NiTi is fabricated by powder metallurgy Method. The specimens approximately have 40 percent porosity in their structure. Mechanical behavior of specimens is investigated by tensile and three-point bending tests. Mechanical properties of porous NiTi is similar to human cortical bone. Besides, specimens exhibit good superelasticity and shape memory effect (thermoelasticity).

**Keywords:** Porous NiTi, Mechanical behavior, Young's modulus, superelasticity, Shape memory effect

---

<sup>1</sup> M. Sc. of Sharif University of Technology and Materials & Energy Research center

<sup>2</sup> Professor of Sharif University of Technology and Materials & Energy Research Center

<sup>3</sup> Professor of Sharif University of Technology