ساخت ایمپلنت حافظه دار متخلخل دندان از جنس آلیاژ NiTi به روش متالورژی پودر

شهریار اکبری نیا*[۱]، سید علیرضا حسینی[۲]، سید خطیب الاسلام صدر نژاد [۳]

۱- دانشگاه آزاد اسلامی، واحد میانه- باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان، میانه، ایران

۲- عضو هیئت علمی، گروه مهندسی مواد، دانشگاه حکیم سبزواری، سبزوار، ایران

۳- استاد، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف، تهران، ایران

*shahryarakbarinia@gmail.com

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۱/۱۲/۰۳، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۲/۰۴/۱۰)

چکیده

در این پژوهش امکان ساخت ایمپلنت حافظه دار از جنس NiTi برای کاشت در ریشه دندان و امکان تثبیت خودبخودی ایمپلنت با استفاده از خاصیت حافظه داری مورد بررسی قرار گرفت. ایمپلنت مورد نظر از طریق روش متالورژی پودر با طراحی و ساخت قالب مناسب و روش تف جوشی پودرهای نیکل و هیدرید تیتانیم ساخته شد. بر اساس نتایج آزمون XRD قسمت عمده ساختار قطعات شامل ترکیب NiTi بوده و مقدار ترکیبات ناخواسته اندک است. با بکارگیری اوره به عنوان عامل فضاساز در تعدادی از نمونه ها، شکل حفرات و درصد تخلخل آنها به مقادیر مناسب برای رشد بافت استخوانی رسانده شد. درصد تخلخل و میانگین اندازه حفرات در نمونه بدون عامل فضاساز به ترتیب ۳۰ درصد و ۱۰۰ میکرون و درنمونه ساخته شده با ۷۰ درصد حجمی عامل فضاساز ۷۰ درصد و ۴۰۰ میکرون بدست آمده است. همچنین نوع حفرات قطعات از حالت بسته به حالت باز تبدیل شده است. با انجام عملیات پیرسازی دماهای دگرگونی آستنیتی و مارتنزیتی برای بکارگیری نمونه در دمای بدن تنظیم شد. به طوری که دمای شروع تشکیل آستنیت (A_s) برابر۲۵/۱۱°C و دمای مربوط به پیک دگرگونی آستنیتی (A_p) برابر۳۷/۵°C و دمای پایان دگرگونی آستنیتی(A_f)، برابر۴۹/۷۷°C میباشد. نتایج آزمون های مکانیکی، بازیابی کرنش به میزان دو درصد را پس از تغییرشکل و افزایش دما نشان می دهد.

واژه های کلیدی:

ایمپلنت حافظه دار دندان، نایتینول متخلخل، متالورژی پودر،تف جوشی.

۱- مقدمه

موفقیت بکارگیری آلیاژ حافظه‌دار Ni-Ti در کاربردهای پزشکی امروز بر کسی پوشیده نیست. این مسئله به دلیل قابلیت های منحصر بفرد این آلیاژ می باشد که از جمله می توان زیست سازگاری خوب، مقاومت به خوردگی بالا، خواص فیزیکی و مکانیکی منحصر به فرد مانند انعطاف پذیری خوب در دمای اتاق، قابلیت جذب ارتعاشات، خاصیت حافظه داری، سوپر الاستیسیته و پتانسیل ایجاد پیوند با استخوان را نام برد[۱-۲]. یکی از مشکلات بسیار مهم در دندان پزشکی مدرن، حفاظت از دندان ها در بیماری های شدید دندانی می باشد که نمی توان از طریق روش های معمول درمان، آنها را معالجه کرد[۳]. کاشت ایمپلنت، علم نوینی در دندانپزشکی است که در سال‌های اخیر پیشرفت‌های زیادی داشته و توانسته است نگرانی بشر را تا حدود

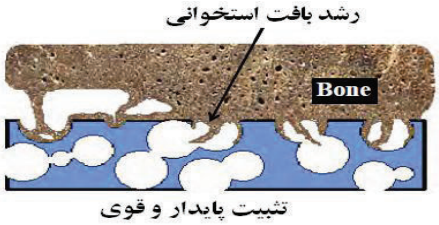
زیادی نسبت به از دست دادن دندان از بین ببرد. ایمپلنت دندانی قطعاتی است که به عنوان ریشه دندان در داخل استخوان فک قرار گرفته و تاج دندان بر روی آن بازسازی می شود.

در حال حاضر ایمپلنت های تیتانیمی بطور گسترده ای در این حوزه مورد استفاده قرار می گیرد[۴]. اما طولانی بودن زمان لازم برای تثبیت این ایمپلنت ها و بنابراین محروم بودن حفره استخوانی برای مدت طولانی از بارگذاری ، باعث تحلیل رفتن و ضعف آن می گردد. چرا که کاشت این ایمپلنت ها دردو مرحله انجام می شود و پس از قرارگیری آن در داخل استخوان فک ۴ تا ۶ ماه زمان لازم است تابا استخوان مجاور، یک فضای یکپارچه ایجاد کند[۵]. از طرف دیگر، از نقطه نظر جراحی کاشت این ایمپلنت ها موقعی که استخوان فک دچار نقصان و تحلیل رفتگی شده باشد، بسیار دشوار است[۳]. بنابراین کاشت سریع ایمپلنت نه تنها باعث کاهش طول دوره درمان می شود، بلکه از تحلیل رفتن استخوان فک پس از کشیدن ریشه دندان نیز جلوگیری می کند.

ضعف در تثبیت اولیه ایمپلنت در حفره استخوانی از معایب ایمپلنت های پیچی شکل تیتانیمی می باشد، زیرا این تثبیت با ورود فقط ۵ میلی متر از ایمپلنت در داخل حفره دندان ایجاد می شود[۵].اخیراً ساخت ایمپلنت های دندان از جنس آلیاژ نیکل – تیتانیم پیشنهاد شده است. این ایمپلنت ها دارای سازگاری بیولوژیکی، خاصیت حافظه داری و سوپرالاستیسیته نزدیک به بافت استخوانی می باشند و توانسته‌اند کاشت یک مرحله‌ای ایمپلنت را فراهم آورند[۵].Kotenko و همکاران، ایمپلنت جدیدی را از جنس آلیاژ نیکل- تیتانیم معرفی کرده اند که در محیط های بیولوژیکی غیر فعال بوده و دارای خاصیت حافظه داری و سوپرالاستیسیته بالا می باشند. این ایمپلنت ها بستری پایدار و محکم را برای نصب پروتز دندانی فراهم کرده و تکمیل سریع کاشت ایمپلنت (حدود۱ ماه) با موفقیت صد در صدی را به همراه داشته است[۵]. همچنین Afoninaو همکاران در پژوهش دیگری، نتایج درمان بیماریهای شدید دندانی را با بکارگیری ایمپلنت های جدید با مبنای Ni-Ti نانوساختار بررسی کرده اند. یک نوع از این ایمپلنت ها، ایمپلنت درون ریشه ای است که در داخل ریشه دندان و استخوان فک کاشته می شود و باعث تقویت ریشه دندان و اتصال آن به استخوان فک می شوند و می توانند موجب حفظ دندان هایی شوند که قبلاً می بایست کشیده می شدند. بر اساس این گزارش موفقیت کاشت این ایمپلنت های نیکل تیتانیمی بطور موثری در حالت عملی به اثبات رسیده است[۳].

تحقیقات مذکور در رابطه با ساخت ایمپلنت های نیکل تیتانیمی که تقریباً همزمان با پژوهش حاضر انجام گرفته اند بسیار اندک و در حد چند گزارش مختصر می باشند. بنابراین نیاز به انجام کارهای پژوهشی بیشتر و توسعه این نوع ایمپلنت ها و بهینه سازی روش های ساخت آن ها ضروری می باشد. همچنین ایمپلنت های مذکور بوسیله فرآیند تغییر شکل و ماشینکاری ساخته شده اند، که این روش برای آلیاژ نایتینول روش بسیار دشوار و هزینه بری است. لذا بکارگیری روش متالورژی پودر که قطعاتی با شکل نهایی را بدون نیاز به عملیات اضافی تولید کند حائز اهمیت است. از طرفی تولید ایمپلنت های حافظه دار متخلخل با این روش می تواند مفید باشند. حضور تخلخل میزان مدول الاستیسیته ماده را به مقادیر نزدیک به مدول الاستیسیته استخوان کاهش می دهد که این مسئله انتقال بسیار بهتر بار وتوزیع مناسب تنش را پس از کاشت فراهم کرده و باعث تحریک تشکیل استخوان جدید می شود[۶]. علاوه بر آن حضور این تخلخل ها امکان رشد بافت های استخوانی را به درون حفرات فراهم می کند. به طوری که علاوه بر استخوان سازی در سطح بدنه آن، استخوان سازی در منافذ و تخلخل های موجود در ایمپلنت نیز، باعث افزایش یکپارچگی و جوش خوردن استخوان فک به ایمپلنت و تثبیت بیولوژیکی بسیار بهتر آن در داخل استخوان می شود[۱،۷-۹]. شکل ۱ رشد بافت های استخوانی بدلیل تخلخل های ایمپلنت و تشکیل فصل مشترک غیر مسطح و پیچیده را نشان می دهد. بنابراین در این تحقیق ایمپلنت نیکل- تیتانیمی با استفاده از روش متالورژی پودر ساخته شده و با انجام عملیات حرارتی مورد نیاز، خاصیت حافظه داری

در آن برای تحریک در دمای بدن ایجاد شد. بطوری که با استفاده از این خاصیت، پس از قرار گیری ایمپلنت در محل مورد نظر، به وسیله تغییر شکل آن در داخل حفره دندان، امکان تثبیت خود بخودی، قوی و سریع ایمپلنت فراهم گردد. علاوه بر این، با ساخت قطعه با روش متالورژی پودر و بکارگیری عامل فضاساز، امکان ساخت ایمپلنت متخلخل با اندازه و درصد تخلخل مناسب برای کاربردهای پزشکی، مورد بررسی قرارگرفت.



شکل(۱): رشد بافت استخوانی درون تخلخل های ایمپلنت و تشکیل فصل مشترک غیر مسطح و پیچیده[۷].

۲- روش تحقیق

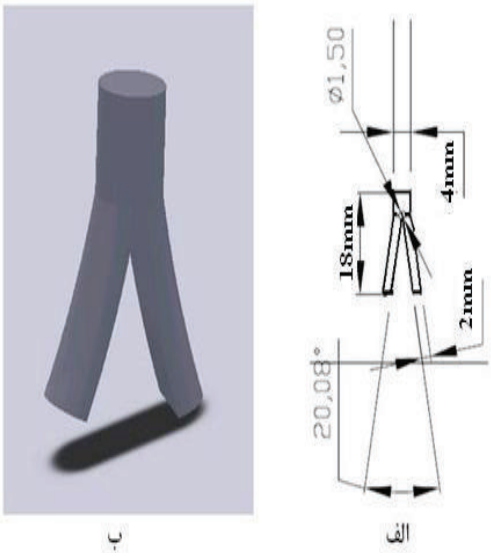
۲-۱ طراحی وساخت قالب متالورژی پودر

برای ساخت ایمپلنت دندان، شکل مورد نظر با ابعاد قابل قبول به منظور قرارگیری در حفره دندانی طراحی شد. همان طورکه در شکل۲ آورده شده، این ایمپلنت به صورت دو پایه طراحی شده تا قابلیت باز و بسته شدن آن برای ارزیابی خاصیت حافظه داری مورد بررسی قرار گیرد. با توجه به شکل مورد نظر، قالب متالورژی پودر ابتدا بصورت دو تکه ساخته شد (شکل ۳). به دلیل پیچیدگی شکل، نامتقارن بودن و نیز کوچکی ابعاد قطعه مورد نظر، قالب دو تکه برای شکل دهی نمونه مورد نظر کارایی نداشت. در این قالب سمبه از سمت بالا و به صورت عمود بر سطح مقطع نمونه فشار اعمال می کند. با توجه به این که انتهای نمونه به صورت دوپایه بود، با تجمع پودر ها در قسمت گلویی قالب (نقاطی که درشکل۳ (ج) با فلش نشان داده شده است) از انتقال فشار به قسمت های پایین ترجلوگیری می شد و قسمت های دو پایه فاقد فشردگی لازم جهت خروج از قالب بودند.

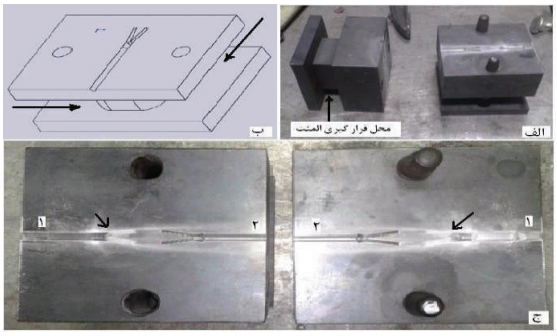
بنابراین مجدداً قالب دیگری به صورت سه تکه طراحی شد و مشکل خروج قطعه از قالب برطرف گردید(شکل۴). در این قالب، که فشار عمود بر سطح نمونه اعمال می شود، همه قسمت های نمونه بطور یکنواخت فشرده می شوند. برای ساخت قالب ابتدا نمونه های مسی از شکل مورد نظر ساخته شده و سپس بر روی قالب با روش اسپارک حفره قالب ایجادشد. برای ساخت قسمت سمبه نیز از سیستم سیم برش استفاده شد.

۲-۲ مشخصه پودرهای اولیه

برای ساخت نمونه ها از پودرهای نیکل و تیتانیم استفاده شده است. پودر تیتانیم با خلوص ۹۹/۹۹ درصد با اندازه زیر ۵۰ میکرون به حالت هیدروژن دار (Hydrided)از شرکت (Alpha Easer)، و پودر های نیکل با خلوص بالای ۹۹/۵ با اندازه زیر ۱۰ میکرون از شرکت (Merck) تهیه شده است. در شکل ۵ تصاویر تهیه شده توسط SEM برای پودر ها آورده شده است. همان طورکه مشخص است پودر های نیکل دارای شکل کروی می باشند. در حالی که پودر تیتانیم دارای اشکال غیر منظم و کشیده هستند. همچنین الگوی تفرق اشعه ایکس نمونه مخلوط پودری در شکل ۶ نشان داده شده است.



شکل(۲): (الف): طرح شماتیک و (ب): طرح سه بعدی طراحی شده برای نمونه ایمپلنت.



شکل (۳): قالب دو تکه ساخته شده از فولاد گرمکار۲۷۱۴

شکل (۴) قالب سه تکه متالورژی پودر برای پرس و شکل دهی پودر به منظور ساخت ایمپلنت دندان

۲-۳ فشرده سازی و ساخت نمونه های خام

برای فشردن پودر در قالب، از یک پرس هیدرولیک تک محوره استفاده شد. برای ساخت نمونه ها، پودرها با رعایت نسبت اتمی ۵۰-۵۰، توزین و به مدت یک ساعت توسط دستگاه لرزاننده مخلوط شده و تحت فشار ۵۰۰MPa فشرده سازی شدند. برای ساخت نمونه هایی با درصد تخلخل بالا (۵۰ الی ۷۰ درصد تخلخل) و اندازه حفرات بزرگتر (محدوده‌مورد نظر برای اندازه حفرات، بین ۱۰۰ الی ۵۰۰ میکرون) در ساخت چند نمونه از عامل فضاساز استفاده شد. عامل فضاساز استفاده شده، پودر اوره با اندازه ذره بین ۴۰۰ الی ۵۰۰ میکرون بود. در این نمونه ها، ابتدا پودر لازم برای ساخت نمونه توزین شده و سپس عامل فضاسازبه میزان ۷۰ درصد حجمی، توزین و به پودراضافه شد. برای ایجاد یکنواختی کامل، پودرهای فلزی و پودر اوره به مدت ۳۰ دقیقه مخلوط شده و درون قالب فشرده شدند.

۲-٤ تف جوشی نمونه های خام

در این پژوهش، نمونه های حافظه دار از طریق فرآیند تف جوشی متداول ساخته شدند. پس از مخلوط کردن پودرها و فشرده سازی آنها و حصول نمونه های خام، فرآیند تف جوشی بر روی آنها صورت گرفت. در واقع عمل آلیاژ سازی در حین فرآیند تف جوشی و با تشکیل زوج های نفوذی و نفوذ اتمی دو عنصر تیتانیم و نیکل در یکدیگر صورت گرفت. از آنجایی که وجود هرگونه ناخالصی از جمله اکسیژن حتی در مقادیر کم باعث اکسیداسیون نمونه می شود، فرآیند تف جوشی تحت خلاء بالا (10^{-5}torr) انجام شد. نمونه ها در دمای $1050^{o}C$ و به مدت ۳ ساعت تف جوشی شدند. با توجه به وجود هیدروژن در ترکیب پودر، نمونه ها در حین گرم شدن به مدت ۱ ساعت در دمای $400^{o}C$ نگه داری شدند، تا ترکیبات هیدروژن دار موجود در پودر تجزیه شود. همچنین برای بهبود رفتار حافظه داری، نمونه های تف جوشی شده، تحت عملیات حرارتی پیر سازی قرار گرفتند. دمای $500^{o}C$ و زمان ۱ ساعت برای انجام عملیات پیر سازی انتخاب شد. این عملیات در کوره عملیات حرارتی و تحت اتمسفر آرگون انجام شد. نمونه ها پس از انجام عملیات پیر سازی در کوره سرد شدند.

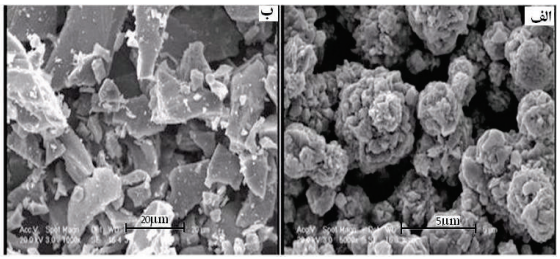
۲-۵ آزمون پراش اشعه ایکس

برای بررسی فازها و ترکیبات در نمونه های تف جوشی شده، آزمون پراش اشعه ایکس انجام شد. از دستگاه XRDساخت شرکت Philipsبا ولتاژ ۴۰kV و آمپراژ ۳۰ mA با لامپ کاتدی مسی برای انجام آزمون XRDاستفاده شد. تفرق در محدوده زاویه ۱۰۰-۲۰ درجه و با گام زاویه ۰۰۲/ درجه در هر مرحله تفرق انجام شد.

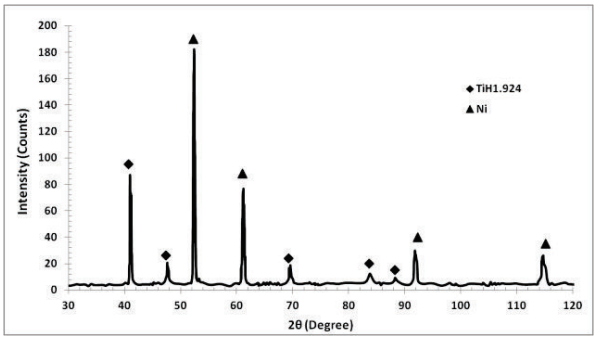
۲-٦ بررسی های میکروسکوپی

برای بررسی و مشاهده مورفولوژی پودرهای مورد استفاده از میکروسکوپ الکترونی و برای بررسی ریز ساختار نمونه های تف جوشی شده از میکروسکوپ نوری استفاده شد. به این منظور ابتدا نمونه ها مانت شده و سپس عملیات سمباده کاری تا

سمباده ۲۰۰۰ بر روی نمونه ها انجام شد. برای حصول سطح صیقلی تر، عملیات پولیش ابتدا با پودر آلومینا و در نهایت با خمیر الماسه ادامه یافت، تا سطح کاملاً صیقلی ایجاد شود. برای انجام عملیات حک کاری از محلول H_2O ٪۷۵–HNO_3٪۱۰–HF٪۱۰ استفاده شد. نمونه ها به مدت ۱۵ ثانیه در این محلول قرار گرفتند. همچنین از تجهیزات EDSدستگاه SEM برای آنالیز عنصری نقاط مورد نظر استفاده شد.



شکل(۵): تصاویرتهیه شده توسط میکروسکوپSEM: (الف) :پودر نیکل و (ب): پودر تیتانیم



شکل (۶): الگوی پراش اشعه ایکس مخلوط پودری

۲-۷ آزمون کالریمتری

برای تعیین دماهای استحاله در نمونه های ساخته شده، به منظور بررسی رفتار حافظه داری، آزمون کالریمتری (DSC)روی نمونه ها انجام شد. برای انجام این آزمون حدود ۵۰mg از نمونه در بوته آلومینیمی دستگاه مدل DSC(1)ساخت شرکت Mettler-Toledoسوئیس در دماهای بین $-۵۰^{o}C$ تا $۱۰۰^{o}C$ تحت سیکل ها ی گرم و سرد کردن قرار گرفت. نرخ گرم و سرد شدن نمونه $۱۰^{o}\dot{C}/min$ بود.

۳- نتایج وبحث

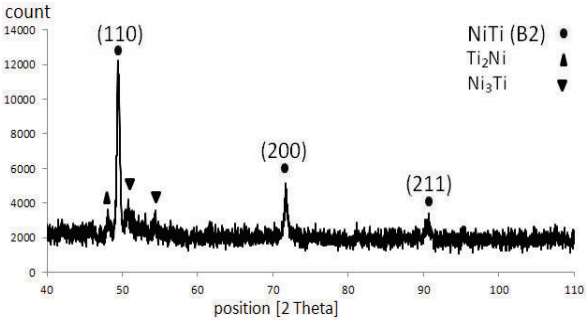
۳-۱ بررسی های ساختاری

شکل ۷ الگوی پراش اشعه X را برای نمونه ی تف جوشی شده در$۱۰۵۰^{o}C$ به مدت ۳ ساعت نشان می دهد. همان طورکه در این شکل دیده می شود، نتیجه تف جوشی نمونه های مخلوط پودرهای نیکل و تیتانیم بسیار مطلوب بوده و قسمت عمده ساختار قطعات از ترکیب $NiTi(B_2)$ تشکیل شده است. با توجه به دیاگرام فازی سیستم دوتاییNi-Ti، ترکیبات بین فلزی پایدار متعددی شامل Ni_3TiوTi_2Ni و NiTiدر سیستم آلیاژی Ti-Niوجود دارند که در بین آنها فقط ترکیب بین فلزی NiTiدارای رفتار حافظه داری می باشد. تشکیل سایر ترکیبات بین فلزی دیگر باعث تضعیف خاصیت حافظه داری نمونه ها خواهد شد. اما تغییرات انرژی آزاد در این سیستم به گونه‌ای است که تشکیل فازهای Ti_2Ni و Ni_3Ti را آسان‌تر از NiTi می‌نماید[۱۰-۱۱]. بنابراین همواره تشکیل ترکیبات بین فلزی ناخواسته همچون Ni_3Ti وTi_2Ni یکی از چالش های اساسی در تولید نمونه های حافظه دار از این آلیاژ به شمار می رود و بدلیل پایداری ترمودینامیکی بالای آنها حذف کامل این ترکیبات تقریباً غیر ممکن است[۱۱-۱۳]. با توجه به این که دمای تف جوشی به اندازه کافی بالا بوده است، تشکیل ترکیب NiTi، در اثر تف جوشی فاز مایع تسریع شده است. با توجه به دیاگرام فازی آلیاژ NiTi، در دمای $۹۴۲^{o}C$ فاز یوتکتیک با ترکیب ۲۲/۴ درصد نیکل تشکیل خواهد شد. از آنجایی که عملیات تف جوشی در دمای $۱۰۵۰^{o}C$ انجام شده است، تف جوشی در فاز مایع بصورت جزئی اتفاق خواهد افتاد. همان طورکه در شکل ۷ مشخص است فاز $NiTi(B_2)$، به خوبی در این نمونه تشکیل شده است و ترکیبات Ni_3Tiو Ti_2Ni تشکیل شده بسیار اندک می باشد. همچنین خلوص بالای پودرهای مورد استفاده و نیز هیدروژن موجود در ترکیب پودر تیتانیم، تاثیر مثبتی بر تشکیل فاز مطلوب داشته است. از آنجایی که پودر تیتانیم تحت اتمسفر هیدروژن تولید شده است و مقداری هیدروژن در ترکیب پودر، خصوصاً در لایه های سطحی پودر ها وجود دارد.

خروج هیدروژن از ترکیب پودرها، قبل از عملیات تف جوشی، شرایط را برای ایجاد فاز NiTi همگن در ساختار پودر ها را تسهیل کرده است. پودر هیدروژنه در طی فرآیند تف جوشی و قبل از شروع آن، در دمای ۴۰۰°C بر اساس واکنش زیر تجزیه می شود:

$$TiH_2 \xrightarrow{400\ ^{o}C} Ti + H_{2\,(g)}$$

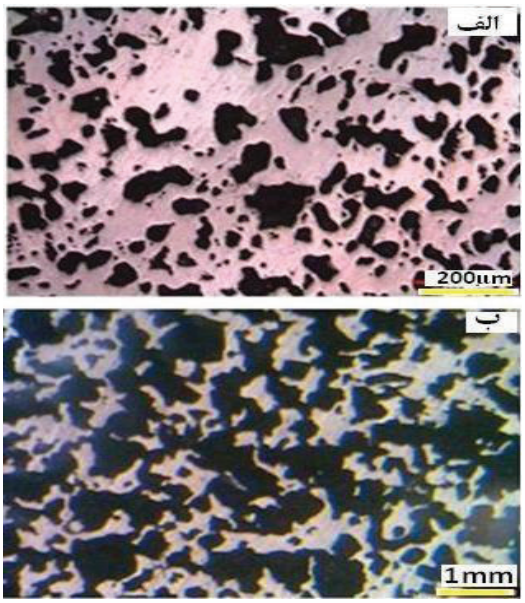
با تجزیه TiH_2و خارج شدن هیدروژن، یک سطح تمیز روی ذرات پودر بجا می ماند. ایجاد این سطح تازه و فعال، افزایش سرعت نفوذ اتم ها و سرعت تف جوشی را بدنبال خواهد داشت. به این ترتیب زمان انجام عملیات تف جوشی و کامل شدن واکنش ها به شدت پایین می آید. همچنین خلوص بسیار بالای پودر های مورد استفاده و عدم حضور ترکیبات ناخواسته احتمالی همچون اکسیدها در آن، به تشکیل ترکیب همگن NiTiکمک کرده است. بنابراین علاوه بر کنترل فرآیند های تکنولوژیکی در هنگام ساخت نمونه، خلوص مواد اولیه مورد استفاده بسیار حائز اهمیت می باشد.



شکل (۷): الگوی تفرق اشعه X برای نمونه تف جوشی شده از مخلوط پودر های عنصری در °C ۱۰۵۰ به مدت ۳ ساعت.

۳-۲ بررسی تخلخل نمونه ها

شکل ۸ توزیع تخلخل، شکل و اندازه حفرات را برای دو نمونه تولید شده بدون عامل فضاساز و با ۷۰ درصد حجمی عامل فضاساز اوره نشان می دهد. در حالتی که نمونه بدون استفاده از عامل فضاساز تولید شده است (شکل ۸- الف)، درصد تخلخل نسبتا پایین بوده و در حدود ۳۰ درصد است. میانگین اندازه حفرات نیز در این حالت زیر ۱۰۰ میکرون است. همچنین شکل حفرات بصورت مدور بوده و حفرات با گوشه های تیز به ندرت دیده می شوند. این شکل از حفرات در نمونه های متخلخل تولید شده با روش متالورژی پودر مطلوب می باشد، چرا که با حذف گوشه های تیز میزان تمرکز تنش کاهش یافته و بنابراین خواص مکانیکی نمونه نظیر استحکام کششی بهبود می یابد. همان طورکه مشخص است، حفرات تشکیل شده از نوع حفرات بسته می باشند. در واقع با توجه به درصد پایین تخلخل ایجاد شده امکان تشکیل حفرات باز و پیوسته وجود نداشته است. بر اساس گزارش محققین برای اینکه امکان رشد بافت های استخوانی به درون تخلخل ها ممکن شود بایدتخلخل ها بصورت باز و پیوسته بوده و درصد تخلخل نیز بالاتر از ۶۰ درصد باشد[۱۴-۱۶]. بنابراین نمونه هایی با ۷۰ درصد حجمی عامل فضا ساز اوره ساخته شدند. همان طورکه در شکل ۸ (ب) دیده می شود، پس از افزودن عامل فضا ساز میزان تخلخل نمونه ها به حدود ۷۰ درصد رسیده است و حفرات کاملاً پیوسته و باز هستند. همچنین میانگین قطر حفرات، در حدود۴۰۰ میکرون می باشد. با توجه به اینکه اندازه مناسب حفرات برای رشد بافت های استخوانی در محدوده ۵۰۰-۱۰۰ میکرون گزارش شده است[۹، ۱۷]، اندازه حفرات نمونه با عامل فضاساز برای رشد بافت های استخوانی مناسب خواهد بود. افزون بر این، افزایش درصد تخلخل باعث کاهش مدول الاستیسیته نمونه شده و باعث نزدیک شدن آن به مدول الاستیسیته استخوان خواهد شد. بر اساس نتایج حاصل از تحقیقات قبلی برای نمونه های متخلخل میزان مدول الاستیسیته در حالت کششی برابر ۱۹/۸ GPa بدست آمده است که مشابهت بسیار خوبی با مدول الاستیسیته استخوان (زیر۲۰GPa) دارد[۱۰].



شکل (۸): توزیع تخلخل و شکل و اندازه حفرات: (الف): بدون عامل فضا ساز (ب): با ۷۰ درصد حجمی عامل فضا ساز اوره

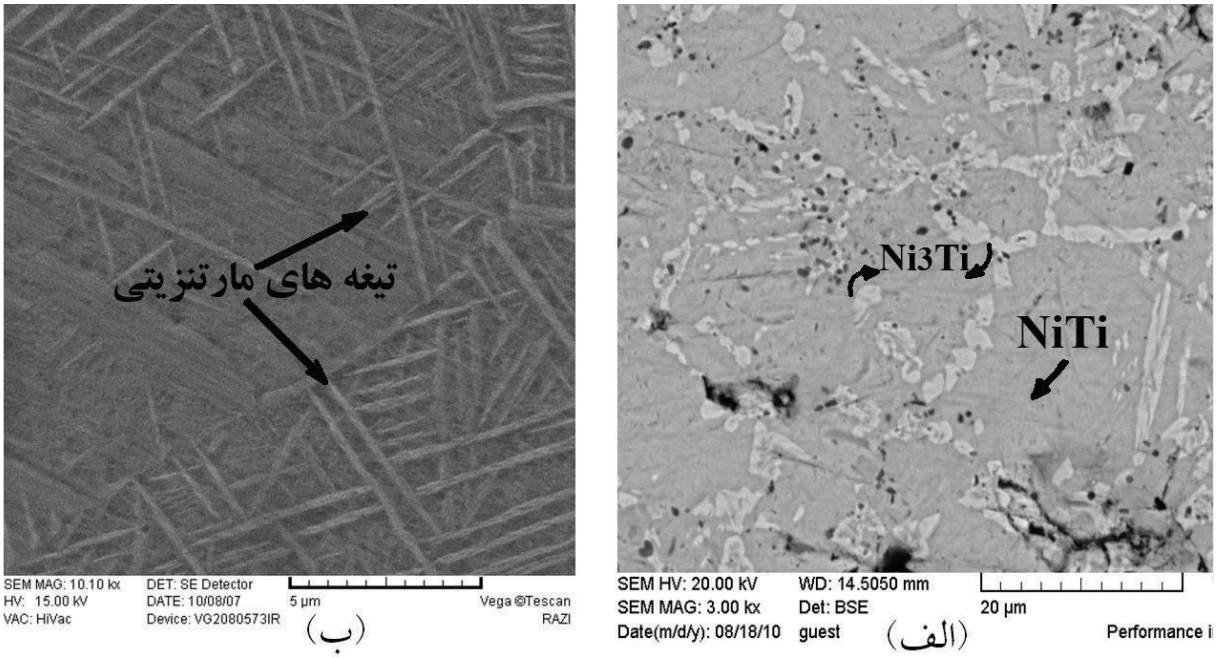
۳-۳ بررسی های میکروسکوپی

با توجه به الگوی پراش اشعه X نمونه ها، ترکیب بین فلزی NiTi که برای بروز رفتار حافظه داری ضروری است، در نمونه ها به خوبی تشکیل شده است. برای مشاهده فاز های تشکیل شده در حین تف جوشی، بررسی های میکروسکوپی بر روی نمونه های تف جوشی شده انجام گردید. شکل ۹ تصویر میکروسکوپ الکترونی از نمونه تف جوشی شده را نشان می دهد. همان طور که در تصویر ۹ – الف دیده می شود، ترکیب NiTiبصورت فاز مارتنزیتی، فاز اصلی و زمینه در ساختار می باشد که در بزرگنمایی بالاتر تیغه های مارتنزیتی به خوبی در آن مشهود است (شکل ۹- ب). این مسئله موید نتایج حاصل از آزمون XRDمی باشد. بر اساس نتیجه آزمون DSC (شکل ۱۱) دمای پایداری فاز مارتنزیتی به دمای محیط بسیار نزدیک است و ظهور این فاز در تصاویر میکروسکوپی دور از انتظار نیست. در هر صورت تصاویر متالوگرافی، تشکیل فاز NiTiدر زمینه را به خوبی نشان می دهد. همچنین همان گونه که در شکل ۹- الف مشاهده می شود، در اطراف ترکیب NiTiفاز هایی با رنگ روشن که در مرز دانه ها رسوب کرده کاملاً مشخص است. برای شناسایی این ترکیبات مرز دانه ای آزمون EDSبر روی این فاز ها انجام شد. شکل ۱۰ نتیجه آزمون EDSبر روی این ترکیبات را نشان می دهد. همان گونه که در این شکل مشخص است ترکیبات مذکور مربوط به فاز های غنی از نیکل می باشد. با توجه به این که در نمودار XRD، مقادیر اندکی از ترکیب بین فلزی Ni_3Tiشناسایی شده است، این رسوبات مرزدانه ای به ترکیب غنی از نیکلNi_3Tiنسبت داده می شوند. با توجه به حضور هیدروژن در ساختار پودرهای تیتانیم انحراف ترکیب به سمت غنی از نیکل قابل توجیه به نظر می رسد. نیکل اضافی در حین سرد کردن قطعات در کوره و همچنین پیرسازی بصورت فازهای غنی ازنیکل رسوب نموده اند.

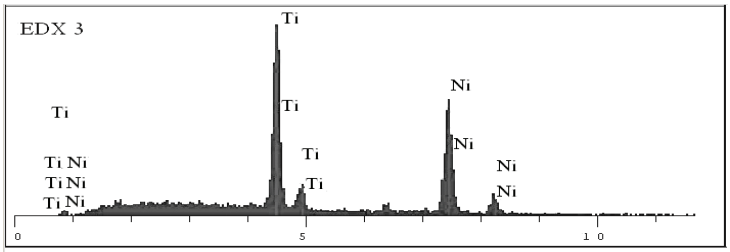
۳-٤- دماهای دگرگونی

برای یک قطعه حافظه دار، خصوصاً ایمپلنتی که قرار است در اندام های بدن بکار گرفته شود، دماهای دگرگونی آستنیتی و مارتنزیتی بسیار مهم و حائز اهمیت است، زیرا که رفتار حافظه داری در این آلیاژها، از انجام دگرگونی های برگشت پذیر تبدیل آستنیت به مارتنزیت و بالعکس، نشات می گیرد. در واقع کرنش هایی که بر اثر تغییرشکل نمونه در حالت فاز مارتنزیتی در نمونه ایجاد می شوند، با افزایش دما و ایجاد ساختار آستنیتی، بازیابی شده و باعث بازیابی شکل اولیه نمونه می شوند. بنابراین دماهای دگرگونی مارتنزیتی و آستنیتی، در تعیین کارایی یک نمونه حافظه دار برای اهداف ساخته شده، نقش اصلی را ایفا می کنند. نمودار بدست آمده از آزمون DSCدر شکل ۱۱ آمده است. همان طورکه مشخص است، دماهای دگرگونی بدست آمده برای نمونه ایمپلنت، برای قرار گیری در دمای بدن بسیار مطلوب می باشد. دمای شروع تشکیل آستنیت (A_s)برابر$۲۵/۱۱^oC$ و دمای مربوط به پیک دگرگونی آستنیتی (A_p) برابر$۳۷/۵^oC$ و دمای پایان دگرگونی آستنیتی(A_f)، برابر$۴۹/۷۷^oC$ است. با توجه به این که دمای بدن حدود ۳۷^oC می باشد، نتایج حاصل شده بسیار جالب و موفقیت آمیزمی باشد،

زیراکه پس از تغییر شکل ایمپلنت در حالت مارتنزیتی، با قرارگیری آن در حفره استخوانی و افزایش دمای آن در اثر حرارت القاء شده از طریق بافت های اندام مورد نظر، استحاله آستنیتی در ایمپلنت اتفاق افتاده و باعث بازیابی شکل اولیه خواهد شد. دماهای مربوط به شروع، پیک و پایان تشکیل مارتنزیت به ترتیب برابر^{o}C۹/۶۸، ^{o}C۳ و ^{o}C۲۲/۶۹- بدست آمد که نشان می دهد با کاهش دمای نمونه تا زیر^{o}C۲۲/۶۹- ساختار کاملاً مارتنزیتی در آن پایدار خواهد بود. بنابراین در این حالت که نمونه از انعطاف پذیری بالایی برخوردار است، امکان تغییر شکل نمونه به حالت مورد نظر وجود دارد.

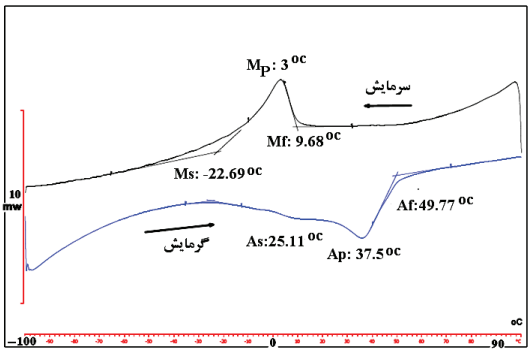


شکل (۹): تصویر میکروسکوپ الکترونی از نمونه پس از عملیات پیرسازی:(الف): زمینه مارتنزیتی و فاز های رسوب کرده در مرز دانه ها،(ب): تیغه های مارتنزیتی در بزرگنمایی بالاتر



Element	Series	Line Intensity	unn. C [wt.-%]	Atom. C [at.-%]
Titanium	K series	110.18	32.696	37.31
Nickel	K series	68.33	67.304	62.66
Total:			100 %	

شکل (۱۰): نتیجه آنالیز EDSاز روی فاز روشن مشاهده شده در شکل ۹ (الف)



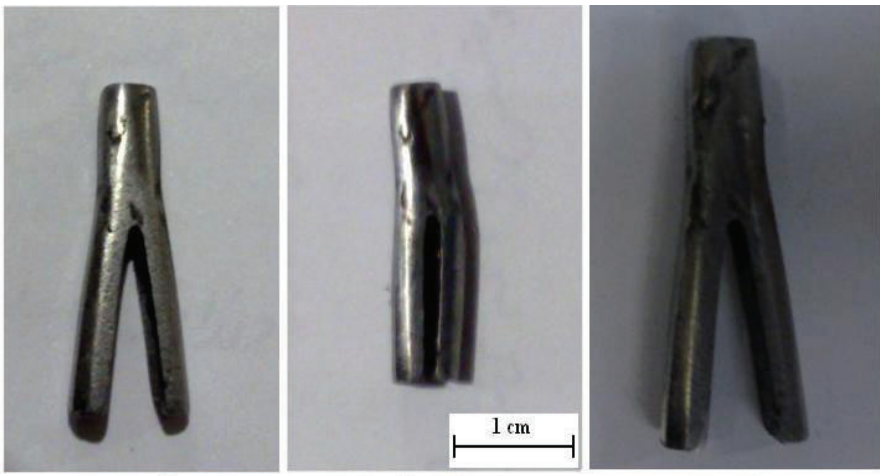
شکل (۱۱): نمودار DSCبرای نمونه ایمپلنت ساخته شده.

۳-۵ بررسی خاصیت حافظه داری

با توجه به نتایج حاصل از آزمون (DSC)، انجام استحاله مارتنزیتی در قطعات ایمپلنت ساخته شده محرز می باشد. رفتار حافظه داری در نمونه آزمایشگاهی ایمپلنت ساخته شده و قابلیت بکارگیری عملی نمونه مورد نظر تحت آزمون عملی قرار گرفت. هدف این است که ایمپلنت با سرد کردن در محدوده ی پایداری فاز مارتنزیت قرار گرفته و در این حالت که از انعطاف پذیری بالایی برخوردار است، پایه های آن به سمت یکدیگر جمع شده و ایمپلنت به صورت یک استوانه درآید. در این حالت ایمپلنت قابلیت ورود به حفره استخوانی فک را پیدا خواهد کرد و می توان آن را درون حفره دندانی که از پیش با عملیات جراحی برای قرار گیری ایمپلنت آماده شده است، جای داد. با قرار گیری ایمپلنت در دمای بدن و وقوع دگرگونی آستنیتی، ایمپلنت شکل اولیه خود را که در حالت آستنیتی به خاطر سپرده بود، بازیابی می کند. تغییر شکل حاصل از بازیابی و کرنش های ایجاد شده، باعث باز شدن پایه های ایمپلنت و تثبیت آن در داخل حفره دندانی می شود. بدین منظور، ایمپلنت ساخته شده برای انجام دگرگونی مارتنزیتی، درون نیتروژن مایع قرار گرفت. سپس به کمک یک انبر به آرامی پایه های آن به سمت یکدیگر جمع شد. همان طور که انتظار می رفت، نمونه پس از قرار گیری در نیتروژن مایع و وقوع استحاله مارتنزیتی بسیار نرم و انعطاف پذیر شده بود، به طوری که به راحتی بصورت یک استوانه در می‌آید. سپس برای انجام استحاله آستنیتی و بازیابی شکل، نمونه بر روی یک هیتر کوچک قرار گرفت. شکل ۱۲- (الف) ایمپلنت ساخته شده را در حالت آستنیتی و قبل از تغییر شکل نشان می دهد. شماتیک ساختار قطعه در این حالت در شکل ۱۳- الف آورده شده است. همان طورکه در شکل ۱۲- (ب) دیده می شود، نمونه در حالت مارتنزیتی تغییر شکل داده شده است و پایه های آن جمع شده تا قابلیت ورود به حفره استخوانی را پیدا کند. در آلیاژ های حافظه دار در دمای پایین، ساختار به صورت مارتنزیت دوقلویی است(شکل ۱۳- ب). این ساختار مارتنزیتی از واریانت های با جهت های مختلف تشکیل شده است. چنانچه این شبکه واریانت های مارتنزیتی تحت تنش خارجی قرار گیرند، دچار تغییر فرم می شوند. این تغییر فرم بر خلاف مکانیزم های عادی لغزش، لغزش مرز دانه ها و حرکت نابجایی ها به وسیله رشد و انقباض صفحات واریانت مارتنزیت اولیه صورت می گیرد. اگر میزان تنش به اندازه کافی باشد، تمام واریانت های درون ساختار به یک واریانت تبدیل می شود. در این حالت ساختار به صورت تک واریانت با دوقلو های باز شده در می آید. در واقع فرآیند تغییر فرم، بدون ایجاد لغزش دائم باعث ایجاد قابلیت بازگشت شکل و ایجاد خواص حافظه داری خواهد شد. همان طوری که در شکل۱۳- ب نشان داده شده است، با کاهش دما ساختار فاز مادر (β) تبدیل به مارتنزیت با چهار واریانت A, B, C و Dمی شود. با اعمال تنش واریانت Aرشد کرده و واریانت های B, CوDمنقبض می شوند (شکل ۱۲- ج). در واقع فرایند تغییر فرم، بدون ایجاد لغزش دائم باعث ایجاد قابلیت بازگشت شکل و ایجاد خواص حافظه داری خواهد شد. حال اگر این ساختار تا بالای دمای A_s حرارت داده شود، بر خلاف مارتنزیت های غیر ترمو الاستیک که آستنیت در مرز تیغه ها جوانه زده و رشد می کنند، در این حالت صفحات مارتنزیت ترموالاستیک در جهت عکس، برش و رشد کرده و تبدیل به فاز آستنیت می شوند. همان گونه که از

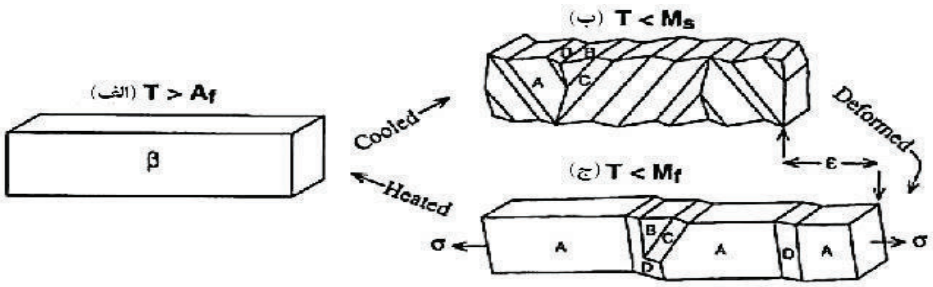
شکل ۱۱- ج مشخص است، قطعه پس ازافزایش دما و وقوع دوباره استحاله آستنیتی شکل اولیه خود را بازیابی کرده است، بر اساس نتایج آزمون کالریمتری، استحاله حافظه داری در محدوده دمایی بین ۴۹-۲۵ درجه سانتی گراد رخ خواهد داد و بطور مشخص در ۳۷ درجه سانتی گراد بیشترین مقدار بازیابی شکل و خاصیت حافظه داری بروز می کند.

با توجه به نوع تنش اعمالی، از آزمون خمش بر روی نمونه های صفحه ای شکل با ضخامت مشابه پایه های ایمپلنت جهت تحلیل رفتار حافظه داری استفاده شده است. شکل ۱۴ منحنی نیرو- تغییر شکل قطعات متخلخل NiTiدر بالای دمای استحاله آستنیتی را در حالت تنش های خمشی نشان می دهد. در حالت آستنیتی، تغییرشکل به میزان دو میلی متر بر نمونه ها اعمال شده است، که تقریبا کل این میزان کرنش بازیابی می شود. همان طورکه مشخص است برای ایجاد دو میلی متر، حدود ۱۱۰ نیوتن نیرو بر قطعه وارد می شود. بررسی رفتار قطعات حافظه دار نشان می دهد، میزان کرنش قابل بازیابی در حالت سوپرالاستیسیته و حافظه داری (ترموالاستیسیته) یکسان است. لذا می توان گفت با افزایش دمای ایمپلنت، ایجاد فاز آستنیت و بازیابی کرنش تقریبا به همین میزان نیرو به بافت های اطراف وارد می شود. این میزان نیرو می تواند به تثبیت ایمپلنت در موضع جایگذاری کمک نماید.

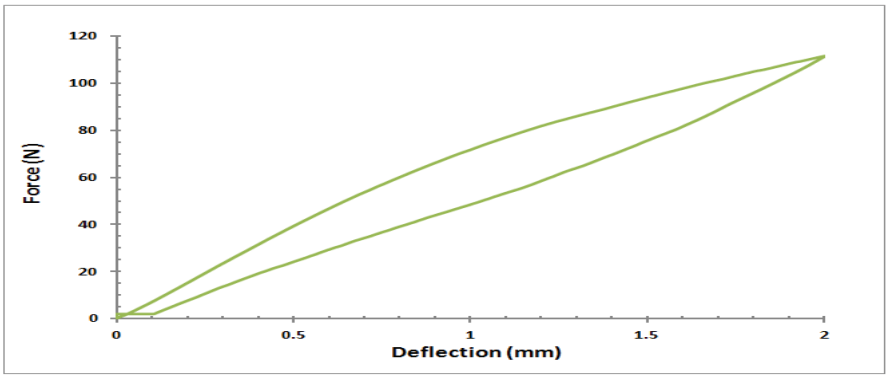


الف) نمونه در حالت آستنیتی و قبل از تغییر شکل
ب) نمونه پس از سرمایش و تغییر شکل در حالت مارتنزیتی
ج)در حالت آستنیتی و پس از بازیابی شکل

شکل (۱۲): ایمپلنت دندان ساخته شده در حالت های مختلف بروز رفتار حافظه داری.



شکل(۱۳): شماتیک رفتار حافظه داری در حالت های مختلف (الف): در حالت آستنیتی، (ب): پس از سرمایش تا زیر دمای Ms و حالت مارتنزیتی و (ج): پس از تغییر شکل



شکل (۱۴): منحنی نیرو- تغییر شکل قطعات متخلخل NiTiدر بالای دمای استحاله آستنیتی در حالت تنش های خمشی.

٦- نتیجه گیری

در این پژوهش، نمونه ایمپلنت حافظه دار برای کاشت در حفرهٔ دندانی، از جنس آلیاژ حافظه دار NiTiطراحی و ساخته شد. از روش متالورژی پودر برای ساخت ایمپلنت مورد نظر استفاده شد. استفاده از این روش امکان ساخت یک مرحله ای ایمپلنت با شکل مورد نظر را فراهم آورد. روش تف جوشی مخلوط پودر های عنصری برای ساخت نمونه حافظه دار با موفقیت بسیار خوبی همراه بود. بر اساس نتایج آزمون XRD قسمت عمده ترکیبات ایجاد شده ترکیب حافظه دار NiTi بوده و میزان ترکیبات بین فلزی نامطلوب بسیار اندک می باشد.

بر اساس نتایج بدست آمده از آزمون DSC، دماهای دگرگونی نمونه های مورد نظر برای بکارگیری نمونه در اندام های بدن کاملاً مناسب است. همچنین بررسی عملی رفتار حافظه داری نمونه ها، بر نتایج بدست آمده از آزمون های XRDو DSCصحه گذاشت. به طوری که نمونه ایمپلنت ساخته شده رفتار حافظه دار بسیار خوبی را از خود نشان داد.

استفاده از عامل فضا ساز باعث ایجاد تخلخل های باز و پیوسته شده و میانگین اندازه حفرات بدست آمده برای این نمونه در حدود ۴۰۰ میکرون و نیز درصد تخلخل در حدود۷۰٪ بود که برای رشد بافت های استخوانی و انتقال مایعات بدن بسیار مناسب می باشد.

بر اساس نتایج آزمون خمش میزان دو میلی متر تغییرشکل در این قطعات در حالت بارگذاری خمشی قابل بازیابی است. این میزان کرنش در حین بازیابی می تواند نیرویی حدود ۱۱۰ نیوتن را به بافت اطراف وارد سازد.

۷- مراجع

[1] Kapanen, J.Knen & A._JuhaTuukkanen, "Effect of nickel titanium shape memory metal alloyon bone formation", Biomaterials, Vol.22, pp. 2475-2480, 2001.

[2] C.Y. Li, X.J. Yang, L.Y. Zhang, M.F. Chen & Z.D. Cui, "In vivo histological evaluation of bioactive NiTi alloy after two years implantation", Materials Science and Engineering C, Vol.27, pp. 122–126, 2007.

[3] V.S. Afonina, N.I. Borisenko, R.M. Gizatullin, D.V. Gunderov, V.S. Kalashnikov, V.V. Koledov, E.P. Krasnoperov, V.G. Shavrov, V.I. Suslov & N.A. Yusov, "Application of nanostructural nickel titanium implants with shape memory effect to modern dental practice",Esomat, Vol.07001, pp. 1-6, 2009.

[4] M.Mour , D. Das, T. Winkler , E. Hoenig, G. Mielke, M. M. Morlock and A. F. Schilling, "Review Advances in Porous Biomaterials for Dental and Orthopaedic Applications", Materials, Vol.3, pp. 2947-2974, 2010.

[5] M.V.Kotenko,V. A. Kopyssova, V. V. Razdorsky, and V. V. Kishkarev,"Shape-

Memory Dental Quadriradical Implants for SingleStage Immediate Implantation and Undelayed Dental Prosthetics, Biomedical Engineering, Vol. 42, No. 3, pp. 156-158, 2008.

[6] p.Griss, g.Heimke, "Record of discussion on stability of joint prostheses, In: Biocompatibility of implant materials", Williams, D., (Ed.)Sector publishingLondon, Vol.52-68, 1976.

[7] A.Nouri, P. D. Hodgson and C. Wen, "Biomimetic Porous Titanium Scaffolds forOrthopedic and Dental Applications", Biomimetics, Learning from Nature, Vol.21, pp. 415- 450, 2008.

[8] Bansiddhi, T.D. Sargeant, S.I. Stupp and D.C. Dunand, "Porous NiTi for bone implants: A review", Acta Biomaterials, Vol.4, pp. 773–782, 2008.

[9] S.Kujala, J.anen, A.Danilov and J. Tuukkanen, "Effect of porosity on the osteointegration and bone ingrowth of a weight-bearing nickel – titanium bone graft", substitute Biomaterials, Vol.24, pp. 4691–4697, 2003.

[10] K. Sadrnezhaad, S.A. Hosseini, "Fabrication of porous NiTi-shape memory alloy objects by partially hydrided titanium powder for biomedical applications", Materials andDesign, Vol.30, pp. 4483– 4487, 2009.

[11] I .Barin, "Thermochemical data of pure substances",Weinheim, Federal Republic of Germany; VCH, New York, 1989.

[12] L. Bingyun, R. Lijian and L. Yiyi, "Microstructure and superelasticity of porous NiTi alloy", Science in china, Vol. 42 No. 1, pp. 94-99, 1999.

[13] H. Li, B. Yuan, Y. Gao, C. Y. Chung & M. Zhu, "High-porosity NiTi superelastic alloys fabricated by low-pressure sintering using titanium hydride as pore-forming agent", J Mater Sci, Vol.44, pp. 875–881,2009.

[14] Bram, M.Schiefer, H.Bogdanski, D.Köller, M.Buchkremer, H.P. & D. Stöver, "Implant surgery: How bone bonds to PM titanium " Metal Powder Report,Vol. 61, pp. 26-31, 2006.

[15] k. Ishizaki, s.Komarneni & M.Nanko, "Porous Materials: Process technology andApplications", Kluwer Academic Publishers, 1998.

[16] J.Banhart, "Functional applications, In Handbook of cellular metals: Production,Processing, Applications", Degischer, H.P. and Kriszt, B., (Ed.), Wiley-VCHVerlag, Weinheim, pp. 313-320, 2002.

[17] H.P.Laptev, A.Bram, M.,Buchkremer, & D.Stöver, "Study of production route forTitanium parts combining very high porosity and complex shape", Powder Metallurgy, Vol. 47, pp. 85-92, 2004.