



اثر افزودن ذرات نایتینول بر خواص مکانیکی و ریزساختار هیدرو کسی آپاتیت طبیعی به دست آمده از استخوان گوساله

سمانه کمالی¹، علیرضا خاوندی^{2*}، سپیده شمشاد³، الهام ملک محمدی⁴

1- دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی پزشکی - بایومواد، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران

2- استاد دانشگاه، مهندسی مواد، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران

3- دانشجوی کارشناسی ارشد، مهندسی پزشکی - بایومواد، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران

4- کارشناس ارشد پژوهشی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران

*تهران، صندوق پستی 13114-16846، khavandi@iust.ac.ir

اطلاعات مقاله

دریافت: 96/03/08

پذیرش: 96/05/07

کلیدواژگان:

کامپوزیت

هیدروکسی آپاتیت

نایتینول

خواص مکانیکی

چکیده

هیدرو کسی آپاتیت به دلیل خواص زیستسازگاری، زیستفعالی و توانایی پیوند با استخوان، به منظور ترمیم و جایگزینی استخوان مورد توجه قرار گرفته است. این ماده با وجود داشتن خواص مکانیکی ضعیف، خواص بیولوژیکی منحصر به فردی از خود نشان می‌دهد. این موضوع باعث تمرکز بیشتر مطالعات در راستای بهبود خواص مکانیکی این ماده تا جایگزینی آن شده است. یکی از راه‌های بهبود خواص هیدروکسی‌آپاتیت به عنوان یک بیوسرامیک، تهیه کامپوزیت بر پایه هیدروکسی‌آپاتیت است. در این پژوهش از نایتینول به عنوان فاز تقویت‌کننده به منظور بهبود خواص مکانیکی هیدروکسی‌آپاتیت استفاده شد. هیدروکسی‌آپاتیت به روش سوزاندن استخوان گوساله، از منابع طبیعی تهیه شد و سپس کامپوزیت‌های هیدروکسی‌آپاتیت-نایتینول با 5، 10 و 15 درصد وزنی نایتینول به روش متالورژی پودر سنتز شدند. به منظور بررسی تحولات فازی رخ داده در کامپوزیت پس از تف جوشی و بررسی سطح مقطع شکست به ترتیب از آنالیز پراش پرتوی ایکس (XRD)، طیف‌سنجی پرتو فروسرخ (FTIR) و میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) استفاده شد. سپس خواص مکانیکی نظیر استحکام فشاری و مدول الاستیک مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که کامپوزیت هیدروکسی‌آپاتیت-10٪ نایتینول دارای شرایط مناسب و بهینه از نظر خواص مکانیکی نسبت به سایر ترکیبات در نظر گرفته شده است.

DOI: 10.22068/JSTC.2018.63993.1318

Effect of Nitinol addition on the mechanical properties and the microstructure of natural hydroxyapatite obtained from calf femoral bone

Samaneh Kamali¹, Alireza Khavandi^{1*}, Sepide Shemshad¹, Elham Malekmohammadi¹

1- Department of Material Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

*P.O.B. 16846-13114, Tehran, Iran, khavandi@iust.ac.ir

Keywords

Composite
 Hydroxyapatite
 Nitinol
 Mechanical properties

Abstract

Hydroxyapatite has been studied intensively for bone repairing and replacement applications due to its biocompatibility, bioactivity and the ability of bonding to bone. Despite the poor mechanical properties of hydroxyapatite, its unique biological properties leads to study improvements of its properties rather than completely replacing it with other biomaterials. One of the ways to improve the properties of Hydroxyapatite as a bioceramic, is preparing composite based hydroxyapatite. In this study, Nitinol was used as a reinforcer phase in order to improve the mechanical properties of hydroxyapatite. Pure hydroxyapatite (HA) was obtained by the calcination of calf femoral bone. Then the hydroxyapatite composite reinforced with 5, 10 and 15 wt% Nitinol was successfully produced by powder metallurgy. In order to examine the changes that occurred in the composite phases after sintering and fracture surface, XRD, FTIR and SEM were used, respectively. Also, the compressive strength was measured to compare the bone properties. The results showed that hydroxyapatite composite with 10% Nitinol has the suitable conditions. It also optimized the mechanical properties compared to other compounds considered.

Please cite this article using:

Kamali, S. Khavandi, A. Shemshad, S. and Malekmohammadi, E., "Effect of Nitinol addition on the mechanical properties and the microstructure of natural hydroxyapatite obtained from calf femoral bone", In Persian, Journal of Science and Technology of Composites, Vol. 05, No. 02, pp. 238-244, 2018.

برای ارجاع به این مقاله از عبارت زیر استفاده نمایید:

1- مقدمه

یکی از موضوعات مهم در علم پزشکی واکنش بین بایومواد و بافتهای طبیعی است تا بر این اساس، بتوان موادی با خواص زیستسازگاری و زیست فعالی مناسب طراحی و تولید کرد. در این راستا تحقیقات زیادی به منظور یافتن موادی با خواص مکانیکی و بیولوژیکی مناسب انجام شده است.

هیدروکسی آپاتیت یکی از رایج ترین بایومواد زیست فعال است که به طور گسترده در پزشکی استفاده می شود [1,2,3,4]. از جمله کاربردهای آن می توان به: کاربردهای ارتوپدی (سیمان استخوان و مهندسی بافت استخوان)، دندان پزشکی (مواد درمانی ترمیمی، مواد مورد استفاده در ایمپلنت های فک و دهانی) و پوشش ایمپلنت ها اشاره کرد [5,6]. با وجود خواص زیستی مناسب، هیدروکسی آپاتیت خواص مکانیکی ضعیفی از خود نشان می دهد (به ویژه در محیط های مرطوب)، به همین علت بیشتر به صورت کامپوزیتی با دیگر مواد زیستی به کار می رود [7]. پلیمرها، فلزات و سرامیک های زیست خنثی از جمله موادی هستند که به عنوان عامل تقویت کننده به شکل فیبر و ذره به منظور بهبود خواص مکانیکی هیدروکسی آپاتیت به کار برده شدند [8,9,10,11]. ذرات تقویت کننده معمولاً دارای استحکام و تانس بلا، زیستسازگاری خوب و مقاومت به خوردگی مناسب هستند. از میان تقویت کننده هایی که استفاده می شود فلزات به دلیل توانایی جذب انرژی با تغییر فرم پلاستیکی که در نوک ترک از خود نشان می دهند، مناسب تر به نظر می رسند [12,13].

نایتینول یک ترکیب بین فلزی با خواص متنوع و منحصر به فردی چون خاصیت حافظه داری، سوپر الاستیسیته، مقاومت به خوردگی و سایش، خواص مکانیکی عالی و زیست سازگاری مناسب است. این ویژگی ها باعث تبدیل این آلیاژ به یک آلیاژ عالی برای کاربرد ایمپلنت استخوانی شده است [14,15,16]؛ اما تا به حال اثر افزودن نایتینول به عنوان یک جزء تقویت کننده بر خواص مکانیکی هیدروکسی آپاتیت مورد بررسی قرار نگرفته است [17].

در این پژوهش، با هدف بهبود خواص مکانیکی هیدروکسی آپاتیت، ذرات نایتینول به مقدار 5، 10 و 15 درصد وزنی به زمینه هیدروکسی آپاتیت افزوده شدند. کامپوزیت های تولید شده از لحاظ خواص مکانیکی مورد بررسی قرار گرفتند و با یکدیگر مقایسه شدند.

2- فعالیت های تجربی

2-1- مواد اولیه

در این مطالعه، به منظور تهیه هیدروکسی آپاتیت از استخوان فمور گوساله استفاده شد. به این صورت که ابتدا دو سر استخوان فمور جدا شدند و قسمت استوانه ای استخوان به منظور حذف مغز استخوان در آب جوشانده شد. استخوان تمیز شده در دمای 850°C به مدت دو ساعت کلسینه شد تا بخش غیر معدنی استخوان حذف شده و تنها بخش معدنی آن (هیدروکسی آپاتیت) باقی بماند. سپس با استفاده از آسیا دستی پودر هیدروکسی آپاتیت از قطعات کلسینه شده استخوان به دست آمد. در مرحله بعدی پودر هیدروکسی آپاتیت در آسیا سیاره ای با محفظه¹ و گلوله زیر کونیایی به مدت 6 ساعت با سرعت 300 دور بر دقیقه (rpm) آسیا شد. از اتانول به عنوان عامل کنترل کننده فرایند (PCA) استفاده شد و نسبت پودر به گلوله 1 به 10 در نظر گرفته شد.

پودر نایتینول استفاده شده در این مطالعه به روش آلیاژسازی مکانیکی تولید شد. به این منظور، ابتدا توزین پودرهای نیکل و تیتانیوم با نسبت مولی برابر انجام شد و سپس مخلوط پودر در دستگاه آسیا گلوله ای سیاره ای با محفظه فولاد ضد زنگ قرار گرفت (نسبت پودر به گلوله 1 به 10). سپس با انجام آسیا با سرعت 200 دور بر دقیقه (rpm) برای مدت زمان 40 ساعت آلیاژ نایتینول حاصل شد.

2-2- تهیه کامپوزیت هیدروکسی آپاتیت / نایتینول

برای ساخت کامپوزیت هیدروکسی آپاتیت / نایتینول، پودر نایتینول (اندازه ذرات در محدوده 300-500 mm) با نسبت 5، 10 و 15 درصد وزنی به پودر هیدروکسی آپاتیت تولید شده (اندازه ذرات در محدوده 200-300 mm) افزوده شد و سپس با استفاده از آسیا دستی باهم مخلوط شدند. پودر مخلوط شده در داخل قالب فولادی تحت پرس تک محوره با فشاری در حدود 300 MPa قرار گرفت. در نتیجه این عملیات نمونه های استوانه ای شکلی با قطر 5 mm و ارتفاع 10 mm تولید شد. به منظور جوش خوردن پودرها به یکدیگر و تولید یک توده جامد، نمونه های پرس شده تحت عملیات تف جوشی قرار گرفتند. در این تحقیق پخت نمونه ها در سه مرحله صورت گرفت. در مرحله اول نمونه ها با نرخ گرمایش $10\frac{^{\circ}\text{C}}{\text{min}}$ تا دمای 350°C گرم شده و به مدت یک ساعت در این دما قرار گرفتند. در مرحله دوم نمونه ها با همان نرخ گرمایش تا دمای 1150°C گرم شده و به مدت نیم ساعت در این دما نگاه داشته شدند تا نیرو محرکه لازم به منظور انجام عملیات تف جوشی فراهم شود. در مرحله سوم نمونه ها با نرخ سرمایش $10\frac{^{\circ}\text{C}}{\text{min}}$ تا دمای 950°C سرد شده و برای مدت 5 ساعت در این دما قرار گرفتند تا فرصت کافی برای نفوذ و جوش خوردن ذرات به یکدیگر فراهم شود. در نهایت نمونه ها با همین نرخ سرمایش تا دمای محیط سرد شدند. این توقف ها به منظور کاهش احتمال تشکیل ترک به دلیل تفاوت ضریب انتقال حرارتی بین فلز و سرامیک است.

2-3- پراش پرتوی ایکس (XRD)

به منظور اطمینان از به دست آوردن نایتینول با استفاده از روش آلیاژسازی مکانیکی و ایجاد نشدن فازهای ناخواسته ای مانند TiNi_3 و NiTi_2 و آلودگی در پودر نهایی و همچنین اطمینان از دستیابی به پودر هیدروکسی آپاتیت، پودرهای تولید شده تحت آنالیز پراش اشعه ایکس قرار گرفتند. علاوه بر این، کامپوزیت نیز به منظور بررسی فازهای تشکیل شده در حین تف جوشی تحت آنالیز پراش پرتوی ایکس (XRD) قرار گرفتند.

2-4- اندازه گیری استحکام فشاری

به منظور بررسی خواص مکانیکی داربست های تولید شده و تعیین تأثیر نایتینول در بهبود ویژگی های مکانیکی داربست های هیدروکسی آپاتیت / نایتینول، آزمایش فشار بر روی نمونه های استوانه ای شکل با قطر 5 mm و ارتفاع 10 mm طبق استاندارد ASTM C 1424-04 صورت گرفت. نرخ کرنش اعمالی 0.5 mm/min در نظر گرفته شد. استحکام فشاری بر اساس بیشترین نیروی ثبت شده تقسیم بر سطح مقطع اولیه داربست محاسبه شد. مدول الاستیک در حالت فشاری نیز از روی شیب ناحیه الاستیک نمودار تنش-کرنش اندازه گیری شد. آزمایش ها برای هر نمونه 3 بار تکرار شد و در این تحقیق مقدار میانگین گزارش شده است.

¹ Cup

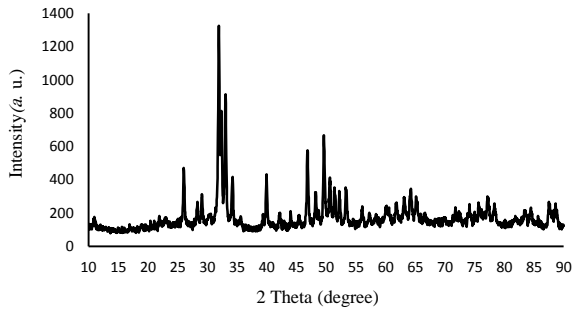


Fig. 2 X-ray diffraction pattern Hydroxyapatite powder

شکل 2 الگوی پراش X پودر هیدروکسی آپاتیت

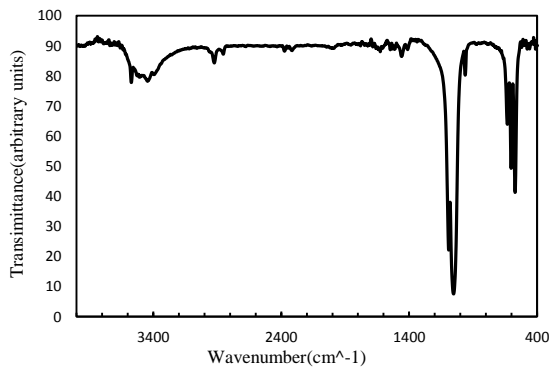


Fig. 3 Fourier transforms infrared analysis of bone ash

شکل 3 طیف FTIR پودر هیدروکسی آپاتیت تولیدشده از خاکستر استخوان

پودر دارای ساختار آپاتیتی است؛ زیرا حضور باندهای^۲ جذبی در محدوده 630 cm^{-1} و معرف حضور OH^- وجود باندهای جذبی در محدوده 3500 cm^{-1} و وجود باندهای جذبی در محدوده 600-560 و 1050-1100 cm^{-1} نشان دهنده وجود عامل PO_4^{3-} است که این امر وجود ساختاری آپاتیت را توجیه می کند.

3-2- بررسی فازی داربست ها

شکل 4 الگوی پراش اشعه ایکس هیدروکسی آپاتیت و کامپوزیت های تهیه شده را نشان می دهد. در تمامی نمونه ها، پیک های اصلی هیدروکسی آپاتیت و مقدار کمی تجزیه فازی به $\text{Ca}_4\text{O}(\text{PO}_4)_2$ (TCP) در الگوی پراش اشعه ایکس مشاهده شد. همچنین، در الگوی پراش اشعه ایکس کامپوزیت های هیدروکسی آپاتیت/ نایتینول پیک های پراشی مربوط به نایتینول قابل مشاهده است که با افزایش درصد وزنی نایتینول در کامپوزیت شدت این پیک ها نیز افزایش یافته است. علاوه بر این، هیچ ترکیب جدیدی در الگوی پراش اشعه ایکس مشاهده نشد که این گویای عدم انجام واکنش شیمیایی بین هیدروکسی آپاتیت و نایتینول است.

شکل 5 طیف تبدیل فوریه مادون قرمز هیدروکسی آپاتیت خالص و کامپوزیت های هیدروکسی آپاتیت/ نایتینول با 5، 10 و 15 درصد وزنی نایتینول را نشان می دهد. همان طور که مشاهده می شود؛ در طیف مربوط به هیدروکسی آپاتیت خالص شدت پیک های مربوط به یون های OH^- که در 630 cm^{-1} و محدوده 3500 cm^{-1} می باشند نسبت به پودر هیدروکسی آپاتیت خام کاهش یافته است (شکل 3). علت این امر انجام تف جوشی و از دست رفتن یون های OH^- در دمای بالا است. با بررسی طیف های مربوط به کامپوزیت های هیدروکسی آپاتیت/ نایتینول مشاهده می شود که بدون افزایش دمای تف

2-5- میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) و آنالیز EDS

برای بررسی سطح شکست نمونه ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) استفاده شد. همچنین به کمک آنالیز EDS، فازهای تشکیل شده پس از تف جوشی نمونه ها تعیین شد.

2-6- طیفسنجی پرتو فروسرخ (FTIR)

طیفسنجی پرتو فروسرخ در گستره موج 1400-4000 cm^{-1} (در حالت عبوری) به منظور تکمیل و تأیید نتیجه های به دست آمده از XRD انجام شد.

3- نتایج و بحث

3-1- مشخصه یابی مواد اولیه

نتایج پراش پرتوی ایکس (XRD) به دست آمده از پودرهای تولیدشده نشان داد که روش های استفاده شده به منظور تولید پودرها موفقیت آمیز بوده است. شکل 1 الگوی پراش پرتوی ایکس (XRD) پودر نایتینول تولیدشده را نشان می دهد. با مقایسه الگوی پراش به دست آمده از پودرها با الگوی استاندارد نایتینول با شماره کارت های 00-035-1281 (نایتینول مارتزیتی) و 0917-03-065 (نایتینول آستنیتی) مشاهده شد که پیک ها بر هم منطبق می باشند. در نتیجه می توان گفت پودر به دست آمده نایتینول است.

شکل 2 الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) پودر هیدروکسی آپاتیت تولیدشده را نشان می دهد با مقایسه این الگو با الگوی استاندارد هیدروکسی آپاتیت با شماره کارت 009-0432 مشاهده شد که پودر تولیدشده دارای پیک های تفرقی در 39.96، 34.2، 33، 32.35، 31.9، 29.1، 28.25، 26.172، 25.14، 24.825، 24.685 و 53.38 درجه است که با الگوی استاندارد تطابق دارد.

با توجه به این نکته که مواد آمورف دارای الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) با پیک های پهن بوده و الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) مواد بلورین به صورت الگویی با پیک های تیز^۱ ظاهر می شود [16]. می توان نتیجه گرفت که پودر هیدروکسی آپاتیت تولیدی دارای درصد بلورینگی بالایی است؛ زیرا با توجه به الگوی پراش پرتوی ایکس (XRD) به دست آمده از پودر هیدروکسی آپاتیت تمامی پیک های موجود کاملاً تیز می باشند.

به منظور تأیید نتایج XRD آنالیز طیفسنجی تبدیل فوریه مادون قرمز (FTIR) از پودر هیدروکسی آپاتیت تهیه شد. منحنی FTIR پودر در شکل 3 نشان داده شده است. با توجه به منحنی به دست آمده می توان گفت که این

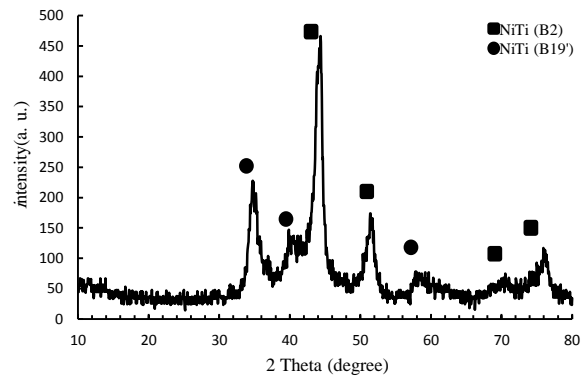


Fig. 1 X-ray diffraction pattern Nitinol powder

شکل 1 الگوی پراش پرتوی X پودر نایتینول

²Band

¹Sharp

دهیدراسیون و تجزیه فازی هیدرو کسپاتیت نقش مهمی در قابلیت تف جوشی این ماده ایفا می‌کند. اکسید هیدرو کسپاتیت، محصول دهیدراسیون است که توانایی تف جوشی بهتری نسبت به فاز هیدرو کسپاتیت دارد؛ بنابراین اگر واکنش‌های تجزیه اتفاق نیافتند، دهیدراسیون فاز هیدرو کسپاتیت می‌تواند باعث بهبود قابلیت تف جوشی ماده شود، به عبارت دیگر، واکنش‌های تجزیه با تولید فازهای جدید مانع از تولید قطعه‌ای مترکم با انجام تف جوشی و در نتیجه افت خواص مکانیکی می‌شوند [9].

با توجه به داده‌های به دست آمده از الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) و طیف مادون قرمز تبدیل فوریه (FTIR) از داربست‌ها می‌توان نتیجه گرفت که داربست‌های تولید شده در این پژوهش مقداری دچار تجزیه فازی شده‌اند که این می‌تواند در خواص مکانیکی آن‌ها مؤثر باشد. از آنجایی که فازهای کلسیم فسفات حاصل از تجزیه هیدرو کسپاتیت ترد و شکننده بوده و خواص مکانیکی پایینی دارند، این تجزیه فازی باعث کاهش خواص مکانیکی قطعات تولیدی می‌شود [18].

3-3 بررسی خواص مکانیکی داربست‌ها

جدول 1 نتایج خواص مکانیکی (استحکام فشاری و مدول یانگ) نمونه‌های تهیه شده را نشان می‌دهند.

Table. 1 Mechanical properties (compressive strength and Young's modulus) of Hydroxyapatite and Hydroxyapatite/Nitinol composites.

جدول 1 خواص مکانیکی (استحکام فشاری و مدول یانگ) نمونه هیدرو کسپاتیت و نمونه‌های کامپوزیتی هیدرو کسپاتیت/ نایتینول.

نمونه	مقدار میانگین استحکام فشاری (MPa)	مقدار میانگین مدول یانگ (GPa)
H	46	89.72
HN5	58.34	42.29
HN10	67.67	36.59
HN15	35.67	25.76

همان‌طور که از نتایج مشخص است، استحکام با افزودن ذرات نایتینول افزایش یافته است. میزان استحکام فشاری نمونه هیدرو کسپاتیت خالص به‌طور میانگین 46 MPa است که با افزودن ذرات تقویت‌کننده نایتینول استحکام فشاری، ماکزیمم تا 67.67 MPa در کامپوزیت هیدرو کسپاتیت-10٪ نایتینول افزایش یافته است که این تقریباً 1.5 برابر هیدرو کسپاتیت خالص است. در رابطه با مدول الاستیک می‌توان گفت که؛ مدول با افزودن ذرات تقویت‌کننده نایتینول کاهش یافته و از 89.72 GPa در هیدرو کسپاتیت خالص به 25.76 GPa در کامپوزیت هیدرو کسپاتیت-15٪ نایتینول می‌رسد. علت این کاهش مدول الاستیک پایین بودن مدول الاستیک نایتینول است. با توجه به این نکته که با کامپوزیت سازی می‌توان به خواص بهینه‌ای نسبت به هر یک از اجزا به‌صورت جداگانه دست یافت. در این مطالعه نیز با افزودن نایتینول به هیدروکسی آپاتیت مدول الاستیک کاهش یافته است که این خواص برای یک جایگزین استخوان مناسب‌تر است [12].

از آنجاکه در این پژوهش از پودر هیدرو کسپاتیت به دست آمده از منابع طبیعی (استخوان گوساله) استفاده شده است، مقادیر به دست آمده برای استحکام نمونه هیدرو کسپاتیت با توجه به گزارش‌های منتشر شده توسط

جوشی و تنها با افزایش مقدار نایتینول شدت پیک‌های مربوط به یون‌های OH⁻ کاهش می‌یابد. همان‌طور که مشاهده می‌شود در کامپوزیت هیدرو کسپاتیت-15٪ نایتینول شدت پیک مربوط به ارتعاش کششی یون‌های OH⁻ در 3500 cm⁻¹ به شدت کاهش یافته و پیک مربوط به ارتعاش نوسانی این یون‌ها به شکل یک پیک شانه‌ای ضعیف در 630 cm⁻¹ مشاهده می‌شود؛ که این نشان‌دهنده خروج مقدار زیادی از یون‌های OH⁻ از فاز هیدرو کسپاتیت است. پس می‌توان گفت که؛ وجود ترکیب بین فلزی نایتینول باعث ترویج واکنش‌های دهیدراسیون در کامپوزیت‌های هیدرو کسپاتیت/ نایتینول شده است.

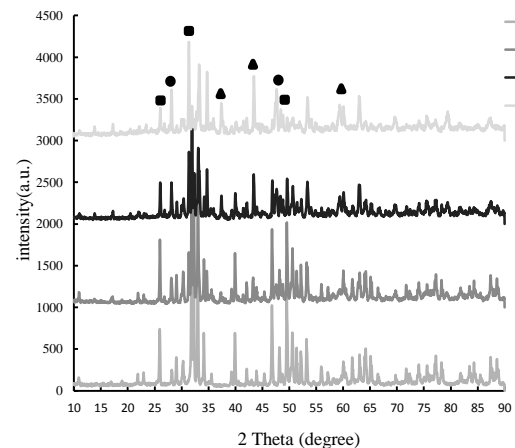


Fig. 4 X-ray diffraction Pattern of Hydroxyapatite and Hydroxyapatite/Nitinol composite with 5, 10 and 15 wt.% Nitinol

شکل 4 الگوی پراش اشعه ایکس نمونه هیدرو کسپاتیت و نمونه‌های کامپوزیتی هیدروکسی آپاتیت/نایتینول با 5، 10 و 15 درصد وزنی نایتینول

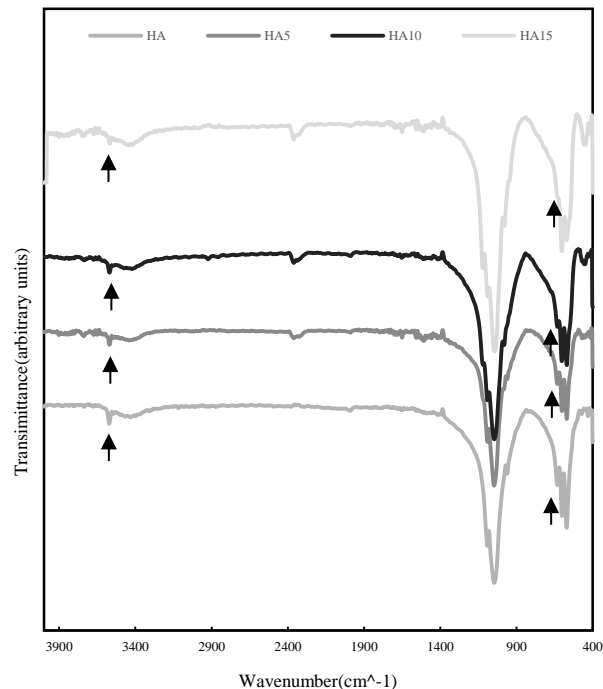
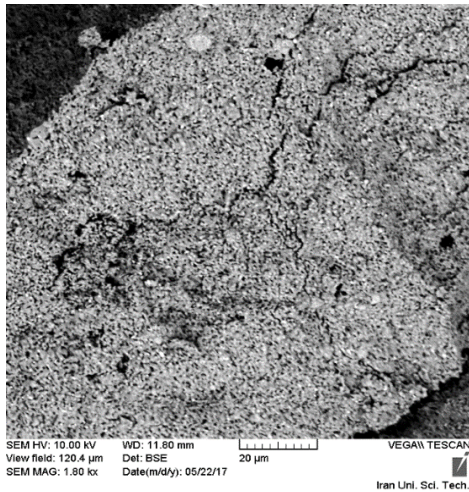
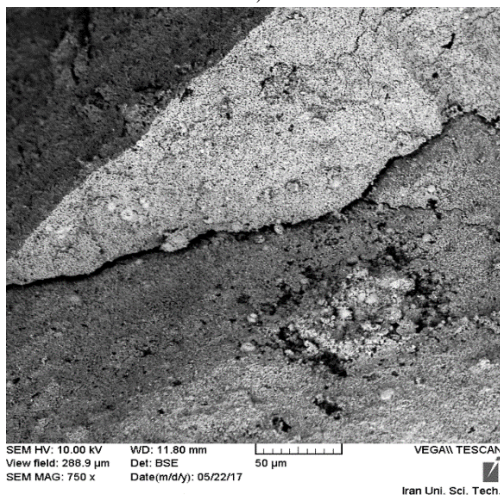


Fig. 5 Fourier transforms infrared analysis of Hydroxyapatite and Hydroxyapatite/Nitinol composite with 5, 10 and 15 wt.% Nitinol

شکل 5 طیف تبدیل فوریه مادون قرمز داربست هیدرو کسپاتیت و داربست‌های کامپوزیتی هیدروکسی آپاتیت/نایتینول با 5، 10 و 15 درصد وزنی نایتینول



a)



b)

Fig. 7 Scanning electron microscope image obtained from the fracture surface (a) 1.80x magnification, b) 750x magnification

شکل 7 تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی تهیه شده از سطح شکست (a) بزرگنمایی 1/80 X، b) (بزرگنمایی 750X)

با توجه به این آنالیز می توان گفت که ذره منحرف کننده ترک همان نایتینول است. در نتیجه این ذرات به عنوان یک سد در برابر ترک عمل کرده و باعث انحراف و یا توقف ترک می شوند. پس می توان گفت که ذرات نایتینول با مکانیزم انحراف ترک باعث اتلاف انرژی ترک و در نتیجه بهبود استحکام شده اند.

با مقایسه نتایج به دست آمده در این پژوهش با گزارش های منتشر شده در رابطه با ذرات تقویت کننده فلزی، مشاهده می شود که در آنها نیز عامل بهبود دهنده خواص مکانیکی انحراف ترک به وسیله ذرات فلزی است.

چو² و همکارانش اثر افزودن ذرات تیتانیوم بر خواص مکانیکی هیدرو کسپا پاتیت را مورد بررسی قرار دادند. آنها نشان دادند که فاز فلزی تیتانیوم باعث ترویج واکنش های دهیدراسیون فاز هیدرو کسپا پاتیت در کامپوزیت هیدرو کسپا پاتیت-20% تیتانیوم می شود. این واکنش ها باعث کاهش دانسیته کامپوزیت تولیدی و در نتیجه تأثیر منفی در خواص مکانیکی کامپوزیت شد؛ اما باین حال، ذرات تیتانیوم به عنوان عوامل منحرف کننده ترک باعث بهبود

حیدری [19] و قیصری [20] قابل توجیه است. با مقایسه نتایج استحکام فشاری با نتایج گزارش هایی که از هیدرو کسپا پاتیت طبیعی در آنها استفاده شده است مشاهده می شود که نتایج استحکام فشاری به دست آمده با نتایج به دست آمده در این گزارش ها همخوانی دارد. حال در این مطالعه با افزودن ذرات تقویت کننده نایتینول، به منظور افزایش استحکام فشاری تلاش شده است.

به منظور بررسی مکانیزم بهبود دهنده خواص مکانیکی در داربست های تولید شده در این پژوهش، تصاویری از سطح شکست نمونه تهیه شد. شکل 6 تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی تهیه شده از سطح را نشان می دهد. همان طور که در این شکل مشاهده می شود ترک های زیادی در زمینه وجود دارد که به علت ضعیف بودن خواص مکانیکی زمینه است.

با بررسی مسیر ترک ها به نظر می رسد عواملی در مسیر ترک وجود دارد که مانع از اشاعه ترک به صورت مستقیم می شود. همان طور که در شکل 7 مشاهده می شود؛ ترک ها در بعضی قسمت ها از مسیر خود منحرف شده و یا کاملاً متوقف شده و نتوانسته اند به مسیر خود ادامه دهد. علت این امر را می توان به ذرات نایتینول مربوط دانست. ذرات نایتینول دارای خواص مکانیکی بهتری در مقایسه با زمینه هیدرو کسپا پاتیت هستند که این باعث می شود وقتی ترک به آنها می رسد نتواند از آنها عبور کند.

شکل 8 تصاویر به دست آمده از سطح با بزرگنمایی 2000 برابر را نشان می دهد. در این تصویر دیده می شود که ترک ها با رسیدن به ذرات نایتینول نتوانستند از آنها عبور کنند و منحرف شده اند. به منظور اطمینان از این موضوع که ذره منحرف کننده ترک همان نایتینول است، از آن آنالیز EDS تهیه شد. شکل 9 نتیجه آنالیز EDS تهیه شده از ذره منحرف کننده ترک (ذره A) را نشان می دهد. از آنجاکه آنالیز EDS، ترکیب شیمیایی یک محدوده در اطراف محل مورد نظر را مشخص می کند، بنابراین؛ در نتیجه اعلام شده، علاوه بر پیک های مربوط به نیکل و تیتانیوم که اجزای تشکیل دهنده نایتینول می باشند، پیک های مربوط به فاز زمینه نیز مشاهده می شود. ولی به طور کلی

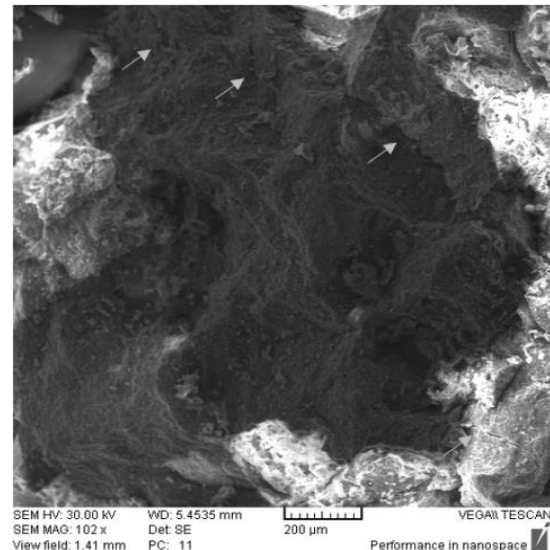


Fig. 6 Scanning electron microscope image obtained from the fracture surface (100x magnification)

شکل 6 تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی تهیه شده از سطح شکست (بزرگنمایی 100 x)

²Chu

نایتینول یک ترکیب بین فلزی با نسبت 50Ti-50Ni است؛ اما در طی تولید نایتینول معمولاً فازهای غنی از نیکل و تیتانیوم مانند Ni₃Ti و NiTi₂ که خواص مکانیکی پایینی دارند تولید می‌شود. با توجه به الگوی پراش اشعه ایکس نایتینول مشاهده می‌شود هیچ پیکی مبنی بر حضور این فازها وجود ندارد که این نشانه موفقیت‌آمیز بودن فرایند آلیاژسازی مکانیکی است.

با مقایسه نتایج الگوی پراش اشعه ایکس و منحنی تبدیل فوریه مادون قرمز کامپوزیت‌های تولیدشده با نمونه هیدرو کسپاتیت خالص مشاهده می‌شود که نایتینول باعث ترویج واکنش‌های دهیدراسیون و تجزیه فازی هیدرو کسپاتیت می‌شود و با افزایش درصد نایتینول شدت این واکنش‌ها افزایش می‌یابد.

ذرات نایتینول با مکانیزم انحراف ترک باعث بهبود استحکام فشاری از 46MPa در نمونه هیدرو کسپاتیت خالص به 67.67MPa در کامپوزیت هیدرو کسپاتیت-10% نایتینول شدند.

در پایان می‌توان گفت که باوجود ترویج واکنش‌های تجزیه فازی، با افزودن ذرات نایتینول، این ذرات توانستند باعث بهبود استحکام کامپوزیت‌های تولیدشده، شوند. همچنین با کنترل فرایند تف جوشی می‌توان واکنش‌های تجزیه فازی را کاهش داد و در نتیجه به خواص مکانیکی بهتری دست یافت.

5- مراجع

- [1] Orlovskii, V. P. Komlev, V. S. and Barinov, S. M. "Hydroxyapatite and Hydroxyapatite-Based Ceramics," *Inorganic Materials*, Vol. 38, No. 10, pp. 973-984, 2002.
- [2] Venkatesan, J. Lowe, B. Manivasagan, P. Kang, K. H. Chalisserry, E. P. Anil, S. Kim, D. G. and Kim, S. K. "Isolation and characterization of nano-hydroxyapatite from salmon fish bone," *Materials (Basel)*, Vol. 8, No. 8, pp. 5426-5439, 2015.
- [3] Sopyan, I. Mel, M. Ramesh, S. and Khalid, K.A. "Porous hydroxyapatite for artificial bone applications," *Journal Science and Technology of Advanced Materials*, Vol. 6996, No. pp. 1-10, 2016.
- [4] Niakan, A. Ramesh, S. Ganesan, P. and Tan, C. Purbolaksono, H. Chandran, and S. Ramesh, "Sintering behaviour of natural porous hydroxyapatite derived from bovine bone," *Ceramics International*, Vol. 41, No. 1, pp. 3024-3029, 2015.
- [5] Jaffe, W. L. and Scott, D. F. "Current Concepts Review - Total Hip Arthroplasty with Hydroxyapatite-Coated Prostheses Current Concepts Review Total Hip Arthroplasty with Hydroxyapatite-Coated Prostheses," *Journal of Bone Joint Surg*, Vol. 78, No. 12, pp. 1918-1934, 2011.
- [6] Ahn, E. S. Gleason, N. J. and Ying, J. Y. "The Effect of Zirconia Reinforcing Agents on the Microstructure and Mechanical Properties of Hydroxyapatite-Based Nanocomposites," *Journal of the American Society*, Vol. 3379, No. 20132, pp. 3374-3379, 2005.
- [7] Gamal, G. A. "Effect of Iron Additives on the Microstructure of Hydroxyapatite," *Engineering, Technology & Applied Science & Research*, Vol. 3, No. 6, pp. 532-539, 2013.
- [8] Miao, X. "Observation of microcracks formed in HA-316L composites," *Materials Letters*, Vol. 57, No. 12, pp. 1848-1853, 2003.
- [9] Zhang, X. Gubbels, G. H. M. Terpstra, R. A. and Metselaar, R. "Toughening of calcium hydroxyapatite with silver particles," *Journal of Material Science*, Vol. 32, No. 1, pp. 235-243, 1997.
- [10] Kim, H.L. Jung, G.Y. Ho, Y. J. Han, J.S. Park, Y.J. Kim, D.G. Zhang, M. and Kim, D.J. "Preparation and characterization of nano-sized hydroxyapatite/alginate/chitosan composite scaffolds for bone tissue engineering," *Material Science & Engineering. C*, Vol. 54, No. 1, pp. 20-25, 2015.
- [11] Mobasherpour, I. Hashjin, M. S. Toosi, S. S. R. and Kamachali, R. D. "Effect of the addition ZrO₂ - Al₂O₃ on nanocrystalline hydroxyapatite bending strength and fracture toughness," *Ceramics International*, Vol. 35, No. 4, pp. 1569-1574, 2009.

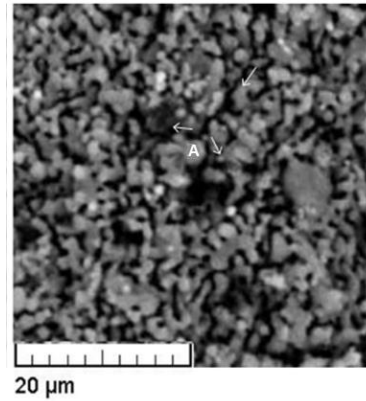


Fig. 8 Scanning electron microscope image obtained from the fracture surface (2.00kx magnification)

شکل 8 تصویر میکروسکوپ الکترونی روبش تهیه شده از سطح شکست (بزرگنمایی 2/00 kx)

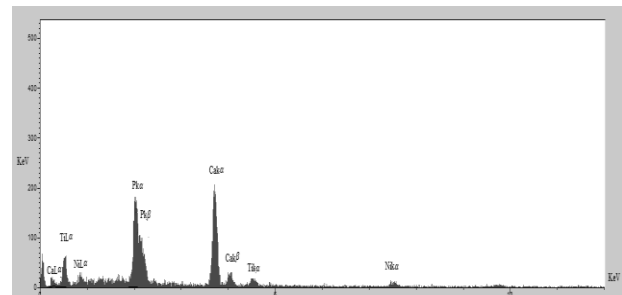


Fig. 9 EDX analysis of A point in Fig. 8

شکل 9 نتایج EDS تهیه شده از نقطه A در شکل 8 خواص مکانیکی شده‌اند. در این گزارش آورده شده است که ترک‌ها وقتی به ذرات تیتانیوم می‌رسند به داخل ماتریس منحرف می‌شوند [12]. در گزارشی دیگر به منظور بهبود خواص مکانیکی از پودر اکسید نقره با درصد‌های حجمی مختلف استفاده شد. مشاهده شد که افزودن ذرات نقره باعث بهبود خواص مکانیکی هیدرو کسپاتیت با مکانیزم پل زدن در محل ترک و همچنین منحرف کردن ترک می‌شود [9]. در نتیجه می‌توان گفت در مطالعه حاضر نیز مکانیزم انحراف ترک عامل بهبود خواص مکانیکی با افزودن ذرات نایتینول بوده است. در رابطه با داربست با 15% نایتینول تأثیر عواملی که باعث افت خواص مکانیکی می‌شوند مانند فازهای حاصل از تجزیه هیدرو کسپاتیت و دانسیته پایین، بیشتر از عوامل بهبوددهنده خواص مکانیکی است که این علت کم بودن استحکام فشاری در این کامپوزیت است.

در پایان می‌توان گفت که گرچه با افزودن ذرات تقویت‌کننده نایتینول (تا 10٪) استحکام فشاری بیشتر از میزان استحکام فشاری کامپوزیت خالص شد، اما با این حال مقدار استحکام به دست آمده در محدوده استحکام استخوان اسفنجی و کمتر از مقدار استحکام فشاری استخوان متراکم انسان است.

4- نتیجه گیری

با توجه به نتایج حاصل از این پژوهش می‌توان موارد زیر را به عنوان جمع‌بندی مطرح کرد:

با توجه به الگوی پراش اشعه ایکس و منحنی تبدیل فوریه مادون قرمز پودر هیدرو کسپاتیت مشاهده می‌شود که در این پژوهش هیدرو کسی آپاتیت به صورت موفقیت‌آمیز از استخوان گوساله تهیه شده است.

- [12] Chu, C. Xue, X. Zhu, J. and Yin, Z. "Fabrication and characterization of hydroxyapatite reinforced with 20 vol% Ti particles for use as hard tissue replacement," *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*. Vol. 17, No. 10, pp. 985–992, 2002.
- [13] Arifin, A. Sulong, A.B. Muhamad, N. Syarif, J. and Ramli, M.I. "Material processing of hydroxyapatite and titanium alloy (HA / Ti) composite as implant materials using powder metallurgy : A review," *Materials & Design.*, Vol. 55, No. 5, pp. 165–175, 2014.
- [14] Sealy, C. H. Fu, M. P. Guo, Y. B. and Wei, X. T. "Austenite–martensite phase transformation of biomedical Nitinol by ball burnishing," *Austenite–martensite phase transformation of biomedical Nitinol by ball burnishing*. Vol. 214, No. 12, pp. 3122–3130, 2014.
- [15] Duerig, T. Pelton, A. and Stöckel, D. "An overview of nitinol medical applications," *Material Science & Engineering. A*, Vol. 273–275, No. 2, pp. 149–160, 1999.
- [16] Greiner, C. Oppenheimer, S. M. and Dunand, D. C. "High strength, low stiffness, porous NiTi with superelastic properties," *Acta Biomater*. Vol. 1, No. 6, pp. 705–716, 2005.
- [17] Niespodziana, K. Jurczyk, K. and Jurczyk, M. "Synthesis of Niti Based Nanocomposites Reinforced by Ha Addition," *Arch. Metall. Mater.*, Vol. 61, No. 2, pp. 577–580, 2016.
- [18] Metsger, D. S. Rieger, M. R. and Foreman, D. W. "Mechanical properties of sintered hydroxyapatite and tricalcium phosphate ceramic," *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*. Vol. 10, No. 1, pp. 9–17, 1999.
- [19] Heidari, F. Razavi, M. Ghaedi, M. and Forooghi, M. "Investigation of mechanical properties of natural hydroxyapatite samples prepared by cold isostatic pressing method," *Journal of Alloys and Compounds*. Vol. 693, No. 5, pp. 1150–1156, 2017.
- [20] Gheisari, H. Karamian, E. and Abdellahi, M. "A novel hydroxyapatite – Hardystonite nanocomposite ceramic," *Ceramics International*. Vol. 41, No. 4, pp. 5967–5975, 2015.