

تأثیر دمای فرآیند فشردن در کانال های هم مقطع زاویه دار بر خواص مکانیکی و زیست سازگاری کاشتنی دندانی تیتانیومی

پیام اسلامیان^۱، محمود مرآتیان^۲، سید محمد مهدی هادوی^۳، محمد خدائی^۴ *

۱- کارشناسی ارشد، پژوهشکده مواد و زیست مواد، تهران، ایران

۲- دانشیار، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان، ایران

۳- دانشیار، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری ساخت، تهران، ایران

۴- استادیار، دانشکده مهندسی و علم مواد، دانشگاه صنعتی گلپایگان، اصفهان، ایران

*مسئول مکاتبات: khodaei@gut.ac.ir

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۶/۱۲/۰۱، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۷/۰۴/۰۹)

چکیده: بیومواد فلزی مانند فولاد زنگ‌نزن، تانتالیوم، تیتانیوم، کبالت و آلیاژهای آنها به طور گسترده در کاشتنی‌های پزشکی جهت کمک به ترمیم دندان و استخوان استفاده می‌شوند. تحقیقات نشان می‌دهد فلزاتی نظیر کبالت، کروم، نیکل، آلومینیوم و وانادیوم در بدن یون آزاد می‌کنند که این آزاد شدن یون، بدن را مستعد آلرژی و پس‌زدن کاشتنی می‌کند. زیست‌سازگاری تیتانیوم و عدم آزادسازی یون سمی، آن را به گزینه‌ای مناسب برای کاشت در بدن تبدیل می‌کند، در حالی که بهتر است که استحکام و زیست‌فعالی آن افزایش یابد. تیتانیوم خالص نانو ساختار، راه و ایده‌ی جدیدی برای افزایش استحکام محسوب می‌شود. در این تحقیق پارامترهای موثر در تغییر شکل شدید تیتانیوم مانند تعداد پاس‌های فشردن در کانال‌های هم مقطع زاویه‌دار (ECAP) و دمای شکل‌دهی، مورد بررسی قرار گرفت. پس از انجام فرآیند پرس بر روی تیتانیوم خالص، خواص مکانیکی، ریزساختاری و زیستی نمونه‌ها به کمک آزمون‌های استاندارد بررسی شد. نتایج نشان می‌دهد با اعمال فرآیند پرس و کاهش اندازه دانه از ۱۴ میکرون به ۴۴۰ نانومتر، خواص مکانیکی و زیستی تیتانیوم بهبود یافت. نتایج زیست‌سازگاری نشان داد که دمای فرایند ۲۴۰ درجه سانتیگراد، زیست‌سازگاری بسیار خوبی با سلول‌های بنیادی ASCs ایجاد می‌کند، و افزایش تعداد پاس‌های فرایند پرس به بهبود زیست-سازگاری کمک می‌کند. تیتانیوم فرآوری شده در دمای ۲۴۰ درجه سانتیگراد طی ۴ مرحله پرس به عنوان بهترین گزینه در بین تمامی گروه‌های دیگر برای ساخت انواع محصولات زیست پزشکی مانند کاشتنی‌های استخوانی و دندانی پیشنهاد می‌گردد.

واژه‌های کلیدی:

تیتانیوم، تغییر شکل پلاستیک شدید، زیست‌سازگاری، کاشتنی دندانی.

۱- مقدمه

فیزیولوژیک بدن می‌باشد. مواد فلزی مورد استفاده در ساخت کاشتنی‌های دندانی، عمدتاً فولاد زنگ‌نزن، آلیاژ کبالت-کروم-مولیبدن، تیتانیوم و آلیاژهای تیتانیوم می‌باشند. پس از معرفی فولاد زنگ‌نزن و آلیاژهای پایه کبالت، تیتانیوم و آلیاژهای

تیتانیوم فلزی با کاربردهای زیستی است که به استحکام ویژه بالا شناخته شده است [۱]. یکی از مهمترین ویژگی‌های ماده‌ای که در ساخت کاشتنی‌های دندانی زیست‌سازگار مورد توجه است، رفتار مناسب آنها با سلول‌های زنده در شرایط

نمونه تیتانیومی ایجاد نمود بدون آنکه هیچگونه ترکی در داخل و سطح آن‌ها مشاهده گردد [۸].

اخیراً نشان داده شده است که نانوساختار کردن تیتانیوم خالص تجاری موجب می‌گردد تا پاسخ بیولوژیکی این فلز بهبود یابد [۹]. در مطالعه‌ای توسط والویو^۳ و همکارانش بر تیتانیوم خالص تجاری گروه ۴ نشان داده است که با اعمال تغییر شکل پلاستیک شدید با روش فشردن در کانال‌های هم مقطع زاویه‌دار به همراه عملیات ترمومکانیکی با استفاده از فرایند آهنگری و کشش می‌توان میلگردهایی با قطر ۷ میلیمتر و طول ۳ متر برای استفاده در کاشتنی‌های دندان‌ی تولید نمود. تحقیقات نشان داده‌اند که خواص مکانیکی کاشتنی‌های تیتانیومی قابل تنظیم با بافت مجاور هستند [۱۰].

در این پژوهش، تیتانیوم خالص تجاری صلب در دماهای ۲۳۰، ۲۴۰ و ۲۶۰ درجه سانتیگراد طی چندین مرحله فشردن در قالب زاویه‌دار ۹۰ درجه فرآوری شد. هدف از این فرآیند بهبود خواص مکانیکی و زیست سازگاری تیتانیوم خالص تجاری می‌باشد. جهت بررسی خواص مکانیکی و رفتار زیست‌سازگاری برای کاربرد آن به عنوان کاشتنی دندان‌ی، آزمون‌های لازم انجام گرفت و نتایج مورد تحلیل و بررسی قرار گرفتند.

۲- مواد و روش انجام تحقیق

۲-۱- مواد اولیه و فرآیند پرس تیتانیوم

به منظور انجام این پژوهش، مفتول از جنس تیتانیوم خالص تجاری گرید ۲ یا cp-Ti Gr2 (با آنالیز اسمی: Ti-Fe 0.1%-O 0.2%) به قطر ۱۱/۸ میلیمتر و طول ۱۵ میلیمتر، توسط ۳ لایه فویل مسی به عنوان روانساز پوشانده شد. سپس نمونه‌ها در محلول گریس-گرافیت و مولیبدن دی‌سولفات غوطه‌ور شدند. زوایای قالب مورد استفاده $\phi = 90^\circ$ و $\psi = 29^\circ$ انتخاب شد. برای جلوگیری از تمرکز تنش در گوشه‌های تیز به جای مربع، مقطع دایره‌ای با قطر ۱۲ میلیمتر در قالب طراحی و اجرا گردید. در قسمت بالای قالب ۶ سوراخ برای قراردادن المنت فشنگی گرم‌کن تعبیه شد. برای گرم کردن قالب، از المنت‌هایی با توان ۲۰۰ وات استفاده گردید.

آن به عنوان مولفه ۳۱ی جدید برای کاربرد در کاشتنی‌های دندان‌ی گسترش یافتند [۲] و مورد توجه محققین و پزشکان قرار گرفتند [۳-۴]. در کاشتنی‌های دندان‌ی، یکی از حادترین مشکلات آلیاژ Ti6Al4V احتمال خوردگی و آزاد شدن یون‌های سمی آلومینیوم و وانادیم در محیط بدن می‌باشد. این عناصر به دلیل ماهیت حساسیت‌زایی، باعث ایجاد مشکلات بسیاری از جمله التهاب، تورم، عفونت و... می‌گردد [۵]. بنابراین بهتر است از سایر روش‌های افزایش استحکام (غیر از آلیاژسازی) برای بهبود استحکام تیتانیوم استفاده گردد.

تیتانیوم به دلیل داشتن خواص ویژه سطحی، موجب شده است که بر روی سطح آن چندین لایه متناوب اکسیدی شکل گیرد که باعث شده زیست‌سازگاری بسیار خوبی به همراه داشته باشد [۶]. از جمله خواص فیزیکی ویژه‌ای که باعث شده تیتانیوم دارای زیست‌سازگاری عالی باشد می‌توان به پایین بودن سطح رسانایی الکتریکی، مقاومت بسیار عالی در برابر خوردگی در محیط بدن و پایین بودن تمایل به تشکیل یون در محیط‌های حاوی بزاق دهان اشاره کرد. علاوه بر این، لایه روپین شکل گرفته بر روی سطح تنها در شرایط pH فیزیولوژیک دارای بار منفی اندکی است که باعث شده تیتانیوم یک ثابت دی‌الکتریک در مقایسه با آب خالص داشته باشد و منتج به واکنش کلمبی اجزای باردار با مواد مشابه به آب گردد [۳]. از آنجایی که انرژی مرز دانه متفاوت از دانه است، به نظر می‌رسد ریزدانه‌شدن ساختار، در خواص بیولوژیک تیتانیوم موثر باشد. یکی از اصلی‌ترین روش‌هایی که برای کاهش ابعاد اندازه دانه فلزات صورت می‌گیرد، فرآیند فشردن در کانال‌های هم مقطع زاویه‌دار^۱ (ECAP) می‌باشد [۷]. استولیاروف^۲ و همکارانش [۷] به صورت عملی تاثیر مسیر کانال را بر خواص تیتانیوم خالص تجاری مورد مطالعه قرار دادند. آنها گزارش کردند که اعمال اکستروژن در مسیر BC (چرخش ۹۰ درجه نمونه خلاف چرخش عقربه ساعت بین هر پاس) کیفیت سطحی و ریزدانه‌گی بهتری نسبت به دیگر مسیرها را ایجاد می‌کند، در حالیکه خواص مکانیکی حاصل در این مسیر بیشینه نبوده است. با اعمال پاس‌های فشردن متناوب، می‌توان افزایش استحکام در

ثانیه بود. در جدول (۱) شرایط انجام فرایند و نام گذاری نمونه‌ها ارائه شده است.

جنس قالب، فولاد ابزار H13 بوده که مقاومت به سایش مناسبی دارد. پرس استفاده شده در این پژوهش، پرس هیدرولیکی ژاوا ریاضنت با نیروی اسمی ۱۵۰ تن و سرعت فک ۱ میلی‌متر بر

جدول (۱): نام گذاری نمونه‌ها و شرایط انجام آزمون‌ها

| تعداد پاس | ۱ | ۲ | ۳ | ۱ | ۲ | ۳ | ۱ | ۲ | ۳ |
|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| دما (درجه سانتیگراد) | ۲۳۰ | ۲۳۰ | ۲۳۰ | ۲۴۰ | ۲۴۰ | ۲۴۰ | ۲۶۰ | ۲۶۰ | ۲۶۰ |
| نام نمونه | ۱-۲۳۰ | ۲-۲۳۰ | ۳-۲۳۰ | ۱-۲۴۰ | ۲-۲۴۰ | ۳-۲۴۰ | ۱-۲۶۰ | ۲-۲۶۰ | ۳-۲۶۰ |

بار شستشو با محلول نمک فسفات بافری^۴ (PBS) و سرم فیزیولوژی شسته شد و به قطعات کوچک‌تر تقسیم گردید. به ازای هر یک گرم چربی، ۱/۵ میلی گرم آنزیم کلاژناز تیپ ۱ به مدت ۴۵ تا ۶۰ دقیقه در دمای ۳۷ درجه سانتیگراد انکوبه گردید تا تحت اثر هضم آنزیمی به وسیله آنزیم کلاژناز قرارگیرد و سلول‌های بنیادی مزانشیمی از آن‌ها جداسازی گردید.

۲-۲- بررسی ریزساختاری

اولین مرحله در بررسی ریزساختاری نمونه‌های تیتانیومی تغییر شکل داده شده، آماده سازی سطحی آن جهت مشاهده ریزساختار با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM, TESCAN, Czech republic) و میکروسکوپ نوری (Olympus BX61, Japan) می‌باشد. برای این منظور، مفتول‌های شکل دهی شده پس از ماشینکاری و برش، با رزین اپوکسی مانت گردیدند. سپس، نمونه‌ها با سمباده تا شماره ۳۰۰۰ در مجاورت با آب صیقل شدند. برای حکاکی، از محلول ۱۰ درصد وزنی اسید نیتریک (HNO_3) (Merck, Germany) و ۱۰ درصد وزنی اسید هیدروفلوریک (HF-Merck, Germany) در آب دوبار تقطیر استفاده شد.

۱-۲-۴- آزمون بررسی حیات سلولی

آزمون سمیت سلولی MTT یک روش رنگ‌سنجی است که بر اساس احیا شدن و شکسته شدن کریستال‌های زرد رنگ تترازولیوم (MTT^5) بوسیله آنزیم سوکسینات دهیدروژناز و تشکیل کریستال‌های آبی رنگ نامحلول برای بررسی حیات سلولی انجام می‌شود. ابتدا تعداد مناسبی سلول (ترجیحاً ۵۰۰۰) را در هر یک از چاهک‌ها کشت داده شد و زمان داده شد تا سلول‌ها به کف ظرف چسبیده و به حالت پایدار درآیند. سپس چاهک‌های کنترل و آزمایش انتخاب شده و مقدار مناسبی از ماده میتوزن یا داروی مورد نظر به چاهک‌های آزمون اضافه شد و پلیت را تا زمان مورد نیاز جهت تاثیر ماده مورد نظر، انکوبه گردید. پس از اتمام زمان انکوباسیون، محیط کشت روئی را دور ریخته به هر چاهک ۰/۲ ml محیط کشت حاوی ۰/۵ mg/ml محلول MTT اضافه نموده و به مدت ۲ تا ۴ ساعت در محیط حاوی ۵٪ گاز دی اکسید کربن در دمای ۳۷ درجه سانتیگراد قرار گرفت. در طی زمان انکوباسیون (۳، ۵ و ۷ روز)، توسط سیستم سوکسینات دهیدروژناز که یکی از آنزیم‌های چرخه تنفسی

۲-۳- آزمون فشار

آزمون فشار تک محوره طبق استاندارد ASTM E9-09 توسط دستگاه چند منظوره فشار-کشش (RetroLine Zwick Zwick (1494, 600 kN testing machine, Germany) بر روی نمونه‌های استوانه‌ای با طول و قطر به ترتیب ۱۵ و ۱۰ میلی‌متر در دمای محیط انجام شد. سرعت حرکت فک‌ها ۵۵ میلی‌متر/دقیقه و از روانساز گرافیت بین نمونه و فک‌های دستگاه استفاده گردید.

۲-۴- آزمون زیست‌سازگاری نمونه‌ها با سلول‌های بنیادی

در این آزمون، شناسایی و جداسازی سلول‌های بنیادی مزانشیمی از بافت حاصل از لیپوساکشن با کسب رضایتنامه از بیماران انجام شد. نمونه‌های بافت چربی حاصل از لیپوساکشن پس از چندین

چسبیده شده بر روی سطح نمونه، تثبیت و رنگ آمیزی سلول‌ها با DAPI و مشاهده آن توسط میکروسکوپ فلورسنت می‌باشد. برای این منظور، سلول‌های کشت داده شده بر روی نمونه‌های تیتانیومی، ابتدا با محلول گلو تار آلدهید (۲/۵٪، Merck, Germany) به مدت ۱ ساعت در دمای ۴ درجه سانتیگراد تثبیت شدند. پس از آن نمونه‌ها چندین بار با PBS شستشو داده شد. سپس رنگ DAPI به غلظت ۱:۱۰۰۰ در PBS رقیق گردید و به میزان ۵۰۰ لاندا (۰/۵ سی سی) به مدت ۵ دقیقه بر روی سلول‌ها ریخته شد و پس از آن سه مرتبه با محلول نمک فسفات بافری شستشو داده شد تا رنگ‌های اضافی از روی زمینه فلزی زدوده شده و سلول‌ها در زیر میکروسکوپ فلورسنت قابل رویت شوند.

۳- نتایج و بحث

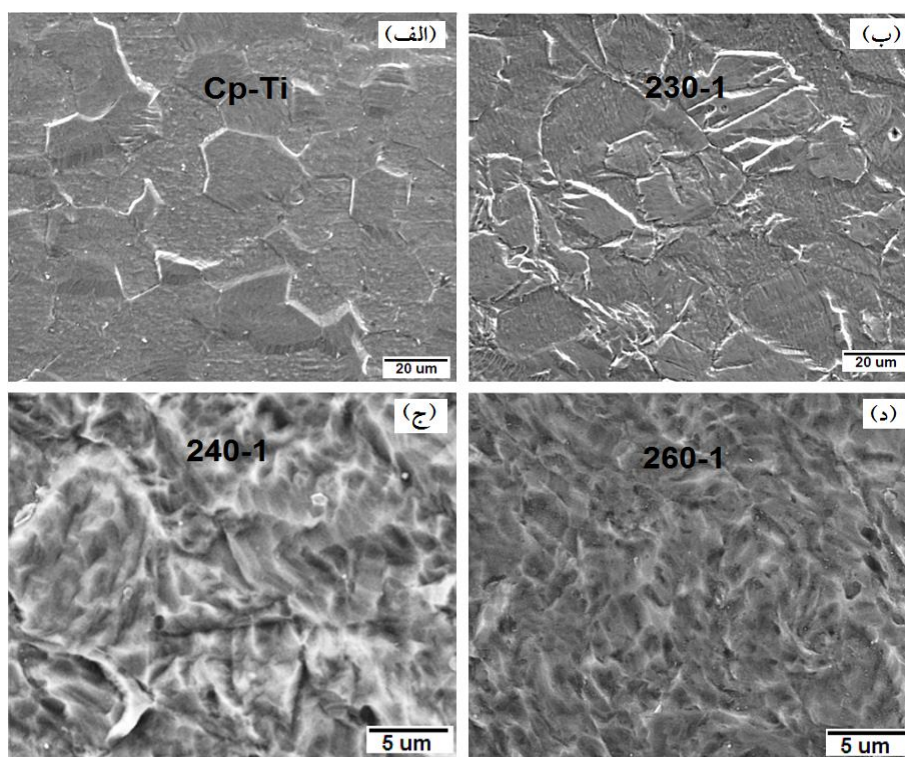
۳-۱- مطالعات ریزساختاری

شکل (۱) ریزساختار حاصل از میکروسکوپ الکترونی روبشی از تیتانیوم خالص تجاری، قبل و بعد از یک پاس پرس در دماهای مختلف را نشان می‌دهد.

میتوکندری‌هاست احیا می‌شود. احیا و شکسته شدن این حلقه موجب تولید کریستال‌های آبی رنگ فورمازان می‌شود که در زیر میکروسکوپ قابل تشخیص هستند. میزان رنگ تولید شده با تعداد سلول‌هایی که از نظر زیستی فعال هستند، رابطه مستقیم دارد. کریستال‌های فورمازان در آب غیرمحلول بوده و بایستی قبل از رنگ‌سنجی توسط ماده حلالی نظیر دی‌متیل سولفو کسید (DMSO) به حالت محلول درآیند. در نهایت جذب نوری محلول بدست آمده در طول موج ۵۷۰ نانومتر قرائت کرده و به کمک منحنی استاندارد تعداد سلول‌ها را محاسبه شد. برای مقایسه دقیق داده‌های کمی از تحلیل آماری آنالیز واریانس یک طرفه با استفاده از نرم افزار Graph Pad prism 6 استفاده شد. اختلافات در مقادیر $P < 0.05$ ، به صورت معنادار اعلام شدند. تعداد تکرار هر آزمون ۳ بار بوده است (n=3).

۲-۴-۲- بررسی چسبندگی سلول بر سطح نمونه

یکی از روش‌های متداول و رایج جهت بررسی میزان سلول‌های

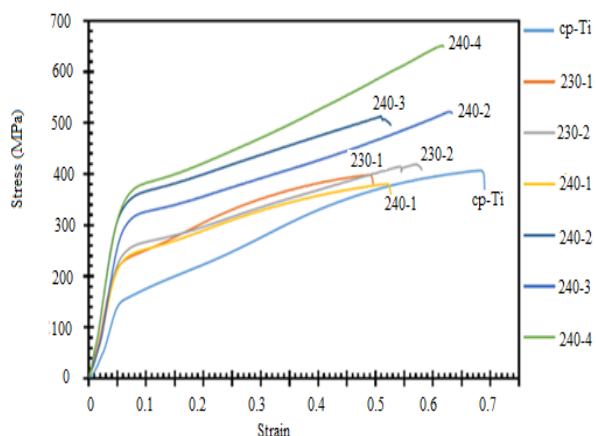


شکل (۱): ریزساختار میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) از تیتانیوم خالص تجاری قبل و بعد از فرایند شکل دهی

درجه سانتیگراد بزرگتر می باشد. دلیل آن را می توان به بازیابی و تبلور مجدد دانه ها در مناطقی که پر از تجمع نابجایی می باشد مرتبط دانست، چرا که این دما می تواند فعالسازی نابجایی ها را در شکل دهی دانه های جدید تشدید نماید.

۲-۳- آزمون فشار

با توجه به نتایج بدست آمده از بررسی ریزساختاری و اندازه دانه های تیتانیوم در فرایند پرس در دمای ۲۶۰ درجه سانتیگراد و اینکه اندازه دانه به اندازه کافی کاهش پیدا نکرد، اندازه گیری استحکام فشاری نمونه هایی که در این دما قرار گرفتند، صورت نگرفت. نتایج حداکثر استحکام فشاری از گروه های ۲۳۰ و ۲۴۰ طبق شکل (۲) نشان می دهد که حداکثر استحکام فشاری تیتانیوم خالص تجاری قبل از فرایند پرس برابر با ۴۰۶ مگاپاسکال می باشد.



شکل (۲): منحنی تنش - کرنش در آزمون استحکام کششی بر روی نمونه های تیتانیومی خالص پرس شده در دماهای ۲۳۰ و ۲۴۰ درجه سانتیگراد

در نمونه ۲۳۰-۱، استحکام فشاری بدست آمده برابر با ۳۹۵ مگاپاسکال می باشد که نشان دهنده کاهش استحکام در این دمای فرایند نسبت به تیتانیوم خالص تجاری قبل از فرایند پرس می باشد. در دمای ۲۳۰ درجه سانتیگراد پس از ۲ مرحله پرس (نمونه ۲۳۰-۲) مشاهده می شود که استحکام نهایی ماده به ۴۱۵ مگاپاسکال افزایش می یابد. در نمونه های پرس شده در دمای ۲۴۰ درجه سانتیگراد مشاهده می شود که استحکام ماده متفاوت می باشد. در

تصاویر مربوط به تعداد پاس بیشتر ارائه نشده است. همان طور که در شکل (۱) مشاهده می شود ریزساختار تیتانیوم خالص تجاری قبل از فرایند پرس شامل دانه های هم محور و درشت دانه در ابعاد تقریبی ۱۵ تا ۲۰ میکرون می باشد. ابعاد دانه ها به طور میانگین حدود ۱۹ میکرون اندازه گیری شد. جدول (۲) میانگین اندازه دانه نمونه های تیتانیومی پرس شده در شرایط مختلف را نشان می دهد.

جدول (۲): مقایسه اندازه تقریبی دانه تیتانیوم پرس شده در دماهای مختلف

| دما | ۱ پاس | ۲ پاس | ۳ پاس | ۴ پاس |
|--------|--------|--------|--------|--------|
| 230 °C | 14 μm | 949 nm | ---- | ---- |
| 240 °C | 712 nm | 660 nm | 479 nm | 441 nm |
| 260 °C | 640 nm | 737 nm | 983 nm | 697 nm |

با توجه به نتایج ریزساختاری ارائه شده در شکل (۱) و جدول (۲)، از نمونه های پرس شده در دماهای ۲۳۰، ۲۴۰ و ۲۶۰ درجه سانتیگراد می توان اینگونه نتیجه گرفت که اعمال فرآیند در دمای ۲۳۰ درجه سانتیگراد با توجه به محدودیتی که در اعمال فرآیند پرس در پاس های بیشتر از ۲ پاس بر سطح آن بصورت ترک بوجود آمد و اینکه در فرایند تا ۲ پاس، دانه ها غیرهمگن بدست آمدند، گزینه مناسبی برای انجام فرایند نمی باشد. در نمونه های پرس شده در دمای ۲۴۰ درجه سانتیگراد می توان ملاحظه نمود که با اعمال فرآیند پرس در این دما و با افزایش تعداد پاس پرس، اندازه دانه به میزان قابل توجهی نسبت به تیتانیوم قبل از اعمال فرایند کاهش می یابد به گونه ای که در پاس چهارم اندازه دانه ها به حدود ۴۴۰ نانومتر کاهش یافته اند. در رابطه با نمونه های پرس شده در دمای ۲۶۰ درجه سانتیگراد ملاحظه شد که تغییرات اندازه دانه از نظم خاصی نسبت به تعداد پاس تبعیت نمی کند. در پاس اول اندازه دانه به حدود ۶۴۰ نانومتر کاهش می یابد اما در پاس های دوم و سوم اندازه دانه به ترتیب به ۷۳۷ و ۹۸۳ نانومتر می رسد. همچنین بررسی های ریزساختاری نشان می دهند که اندازه دانه در دمای ۲۶۰ درجه سانتیگراد از نمونه فرآیند شده در دمای ۲۴۰

با توجه به فرآیندپذیری و همچنین خواص مکانیکی نمونه‌ها، بهترین گروه از میان آنها که گروه دمایی ۲۴۰ درجه سانتیگراد می‌باشد به عنوان گروه اصلی جهت ارزیابی آزمون‌های زیست سازگاری انتخاب گردیده است.

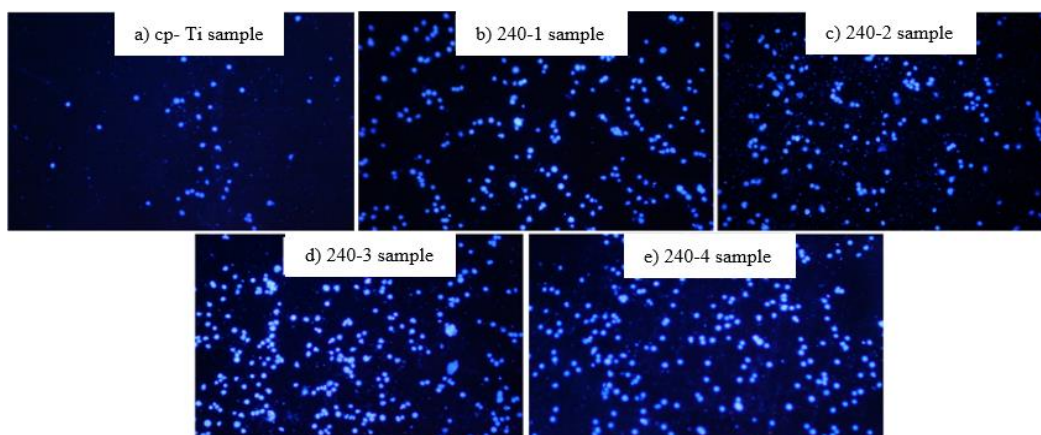
در شکل (۳) که تصاویر میکروسکوپ فلورسنت با رنگ آمیزی DAPI از نمونه‌های مختلف است، در شکل (a۳) می‌توان مشاهده نمود که سلول‌های بنیادی ASCs بر روی تیتانیوم گویای آن است که تیتانیوم که بر روی آن هیچگونه فرآیندی صورت نگرفته است، دارای زیست سازگاری مناسبی نیست، زیرا سلول‌های موجود در سطح بسیار کمتر از سایر نمونه‌ها می‌باشد. در شکل (b۳) تصویر سلول‌های بنیادی کشت داده شده بر روی تیتانیوم پرس شده در طی یک پاس را نشان می‌دهد. در مقایسه با نمونه تیتانیومی خالص تجاری، تعداد سلول‌های چسبیده شده بر روی سطح تیتانیوم پرس شده در دمای ۳۴۰ درجه سانتیگراد طی یک مرحله پرس بسیار بیشتر از آن است و نشان‌دهنده بهبود خواص چسبندگی سلولی است. میزان توزیع سلول‌ها بر روی سطح نمونه نسبتاً یکنواخت و برابر می‌باشد. مقایسه تصاویر b تا e در شکل (۳)، نشان می‌دهد که با افزایش تعداد پاس فرایند، تعداد سلول‌های چسبیده به سطح تیتانیوم افزایش قابل توجه یافته است و این بیانگر این است که با افزایش تعداد پاس فرایند پرس و ریزدانه‌تر شدن تیتانیوم، قابلیت چسبندگی سلولی افزایش یافته است.

۱ مرحله پرس (نمونه ۲۴۰-۱) استحکام فشاری نمونه از تیتانیوم خاص تجاری بدون فرایند کمتر شده و به ۳۸۰ مگاپاسکال رسیده است. پس از ۲ مرحله پرس (نمونه ۲۴۰-۲) استحکام فشاری به ۵۱۰ مگاپاسکال افزایش یافته و افزایش تعداد پاس به سه و چهار (به ترتیب در نمونه‌های ۲۴۰-۳ و ۲۴۰-۴) استحکام به ۵۲۱ مگاپاسکال و ۶۵۰ مگاپاسکال افزایش یافته است.

این نتایج نشان می‌دهند که توزیع یکنواخت ریزدانه‌گی تاثیر بسزایی در افزایش استحکام نمونه‌ها در دمای ۲۴۰ درجه سانتیگراد داشته است و با افزایش مراحل پرس، استحکام آن افزایش داشته است.

طبق نتایج بدست آمده از آزمون استحکام فشار نمونه تیتانیومی پرس شده در دمای ۲۴۰ درجه سانتیگراد در طی ۴ مرحله، می‌توان به این نکته مهم اشاره کرد که استحکام تسلیم بدست آمده از استحکام تسلیم آلیاژ فولاد زنگ نزن 316L که برابر با ۵۱۵ مگاپاسکال می‌باشد، بیشتر است. این در حالی است که استحکام تسلیم در گروه آلیاژی تیتانیوم Ti6Al4V این عدد ۸۶۰ مگاپاسکال می‌باشد که با توجه به عدم آلیاژسازی در نمونه‌های پرس شده و عدم وجود عناصر سمی در آن مانند وانادیم و آلومینیوم، نمونه ۲۴۰-۴ از اولویت بالاتری برخوردار است.

۳-۳- بررسی زیست‌سازگاری و آزمون‌های برون تنی با سلول‌های بنیادی ASCs



شکل (۳): تصویر میکروسکوپ فلورسنت با رنگ آمیزی DAPI از سلول بنیادی کشت داده شده بر روی: (الف): تیتانیوم، (ب): ۲۴۰-۱، (ج): ۲۴۰-۲، (د): ۲۴۰-۳ و (ه): ۲۴۰-۴ در بزرگنمایی ۱۰ برابر

دارد و با افزایش تعداد پاس های فشردن، زیست سازگاری سطحی تیتانیوم افزایش می یابد، به گونه ای که مقدار دانسیته نوری (OD) از ۰/۱۶ برای تیتانیوم خالص تجاری به ۰/۲۱ برای نمونه ۴ پاس پرس شده در دمای ۲۴۰ درجه سانتیگراد افزایش یافت. تیتانیوم فرآوری شده در دمای ۲۴۰ درجه سانتیگراد طی ۴ مرحله پرس از دیدگاه زیستی و مکانیکی به عنوان بهترین گزینه در بین تمامی گروه های دیگر برای کاشتنی دندانی پیشنهاد می شود.

۵- مراجع

[1] E. Collings, "The physical metallurgy of titanium alloys", American Society for Metals, pp. 261, 1984.

[۲] ش. اکبری نیا، س.ع. حسینی، س.خ. صدر نژاد، "ساخت ایمپلنت حافظه دار متخلخل دندان از جنس آلیاژ NiTi به روش متالورژی پودر"، فصلنامه علمی پژوهشی فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، سال هشتم، شماره دوم، صفحه ۲۹-۴۰، ۱۳۹۳.

[3] M. Rafienia & Sh, Bonakdar, "Biomaterials: Principles and Applications", Tehran: Amir Kabir university of Technology publication, pp. 1-30, 2007.

[4] M. H. Fathi & V. S. Mortazavi, "Properties and Medical Applications of Metallic Biomaterials", Isfahan: Arkan Danesh publication, pp. 1-25, 2003.

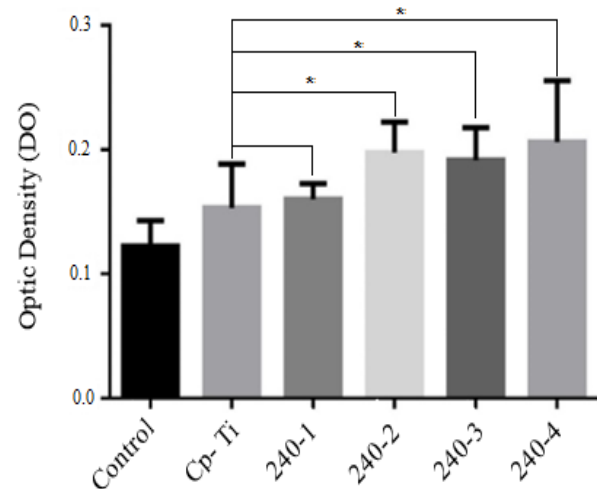
[5] M. Khodaei, M. Meratian, O. Savabi & M. H. Fathi, "The Effect of Sintering Temperature on properties of Prous Titanium Scaffolds Fabricated Using Space Holder Method for Hard Tissue Reconstruction", Journal of Advanced Processes in Materials, Vol. 3, pp. 1-9, 2015.

[6] M. Khodaei, A. Valanezhad, I. Watanabe & R. Yousefi, "Surface and mechanical properties of modified porous titanium scaffold", Surface and Coatings Technology, Vol. 315, pp. 61-66, 2017.

[7] V. V. Stolyarov, et al., "Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti", Materials Science and Engineering: A, Vol. 299, No. 1, pp. 59-6 2001.

[8] X. Zhao, et al., "The processing of pure titanium

در شکل (۴) نتایج آزمون سمیت سلولی پس از ۵ روز نشان داده شده است، تمامی گروه های تیتانیومی از گروه کنترل منفی بیشتر است. این بدین معناست که سلول در واکنش با سطح تیتانیوم دارای رفتار رشد سلولی بهتری می باشد که با افزایش تعداد فرآیند پرس این مقدار افزایش معنا دار پیدا می کند. مقدار دانسیته نوری (OD) از ۰/۱۶ برای تیتانیوم خالص تجاری به ۰/۲۱ برای نمونه ۴-۲۴۰ افزایش یافته که ناشی از ریزدانه تر شدن تیتانیوم در اثر افزایش تعداد پاس فرایند پرس می باشد. در واقع با ریزدانه شدن تیتانیوم، مرزدانه (که یک ناحیه با انرژی بالاتر نسبت به دانه است) افزایش یافته و در نتیجه انرژی سطحی نمونه افزایش می یابد. در این حالت بقای سلولی در سطح نمونه تیتانیوم شکلدهی شده افزایش خواهد یافت.



شکل (۴): نتایج آنالیز کمی حیات سلولی از نمونه های تیتانیومی پرس شده پس از ۵ روز کشت سلول بنیادی (n=3 و P<0.05)

۴- نتیجه گیری

در این تحقیق، تأثیر تعداد پاس های فشردن در کانال های هم مقطع زاویه دار و دمای شکل دهی تیتانیوم خالص تجاری بررسی شد، با اعمال فرآیند پرس و کاهش اندازه دانه از ۱۴ میکرون به ۴۴۰ نانومتر، خواص مکانیکی و زیستی به میزان قابل توجهی بهبود یافت. نتایج زیست سازگاری نشان داد که دمای فرایند ۲۴۰ درجه سانتیگراد دارای زیست سازگاری مناسب تری با سلول های ASCs

through multiple passes of ECAP at room temperature”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 527, No. 23, pp. 6335-6339, 2010.

[9] C. Yao, et al., “Improved bone cell adhesion on ultrafine grained titanium and Ti-6Al-4V, *Ceramic Nanomaterials and Nanotechnology III: Proceedings of the 106th annual Meeting of The American Ceramic Society*”, Indianapolis, Indiana, USA 20, Ceramic Transactions, John Wiley & Sons, 2012.

[10] R. Z. Valiev, et al., “Nanostructured titanium for biomedical applications”, *Advanced engineering materials*, Vol. 10B, No. 8, pp. 15-17, 2008.

۶- پی نوشت

- [1] Equal-channel angular pressing (ECAP) Vladimir V. Stolyarov
- [2] Valviev
- [3] Phosphate Buffered Saline
- [4] 3-[4,5-dimethylthiazol-2-yl]-2,5-diphenyl-
- [5] tetrazolium bromide

The effect of temperature of equal- channel angular pressing process on mechanical properties and biocompatibility of titanium dental implant

Payam Eslamian¹, Mahmood Meratian², Seyed Mohammad Mahdi Hadavi³, Mohammad Khodaei⁴, *

1- M.Sc., Materials and Biomaterials Institute, Tehran, Iran

2- Associate Professor, Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan, Iran

3- Associate Professor, Malek Ashtar University of Technology, University Complex of Materials and Manufacturing Technology, Tehtan, Iran

4- Assistant Professor, Department of Materials Science and Engineering, Golpayegan University of Technology, Golpayegan, Iran

*Corresponding Author: khodaei@gut.ac.ir

Abstract

Biometals such as stainless steels, tantalum, titanium, cobalt and their alloys are widely used for medical implants for bone and dental healing. Researches indicates that metals such as cobalt, chromium, nickel, aluminum and vanadium, release ion *in vivo*, which make the human body sensitive to the allergy and so implant lessening. The biocompatibility and non-toxic ion release of titanium is suitable for human body implantation, but it is needed to improve its strength. Nano-structured pure titanium is a newly developed method to increase the strength of implants, and increase their efficiency. In this research some parameters of Equal Channel Angular Pressing (ECAP) like number of passes and temperature were investigated. After ECAP processing on pure titanium, the mechanical, metallurgical and biological properties of the products were investigated using standard tests. Results indicated that using ECAP process and reducing the titanium grain size from 14 microns to 440 nanometers, its mechanical and biological properties improved. Results of biocompatibility measurement indicated that the processing temperature of 240 °C make a very good biocompatibility with Adipose-derived stem cells (ASCs). Also the biocompatibility of titanium increased by increasing the number of the ECAP passes. The processed titanium at 240 °C for 4 passes, could be introduced as the choice during the other candidates.

Keywords: Titanium, Sever plastic deformation, Biocompatibility, Dental implant.

Journal homepage: ma.iaumajlesi.ac.ir

Please cite this article using:

Payam Eslamian, Mahmood Meratian, Seyed Mohammad Mahdi Hadavi, Mohammad Khodaei, The effect of temperature of equal- channel angular pressing process on mechanical properties and biocompatibility of titanium dental implant, in Persian, New Process in Material Engineering, 2019, 13(3), 81-89.