Archive of SID

فرآیندهای نوین در مهندسی مواد، سال ۱۳، شماره ۳، پاییز ۹۸

تاثیر 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 آزادشدن یون، بدن را مستعد آلرژی و پس‌زدن کاشتنی می‌کند. زیست‌سازگاری تیتانیوم و عدم آزادسازی یون سمی، آن را به گزینه ای مناسی برای کاشت در بدن تبدیل می‌کند، در حالی که بهتر است که استحکام و زیست فعالی آن افزایش یابد. تیتانیوم خالص نانوساختار، راه و ایده‌ی جدید برای افزایش استحکام محسوب می‌شود. در این تحقیق پارامترهای موثر در تغییرشکل 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 زیست سازگاری 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.

واژه های کلیدی:

تیتانیوم، تغییر شکل پلاستیک شدید، زیست سازگاری، کاشتنی دندانی.

۱- مقدمه

تیتانیوم فلزی با کاربردهای زیستی است که به استحکام ویژه بالا شناخته شده است [۱]. یکی از مهمترین ویژگی های ماده ای که در ساخت کاشتنی های دندانی زیست سازگار مورد توجه است، رفتار مناسب آنها با سلول های زنده در شرایط فیزیولوژیک بدن می باشد. مواد فلزی مورد استفاده در ساخت کاشتنی¬های دندانی، عمدتاً فولاد زنگ نزن، آلیاژ کبالت-کروم-مولیبدن، تیتانیوم و آلیاژهای تیتانیوم می باشند. پس از معرفی فولاد زنگ نزن و آلیاژهای پایه کبالت، تیتانیوم و آلیاژهای

www.SID.ir

Archive of SID

آن به عنوان مولفه¬ای جدید برای کاربرد در کاشتنی‌های دندانی گسترش یافتند [۲] و مورد توجه محققین و پزشکان قرار گرفتند [۴-۳]. 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 روش-های 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 پایین‌بودن 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 رویین 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 اکسترود در مسیر BC (چرخش ۹۰ درجه نمونه خلاف چرخش عقربه ساعت بین هر پاس) کیفیت سطحی و ریزدانگی 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 نمونه تیتانیومی ایجاد نمود بدون آنکه هیچگونه ترکی در داخل و سطح آن‌ها مشاهده گردد [۸].

اخیراً نشان داده شده است که نانوساختارکردن 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 $\phi = 90°$ و $\psi = 29°$ 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 گرم‌کردن قالب، از المنت‌هایی با توان ۲۰۰ وات استفاده گردید.

www.SID.ir

Archive of SID

جنس قالب، فولاد ابزار H13 بوده که مقاومت به سایش مناسبی دارد. پرس استفاده شده در این پژوهش، پرس هیدرولیکی ژاوآریاصنعت با نیروی اسمی ۱۵۰ تن و سرعت فک ۱ میلیمتر بر ثانیه بود. در جدول (۱) شرایط انجام فرایند و نام‌گذاری نمونه‌ها ارائه شده است.

جدول (۱): نام‌گذاری نمونه‌ها و شرایط انجام آزمون ها

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

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.

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 نمونه-های استوانه‌ای با طول و قطر به ترتیب ۱۵ و ۱۰ میلیمتر در دمای محیط انجام شد. سرعت حرکت فک‌ها۵ میلیمتر/دقیقه و از روانساز گرافیت بین نمونه و فک‌های دستگاه استفاده گردید.

۲-۴-آزمون زیست‌سازگاری نمونه ها 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 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 میلی‌گرم 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.

۲-۴-۱- 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 میتوژن 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 ml ۰/۲ محیط کشت حاوی mg/ml ۰/۵ 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

www.SID.ir

Archive of SID

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 سولفوکسید (DMSO) به حالت محلول درآیند. در نهایت جذب نوری محلول بدست آمده در طول موج ۵۷۰۰ 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).

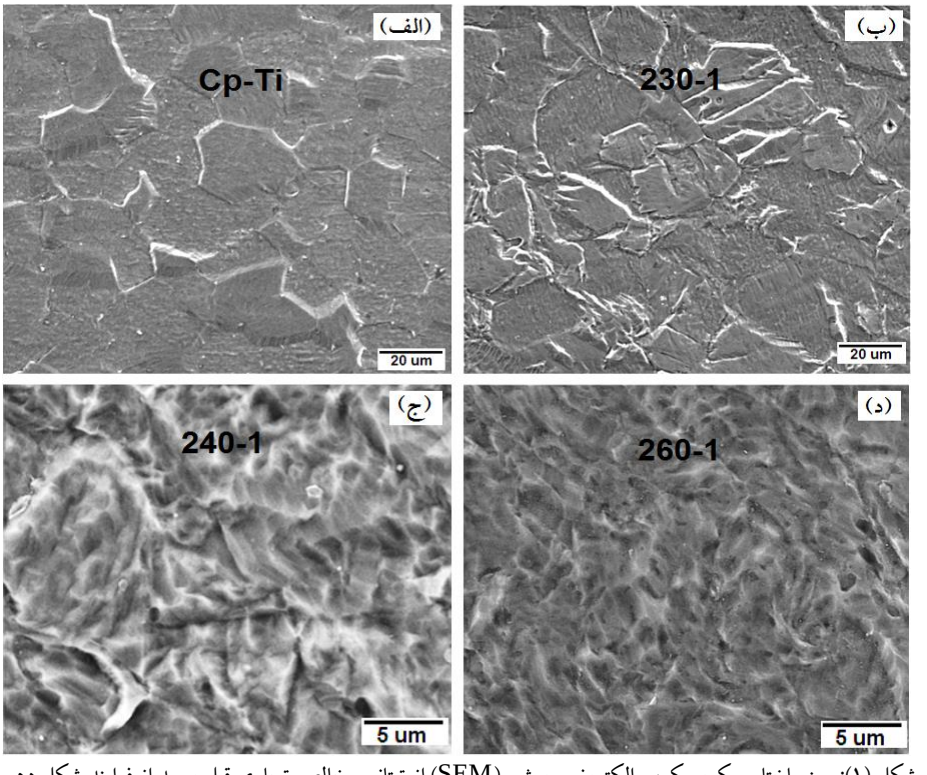
۲-۴-۲- بررسی چسبندگی سلول بر سطح نمونه

یکی از روش‌های متداول و رایج جهت بررسی میزان سلول‌های چسبیده شده بر روی سطح نمونه، تثبیت و رنگ‌آمیزی سلول‌ها با DAPI و مشاهده آن توسط میکروسکوپ فلورسنت می‌باشد. برای این منظور، سلول‌های کشت داده شده بر روی نمونه‌های تیتانیومی، ابتدا با محلول گلوتارآلدهید 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 سی‌سی) 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.



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

www.SID.ir

Archive of SID

تصاویر مربوط به تعداد پاس بیشتر ارائه نشده است. همان طور که در شکل (۱) مشاهده می‌شود ریزساختار تیتانیوم خالص تجاری قبل از فرایند پرس شامل دانه‌های هم‌محور و درشت دانه در ابعاد تقریبی ۱۵ تا ۲۰ میکرون می‌باشد. ابعاد دانه‌ها به طور میانگین حدود ۱۹ میکرون اندازه‌گیری شد. جدول (۲) میانگین اندازه دانه نمونه‌های تیتانیومی پرس شده در شرایط مختلف را نشان می‌دهد.

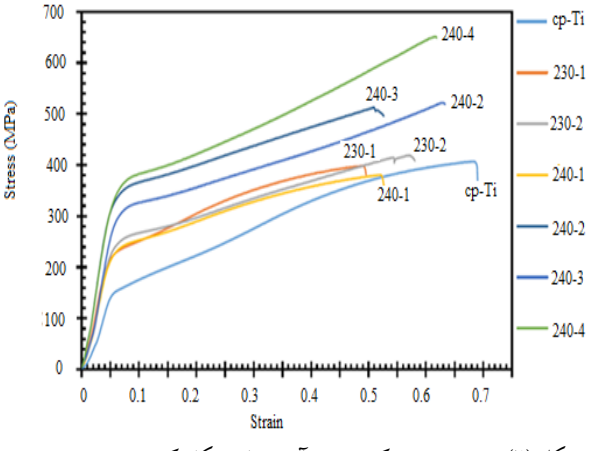
جدول (۲): مقایسه اندازه تقریبی دانه تیتانیوم پرس شده در دماهای مختلف

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 نمونه‌های پرس شده در دماهای ۲۳۰، ۲۴۰ و ۲۶۰ درجه - سانتیگراد می‌توان اینگونه نتیجه گرفت که اعمال فرآیند در دمای ۲۳۰ درجه سانتیگراد با توجه به محدودیتی که در اعمال فرآیند پرس در پاس‌های بیشتر از ۲ پاس بر سطح آن بصورت ترک بوجود آمد و اینکه در فرایند تا ۲ پاس، دانه‌ها غیرهمگن بدست آمدند، گزینه مناسبی برای انجام فرایند نمی‌باشد. در نمونه‌های پرس شده در دمای ۲۴۰ درجه سانتیگراد می‌توان 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 می‌یابد به گونه‌ای که در پاس چهارم اندازه دانه‌ها به حدود ۴۴۰ نانومتر کاهش یافته‌اند. در رابطه با نمونه‌های پرس شده در دمای ۲۶۰ درجه سانتیگراد ملاحظه شد که تغییرات اندازه دانه از نظم خاصی نسبت به تعداد پاس تبعیت نمی‌کند. در پاس اول اندازه دانه به حدود ۶۴۰ نانومتر کاهش می‌یابد اما در پاس‌های دوم و سوم اندازه دانه به ترتیب به ۷۳۷ و ۹۸۳ نانومتر می‌رسد. همچنین بررسی‌های ریزساختاری نشان می‌دهند که اندازه دانه در دمای ۲۶۰ درجه سانتیگراد از نمونه فرآیند شده در دمای ۲۴۰ درجه سانتیگراد بزرگتر می‌باشد. دلیل آن را می‌توان به بازیابی و تبلور مجدد دانه‌ها در مناطقی که پر از تجمع نابجایی می‌باشد مرتبط دانست، چرا که این دما می‌تواند فعالسازی نابجایی‌ها را در شکل‌دهی دانه‌های 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، اندازه‌گیری استحکام فشاری نمونه هایی که در این دما قرار گرفتند، صورت نگرفت. نتایج حداکثر استحکام فشاری از گروه‌های ۲۳۰ و ۲۴۰ طبق شکل (۲) نشان می‌دهد که حداکثر استحکام فشاری تیتانیوم خالص تجاری قبل از فرایند پرس برابر با ۴۰۶ مگاپاسکال می‌باشد.



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 می‌باشد که نشان دهنده کاهش استحکام در این دمای فرایند نسبت به تیتانیوم خالص تجاری قبل از فرایند پرس می‌باشد. در دمای ۲۳۰ درجه سانتیگراد پس از ۲ مرحله پرس (نمونه ۲۳۰-۲) مشاهده می‌شود که استحکام نهایی ماده به ۴۱۵ مگاپاسکال افزایش می‌یابد. در نمونه‌های پرس شده در دمای ۲۴۰ درجه سانتیگراد مشاهده می‌شود که استحکام ماده متفاوت می‌باشد. در

www.SID.ir

Archive of SID

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.

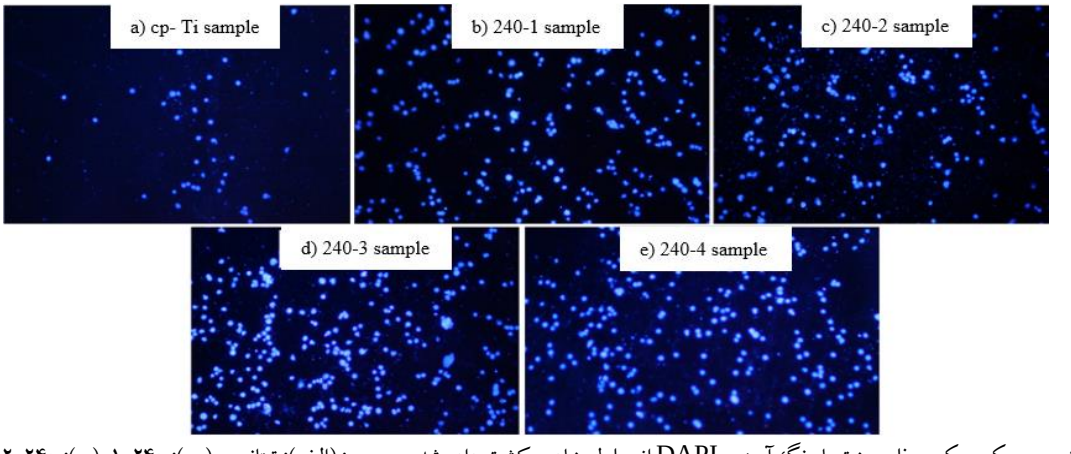
این نتایج نشان می‌دهند که توزیع یکنواخت ریزدانه‌گی تاثیر بسزایی در افزایش استحکام نمونه‌ها در دمای ۲۴۰ درجه سانتیگراد داشته است و با افزایش مراحل پرس، استحکام آن افزایش داشته است.

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

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 ریزدانه‌ترشدن تیتانیوم، قابلیت چسبندگی سلولی افزایش یافته است.

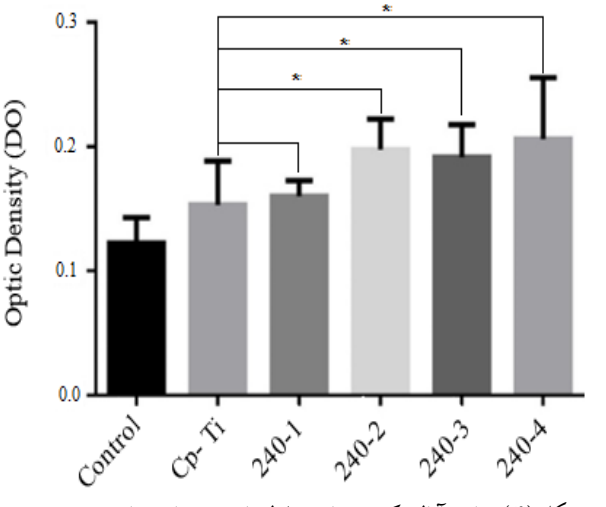


شکل (۳): تصویر میکروسکوپ فلورسنت با رنگ‌آمیزی DAPI از سلول بنیادی کشت داده شده بر روی: (الف): تیتانیوم، (ب): ۲۴۰-۱، (ج): ۲۴۰-۲، (د): ۲۴۰-۳ و (ه): ۲۴۰-۴ در بزرگنمایی ۱۰ برابر

www.SID.ir

Archive of SID

در شکل (۴) نتایج آزمون سمیت سلولی پس از ۵ روز نشان داده شده است، تمامی گروه‌های تیتانیومی از گروه کنترل منفی بیشتر است. این بدین معناست که سلول در واکنش با سطح تیتانیوم دارای رفتار رشد سلولی بهتری می‌باشد که با افزایش تعداد فرآیند پرس این مقدار افزایش معنا دار پیدا می‌کند. 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 می‌باشد. 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 می‌یابد. در این حالت بقای سلولی در سطح نمونه تیتانیوم شکلدهی شده افزایش خواهد یافت.



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

۴- نتیجه گیری

در این تحقیق، تاثیر تعداد پاس‌های فشردن در کانال های هم مقطع زاویه دار و دمای شکل‌دهی 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 زیست‌سازگاری مناسب‌تری با سلول‌های ASCs دارد و با افزایش تعداد پاس‌های فشردن، زیست‌سازگاری سطحی تیتانیوم افزایش می‌یابد، به گونه‌ای 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 گروه‌های دیگر برای کاشتنی دندانی پیشنهاد می‌شود.

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 pblication, 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 HolderMethod 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

www.SID.ir

Archive of SID

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

www.SID.ir

Archive of SID

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

Payam Eslamian[1], Mahmood Meratian[2], Seyed Mohammad Mahdi Hadavi[3], Mohammad Khodaei[4, *]

1- M.Sc., Materials and Biomaterials Institue, 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 Chanel 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- chanel angular pressing process on mechanical properties and biocompatibility of titanium dental implant, in Persian, New Process in Material Engineering, 2019, 13(3), 81-89.

www.SID.ir