

تأثير درجة حرارة التليبد على المسامية والخصائص الميكانيكية لصفائح ترميم العظام (تيتانيوم-زركون)

م. جيهان الاسطواني⁽¹⁾

أ.م.د. مهلب الداود⁽²⁾ د. فاتن عجيب⁽³⁾

المخلص

تُعتبر تقانة تعدين المساحيق المعدنية طريقة فعالة لإنتاج المواد الحيوية المسامية، حيث تسمح هذه الطريقة بالحصول على المسامية المطلوبة من خلال التحكم بضغط التدميج أو إضافة مواد تساعد على تشكيل المسامات. تُعد عملية التليبد من أهم عمليات تعدين المساحيق المعدنية وذلك لتأثيرها المباشر في خواص القطعة المنتجة، ويرجع ذلك إلى ما تحدثه من تغيرات في بنية المسحوق. تتطلب الإصابات العظمية زرع مواد حيوية اصطناعية لتقويم وإصلاح العظم المتضرر. تستخدم خلانط التيتانيوم المسامية على نطاق واسع كزرعات في تطبيقات الجراحة التقويمية للعظام، يجب أن تكون الخصائص الميكانيكية لخلانط التيتانيوم المسامية مماثلة للخصائص الميكانيكية للعظم الطبيعي وذلك من أجل الحصول على عملية زرع مرضية وظيفياً، كما يجب أن تتمتع صفائح ترميم العظام المصنعة من خلانط التيتانيوم بمسامية أعلى من (40%). تم في هذا البحث إعداد صفائح ترميم العظام المسامية من خليطة (تيتانيوم-زركون) (70%wt Ti-30%wt Zr) باستخدام طريقة تعدين المساحيق المعدنية ودراسة تأثير درجة حرارة التليبد على المسامية والمقاومة على الانضغاط لصفائح ترميم العظام المنتجة. بيّنت النتائج أن قيمة ضغط التدميج الواجب تطبيقها للحصول على المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام هي (1.5 Ton = 190.98 Mpa) حيث تم تحديد هذه القيمة تجريبياً، وتبين أنه بزيادة درجة حرارة التليبد انخفضت قيم المقاومة على الانضغاط لصفائح ترميم العظام وازدادت مساميتها. أُجريت التجارب في المعهد العالي للعلوم التطبيقية والتكنولوجيا.

الكلمات المفتاحية: تعدين المساحيق المعدنية، التليبد، صفائح ترميم العظام.

(1) معيدة موفدة داخليا في قسم هندسة التصميم الميكانيكي - كلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية- جامعة دمشق.

(2) أستاذ مساعد في قسم هندسة التصميم الميكانيكي- كلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية - جامعة دمشق.

(3) مدرسة في قسم الهندسة الطبية - كلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية - جامعة دمشق.

Effect of Sintering Temperature on the Porosity and Mechanical Properties of (Ti-Zr) Scaffolds

Eng. Jehan AlEstwani⁽¹⁾
Mohallab AlDawood⁽²⁾ Dr. Faten Ajeeb⁽³⁾

Abstract

Powder Metallurgy Technology is considered an effective method for producing porous biomaterials, as this method allows to obtain the required porosity by controlling the compaction pressure or adding particles as the space holder. The Sintering process is one of the most important processes of Powder Metallurgy Technology, due to its direct impact on the properties of the product, as a result of the changes in the structure of the powder. Bone injuries often require the implantation of biomaterial to heal and recover the damaged bone. Porous Titanium alloys are widely used as implants in orthopedic applications, the mechanical properties of porous Titanium alloys should match those of natural bone in order to obtain a functionally satisfactory implant, and Titanium scaffolds must have a higher porosity from (40%). In this research, porous scaffolds were prepared from (70%wt Ti-30%wt Zr) by using Powder Metallurgy method, and the effect of sintering temperature on the porosity and compressive strength of (Ti-Zr) Scaffolds was investigated. The results showed that the value of the compaction pressure to be applied to obtain the required porosity of the (Ti-Zr) scaffolds is (1.5 Ton= 190.98 Mpa), as this value was determined experimentally, it was found that by increasing the sintering temperature the compressive strength of scaffolds decreased and their porosity increased. The experiments were conducted at the Higher Institute of Applied Sciences and Technology.

Key words: Powder Metallurgy Technology, Sintering, Scaffolds.

⁽¹⁾ Teaching Assistance at the Mechanical Engineering Department, Faculty of Mechanical and Electrical Engineering, Damascus University.

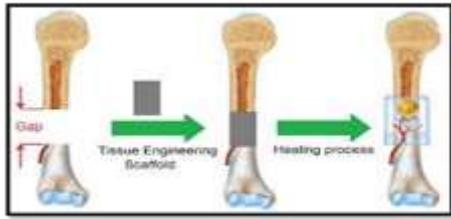
⁽²⁾ Assistant Professor at the Mechanical Engineering Department, Faculty of Mechanical and Electrical Engineering, Damascus University.

⁽³⁾ Teacher at the Biomedical Engineering Department, Faculty of Mechanical and Electrical Engineering, Damascus University.

1- المقدمة:

تعتبر خلائط (Ti-Zr) من المواد الحيوية المعدنية الممتازة النشطة بيولوجياً لأن هذه الخلائط ممكن أن تتشكل على سطحها في الجسم الحي طبقة أباتيت تشبه العظم مما يؤدي إلى حدوث الترابط بين المادة الحيوية المزروعة والعظم السليم [6,7].

حيث يتم تحفيز خلايا العظام الجديدة على النمو وبالتالي شفاء العيب بمساعدة صفائح ترميم العظام (Scaffolds)، يتم تصنيع هذه الصفائح مع بنية مسامية لأن المسامات تسمح بنمو الأنسجة العظمية الجديدة وبالتالي تقويم العظم المصاب [8]، ويبيّن الشكل (1) عملية زرع صفيحة ترميم العظام وشفاء العظم المصاب بعد نمو الأنسجة العظمية الجديدة في الهيكل المسامي لصفيحة ترميم العظام [9].



الشكل (1) صفيحة ترميم العظام [9].

وللبنية المسامية أيضاً دور في جعل معامل المرونة لصفيحة الترميم المزروعة قريب من معامل المرونة للأنسجة العظمية المضيفة وبالتالي منع حدوث ارتشاف للعظم والحصول على عملية زرع مرضية وظيفياً [10]. لذلك يجب أن تتمتع صفائح ترميم العظام بمسامية أعلى من (40%) [8]، وأن تكون خصائصها الميكانيكية قريبة جداً من خصائص العظم الطبيعي:

1- معامل مرونة منخفض (0.1÷30Gpa)

2- مقاومة انضغاط (200Mpa ÷ 2) [11].

2- هدف البحث:

✓ تحضير صفائح ترميم عظام بالنسب الوزنية:

تعتبر تقانة تعدين المساحيق المعدنية طريقة فعالة لإنتاج المواد الحيوية المسامية، حيث تسمح هذه الطريقة بالحصول على المسامية المطلوبة من خلال التحكم بضغط التدميج أو إضافة مواد تساعد على تشكيل المسامات، بالإضافة إلى ذلك فإن استخدام طريقة تعدين المساحيق المعدنية للحصول على خلائط التيتانيوم تعطي تجانس كيميائي أكبر لأجزاء التيتانيوم المصنوعة من المساحيق، من معوقات الاعتماد على طريقة الصب في الحصول على سبائك التيتانيوم هي تفاعل التيتانيوم المصهور مع معظم المواد المعدنية وغير المعدنية الموجودة في بوتقات الصهر كما تتطلب طريقة الصب استخدام جو من الأرجون عالي النقاوة في بوتقة الصهر وفي قالب الصب مما يجعل طريقة تعدين المساحيق المعدنية مفضلة أكثر للحصول على سبائك التيتانيوم [1]. تُعد عملية التليد من أهم عمليات تعدين المساحيق المعدنية وذلك لتأثيرها المباشر في خواص القطعة المنتجة، ويرجع ذلك إلى ما تحدثه من تغيرات في بنية المسحوق [2].

تستخدم خلائط التيتانيوم على نطاق واسع في التطبيقات الطبية الحيوية نظراً لخصائصها الممتازة مثل: المتانة العالية، التوافق الحيوي، المقاومة الجيدة للتآكل، حيث تم استخدامها في تصنيع: مفصل الورك الاصطناعي، مفصل الركبة الاصطناعي، صفائح عظمية وبدائل العظام [3,4].

توسّع استخدام الزركون في التطبيقات الحيوية بسبب خصائصه الفيزيائية والبيولوجية الجيدة، ومقاومة الاهتراء حيث أظهرت بدائل الزركون في عظم الفخذ مقاومة عالية للاهتراء [5].

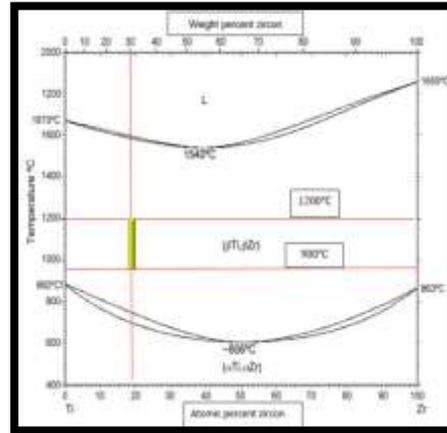
3-1- الدراسة المرجعية الأولى: قام الباحثون (Abdulaziz Assaifan, Abdulaziz Alhazaa) وغيرهم [14] بدراسة تأثير درجة حرارة التلييد على البنية المجهرية والخصائص الميكانيكية لخليطة (Ti-2.5wt% Zr)، حيث تم استخدام مسحوق التيتانيوم مع مسحوق (ZrH_2) وخلط المساحيق السابقة خلط يدوي لمدة (45 min)، درجات حرارة التلييد المدروسة هي:

(600°C, 800°C, 1000°C, 1200°C)، تحتوي العينات الملبدة عند (800°C) على تكتل من (ZrH_2, TiH_2) بينما لا يوجد هذا التكتل عند درجات الحرارة (1000°C, 1200°C) مما يعطي انتشار أكثر تجانس ل (Zr) في (Ti) عند التلييد في درجات الحرارة العالية. زادت المساواة للعينات بزيادة درجة حرارة التلييد، بينما انخفضت قيم المقاومة على الانضغاط بزيادة درجة حرارة التلييد بسبب نمو الحبيبات. استنتج الباحثون أنه بالنسبة لهذه النسبة الصغيرة من (Zr) تعتبر درجة حرارة التلييد (1000°C) هي درجة التلييد المثالية حيث أدت إلى توازن بين المساواة الجيدة ومقاومة انضغاط عالية مع نمو قليل في الحبيبات.

3-2- الدراسة المرجعية الثانية: قام الباحثون C.E. Wen, Y. Yamada وغيرهم [15] بدراسة تحضير خليطة (TiZr) للتطبيقات الطبية الحيوية، تم تحضير الخليطة من مساحيق (Ti, Zr) عن طريق إجراء عملية الخلط باستخدام مطحنة ذات الكرات وكانت نسبة وزن الكرات إلى المسحوق (20). تراوح حجم المسام في العينات الناتجة (200 ÷ 500 μm) لتسمح البنية المسامية بنمو الأنسجة العظيمة الجديدة. كانت قيمة المقاومة على الانضغاط

(70%wt Ti-30%wt Zr) بطريقة تعدين المساحيق المعدنية بحيث تكون الخصائص الميكانيكية لهذه الصفائح قريبة جداً من خصائص العظم الطبيعي، ومساميتها أعلى من (40%)، حيث تفضل خلائها التيتانيوم من النوع (β) للزرعات الجراحية نظراً لمثانتها العالية ومقاومتها الممتازة للتآكل وتوافقها الحيوي الجيد ومعامل مرونتها المنخفض، ويعتبر الزركون من العناصر الخلائطية التي تعمل على استقرار الطور (β) في خلائ التيتانيوم [12].

✓ دراسة تأثير درجة حرارة التلييد على المسامية والخصائص الميكانيكية لصفائح ترميم العظام المنتجة، حيث درجات حرارة التلييد المدروسة هي: (900°C, 1000°C, 1100°C, 1200°C). تم اختيار درجات حرارة التلييد السابقة للحصول على الطور (β). ويبين الشكل (2) المنطقة المدروسة في البحث باللون الأصفر من مخطط أطوار (تيتانيوم-زركون).



الشكل (2) المنطقة المدروسة في البحث من مخطط

أطوار (تيتانيوم-زركون) [13].

3- الدراسات المرجعية:

الأدنى على شكل أشعة سينية لها طاقة مميزة لهذا العنصر .

4- يقوم كاشف الجهاز بتفسير الطاقة المنطلقة حسب زمنها وشدتها على شكل عنصر معدني وذلك حسب برمجية خاصة بالاعتماد على أن الأشعة السينية لها طول موجي فريد وطاقة مميزة لكل عنصر .

مواصفات الجهاز :

- يكشف العناصر بدقة عالية من الصوديوم إلى اليورانيوم في الجدول الدوري للعناصر كشفاً دقيقاً .

- الشدة العليا لطاقة الجهاز (50 Kev) كافية لتحريض العناصر من الصوديوم إلى اليورانيوم .

- يعمل الجهاز لكشف العناصر المعدنية في العينات الصلبة والسائلة والبودرة (المساحيق) .

- يعمل الجهاز بجو محيط للعينه هواء أو تخلية .



الشكل (3) جهاز تحديد العناصر الكيميائية بطريقة تشتت طاقة الأشعة السينية (EDX) .

❖ خلاط لخلط المساحيق المعدنية المبيّن بالشكل (4)، من تصميم طلاب المعهد العالي للعلوم التطبيقية والتكنولوجيا، يتم تصنيعه بضم أسطوانتين

للعينات هي (78.4 Mpa)، قيمة معامل يونغ (15.3 Gpa). بفضل البنية المسامية للخليطة المدروسة وبفضل القيم السابقة للخصائص الميكانيكية والتي تعد قريبة من قيم الخصائص الميكانيكية للعظم الطبيعي أمكن استخدام الخليطة المحضرة في تطبيقات الجراحة التقيومية للعظام .

4-المواد والأجهزة المستخدمة:

1-1- المواد المستخدمة:

❖ مسحوق التيتانيوم: من إنتاج شركة Merck الألمانية، حبيبات صفحية الشكل، حجم الحبيبات $(13.77\mu\text{m} \div 14.756\mu\text{m})$.

❖ مسحوق الزركون: من إنتاج شركة Merck الألمانية، شكلها أقرب للكروي، حجم الحبيبات $(9.099\mu\text{m} \div 11.194\mu\text{m})$.

2-4- الأجهزة المستخدمة: تم إجراء هذا

البحث في المعهد العالي للعلوم التطبيقية والتكنولوجيا .

❖ جهاز تحديد العناصر الكيميائية بطريقة تشتت طاقة الأشعة السينية:

(Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometer (EDX)) في الشكل (3)، من شركة (SHIMADZU) طراز (EDX-8000) .

مبدأ عمل الجهاز :

1- تعريض العينة المدروسة إلى حزمة عالية من الطاقة .

2- تثير هذه الطاقة الكترونات المدار K من ذرات العناصر المكونة للعينة، يخرج الكترون من المدار الداخلي تاركاً مكانه فجوة الكترونية .

3- يملأ الكترون من المدار الأعلى هذه الفجوة، ويتم إطلاق الفرق في الطاقة بين المدار الأعلى والمدار

1. أسطوانة جسم القالب السفلية.
2. أسطوانة جسم القالب العلوية.
3. أنبوب ممكن وصله بأسطوانة هواء لتطبيق ضغط من الطرفين.
4. وتد تطبيق الضغط.
5. قرصا الكبس العلوي والسفلي.
6. اللافت.

❖ مكبس هيدروليكي يدوي المبين في الشكل (6)، تم استخدامه من أجل كبس العينات الأسطوانية، وهو مكبس مصمم من أجل مجال واسع من تطبيقات الحمل حتى حمل مقداره (15 Ton)، حيث يتم تطبيق الحمل عن طريق تحريك ذراع تطبيق الضغط بشكل يدوي حتى الوصول إلى الحمل المطلوب، ويتم تطبيق قوة الكبس من اتجاه واحد من الأسفل، وللجهاز غطاء حماية بلاستيكي شفاف مع حساس حيث يتوقف الجهاز عن العمل في حال كون الغطاء مفتوحاً، ويمكن استخدام عدد كبير من القوالب التي تتحمل ضغوط حتى (15 Ton) مع المكبس، دقة المكبس (1Ton).



الشكل (6) مكبس هيدروليكي يدوي.

❖ فرن المعالجة الحرارية الكتيم طراز (HT 1600 M) المبين في الشكل (7)، تم استخدامه

متساويتي الطول على شكل حرف (V) بحيث يمكنه الدوران حول محوره الأفقي كما يبين الشكل (4)، يتم إدخال المواد المراد خلطها إلى داخل حجرة الخلط بحيث لا يُملأ أكثر من النصف للسماح للمساحيق المعدنية بحرية الحركة أثناء الخلط، ثم تتحرك حجرة الخلط كاملة وعندما يكون الخلاط معكوس يسقط المسحوق وينفصل إلى فرعين وفي كل فرع يحصل خلط مضطرب بالهواء المتحرك الصاعد. أقصى سرعة لمحرك الخلاط (90 r.p.m).



الشكل (4) الخلاط الميكانيكي.

❖ قالب معدني لكبس العينات المبين في الشكل (5)، وهو قالب لكبس عينات بقطر (10 mm) وضغط (5 Ton) كحد أقصى، مصنوع من الفولاذ المقاوم للصدأ المقسى لتحمل الضغوط العالية.



الشكل (5) قالب العينات الأسطوانية بقطر (10 mm). أجزاء القالب:



الشكل (7) فرن المعالجة الحرارية الكتيم.

❖ جهاز الاختبارات العامة طراز (WDW-50) من شركة (JINAN) الشكل (8) تم استخدامه من أجل اختبار المقاومة على الضغط، وهو جهاز يُستخدم من أجل اختبارات الشد والضغط والانحناء ويمكن وصله بملحقات (راسمة، طابعة، حاسب) وهو موصول مع حاسب يمكن التحكم عن طريقه بمتغيرات التجربة المختلفة، يرسم المنحني الناتج ويعطي نتائج التجربة، ويتكون من فك ثابت وفك متحرك، حيث يتم تطبيق القوة بواسطة الفك المتحرك الذي يتحرك بواسطة منصة متحركة وهذا الانزلاق الحر يؤمن إزاحة تامة للرأس المتحرك مهما يكن الحمل المطبق على العينة.



لإجراء عملية التلبيد للعينات، وهو فرن مخصص لمختلف أنواع المعالجات الحرارية ولا سيما درجات الحرارة العالية، حيث يمكن الوصول إلى درجات حرارة حتى (1600°C) .

يعتمد الفرن في التسخين على أربع وشائع موزعة على جانبي الفرن اثنتان على اليمين واثنتان على اليسار، ويتم التحكم بسير العمل بواسطة وحدة التحكم الموصولة مع الفرن عن طريق برمجة سرعة التسخين أو التبريد ودرجة الحرارة المطلوب الوصول إليها وزمن التثبيت في كل مرحلة، يعتمد الفرن في العزل على عدة طبقات من أوكسيد الألمنيوم (AL_2O_3) تحيط الفرن من الوجوه الستة، ويحتوي باب الفرن على مانعة سيليكونية وعين زجاجية لرؤية العينة وهي داخل الفرن دون الحاجة لفتح الباب، وله مدخلان لإدخال الغازات حيث يتم التحكم بالتدفق عن طريق مقياس تدفق عند مدخل الفرن، مواصفات الفرن الفنية:

- درجة الحرارة العظمى التي يمكن الوصول إليها (1600°C) .
- الاستطاعة العظمى للفرن (6 KVA)، الجهد (400 V)، تيار متناوب التردد (50-60HZ)، ثلاثي الطور (3 phase).
- وزن الفرن مع وحدة التحكم (160 Kg).

الجدول (1) نقاوة مسحوق التيتانيوم المستخدم:

العنصر	نسبة العنصر في العينة المدروسة %
Ti	98.811
Si	0.931
Fe	0.135
K	0.122

نلاحظ من الجدول (1) أن نقاوة مسحوق التيتانيوم المستخدم هي: (98.811%).

الجدول (2) نقاوة مسحوق الزركون المستخدم:

العنصر	نسبة العنصر في العينة المدروسة %
Zr	96.441
Hf	2.772
Ti	0.378
Y	0.203
Fe	0.173
V	0.022
Co	0.011

نلاحظ من الجدول (2) أن نقاوة مسحوق الزركون المستخدم هي: (96.441%).

5-2: تحضير العينات:

تم تحضير عينات أسطوانية الشكل (70%wt Ti-) كما يلي:

- 1- وزن (7.35 g) من بودرة التيتانيوم.
- 2- وزن (3.15 g) من بودرة الزركون.
- 3- خلط الأوزان السابقة باستخدام الخلاط الميكانيكي المبين في الشكل (4) بسرعة دوران (90 r.p.m) ، لمدة ساعة ونصف.

4- بعد ذلك تم تشكيل العينات بالكبس على البارد باستخدام قالب العينات الأسطوانية المبين في الشكل (5)، وباستخدام المكبس الهيدروليكي اليدوي المبين في الشكل (6) وفق الخطوات التالية لكل عينة:

- وزن (1.5 g) لكل عينة من المساحيق التي تم خلطها.

- تنظيف القالب، ثم وضع الشحنة السابقة للكبس في القالب.

الشكل (8) جهاز الاختبارات الميكانيكية العامة طراز (WDW-50).

5- العمل التجريبي:

5-1: تحديد نقاوة المساحيق المعدنية المستخدمة:

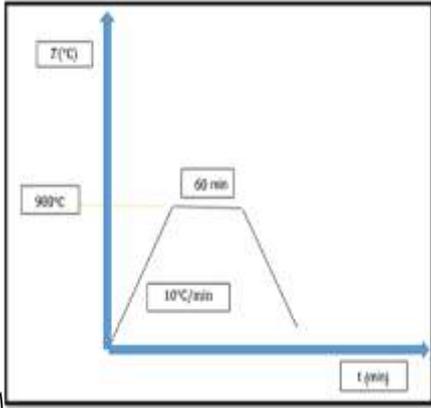
تم تحديد نقاوة مسحوق التيتانيوم المستخدم ومسحوق الزركون باستخدام جهاز تحديد العناصر الكيميائية بطريقة تشتت طاقة الأشعة السينية: (Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometer (EDX)) في الشكل (3). حيث قمنا بوضع (g 0.5) من مسحوق التيتانيوم، وأيضاً وضعنا (g 0.5) من مسحوق الزركون في حاضن العينة في جهاز (EDX) كما هو موضح في الشكل (9) وذلك لتحديد نقاوة المساحيق المستخدمة.



الشكل (9) مكان توضع العينة في جهاز (EDX).

حصلنا على النتائج المبينة في الجدولين (1,2) التي تبين نقاوة مسحوق التيتانيوم ونقاوة مسحوق الزركون على التوالي.

الشكل (11) العينات (70%wt Ti-30%wt Zr) الملبدة عند (900°C) لمدة (60 min).
قمنا بحساب الكثافة والمسامية للعينات الناتجة كما هو موضح في الجدول (3) وذلك لتحديد ضغط الكبس المناسب للحصول على المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام:



الجدول

(3) الكثافة والمسامية للعينات بعد التلييد:

من نتائج الجدول (3) تبين أن ضغط الكبس المناسب للحصول على مسامية صفائح ترميم العظام المطلوبة (المسامية < 40%) [8] هو (1.5Ton=190.98Mpa).

تُحسب الكثافة التجريبية للعيينة من العلاقة:

$$\rho = \frac{m}{v} \text{ g/cm}^3$$

حيث: m: وزن العينة [g].

v: حجم العينة [cm³].

تُحسب المسامية للعينات من العلاقة التالية:

$$P\% = 1 - \frac{\rho}{\rho_{th}} \quad (*)$$

حيث: ρ : كثافة العينة (g/cm³).

ρ_{th}: الكثافة النظرية للخليطة المدروسة

(g/cm³).

$$\rho_{th} = \frac{1}{\frac{X_{Ti}}{\rho_{Ti}} + \frac{X_{Zr}}{\rho_{Zr}}}$$

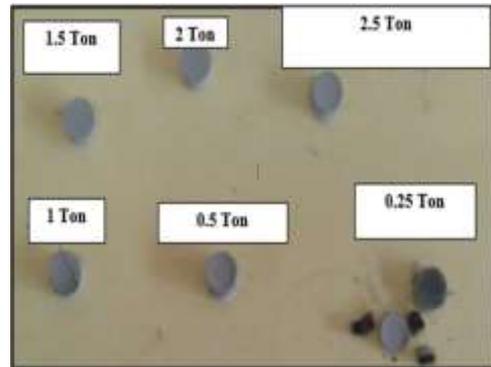
- وضع القالب في المكبس الهيدروليكي اليدوي وتطبيق الضغط، عند قيم مختلفة لضغط الكبس: (0.25, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5 Ton)، وذلك من أجل تحديد ضغط الكبس المناسب تجريبياً للحصول على المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام بعد التلييد.

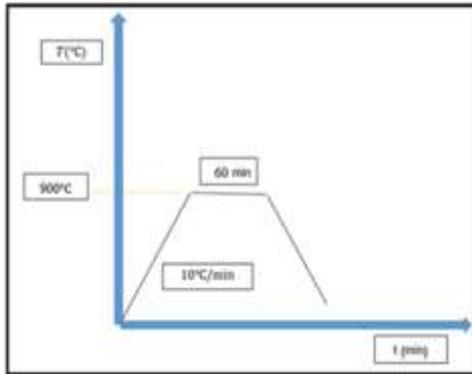
- رفع القالب من المكبس وإخراج العينات.

5-تلييد العينات عند درجة حرارة (900°C) لمدة (60 min)، كما هو مبين في البرنامج الحراري للعينات الشكل (10)، باستخدام فرن المعالجة الحرارية الكتيم المبين في الشكل (7) مع استخدام غاز الأرجون كغاز للحماية حيث تم استخدام أسطوانة ارغون مخبرية وضبط التدفق على القيمة (168.9 liter/hour) على الجهاز الموجود على الفرن، بمعدل تسخين (10°C/min).

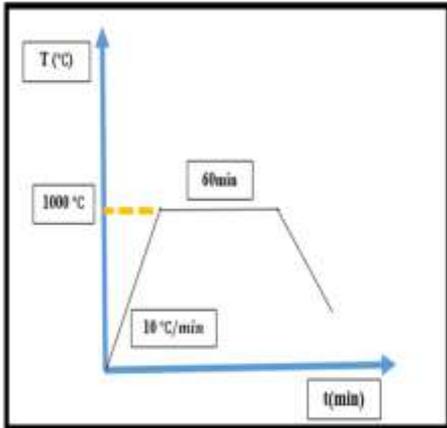
الشكل (10) البرنامج الحراري لتلييد العينات.

العينات الناتجة بعد التلييد مقبولة كما هو مبين في الشكل (11)، باستثناء العينات المدمجة عند قيم منخفضة لضغط الكبس: (0.25, 0.5, 1 Ton) لأن هذه القيم لضغط الكبس لم تعطي متانة خضراء كافية لتماسك العينات.

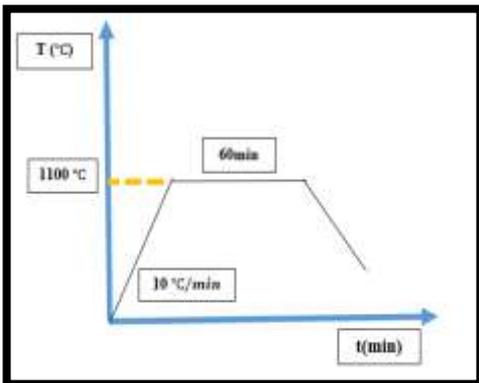




الشكل (12) البرنامج الحراري لعينات المجموعة الأولى.



الشكل (13) البرنامج الحراري لعينات المجموعة الثانية.



الشكل (14) البرنامج الحراري لعينات المجموعة الثالثة.

حيث: x_{Ti} : النسبة الوزنية للتيتانيوم في الخليطة (70%).

x_{Zr} : النسبة الوزنية للزركون في الخليطة (30%).

ρ_{Ti} : كثافة التيتانيوم في الحالة المصمتة (4.51 g/cm³).

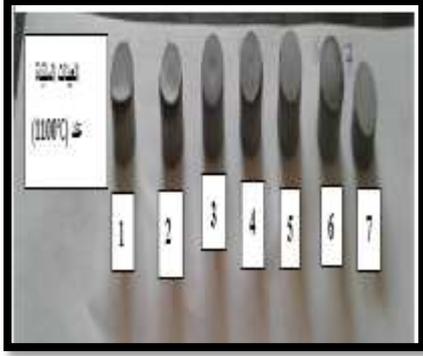
ρ_{Zr} : كثافة الزركون في الحالة المصمتة (6.49 g/cm³).

بالتعويض نجد: $\rho_{th} = 4.964 \text{ g/cm}^3$.

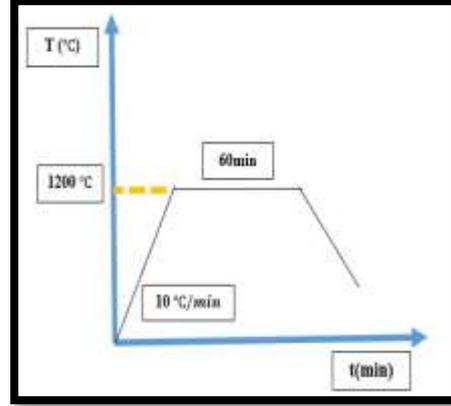
بعد تحديد قيمة ضغط الكبس المناسبة للحصول على مسامية مقبولة لصفائح ترميم العظام بعد التلييد عند درجة حرارة (900°C) لمدة (60 min) قمنا بتحضير

(28 عينة) موزعة على أربع مجموعات كل مجموعة تتألف من (7 عينات)، بحيث يتم تلييد المجموعة الأولى من العينات عند درجة الحرارة (900°C)، المجموعة الثانية تم تلييدها عند درجة الحرارة (1000°C)، المجموعة الثالثة من العينات تم تلييدها عند (1100°C)، المجموعة الرابعة من العينات تم تلييدها عند (1200°C)، وبزمن تلييد (60 min) واحد لكل مجموعات العينات لنتمكّن من دراسة تأثير درجة حرارة التلييد على صفائح ترميم العظام المنتجة، وبمعدل تسخين (10°C/min) لكل مجموعات العينات.

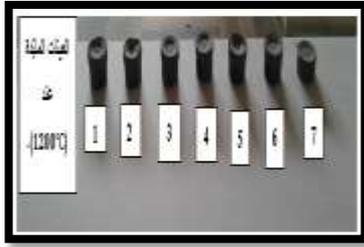
تبيّن الأشكال من الشكل (12) إلى الشكل (15) البرامج الحرارية للعينات المحضرة باستخدام فرن التلييد المبين في الشكل (7). وتبيّن الأشكال من الشكل (16) إلى الشكل (19) العينات المحضرة بعد عملية التلييد.



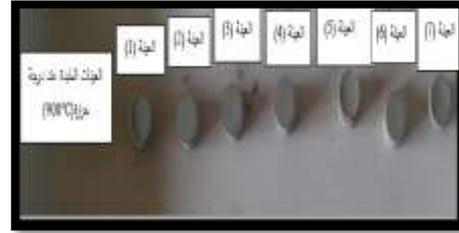
الشكل (18) المجموعة الثالثة: العينات الملبدة عند درجة حرارة (1100°C).



الشكل (15) البرنامج الحراري لعينات المجموعة الرابعة.



الشكل (19) المجموعة الرابعة: العينات الملبدة عند درجة حرارة (1200°C).



الشكل (16) المجموعة الأولى: العينات الملبدة عند درجة حرارة (900°C).

3-5- حساب المسامية لصفائح ترميم العظام المنتجة:

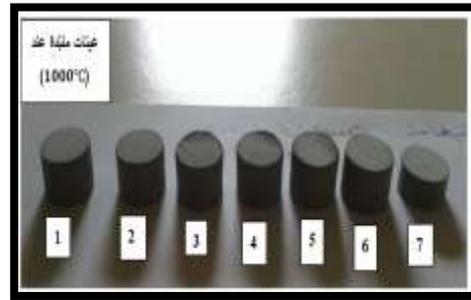
قمنا بحساب المسامية للعينات باستخدام العلاقة (*) الوارد ذكرها في الفقرة (2-5)، حصلنا على النتائج التالية:

يبين الجدول (4) قيم مسامية عينات المجموعة الأولى الملبدة عند (900°C).

الجدول (4) مسامية عينات المجموعة الأولى الملبدة عند (900°C)

رقم العينة	المسامية %
1	45.735
2	45.088
3	45.352
4	44.589
5	48.423
6	44.190
7	45.698
متوسط المسامية للمجموعة الأولى	45.580

يبين الجدول (5) قيم مسامية عينات المجموعة الثانية الملبدة عند (1000 °C).



الشكل (17) المجموعة الثانية: العينات الملبدة عند درجة حرارة (1000°C).

الاختبارات العامة المبين في الشكل (8)، وذلك بعد اختيار ثلاث عينات من المجموعة.



الشكل (20) وضع العينة بوضع متمركز مع قرص الجهاز في اختبار المقاومة على الانضغاط.

- تم تعيين معامل يونغ ومقاومة الانضغاط لكل عينة من العينات الثلاثة بعد وضع العينة بوضع متمركز مع قرص الجهاز (حيث ينطبق محور العينة مع محور تطبيق الضغط) كما هو مبين في الشكل (20)، ثم تطبيق الحمل بشكل تدريجي على العينة وبسرعة للرأس المتحرك (0.5 mm/min) من خلال الحاسب الموصول بالجهاز.

تُحسب مقاومة الانضغاط لكل عينة باستخدام العلاقة التالية:

$$\sigma_{max} = \frac{F_{max}}{A} \quad (Mpa)$$

حيث: F_{max} [N]: القوة العظمى التي تحطمت عندها العينة، نحصل عليها من الجهاز.
A [mm²]: مساحة مقطع العينة.

يُحسب معامل يونغ من العلاقة:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad [Gpa]$$

الجدول (5) مسامية عينات المجموعة الثانية الملبدة عند (1000°C)

رقم العينة	المسامية %
1	47.306
2	47.731
3	49.176
4	50.262
5	48.358
6	48.359
7	48.109
متوسط المسامية للمجموعة الثانية	48.471

يبين الجدول (6) قيم مسامية عينات المجموعة الثالثة الملبدة عند (1100°C).

الجدول (6) مسامية عينات المجموعة الثالثة الملبدة عند (1100°C):

رقم العينة	المسامية %
1	54.502
2	55.660
3	53.238
4	56.201
5	55.318
6	55.547
7	53.462
متوسط المسامية للمجموعة الثالثة	54.847

يبين الجدول (7) قيم مسامية عينات المجموعة الرابعة الملبدة عند (1200°C).

الجدول (7) مسامية عينات المجموعة الرابعة الملبدة عند (1200°C)

رقم العينة	المسامية %
1	58.871
2	59.143
3	59.083
4	58.654
5	59.779
6	59.182
7	59.290
متوسط المسامية للمجموعة الرابعة	59.143

4-5- اختبار المقاومة على الانضغاط:

لتحديد مقاومة العينات على الانضغاط ومعامل يونغ للعينات ومقارنة القيم بالقيم المقبولة لصفائح ترميم العظام: - تم إجراء الاختبار باستخدام جهاز

سنعوض قيم العينة (4) من المجموعة الأولى من العينات الملبدة عند درجة الحرارة (900°C): القوة التي تحطمت عندها العينة (4) والتي حصلنا عليها من جهاز الاختبارات العامة المبيّن في الشكل (8):

$$F_{max} = 1.730 [KN] = 1730[N]$$

$$A = 97.525 \text{ mm}^2 \text{ :مساحة مقطع العينة (4)}$$

وبالتالي تكون المقاومة على الانضغاط للعينة (4) هي: $\sigma_{max} = 17.738 [Mpa]$ سنحسب معامل يونغ للعينة (4) عند القوتان (600N,800N) ضمن مجال المرونة:

$$\sigma = \frac{F}{A}, \quad \sigma_1(600N) = \frac{600}{97.525} = 6.152246438 [Mpa],$$

$$\sigma_2(800N) = \frac{800}{97.525} = 8.20299525 [Mpa].$$

ثانياً: نحسب الانفعالات عند القوى السابقة:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}, \quad \varepsilon_1(600N) = \frac{0.1150}{7.6266} = 0.01507880314, \quad \varepsilon_2(800N) = \frac{0.136}{7.626} = 0.01787165972.$$

من الجهاز نعوض قيم (ΔL):

$$\Delta L(600N) = 0.1150 \text{ mm},$$

$$\Delta L(800N) = 0.1363 \text{ mm}$$

الطول الأصلي للعينة: $L_0 = 7.626 \text{ mm}$ ومنه نجد أن معامل يونغ للعينة (4):

$$E = \frac{\Delta \sigma}{\Delta \varepsilon} = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} = \frac{8.20299525 - 6.152246438}{0.01787165972 - 0.01507880314} = 734.283 [Mpa] = 0.734 [Gpa].$$

يبين الشكل (21) منحنى (انفعال-إجهاد) للعينة (4).

حيث: $\sigma [Gpa]$ إجهاد المقاومة على الانضغاط عند قوة ضغط طبقت على العينة ضمن مجال المرونة.

ε : الانفعال النسبي للعينة المقابل للقوة التي حُسب عندها الاجهاد، يُحسب الانفعال من العلاقة:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0}$$

حيث: $\Delta L [mm]$ نحصل على قيمتها من الجهاز، يعطي الجهاز عند كل قيمة للقوة المطبقة قيمة لانتقال الرأس المتحرك وهي تمثل التغير الحاصل في طول (ارتفاع) العينة، وذلك عن طريق وجود عداد ضوئي كهربائي عالي الدقة لقياس انتقال الفك المتحرك أثناء تطبيق القوة في جهاز الاختبارات العامة، ($\pm 0.5\% \leq$ دقة قياس الانفعال).

$L_0 [mm]$: الطول الأصلي للعينة.

يُحسب معامل يونغ ضمن مجال المرونة للعينة وبالاعتماد على أن معامل يونغ يمثل ميل مستقيم مجال المرونة على اعتبار أن مجال المرونة للعينة شكله أقرب للخط المستقيم، أي يُحسب معامل يونغ بالاعتماد على قانون ميل المستقيم بين نقطتين وهو (الفرق بين إحداثيات النقطتين على المحور y / الفرق بين إحداثيات النقطتين على المحور x)، ومنه نحسب معامل يونغ بالعلاقة التالية:

$$E = \frac{\Delta \sigma}{\Delta \varepsilon}$$

حيث: $\Delta \sigma$: الفرق في إجهاد المقاومة على الانضغاط عند قوتي ضغط طبقتا على العينة ضمن مجال المرونة.

$\Delta \varepsilon$: الفرق في الانفعال النسبي للعينة

المقابل للقوتين التي حُسب عندهما الفرق في إجهاد المقاومة على الانضغاط.

يبين الجدول (10) قيم المقاومة على الانضغاط ومعامل يونغ لعينات المجموعة الثالثة الملبدة عند (1100°C).

الجدول (10) الخصائص الميكانيكية لعينات المجموعة الثالثة الملبدة عند (1100°C):

رقم العينة	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	معامل يونغ (Gpa)
3	3.901	0.147
4	3.408	0.091
5	2.914	0.034
المتوسط للمجموعة	3.408	0.091

يبين الجدول (11) قيم المقاومة على الانضغاط ومعامل يونغ لعينات المجموعة الرابعة الملبدة عند (1200°C).

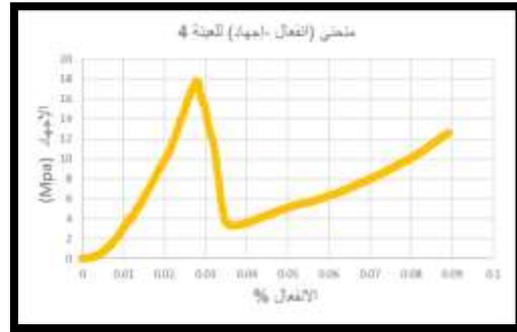
الجدول (11) الخصائص الميكانيكية لعينات المجموعة الرابعة الملبدة عند (1200°C):

رقم العينة	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	معامل يونغ (Gpa)
3	0.484	0.035
4	0.387	0.028
6	0.386	0.089
المتوسط للمجموعة	0.419	0.050

6- المناقشة:

تبين من التجارب السابقة أنه من الممكن الحصول على المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام (<40%) كما ذكر في المرجع [8] باستخدام ضغط كبس قيمته (1.5 Ton = 190.98 Mpa)، حيث تم تحديد قيمة ضغط الكبس تجريبياً كما ورد في فقرة تحضير العينات

(2-5)، وكانت العينات الناتجة بعد التلييد عند (900 °C) لمدة (60 min) خالية من أي تشقق ومتوسط المسامية للعينات السبعة (53.14% من الجدول (3)) وهذه القيمة متوافقة مع المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام (<40%) كما ذكر في المرجع. [8]



الشكل (21) منحنى (انفعال-إجهاد) للعينة (4).

بنفس الطريقة السابقة تم حساب المقاومة على الانضغاط ومعامل يونغ لجميع العينات ثم تم حساب المتوسط لقيم المقاومة على الانضغاط، ومعامل يونغ لكل مجموعة من العينات.

حصلنا على النتائج التالية:

يبين الجدول (8) قيم المقاومة على الانضغاط ومعامل يونغ لعينات المجموعة الأولى الملبدة عند (900°C).

الجدول (8) الخصائص الميكانيكية لعينات المجموعة الأولى الملبدة عند (900°C):

رقم العينة	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	معامل يونغ (Gpa)
2	10.805	0.738
3	13.575	0.674
4	17.738	0.734
المتوسط للمجموعة	14.039	0.715

يبين الجدول (9) قيم المقاومة على الانضغاط ومعامل يونغ لعينات المجموعة الثانية الملبدة عند (1000°C).

الجدول (9) الخصائص الميكانيكية لعينات المجموعة الثانية الملبدة عند (1000°C):

رقم العينة	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	معامل يونغ (Gpa)
1	5.458	0.338
2	6.323	0.546
6	5.281	0.363
المتوسط للمجموعة	5.687	0.415

ازدادت قيم المسامية بزيادة درجة حرارة التلييد، حيث كانت قيمة المسامية (45.580%) عند درجة حرارة (900°C) كما هو مبين في الجدول (4)، ازدادت قيمة المسامية إلى (48.471%) عند درجة حرارة (1000°C) كما هو مبين في الجدول (5)، ارتفعت المسامية إلى (54.847%) عند درجة الحرارة (1100°C) كما هو مبين في الجدول (6)، عند أعلى درجة حرارة مدروسة (1200°C) حصلنا على أعلى قيمة للمسامية وهي (59.143%) كما هو مبين في الجدول (7).

انخفضت قيم المقاومة على الانضغاط للعينات بزيادة درجة حرارة التلييد، وكذلك انخفضت قيم معامل يونغ للعينات بزيادة درجة حرارة التلييد، حيث كانت قيمة المقاومة على الانضغاط عند درجة الحرارة (900°C) (14.039 Mpa) وقيمة معامل يونغ (0.715 Gpa) كما هو مبين من الجدول (8)، انخفضت القيم إلى (5.687 Mpa) للمقاومة على الانضغاط وإلى (0.415 Gpa) لمعامل يونغ عند زيادة درجة حرارة التلييد إلى (1000°C) كما هو مبين في الجدول (9)، عند التلييد عند درجة الحرارة (1100°C) انخفضت قيمة المقاومة على الانضغاط للعينات إلى (3.408 Mpa) وانخفضت قيمة معامل يونغ إلى (0.091 Gpa) كما هو مبين في الجدول (10)، أدنى قيم للمقاومة على الانضغاط للعينات ومعامل يونغ كانت عند التلييد بدرجة حرارة (1200°C) حيث كانت القيم على التوالي: (0.419 Mpa)، (0.050 Gpa) كما هو مبين في الجدول (11).

يُعزى انخفاض المقاومة على الانضغاط ومعامل يونغ بزيادة درجة حرارة التلييد بسبب زيادة المسامات

حصلنا على صفائح ترميم عظام من خليطة: (70%wt Ti-30%wt Zr) باستخدام تقانة تعدين المساحيق المعدنية بمسامية وخصائص ميكانيكية متوافقة مع القيم المطلوبة لصفائح الترميم الوارد ذكرها في المرجع [11] باستخدام ضغط كبس (1.5 Ton) وبالتلييد عند درجة حرارة (900 °C) أو درجة حرارة (1000°C) بزمن تلييد (60 min) في جو من الأرجون بتدفق

(168.9 liter/hour)، ولكن يجب أن تتمتع المادة الطبية الحيوية المثالية بخصائص تجمع بين معامل يونغ منخفض (قريب من العظم) ومقاومة على الانضغاط عالية وذلك للحفاظ على فترة خدمة طويلة الأمد للزرعات الجراحية [16]، لهذا السبب فإن درجة حرارة التلييد (900°C) أفضل من درجة الحرارة (1000°C) لأن المقاومة على الانضغاط عند درجة الحرارة (900°C) كانت (14.039 Mpa) كما هو مبين في الجدول (8) وهي أكبر من قيمة المقاومة على الانضغاط لمجموعة العينات الملبدة عند درجة الحرارة (1000°C) حيث كانت قيمة المقاومة على الانضغاط عند هذه الدرجة (5.687 Mpa) كما هو مبين في الجدول (9).

أما درجة الحرارة (1100°C) أعطت معامل يونغ له قيمة (0.091 Gpa) كما هو مبين في الجدول (10) وهي قيمة خارج المجال المطلوب لمعامل يونغ صفائح ترميم العظام (0.1÷30 Gpa) [11]، ودرجة الحرارة (1200°C) أعطت قيمة للمقاومة على الانضغاط (0.419 Mpa) كما هو مبين في الجدول (11) وهي قيمة خارج المطلوب لصفائح ترميم العظام (2÷200 Mpa) [11].

ترميم العظام (70%wt Ti-30%wt Zr) وذلك للحفاظ على فترة خدمة طويلة الأمد للصفائح المنتجة. 2- بازدياد درجة حرارة التلييد تزداد المسامية وتتناقص المقاومة على الانضغاط ومعامل يونغ بسبب النمو المفرط للحبيبات، كلما كبرت الحبيبات كانت المادة أضعف.

8-التوصيات:

- 1-دراسة إمكانية الحصول على المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام باستخدام مواد تساعد على تشكيل المسامات.
- 2- دراسة تأثير زمن التلييد على الخصائص الميكانيكية والمسامية لصفائح ترميم العظام (تيتانيوم-زركون).
- 3- تقييم التوافق الحيوي لصفائح ترميم العظام (70%wt Ti-30%wt Zr).

الناتجة عن النمو المفرط للحبيبات، تعتبر الزيادة في حجم الحبيبات وزيادة المسامات عاملان رئيسيان يقللان من المقاومة على الانضغاط ومعامل يونغ. كلما كبرت الحبيبات كانت المادة أضعف وفقاً لعلاقة (Hall-Petch) [16].

وهذا يتوافق مع ما وجدته الباحثون (Abdulaziz Assaifan, Abdulaziz Alhazaa) وغيرهم [14]، حيث حصل الباحثون على أعلى مقاومة انضغاط لعينات (Ti-2.5 wt% Zr) عند درجة حرارة تلييد (800°C) كانت قيمة المقاومة على الانضغاط عند هذه الدرجة (1300 Mpa)، انخفضت قيمة المقاومة على الانضغاط إلى (1262 Mpa) عند التلييد عند درجة حرارة (1000°C)، أدنى قيمة للمقاومة على الانضغاط كانت عند التلييد بدرجة حرارة (1200°C) حيث كانت قيمة المقاومة على الانضغاط عند هذه الدرجة (1064 Mpa) وذلك أيضاً بسبب النمو المفرط للحبيبات.

7- الاستنتاجات:

- 1- حصلنا على صفائح ترميم عظام من خليطة: (70%wt Ti-30%wt Zr) باستخدام تقانة تعدين المساحيق المعدنية بمسامية وخصائص ميكانيكية متوافقة مع القيم المطلوبة لصفائح الترميم باستخدام ضغط كيس (1.5 Ton) وبالتلييد عند درجة حرارة (900 °C) أو درجة حرارة (1000°C) بزمن تلييد (60 min) في جو من الأرجون بتدفق (168.9 liter/hour)، ولكن درجة الحرارة (900 °C) أعطت مقاومة على الانضغاط للعينات أكبر من المقاومة على الانضغاط للعينات الملبدة عند درجة حرارة (1000°C) وبالتالي تعتبر درجة الحرارة (900 °C) هي درجة حرارة التلييد المناسبة للحصول على صفائح

References

- 10- Arifvianto, B., Zhou, J. (2014). **Fabrication of metallic biomedical scaffolds with the spacer holder method.** Delft University of Technology, Netherland.
- 11- Evans, G. (1969). **The mechanical properties of bone.** The University of Michigan.
- 12- Hezil, N., Leila, D., Samad, M., Djellabi, R., Kosman, S., Montagne, A., Iost, A., Obrosof, A., Weiss, S., (2019). **Effect of sintering temperature on structure and tribological properties of nanostructured Ti-15Mo alloy for biomedical applications.** Transactions of Nonferrous Metals Society of China.
- 13- Thibon, I., Ansel, D., Gloriant, T. (2008, February). **Interdiffusion in β -Ti-Zr binary alloys.** Journal of alloys and compounds (Vol. 470, pp.127-133).
- 14- Alhazaa, A., Assaifan, A., Hezam, M., Shar, M., Umeda, J., Kondoh, K. (2021, January.15). **Effect of sintering temperature on the microstructure and mechanical properties of the Ti-2.5Zr alloy.** Journal of Materials Research Express.
- 15- Wen, C.E., Yamada, Y., Hodgson, P.D. (2005, September,22). **Fabrication of novel TiZr alloy foams for biomedical applications.** Journal of Materials Science and Engineering.
- 16- Zhang, L.C, Chen, L.Y. (2019, March, 20). **A Review on biomedical titanium alloys: recent progress and prospect.** Journal of Advanced Engineering Materials.
- 1- Bratu, V., Vibu, R. (2017). **Porous metallic biomaterials processing (Review) part1: compaction, sintering behavior, properties and medical applications.** The scientific Bulletin of Valahia university materials and mechanics (Vol. 15).
- 2- ASM International Handbook Committee, Peter W. Lee (Editor). (1998). **ASM Handbook: Powder Metal Technologies and Applications.** (vol.7). 2nd Edition.
- 3- Geetha, M., Singh, A.K., Asokamani, R., Gogia, A. K. (2009, May). **Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopedic implants.** Progress in Materials Science (Vol. 54, pp.397-425). India: Vellore Institute of Technology.
- 4- Niinomi, M., Nakai, M., Hieda, J. (2012, November). **Development of new metallic alloys for biomedical applications.** Acta Biomaterialia (Vol. 8, pp. 3888-3903). Japan: Institute for Materials Research, Tohoku University.
- 5- Mehjabeen, A., song, T., Xu, W., Tang, H.P., Qian, M. (2018, June,22). **Zirconium alloys for orthopedic and dental applications.** Advanced Engineering Materials (Vol. 20). Australia: Australian Research Council (ARC).
- 6- Uchida, M., Kim, H.M., Miyaji, F., Kokubo, T., Nakamura, T. (2002, January). **Apatite formation on zirconium metal treated with aqueous NaOH.** Journal of Biomaterials (Vol. 23, pp. 313-317).
- 7- Kokubo, T., Kim, H.M., Kawashita, M. (2003, June). **Novel bioactive materials with different mechanical properties.** Journal of Biomaterials (Vol. 24, pp.2161- 2175).
- 8- Yilmaz, E., Gokce, A., Findik, F., Gulsoy, H. O., Iyibilgin, O. (2018, November). **Mechanical properties and electrochemical behavior of porous Ti-Nb biomaterials.** Journal of Mechanical Behavior of Biomedical Materials (Vol. 87, pp.59-67).
- 9- Barati, D. (2016). **Biodegradable hybrid tissue engineering scaffolds for reconstruction of large bone defects.** University of South Carolina, South Carolina.