



دانشگاه صنعتی شاهرود

دانشکده مهندسی مکانیک و مکاترونیک

پایان نامه کارشناسی ارشد مهندسی ساخت و تولید

بررسی خواص مکانیکی یک ایمپلنت تیتانیومی تولید شده با روش پرسکاری در کانال همسان
زاویه دار

نگارنده: حامد مقصودلو

استاد راهنما

دکتر مهدی گردویی

استاد مشاور

دکتر سید هادی قادری

تیر ۱۳۹۶

شماره: ۱۴۹، ۲۹۶، ۳
تاریخ: ۷، ۸، ۹۶

باسمه تعالی



مدیریت تحصیلات تکمیلی

فرم شماره (۳) صورتجلسه نهایی دفاع از پایان نامه دوره کارشناسی ارشد

با نام و یاد خداوند متعال، ارزیابی جلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد آقای **حامد مقصدلو** با شماره دانشجویی ۹۳۱۶۳۵۴ رشته مهندسی مکانیک گرایش ساخت و تولید تحت عنوان **بررسی خواص مکانیکی یک ایمپلنت تیتانیومی تولید شده با روش پرسکاری در کانال همسان زاویه دار** که در تاریخ ۱۳۹۶/۰۴/۲۷ با حضور هیأت محترم داوران در دانشگاه صنعتی شاهرود برگزار گردید به شرح ذیل اعلام می گردد:

قبول (با امتیاز ۱۸.۹۳ درجه خیلی خوب) مردود
نوع تحقیق: نظری عملی

عضو هیأت داوران	نام و نام خانوادگی	مرتبه علمی	امضاء
۱- استاد راهنمای اول	دکتر مهدی گردویی	استادیار	
۲- استاد راهنمای دوم	-	-	-
۳- استاد مشاور	دکتر سید هادی قادری	استادیار	
۴- نماینده تحصیلات تکمیلی	دکتر مهدی وحدتی	استادیار	
۵- استاد ممتحن اول	دکتر هادی پروز	استادیار	
۶- استاد ممتحن دوم	دکتر سید وحید حسینی	استادیار	

نام و نام خانوادگی رئیس دانشکده: دکتر محمد محسن شاه مردان

تاریخ و امضاء و مهر دانشکده:

تبصره: در صورتی که کسی مردود شود حداکثر یکبار دیگر (در مدت مجاز تحصیل) می تواند از پایان نامه خود دفاع نماید (دفاع مجدد نباید زودتر از ۴ ماه برگزار شود).

تقدیم‌نامه

پدر و مادر عزیز و مهربانم که در سختی‌ها و دشواری‌های زندگی همواره یآوری دلسوز و فداکار و پشتیبانی محکم و مطمئن برایم بوده‌اند.

سپاس‌گزاری

با سپاس از استاد فرهیخته، دکتر مهدی گردویی که بدون راهنمایی‌های ایشان، این پایان‌نامه به سرانجام نمی‌رسید. با سپاس از دکتر محمدباقر نظری، دکتر مجتبی قطعی، مهندس مهدی اخیانی، مهندس امیرسامان سلیمی و مهندس اسماعیل زمانیان که در این راه کمک شایانی کردند.

تعهد نامه

اینجانب حامد مقصودلو دانشجوی دوره کارشناسی ارشد رشته مهندسی مکانیک دانشکده‌ی مکانیک دانشگاه صنعتی شاهرود نویسنده پایان‌نامه بررسی خواص مکانیکی یک ایمپلنت تیتانیومی تولید شده با روش پرسکاری در کانال همسان زاویه‌دار تحت راهنمایی دکتر مهدی گردویی

متعهد می‌شوم:

- تحقیقات در این پایان‌نامه توسط اینجانب انجام شده است و از صحت و اصالت برخوردار است.
- در استفاده از نتایج پژوهش‌های محققان دیگر به مرجع مورد استفاده استناد شده است.
- مطالب مندرج در پایان‌نامه تاکنون توسط خود یا فرد دیگری برای دریافت هیچ نوع مدرک یا امتیازی در هیچ جا ارائه نشده است.
- کلیه حقوق معنوی این اثر متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می‌باشد و مقالات مستخرج با نام «دانشگاه صنعتی شاهرود» و یا «Shahrood University of Technology» به چاپ خواهد رسید.
- حقوق معنوی تمام افرادی که در به دست آمدن نتایج اصلی پایان‌نامه تأثیرگذار بوده‌اند در مقالات مستخرج از پایان‌نامه رعایت می‌گردد.
- در کلیه مراحل انجام این پایان‌نامه، در مواردی که از موجود زنده (یا بافت‌های آنها) استفاده شده است ضوابط و اصول اخلاقی رعایت شده است.
- در کلیه مراحل انجام این پایان‌نامه، در مواردی که به حوزه اطلاعات شخصی افراد دسترسی یافته یا استفاده شده است، اصل رازداری، ضوابط و اصول اخلاق انسانی رعایت شده است.

تاریخ

امضای دانشجو

مالکیت نتایج و حق نشر

- کلیه حقوق معنوی این اثر و محصولات آن (مقالات مستخرج، کتاب، برنامه‌های رایانه‌ای، نرم افزارها و تجهیزات ساخته شده است) متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود می‌باشد. این مطلب باید به نحو مقتضی در تولیدات علمی مربوطه ذکر شود.

- استفاده از اطلاعات و نتایج موجود در پایان‌نامه بدون ذکر مرجع مجاز نمی‌باشد.

متن این صفحه باید در ابتدای نسخه‌های تکثیر شده پایان‌نامه وجود داشته باشد

چکیده

پرسکاری در کانال همسان زاویه دار (ECAP) به عنوان یکی از بارزترین روش‌های تغییر شکل مومسان شدید تأثیر بسزایی بر افزایش استحکام فلزات سبک دارد. امروزه استفاده از درون کاشت‌های تیتانیومی به دلیل خواص زیست‌سازگاری، استحکام ویژه و چقرمگی مناسب، قابلیت شکل‌دهی و ماشینکاری مورد توجه است. در این پژوهش، ساخت ریشه‌ی درون کاشت دندانی اندوستیل از تیتانیوم خالص تجاری گرید ۲ که با روش ایکپ گرم تولید شده، مورد مطالعه قرار گرفته است. طراحی جدید قالب ایکپ با زاویه کانال 90° مشکل جریان ناخواسته‌ی فلز بین دو کفه‌ی قالب، افزایش شدید نیرو و گیرکردن قطعه را تا حد زیادی برطرف کرده است. پس از سعی و خطا در دماهای مختلف، فرآیند ایکپ در 240°C تا چهار مرحله، با ترکیب روانکاری فیلم جامد فویل مسی و لایه مخلوط مولیبدن دی‌سولفاید با موفقیت انجام شد. با انجام آزمون ریزسختی‌سنجی در نقاط مختلف مقطع مشخص شد افزایش تعداد مراحل ایکپ موجب افزایش سختی و همگنی خواهد شد. همچنین اجرای آزمون فشار محوری نشان داد بیشترین رشد استحکام تسلیم در پاس اول ایکپ رخ می‌دهد و این روند در مراحل بعدی با نرخ کمتری ادامه می‌یابد. کاهش دمای مرحله‌ی نهایی، راهکار مناسبی برای دستیابی همزمان به استحکام و چقرمگی بالا می‌باشد. تحلیل تصاویر میکروسوپ الکترونی روبشی نشان داد مرحله‌ی اول شکل‌دهی بیشترین تأثیر را بر ریزدانه شدن داشته و در ادامه نرخ ریزدانه شدن کاهش یافته است. همچنین در مقایسه با تحقیقات مشابه، افزایش چشمگیر استحکام تسلیم و نهایی مشاهده شد. پس از دستیابی به شرایط بهینه‌ی فرآیند، درون کاشت دندانی از نمونه‌های اولیه و ایکپ شده در پاس‌های مختلف، با استفاده از روش ماشینکاری دقیق به کمک یک دستگاه CNC مخصوص تولید شد. جهت بررسی خواص عملکردی درون کاشت آزمون خواص مکانیکی بر طبق استاندارد ISO 14801، مطالعه‌ی زیست‌سازگاری نمونه‌ها با آزمون کشت سلولی و همچنین تحلیل مقطع شکست با تصویربرداری SEM انجام شد. نتایج حاکی از بهبود خواص زیست‌سازگاری و استحکام مکانیکی درون کاشت‌های تولیدی از تیتانیوم ایکپ شده است.

واژگان کلیدی:

تیتانیوم خالص تجاری، درون کاشت دندانی، مواد فوق ریزدانه، تغییر شکل مومسان شدید، ایکپ گرم

مقالات مستخرج از پایان‌نامه/رساله

- ۱- مقصودلو ح، گردویی م، قادری س ه، بررسی عملیات پرسکاری گرم در کانال همسان زاویه‌دار بر خواص مکانیکی تیتانیوم خالص تجاری گرید ۲، بیست و پنجمین کنفرانس سالانه بین‌المللی مهندسی مکانیک ایران، دانشگاه تربیت مدرس، اردیبهشت ماه، سال ۱۳۹۶

فهرست عنوان‌ها

فصل ۱ مقدمه	۱
۱-۱- شناخت درون کاشت‌های دندانی	۵
۲-۱- تغییر شکل مومسان شدید	۹
۱-۲-۱ پیچش تحت فشار بالا	۱۱
۲-۲-۱ نورد انباشته	۱۳
۳-۲-۱ ایکپ	۱۳
۳-۱- شناخت تیتانیوم	۲۱
۴-۱- مرور منابع تحقیق	۲۳
۵-۱- معرفی پایان‌نامه	۲۴
فصل ۲ روش آزمایشگاهی	۲۷
۱-۱-۲ آماده‌سازی نمونه‌ها	۲۸
۲-۱-۲ انجام عملیات ایکپ	۳۴
۳-۱-۲ آزمون سختی	۳۵
۴-۱-۲ آزمون فشار	۳۷
۵-۱-۲ آزمون کشش	۳۹
۶-۱-۲ تحلیل SEM مقطع شکست	۴۰
۷-۱-۲ اندازه‌گیری اندازه‌ی دانه	۴۱
۸-۱-۲ آزمون کشت سلولی	۴۲
۹-۱-۲ فرآیند ساخت درون کاشت	۴۳
۱۰-۱-۲ آزمون تعیین استحکام استاتیکی بر روی درون کاشت	۴۳
فصل ۳ نتایج و بحث	۴۵
۱-۳- آزمون سختی	۴۷
۲-۳- آزمون فشار	۵۰
۳-۳- آزمون کشش	۵۲
۴-۳- آزمون کشت سلولی	۵۴
۵-۳- تحلیل مقطع شکست	۵۵
۶-۳- اندازه‌گیری اندازه‌ی دانه	۵۶
۷-۳- آزمون تعیین استحکام استاتیکی بر روی درون کاشت	۵۹

۶۳ فصل ۴ نتیجه‌گیری و پیشنهادها
۶۴ ۴-۱- نتیجه‌گیری
۶۵ ۴-۲- پیشنهادها
۶۳ پیوست ۱
۶۳ پیوست ۲
۶۳ پیوست ۳
۶۳ منابع‌ها

فهرست شکل‌ها

- شکل ۱-۱- نمونه‌هایی از درون کاشت دندان [۴]..... ۳
- شکل ۱-۲- طرح‌واره‌ای از ایکپ..... ۵
- شکل ۱-۳- درون کاشت الف- تیغه‌ای شکل ب- قاب ریمس ج- ساب‌پریوستیل د- ریشه‌ای شکل ه- ترنسوستیل و- اینترامیوکزال..... ۸
- شکل ۱-۴- درون کاشت الف- استوانه‌ای ب- رزوه‌دار ج- منفذدار د- سوراخ‌دار..... ۸
- شکل ۱-۵- طرح‌واره روش HPT الف- مقید شده. ب- نا مقید..... ۱۲
- شکل ۱-۶- مقدار کرنش اعمالی بر حسب تعداد دور و فاصله از مرکز [۲۹]..... ۱۲
- شکل ۱-۷- طرح‌واره فرآیند نورد انباشته..... ۱۳
- شکل ۱-۸- الگوی برشی فرآیند ایکپ..... ۱۴
- شکل ۱-۹- مسیرهای اصلی فرآیند ایکپ..... ۱۵
- شکل ۱-۱۰- تأثیر زاویه قالب بر کرنش ذخیره شده در پاس اول [۳۹]..... ۱۷
- شکل ۱-۱۱- الف. آلومینیوم با الگوی شبکه‌ای قبل از ایکپ. ب. پس از ایکپ در قالب با شعاع قوس صفر [۴۱]..... ۱۸
- شکل ۱-۱۲- نتایج شبیه‌سازی آلومینیوم در قالب با شعاع قوس صفر..... ۱۸
- شکل ۱-۱۳- شبیه‌سازی ایکپ آلومینیوم الف. بدون فشار پستی ب. با اعمال فشار پستی ۲۰۵۰ MPa..... ۲۰
- شکل ۱-۱۴- الف- تغییرات استحکام ب- تغییرات درصد تغییر طول نهایی با افزایش کرنش برای آلیاژهای مختلف آلومینیوم تحت فرآیند ایکپ [۴۳]..... ۲۱
- شکل ۱-۲- الف. نمای از بالا ب. نمای از روبروی کفه‌ی بالایی ج. نمای برش خورده‌ی کل قالب د. کفه‌ی پایینی..... ۲۹
- شکل ۲-۲- قالب استفاده شده در پژوهش..... ۳۰
- شکل ۲-۳- ماشینکاری نمونه‌ی تیتانیومی با روش مرغک-مرغک..... ۳۱
- شکل ۲-۴: نمونه‌ی تیتانیومی با قطر اولیه‌ی ۱۱ mm پس از یک مرحله ایکپ..... ۳۱

- شکل ۲-۵- پرس هیدرولیکی ۱۵۰ تن شرکت ژاو آریا صنعت..... ۳۲
- شکل ۲-۶- نمونه‌ی اولیه‌ی تیتانیومی و نمونه‌ی تیتانیومی با پوشش مسی، آماده برای انجام عملیات
ایکپ..... ۳۳
- شکل ۲-۷- روانکار دما بالای MOLYSLIP EHT..... ۳۳
- شکل ۲-۸- دستگاه پولیش متکو..... ۳۵
- شکل ۲-۹-الف- دستگاه ریزسختی سنج پروف‌تشنیک ب- فرورونده‌ی ویکرز..... ۳۶
- شکل ۲-۱۰- نحوه‌ی عملکرد آزمون ریزسختی..... ۳۷
- شکل ۲-۱۱- نمونه‌ی تیتانیومی آزمون فشار، آماده شده طبق استاندارد ASTM E9..... ۳۸
- شکل ۲-۱۲- دستگاه تست مواد Zwick 1494..... ۳۹
- شکل ۲-۱۳-الف- دستگاه Instron 8802 ب- نمونه‌ی تیتانیومی آماده‌ی آزمون کشش..... ۴۰
- شکل ۲-۱۴- طرح‌واره میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)..... ۴۱
- شکل ۲-۱۵- میکروسکوپ الکترونی روبشی شرکت TESCAN..... ۴۱
- شکل ۲-۱۶- قرص‌های تیتانیومی آماده برای کشت سلولی..... ۴۲
- شکل ۲-۱۷- درون کاشت شرکت DIO، طراحی با نرم‌افزار Solidworks 2015..... ۴۳
- شکل ۲-۱۸- آماده‌سازی عملیات ارزش‌گذاری خواص مکانیکی درون کاشت طبق استاندارد ISO
14801..... ۴۴
- شکل ۲-۱۹- قید نگهدارنده‌ی پایه‌ی درون کاشت..... ۴۴
- شکل ۳-۱- نمونه‌های تیتانیومی ایکپ شده در دمای 260°C ۴۶
- شکل ۳-۲- نمونه‌های تیتانیومی ایکپ شده در دمای 240°C ۴۷
- شکل ۳-۳- نمونه‌های تیتانیومی پس از یک پاس ایکپ در دمای 220°C ۴۷
- شکل ۳-۴- الگوی منظم آزمون سختی..... ۴۸
- شکل ۳-۵- تأثیر تعداد مراحل ایکپ در دمای 240°C بر روی سختی تیتانیوم..... ۴۹

- شکل ۳-۶- تأثیر تعداد مراحل ایکپ در دمای 240°C بر روی یکنواختی توزیع تیتانیوم در شعاع‌های مختلف نسبت به شعاع نمونه (r/r_0) ۵۰
- شکل ۳-۷- نتایج به دست آمده از دستگاه تست فشار در دمای 240°C ۵۱
- شکل ۳-۸- تأثیر تعداد مراحل ایکپ بر روی تنش تسلیم تیتانیوم با آزمون فشار..... ۵۲
- شکل ۳-۹- تأثیر تعداد مراحل ایکپ در دمای 260°C بر روی استحکام کششی تیتانیوم..... ۵۳
- شکل ۳-۱۰- تأثیر تعداد مراحل ایکپ در دمای 260°C بر روی درصد کاهش سطح مقطع تیتانیوم..... ۵۴
- شکل ۳-۱۱- تصاویر SEM چسبیدن سلول‌های استخوان‌زا به نمونه‌های تیتانیومی ایکپ شده در دمای 240°C الف- پاس اول ب- پاس چهارم..... ۵۵
- شکل ۳-۱۲- اسکن مقطع شکست الف- نمونه دریافتی ب- یک مرحله ج- سه مرحله د- چهار مرحله ایکپ در دمای 260°C ۵۶
- شکل ۳-۱۳- اسکن نمونه‌ی دریافتی الف- رؤیت شده زیر میکروسکوپ الکترونی ب- پس از پردازش تصویر و اندازه‌گیری اندازه‌ی دانه..... ۵۷
- شکل ۳-۱۴- تصویر سطح و دانه‌های نمونه‌های تیتانیومی ایکپ شده در دمای 240°C الف- پاس اول ب- پاس دوم ج- پاس سوم د- پاس چهارم..... ۵۸
- شکل ۳-۱۵- اندازه‌ی متوسط دانه‌های تیتانیومی ایکپ شده در دمای 240°C ۵۹
- شکل ۳-۱۶- ساخت درون‌کاشت مهندسی معکوس شده از شرکت DIO..... ۵۹
- شکل ۳-۱۷- درون‌کاشت مقید شده درون فیکسچر..... ۶۰
- شکل ۳-۱۸- درون‌کاشت مقید شده درون فیکسچر، آماده برای آزمون استحکام مکانیکی بر طبق استاندارد ISO 14801..... ۶۰
- شکل ۳-۱۹- درون‌کاشت شکسته شده پس از آزمون استحکام مکانیکی..... ۶۱

فهرست جدول‌ها

- جدول ۱-۱- تقسیم‌بندی و نوع درون‌کاشتهای فلزی [۳] ۳
- جدول ۱-۲- تغییرات زاویه‌ای صفحات برش در قالب 90° [۳۶] ۱۵
- جدول ۱-۳- درصد وزنی عناصر مختلف در گریدهای مختلف تیتانیوم خالص تجاری ۲۲
- جدول ۱-۴- تحقیقات اخیر در زمینه‌ی ایکپ تیتانیوم ۲۴
- جدول ۲-۱- شرایط انجام عملیات ایکپ ۳۵
- جدول ۳-۱- سختی و انحراف معیار آن برای نمونه‌های ایکپ شده در شرایط مختلف ۴۹
- جدول ۳-۲- مقایسه‌ی استحکام نمونه‌های ایکپ شده در این پایان‌نامه با نتایج مقالات مشابه ۵۲
- جدول ۳-۳- نتایج آزمون استحکام مکانیکی درون‌کاشتهای ساخته شده از نمونه‌های مختلف
تیتانیومی بر طبق استاندارد ISO 14801 ۶۱

فهرست نشانه‌ها

α	ساختار کریستالی شش وجهی
β	ساختار کریستالی مکعب مرکزدار
ϵ_{eq}	کرنش ذخیره شده در ماده
θ	نصف زاویه‌ی دو مقطع متقاطع قالب
λ	زاویه بین وجوه مقابل الماس ریزسختی سنجی ویکرز
σ_0	تنش اصطکاکی
σ_y	تنش تسلیم
ϕ	زاویه دو مقطع متقاطع قالب
ψ	زاویه‌ی انحناء قوس
d	اندازه متوسط دانه
k_y	ثابت تنش
L	طول میانگین قطرهای آزمون ریزسختی سنجی ویکرز
N	تعداد پاس‌های ایکپ
P	بار بر حسب کیلوگرم

فصل ۱ مقدمه

امروزه استفاده از درون‌کاشت در بدن، امری مرسوم شده است و کمتر کسی است که اهمیت آن را درک نکرده باشد. دندان، مفاصل مصنوعی، قلب و عروق و تثبیت‌کننده‌های استخوان از موارد آن می‌باشد. پیشرفت در زمینه‌ی مهندسی پزشکی و مواد زیستی بر زندگی انسان مؤثر است و در جهان شاهد سرمایه‌گذاری‌های قابل توجهی در این زمینه‌ها هستیم. استفاده از درون‌کاشت پیشینه‌ی کهن دارد، اما استفاده از فلز به عنوان درون‌کاشت در صد سال پیش توسط لین انجام شد [۱]. در آن زمان مشکلاتی از قبیل خوردگی و استحکام پایین موانع استفاده از درون‌کاشت بودند.

نوع فلز مورد استفاده در درون‌کاشت به کاربرد آن بستگی دارد. اما همه‌ی درون‌کاشت‌ها در خصوصیات مشترکند. مواد درون‌کاشت‌ها باید دارای ویژگی‌های زیست‌سازگاری^۱، خواص مطلوب مکانیکی و شیمیایی باشند. زیست‌سازگاری تعریف گسترده‌ای دارد از جمله:

- زیست‌ماده^۲ سمی نباشد و در بدن تولید جراثیم نکند؛
- توانایی یک ماده برای استفاده در بدن که با واکنش مناسب از سوی میزبان همراه باشد؛
- توانایی زیست‌ماده برای تأمین نتیجه‌ی مطلوب در طی درمان بدون اثرات جانبی محلی و سیستماتیک؛
- توانایی هماهنگ شدن درون‌کاشت با بافت بدن بدون ایجاد تغییرات زیان‌آور [۲].

چون بیشتر درون‌کاشت‌ها تحت بارهای استاتیکی و نوسانی قرار دارند، باید ترکیبی از استحکام و چقرمگی بالا داشته باشند. این شرایط منجر به برتری فلزات نسبت به پلیمرها و سرامیک‌ها می‌شود. این که چه خصوصیتی از درون‌کاشت را نیاز داشته باشیم، بستگی به کاربرد آن در بدن دارد. در ترمیم دندان نیاز به فلزات قوی، صلب و حتی حافظه‌دار، برای حصول نتایج بهتر داریم. مقاومت به خوردگی، حساسیت کم مغناطیسی و خاصیت رؤیت خوب در مقابل اشعه‌ی ایکس از خواص دیگر زیست‌ماده‌ها است. جدول ۱-۱ خلاصه‌ای از مواد درون‌کاشت‌های مختلف را نشان می‌دهد [۳].

¹ Biocompatibility

² Biomaterial

جدول ۱-۱ - تقسیم‌بندی و نوع درون‌کاشت‌های فلزی [۳]

نوع فلز	نمونه‌ای از کاربرد	بخش
316L SS; CoCrNi; CP-Ti Ti6Al4V	استنت دریچه مصنوعی	قلب و عروق
316L SS; Ti6Al4V CoCrMo; Ti6Al4V; Ti6Al7Nb	آتل (پیچ، پین و صفحه) مفصل مصنوعی	ارتوپدی
316L SS; CoCrMo; CP-Ti; Ti6Al4V AgSn; Au	سیم ارتودنسی پر کردن	دندانپزشکی
316L SS; CoCrMo; CP-Ti; Ti6Al4V 316L SS	صفحه و پیچ پرده گوش مصنوعی	سر و صورت

فولاد زنگ‌نزن، آلیاژهای کوبالت-کروم و آلیاژهای تیتانیوم بیشترین کاربرد را در درون‌کاشت‌های پزشکی دارند. ویژگی تیتانیوم وزن سبک‌تر می‌باشد. چگالی آن تنها ۴/۵ گرم بر سانتیمتر مکعب است. در مقایسه با ۷/۹ گرم بر سانتیمتر مکعب فولاد زنگ‌نزن ۳۱۶ و ۸/۳ گرم بر سانتیمتر مکعب آلیاژ کوبالت-کروم چگالی پایینی محسوب می‌شود. تیتانیوم و آلیاژهایش، به خاطر استحکام کششی عالی و مقاومت به سایش شناخته می‌شوند. در شکل ۱-۱ نمونه‌هایی از درون‌کاشت تیتانیومی دندان را می‌بینیم [۴].



شکل ۱-۱ - نمونه‌هایی از درون‌کاشت‌های دندانی [۴]

موفقیت این مواد در تولید تجهیزات پزشکی ملزم به داشتن شرط زیست‌سازگاری است. این مواد باید خنثی باشند و در تماس با بافت بدن نباید تولید حساسیت کنند. فاکتور دیگر تأمین سفتی مکانیکی

کافی، خصوصاً تحت بارهای نوسانی برای حصول اطمینان از جلوگیری از شکست است. نهایتاً این مواد باید قابل ماشینکاری و شکل‌پذیر باشند، تا بتوان محصولی مقرون به صرفه و مطمئن تولید کرد. تحقیقات زیادی است که نشان می‌دهد فلزاتی نظیر کوبالت، کروم، نیکل، آلومینیوم و وانادیوم در بدن یون آزاد می‌کنند. آزاد شدن یون، بدن را مستعد آلرژی و پس زدن درون‌کاشت می‌کند. لذا نیاز به تولید و توسعه‌ی دیگر زیست‌ماده‌ها می‌باشد. در مورد تیتانیوم خالص مشکلات آزدسازی یون وجود ندارد. اما این ماده از استحکام کافی برخوردار نیست [۵-۸]. تیتانیوم خالص نانو ساختار که به وسیله‌ی تغییر شکل مومسان شدید^۱ ساخته می‌شود، راه و ایده‌ی جدید برای ساخت درون‌کاشت محسوب می‌شود. این ماده در تمامی زمینه‌های ساخت تجهیزات پزشکی مفید است. مطالعات آزمایشگاهی نشان می‌دهد، محصولات ساخته شده با تیتانیوم خالص در زمینه‌ی ارتوپدی و درون‌کاشت دندان‌ی زیست‌سازی عالی از خود نشان می‌دهند [۹]. استحکام مکانیکی تیتانیوم خالص به نسبت فلزات دیگر به کار رفته شده در تجهیزات پزشکی پایین‌تر است. استحکام این ماده با آلیاژسازی یا فرآیندهای ثانویه از جمله نورد، کشش و غیره، افزایش می‌یابد. معمولاً این بهبود در مقاومت ماده با کاهش زیست‌سازی و مقاومت به خستگی همراه است. رسیدن به ساختار فوق ریزدانه^۲ تیتانیوم خالص، با فرآیندهای SPD می‌تواند راهی برای بهبود خواص مکانیکی آن باشد. ساختار UFG در مواد پلی‌کریستال، دستیابی به اندازه دانه‌ی کمتر از $1\mu\text{m}$ اطلاق می‌شود. ضمن اینکه این فرآیندها می‌توانند زیست‌سازی را نیز افزایش دهند [۱۰]. در دو دهه‌ی اخیر تولید مواد فوق ریزدانه با تغییر شکل مومسان شدید به عنوان ابزاری قدرتمند برای بهبود خواص به کار می‌رود.

یکی از مؤثرترین فنون SPD، فرآیند شکل‌دهی در کانال‌های موازی زاویه‌دار^۳ است. ایکپ اولین بار در سال ۱۹۸۱ توسط سگال^۴ کشف شد [۱۱]. پس از آن مورد توجه زیادی قرار گرفت و امروزه بخش گسترده‌ای از فلزات و آلیاژها مثل مس، تیتانیوم و آلومینیوم به وسیله‌ی آن ریزدانه می‌شوند. طرح‌واره‌ای از ECAP در شکل ۱-۲ دیده می‌شود. ϕ زاویه‌ی دو مقطع متقاطع و ψ زاویه‌ی انحنای قوس می‌باشد. طبق شکل، قالب از دو مقطع متقاطع تشکیل شده‌است. قطعه با سطح مقطع یکسان با

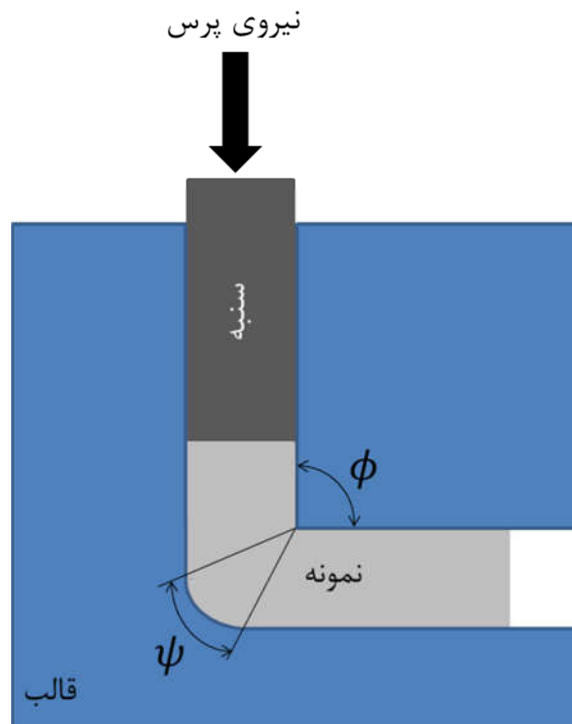
¹ Severe Plastic Deformation-SPD

² Ultra-Fine Grained-UFG

³ Equal Channel Angular Pressing-ECAP

⁴ Segal

قالب وارد می‌شود و در محل تقاطع با برش ساده شکل داده می‌شود. کرنش زیادی با این کار به قطعه اعمال گشته، سپس به شکل اولیه‌ی خود بر می‌گردد و از قالب خارج می‌شود. به دلیل عدم تغییر عمده‌ی سطح مقطع می‌توان دوباره این فرآیند را تکرار کرد.



شکل ۱-۲- طرح‌واره‌ای از ایکپ

۱-۱- شناخت درون‌کاشت‌های دندانی

طبق تعریف دایره‌المعارف پزشکی، درون‌کاشت به شیئی گفته می‌شود که داخل بدن کار گذاشته می‌شود؛ از قبیل بافت، دندان، قرص، لوله و سوزن حاوی ماده‌ی رادیواکتیو، مفاصل مصنوعی و مواد مایع و پلاستیکی به منظور تقویت بافت و یا پرکننده‌ی قسمت‌هایی که به دلیل عمل جراحی برداشته شده‌اند. درون‌کاشت دندانی به ماده‌ای از جنس پلیمر، فلز، سرامیک یا کربن گفته می‌شود، که در داخل استخوان فک کار گذاشته می‌شود و به عنوان تکیه‌گاه برای تاج دندان، در جایی که استخوان برای تکیه‌گاه، مناسب نباشد، استفاده می‌شود [۱۲].

بررسی‌های تاریخی نشان می‌دهد استفاده از درون‌کاشت دندان قدمتی کهن دارد. قوم مایا از شاخ گاو، سیم طلایی و سنگ به عنوان درون‌کاشت استفاده می‌کردند. در مصر باستان و هند هم از سیم طلایی برای محکم کردن درون‌کاشت استفاده می‌شد [۱۳]. جان هانتز در دوره‌ی رونسانس از دندان انسان‌های مرده یا فقیر به عنوان درون‌کاشت در شخص دیگر استفاده می‌کرد [۱۴]. در سال ۱۹۱۳

گرینفیلد یک توری با سوراخ استوانه‌ای از جنس پلاتینیوم درون استخوان فک به عنوان ریشه کار می‌گذاشت [۱۵]. در دهه‌ی ۱۹۳۰ برای اولین بار از یک فلز زیست‌سازگار به اسم ویتالیوم (آلیاژ کوبالت-کروم) توسط برادران استروک برای ساخت درون‌کاشت با موفقیت استفاده شد. این برای بار اول بود که یک درون‌کاشت درون استخوان کار گذاشته می‌شد. در سال ۱۹۳۸ آدامز یک درون‌کاشت ریشه‌ای دارای هم رزوه‌ی داخلی و هم خارجی طراحی کرد [۱۶]. فورمیگینی و زپونی طرح آدامز را گسترش دادند. آنها یک ماریپیچ از فولاد زنگ‌نزن ساختند که به استخوان اجازه می‌داد درون آن رشد کند [۱۷].

درون‌کاشت‌های تیتانیومی در اوایل دهه‌ی ۶۰ به عنوان جایگزین ریشه دندان، توسط برینمارک به طور موفقیت‌آمیز کار گذاشته شد. از این فلز به دلیل سبکی، استحکام بالا و خواص خوردگی مناسب در صنایع هوا-فضا استفاده می‌شد. این مشخصه‌ها برای درون‌کاشت دندان هم حیاتی هستند. تیتانیوم به دلیل وجود لایه‌ی اکسیدی غیر فعال بر روی سطح، از خواص زیست‌سازگاری خوبی برخوردار است. این درون‌کاشت‌ها با روش ماشینکاری تولید می‌شوند. الگوی منظم ماشینکاری باعث می‌شود استخوان در اطراف درون‌کاشت به صورت منظم رشد کند و با توجه به ناهمسانگرد بودن استخوان باعث تحمل تنش نابرابر در راستاهای مختلف می‌شود [۱۸]. امروزه برای جلوگیری از این عیب، عملیات سطحی خاصی را روی درون‌کاشت‌ها انجام می‌دهند. پاشش پلاسما، پوشش هیدروکسی‌آپاتایت، پاشش شن و اچ کردن سطح از جمله‌ی آنها است که طول دوره‌ی درمان را کاهش و درصد موفقیت عمل جراحی را افزایش می‌دهد [۱۹-۲۲].

درون‌کاشت‌های دندانی بر اساس نوع طراحی، به ۴ دسته‌ی اندوستیل^۱، سابیریوستیل^۲، ترنسوستیل^۳ و اینترامیوکزال^۴ تقسیم می‌شوند. درون‌کاشت‌های اندوستیل درون استخوان فک کار گذاشته می‌شوند و خود به ۳ زیردسته به نام‌های درون‌کاشت تیغه‌ای شکل^۵، قاب ریمس^۶ و ریشه‌ای شکل^۷ تقسیم می‌شوند. درون‌کاشت تیغه‌ای شکل، صفحه‌ای نازک است که درون استخوان فک کار گذاشته می‌شود. قاب ریمس، تیغه‌ای به شکل نعل اسب و از جنس فولاد زنگ‌نزن است و درون استخوان فک پایین جایگذاری می‌شود. درون‌کاشت ریشه‌ای شکل به ظاهر دندان است و برای توزیع بارهای مستقیم مورد

1 Endosteal
2 Subperiosteal
3 Transosteal
4 Intramucosal
5 Blade form
6 Ramus frame
7 Root form

استفاده قرار می‌گیرد. در حال حاضر درون کاشت اندوستیل ریشه‌ای شکل پر کاربردترین نوع درون کاشت است. درون کاشت سابپریوستیل بر روی پوشش استخوان کار گذاشته می‌شود. درون کاشت ترنسوستیل ترکیبی از دو نوع اول است. درون کاشت اینترامیوکزال زیر بافت نرم دهان کار گذاشته می‌شود. این درون کاشت‌ها در شکل ۱-۳ به تصویر کشیده شده‌اند.

بسته به مکانیسم پوشش دو نوع درون کاشت داریم؛ فایبرواینترگریشن^۱ و اوسئواینترگریشن^۲. در نوع اول که توسط ویز^۳ طراحی شده، درون کاشت با بافت نرم پوشانده می‌شود. این بافت با بافت لثه شبیه است و عمل یک پارچه شدن با فیبر استخوان را انجام می‌دهد. در نوع دوم که برینمارک^۴ طراحی کرده، درون کاشت مستقیماً با استخوان در تماس است و سطح درون کاشت با زیست‌مواد محرک رشد استخوان پوشانده می‌شود.

بر اساس ظاهر، درون کاشت‌ها به انواع استوانه‌ای^۵، رزوه‌دار^۶، پلاتو^۷، منفذدار^۸، صلب^۹ و سوراخ‌دار^{۱۰} تقسیم می‌شوند. درون کاشت استوانه‌ای که البته به شکل مخروطی هم وجود دارد، با فشار دادن به استخوانی که از پیش سوراخ شده است جایگذاری می‌شود. در درون کاشت رزوه‌دار به منظور افزایش سطح تماس استخوان-درون کاشت، سطح درون کاشت رزوه شده است. نتیجتاً توزیع نیرو در حجم وسیعتری از استخوان صورت می‌گیرد. در مدل منفذدار، برای افزایش سطح تماس درون کاشت-استخوان، سطح درون کاشت به صورت متخلخل است. در مدل صلب هیچ‌گونه تخلخل و سوراخی روی درون کاشت وجود ندارد. در درون کاشت سوراخ‌دار، که معمولاً پوشش هیدروکسی‌آپاتایت دارد، یک یا چند سوراخ عرضی برای رشد استخوان و جلوگیری از باز شدن درون کاشت وجود دارد.

¹ Fibrointegration

² Osseointegration

³ Wiz

⁴ Branemark

⁵ Cylindrical dental implant

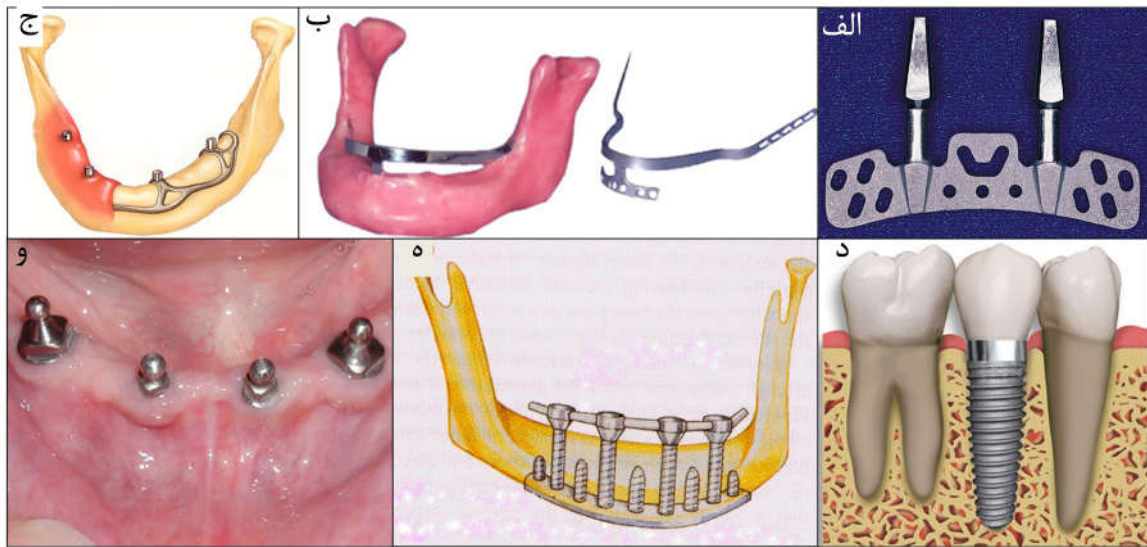
⁶ Threaded dental implant

⁷ Plateau dental implants

⁸ Perforated dental implants

⁹ Solid dental implants

¹⁰ Hollow dental implants



شکل ۱-۳- درون کاشت الف- تیغه‌ای شکل ب- قاب ریمس ج- سابیریوستیل د- ریشه‌ای شکل ه- ترنسوستیل و- اینترامیوکزال



شکل ۱-۴- درون کاشت الف- استوانه‌ای ب- رزوه‌دار ج- منفذدار د- سوراخ‌دار

بر اساس نوع سطح، درون کاشت‌ها به ۴ دسته‌ی سطح صاف، ماشینکاری شده، سطح زبر و پوشش‌دار تقسیم می‌شوند. سطح صاف برای جلوگیری از رشد میکروبی بر روی درون کاشت، مفید است. سطح ماشینکاری شده باعث اتصال بهتر درون کاشت و استخوان می‌شود. سطح زبر که معمولاً با پاشش شن به دست می‌آید، سطح تماس بین درون کاشت و استخوان را بیشتر می‌کند. در درون کاشت پوشش‌دار سطح با پوشش متخلخل پوشانده می‌شود. سطوح معمولاً با هیدروکسی‌آپاتایت، تیتانیوم یا کلیسم فسفات پوشانده می‌شود.

بر اساس ماده، درون کاشت به دسته‌های فلزی، سرامیک و پوشش سرامیکی، پلیمری و کربنی تقسیم می‌شوند. رایج‌ترین فلز مورد استفاده در درون کاشت تیتانیوم است. از فولاد زنگ‌نزن، آلیاژ کوبالت-کروم و ویتالیوم نیز استفاده می‌شود. مواد سرامیکی برای پوشش دادن درون کاشت‌های فلزی استفاده می‌شود. این مواد با پاشش پلاسما یا پوشش‌دهی بر روی درون کاشت قرار می‌گیرند. درون کاشت‌های پلیمری کمک به پخش استرس می‌کنند. درون کاشت‌های کربنی مدول الاستیسیته‌ای برابر با استخوان دارند، اما تردی بیش از حد باعث شکست آنها می‌شود.

یک راه مقایسه‌ی استحکام مکانیکی درون کاشت‌ها استفاده از آزمون‌های استاندارد است. استاندارد ISO14801 یک استاندارد بین‌المللی برای آزمون خستگی دینامیکی پایه‌های درون کاشت است [۲۳]. آزمون، مناسب پایه‌ها با اندازه‌ها و طراحی‌های متفاوت است. این آزمون در بدترین شرایط بارگذاری به منظور بالا بردن ضریب ایمنی طراحی شده است. شکست خستگی ناشی از بارهای خستگی یا سیکلی است و به طور میکروسکوپی قابل تحلیل است. سه مرحله‌ی شکست خستگی قابل شناسایی است. خراش سطحی که به دلیل تمرکز تنش در مرحله‌ی تولید بر روی سطح به وجود می‌آید. این مراکز تمرکز تنش تحت بارهای نوسانی ترک‌های اولیه را به وجود می‌آورند. مرحله‌ی دوم شکست خستگی شامل رشد گام به گام ترک است. یک گام در هر چرخه‌ی بار است، که در آن خطوط خستگی در سطح شکست ایجاد می‌شود. گام آخر رشد نهایی و شکست ناگهانی است. استفاده از درون کاشت مزایا و معایبی دارد. از جمله مزایای آن می‌توان به جدا ناشدنی بودن، نگهداری و پشتیبانی بوسیله‌ی استخوان، زیبایی بهتر، بهبود سلامت روانی، بهبود ثبات در جویدن، بهبود نگهداری و عدم نیاز به دندان مجاور اشاره کرد. از بارزترین عیوب آن، هزینه‌ی بالا و بعضاً زمان درمان طولانی است.

۱-۲- تغییر شکل مومسان شدید

اندازه‌ی متوسط دانه‌ها در فلزات پلی کریستال نقش مهمی در خواص فیزیکی و مکانیکی بازی می‌کند. تنش تسلیم ماده طبق رابطه‌ی هال-پیچ^۱ با اندازه‌ی دانه رابطه‌ی عکس دارد [۲۴، ۲۵]:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (1-1)$$

¹ Hall-Petch

که در این رابطه σ_0 تنش اصطکاکی، k_y ثابت تنش و d اندازه‌ی متوسط دانه است. بر اساس این رابطه پژوهشگران علاقه‌ی زیادی به ریز کردن دانه‌ها پیدا کردند. ریزدانه کردن تقریباً تمامی خواص مکانیکی را بهبود می‌بخشد. مواد ریزساختار خواص مطلوبی از جمله استحکام استاتیکی بالا، مقاومت به خستگی مطلوب، قابلیت فرم‌دهی و چقرمگی خوب دارند [۱۰]. این مواد دارای مصارف گسترده و مهمی می‌باشند.

دو شیوه‌ی کلی برای رسیدن به ساختار UFG وجود دارد؛ روش از پایین به بالا^۱ و از بالا به پایین^۲. شیوه‌ی اول شامل کنار هم قرار دادن اتم‌ها یا ذرات نانو می‌شود. این روش توانایی تولید مواد با اندازه دانه‌ی بسیار ریز را دارد، اما ابعاد این مواد بسیار کوچک است، روش تولید آن آلودگی زیادی به همراه دارد و همچنین مواد تخلخل دارند. شیوه‌ی دوم شامل فرآوری فلزات درشت‌دانه و تبدیل آن به مواد ریزدانه است. قطعات به دست آمده از این شیوه بزرگتر بوده و تخلخل ندارند. همچنین روش تولید آن آلودگی به همراه ندارد. روش از بالا به پایین کرنش زیادی به قطعه اعمال می‌کند که سبب به وجود آمدن دانسیته‌ی بالایی از نابجایی‌ها می‌شود [۲۶]. پس طبق تعریف این شیوه شامل همه‌ی روش‌های SPD می‌شود.

طبق بیانات قبلی، روش‌های SPD برای بالا بردن استحکام و زیست‌سازگاری درون‌کاشتها مفید است. در این بخش این روش‌ها شرح داده خواهند شد. تا کنون روش‌های متنوعی برای SPD کشف شده‌اند، اما در همه‌ی روش‌ها کرنش بسیار بالایی به قطعه اعمال می‌شود. این نابجایی‌ها آرایش مجدد یافته و در نهایت مرزدانه‌های جدیدی را به وجود می‌آورند. معمولاً در این روش‌ها مقطع و هندسه‌ی جسم تغییر چندانی نمی‌کند. این خصوصیت تکرارپذیری یک روند را ممکن می‌سازد و بر این اساس می‌توان کرنش زیادی را با تکرار یک روش به جسم اعمال کرد. از خصوصیات دیگر این روش‌ها، استفاده از ابزارهایی است که شکل را حفظ کرده و مانع جریان آزاد مواد می‌شود. در نتیجه تولید یک فشار بالای هیدرواستاتیکی ممکن می‌شود. در حال حاضر، بسیاری از تکنیک‌های SPD گسترش پیدا کرده و امکان تولید ماده با اندازه‌ی دانه‌ی کمتر از ۱ میکرومتر را فراهم کرده‌اند.

¹ Bottom-up

² Top-down

هزینه‌ی فرآیندهای SPD بالا است. همچنین اتوماسیون به منظور تولید انبوه آن دشوار است. این عوامل به اضافه‌ی پیچیدگی فرآیندهای تولید، موانع صنعتی شدن روش‌های SPD هستند. با این وجود به دلیل خواص مطلوب مواد بسیار ریزدانه، این فرآیندها از مقیاس آزمایشگاهی خارج شده و تولید صنعتی می‌شوند. لذا ساده‌سازی این فرآیندها به منظور تولید صنعتی الزامی است. ۳ روش اصلی فرآیندهای SPD، شکل‌دهی در کانال‌های موازی زاویه‌دار، پیچش تحت فشار بالا^۱ و نورد انباشته^۲ هستند. تقریباً تمامی دیگر روش‌ها گسترش این روش‌ها هستند.

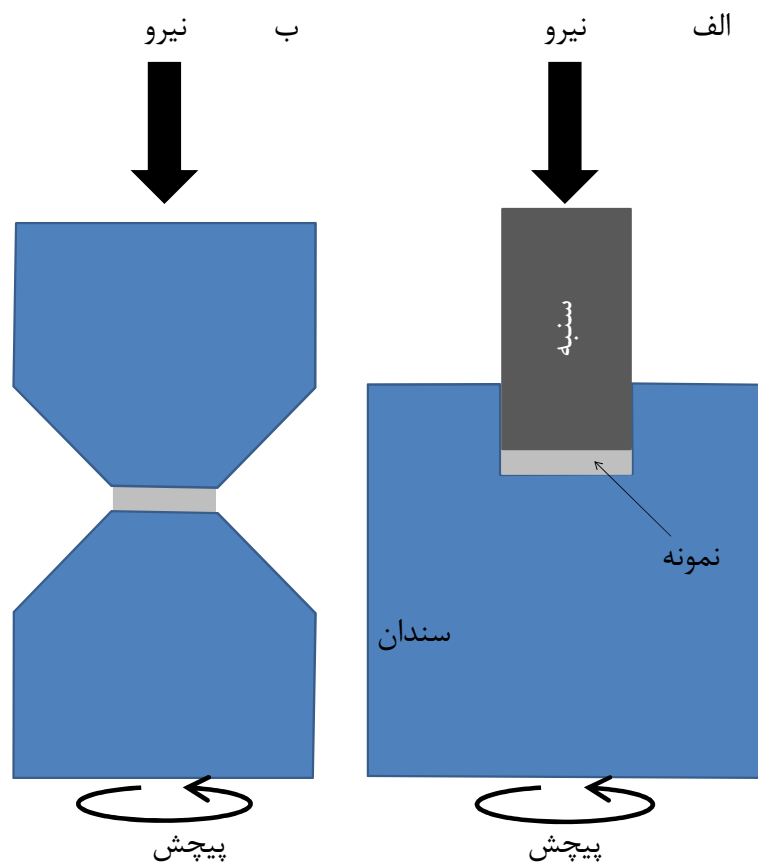
۱-۲-۱ پیچش تحت فشار بالا

در این روش نمونه‌ها به صورت دیسک‌های نازکی ساخته می‌شوند. معمولاً ضخامت دیسک از ۰/۵mm و قطر آن از ۲۰ mm بیشتر نمی‌شود. طبق شکل ۱-۵-الف دیسک ماشینکاری شده داخل سندان قرار داده می‌شود. سنبه فشار هیدرواستاتیکی بسیار بالایی را اعمال می‌کند. سپس سندان می‌چرخد. به دلیل این چرخش، نیروی اصطکاک بین دیسک-سندان و دیسک-سنبه، کرنش برشی زیادی به دیسک اعمال می‌کند. علیرغم کرنش بسیار بالا، فشار هیدرواستاتیک مانع از ترک و گسیختگی دیسک می‌شود. به این روش HPT مقید شده گفته می‌شود. در روش دیگر که طرح‌واره آن در شکل ۱-۵-ب مشاهده می‌شود، نمونه بین ۲ سندان قرار داده شده اما مقید نمی‌شود. این کار نیروی فرآیند را کم می‌کند اما مقداری ماده به بیرون از سندان گسیل می‌شود [۲۷]. مقدار فشار هیدرواستاتیکی بین ۲ تا ۶ GPa است.

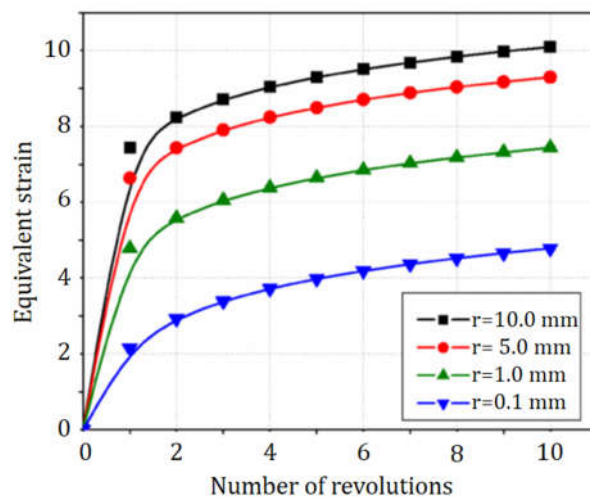
مقدار کرنش اعمال شده به قطعه به فاصله از مرکز قطعه بستگی دارد. طبق شکل ۱-۶ کرنش در وسط نمونه صفر است و از مرکز به سمت لبه این مقدار افزایش می‌یابد. همچنین با افزایش تعداد چرخش، کرنش زیاد می‌شود، اما با زیاد شدن مراحل تأثیر آن کم می‌شود [۲۷].

¹ High Pressure Torsion-HPT

² Accumulative Roll Bonding-ARB



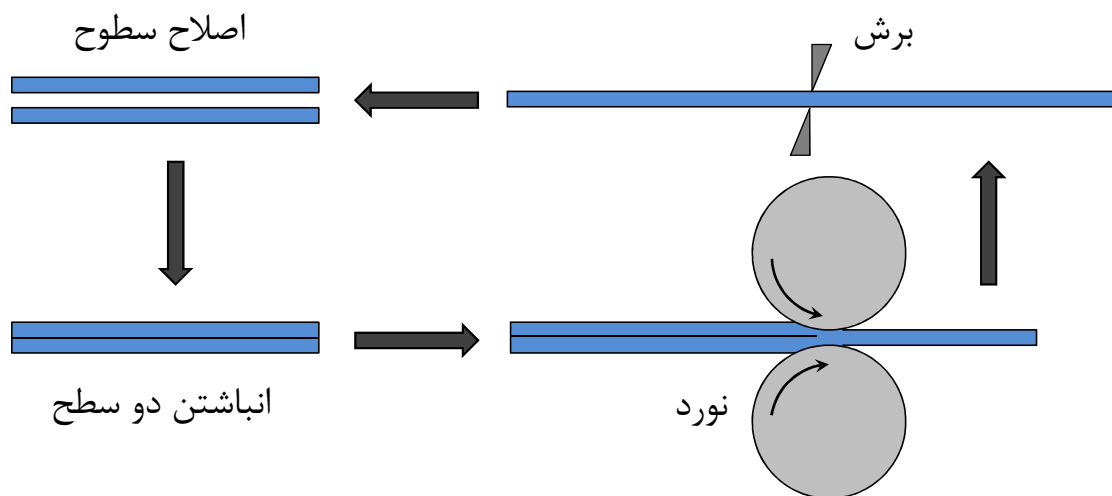
شکل ۱-۵- طرحواره روش HPT الف- مقید شده. ب- نا مقید



شکل ۱-۶- مقدار کرنش اعمالی بر حسب تعداد دور و فاصله از مرکز [۲۷]

۲-۲-۱-۲ نورد انباشته

نورد انباشته توسط سایتو و همکاران در سال ۱۹۹۸ ارائه شد [۲۸]. سایتو نشان داد مقدار کاهش ضخامت در هر مرحله‌ی نورد به دلیل بیشینه کرنش کششی و ترک در لبه‌ها محدود است. در نورد انباشته، ماده پس از نورد بریده شده، سطحش زبر و تمیز شده و روی هم قرار می‌دهند. سپس گرم شده و دوباره نورد می‌شوند [۲۹]. مقدار کاهش ضخامت در هر مرحله ۵۰٪ بوده و این فرآیند نیز مانند دیگر فرآیندهای SPD تکرارپذیر است. تحقیقات نشان می‌دهد امکان تکرار زیاد این فرآیند وجود دارد و تشکیل ترک لبه‌ای کمتر اتفاق می‌افتد. قسمت‌های جدا شده در طی فرآیند نورد دوباره یکپارچه می‌شوند. سایتو در هشت مرحله و در دمای 200°C اندازه دانه‌ی آلومینیوم را از $37\ \mu\text{m}$ به کمتر از $1\ \mu\text{m}$ در راستای ضخامت رساند [۲۹]. سوچی و همکاران در سال ۱۹۹۹ در ۵ مرحله اندازه دانه‌ی آلومینیوم را از $18\ \mu\text{m}$ به $280\ \text{nm}$ رساندند که نشان‌دهنده‌ی توانایی این روش برای دستیابی به ساختار UFG است [۳۰].



شکل ۱-۷- طرح‌واره فرآیند نورد انباشته

۳-۲-۱-۳ ایکپ

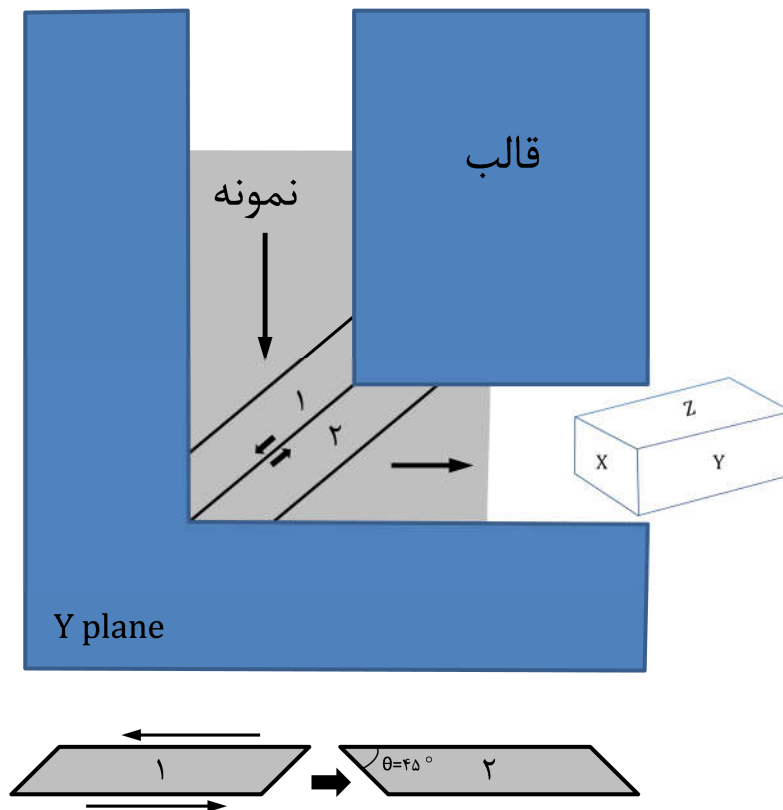
در مواد بالک، علاوه بر دستیابی به اندازه‌ی دانه‌ی کمتر از $1\ \mu\text{m}$ نیاز به مرز دانه ضخیم و زاویه بدآرایی^۱ بالا برای رسیدن به خواص مطلوب وجود دارد [۱۰]. هرچه دمای فرآیند کمتر باشد، دانه‌ها ریزتر و زاویه بدآرایی آنها بیشتر می‌شود [۳۱]. یک پاس ایکپ باعث به وجود آمدن دانه‌ها با زاویه

¹ Misorientation angle

بدآرایی بالا می‌شود. اندازه این دانه‌ها در حد چند میکرون است. با ازدیاد مراحل ایکپ این دانه‌ها شکسته شده و ریزتر می‌شوند. ۳ پاس ایکپ نشان می‌دهد ریزدانه‌هایی با زاویه بدآرایی پایین درون دانه‌های قبلی به وجود می‌آید [۳۲].

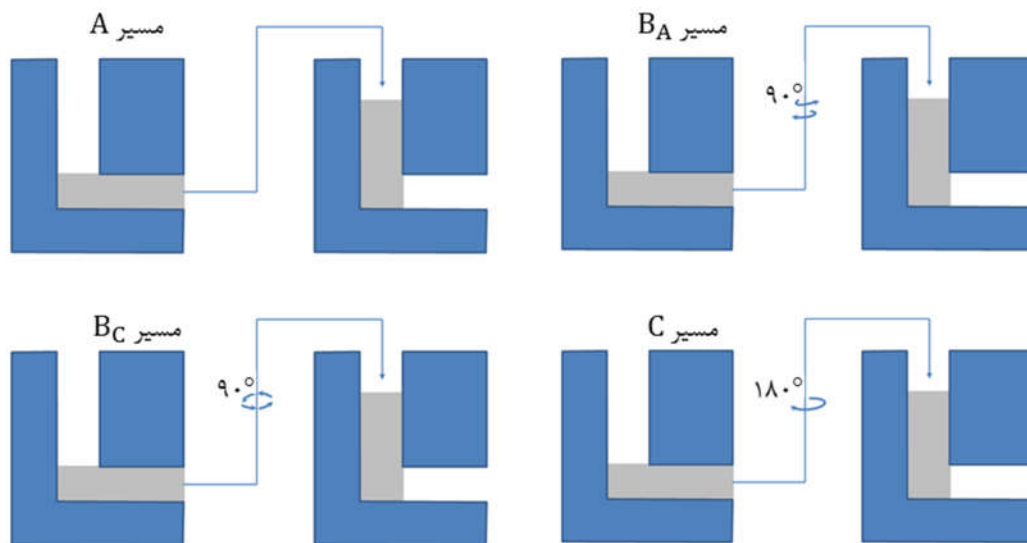
خصوصیتی که ایکپ را از بقیه‌ی فرآیندهای متداول فلزکاری جدا می‌کند، الگوی برشی آن است. با فرض $\phi=90^\circ$ الگوی برشی مطابق شکل ۱-۸ است [۳۳]. در این شکل زاویه‌ی ψ در نظر گرفته شده‌است، اما برای زوایای مختلف ψ الگوی برشی قبل و بعد از عملیات به همین صورت است. زاویه‌ی θ برابر نصف زاویه‌ی ϕ است. در شرایط بدون اصطکاک کرنش ذخیره شده در ماده از رابطه‌ی زیر محاسبه می‌شود [۳۴]:

$$\varepsilon_{eq} = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot\left(\frac{\phi + \psi}{2}\right) + \psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi + \psi}{2}\right) \right] \quad (۲-۱)$$



شکل ۱-۸- الگوی برشی فرآیند ایکپ

خصوصیت مهم دیگر قابلیت عوض کردن جهت فرآیند در بین مراحل است [۳۴]. چرخش قطعه کار در هر مرحله سبب فعال شدن سیستم لغزش خاصی می‌شود که بر روی ریزساختار و بافت تأثیر زیادی دارد. بر این اساس، چهار مسیر^۱ اصلی حاصل می‌شود. در مسیر A نمونه هیچ چرخشی نخواهد داشت. در مسیر B_C قطعه بین هر مرحله ۹۰° در یک جهت می‌چرخد. در مسیر B_A قطعه در هر مرحله ۹۰° چرخش ساعتگرد و پاد ساعتگرد به صورت یکی در میان دارد و نهایتاً در مسیر C قطعه در هر مرحله ۱۸۰° می‌چرخد. مسیرهای فرعی دیگری هم وجود دارد که بعضی از محققان از آن استفاده می‌کنند. طرح‌واره‌ای از مسیرهای اصلی در شکل ۹-۱ نشان داده شده است. محدوده‌ی تغییرات زاویه‌ای صفحات برش در مسیرهای مختلف و به ازای مراحل مختلف عملیات ایکپ در قالب ۹۰° در جدول ۲-۱ آمده است. همانگونه که مشاهده می‌شود، مسیر C تغییری در سیستم لغزش به وجود نمی‌آورد. در مسیر A در صفحات X و Z تغییر زاویه‌ای مشاهده نمی‌شود و همچنین مسیر B_C بیشترین تغییر را در مرحله‌ی چهارم دارد [۳۵].



شکل ۹-۱- مسیرهای اصلی فرآیند ایکپ

جدول ۲-۱- تغییرات زاویه‌ای صفحات برش در قالب ۹۰° [۳۵]

¹ Route

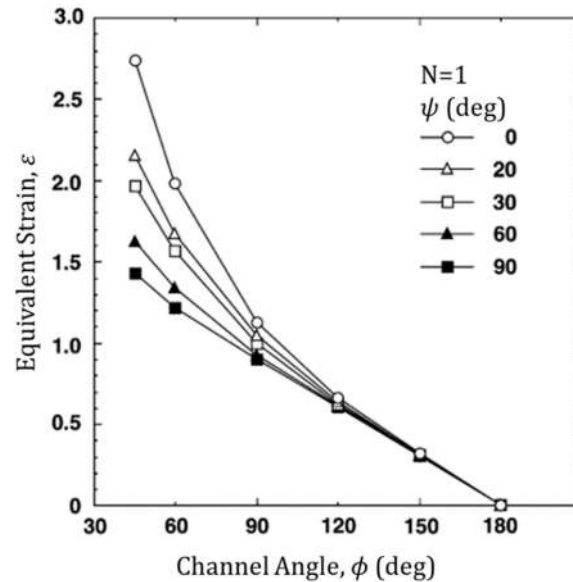
مجموع تغییر زاویه‌ای (°)			تعداد مراحل	مسیر عملیات
X	Y	Z		
۰	۲۷	۰	۲	A
۰	۳۴	۰	۳	
۰	۳۷	۰	۴	
۲۷	۱۸	۴۵	۲	B _A
۳۳	۲۷	۶۳	۳	
۳۷	۳۱	۷۲	۴	
۲۷	۱۸	۴۵	۲	B _C
۶۳	۱۸	۶۳	۳	
۹۰	۶۳	۶۳	۴	
۰	۰	۰	۲	C
۰	۰	۰	۳	
۰	۰	۰	۴	

خصوصیت مهم دیگر فرآیند ایکپ، امکان استفاده از فشار پشتی است. بدین صورت که سنبه از بالا با سرعت ثابت به قطعه فشار می‌آورد، همزمان سنبه‌ای دیگر با فشار ثابت از سمت دیگر به قطعه نیرو وارد می‌کند. این کار باعث می‌شود قطعه کار بهتر گوشه‌ی قالب را پر کند [۳۶]. همچنین باعث افزایش نیروی هیدرواستاتیک شده و امکان رشد ترک را کاهش می‌دهد. کم شدن امکان رشد ترک به معنی امکان انجام فرآیند در دماهای پایین‌تر است [۳۷].

برای درست انجام دادن فرآیند، مقدماتی باید رعایت شود. قالب باید استحکام، سختی و سطوح پولیش شده داشته باشد. پیچ‌هایی که دو طرف قالب را متصل می‌کنند، باید به خوبی سفت شوند. لقی بین سنبه و راهگاه مناسب باشد. صافی سطح سنبه بالا بوده و روانکار مناسب استفاده شود. دما و سرعت عملیات دو پارامتری است که باید کنترل شوند و نهایتاً دستگاه پرس تأمین کننده‌ی نیرو و سرعت مناسب باشد.

فاکتورهای مختلفی بر صحت عملیات تأثیرگذارند. مهم‌ترین فاکتور ϕ یا همان زاویه قالب است. طبق شکل ۱-۱۰ هرچه مقدار این زاویه کوچکتر باشد، کرنش ذخیره شده در هر مرحله بیشتر است. نکته

ی دیگر تأثیر کم زاویه ψ برای قالب‌های با زاویه بزرگتر از 90° است. در مورد قالب با زاویه 90° مقدار کرنش ذخیره شده نزدیک ۱ است و زاویه ψ فاکتور تعیین کننده است [۳۸].

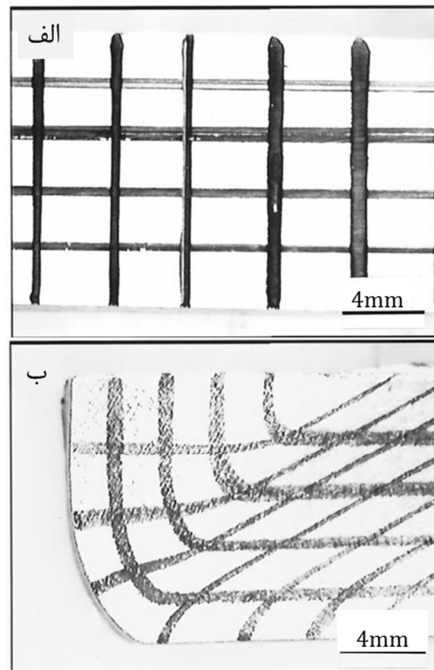


شکل ۱-۱۰- تأثیر زاویه قالب بر کرنش ذخیره شده در پاس اول [۳۸]

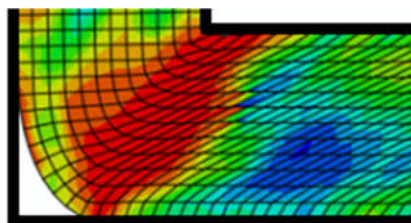
طبق تحقیقات انجام شده، در کرنش اعمالی یکسان، هرچه زاویه قالب کمتر باشد، زاویه بدآرایی بیشتر می‌شود. برای رسیدن به مجموع کرنش یکسان، هرچه زاویه قالب بیشتر باشد، تعداد مراحل باید بیشتر باشد و طبق رابطه ۱-۲ عمل شود. از طرفی در مورد قالب با زاویه خیلی کم بعد از تعداد پاس‌های زیاد، گسیختگی در مرز دانه مشاهده می‌شود. پس می‌توان گفت مجموع کرنش اعمالی از اهمیت کمتری برخوردار است و مقدار کرنش اعمالی در هر مرحله فاکتوری تعیین کننده است. نتیجتاً قالب با زاویه نزدیک 90° ایده‌آل بوده و بهترین ریزساختار را می‌دهد. البته باید این نکته را در نظر داشت که قالب با زاویه بیشتر برای مواد بسیار سخت و با چقرمگی کم مناسب‌تر می‌باشد. به نظر می‌رسد قالب با زاویه کمتر از 90° به دلیل کرنش اعمالی بیشتر در هر پاس مناسب‌تر باشد، اما باید این نکته را در نظر داشت که فشار پرس بالایی مورد نیاز است و زاویه 90° حد بهینه محسوب می‌شود [۳۹].

شعاع قوس قالب یا زاویه ψ تأثیر چندانی بر ریزساختار ندارد. پژوهش‌های انجام شده نشان‌دهنده‌ی ریزساختار مشابه آلومینیوم است که توسط دو قالب با زاویه قوس $\psi=20$ و $\psi=0$ فرآوری شده است.

دلیل آن فاصله‌ی کنج یا ناحیه‌ی مرده قالب است. قطعه‌کار در ناحیه‌ی قوس با قالب تماس پیدا نمی‌کند. در شکل ۱-۱۱ یک آلومینیوم طبق الگوی شبکه‌ای رنگ شده است. سپس در قالب با زاویه‌ی $\psi=0$ قوس $\psi=0$ ایکپ شده است. قطعه به خوبی قوس قالب را پر نمی‌کند. ناحیه‌ی مرده در شکل مشخص است [۴۰]. نتایج شبیه‌سازی المان محدود در شکل ۱-۱۲ گویای این مطلب است.



شکل ۱-۱۱-الف- آلومینیوم با الگوی شبکه‌ای قبل از ایکپ. ب- پس از ایکپ در قالب با شعاع قوس صفر [۴۰]



شکل ۱-۱۲- نتایج شبیه‌سازی ایکپ آلومینیوم در قالب با شعاع قوس صفر

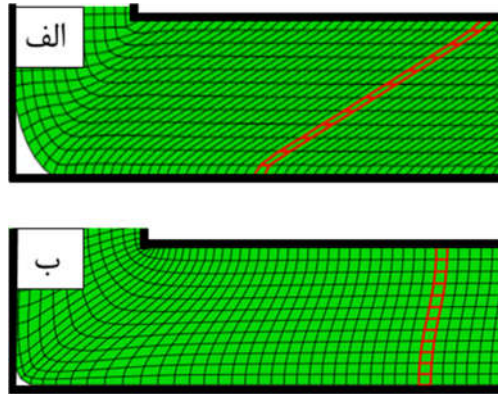
همانطوری که پیشتر بیان شد، سرعت و دما دو پارامتری است که باید کنترل شود. طبق پژوهش‌هایی که روی CP-Ti Gr2 انجام شده است، سرعت انجام فرآیند تأثیر زیادی بر ریزساختار ندارد [۴۱]. اما این نکته باید مورد توجه قرار گیرد که سرعت بالا می‌تواند باعث افزایش دمای ناگهانی و عملیات بازیابی شود. از طرف دیگر افزایش سرعت ممکن است باعث افزایش فشار روی سنبه شود.

دما هم فاکتوری کلیدی محسوب می‌شود و به آسانی قابل کنترل است. افزایش دما باعث درشت‌تر شدن دانه‌ها و کم شدن زاویه‌ی بدآرایی می‌شود. پس دما با استحکام نهایی قطعه تأثیری عکس دارد. از طرفی دماهای پایین باعث افزایش نیرو می‌شود و به دلیل مکانیسم تغییر شکل در بعضی فلزات، فرآوری آنها از دمایی پایین‌تر وجود ندارد. انتخاب دمای فرآیند به نوع فلز و شرایط عملیات بستگی دارد. بنابراین در کمترین دمایی که امکان ایکپ کردن نمونه‌ها به طور کامل وجود داشته باشد بالاترین استحکام به دست می‌آید. اما گاهی برای کم کردن نیرو و عملی شدن فرآیند نیاز است دما بالاتر رود.

یکی دیگر از مشخصه‌های ایکپ استفاده یا عدم استفاده از فشار پشتی است. فشار پشتی کارپذیری قطعه را افزایش می‌دهد. قطعه تحت فشار هیدرواستاتیکی زیادی قرار می‌گیرد که ایجاد ترک را مشکل‌تر می‌کند. در نتیجه در دماهایی که بدون فشار پشتی امکان فرآوری قطعه وجود نداشت، امکان پذیر می‌شود. همچنین تعداد مراحل ایکپ را هم افزایش می‌دهد. در پژوهش حاضر کمترین دمایی که CP-Ti Gr2 در حالت عادی، در قالب 90° و بدون فشار پشتی امکان فرآوری آن وجود دارد، دمای 230°C و برای یک پاس است.

نکته‌ای که باید در نظر گرفت افزایش تناژ و فشار بر روی سنبه با فشار پشتی است. روانکاری برای کاهش نیروی پرس نقشی کلیدی دارد. جاگر در سال ۲۰۱۵ با استفاده از فشار پشتی خیلی زیاد موفق به فرآوری CP-Ti Gr2 در ۴ مرحله در دمای محیط شده است. برای جلوگیری از شکست سنبه جنس آن از تنگستن کارباید انتخاب شده است. روانکار مورد استفاده یک فویل از جنس استیل فسفات و محلول گریسی مولیبدن دی‌سولفاید بوده است [۳۷].

نتایج شبیه‌سازی با استفاده از نرم‌افزار آباکوس، مزیت دیگر استفاده از فشار پشتی را نشان می‌دهد. همانگونه که در شکل ۱-۱۳ مشاهده می‌شود، فشار پشتی، ناحیه‌ی مرده‌ی قالب را کم می‌کند. همچنین جریان فلز همگن‌تر می‌شود. برای دستیابی به نتایج صحیح نباید از تکنیک ALE استفاده شود.

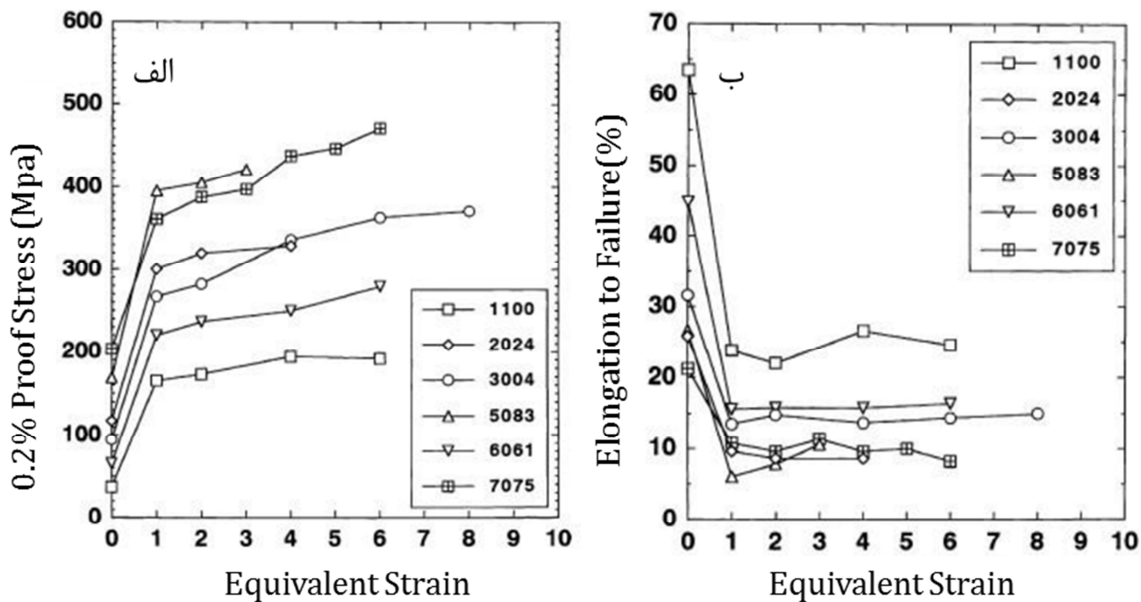


شکل ۱-۱۳- شبیه‌سازی ایکپ آلومینیوم الف. بدون فشار پشتی ب. با اعمال فشار پشتی ۵۰ MPa

یک نتیجه‌گیری کلی طبق مطالبی که تا کنون بیان شده، دشوار بودن عملیات ایکپ برای حصول خواص مطلوب است. راه‌های مختلفی برای ارزش‌گذاری خواص مکانیکی و فیزیکی ماده پس از عملیات وجود دارد. از تحلیل SEM برای مطالعه‌ی رفتار شکست و اندازه‌ی متوسط دانه‌ها می‌توان استفاده کرد. آزمون کشش، فشار، ضربه و خوردگی برای تعیین استحکام تسلیم، استحکام نهایی، درصد ازدیاد طول، درصد کاهش سطح مقطع، چقرمگی و مقاومت به خوردگی مناسب است.

بسیار ریزدانه کردن مواد باعث افزایش استحکام آنها می‌شود. اما چون حرکت نابجایی‌ها محدود می‌شود، چقرمگی کاهش می‌یابد. چقرمگی و استحکام در روش‌های مرسوم استحکام‌دهی مثل نورد، عکس هم عمل می‌کنند، یعنی بالا بردن استحکام به معنی کاهش چقرمگی است. بنابراین مواد یا استحکام یا چقرمگی بالایی دارند و مواد کمی هستند که هر دو را باهم داشته باشند. اما این کاهش در چقرمگی در روش‌های تغییر شکل مومسان شدید کمتر از روش‌های مرسوم است. پژوهش‌هایی که روی آلیاژهای مختلف آلومینیوم صورت گرفته، نشان می‌دهد ایکپ تا کرنش معادل ۱ باعث کاهش چشمگیر درصد ازدیاد طول می‌شود، سپس این روند بسیار کند یا متوقف شده و حتی در بعضی از آلیاژهای آن افزایش داشته است. از طرفی استحکام با افزایش تعداد مراحل همواره افزایش داشته است [۴۲]. چون در قالب با زاویه‌ی 90° کرنش اعمالی در هر مرحله تقریباً ۱ است، می‌توان نتیجه

گرفت مرحله‌ی اول ایکپ با قالب 90° باعث کاهش چقرمگی آلومینیوم می‌شود. اما در مراحل بعدی چقرمگی افزایش می‌یابد.



شکل ۱-۱۴-الف- تغییرات استحکام ب- تغییرات درصد تغییر طول نهایی با افزایش کرنش برای آلیاژهای مختلف آلومینیوم تحت فرآیند ایکپ [۴۲]

۳-۱- شناخت تیتانیوم

تیتانیوم نهمین عنصر و چهارمین فلز فراوان در پوسته زمین با عدد اتمی ۲۲، عدد جرمی ۴۷/۸ و چگالی ۴/۵ گرم بر سانتیمتر مکعب است. هزینه استخراج آن به دلیل نقطه ذوب بالا و واکنش‌پذیری خیلی زیاد آن بسیار بالا است.

ساختار کریستالی تیتانیوم در دمای محیط بسته به عناصر آلیاژی آن متفاوت است. تیتانیوم خالص در دمای اتاق دارای ساختار کریستالی HCP یا α است و در دمای 883°C به ساختار کریستالی BCC یا β تغییر فاز می‌دهد. عناصر آلیاژی به صورت پایدارکننده‌ی فاز α یا پایدارکننده‌ی فاز β دسته‌بندی می‌شوند. عناصری نظیر آلومینیوم، اکسیژن، کربن و نیتروژن دمای انتقال فاز β را بالا برده و به همین جهت پایدارکننده‌ی فاز α می‌باشند. از سوی دیگر عناصری نظیر وانادیوم، آهن، کروم، نیکل و منگنز پایدارکننده‌ی فاز β هستند.

در کمتر از دمای انتقال، تیتانیوم اگر عناصر پایدارکننده‌ی فاز β داشته‌باشد، فاز آن $\alpha + \beta$ می‌شود و در صورت فقدان عناصر پایدارکننده‌ی فاز β ، فاز آن α است. دانستن دمای انتقال به این دلیل که عملیات حرارتی در نزدیکی این دما انجام می‌شود، مهم است. تیتانیوم بر اساس میزان فازهای α و β موجود در ساختار در دمای اتاق به ۲ دسته اصلی شامل تیتانیوم خالص تجاری و تیتانیوم آلیاژی تقسیم‌بندی می‌شود.

تیتانیوم خالص تجاری یا تیتانیوم غیرآلیاژی که عموماً شامل ۹۹ تا ۹۹/۵ درصد تیتانیوم با مقادیری آهن، هیدروژن، نیتروژن، کربن و اکسیژن به عنوان ناخالصی می‌باشد. ریزساختار تیتانیوم غیرآلیاژی بصورت فاز α و مقادیر بسیار کمی از فاز β است. تیتانیوم خالص تجاری نسبت به آلیاژهای تیتانیوم مقاومت به خوردگی بالاتر و استحکام پایین‌تری دارد. قابلیت جوشکاری و شکل‌پذیری بالایی داشته و در دمای بالا مقاومت به خزش خوبی از خود نشان می‌دهد. لذا این آلیاژها عموماً در کاربردهایی که مقاومت به خوردگی و انعطاف‌پذیری بالایی نیاز دارند و استحکام چندان مورد توجه نیست مورد استفاده قرار می‌گیرند. همچنین قابلیت عملیات حرارتی ندارند. به طور کلی فاز α قابل عملیات حرارتی نیست. خواص مکانیکی تیتانیوم غیر آلیاژی، با سطح N، O، C تعیین می‌گردد. بر اساس میزان عناصر ناخالصی تیتانیوم خالص تجاری به ۴ گرید تقسیم می‌شود. از گرید ۱ به سمت گرید ۴ ناخالصی، استحکام و مدول یانگ زیادتر شده و مقاومت به خوردگی کمتر می‌شود [۴۳]. ترکیب شیمیایی تیتانیوم خالص تجاری در جدول ۱-۳ آمده است.

جدول ۱-۳- درصد وزنی عناصر مختلف در گریدهای مختلف تیتانیوم خالص تجاری

گرید	Ti	Fe	C	N	O	H
۱	۹۹/۵	۰/۲	۰/۱	۰/۰۳	۰/۱۸	۰/۰۱۵
۲	۹۹/۲	۰/۳	۰/۱	۰/۰۳	۰/۲۵	۰/۰۱۵
۳	۹۹/۱	۰/۳	۰/۱	۰/۰۵	۰/۳۵	۰/۰۱۵
۴	۹۹	۰/۵	۰/۱	۰/۰۵	۰/۴	۰/۰۱۵

تیتانیوم آلیاژی به ۳ دسته‌ی آلیاژ α ، آلیاژ α - β و آلیاژ β تقسیم می‌شود. آلیاژ α همانطور که از اسمش مشخص است، کاملاً فاز α داشته و غیر قابل عملیات حرارتی است. آلیاژ β حاوی عناصر پایدارکننده‌ی فاز β است که در عملیات کوئنچ با آب سرد این فاز پایدار باقی می‌ماند. آلیاژ α - β

پایدارکننده‌ی فاز α و β را هم‌زمان دارد. مقدار فاز β آن کمتر از ۳٪ است. به همین دلیل به آن نزدیک به آلفا یا سوپرآلفا هم گفته می‌شود. این آلیاژ هم قابلیت عملیات حرارتی را دارد.

یکی از آلیاژهای کاربردی تیتانیوم، تیتانیوم گرید ۵ یا Ti6Al4V است، که ۶٪ وزنی آلومینیوم و ۴٪ وانادیوم دارد و آلیاژ α - β به شمار می‌رود. این ماده استحکام مکانیکی و مقاومت به سایش خوب اما مقاومت به خوردگی پایین دارد. همچنین به دلیل وجود عناصر آلومینیوم و وانادیوم زیست‌سازگاری پایینی دارد. از این ماده در جایی که نیاز به مقاومت سایشی بالا بوده و با بافت بدن در تماس نباشد، مثل پیچ متصل‌کننده‌ی ریشه و سرامیک درون‌کاشت دندان، می‌توان استفاده کرد. در صورت تماس با بافت باید پوشش داده شود.

تیتانیوم و آلیاژهای آن را می‌توان با استفاده از ابزارهای متداول، ماشینکاری نمود. رعایت نکاتی سبب بهبود شرایط ماشینکاری می‌شود، از جمله استفاده از تیغه‌های برش تیز به منظور کاهش ایجاد حرارت و ساییدگی، استفاده از حجم بالای سیال خنک‌کننده جهت بیشینه کردن میزان حرارت زدوده شده و استفاده از سرعت برش پایین.

۴-۱- مرور منابع تحقیق

در سال ۱۹۳۰، بریجمن تأثیر فشار بالا بر خواص مکانیکی مواد بالک را ارائه کرد. بر این اساس روش HPT کشف شد [۴۴]. در ابتدا نگاه‌ها ماکروسکوپی بود، اما با اختراع میکروسکوپ‌های قوی نظیر TEM نگاه‌ها به سمت ریزساختار جلب شد. ولیف در اواخر دهه‌ی ۸۰ اهمیت تأثیر ریزساختار بر فرآیندهای SPD را بیان کرد. او اندازه دانه‌ی ۳۰۰ nm را در مورد آلیاژ زیرکونیوم و توانایی آلیاژها برای رسیدن به ساختار UFG را گزارش داد. در سال ۱۹۹۷ پوپوف برای اولین بار تیتانیوم خالص را با روش ایکپ ریزدانه کرد [۴۵]. جدول ۴-۱ تحقیقات اخیر در زمینه‌ی فرآوری تیتانیوم با روش ایکپ را نشان می‌دهد.

تیتانیوم ماده‌ای با ساختار HCP است. سیستم‌های لغزشی این ماده در دمای محیط کم است. این گونه مواد به اصطلاح سخت‌شکل‌پذیر^۱ نامیده می‌شوند. در حالت عادی و در دمای محیط با قالب

¹ Hard to deform

۹۰°، ایکپ تیتانیوم گرید ۲ باعث گسیختگی آن می‌شود. یک راه پایین آوردن دما استفاده از فشار پشتی^۱ است. بدون BP کمترین دمایی که CP-Ti Gr2 را با قالب ۹۰°، ایکپ کرده‌اند، ۳۰۰ °C است.

جدول ۱-۴- تحقیقات اخیر در زمینه‌ی ایکپ تیتانیوم

محقق	سال	گرید تیتانیوم	زاویه قالب	دما (°C)	تعداد مراحل	استحکام نهایی (MPa)
استولیاروف [۴۶]	۲۰۰۸	۲	۹۰	۴۵۰	۱۰	۶۴۵
پورسک [۴۷]	۲۰۰۹	۲	۹۰	۳۰۰	۱۲	۷۷۰
کنگ [۴۸]	۲۰۱۰	۲	۹۰	۴۵۰	۵ + ۱ مرحله اکستروژن	۷۹۲
ژانگ [۴۹]	۲۰۱۱	۲	۱۳۵	محیط	۲	۷۵۰
سوردی [۵۰]	۲۰۱۲	۲	۱۲۰	۳۰۰	۶	۷۹۰
حاجی‌زاده [۵۱]	۲۰۱۴	۱	۱۰۵	۲۵۰	-	-
پدولسکی [۳۲]	۲۰۱۴	۲	۹۰	-۲۰۰	-	-
جاگر [۳۷]	۲۰۱۵	۲	۹۰	محیط	۴	۹۴۴/۸

۱-۵- معرفی پایان‌نامه

در این پژوهش، پرس‌کاری گرم تیتانیوم خالص تجاری گرید ۲ در قالب ایکپ ۹۰° به صورت تجربی مورد بررسی قرار می‌گیرد. دستیابی به یک سیستم روانکاری مطلوب در دمای بالای شکل‌دهی از اهداف این تحقیق است. همچنین امکان‌سنجی اجرای فرآیند ایکپ تیتانیوم تا پاس بیشینه در پایین‌ترین دمای ممکن مورد تحقیق خواهد بود. به منظور بررسی سختی، آزمون ریزسختی‌سنجی ویکرز در مقطع نمونه‌ها اجرا خواهد شد. با مقایسه‌ی روند تغییرات سختی و انحراف استاندارد آن در نمونه‌های مختلف، نسبت به همگنی ساختار قضاوت می‌شود. همچنین آزمون فشار محوری برای بررسی استحکام نمونه‌ها و تصویربرداری SEM برای بررسی ریزساختار مورد استفاده قرار می‌گیرد.

¹ Back-Pressure-BP

به علت مشکلات موجود در ساخت ایمپلنت‌های ریز دندانی از تیتانیوم فوق ریزدانه، تاکنون در داخل کشور هیچ تحقیقی بر روی اثر مؤلفه‌های فرآیند ریزدانه‌سازی (مانند ECAP)، بر روی خواص ایمپلنت مشاهده نشده است و تحقیقات انجام شده در خارج از کشور نیز مشاهده نشده است.

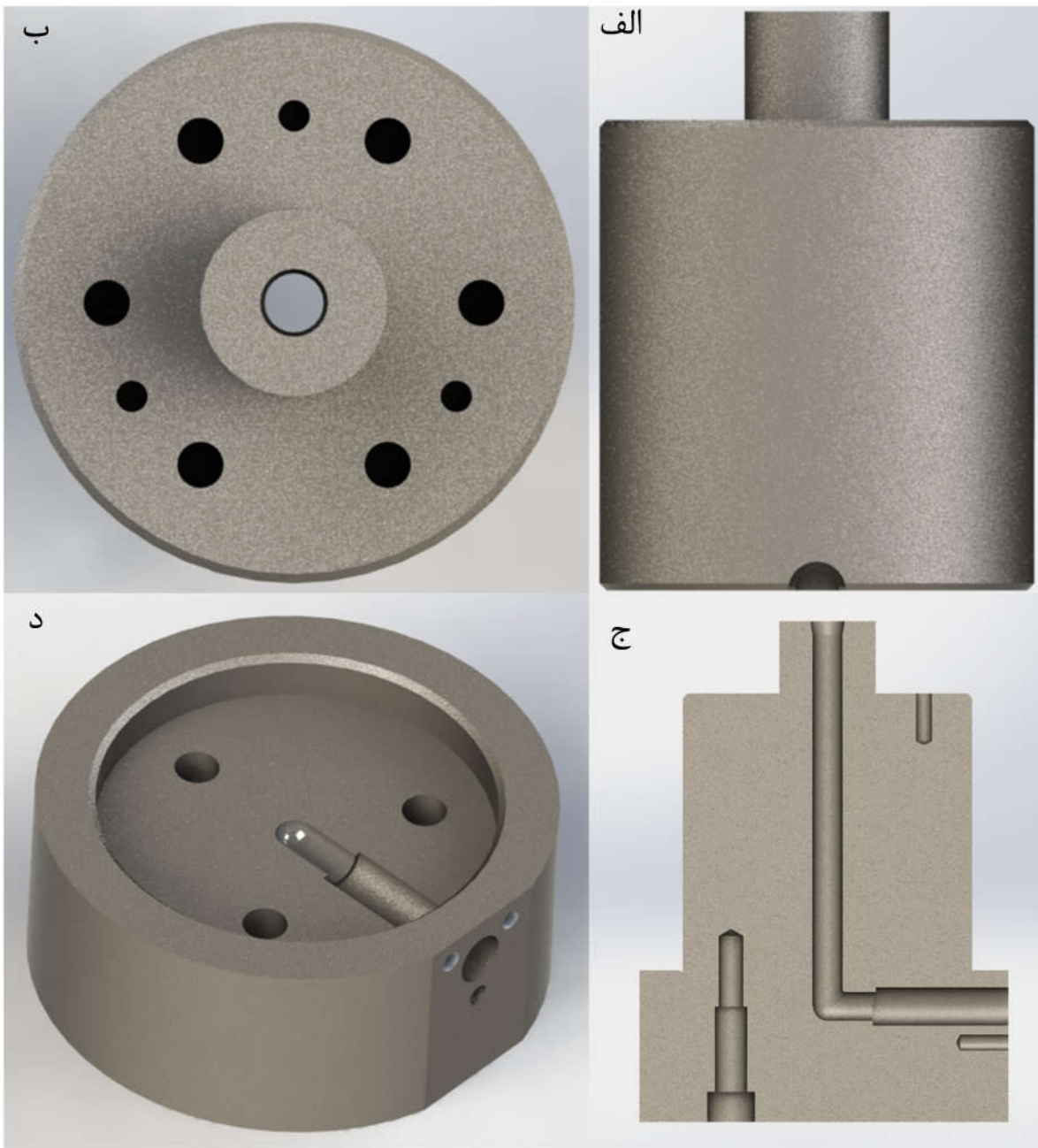
پایان‌نامه‌ی حاضر شامل چهار فصل است. فصل دوم شامل روش آزمایشگاهی، آماده‌سازی قالب و نمونه برای انجام موفق عملیات ایکپ خواهد بود. ضمناً در این فصل آزمون‌های سختی، کشش، فشار محوری و آنالیز SEM به منظور ارزیابی خواص مکانیکی بر روی نمونه‌های موفق انجام خواهد شد. در ادامه به منظور بررسی خواص زیست‌سازگاری آزمون کشت سلولی انجام شده است. سپس نمونه‌های موفق تبدیل برای ساخت درون‌کاشت دندانی ماشینکاری دقیق شده‌اند. در انتها با شماره استاندارد ISO 14801 خواص مکانیکی درون‌کاشت‌ها بررسی شده است. فصل سوم شامل نتایج و بررسی انجام عملیات ایکپ و آزمون‌های خواص مکانیکی و زیست‌سازگاری است. در فصل چهارم نتیجه‌گیری و پیشنهادهایی برای ادامه‌ی کار ارائه شده است.

فصل ۲ روش آزمایشگاهی

در این فصل آماده‌سازی نمونه‌ها و قالب برای انجام صحیح عملیات ایکپ شرح داده می‌شود. سپس بر روی نمونه‌های تیتانیومی آزمون‌های ارزش‌گذاری خواص مکانیکی انجام می‌شود. سپس نمونه‌های با کیفیت بالا برای ماشینکاری و تولید درون‌کاشت انتخاب شده و آزمون استحکام استاتیکی و خستگی بر روی آنها انجام می‌گیرد.

۱-۱-۲ آماده‌سازی نمونه‌ها

طرح‌واره‌ای از قالب استفاده شده در این پژوهش در شکل ۱-۲ دیده می‌شود. قالب از جنس فولاد آلیاژی با شماره استاندارد DIN 45NiCoMo16 یا VNC4 می‌باشد. زوایای قالب $\phi = 90^\circ$ و $29^\circ = \psi$ است. مقطع حفره‌ی قالب به صورت دایره‌ای با قطر ۱۲ mm می‌باشد. با توجه به رابطه‌ی ۱-۱ کرنش $1/0.19$ در هر پاس به قطعه‌کار اعمال می‌شود. قالب از دو کفه‌ی بالایی و پایینی تشکیل شده و بر خلاف قالب‌های مرسوم، فقط در ناحیه‌ی کوچکی قطعه با خط جدایش قالب در تماس است که اولاً با حذف جریان ناخواسته‌ی فلز بین دو کفه‌ی قالب، سلامت شکل هندسی محصول، تضمین شده و ثانیاً باعث کاهش اصطکاک و نیروی شکل‌دهی خواهد شد. همچنین در این طراحی مشکل گیرکردن قطعه در داخل قالب تا حد زیادی بر طرف شده است. برای جلوگیری از گیر کردن قطعه درون قالب نیاز است قطر ورودی بزرگتر از قطر خروجی باشد. به همین دلیل ورودی قالب سنگ خورده و به قطر $12/6$ mm رسیده است. در قسمت بالای قالب ۶ سوراخ برای قرار دادن المنت فشنگی گرم‌کن وجود دارد. ۳ سوراخ رزوه‌دار نیز برای بستن ترمومتر بر روی قالب تعبیه شده است. المنت‌هایی با قدرت 200 W برای گرم کردن قالب استفاده می‌شود. ترمومتر دمای قالب را در قسمت بالا اندازه می‌گیرد و ترموکوپل دما را کنترل می‌کند. از یک صفحه‌ی عایق از جنس میکا برای جلوگیری از انتقال حرارت به میز پرس استفاده می‌شود. شکل ۲-۲ قالب استفاده شده در پژوهش را نشان می‌دهد.



شکل ۲-۱- مدل سه بعدی قالب ایکپ الف- نمای از بالا ب- نمای از روبروی کفه‌ی بالایی ج- نمای برش خورده‌ی کل قالب د- کفه‌ی پایینی



شکل ۲-۲- قالب ایکپ استفاده شده در پژوهش

قطعه‌کارها میله‌گردهایی از جنس CP-Ti Gr2 به قطر ۱۲ mm و طول ۸۰ mm تا ۱۵۰ mm هستند. در ابتدا باید ابعاد به دقت با کولیس کنترل شده و در صورت زیاد بودن قطر نمونه‌ها ماشینکاری شود. با توجه به حساس بودن عملیات ایکپ صافی سطح نمونه‌های ماشینکاری شده باید بالا باشد. قطر خروجی قالب ۱۶ mm است. برای جلوگیری از تاب برداشتن بیش از اندازه لازم است بوش فولادی آبدیده به قطر درونی ۱۲ mm و قطر خارجی ۱۶ mm به صورت پرسی با تلرانس تداخلی به کار رود. این هندسه اصطکاک زیاد قطعه و بوش و خروج بوش از قالب را به همراه دارد. بنابراین قطر درونی ۱۲/۵ mm انتخاب شد. در این صورت قطعه مقداری تاب برداشته و دچار اعوجاج و دو قطری می‌شود و در مراحل بعدی ممکن است در قالب گیر کند. لذا برای رفع این مشکل، پس از هر مرحله ابتدا با اعمال خمش سه نقطه‌ای به قطعه کار تا حد امکان قطعه صاف می‌شود. سپس با رو تراشی دو قطری بودن اصلاح می‌شود. برای دستیابی به بالاترین صافی سطح دو طرف نمونه مته مرغک خورده و همانند شکل ۲-۳ با روش مرغک-مرغک نمونه‌ها روتراشی می‌شوند. قطر نمونه پس از روتراشی نباید خیلی کم شود. شکل ۲-۴ نمونه‌ی ایکپ شده‌ی تیتانیومی با قطر ۱۱ mm را نشان می‌دهد. همانطور

که مشاهده می‌شود، کم بودن قطر قطعه باعث توزیع بسیار غیر یکنواخت کرنش شده و نتیجتاً قطعه دچار واپیچش یا حتی شکست می‌شود.



شکل ۲-۳- ماشینکاری نمونه‌ی تیتانیومی با روش مرغک-مرغک



شکل ۲-۴: نمونه‌ی تیتانیومی با قطر اولیه‌ی ۱۱ mm پس از یک مرحله ایکپ در دمای 240°C

همانطور که در شکل ۲-۵ آمده است، پرس استفاده شده در این پژوهش، پرس هیدرولیکی ژاو آریا صنعت با قدرت اسمی ۱۵۰ تن و سرعت قابل تنظیم بین ۰/۱ تا ۱/۱ میلی‌متر بر ثانیه است. قالب بر روی میز پرس موقعیت‌دهی شده و با گرم‌کن به دمای مورد نظر رسانده می‌شود.

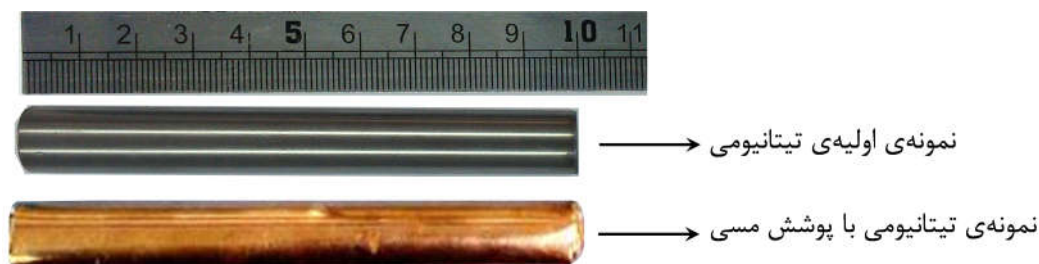


شکل ۲-۵- پرس هیدرولیکی ۱۵۰ تن شرکت ژاو آریا صنعت

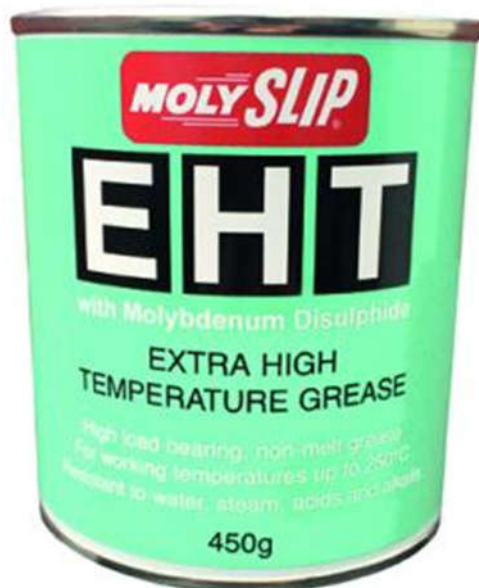
مس خالص ماده‌ای نرم با استحکام تسلیم برشی ۲۵ MPa است. به دلیل استحکام پایین برشی، این ماده به عنوان روانکار فیلم جامد استفاده می‌شود. مطابق شکل ۲-۶ روی نمونه‌ها ۲ تا ۳ لایه فویل مسی به ضخامت ۰/۰۵ mm به دقت پیچیده و سفت می‌شود تا در طول عملیات از دور قطعه باز نشود.

روانکار مولی‌اسلیپ^۱ مخلوط گریسی شامل عمدتاً گرافیت و مولیبدن دی‌سولفاید و برای استفاده در دمای نزدیک به ۲۵۰ °C است. در دمای بالا مولیبدن دی‌سولفاید و دیگر روانکارهای جامد موجود در این گریس، کار روانکاری را به خوبی انجام می‌دهند. برای جلوگیری از گسیختگی مس و کم کردن اصطکاک بین مس و قالب، نمونه در این روانکار غوطه‌ور شده و سپس درون قالب قرار داده می‌شود. چون عملیات در دمای بالا انجام می‌شود، نیاز به هم‌دمای کردن نمونه و قالب وجود دارد. به همین منظور ۱۰ دقیقه صبر کرده تا دمای نمونه به دمای قالب برسد.

¹ MOLYSLIP EHT (Extra High Temperature) grease



شکل ۲-۶- نمونه‌ی اولیه‌ی تیتانیومی و نمونه‌ی تیتانیومی با پوشش مسی، آماده برای انجام عملیات ایکپ



شکل ۲-۷- روانکار دما بالای MOLYSLIP EHT

سرعت عملیات ایکپ بر روی ریزساختار تیتانیوم تأثیر کمی دارد. اما سرعت پایین کنترل فرآیند را راحت می‌کند. سرعت ایکپ بر رفتار مکانیسم تغییر شکل تیتانیوم تأثیر زیادی دارد. مواد با ساختار HCP تحت عوامل بیرونی مثل دما و سرعت می‌توانند مکانیسم تغییر شکل دوقلویی یا لغزش داشته باشند [۵۲]. در دمای 450°C در سرعت‌های پایین‌تر از $2/8 \text{ mm/s}$ مکانیسم تغییر شکل تیتانیوم خالص از دوقلویی به لغزش نابجایی‌ها تغییر می‌کند [۵۳].

از طرفی دمای بازبایی و تبلور مجدد تیتانیوم خالص بین 300°C تا 350°C است. تا کنون در مورد افزایش دمای تیتانیوم در حین عملیات ایکپ گزارشی ارائه نشده است، اما در صورت نزدیک بودن به این دما باید سرعت پرس را پایین آورد تا افزایش دمای ناشی از اصطکاک بین مولکولی دمای تیتانیوم را به دمای بحرانی نرساند، چون باعث رشد دانه و کاهش استحکام می‌شود. در صورت استفاده از دماهای پایین‌تر می‌توان سرعت را بالا برد، اما هم پایین آوردن دما و هم افزایش سرعت، باعث افزایش

نیرو بر روی سنبه و بالا رفتن خطر شکست آن می‌شود. پس در دماهای پایین‌تر نیروی پرس بر روی سنبه، عامل محدودکننده‌ی سرعت است.

سنبه‌ی استفاده شده از جنس فولاد ابزار HSS با شماره استاندارد DIN 4957 است. سطح سنبه برای بالا بردن کیفیت و به ابعاد رساندن سنگ خورده است. زیاد بودن قطر سنبه باعث انطباق پرسی و گیر کردن سنبه درون راهگاه عمودی قالب می‌شود. کم بودن قطر نیز باعث می‌شود فویل مسی از دور قطعه‌کار باز شده، به دور سنبه پیچیده شده و مجدداً سنبه درون قالب گیر کند. بنابراین قطر سنبه تولرانس بسته‌ای دارد که با سنگ‌زنی دقیق قابل دستیابی است. تنش تسلیم فولاد ابزار HSS بین ۲۸۰۰ MPa تا ۳۲۵۰ MPa است که با توجه به قطر سنبه بیشینه ۳۴ تن فشار تحمل می‌کند. در صورت نزدیک شدن به این مقدار عملیات باید متوقف شود.

۲-۱-۲ انجام عملیات ایکپ

همانطور که پیشتر گفته شد با مسیر Bc همگن‌ترین ریزساختار به دست آمده و پایین‌ترین دما بهترین ریزساختار را می‌دهد. طبق مطالعات انجام شده، پایین‌ترین دمایی که پژوهشگران موفقیت به ایکپ نمونه‌های بزرگ در قالب 90° شده‌اند، دمای 300°C است. در اولین اقدام برای عملیات ایکپ به منظور پیدا کردن دمای بهینه، دمای تنظیمی ترموستات را روی 270°C قرار داده می‌شود. به منظور مشخص شدن شیب دما و یافتن دما در ناحیه‌ی ایکپ، دما در پایین قالب را هم اندازه می‌گیریم. به طور متوسط دمای پایین قالب 20°C کمتر از بالای آن است. چون ناحیه‌ی ایکپ تقریباً در وسط قالب قرار دارد، پس دمای عملیات را 10°C از دمای تنظیمی کمتر در نظر می‌گیریم. در این دما و با استفاده از مسیر Bc، ۴ مرحله ایکپ موفق‌آمیز بوده است. در مرحله پنجم شکاف عمیقی در جهت عرضی در قطعه به وجود می‌آید. در استراتژی بعدی، دما 20°C پایین آورده شده و دمای عملیات 240°C می‌شود. در این دما هم ۴ مرحله انجام عملیات موفقیت‌آمیز بوده است. در مرحله‌ی بعد دوباره دما 20°C کمتر می‌شود. شیارهای عرضی عمیقی روی نمونه در همان مرحله‌ی اول مشاهده می‌شود. با بالا بردن دما به اندازه‌ی 10°C نمونه‌ها یک مرحله ایکپ شده، اما در مرحله‌ی دوم گسیخته می‌شوند. لذا دمای بهینه 240°C است. برای رسیدن به این دما، دمای تنظیمی ترموستات روی 250°C تنظیم می‌شود. جدول ۱-۲ خلاصه‌ای از شرایط تست‌ها را نشان می‌دهد.

جدول ۲-۱- شرایط انجام عملیات ایکپ

سرعت (mm/s)	تعداد پاس‌های موفق	دما (°C)
۰/۱	۴	۲۶۰
۰/۱	۴	۲۴۰
۰/۱	۱	۲۳۰
۰/۱	۰	۲۲۰

۳-۱-۲ آزمون سختی

نمونه‌های آزمون سختی در این پژوهش استوانه‌ای می‌باشد. برای انجام آزمون از دستگاه ریزسختی سنج پروف‌تشنیک^۱ ساخت شرکت بیلز^۲ آلمان استفاده شد. این دستگاه دارای فرورونده‌ی ویکرز می‌باشد. عدد سختی در ریزسختی به صافی سطح نمونه و توازی سطوح بسیار وابسته است. به همین منظور سطح نمونه‌ها باید آماده‌سازی شود. توازی دو سطح را دستگاه تراش تضمین می‌کند. با استفاده از سنباده و دستگاه پولیش متکو^۳ سطح نمونه‌ها صیقلی می‌شود (شکل ۲-۸). ابتدا از سنباده‌ی ۴۰۰ تا ۳۰۰۰ خطوط ماشینکاری و عیوب سطحی دیگر از روی نمونه برداشته می‌شود. سپس با خمیر جلا سطوح کاملاً صاف شده و آماده‌ی انجام آزمون می‌شود.



شکل ۲-۸- دستگاه پولیش متکو

¹ Kb prueftechnik

² Bails

³ METCO

طبق استاندارد ASTM E384 [۵۴] فرورونده‌ی ویکرز با سر هرمی الماس، قاعده‌ی مربعی و زاویه‌ی رأس 136° است. این فرورونده با توجه به جنس و آزمون از ۰/۰۱ تا ۱۰ kg و به مدت ۱۰ ثانیه به جسم نیرو وارد کرده و در آن نفوذ می‌کند. سپس به حالت اولیه بر می‌گردد. با استفاده از میکروسکوپ دستگاه و اندازه‌گیری مقدار فرو رفتگی، عدد سختی ویکرز به دست می‌آید. دستگاه ریزسختی‌سنج پروف‌تشنیک توانایی ۶ برابر بزرگ‌نمایی شیئی و ۲۰ برابر بزرگ‌نمایی چشمی را دارد. یعنی بیشینه شیئی را ۱۲۰ برابر بزرگتر نشان می‌دهد که برای رؤیت و اندازه‌گیری اثر فرورونده مناسب است.



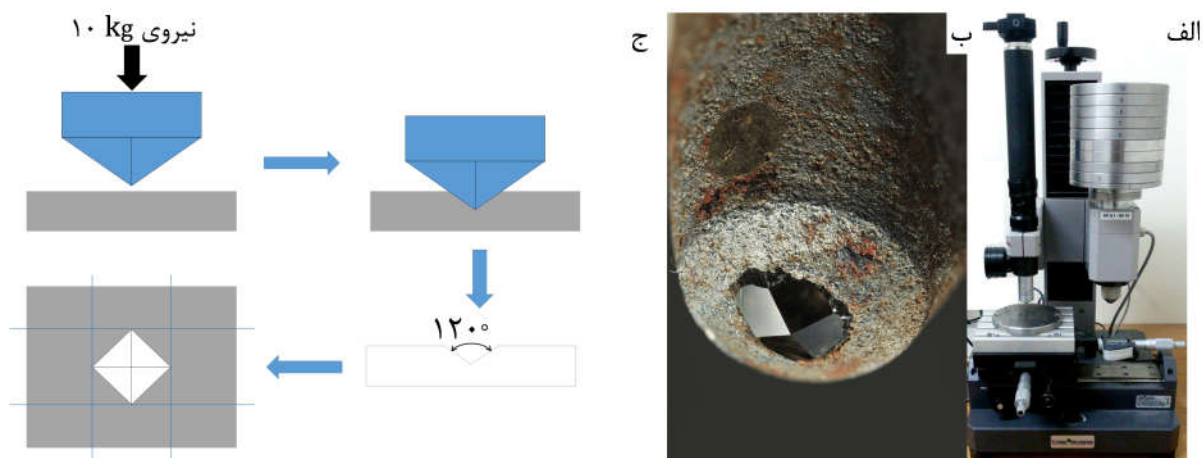
شکل ۲-۹-الف-دستگاه ریزسختی‌سنج پروف‌تشنیک ب- فرورونده‌ی ویکرز

عدد سختی هرم الماسی یا عدد سختی ویکرز (VHN یا VPN) به صورت بار تقسیم بر مساحت فرو رفتگی تعیین می‌شود. در عمل این مساحت از روی مقادیر میکروسکوپی طول‌ها و قطرهای اثر محاسبه می‌شود. عدد سختی ویکرز را می‌توان با استفاده از رابطه‌ی ۳-۵ تعیین کرد:

$$HV = \frac{2P \sin(\lambda/2)}{L^2} \quad (1-2)$$

که در آن P بار بر حسب کیلوگرم، L طول میانگین قطرها بر حسب میلیمتر و λ زاویه بین وجوه مقابل الماس یعنی 136° است. در این پژوهش از بار 10 kg استفاده شده است. پس از جایگذاری مقادیر λ و P رابطه به صورت زیر ساده می‌شود:

$$HV10 = \frac{18.54}{L^2} \quad (2-2)$$



شکل ۲-۱۰- نحوه عملکرد آزمون ریزسختی

۲-۱-۴ آزمون فشار

نمونه‌های تیتانیومی در نهایت تبدیل به درون‌کاشت دندان می‌شوند و چون درون‌کاشت تحت فشار قرار می‌گیرد، لذا ارزش‌گذاری نمونه‌های موفق، به وسیله‌ی آزمون فشار، مناسب‌تر از آزمون کشش می‌باشد. شماره‌ی استاندارد آزمون فشار در دمای اتاق برای مواد فلزی، ASTM E9 است [۵۵]. برای نمونه‌هایی که ابعاد آن مطابق جدول استاندارد نیست، نسبت طول به قطر باید رعایت شود. طبق استاندارد، در خصوص نمونه‌های کوتاه، نمونه‌ها با قطر $10/5\text{ mm}$ و طول $21/5\text{ mm}$ ماشینکاری و آماده‌ی آزمون فشار شدند (شکل ۲-۱۱).



شکل ۲-۱۱- نمونه‌ی تیتانیومی آزمون فشار، آماده شده طبق استاندارد ASTM E9

آزمون فشار به وسیله‌ی دستگاه Zwick 1494 انجام شد. نمونه‌ای از این دستگاه در شکل ۲-۱۲ مشاهده می‌شود. دستگاه دارای سروموتور به همراه بازخورد با دقت $2 \mu\text{m}$ است. در ابتدای هر تست نقطه‌ی مرجع توسط دستگاه صفر در نظر گرفته می‌شود. نیروسنج^۱ دستگاه تا بیشینه نیروی kN ± 250 را اندازه می‌گیرد. عرض میز 640 mm و ارتفاع بدون لوازم جانبی 1755 mm است.

¹ Load-cell

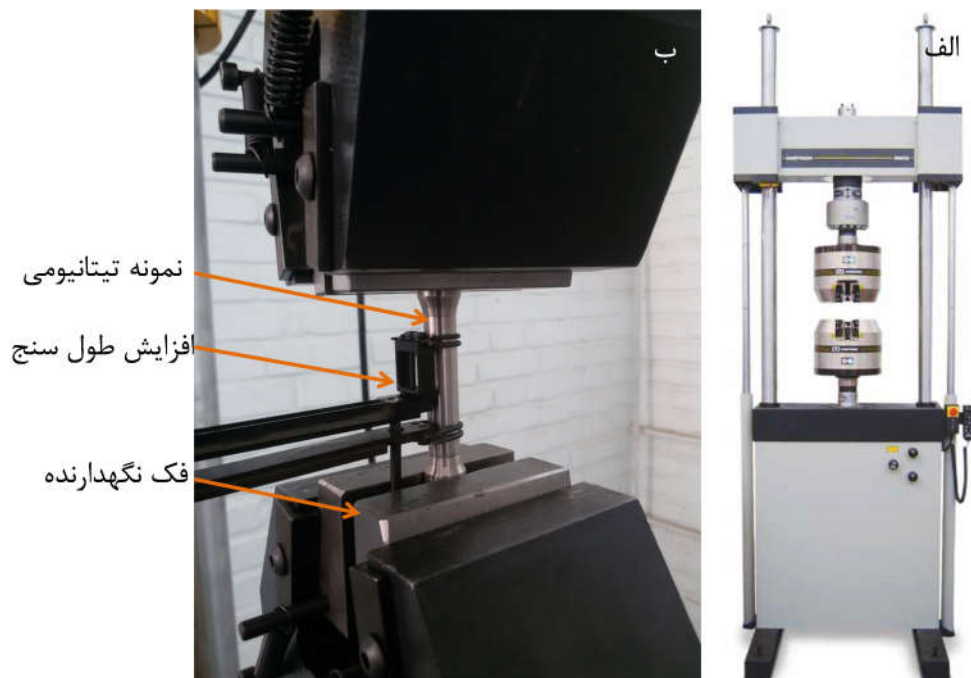


شکل ۲-۱۲- دستگاه آزمون کشش-فشار Zwick 1494

۲-۱-۵ آزمون کشش

ASTM E8 استاندارد آزمون کشش مواد فلزی در دمای اتاق می‌باشد [۵۶]. ماشین‌های انجام آزمون کشش انواع زیادی دارند. اما همه‌ی آنها ویژگی‌های مشترکی دارند. از جمله سیستمی برای محل و نگهداری نمونه آزمایش در وضعیت مطلوب، اعمال نیرو به نمونه آزمایش و تغییر نیرو با آهنگ کنترل شده و اندازه‌گیری دقیق نیروی وارد شده. دستگاه انجام آزمون در این پژوهش، ماشین Instron 8802 است. این ماشین عمومی محسوب شده و قابلیت انجام آزمون‌های خستگی و استاتیکی را دارد. بیشینه نیروی محوری آن $\pm 250 \text{ kN}$ است که به وسیله‌ی یک سرووایدرولیک دو طرفه تأمین می‌شود. دارای ستون دوقلو است که باعث سفتی بالای دستگاه می‌شود. حرکت و قفل کفه‌ی بالا هیدرولیکی است. نیروسنج دستگاه از نوع دیناسل بوده و نیروی اعمالی از دقت بالایی برخوردار است.

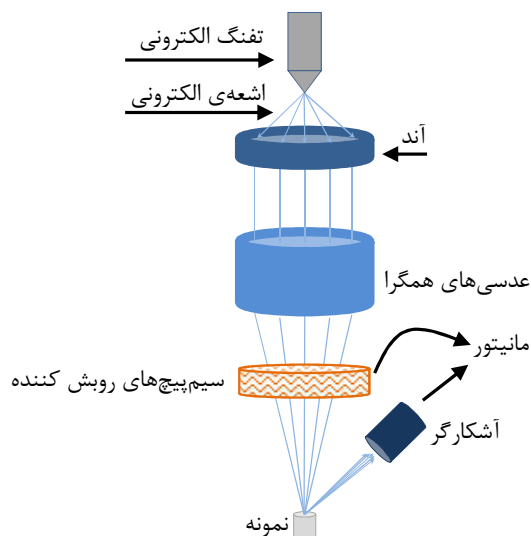
در شکل ۲-۱۳-الف نمونه‌ای از این دستگاه مشاهده می‌شود. در شکل ۲-۱۳-ب نمونه‌ی تیتانیومی ماشینکاری شده و آماده‌ی آزمون کشش بر روی دستگاه قرار گرفته است.



شکل ۲-۱۳-الف- دستگاه Instron 8802 ب- نمونه‌ی تیتانیومی آماده‌ی آزمون کشش

۲-۱-۶ تحلیل SEM مقطع شکست

یکی از بهترین روش‌های بررسی ریزساختار مواد، تحلیل میکروسکوپ الکترونی روبشی یا SEM است. در این روش تصاویر توپوگرافی با بزرگنمایی بسیار بالاتری نسبت به میکروسکوپ نوری به دست می‌آید. در میکروسکوپ نوری از نور مرئی با طول موج ۴۰۰۰ تا ۷۰۰۰ آنگستروم استفاده می‌شود. در این میکروسکوپ به جای نور از تابش باریکه‌ی الکترون با طول موج ۰/۰۵ آنگستروم در محفظه‌ی خلاء به سطح و سپس به کمک آشکارساز، تصویر حاصل می‌شود. با توجه به طول موج ثابت الکترون، تصاویر آشکار شده سیاه و سفید هستند. از میکروسکوپ الکترونی روبشی به منظور بررسی و تحلیل مقطع شکست، بر روی نمونه‌ها استفاده شد. در مورد بررسی مقطع شکست نیازی به آماده‌سازی نمونه نیست و نمونه‌ها پس از تمیز شدن قابل رؤیت هستند. برای انجام آزمون از دستگاه 510-SEM-02 ساخت شرکت TESCAN جمهوری چک استفاده شد.



شکل ۲-۱۴- طرح‌واره میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)



شکل ۲-۱۵- میکروسکوپ الکترونی روبشی شرکت TESCAN

۲-۱-۷ اندازه‌گیری اندازه‌ی دانه

با کمک میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح نمونه‌های سالم به منظور مشخص شدن اندازه‌ی دانه بررسی شد. برای رؤیت نمونه نیاز به آماده‌سازی سطح است. نمونه‌های استوانه‌ای برای این آزمون انتخاب شدند. ابتدا دو سمت نمونه با دستگاه تراش موازی شد. سپس با سنباده و بعد از آن با خمیر جلا سطح صیقلی شد. در ادامه سطح با محلول هیدروفلوریک اسید، نیتریک اسید و آب مقطر اچ و برای رؤیت در میکروسکوپ نوری آماده شد. برای رؤیت در میکروسکوپ الکترونی روبشی نیاز به اچ عمیق‌تر است. بنابراین پس از رؤیت نمونه‌ها با میکروسکوپ نوری، مجدداً نمونه‌ها با همان محلول و مدت زمان بیشتر اچ شدند.

۸-۱-۲ آزمون کشت سلولی

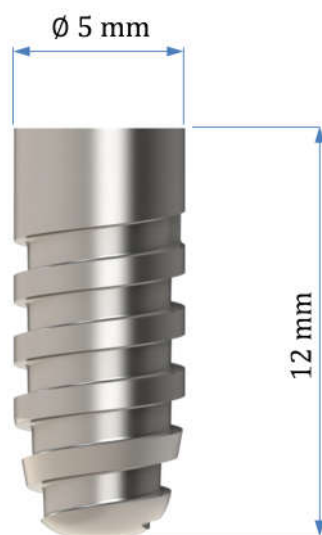
همانطور که در مقدمه بیان شد، روش‌های تغییر شکل مومسان شدید سبب بالا رفتن زیست‌سازگاری تیتانیوم می‌شوند. زیست‌سازگاری از جنبه‌های مختلف مثل مقاومت به خوردگی، ریخت‌شناسی و رشد سلول بررسی می‌شود [۵۷]. یکی از راه‌های بررسی زیست‌سازگاری و بررسی تعامل بین درون‌کاشت و بافت زنده، آزمون کشت سلولی است. ابتدا برای مهندسی بافت، مقدار کوچکی از بافتی که با درون‌کاشت در تماس است، برداشته می‌شود. سپس این سلول‌ها در محیطی مناسب رشد می‌کنند تا بانک سلولی مناسبی تهیه شود. از سوی دیگر مطابق شکل ۱۶-۲ قرص‌های تیتانیومی صیقل و استریل شده به قطر ۷/۵ mm و ارتفاع ۲/۵ mm حاضر می‌شوند. نمونه‌ها درون ظرف آزمون قرار گرفته و سپس سلول‌ها بر روی نمونه‌ها ریخته می‌شوند. پس از مدتی با میکروسکوپ الکترونی روبشی سطح، مورد بررسی قرار می‌گیرد. در صورت زیست‌سازگاری، سلول‌ها زنده مانده و به سطح می‌چسبند. در صورت زنده نماندن سلول‌ها، پس از قرار دادن درون‌کاشت در بدن، بافت اطراف درون‌کاشت از بین رفته، درون‌کاشت شل شده و در نهایت در مدت زمان کوتاه درون‌کاشت از سوی بدن پس زده می‌شود.



شکل ۱۶-۲- قرص‌های تیتانیومی آماده برای کشت سلولی

۹-۱-۲ فرآیند ساخت درون کاشت

به منظور بررسی پارمترهای ایکپ بر روی درون کاشت دندان، درون کاشت ریشه‌ای از شرکت DIO با قطر ۵ mm ساخت کشور امریکا، باز طراحی شده و قسمت‌هایی که در استحکام مکانیکی درون کاشت نقش نداشته ساده‌سازی شده‌اند. روش ساخت درون کاشت ماشینکاری می‌باشد. مطابق شکل ۱۷-۲ ابتدا با نرم‌افزار Solidworks 2015 نمونه طراحی و نقشه‌ی آن تهیه شد. سپس با نرم‌افزار Edge-Cam کد ماشینکاری قطعه آماده شده و با استفاده از ماشین تراش کنترل عددی کامپیوتری Takisawa ساخت کشور ژاپن میله‌گردها ماشینکاری شدند.

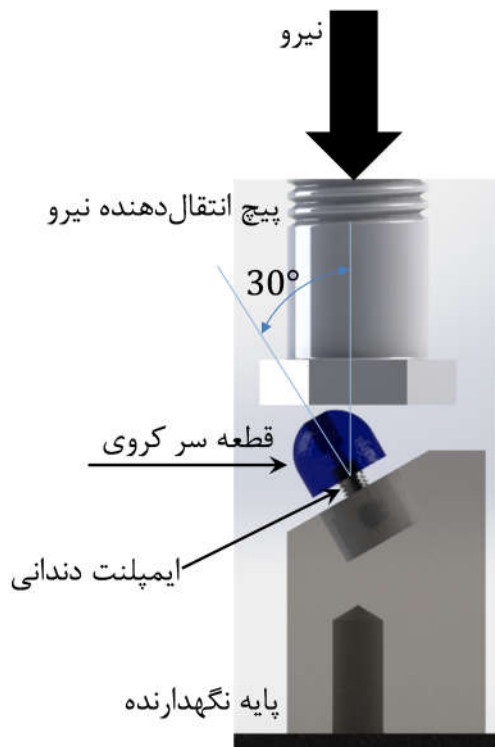


شکل ۱۷-۲- درون کاشت شرکت DIO، طراحی با نرم‌افزار Solidworks 2015

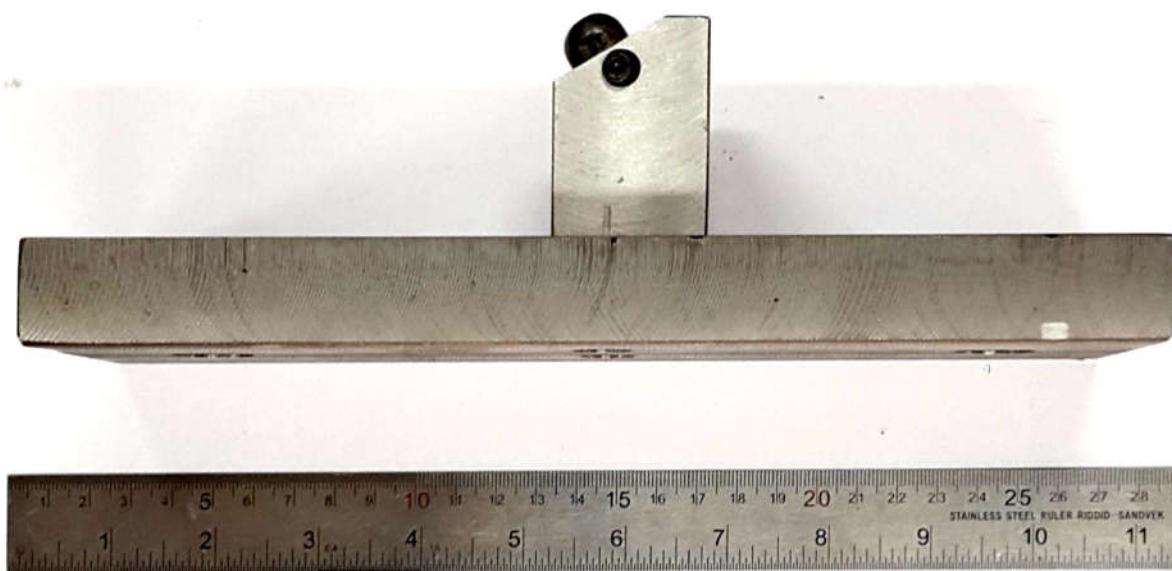
۱۰-۱-۲ آزمون تعیین استحکام استاتیکی بر روی درون کاشت

به منظور تعیین خواص مکانیکی درون کاشت، پس از مرحله‌ی ساخت درون کاشت، طبق استاندارد ISO14801 [۵۸] آزمون ارزش‌گذاری خواص استاتیکی انجام شد. شکل ۱۸-۲ مقدمات آزمون را نشان می‌دهد. چون بدترین شرایط برای جویدن غذا در زاویه‌ی 30° اتفاق می‌افتد، یک پایه ساخته شد که درون کاشت را در این زاویه نسبت به محور نیرو مقید می‌کند. طبق شرایط ذکر شده درون کاشت تحت بار استاتیکی قرار می‌گیرد تا گسیخته شود. به منظور اعمال یکنواخت نیرو به درون کاشت، یک قطعه‌ی سر کروی به آن پیچ می‌شود. این آزمون‌ها ارزش‌گذاری مناسبی برای

درون کاشت محسوب می‌شوند. زیرا درون کاشت تحت نیروی ترکیبی فشار و خمش قرار می‌گیرد. شکل ۱۹-۲ قید ساخته شده از مدل کامپیوتری را نشان می‌دهد.



شکل ۱۸-۲- مدل سه بعدی قید و بند آزمون خواص مکانیکی درون کاشت طبق استاندارد ISO 14801



شکل ۱۹-۲- قید نگهدارنده‌ی پایه‌ی درون کاشت

فصل ۳ نتایج و بحث

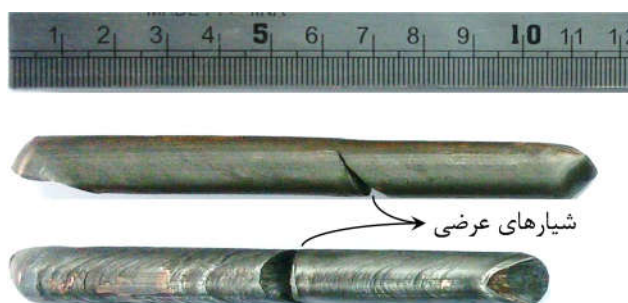
هر مرحله ایکپ با قالب استفاده شده در این پژوهش مقدار کرنش $1/0.19$ به قطعه اعمال می‌کند. فرآیند ایکپ تا مرحله‌ای که ترک بر روی نمونه مشاهده نشد ادامه پیدا کرد. ترکیب فویل مسی و مخلوط گریسی مولیبدن دی‌سولفاید و گرافیت باعث روانکاری بسیار مناسب و انجام فرآیند در دمای پایین‌تر نسبت به کارهای دیگر شد [۵۰]. همانطور که در شکل ۱-۳ مشاهده می‌شود، در دمای 260°C با استفاده از مسیر BC و با سرعت 0.1 mm/s نمونه‌ها چهار مرحله ایکپ موفق داشتند. مطابق شکل ۲-۳ با پایین آوردن دما به مقدار 20°C نمونه‌ها مجدداً چهار مرحله موفق داشتند. در مرحله پنجم نمونه‌ها دچار ترک‌های زیادی در جهت عرضی شدند. در دمای 230°C نمونه‌ها فقط یک مرحله ایکپ موفق داشتند. شکل ۳-۳ ایکپ نمونه‌ها در دمای 220°C را نشان می‌دهد. ترک‌های عرضی و عمیق بر روی قطعه، ناشی از انعطاف‌پذیری کم و فعال نبودن سیستم‌های لغزشی ثانوی در ماده‌ی اولیه در این دما است.



شکل ۱-۳- نمونه‌های تیتانیومی ایکپ شده در دمای 260°C



شکل ۳-۲- نمونه‌های تیتانیومی ایکپ شده در دمای 240°C

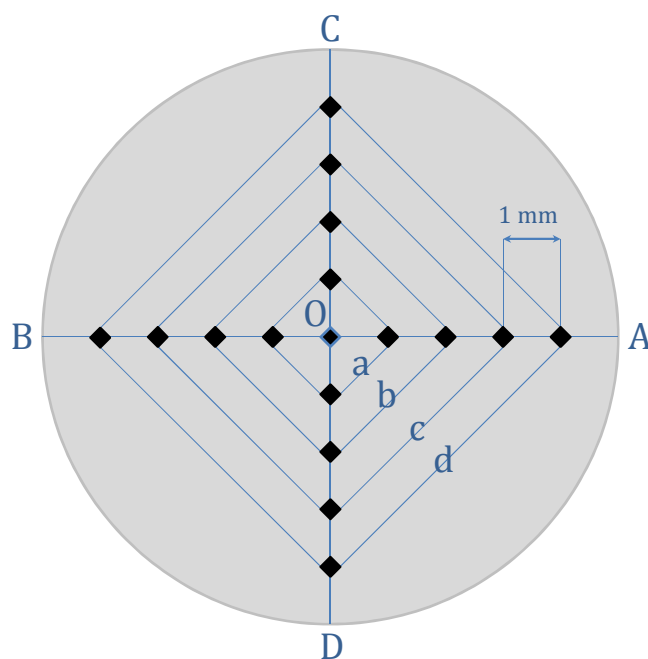


شکل ۳-۳- نمونه‌های تیتانیومی پس از یک پاس ایکپ در دمای 220°C

۳-۱- آزمون سختی

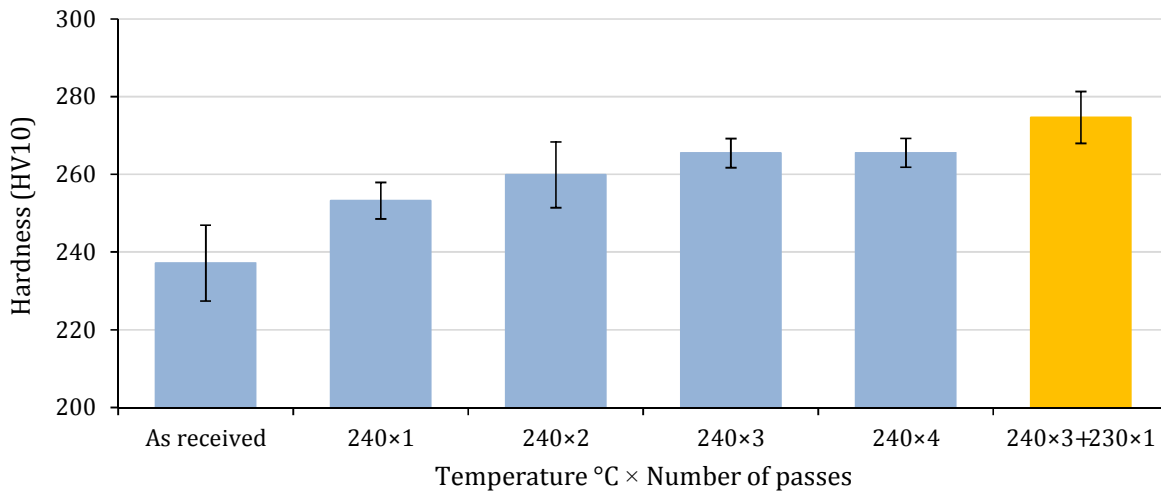
برای بالا بردن دقت، آزمون سختی بر روی نمونه‌ها در قسمت‌های مختلف سطح مقطع انجام شد. طبق الگوی منظم شکل ۳-۴ آزمون در چهار مسیر متعامد با فاصله‌ی ۱ mm انجام شد. یک راه مناسب برای کنترل همگنی ماده، کمیت انحراف معیار است. در مسیرهای OA، OB، OC و OD به طور جداگانه میانگین و انحراف معیار محاسبه شده و برای هر پاس یک میله‌ی خطا به دست آمد. سختی در فواصل مساوی از مرکز نمونه (شعاع بی بعد شده)، به ازای مرحله‌های مختلف نیز بررسی شد. شعاع بی بعد شده به صورت شعاع‌های مختلف نسبت به شعاع نمونه (r/r_0) در مرحله‌های

مختلف در شکل ۳-۴ به صورت مسیرهای بسته‌ی a, b, c, d و به تصویر کشیده شده است. این کمیت نیز به بررسی همگنی نمونه کمک می‌کند.



شکل ۳-۴- الگوی منظم آزمون سختی

شکل ۳-۵ سختی تیتانیوم به ازای مراحل مختلف در دمای 240°C را نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود در هر پاس سختی نمونه افزایش یافته است. انحراف معیار در جدول ۳-۱ مشاهده می‌شود. نتایج نشان‌دهنده‌ی همگن شدن ماده در پاس سوم و خصوصاً پاس چهارم است. شرایط در نمونه‌ی زرد رنگ در پاس نهایی تغییر کرد و دما 10°C کم شد. در این نمونه بر خلاف افزایش سختی، همگنی کاهش داشت.

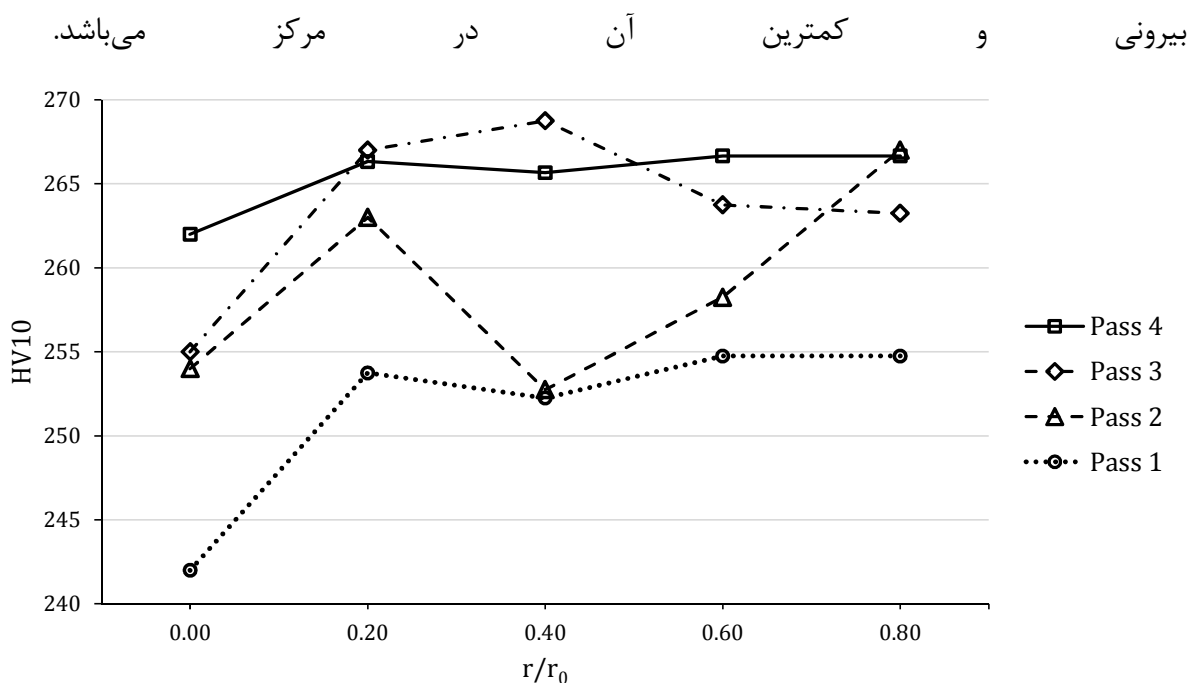


شکل ۳-۵- تأثیر تعداد مراحل ایکپ در دمای 240°C بر روی سختی تیتانیوم

جدول ۳-۱- سختی و انحراف معیار آن برای نمونه‌های ایکپ شده در شرایط مختلف

نمونه	سختی متوسط (HV10)	انحراف معیار (RMS)
نمونه دریافتی	۲۳۷/۱۳	۹/۷۶
۲۴۰×۱	۲۵۳/۱۸	۴/۶۸
۲۴۰×۲	۲۵۹/۸۸	۸/۴۷
۲۴۰×۳	۲۶۵/۴۵	۳/۷۵
۲۴۰×۴	۲۶۵/۵۲	۳/۷۲
۲۴۰×۳+۲۳۰×۱	۲۷۴/۶۵	۶/۶۷

توزیع سختی بر حسب موقعیت شعاعی (شعاع بی بعد شده با شعاع نمونه r_0) در شکل ۳-۶ ارائه شده است. از این شکل به وضوح همگن شدن استحکام ماده در پاس سه و چهار مشخص می‌شود. همچنین بیشترین افزایش سختی در اولین مرحله از ایکپ رخ داده که بیشترین سختی در سطح

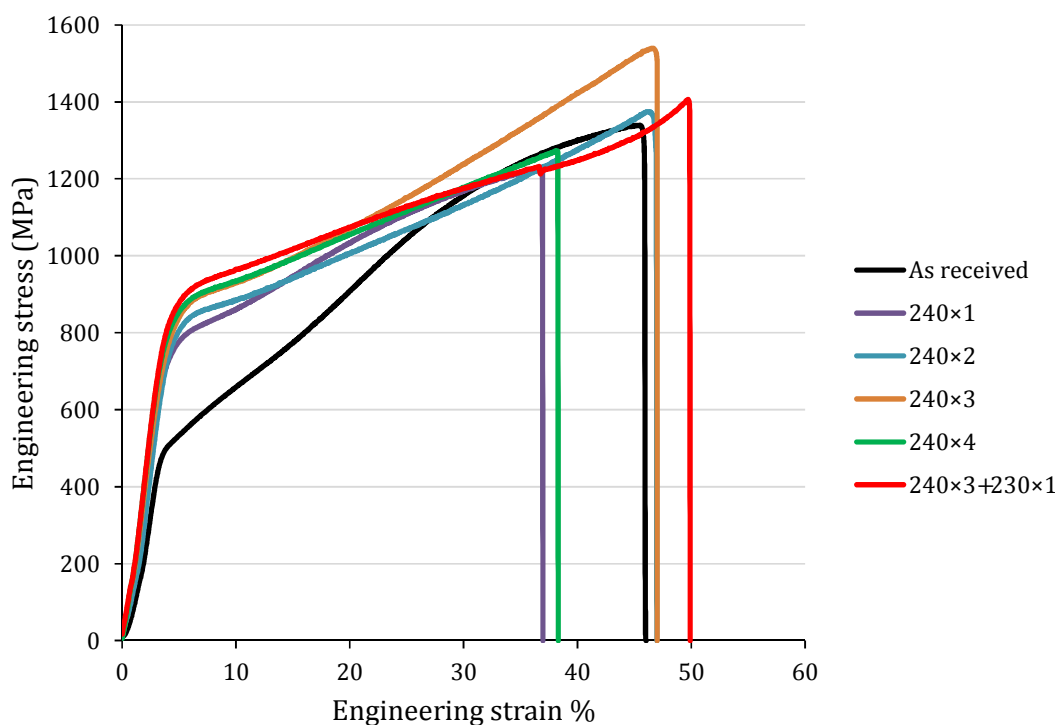


شکل ۳-۶- تأثیر تعداد مراحل ایکپ در دمای ۲۴۰ °C بر روی یکنواختی توزیع سختی تیتانیوم در شعاع‌های مختلف نسبت به شعاع نمونه (r/r₀)

۳-۲- آزمون فشار

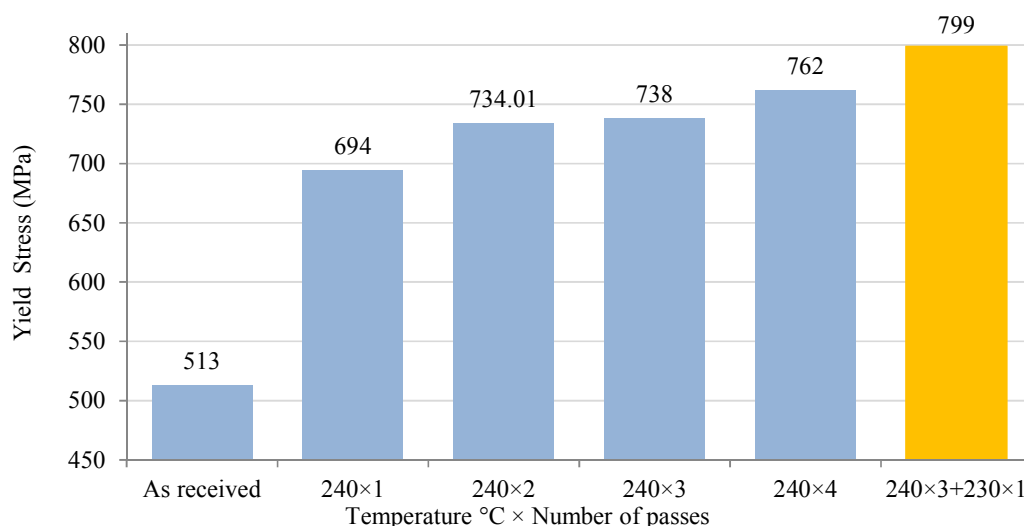
آزمون فشار بر روی نمونه‌های ایکپ شده در دمای ۲۴۰ °C انجام شد. داده‌های دریافتی از دستگاه فشار پس از تبدیل به تنش و کرنش مهندسی در شکل ۳-۷ آمده است. همانطور که مشاهده می‌شود، رفتار ماده در فشار پلاستیک^۱ خطی می‌باشد. برای به دست آوردن استحکام تسلیم، پس از حذف داده‌های پراکنده، ناحیه‌ی الاستیک با یک خط تخمین زده شد. برای قسمت پلاستیک ماده هم از همین روش استفاده شد. محل تقاطع این دو خط که از حل دو معادله و دو مجهول به دست می‌آید، به عنوان استحکام تسلیم ماده در نظر گرفته شد. مطابقت بسیار خوبی برای نمونه‌ی دریافتی بین این روش، نتیجه‌ی تست کشش و همچنین گواهی‌نامه‌ی شرکت سازنده‌ی تیتانیوم وجود دارد که گواه صحت نتایج است.

¹ Linear plastic



شکل ۳-۷- نتایج به دست آمده از دستگاه تست فشار در دمای 240°C

نتایج تغییرات تنش تسلیم ماده در شکل ۳-۸ مشاهده می‌شود. نکته‌ی مهمی که از شکل ۳-۷ و شکل ۳-۸ دریافت می‌شود، تأثیر مثبت کاهش درجه حرارت در پاس نهایی بر استحکام تسلیم و استحکام نهایی مهندسی است. دمای یک نمونه در پاس آخر به میزان 10°C کاهش یافت. با توجه به کاهش دمای تبلور مجدد دینامیکی به ازای هر پاس، کاهش دما می‌تواند از این عمل بیشتر جلوگیری کرده و ریزدانه‌تر شدن را باعث شود. همانطور که پیشتر بیان شد، سختی این نمونه نیز افزایش پیدا کرده است، اما از سوی دیگر بیشتر شدن انحراف معیار نشان دهنده‌ی ناهمگنی بیشتر نمونه است. کاهش دما بر شرایط تماس و اصطکاک اثرگذار است. با کاهش دما ضریب اصطکاک افزایش می‌یابد. افزایش اصطکاک مانند مانعی برای خروج قطعه عمل کرده و همان تأثیر فشار پستی را بر روی ریزساختار قطعه می‌گذارد. پس سه مرحله‌ی اول در شرایط مشابه انجام شده و در مرحله‌ی چهارم شرایط تغییر کرده که منجر به ناهمگن‌تر شدن قطعه شده است.



شکل ۳-۸- تأثیر تعداد مراحل ایکپ بر روی تنش تسلیم تیتانیوم با آزمون فشار

جدول ۲-۳ مقایسه‌ای بین استحکام تسلیم و نهایی به دست آمده پس از ایکپ در این پژوهش، با مقالات دیگر را ارائه می‌دهد. همانطور که مشاهده می‌شود، در هر دو پارامتر بهبود چشمگیری حاصل شده است.

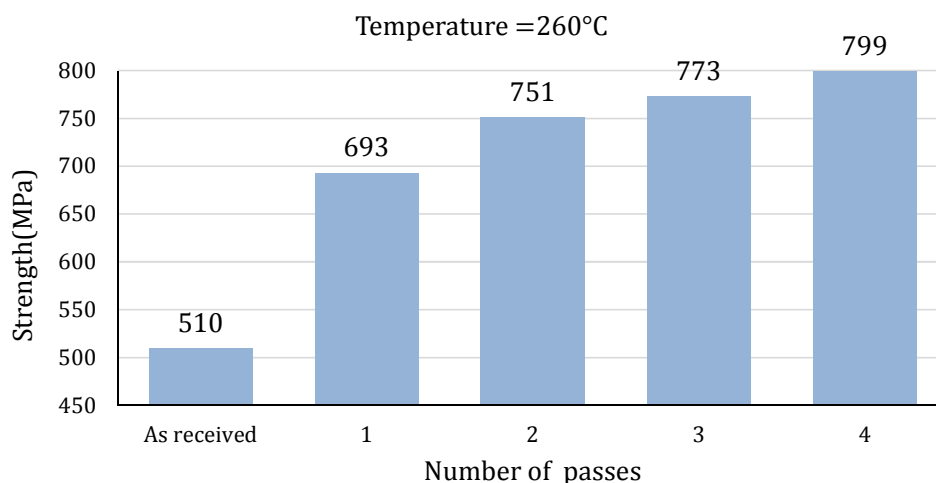
جدول ۲-۳- مقایسه‌ی استحکام نمونه‌های ایکپ شده در این پایان‌نامه با نتایج مقالات مشابه

$\frac{\Delta\sigma_u}{\sigma_{u,current}} \times 100$	σ_u (MPa)	$\frac{\Delta\sigma_y}{\sigma_{y,current}} \times 100$	σ_y (MPa)	
۰	۸۶۹	۰	۷۹۹	تحقیق حاضر
۳۵	۶۴۵	۳۷	۵۸۲	استولیاروف [۱۱]
۱۴	۷۶۰	۱۴	۷۰۰	پورسک [۱۲]
۲۴	۷۰۰	۳۳	۶۰۰	کنگ [۱۳]
۱۰	۷۹۰	۳۰	۶۱۵	سوردی [۱۴]

۳-۳- آزمون کشش

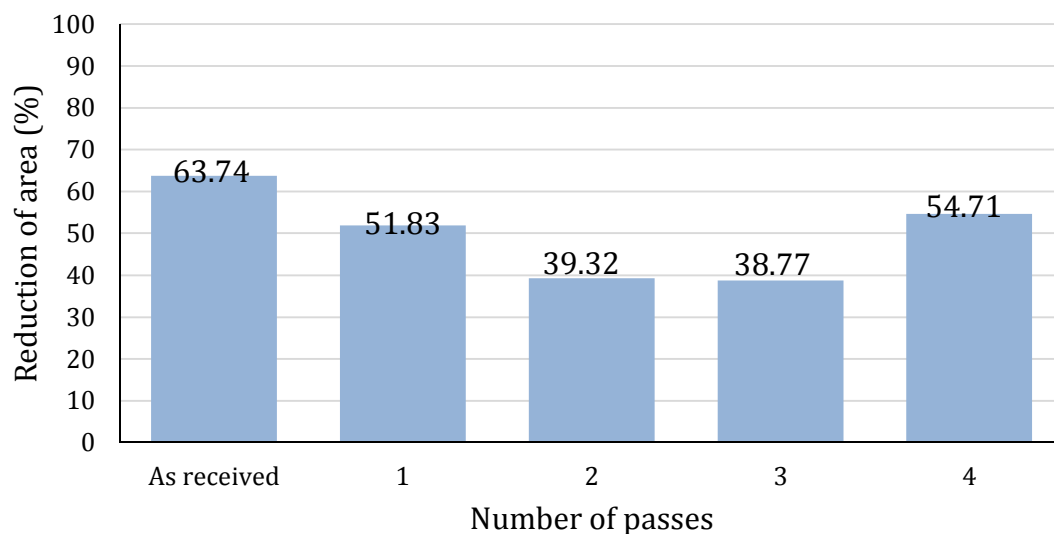
نتایج آزمون کشش بر روی نمونه‌های ایکپ شده در دمای 260°C در شکل ۳-۹ آمده است. بیشتر افزایش استحکام در دو مرحله‌ی اول مشاهده می‌شود و در مراحل بعدی نمو رشد استحکام کاهش یافته است. می‌توان نتیجه گرفت عمده‌ی ریزدانه شدن در دو مرحله‌ی اول رخ داده است. با ریزدانه

شدن ماده، مکانیسم لغزش مرزدانه فعال شده است. این مکانیسم باعث اتلاف مقداری انرژی کرنشی و کاهش انرژی کرنشی ذخیره شده در ماده می‌شود. از طرفی نیروی محرکه‌ی تبلور مجدد کم شده و در حین عملیات ایکپ تبلور مجدد دینامیکی اتفاق افتاده است. این عوامل موجب کم شدن زاویه‌ی بدآرایی و نیز کاهش نمو ریزدانه شدن در هر مرحله نسبت به مرحله‌ی قبل می‌شود [۵۹].



شکل ۳-۹- تأثیر تعداد مراحل ایکپ در دمای ۲۶۰ °C بر روی استحکام کششی تیتانیوم

کاهش سطح مقطع بر خلاف درصد افزایش طول، کمیتی مستقل از طول و قطر نمونه‌های تست کشش است. بنابراین برای بررسی چقرمگی از کاهش سطح مقطع نمونه استفاده شده است. این کمیت در شکل ۳-۱۰ ارائه شده است. در مراحل اول ایکپ، دانه‌ها با زاویه بدآرایی بالا به وجود می‌آید، که سبب کاهش چقرمگی می‌شود [۳۲]. در ادامه‌ی فرآیند چقرمگی بازیابی می‌شود. این پدیده به دلیل شکسته شدن دانه‌های با زاویه بدآرایی بالا و به وجود آمدن دانه‌های ریزتر با زاویه بدآرایی پایین‌تر درون دانه‌های قبلی است. در نتیجه ریزساختار همگن‌تر شده و باعث افزایش همزمان چقرمگی و استحکام می‌شود [۶۰].



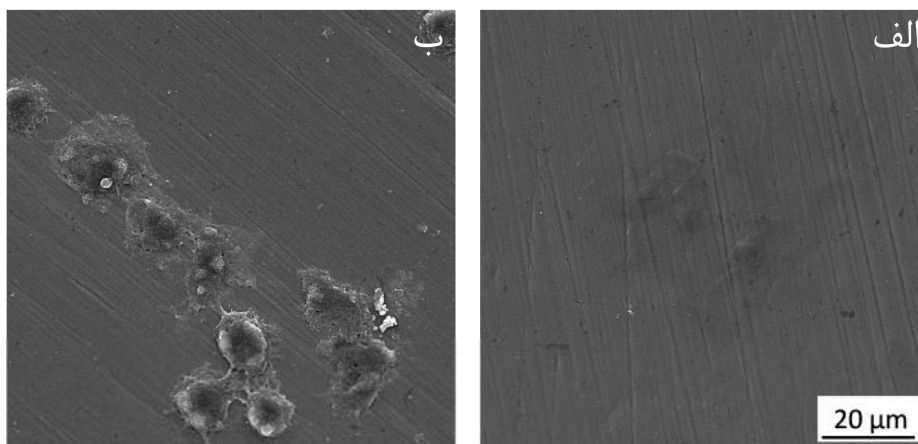
شکل ۳-۱۰- تأثیر تعداد مراحل ایکپ در دمای 260°C بر روی درصد کاهش سطح مقطع تیتانیوم

۴-۳- آزمون کشت سلولی

آزمون کشت سلولی به منظور بررسی چسبندگی سلول‌های استخوان‌زا^۱ بر روی نمونه‌های ایکپ شده صورت گرفت. همانطور که در شکل ۳-۱۱ مشاهده می‌شود، در حالی که پس از سه روز، بر روی نمونه‌ی یک پاس ایکپ در دمای 240°C ، یاخته‌ی زنده‌ای مشاهده نمی‌شود، یاخته‌هایی بر روی نمونه‌ی چهار پاس ایکپ وجود دارد که نشان دهنده‌ی افزایش زیست‌سازگاری ماده با پیشرفت فرآیند ایکپ است. از دلایل اصلی افزایش زیست‌سازگاری، بهبود خاصیت ترشوندگی به دلیل اصلاح ساختار دانه است که باعث جوانه‌زنی و رشد سریع‌تر مواد زیست‌معدنی^۲ می‌شود [۶۱].

¹ Osteoblast

² Biomineral

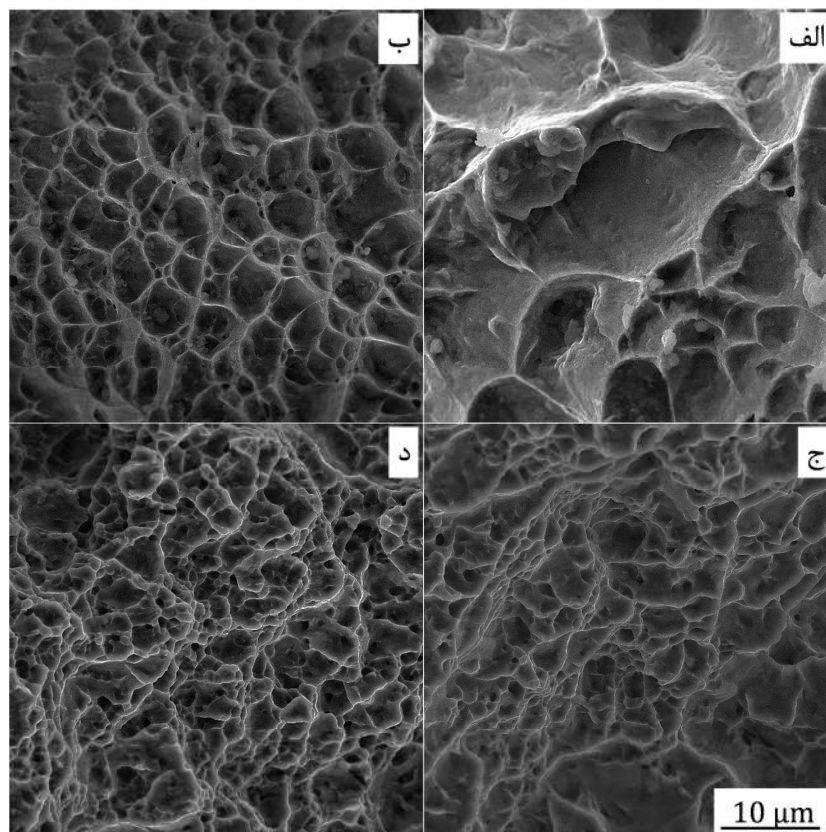


شکل ۳-۱۱- تصاویر SEM چسبیدن سلول‌های استخوان‌زا به نمونه‌های تیتانیومی ایکپ شده در دمای 240°C الف- پاس اول ب- پاس چهارم

۳-۵- تحلیل مقطع شکست

سطح شکست رؤیت شده به وسیله‌ی میکروسکوپ الکترونی روبشی از تست کشش، گسیختگی حفره^۱ در تیتانیوم را نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود با ازدیاد مراحل ایکپ حفره‌ها ریزتر و تعدادشان زیادتر می‌شود. عدم کشیدگی حفره‌ها در پاس‌های اول و سوم نشان می‌دهد تغییر شکل در ماده موضعی بوده و چقرمگی بالایی مشاهده نمی‌شود. کشیدگی زیاد حفره‌ها در پاس چهارم نشان‌دهنده‌ی انعطاف پذیری زیاد محلی و بازیابی چقرمگی نسبت به نمونه در پاس‌های پایین‌تر است. به علاوه یکنواخت‌تر شدن حفره‌ها در پاس چهارم حاکی از همگن‌تر شدن ماده است.

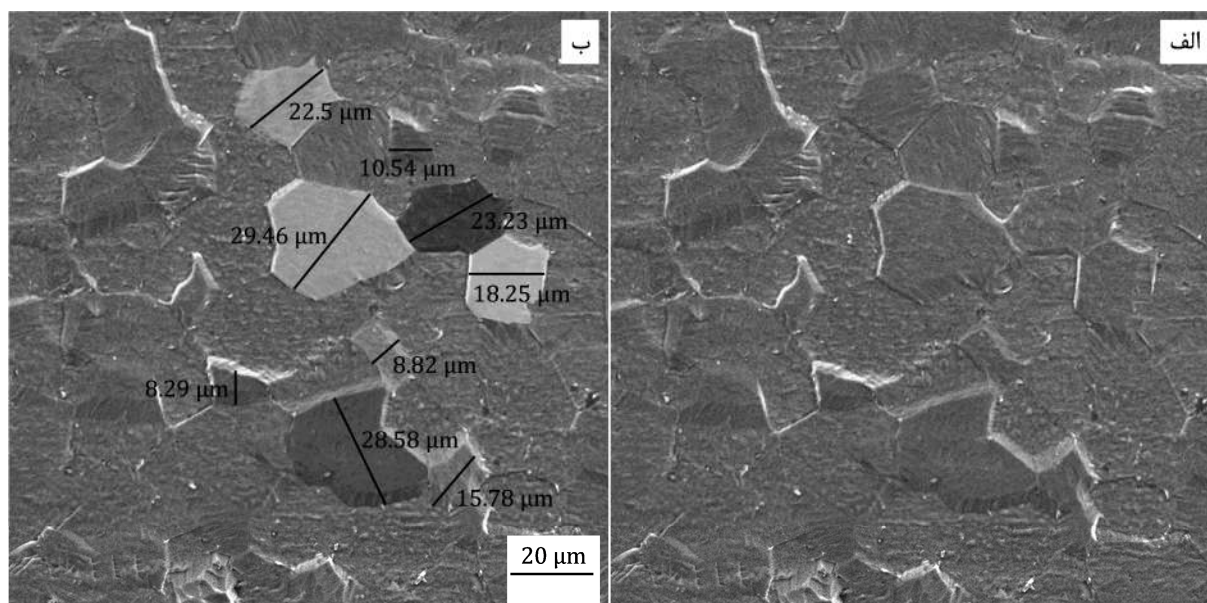
¹ Dimpled rupture



شکل ۳-۱۲- اسکن مقطع شکست الف- نمونه دریافتی ب- یک مرحله ج- سه مرحله د- چهار مرحله ایکپ در دمای ۲۶۰ °C

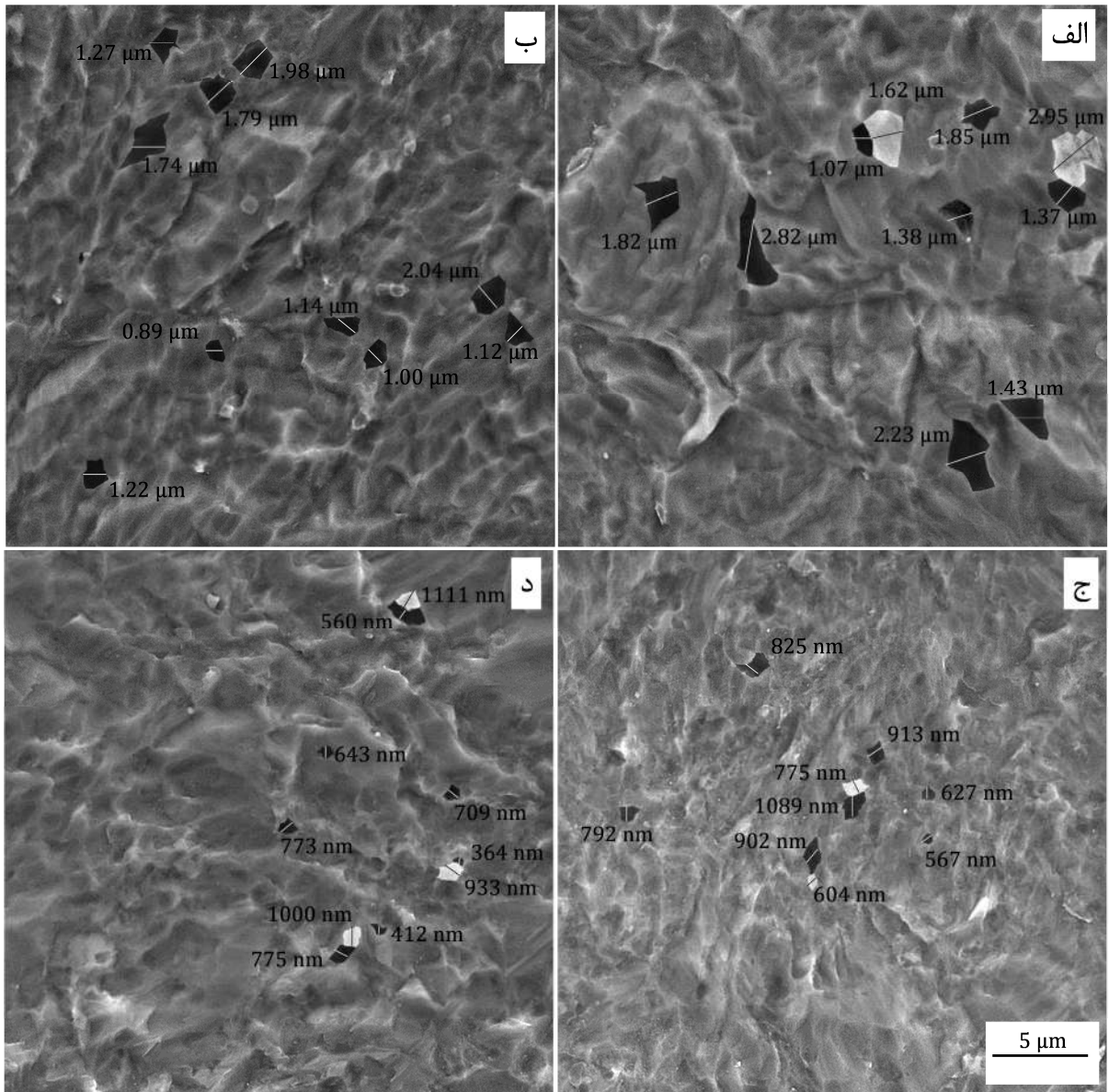
۳-۶- اندازه‌گیری اندازه‌ی دانه

تحلیل و محاسبه‌ی مرز دانه برای تیتانیوم انجام شد. دانه‌هایی که بالاترین وضوح را داشتند برای محاسبه‌ی اندازه‌ی دانه استفاده شد. نه تا ده نقطه از سطح برای محاسبه در نظر گرفته شد. به جهت سهولت اندازه‌گیری و وضوح بالاتر، با پردازش تصویر تضاد و روشنایی دانه‌ها با محیط اطراف تغییر داده شد. شکل ۳-۱۳- الف تصویر خام به دست آمده‌ی نمونه‌ی دریافتی از میکروسکوپ الکترونی روبشی را نشان می‌دهد. شکل ۳-۱۳- ب این تصویر را پس از مشخص شدن دانه‌ها و پردازش تصویر نشان می‌دهد. نمونه‌ی دریافتی اندازه‌ی متوسط $18/38 \mu\text{m}$ داشت. در مورد بقیه‌ی نمونه‌ها نیز همین روند طی شد.

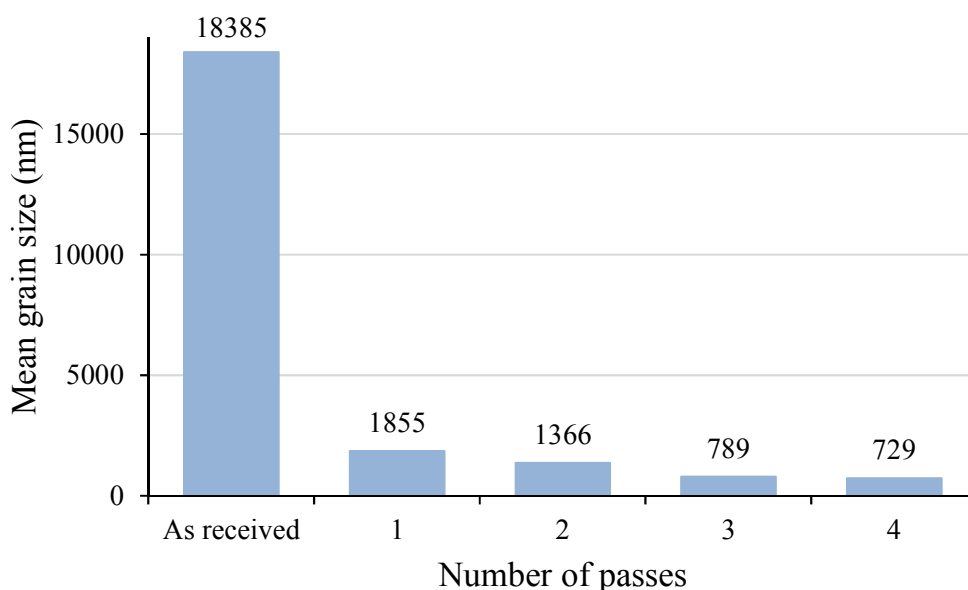


شکل ۳-۱۳- اسکن نمونه‌ی دریافتی الف- رؤیت شده زیر میکروسکوپ الکترونی ب- پس از پردازش تصویر و اندازه‌گیری اندازه ی دانه

نتایج نشان می‌دهد بیشترین مقدار ریز دانه شدن در مرحله‌ی اول ایکپ اتفاق افتاده است. اندازه‌ی متوسط دانه‌ها ۹۰٪ کاهش یافته و به ۱۸۵۵ nm رسید. در ادامه، همانطور که پیش‌تر بیان شد، روند ریز دانه شدن کند شده است. در پاس چهارم دانه‌هایی از اندازه‌ی ۳۰۰ nm تا ۱۰۰۰ nm رؤیت شد. یک دلیل برای استحکام مطلوب و چقرمگی خوب ماده در پاس آخر می‌تواند در کنار هم قرار داشتن دانه‌های ریز و درشت‌تر باشد. دانه‌های ریز باعث استحکام و دانه‌های درشت‌تر باعث افزایش انعطاف پذیری ماده می‌شود.



شکل ۳-۱۴- تصویر سطح و دانه‌های نمونه‌های تیتانیومی ایکپ شده در دمای 240°C الف- پاس اول ب- پاس دوم ج- پاس سوم د- پاس چهارم



شکل ۳-۱۵- اندازه‌ی متوسط دانه‌های تیتانیومی ایکپ شده در دمای 240°C

۳-۷- آزمون تعیین استحکام استاتیکی بر روی درون کاشت

شکل ۳-۱۶ درون کاشت‌های مهندسی معکوس و ساخته شده را نشان می‌دهد. در ابتدا پروفیل درون کاشت با استفاده از ماشین تراش کنترل عددی دقیق تراشیده و سپس رزوه‌ی خارجی زده شد. با استفاده از یک فیکسچر درون کاشت‌ها بر روی فرز کنترل عددی موقعیت‌دهی، سوراخ و رزوه‌ی داخلی ماشینکاری شد.



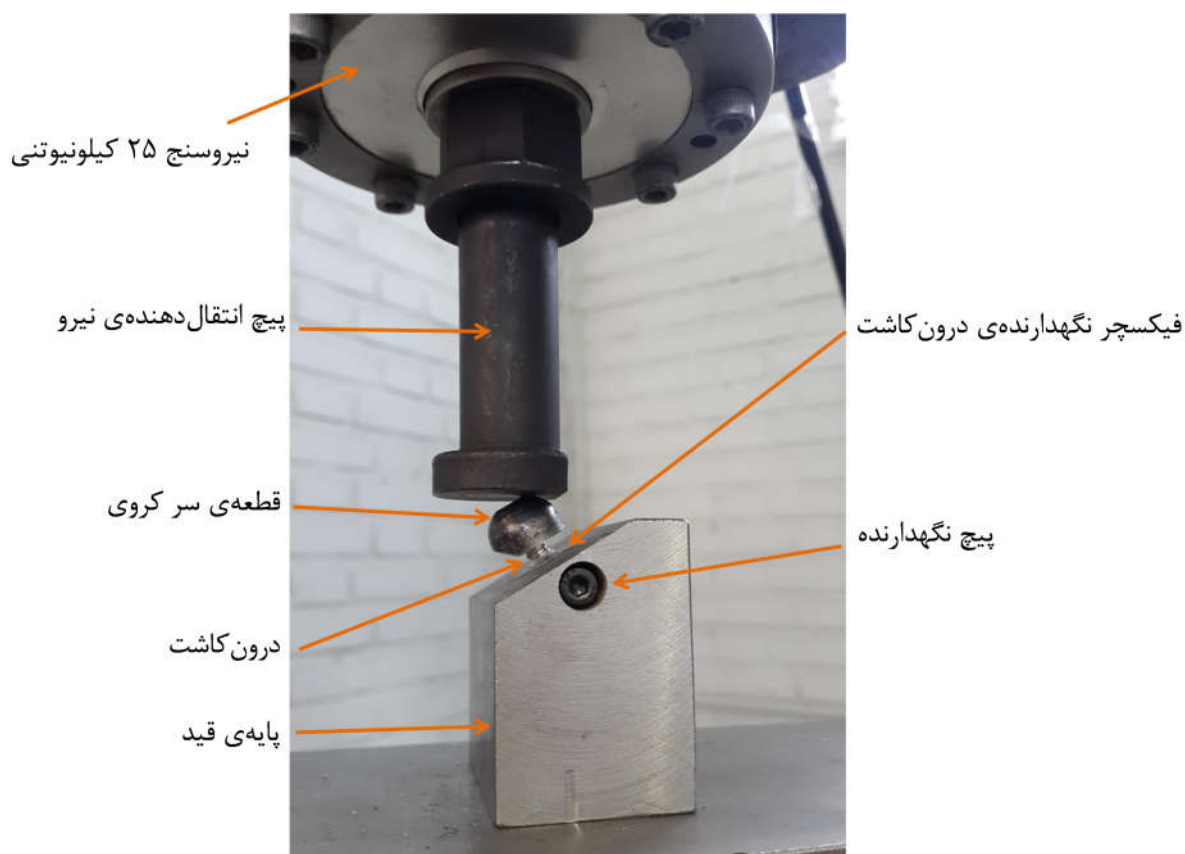
شکل ۳-۱۶- ساخت درون کاشت مهندسی معکوس شده از شرکت DIO

همانطور که در شکل ۳-۱۷ مشاهده می‌شود، برای انجام تست استاتیکی طبق استاندارد ISO 14801 برای هر درون کاشت یک فیکسچر ساخته شده و برای کم کردن لقی بین درون کاشت و فیکسچر از چسب استحکام بالای HLglue استفاده شده است. سپس مطابق شکل ۳-۱۸ درون کاشت بر روی پایه

قرار گرفته و با ماشین Instron 8802 با سرعت $1/75$ mm/min و با نیروسنج ۲۵ kN نیرو اندازه‌گیری شد.



شکل ۳-۱۷- درون کاشت مقید شده درون فیکسچر



شکل ۳-۱۸- درون کاشت مقید شده درون فیکسچر، آماده برای آزمون استحکام مکانیکی بر طبق استاندارد ISO 14801

یافته‌های علمی نشان می‌دهد، به علت تحلیل رفتن بافت استخوان در اطراف رزوه‌های ابتدایی درون کاشت در محیط بدن، نقطه‌ی آغازین شکست بعد از دو رزوه‌ی ابتدایی درون کاشت می‌باشد. بر

این اساس و بر طبق استاندارد ISO 14801 دو رزوه‌ی ابتدایی درون کاشت بیرون از فیکسچر قرار گرفت. با این شرایط و تحت زاویه‌ی 30° تا خمش کامل و شکست نمونه بارگذاری اعمال شد. در شکل ۳-۱۹ نمونه‌ها پس از آزمون مشاهده می‌شود.



شکل ۳-۱۹- درون کاشت شکسته شده پس از آزمون استحکام مکانیکی

جدول ۳-۳- نتایج آزمون استحکام مکانیکی درون کاشت‌های ساخته شده از نمونه‌های مختلف تیتانیومی بر طبق استاندارد ISO 14801

نمونه	جابجایی (mm)	نیروی بیشینه (kN)	نتیجه‌ی آزمون
نمونه دریافتی	۳/۴	۵/۷	خمش کامل بدون شکست
۲۴۰×۱	۳/۳	۵/۶	شکست کامل
۲۴۰×۲	۳/۳	۶/۵	شکست کامل
۲۴۰×۳	۳/۴	۵/۰	خمش کامل بدون شکست
۲۴۰×۴	۳/۶	۵/۴	ایجاد ریزترک

جدول ۳-۳ جابجایی و نیروی بیشینه‌ی هر یک از آزمون‌های استحکام مکانیکی درون کاشت‌های ساخته شده از نمونه‌های اولیه و یک تا چهار پاس ایکپ شده در دمای 240°C را نشان می‌دهد. بیشترین استحکام مکانیکی مربوط به نمونه‌ی دو پاس ایکپ شده می‌باشد. درون کاشت‌های ساخته شده از نمونه‌های دریافتی، سه و چهار پاس ایکپ شده از چقرمگی بیشتر و از سوی دیگر نمونه‌های یک و دو پاس ایکپ شده رفتار تردتری از خود نشان دادند. این نکته را باید در تفسیر یافته‌های جدول ۳-۳ در نظر داشت که استحکام درون کاشت تابعی از خواص مکانیکی و هندسه‌ی آن می‌باشد

و با توجه به خطاهای موجود در فرآیند ساخت رزوه‌ی داخلی و خارجی، غیر یکنواختی هندسی اجتناب ناپذیر است.

فصل ۴ نتیجه‌گیری و پیشنهادها

۱-۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش ایکپ گرم تیتانیوم خالص تجاری گرید ۲ مورد مطالعه قرار گرفت. به دلیل استفاده از طراحی قالب جدید نسبت به دیگر پژوهش‌ها، شرایط ایکپ و نیروی فرآیند بهبود پیدا کرده است. قالب مورد استفاده با زاویه کانال 90° ، کرنش $1/0.19$ در هر پاس به قطعه اعمال می‌کند. با استفاده از دو نوع متفاوت روانکاری دمای فرآیند نسبت به مقالات مشابه کاهش داشته است. با سعی و خطا در دمای 240°C چهار مرحله ایکپ موفق انجام شده و این دما به عنوان دمای بهینه انتخاب شده است. بر روی نمونه‌های موفق آزمون سختی، فشار و اندازه‌گیری اندازه دانه انجام گرفته است. سپس به ازای پاس‌های مختلف و نمونه‌ی آنیل شده، درون‌کاشت دندانی ساخته شده و آزمون خواص مکانیکی بر روی آن اعمال شده است. خلاصه‌ی مهمترین نتایج به دست آمده از پژوهش بدین شرح است:

۱. در دمای 220°C به دلیل فعال نبودن سیستم‌های لغزشی فرعی، اعمال کرنش $1/0.19$ باعث شیارهای عمیق و شکست قطعه می‌شود.

۲. آزمون ریزسختی‌سنجی حاکی از افزایش سختی و همگنی ماده به ازای افزایش تعداد پاس‌ها است. کاهش دما در پاس نهایی سبب افزایش سختی و کاهش همگنی ماده می‌شود. سختی نمونه بعد از چهار پاس ایکپ در دمای 240°C ، 15% افزایش می‌یابد.

۳. نتایج آزمون فشار محوری، افزایش استحکام تسلیم را به ازای افزایش پاس نشان می‌دهد. در مرحله‌ی اول بیشترین رشد مشاهده شده و در ادامه نمو کاهش پیدا کرده است. در پاس اول استحکام تسلیم 35% افزایش داشته و پس از پاس چهارم در دمای 240°C ، 56% افزایش استحکام تسلیم مشاهده شده است.

۴. مقایسه‌ی تحقیق حاضر با دیگر تحقیقات مشابه نشان‌دهنده‌ی بهبود چشمگیر استحکام تسلیم و استحکام نهایی تیتانیوم خالص تجاری گرید ۲ است.

۵. در حالی که با تکرار فرآیند ایکپ، اندازه‌ی دانه ریزتر شده است، بیشترین کاهش اندازه‌ی دانه در اولین مرحله از ایکپ مشاهده می‌شود. در مجموع، تحلیل تصاویر SEM اثبات می‌کند که فرآیند طراحی شده قادر است اندازه‌ی دانه‌ی نهایی تیتانیوم خالص گرید ۲ را تا محدوده‌ی فوق ریزدانه

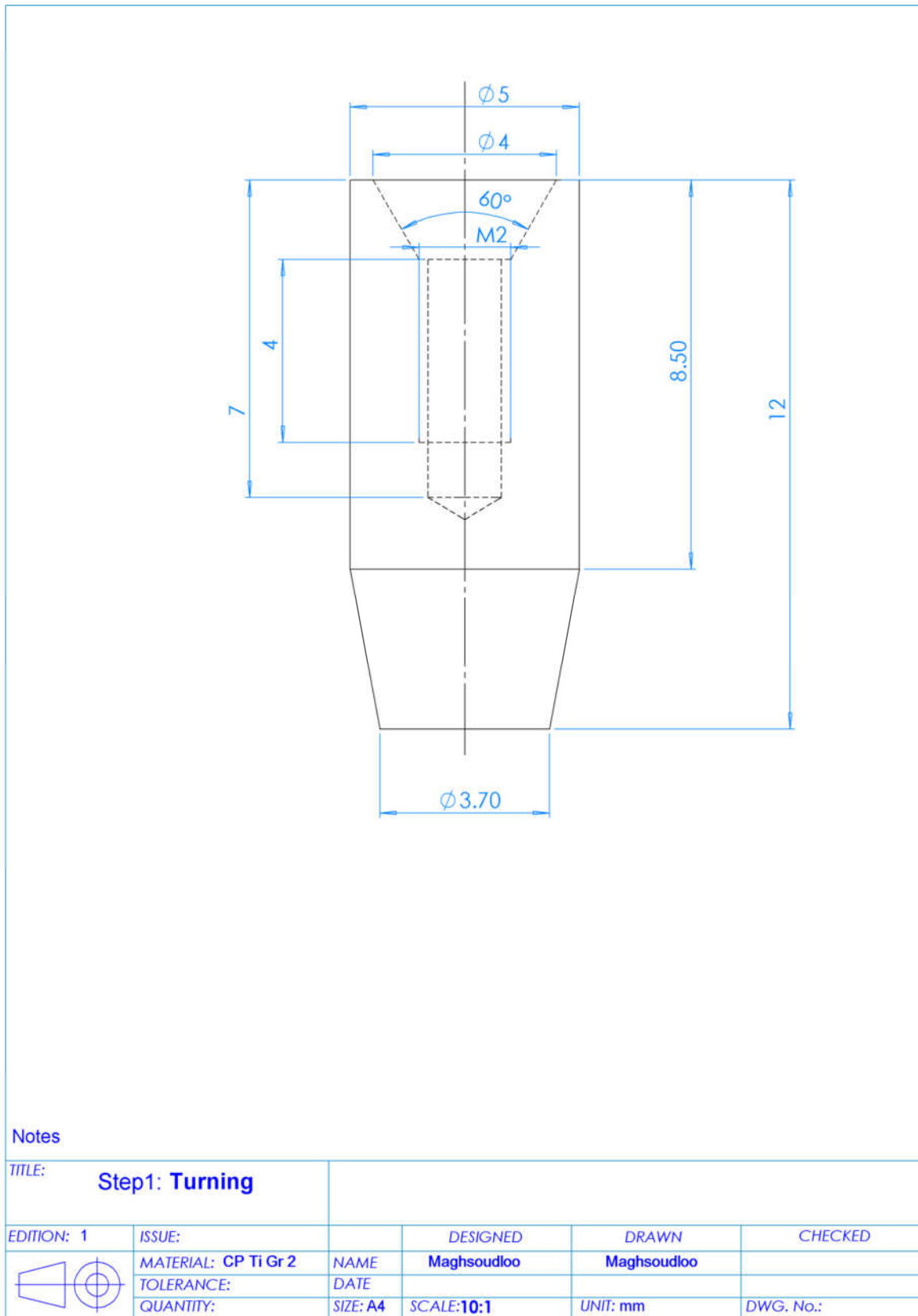
کوچک نماید. مشخص شد پس از چهار پاس ایکپ در دمای °C ۲۴۰ اندازه‌ی دانه با ۹۶٪ کاهش به مقدار متوسط ۷۲۹ nm رسیده است.

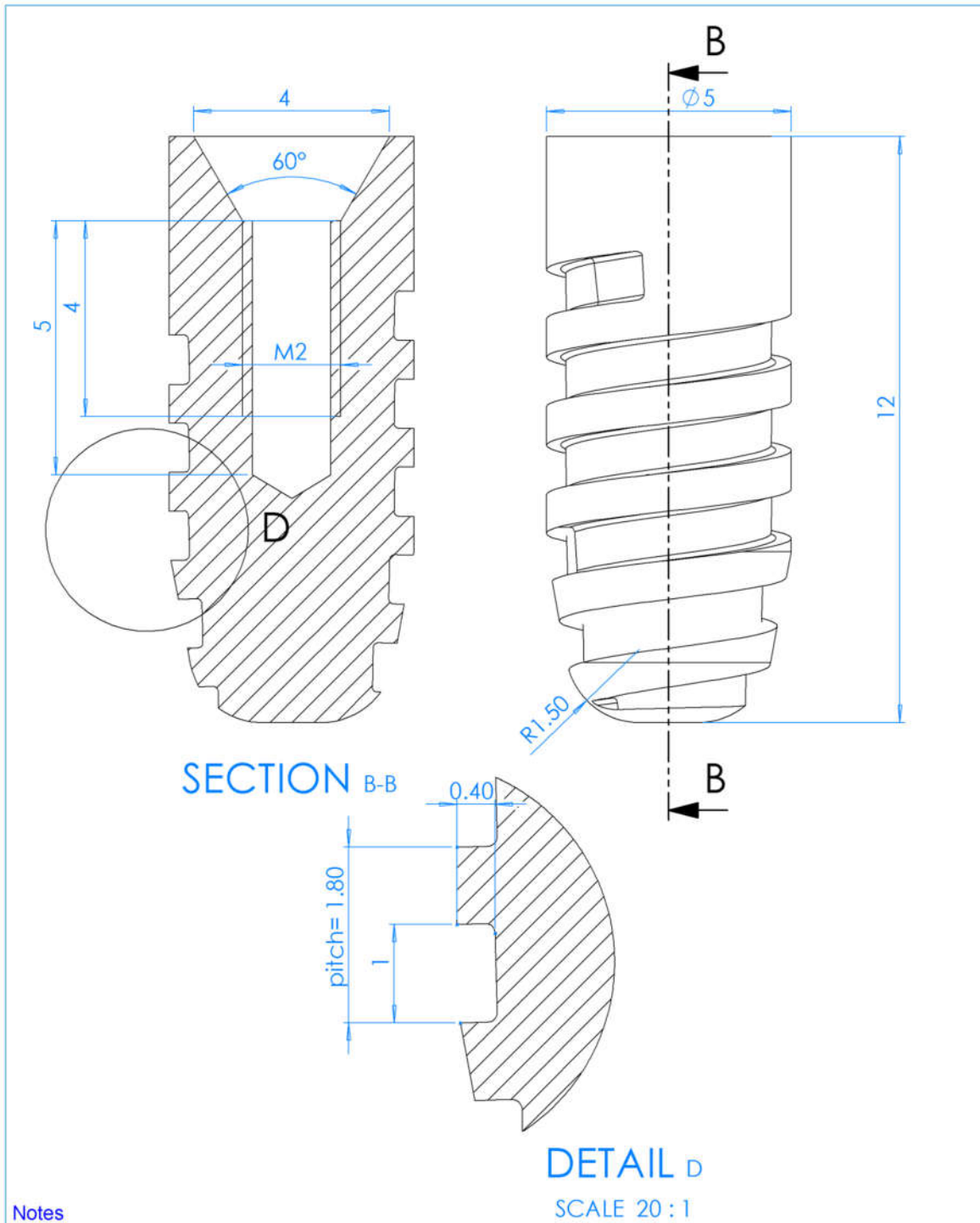
۲-۴- پیشنهادها

به منظور ارتقاء موضوع پایان‌نامه برای ادامه تحقیق موارد ذیل پیشنهاد می‌شود:

۱. پایین آوردن دما در پاس نهایی به کمترین حد ممکن که باعث افزایش توامان استحکام و چقرمگی می‌شود.
۲. بر طبق مقالات مرتبط، یکی از راهکارهای مناسب برای استحکام‌بخشی بیشتر به تیتانیوم ایکپ شده، انجام فرآیند نورد سرد بعد از فرآیند ایکپ است.
۳. شبیه‌سازی المان محدود فرآیند ایکپ به منظور بهینه‌سازی عددی فرآیند و دستیابی به شرایط مطلوب از پیشنهادهای مطرح شده می‌باشد.
۴. آزمون‌های استحکام مکانیکی و شیمیایی دیگر نظیر خستگی، سایش و خوردگی به منظور بررسی گسترده‌تر خواص مکانیکی و زیست‌سازگاری انجام گیرد.
۵. انجام فرآیند ایکپ با استفاده از فشار پستی در فشارهای مختلف به منظور انجام فرآیند موفقیت‌آمیز در دماهای پایین‌تر و دسترسی به جریان ماده‌ی منظم‌تر.
۶. بر روی درون‌کاشت‌ها به منظور بهبود عملکرد آن در بدن پوشش‌های زیست‌سازگار و محرک رشد استخوان گذاشته شود.

پیوست ۱- نقشه‌ی مهندسی درون‌کاشت استفاده شده در پژوهش

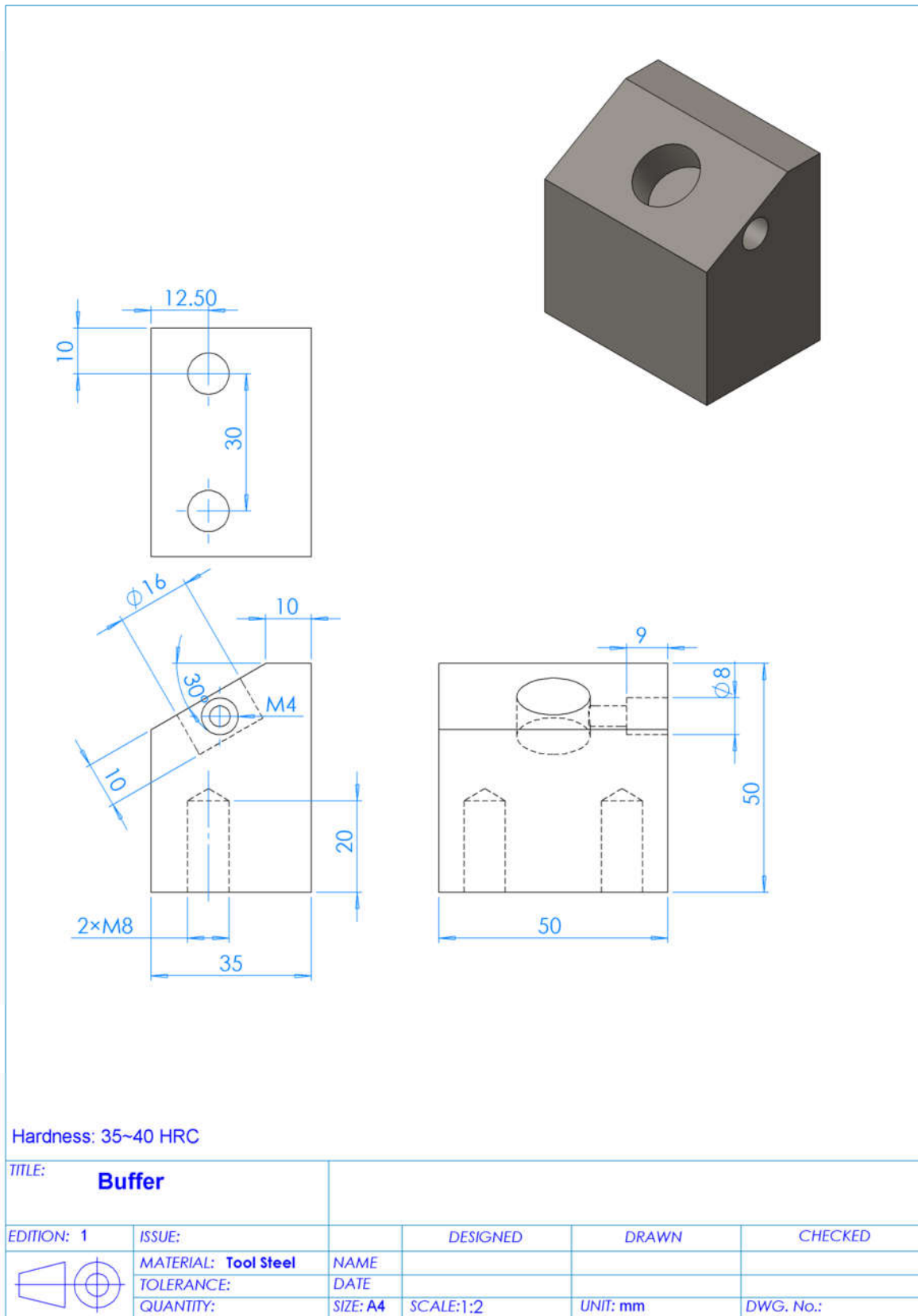




Notes

TITLE: Implant pitch 1.8 mm					
EDITION: 1	ISSUE:	DESIGNED	DRAWN	CHECKED	
	MATERIAL:	NAME	Maghsoudloo		
	TOLERANCE:	DATE			
	QUANTITY:	SIZE: A4	SCALE: 10:1	UNIT: mm	DWG. No.:


پیوست ۲- نقشه‌ی مهندسی قید نگهدارنده‌ی درون‌کاشت استفاده شده در پژوهش



پیوست ۳- استاندارد ISO 14801

DEUTSCHE NORM

February 2008

	<p>DIN EN ISO 14801</p>	
<p>ICS 11.060.15</p>	<p style="text-align: right;">Supersedes DIN EN ISO 14801:2003-12</p> <p>Dentistry – Implants – Dynamic fatigue test for endosseous dental implants (ISO 14801:2007) English version of DIN EN ISO 14801:2008-02</p> <p>Zahnheilkunde – Implantate – Dynamische Ermüdungsprüfung für enossale dentale Implantate (ISO 14801:2007) Englische Fassung DIN EN ISO 14801:2008-02</p> <p style="text-align: right;">Document comprises 13 pages</p>	

Provided by : www.spic.ir

© No part of this standard may be reproduced without prior permission of
DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin. Beuth Verlag GmbH, 10772 Berlin, Germany,
has the exclusive right of sale for German Standards (DIN-Normen).

English price group 9
www.din.de
www.beuth.de



1412643

DIN EN ISO 14801:2008-02

National foreword

This standard has been prepared by Technical Committee ISO/TC 106 "Dentistry" in collaboration with Technical Committee CEN/TC 55 "Dentistry" (Secretariat: DIN, Germany).

The responsible German body involved in its preparation was the *Normenausschuss Dental* (Dentistry Standards Committee), Technical Committee NA 014-00-21 AA *Dentalimplantate*.

The DIN Standards corresponding to the International Standards referred to in clause 2 of the EN are as follows:

ISO 1942 DIN EN ISO 1942
ISO 7500-1 DIN EN ISO 7500-1

Amendments

This standard differs from DIN EN ISO 14801:2003-12 as follows:

- a) The method of test has been extended to include pre-angled connecting parts.

Previous editions

DIN EN ISO 14801: 2003-12

National Annex NA (informative)

Bibliography

DIN EN ISO 1942, *Dentistry — Terminology*

DIN EN ISO 7500-1, *Metallic materials — Verification of static uniaxial testing machines — Part 1: Tension/compression testing machines — Verification and calibration of the force-measuring system*

EUROPEAN STANDARD
NORME EUROPÉENNE
EUROPÄISCHE NORM

EN ISO 14801

November 2007

ICS 11.060.15

Supersedes EN ISO 14801:2003

English Version

Dentistry - Implants - Dynamic fatigue test for endosseous dental implants (ISO 14801:2007)

Art dentaire - Implants - Essai de fatigue dynamique pour implants dentaires endosseux (ISO 14801:2007)

Zahnheilkunde - Implantate - Dynamische Ermüdungsprüfung für endossale dentale Implantate (ISO 14801:2007)

This European Standard was approved by CEN on 4 November 2007.

CEN members are bound to comply with the CEN/CENELEC Internal Regulations which stipulate the conditions for giving this European Standard the status of a national standard without any alteration. Up-to-date lists and bibliographical references concerning such national standards may be obtained on application to the CEN Management Centre or to any CEN member.

This European Standard exists in three official versions (English, French, German). A version in any other language made by translation under the responsibility of a CEN member into its own language and notified to the CEN Management Centre has the same status as the official versions.

CEN members are the national standards bodies of Austria, Belgium, Bulgaria, Cyprus, Czech Republic, Denmark, Estonia, Finland, France, Germany, Greece, Hungary, Iceland, Ireland, Italy, Latvia, Lithuania, Luxembourg, Malta, Netherlands, Norway, Poland, Portugal, Romania, Slovakia, Slovenia, Spain, Sweden, Switzerland and United Kingdom.



EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG

Management Centre: rue de Stassart, 36 B-1050 Brussels

© 2007 CEN All rights of exploitation in any form and by any means reserved worldwide for CEN national Members.

Ref. No. EN ISO 14801:2007: E

DIN EN ISO 14801:2008-02
EN ISO 14801:2007 (E)

Foreword

This document (EN ISO 14801:2007) has been prepared by Technical Committee ISO/TC 106 "Dentistry" in collaboration with Technical Committee CEN/TC 55 "Dentistry" the secretariat of which is held by DIN.

This European Standard shall be given the status of a national standard, either by publication of an identical text or by endorsement, at the latest by May 2008, and conflicting national standards shall be withdrawn at the latest by May 2008.

This document supersedes EN ISO 14801:2003.

According to the CEN/CENELEC Internal Regulations, the national standards organizations of the following countries are bound to implement this European Standard: Austria, Belgium, Bulgaria, Cyprus, Czech Republic, Denmark, Estonia, Finland, France, Germany, Greece, Hungary, Iceland, Ireland, Italy, Latvia, Lithuania, Luxembourg, Malta, Netherlands, Norway, Poland, Portugal, Romania, Slovakia, Slovenia, Spain, Sweden, Switzerland and the United Kingdom.

Endorsement notice

The text of ISO 14801:2007 has been approved by CEN as a EN ISO 14801:2007 without any modification.

DIN EN ISO 14801:2008-02
EN ISO 14801:2007 (E)

1 Scope

This International Standard specifies a method of fatigue testing of single post endosseous dental implants of the transmucosal type and their premanufactured prosthetic components. It is most useful for comparing endosseous dental implants of different designs or sizes.

While this International Standard simulates the functional loading of an endosseous dental implant body and its premanufactured prosthetic components under "worst case" conditions, it is not applicable for predicting the *in vivo* performance of an endosseous dental implant or prosthesis, particularly if more than one implant is used for a prosthesis.

2 Normative references

The following referenced documents are indispensable for the application of this document. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

ISO 1099, *Metallic materials — Fatigue testing — Axial force-controlled method*

ISO 1942 (all parts), *Dental vocabulary*

ISO 4965, *Axial load fatigue testing machines — Dynamic force calibration — Strain gauge technique*

ISO 7500-1, *Metallic materials — Verification of static uniaxial testing machines — Part 1: Tension/compression testing machines — Verification and calibration of the force-measuring system*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the terms and definitions given in ISO 1942 and the following apply.

3.1

endosseous dental implant system

device that consists of integrated components including the ancillary instruments and specific equipment necessary for the clinical and laboratory preparation and placement of the implant, and for the construction and insertion of the dependent prosthesis

NOTE 1 In addition to providing resistance to displacement of a dental prosthesis, an endosseous dental implant may be used as an anchorage for orthodontic appliances.

NOTE 2 An endosseous dental implant may consist of one or more parts.

NOTE 3 The term dental prosthesis includes crowns and fixed and removable prostheses.

DIN EN ISO 14801:2008-02
EN ISO 14801:2007 (E)

3.2

load-cycle diagram

diagram summarising the fatigue properties of an endosseous dental implant by showing for each value of the applied peak load the number of cycles endured by each specimen at the time of failure

See Annex A.

4 General Principles

4.1 Finished device testing

Testing shall be performed on specimens that are representative of the finished device (i.e., components that have undergone the same manufacturing process and sterilization as the device that is to be marketed). If the manufacturer intends the endosseous dental implant to be sterilized by the clinician prior to surgery, sterilization shall be carried out as specified in the manufacturer's instructions for use before testing. However, if there is evidence that the specified sterilization method has no significant effect on the properties of all the materials of the specimens being tested, then sterilization is not necessary prior to testing.

4.2 Multi-part endosseous dental implants

A multi-part endosseous dental implant shall be tested as assembled according to its intended use. An endosseous dental implant component recommended by its manufacturer to be used in conjunction with components of another manufacturer shall be tested as assembled according to the recommending manufacturer's statement. Where a multi-part device is assembled by means of screw joints, then these shall be used according to the manufacturer's recommendations and shall be tightened to the manufacturer's recommended torque using the equipment (screw driver, torque wrench) which is provided together with the implant system or using a device that provides torque within $\pm 5\%$ of the recommended value if no original instruments are available. The tightening sequence shall be as recommended by the manufacturer.

4.3 Worst-case testing

If a part of the endosseous dental implant system is available in various dimensions and/or configurations, testing shall be carried out for the worst-case conditions within the recommended use. The choice of worst case shall be justified and documented.

5 Test methods

5.1 Testing machine

The testing machine shall:

- be capable of applying the prescribed load with an error not exceeding $\pm 5\%$ at maximum load (in accordance with ISO 7500-1 and ISO 4965);
- be capable of applying the load at the prescribed frequency;
- include instrumentation to monitor the values of maximum and minimum loads and loading frequency and to detect failure of the specimen;
- be capable of recording the number of loading cycles during the test.

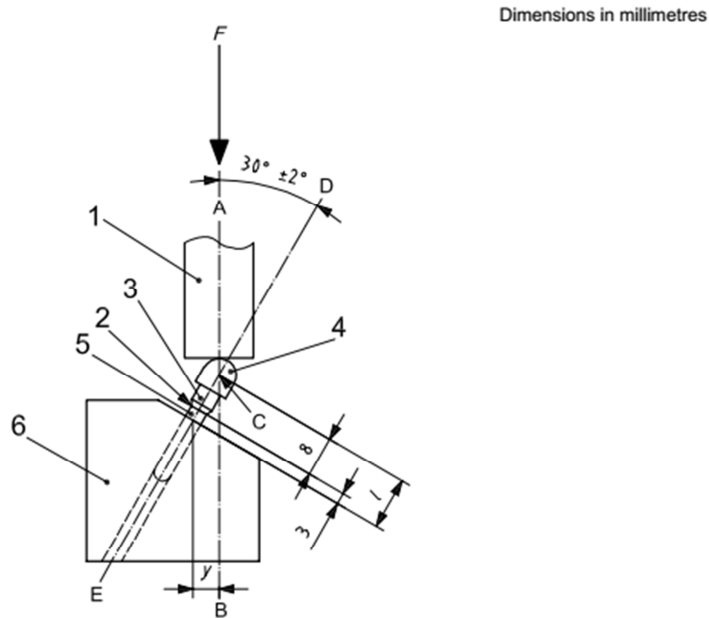
DIN EN ISO 14801:2008-02
EN ISO 14801:2007 (E)

5.2 Loading geometry

5.2.1 The loading force, F , (see Figures 1 and 2) of the testing machine shall be applied in such a way that:

- no lateral constraint occurs;
- the loading centre (Point C in Figures 1 and 2) is well-defined, such that the moment arm, y , can be measured or calculated.

5.2.2 For dental implant systems that include no pre-angled connecting parts, these requirements will be met by the test set-up shown schematically in Figure 1.



Key

- 1 loading device [shall be allowed free movement transverse to loading direction (see 5.2.6)]
- 2 nominal bone level (see 5.3.2)
- 3 connecting part
- 4 hemispherical loading member
- 5 dental implant body
- 6 specimen holder

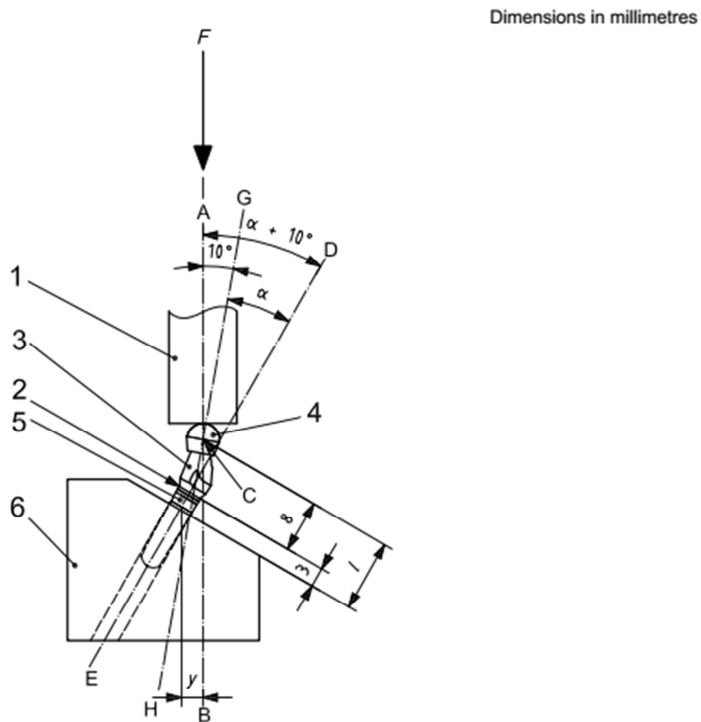
Figure 1 — Schematic of test set-up for systems with no pre-angled connecting parts

5.2.3 An endosseous dental implant from a system that includes no pre-angled connecting parts shall be clamped such that its axis makes a $30^\circ \pm 2^\circ$ angle with the loading direction of the testing machine (see Figure 1).

5.2.4 An endosseous dental implant body of a system that includes pre-angled connecting parts shall be clamped such that the angle with the loading direction of the testing machine is $10^\circ \begin{pmatrix} +2 \\ -1 \end{pmatrix}$ greater than the angle

DIN EN ISO 14801:2008-02
EN ISO 14801:2007 (E)

between the implant axis and the axis of the angled portion of the connecting part, designated as α in Figure 2. This represents a simulated undercorrection of 10° . The loading method shall be the same as that shown in Figure 1. The loading centre shall be located at the intersection of the central longitudinal axis of the free end of the connecting part and the plane normal to the longitudinal axis of the implant and located 11 mm (l in Figure 2) from the support level of the implant.



Key

- 1 loading device [shall be allowed free movement transverse to loading direction (see 5.2.6)]
- 2 nominal bone level (see 5.3.2)
- 3 connecting part
- 4 hemispherical loading member
- 5 dental implant body
- 6 specimen holder

Figure 2 — Schematic of test set-up for systems with pre-angled connecting parts

5.2.5 The loading force, F , of the testing machine shall be applied through a deformation-resistant loading member with a hemispherical contact surface for load transfer, attached to or placed over the free end of the connecting part. For endosseous dental implant systems that include no pre-angled connecting parts, the loading centre, which is the centre (C) of the hemisphere, shall be on the central longitudinal axis of the endosseous dental implant. For endosseous dental implant systems that include pre-angled connecting parts, the loading centre shall be on the central longitudinal axis of the free end of the connecting part.

DIN EN ISO 14801:2008-02
EN ISO 14801:2007 (E)

5.2.6 The loading force shall be applied to the hemispherical loading surface by a loading device with a plane surface normal to the loading direction of the machine. The loading device shall be unconstrained in the transverse direction, so as to not reduce the magnitude of the applied bending moment. This shall be accomplished by means of a universal joint or point contact at the junction of the loading member and the test machine structure. The junction shall be located at least 50 mm from the hemispherical loading surface.

5.2.7 The hemispherical loading surface and the surface of the loading device shall be examined visually after each test to ensure that permanent deformation has not occurred. If permanent deformation is observed, the deformed component shall be replaced and the test shall be repeated.

5.2.8 For an endosseous dental implant body and/or connecting part that lacks rotational symmetry around either the central longitudinal axis of the implant body or the axis of nominal prosthetic loading, the loading geometry shall be selected to test the worst case compatible with the intended use of the implant. The loading geometry shall be justified and documented.

5.3 Specimen holder and load application

5.3.1 The bone-anchoring part of the specimen shall be fixed in a rigid clamping device. If an embedding material is used, it shall have a modulus of elasticity higher than 3 GPa. The geometry of the clamping device shall be such that the testing geometry specified in 5.2 is achieved. The clamping device shall be designed so as not to deform the test specimen.

5.3.2 The device shall clamp the specimen at a distance $3,0 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ apically from the nominal bone level as specified in the manufacturer's instructions for use (see Figures 1 and 2). If the nominal bone level is not specified in the manufacturer's instructions for use, the worst-case situation shall apply.

NOTE For many endosseous dental implants, it is known that the marginal bone level can move apically following implantation to a relatively steady-state level. The distance of 3,0 mm is chosen to provide a representative case with respect to bone loss.

5.3.3 For dental implant systems that do not include pre-angled connecting parts, the dimensions of the loading member, as specified in 5.2.4, shall be chosen to define a distance $l = 11,0 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ from the centre (C) of the hemisphere to the clamping plane (see Figures 1 and 2). The moment arm, y , is defined as $l \times \sin 30^\circ$. For the standard configuration, the moment arm is $0,5 \times l$, or 5,5 mm. In the case of a long endosseous dental implant, for which $l = 11 \text{ mm}$ cannot be readily achieved, a larger value for l may be chosen. The choice shall be justified and documented.

Bending moment, M , is defined by the expression

$$M = y \times F$$

For the case illustrated in Figure 1, bending moment is

$$M = 0,5 \times l \times F$$

or, when $l = 11 \text{ mm}$ and F is expressed in newtons,

$$M = 5,5 \times F \text{ (N-mm)}.$$

5.3.4 For endosseous dental implant systems which include pre-angled connecting parts, the free end of the connecting part shall be provided with a hemispherical loading member, the centre of which lies on the central longitudinal axis of the free end of the connecting part and is $l = 11,0 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ from the support level of the implant, measured on a line parallel to the central longitudinal axis of the implant body, as shown in Figure 2. The moment arm, y (see Figure 2) may be measured directly from the test specimens and fixtures or may be calculated. In the case of an endosseous dental implant body and connecting part for which $l = 11 \text{ mm}$ cannot be readily achieved, a larger value for l may be chosen. The choice shall be justified and documented. Bending moment, M , may be calculated from the measured or calculated value of y as

$$M = y \times F,$$

and should be reported in N-mm.

DIN EN ISO 14801:2008-02
EN ISO 14801:2007 (E)

5.4 Testing environment

For endosseous dental implant systems that include materials in which corrosion fatigue has been reported or is expected to occur, or for systems that include polymeric components, testing shall be carried out in normal saline or in an alternative physiologic medium. The fluid and the test specimen shall be kept at $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ during the testing. For all other systems, testing may be conducted in air at $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$. The testing environment shall be justified and reported.

5.5 Loading frequency and wave form

Fatigue testing shall be carried out with a unidirectional load. The load shall vary sinusoidally between a nominal peak value and 10 % of this value.

The loading frequency shall be no more than 15 Hz. Testing in liquid media shall be conducted at frequencies ≤ 2 Hz.

5.6 Procedure

5.6.1 The general principles for fatigue testing as described in ISO 1099 shall apply.

5.6.2 Generate the data for a load-cycle diagram at a series of loads, until a lower limit (maximum endured load) is reached at which at least three specimens survive and none fails in the specified number of cycles. Plot the measured points in a load-cycle diagram. If testing is conducted at frequencies ≤ 2 Hz, testing shall be conducted to 2×10^6 cycles. For testing conducted at frequencies > 2 Hz, testing shall be conducted to 5×10^6 cycles. An appropriate starting load is 80 % of the load to failure in a static test performed using the same test geometry. Subsequent tests typically are performed at lower loads, resulting in a curve similar to that shown in Annex A. At least two, and preferably three, specimens shall be tested at each of at least four loads. Measure the distance from the loading centre (C in Figure 1 and Figure 2) to the section of critical failure.

5.6.3 Identify the critical failure point and the location of failure initiation. Failure is defined as material yielding, permanent deformation, loosening of the implant assembly or fracture of any component. Draw the load-cycle curve to show the maximum load at which the endosseous dental implant system will withstand 5×10^6 cycles or, for frequencies ≤ 2 Hz, 2×10^6 cycles (maximum endured load). Every specimen (at least three) tested at the maximum endured load shall reach the specified number of cycles with no failures. Calculate the maximum bending moment, M , (see 5.3.3 or 5.3.4) corresponding to this load.

6 Reporting

6.1 The test report shall include full details of all aspects of the test apparatus, the test specimens, the procedures followed, and the results obtained, with particular attention to 6.1.1. to 6.1.15.

6.1.1 Identification of the endosseous dental implant and its components, in particular:

- type of endosseous dental implant body (e.g., threaded, tapered, cylindrical);
- type of connecting part(s) (e.g., screw-retained, cemented, taper-fit, cylindrical, conical);
- manufacturer(s);
- part and lot numbers of the tested parts;
- material(s) of the tested parts, including any coating material(s) and other surface treatments;
- diameter and length of the endosseous dental implant body;
- geometric dimensions of the connecting part(s) including the angle, α , of the pre-angled connecting part;

DIN EN ISO 14801:2008-02
EN ISO 14801:2007 (E)

- description and dimensions of the joints between the endosseous dental implant body and the connecting part(s), and between the connecting part(s) and the functional loading structure.
- 6.1.2** Intended use of the endosseous dental implant.
- 6.1.3** Reference to this International Standard, i.e. ISO 14801:2007.
- 6.1.4** In the case of an endosseous dental implant available in various dimensions and/or configurations (see 4.3), the rationale for choice of test specimens.
- 6.1.5** In the case of an endosseous dental implant lacking rotational symmetry (see 5.2.8), the rationale for the selection of loading geometry.
- 6.1.6** The moment arm, y .
- 6.1.7** The values of all geometric measurements and calculations used to determine the moment arm.
- 6.1.8** The geometric location of the nominal bone level used to establish the clamping location. If the nominal bone level is not specified in the manufacturer's instructions for use, the justification for the choice of nominal bone level for testing purposes.
- 6.1.9** In the case of $l \neq 11$ mm (see 5.3.3 or 5.3.4), the rationale for choice of the value of l .
- 6.1.10** Description of the specimen holding geometry and material, including the modulus of elasticity of any embedding medium.
- 6.1.11** In the case of a multi-part endosseous dental implant, the characteristics of assemblage [including assembly torque(s) of any component screw(s)].
- 6.1.12** Description of the hemispherical loading surface, including its spherical radius, and the rationale for its design.
- 6.1.13** Loading frequency.
- 6.1.14** Testing environment, including medium (e.g., normal saline, water or air) and temperature.
- 6.1.15** Results of dynamic testing (see Annex A):
 - load-cycle diagram;
 - maximum endured load at 5×10^6 cycles or, for tests at frequency ≤ 2 Hz, 2×10^6 cycles (fatigue limit);
 - tabulation of testing load, number of cycles to failure or termination, and description and location of critical failure point for each test specimen;
 - maximum bending moment, M , for the maximum endured load (see 5.6.3).

DIN EN ISO 14801:2008-02
EN ISO 14801:2007 (E)

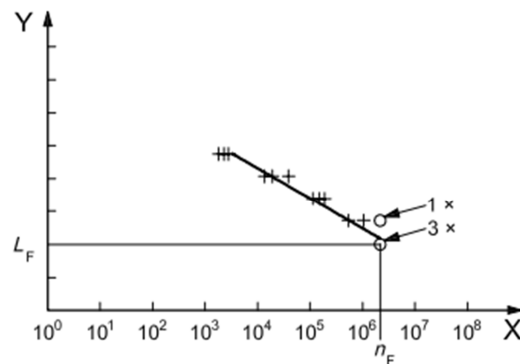
Annex A (informative)

The load cycle diagram

Fatigue testing of materials or devices is carried out at cyclically varying loads of predetermined amplitude, and the number of load cycles until failure occurs is recorded. The fatigue properties of the test object are determined by testing a number of specimens at different values of the peak load. The results are summarised by representing, in a diagram, the number of load cycles endured by each specimen (on a logarithmic scale) and the corresponding peak load (on a linear scale). This yields the load-cycle diagram for the test object.

An example of such a diagram is given in Figure A.1.

From the load-cycle diagram the fatigue limit of the object can be determined, being the maximum peak load for which fatigue does not occur even at an infinite number of loading cycles (or at the number of cycles, n_F , selected for termination of each test that does not result in failure). Each point represents a specimen of the test object. L_F is the fatigue limit, and n_F is defined for this test as 5×10^6 cycles or, for frequency ≤ 2 Hz, 2×10^6 cycles.



Key

- X number of cycles, N
- Y peak load in newtons
- + fractured samples
- O surviving samples

NOTE Medium: normal saline; temperature: 37 °C; frequency: 2 Hz; n_F : 2×10^6 cycles

Figure A.1 — Example of a load-cycle diagram for tests run until 2×10^6

DIN EN ISO 14801:2008-02
EN ISO 14801:2007 (E)

Bibliography

- [1] ASTM E 466-96, *Standard Practice for Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials*
- [2] ASTM E 468-90, *Standard Practice for Presentation of Constant Amplitude Fatigue Test Results for Metallic Materials*
- [3] ISO 6892, *Metallic materials — Tensile testing — Method of testing at ambient temperature*
- [4] ISO 7206-4, *Implants for surgery — Partial and total hip joint prostheses — Part 4: Determination of endurance properties and performance of stemmed femoral components*
- [5] ISO 10451, *Dental implant systems — Contents of technical file*
- [6] United States of America, Food and Drug Administration, Center for Devices and Radiological Health, *Class II Special Controls Guidance Document: Root-form Endosseous Dental Implants and Endosseous Dental Abutments — Guidance for Industry and FDA Staff, 2004-05-12*

منعها

- [1] W. A. Lane, "Some remarks on the treatment of fractures," *British medical journal*, vol. 1, p. 861, 1895.
- [2] J. Black, *Biological performance of materials: fundamentals of biocompatibility*: CRC Press, 2005.
- [3] H. Hermawan, D. Ramdan, and J. R. Djuansjah, *Metals for biomedical applications*: INTECH Open Access Publisher, 2011.
- [4] C. N. Elias, M. A. Meyers, R. Z. Valiev, and S. N. Monteiro, "Ultrafine grained titanium for biomedical applications: an overview of performance," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 2, pp. 340-350, 2013.
- [5] Y. Li, C. Wong, J. Xiong, P. Hodgson, and C. e. Wen, "Cytotoxicity of titanium and titanium alloying elements," *Journal of dental research*, vol. 89, pp. 493-497, 2010.
- [6] S. Makihira, Y. Mine, H. Nikawa, T. Shuto, S. Iwata, R. Hosokawa, *et al.*, "Titanium ion induces necrosis and sensitivity to lipopolysaccharide in gingival epithelial-like cells," *Toxicology in vitro*, vol. 24, pp. 1905-1910, 2010.
- [7] Y. Okazaki and E. Gotoh, "Comparison of metal release from various metallic biomaterials in vitro," *Biomaterials*, vol. 26, pp. 11-21, 2005.
- [8] Y. Okazaki and E. Gotoh, "Metal release from stainless steel, Co-Cr-Mo-Ni-Fe and Ni-Ti alloys in vascular implants," *Corrosion science*, vol. 50, pp. 3429-3438, 2008.
- [9] R. Valiev, I. P. Semenova, E. Jakushina, V. Latysh, H. J. Rack, T. C. Lowe, *et al.*, "Nanostructured SPD processed titanium for medical implants," in *Materials Science Forum*, 2008, pp. 49-54.
- [10] R. Valiev, "Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties," *Nature materials*, vol. 3, pp. 511-516, 2004.
- [11] V. Segal, V. Reznikov, A. Drobyshevskii, and V. Kopylov, "Plastic working of metals by simple shear," *Russ. Met.*, pp. 99-105, 1981.
- [12] D. F. Williams, R. W. Cahn, and M. B. Bever, *Concise encyclopedia of medical & dental materials*: Pergamon Press. Distributed in North and South America by MIT Press, 1990.
- [13] M. E. Ring, *Dentistry: an illustrated history*: Abradale Press/Harry N. Abrams, 1992.
- [14] M. B. Asbell, *Dentistry: a historical perspective*: Dorrance Publishing Co., 1988.
- [15] E. Greenfield, "Implantation of artificial crown and bridge abutments. 1913," *The International journal of oral implantology: implantologist*, vol. 7, p. 63, 1991.
- [16] R. Burch, "Dr. Pinkney Adams--a dentist before his time," *Arkansas dentistry*, vol. 68, p. 14, 1997.
- [17] L. Linkow and J. Dorfman, "Implantology in dentistry. A brief historical perspective," *The New York state dental journal*, vol. 57, pp. 31-35, 1990.
- [18] P. Brånemark, G. Zarb, and T. Albrektsson, "Tissue-integrated prostheses," ed: Quintessence Publishing Co., Inc., Chicago, 1985.

- [19] M. M. Bornstein, P. Valderrama, A. A. Jones, T. G. Wilson, R. Seibl, and D. L. Cochran, "Bone apposition around two different sandblasted and acid - etched titanium implant surfaces: a histomorphometric study in canine mandibles," *Clinical oral implants research*, vol. 19, pp. 233-241, 2008.
- [20] D. MacDonald, B. Rapuano, N. Deo, M. Stranick, P. Somasundaran, and A. Boskey, "Thermal and chemical modification of titanium–aluminum–vanadium implant materials: effects on surface properties, glycoprotein adsorption, and MG63 cell attachment," *Biomaterials*, vol. 25, pp. 3135-3146, 2004.
- [21] A. Sabane, "Surface characteristics of dental implants: A review," *J Indian Acad Dental Special*, vol. 2, pp. 18-21, 2011.
- [22] T. Driskell, "The stryker precision implant system Root form series McKinney RV Endosteal dental implants," *Mosby Year Book*, vol. 8, 1991.
- [23] C. K. Lee, M. Karl, and J. R. Kelly, "Evaluation of test protocol variables for dental implant fatigue research," *dental materials*, vol. 25, pp. 1419-1425, 2009.
- [24] E. Hall, "The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results," *Proceedings of the Physical Society. Section B*, vol. 64, p. 747, 1951.
- [25] N. Petch, "The cleavage strength of polycrystals," *J. Iron Steel Inst.*, vol. 174, pp. 25-28, 1953.
- [26] Y. T. Zhu, T. C. Lowe, and T. G. Langdon, "Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation," *Scripta Materialia*, vol. 51, pp. 825-830, 2004.
- [27] A. Zhilyaev, T. McNelley, and T. Langdon, "Evolution of microstructure and microtexture in fcc metals during high-pressure torsion," *Journal of materials science*, vol. 42, pp. 1517-1528, 2007.
- [28] Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, and T. Sakai, "Novel ultra-high straining process for bulk materials—development of the accumulative roll-bonding (ARB) process," *Acta materialia*, vol. 47, pp. 579-583, 1999.
- [29] Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai, and R. Hong, "Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process," *Scripta materialia*, vol. 39, pp. 1221-1227, 1998.
- [30] N. Tsuji, K. Shiotsuki, H. Utsunomiya, and Y. Saito, "Low temperature superplasticity of ultra-fine grained 5083 aluminium alloy produced by accumulative roll-bonding," in *Materials science forum*, 1999, pp. 73-78.
- [31] T. Kon’Kova, S. Y. Mironov, and A. Korznikov, "Severe cryogenic deformation of copper," *The Physics of Metals and Metallography*, vol. 109, pp. 171-176, 2010.
- [32] A. Podolskiy, H. Ng, I. Psaruk, E. Tabachnikova, and R. Lapovok, "Cryogenic equal channel angular pressing of commercially pure titanium: microstructure and properties," *Journal of Materials Science*, vol. 49, pp. 6803-6812, 2014.
- [33] Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, and T. Langdon, "Development of fine grained structures using severe plastic deformation," *Materials Science and Technology*, vol. 16, pp. 1239-1245, 2000.
- [34] V. Segal, "Materials processing by simple shear," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 197, pp. 157-164, 1995.
- [35] T. Lowe and R. Z. Valiev, *Investigations and applications of severe plastic deformation* vol. 80: Springer Science & Business Media, 2012.
- [36] R. Oruganti, P. Subramanian, J. Marte, M. F. Gigliotti, and S. Amancherla, "Effect of friction, backpressure and strain rate sensitivity on material flow

- during equal channel angular extrusion," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 406, pp. 102-109, 2005.
- [37] A. Jäger, V. Gärtnerova, and K. Tesař, "Microstructure and anisotropy of the mechanical properties in commercially pure titanium after equal channel angular pressing with back pressure at room temperature," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 644, pp. 114-120, 2015.
- [38] R. Z. Valiev and T. G. Langdon, "Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement," *Progress in Materials Science*, vol. 51, pp. 881-981, 2006.
- [39] K. Nakashima, Z. Horita, M. Nemoto, and T. G. Langdon, "Influence of channel angle on the development of ultrafine grains in equal-channel angular pressing," *Acta materialia*, vol. 46, pp. 1589-1599, 1998.
- [40] A. Shan, I.-G. Moon, H.-S. Ko, and J.-W. Park, "Direct observation of shear deformation during equal channel angular pressing of pure aluminum," *Scripta Materialia*, vol. 41, pp. 353-357, 1999.
- [41] I. Kim, J. Kim, D. Shin, X. Liao, and Y. Zhu, "Deformation twins in pure titanium processed by equal channel angular pressing," *Scripta materialia*, vol. 48, pp. 813-817, 2003.
- [42] K. Nakashima, Z. Horita, M. Nemoto, and T. G. Langdon, "Development of a multi-pass facility for equal-channel angular pressing to high total strains," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 281, pp. 82-87, 2000.
- [43] R. Z. Valiev, I. P. Semenova, V. V. Latysh, H. Rack, T. C. Lowe, J. Petruzelka, *et al.*, "Nanostructured titanium for biomedical applications," *Advanced engineering materials*, vol. 10, 2008.
- [44] K. Edalati and Z. Horita, "A review on high-pressure torsion (HPT) from 1935 to 1988," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 652, pp. 325-352, 2016.
- [45] A. Popov, I. Y. Pyshmintsev, S. Demakov, A. Illarionov, T. Lowe, A. Sergeyeva, *et al.*, "Structural and mechanical properties of nanocrystalline titanium processed by severe plastic deformation," *Scripta Materialia*, vol. 37, pp. 1089-1094, 1997.
- [46] V. Stolyarov, L. Zeipper, B. Mingler, and M. Zehetbauer, "Influence of post-deformation on CP-Ti processed by equal channel angular pressing," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 476, pp. 98-105, 2008.
- [47] G. Purcek, O. Saray, O. Kul, I. Karaman, G. Yapici, M. Haouaoui, *et al.*, "Mechanical and wear properties of ultrafine-grained pure Ti produced by multi-pass equal-channel angular extrusion," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 517, pp. 97-104, 2009.
- [48] D.-H. Kang and T.-W. Kim, "Mechanical behavior and microstructural evolution of commercially pure titanium in enhanced multi-pass equal channel angular pressing and cold extrusion," *Materials & Design*, vol. 31, pp. S54-S60, 2010.
- [49] Y. Zhang, R. B. Figueiredo, S. N. Alhajeri, J. T. Wang, N. Gao, and T. G. Langdon, "Structure and mechanical properties of commercial purity titanium processed by ECAP at room temperature," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, pp. 7708-7714, 2011.
- [50] V. L. Sordi, M. Ferrante, M. Kawasaki, and T. G. Langdon, "Microstructure and tensile strength of grade 2 titanium processed by equal-channel angular pressing and by rolling," *Journal of Materials Science*, vol. 47, pp. 7870-7876, 2012.

- [51] K. Hajizadeh, B. Eghbali, K. Topolski, and K. Kurzydowski, "Ultra-fine grained bulk CP-Ti processed by multi-pass ECAP at warm deformation region," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 143, pp. 1032-1038, 2014.
- [52] S. Semiatin, D. DeLo, V. Segal, R. Goforth, and N. Frey, "Workability of commercial-purity titanium and 4340 steel during equal channel angular extrusion at cold-working temperatures," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 30, pp. 1425-1435, 1999.
- [53] I. Kim, J. Kim, D. H. Shin, and K.-T. Park, "Effects of grain size and pressing speed on the deformation mode of commercially pure Ti during equal channel angular pressing," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 34, pp. 1555-1558, 2003.
- [54] A. Standard, "E384," *Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials*, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2000.
- [55] A. Standard, "E9 (2009) Standard test methods of compression testing of metallic materials at room temperature," *ASTM International, West Conshohocken, PA*, 2003.
- [56] E. ASTM, "Standard test methods for tension testing of metallic materials," *Annual book of ASTM standards. ASTM*, 2001.
- [57] E. Czarnowska, T. Wierzchoń, and A. Maranda-Niedbała, "Properties of the surface layers on titanium alloy and their biocompatibility in in vitro tests," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 92, pp. 190-194, 1999.
- [58] S. IOF, "International Standard ISO 14801—dentistry—implants—dynamic fatigue test for endosseous dental implants," *Geneva: International Organization for Standardization*, 2007.
- [59] P. S. Roodposhti, N. Farahbakhsh, A. Sarkar, and K. L. MURTY, "Microstructural approach to equal channel angular processing of commercially pure titanium—A review," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 25, pp. 1353-1366, 2015.
- [60] D. Gunderov, A. Polyakov, I. Semenova, G. Raab, A. Churakova, E. Gimaltdinova, *et al.*, "Evolution of microstructure, macrotecture and mechanical properties of commercially pure Ti during ECAP-conform processing and drawing," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 562, pp. 128-136, 2013.
- [61] B. Ratna Sunil, A. Thirugnanam, U. Chakkingal, and T. Sampath Kumar, "Nano and ultra fine grained metallic biomaterials by severe plastic deformation techniques," *Materials Technology*, vol. 31, pp. 743-755, 2016.

Abstract

Equal channel angular pressing (ECAP) as one of the most important methods of severe plastic deformation, has a significant effect on enhancing the strength of light metals. Today, titanium implants are widely used due to the good biocompatibility, specific strength, toughness, formability and machinability. In this thesis, fabrication of an endosseous dental implant fixture using commercially pure titanium grade 2, proceed by hot ECAP has been investigated. The new design of ECAP die with 90° channel angle resolves the problem of unwanted metal flow in die parting line which leads to excessive load and workpiece adhesion. After trial and errors, by using the solid film of copper foil and mixed film lubricant of molybdenum disulfide, the ECAP process was performed at 240 °C up to 4 passes successfully. By carrying out the micro-hardness test in different points of cross section it has been revealed that increasing the passes of ECAP leads to increasing the hardness and homogeneity, simultaneously. Also axial compression test showed that the maximum improving rate of yield stress happens at first ECAP pass and it continues with lower rate at subsequent stages. The temperature reduction at final step plays an important role for attaining simultaneous high strength and toughness. SEM images show that the first ECAP pass has the greatest effect on the grain refinement and the its rate has been decreased in subsequent passes. Furthermore, in comparison with similar studies the presented ECAP tooling results in more strength improvement, significantly. After achieving the optimum condition of process, dental implants fabricated by a precision machining method with a special CNC machine using as-received and ECAPed specimen. In order to evaluate the performance of the implant, mechanical tests were performed according to ISO 14801. The cell culture test was performed to investigate the biocompatibility properties. Also, SEM imaging of fracture zone was carried out. The results indicated an improve in biocompatibility and mechanical strength using implants fabricated by ECAP process.

Keywords: Commercially pure titanium, Dental implant, Ultra-fined Grained (UFG), Severe Plastic Deformation (SPD), Hot Equal Channel Angular Pressing (ECAP)



Faculty of Mechanical and Mechatronics Engineering

M.Sc. Thesis in Manufacturing and Production Engineering

**Investigation of mechanical properties of a titanium implant processed by
equal channel angular pressing**

By: Hamed Maghsoudloo

**Supervisor:
Dr. Mahdi Gerdooei**

**Advisor:
Dr. Seyed Hadi Ghaderi**

July 2017