الجمهورية العربية السورية

جامعة دمشق

كلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية

قسم هندسة التصميم الميكانيكي

تحديد البارامترات المثلى لتحضير خليطة تيتانيوم–زركون "Ti–Zr" بتقانة تعدين المساحيق المعدنية للتطبيقات الطبية الحيوية

أطروحة مقدمة لنيل درجة الدكتوراه في (علم المواد وهندستها)

إعداد

(م. جيهان الاسطواني)

إشراف

المشرف الرئيسي:

أ.م.د: مهلب الدّاود

أستاذ مساعد في قسم هندسة التصميم الميكانيكي

المشرف المشارك:

د.م: فاتن عجيب

مدرّسة في قسم الهندسة الطبية

(2022)

إن طالبة الدكتوراه المهندسة جيهان الاسطواني قد أنهت جميع التعديلات المطلوبة بناءً على ملاحظات لجنة الحكم المحترمين، وهم السادة الأساتذة:

د. ميساء شاش: الأستاذ في قسم التصميم والإنتاج، اختصاص: خواص المواد، كلية الهندسة التقنية، جامعة طرطوس، عضواً.

د. مصطفى الموالدي: الأستاذ المساعد في قسم الهندسة الطبية، اختصاص: ميكانيك حيوي وأطراف صناعية، كلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية، جامعة دمشق، عضواً.

د. خالد شرف: الأستاذ المساعد في قسم هندسة التصميم الميكانيكي، اختصاص: العلوم التقنية، كلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية، جامعة دمشق، عضواً.

د. حسن هدلة: الأستاذ المساعد في قسم هندسة التصميم الميكانيكي، اختصاص: معادن حديدية- تعدين وسباكة، كلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية، جامعة دمشق، عضواً.

د. مهلب الداود: الأستاذ المساعد في قسم هندسة التصميم الميكانيكي، اختصاص: علم المعادن-معالجات حرارية، كلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية، جامعة دمشق، عضواً مشرفاً.

تصريح خطي

أنا الموقع أدناه

أصرح بعلمي الكامل وقبولي:

1- أن كل ما ينتج عن البحث والأطروحة هو ملكية فكرية ومالية شريكة فيه جامعة دمشق، وإنني ألتزم بأخذ موافقة الجامعة في حال رغبتي بنشر البحث أو الأطروحة أو جزء منها نصاً أو مضموناً خارج إطار الجامعة (من دور نشر أو مكتبات أو مواقع الكترونية وغيرها من وسائل النشر).

2- أنه لا يوجد أي جزء من هذه الأطروحة اقتبس من عمل علمي آخر أو أنجز للحصول على شهادة أخرى في جامعة دمشق أو أية جامعة أو معهد تعليمي داخل أو خارج الجمهورية العربية السورية.

الاسم والتوقيع

شكر وتقدير

أولاً أبدأ بحمد الله وشكره على إعانته وتوفيقه لي على إتمام هذا البحث في هذه الظروف بالغة الصعوبة والاستثنائية.

أتقدم بجزيل الشكر والتقدير إلى كل من ساعد على إتمام هذا البحث وقدم العون ومدّ يد العون.

أرغب بتوجيه جزيل الشكر لجامعة دمشق والشكر لكلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية والكادر التدريسي في قسم هندسة التصميم الميكانيكي وأخصّ بالشكر المشرفَين الدكتور مهلب الدّاود والدكتورة فاتن عجيب التي كان لها الأثر الكبير في التحفيز والتشجيع.

أودّ أن أشكر إدارة المعهد العالي للعلوم التطبيقية والتكنولوجيا للتجاوب السريع والإيجابي لإجراء التجارب العملية الخاصّة كلها بالبحث في المعهد وفي مقدمتهم الدكتور رفيع جبرة ورئيس قسم الفيزياء الدكتور عقيل سلوم والمهندس برهان غزالة والدكتور حسين خضر والأساتذة بسام الأشقر ومصطفى الطحان وأحمد الرزج، والأستاذة مريم أبو عبدو.

كما أتقدم بجزيل الشكر والتقدير وخالص العرفان إلى عائلتي والدي الدكتور يحيى الاسطواني، والدتي، الأستاذ المحامي أنس، إخوتي الأستاذة لجين والمهندس مأمون وعبادة وحسام ويولا.

أودّ أن أشكر السيد عامر شيخ سالم على كفالته لي في موضوع الإيفاد.

كل الشكر لعائلتي الكبيرة فرداً فرداً وأصدقائي.

الفهرس

فهرس البحث	V
فهرس الأشكال	VIII
فهرس الجداول	XII
جدول الاختصارات الواردة في البحث.	XIII
جدول المعادلات الواردة في البحث.	XIV
ملخص الدراسة باللغة العربية	1
الفصل الأول: مقدمة عامة	2
1-1) مقدمة.	3
1-2) التيتانيوم وخصائصه.	4
1-3) الزركون وخصائصه.	5
1-4) فوائد إضافة الزركون لخلائط التيتانيوم.	5
1-5) الخصائص الواجب توافرها في صفائح ترميم العظام.	5
1-6) خطوات تصنيع صفائح ترميم العظام بتقانة تعدين المساحيق المعدنية.	7
1-6-1) علم تعدين المساحيق المعدنية (powder Metallurgy).	7
1-6-2) خطوات تصنيع صفائح ترميم العظام باستخدام مواد تساعد على تشكيل المسامات.	9
1-6-3) طرق إزالة مواد تشكيل المسامات.	10
1-6-4) معالجة خلائط التيتانيوم المستخدمة في ترميم العظام.	11
1-7) المشكلة العلمية في البحث.	13
1-8) مسوغات البحث.	14
1-9) هدف البحث.	14
الفصل الثاني: الدراسات المرجعية السابقة.	15
الفصل الثالث: المواد والطرائق Materials and Methods.	29
3- المواد والطرائق Materials and Methods.	30
3-1) تصميم الدراسة study design.	30
3-2) مواد البحث.	31
3-3) الأجهزة المستخدمة.	31
3-4) الطرائق.	42

3-4-1) اختبارات المساحيق المستخدمة.	42
3-4-1-1) الفحص المجهري للمسحوق.	42
3-4-1-2) قياس الكثافة الظاهرية للمساحيق المستخدمة.	43
3-4-1-3) قياس حجم الحبيبات للمساحيق المعدنية المستخدمة.	44
3-4-1-4) تحديد نقاوة المساحيق المعدنية المستخدمة.	46
3-4-2) تحضير عينات صفائح ترميم العظام المسامية.	48
3-4-3) اختبارات العينات بعد التلبيد.	60
3-4-3-1) قياس مسامية العينات بعد التلبيد.	60
3-4-3-2) اختبار المقاومة على الانضغاط للعينات بعد التلبيد.	60
3-4-3-3) الفحص المجهري للعينات الملبّدة.	61
3-4-3-4) التوافق الحيوي للعينات.	62
الفصل الرابع: النتائج ومناقشتها.	67
4-1) مناقشة تجارب تحضير عينات صفائح ترميم العظام المسامية.	68
4-2) نتائج قياس مسامية العينات بعد التلبيد.	69
4-3) نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للعينات بعد التلبيد.	70
4-4) نتائج الفحص المجهري للعينات الملبّدة.	80
4-5) نتائج اختبار تحديد العناصر الكيميائية بطريقة تشتت طاقة الأشعة السينية لتحديد التوافق الحيوي للعينة المدروسة.	88
الفصل الخامس: الاستنتاجات والمقترحات.	91
5-1) الاستنتاجات.	92
5-2) المقترحات.	93
المراجع.	94
الملحقات.	100
ملخص الدراسة باللغة الإنكليزية.	128

فهرس الأشكال

الشكل (1) صفيحة ترميم العظام.	6
الشكل (2) المخطط التقاني لتعدين المساحيق.	8
الشكل (3) خطوات تصنيع صفائح ترميم العظام باستخدام مواد تساعد على تشكيل المسامات.	10
الشكل (4) المنطقة المدروسة في البحث من مخطط أطوار (تيتانيوم_ زركون) .	30
الشكل (5) المجهر الضوئي طراز (XJZ-6).	32
الشكل (6) جهاز قياس حجم الحبيبات (Mastersizer 2000E Malvern).	33
الشكل (7) جهاز تحديد العناصر الكيميائية بطريقة تشتت طاقة الأشعة السينية (EDX).	34
الشكل (8) الميزان الالكتروني طراز (LS1200) من شركة (sartrious).	34
الشكل (9) الخلاط الميكانيكي.	35
الشكل (10) قالب العينات الأسطوانية بقطر (10 mm).	35
الشكل (11) مكبس هيدروليكي يدوي.	36
الشكل (12) فرن المعالجة الحرارية الكتيم.	37
الشكل (13) وحدة التحكم التابعة لفرن المعالجة الحرارية الكتيم.	37
الشكل (14) جهاز الاختبارات الميكانيكية العامة طراز (WDW-50).	38
الشكل (15) آلة صقل العينات طراز PHOENIX 3000.	38
الشكل (16) جهاز قياس الأس الهيدروجيني (PH Meter).	39
الشكل (17) جهاز التنظيف بالأمواج فوق الصوتية.	40
الشكل (18) جهاز التحريك المغناطيسي مع تسخين.	41
الشكل (19) فرن المعالجة الحرارية.	41

الشكل (20) صورة لمسحوق التيتانيوم بالمجهر الضوئي بتكبير (500X).	42
الشكل (21) صورة لمسحوق الزركون بالمجهر الضوئي بتكبير (500X).	43
الشكل (22) صورة لمسحوق كربونات هيدروجين الأمونيوم بالمجهر الضوئي بتكبير (200X).	43
الشكل (23) منحني التوزع الحبيبي لمسحوق التيتانيوم المستخدم.	45
الشكل (24) منحني التوزع الحبيبي لمسحوق الزركون المستخدم.	45
الشكل (25) مكان توضع العينة في جهاز (EDX).	46
الشكل (26) البرنامج الحراري لعينات التجربة الأولى من تجارب تحضير عينات صفائح ترميم العظام المسامية.	49
الشكل (27) عينات (70%wt Ti-30%wt Zr-50%wt NH_4HCO_3) بعد التلبيد عند (1300°C).	49
الشكل (28) البرنامج الحراري لعينات التجربة الثانية.	50
الشكل (29) عينات (70%wt Ti-30%wt Zr-20,10%wt NH_4HCO_3) بعد التلبيد عند (900°C) لمدة (60 min).	51
الشكل (30) البرنامج الحراري لعينات التجربة الثالثة.	52
الشكل (31) العينات (70%wt Ti-30%wt Zr) الملبدة عند (900°C) لمدة (60 min).	52
الشكل (32) وضع العينة بوضع متمركز مع قرص الجهاز في اختبار المقاومة على الانضغاط.	55
الشكل (33) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة المدمجة بضغط كبس (1.5Ton=190.98Mpa).	56
الشكل (34) البرنامج الحراري المتبع في عملية تلبيد عينات البحث المطلوبة.	59
الشكل (35) عينات إحدى المجموعات المدروسة بعد التلبيد.	59
الشكل (36) صقل العينات.	61
الشكل (37) غمر العينة (6) بمحلول (NaOH 5M).	63
الشكل (38) غمر العينة (6) بمحلول (Ca Cl_2 100 mM).	63

الشكل (39) غمر العينة (6) في السائل الحيوي (SBF).	64
الشكل (40) قيمة الأس الهيدروجيني للسائل الحيوي المحضّر.	66
الشكل (41) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (4) من المجموعة الأولى من العينات.	73
الشكل (42) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (2) من المجموعة الثانية من العينات.	74
الشكل (43) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (2) من المجموعة الثالثة من العينات.	74
الشكل (44) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (2) من المجموعة الرابعة من العينات.	75
الشكل (45) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (1) من المجموعة الخامسة من العينات.	75
الشكل (46) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (6) من المجموعة السادسة من العينات.	76
الشكل (47) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (3) من المجموعة السابعة من العينات.	76
الشكل (48) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (5) من المجموعة الثامنة من العينات.	76
الشكل (49) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (4) من المجموعة التاسعة من العينات.	77
الشكل (50) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (3) من المجموعة العاشرة من العينات.	77
الشكل (51) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (3) من المجموعة الحادية عشرة من العينات.	78
الشكل (52) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (6) من المجموعة الثانية عشرة من العينات.	78
الشكل (53) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (2) من المجموعة الثالثة عشرة من العينات.	78
الشكل (54) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (3) من المجموعة الرابعة عشرة من العينات.	79
الشكل (55) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (4) من المجموعة الخامسة عشرة من العينات.	79
الشكل (56) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الأولى من العينات وتكبير مقداره (200X).	80
الشكل (57) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الثانية من العينات وتكبير مقداره (200X).	81

الشكل (58) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الثالثة من العينات وتكبير مقداره (200X).	81
الشكل (59) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الرابعة من العينات وتكبير مقداره (200X).	82
الشكل (60) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الخامسة من العينات وتكبير مقداره (200X).	82
الشكل (61) صورة مجهرية لعينة من المجموعة السادسة من العينات وتكبير مقداره (200X).	83
الشكل (62) صورة مجهرية لعينة من المجموعة السابعة من العينات وتكبير مقداره (200X).	83
الشكل (63) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الثامنة من العينات وتكبير مقداره (200X).	84
الشكل (64) صورة مجهرية لعينة من المجموعة التاسعة من العينات وتكبير مقداره (200X).	84
الشكل (65) صورة مجهرية لعينة من المجموعة العاشرة من العينات وتكبير مقداره (500X).	85
الشكل (66) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الحادية عشرة من العينات وتكبير مقداره (200X).	85
الشكل (67) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الثانية عشرة من العينات وتكبير مقداره (200X).	86
الشكل (68) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الثالثة عشرة من العينات وتكبير مقداره (200X).	86
الشكل (69) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الرابعة عشرة من العينات وتكبير مقداره (200X).	87
الشكل (70) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الخامسة عشرة من العينات وتكبير مقداره (500X).	87
الشكل (71) طيف العينة (5) الغير مغمورة في السائل الحيوي.	90
الشكل (72) طيف العينة (6) المغمورة في السائل الحيوي.	90

فهرس الجداول

الجدول (1) بعض من مواد تشكيل المسامية ودرجات حرارة تحللها.	10
الجدول (2) نتائج قياس الكثافة الظاهرية للمساحيق المستخدمة.	44
الجدول (3): العناصر الكيميائية الموجودة في مسحوق التيتانيوم المستخدم.	47
الجدول (4) العناصر الكيميائية الموجودة في مسحوق الزركون المستخدم.	47
الجدول (5) الكثافة والمسامية لعينات التجربة الثالثة بعد التلبيد.	54
الجدول (6) العينات المدروسة.	58
الجدول (7) التركيب الكيميائي للسائل الحيوي (SBF).	65
الجدول (8): نتائج قياس مسامية العينات بعد التلبيد.	70
الجدول (9) نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للعينات بعد التلبيد.	71

جدول الاختصارات الواردة في البحث:

الاختصار	المعنى باللغة الانكليزية	المعنى باللغة العربية
PLA	Polylactic acid	بوليمر حمض اللبن
PCL	polycaprolactone	بوليمر الكابرولاكتون
wt	Weight percent	نسبة وزنية
SBF	Simulated body fluid	السائل المحاكي لسائل الجسم البشري (السائل الحيوي)
PBS	Phosphate buffer saline	محلول الفوسفات الملحي

جدول المعادلات الواردة في البحث:

المعادلة (1): علاقة حساب الكثافة الظاهرية للمساحيق المستخدمة.	44
المعادلة (2): علاقة حساب الكثافة التجريبية للعينة.	52
المعادلة (3): علاقة حساب المسامية للعينات.	53
المعادلة (4): علاقة حساب الكثافة النظرية للخليطة المدروسة.	53
المعادلة (5): قيمة الكثافة النظرية للخليطة المدروسة.	53
المعادلة (6): علاقة حساب المقاومة على الانضغاط للعينة.	55
المعادلة (7): تحلل مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم.	68

"الملخص"

تتطلب الإصابات العظمية زرع مواد حيوية اصطناعية، مثل: المعادن، والمواد البوليميرية، والمواد السيراميكية وجرى اكتشاف هذه المواد لتحل مكان العظام المصابة.

ومع ذلك، فإنّ المواد الحيوية التقليدية للزرع تعاني من بعض مشاكل رد الفعل العكسي، وضعف القدرة على تحفيز تجديد أنسجة العظام، وبالتالي هناك طلب متزايد على تطوير مواد حيوية جديدة في هندسة أنسجة العظام، قادرة على التغلب على هذه المشاكل.

تمّ في هذا البحث إعداد صفائح ترميم العظام من خليطة (تيتانيوم_ زركون) بالنسب الوزنية التالية:

(70%wt Ti_30%wt Zr) باستخدام طريقة تعدين المساحيق المعدنية لتكون الخصائص الميكانيكية لهذه الصفائح متوافقة مع قيم الخصائص الميكانيكية للعظم البشري المسامي ومساميتها أعلى من (40%) وذلك لتحقيق عملية زرع مرضية وظيفياً لصفائح ترميم العظام، عن طريق تحضير (105) عينات باستخدام الخلاط الميكانيكي والقالب المعدني والمكبس الهيدروليكي اليدوي وفرن المعالجة الحرارية الكتيم. حُدّد ضغط الكبس المناسب للحصول على المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام تجريبياً عوضاً عن إضافة مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم على أنّها مادة مساعدة على تشكيل المسامات لأنّ إضافتها أدّت للحصول على عينات غير مقبولة إما مفتتة أو فيها تشققات كبيرة، حُدّدت درجة حرارة التلبيد المثلى وزمن التلبيد الأمثل للحصول على صفائح ترميم العظام بالخصائص الميكانيكية والمسامية المطلوبة و كانت درجات حرارة التلبيد المدروسة (900°C, 1000°C, 1100°C, 1200°C, 1300°C)، وأزمنة التلبيد (1h,2h,3h) بعد حساب المسامية للعينات الناتجة وتحديد الخصائص الميكانيكية لها بإجراء اختبار المقاومة على الانضغاط، وأخيراً قوّم التوافق الحيوي لصفائح ترميم العظام المنتجة.

تبيّن أنّ ضغط الكبس المناسب للحصول على صفائح ترميم العظام بالخصائص المطلوبة هو (190.985 Mpa)، درجة حرارة التلبيد المثلى للحصول على صفائح ترميم العظام المطلوبة هي (900°C)، وزمن التلبيد الأمثل هو (1h=60 min) في جو من الأرغون، أظهرت صفائح ترميم العظام (70%wt Ti–30%wt Zr) بمسامية (45.580%) المصنّعة في هذا البحث بشروط التلبيد المثلى توافقاً ميكانيكياً مع العظم البشري المسامي ، حيث كانت قيم المقاومة على الانضغاط و معامل يونغ لها هي على التوالي: (14.039 Mpa)، (0.715 Gpa)، بنيتها مؤلفة من المسامات و الطور (β)، وأثبتت تجربة السائل الحيوي (SBF) على عينة من العينات الملبّدة عند درجة الحرارة (900°C) والزمن (1h=60 min) أنّ العينة متوافقة حيوياً ولها القدرة على تشكيل الأباتيت عند زرعها في الجسم البشري.

الكلمات المفتاحية: تعدين المساحيق المعدنية، درجة حرارة التلبيد، زمن التلبيد، صفائح ترميم العظام، التوافق الحيوي.

الفصل الأول: مقدمة عامة

يتضمن هذا الفصل:

1-1) المقدمة.

2-1) التيتانيوم وخصائصه.

3-1) الزركون وخصائصه.

4-1) فوائد إضافة الزركون لخلائط التيتانيوم.

5-1) الخصائص الواجب توافرها في صفائح ترميم العظام.

6-1) خطوات تصنيع صفائح ترميم العظام بتقانة تعدين المساحيق المعدنية.

1-6-1) علم تعدين المساحيق المعدنية (Powder Metallurgy).

2-6-1)خطوات تصنيع صفائح ترميم العظام باستخدام مواد تساعد على تشكيل المسامات.

3-6-1) طرق إزالة مواد تشكيل المسامات.

4-6-1) معالجة خلائط التيتانيوم المستخدمة في ترميم العظام.

7-1) المشكلة العلمية في البحث.

8-1) مسوغات البحث.

9-1) هدف البحث.

1- 1) مقدمة introduction:

استخدمت المعادن وخلائطها كزرعات جراحية تقريباً منذ (125سنة) عندما تم ولأول مرة إدخال صفيحة معدنية لتثبيت كسر عظم وذلك في عام (1895). يجب أن تحقق المواد المعدنية المستخدمة في الزرع الشروط التالية: التوافق الحيوي، التوصيل العظمي، النشاط الحيوي، كما يجب أن تتمتع الخلائط المعدنية المستخدمة في التطبيقات الحيوية بمقاومة عالية ومقاومة جيّدة للتآكل. أكثر الخلائط المعدنية استخداماً في عمليات الزرع هي: الفولاذ المقاوم للصدأ، خلائط (Cr Co)، خلائط التيتانيوم، بالإضافة إلى استخدام المعادن النبيلة مثل: الذهب والفضة والبلاتين وخلائطها في تطبيقات طب الأسنان.

هناك معادن أخرى استخدمت أيضاً في عمليات الزرع: مثل معدن التنتاليوم، الخلائط غير المتبلورة، المعادن القابلة للتحلل[1] .

استخدم التيتانيوم في صناعة الأجهزة الطبية الحيوية مثل: دعامات القلب والأوعية الدموية، أجهزة تثبيت العمود الفقري. استخدمت خلائط التيتانيوم على نطاق واسع في التطبيقات الطبية الحيوية نظراً لخصائصها الممتازة التي تجمع بين المقاومة العالية مقاومة التآكل الجيّدة والتوافق الحيوي، أظهرت إضافة محتوى منخفض من الحديد إلى التيتانيوم مخاوف بشأن رد الفعل العكسي بين الزرعات الجراحية وجسم الإنسان.

يعتبر السلوك الميكانيكي للتيتانيوم في التطبيقات الطبية الحيوية غير مرضي بما فيه الكفاية، أدى ذلك إلى إدخال خليطة (Ti-6Al-4V) والتي لا تزال حتى الآن أكثر خلائط التيتانيوم استخداماً في تصنيع الأجهزة الطبية الحيوية ولكن أدى إطلاق أيونات الألمنيوم السامة والفاناديوم إلى حدوث أمراض متعددة مثل الزهايمر والاضطراب العقلي وبالتالي هناك معوقات حدت من استخدام خليطة (Ti-6Al-4V) في التطبيقات الطبية الحيوية.

لاحقاً بيّن الباحثون أن الطور β في خلائط التيتانيوم يتكيّف بشكل أفضل مع بنية العظام أكثر من الطور α، لذلك تركّز الاهتمام على إضافة عناصر خلائطية متوافقة حيوياً وتعمل على استقرار الطور β مثل (Ta,Nb,Zr) إلى التيتانيوم للحصول على خلائط التيتانيوم من النوع β المفضّل للزرعات الجراحية.

كما ثبت أنّ خلائط التيتانيوم مع عناصر خلائطية مثل (Zr,Nb) هي خلائط متوافقة حيوياً ولديها معامل مرونة قريب من معامل مرونة العظام البشرية [2].

تتطلب الإصابات العظمية زرع مواد حيوية اصطناعية لتقويم العظم المتضرر وإصلاحه، تُسمّى الهياكل المسامية التي تُوفر الدعم وتسمح للخلايا بالالتصاق والتكاثر والتمايز لاستعادة وظائف العظام بصفائح ترميم العظام وتقوم هياكل صفائح ترميم العظام بتحديد الشكل النهائي للعظم الجديد [3]. تُستخدم المواد التالية على نطاق واسع في تصنيع صفائح ترميم العظام: المواد المعدنية (مثل: خلائط التيتانيوم)، المواد السيراميكية (مثل: هيدروكسي أباتيت)، البوليمرات (مثل: PLA, PCL) [4] [5]، على الرغم من القدرة الكبيرة للبوليمرات على التحلل البيولوجي والتوصيل العظمي إلَا أنّ مقاومتها الميكانيكية ليست جيّدة بما فيه الكفاية، من ناحية أخرى تتميّز المواد السيراميكية بالمقاومة الميكانيكية الأفضل إلّا أنّها تسبب كسر العظم بسبب هشاشتها [6] .لذلك استُخدمت خلائط التيتانيوم على نطاق واسع في التطبيقات الطبيَة الحيوية نظراً لخصائصها الممتازة مثل: المقاومة العالية، التوافق الحيوي، المقاومة الجيّدة للتآكل، واستخدمت في تصنيع: مفصل الورك الاصطناعي، مفصل الركبة الاصطناعي، صفائح عظمية وبدائل العظام[8] [7] .

1-2) التيتانيوم و خصائصه:

التيتانيوم هو معدن أبيض أو فضي فاتح اللون غير سام ، كثافته ($4.5\ g/cm^3$)، نقطة الانصهار تبلغ حوالي تقريباً (1660 °C)، نقطة الغليان (3287 °C). كثافته منخفضة وله مقاومة عالية للتآكل عند تشكيل طبقة (TiO_2) على سطحه، يحترق في الهواء وفي جو من النتروجين، يظهر سلوكه الكيميائي العديد من أوجه التشابه مع السيليكا والزركون [9].

للتيتانيوم وخلائطه مقاومة عالية لذلك يعتبر التيتانيوم خياراً ممتازاً للتطبيقات الطبية الحيوية، علاوة على ذلك يعتبر التيتانيوم معدناً متوافقاً حيوياً لأنّه يتمتع بموصلية كهربائية منخفضة [10].

1-3) الزركون وخصائصه:

الزركون هو معدن فضي رمادي قوي، تتشابه خصائصه الكيميائية والفيزيائية مع معدن التيتانيوم، كثافته (6.4 g/cm^3)، نقطة الانصهار تبلغ حوالي تقريباً (1852 °C)، نقطة الغليان (4400 °C) .

معدن غير سام متوافق حيوياً، تقدم مواد الزرع المستخدمة في تطبيقات طب الأسنان وتطبيقات زراعة العظام والمصنّعة من الزركون خاصيّتين فريدتين تميّزها عن المواد المعدنية الأخرى المتوافقة حيوياً والمستخدمة في التطبيقات الحيوية وهي: تكوين طبقة سطحية تشبه العظم بعد زرعها بيئة الجسم وقابليتها المنخفضة للمغنطة التي لها أهمية كبيرة عند الحاجة لإجراء تصوير بالرنين المغناطيسي، كذلك تتمتع مواد الزرع المصنّعة من الزركون بخصائص ميكانيكية جيدة ومقاومة عالية للتآكل[9] .

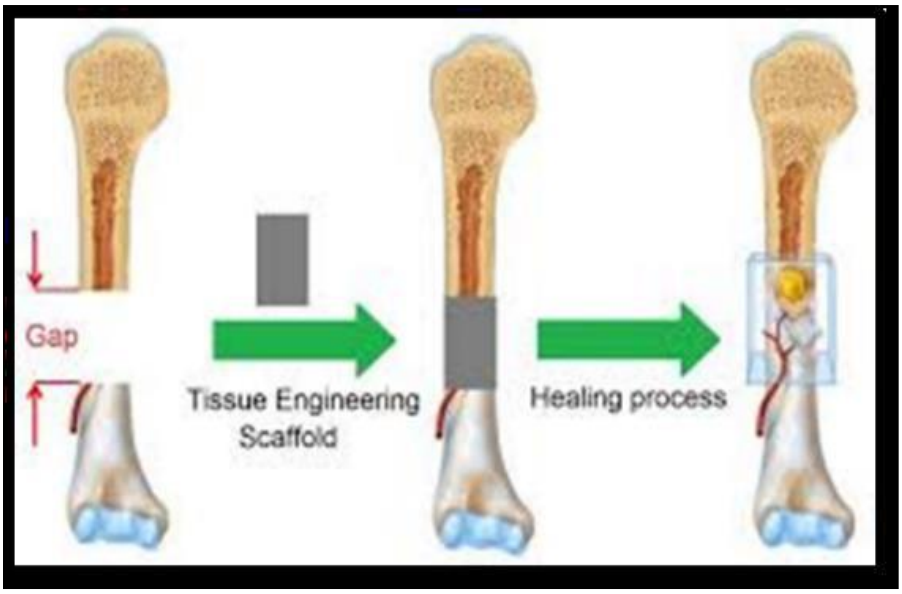
1-4) فوائد إضافة الزركون لخلائط التيتانيوم:

يُعدّ عنصر الزركون مادة ذات أهمية بالنسبة للزرعات الجراحية لأنّه يُظهر مقاومة ميكانيكية مقبولة، توافقاً حيوياً مرضياً، اندماجاً عظمياً جيّداً، مقاومة جيّدة للتآكل [11]، كما أظهرت الدراسات التي قارنت الزرعات الجراحية للتيتانيوم مع زرعات التيتانيوم المضاف لها زركون أن سطح الاتصال بين الزرعة والعظم كان أكبر في زرعات التيتانيوم المضاف لها زركون [12]، ينتمي كلٌ من التيتانيوم والزركون إلى المجموعة نفسها في الجدول الدوري للعناصر ويُشكل نظام (تيتانيوم–زركون) محلولاً صلباً كاملاً [13]. تُعد خلائط (Ti-Zr) من المواد الحيوية المعدنية الممتازة النشطة بيولوجياً لأنّ هذه الخلائط ممكن أن تتشكل على سطحها في الجسم الحي طبقة أباتيت تشبه العظم مما يُؤدّي إلى حدوث الترابط بين المادة الحيوية المزروعة والعظم السليم [14,15].

1-5) الخصائص الواجب توافرها في صفائح ترميم العظام:

تساعد صفائح ترميم العظام على تحفيز خلايا العظام الجديدة على النمو وبالتالي شفاء العيب ، هذه الصفائح ذات بنية مسامية تسمح بنمو الأنسجة العظمية الجديدة وبالتالي تقويم العظم المصاب [16]، ويبيّن الشكل (1) عملية زرع

صفيحة ترميم عظام وشفاء العظم المصاب بعد نمو الأنسجة العظمية الجديدة في الهيكل المسامي لصفيحة ترميم العظام [17].



الشكل (1) صفيحة ترميم العظام[17] .

وللبنية المسامية أيضاً أثر في جعل معامل المرونة لصفيحة الترميم المزروعة قريب من معامل المرونة للأنسجة العظمية المضيفة وبالتالي منع حدوث ارتشاف للعظم والحصول على عملية زرع مرضية وظيفياً [18] ، لذلك يجب أن تتمتع صفائح ترميم العظام بمسامية أعلى من (40%) [16] ، و أن تكون خصائصها الميكانيكية قريبة جدّاً من خصائص العظم الطبيعي[19] :

- معامل مرونة منخفض (0.1÷30 Gpa).
- مقاومة انضغاط (2÷200 Mpa)[20] .

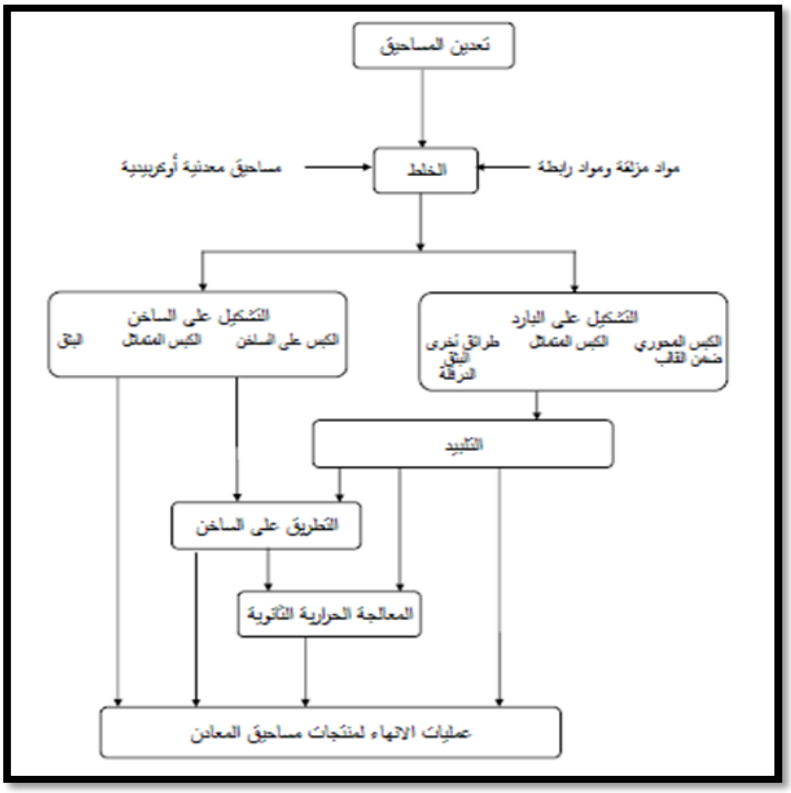
تُفضّل خلائط التيتانيوم من النوع (β) للزرعات الجراحية نظراً لمقاومتها الميكانيكية العالية، وتوافقها الحيوي الجيّد، معامل مرونتها المنخفض، مقاومتها الممتازة للتآكل، يُعدّ الزركون من العناصر الخلائطية التي تعمل على استقرار الطور (β) في خلائط التيتانيوم [21].

1-6) خطوات تصنيع صفائح ترميم العظام بتقانة تعدين المساحيق المعدنية:

تُعد تقانة تعدين المساحيق المعدنية طريقة فعّالة لإنتاج المواد الحيوية المسامية، و تسمح هذه الطريقة بالحصول على المسامية المطلوبة من خلال التحكم بضغط التدميج أو إضافة مواد تساعد على تشكيل المسامات مثل: (كربونات هيدروجين الأمونيوم NH_4HCO_3) تزال هذه المواد بسهولة عن طريق عملية التلبيد.

1-6-1) علم تعدين المساحيق المعدنية (Powder Metallurgy):

تطلق عبارة ميتالورجيا المساحيق على مجمل العمليات التقنية التي يتم بموجبها الحصول على مساحيق معدنية، ثم الاستفادة من هذه المساحيق أو خلائطها، أو خلائط المساحيق المعدنية مع مساحيق أو مواد غير معدنية أو شبه معدنية، وذلك بتشكيلها تحت ضغطٍ عالٍ ومعالجتها حرارياً لفترة زمنية محددة إلى درجة حرارة أقل من درجة حرارة انصهار أحد مكونات مزيج المسحوق الأساسية على الأقل للحصول منها مباشرة على منتجات جاهزة أو نصف جاهزة للاستعمال دون اللجوء إلى تقنيات التعدين المألوفة مثل الصهر والسكب وما يعقبها من عمليات التشكيل والتشغيل[22]. تتلخص مراحل عمليات التصنيع باستخدام تقنية تعدين المساحيق المعدنية بالمخطط التقاني العام المبيّن في الشكل (2).



الشكل (2) المخطط التقاني لتعدين المساحيق [23].

كما هو مبين من المخطط التقاني السابق أن الخطوات الأساسية في تعدين المساحيق تتلخص كما يلي:

1- إنتاج المساحيق المعدنية: تختلف الطرائق المتبعة في الحصول على المساحيق المعدنية باختلاف طبيعة المعدن وحالة تواجده وطبيعة المساحيق المراد تحضيرها والخواص التي يجب أن تتوافر فيها، إضافة إلى خواص القطع النهائية التي ستنتج من هذه المساحيق. هناك عموماً ثلاث طرائق لإنتاج المساحيق المعدنية وهي: الطرائق الكيميائية، الطرائق الفيزيائية، الطرائق الميكانيكية.

2- المزج: هو خلط مكونات المسحوق مع بعضها البعض من أجل الوصول إلى تجانس توزيع المكونات من حيث الشكل والحجم والنوع، وتستخدم أنواع متعددة من الخلاطات لإجراء عملية المزج وخلط المساحيق.

3- الكبس: يكمن الهدف الرئيسي من كبس المساحيق في تكثيف المسحوق وتشكيله إلى الشكل المرغوب ووفقاً للأبعاد المطلوبة مع مراعاة التحكم بمستوى المسامية المطلوبة وإعطاء المسحوق المتانة الكافية لإجراء عملية التلبيد

اللاحقة. عملية الكبس إما تتم كبس على البارد أو كبس على الساخن بحيث تترافق عملية الكبس مع وجود حرارة ولا يكون هناك داعي لإجراء عملية تلبيد لاحقة في هذه الحالة.

يعد الكبس في القوالب الطريقة التقليدية الأكثر استخداماً في تعدين المساحيق، وتشتمل تجهيزاتها على القوالب المعدنية والمكابس الهيدروليكية أو الميكانيكية.

4- التلبيد: تعد عملية التلبيد من أهم عمليات تعدين المساحيق المعدنية وذلك لتأثيرها المباشر في خواص القطعة المنتجة ومواصفاتها كافة، يعود ذلك إلى ما تحدثه من تغيرات في بنية المسحوق، بعد الانتهاء من التشكيل بالكبس تكون القطعة هشة غير قابلة للاستخدام وتتفتت عند تعرضها لأي إجهاد خارجي، لذلك تعرّض لعملية التلبيد لإكسابها المتانة الكافية والخواص الفيزيائية والكيميائية اللازمة للاستخدام. والتلبيد هو الآلية التي يتم بواسطتها ربط حبيبات المسحوق للمضغوطات الرطبة (الخضراء) وتماسكها مع بعضها البعض دون صهرها حيث تتشكل روابط عبر الحدود المتداخلة للحبيبات. يتوجب عند إجراء عملية التلبيد السيطرة والتحكم بالأجواء المحيطة بالقطع بهدف حماية المساحيق من الأكسدة والتفاعلات غير المرغوبة، فلا يمكن إجراء التلبيد في الهواء أو في جو غني بالأوكسجين لا بد من تأمين جو خاص يناسب المسحوق قيد التلبيد. تتشابه أفران التلبيد مع أفران المعالجة الحرارية ذات الأجواء الواقية.

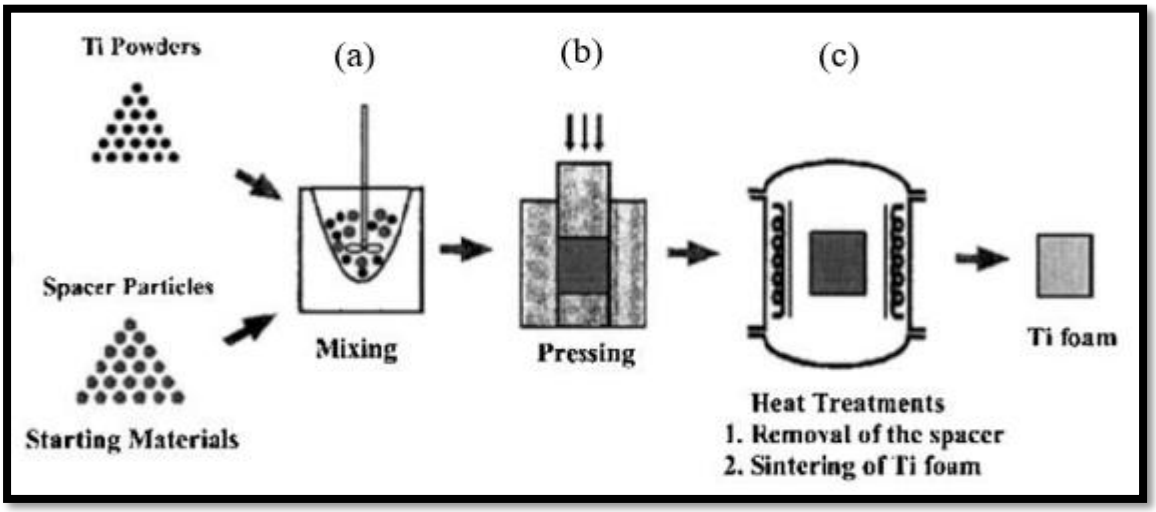
أهم تطبيقات تكنولوجيا تعدين المساحيق: القطع ذات المسامية العالية، قطع الآلات وعناصرها، المواد والقطع الاحتكاكية، أدوات القطع، مواد الصناعات الكهربائية..... الخ [22].

1-6-2)خطوات تصنيع صفائح ترميم العظام باستخدام مواد تساعد على تشكيل المسامات:

وتتلخّص هذه التقنية كما هو موضّح في الشكل (3) بالخطوات التالية:

1) خلط المساحيق المعدنية مع مادة تشكيل المسام (3-a).
2) ضغط أو (كبس) المواد الحبيبية (3-b).
3) إزالة مواد تشكيل المسامات(3-c-1).

4) تلبيد صفيحة ترميم العظام المسامية (3-c-2) [18].



الشكل (3) خطوات تصنيع صفائح ترميم العظام باستخدام مواد تساعد على تشكيل المسامات[24] .

3-6-1) طرق إزالة مواد تشكيل المسامات:

- ✓ إزالة مواد تشكيل المسامية عن طريق المعالجة الحرارية: تعتمد هذه الطريقة على إزالة مواد تشكيل المسامات عن طريق المعالجة الحرارية عند درجات حرارة أعلى من درجة حرارة تحلل المادة المستخدمة حيث تتبخر المادة ونحصل مكانها على الفراغات المطلوبة [18]، من المواد التي تزال عن طريق المعالجة الحرارية مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم (NH_4HCO_3)، ويوضّح الجدول (1) عدداً من مواد تشكيل المسامية المعروفة والمستخدمة ودرجات حرارة تحللها وإزالتها:

الجدول (1) بعض من مواد تشكيل المسامية ودرجات حرارة تحللها [18] :

مادة تشكيل المسامية	درجة حرارة التحلل	درجة حرارة الإزالة
كربونات هيدروجين الأمونيوم	60 ℃	$150 - 175$ ℃
كربامید	133 ℃	> 600 ℃
نشاء التابيوكا	_____	450 ℃

كما هو موضّح من الجدول (1) تزال مواد تشكيل المسامية عند درجة حرارة أعلى من درجة حرارة التحلل لمادة تشكيل المسامية، حيث تتبخر المادة ونحصل مكانها على الفراغات المطلوبة [18].

من الممكن أيضاً إزالة مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم (NH_4HCO_3) عند درجة حرارة ($400\ ^\circ C$)، ويجري التثبيت عند هذه الدرجة لمدة ($2-1$ ساعة) لتتبخر وتترك مكانها الفراغات المطلوبة [22].تُعدّ مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم مناسبة للحصول على مسامية صفائح ترميم العظام لأنّها منخفضة التكلفة ويمكن إزالتها بسهولة خلال عملية التلبيد في أثناء تصنيع صفائح ترميم العظام [25] .

- ✓ إزالة مواد تشكيل المسامية عن طريق الترشيح بسائل:

تعتمد هذه الطريقة على غمر الصفيحة في السائل للسماح بذوبان المادة المشكلة للمسامات فتتشكل فتحات ومسامات مترابطة، نختار الماء وسيلة ترشيح لعديد من مواد تشكيل المسامية مثل كلوريد الصوديوم واستخدمت وسائل ترشيح أخرى مثل ($NaOH$) لإزالة مواد تشكيل المسامية غير القابلة للذوبان في الماء مثل المغنيزيوم [18] .

1-6-4) معالجة خلائط التيتانيوم المستخدمة في ترميم العظام:

لزيادة النشاط الحيوي لأسطح خلائط التيتانيوم وبالتالي تحقيق الترابط بين صَفيحة الترميم المزروعة والعظم نقوم بإجراء معالجات كيميائية لأسطح هذه الخلائط، تشمل الطرق الكيميائية للمعالجة: التنميش بالحمض، الأكسدة باستخدام بيروكسيد الهيدروجين، معالجة (قلوية–حرارية)، معالجة (قلوية–حمضية)، الخ....[26] .

بعد المعالجات الكيميائية والحرارية تصبح أسطح خلائط التيتانيوم نشطة بيولوجياً باستخدام تقنية الطلاء الحيوي المحاكي لسائل الجسم البشري (SBF) وهو عبارة عن: محلول يحتوي على أيونات غير عضوية بتراكيز مماثلة لتلك الموجودة في بلازما الدم البشري، ولكن لا يحتوي على أي خلايا أو بروتينات[27] .

إنّ المعالجة القلوية بمحلول هيدروكسيد الصوديوم هي الطريقة الأكثر استخداماً لزيادة نشاط السطح المُعالج، ومع ذلك أظهرت عديد من الدراسات قدرة أفضل على تشكيل الأباتيت عند إجراء المعالجة الحرارية [28,29]. في أثناء المعالجة القلوية طبقة (TiO_2) الموجودة على سطح التيتانيوم تذوب جزئياً في المحلول القلوي بسبب وجود مجموعات

الهيدروكسيل، إضافة إلى ذلك ينتج عن هجوم الهيدروكسيل على (TiO_2) المُمَيّه هيدرات سالبة الشحنة على السطح المُعالج، تتّحد هذه الأنواع سالبة الشحنة مع الأيونات القلوية في المحلول المائي لإنتاج طبقة هيدروجيل تيتانات قلوية ($Na_2 - XH_XTi_3O_7.n\,H_2O$) حيث: (X: عدد ذرات الهيدروجين الممكن أن تحل مكان ذرات الصوديوم في الصيغة) و (n: عدد جزيئات الماء المسببة للهيدروجيل) [30].

في أثناء المعالجة الحرارية تُجفّف طبقة الهيدروجيل وتكثّف لتشكيل طبقة تيتانات قلوية مستقرة متبلورة أو غير متبلورة [31]. إنّ مجموعات (Ti-OH) المتشكلة على سطح تيتانات الصوديوم بعد الغمر في السائل المحاكي لسائل الجسم البشري (SBF) تكون سالبة الشحن، وبالتالي ستتّحد بشكل انتقائي مع أيونات (Ca^{2+}) ذات الشحنة الموجبة في المحلول لتشكيل تيتانات الكالسيوم. مع تراكم أيونات الكالسيوم على السطح يكتسب السطح تدريجياً شحنة موجبة، نتيجة لذلك يتّحد السطح الموجب الشحنة مع أيونات الفوسفات سالبة الشحنة لتشكيل فوسفات الكالسيوم غير المتبلور. يتحول فوسفات الكالسيوم تلقائياً إلى أباتيت في بيئة الجسم لأنّ الأباتيت هو الطور المستقر[32] .

بيّن الباحث (TaKashi Kizuki) وآخرون [33] أنّ أفضل معالجة للسطح المعدني التي تتشكل من خلالها طبقة الأباتيت على السطح المعدني بعد غمره لمدة يوم واحد فقط في السائل الحيوي هي: (معالجة قلوية بمحلول هيدروكسيد الصوديوم_ معالجة بمحلول كلوريد الكالسيوم_ معالجة حرارية_ معالجة بالماء الساخن)، و تُمكّن هذه المعالجة من دمج عدد كبير نسبياً من الكالسيوم بسهولة على السطح المعدني المُعالج بعد غمره في محلول هيدروكسيد الصوديوم ($NaOH$) ثُمّ غمره في محلول كلوريد الكالسيوم ($CaCl_2$)، وذلك لأنّ تيتانات هيدروجين الصوديوم التي تشكلت على السطح المعدني خلال المعالجة بمحلول هيدروكسيد الصوديوم ($NaOH$) لها بنية ذات طبقات و تُستبدل أيونات الصوديوم (Na^+) الموجودة فيها بسهولة بأيونات الكالسيوم (Ca^{2+}) بعد معالجة السطح بمحلول كلوريد الكالسيوم ($Ca\ Cl_2$).

في المعالجة الحرارية اللاحقة نحصل على حركية منخفضة لشوارد الكالسيوم (Ca^{2+}) في تيتانات الكالسيوم الناتجة عن تيتانات هيدروجين الكالسيوم. زادت قدرة تشكيل الأباتيت من التيتانيوم المُعالج حرارياً بشكل ملحوظ عندما جرت معالجته فيما بعد بالماء الساخن.

1-7) المشكلة العلمية في البحث:

تتطلب الإصابات العظمية زرع مواد حيوية اصطناعية، مثل: المعادن، والمواد البوليميرية، والمواد السيراميكية وجرى اكتشاف هذه المواد لتحل مكان العظام المصابة.

ومع ذلك، فإنّ المواد الحيوية التقليدية للزرع تعاني من بعض مشاكل رد الفعل العكسي، وضعف القدرة على تحفيز تجديد أنسجة العظام، وبالتالي هناك طلب متزايد على تطوير مواد حيوية جديدة في هندسة أنسجة العظام، قادرة على التغلب على هذه المشاكل.

المواد الحيوية المعدنية الرئيسية هي: الفولاذ المقاوم للصدأ، خلائط الكوبالت، التيتانيوم وخلائطه، لا يُستخدم الفولاذ المقاوم للصدأ في تصنيع صفائح ترميم العظام لأنّها تتمتّع بقيم عالية لمعامل المرونة ممّا يؤدي إلى حدوث ارتشاف العظم.

تستخدم خلائط التيتانيوم على نطاق واسع في التطبيقات الطبية الحيوية نظراً لخصائصها الممتازة مثل: المقاومة العالية، التوافق الحيوي، المقاومة الجيدة للتآكل، واستخدمت في تصنيع: مفصل الورك الصناعي، مفصل الركبة الصناعي، صفائح عظمية، وبدائل العظام.

توسع استخدام الزركون في الطب وطب الأسنان بسبب خصائصه الفيزيائية والبيولوجية الجيدة، ومقاومته للاهتراء وأظهرت بدائل الزركون في عظم الفخذ مقاومة عالية للاهتراء.

1-8) مسوغات البحث:

من شروط زراعة المواد الحيوية المستخدمة في هندسة الأنسجة العظمية وجود بنية مسامية تحاكي بنية العظم، وتسمح البنية المسامية بنمو الأنسجة العظمية الجديدة مما يسمح بتقويم العظم المصاب، كما أنّ البنية المسامية تقلل من معامل المرونة للمواد المزروعة وتجعله قريباً من معامل المرونة للعظم البشري وبالتالي منع حدوث ظاهرة ارتشاف العظم وتعزيز التوافق الحيوي الميكانيكي.

تعد تقانة تعدين المساحيق المعدنية طريقة فعّالة لإنتاج المواد الحيوية المسامية، وتسمح هذه الطريقة بالحصول على المسامية المطلوبة من خلال التحكم بضغط التدميج أو إضافة مواد تحقق المسامية المطلوبة مثل (NH_4HCO_3)، حيث تُزال المواد بسهولة عن طريق عملية التلبيد.

1-9) هدف البحث:

- تحضير خليطة (70%Ti-30%Zr) ذات بنية مسامية تحاكي بنية العظم باستخدام تكنولوجيا تعدين المساحيق المعدنية.
- تحديد محتوى كربونات هيدروجين الأمونيوم اللازم إضافتها للحصول على المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام المنتجة.
- تحديد ضغط التدميج اللازم تطبيقه للحصول على صفائح ترميم العظام بالمسامية المطلوبة.
- تحديد بارامترات التلبيد المثلى (درجة حرارة التلبيد_ زمن التلبيد) لتكون الخصائص الميكانيكية لصفائح ترميم العظام (70%Ti-30%Zr) المسامية والمنتجة في هذا البحث قريبة جداً من خصائص العظم الطبيعي وذلك لتحقيق عملية زرع مُرضية وظيفياً لصفائح ترميم العظام (scaffolds):

  1- معامل مرونة منخفض (0.1÷30 Gpa)

  2- مقاومة انضغاط (2 ÷ 200 Mpa).
- تقييم التوافق الحيوي لصفائح ترميم العظام(70%Ti-30%Zr) المسامية المنتجة في هذا البحث.

الفصل الثاني: الدراسات المرجعية السابقة

يتضمن هذا الفصل:

عرض لأبرز الدراسات التي تناولت البحث في مواضيع تصنيع وتوصيف خلائط التيتانيوم المحضّرة باستخدام تقانة تعدين المساحيق المعدنية والمستخدمة في التطبيقات الطبية الحيوية.

بعض الباحثون درس تأثير محتوى عنصر (Nb) على المسامية والخصائص الميكانيكية لخليطة (Ti–Nb–Zr)، دراسات أخرى تناولت دراسة تأثير زمن الطحن على الأطوار المتشكلة في بنية الخليطة، قام أحد الباحثون باستخدام المغنيزيوم مادة مساعدة لتحقيق المسامات المطلوبة في صفائح ترميم العظام المصنّعة من التيتانيوم، بعضهم اعتمد على إضافة حبيبات السكر أو النشاء للحصول على المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام، البعض الآخر اعتمد على إضافة مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم بنسب وزنية أو حجمية مختلفة للحصول على المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام.

بالإضافة إلى اعتماد طرائق وتقنيات مختلفة من قبل الباحثين لتقييم التوافق الحيوي لصفائح ترميم العظام المصنّعة في أبحاثهم.

قام الباحث (wen,2002) وآخرون [24] بتصنيع رغاوي التيتانيوم باستخدام طريقة تعدين المساحيق المعدنية وحصلوا على بنية مسامية ثنائية التوزيع (مسامات ماكروية ومسامات ميكروية) تحاكي بنية العظم الطبيعي تم الكشف عنها باستخدام مجهر المسح الالكتروني، ازدادت قيم الخصائص الميكانيكية بازدياد الكثافة وكانت الخصائص الميكانيكية لرغاوي التيتانيوم ذات الكثافة النسبية المنخفضة (0.20-0.30) قريبة من الخصائص الميكانيكية للعظم البشري الاسفنجي، بينما الخصائص الميكانيكية لرغاوي التيتانيوم ذات الكثافة النسبية العالية (0.50-0.65) قريبة من الخصائص الميكانيكية للعظم البشري القشري، إضافة إلى ذلك، أظهرت رغاوي التيتانيوم قدرة جيّدة على تشكيل طبقة أباتيت تشبه العظم تم الكشف عنها باستخدام مجهر المسح الالكتروني وبالكشف عن وجود قمم تيتانات الصوديوم باستخدام اختبار حيود الأشعة السينية (XRD) ، حيث تشكلت هذه الطبقة بعد المعالجة الكيميائية بمحلول (NaOH) ثمّ الغمر لمدة (6أيام) في السائل المحاكي لسائل الجسم البشري (السائل الحيويSBF). أجرى الباحثون عملية تشكيل الرغاوي باستخدام ضغط كبس (100 Mpa)، لم يتطرق الباحثون لشرح سبب اختيار هذه القيمة تحديداً لتشكيل رغاوي التيتانيوم المطلوبة كما لم يوضحوا سبب اختيار مدة الغمر في SBF.

قام الباحث (Wang, 2009) وآخرون بتصنيع صفائح ترميم العظام من خليطة (Ti-10Nb-10Zr) لها بنية مسامية ثنائية النسق: مسامات ماكروية (300–800μm) ومسامات ميكروية دقيقة حيث جرى خلط المساحيق المعدنية باستخدام آلة طحن مزودة بكرات من الفولاذ المقاوم للصدأ بعدها مزج الباحثون الخليط المعدني مع مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم ثم شُكلت العينات بالكبس على البارد باستخدام مكبس هيدروليكي ثم التلبيد باستخدام فرن تخلية، وبتغيير نسبة مادة تشكيل المسامية كربونات هيدروجين الأمونيوم ($20,30,40,50,60,\%wt\ NH_4HCO_3$) تراوحت نسبة المسامات بين (42-74%) بعد التلبيد عند درجة حرارة (1200°C)،كانت قيمة معامل المرونة لصفائح ترميم العظام ذات مسامية (59%) تساوي (5.6 Gpa)، وكانت قيمة الإجهاد الوسطي لقيم الإجهادات على الضغط

(137 Mpa)، كشفت عملية زرع صفائح ترميم العظام عن نمو خلايا تشبه الخلايا العظمية (SaOS2) على السطح وداخل المسام.

أوضحت الدراسة السابقة أنّ صفائح ترميم العظام المسامية (TiNbZr) هي صفائح ترميم عظام حيوية واعدة في تطبيقات هندسة أنسجة العظام بفضل خصائصها الميكانيكية المناسبة وبنيتها المسامية والتوافق الحيوي الممتاز، حيث قدم الباحثون دراسة مفصلة تشمل جميع النقاط الواجب أخذها بعين الاعتبار في تصنيع صفائح ترميم العظام[34] .

قام الباحث (Bottino, 2009) وآخرون بتحضير عينات من خليطة (Ti-13Nb-13Zr) باستخدام طريقة تعدين المساحيق المعدنية باستخدام قالب مطاطي بكبس متماثل من جميع الجهات وبإجراء عملية التلبيد باستخدام بوتقة النيوبيوم وبتخلية عالية ، وصفّت هذه الخليطة وأجري تقويم حيوي للعينات المحضرة وذلك لبيان أثر درجة حرارة التلبيد حيث أظهرت العينات الملبّدة عند درجة حرارة (1000°C) أعلى مستوى للمسامية (30%)، وتميّزت المسام بأنّها مفتوحة ومترابطة ويتراوح قطرها من (50÷100µm) ، أظهرت العينات الملبّدة عند درجات حرارة (1300°C), (1500°C) كثافة عالية مع مسامية (10%) موزّعة المسامات في بنية مجهرية متجانسة.

تبين أنه بزيادة درجة حرارة التلبيد تزداد كثافة العينة، لكن الكثافة العالية تعيق نمو الأنسجة العظمية الجديدة.

لم تكشف اختبارات السمية للخلايا عن أي آثار سامة للعينات المحضّرة، بعد مدة شفاء مدّتها 8 أسابيع في عظم الساق لأرنب، استعاد الباحثون الزرعات وتمت معالجة الزرعات من أجل إجراء التحليل النسيجي ثم تقويمها باستخدام مجهر المسح الالكتروني، لاحظ الباحثون نمو العظم الجديد فقط في العينات الملبّدة عند درجة حرارة (1000°C) و بلغت قيمة المسامية لهذه العينات (30%).

قدّم الباحثون في هذه الدراسة شرح مفصل عن كيفية إجراء التحليل النسيجي بالإضافة إلى توصيف عملية الزرع[35].

قام الباحث (Maya, 2012) وآخرون بتحضير عينات من الخلائط: (Zr-34.5%Ti-5.5%Nb)، (Zr-34.4%Ti-1.6%Nb) بطريقة تعدين المساحيق المعدنية وباستخدام مادة مساعدة لتشكيل المسامات وهي (كربونات

هيدروجين الأمونيوم_NH_4HCO_3)، بلغت مسامية الخلائط المحضّرة (70%) ، متوسط حجم المسام حوالي (260µm) حيث قام الباحثون بقياس توزع حجم المسام باستخدام التحليل الكمي للصور المجهرية من مجهر المسح الالكتروني، وحدد الباحثون الأطوار المتشكلة في الخلائط باستخدام اختبار حيود الأشعة السينية حيث لاحظوا وجود الطورين (β,α) مع زيادة كمية الطور (β) بازدياد محتوى (Nb).

لُوحظ اختلاف قيم معامل يونغ وقيم الإجهاد الوسطي لإجهادات الانضغاط باختلاف محتوى (Nb) في الخليطة، ومجال قيم معامل يونغ (0.3÷1.4 Gpa) ومجال قيم الإجهاد الوسطي لإجهادات الانضغاط (11÷32Mpa).

أظهرت جميع الخلائط التي اختبرت توافقاً بيولوجياً ممتازاً في الأنسجة تحت الجلد وكذلك في أنسجة العظام.

لم يحدد الباحثون النسبة الوزنية المضافة من مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم، درس الباحثون تأثير محتوى النيوبيوم (Nb) على البنية المجهرية والخصائص الميكانيكية ولكن لم تكن النسبة الوزنية لكلاً من التيتانيوم والزركون ثابتة في الخلائط المدروسة [36].

قام الباحث (Mansourighasri, 2012) وآخرون بتصنيع رغاوي التيتانيوم بطريقة تعدين المساحيق المعدنية مع استخدام النشاء مادة مساعدة في تشكيل المسام، لأن النشاء بوليمر عضوي صديق للبيئة يمكن حرقه بسهولة عن طريق التسخين، ولأن النشاء مستقر كيميائيا وغير قابل للذوبان في التيتانيوم، خلط الباحثون مسحوق التيتانيوم مع النشاء يدوياً وحصلوا على المدمجات الخضراء باستخدام الكبس المحوري باستخدام مكبس هيدروليكي وبقيمة للضغط (100 Mpa) ثم إجراء عملية التلبيد في فرن تخلية.

دُرست الخصائص الميكانيكية والبنية المجهرية باستخدام مجهر المسح الالكتروني لرغاوي التيتانيوم الناتجة.

تراوحت المسامية لرغاوي التيتانيوم المحضرة (64% ÷ 79%)، وأحجام المسام المفتوحة (100–300µm).

مقاومة الخضوع للرغاوي المحضّرة (23÷41 Mpa)، معامل يونغ (1.6÷3.7 Gpa).

دُرست البنية المجهرية لرغاوي التيتانيوم المحضّرة قبل عملية التلبيد وبعدها باستخدام اختبار انحراف الأشعة السينية للتأكد من أن الرغاوي لا تحتوي على أي شوائب من النشاء بعد عملية التلبيد. لم يشير الباحثون إلى معدل التسخين المعتمد في هذه الدراسة عند إجراء عملية التلبيد[37] .

قام الباحث (Torres, 2012) وآخرون بدراسة عينات مسامية من التيتانيوم النقي محضّرة باستخدام طريقة تعدين المساحيق المعدنية مع إدخال كربونات هيدروجين الأمونيوم (NH_4HCO_3) مادة مساعدة على تشكيل المسام، تمّت عملية الخلط باستخدام خلاط (T2C) لمدة (40 min)، تمت عملية الحصول على المدمجات الخضراء باستخدام آلة الاختبارات العامة (Instron 5505)، أما عملية التلبيد جرت باستخدام فرن سيراميكي مع تخلية. قُوّمت المسامية والخصائص الميكانيكية لتحديد تأثير ضغط الكبس (200÷800 Mpa) باستخدام محتوى ثابت من مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم (NH_4HCO_3) لجميع العينات المحضّرة، كانت قيم المسامية (41%÷45%). أعطت القياسات عن طريق اختبار الضغط أحادي المحور وتقنية الموجات فوق الصوتية أنّ قيم معامل يونغ كانت منخفضة (3.1÷5.1 Gpa) بما يكفي لتقليل ظاهرة ارتشاف العظم مع الاحتفاظ بمقاومة ميكانيكية مناسبة، أظهرت الاختبارات البيولوجية على التيتانيوم المسامي النقي التصاقاً والتحاماً جيّداً لأورومات العظم داخل المسام وهو مؤشر على تحقيق الاندماج العظمي من خلال تقديم شرح مفصل عن كيفية تحضير العينات لإجراء الاختبارات البيولوجية في المختبر [38].

قام الباحث (Ágreda, 2012) وآخرون بمقارنة قابلية تشكل الأباتيت على عينات تيتانيوم أسطوانية محضّرة باستخدام تقانة تعدين المساحيق المعدنية وعينات أخرى كانت على شكل صفائح من التيتانيوم، وذلك بعد غمر عينات التيتانيوم الصفائحية والعينات المحضّرة باستخدام تقانة تعدين المساحيق المعدنية في السائل الحيوي (SBF)، كما قام الباحثون بإجراء عدة أنواع من المعالجات الكيميائية لسطح العينات والمقارنة بين سماكة طبقة الأباتيت المتشكلة على سطح العينات عند كل نوع من المعالجات الكيميائية المستخدمة، المعالجات الكيميائية المستخدمة: معالجة قلوية، (قلوية– معالجة حرارية)، (حمضية– قلوية)، (قلوية– كلوريد الكالسيوم– معالجة حرارية–

معالجة بالماء الساخن)، وتبيّن أن طبقة الأباتيت على عينات التيتانيوم المحضّرة باستخدام تقانة تعدين المساحيق المعدنية تشكّلت بعد غمر العينات لمدة يوم واحد فقط في السائل الحيوي (SBF)، بينما تشكلت طبقة الأباتيت على عينات التيتانيوم الصفائحية بعد غمرها لمدة تسعة أيام في السائل الحيوي (SBF).

أكبر سماكة لطبقة الأباتيت على عينات التيتانيوم المحضّرة باستخدام تقانة تعدين المساحيق المعدنية كانت باستخدام المعالجة الكيميائية (قلوية– كلوريد الكالسيوم– معالجة حرارية– معالجة بالماء الساخن) بعد غمرها ليوم واحد فقط في السائل الحيوي (SBF)، أما بالنسبة لعينات التيتانيوم الصفائحية كانت أكبر سماكة لطبقة الأباتيت عند إجراء معالجة (حمضية – قلوية) بعد غمرها لمدة تسعة أيام في السائل الحيوي (SBF)[39] .

قام الباحث (Rao, 2014) وآخرون بتحضير خلائط (Ti-Nb-Zr) مع مسامية مختلفة (6.06%÷62.8%) باستخدام مادة (NH4HCO3) بنسب وزنية مختلفة ($0,20,35,50\%wt$) باستخدام طريقة تعدين المساحيق المعدنية للتطبيقات الحيوية بإجراء عملية خلط للمساحيق المستخدمة بخلاط يدور بسرعة (400 r.p.m) لمدة (4h) والتلبيد باستخدام فرن تخلية، دُرس تأثير محتوى (Nb) على المسامية والخصائص الميكانيكية وحُضّرت الخليطتان: (Ti-20Nb-15Zr)، (Ti-35Nb-15Zr)، تتناقص الخصائص الميكانيكية مع زيادة المسامية وزيادة محتوى (Nb) في الخليطة، حيث تناقصت قيم قساوة فيكرز كما يبين المجال التالي ($630 \div 290HV$) بعد تطبيق حمل (10Kg) لمدة (30s) ، وتناقصت قيم المقاومة على الضغط ($1530.5 \div 73.4Mpa$), وأيضاً تناقصت قيم معامل المرونة ($10.8 \div 1.2$Gpa) بعد إجراء اختبار المقاومة على الانضغاط باستخدام آلة الاختبارات العامة (Instron 5565) وبسرعة للرأس المتحرك (0.5mm/min)، وبإجراء اختبار حيود الأشعة السينية تبيّن وجود قمم تعود إلى الطورين (α,β) [40]. من المفترض تقييم التوافق الحيوي للخلائط المحضرة في هذا البحث باستخدام إحدى الطرق المتبعة في هذا المجال باعتبار أن مجال استخدام هذه الخليطة هو تطبيقات العظم البديل.

قام الباحث (Mendes,2016) وآخرون بتحضير خليطة (Ti-27Nb-13Zr)، استخدم الباحثون طريقة تعدين المساحيق المعدنية للحصول على الخليطة المطلوبة عن طريق خلط مساحيق (TiH,NbH,ZrH) بعدها تم نخل المساحيق قبل الطحن ثم طحن المساحيق في مطحنة بسرعة (300 r.p.m) لمدة (2,6,10 h) وكانت الكرات إلى المساحيق (10:1) بقطر (5 mm) لكرات الطحن وباستخدام (الهكسان C_6H_{12}) في عملية الطحن بعد ذلك تم تجفيف المساحيق عن طريق تقليل الضغط في غرفة الطحن بمضخة تفريغ ميكانيكية. تم دراسة توزيع حجم الحبيبات باستخدام مجهر المسح الالكتروني. العينات المستخدمة لإجراء اختبار القساوة وتجربة الطلاء الحيوي تم تشكيلها بقطر (6 mm) بضغط أولي (65 Mpa) متبوعاً بعملية الكبس على البارد بضغط (200 Mpa)، أما العينات المستخدمة لحساب معامل يونغ كانت على شكل متوازي مستطيلات (40× 6× 2mm) بضغط كبس (6 Mpa) متبوعاً بعملية الكبس على البارد بضغط (200 Mpa) درجة حرارة التلبيد (1300℃) لمدة (3h) ، ولزيادة النشاط الحيوي لأسطح الخليطة المحضّرة أجرى الباحثون معالجة كيمائية للسطح بمحلول (NaOH) بعدها عملية غمر في السائل المحاكي للجسم البشري (SBF) لمدة (3,7,11,15 يوم)، درس الباحثون تأثير زمن الطحن على الأطوار المتشكلة في بنية الخليطة، أدّت الزيادة في وقت الطحن إلى زيادة في الطور (α)، في الخلائط المحضّرة بمساحيق مطحونة لمدة (2 ساعة) أو (6 ساعات) توجد كمية أكبر من الطور (βTi) مقارنةً بالطور (αTi)، ازدادت قيم الخصائص الميكانيكية بزيادة زمن الطحن، أظهرت تجربة الطلاء الحيوي تشكل الأباتيت في جميع العينات المغمورة في السائل الحيوي (SBF) لمدة 3 أيام أو أكثر، النتائج التي جرى الحصول عليها من تجربة الطلاء الحيوي ونتائج الخصائص الميكانيكية تشير إلى أنّ الخليطة المحضّرة من مساحيق مطحونة لمدة (10ساعات) يمكن استخدامها في تطبيقات تقويم العظام (رأس الفخذ) أو في تطبيقات طب الأسنان [41].استخدم الباحثون معدلات تسخين مختلفة عند إجراء عملية التلبيد دون ذكر تعليل أو بيان سبب ذلك، أجرى الباحثون عملية الغمر للعينات في السائل الحيوي باستخدام أوقات زمنية مختلفة بعدها تم الكشف عن قمم الفوسفات

فقط في العينات المغمورة لمدة 3 أيام و15 يوم، كما أنّ الباحثون لم يذكروا سبب اعتماد عينات مختلفة الشكل في الاختبارات المدروسة.

قام الباحث(Yunhui Chen, 2017) وآخرون بتحضير صفائح ترميم العظام المسامية من التيتانيوم وبإضافة مسحوق المغنيزيوم على أنّه مادة مساعدة لتشكيل المسام بنسب حجمية مختلفة (30%,40%,50% vol) باستخدام طريقة تعدين المساحيق المعدنية تم خلط مسحوق هيدريد التيتانيوم مع مسحوق المغنيزيوم باستخدام الخلاط (T2F) لمدة ساعة، ثم تشكيل على البارد بضغط كبس (600 Mpa) باستخدام مكبس هيدروليكي يدوي، أُجريت عملية التلبيد في فرن تخلية عند درجة حرارة (1300℃) بزمن تلبيد (2 h)، حدد الباحثون مسامية العينات بعد التلبيد باستخدام طريقة أرخميدس، أما اختبار المقاومة على الانضغاط تم باستخدام آلة الاختبارات العامة (Instron 5584). أظهر تقويم المسامية والخصائص الميكانيكية مستوى عالياً من التوافق مع العظام القشرية البشرية، حيث كانت قيم معامل المرونة للعينات: (44.2 Gpa)، (24.7 Gpa)، (15.4 Gpa) عندما كانت مسامية العينات (30%), (40%), (50%) على التوالي، وهذه القيم لمعامل المرونة تتناسب مع قيم المعامل للعظم الطبيعي (30Gpa ÷ 0.1)، بلغت مقاومة الخضوع عند مسامية (30%) (221.7Mpa)، وعند مسامية (40%) (117Mpa) وهذه القيم أفضل من قيم مقاومة الخضوع للعظام القشرية البشرية (÷ 130 180Mpa)، أظهرت اختبارات استزراع الخلايا في المختبر على عينات صفائح ترميم العظام باستخدام الخلايا الجذعية الوسيطة البشرية (hMSCs) توافقها الحيوي وأشارت إلى إمكانية التكامل العظمي [42] .قدّم الباحثون دراسة شاملة ومفصلة شملت جميع النقاط فيما يخص صفائح ترميم العظام.

قام الباحث (Yunhui Chen, 2017) وآخرون بتحضير صفائح ترميم العظام المسامية من التيتانيوم بطريقة تعدين المساحيق المعدنية، وبإضافة حبيبات السكر لأنّها مادة مساعدة لتشكيل المسامات، وجرى تدميج حبيبات السكر مع مسحوق هيدريد التيتانيوم باستخدام ضغط كبس عالٍ (400 Mpa) لمنع تشوه العينة أثناء إذابة حبيبات السكر، ثم أُزيلت حبيبات السكر باستخدام ماء مقطر عند درجة حرارة (70℃) مع التحريك المستمر لمدة (4 h)

مع تغيير الماء مرتين لضمان الإزالة الكاملة لحبيبات السكر ثم جفف الباحثون العينات عند درجة حرارة (90°C) لمدة (2 h)، درجة حرارة التلبيد (1300 °C)بزمن (2 h) في فرن تخلية. أظهرت النتائج أن التيتانيوم المسامي يحتوي على مستويات مسامية وتدرجات في حجم المسام بسبب استخدام ثلاث مجموعات مختلفة الأحجام من حبيبات السكر وهي: (0.212-0.355 mm)، (0.3-0.425 mm)، (0.425-0.5 mm) ويتمتع التيتانيوم المسامي بترابط عال بين المسام وكانت أشكال المسام كروية.

كانت قيم المسامية لصفائح ترميم العظام المسامية (30%,40%,50%) حدّدها الباحثون باستخدام طريقة أرخميدس، قيم معامل يونغ (18.5,16.4,12.1 Gpa) على التوالي، وهي قيم متوافقة مع معامل المرونة للعظم الطبيعي [43]. يوضح هذا البحث أن تقنية تعدين المساحيق المعدنية التي تستخدم حبيبات السكر مادة مساعدة في تشكيل المسام لديها إمكانات ممتازة لإنتاج هياكل التيتانيوم المسامية لاستخدامها في تطبيقات هندسة الأنسجة العظمية.

قام الباحث (Hayat,2019) وآخرون بتصنيع صفيحة ترميم العظام (Ti35Zr28Nb) باستخدام طريقة تعدين المساحيق المعدنية باستخدام مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم (NH_4HCO_3) كمادة مساعدة للحصول على المسامات بنسب حجمية مختلفة (79%÷63%). حصل الباحثون على المساحيق المعدنية بطريقة التذرير بالغاز ثم أجرى الباحثون عملية طحن للمساحيق باستخدام مطحنة ذات كرات بسرعة (1400 r.p.m) لمدة (30 min) ونسبة الكرات إلى وزن المساحيق (3:1)، بعدها خلطوا المساحيق المعدنية مع مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم لمدة (3 h)، ضغط الكبس (260 Mpa) درجة حرارة التلبيد (1550 °C) بزمن تلبيد (2 h)، حدّد الباحثون شكل و بنية المسام باستخدام المجهر الضوئي الياباني (LEXTOLS4000)، حددوا قيم المسامية باستخدام طريقة أرخميدس، تم تحضير العينات لاختبار المقاومة على الانضغاط باستخدام آلة القطع الكهربائي (EDM) وأُجري الاختبار باستخدام آلة (Instron)، استخدموا محلول الفوسفات الملحي لتحديد مقاومة التآكل لعينات من التيتانيوم المسامي وعينات من الخليطة (Ti35Zr28Nb). بلغ متوسط حجم المسام (230÷430 µm)، مع زيادة

المسامية تناقصت قيم مقاومة الخضوع (230.5 Mpa÷79.7 Mpa)، وتناقصت قيم معامل يونغ (6.9 Gpa÷1.8 Gpa)، ازداد معدل التآكل لصفائح ترميم العظام (Ti35Zr28Nb) في محلول الفوسفات الملحي (PBS) من (0.91×10^{-3} mm/yr) إلى (4.18×10^{-3} mm/yr) بزيادة المسامية من (51.4%) إلى (64.9%)، بالمقارنة بصفائح ترميم العظام المسامية من التيتانيوم دون إضافة عناصر خلائطية لها، أظهرت صفائح ترميم العظام (Ti35Zr28Nb) مقاومة خضوع أعلى ومعدل تآكل أقل عند نفس القيمة للمسامية (50%)، وباستخدام اختبار حيود الأشعة السينية لاحظوا وجود الطور (β) في العينات المدروسة. تشير هذه النتائج إلى إمكانية استخدام صفائح ترميم العظام (Ti35Zr28Nb) المصنَعة بطريقة تعدين المساحيق المعدنية في تطبيقات هندسة الأنسجة الصلبة [44]. استخدم الباحثون معدلات تسخين مختلفة عند إجراء عملية التلبيد التي تضمنت أربع مراحل دون بيان سبب ذلك، كما لم يتطرقوا لذكر نوع وسط التلبيد ولم يبيّنوا سبب اعتماد قيمة ضغط التدميج المذكورة.

قام الباحث (Xu,Tian,2019) وآخرون بتصنيع صفائح ترميم العظام المسامية (Ti28Nb35Zr) بطريقة تعدين المساحيق المعدنية وبإضافة مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم (NH_4HCO_3) بنسب وزنية مختلفة (35%,40%,45%,50%)، حصل الباحثون على المساحيق المعدنية بطريقة التذرير بالغاز ثم أجرى الباحثون عملية طحن للمساحيق باستخدام مطحنة ذات كرات بسرعة (1400 r.p.m) لمدة (30 min) ونسبة الكرات إلى وزن المساحيق (3:1)، بعدها خلطوا المساحيق المعدنية مع مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم، ضغط الكبس (260 Mpa)، جرت عملية التلبيد في فرن أنبوبي بجو من الأرغون درجة حرارة التلبيد (1550 ℃) بزمن تلبيد (2 h)، حدّد الباحثون الأطوار المتشكلة في البنية باستخدام اختبار حيود الأشعة السينية وحدّدوا شكل و بنية المسام باستخدام المجهر الضوئي الياباني (LEXTOLS4000) وتم قياس حجم المسام باستخدام برنامج Image-pro-plus6 (IPP6) .كانت قيم المسامية (65%÷50%)، حجم المسام (430μm÷230μm).

كانت قيم معامل يونغ (1.8÷6.9 Gpa)، قيم مقاومة الخضوع (79.7÷230.5 Mpa)، وأظهرت العينة المصنعة مع مسامية (61.1%) خصائص ميكانيكية مرغوبة لتطبيقات مواد زرع العظام ، و بلغت قيمة إجهاد الخضوع ($132.5 \pm 3.5Mpa$) ومعامل يونغ ($2.9 \pm 0.4Gpa$).

بعد مدة ثمانية أسابيع من إجراء عملية زرع لهذه العينات في فخذ فأر تبين أن صفائح ترميم العظام المسامية (Ti35Zr28Nb) محاطة بأنسجة عظمية جديدة مع الملاحظات التالية:

- ✓ لم يحدث أي نزيف أو انحلال في الدم.
- ✓ عادت أعداد خلايا الدم الحمراء والبيضاء إلى مستوياتها الطبيعية.

مما يشير إلى أن مسامية صفائح ترميم العظام تمتلك قدرة جيدة على تحقيق الاندماج العظمي.

من هنا يمكن الاستنتاج أن صفائح ترميم العظام (Ti35Zr28Nb) المسامية والمصنَعة بطريقة تعدين المساحيق التي لها خصائص ميكانيكية مرغوبة وتوافق حيوي ممتاز وقدرة على تحقيق الاندماج العظمي هي صفائح واعدة في تطبيقات هندسة الأنسجة العظمية في جراحة تقويم العظام[25] .

قام الباحث (kaya,2019) وآخرون بإنتاج مادة زرع العظام (Ti-10Nb-10Zr) بإضافة المساحيق غير السامة: مسحوق النيوبيوم (Nb) ومسحوق الزركون (Zr) إلى مسحوق التيتانيوم حيث تم وزن المساحيق المطلوبة من كل عنصر ثم جرى خلط المساحيق المعدنية بخلاط خاص صُمّم لعملية الخلط لمدة (12 h) وبعدد دورات (24 cycle/min) ثم تمت عملية تشكيل العينات باستخدام قالب فولاذي وبضغط كبس (300 Mpa) أجريت عملية التلبيد لعينات التيتانيوم النقي وعينات الخليطة (TiNbZr) في جو من الأرغون عند درجة حرارة (1400℃) لمدة (2 h)، قارن الباحثون خصائص البنية المجهرية والخصائص الميكانيكية والتآكل لمواد زرع العظام المنتجة من (Ti-10%Nb-10%Zr) مع تلك المصنعة من التيتانيوم المسامي النقي ، كانت مسامية الخليطة(Ti-10%Nb-10%Zr) (3.6 %) ومسامية عينات التيتانيوم النقي (3.2%) بعد التلبيد عند درجة حرارة (1400℃) وهي قيم منخفضة للمسامية ولا تسمح بنمو أنسجة عظمية جديدة، وتبيّن من إجراء اختبار حيود

الأشعة السينية أن بنية عينات التيتانيوم النقي مؤلفة من الطور (α) في درجة حرارة الغرفة بينما تألفت البنية المجهرية لعينات خليطة (Ti-10%Nb-10%Zr) من الطورين (β,α)، كانت أعلى مقاومة على الانضغاط لعينات التيتانيوم النقي أقل من قيمة أعلى مقاومة على الانضغاط لعينات خليطة(Ti-10%Nb-10%Zr) بسبب وجود الطورين (β,α) في هذه العينات، وكانت مقاومة التآكل لعينات التيتانيوم النقي أقل منها لعينات خليطة (Ti-10%Nb-10%Zr) بسبب وجود Zr, Nb في هذه العينات، تشير زيادة مقاومة التآكل للخلائط المضاف إليها النيوبيوم والزركون إلى أنّ الخليطة ستبقى متوافقة حيوياً لمدة طويلة الأمد داخل الجسم[45] ، بينما في الدراسة المرجعية 4 درس الباحثون فيها تأثير محتوى Nb في خليطتي TiZr.

قام الباحث (wang,2019) وآخرون بدراسة تأثير محتوى Zr على البنية المجهرية والخصائص الميكانيكية ومقاومة التآكل لخليطة (Ti−27Nb−xZr) حيث: (x=0−10wt%) باستخدام طريقة تعدين المساحيق المعدنية حيث تم خلط مسحوق هيدريد التيتانيوم مع المساحيق المعدنية الأخرى باستخدام مطحنة ذات الكرات مصنوعة من الفولاذ المقاوم للصدأ شُكلت العينات باستخدام ضغط كبس (400 Mpa) أُجريت عملية التلبيد على عدة مراحل : المرحلية الأولى تسخين لدرجة حرارة (200 ℃) لتجنب حدوث أي تشققات ثم التسخين لدرجة حرارة (800 ℃) لمدة (2 h) لنزع الهيدروجين من التيتانيوم ثم التسخين لدرجة حرارة (1400 ℃) لمدة (2 h) في جو تخلية ، بعد إجراء اختبار حيود الأشعة السينية لُوحظ أن الخلائط تمتلك طوراً متساوي المحاور β والقليل من الطور الإبري α، الخليطة (Ti-27Nb-6Zr) تحتوي على الطور β، ممّا يدلّ على أنّ العنصر (Zr) هو عنصر مثبّت للطور β في خلائط التيتانيوم، بعد إجراء اختبار المقاومة على الانضغاط باستخدام آلة الاختبارات العامة (WDW−200) وبسرعة للرأس المتحرك (1 mm/min) أنه مع زيادة محتوى الزركون في الخليطة ينخفض معامل المرونة لخلائط (Ti-27Nb-xZr) وتتحسن مقاومة الانضغاط، عندما كان محتوى (Zr) هو (6%wt) كانت خلائط (Ti-27Nb-6Zr) لها أعلى مقاومة انضغاط (625Mpa) وأقل معامل مرونة (50Gpa)، جرى تقويم مقاومة التآكل لخلائط (Ti-27Nb-xZr) بوساطة منحنيات الاستقطاب الديناميكي بعد إجراء اختبار كهروكيميائي في

السائل الحيوي، أظهرت النتائج أن خليطة (Ti-27Nb-6Zr) تتمتع بمقاومة تآكل أفضل من تلك الخلائط الأخرى بنسب أخرى لمحتوى (Zr)، التي أظهرت إمكانات كبيرة وممتازة لتطبيقات الجراحة التقويمية للعظام [46].

الدراسات المرجعية (2,3,4,8,9,12,13,14,15) اهتمت بدراسة صفائح ترميم عظام منتجة من الخليطة (Ti–Nb–Zr)، ولكن وصف الباحث (Wang,2009) صفائح ترميم منتجة من خليطة (Ti10Nb10Zr) أضاف مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم بنسب وزنية مختلفة وأجرى عملية زرع لصفائح الترميم المنتجة، بينما درس الباحث (Bottino, 2009) تأثير درجة حرارة التلبيد على الكثافة لصفائح الترميم المنتجة من خليطة (Ti13Nb13Zr)، درس الباحث (Maya,2012) تأثير محتوى (Nb) على الخصائص الميكانيكية والبنية المجهرية للخلائط (64Zr34.4Ti1.6Nb, 60.1Zr34.5Ti5.5Nb)، درس الباحث (Rao,2014) تأثير محتوى (Nb) على الخلائط (Ti20Nb15Zr, Ti35Nb15Zr)، درس الباحث (Mendes,2016) تأثير زمن الطحن على الأطوار المتشكلة في بنية الخليطة (Ti27Nb13Zr) وأجرى معالجة قلوية لصفائح الترميم المصنّعة في البحث وبعدها عملية غمر في السائل الحيوي (SBF)، درس الباحث (Hayat,2019) تأثير المسامية على معدل التآكل والخصائص الميكانيكية لصفائح الترميم المنتجة من خليطة (Ti35Zr28Nb)، بينما درس الباحث (Tian,2019) تأثير المسامية على الخصائص الميكانيكية لخليطة (Ti28Nb35Zr) وتوافقت نتائج (Hayat,Tian) بتناقص قيم الخصائص الميكانيكية مع زيادة المسامية. قارن الباحث (Kaya,2019) بين مسامية وأطوار البنية والخصائص الميكانيكية بين صفائح ترميم منتجة من خليطة (Ti10Nb10Zr) وصفائح ترميم منتجة من التيتانيوم النقي. درس الباحث (Wang,2019) تأثير محتوى الزركون على البنية المجهرية والخصائص الميكانيكية ومقاومة التآكل لخليطة (Ti27NbXZr) المستخدمة في تطبيقات تقويم العظام.

قام الباحث (Topuz, 2021) وآخرون بإنتاج صفائح ترميم عظام من مادة مركبة (Ti/HA): التيتانيوم المقوّى بهيدروكسي أباتيت مع إضافة (NaCl) مادة مساعدة على تشكيل المسامات المطلوبة لصفائح ترميم العظام، كما شمل البحث شرح لجميع المشاكل التي واجهت هذه الدراسة وهي باختصار: صعوبات في عملية إذابة (NaCl)

بحيث لا يتشكل أطوار بين (Ti/HA) و (NaCl)، الفشل في استخدام جو التخلية في عملية التلبيد. أثبتت النتائج أن التلبيد الناجح تم باستخدام أنبوب شاقولي مع استخدام غاز الآرغون [47] .

الفصل الثالث: المواد والطرائق Materials and Methods

يتضمن هذا الفصل:

3-1) تصميم الدراسة Study design.

3-2) مواد البحث.

3-3) الأجهزة المستخدمة.

3-4) الطرائق

3-4-1) اختبارات المساحيق المستخدمة

3-4-1-1) الفحص المجهري للمسحوق.

3-4-1-2) قياس الكثافة الظاهرية للمساحيق المستخدمة.

3-4-1-3) قياس حجم الحبيبات للمساحيق المعدنية المستخدمة.

3-4-1-4) تحديد نقاوة المساحيق المعدنية المستخدمة.

3-4-2) تحضير عينات صفائح ترميم العظام المسامية.

3-4-3) اختبارات العينات بعد التلبيد.

3-4-3-1) قياس مسامية العينات بعد التلبيد.

3-4-3-2) اختبار المقاومة على الانضغاط للعينات بعد التلبيد.

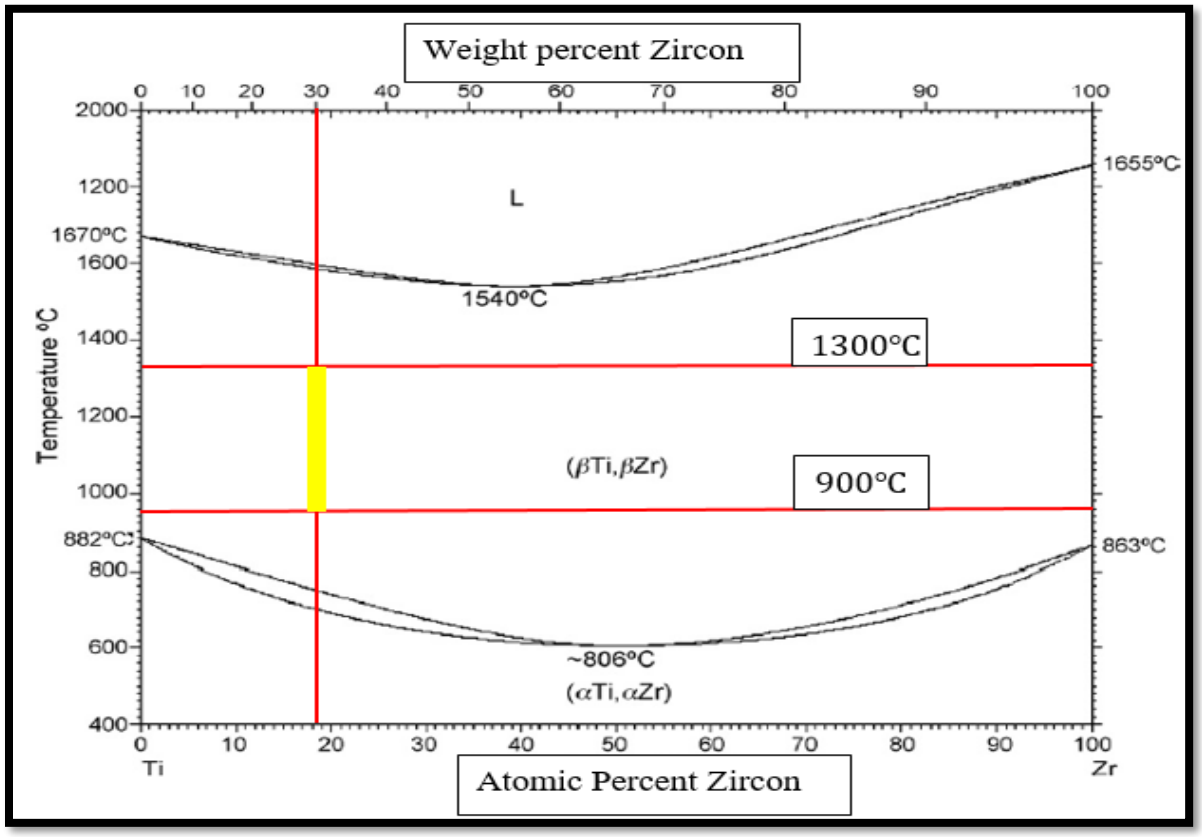
3-4-3-3) الفحص المجهري للعينات الملبّدة.

3-4-3-4) التوافق الحيوي للعينات.

3- المواد والطرائق Materials and Methods:

3-1- تصميم الدراسة Study design:

- تُفضّل خلائط التيتانيوم من النوع (β) للزرعات الجراحية نظراً لمتانتها العالية ومقاومتها الممتازة للتآكل وتوافقها الحيوي الجيّد ومعامل مرونتها المنخفض ويُعد الزركون من العناصر الخلائطية التي تعمل على استقرار الطور (β) في خلائط التيتانيوم [21].
- درجات حرارة التلبيد المدروسة في هذا البحث: (900°C, 1000°C, 1100°C, 1200°C, 1300°C)، اختيرت درجات الحرارة السابقة للحصول على الطور (β)، ويبيّن الشكل (4) المنطقة المدروسة في البحث باللون الأصفر من مخطط توازن (تيتانيوم زركون).



الشكل (4) المنطقة المدروسة في البحث من مخطط أطوار (تيتانيوم_ زركون)[48] .

- أزمنة التلبيد المدروسة (1 h=60 min,2 h=120 min,3 h=180 min) عند كل درجة حرارة من درجات الحرارة المدروسة.

3-2- مواد البحث:

- مسحوق التيتانيوم: من إنتاج شركة (Merck) الألمانية.
- مسحوق الزركون: من إنتاج شركة (Merck) الألمانية.
- مسحوق كربونات هيدروجين الأمونيوم: من السوق المحلية.
- الكواشف الكيميائية التالية:

$NaCl$, $NaHCO_3$, KCl, $K_2HPO_4.3H_2O$, $MgCl_2.H_2O$, $CaCl_2$, Na_2SO_4, Tris { $(CH_2OH)_3CNH_2$}.

- محلول 1M HCl.
- محلول NaOH (5M).
- محلول $Ca\ Cl_2$ (100 mM).
- أسيتون.
- ماء عالي النقاوة.

3-3- الأجهزة المستخدمة:

تم في هذا البحث استخدام أجهزة مختلفة موجودة في المعهد العالي للعلوم التطبيقية والتكنولوجيا وأهمها:

1- المجهر الضوئي طراز (XJZ-6) المبين بالشكل (5) من تصنيع شركة (Jinan)، وهو مجهر عمودي مخصص لفحص بنية المعادن يعمل بطريقة الانعكاس وبتكبير (2000÷4) مرة، مزوّد ببرمجيات خاصة لتكبير أجزاء معينة من الصورة وحفظ الصورة في ملفات.



الشكل (5) المجهر الضوئي طراز (XJZ-6).

2-جهاز قياس حجم الحبيبات (Mastersizer 2000E Malvern) المبيّن في الشكل (6):

وهو جهاز مخصص لقياس حجم الحبيبات ضمن مجال قياس (100nm إلى 1mm) وبنسبة خطأ لا تتجاوز (6%) ويعتمد في عمله على شعاع الليزر حيث يتم تسليط شعاع الليزر هليوم نيون على العينة المراد قياس حجمها.

جهاز التحكم بسرعة الدوران للخلاط المرفق يمكّننا من ضبط سرعة الدوران من 0 إلى 3500 دورة بالدقيقة.

ملاحظة: يجب تشغيل الجهاز قبل العمل بساعة واحدة لإجراء التجربة وذلك حتى يستقر الجهاز ويجب وضع الجهاز في مكان مغلق تماماً وبعيداً عن الغبار والأوساخ.



الشكل (6) جهاز قياس حجم الحبيبات (Mastersizer 2000E Malvern).

3-جهاز تحديد العناصر الكيميائية بطريقة تشتت طاقة الأشعة السينية:

(Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometer (EDX)) المبيّن في الشكل (7) ، من شركة (SHIMADZU) طراز (EDX-8000).

مبدأ عمل الجهاز:

1- تعريض العينة المدروسة إلى حزمة عالية من الطاقة.

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

3- يملأ الكترون من المدار الأعلى هذه الفجوة، ويُطلق الفرق في الطاقة بين المدار الأعلى والمدار الأدنى على شكل أشعة سينية لها طاقة مميزة لهذا العنصر.

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

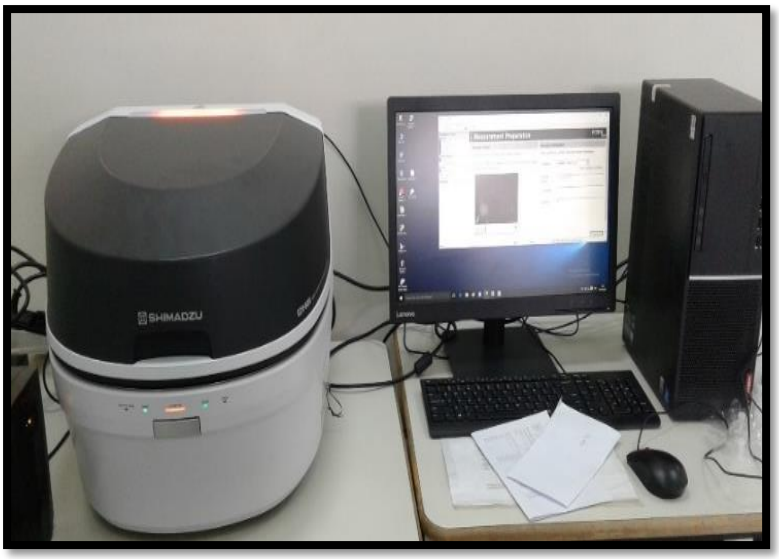
مواصفات الجهاز:

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

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

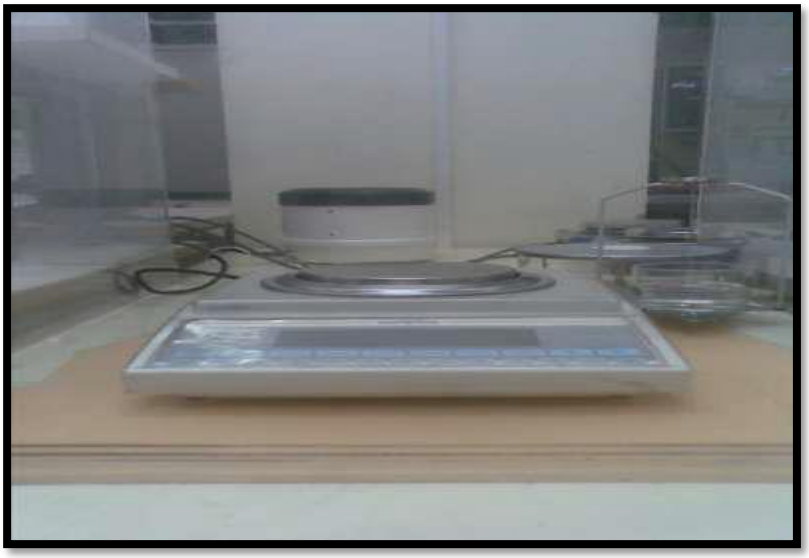
-يعمل الجهاز لكشف العناصر المعدنية في العينات الصلبة والسائلة والبودرة.

-يعمل الجهاز بجو محيط للعينة هواء أو تخلية.



الشكل (7) جهاز تحديد العناصر الكيميائية بطريقة تشتت طاقة الأشعة السينية (EDX).

4-ميزان الكتروني حساس طراز (LS1200) من شركة (sartrious) ، مبيّن بالشكل (8)، وهو ميزان الكتروني دقيق يقيس الأوزان بدقة ($0.001\ g$) ضمن المجال (0÷1200 g) ، مع إمكانية إجراء معايرة ذاتية وتصفيره في أي وقت.



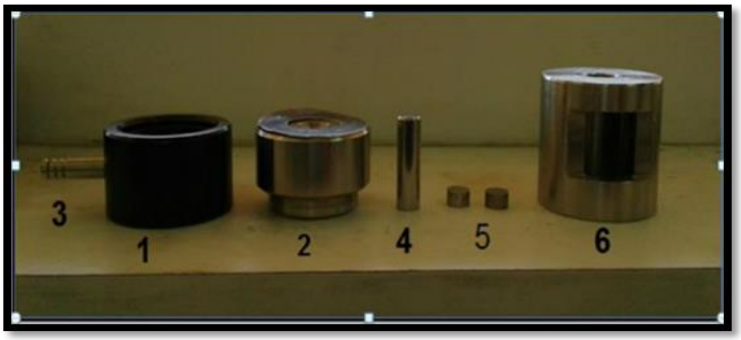
الشكل (8) الميزان الالكتروني طراز (LS1200) من شركة (sartrious).

5- خلاط لخلط المساحيق المعدنية المبين بالشكل (9) ، من تصميم طلاب المعهد العالي للعلوم التطبيقية والتكنولوجيا، يُصنّع بضم أسطوانتين متساويتي الطول على شكل حرف (V) ليمكنه الدوران حول محوره الأفقي كما يبين الشكل (9) ، تُدخل المواد المراد خلطها إلى داخل حجرة الخلط لئلا يُملأ أكثر من النصف للسماح للمساحيق المعدنية بحرية الحركة في أثناء الخلط، ثمّ تتحرك حجرة الخلط كاملة وعندما يكون الخلاط معكوساً يسقط المسحوق وينفصل إلى فرعين وفي كل فرع يحصل خلط مضطرب بالهواء المتحرك الصاعد. أقصى سرعة لمحرك الخلاط (90 r.p.m).



الشكل (9) الخلاط الميكانيكي.

6- قالب معدني لكبس العينات المبين في الشكل (10) ، من تصميم طلاب المعهد العالي للعلوم التطبيقية والتكنولوجيا، وهو قالب لكبس عينات بقطر (10 mm) وضغط (5 Ton) كحد أقصى، مصنوع من الفولاذ المقاوم للصدأ المقسى لتحمل الضغوط العالية.



الشكل (10) قالب العينات الأسطوانية بقطر (10 mm).

أجزاء القالب: 1- أسطوانة جسم القالب السفلية.

2- أسطوانة جسم القالب العلوية.

3-أنبوب ممكن وصله بأسطوانة هواء لتطبيق ضغط من الطرفين.

4-وتد تطبيق الضغط.

5-قرصا الكبس العلوي والسفلي.

6-اللافظ.

7- مكبس هيدروليكي يدوي من تصنيع شركة (Graseby Specac) المبيّن في الشكل (11)، استخدم من أجل كبس العينات الأسطوانية، وهو مكبس مصمم من أجل مجال واسع من تطبيقات الكبس حتى حمل مقداره (15 Ton)، ويطبّق الحمل عن طريق تحريك ذراع تطبيق الضغط تحريكاً يدوياً حتى الوصول إلى الحمل المطلوب، وتُطبّق قوة الكبس من اتجاه واحد من الأسفل، وللجهاز غطاء حماية بلاستيكي شفاف مع حساس ويتوقف الجهاز عن العمل في حال كون الغطاء مفتوحاً، ويمكن استخدام عدد كبير من القوالب التي تتحمل ضغوطاً حتى (15 Ton) مع المكبس.



الشكل (11) مكبس هيدروليكي يدوي.

8- فرن المعالجة الحرارية الكتيم طراز (HT 1600M) المبين في الشكل (12)، صنع شركة (Linn High Therm) استخدم لإجراء عملية التلبيد للعينات، وهو فرن مخصص لمختلف أنواع المعالجات الحرارية ولا سيما درجات الحرارة العالية، و يمكن الوصول إلى درجات حرارة حتى (1600°C).

يعتمد الفرن في التسخين على أربع وشائع موزعة على جانبي الفرن: اثنتان على اليمين واثنتان على اليسار، ويُتحكّم بسير العمل بوساطة وحدة التحكم الموصولة مع الفرن المبيّنة في الشكل (13) عن طريق برمجة سرعة التسخين أو التبريد ودرجة الحرارة المطلوب الوصول إليها وزمن التثبيت في كل مرحلة، يعتمد الفرن في العزل على عدة طبقات من أوكسيد الألمنيوم (AL_2O_3) تحيط الفرن من الوجوه الستة، ويحتوي باب الفرن على مانعة سيليكونية وعين زجاجية لرؤية العينة وهي داخل الفرن دون الحاجة لفتح الباب، وله مدخل لإدخال الغاز الواقي protective Gas ويُتحكّم بالتدفق عن طريق مقياس تدفق عند مدخل الفرن.



الشكل (12) فرن المعالجة الحرارية الكتيم.



الشكل (13) وحدة التحكم التابعة لفرن المعالجة الحرارية الكتيم.

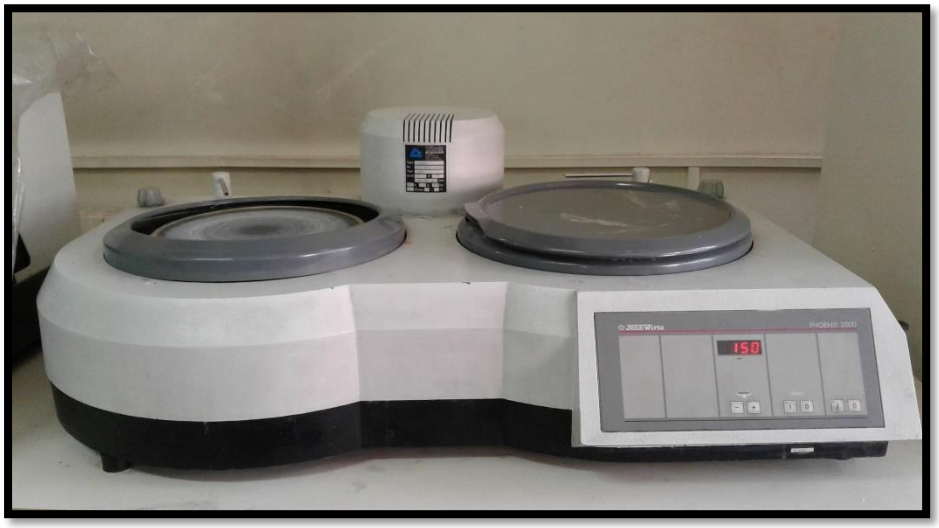
9-جهاز الاختبارات العامة طراز (WDW-50) من شركة (JINAN) الشكل (14) استخدم من أجل اختبار المقاومة على الانضغاط، وهو جهاز يُستخدم من أجل اختبارات الشد والضغط والانحناء ويمكن وصله بملحقات (راسمة، طابعة، حاسب) وهو موصول مع حاسب يمكن التحكم عن طريقه بمتغيرات التجربة المختلفة، يرسم المنحني الناتج

ويعطي نتائج التجربة، ويتكون من فك ثابت وفك متحرك، وتُطبّق القوة بوساطة الفك المتحرك الذي يتحرك بوساطة منصة متحركة وهذا الانزلاق الحر يؤمن إزاحة تامة للرأس المتحرك مهما يكن الحمل المطبق على العينة.



الشكل (14) جهاز الاختبارات الميكانيكية العامة طراز (WDW-50).

10- آلة صقل العينات طراز PHOENIX 3000 من شركة Jean Wirtz مبيّنة في الشكل (15) ، وهي آلة بسيطة وعملية من أجل جلخ العينات وصقلها، يتألف الجهاز من وحدتين دوارتين عن طريق محرك كهربائي واحد موصول إليهما ويُتحكّم بسرعة الدوران التي تكون واحدة للقرصين الدوارين.

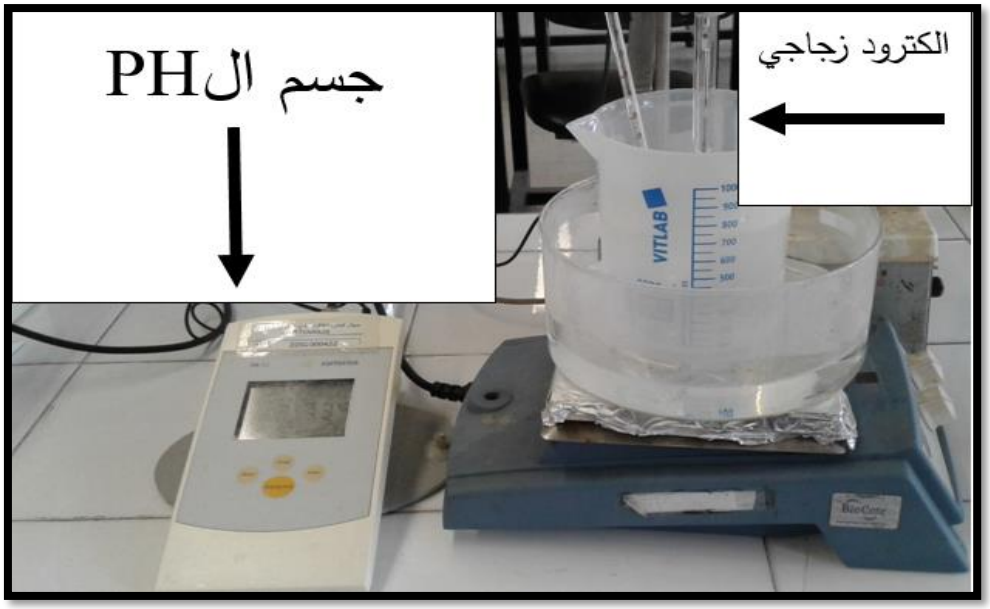


الشكل (15) آلة صقل العينات طراز PHOENIX 3000.

11- جهاز قياس الأس الهيدروجيني (PH Meter): المبين في الشكل (16) ، من شركة (SARTORIUS) نموذج (PB-11)، يتألف الجهاز من: (جسم ال PH meter، والكترود زجاجي معبّأ بمحلول مشبع من KCl تركيزه (3 Mol)).

مبدأ عمل الجهاز:

يتألف مقياس ال PH من مسريين هما المسرى الزجاجي والمسرى المرجعي حيث نضعهما في المحلول المراد قياس ال PH الخاص به ونصلهما بمقياس ميلي فولت ذي ممانعة عالية يسمح بقياس القوة المحركة الكهربائية للتيار المتولد في المحلول، ببرمجية خاصة بمقياس ال PH تتحول قراءة مقياس الميلي فولت إلى واحدة الأس الهيدروجيني وتظهر على شاشة الجهاز.



الشكل (16) جهاز قياس الأس الهيدروجيني (PH Meter).

12- جهاز التنظيف بالأمواج فوق الصوتية: المبيّن في الشكل (17)، من شركة (ELMA)، نموذج (E100H) تردد الأمواج فوق الصوتية (37 KHZ) ، يمكن إجراء عملية التنظيف بزمن يتراوح من (45÷0 min)، كما يمكن أن تترافق عملية التنظيف مع تسخين بدرجات حرارة تتراوح (85÷0 °C).

مبدأ عمل الجهاز: تحول الطاقة الكهربائية عالية التردد الناتجة عن مولد الأمواج فوق الصوتية إلى طاقة ميكانيكية بوساطة أنظمة محولات كهرضغطية ثم تنتقل هذه الطاقة الميكانيكية إلى حوض التنظيف. تنتج عن هذه العملية ملايين من الفقاعات الهوائية الصغيرة التي تنفجر بسبب اختلافات الضغط الناتجة عن النشاط الفوق صوتي، ينشأ تدفق عال لتيارات سائل التنظيف تزيل هذه التيارات الأوساخ من على الأسطح المراد تنظيفها.

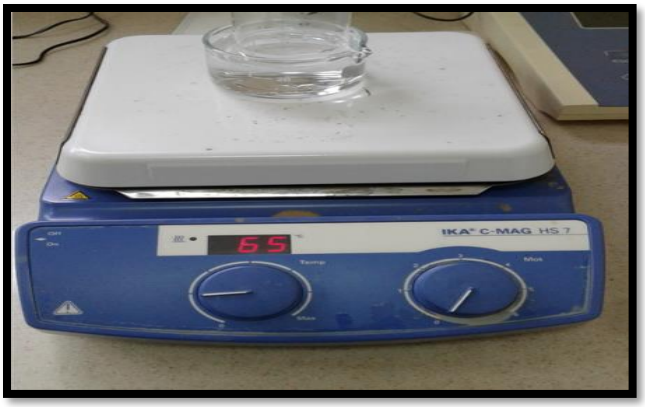


الشكل (17) جهاز التنظيف بالأمواج فوق الصوتية.

13- جهاز تحريك مغناطيسي مع تسخين: المبيّن في الشكل (18) ، من شركة (IKA) طراز (HS7).

مواصفات الجهاز:

-مزوّد بمحرك قوي لتحريك المحلول المدروس حتى ($10\ L\ H_2O$)، بداخل المحرك يوجد مغناطيس دائري يدور بدوران المحرك، بداخل المحلول المراد تحريكه نضع مغناطيس نتيجة دوران المحرك والمغناطيس الداخلي يدور هذا المغناطيس مسبباً تحريك المحلول.



الشكل (18) جهاز التحريك المغناطيسي مع تسخين.

14- فرن المعالجة الحرارية من شركة (Lenton): المبيّن في الشكل (19) ، يعتمد الفرن في التسخين على عشرة وشائع موزعة بانتظام على محيط حجرة التسخين ويُتحكّم بسير العمل بوساطة وحدة التحكم الموصولة مع الفرن. يعتمد الفرن في العزل الحراري على عدة طبقات من أوكسيد الألمنيوم (AL_2O_3) تحيط الفرن من الوجوه الستة ويجري رفع العينة وتنزيلها بوساطة مصعد موصول مع سيور وبكرات ويُتحكّم به عن طريق صمام كهربائي كذلك يمكن إنزال المصعد ورؤية العينة المعالجة في أي وقت من التجربة عند درجات حرارة معقولة.



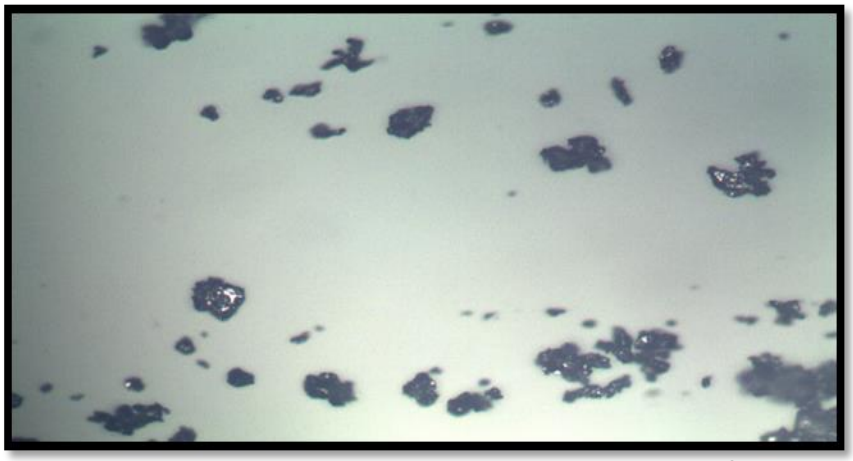
الشكل (19) فرن المعالجة الحرارية.

3-4- الطرائق:

3-4-1- اختبارات المساحيق المستخدمة:

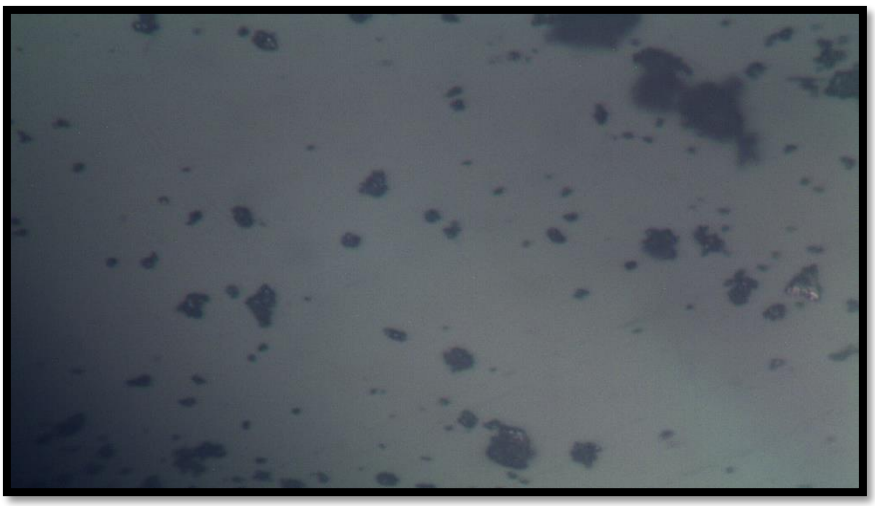
3-4-1-1- الفحص المجهري للمسحوق:

توضع كمية قليلة من مسحوق التيتانيوم، ومسحوق الزركون، ومسحوق كربونات هيدروجين الأمونيوم (NH_4HCO_3) على شريحة زجاجية رقيقة ثمّ يدرس شكل الحبيبات بوساطة المجهر الضوئي المبيّن في الشكل (5) بتكبير مناسب. فتبيّن أن حبيبات مسحوق التيتانيوم ذات مقطع مسطح وهي حبيبات صفيحية الشكل، كما هو مبيّن في الشكل (20) صورة مجهرية لمسحوق التيتانيوم بتكبير (500X).



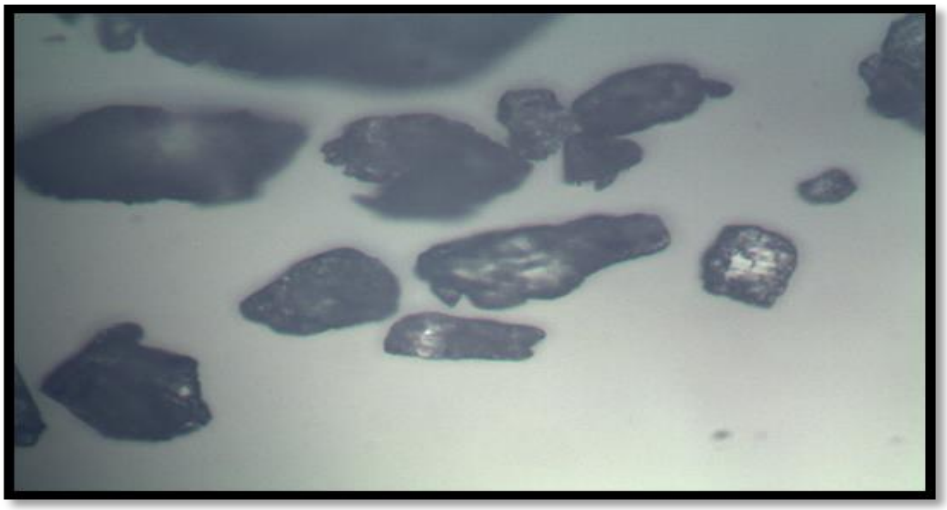
الشكل (20) صورة لمسحوق التيتانيوم بالمجهر الضوئي بتكبير (500X).

وتبيّن أن حبيبات مسحوق الزركون بعضها مسطح وبعضها أقرب للشكل الكروي، كما هو مبيّن في الشكل (21) صورة مجهرية لمسحوق الزركون بتكبير (500X).



الشكل (21) صورة لمسحوق الزركون بالمجهر الضوئي بتكبير (500X).

أما حبيبات مسحوق كربونات هيدروجين الأمونيوم فتبيّن أنها حبيبات صفيحية الشكل بعد الحصول على صورة مجهرية للمسحوق بتكبير (200X)، كما هو مبيّن في الشكل (22).



الشكل (22) صورة لمسحوق كربونات هيدروجين الأمونيوم بالمجهر الضوئي بتكبير (200X).

3-4-1-2- قياس الكثافة الظاهرية للمساحيق المستخدمة:

تم قياس الكثافة الظاهرية لمسحوق التيتانيوم والزركون وكربونات هيدروجين الأمونيوم (NH_4HCO_3) باستخدام أسطوانة من فولاذ (ST37) معلومة الحجم ($23.554\ Cm^3$) والوزن ($106.279\ g$)، وتملأ الأسطوانة كاملةً بالمسحوق المراد قياس الكثافة الظاهرية له وتُحسب الكثافة الظاهرية المطلوبة بالعلاقة التالية:

$$\rho_a = \frac{(G_2 - G_1)}{V} \quad (1)$$

حيث إنّ: G_1: وزن الوعاء فارغاً (g).

G_2: وزن الوعاء مع المسحوق (g).

V :حجم الوعاء الداخلي (cm^3).

يبيّن الجدول (2) نتائج قياس الكثافة الظاهرية للمساحيق المستخدمة.

الجدول (2) نتائج قياس الكثافة الظاهرية للمساحيق المستخدمة:

المادة	الكثافة الظاهرية $[g/cm^3]$
مسحوق التيتانيوم	1.543
مسحوق الزركون	1.088
مسحوق كربونات هيدروجين الأمونيوم	0.922

3-4-1-3- قياس حجم الحبيبات للمساحيق المعدنية المستخدمة:

يقاس حجم الحبيبات لمسحوق التيتانيوم ومسحوق الزركون باستخدام جهاز قياس حجم الحبيبات المبيّن في الشكل (6) وفقاً للخطوات التالية:

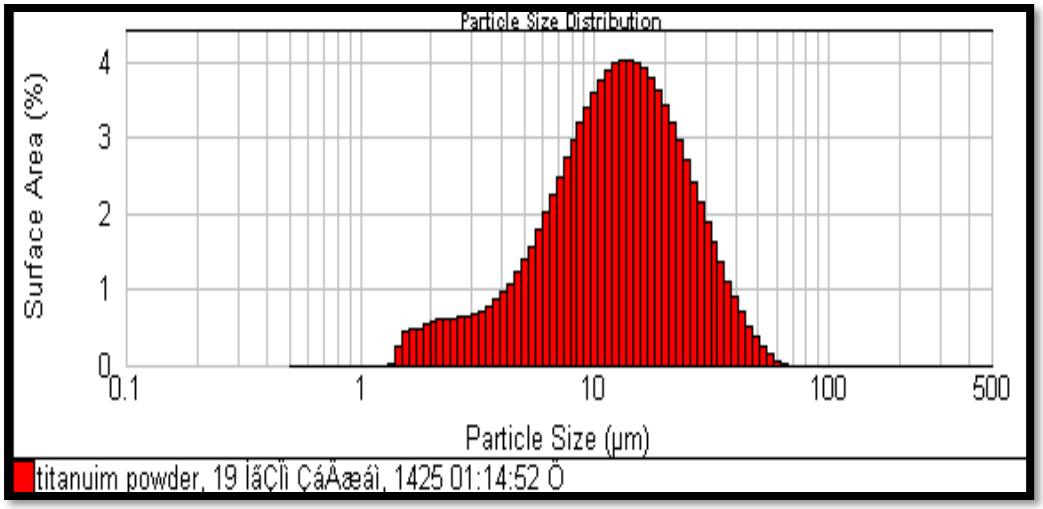
1- نقوم بوزن (0.6 g) من مسحوق التيتانيوم أو مسحوق الزركون.

2- نضيف (20 mL) من الماء المقطر للمسحوق المدروس.

3- نحرّك المسحوق المدروس مع الماء المقطر باستخدام جهاز التحريك المغناطيسي المبيّن في الشكل (18) لمدة (10 min) لمنع تكتل المسحوق ولفصل الحبيبات وتشتيتها عن بعضها.

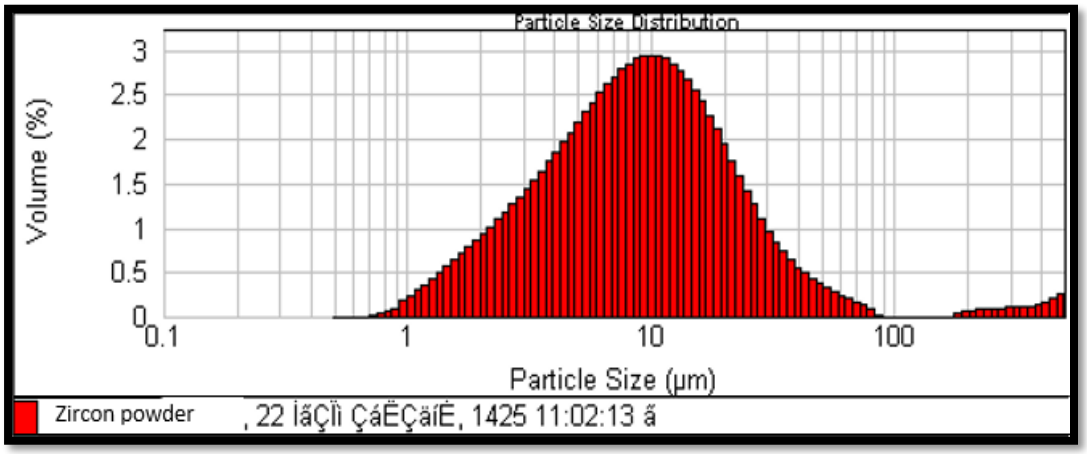
4- نضع العينة المدروسة في خلاط جهاز قياس حجم الحبيبات المبيّن في الشكل (6).

تَبيّن من منحني التوزع الحبيبي لمسحوق التيتانيوم المستخدم الشكل (23)، أنّ النسبة العظمى من حبيبات مسحوق التيتانيوم حجمها (5.495 µm ÷ 10.490 µm).



الشكل (23) منحني التوزع الحبيبي لمسحوق التيتانيوم المستخدم.

تَبيّن من منحني التوزع الحبيبي لمسحوق الزركون المستخدم الشكل (24)، أنّ النسبة العظمى من حبيبات مسحوق الزركون حجمها (9.749 µm ÷ 10.446 µm).



الشكل (24) منحني التوزع الحبيبي لمسحوق الزركون المستخدم.

3-4-1-4- تحديد نقاوة المساحيق المعدنية المستخدمة:

حُدّدت نقاوة مسحوق التيتانيوم المستخدم ومسحوق الزركون باستخدام جهاز تحديد العناصر الكيميائية بطريقة تشتت طاقة الأشعة السينية (EDX) المبيّن في الشكل (7). حيث قمنا بوضع (0.5 g) من مسحوق التيتانيوم، وأيضاً وضعنا (0.5 g) من مسحوق الزركون في حاضن العينة في جهاز (EDX) كما هو موضح في الشكل (25) وذلك لتحديد نقاوة المساحيق المستخدمة.



الشكل (25) مكان توضع العينة في جهاز (EDX).

يبيّن الجدول (3) العناصر الكيميائية الموجودة في مسحوق التيتانيوم ونسبة وجود كل عنصر، نلاحظ من الجدول أنّ نقاوة مسحوق التيتانيوم (98.811 %).

الجدول (3): العناصر الكيميائية الموجودة في مسحوق التيتانيوم المستخدم:

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

يبيّن الجدول (4) العناصر الكيميائية الموجودة في مسحوق الزركون ونسبة وجود كل عنصر، نلاحظ من الجدول أنّ نقاوة مسحوق الزركون (96.441 %).

الجدول (4) العناصر الكيميائية الموجودة في مسحوق الزركون المستخدم:

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

3-4-2- تحضير عينات صفائح ترميم العظام المسامية:

تم تحضير العينات بحيث تحقق المسامية المطلوبة في صفائح ترميم العظام، وذلك عن طريق تحديد النسبة الوزنية الواجب إضافتها من مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم (NH_4HCO_3) وكذلك تحديد قيمة ضغط اللازمة لتأمين عملية التدميج المناسبة وذلك من خلال عدة تجارب:

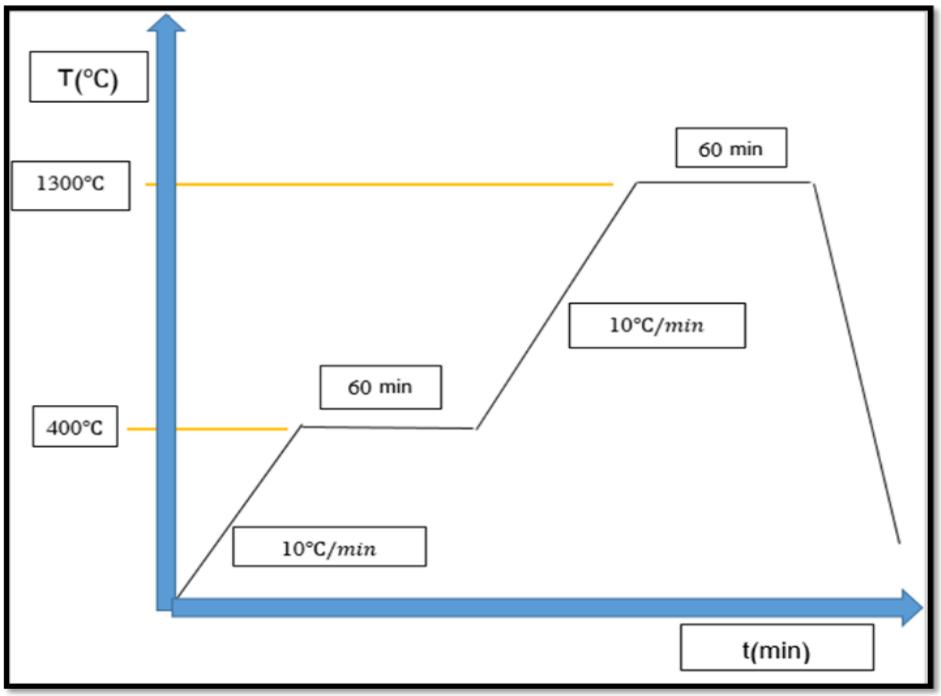
التجربة الأولى:

1- خلط (70%wt Ti-30%wt Zr-50%wt NH_4HCO_3) خلط يدوي لمدة (10min).

2- قمنا بوزن (1g) من المزيج السابق للعينة الواحدة.

3- كبس المزيج السابق في القالب المبين في الشكل (10) باستخدام مكبس هيدروليكي المبين في الشكل (11) عند قيم مختلفة للضغط:(1,1.5,2,2.5,3,3.5 Ton).

4- تلبيد العينات السابقة باستخدام فرن التلبيد المبين في الشكل (12)عند درجة حرارة (1300°C) لمدة (60 min)، مع التثبيت عند درجة حرارة (400°C) لمدة (60 min)، وذلك للتخلص من مادة تشكيل المسامية (NH_4HCO_3) كما هو مبين في البرنامج الحراري لعينات التجربة الأولى الشكل (26) ، مع استخدام غاز الأرغون على أنّه غاز للحماية واستخدمت أسطوانة أرغون مخبرية وضبط التدفق على القيمة (168.9 liter/hour) على الجهاز الموجود على الفرن.



الشكل (26) البرنامج الحراري لعينات التجربة الأولى من تجارب تحضير عينات صفائح ترميم العظام المسامية.

العينات الناتجة سيّئة كما هو مبيّن في الشكل (27)، وبالتالي فإنّ نسبة ($50\%wt\ NH_4HCO_3$) غير مناسبة.



الشكل (27) عينات ($70\%wt\ Ti\text{-}30\%wt\ Zr\text{-}50\%wt\ NH_4HCO_3$) بعد التلبيد عند (1300°C).

<u>التجربة الثانية:</u>

قمنا بإضافة نسبة أقل من مادة (NH_4HCO_3) وكذلك التلبيد عند درجة حرارة أقل من (1300°C) مع إطالة الزمن التثبيت عند درجة حرارة إزالة (NH_4HCO_3) (200°C) من أجل تسهيل التخلص التام من هذه المادة:

1- خلط يدوي لمدة (10 min) للخلائط التالية:

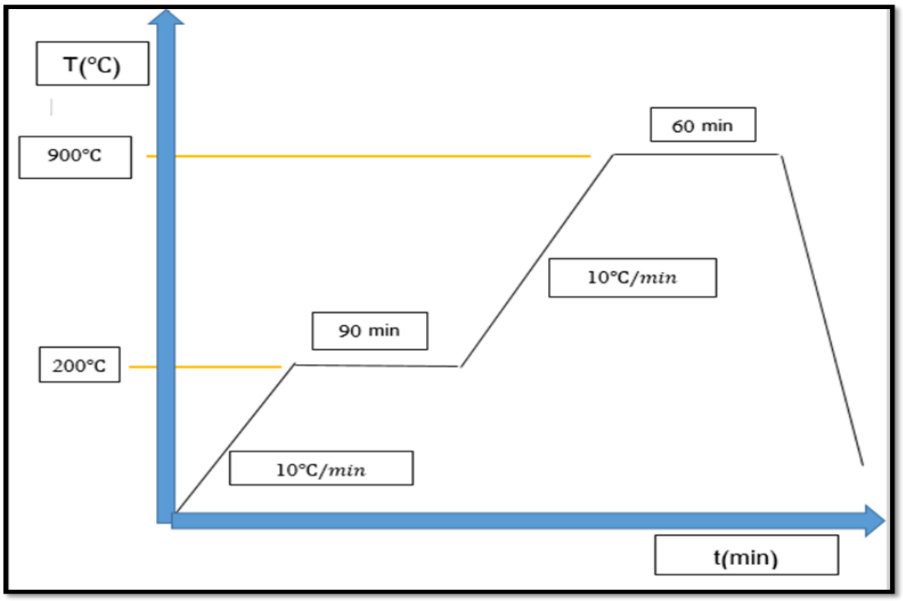
($70\%wt\ Ti\text{-}30\%wt\ Zr\text{-}20\%wt\ NH_4HCO_3$)

.(70%wt Ti-30%wt Zr-10%wt NH_4HCO_3)

2- قمنا بوزن (1g) من المزيج السابق للعينة الواحدة.

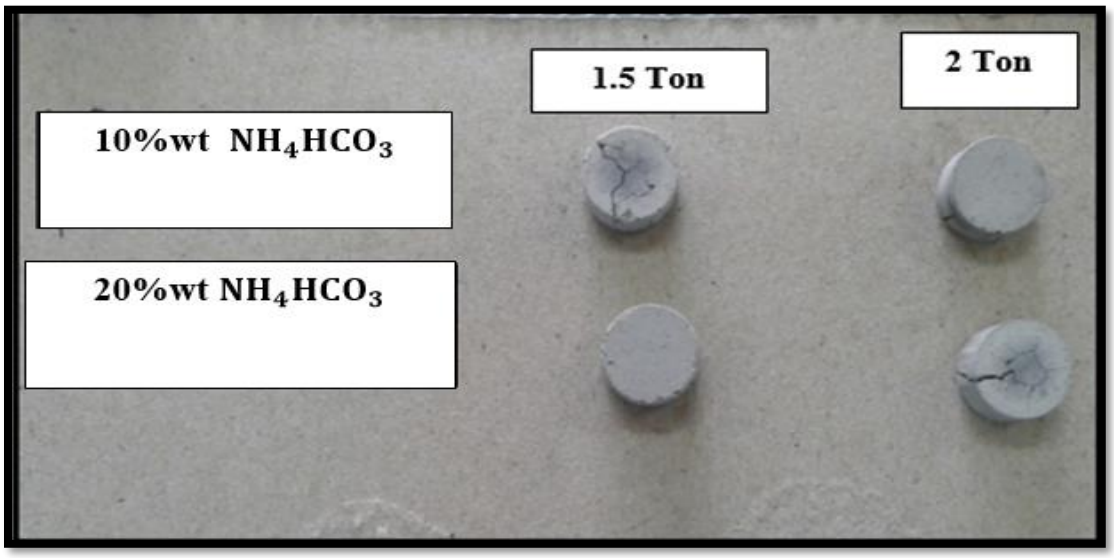
3- كبس المزيج السابق في القالب المبين في الشكل (10) باستخدام مكبس هيدروليكي المبين في الشكل (11) عند قيم مختلفة للضغط:(1.5, 2 Ton).

4- تلبيد العينات السابقة عند درجة حرارة (900°C) لمدة (60min)، مع التثبيت عند درجة حرارة (200°C) لمدة (90min) وذلك للتخلص من مادة تشكيل المسامية (NH_4HCO_3) كما هو مبين في البرنامج الحراري لعينات التجربة الثانية الشكل (28) باستخدام فرن التلبيد المبين في الشكل (12).



الشكل (28) البرنامج الحراري لعينات التجربة الثانية.

العينات الناتجة سيّئة وفيها تشققات كما هو مبيّن في الشكل (29).



الشكل (29) عينات

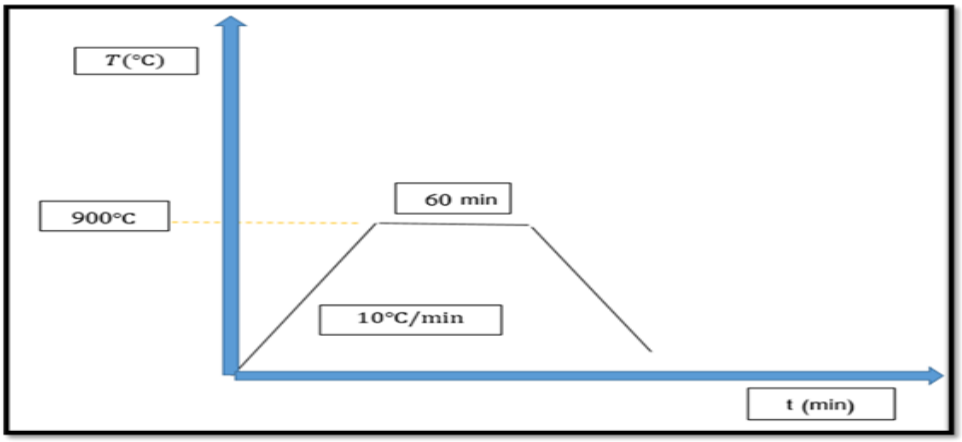
(70%wt Ti-30%wt Zr-20,10%wt NH_4HCO_3) بعد التلبيد عند (900°C) لمدة (60 min).

من التجربة الأولى والثانية نستنتج أن إضافة مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم (NH_4HCO_3) ستؤدي إلى تفتت العينة أو وجود تشققات فيها.

التجربة الثالثة:

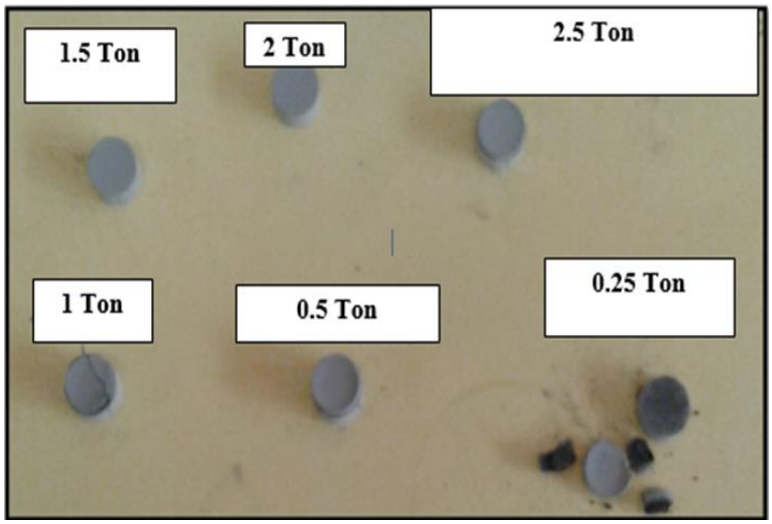
لذلك قمنا بتحضير عينات (70%wt Ti-30%wt Zr) عند قيم مختلفة لضغط الكبس:

(0.25, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5 Ton)، وذلك من أجل تحديد ضغط الكبس المناسب تجريبياً للحصول على المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام بعد التلبيد، وقمنا بتلبيد العينات عند (900°C) لمدة (60 min) كما هو مبين في البرنامج الحراري لعينات التجربة الثالثة الشكل (30).



الشكل (30) البرنامج الحراري لعينات التجربة الثالثة.

العينات الناتجة بعد التلبيد مقبولة كما هو مبين في الشكل (31)، باستثناء العينات المدمجة عند قيم منخفضة لضغط الكبس: (0.25, 0.5,1 Ton) لأن هذه القيم لضغط الكبس لم تعطِ مقاومة خضراء كافية لتماسك العينات.



الشكل (31) العينات (70%wt Ti-30%wt Zr) الملبدة عند (900°C) لمدة (60 min).

بعد ذلك تم دراسة العينات الناتجة وذلك عن طريق حساب الكثافة والمسامية كما هو موضح في الجدول (5).

حساب الكثافة التجريبية للعينة من العلاقة:

$$\rho = \frac{m}{v}\ \mathrm{g/cm^3} \quad (2)$$

حيث: m: وزن العينة [g].

v: حجم العينة [cm^3].

حساب المسامية للعينات من العلاقة التالية:

$$P\% = 1 - \frac{\rho}{\rho_{th}} \quad (3)$$

حيث: ρ : كثافة العينة (g/cm^3).

ρ_{th} : الكثافة النظرية للخليطة المدروسة (g/cm^3).

$$\rho_{th} = \frac{1}{\frac{X_{Ti}}{\rho_{Ti}} + \frac{X_{Zr}}{\rho_{Zr}}} \quad (4) \quad [23]$$

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

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

ρ_{Ti}: كثافة التيتانيوم في الحالة المصمتة ($4.51 g/cm^3$) [49].

ρ_{Zr} : كثافة الزركون في الحالة المصمتة ($6.49\ g/cm^3$) [49] .

بالتعويض نجد: (5) $\rho_{th} = 4.964\ g/cm^3$.

الجدول (5) الكثافة والمسامية لعينات التجربة الثالثة بعد التلبيد:

ضغط الكبس(Ton)	ضغط الكبس (Mpa)	وزن العينة (g)	ارتفاع العينة (mm)	قطر العينة (mm)	الكثافة (g/cm^3)	المسامية (%)	ملاحظة على العينة
0.25	31.830	1.864	9.33	11.35	1.97	62	مرفوضة لأنها تفتت نتيجة ضغط الكبس المنخفض
0.5	63.661	1.861	9.12	11.34	2.02	59.2	فيها تشقق
1	127.323	1.845	8.455	11.29	2.18	56.07	فيها تشقق
1.5	190.985	1.8423	7.703	11.44	2.32	53.14	مقبولة خالية من أي تشقق
2	254.647	1.716	7.015	11.34	2.42	51.18	مقبولة خالية من أي تشقق
2.5	318.309	1.813	7.506	11.51	2.31	53.28	فيها تشقق

من نتائج الجدول (5): تبيّن أن ضغط الكبس المناسب للحصول على مسامية صفائح ترميم العظام المطلوبة (المسامية < 40%) هو (1.5Ton=190.98Mpa).

للتأكد من أنّ ضغط الكبس (1.5Ton=190.98Mpa) أيضاً مناسب للحصول على الخصائص الميكانيكية المطلوبة لصفائح ترميم العظام، قمنا بإجراء اختبار المقاومة على الانضغاط للعينة المدمجة بضغط كبس (1.5Ton=190.98Mpa) من العينات (70%wt Ti-30%wt Zr) الملبدة عند (900°C) لمدة (60 min) لتحديد مقاومة العينة على الانضغاط ومعامل يونغ لها ومقارنة القيم بالقيم المقبولة لصفائح ترميم العظام، كما يلي:

– أُجري الاختبار باستخدام جهاز الاختبارات العامة المبيّن في الشكل (14).

– تم تحديد معامل يونغ والمقاومة على الانضغاط للعينة بعد وضعها بوضع متمركز مع قرص الجهاز (فينطبق محور العينة مع محور تطبيق الضغط) كما هو مبيّن في الشكل (32)، ثمّ تطبيق الحمل تطبيقاً تدريجياً على العينة وبسرعة للرأس المتحرك (0.5 mm/min) من خلال الحاسب الموصول بالجهاز.



الشكل (32) وضع العينة بوضع متمركز مع قرص الجهاز في اختبار المقاومة على الانضغاط.

تُحسب المقاومة على الانضغاط للعينة باستخدام العلاقة التالية:

$$\sigma_{max} = \frac{F_{max}}{A} \quad (Mpa) \qquad (6)$$

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

A $[mm^2]$: مساحة مقطع العينة.

سنعوض قيم العينة المدمجة بضغط كبس (1.5Ton=190.98Mpa):

القوة التي تحطمت عندها العينة والتي حصلنا عليها من جهاز الاختبارات العامة الشكل (14):

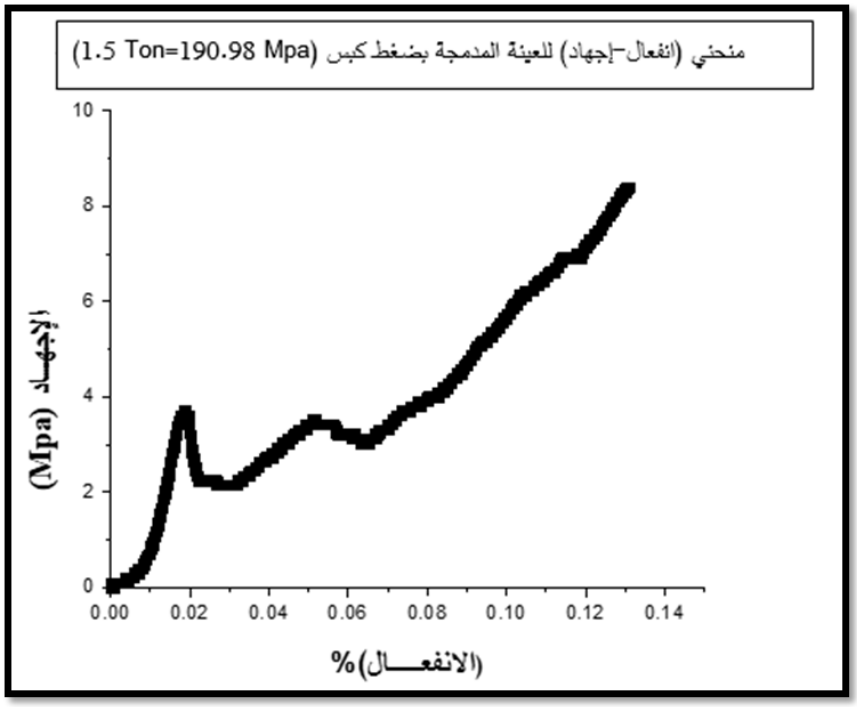
$$F_{max} = 0.4 \ [KN] = 400[N]$$

مساحة مقطع العينة: $A = 102.787 \ mm^2$

وبالتالي تكون المقاومة على الانضغاط للعينة: $\sigma_{max} = 3.891 \ [Mpa]$ وهذه قيمة ضمن المجال المطلوب لصفائح ترميم العظام.

تم حساب معامل يونغ وكانت قيمته: $E = 0.428$ Gpa، وهذه قيمة ضمن المجال المطلوب لصفائح ترميم العظام.

قمنا برسم منحني (انفعال– إجهاد) للعينة المدمجة بضغط كبس (1.5Ton=190.98Mpa) كما هو مبين في الشكل (33).



الشكل (33) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة المدمجة بضغط كبس (1.5Ton=190.98Mpa).

بعد تحديد قيمة ضغط الكبس المناسبة للحصول على مسامية وخصائص ميكانيكية مقبولة لصفائح ترميم العظام بعد التلبيد عند درجة حرارة (900°C) لمدة (60 min) قمنا بتحضير (105 عينة) من خليطة (70%wt Ti-30%wt Zr) كما يلي:

– الوزن: وزنت المساحيق بالنسب المطلوبة كلٍ على حدة بواسطة الميزان الالكتروني المبيّن في الشكل (8) في صحون بلاستيكية مختلفة الحجم.

– الخلط: جرى الخلط باستخدام الخلاط الميكانيكي المبيّن في الشكل (9) بسرعة دوران (90 r.p.m)، لمدة (90 min)، لضمان توزع حبيبي منتظم لمسحوقي التيتانيوم والزركون.

– تشكيل العينات بالكبس على البارد: باستخدام قالب العينات الأسطوانية المبيّن في الشكل (10) وباستخدام المكبس الهيدروليكي اليدوي المبيّن في الشكل (11) وفق الخطوات التالية من أجل كل عينة:

- ✓ وزن (1.5 g) من خليط مساحيق التيتانيوم والزركون.
- ✓ تنظيف القالب، ثمّ وضع الشحنة السابقة في القالب.
- ✓ وضع القالب في المكبس الهيدروليكي اليدوي وتطبيق الضغط (1.5Ton=190.98Mpa) الذي جرى تحديد قيمته تجريبياً كما ورد في الفقرة (3-4-2).
- ✓ رفع الضغط وإزالة العينات المكبوسة.

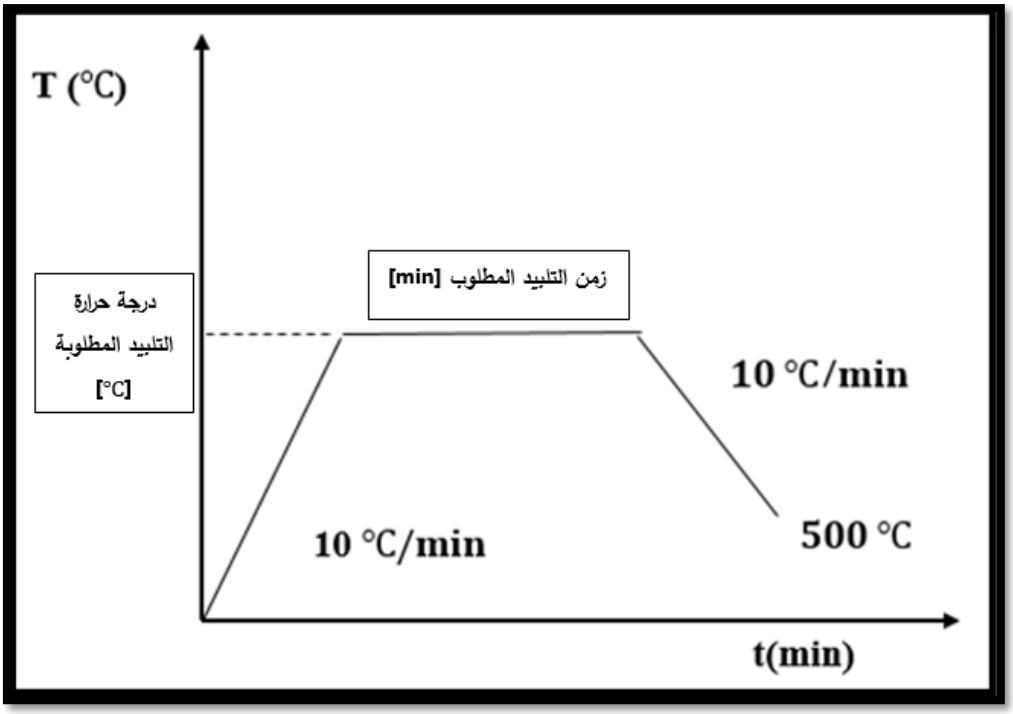
- التلبيد: تم توزيع العينات الناتجة (105عينة) إلى خمس عشرة مجموعة كما يبيّن الجدول (6) تم تلبيد كل مجموعة مؤلفة من (7عينات) باستخدام فرن المعالجة الحرارية الكتيم المبيّن في الشكل (12)، باستخدام غاز الأرغون غازاً للحماية حيث استخدمت أسطوانة أرغون مخبرية وضُبط التدفق على القيمة (168.9 Liter/hour) على الجهاز الموجود على الفرن، ووضع البرنامج الحراري التالي المبيّن في الشكل (34):

- تسخين بسرعة (10 ℃/min) حتى درجة حرارة التلبيد المطلوبة.
- التثبيت على هذه الدرجة بزمن التلبيد المدروس.
- التبريد بسرعة (10 ℃/min) حتى درجة الحرارة (500 ℃).

الجدول (6) العينات المدروسة:

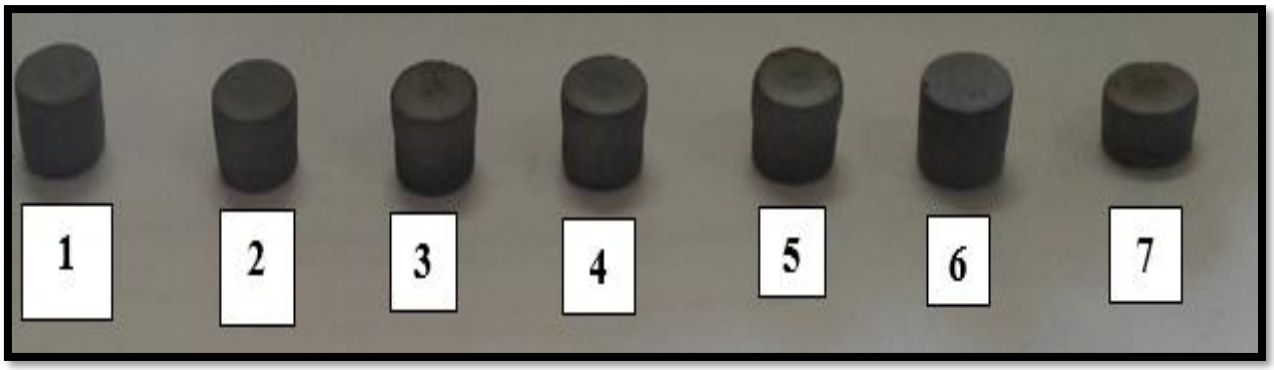
رقم المجموعة	درجة الحرارة (°C)	زمن التلبيد (min)
المجموعة الأولى	900	60
المجموعة الثانية	900	120
المجموعة الثالثة	900	180
المجموعة الرابعة	1000	60
المجموعة الخامسة	1000	120
المجموعة السادسة	1000	180
المجموعة السابعة	1100	60
المجموعة الثامنة	1100	120
المجموعة التاسعة	1100	180
المجموعة العاشرة	1200	60
المجموعة الحادية عشرة	1200	120
المجموعة الثانية عشرة	1200	180
المجموعة الثالثة عشرة	1300	60
المجموعة الرابعة عشرة	1300	120
المجموعة الخامسة عشرة	1300	180

يبيّن الشكل (34) البرنامج الحراري المتبع في عملية تلبيد عينات البحث المطلوبة يتم التسخين بمعدل (10 °C/min) حتى الوصول إلى درجة حرارة تلبيد المجموعة ، نثبّت عند درجة الحرارة السابقة بزمن التلبيد المطلوب ، ثم يتم التبريد بمعدل (10 °C/min) حتى الوصول لدرجة الحرارة (500 °C)، بعدها يكون التبريد تبريد بطيء في الفرن.



الشكل (34) البرنامج الحراري المتبع في عملية تلبيد عينات البحث المطلوبة.

بعد الانتهاء من عملية التلبيد لكل مجموعة بحسب درجة حرارتها و زمن التلبيد لكل مجموعة حصلنا على العينات السبعة الأسطوانية بقطر (Ø10 mm) لكل مجموعة من العينات، ويبيّن الشكل (35) عينات إحدى المجموعات المدروسة بعد التلبيد.



الشكل (35) عينات إحدى المجموعات المدروسة بعد التلبيد.

3-4-3) اختبارات العينات بعد التلبيد:

3-4-3-1) قياس مسامية العينات بعد التلبيد:

– تُحسب كثافة العينة بعد التلبيد (ρ) بالعلاقة (2) الواردة في الفقرة (3-4-2) وذلك بعد حساب حجم كل عينة بعد التلبيد وقياس وزن العينة بعد التلبيد باستخدام الميزان الالكتروني المبيّن في الشكل (8)، أما مسامية العينة بعد التلبيد (P) فتُحسب بالعلاقة (3) الواردة في الفقرة (3-4-2).

– تم حساب المسامية لكل عينة من العينات الملبّدة ثُمّ حدّدت مسامية المجموعة بحساب المتوسط لقيم المسامية للعينات السبعة ومقارنة مسامية كل مجموعة بالمسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام.

3-4-3-2) اختبار المقاومة على الانضغاط للعينات بعد التلبيد:

لتحديد مقاومة العينات على الانضغاط ومعامل يونغ للعينات ومقارنة القيم بالقيم المقبولة لصفائح ترميم العظام.

– أُجري الاختبار باستخدام جهاز الاختبارات العامة المبيّن في الشكل (14)، وذلك بعد اختيار ثلاث عينات من كل مجموعة من العينات.

– عُيّن معامل يونغ والمقاومة على الانضغاط لكل عينة من العينات الثلاث السابقة بعد وضع العينة بوضع متمركز مع قرص الجهاز (ينطبق محور العينة مع محور تطبيق الضغط) كما هو مبيّن في الشكل (32)، ثمّ تطبيق الحمل تطبيقاً تدريجياً على العينة وبسرعة للرأس المتحرك (0.5 mm/min) من خلال الحاسب الموصول بالجهاز.

– تُحسب المقاومة على الانضغاط لكل عينة باستخدام العلاقة (6) الواردة في الفقرة (3-4-2)، ويُحسب معامل يونغ لكل عينة.

– بعد ذلك قمنا برسم منحني (انفعال_ إجهاد) لعينة واحدة من العينات الثلاث المختبرة لكل مجموعة من العينات وهي الأشكال من الشكل (41) إلى الشكل (55).

– حُدّدت قيم المقاومة على الانضغاط، ومعامل يونغ لكل مجموعة من العينات بحساب متوسط المقاومة على الانضغاط ومعامل يونغ للعينات الثلاث المختبرة من كل مجموعة من العينات.

3-3-4-3) الفحص المجهري للعينات الملبّدة:

مراحل الفحص المجهري:

- الصقل: صُقلت العينات على آلة صقل العينات المبيّنة في الشكل (14) بعدّة أوراق صقل بدءاً من الأخشن فالأنعم وفق درجة الخشونة كما يلي، مع التبريد المستمر بالماء حفاظاً على البنية الحقيقية من التشوه بسبب ارتفاع درجة الحرارة في أثناء الصقل، سرعة الجلخ (250 r.p.m) كما هو مبيّن في الشكل (36).



الشكل (36) صقل العينات.

- التلميع: تم التلميع يدوياً باستخدام قرص قماشي ناعم (جلد الغزال) ومعجون الألماس.
- غسل العينة بالماء المقطر وتجفيفها.
- الفحص المجهري: نضع العينة تحت عدسة المجهر الضوئي المبيّن في الشكل (5) ونقوم بتحريكها واختيار نسبة التكبير اللازمة للحصول على أوضح صورة.

3-4-3-4) التوافق الحيوي للعينات:

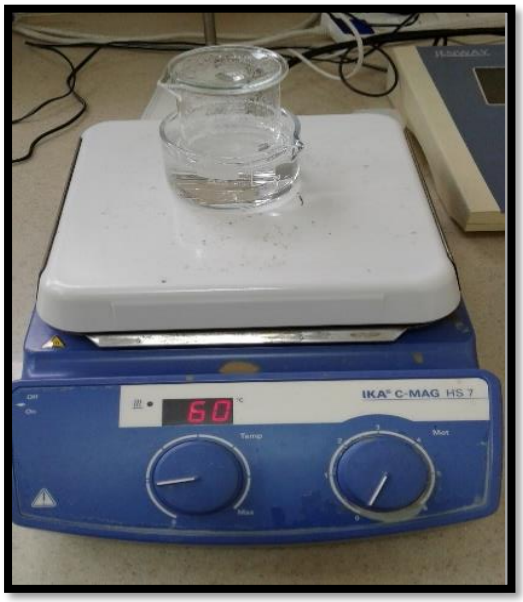
بعد تحديد البارامترات المثلى (درجة حرارة التلبيد –زمن التلبيد) لتكون الخصائص الميكانيكية للعينات المنتجة قريبة جداً من خصائص العظم الطبيعي وذلك لتحقيق عملية زرع مُرضية وظيفياً لصفائح ترميم العظام اختيرت عيّنتان من المجموعة المحقّقة لشروط صفائح ترميم العظام وتم إجراء تجربة التوافق الحيوي على عينة واحدة من هذه المجموعة وتم مقارنة نتائجها مع عينة من نفس المجموعة لم تخضع لتجربة التوافق الحيوي كالتالي:

1- إجراء المعالجة الكيميائية لزيادة النشاط الحيوي لسطح العينة قبل غمرها في السائل الحيوي(SBF):

تم إجراء المعالجة الكيميائية الوارد ذُكرها في المرجع [39] لأنّها أفضل معالجة كيميائية مقارنة بطرق كيميائية أخرى لزيادة النشاط الحيوي لسطح العينة قبل غمرها في السائل الحيوي (SBF):

1– غسل العينة (6) من عينات المجموعة المحقّقة لشروط صفائح ترميم العظام التي ستغمر في السائل الحيوي وغسل عينة مرجعية لن تُغمر في السائل الحيوي (العينة 5 من عينات المجموعة المحقّقة لشروط صفائح ترميم العظام) بالأسيتون وماء عالي النقاوة باستخدام جهاز التنظيف بالأمواج فوق الصوتية المبيّن في الشكل (17) لمدة (30 min).

2– غمر العينة (6) في محلول (NaOH 5M) عند (60 ℃) باستخدام جهاز التحريك المغناطيسي المبين في الشكل (18) لضبط درجة الحرارة عند (60 ℃)، لمدة (24 h=1440 min)، كما يوضح الشكل (37).



الشكل (37) غمر العينة (6) بمحلول (NaOH 5M).

3- غمر العينة (6) في محلول ($Ca\ Cl_2$ 100mM) عند درجة حرارة (40 ℃) باستخدام جهاز التحريك المغناطيسي المبيّن في الشكل (18) لضبط درجة الحرارة عند (40 ℃)، لمدة (43 h=2580 min)، كما هو مبيّن في الشكل (38).



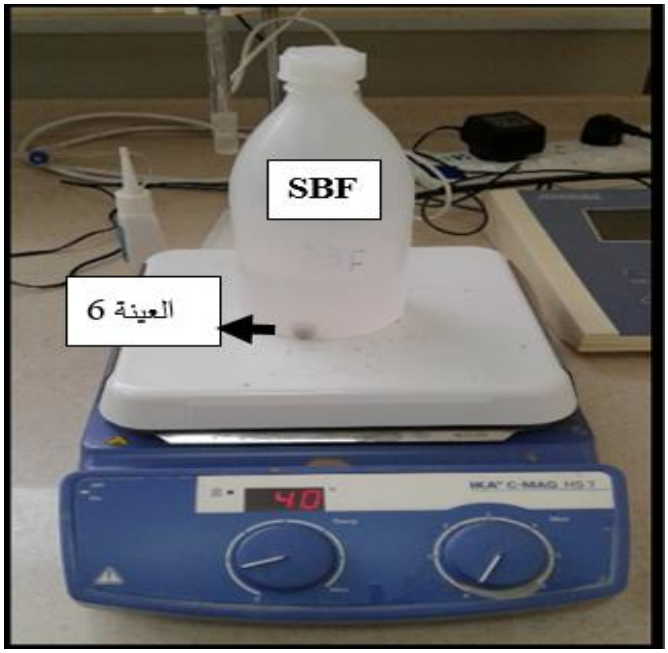
الشكل (38) غمر العينة (6) بمحلول ($Ca\ Cl_2$ 100 mM).

4- إجراء المعالجة الحرارية للعينة (6) بفرن المعالجة الحرارية المبيّن في الشكل (19) ، وتسخّن العينة لدرجة حرارة (600 ℃) بمعدل تسخين (5 ℃/min) مع تثبيت عند درجة الحرارة (600 ℃) لمدة (60 min).

5- غمر العينة (6) بماء عالي النقاوة عند درجة حرارة (60 ℃) لمدة (24 h=1440 min)، باستخدام فرن المعالجة الحرارية المبيّن في الشكل (19).

6- غسل العينة (6) غسلاً سريعاً بماء عالي النقاوة وتجفيفها عند درجة حرارة (40 ℃) باستخدام فرن المعالجة الحرارية المبين في الشكل (19).

7- بعد الانتهاء من المعالجة الكيميائية السابقة غُمرت العينة (6) في السائل الحيوي (SBF) لمدة (3 days)عند درجة حرارة (40 ℃) باستخدام جهاز التحريك المغناطيسي المبيّن في الشكل (18) لضبط درجة الحرارة عند (40 ℃) ، لتكون درجة حرارة غمر العينة قريبة من درجة حرارة الجسم البشري، كما هو مبيّن في الشكل (39).



الشكل (39) غمر العينة (6) في السائل الحيوي (SBF).

8- غسل العينة (6) غسلاً سريعاً بماء عالي النقاوة وتجفيفها عند درجة حرارة (40 ℃) باستخدام فرن المعالجة الحرارية المبين في الشكل (19) قبل إجراء الاختبار للكشف عن الفوسفات باستخدام جهاز تحديد العناصر الكيميائية بطريقة تشتت طاقة الأشعة السينية (EDX) المبيّن في الشكل (7).

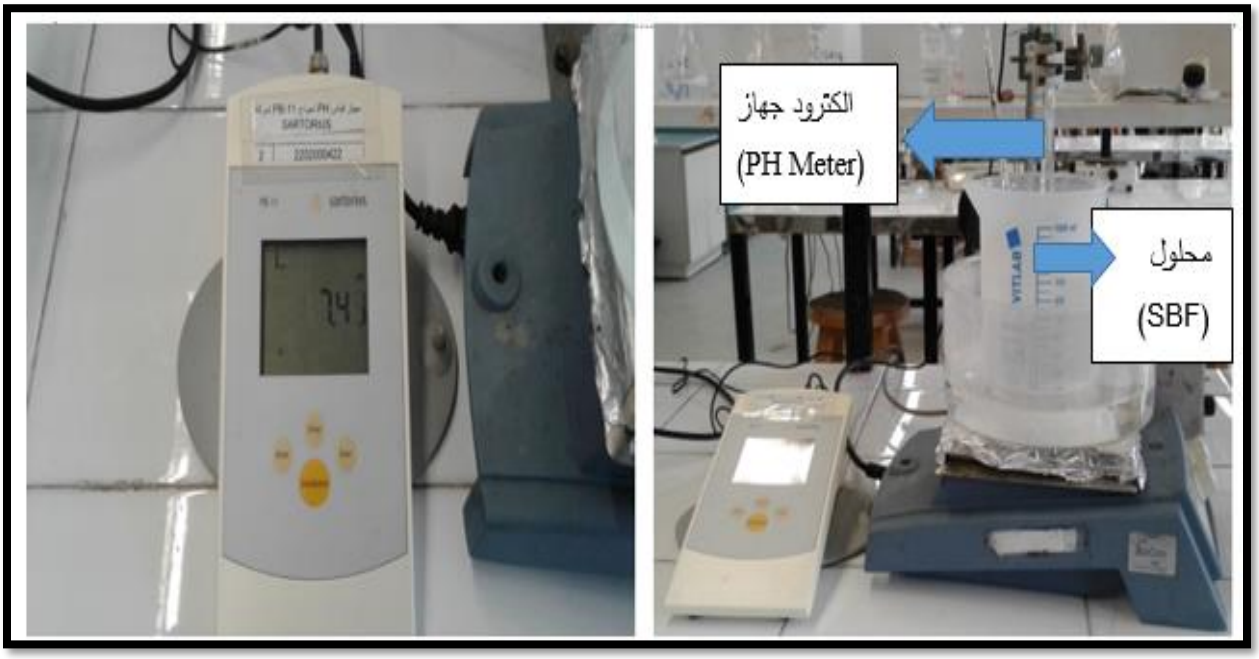
2- طريقة تحضير السائل الحيوي (SBF):

يُحضّر السائل الحيوي المحاكي لسائل الجسم البشري {Simulated Body Fluid (SBF)} عن طريق الذوبان في الماء عالي النقاوة للكواشف التحليلية التالية المبيّنة في الجدول (7)[50] .

الجدول (7) التركيب الكيميائي للسائل الحيوي (SBF):

الكاشف المستخدم	الكمية بالغرام في (1000 mL)
NaCl	8.035
$NaHCO_3$	0.355
KCl	0.225
$K_2HPO_4.3H_2O$	0.231
$MgCl_2.H_2O$	0.311
1M HCl	40 mL
$CaCl_2$	0.292
Na_2SO_4	0.072
Tris $[(CH_2OH)_3CNH_2]$	6.118
1M HCl	الكمية المناسبة لضبط الأس الهيدروجيني (PH 7.4)

ويبيّن الشكل (40) قيمة الأس الهيدروجيني (PH) للسائل الحيوي المحضّر وهي (7.4) وهذه القيمة مطابقة للقيمة المطلوبة للسائل الحيوي كما وردت في المرجع [50].



الشكل (40) قيمة الأس الهيدروجيني للسائل الحيوي المحضّر.

يوضع السائل الحيوي بعد الانتهاء من تحضيره في وعاء مغلق من البولي ايثيلين.

3- اختبار تحديد العناصر الكيميائية بطريقة تشتت طاقة الأشعة السينية باستخدام جهاز (EDX) المبيّن في الشكل (7):

- تم تحديد التركيب الكيميائي للعينة (5) غير المغمورة في السائل الحيوي.
- تم تحديد التركيب الكيميائي للعينة (6) المغمورة في السائل الحيوي لمدة (3 day).

الفصل الرابع: النتائج ومناقشتها

يتضمن هذا الفصل:

4-1) مناقشة تجارب تحضير عينات صفائح ترميم العظام المسامية.

4-2) نتائج قياس مسامية العينات بعد التلبيد.

4-3) نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للعينات بعد التلبيد.

4-4) نتائج الفحص المجهري للعينات الملبّدة.

4-5) نتائج اختبار تحديد العناصر الكيميائية بطريقة تشتت طاقة الأشعة السينية لتحديد التوافق الحيوي للعينة المدروسة.

4-1) مناقشة تجارب تحضير عينات صفائح ترميم العظام المسامية:

أظهرت تجارب تحضير عينات صفائح ترميم العظام المسامية السابق ذكرها في الفقرة (3-4-2) أنّ النسب الوزنية (10%-20%-50%) من مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم (NH_4HCO_3) المضافة إلى خليطة (70%wt Ti-30%wt Zr) تؤدي إلى تفتت العينات أو تشققها عند درجات حرارة عالية لعملية التلبيد مثل التجربة الأولى، وتضمنت تلبيد العينات عند درجة حرارة (1300 °C)، وزمن تلبيد (60 min) مع التثبيت عند درجة حرارة (400 °C) لمدة (60 min)، وذلك للتخلص من مادة تشكيل المسامية (NH_4HCO_3). أو عند التلبيد عند درجات حرارة منخفضة مثل التجربة الثانية و تضمنت تلبيد العينات عند درجة حرارة (900 °C) زمن التلبيد (60 min)، مع التثبيت عند درجة حرارة (200 °C) وإطالة زمن التثبيت عند هذه الدرجة مقارنة بالتجربة الأولى، وكان زمن التثبيت في التجربة الثانية (90 min) وذلك من أجل تسهيل التخلص التام من مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم.

وبالتالي لا يمكن الاعتماد على القيم الوزنية (10%-20%-50%) من مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم (NH_4HCO_3) للحصول على المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام.

يُعزى ذلك إلى حدوث تفاعل بين مسحوق التيتانيوم ومخلفات تحلل مادة (NH_4HCO_3) عند درجات حرارة (300 °C ÷ 600 °C) أدّت إلى تأثير ضار وتدهور الخواص الميكانيكية في صفائح ترميم العظام الملبّدة بسبب الزيادات في محتويات الكربون و الأوكسجين والنتروجين في العينات الناتجة [18]، حيث ينتج عن تحلل مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم ما يلي:

$$NH_4HCO_3 \xrightarrow{\Delta} NH_3 + CO_2 + H_2O \quad (7)$$

وأيضاً ينحل الأوكسجين والنتروجين بسرعة في التيتانيوم عند درجات حرارة أعلى من (400 °C) [18].

بينما حصل الباحث [(Wang,2009)] وآخرون [34] على المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام: (42%-50%-59%-69%-74%) بإضافة مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم بنسب وزنية مختلفة:

(20%-30%-40%-50%-60%wt) إلى خليطة (TiNbZr) بسبب استخدام وسط مخلخل من الهواء في عملية التلبيد، وساعد الوسط المخلخل من الهواء على التخلص من الأوكسجين الموجود في جو الفرن ومن نواتج تحلل مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم.

وكذلك يحدث تشوه وكسر لحبيبات مواد تشكيل المسامية عندما يتجاوز ضغط التدميج الإجهاد الحرج لهذه الحبيبات[18].

لذلك اعتمدنا على تطبيق ضغط تدميج مناسب للحصول على المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام (> 40%)، وتُحدّد قيمة الضغط المطلوب تجريبياً كما ورد في التجربة الثالثة من فقرة (3-4-2) وكانت القيمة المناسبة هي (1.5 Ton=190.98Mpa)، وكانت العينات المدمجة باستخدام ضغط (190.98 Mpa) بعد التلبيد خالية من التشققات ولها مسامية (53.14 %).

4-2) نتائج قياس مسامية العينات بعد التلبيد:

يبيّن الجدول (8) نتائج قياس مسامية جميع مجموعات العينات بعد التلبيد، نلاحظ من الجدول أنّ مسامية المجموعات الخمسة عشرة المدروسة أكبر من 40% وهي قيم متوافقة مع المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام [16].

تم إدراج في ملحق الأطروحة جداول تبيّن قيم مسامية العينات السبعة لكل مجموعة من العينات مع بيان متوسط مسامية كل مجموعة.

الجدول (8): نتائج قياس مسامية العينات بعد التلبيد:

المجموعة	متوسط المسامية للعينات السبعة من كل مجموعة (%)	متوافقة مع المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام (√/X)
الأولى (900℃ – 60min)	45.580	√
الثانية (900℃ – 120min)	45.938	√
الثالثة (900℃ – 120min)	48.389	√
الرابعة (1000℃ – 60min)	48.471	√
الخامسة (1000℃ – 120min)	57.817	√
السادسة (1000℃ – 180min)	48.717	√
السابعة (1100℃ – 60min)	54.847	√
الثامنة (1100℃ – 120min)	57.079	√
التاسعة (1100℃ – 180min)	59.143	√
العاشرة (1200℃ – 60min)	59.143	√
الحادية عشرة (1200℃ – 120min)	58.388	√
الثانية عشرة (1200℃ – 180min)	55.739	√
الثالثة عشرة (1300℃ – 60min)	58.818	√
الرابعة عشرة (1300℃ – 120min)	57.107	√
الخامسة عشرة (1300℃ – 180min)	55.396	√

4-3) نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للعينات بعد التلبيد:

يبيّن الجدول (9) نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعات الخمسة عشرة المدروسة حيث شمل الجدول على قيم متوسط المقاومة على الانضغاط للعينات الثلاثة المدروسة من كل مجموعة من العينات وكذلك تضمن الجدول قيم متوسط معامل يونغ للعينات الثلاثة المدروسة من كل مجموعة من العينات، بالإضافة إلى بيان القيم المقبولة والمرفوضة للمقاومة على الانضغاط ومعامل يونغ تبعاً للمجالات المطلوبة لخصائص ترميم العظام.

تم إدراج في ملحق الأطروحة جداول تبيّن قيم المقاومة على الانضغاط وقيم معامل يونغ لكل عينة من العينات الثلاثة المختبرة من كل مجموعة من العينات مع بيان المقاومة على الانضغاط ومعامل يونغ لكل مجموعة من العينات.

الجدول (9) نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للعينات بعد التلبيد:

	متوسط المقاومة على الانضغاط للعينات الثلاثة المختبرة من كل مجموعة (Mpa)	متوسط معامل يونغ للعينات الثلاثة المختبرة من كل مجموعة (Gpa)
المجال المطلوب	(2÷200 Mpa) [20]	(0.1÷30 Gpa) [20]
المجموعة		
الأولى (900℃ – 60min)	14.039 (مقبولة)	0.715 (مقبولة)
الثانية (900℃ – 120min)	12.335 (مقبولة)	0.561(مقبولة)
الثالثة (900℃ – 120min)	7.902 (مقبولة)	0.482 (مقبولة)
الرابعة (1000℃ – 60min)	5.687 (مقبولة)	0.415 (مقبولة)
الخامسة (1000℃ – 120min)	6.750 (مقبولة)	0.127 (مقبولة)
السادسة (1000℃ – 180min)	6.127 (مقبولة)	0.410 (مقبولة)
السابعة (1100℃ – 60min)	3.408 (مقبولة)	0.091 (مرفوضة)
الثامنة (1100℃ – 120min)	7.072 (مقبولة)	0.144 (مقبولة)
التاسعة (1100℃ – 180min)	3.096 (مقبولة)	0.231 (مقبولة)
العاشرة (1200℃ – 60min)	0.419 (مرفوضة)	0.050 (مرفوضة)
الحادية عشرة (1200℃ – 120min)	1.818 (مرفوضة)	0.124 (مقبولة)
الثانية عشرة (1200℃ – 180min)	1.864 (مرفوضة)	0.178 (مقبولة)
الثالثة عشرة (1300℃ – 60min)	0.689 (مرفوضة)	0.040 (مرفوضة)
الرابعة عشرة (1300℃ – 120min)	6.312 (مقبولة)	0.506 (مقبولة)
الخامسة عشرة (1300℃ – 180min)	6.269 (مقبولة)	0.188 (مقبولة)

وبمقارنة قيم المقاومة على الانضغاط لجميع مجموعات العينات المبيّنة في الجدول (9) بالقيم المطلوبة لصفائح ترميم العظام (200 Mpa ÷ 2)[19,20] ، نلاحظ أنّ المقاومة على الانضغاط لمجموعة عينات المجموعة العاشرة (1200 °C − 60 min) والمجموعة الحادية عشرة للعينات (1200°C − 120 min) والمجموعة الثانية عشرة (1200°C − 180min) والمجموعة الثالثة عشرة (1300°C − 60min) كانت على التوالي:

(0.419 Mpa)، (1.818Mpa) ،(1.864 Mpa)،(0.689 Mpa) وهي غير مطابقة لقيم المقاومة على الانضغاط المطلوبة لصفائح ترميم العظام (200 Mpa ÷ 2) وبالتالي فإنّ هذه المجموعات مرفوضة وبارامترات التلبيد: (1200 °C − 60 min)، (1200°C − 120 min)، (1200°C − 180min) ،(1300°C − 60min) لا يمكن الاعتماد عليها للحصول على صفائح ترميم العظام، أمّا بقية المجموعات فكانت قيم المقاومة على الانضغاط لها مطابقة للقيم المقبولة لصفائح ترميم العظام.

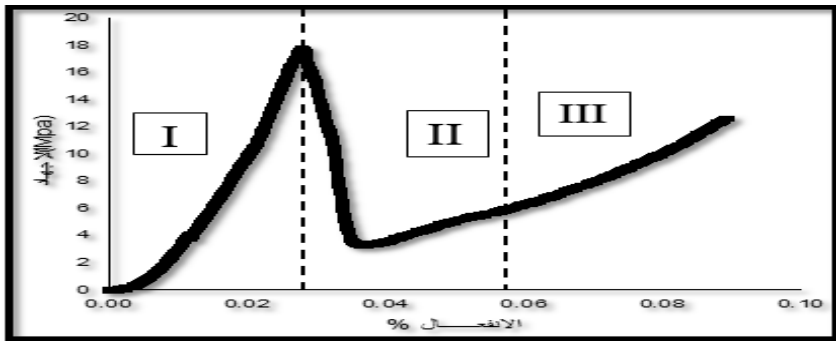
بمقارنة قيم معامل يونغ لجميع مجموعات العينات المبيّنة في الجدول (9) بالقيم المطلوبة لصفائح ترميم العظام [19,20] (30 Gpa ÷ 0.1) نلاحظ أنّ المجموعات المرفوضة هي المجموعة السابعة (1100°C − 60min)، والمجموعة العاشرة (1200°C − 60min)، والمجموعة الثالثة عشرة (1300°C − 60min)، كانت قيم معامل يونغ على التوالي: (0.091 Gpa)، (0.050 Gpa)، (0.040 Gpa)، وبالتالي فإنّ بارامترات التلبيد التالية: (1100°C − 60min)، (1200°C − 60min)، (1300°C − 60min) لا يمكن الاعتماد عليها للحصول على صفائح ترميم العظام، أمّا بقية المجموعات فكانت قيم معالم يونغ لها مطابقة للقيم المقبولة لصفائح ترميم العظام.

وبالتالي فإنّ المجموعات المقبولة من العينات هي: مجموعة (900°C − 60min)، مجموعة (900°C − 120min)، مجموعة (900°C − 180min)، مجموعة (1000°C − 60min)، مجموعة (1000°C − 120min)، مجموعة (1000°C − 180min)،مجموعة (1100°C − 120min)، مجموعة (1100°C − 180min)، مجموعة (1300°C − 120min)، مجموعة (1300°C − 180min).

ولكن يجب أن تتمتع المادة الطبية الحيوية المثالية بخصائص تجمع بين معامل يونغ منخفض (قريب من العظم) ومقاومة على الانضغاط عالية وذلك للحفاظ على مدّة خدمة طويلة الأمد للزرعات الجراحية [51] ، لذلك كانت البارامترات المثلى لعملية التلبيد في تحضير صفائح ترميم العظام المدروسة هي: (900℃ − 60min) لأنّ مقاومة الانضغاط للمجموعة الأولى من العينات كانت (14.039) كما ورد في الجدول (9) وهي أكبر قيمة مقارنة بقيم المقاومة على الانضغاط لمجموعات العينات الأخرى ذات الخصائص الميكانيكية المطابقة لخصائص العظام الطبيعية. نلاحظ أنّ الخصائص الميكانيكية لصفائح ترميم العظام المحضّرة ببارامترات تلبيد (900℃ − 60min) الوارد ذكرها في الجدول (9) وهي على التوالي: (14.039 Mpa, 0.715Gpa) متوافقة مع قيم الخصائص الميكانيكية للعظم البشري المسامي: مقاومة على الانضغاط (80 Mpa ÷ 2)، معامل يونغ (2 Gpa ÷ 0.2) [52].

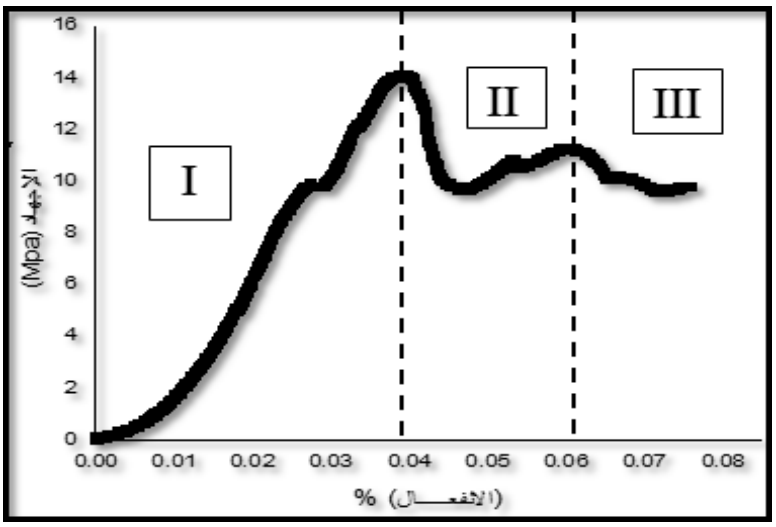
تبيّن الأشكال من الشكل (41) إلى الشكل (55) منحنيات (انفعال _ إجهاد) لعينة واحدة من العينات الثلاثة المختبرة لكل مجموعة من العينات.

يبيّن الشكل (41) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (4) من المجموعة الأولى من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



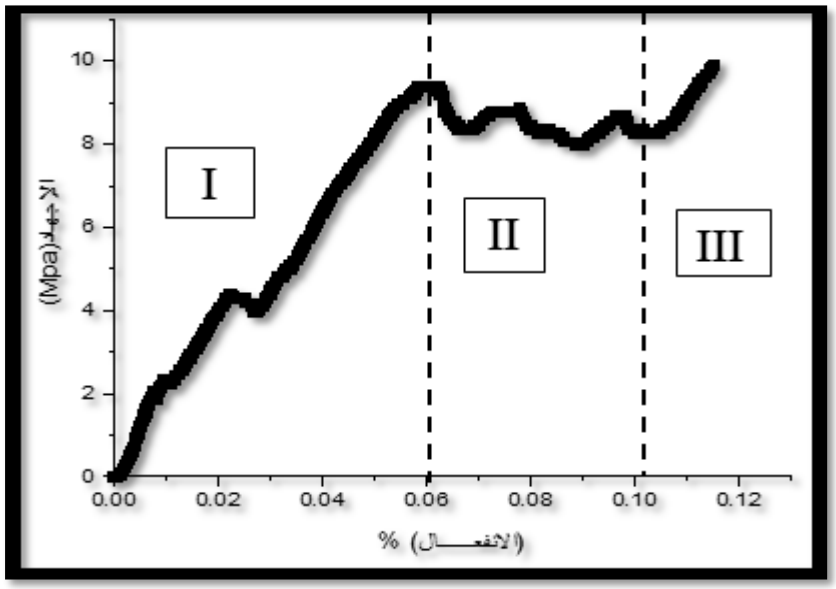
الشكل (41) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (4) من المجموعة الأولى من العينات.

يبيّن الشكل (42) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (2) من المجموعة الثانية من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



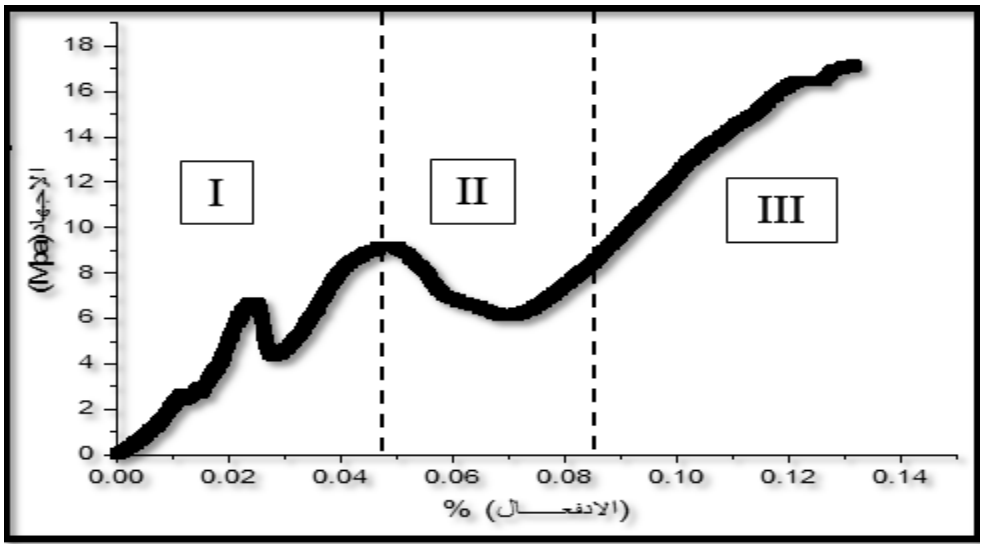
الشكل (42) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (2) من المجموعة الثانية من العينات.

يبيّن الشكل (43) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (2) من المجموعة الثالثة من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



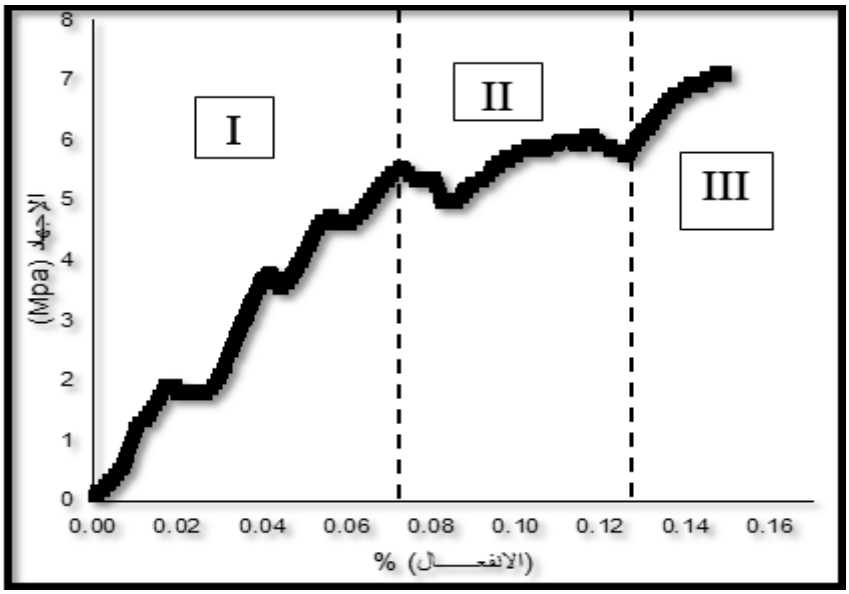
الشكل (43) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (2) من المجموعة الثالثة من العينات.

يبيّن الشكل (44) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (2) من المجموعة الرابعة من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



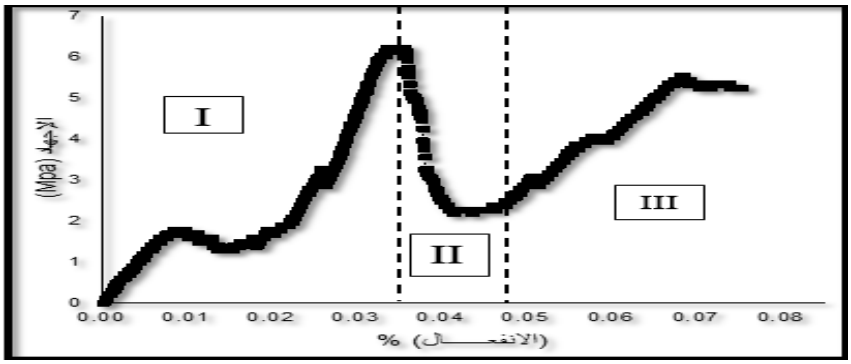
الشكل (44) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (2) من المجموعة الرابعة من العينات.

يبيّن الشكل (45) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (1) من المجموعة الخامسة من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



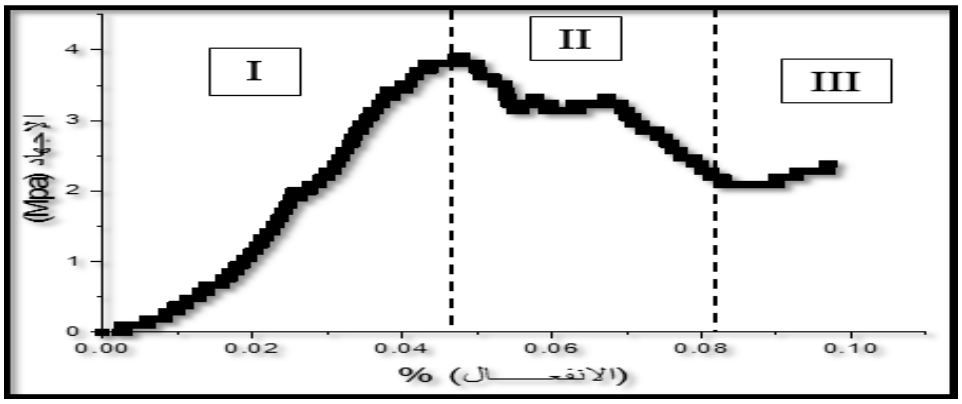
الشكل (45) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (1) من المجموعة الخامسة من العينات.

يبيّن الشكل (46) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (6) من المجموعة السادسة من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



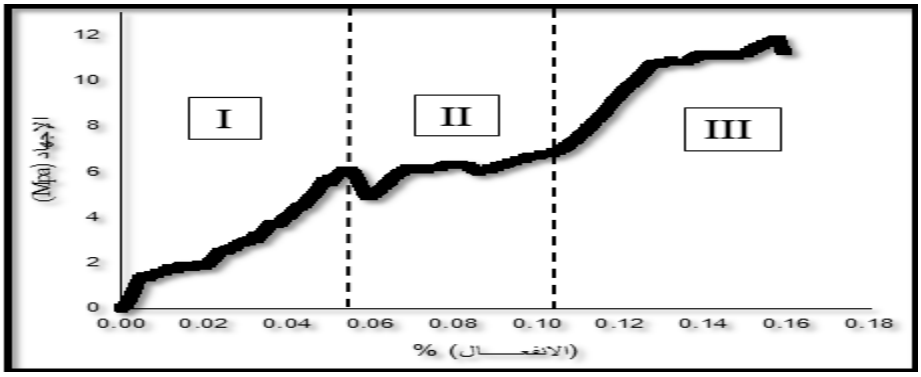
الشكل (46) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (6) من المجموعة السادسة من العينات.

يبيّن الشكل (47) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (3) من المجموعة السابعة من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



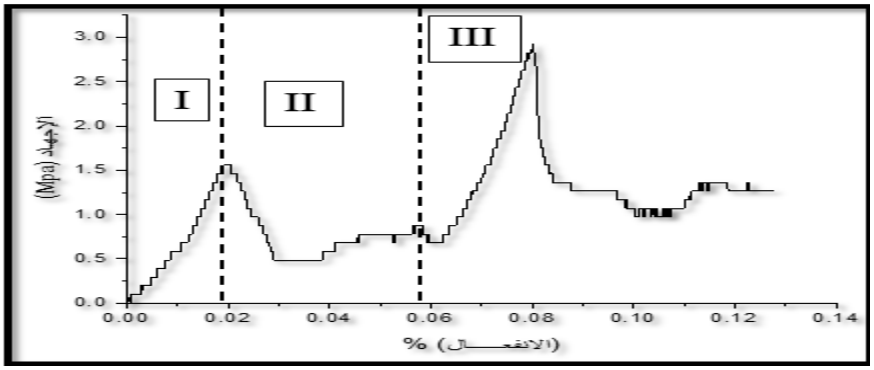
الشكل (47) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (3) من المجموعة السابعة من العينات.

يبيّن الشكل (48) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (5) من المجموعة الثامنة من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



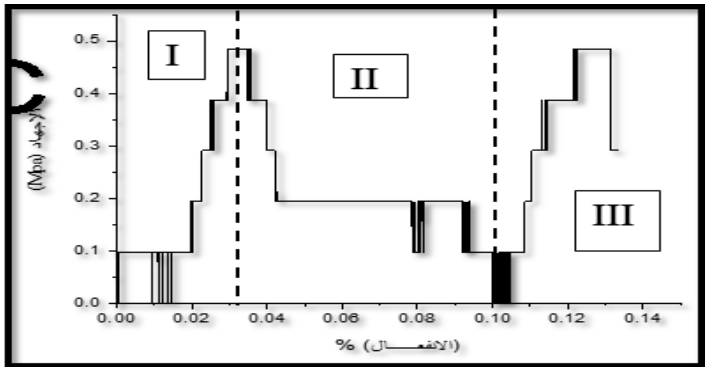
الشكل (48) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (5) من المجموعة الثامنة من العينات.

يبيّن الشكل (49) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (4) من المجموعة التاسعة من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



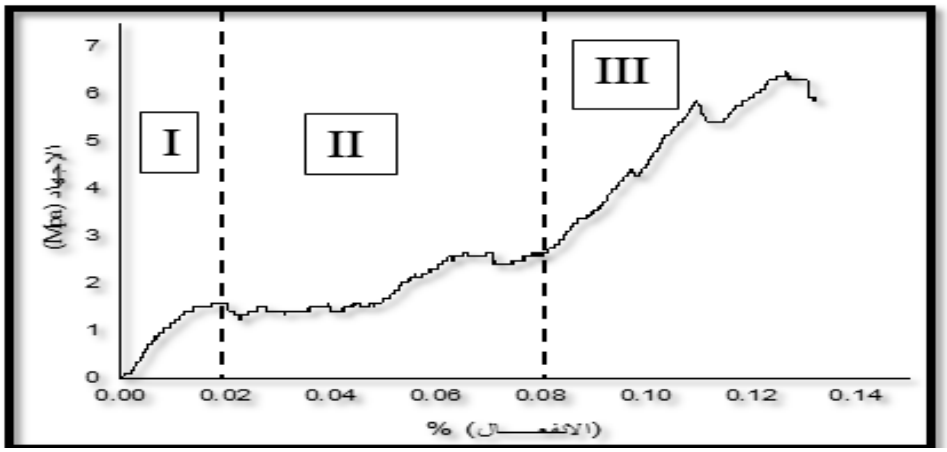
الشكل (49) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (4) من المجموعة التاسعة من العينات.

يبيّن الشكل (50) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (3) من المجموعة العاشرة من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



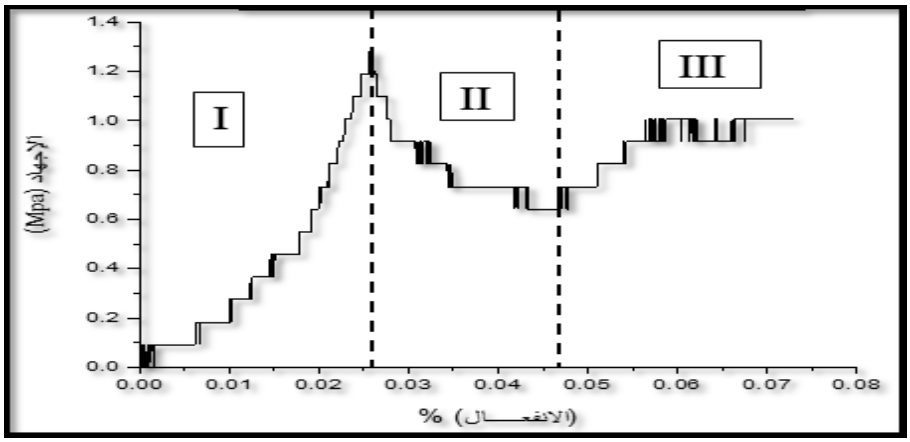
الشكل (50) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (3) من المجموعة العاشرة من العينات.

يبيّن الشكل (51) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (3) من المجموعة الحادية عشرة من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



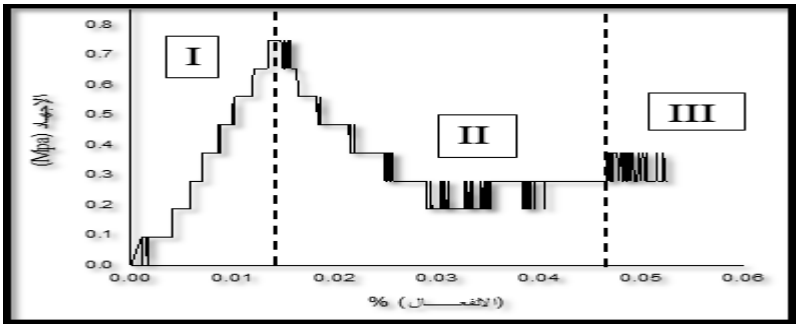
الشكل (51) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (3) من المجموعة الحادية عشرة من العينات.

يبيّن الشكل (52) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (6) من المجموعة الثانية عشرة من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



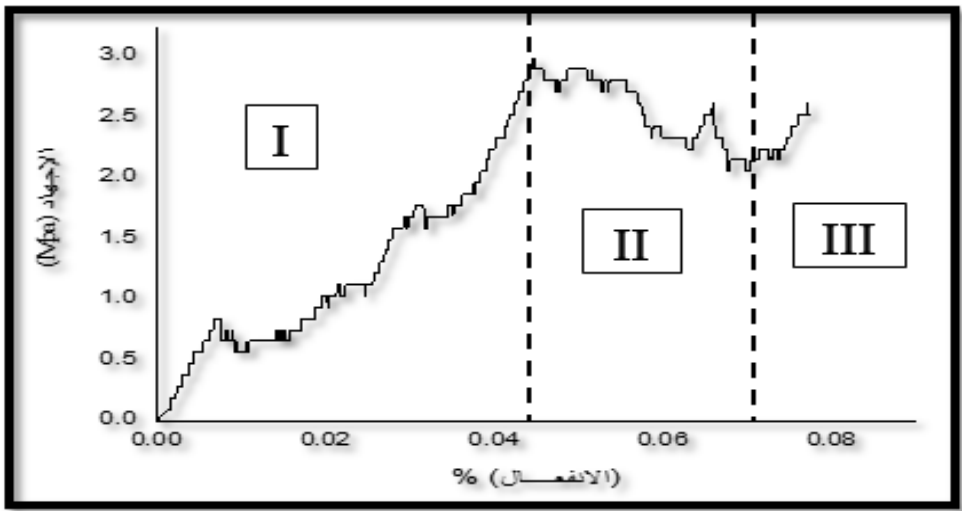
الشكل (52) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (6) من المجموعة الثانية عشرة من العينات.

يبيّن الشكل (53) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (2) من المجموعة الثالثة عشرة من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



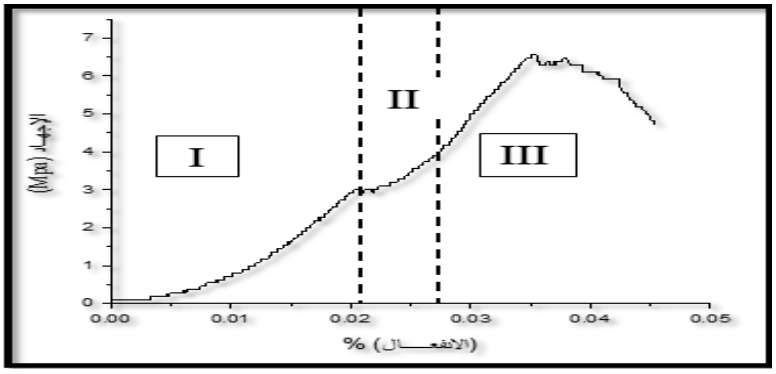
الشكل (53) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (2) من المجموعة الثالثة عشرة من العينات.

يبيّن الشكل (54) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (3) من المجموعة الرابعة عشرة من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



الشكل (54) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (3) من المجموعة الرابعة عشرة من العينات.

يبيّن الشكل (55) أن منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (4) من المجموعة الخامسة عشرة من العينات مكون من ثلاث مناطق وهو ما ينسجم مع السلوك الميكانيكي العام على الانضغاط للمواد المسامية.



الشكل (55) منحني (انفعال–إجهاد) للعينة (4) من المجموعة الخامسة عشرة من العينات.

توضّح منحنيات (الانفعال–إجهاد) للعينات (الأشكال من 41 ⟵ 55) سلوك الإجهاد والانفعال النموذجي للمواد المعدنية المسامية الذي يتكون من ثلاث مناطق:

I : المنطقة الأولى وهي منطقة التشوه المرن.

II: المنطقة الثانية: منطقة العتبة الطويلة تبدأ فيها المسامات بالانهيار والتشوه مما يسبب زيادة في الانفعال بينما تكون تغيرات الإجهاد صغيرة.

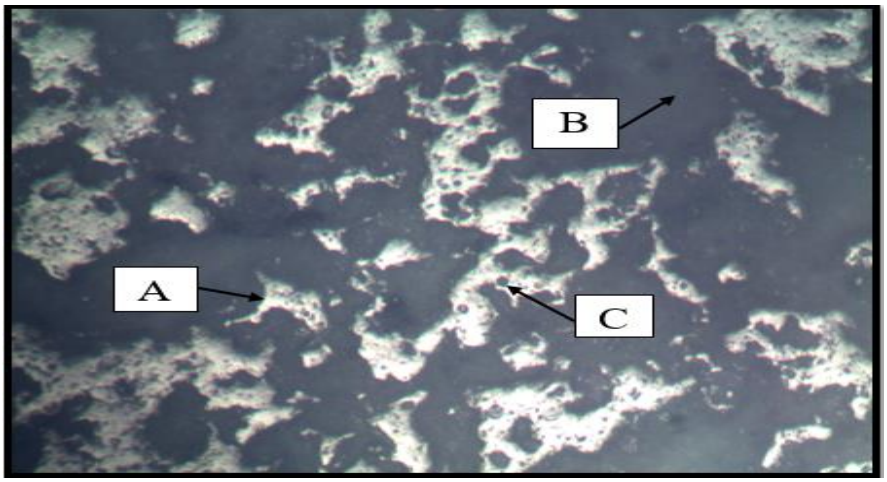
III: المنطقة الثالثة: تنهار المسامات وتنغلق كلياً ويزداد الإجهاد زيادة حادّة ويتحول السلوك الميكانيكي للمواد المسامية إلى سلوك المواد المصمتة.

وهذا يتوافق مع السلوك الميكانيكي لعينات التيتانيوم المسامية للباحث [37] [(Mansourighasri,2012)]. الاختلاف في منحنيات (الانفعال–إجهاد) للعينات (الأشكال من 41 ⟵ 55) يعود إلى اختلاف قيم المسامية للعينات المدروسة، حيث يكون تشوه المسام تدريجياً وكل تشوه في مسام يقابله تكسر في منحني (الانفعال– إجهاد).

4-4) نتائج الفحص المجهري للعينات الملبّدة:

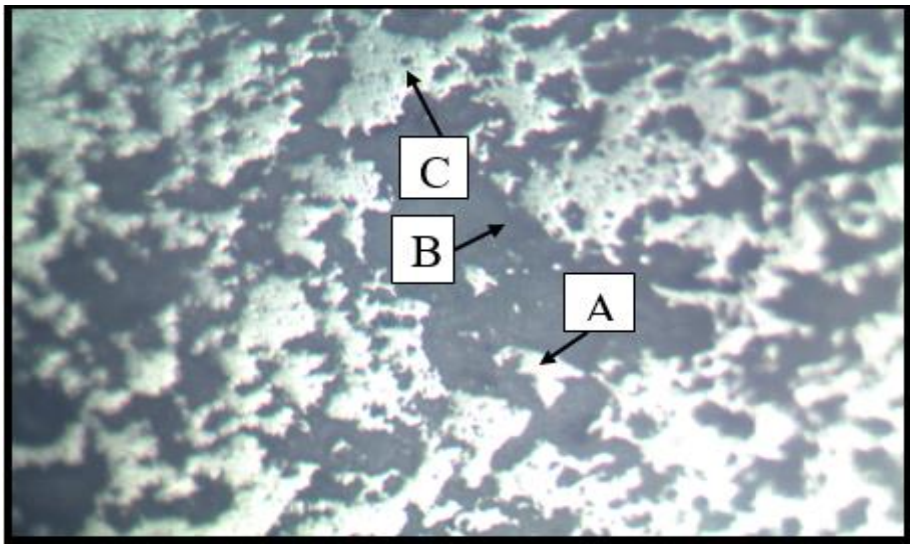
تم إجراء الفحص المجهري للعينات باستخدام المجهر الضوئي المبين في الشكل (5) وبتكبير مقداره (200X,500X)، وكانت النتائج كما هي مبيّنة في الأشكال التالية من الشكل (56) إلى الشكل (70).

يبّن الشكل (56) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة الأولى من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



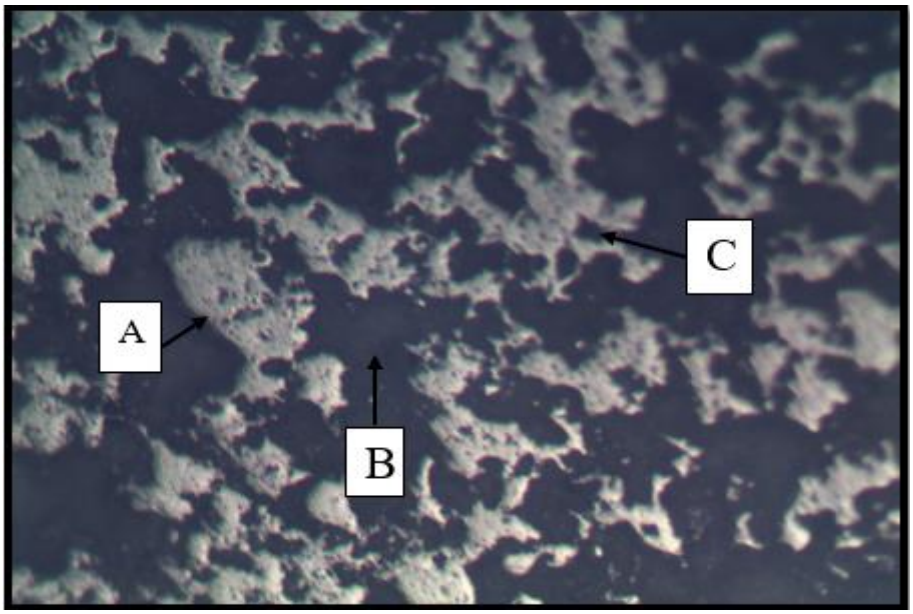
الشكل (56) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الأولى من العينات وتكبير مقداره (200X).

يبيّن الشكل (57) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة الثانية من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



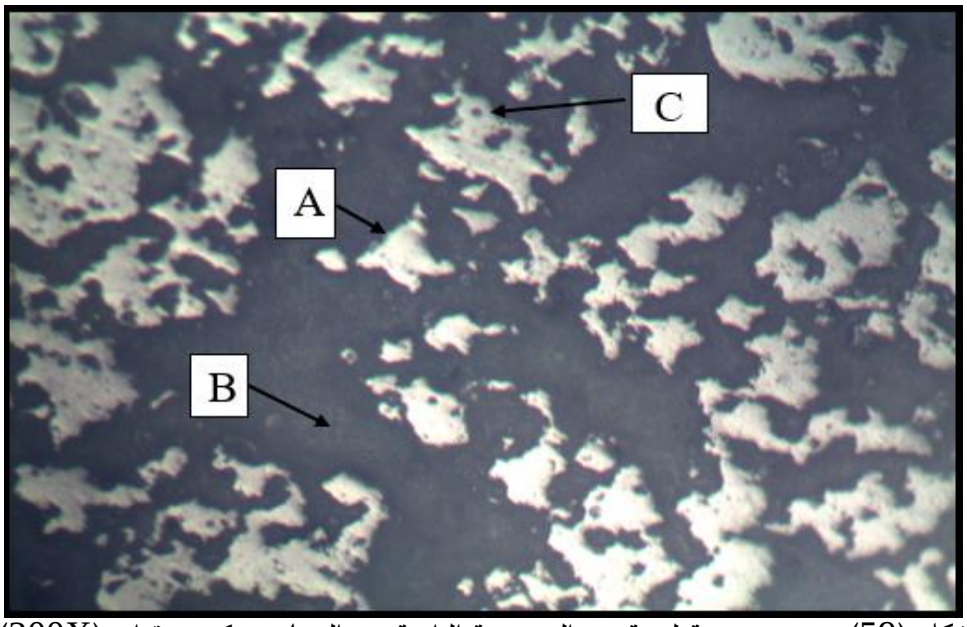
الشكل (57) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الثانية من العينات وتكبير مقداره (200X).

يبيّن الشكل (58) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة الثالثة من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



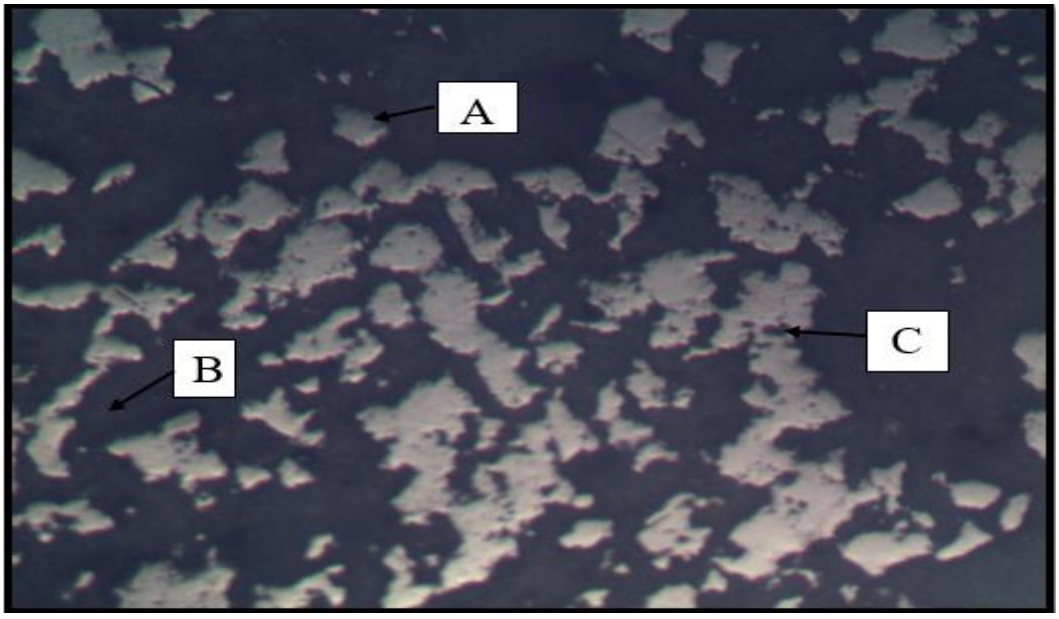
الشكل (58) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الثالثة من العينات وتكبير مقداره (200X).

يبيّن الشكل (59) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة الرابعة من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



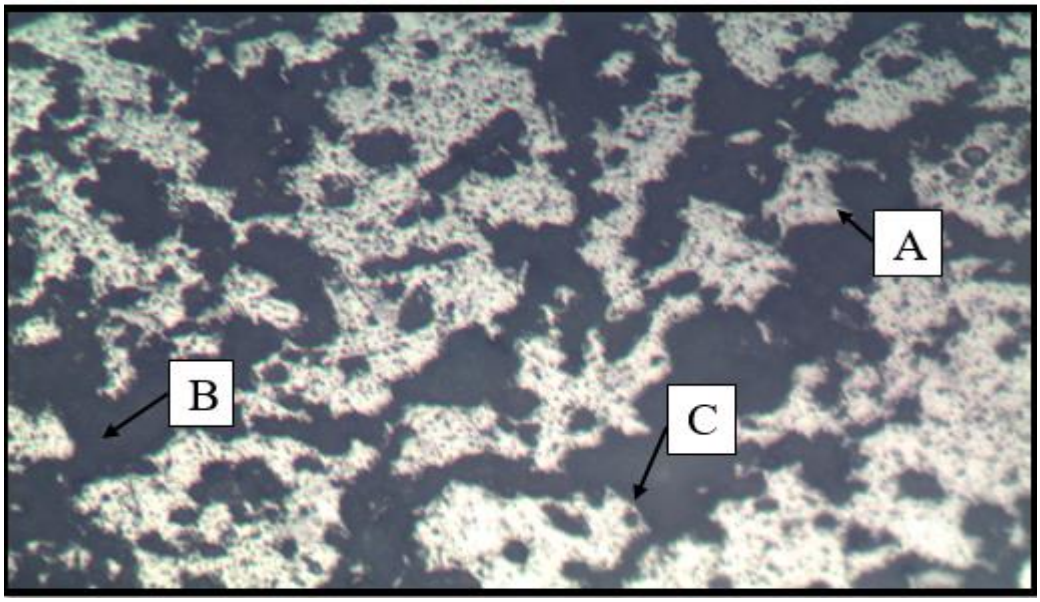
الشكل (59) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الرابعة من العينات وتكبير مقداره (200X).

يبيّن الشكل (60) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة الخامسة من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



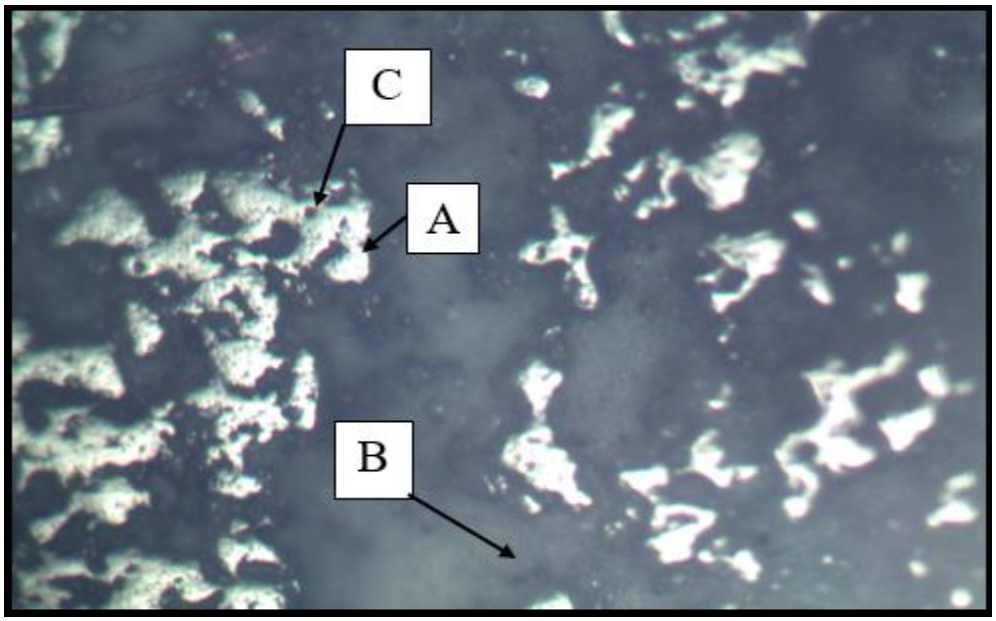
الشكل (60) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الخامسة من العينات وتكبير مقداره (200X).

يبيّن الشكل (61) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة السادسة من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



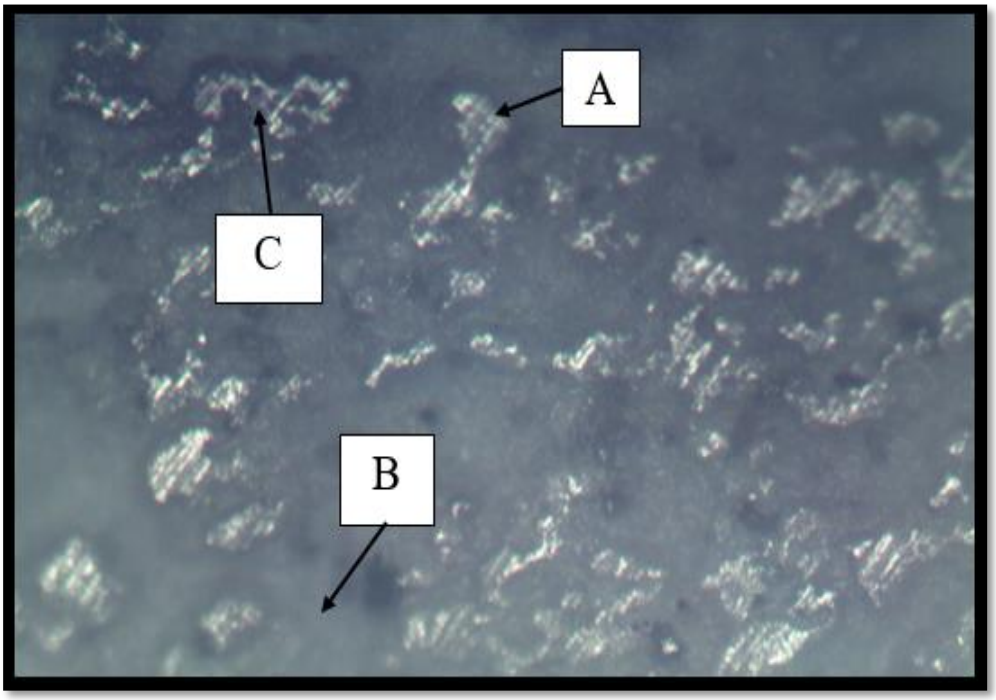
الشكل (61) صورة مجهرية لعينة من المجموعة السادسة من العينات وتكبير مقداره (200X).

يبيّن الشكل (62) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة السابعة من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



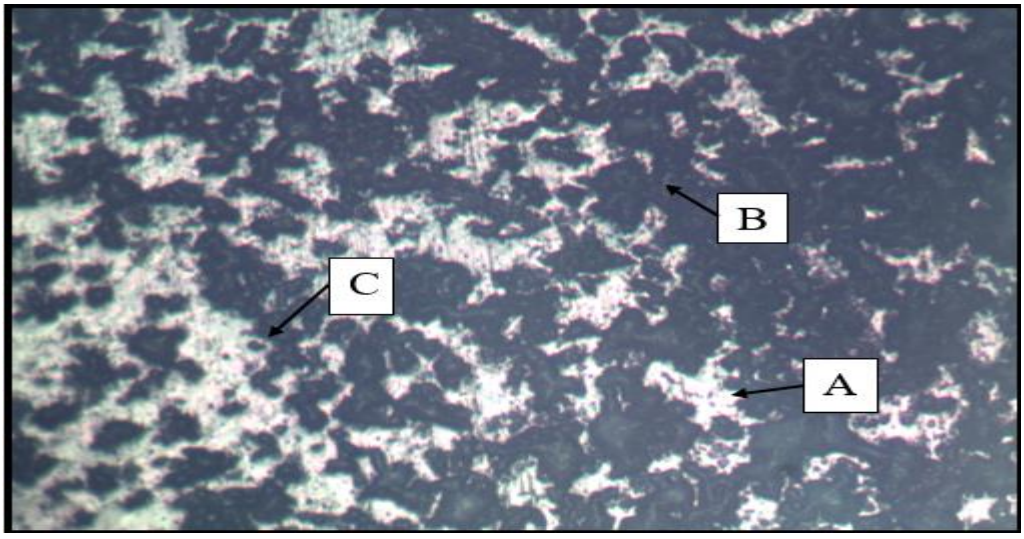
الشكل (62) صورة مجهرية لعينة من المجموعة السابعة من العينات وتكبير مقداره (200X).

يبيّن الشكل (63) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة الثامنة من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



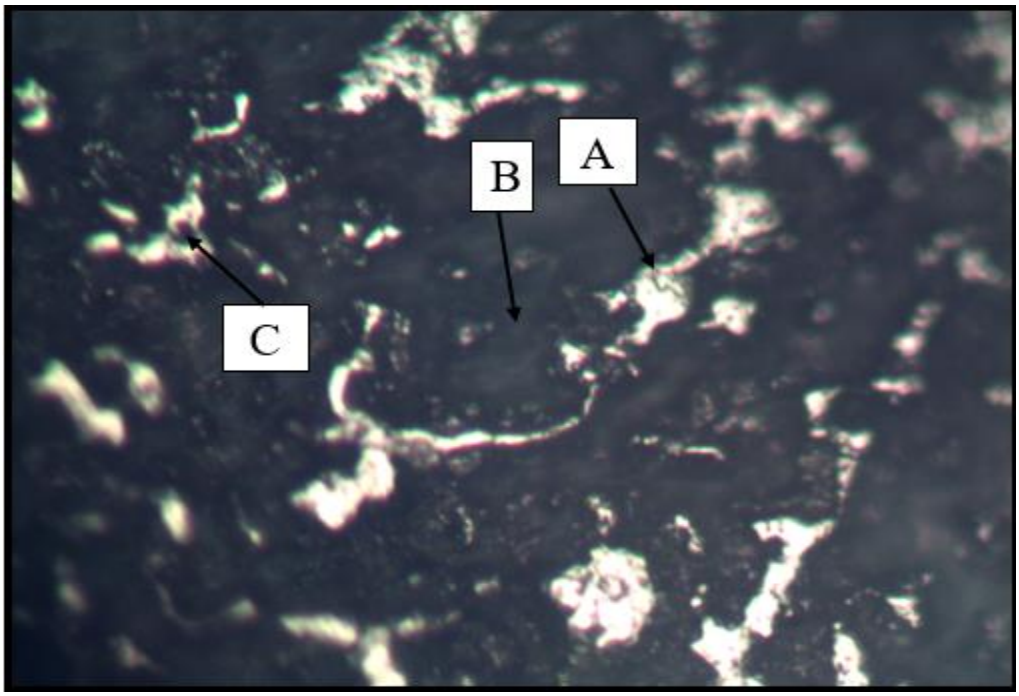
الشكل (63) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الثامنة من العينات وتكبير مقداره (200X).

يبيّن الشكل (64) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة التاسعة من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



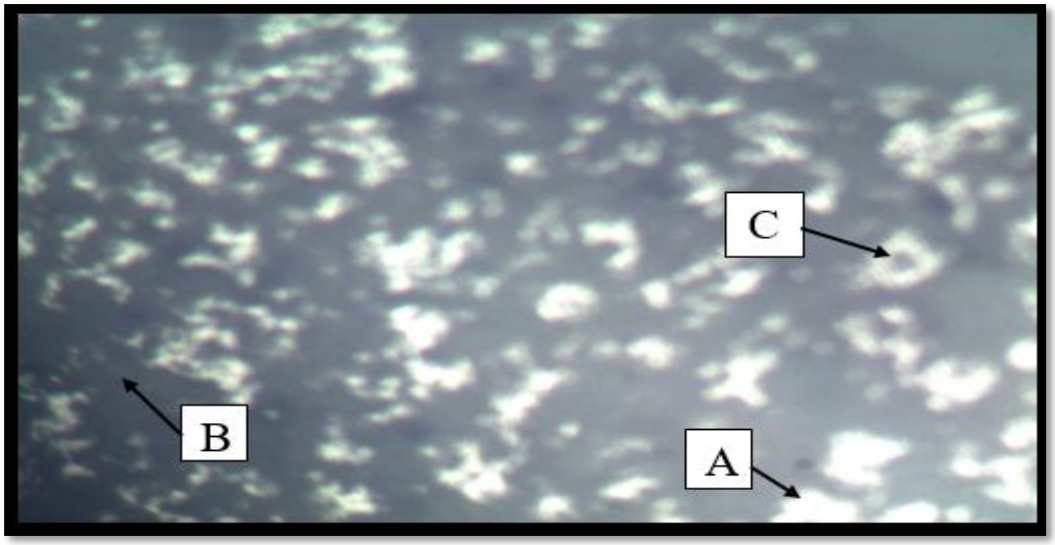
الشكل (64) صورة مجهرية لعينة من المجموعة التاسعة من العينات وتكبير مقداره (200X).

يبيّن الشكل (65) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة العاشرة من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



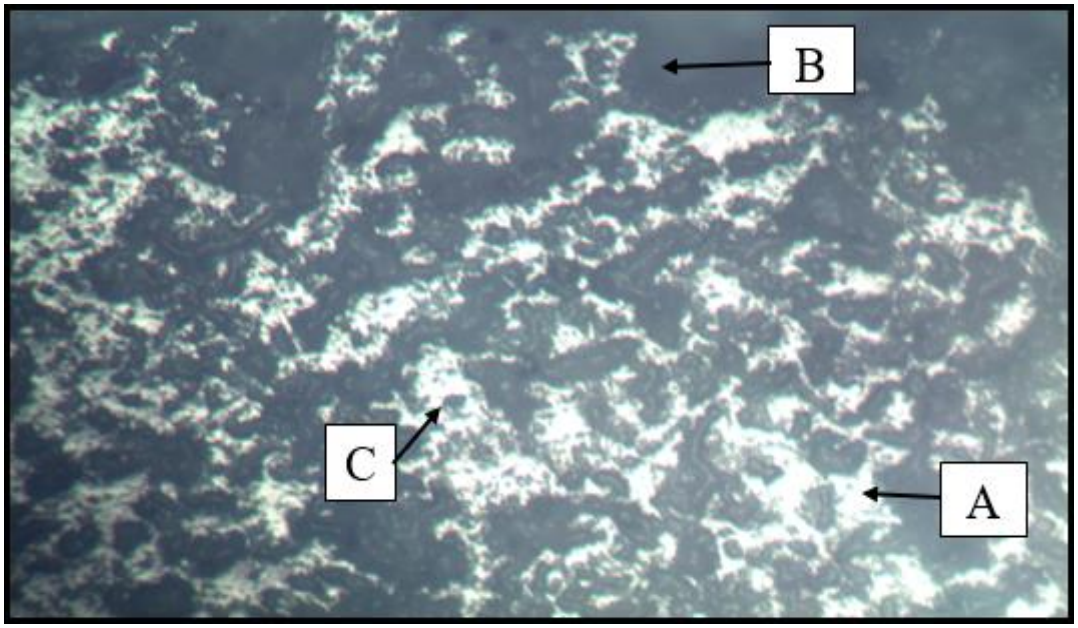
الشكل (65) صورة مجهرية لعينة من المجموعة العاشرة من العينات وتكبير مقداره (500X).

يبيّن الشكل (66) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة الحادية عشرة من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



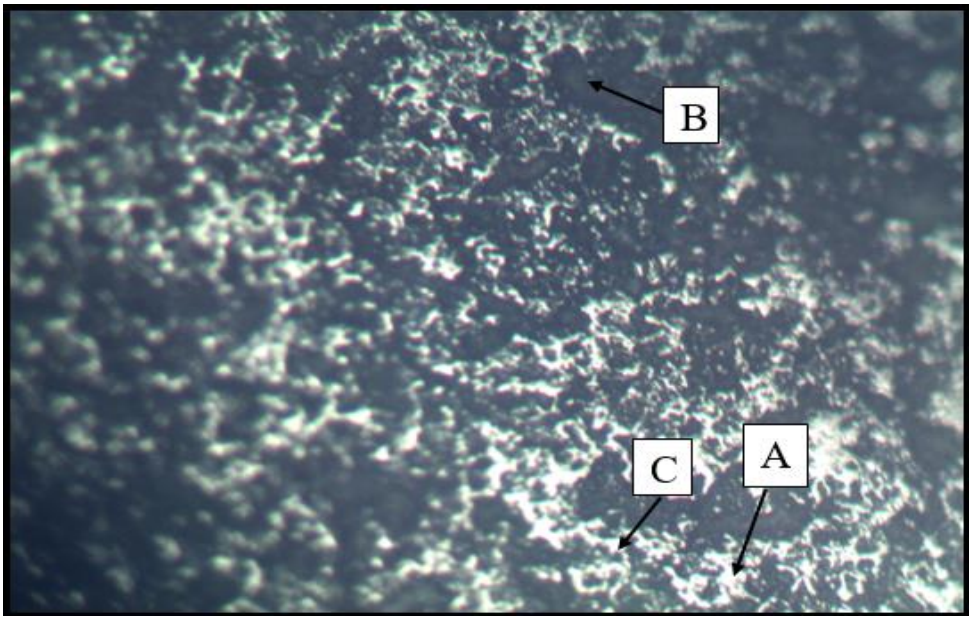
الشكل (66) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الحادية عشرة من العينات وتكبير مقداره (200X).

يبيّن الشكل (67) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة الثانية عشرة من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



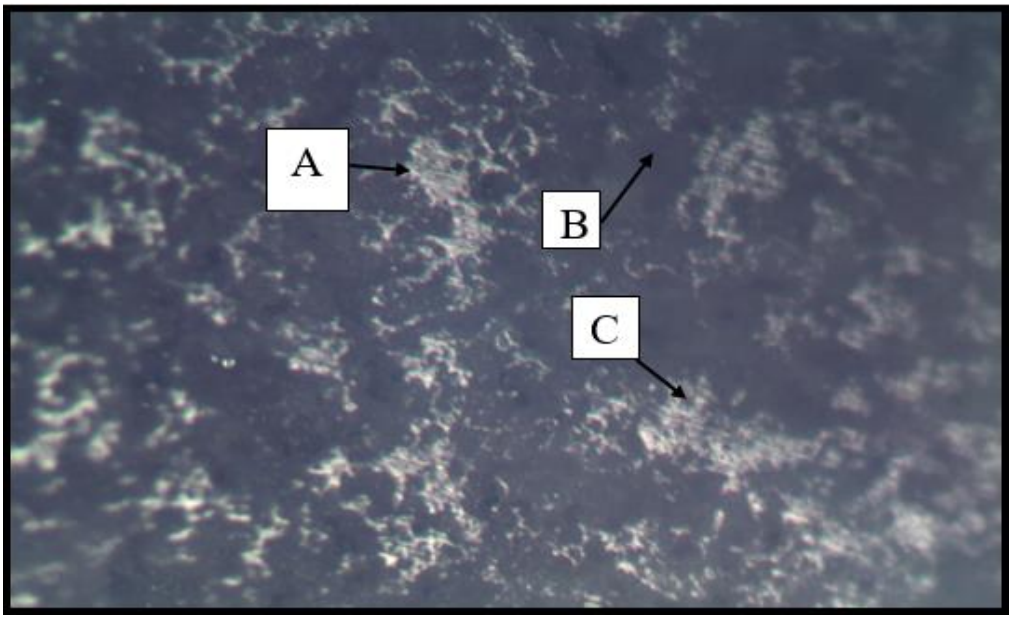
الشكل (67) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الثانية عشرة من العينات وتكبير مقداره (200X).

يبيّن الشكل (68) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة الثالثة عشرة من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



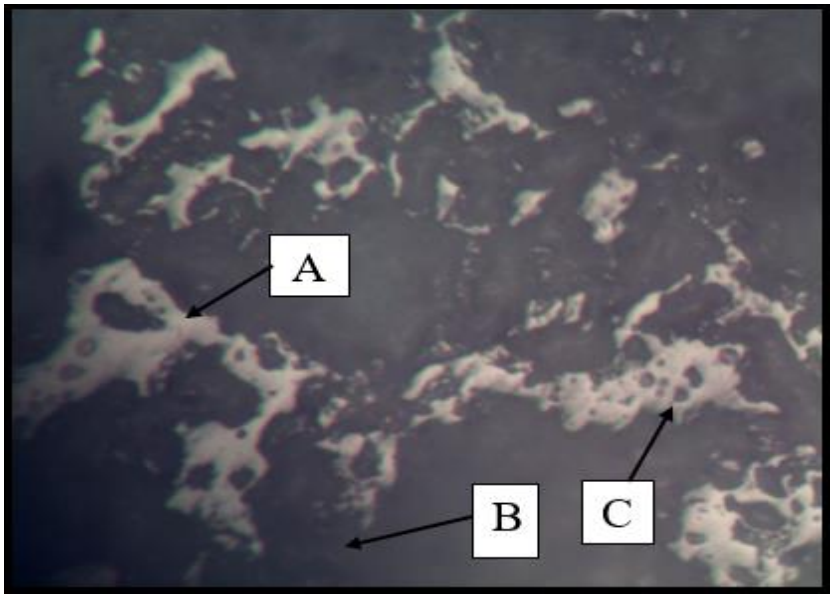
الشكل (68) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الثالثة عشرة من العينات وتكبير مقداره (200X).

يبيّن الشكل (69) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة الرابعة عشرة من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



الشكل (69) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الرابعة عشرة من العينات وتكبير مقداره (200X).

يبيّن الشكل (70) أن البنية المجهرية لعينة من المجموعة الخامسة عشرة من العينات مكونة من ثلاث مناطق رئيسية كما تشير الأسهم (A,B,C).



الشكل (70) صورة مجهرية لعينة من المجموعة الخامسة عشرة من العينات وتكبير مقداره (500X).

تبيّن الأشكال من الشكل (56) إلى الشكل (70) أنّ البنية لجميع العينات تتكون من أرضية الطور (β) ذات اللون الفاتح كما يشير السهم (A)، الطور (α) شكله إبري كما بيّن الباحث [(Wang,2019)] وآخرون [46] وبالتالي حصلنا على خليطة (TiZr) من النوع (β) المفضّل للزرعات الجراحية نظراً لخصائصه التي تجمع بين المقاومة العالية والمقاومة الممتازة للتآكل والتوافق الحيوي الجيّد ومعامل المرونة المنخفض، لأنّ درجات حرارة التلبيد المدروسة: (900℃ − 1000℃ − 1100℃ − 1200℃ − 1300℃) جميعها تقع في منطقة الطور (β) كما يبيّن الشكل (3) إضافة إلى أنّ الزركون من العناصر المثبّتة للطور (β).

نلاحظ أيضاً وجود نوعين من المسامات في بنية جميع العينات: المسامات الماكروية كما يشير السهم (B)، والمسامات الميكروية كما يشير السهم (C)، وهذا يتوافق مع ما وجده الباحث [(Hayat,2019)] وآخرون [44]، بتصنيع صفائح ترميم عظام من خليطة (Ti35Zr28Nb) بطريقة تعدين المساحيق المعدنية وبتلبيد عند درجة حرارة (1550℃).

5-4) نتائج اختبار تحديد العناصر الكيميائية بطريقة تشتت طاقة الأشعة السينية لتحديد التوافق الحيوي للعينة المدروسة:

بعد تحديد البارامترات المثلى لعملية التلبيد في عملية تحضير صفائح ترميم العظام المسامية (70%wt Ti− 30%wt Zr) التي هي (900℃ − 60min)، قمنا بإجراء تجربة التوافق الحيوي على العينة (6) من هذه المجموعة ومقارنة نتائج العينة (6) مع عينة مرجعة من نفس المجموعة المعتمدة وهي العينة (5)، وبعد إجراء المعالجة الكيميائية التالية: (معالجة قلوية بمحلول هيدروكسيد الصوديوم_ معالجة بمحلول كلوريد الكالسيوم_ معالجة حرارية_ معالجة بالماء الساخن) المُوصى بها من قبل الباحث[(Ágreda,2012)] المرجع [39] ،لأنّها أفضل معالجة كيميائية للسطح المعدني لتشكيل طبقة الأباتيت على العينة (6) وغمر العينة في السائل الحيوي (SBF) المحضّر لمدة(3 days) عند درجة حرارة (40 ℃) أقرب درجة حرارة للجسم البشري يعطيها جهاز

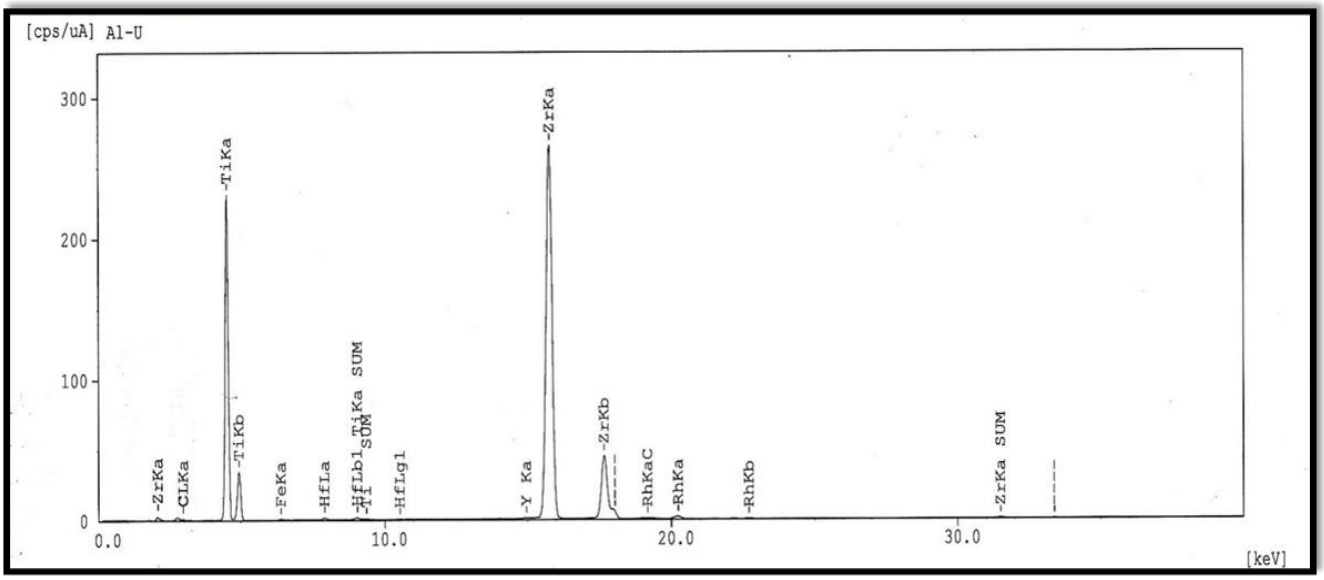
التحريك المغناطيسي المبيّن في الشكل (18)، تبيّن وجود عنصر الفوسفور في العينة (6) المغمورة في السائل الحيوي (SBF) بعد إجراء اختبار تحديد العناصر الكيميائية بطريقة تشتت طاقة الأشعة السينية باستخدام جهاز (EDX) المبيّن في الشكل (7)، حيث ظهرت قمتان للفوسفور في العينة (6) كما هو مبيّن في طيف العينة (6) الشكل (72) ظهرت القمة الأولى للفوسفور عند (0.30 Kev)، أما القمة الثانية للفوسفور ظهرت عند (2.04 Kev) ولم يُلاحظ ظهور أي قمة لعنصر الفوسفور في طيف العينة (5) المبيّن في الشكل (71)، أي إن العينة (6) تشكّل على سطحها فوسفات الكالسيوم، وبالتالي لها القدرة على تشكيل الأباتيت عند زرعها في الجسم البشري.

وهذا يتوافق مع ما وجده الباحث [(Mendes,2016)] وآخرون [41] أكّد الباحثون وجود قمم (PO_4^{-3}) لعينات (Ti-27-Nb-13Zr) عولجت معالجة قلوية فقط بمحلول هيدروكسيد الصوديوم ثم غمرها لمدة (15 , 3 days days) في السائل الحيوي (SBF) باستخدام اختبار مطيافية الأشعة تحت الحمراء بعاكسية الانتشار الذي يسمى ب: (Diffuse Reflectance Infrared Fourier Transform spectroscopy): (DRIFTS)

كما توافقت نتائج وجود عنصر الفوسفور في العينة (6) مع ما وجده الباحث [(Ágreda,2012)] وآخرون [39] بيّن الباحثون وجود قمم (PO_4^{-3}) في عينات التيتانيوم المحضّرة باستخدام تقانة تعدين المساحيق المعدنية بعد معالجتها كيميائياً كما يلي (معالجة قلوية بمحلول هيدروكسيد الصوديوم_ معالجة بمحلول كلوريد الكالسيوم_ معالجة حرارية_ معالجة بالماء الساخن) وغمر العينات لمدة يوم واحد في السائل الحيوي (SBF)، كُشف عن قمم (PO_4^{-3}) باستخدام تقنية (DRIFT).

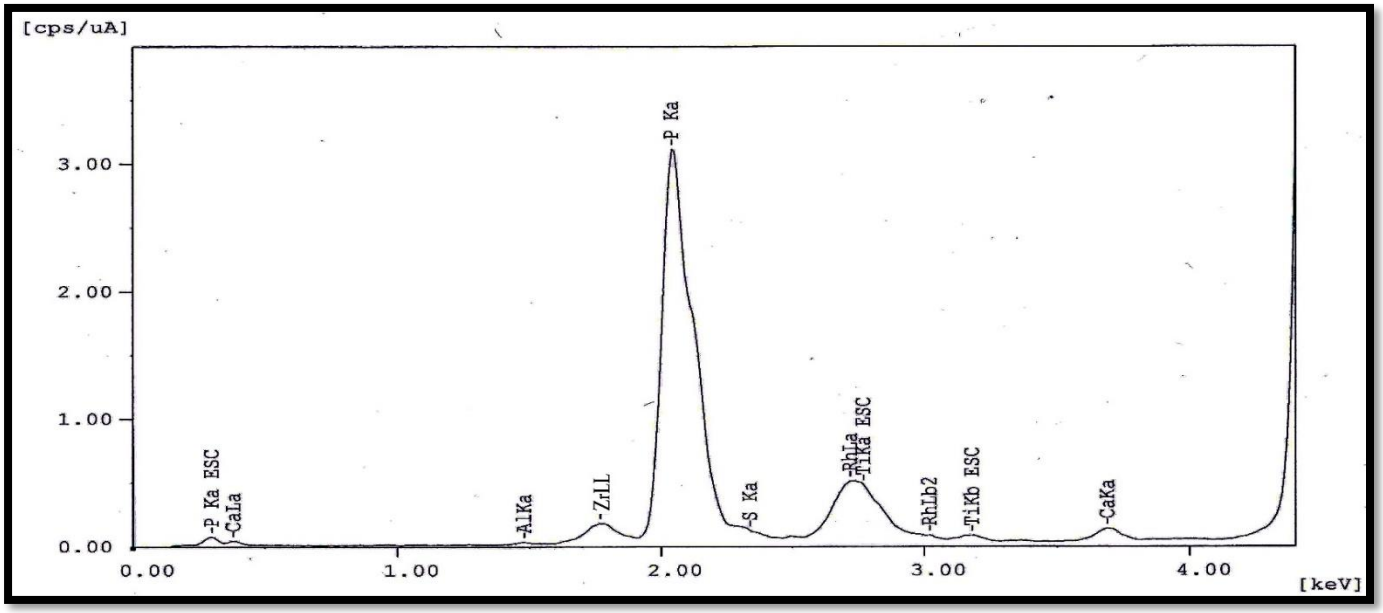
تبيّن الأشكال (71)، (72) الطيف الناتج عن العينتين (5)، (6) على التوالي:

يبيّن الشكل (71) طيف العينة (5) الذي يبيّن عدم وجود أي قمة تعود لعنصر الفوسفور في التركيب الكيميائي لهذه العينة.



الشكل (71) طيف العينة (5) الغير مغمورة في السائل الحيوي.

يبيّن الشكل (72) وجود قمتين لعنصر الفوسفور في طيف العينة (6) المعالجة كيميائياً والمغمورة في السائل المحاكي لسائل الجسم البشري (SBF).



الشكل (72) طيف العينة (6) المغمورة في السائل الحيوي.

الفصل الخامس: الاستنتاجات والمقترحات

يتضمن هذا الفصل:

5-1) الاستنتاجات.

5-2) المقترحات.

1-5) الاستنتاجات:

1- لا يمكن الاعتماد على مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم بالنسب الوزنية التالية:

(wt %10−%20−%50) للحصول على المسامية المطلوبة في صفائح ترميم العظام المصنّعة من خليطة (70%Ti−30%Zr).

2- ضغط الكبس المطلوب للحصول على المسامية المطلوبة لصفائح ترميم العظام (> 40%) هو (1.5 Ton =190.98 Mpa)، حيث كانت العينات الناتجة بعد التلبيد خالية من التشققات ولها مسامية (53.14 %).

3- حصلنا على صفائح ترميم عظام للعظم البشري المسامي من خليطة:

(70%wt Ti-30%wt Zr) بنيتها مؤلفة من المسامات و الطور (β)، باستخدام تقانة تعدين المساحيق المعدنية بمسامية وخصائص ميكانيكية متوافقة مع القيم المطلوبة لصفائح الترميم باستخدام ضغط كبس (1.5 Ton =190.98 Mpa) وبالتلبيد عند درجة حرارة (900 ℃) لمدة (60 min) في جو من الأرغون بتدفق (168.9 Liter/hour)، وبالتالي فإنّ بارامترات التلبيد المُثلى للحصول على صفائح ترميم عظام مسامية (70%wt Ti-30%wt Zr) هي التلبيد عند درجة حرارة (900 ℃) و بزمن تلبيد (60 min).

4- حققت العينات المحضّرة في هذا البحث والمحققّة لشروط صفائح ترميم العظام توافقاً حيوياً جيّداً.

2-5) المقترحات:

1- تحضير عينات من خليطة (Ti-Zr) بإضافة مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم بنسب وزنية أقل من (10 % wt).

2- إجراء عملية التلبيد في وسط مخلخل من الهواء ،وذلك لضمان التخلص من مخلفات تحلل مادة كربونات هيدروجين الأمونيوم إلى خارج جو فرن التلبيد وبإجراء عملية التلبيد على عدة مراحل وباستخدام معدلات تسخين مختلفة.

3- إجراء معالجات كيميائية مختلفة على العينات الملبّدة وتحديد أفضل معالجة كيميائية تعطي أكبر سماكة لطبقة الأباتيت الناتجة عن الغمر في السائل الحيوي (SBF) باستخدام مجهر المسح الالكتروني.

4- إجراء عملية الغمر في السائل الحيوي (SBF) بأوقات زمنية مختلفة وتحديد أفضل مدّة تعطي أكبر سماكة لطبقة الأباتيت الناتجة بعد الغمر في السائل الحيوي (SBF) باستخدام مجهر المسح الالكتروني.

المراجع:

1- Czujko, T.(2020). Advanced Metals and Alloys for Biomedical Applications. Journal of MDPI, A special issue of Metals (ISSN 2075-4701).

2- Rack, H.J., & Qazi, J.I.(2006). Titanium alloys for biomedical applications. Journal of Materials science & Engineering , (Vol. 26, Issue 8, pp. 1269- 1277).

3- Zielinski, A. (2019). Titanium Scaffolds – Hopes and Limitations. **American Journal of Biomedical Science & Research**, (Vol. 4,Issue 6, pp. 390–391).

4- Deb, P., Deoghare, A. B., Borah, A., Barua, E., & Das Lala, S. (2018). Scaffold Development Using Biomaterials: A Review. **Journal of In Materials Today: Proceedings** (Vol. 5).

5- Wu, S., Liu, X., Yeung, K. W. K., Liu, C., & Yang, X. (2014). Biomimetic porous scaffolds for bone tissue engineering. **Journal of In Materials Science and Engineering** R: Reports (Vol. 80, Issue 1, pp. 1–36). Elsevier Ltd.

6- Fahmy, M. D., Jazayeri, H. E., Razavi, M., Masri, R., & Tayebi, L. (2016). Three-Dimensional Bioprinting Materials with Potential Application in Preprosthetic Surgery. **In Journal of Prosthodontics** (Vol. 25, Issue 4, pp. 310–318). Blackwell Publishing Inc.

7- Geetha, M., Singh, A. K., Asokamani, R., & Gogia, A. K. (2009). Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants - A review.**Journal of In Progress in Materials Science** (Vol. 54, Issue 3, pp. 397–425).

8- Niinomi, M., Nakai, M., & Hieda, J. (2012). Development of new metallic alloys for biomedical applications.**Journal of In Acta Biomaterialia** (Vol. 8, Issue 11, pp. 3888–3903). Elsevier Ltd.

9- Anke, M., Seifert, M. (2004). **Elements and their compounds in the environment**. 2nd Edition. Germany. WILEY-VCH. P1773.

10- Sidambe, A., (2014). Biocompatibility of Advanced manufactured Titanium implants- **A review. Journal of Materials**.

11- Inoue, A. (n.d.).(2000). STABILIZATION OF METALLIC SUPERCOOLED LIQUID AND BULK AMORPHOUS ALLOYS.**Journal of Acta Biomaterialia** (Vol. 48,Issue 1,pp. 279-306).

12- Guglielmotti, M. B., Renou, S., & Rómulo Luis Cabrini, M. (1999). A Histomorphometric Study of Tissue Interface by Laminar Implant Test in Rats. **The International Journal of Oral & Maxillofacial Implants**, (Vol. 14, Issue 4, pp. 265-570).

13- Yu, H. N., Hsu, H. C., Wu, S. C., Hsu, S. K., & Ho, W. F. (2017). Structure and mechanical properties of as-cast Ti-5Sn-xMo alloys. **Journal of Materials**, (Vol.10, Issue 5).

14- Uchida, M., Kim, H.-M., Miyaji, F., Kokubo, T., & Nakamura, T. (2002). Apatite formation on zirconium metal treated with aqueous NaOH. **Journal of Biomaterials** (Vol. 23, pp.313-317).

15- Kokubo, T., Kim, H. M., & Kawashita, M. (2003). Novel bioactive materials with different mechanical properties. **Journal of Biomaterials,** (Vol. 24, Issue 13, pp. 2161–2175).

16- Yılmaz, E., Gökçe, A., Findik, F., Gulsoy, H. O., & İyibilgin, O. (2018). Mechanical properties and electrochemical behavior of porous Ti-Nb biomaterials. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**,(Vol. 87,pp. 59–67).

17- Barati,D. (2016). **Biodegradable Hybrid Tissue Engineering Scaffolds For Reconstuction of Large Bone Defects**. Doctoral dissertation. Chemical Engineering. College of Engineering and Computing. University of South Carolina. P.104.

18- Arifvianto, B., & Zhou, J. (2014). Fabrication of metallic biomedical scaffolds with the space holder method: A review. **Journal of In Materials** (Vol. 7, Issue 5, pp. 3588–3622). MDPI AG.

19- Wen, C. E., Yamada, Y., & Hodgson, P. D. (2006). Fabrication of novel TiZr alloy foams for biomedical applications. **Journal of Materials Science and Engineering C**, (Vol. 26, Issue 8,pp. 1439–1444).

20- Gaynor, F. (n.d.). (1969).The Mechanical Properties of Bone. Virtual Library project **Artificial Limbs**, (Vol. 13,pp. 37-48).

21- FELLAH, M., HEZIL, N., LEILA, D., ABDUL SAMAD, M., DJELLABI, R., KOSMAN, S., MONTAGNE, A., IOST, A., OBROSOV, A., & WEISS, S. (2019). Effect of sintering temperature on structure and tribological properties of

nanostructured Ti–15Mo alloy for biomedical applications. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China** (English Edition), (Vol. 29, Issue 11, pp. 2310–2320).

22- مجيد، عبد الله. (2013). **ميتالورجيا المساحيق**. دمشق: سوريا. منشورات جامعة دمشق. ص: 387.

23- Gopal, S. (1997). Powder metallurgy Technologies. Cambridge Int science.

24- Wen, C. E., Yamada, Y., Shimojima, K., Chino, Y., Hosokawa, H., & Mabuchi, M. (2002). Novel titanium foam for bone tissue engineering. **Journal of Materials Research**, (Vol. 17, Issue 10, pp. 2633–2639).

25- Xu, W., Tian, J., Liu, Z., Lu, X., Hayat, M. D., Yan, Y., Li, Z., Qu, X., & Wen, C. (2019). Novel porous Ti35Zr28Nb scaffolds fabricated by powder metallurgy with excellent osteointegration ability for bone-tissue engineering applications. **Journal of Materials Science and Engineering C**, (Vol. 105).

26- Feng, B., Chen, J. Y., Qi, S. K., He, L., Zhao, J. Z., & Zhang, X. D. (2002). Carbonate apatite coating on titanium induced rapidly by precalcification. **Journal of Biomaterials** (Vol. 23,pp. 173-179).

27- Kamitakahara, M., Ohtsuki, C., & Miyazaki, T. (2007). Coating of bone-like apatite for development of bioactive materials for bone reconstruction. **Journal of Biomedical Materials** (Vol. 2, Issue 4,pp.).

28- Nishiguchi, S., Kato, H., Fujita, H., Oka, M., Kim, H.-M., Kokubo, T., & Nakamura, T. (2001). Titanium metals form direct bonding to bone after alkali and heat treatments. **Journal of Biomaterials** (Vol. 22,pp. 2525-2533).

29- Miyazaki, T., Kim, H.-M., Kokubo, T., Ohtsuki, C., Kato, H., & Nakamura, T. (2002). Mechanism of bonelike apatite formation on bioactive tantalum metal in a simulated body fluid. **Journal of Biomaterials** (Vol. 23,pp. 827-832).

30- Chen, Y., Zheng, X., Ji, H., & Ding, C. (2007). Effect of Ti-OH formation on bioactivity of vacuum plasma sprayed titanium coating after chemical treatment. **Journal of Surface and Coatings Technology**, (Vol. 202, Issue 3, pp. 494–498).

31- Kokubo, T. (2005). Design of bioactive bone substitutes based on biomineralization process.**Journal of Materials Science and Engineering C**,(Vol. 25,Issue 2, pp. 97–104).

32- Lotsari, A., Rajasekharan, A. K., Halvarsson, M., & Andersson, M. (2018). Transformation of amorphous calcium phosphate to bone-like apatite.**Journal of Nature Communications**, (Vol. 9, Issue 1).

33- Kizuki, T., Takadama, H., Matsushita, T., Nakamura, T., & Kokubo, T. (2010). Preparation of bioactive Ti metal surface enriched with calcium ions by chemical treatment. **Journal of Acta Biomaterialia**, (Vol. 6, Issue 7, pp. 2836–2842).

34- Wang, X., Li, Y., Xiong, J., Hodgson, P. D., & Wen, C. (2009). Porous TiNbZr alloy scaffolds for biomedical applications.**Journal of Acta Biomaterialia**, (Vol. *5*,Issue 9, pp. 3616–3624).

35- Bottino, M. C., Coelho, P. G., Henriques, V. A. R., Higa, O. Z., Bressiani, A. H. A., & Bressiani, J. C. (2009). Processing, characterization, and in vitro/in vivo evaluations of powder metallurgy processed Ti-13Nb-13Zr alloys. **Journal of Biomedical Materials Research** - Part A, (Vol. 88, Issue 3, pp. 689–696).

36- Maya, A. E. A., Grana, D. R., Hazarabedian, A., Kokubu, G. A., Luppo, M. I., & Vigna, G. (2012). Zr-Ti-Nb porous alloys for biomedical application. **Journal of Materials Science and Engineering C**, (Vol. 32, Issue 2,pp. 321–329).

37- Mansourighasri, A., Muhamad, N., & Sulong, A. B. (2012). Processing titanium foams using tapioca starch as a space holder. **Journal of Materials Processing Technology,** (Vol. 212, Issue 1,pp. 83–89).

38- Torres, Y., Rodríguez, J. A., Arias, S., Echeverry, M., Robledo, S., Amigo, V., & Pavón, J. J. (2012). Processing, characterization and biological testing of porous titanium obtained by space-holder technique. **Journal of Materials Science**,(Vol. 47, Issue 18, pp. 6565–6576).

39- Ágreda, C. G., Mendes, M. W. D., Bressiani, J. C., & Bressiani, A. H. A. (2012). Apatite Coating on Titanium Samples Obtained by Powder Metallurgy. **Biomedical Applications of Smart Technologies**,(Vol. 86, pp. 28–33).

40- Rao, X., Chu, C. L., & Zheng, Y. Y. (2014). Phase composition, microstructure, and mechanical properties of porous Ti-Nb-Zr alloys prepared by a two-step foaming powder metallurgy method. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**,(Vol. 34,pp. 27–36).

41- Mendes, M. W. D., Ágreda, C. G., Bressiani, A. H. A., & Bressiani, J. C. (2016). A new titanium based alloy Ti-27Nb-13Zr produced by powder metallurgy with biomimetic coating for use as a biomaterial. **Journal of Materials Science and Engineering C**, (Vol. 63, pp. 671–677).

42- Chen, Yunhui, Frith, J. E., Dehghan-Manshadi, A., Attar, H., Kent, D., Soro, N. D. M., Bermingham, M. J., & Dargusch, M. S. (2017). Mechanical properties and biocompatibility of porous titanium scaffolds for bone tissue engineering. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**,(Vol. 75, pp. 169–174).

43- Chen, Yunhui, Kent, D., Bermingham, M., Dehghan-Manshadi, A., Wang, G., Wen, C., & Dargusch, M. (2017). Manufacturing of graded titanium scaffolds using a novel space holder technique. **Journal of Bioactive Materials,** (Vol. 2, Issue 4,pp. 248–252).

44- Xu, W., Lu, X., Hayat, M. D., Tian, J., Huang, C., Chen, M., Qu, X., & Wen, C. (2019). Fabrication and properties of newly developed Ti35Zr28Nb scaffolds fabricated by powder metallurgy for bone-tissue engineering. **Journal of Materials Research and Technology**,(Vol. 8, Issue 5, pp. 3696–3704).

45- Kaya, M., Yakuphanoğlu, F., Elibol, E., & Köm, M. (2019). Microstructure characterization and biocompatibility behaviour of TiNbZr alloy fabricated by powder metallurgy. **Materials Research Express**, (Vol. 6, Issue 12).

46- Xu, Y., Wang, H., Cai, Y., & Wei, Z. (2019). Effect of Zr Content on the Microstructure, Mechanical Properties, and Corrosion Resistance of Ti–27Nb–xZr Alloys. **Springer Proceedings in Physics**, (Vol. 217, pp. 429–438).

47- Topuz, M., Dikici, B., Gavgali, M. (2021). Challenges in the production of titanium based scaffolds biofunctionalized with Hydroxyapatite by powder metallurgy technique. **European Journal of science and Technology**, (special issue 28, pp.46-51).

48- Thibon, I., Ansel, D., & Gloriant, T. (2009). Interdiffusion in β-Ti-Zr binary alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, (Vol. 470, Issue 1–2, pp. 127–133).

49- Slokar, L., Štrkalj, A., & Glavaš, Z. (2019). Synthesis of Ti-Zr alloy by powder metallurgy. **Journal of Engineering Review**, (Vol. 39, Issue 1, pp. 115–123).

50- Sasikumar, Y., Solomon, M. M., Olasunkanmi, L. O., & Ebenso, E. E. (2017). Effect of surface treatment on the bioactivity and electrochemical behavior of magnesium alloys in simulated body fluid. **Journal of Materials and Corrosion**, (Vol .68, Issue 7, pp. 776–790).

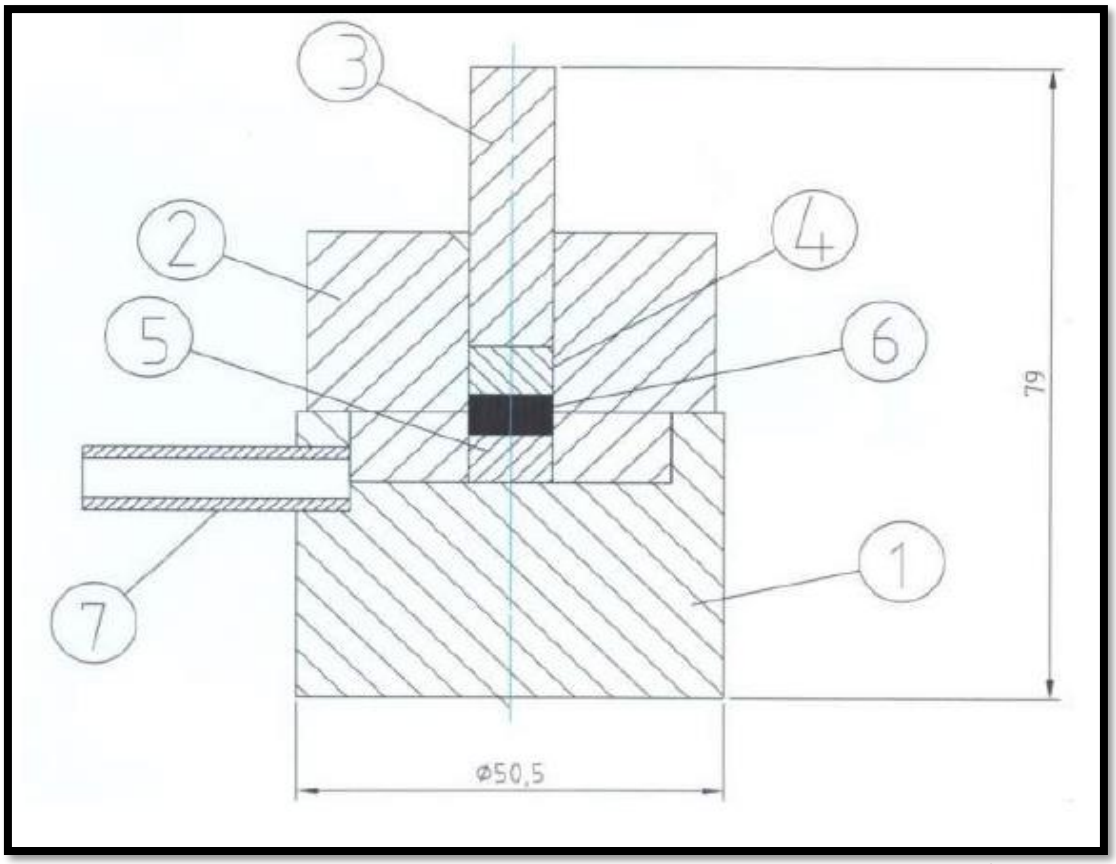
51- Zhang, L. C., & Chen, L. Y. (2019). A Review on Biomedical Titanium Alloys: Recent Progress and Prospect. **Journal of Advanced Engineering Materials** (Vol. 21, Issue 4). Wiley-VCH Verlag.

52- Hrabe, Nikolas.(2010). **Characterization of cellular titanium for biomedical Applications**. Doctor of philosophy.Department of Materials Science and Engineering. University of Washington.

الملحقات:

الملحق رقم (1)

المخطط الهندسي لقالب الكبس المستخدم.



أجزاء القالب: 1- أسطوانة جسم القالب السفلية.

2- أسطوانة جسم القالب العلوية.

3- وتد تطبيق الضغط بقطر (10 mm).

4- قرص الكبس العلوي بقطر (10 mm).

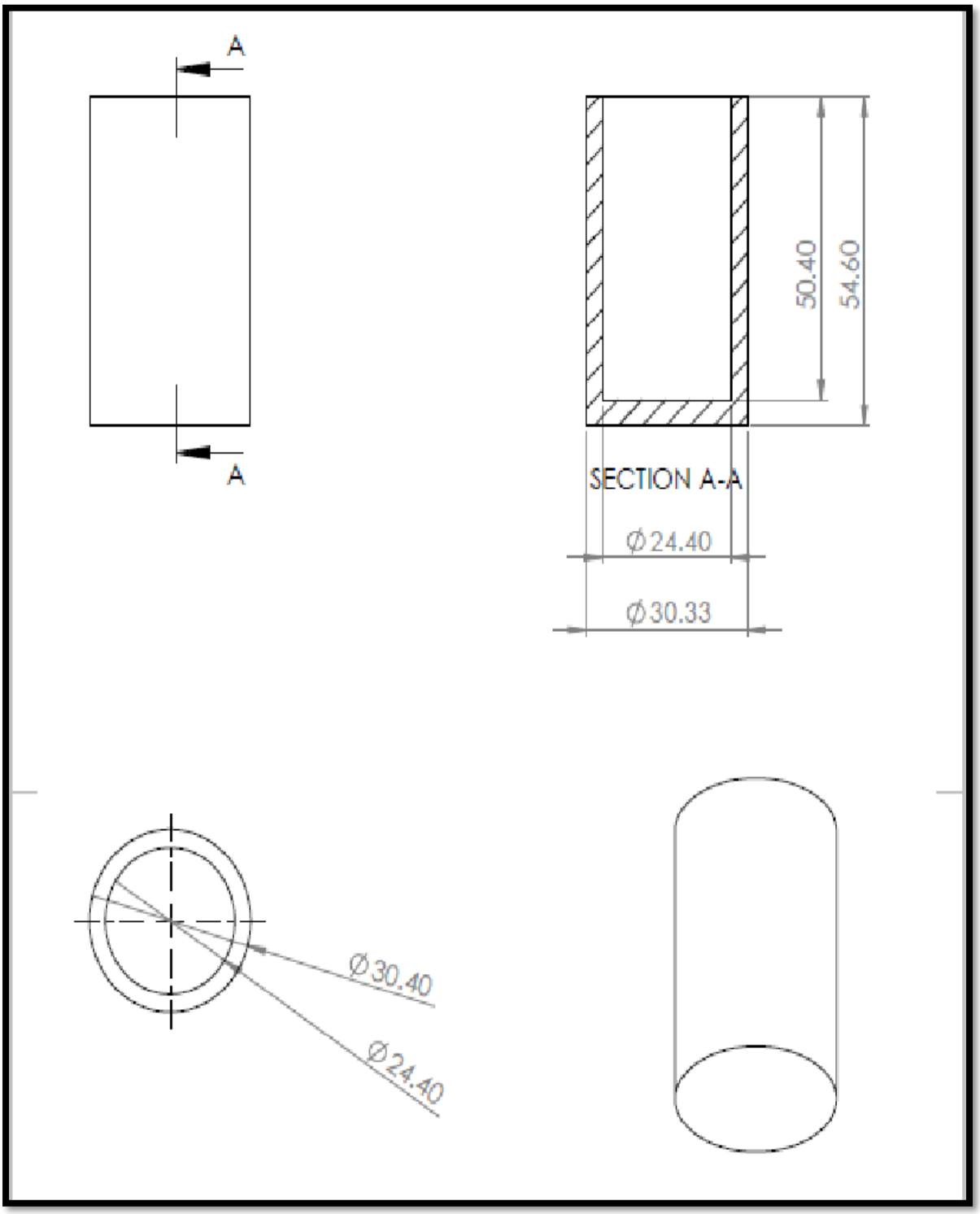
5- قرص الكبس السفلي بقطر (10 mm).

6- العينة المضغوطة.

7- أنبوب ممكن وصله بأسطوانة هواء لتطبيق ضغط من الطرفين.

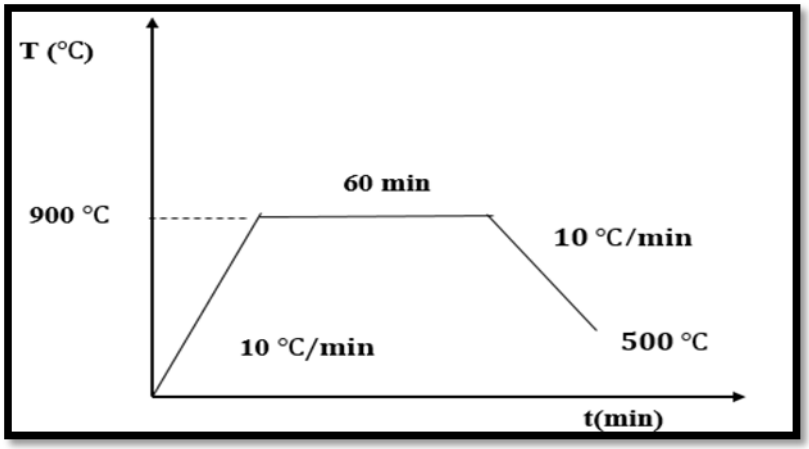
الملحق رقم (2)

المخطط الهندسي لأسطوانة قياس الكثافة الظاهرية للمساحيق المستخدمة.



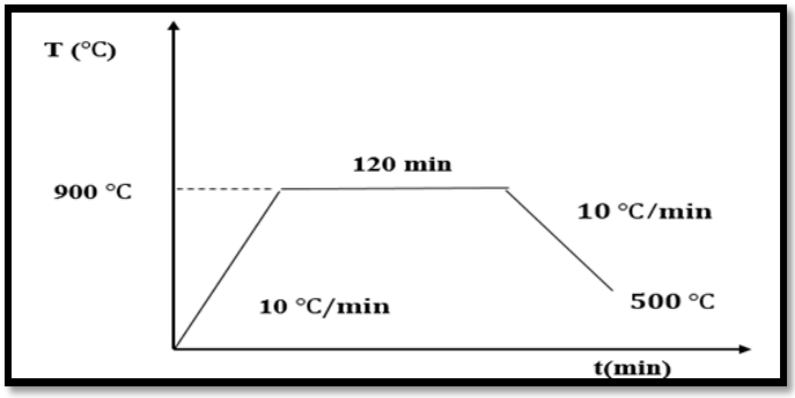
الملحق رقم (3)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة الأولى من العينات



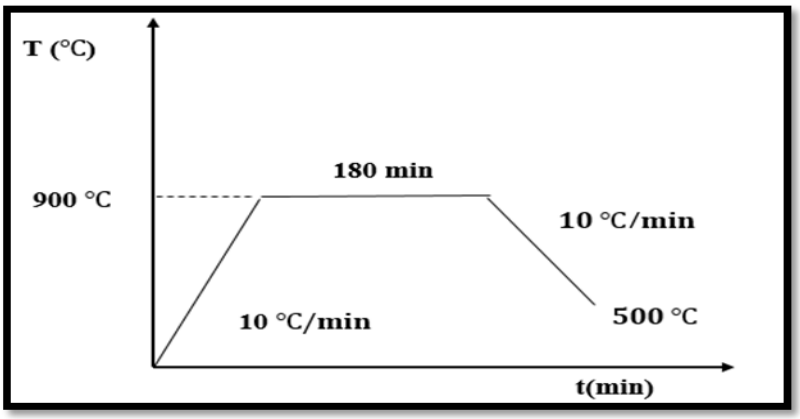
الملحق رقم (4)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة الثانية من العينات



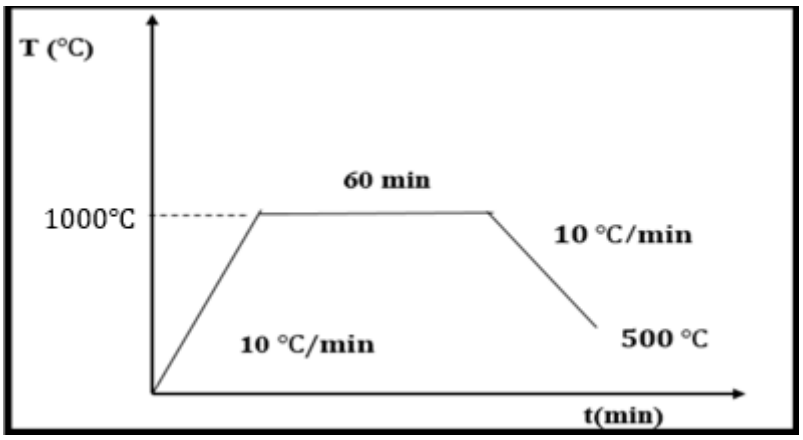
الملحق رقم (5)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة الثالثة من العينات



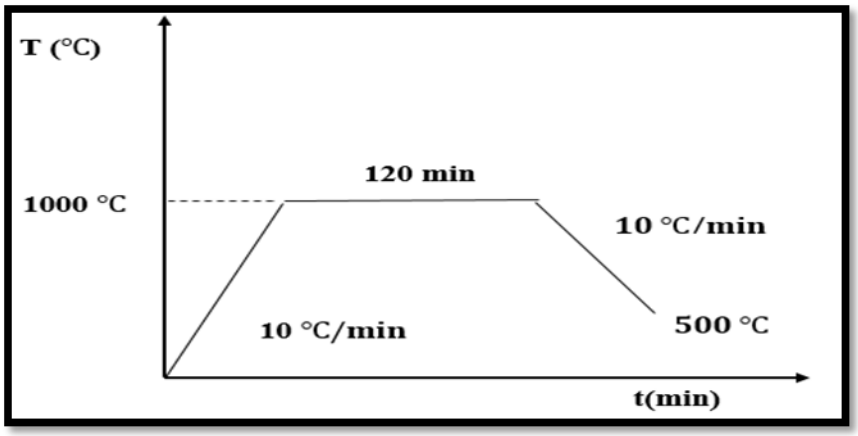
الملحق رقم (6)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة الرابعة من العينات



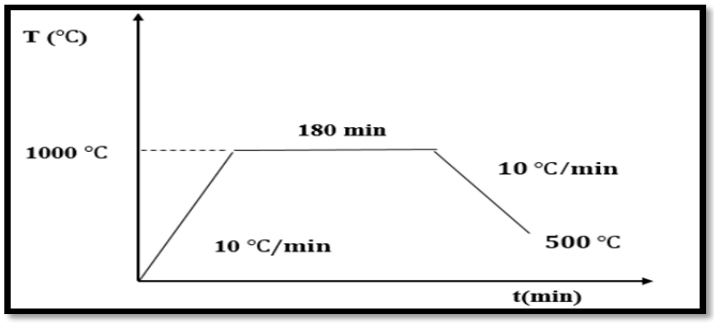
الملحق رقم (7)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة الخامسة من العينات



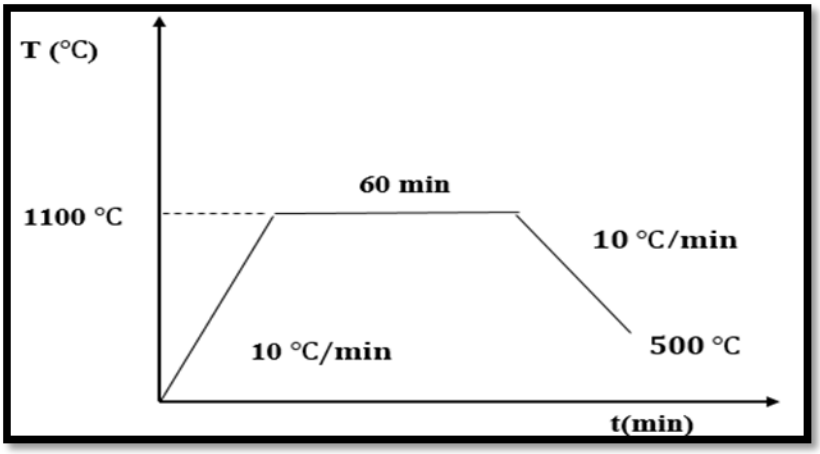
الملحق رقم (8)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة السادسة من العينات



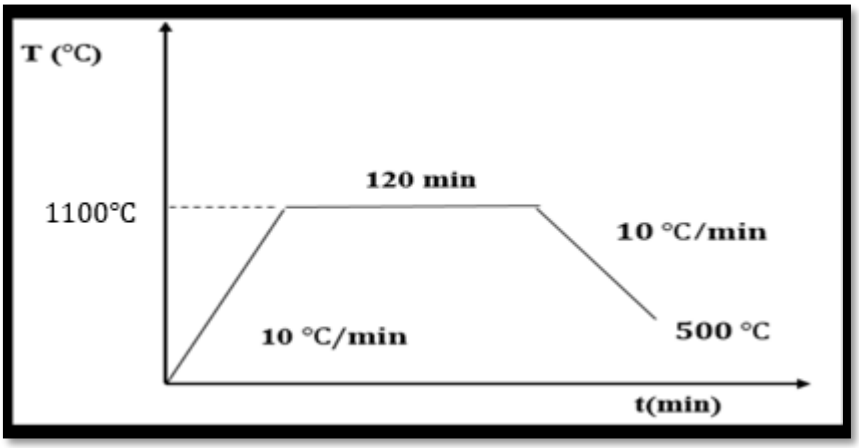
الملحق رقم (9)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة السابعة من العينات



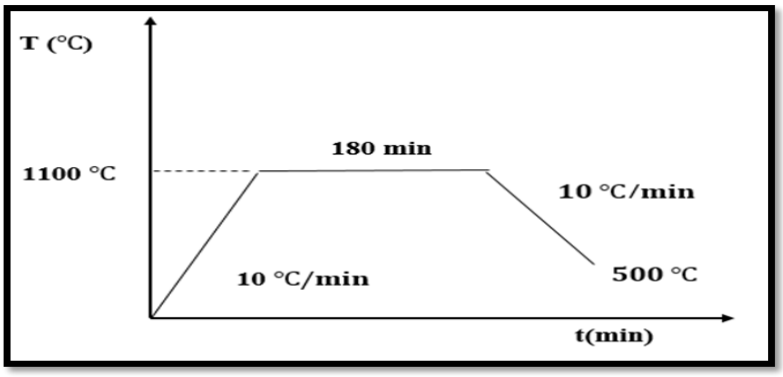
الملحق رقم (10)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة الثامنة من العينات



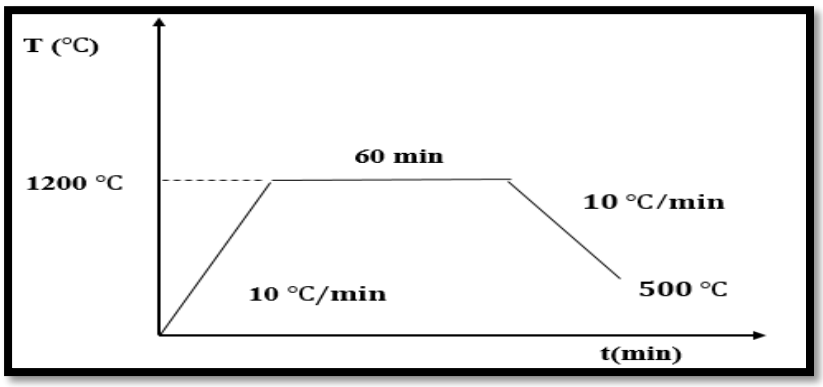
الملحق رقم (11)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة التاسعة من العينات



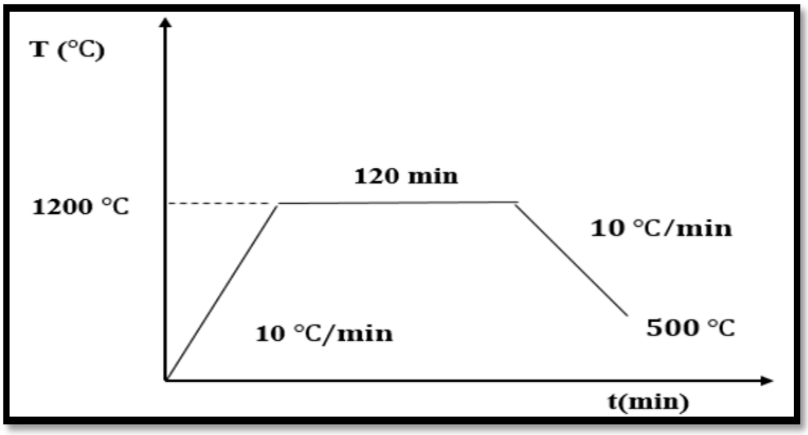
الملحق رقم (12)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة العاشرة من العينات



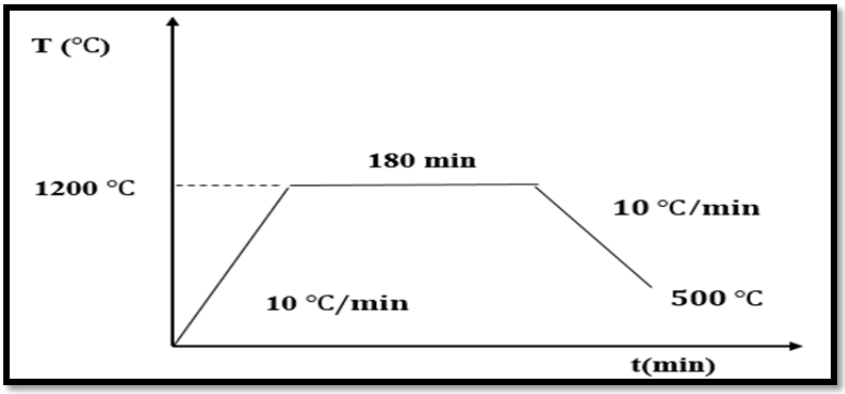
الملحق رقم (13)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة الحادية عشرة من العينات



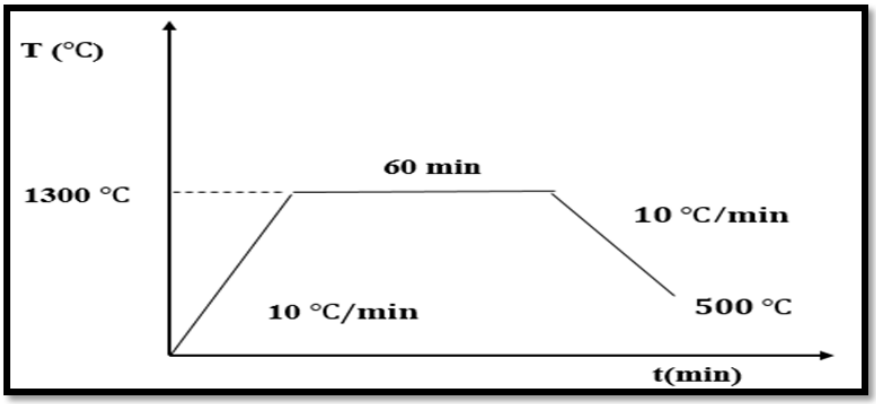
الملحق رقم (14)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة الثانية عشرة من العينات



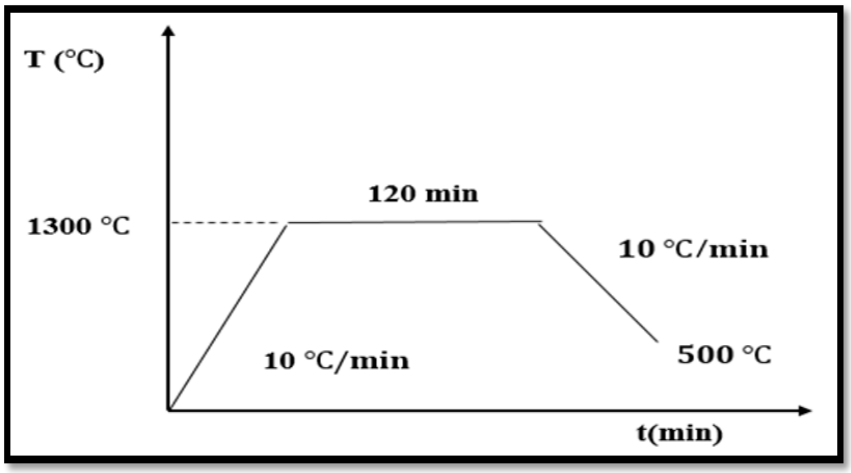
الملحق رقم (15)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة الثالثة عشرة من العينات



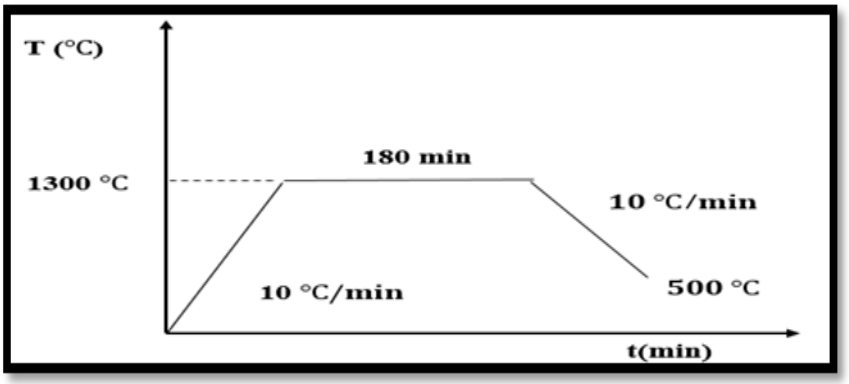
الملحق رقم (16)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة الرابعة عشرة من العينات



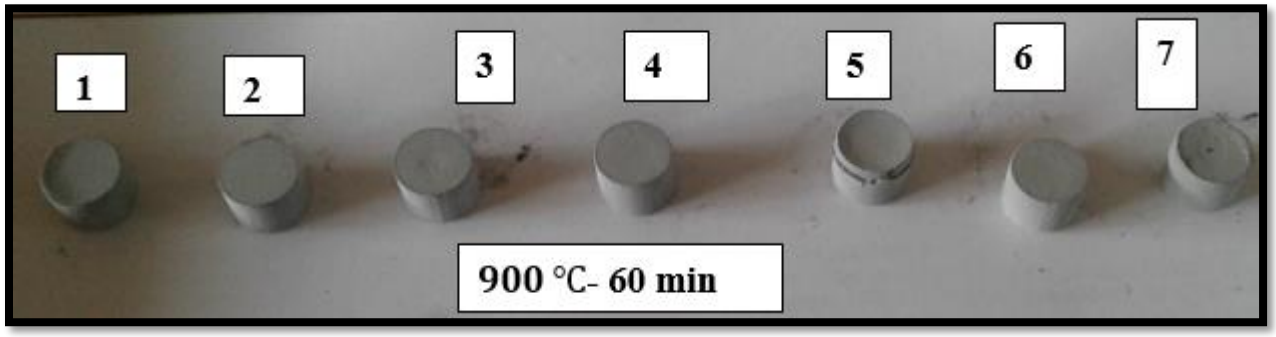
الملحق رقم (17)

البرنامج الحراري لتلبيد المجموعة الخامسة عشرة من العينات



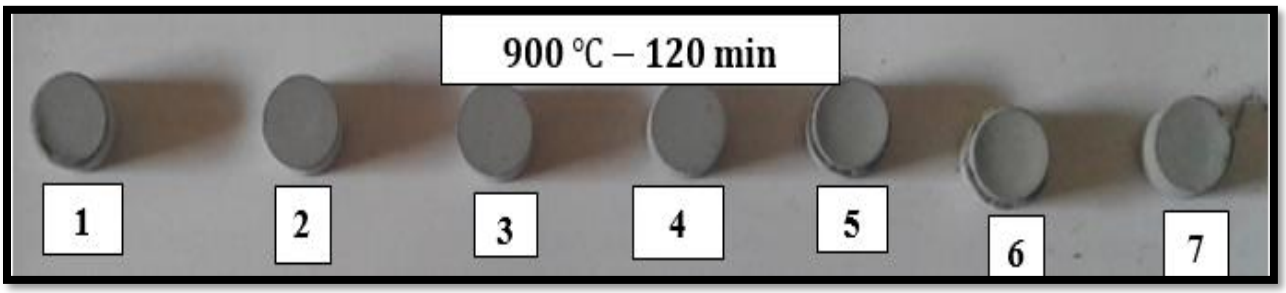
الملحق رقم (18)

عينات المجموعة الأولى بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



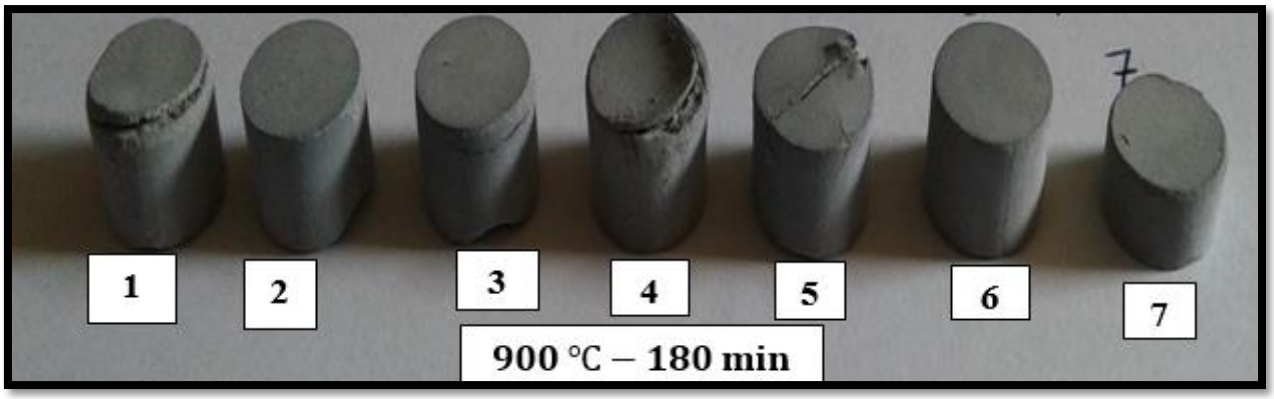
الملحق رقم (19)

عينات المجموعة الثانية بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



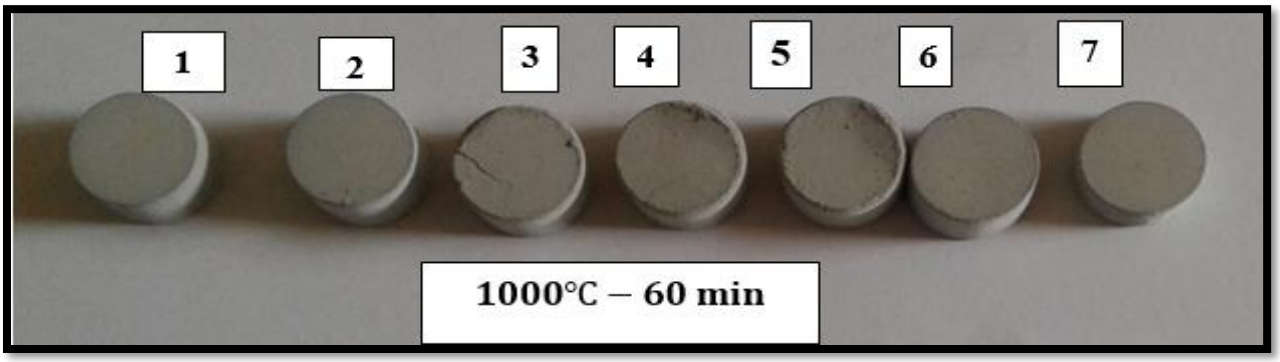
الملحق رقم (20)

عينات المجموعة الثالثة بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



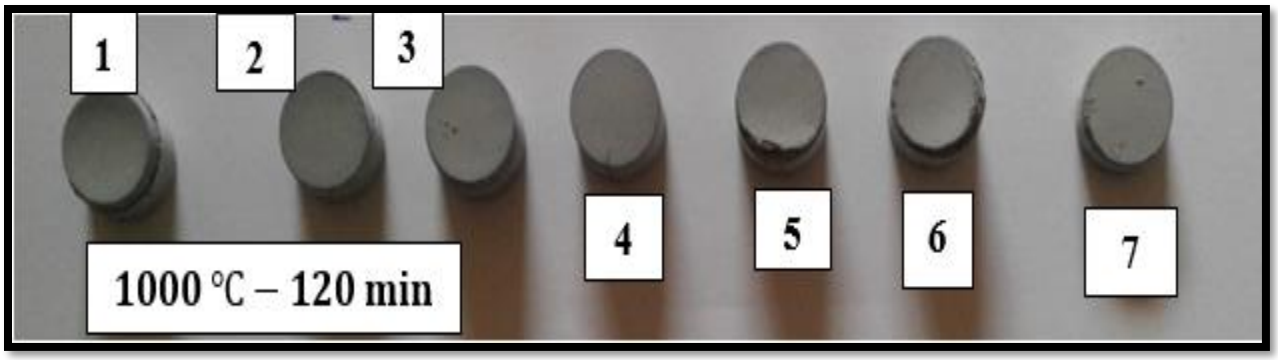
الملحق رقم (21)

عينات المجموعة الرابعة بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



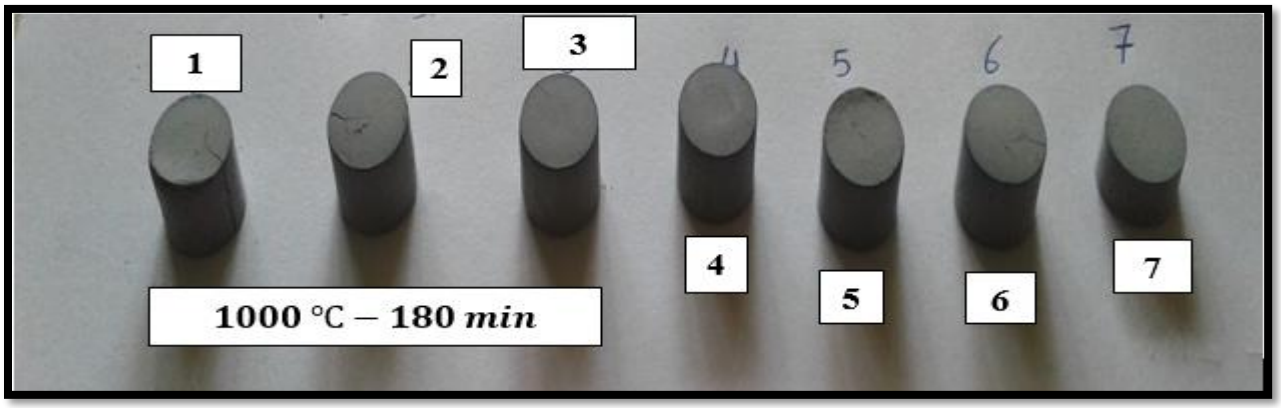
الملحق رقم (22)

عينات المجموعة الخامسة بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



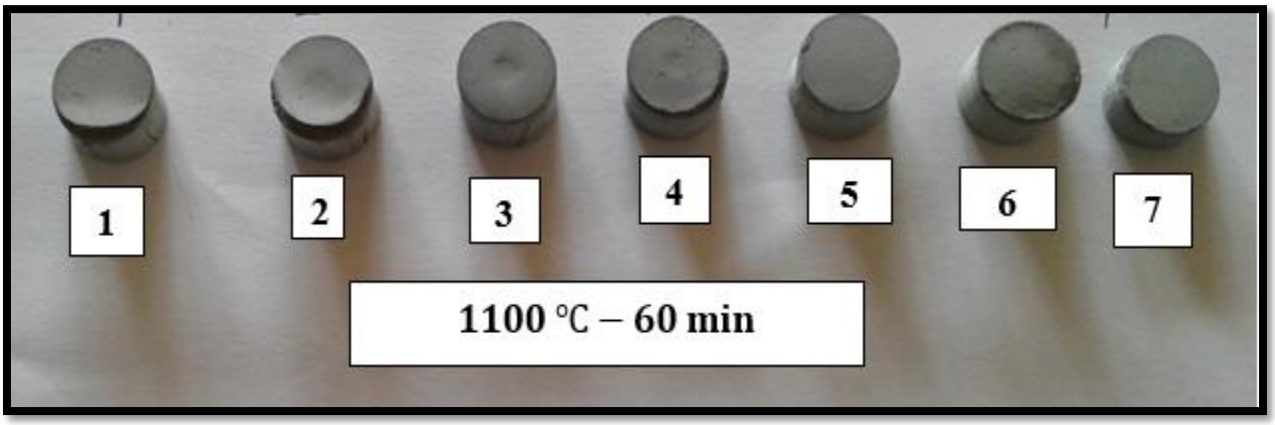
الملحق رقم (23)

عينات المجموعة السادسة بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



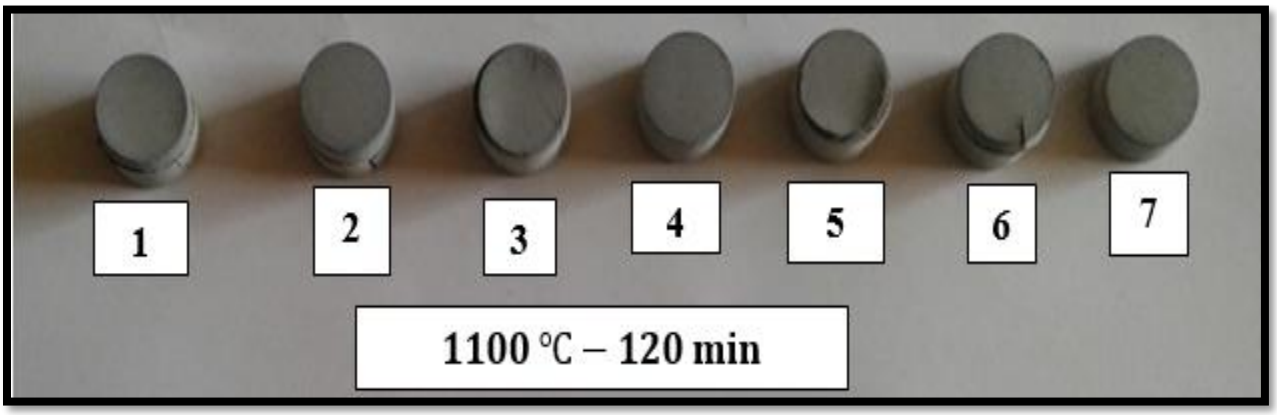
الملحق رقم (24)

عينات المجموعة السابعة بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



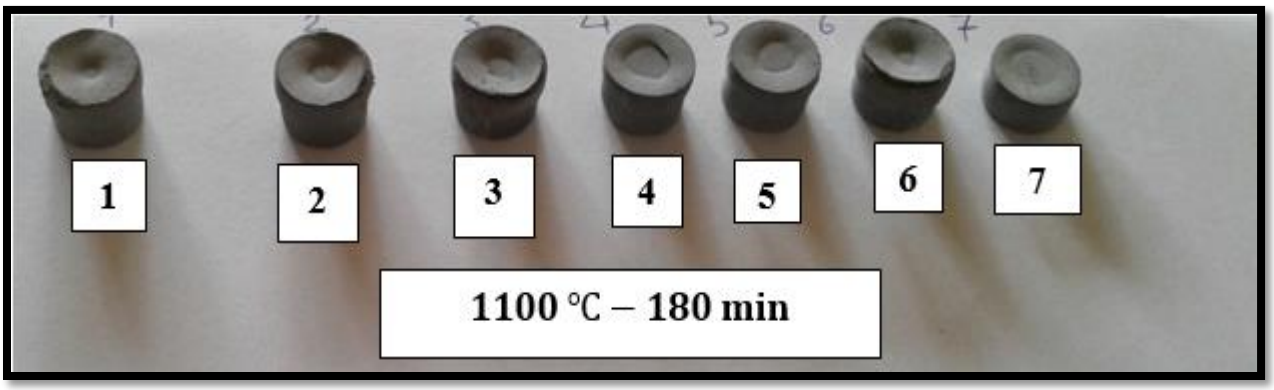
الملحق رقم (25)

عينات المجموعة الثامنة بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



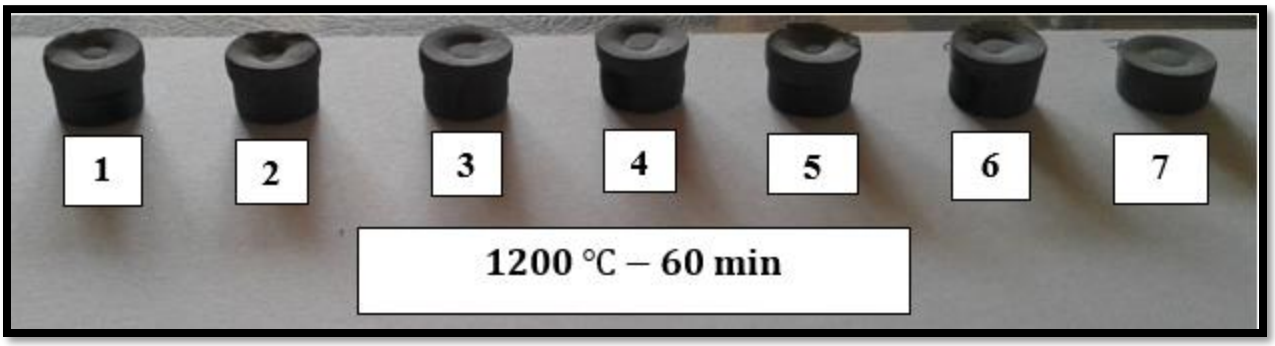
الملحق رقم (26)

عينات المجموعة التاسعة بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



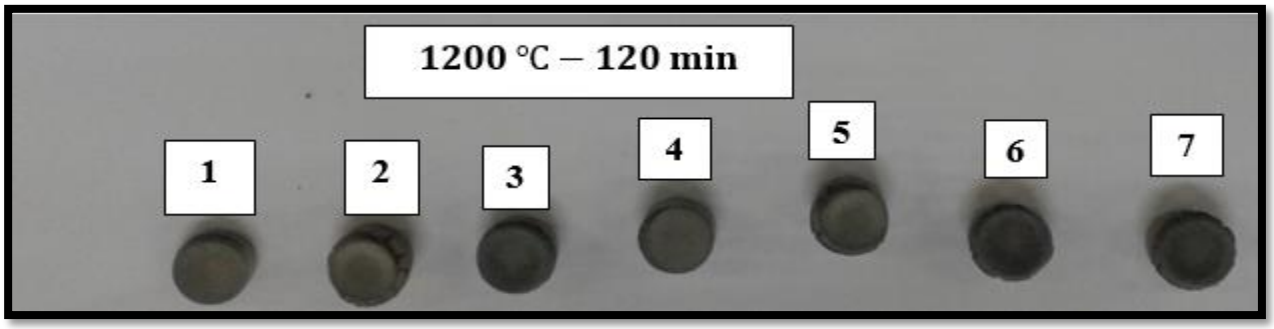
الملحق رقم (27)

عينات المجموعة العاشرة بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



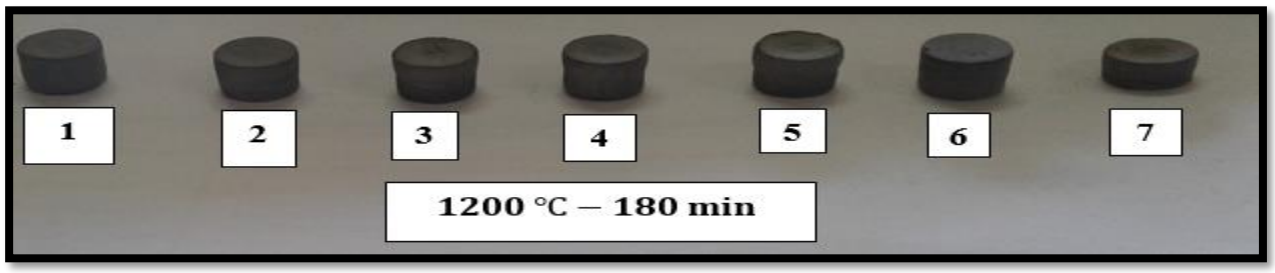
الملحق رقم (28)

عينات المجموعة الحادية عشرة بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



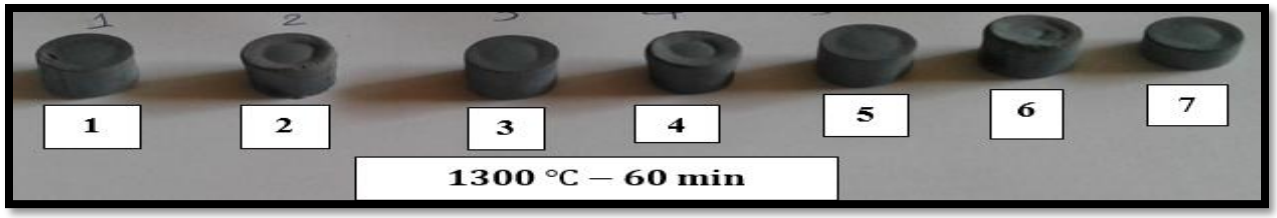
الملحق رقم (29)

عينات المجموعة الثانية عشرة بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



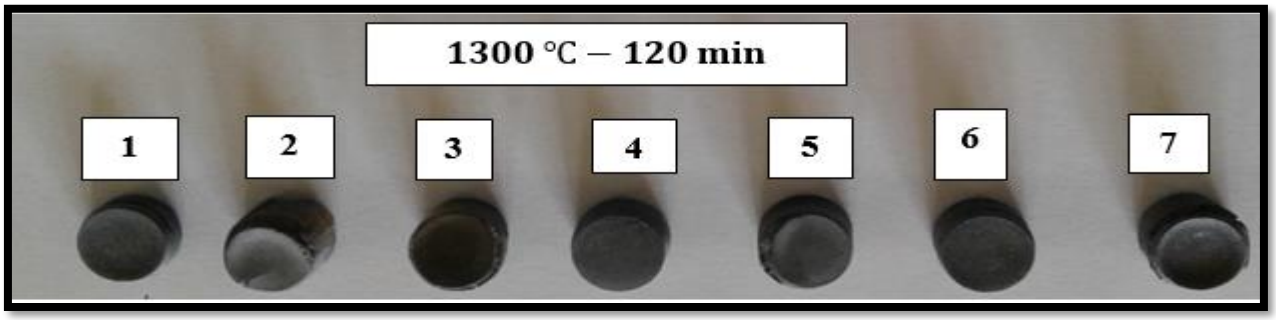
الملحق رقم (30)

عينات المجموعة الثالثة عشرة بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



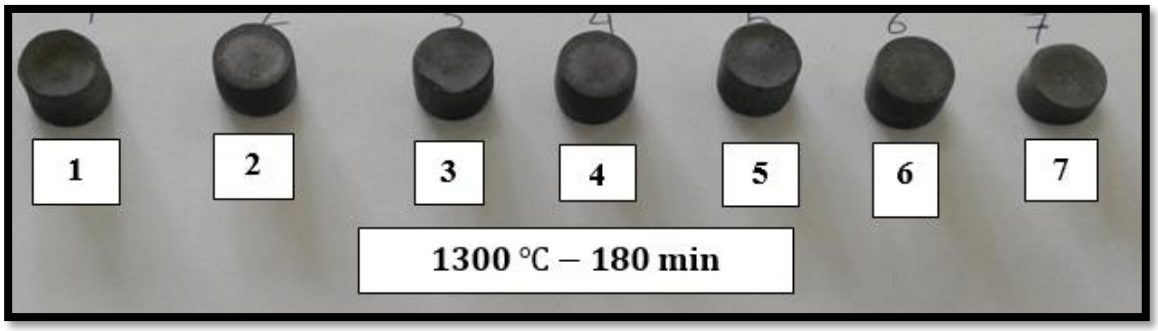
الملحق رقم (31)

عينات المجموعة الرابعة عشرة بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



الملحق رقم (32)

عينات المجموعة الخامسة عشرة بعد التلبيد وهي عينات أسطوانية الشكل (Ø10 mm):



الملحق رقم (33)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة الأولى (900°C – 60min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	2.693	45.735
2	2.725	45.088
3	2.712	45.352
4	2.750	44.589
5	2.560	48.423
6	2.770	44.190
7	2.695	45.698
متوسط المسامية للمجموعة		45.580

الملحق رقم (34)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة الثانية (900°C – 120min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	2.734	44.910
2	2.780	43.988
3	2.826	43.054
4	2.811	43.373
5	2.488	49.870
6	2.437	50.893
7	2.706	45.475
متوسط المسامية للمجموعة		45.938

الملحق رقم (35)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة الثالثة (900°C – 180min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	2.537	48.890
2	2.527	49.088
3	2.606	47.486
4	2.354	52.571
5	2.527	49.087
6	2.643	46.745
7	2.737	44.848
متوسط المسامية للمجموعة		48.389

الملحق رقم (36)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة الرابعة (1000℃ – 60min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	2.615	47.306
2	2.594	47.731
3	2.523	49.176
4	2.469	50.262
5	2.563	48.358
6	2.563	48.359
7	2.576	48.109
متوسط المسامية للمجموعة		48.471

الملحق رقم (37)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة الخامسة (1000℃ – 120min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	2.070	58.285
2	2.066	58.379
3	2.001	59.688
4	2.238	54.917
5	2.094	57.800
6	2.904	57.800
7	2.000	57.080
متوسط المسامية للمجموعة		57.817

الملحق رقم (38)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة السادسة (1000℃ – 180min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	2.543	48.756
2	2.531	49.009
3	2.551	48.598
4	2.554	48.549
5	2.555	48.523
6	2.510	49.433
7	2.573	48.151
متوسط المسامية للمجموعة		48.717

الملحق رقم (39)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة السابعة (1100℃ – 60min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	2.258	54.502
2	2.201	55.660
3	2.321	53.238
4	2.174	56.201
5	2.218	55.318
6	2.086	55.547
7	2.310	53.462
متوسط المسامية للمجموعة		54.847

الملحق رقم (40)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة الثامنة (1100°C – 120min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	2.059	58.516
2	2.235	54.974
3	2.087	57.960
4	2.278	54.098
5	2.116	57.360
6	1.917	61.377
7	2.220	55.268
متوسط المسامية للمجموعة		57.079

الملحق رقم (41)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة التاسعة (1100°C – 180min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	1.989	59.933
2	2.085	57.991
3	1.927	61.182
4	2.169	56.304
5	2.043	58.833
6	1.869	62.350
7	2.114	57.408
متوسط المسامية للمجموعة		59.143

الملحق رقم (42)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة العاشرة (1200℃ – 60min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	2.041	58.871
2	2.028	59.143
3	2.031	59.083
4	2.052	58.654
5	1.996	59.779
6	2.026	59.182
7	2.020	59.290
متوسط المسامية للمجموعة		59.143

الملحق رقم (43)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة الحادية عشرة (1200℃ – 120min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	2.033	59.045
2	2.007	59.569
3	1.974	60.224
4	2.350	52.661
5	2.016	59.385
6	1.949	60.726
7	2.129	57.105
متوسط المسامية للمجموعة		58.388

الملحق رقم (44)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة الثانية عشرة (1200°C – 180min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	2.204	55.598
2	2.513	49.362
3	2.048	58.733
4	2.173	56.213
5	2.089	57.904
6	2.175	56.170
7	2.174	56.193
متوسط المسامية للمجموعة		55.739

الملحق رقم (45)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة الثالثة عشرة (1300°C – 60min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	2.192	55.833
2	2.001	59.686
3	2.015	59.399
4	1.972	60.272
5	2.088	57.925
6	1.962	60.468
7	2.078	58.141
متوسط المسامية للمجموعة		58.818

الملحق رقم (46)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة الرابعة عشرة (1300°C – 120min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	1.996	59.783
2	2.193	55.806
3	2.257	54.531
4	2.394	51.761
5	1.709	65.564
6	2.129	57.107
7	2.223	55.201
متوسط المسامية للمجموعة		57.107

الملحق رقم (47)

جدول يبيّن قيم مسامية المجموعة الخامسة عشرة (1300°C – 180min) من العينات بعد التلبيد:

رقم العينة	كثافة العينة بعد التلبيد (g/cm^3)	مسامية العينة بعد التلبيد (%)
1	2.150	56.683
2	2.208	55.515
3	2.198	55.705
4	2.230	55.076
5	2.144	56.802
6	2.192	55.842
7	2.375	52.148
متوسط المسامية للمجموعة		55.396

الملحق رقم (48)

نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة الأولى (900°C – 60min) من العينات بعد التلبيد:

معامل يونغ (Gpa)	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	
(0.1÷30 Gpa) [20]	(2÷200 Mpa) [20]	المجال المطلوب
		رقم العينة
0.738	10.805	2
0.674	13.575	3
0.734	17.738	4
0.715 مقبولة	14.039 مقبولة	المتوسط للمجموعة

الملحق رقم (49)

نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة الثانية (900°C – 120min) من العينات بعد التلبيد:

معامل يونغ (Gpa)	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	
(0.1÷30 Gpa) [*20*]	(2÷200 Mpa) [*20*]	المجال المطلوب
		رقم العينة
0.533	10.146	1
0.540	14.115	2

3	12.744	0.609
المتوسط للمجموعة	12.335 مقبولة	0.561 مقبولة

الملحق رقم (50)

نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة الثالثة (900°C – 180min) من العينات بعد التلبيد:

	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	معامل يونغ (Gpa)
المجال المطلوب	(2÷200 Mpa) [20]	(0.1÷30 Gpa) [20]
رقم العينة		
2	9.388	0.396
3	7.695	0.608
6	6.623	0.441
المتوسط للمجموعة	7.902 مقبولة	0.482 مقبولة

الملحق رقم (51)

نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة الرابعة (1000°C – 60min) من العينات بعد التلبيد:

	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	معامل يونغ (Gpa)
المجال المطلوب	(2÷200 Mpa) [*20*]	(0.1÷30 Gpa) [*20*]

		رقم العينة
0.338	5.458	1
0.546	6.323	2
0.363	5.281	6
0.415 مقبولة	5.687 مقبولة	المتوسط للمجموعة

الملحق رقم (52)

نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة الخامسة ($1000℃ - 120min$) من العينات بعد التلبيد:

معامل يونغ (Gpa)	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	
(0.1÷30 Gpa) [*20*]	(2÷200 Mpa) [*20*]	المجال المطلوب
		رقم العينة
0.165	5.570	1
0.127	6.750	2
0.089	7.931	4
0.127 مقبولة	6.750 مقبولة	المتوسط للمجموعة

الملحق رقم (53)

نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة السادسة (1000°C – 180min) من العينات بعد التلبيد:

معامل يونغ (Gpa)	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	
(0.1÷30 Gpa) [20]	(2÷200 Mpa) [20]	المجال المطلوب
		رقم العينة
0.493	6.831	1
0.230	5.321	5
0.507	6.230	6
0.410 مقبولة	6.127 مقبولة	المتوسط للمجموعة

الملحق رقم (54)

نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة السابعة (1100°C – 60min) من العينات بعد التلبيد:

معامل يونغ (Gpa)	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	
(0.1÷30 Gpa) [*20*]	(2÷200 Mpa) [*20*]	المجال المطلوب
		رقم العينة
0.147	3.901	3
0.091	3.408	4
0.034	2.914	5

المتوسط للمجموعة	3.408 مقبولة	0.091 مرفوضة

الملحق رقم (55)

نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة الثامنة (1100℃ – 120min) من العينات بعد التلبيد:

	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	معامل يونغ (Gpa)
المجال المطلوب	(2÷200 Mpa) [*20*]	(0.1÷30 Gpa) [*20*]
رقم العينة		
3	7.294	0.152
4	7.838	0.147
5	6.096	0.140
المتوسط للمجموعة	7.072 مقبولة	0.144 مقبولة

الملحق رقم (56)

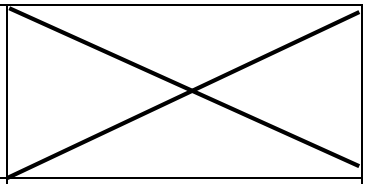
نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة التاسعة (1100℃ – 180min) من العينات بعد التلبيد:

	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	معامل يونغ (Gpa)
المجال المطلوب	(2÷200 Mpa) [20]	(0.1÷30 Gpa) [20]
رقم العينة		
3	3.273	0.285

4	2.920	0.177
5	3.096	0.231
المتوسط للمجموعة	3.096 مقبولة	0.231 مقبولة

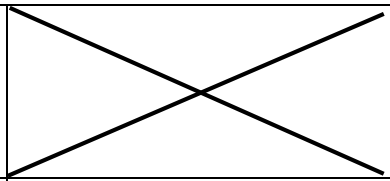
الملحق رقم (57)

نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة العاشرة (1200°C – 60min) من العينات بعد التلبيد:

	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	معامل يونغ (Gpa)
المجال المطلوب	(2÷200 Mpa) [20]	(0.1÷30 Gpa) [20]
رقم العينة		
3	0.484	0.035
4	0.387	0.028
6	0.386	0.089
المتوسط للمجموعة	0.419 مرفوضة	0.050 مرفوضة

الملحق رقم (58)

نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة الحادية عشرة (1200°C – 120min) من العينات بعد التلبيد:

	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	معامل يونغ (Gpa)
المجال المطلوب	(2÷200 Mpa)	(0.1÷30 Gpa)

[20]	[20]	
		رقم العينة
0.124	1.818	2
0.100	1.599	3
0.148	2.036	4
0.124 مقبولة	1.818 مرفوضة	المتوسط للمجموعة

الملحق رقم (59)

نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة الثانية عشرة (1200℃ – 180min) من العينات بعد التلبيد:

معامل يونغ (Gpa)	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	
(0.1÷30 Gpa) [20]	(2÷200 Mpa) [20]	المجال المطلوب
		رقم العينة
0.165	1.800	2
0.192	1.927	5
0.178	1.864	6
0.178 مقبولة	1.864 مرفوضة	المتوسط للمجموعة

الملحق رقم (60)

نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة الثالثة عشرة (1300℃ – 60min) من العينات بعد التلبيد:

معامل يونغ (Gpa)	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	
(0.1÷30 Gpa) [20]	(2÷200 Mpa) [20]	المجال المطلوب
		رقم العينة
0.062	0.748	2
0.024	0.756	3
0.033	0.564	4
0.040 مرفوضة	0.689 مرفوضة	المتوسط للمجموعة

الملحق رقم (61)

نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة الرابعة عشرة (1300℃ – 120min) من العينات بعد التلبيد:

معامل يونغ (Gpa)	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	
(0.1÷30 Gpa) [20]	(2÷200 Mpa) [20]	المجال المطلوب
		رقم العينة
0.513	5.553	2
0.506	6.312	3
0.499	7.072	4

المتوسط للمجموعة	6.312 مقبولة	0.506 مقبولة

الملحق رقم (62)

نتائج اختبار المقاومة على الانضغاط للمجموعة الخامسة عشرة (1300℃ – 180min) من العينات بعد التلبيد:

	المقاومة على الانضغاط (Mpa)	معامل يونغ (Gpa)
المجال المطلوب	(2÷200 Mpa) [*20*]	(0.1÷30 Gpa) [*20*]
رقم العينة		
2	6.323	0.150
4	6.557	0.223
6	5.927	0.192
المتوسط للمجموعة	6.269 مقبولة	0.188 مقبولة

الملخص باللغة الإنكليزية English Abstract:

Bone injuries and failures often require the implantation of synthetic biomaterials, such as: metals, polymeric materials, and ceramics. These materials are being explored to replace diseased bones. However, the traditional implant biomaterials suffer from problems of adverse reaction, lack of capability to induce bone tissue regeneration. Thus, there is an increasing demand to develop new biomaterials in bone tissue engineering, capable of overcoming all or some of these problems. In This study (70%wt Ti-30%wt Zr) Scaffolds were prepared by using Powder Metallurgy Method, The Mechanical properties of Scaffolds should match those of natural bone in order to obtain a functionally satisfactory implant, and titanium Scaffolds must have a higher porosity from (40%), by preparing (105) samples using a mechanical mixer, a metal mold, a manual hydraulic press, and a sintering furnace. The appropriate compacting pressure was determined to obtain the required porosity of Scaffolds experimentally instead of adding ammonium hydrogen carbonate as a space holder because its addition led to obtaining unacceptable samples that are either crumbled or have large cracks, the optimum sintering temperature and sintering time were determined to obtain Scaffolds with the required porosity and mechanical properties where the studied sintering temperatures were (900℃, 1000℃, 1100℃, 1200℃, 1300℃) and the sintering times (1h,2h,3h) after calculating the porosity of the resulting samples and determining their mechanical properties by conducting a compressive strength test, finally, the biocompatibility of the produced Scaffolds was evaluated. The results showed that the compacting pressure to obtain the Scaffolds with the required properties is (190.985 Mpa), the optimum sintering temperature to obtain the required Scaffolds is (900℃) and the optimal sintering time is (1h),where the sintering process was conducted under argon gas. The porous TiZr scaffolds with (45.580%) porosity manufactured in this study by optimal sintering parameters showed mechanical compatibility with human cancellous bone, where the values of compressive strength and elastic modulus were respectively (14.039 Mpa, 0.715 Gpa), its microstructures are composed of single β phase and pores. Evaluate the biomimetic coating (SBF) on a sample sintered at (900℃, 1h) proved that the sample is biocompatible and has the ability to form apatite when implanted in the human body.

Keywords: Powder Metallurgy, sintering temperature, sintering time, Scaffolds, biocompatibility.

Syrian Arab Republic

Damascus University

Faculty of Mechanical and Electrical Engineering

Department of Mechanical Design Engineering

Determining the optimum parameters for preparing (Ti-Zr) alloy by powder Metallurgy technology for biomedical applications

A dissertation submitted in fulfilment of the requirements for the degree of (PhD) in

(Materials science and engineering)

By

(Eng. Jehan AlEstwani)

Supervisors

Dr. Faten Ajeeb

Teacher at the Biomedical Engineering Department

Dr. Mohallab Al Dawood

Assistant professor at the Mechanical Design Engineering Department

(2022)