

## تأثیر خمش بر ابرکشسانی و مورفولوژی چهار نوع سیم ارتودنسی تجارتي از جنس نیکل - تیتانیوم

سید خطیب‌الاسلام صدرنژاد<sup>\*</sup>، امیر حسین توایی<sup>۱</sup>، سعید قریشی<sup>۲</sup>

<sup>۱</sup> دانشگاه صنعتی شریف، دانشکده مهندسی و علم مواد

<sup>۲</sup> دانشگاه علوم پزشکی مشهد، دانشکده دندانپزشکی

تاریخ ثبت اولیه: ۱۳۸۳/۸/۲۵. تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۱۳۸۳/۱۱/۱۷. تاریخ پذیرش قطعی: ۱۳۸۳/۱۱/۱۹

### چکیده

از سیم های نایتینول تجاری برای ردیف کردن دندان های نامنظم استفاده می شود. خاصیت ابرکشسان، سبب اعمال ممتد نیروهای خمشی، فشاری و کششی برای ایجاد نظم در دندان های نامرتب می شود. اعمال مداوم نیرو از نظر پزشکی حائز اهمیت است؛ زیرا اولاً، طول دوره درمان را می کاهشد و ثانیاً، کیفیت معالجه را بهبود می بخشد. اما از دیدگاه مهندسی، خواص آلیاژ را تنزل داده و از کارایی آن می کاهشد. آخرین تحقیقات انجام شده در باره تأثیر خمش بر خواص مکانیکی، ریزساختار و دماهای تغییر حالت چهار نمونه آلیاژ نایتینول تجارتي حاکی از باریک شدن پهنای پسماند، افزایش درصد فاز مارتنزیت و امکان ایجاد فاز R تحت تنش در اثر اعمال تغییر شکل سرد در آلیاژ است. نتایج تحقیق نشان می دهد امکان تغییر خواص آلیاژ از ابرکشسان به سمت حافظه دار در صورت انجام عملیات حرارتي پس از کار سرد وجود دارد. مطالعات فازشناسی و تعیین دماهای تغییر حالت، نشان از وقوع استحاله فاز R در جوار مارتنزیت دارد. این نتایج حاکی از ارتباط رفتار ابرکشسانی با پسماند تنشی کوچک مربوط به تشکیل و از بین رفتن فاز R می باشد.

واژه‌های کلیدی: سیم ارتودنسی؛ ابرکشسانی؛ نایتینول؛ فاز R؛ تنش پسماند

\* عهده دار مکاتبات

## ۱- مقدمه

تعریف شده به دندان ها است. با توجه به امکان اعمال چنین نیرویی توسط سیم های نیکل- تیتانیوم در هنگام برگشت به حالت اول در استحاله معکوس مارتنزیت به آستنیت، سیم های ابرکشسان نایتینول گزینه بسیار مناسبی برای استفاده در ارتودنسی می باشند [۹۸]. خواص جانبی ایده آل این نوع سیم ها، مانند مقاومت به خوردگی و شکل پذیری سرد، امروزه کار با آنها را بسیار آسان و دل پذیر ساخته است [۱۰].

با توجه به اینکه تمام سیم هایی که با نام ابرکشسانی عرضه می گردند، به طور یکسان عمل نمی کنند، لذا انتخاب آنها برای مصارف بالینی باید بر اساس معیاری معین انجام شود. بدین سبب تحقیق حاضر می تواند به عنوان نوعی راهنما در انتخاب سیم با خصوصیات مکانیکی مناسب به کار گرفته شده و امکان بهبود خواص و زمینه بازایی مجدد آنها را تا حدی فراهم سازد.

شبکه سه بعدی آلیاژ نایتینول در فاز آستنیت، از نوع هگزگونال با وجوه مرکزدار و در حالت مارتنزیت، به شکل منوکلینیک ولی از نوعی منحصر به فرد است. فاز حد واسطی به نام "فاز R" با شبکه هگزگونال ساده نیز در این آلیاژ شناسایی شده که دماهای شروع و ختم تشکیل آن در فرآیند تبدیل آستنیت به مارتنزیت قابل اندازه گیری بوده و تشکیل آن تأثیر اساسی بر خصوصیات سیم های ارتودنسی دارد [۱۱،۲].

هر سیم نیکل- تیتانیوم دارای پسماند دمایی خاصی است که تغییرات فازی را تحت تأثیر قرار می دهد. دمای  $M_s$ ، اولین درجه حرارتی است که فاز مارتنزیت شکل می گیرد و دمای  $M_f$ ، درجه حرارتی است که در آن ریزساختار آلیاژ کاملاً مارتنزیتی شده است. دماهای  $A_s$  و  $A_f$  نیز به ترتیب درجه حرارت های شروع و خاتمه تشکیل فاز آستنیت می باشند [۱۲،۵]. دمای  $T_R$ ، درجه حرارت شروع تشکیل فاز R و دمای  $T_R$ ، درجه حرارت پایان تشکیل فاز R در هنگام سرد شدن آلیاژ است [۶].

صرف وجود حافظه داری لزوماً به معنای تأمین نیروی مناسب و مداوم برای درمان نیست. برای آنکه خاصیت

مزیت اصلی سیم های ابرکشسان<sup>۱</sup> بر سایر مواد، اعمال نیروی ثابت و پایدار در طول مراحل درمان در عملیات ارتودنسی است. آلیاژهای ابرکشسان نیکل- تیتانیوم به سبب مقاومت خوردگی عالی، عمر خستگی طولانی، کرنش برگشت پذیر قابل توجه و خواص مکانیکی مطلوب مانند استحکام، سفتی، شکل پذیری و قابلیت جوش، مناسبترین گزینه برای کاربرد گسترده در ارتودنسی و ایمپلنت های کاشتنی می باشند [۱]. مشکل این مواد، تنزل خواص طی مدت درمان و قیمت نسبتاً بالای آنها نسبت به سایر مواد مانند سیم های فولاد زنگ نزن است [۳،۲]. حساسیت بسیار زیاد این مواد به عملیات مکانیکی و حرارتی سبب تغییر خصوصیات آلیاژ در موقع کاربرد شده و نحوه بهره برداری از آلیاژ را تحت تأثیر قرار می دهد. بنابراین، تحقیق در باره میزان و نحوه تغییر خواص در نتیجه اعمال نیرو، از دیدگاه پزشکی و هم چنین مهندسی دارای اهمیت است.

هر دو خاصیت ابرکشسانی و حافظه داری مربوط به استحاله فاز آستنیت به مارتنزیت و بالعکس است [۳]. رفتار ابر-کشسانی در آلیاژهای نیکل- تیتانیوم مربوط به "استحاله مارتنزیت تحت تحریک تنش"<sup>۲</sup> است [۴،۳]. تغییر شکل ماده در این حالت، از طریق لغزش و یا حرکت نابجایی نمی باشد؛ بلکه از طریق بازآرایی و تغییر مکان جهت های ترجیحی، در اثر اعمال نیرو، تحقق می یابد. مقدار تنش، حد بحرانی خاصی دارد که بعد از آن دیگر استحاله تنشی اتفاق نمی افتد. با حذف نیرو، جهت های حرکت مارتنزیت به دلیل تطابق کریستالوگرافی در همان راستای پیشین قرار گرفته و در اثر انجام استحاله معکوس (مارتنزیت ← آستنیت) آلیاژ وضعیت اولیه خود را باز می یابد [۵]. تغییر حالت آستنیت به مارتنزیت تحت تحریک تنش ممکن است همچون تغییر حالت های حرارتی با ظهور و محو فاز یا فازهای واسط همراه باشد. در این صورت، با تعویق تغییر فاز آستنیت به مارتنزیت، امکان تثبیت ابرکشسانی و کاهش کرنش گرما-کشسانی<sup>۳</sup> در آلیاژ امکان پذیر خواهد شد [۷،۶].

وظیفه سیم های ارتودنسی، اعمال یک نیروی ثابت و پایدار

<sup>۱</sup>Superelastic<sup>۲</sup>Stress Induced Martensite Transformation<sup>۳</sup>Thermoelastic

استفاده بار اول برای صاف کردن دندان‌ها تغییر کرده و چه بسا وضعیت اعمال نیرو توسط آلیاژ دستخوش تغییرات اساسی شود. در این مقاله، برای اولین بار تأثیر اعمال تنش‌های کششی و خمشی بر دماهای تغییر حالت، مورفولوژی و ساختارهای فازی چند سیم ابرکشسان تجارتي نایتینول مورد استفاده در ارتودنسی بحث شده است.

## ۲- مواد و روش تحقیق

### ۲-۱- مواد

نمونه‌های تحقیق شامل ۴ نوع سیم نیکل - تیتانیوم ابرکشسان تجارتي با سطح مقطع  $0.41\text{mm}^2$  و همگی به صورت فرم داده شده و متعلق به فک بالا بودند (جدول ۱).

جدول ۱- مشخصات سیم‌های ابرکشسان آزمایش شده

نام سیم	کارخانه	نشانی
Nitinol SE	3M UNITEK	2724 South Peck Road, Monrovia, CA 91016 U.S.A
Force I	AMERICAN ORTHODONTICS	1714 Cambridge Avenue, Sheboygan Wisconsin, P.O. Box 1048, U.S.A
Reflex TP	TP ORTHODONTICS	Laporte, Ind, U.S.A
Chinese Ni-Ti	ORSU	Bejin, MN 55401, China

### ۲-۲- آزمون خمش

استفاده از روش "یک سر درگیر"<sup>۵</sup> برای ارزیابی فنریت سیم معمولی قابل قبول است، اما در سیم‌های دارای فنریت بالا مانند سیم‌های ابرکشسان، این روش دقت چندانی ندارد [۱۶-۱۸]، زیرا در نتیجه افزایش زاویه نمونه، ارزیابی نیرو و خمش با دشواری مواجه می‌شود. در این تحقیق، برای تعیین دیاگرام نیرو-خمش، از روش آزمایش سه نقطه‌ای<sup>۶</sup> استفاده شد زیرا سیستم اعمال نیروی آن مشابه وضعیت حرکت دندان در دهان است. شکل ۱، نحوه اتصال سیم‌های ابر-کشسان به پایه ثابت و اعمال نیروهای خمشی - کششی به سیم "دو سر درگیر" را در دستگاه اندازه‌گیری تنش - کرنش مورد استفاده در این تحقیق نشان می‌دهد. وسیله آزمایش مشتمل بر دو نیم استوانه به قطر ۸ میلی متر

حافظه داری از لحاظ بالینی قابل استفاده باشد، لازم است دمای  $A_f$  پایین تر از دمای محیط دهان باشد تا سیم در محیط دهان در حالت آستنیتی خود قرار گیرد. در عین حال بهتر است دمای  $M_s$  آلیاژ بالاتر از دمای دهان باشد تا آلیاژ بتواند بر خلاف سایر مواد مورد استفاده، خاصیت ابرکشسانی از خود بروز دهد. [۱۲-۱۴]. دمای  $M_s$ ، بالاترین دمایی است که در کمتر از آن، فاز مارتنزیت می‌تواند شکل بگیرد.

در اکثر آلیاژهای نیکل - تیتانیوم مورد استفاده در ارتودنسی با  $A_f$  پایین تر از دمای دهان، در شرایط عادی فاز غالب آستنیت است. در حالی که درصد اندکی از ساختار آلیاژ را نیز ممکن است فاز مارتنزیت و حتی فاز R تشکیل دهد. خوشبختانه فاز مارتنزیت می‌تواند بدون نیاز به تغییر درجه حرارت و صرفاً از طریق اعمال نیرو ایجاد گردد. به مارتنزیت ایجاد شده، "مارتنزیت تحت تنش (SIM)"<sup>۴</sup> گفته می‌شود [۱۵،۱۰]. به دلیل پدیده چنین استحالته‌ای، فاز مارتنزیت می‌تواند در مناطق تحت تنش سیم به وجود آید، در حالی که در سایر نواحی سیم، فاز آستنیت موجود است. ایجاد مارتنزیت تحت تنش، فرآیندی برگشت پذیر است، لذا اگر تنش برداشته شود سیم به وضعیت اول، یعنی آستنیت بدون تنش بر می‌گردد.

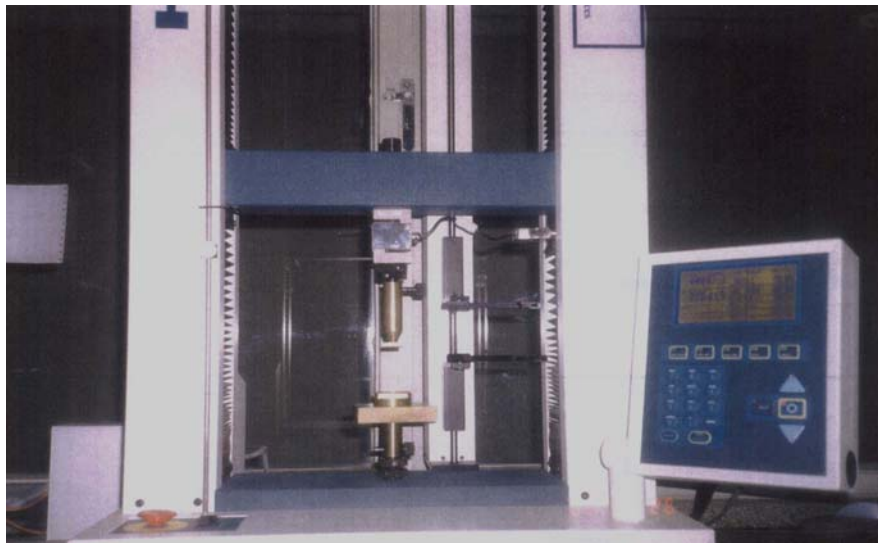
به منظور اعمال نیروی کوچک، بهتر است  $A_f$  آلیاژ فقط اندکی پایین تر از دمای محیط دهان باشد، ولی در صورتی که  $A_f$  خیلی پایین تر از دمای محیط دهان باشد، شبکه آلیاژ تمایل زیادی به ماندن در فاز آستنیت داشته و برای ایجاد مارتنزیت تحت تنش، نیاز به نیرویی بزرگ است که تأمین آن با تجویز دندان پزشک میسر است. این نوع آلیاژ را معمولاً در مواردی که دندان‌های بیمار بیش از حد نامرتب است به کار می‌برند [۱۵]. برای موارد عادی، استفاده از سیم‌های دارای دمای  $A_f$  نزدیک به دمای محیط دهان، مناسب است.

دماهای تغییر حالت، نه تنها معرف رفتار ابرکشسانی و حافظه داری هستند، بلکه مبنایی برای تعیین شرایط به کارگیری و میزان نیروهای قابل اعمال نیز می‌باشند. از آنجایی که با هر بار به کارگیری آلیاژ، این دماها تغییر می‌کنند، لذا خصوصیات آلیاژ در شرایط استفاده مجدد و حتی در حین

<sup>۴</sup>Stress Induced Martensite

<sup>۵</sup>Cantilever

<sup>۶</sup>Three Bracket Bending



الف



ج



ب

شکل ۱- تصاویر دستگاه اندازه گیری و نحوه اتصال سیم

الف- دستگاه اندازه گیری نیرو - خمش؛ ب و ج- نحوه اتصال سیم ابرکشسان به پایه دستگاه و اعمال نیرو توسط سنبه متحرک

مشخصات آزمایش به صورت جدول ۲ تعریف شده و در نرم افزار دستگاه ذخیره شد.

جدول ۲- مشخصات آزمون خمش

طول موثر سیم (mm)	پیش بار	سرعت دستگاه (mm/min)	خمش (mm)	قطر (mm)
۱۵/۵	۰	۰/۵	تا حد ۳	۰/۴۱

### ۲-۳- متالوگرافی

برای بررسی ریزساختار سیم ها، ابتدا جفت نمونه‌هایی از سیم های کشیده شده و کشیده نشده تهیه شده و سپس در محلول های ارائه شده در جدول ۳ حک گردیدند.

بود که به فاصله ۱۵/۵ میلی متر از یکدیگر به طور افقی قرار داده شده و دو براکت فلزی استاندارد اج و ایز سانترا ل ماگزینا دارای بیس Foilmesh و اندازه  $0.46 \times 0.76$  mm Slot توسط چسب Superglue روی دو استوانه به نحوی چسبانده شد که فاصله نقطه میانی براکت ها از یکدیگر ۱۵/۵ میلی - متر بود. این فاصله برگرفته از اندازه نرمال دندان های دائمی ماگزینای مردان است. استوانه فوقانی از جنس آلایژ برنج به قطر ۵ میلی متر و دقت اندازه گیری در ساخت وسیله یک دهم میلی متر بود.

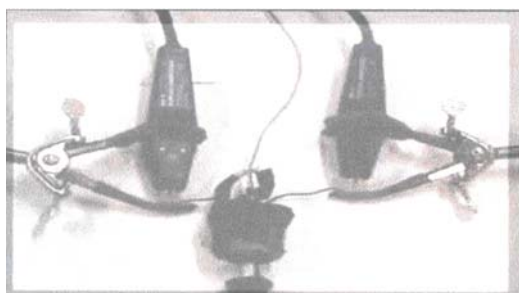
از دستگاه Hounsfield مدل H10KS ساخت کشور انگلستان برای انجام آزمون خمش استفاده شد.



الف



ب



ج

شکل ۲- دستگاه مقاومت سنج و نحوه اتصال

الف- دستگاه مقاومت سنج؛ ب و ج- نحوه اتصال ترموکوپل و سیم ابرکشسان به الکترودهای دستگاه

روی محور عمودی نشان داده شده اند. همان طور که از شکل‌ها پیدا است، تمام سیم‌ها در خمش خاصی وارد ناحیه نیرو ثابت<sup>۷</sup> می‌گردند. این مقدار برای هر سیم متفاوت است. آزمایش‌ها نشان می‌دهند که رفتار هر چهار سیم با یکدیگر مشابه است؛ ولی مقادیر کرنش و نیرو با یکدیگر فرق دارند. در هنگام باربرداری، افت تدریجی نیرو از خمش حدود ۲/۵ میلی‌متر آغاز شده و تا خمش ۱ میلی‌متر با شیب تقریباً ثابت ادامه می‌یابد. آگاهی از مقادیر دقیق این نیروها و میزان خمش وابسته، اهمیت فراوانی در برنامه‌ریزی نحوه استفاده از سیم‌های ابرکشسان برای کوتاه کردن دوره درمان و

جدول ۳- محلول‌های به کار رفته برای حک سازی نمونه‌ها

محلول	ترکیب (درصد حجمی)
۱	10H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> 5HF 85H <sub>2</sub> O
۲	1HNO <sub>3</sub> 5HF 5CH <sub>3</sub> COOH
۳	40HNO <sub>3</sub> 10HF 50 H <sub>2</sub> O
۴	14HNO <sub>3</sub> 4HF 82 H <sub>2</sub> O

زمان حک شدن در چندین مرحله به صورت فواصل زمانی قید شده در جدول ۴ بود. نمونه‌ها، سپس ۳ بار به مدت یک ساعت در دماهای ۸۰°C، ۱۰۰°C و ۱۳۵°C به طور بسته آنبیل شدند. آنگاه توسط میکروسکوپ نوری انعکاسی مدل PME3 و روش نوارسکی بررسی ساختاری گردیدند.

جدول ۴- زمان حک کردن نمونه‌ها

محلول	t (s)									
	۱۸۰	۱۵۰	۱۲۰	۹۵	۷۱	۶۰	۲۵	۱۵	۱۰	۵
۱	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
۲	x	x	x	x	x	x	x	x	x	x
۳			x	x	x	x	x	x	x	x
۴					x	x	x	x	x	x

#### ۴-۲- تعیین دمای استحاله

برای تعیین دماهای تغییر حالت آلیاژ، از یک دستگاه مقاومت سنج دیجیتالی بسیار دقیق (در حد میکرو اهم)، وان مایع با دمای قابل تنظیم از ۱۵۰- تا ۱۵۰+ درجه سانتیگراد و ترموکوپل Pt100 برای اندازه‌گیری دما استفاده شد (شکل ۲). شیب افزایش دما، ۰/۰۶ درجه سانتیگراد بر ثانیه انتخاب و در تمام آزمایش‌ها ثابت نگه داشته شد. دیاگرام‌های تغییر مقاومت در حین گرم شدن و سرد شدن آلیاژ برای سیم‌های ابرکشسان مختلف، قبل و بعد از انجام آزمایش‌های خمش تعیین و با یکدیگر مقایسه شد.

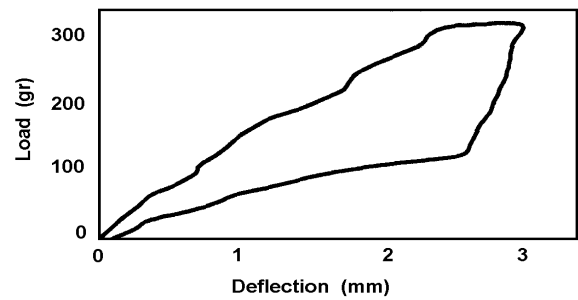
#### ۳- نتایج

منحنی‌های نیرو-خمش بدست آمده از سیم‌ها در شکل‌های ۳ تا ۶ آمده است. هر کدام از منحنی‌ها، میانگین ۵ آزمایش انجام شده بر یک نوع سیم می‌باشد. میزان خمش بر حسب میلی‌متر روی محور افقی و مقدار نیرو بر حسب گرم

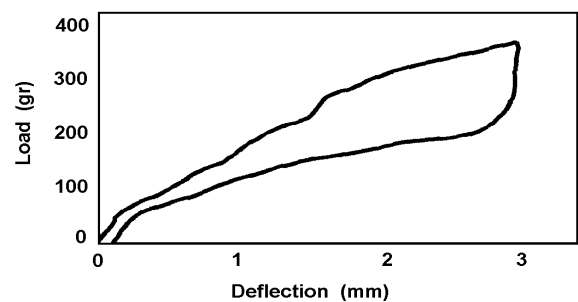
افزایش بازدهی عملیات تنظیم فاصله دندان ها با رعایت رفاه حال بیمار و حداقل صرف وقت پزشک دارد. آگاهی از ارقام مربوط به سیم های مختلف، انتخاب بهینه ترکیبی از سیم های ارتودنسی را در هنگام معالجه توسط پزشک آسان می سازد.

نیروهای به دست آمده در خمش ۱، ۱/۵، ۲، ۲/۵ و ۳ میلی-متری در ناحیه باربرداری در جدول های ۵ تا ۹ بر حسب گرم داده شده است. همان طور که مشاهده می شود، کمترین نیرو مربوط به سیم Nitinol SE و بیشترین میزان نیرو مربوط به سیم Force I است. هم چنین سفتی سیم Force I از سفتی سیم Nitinol SE بیشتر است. این مقادیر برای سیم Reflex TP در مقایسه با سه سیم دیگر در حد وسط قرار دارد.

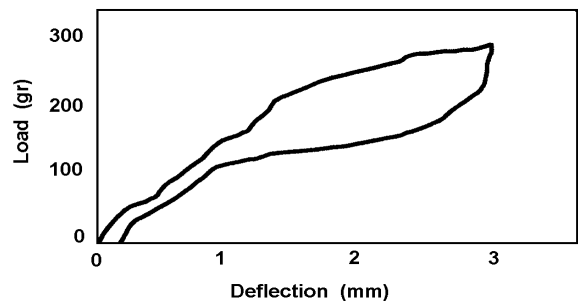
منحنی های به دست آمده از ۴ نوع سیم آزمایش شده در هنگام بارگذاری- باربرداری در خمش ۳ میلی متر، شکل کلی منحنی های ابرکشسانی را که توسط Burstone در سال ۱۹۸۵ میلادی و Miura در سال ۱۹۸۶ میلادی آزمایش شده بودند دارا هستند [۱۹]. در زمان بارگذاری بعد از یک ناحیه خطی نیرو-خمش، ناحیه نیرو ثابت منحنی ظاهر می شود که در آن نیروی سیم با افزایش بیشتر خمش افزایش زیادی نمی یابد و رابطه خطی بین میزان نیروی خمش وجود ندارد. در هنگام برگشت کرنش بعد از خمش ۳ میلی متر، یک افت ناگهانی نیرو در تمام سیم ها مشاهده می گردد و بعد از آن، افت نیرو به میزانی اندک در ناحیه باربرداری با نیروی ثابت در سیم ها دیده می شود. اگر چه شیب این ناحیه و میزان افت نیرو در سیم های مختلف متفاوت است ولی در تمام سیم ها، این ناحیه از منحنی به وضوح قابل رؤیت است. در انتهای منحنی باربرداری، رابطه نیرو و خمش به شکل خطی دوباره مشاهده می گردد و تا رسیدن به ناحیه permanent set که در آن نیرویی اعمال نمی گردد، ادامه دارد. شیب منحنی در ناحیه باربرداری به میزان برگشت سیم به حالت اولیه بستگی دارد و هر قدر میزان بازیابی<sup>۸</sup> بیشتر باشد، شیب باربرداری نیز کمتر خواهد بود.



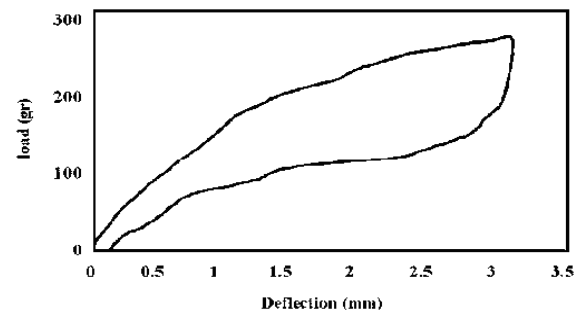
شکل ۳- منحنی نیرو - خمش برای نمونه Nitinol SE



شکل ۴- منحنی نیرو - خمش برای نمونه Force I



شکل ۵- منحنی نیرو - خمش برای نمونه Reflex TP



شکل ۶- منحنی نیرو - خمش برای نمونه Chinese Ni-Ti

<sup>۸</sup>Recovery

## ۴- بحث

شکل منحنی های نیرو - خمش در حالت کلی حکایت از وجود پدیده ابرکشسانی و تغییر فاز مارتنزیتی تحت تنش دارد. اگر چه، این شکل ها به هم شباهت دارند ولی میزان اعمال نیرو در ناحیه باربرداری و شیب منحنی ها در این قسمت، حاکی از عملکرد غیریکسان سیم ها در شرایط یکسان انجام آزمایش است، بنابراین، سیم ها را بر اساس جدول های ۵ تا ۹ به دو دسته می توان تقسیم کرد:

- ۱- گروه "پر نیرو"<sup>۹</sup> که نیروی بزرگی را در زمان باربرداری اعمال می کنند مانند Force I و Reflex TP.
- ۲- گروه "کم نیرو"<sup>۱۰</sup> که نیروی کوچکی را در زمان باربرداری اعمال می کنند مانند Nitinol SE و Chinese Ni-Ti.

برای تعیین ارتباط خصوصیات مکانیکی با حالات فازی، از روش های متداول ساختارشناسی می توان کمک گرفت. بعد از زمان طولانی حک کردن (بیش از ۳ دقیقه) توسط محلول های ۱ و ۲، هیچ گونه تغییری در ریزساختار مشاهده نشد و عملاً محلول های مذکور از حوزه بررسی ریز-ساختاری خارج شدند. با حک کردن (بیش از ۲ دقیقه) توسط محلول شماره ۳، فازهایی در سطح نمونه ها ظاهر شد که تفاوت چندانی با فازهای ظاهر شده در نمونه های خم نشده نداشتند. تصویرهای ۷، ۸ و ۹ مربوط به نمونه های به ترتیب Nitinol SE، Force I و Reflex TP هستند. تصاویر "الف"، نمونه های اولیه و "ب" مربوط به نمونه های خم شده، می باشند.

برای درک بهتر و دقیق تر وضعیت تغییر فاز، دیاگرام های تغییر مقاومت بر حسب دما رسم و بررسی شدند. مطابق اطلاعات ثبت شده روی این دیاگرام ها، امکان وجود فاز مارتنزیت در دمای اطاق (دمای متالوگرافی) وجود ندارد، مگر آنکه تنش های باقیمانده مربوط به فشار ماده مانع کننده و هم چنین ذخیره شدن تنش های مربوط به عملیات مکانیکی سمباده زنی و پولیش بر نمونه ها، ایجاد مارتنزیت تحت تنش را سبب شده باشد. مقایسه تصاویر سطوح حک شده نمونه ها با تصاویر ارائه شده در مقالات علمی نیز تفاوت های نسبتاً آشکاری را در مورفولوژی

جدول ۵- نیروی باقی مانده (بر حسب گرم) در خمش ۱mm

نام	حداکثر	حداقل	میانگین	تعداد
Nitinol SE	۷۳	۷۰	۷۱/۶	۵
Chinese Ni-Ti	۸۳	۸۱	۸۲/۲	۵
Force I	۱۱۸	۱۱۵	۱۱۷	۵
Reflex TP	۱۱۳	۱۱۱	۱۱۲/۲	۵

جدول ۶- نیروی باقی مانده (بر حسب گرم) در خمش ۱/۵mm

نام	حداکثر	حداقل	میانگین	تعداد
Nitinol SE	۹۴	۹۱	۹۲/۸	۵
Chinese Ni-Ti	۱۰۸	۱۰۶	۱۰۷/۲	۵
Force I	۱۵۲	۱۵۱	۱۵۱/۶	۵
Reflex TP	۱۴۱	۱۳۹	۱۳۹/۶	۵

جدول ۷- نیروی باقی مانده (بر حسب گرم) در خمش ۲mm

نام	حداکثر	حداقل	میانگین	تعداد
Nitinol SE	۱۱۷	۱۱۴	۱۱۵/۴	۵
Chinese Ni-Ti	۱۱۸	۱۱۶	۱۱۷	۵
Force I	۱۷۵	۱۷۲	۱۷۳/۶	۵
Reflex TP	۱۵۳	۱۵۱	۱۵۲/۲	۵

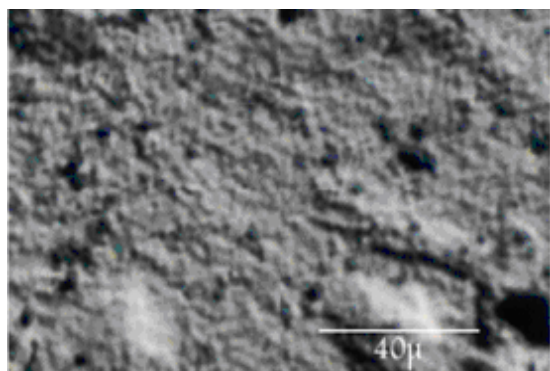
جدول ۸- نیروی باقی مانده (بر حسب گرم) در خمش ۲/۵mm

نام	حداکثر	حداقل	میانگین	تعداد
Nitinol SE	۱۲۷	۱۲۶	۱۲۶/۸	۵
Chinese Ni-Ti	۱۴۰	۱۳۷	۱۳۸/۶	۵
Force I	۱۹۷	۱۹۵	۱۹۶/۴	۵
Reflex TP	۱۹۷	۱۹۵	۱۹۷/۴	۵

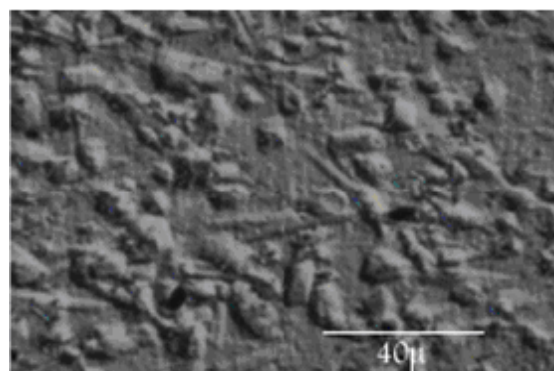
جدول ۹- نیروی باقی مانده (بر حسب گرم) در خمش ۳mm

نام	حداکثر	حداقل	میانگین	تعداد
Nitinol SE	۱۲۷	۷۰	۱۰۲/۶۵	۲۰
Chinese Ni-Ti	۱۵۹	۱۵۱	۱۵۵/۱۲	۵
Force I	۱۹۷	۱۱۵	۱۵۹/۶۵	۲۰
Reflex TP	۱۷۸	۱۱۱	۱۴۵/۳۵	۲۰

<sup>9</sup>Heavy Force<sup>10</sup>Light Force

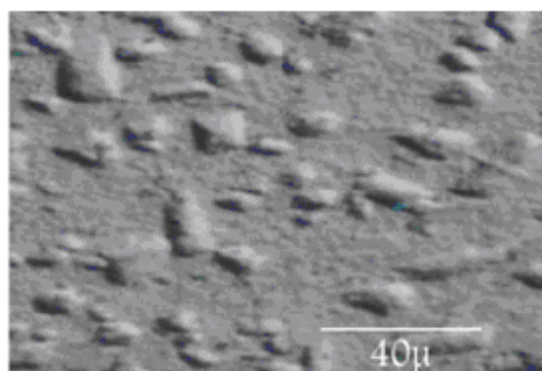


الف

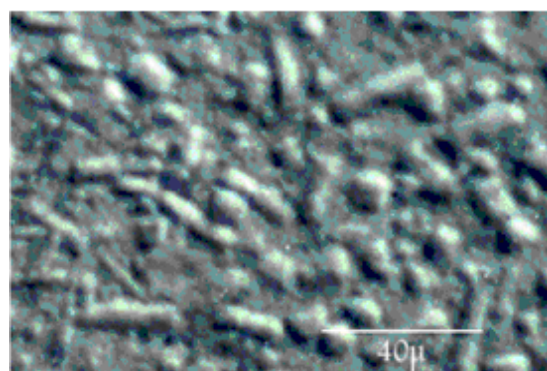


ب

شکل ۸- فاز های ظاهر شده در نمونه Force I  
الف- خم نشده؛ ب- خم شده



الف



ب

شکل ۷- فاز های ظاهر شده در نمونه Nitinol SE  
الف- خم نشده؛ ب- خم شده

است باعث افزایش دماهای استحاله شود [۲۲،۷]. آنیل کردن آلیاژ تغییر فرم سرد یافته در دماهای پائین، مثلاً ۳۴۰ تا ۴۵۰ درجه سانتیگراد، در عمل ایجاد فاز R در هنگام سرد کردن را به همراه داشته است [۲۳]، در حالی که آنیل کردن پس از کار سرد در دماهای بالا، ابتدا سبب افزایش دماهای استحاله و سپس کاهش آنها شده است [۷،۶].

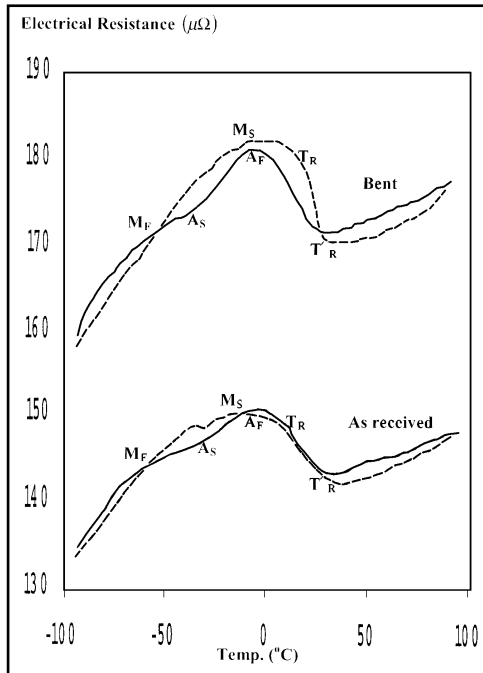
با مقایسه شکل های ۷- الف، ۸- الف و ۹- الف با شکل های ۷- ب، ۸- ب و ۹- ب دیده می شود لایه های تشکیل شده در نمونه ها نیز همانند تیغه های مارتنزیت در اثر اعمال کار خمشی ظریف تر شده و نسبت حجمی آنها تغییر یافته است. مقایسه تصاویر سطوح حک شده نمونه های ابرکشسان با نمونه های حافظه دار، تفاوت قابل توجهی را بین این سطوح نشان می دهد، به این ترتیب که در نمونه های حافظه دار، تیغه های مارتنزیت در سطح دیده می شوند به طوری که پس از اعمال نیرو و باربرداری، علائم تغییر ساختار و ریز شدن دانه ها از خود بروز

و ریزساختار فازهای موجود در نمونه ها با نمونه های دارای دو فاز آستنیت و مارتنزیت آشکار می سازد.

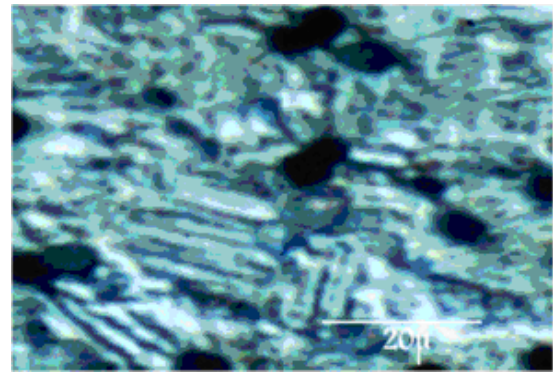
از آنجایی که دیگرام های مقاومت بر حسب دما، وجود دو فاز آستنیت و R را در دماهای متالوگرافی به وضوح بیان می دارند، لذا به نظر می رسد لایه های نشان داده شده در شکل های ۷ و ۸ مربوط به فاز R باشد و نه مارتنزیت. این لایه ها، اگر چه اندکی به فاز مارتنزیت شبیه هستند، ولی مارتنزیت کامل نبوده و در فاصله تبدیل آستنیت به مارتنزیت به وجود آمده و باعث به تعویق افتادن تشکیل فاز مارتنزیت در هنگام سرد شدن و حفظ خصوصیات ابرکشسانی در آلیاژ می شوند.

تحقیقات قبلی مؤید این مطلب است که وجود عنصر سوم و یا نیکل فوق اشباع و نیز اعمال نیرو می توانند باعث حافظه داری سه مرحله ای شوند [۲۰،۶]، یعنی ممکن است تولد فاز R در حد فاصل بین فازهای مارتنزیت و آستنیت را باعث گردند [۲۱]. اعمال نیرو به علاوه ممکن

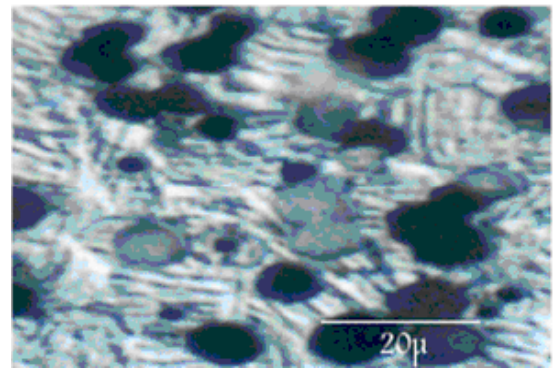




شکل ۱۰- دیاگرام های مقاومت بر حسب دما برای آلیاژ Force I  
الف- قبل از خمش؛ ب- بعد از خمش



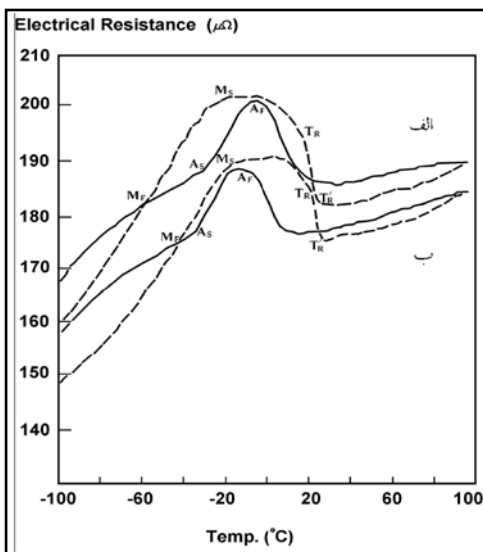
الف



ب

شکل ۹- فاز های ظاهر شده در نمونه Reflex TP

الف- خم نشده؛ ب- خم شده



شکل ۱۱- دیاگرام های مقاومت بر حسب دما برای آلیاژ Reflex TP  
الف- قبل از خمش؛ ب- بعد از خمش

می دهند، ولی سطوح خارجی نمونه های ابرکشسان مخلوطی از دو فاز را ارائه می دهند که احتمالاً یکی آستنیت و دیگری فاز لایه ای R است. در اثر خم کاری آلیاژ، تغییر اندکی در نسبت فازها و ظرفیت لایه ها مشاهده می شود. بر اساس ملاحظات ترمودینامیکی و تعادل فازها، در نمونه هایی که دمای تغییر حالت بیشتری دارند، احتمال وجود دو فاز R و مارتنزیت، طبق دیاگرام های مقاومت بر حسب دما نیز میسر است.

دیاگرام های مقاومت بر حسب دما برای دو آلیاژ Force I و Reflex TP قبل و بعد از عملیات خمش در شکل های ۱۰ و ۱۱ با یکدیگر مقایسه شده اند. همان طور که از شکل ها آشکار می شود دماهای تغییر حالت، تابع عملیات ترمو- مکانیکی هستند؛ به گونه ای که حتی در اثر انجام آزمایش خمش، این دماها به میزان محسوسی تغییر کرده و باعث باریک شدن فاصله پسماند حرارتی نمونه - یعنی تفاوت بین دمای تغییر حالت در هنگام سرد شدن با هنگام گرم شدن -

می شوند. بررسی های بیشتر نشان می دهد که این تغییرات در صورت آنیل کردن آلیاژ در دماهای بسیار بالاتر از  $A_f$ ، می توانند منجر به تغییر اساسی در رفتار آلیاژ شده و نوع آن را از ابرکشسان به سمت حافظه دار سوق دهند [۷، ۲۴]. این پدیده در صورت تحقق می تواند سبب تغییر کاربری آلیاژ

نیروی متقابل را داشت. این موضوع توسط محققین قبلاً به طور مفصل بررسی شده است [۱۹،۱۵]. از آنجایی که ریز شدن لایه‌های رمبوندرال در آلیاژهای ابرکشسان در اثر عملیات ترمومکانیکی به مراتب کمتر از آلیاژهای حافظه دار است، لذا اگر چه حضور تنش‌های سطحی در نمونه‌های خم شده، فرآیند بازیابی و تبلور مجدد را تحت تأثیر قرار داده و تغییراتی را در ساختار آلیاژها پدید می‌آورد، ولی مقدار این تغییرات به سبب موقت بودن تشکیل فاز R یا فاز مارتنزیت تحت تنش بسیار محدودتر از مقدار مربوط به آلیاژهای حافظه دار بود. بنابراین به نظر می‌رسد کاربرد مجدد آلیاژهای ابرکشسان حتی در شرایطی که نیاز به سترون سازی<sup>۱۲</sup> حرارتی هست، نیز امکان پذیر بوده و در صورت تغییر دماهای استحاله، امکان به کارگیری مجدد آلیاژ در مصارف مربوط به سیم‌های حافظه دار نیز فراهم خواهد بود.

#### ۵- نتیجه گیری

ارتباط بین خواص مکانیکی، حافظه داری و ریزساختار چهار نوع سیم ابرکشسان نیکل - تیتانیوم تجارتي بررسی شد. در نتیجه معلوم شد که یک پسماند تنشی محدود در آلیاژ وجود دارد که تحت اعمال نیروهای خمشی باریک می‌شود. در دمای محیط، ریزساختار آلیاژ حاوی دو فاز آستینیت و R میانی است که می‌تواند تحت تأثیر استحاله مارتنزیت تحت تنش قرار گیرند. بررسی‌ها نشان می‌دهد امکان ایجاد فاز R تحت تنش در سیم‌های مورد آزمایش نیز میسر است. از آنجایی که در تحقیقات قبلی، محققین به این موضوع توجه نکرده اند لذا می‌تواند به عنوان یک دستاورد نو حاصل از این تحقیق به حساب آید.

برای شناخت بهتر تفاوت‌های کارکردی، خواص مکانیکی سیم‌ها با توجه به انتظارات بالینی و صنعتی اندازه گیری و مقایسه شدند. میزان تنش باقیمانده برای چهار نوع سیم مورد آزمایش بین حداقل ۵ مگاپاسکال برای سیم Nitinol SE با خمش باقیمانده ۱ میلی متر و حداکثر ۱۵ مگاپاسکال برای سیم Reflex TP با خمش باقیمانده ۳ میلی متر قرار داشت.

هنگام استفاده مجدد از مصارف ارتودنسی به سمت کاربرد-های دیگر مانند ساخت اعضای مصنوعی و ربات شود. نکته جالب این که بعد از ۷۰ ثانیه حک کردن در محلول شماره ۴، در بخشی از نمونه‌ها که فاقد ساختار R شکل بودند، ساختار تیغه ای با دانه بندی ریز امتداد یافته در تمام طول دانه مشاهده شد.

حفره‌دار شدن<sup>۱۱</sup> بسیار شدید نمونه‌ها از همان آغاز حک کردن (حدود ۱۰ تا ۱۵ ثانیه از شروع) دیده شده و با طولانی تر شدن زمان حک کردن بر میزان و وسعت این حفره‌ها افزوده شد (شکل ۹). البته در این مورد، نمونه‌های کشیده شده و کشیده نشده، تفاوت چندانی نداشتند و از لحاظ دانه‌بندی و ضخامت دانه‌ها تا حد زیادی مشابه هم بودند، اما در نمونه‌های کشیده شده، به نظر می‌رسید که تعداد حفره‌ها به میزان کمی زیاد شده و خصوصاً پهنا و احتمالاً عمق آنها نیز افزایش یافته بود. به نظر می‌رسید که این امر ناشی از وجود تنش ناشی از عملیات خمش در این سری نمونه‌ها نسبت به نمونه‌های آزمایش نشده باشد. تنش اضافی می‌توانست عامل مؤثری بر افزایش سرعت خوردگی باشد. یکسان بودن ریزساختار اصلی (لایه‌ای) در دو گروه نمونه می‌توانست ناشی از انجام عملیات مکانیکی محدود در هنگام پولیش کردن باشد. لایه‌های مشاهده شده با توجه به مطالعات و دانسته‌های قبلی نشان دهنده ریز-ساختار رمبوندرال در نمونه بود که تأییدکننده تبدیل قسمتی از فاز آستینیت به فاز R در جهت‌های کاملاً تصادفی پس از برداشتن نیرو بود. برای بررسی اثر عملیات آنیلینگ و نیز تدقیق شرایط ظهور و پایداری فاز مارتنزیت در نمونه‌ها، عملیات آنیل کردن در دماهای ۸۰°C، ۱۰۰°C و ۱۳۵°C به مدت یک ساعت در شرایط بسته بر نمونه‌های حک شده توسط محلول ۴ انجام شد. پس از بررسی متالوگرافی، هیچ تغییری در وضعیت سطوح نمونه‌ها از نظر میزان فازها مشاهده نشد. این موضوع نشانگر تثبیت نسبی بخش قابل رؤیت فاز رمبوندرال در سطح نمونه بود که با عملیات آنیل کردن تحت شرایط ذکر شده حذف نمی‌شد و نیاز به دما و زمان آنیل کردن فراتر و یا عملیات برگشت تنش تحت

<sup>11</sup>Pitting

<sup>12</sup>Sterilization

- titanium orthodontic wires; Am J Orthod 1990; 98: 72-76.
- [9] Brantley KS, Fournelle W, Bendig R; Properties of superelastic and non superelastic Ni-Ti orthodontic wires; Am J Orthod 1991; 99: 310-18.
- [10] Kujala S, Pajala A, Kallioinen M, Pramila A, Tuukkanen J, Ryhänen J; Biocompatibility and strength properties of Nitinol shape memory alloy suture in rabbit tendon; Biomaterials 2004; 25(2): 353-358.
- [11] Liu R, Li DY; Indentation behavior of pseudoelastic TiNi alloy; Scripta Materialia 1999; 41(7): 691-696.
- [12] Wuttig M, Zheng Y, Slutsker JS, Mori K, Su Q; Stress Induced martensite in NiTi corrugated films; Scripta Materialia 1999; 41(5): 529-533.
- [13] Nakano H, Kazoro S; Mechanical properties of several nickel-titanium alloy wires in three point bending test; Am J Orthod 1999; 115: 390-395.
- [14] Brantley W, Eliades T; Orthodontic Material; 1st Ed, New York 2001; 90.
- [15] Meling T, Odegaard J; The effect of short-term temperature changes on superelastic nickel-titanium archwire activated in orthodontic bending; Am J Orthod 2001; 119: 263-273.
- [16] Wilkinson PD, Dysart PS, Hood JAA, Herbison GP; Load-deflection characteristics of superelastic nickel-titanium orthodontic wires; American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics May 2002; 121(5): 483-495.
- [17] Rucker BK, Kusy RP; Elastic properties of alternative versus single-stranded leveling archwires; American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics November 2002; 122(5): 528-541.
- [18] McNaney JM, Imbeni V, Jung Y, Papadopoulos P, Ritchie RO; An experimental study of the superelastic effect in a shape-memory nitinol alloy under biaxial loading; Mechanics of Materials October 2003; 35(10): 969-986.
- [19] Qin C, Morton B, Chinese J; NiTi wire: A new orthodontic alloy; Am J Orthod 1985; 87: 445-452.
- [20] Liu Y, Chen X, McCormick PG; Effect of low temperature ageing on the transformation behavior of near-equiatomic NiTi; Journal of Materials Science 1997; 32: 5979-5984.
- [21] Su PC, Wu SK; The four step multiple stage transformation in deformed and annealed  $Ti_{40}Ni_{51}$  shape memory alloy; Acta Materialia 2004; 52: 1117-1122.
- [۲۲] صدرنژاد س خ، نعیمی س ت، نوری ع؛ اندازه‌گیری خاصیت حافظه‌داری در آلیاژ ریختگی نایتینول و تأثیر چرخه‌های حرارتی بر بازگشت کرنش؛ مجله مهندسی متالورژی تابستان و بهار ۱۳۸۲؛ ۱۵: ۲۹-۳۶.
- [23] Serneels; Shape Memory Alloy Characterization and Optimization; AXT Medical Technologies 2002.
- [۲۴] صدرنژاد س خ، نعیمی س ت، فتحی م، حسن زاده ن؛ تأثیر میزان خم شدگی بر خواص بست حافظه دار برای اتصال استخوان؛ مجله مهندسی متالورژی ۱۳۸۳؛ ۷ (۱۸): ۱۰-۱۶.

تنش‌های مورد نیاز برای شروع استحاله تحت تنش سیم‌ها متغیر بوده و بین ۱۲ تا ۲۸ مگاپاسکال بود. ملاحظه شد که عملیات مکانیکی و آنیل کاری بر تغییرات فازی و ریزساختار نمونه‌ها تأثیر دارد و دماهای استحاله را اندکی تغییر می‌دهد. بنابراین به نظر می‌رسد امکان بازیابی سیم‌های مستعمل و تبدیل آنها به حافظه دار از طریق انجام تغییر فرم سرد و عملیات حرارتی بعدی وجود داشته باشد.

## سپاسگزاری

از سرکار خانم مهندس زهره رضوی و جناب آقای مهندس محسن کتیرایی به خاطر کمک در انجام آزمایش‌های خمش و جناب آقای علی گلی و سرکار خانم‌ها نسیم بخشی زاده و سیده امامی به سبب همکاری در اندازه‌گیری مقاومت الکتریکی نمونه‌ها قدردانی می‌شود.

## مراجع

- [1] Lekston Z, Drugacz J, Morawiec H; Application of superelastic NiTi wires for mandibular distraction; Materials Science and Engineering A 2004; 378(1-2): 537-541.
- [2] Otsuka K, Ren X; Recent developments in the research of shape memory alloys; Intermetallurgy 1999; 7:511-528.
- [3] Miyazaki S, Ishida A; Martensitic transformation and shape memory behavior in sputter-deposited TiNi-base thin films; Materials Science and Engineering 1999; A273-275: 106-133.
- [4] Orgéas L, Favier D; Stress-induced martensitic transformation of a NiTi alloy in isothermal shear, tension and compression; Acta Mater 1998, 46(15): 5579-5591.
- [5] Mihálec I; Fundamental characteristics and design method for nickel-titanium shape memory alloy; Periodica Polytechnica Ser Mech Eng 2001; 45(1): 75-86.
- [6] Sadrmezhaad K, Mashhadi F, Sharghi R; Heat treatment of Ni-Ti alloy for improvement of shape memory effect; Materials and Manufacturing Processes 1997; 12(1): 107-115.
- [7] Zarandi FMH, Sadrmezhaad K; Thermomechanical study in combustion synthesized Ti-Ni shape memory alloy; Materials and Manufacturing Processes 1997; 12(6): 1093-1105.
- [8] Hurst C, Duncanson M, Nanda R, Angolkar P; An evaluation of the shape memory phenomena of nickel-

## **Effect of Chemical Composition on Release Behavior and Morphology of Polyurethane Microspheres Prepared By Solvent Evaporation Method**

**F. Orang<sup>\*</sup>, M. Rafienia**

**Biomaterials Group, Department of Biomedical Engineering, AmirKabir University of Technology**

*Received 1 September 2004; received in revised form 5 February 2005; accepted 7 February 2005*

---

### **Abstract**

Polyurethane microspheres have been synthesized by solvent evaporation technique with castor oil, Polycaprolacton (PCL), Hexamethylen diisocyanate (HMDI) and Ethyl diamine (ED) as carriers for controlled drug delivery systems. Release behavior of microspheres has been investigated using Bromocresol purple die. Fourier transmission infrared (FTIR), Scanning Electron Microscope (SEM), Optical microscope, dissolution instrument and UV spectrophotometer were used to investigate the polymerization process, surface morphology, particle size, rate of release and calibration curve respectively. Results showed that urethane bonds were formed at  $3300\text{-}3400\text{cm}^{-1}$  and  $1650\text{-}1700\text{ cm}^{-1}$ . SEM micrographs showed surface irregularities as a result of solvent evaporation. Particle sizes were higher for castor oil/HMDI rather than PCL/HMDI microbeads and in both cases, particle size and Bromocresol purple die release increased with rising NCO/OH ratio.

**Keywords:** Microencapsulation; Microsphere; Polyurethane; Solvent evaporation; Controlled release

---

<sup>\*</sup> Corresponding author

Address: Biomaterials Group, Department of Biomedical Engineering, AmirKabir University of Technology, Tehran, I.R.Iran

Tel: +98 21 64542364

Fax: +98 21 66495655

E-mail: orang@aut.ac.ir

## Effect of Cold Deformation on Superelasticity and Morphology of Four Orthodontic Nitinol Wires

S. K. Sadrnezhad <sup>1\*</sup>, A. H. Tavabi <sup>1</sup>, S. Ghoreishi <sup>2</sup>

<sup>1</sup> Department of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology

<sup>2</sup> Department of Dentistry, Ferdowsi Medical Science University of Mashhad

*Received 16 November 2004; received in revised form 5 February 2005; accepted 7 February 2005*

---

### Abstract

Tooth straightening with superelastic wire requires exertion of continued bending as well as tensional forces exerted by the wires to the teeth. The applied force can influence on properties of the wire. Knowing the amount and mechanism of this change results in both improvement of the clinical operation as well as the recovery of the used alloy. Investigating the possibility of exertion of a stable force during the curing period is substantial to orthodontists. Studying the possibility of recovery and re-circulation of the used material is of interest to engineers. The latest results obtained on the effect of bending on transformation temperatures, crystal structure and mechanical properties of four different orthodontic commercial wires are discussed in this paper. It is seen that the width of the hysteresis loop is reduced, percentage of the martensite phase is increased and the possibility of stress induced R-phase formation is increased due to the application of the deflection strains on the samples. The structural phase change occurring during mechanical and/or heating operations indicates that the alloy property can change from superelastic towards shape memory effect via heat treatment after cold working. Microstructural and transformation temperature studies show that R-phase formation is concomitant with the presence of martensite in the wires. These results indicate that the superelastic effects are correlated to the formation and elimination of small forcible hysteresis loop of the R phase.

**Keywords:** Orthodontic wire; Superelastic; Nitinol; R phase; Stress hysteresis

---

\* Corresponding Author

Address: Center of Excellence for Advanced Processes of Production and Shaping of Materials, Department of Materials Science and Engineering, Sharif University of Technology, Tehran, I.R.Iran

Tel.: +98 21 66165215

Fax: +98 21 66005717

E-mail: sadrnezh@yahoo.com, sadrnezh@sharif.edu