

# BADANIA WŁAŚCIWOŚCI MECHANICZNYCH SPIEKANYCH BIOMATERIAŁÓW NA BAZIE TYTANU

PIOTR DEPTUŁA, JAN R. DĄBROWSKI\*, BOGUSŁAW HOŚCIŁO

POLITECHNIKA BIAŁOSTOCKA, WIEJSKA 45C, 15-351 BIAŁYSTOK

\* E-MAIL: JRD@PB.EDU.PL

## Streszczenie

Przy wykorzystaniu metod metalurgii proszków otrzymano szereg materiałów spiekanych na bazie tytanu – potencjalnych biomateriałów, bez toksycznych dodatków glinu i wanadu. Wykonano badania właściwości mechanicznych otrzymanych materiałów. Badano stopy tytanu: Ti-15Mo-2,8Nb i Ti-7,5Mo-2Fe oraz materiały kompozytowe na bazie tytanu z dodatkami 10% grafitu. Wyniki badań wytrzymałościowych wskazują, że otrzymane biomateriały charakteryzują się dobrymi właściwościami mechanicznymi. Materiały posiadają odpowiednią wytrzymałość na ściskanie i jednocześnie niskie współczynniki sprężystości, co jest bardzo ważne w przypadku materiałów do zastosowań biomedycznych.

[Inżynieria Biomateriałów, 92, (2010), 11-13]

## Wprowadzenie

Troska o poprawę jakości życia oraz poprawę jego warunków, a także eliminowanie społecznych skutków inwalidztwa, stały się jednymi z głównych tematów dyskusji i badań prowadzonych na całym świecie. Działania te wiążą się zarówno z postępem w medycynie diagnostycznej i klinicznej, jak również z licznymi dokonaniem interdyscyplinarnymi w wielu dziedzinach nauki i techniki [1-7]. Chirurgia rekonstrukcyjna czy zabiegowa umożliwia naprawę tkanek uszkodzonych w wyniku zmian chorobowych lub urazów. Sukces zabiegu rekonstrukcji zależy od optymalnego doboru cech użytkowych implantu oraz właściwości fizykochemicznych materiału przeznaczonego na implant. Dlatego bardzo ważną rolę odgrywają badania naukowe, prace techniczne i wdrożeniowe dotyczące biomateriałów [2,3]. Z praktyki klinicznej wynika, że najlepszymi materiałami implantacyjnymi są takie materiały, które wykazują się m.in. dobrą odpornością na korozję jak też zgodnością tkankową czyli nietoksycznością i brakiem odczynów alergicznych. Poza tym materiały te powinny cechować się odpowiednimi właściwościami mechanicznymi oraz wysoką jakością metalurgiczną i jednorodnością [1-7]. Należy również wspomnieć o odporności na zużycie ścierne, co ma miejsce np. w endoprotezach stawu biodrowego [1-7]. Ważnym czynnikiem są również koszty wytwarzania i eksploatacji. Coraz szersze zastosowanie w produkcji biomateriałów znajdują nowoczesne technologie, takie jak wyciskanie hydrostatyczne czy metalurgia proszków. Metalurgia proszków pozwala na uzyskanie materiałów o korzystnych, specyficznych właściwościach [8-10]. Takie cechy materiałowe jak niski moduł Young'a czy obecność porowatości sprawiają, że stopy charakteryzują się korzystniejszymi cechami biofunkcjonalności w porównaniu ze stopami wytworzonymi tradycyjnymi metodami. Metalurgia proszków pozwala także tworzyć materiały kompozytowe z szeroką gamą wypełniaczy, które poprawiają szereg właściwości, np. tribologiczne czy mechaniczne [8-10].

# INVESTIGATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF SINTERED TITANIUM-BASED BIOMATERIALS

PIOTR DEPTUŁA, JAN R. DĄBROWSKI\*, BOGUSŁAW HOŚCIŁO

BIAŁYSTOK UNIVERSITY OF TECHNOLOGY,  
45C WIEJSKA STR., 15-351 BIAŁYSTOK, POLAND

\* E-MAIL: JRD@PB.EDU.PL

## Abstract

*With the use of powder metallurgy methods, a number of titanium-based sintered materials were obtained without toxic additives of aluminium or vanadium – potential biomaterials. Experiments on mechanical properties of the obtained materials were carried out. Ti-15Mo-2.8Nb and Ti-7.5Mo-2Fe alloys, as well as titanium-based composite materials with 10% of graphite added, were tested. The results of strength tests indicate that the obtained biomaterials are characterised by good mechanical properties. The materials are appropriately resistant to compression and yet they have low modulus of elasticity, which is very important in the case of materials for biomedical application.*

[Engineering of Biomaterials, 92, (2010), 11-13]

## Introduction

Concern for improving living conditions and quality of life, as well as eliminating social implications of being disabled, are among the main issues for discussions and research conducted all over the world. Such activities are connected both with progress in diagnostic and clinical medicine and with numerous interdisciplinary achievements in many areas of science and technology [1-7]. Reconstructive or interventional surgery makes it possible to repair tissues damaged as a result of lesions or injuries. A success of a reconstructive intervention depends on an optimal selection of functional characteristics of an implant and also of physicochemical characteristics of the material which the implant is designed to be made from. Thus, the role of scientific research as well as technical and implementation work concerning biomaterials, is much significant [2,3]. Clinical experience proves that the best implantation materials are materials which show, among others, both good resistance to corrosion and good tissue compatibility, i.e. they are non-toxic and do not cause allergic reactions. Beside that, these materials should be characterised by the right mechanical properties and a good metallurgic quality as well as homogeneity. The needs for resistance to abrasive wear which takes place e.g. in hip joint endoprostheses [1-7]. Production and exploitation costs also constitute important factors. Modern technologies in production of biomaterials such as hydrostatic pressure or powder metallurgy are more and more widely applied. Powder metallurgy also makes it possible to obtain materials of specific properties. Such properties as a low Young's modulus or material porosity ensure that alloys have better biofunctional features when compared to alloys produced in traditional ways. Moreover, powder metallurgy makes it possible to create composite materials with a wide range of fillers which improve tribological or mechanical properties of materials [8-10]. In the present paper research of sintered titanium-based implantation materials are shown.

W pracy przedstawiono wyniki badań szeregu potencjalnych biomateriałów na bazie tytanu, otrzymanych metodami metalurgii proszków. Szczególna uwaga skupiona była na charakterystykach mechanicznych otrzymanych spieków.

## Materiały i metodyka badań

Próbki wykonane były metodą metalurgii proszków. Badano stopy tytanu Ti-15Mo-2,8Nb i Ti-7,5Mo-2Fe oraz materiały kompozytowe na bazie tytanu z dodatkami 10% obj. grafitu. Proszki czystego tytanu o rozmiarze ziaren poniżej 150  $\mu\text{m}$ , proszki molibdenu o rozmiarze ziaren 3-7  $\mu\text{m}$ , proszki niobu o rozmiarze 1-5  $\mu\text{m}$ , proszki żelaza o rozmiarze 1-5  $\mu\text{m}$  oraz wypełniacz mieszane były w młynku kulowym przez 15 minut, a następnie prasowane na zimno w matrycy pod ciśnieniem 600 MPa. Wypraski spiekane były w piecu rurowym w atmosferze ochronnej przez 3 godziny w temperaturze 1230°C. Gotowe próbki porowatych materiałów implantacyjnych ściskane były na maszynie wytrzymałościowej INSTRON 8502, a następnie analizowane były krzywe ściskania.

## Wyniki i dyskusja

Na podstawie wykresów ściskania szacowano współczynniki sprężystości materiałów. Jak wynika z danych zestawionych w TABELI 1, spieki stopów Ti-15Mo-2,8Nb oraz Ti-7,5Mo-2Fe charakteryzowały się zagęszczalnością rzędu 81%, lepszą niż kompozyty z dodatkiem grafitu i węgla tytanu. Wynika to z faktu, że dodatki grafitu i węgla tytanu polepszają smarność kompozycji proszkowej, a tym samym obniżają opory tarcia w procesach konsolidacji proszków. Dla kompozytów z dodatkiem grafitu uzyskano zagęszczalność rzędu 91% bez dodatkowych zabiegów dogniatania spieków.

**TABELA 1. Wyniki gęstości względnej badanych materiałów (spiekanie w temperaturze 1230°C, 3 godziny).**

**TABLE 1. Comparative density results for the tested materials (sintered at the temperature of 1230°C for 3 hours).**

Próbka Sample	Gęstość względna Comparative density [%]
Ti-15Mo-2,8Nb	81,6
Ti-7,5Mo-2Fe	81
Ti+C	91

Test wytrzymałościowy przeprowadzony był przy statycznej próbie ściskania. Przykładowy wykres zależności naprężenia i odkształcenia przedstawiony został na RYS. 1. Wyniki badań wytrzymałościowych przedstawione zostały w TABELI 2. Przedstawione wyżej wyniki testów wskazują, że badane materiały charakteryzują się dobrymi właściwościami mechanicznymi. Posiadają odpowiednią wytrzymałość na ściskanie i jednocześnie relatywnie niskie współczynniki sprężystości, co jest bardzo ważne w przypadku materiałów do zastosowań biomedycznych. Materiały wykazują się dobrą plastycznością. Przelomy próbek po ściśnięciu (RYS. 2) wskazują, że nie są to materiały kruche. Najwyższe wartości parametrów wytrzymałościowych ma materiał kompozytowy z dodatkiem grafitu. W tym przypadku wpływ na wzrost właściwości mechanicznych ma interakcja grafitu z osnową tytanową i powstanie umacniających faz wtórnych.

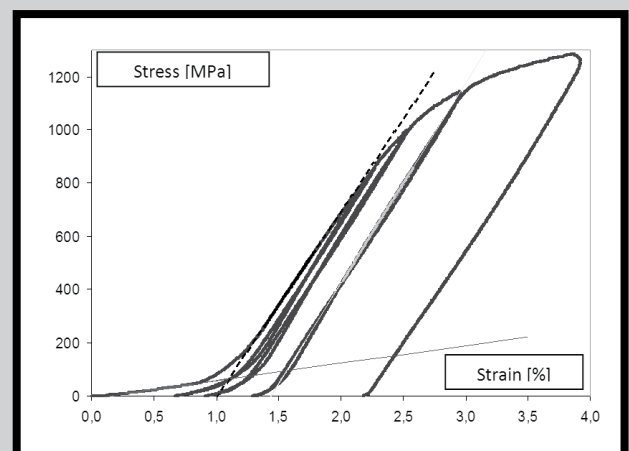
## Materials and research methodology

The samples were prepared with the powder metallurgy method. Ti-15Mo-2.8Nb and Ti-7.5Mo-2Fe alloys, as well as titanium-based composite materials with 10% of graphite added, underwent testing. Powders of pure titanium of a grain size of less than 150  $\mu\text{m}$ , molybdenum powders of a grain size of 3-7  $\mu\text{m}$ , niobium powders of the size of 1-5  $\mu\text{m}$ , iron powders of the size of 1-5  $\mu\text{m}$  were mixed together with fillers in a ball mill grinder for 15 minutes and then cold-pressed in the matrix at the pressure of 600 MPa. The mouldings were then sintered in a pipe furnace in a protective atmosphere for 3 hours at the temperature of 1230°C. The prepared samples of porous implant materials were compressed with an INSTRON 8502 strength testing machine and further the compression curves were analysed.

## Results and discussion

As it is illustrated in TABLE 1, after having been sintered under the above conditions, the Ti-15Mo-2.8Nb and Ti-7.5Mo-2Fe alloy sinters were characterised by compaction of the order of 81%, while the composite sinters with the addition of graphite and titanium carbide were characterised by a better compaction. This results from the fact that such additives as graphite or titanium carbide have good lubricating properties, which results in high compaction in the process of pressing. For the composites with graphite added, compaction of the order of 91% was obtained without any additional burnishing of the sinters.

Resistance tests of sinters were carried out during static uniaxial compressive test. Exemplary diagram of deformation as a function of load obtained for the sinter is presented in FIG. 1. The results of the strength tests are presented in TABLE 2. Presented results indicate that the implant materials under research are characterised by good mechanical properties. They have both the appropriate compression strength and relatively low modulus of elasticity, which is much significant in the case of materials for biomedical application. Materials show good ductility, examples of compressed sinters are shown in FIG. 2. The composite material with the addition of graphite has the highest values of its strength parameters. In this case, the increase in mechanical properties is influenced by the interaction of graphite with the titanium warp and forming strengthening secondary layers.



**RYS. 1. Przykładowy wykres wytrzymałościowy dla spiekane go stopu Ti-15Mo-2,8Nb (ściskanie).**  
**FIG. 1. Typical stress-strain curve for sintered titanium alloy Ti-15Mo-2.8Nb (compression test).**

Na RYS. 3 przedstawiono porównanie właściwości otrzymanego spiekane go stopu tytanu z dodatkiem molibdenu i niobu ze stopami handlowymi szeroko stosowanymi w chirurgii kostnej. Widać wyraźnie, że otrzymany spiek charakteryzuje się podobną wytrzymałością na ściskanie i jednocześnie znacznie niższym modułem Young'a - co jest niewątpliwie bardzo korzystne w świetle zastosowania spieków jako materiały implantacyjne.

## Wnioski

Na podstawie wykonanych badań można stwierdzić, że metodami metalurgii proszków można wytworzyć spiekane biomateriały na bazie tytanu o dobrych właściwościach mechanicznych. Otrzymane spieki charakteryzują się podobną wytrzymałością na ściskanie i jednocześnie niskimi modułami Young'a - co jest niewątpliwie bardzo korzystne w świetle zastosowania tych spieków jako materiałów implantacyjnych w chirurgii kostnej. Wyniki badań wskazują, że biomateriały otrzymane metodą metalurgii proszków mogą przewyższać pod względem cech biofunkcyjnych handlowe materiały lite.



RYS. 2. Przykładowe próbki spieków po ściskaniu.  
FIG. 2. Exaple of compressed samples.

TABELA 2. Parametry wytrzymałościowe badanych materiałów.

TABLE 2. Strength parameters of the tested materials.

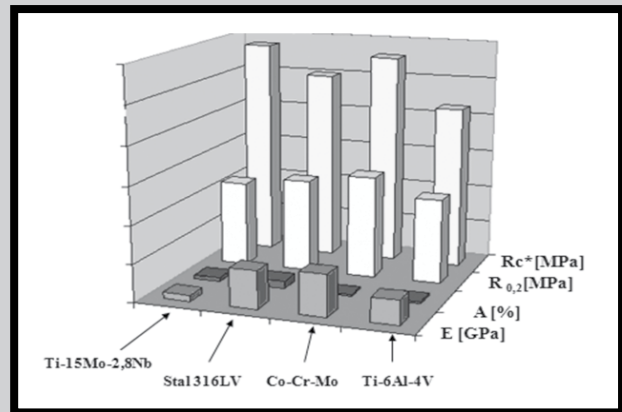
Materiał Material	$R_c$ [MPa]	$R_{0,2}$ [MPa]	$A_c$ [%]	Moduł Young'a Modulus of elasticity [GPa]
Ti-15Mo-2,8Nb	824,66	381,00	19,29	68
Ti-7,5Mo-2Fe	940,00	506,00	20,00	72
Ti+10% C	1120,00	610,00	30,00	85
Ti-6Al-4V (www.asm.matweb.com)	950,00	860,00	28,00	113
316L stainless steel (www.asm.matweb.com)	700,00	240,00	40,00	193

FIG. 3 shows the comparison of the properties of the obtained sintered alloy of titanium with the addition of molybdenum and niobium to those of commercial alloys widely used in bone surgery. It is clearly visible that the obtained sinter is characterised with similar compression strength and at the same time it has low Young's modulus, which is indisputably very favourable in the light of applying sinters as implantation materials.

## Conclusions

On the basis of the conducted tests, it might be concluded that with the use of a of powder metallurgy method it is possible to produce titanium-

based sintered biomaterials of good mechanical properties. The produced sinters are characterised by similar compression strength and at the same time they have low Young's modulus, which is unquestionably very favourable in the light of applying these sinters as implant materials in bone surgery. The test results show that biomaterials obtained with the method of powder metallurgy might surpass commercial solid materials with regard to biofunctional features.



RYS. 3. Porównanie parametrów wytrzymałościowych otrzymanego stopu z materiałami handlowymi stosowanymi w chirurgii kostnej.

FIG. 3. Comparison of strength parameters of the obtained alloy to the strength of commercial materials used in bone surgery.

## Piśmiennictwo

- [1] Long M., Rack H.J.: Titanium alloys in total joint replacement – a materials science perspective, *Biomaterials*, 19 (1998): 1621-1639.
- [2] Niinomi Mitsuo: Mechanical properties of biomedical titanium alloys, *Materials Science and Engineering A243* (1998), 231-236.
- [3] Eliopoulos D., Zinelis S., Papadopoulos T.: Porosity of cpTi casting with four different casting machines, *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 4 (2004) Vol. 92, 377-381.
- [4] Semiatin S.L., Seetharaman V., Weiss I.: Hot workability of titanium and titanium aluminum alloys - an overview, *Materials Science and Engineering A243* (1998), 1-24.
- [5] Seagle S.R., Yu K.O., Giangordano S.: Consideration in processing titanium, *Materials Science and Engineering A243* (1999), 237-242.
- [6] Fujita T., Ogawa A., Ouchi Ch., Tajima H.: Microstructure and properties of titanium alloy produced in the newly developed blended elemental powder metallurgy process, *Materials Science and Engineering A213* (1996), 148-153.

## References

- [7] Henriques V.A.R., Bellinati C.E., da Silva C.R.M.: Production of Ti-6%Al-7%Nb alloy by powder metallurgy (P/M), *Journal of Materials Processing Technology*, 118 (2001), 212-215.
- [8] Azevedo C.R. F., Rodrigues D., Beneduce Neto F.: Ti-Al-V powder metallurgy (PM) via the hydrogenation – dehydrogenation (HDH) process, *Journal of Alloys and Compounds*, 353 (2003), 217-227.
- [9] Broomfield R.W., Turner N.G., Leat B. I.: Application of advanced powder process technology to titanium aeroengine components, *Powder Metallurgy*, 1 (1985) Vol.28.
- [10] Hagiwara M., Kim S. J., Emura S.: Blended elemental P/M synthesis of Ti-6Al-1.7Fe-0.1Si alloy with improved high cycle fatigue strength, *Scripta Materialia*, 39 (1998), 1185-1190.