

SUPERSPRĘŻYSTE IMPLANTY NiTi DLA CIĄGŁEJ DYSTRAKCJI KOŚCI

Z. LEKSTON, D. STRÓŻ, H. MORAWIEC

INSTYTUT NAUKI O MATERIAŁACH, UNIWERSYTET ŚLĄSKI,
40-007 KATOWICE, BANKOWA 12
E-MAIL: ZLEKSTON@US.EDU.PL

Streszczenie

Zasadniczym założeniem tej pracy było osiągnięcie nadsprężystości implantów użytych do dystrakcji kości dla korekcji deformacji czaszkowo-twarzowych. Opisano dwie możliwości przygotowania nadsprężystych, sprężynowych implantów użytych w kranioplastyce. W pierwszej użyto nadsprężyste, proste druty jako sprężyny w kształcie Ω lub U. Nadsprężystość jest indukowana w drutach przez wstępną deformację na zimno i wyżarzanie poniżej temperatury rekrytalizacji. Struktura dyslokacyjna i mało-kątowe granice ziaren są charakterystyczne dla struktury tych drutów. Druga możliwość indukowania nadprężystości w sprężynach pierścieniowych bazuje na umocnieniu wydzieleniowym. W tym celu użyto stop z wyższą zawartością niklu (51%at.) w którym wydzielenie koherentnych cząstek fazy Ni_4Ti_3 prowadzi do umocnienia osnowy i pozwala osiągnąć wyraźne plateau naprężania na krzywej naprężenie-odkształcenie. Przydatność uzyskanych implantów wykazano w zastosowaniach klinicznych.

Słowa kluczowe: stopy NiTi, nadprężyste implanty, ciągła dystrakcja kości, sprężyny dla kranioplastyki.

[Inżynieria Biomateriałów, 67-68, (2007), 38-42]

Wstęp

Stopy NiTi stały się ważnym materiałem, który umożliwia przewyższenie szerokiego zakresu technicznych i projektowych problemów związanych z miniaturyzacją urządzeń medycznych i oferuje mniej inwazyjne, a zatem mniej urazowe procedury medyczne [1]. Pamięć kształtu i nadprężystość są cennym rozwiązaniem dla problemów w przemyśle urządzeń medycznych. Ostatnie osiągnięcia w medycznych zastosowaniach ukazują szybki rozwój w tej dziedzinie [2,3]. Dystrakcyjna osteogeneza jest procesem rozciągania kości do uzyskania jej wydłużenia przez generowanie wzrostu nowej tkanki kostnej. Ten proces jest używany dla dystrakcji wadliwej kości [4]. Jak dobrze wiadomo, stalowe sprężyny podczas ich rozciągania tracą swą siłę. Z tego względu zastosowanie w chirurgii czaszkowo-twarzowej nadprężystych sprężyn NiTi wykazujących plateau siły w długo-czasowej dystrakcji może przynieść dużo lepszy skutek [5-7].

Materiał i metody

Badania przeprowadzono na dwóch komercyjnych stopach NiTi o zawartości niklu 50,6 i 51,0 %at. w kształcie prostych drutów. Analizę chemiczną wykonano metodą spektroskopii dyspersji energii (EDS) na skaningowym mikroskopie elektronowym (SEM) JEM-6480. Proces wydzieleniowy badano metodą transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM) przy użyciu mikroskopu JEM 3010.

SUPERELASTIC NiTi IMPLANTS FOR CONTINUOUS BONE DISTRACTION

Z. LEKSTON, D. STRÓŻ, H. MORAWIEC

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE, UNIVERSITY OF SILESIA,
40-007 KATOWICE, BANKOWA 12
E-MAIL: ZLEKSTON@US.EDU.PL

Summary

The basic assumption of this work was to achieve the superelastic behaviour of implants used for bone distraction for correction craniomaxillofacial deformities. This paper describes two possibilities of preparing the superelastic spring implants used in cranioplasty. In the first one the superelastic straight wires were used for Ω or U-shape springs. The superelasticity is induced to the wires by a proper cold deformation and annealing below the recrystallization temperature. Dislocation cells and low angle grain boundaries are characteristic for the structure of these wires. The second possibility of the superelasticity induction into ring springs is based on the precipitation hardening. For this purpose an alloy with higher amount of nickel (51 at.%) was used at which precipitation of the Ni_4Ti_3 coherent particles leads to the matrix hardening and allows to achieve a distinguish stress plateau on the stress-strain curve. The obtained implants have shown their usefulness in clinical applications.

Keywords: NiTi alloys, superelastic implants, continuous bone distraction, springs for cranioplasty.

[Engineering of Biomaterials, 67-68, (2007), 38-42]

Introduction

NiTi alloys have become an important material, which allows us to overcome a wide range of technical and design issues relating the miniaturisation of medical devices and offers less invasive, and therefore less traumatic medical procedures [1].

Shape memory and superelasticity are valuable solutions for problems in the medical device industry. Recent achievements in medical applications show fast development in this field [2,3]. Distraction osteogenesis is a process of stretching the bone to obtain its lengthening by generation a growth of a new bone tissue. This process is used for distraction of a deficient bone [4]. As it is well known, steel springs during their expanding lose their force. For this reason application of superelastic NiTi springs with their force plateau for the continuous bone distraction in craniofacial surgery will give much better effect [5-7].

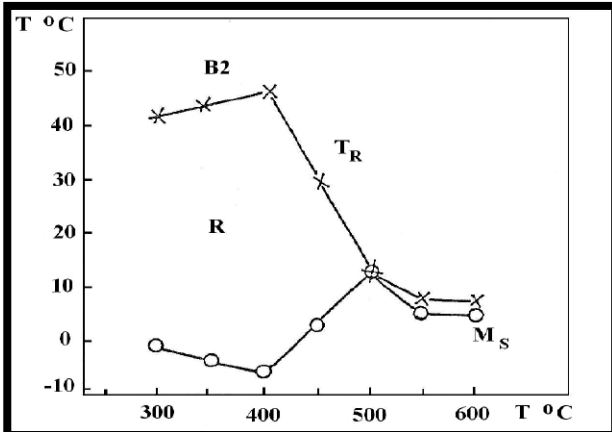
Materials and methods

The studies were carried out on two commercial NiTi alloys (with 50.6 and 51.0 at.% Ni content) in the form of straight wires. The chemical analysis was carried out using the energy dispersive spectroscopy (EDS) method in a scanning electron microscope (SEM) JEM-6480. The precipitation process was controlled by the transmission electron microscopy (TEM) method using the JEM 3010 instrument.

Wyniki i dyskusja

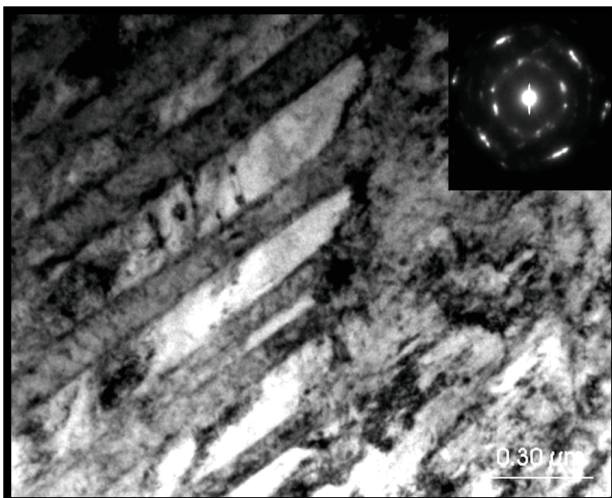
Indukowanie nadsprężystości przez deformację i wyżarzanie

Właściwy dobór stopnia deformacji i temperatury wyżarzania umożliwia regulowanie temperatur charakterystycznych przemiany martenzytycznej i umocnienie stopów. Wpływ temperatury wyżarzania na temperatury przemian M_s and T_R pokazano na RYS.1. Możliwość kontrolowania mechanicznych własności stopu przez deformację i wyżarzanie pokazano na RYS.2. Porównanie krzywych umocnienia dla próbki szybko chłodzonej z temperatury 800°C z krzywymi próbek deformowanych 10% odkształceniem i wyżarzanych w czasie 1 godziny w temperaturach 673 i 773K pokazuje możliwość kontrolowania własności mechanicznych stopów NiTi.



RYS.1. Zmiany M_s i T_R w zależności od temperatury wyżarzania deformowanej próbki.
FIG.1. Change of M_s and T_R as a function of annealing temperature for a deformed specimen.

Mikrostrukturę walcowanych taśm z 30% deformacją pokazano na RYS.3. Deformacja powoduje indukowanie niewielkiej ilości martenzytu. Wyżarzanie deformowanego stopu poniżej temperatury rekrytalizacji prowadzi do formowania wydłużonych subziarn z małokątowymi granicami, typowymi dla procesu zdrowienia. RYS.4 pokazuje mikrostrukturę, konieczną dla uzyskania nadsprężystości badanych stopów.

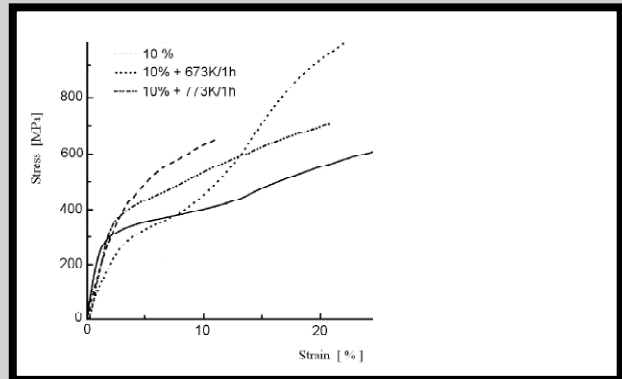


RYS.3. Mikrostruktura deformowanego stopu Ti-50,6%at.Ni z małą ilością martenzytu.
FIG.3. Microstructure with small amount martensite of deformed Ti- 50.6 at.% Ni alloy.

Results and discussion

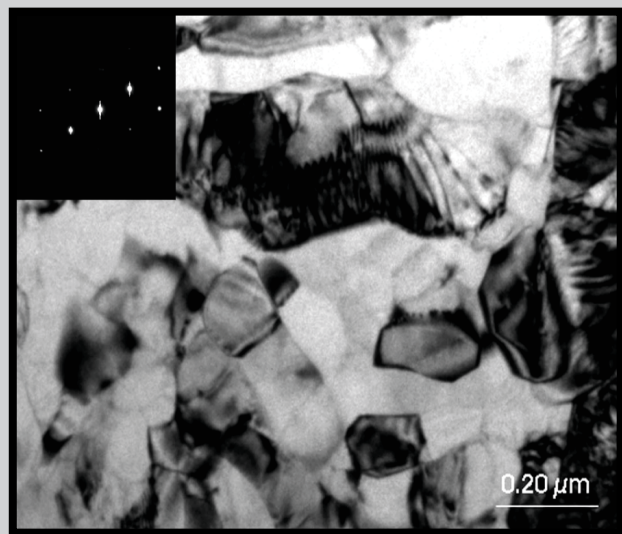
Superelasticity induced by deformation and annealing

A proper choice of the deformation degree and the annealing temperature allows us to control the characteristic temperatures of the martensitic transformation and the hardening of the alloys. The effect of the annealing temperature on the M_s and T_R transformation temperatures is shown in FIG.1. The possibility of controlling the alloy mechanical properties by deformation and annealing is shown in FIG.2. The comparison of the hardening curves for the quenched from 800°C sample with the deformed by 10% strain and annealed for 1 hour at 673 and 773K gives the tool to control the mechanical properties of the NiTi alloys.

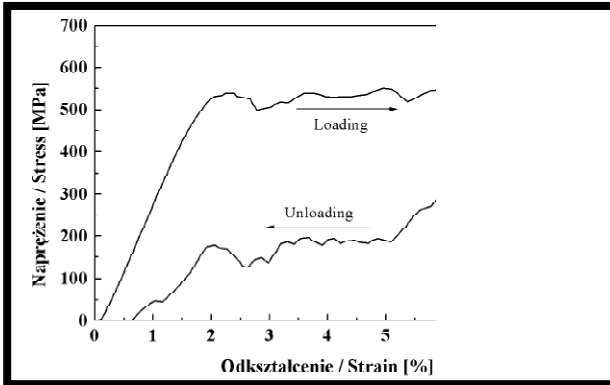


RYS.2. Krzywe umocnienia stopu Ti-50.6at.%Ni po obróbce termomechanicznej.
FIG.2. Hardening curves for different thermomechanical treatment of alloy Ti- 50.6at.% Ni.

The microstructure of the deformed by 30% rolling strips is shown in FIG.3. The deformation induces small amount of martensite into the microstructure, which is confirmed by the attached electron diffraction pattern. The low temperature annealing of the deformed alloy below the recrystallization temperature leads to formation of elongated subgrains with low-angle boundaries typical for the recovery process. FIG.4 shows the microstructure that is preferred to obtain the superelastic behaviour of the studied alloys.



RYS.4. Mikrostruktura stopu Ti-50,6%at.Ni po 30% deformacji i wyżarzaniu w temperaturze 450°C w czasie 30 minut.
FIG.4. Microstructure of Ti-50.6 at.%Ni alloy deformed by 30% and annealed at $450^\circ\text{C}/30'$.



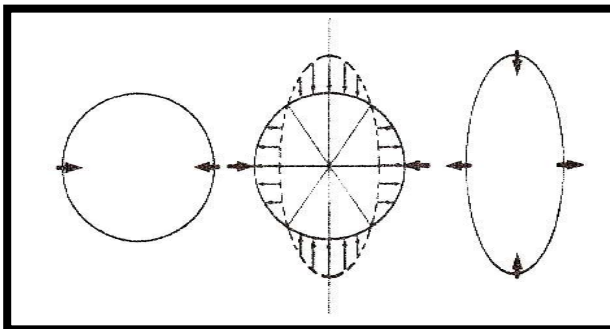
RYS.5. Krzywa napężenie-odkształcenie podczas naprężania i odciążania stopu Ti-50.6at.%Ni po 30% deformacji i wyżarzaniu w temperaturze 450°C w czasie 30 minut.

FIG.5. Stress-strain curves for loading and unloading for alloy Ti-50.6at.% Ni deformed by 30% and annealed at 450°C for 30 minutes.

Plateau nadspężystości próbki z 30% deformacją wyżarzanej w temperaturze 450°C przez 30 minut pokazano na RYS.5. Nadspężyste implanty do dystrakcji kości były formowane jako proste druty ze stopów nadspężystych. Implanty działające jako rozciągające sprężyny, mocowane w kształcie łuków na zdekortykowanej kości, pokazano schematycznie na RYS.6.

Indukowanie nadspężystości dystraktorów pierścieniowych przez umocnienie wydzieleniowe

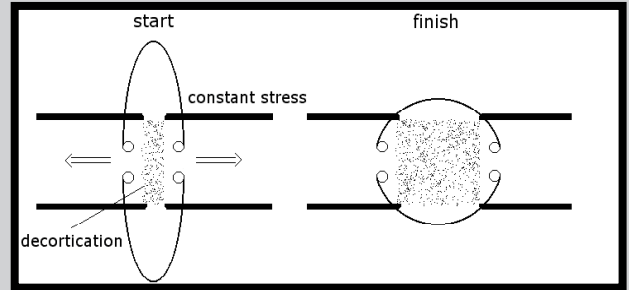
Korekcja czaszki w długo-czasowej dystrakcji może być osiągnięta przy użyciu sprężyn w kształcie pierścieni. Spłaszczony pierścień w kształcie elipsy implantowany pod skórę, przymocowany na czaszce, wywierający siły w pożądanym kierunku pokazano schematycznie na RYS.7.



RYS.7. Schematyczne przedstawienie sił wywieranych na czaszkę przez spłaszczony pierścień.
FIG.7. Sketch of forces exerted on the skull in a flattened ring.

Pierścienie formowano z prostych nadspężystych drutów spawanych wiązką laserową. W pierścieniach wykonanych ze stopu o zawartości 51,0%at. Ni, nadspężystość indukowano poprzez starzenie pod naprężeniem. Sprężyste charakterystyki podczas naprężania i odciążania, które uzyskano, kiedy pierścienie były spłaszczane do elipsy, wykazują typowe plateau sił pokazane na RYS.8.

Koherentne cząstki Ni_4Ti_3 powodują zniekształcenia sieci osnowy. Największe zniekształcenia występują w kierunkach prostopadłych do płaskich cząstek tj. w kierunkach osnowy typu $\langle 111 \rangle$ i są równe niedopasowaniu sieci obu faz $\delta = (d_{111p} - d_{111B2}) / d_{111B2} = 2.9\%$. Powodują naprężenia rozciągające w tych kierunkach. Prostopadle do $\langle 111 \rangle$, w kierunkach [110] i [112] niedopasowanie sieci wynosi

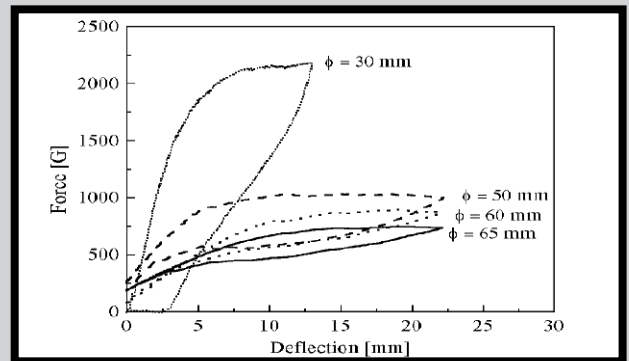


RYS.6. Schemat nadspężystego sprężynowego dystraktora na zdekortykowanej kości.
FIG.6. Sketch of the superelastic expanding arch-springs on the decorticated bone.

The superelastic plateau for the specimen deformed by 30% and annealed at 450°C for 30 minutes is shown in FIG.5. The superelastic implants for bone distraction were formed using straight wires from superelastic alloys. The implants act as expanding springs, fixed in an arches shape on the decorticated bone, are shown in FIG.6.

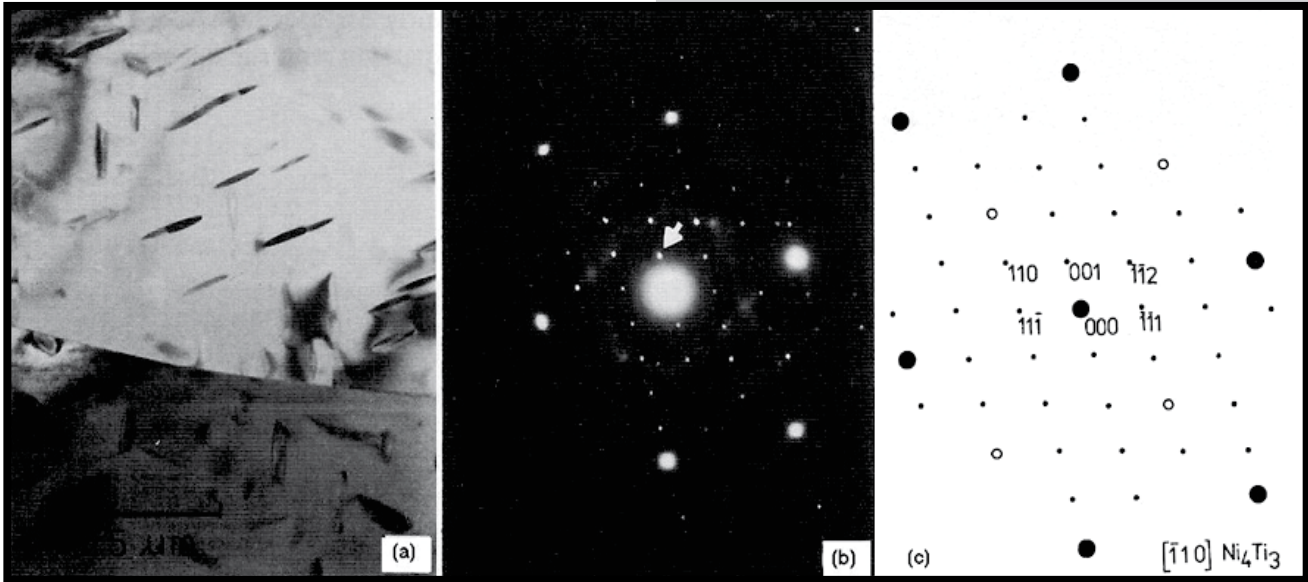
Superelasticity of ring distractors induced by precipitation hardening

The skull correction in the continuous distraction may be achieved using a spring in the form of a ring. A flattened ring, fixed on the skull in the form of an ellipse, implanted under skin, exert the forces in desired directions what is schematically shown in FIG.7. The rings formed from the superelastic straight wires were welded with the use of a laser beam. In the rings, prepared from alloy with 51at.% Ni content, the superelasticity was induced by age hardening. Their elastic characteristic during loading-unloading, obtained when the ring was flattened to an ellipse, shows a typical force plateau which is shown in FIG.8.



RYS.8. Nadspężystość pierścieni o różnych średnicach podczas uginania ich do kształtu elipsy i powrotu do wyjściowego kształtu pierścienia.
FIG.8. Superelastic behaviour of the rings of different diameters while deflecting to an elliptic shape and their reversion to the previous ring shape.

The coherent Ni_4Ti_3 particles cause the matrix lattice distortions. They are the largest in the directions perpendicular to the particles axis i.e. in the $\langle 111 \rangle$ direction of the matrix and are equal to the lattice misfit of the both phases $\delta = (d_{111p} - d_{111B2}) / d_{111B2} = 2.9\%$. They act as a tensile tension in this direction. Perpendicular to the $\langle 111 \rangle$, at the [110] and [112] directions the lattice misfit is equal 1,4% and acts as a compression stress. In result the stress distribution around the particle is inhomogeneous but symmetrical versus the $\langle 111 \rangle$ direction [8,9]. In accordance with the results obtained by Chumlyakov et al. [10] the superelastic effect is induced only under the following conditions: Ni_4Ti_3



RYS.9. Cząstki fazy Ni_4Ti_3 w stopie starzonym w 500°C przez 1 godz. (a) obraz w jasnym polu, (b) elektronogram z obszaru (a) (strzałka wskazuje refleks wydzielenia), (c) wywskaźnikowany diagram elektronogramu.
FIG.9. Particles of Ni_4Ti_3 phase in the alloy aged at 500°C for 1 hour (a) bright-field image, (b) diffraction pattern from the area (a) (the arrow indicates the reflection in which the dark – field image was taken), (c) indexed diagram of the diffraction pattern (b).

1,4% i działa jako naprężenie ściskające. W efekcie rozkład naprężeń wokół cząstki jest niejednorodny ale symetryczny względem kierunku $\langle 111 \rangle$ [8,9]. Chumlyakov i in. [10] stwierdzili, że efekt nadsprężystości jest indukowany jedynie przy spełnieniu następujących warunków: cząstki Ni_4Ti_3 są koherentne z osnową i mają rozmiary rzędu 50-100nm. Koherentne cząstki Ni_4Ti_3 są źródłem naprężeń wewnętrznych osnowy oraz miejscami uprzywilejowanego zarodkowania martenzytu i stąd prowadzą do obniżenia plateau naprężeń [11]. Jak wykazali Pelton i in. [12] parametry starzenia powinny zostać odpowiednio optymalizowane tak, aby osiągnąć maksymalną prędkość wzrostu wydzielenia.

Wydzielenia identyfikowano metodą transmisyjnej mikroskopii elektronowej. RYSUNEK 9 pokazuje cząstki w kształcie dysków, elektronogram z tego obszaru oraz jego wywskaźnikowany diagram.

Wnioski

1. Wykazano możliwość indukowania zachowania nadsprężystego poprzez formowanie odpowiedniej struktury distraktorów kości ze stopów NiTi.
2. Opracowano metodę kształtowania nadsprężystych pierścieni poprzez umocnienie wydzieleniowe pierścieni uprzednio ukształtowanych ze stopu Ti - 51%at. Ni.
3. Nadsprężyste sprężyny i pierścienie odkształcane przez zginanie działają ze stałą siłą w wymaganym zakresie przemieszczeń.

Podziękowania

Autorzy dziękują Ministerstwu Nauki i Szkolnictwa Wyższego za wsparcie finansowe w formie grantu: BR – 4/RJP3/2006.

particles are coherent with the B2 matrix and have the size of 50-100nm. Coherent particles of Ni_4Ti_3 are the sources of the internal stresses, sites of the preferable martensite nucleation and therefore assist the lowering of the stress plateau [11]. As shown by Pelton et al. [12] the ageing parameters should be optimized to achieve the maximum precipitation rates.

The precipitates were identified using the TEM method. FIGURE 9 shows the disc shape coherent precipitates and their diffraction pattern.

Conclusions

1. Induction of the superelastic behaviour by a proper structure formation for bone distractors was proved.
2. A method of forming the superelastic rings by the precipitation hardening of the rings previously formed out from the wires of the Ti - 51%at. Ni alloy was worked out.
3. Superelastic springs and rings deformed by bending act with a constant force in the desired displacement range.

Acknowledgements

The authors are very grateful to the Ministry of Science and High Education for financial support into the frame of the project: PBR – 4/RJP3/2006

Piśmiennictwo

- [1] Poncet P. P., Nitinol medical device design considerations. Proceedings of the International Conference on Shape Memory and Superelastic Technologies California 2000 pp. 441-455.
- [2] Pelton A.R., Stockel D., Duerig T.W., Medical uses of NiTiNol Materials Science Forum 327-328 (2000) pp. 63-70.
- [3] Duerig T. W., Zadno R.: An engineers perspective of pseudoelasticity. Engineering Aspect of Shape Memory Alloys, London 1990 pp. 369-393.
- [4] C. Lauritzen, Y. Sugawara, O. Kocabalkan, R. Olsson., Scand. J. Plast. Reconstr. Hand Surg. 32 (1998) pp.331-339.
- [5] Idelsohn S., Pena S, Lacroix D, Planell S. A., Gil F. S., Continuous mandibular distraction osteogenesis using superelastic shape memory alloy (SMA). J. Mater. Sci.: Materials in Medicine 15 (2004) pp. 541-546.
- [6] Lekston Z, Drugacz J, Morawiec H., Application of superelastic NiTi wires for mandibular distraction. Materials Science and Engineering A 378 (2004) pp. 537-541.
- [7] Morawiec H., Lekston Z., Kobus K., Węgrzyn M., Drugacz J., Superelastic NiTi springs for corrective skull operations in children with craniosynostosis. J. Mater. Sci. May (2007).

References

- [8] Li D. Y., Chen L. Q., Shape of rhombohedral coherent Ti11Ni14 precipitate in a cubic matrix and its growth and dissolution during constrained ageing. Acta Mater. 45 (1997) pp. 2435-2442.
- [9] Tirry W, Schryvers., Quantitative determination of strain fields around Ni₄Ti₃ precipitates in NiTi. Acta Materialia 53 (2005) pp. 1041-1049.
- [10] Chumlyakov Yu. I., Kireeva I. V., Litviniva E. I., Lisyuk A. G., Superelasticity during the elastic twinning, slip and martensitic transformation. Proceed. of Second International Conf. on Shape Memory and Superelastic Technologies, California, 1997 pp. 29-34.
- [11] Chumlyakov Yu. I., Kireeva I. V., Lisyuk A. G., Zuev Yu. L., Superelasticity and shape-memory effects in Ti-Ni single crystal. Proceed. of Second International Conf. on Shape Memory and Superelastic Technologies, California, 1997 pp. 7-12.
- [12] Pelton A. R., DiCello J., Miyazaki S., Optimization of processing and properties of medical-grade Nitinol wire. Min. Invas. Ther. & Allied Technol. 9 (1) (2000) pp. 107-118.

ZMIANA ODPORNOŚCI KOROZYJNEJ MATERIAŁÓW PO OBRÓBCE POWIERZCHNIOWEJ DLA ZASTOSOWAŃ BIOMEDYCZNYCH

KRZYSZTOF MENDZIK, MAŁGORZATA LUBAS, JÓZEF JASIŃSKI, LEOPOLD JEZIORSKI, MICHAŁ SZOTA

INSTYTUT INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ, WIPMiFS,
POLITECHNIKA CZĘSTOCHOWSKA,
AL. ARMII KRAJOWEJ 19, 42-200 CZĘSTOCHOWA

[Inżynieria Biomateriałów, 67-68, (2007), 42-44]

Wstęp

Obecnie intensywnie rozwija się biomedycyna w dziedzinie rekonstrukcji uszkodzonych struktur anatomicznych i wymaga to poszukiwania nowych, lepszych biomateriałów na implanty [1]. Trwają badania nad metodami inżynierii powierzchni poprawy właściwości stosowanych już w medycynie materiałów [2]. Implanty stabilizujące w postaci koszyków, siatek, jak również oprzyrządowanie medyczne stosowane m.in. w alloplastyce stawów [3], muszą charakteryzować się dobrą odpornością korozyjną w środowisku płynów fizjologicznych [4,5]. W prezentowanej pracy przedstawiono wyniki badań odporności korozyjnej materiałów stosowanych w chirurgii ortopedycznej.

Materiał i metodyka badań

Do badań stosowano tytan techniczny (grade 1 zgodnie z normą ISO 5832-2, ASTM B 265-99) z atestem biomedycznym o składzie przedstawionym w TABELI 1.

Próbki do badań wycięto z blachy o grubości 2mm. Powierzchnię przed obróbką cieplno-chemiczną szlifowano, a następnie odtłuszczono przemywając alkoholem etylowym. Następnie przeprowadzono utlenianie tytanu w złożu fluidalnym w atmosferze powietrza przy parametrach przedstawionych w TABELI 2.

CORROSION RESISTANCE CHANGES OF MATERIALS FOR BIOMEDICAL APPLICATIONS AFTER SURFACE TREATMENT

KRZYSZTOF MENDZIK, MAŁGORZATA LUBAS, LEOPOLD JEZIORSKI, JÓZEF JASIŃSKI, MICHAŁ SZOTA

INSTITUTE OF MATERIAL ENGINEERING,
TECHNICAL UNIVERSITY OF CZĘSTOCHOWA,
AL. ARMII KRAJOWEJ 19, 42-200 CZĘSTOCHOWA

[Engineering of Biomaterials, 67-68, (2007), 42-44]

Introduction

Biomedicine is intensively developing in the field of reconstruction of damaged anatomical structures, and after it goes a need of searching new, better biomaterials, among other things for implants [1], or improving methods to receive better properties of known in this field materials [2]. Secondary hip arthroplasty needs the massive and frozen bone grafts and metal stabilizers in the form of nets and baskets [3], which have to among other things be characterized by good corrosion resistance in body fluids environment [4,5].

Experimental method

Test specimens were cut off from technical pure titanium (Ti grade 1 - ISO 5832-2, ASTM B 265-99) sheet thickness 2mm. Chemical composition of used titanium is shown in TABLE 1.

Skład chemiczny / Chemical composition [%mas]					
Fe	C	N	O	H	Ti
0,035	0,009	0,002	0,063	0,028	reszta

TABELA 1. Skład chemiczny tytanu stosowanego do badań.

TABLE 1. Chemical composition of titanium used in experiments.