

ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΘΕΣΣΑΛΙΑΣ
ΠΟΛΥΤΕΧΝΙΚΗ ΣΧΟΛΗ
ΤΜΗΜΑ ΜΗΧΑΝΟΛΟΓΩΝ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ

Μεταπτυχιακή Εργασία

**ΜΕΤΡΗΣΗ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ ΚΑΙ ΜΕΤΡΟΥ ΕΛΑΣΤΙΚΟΤΗΤΑΣ
ΣΤΟ ΣΥΣΤΗΜΑ ΠΟΡΩΔΟΥΣ ΤΑΝΤΑΛΙΟΥ - ΟΣΤΟΥ**

ΣΟΦΙΑ Α. ΣΤΑΥΡΟΠΟΥΛΟΥ

Διπλωματούχος Μηχανολόγος Μηχανικός Α.Π.Θ., 2009

Επιβλέπων καθηγητής: **Δρ. Γρηγόρης Ν. Χαϊδεμενόπουλος**

Βόλος, Φεβρουάριος 2011



**ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΘΕΣΣΑΛΙΑΣ
ΒΙΒΛΙΟΘΗΚΗ & ΚΕΝΤΡΟ ΠΛΗΡΟΦΟΡΗΣΗΣ
ΕΙΔΙΚΗ ΣΥΛΛΟΓΗ «ΓΚΡΙΖΑ ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ»**

Αριθ. Εισ.: 9362/1

Ημερ. Εισ.: 15-03-2011

Δωρεά: Συγγραφέα

Ταξιθετικός Κωδικός: Δ

620.112

ΣΤΑ

Υπεβλήθη για την εκπλήρωση μέρους των
απαιτήσεων για την απόκτηση του
Μεταπτυχιακού Διπλώματος Ειδίκευσης

© 2011 Σοφία Σταυροπούλου

Η έγκριση της μεταπτυχιακής εργασίας από το Τμήμα Μηχανολόγων Μηχανικών της Πολυτεχνικής Σχολής του Πανεπιστημίου Θεσσαλίας δεν υποδηλώνει αποδοχή των απόψεων του συγγραφέα (Ν. 5343/32 αρ. 202 παρ. 2).

**Εγκρίθηκε από τα Μέλη της Τριμελούς Εξεταστικής
Επιτροπής:**

Πρώτος Εξεταστής : Δρ. Γρηγόρης Χαϊδεμενόπουλος
(Επιβλέπων) Καθηγητής, Τμήμα Μηχανολόγων Μηχανικών,
Πανεπιστήμιο Θεσσαλίας

Δεύτερος Εξεταστής : Δρ. Νικόλαος Αράβας
Καθηγητής, Τμήμα Μηχανολόγων Μηχανικών,
Πανεπιστήμιο Θεσσαλίας

Τρίτος Εξεταστής : Δρ. Αλέξης Κερμανίδης
Λέκτορας, Τμήμα Μηχανολόγων Μηχανικών,
Πανεπιστήμιο Θεσσαλίας

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Με την εκπόνηση της διπλωματικής εργασίας μου για το πρόγραμμα μεταπτυχιακών σπουδών της σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών του Πανεπιστημίου Θεσσαλίας, θα ήθελα να αρχίσω τη συγγραφή της μελέτης μου με ορισμένες ευχαριστίες. Θα ήθελα να ευχαριστήσω βαθύτατα τον επιβλέποντα καθηγητή μου Δρ. Γρηγόρη Ν. Χαϊδεμενόπουλο, για την εμπιστοσύνη που μου έδειξε αναθέτοντας μου την παρούσα διπλωματική εργασία καθώς και για την άριστη συνεργασία μας, παρέχοντας μου κάθε υποστήριξη σε όλα τα στάδια της εργασίας.

Επίσης, θα ήθελα να ευχαριστήσω ιδιαίτερω την κυρία Δρ. Άννα Ζερβάκη, για την παροχή της απαραίτητης τεχνογνωσίας και επιστημονικού εξοπλισμού για τη διεκπεραίωση του πειραματικού μέρους της εργασίας καθώς επίσης και για την καταλυτική συμβολή της στην όλη προσπάθεια.

Επίσης, είμαι ευγνώμων στα υπόλοιπα μέλη της εξεταστικής επιτροπής της διπλωματικής εργασίας μου, τον κ. Νικόλαο Αράβα και τον κ. Αλέξη Κερμανίδη για το χρόνο που αφιέρωσαν στην ανάγνωση και εξέταση της.

Θα ήθελα να ευχαριστήσω τον καθηγητή Κ. Δ. Μπουζάκη για την αρμονική συνεργασία και την παροχή εργαστηριακού εξοπλισμού, καθώς επίσης και τη Μαρία Παππά, υποψήφια διδάκτορα, για τη βοήθειά της στη διεξαγωγή των μετρήσεων νανοσκληρότητας με νανοδιείσδυση.

Σημαντική υπήρξε η συμβολή του καθηγητή της Ορθοπαιδικής του Τμήματος Ιατρικής του Πανεπιστημίου Θεσσαλίας Κ. Μαλίζου, ο οποίος παρείχε στο Εργαστήριο Υλικών την κοτύλη που αφαιρέθηκε από την ασθενή για μελέτη.

Τέλος, θα ήθελα να ευχαριστήσω ιδιαίτερα την οικογένειά μου, τους φίλους μου και τον Μ. Βαρύτη για την ηθική συμπαράσταση που μου παρείχαν κατά τη διάρκεια της μελέτης μου.

Σοφία Σταυροπούλου

ΜΕΤΡΗΣΗ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ ΚΑΙ ΜΕΤΡΟΥ ΕΛΑΣΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΣΤΟ ΣΥΣΤΗΜΑ ΠΟΡΩΔΟΥΣ ΤΑΝΤΑΛΙΟΥ - ΟΣΤΟΥ

ΣΟΦΙΑ ΣΤΑΥΡΟΠΟΥΛΟΥ

Πανεπιστήμιο Θεσσαλίας, Τμήμα Μηχανολόγων Μηχανικών, 2011

**Επιβλέπων Καθηγητής: Δρ. Γρηγόρης Χαϊδεμενόπουλος, Καθηγητής
Εργαστηρίου Υλικών**

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Οι μεταλλικοί αφροί από πορώδες ταντάλιο χρησιμοποιούνται ευρέως τα τελευταία χρόνια σε ορθοπαιδικές εφαρμογές όπως ανάπλαση χόνδρου, οστικά υποκατάστατα και ολική αρθροπλαστική ισχίου. Ένα τέτοιο εμφύτευμα αποτελεί και η κεφαλή κοτύλης που μελετήθηκε, η οποία προήλθε από την εξαγωγή εμφυτεύματος ισχίου από γυναίκα ασθενή 43 ετών που υποβλήθηκε σε ολική αρθροπλαστική ισχίου στο Νοσοκομείο της Λάρισας, με τοποθέτηση κεφαλής κοτύλης από πορώδες ταντάλιο (Zimmer Warsaw, Indiana).

Σκοπός της παρούσας εργασίας είναι η μελέτη της μικροδομής εμφυτεύματος πορώδους τανταλίου, καθώς επίσης και ο προσδιορισμός των μηχανικών ιδιοτήτων του υλικού αυτού για να διαπιστωθεί η δυνατότητα ανάπτυξης οστού στην επιφάνειά του. Η βιβλιογραφία που αναφέρεται σε μελέτη του συστήματος πορώδους τανταλίου-οστού σε ανθρώπινα δείγματα είναι πολύ περιορισμένη, λόγω της δυσκολίας εύρεσης δειγμάτων, γεγονός που ενισχύει την πρωτοτυπία της παρούσας μελέτης.

Στην παρούσα εργασία μετρήθηκε η σκληρότητα και το μέτρο ελαστικότητας του τανταλίου με μικροσκληρομέτρηση Knoop και με μέθοδο νανοδιείσδυσης. Επίσης, έγινε ταυτοποίηση του ιστού που είχε καλύψει την εξωτερική επιφάνεια της κοτύλης που μελετήθηκε, μέσω χημικής ανάλυσης (EDS) και μέτρησης μηχανικών ιδιοτήτων του.

Με βάση τα πειραματικά αποτελέσματα ταυτοποιήθηκε ο ιστός, ο οποίος αποτελεί σπογγώδες οστό. Επίσης, προσδιορίστηκαν οι μηχανικές ιδιότητες του πορώδους τανταλίου και του οστού, οι οποίες είναι σύμφωνες με τις αντίστοιχες της βιβλιογραφίας. Η σκληρότητα του τανταλίου προσδιορίστηκε 3,7 GPa, ενώ του σπογγώδους οστού 272,4 MPa και το μέτρο ελαστικότητας του τανταλίου και του οστού 176 GPa και 8 GPa αντίστοιχα. Με την εφαρμογή εμπειρικών σχέσεων προέκυψαν οι ιδιότητες του πορώδους τανταλίου, η δυσκαμψία του οποίου βρέθηκε παρόμοια με αυτή του σπογγώδους οστού.

Το βασικό συμπέρασμα που προέκυψε είναι η σύνδεση των ιδιοτήτων του υλικού του εμφυτεύματος με τη συμβατότητά του ως βιοϋλικό. Το παρόμοιο μέτρο ελαστικότητας και η πολύ μεγαλύτερη αντοχή του πορώδους τανταλίου σε σχέση με το οστό, το καθιστούν κατάλληλο βιοϋλικό εμφυτευμάτων ισχίου. Σύμφωνα με τα παραπάνω μπορούν να σχεδιαστούν εμφυτεύματα τανταλίου με διαφορετική μικροδομή ή και από άλλα βιοϋλικά με βελτιωμένες μηχανικές ιδιότητες που να βελτιστοποιούν το σύστημα εμφυτεύματος – οστού.

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ.....	9
2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΥΠΟΒΑΘΡΟ.....	10
2.1 ΒΙΟΪΛΙΚΑ.....	10
2.1.1 ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΒΙΟΪΛΙΚΩΝ.....	11
2.2 ΕΜΦΥΤΕΥΜΑΤΑ ΓΙΑ ΕΠΕΜΒΑΣΕΙΣ ΑΡΘΡΟΠΛΑΣΤΙΚΗΣ ΙΣΧΙΟΥ	14
2.2.1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ.....	14
2.2.2 ΑΡΘΡΟΠΛΑΣΤΙΚΗ ΙΣΧΙΟΥ.....	15
2.2.3 ΜΕΤΑΛΛΙΚΑ ΚΡΑΜΑΤΑ ΩΣ ΕΜΦΥΤΕΥΜΑΤΑ ΙΣΧΙΟΥ.....	17
2.2.4 ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΓΙΑ ΤΑ ΕΜΦΥΤΕΥΜΑΤΑ ΙΣΧΙΟΥ.....	18
2.3 ΠΟΡΩΔΕΣ ΤΑΝΤΑΛΙΟ.....	20
2.3.1 ΠΑΡΑΓΩΓΗ ΚΑΙ ΔΟΜΗ ΠΟΡΩΔΟΥΣ ΤΑΝΤΑΛΙΟΥ.....	20
2.3.2 ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ-ΣΥΓΚΡΙΣΗ.....	21
2.3.3 ΚΟΤΥΛΗ.....	23
2.3.4 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ ΓΙΑ ΤΟ ΠΟΡΩΔΕΣ ΤΑΝΤΑΛΙΟ.....	24
2.4 ΟΣΤΟ.....	26
2.4.1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ.....	26
2.4.2 ΣΥΝΘΕΣΗ ΟΣΤΙΤΗ ΙΣΤΟΥ.....	27
2.4.3 ΕΙΔΗ ΟΣΤΙΤΗ ΙΣΤΟΥ.....	27
2.4.4 ΙΣΤΟΓΕΝΕΣΗ.....	28
2.4.5 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ ΓΙΑ ΤΟ ΟΣΤΟ.....	29

2.5 ΜΕΤΡΗΣΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ	30
2.5.1 ΜΕΘΟΔΟΣ ΜΕΤΡΗΣΗΣ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ	30
2.5.2 ΜΕΘΟΔΟΣ ΝΑΝΟΔΙΕΙΣΔΥΣΗΣ.....	32
2.5.3 ΑΝΑΛΥΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ ΚΑΙ ΤΟΥ ΜΕΤΡΟΥ ΕΛΑΣΤΙΚΟΤΗΤΑΣ	39
2.5.4 ΤΕΧΝΙΚΕΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΥ ΜΕΤΡΟΥ ΕΛΑΣΤΙΚΟΤΗΤΑΣ	45
2.5.5 ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΜΕΤΑΛΛΙΚΩΝ ΑΦΡΩΝ	50
3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΕΣ ΚΑΙ ΜΕΘΟΔΟΛΟΓΙΑ	51
3.1 ΜΕΤΑΛΛΟΓΡΑΦΙΚΗ ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΔΟΚΙΜΙΟΥ.....	51
3.2 ΠΑΡΑΤΗΡΗΣΗ ΣΤΟ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ.....	55
3.3 ΜΕΤΡΗΣΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ	55
4. ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ – ΣΥΖΗΤΗΣΗ	57
4.1 ΜΕΤΑΛΛΟΓΡΑΦΙΑ ΤΑΝΤΑΛΙΟΥ-ΜΕΛΕΤΗ ΔΙΕΠΙΦΑΝΕΙΑΣ	57
4.1.1 ΟΠΤΙΚΗ ΠΑΡΑΤΗΡΗΣΗ	57
4.2. ΕΛΑΣΤΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΤΑΝΤΑΛΙΟΥ.....	69
4.2.1 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΜΕΤΡΗΣΗ ΕΛΑΣΤΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΤΑΝΤΑΛΙΟΥ ΜΕ ΝΑΝΟΔΙΕΙΣΔΥΣΗ.....	69
4.2.2 ΑΝΑΛΥΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΝΑΝΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ ΤΟΥ ΤΑΝΤΑΛΙΟΥ.....	73
4.2.3 ΑΝΑΛΥΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΜΕΤΡΟΥ ΕΛΑΣΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΤΟΥ ΤΑΝΤΑΛΙΟΥ	76
4.2.4 ΜΕΤΡΗΣΗ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ ΚΝΟΟΡ ΚΑΙ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΜΕΤΡΟΥ ΕΛΑΣΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΣΤΟ ΤΑΝΤΑΛΙΟ	77
4.2.5 ΣΥΓΚΡΙΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ ΓΙΑ ΤΟ ΤΑΝΤΑΛΙΟ.....	85

4.3 ΕΛΑΣΤΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΙΣΤΟΥ	87
4.3.1 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΜΕΤΡΗΣΗ ΕΛΑΣΤΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΙΣΤΟΥ	87
4.3.2 ΑΝΑΛΥΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ ΤΟΥ ΙΣΤΟΥ.....	93
4.3.3 ΑΝΑΛΥΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΜΕΤΡΟΥ ΕΛΑΣΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΤΟΥ ΙΣΤΟΥ.....	95
4.3.4 ΣΥΓΚΡΙΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ ΓΙΑ ΤΟΝ ΙΣΤΟ.....	98
4.4 ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΕΛΑΣΤΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΤΟΥ ΠΟΡΩΔΟΥΣ ΤΑΝΤΑΛΙΟΥ	100
4.5 ΣΥΓΚΡΙΣΗ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΠΟΡΩΔΟΥΣ ΤΑ - ΟΣΤΟΥ.....	100
5. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ.....	102
6. ΠΡΟΤΕΙΝΟΜΕΝΗ ΕΡΕΥΝΑ.....	105
7. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ	106

ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΣΧΗΜΑΤΩΝ

Σχήμα 2.1: Η άρθρωση του ισχίου [4].	14
Σχήμα 2.2(α),(β) : Η συνηθέστερη μορφή εμφυτεύματος για την αρθροπλαστική ισχίου [5]	16
Σχήμα 2.3 : Μικροφωτογραφία δομής πορώδους τανταλίου.....	21
Σχήμα 2.4 (α) : Φωτογραφία κοτύλης Zimmer. (β) : Μεγέθυνση τομής κοτύλης.....	23
Σχήμα 2.5 : Γεωμετρικά χαρακτηριστικά της κοτύλης Zimmer.....	23
Σχήμα 2.6 : Ανάπτυξη οστού μέσα στους πόρους του μεταλλικού εμφυτεύματος [51]	25
Σχήμα 2.7 : Δομή σπογγώδους οστού [25].	28
Σχήμα 2.8 : Γεωμετρία διεισδυτή Knoor.....	30
Σχήμα 2.9 : Αποτύπωμα σκληρομέτρησης Knoor.	31
Σχήμα 2.10 : Νανοσκληρόμετρο FISCHERSCOPE H100 [36].....	32
Σχήμα 2.11 : Πάνω αριστερά : Σκαρίφημα δοκιμασίας νανοδιείσδυσης. Πάνω δεξιά : Διεισδυτής Vickers. Κάτω : Τυπικό διάγραμμα αποτελεσμάτων νανοσκληρομέτρησης [37].....	33
Σχήμα 2.12 : Χαρακτηριστικές μορφές αποκλίσεων αιχμών εισβολέων [37].	34
Σχήμα 2.13 : Τυπικές μορφές επιφανειακής τραχύτητας δοκιμίων με διαφορετικές μεταλλογραφικές προετοιμασίες [37].....	35
Σχήμα 2.14 : Τραχύτητα τριών δοκιμίων με διαφορετικές επεξεργασίες επιφάνειας [37].	36
Σχήμα 2.15 : Ορισμοί σκληροτήτων και υπολογισμός μεγεθών προσδιορισμού τους μέσω FEM προσομοίωσης [37].	37
Σχήμα 2.16 : Κατανομή της σκληρότητας Vickers (συμβατικής, πραγματικής) και της σκληρότητας διείσδυσης σε σχέση με το φορτίο και το βάθος διείσδυσης [37].....	38

Σχήμα 2.20 : Διάγραμμα βάθους διείσδυσης – τετραγωνικής ρίζας φόρτισης [38].	40
Σχήμα 2.21 : Διάγραμμα βάθους – δύναμης διείσδυσης για τον προσδιορισμό του εναπομένοντος βάθους [38].....	42
Σχήμα 2.22 : Τυπική καμπύλη φόρτισης – μετατόπισης κατά τα στάδια φόρτισης και αποφόρτισης. Ορισμός δυσκαμψίας [28].....	44
Σχήμα 2.23 : Αποτυπώματα διείσδυσης Knoop που παρουσιάζουν την ελαστική επαναφορά της μικρής διαγώνιου [41].	47
Σχήμα 2.24 : Φόρτιση, αποφόρτιση και επαναφορά. Ρ είναι η φόρτιση και b η μικρή διαγώνιος. Καμπύλη φόρτισης από σχέση 2.12, καμπύλη αποφόρτισης από ισότητα 2.14 [41].	48
Σχήμα 3.1 : Κοτύλη πορώδους τανταλίου από την οποία προέκυψαν τα δοκίμια που εξετάστηκαν.	52
Σχήμα 3.2 : Δημιουργία 9 δοκιμίων από το επίπεδο τομής Α.....	53
Σχήμα 3.3 : Φωτογραφία επιφάνειας δοκιμίου Α2 από στερεοσκόπιο (Χ 6,5).	53
Σχήμα 4.1 : Οπτική μικροφωτογραφία της δομής του Τα του δοκιμίου Α2 (Χ100).....	57
Σχήμα 4.2 : Οπτική μικροφωτογραφία της διεπιφάνειας πορώδους Τα-ιστού του δοκιμίου Α9 (Χ50).....	58
Σχήμα 4.3 : Οπτική μικροφωτογραφία του δοκιμίου Α9 (Χ100).....	58
Σχήμα 4.4 : Οπτική μικροφωτογραφία του πορώδου Τα του δοκιμίου Α9. Α : (Χ100) και Β : Λεπτομέρεια της (Χ500). Πάχος επικάλυψης Τα 55 μm.	59
Σχήμα 4.5 : Οπτική μικροφωτογραφία του πορώδου Τα του δοκιμίου Α9 (Χ200), με διάμετρο πόρου περίπου 450μm.	60
Σχήμα 4.6 : Μικροφωτογραφία από στερεοσκόπιο της επιφάνειας της κοτύλης του δοκιμίου Α6, η οποία είναι καλυμμένη με ιστό (Χ6,5).	60
Σχήμα 4.7 : Μικροφωτογραφία από στερεοσκόπιο της επιφάνειας του δοκιμίου Α9 (Χ6,5). Λεπτομέρειες των περιοχών των κίτρινων κύκλων σε μεγαλύτερη μεγέθυνση.	61

Σχήμα 4.8 : Μικροφωτογραφία από στερεοσκόπιο της διεπιφάνειας Τα–ιστού του δοκιμίου A4. A (X16), B (X25), C και D (X40).	62
Σχήμα 4.9 : Μικροφωτογραφία από στερεοσκόπιο της διεπιφάνειας Τα –ιστού του δοκιμίου A7. A (X25), B (X40). Στις περιοχές που περικλύονται από κόκκινους κύκλους παρατηρείται ιστός.	63
Σχήμα 4.10 : Μικροφωτογραφία από SEM δοκιμίου A1, Τα1.A (X65), B (X850).	64
Σχήμα 4.11 : Ηλεκτρονική μικροφωτογραφία του δείγματος A1 στην περιοχή Τα 4 (X95). Αντίστοιχοι πίνακες χημικής ανάλυσης και φάσματα EDS για τις δύο περιοχές 1 (κόκκινη) και 3 (κίτρινη). ..	65
Σχήμα 4.12 : Εγκάρσια μεταλλογραφική τομή δείγματος B2, με περιοχές ανάπτυξης και διείδυσης ιστού.	67
Σχήμα 4.13: (β) Λεπτομέρεια της περιοχής που σημειώνεται στο Σχ. 4.12, με διείδυση οστού στην πρώτη ανοιχτή κυψελίδα του εμφυτεύματος. Σημειώνονται οι περιοχές από τις οποίες ελήφθησαν τα φάσματα EDS.	67
Σχήμα 4.14 : (α) Λεπτομέρεια της περιοχής οστικής διείδυσης του δείγματος B3, (β) φάσμα EDS περιοχής A, (γ) φάσμα EDS περιοχής B.	68
Σχήμα 4.15 : Μικροφωτογραφία του δοκιμίου A9 (X200). Ενδεικτικές γραμμές (κίτρινες) πάνω στις οποίες πραγματοποιήθηκαν οι διεισδύσεις.	69
Σχήμα 4.16 : Αποτελέσματα νανοδιείδυσης από τις 60 μετρήσεις στην περιοχή τανταλίου του δοκιμίου A9.	70
Σχήμα 4.17 : Αποτελέσματα νανοδιείδυσης σε διάγραμμα δύναμης-βάθους διείδυσης για το ταντάλιο με τιμές του πίνακα 4.1.	73
Σχήμα 4.18 : Αναλυτικός προσδιορισμός σκληρότητας Τα συναρτήσει βάθους διείδυσης.	74
Σχήμα 4.19 : Προσδιορισμός της κλίσης 1/m από διάγραμμα βάθους διείδυσης-τετραγωνικής ρίζας της δύναμης.	75
Σχήμα 4.20 : Σκληρότητα Τα που προσδιορίζεται από την κλίση της καμπύλης βάθους διείδυσης–τετραγωνικής ρίζας φόρτισης συναρτήσει βάθους διείδυσης.	75

Σχήμα 4.21 : Αποτελέσματα νανοδιείσδυσης σε διάγραμμα βάθους-δύναμης διείσδυσης για το ταντάλιο με τιμές από τον πίνακα 4.1.	76
Σχήμα 4.22 : Μικροφωτογραφία από στερεοσκόπιο του δοκιμίου A9 (X6,5). Οι αριθμημένες καμπύλες και γραμμές προσδιορίζουν τα σημεία των μετρήσεων.....	77
Σχήμα 4.23 : Μικροφωτογραφία από στερεοσκόπιο του δοκιμίου A3 (X8). Οι αριθμημένες καμπύλες και γραμμές προσδιορίζουν τα σημεία των μετρήσεων.....	78
Σχήμα 4.24 : Μικροφωτογραφία στερεοσκοπίου δοκιμίου A9 (X 6,5).	87
Σχήμα 4.25 :Οπτική μικροφωτογραφία διεπιφάνειας πορώδους τανταλίου-ιστού δοκιμίου A9, λεπτομέρεια 4.25 του σχήματος 4.24 (δεξιά πλευρά της διεπιφάνειας) (X 100).	88
Σχήμα 4.26 :Οπτική μικροφωτογραφία διεπιφάνειας πορώδους τανταλίου-ιστού δοκιμίου A9, λεπτομέρεια 4.26 του σχήματος 4.24 (X 50).	88
Σχήμα 4.27 :Οπτική μικροφωτογραφία διεπιφάνειας πορώδους τανταλίου-ιστού δοκιμίου A9, λεπτομέρεια 4.27 του σχήματος 4.24(X 50)..	89
Σχήμα 4.28 : Αποτελέσματα νανοδιείσδυσης από τις 60 μετρήσεις στην περιοχή ιστού του δοκιμίου A9.	90
Σχήμα 4.29 : Αποτελέσματα νανοδιείσδυσης σε διάγραμμα δύναμης-βάθους διείσδυσης για τον ιστό με τιμές του πίνακα 4.6.....	93
Σχήμα 4.30 : Αναλυτικός προσδιορισμός σκληρότητας συναρτήσει βάθους διείσδυσης.	94
Σχήμα 4.31 : Προσδιορισμός της κλίσης 1/m από διάγραμμα βάθους διείσδυσης-τετραγωνικής ρίζας της δύναμης.....	94
Σχήμα 4.32 : Σκληρότητα που προσδιορίζεται από την κλίση της καμπύλης βάθους διείσδυσης – τετραγωνικής ρίζας φόρτισης συναρτήσει βάθους διείσδυσης.	95
Σχήμα 4.33 : Αποτελέσματα νανοδιείσδυσης σε διάγραμμα βάθους-δύναμης διείσδυσης για τον ιστό με τιμές από τον πίνακα 4.6....	96
Σχήμα 4.34 : Αποτελέσματα νανοδιείσδυσης στην περιοχή ιστού στα δοκίμια A8 και A9.	97

ΠΙΝΑΚΑΣ ΠΙΝΑΚΩΝ

Πίνακας 2.1 : Συγκριτικός πίνακας με τις ιδιότητες των μετάλλων για εμφυτεύματα αρθροπλαστικής ισχίου.....	18
Πίνακας 2.2 : Ιδιότητες πορώδους τανταλίου.	22
Πίνακας 4.1 : Πίνακας αποτελεσμάτων νανοδιείσδυσης για το ταντάλιο ...	71
Πίνακας 4.2 : Αποτελέσματα των μετρήσεων μικροσκληρότητας Knoop και προσδιορισμός του μέτρου ελαστικότητας σύμφωνα με τον Marshall.....	80
Πίνακας 4.3 : Αποτελέσματα των μετρήσεων μικροσκληρότητας Knoop και προσδιορισμός του μέτρου ελαστικότητας σύμφωνα με τον Conway.....	82
Πίνακας 4.4 : Σύγκριση των τιμών μέτρου ελαστικότητας που προσδιορίστηκαν με τις μεθοδολογίες Marshall και Conway.....	84
Πίνακας 4.5 : Σύγκριση των τιμών της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας του τανταλίου από τη βιβλιογραφία και από τα αποτελέσματα της εργασίας.....	86
Πίνακας 4.6 : Πίνακας αποτελεσμάτων νανοδιείσδυσης για τον ιστό.....	91
Πίνακας 4.7 : Σύγκριση των τιμών της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας του οστού από τη βιβλιογραφία και από τα αποτελέσματα της εργασίας.....	99

1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Η εφαρμογή των μεταλλικών κραμάτων ως βιοϋλικά για εμφυτεύματα ισχίου ξεκίνησε το 1960 με τη χρήση ανοξειδωτου χάλυβα και από τότε παρατηρείται συνεχής ανάπτυξη στον τομέα αυτό. Η ασφαλής και αποτελεσματική χρήση των εμφυτευμάτων προϋποθέτει τη βιοσυμβατότητα και την βιοενεργότητα των βιοϋλικών. Το χαρακτηριστικό της βιοενεργότητας επιτρέπει στα υλικά το σχηματισμό και την ανάπτυξη βιολογικών ιστών στην επιφάνειά τους.

Έχουν πραγματοποιηθεί πολλές μελέτες πάνω στην ανάπτυξη του οστού σε μεταλλικές επιφάνειες εμφυτευμάτων, αλλά έχουν εφαρμοστεί μόνο σε μοντέλα ζώων. Παρά την πλούσια βιβλιογραφία, οι πληροφορίες για τους μηχανισμούς διεύθυνσης ανθρώπινου οστού σε εμφυτεύματα είναι περιορισμένες εξαιτίας της δυσκολίας εύρεσης δειγμάτων από ανθρώπους. Έχει μελετηθεί η ανάπτυξη οστού μόνο μέσω ιστολογικής εξέτασης ενώ υπάρχουν ελάχιστα βιβλιογραφικά στοιχεία για τις μηχανικές ιδιότητες των υλικών και τη συσχέτισή τους με τις αντίστοιχες των ιστών που αναπτύσσονται.

Στόχος της παρούσας διπλωματικής εργασίας είναι η μελέτη της ανάπτυξης του ανθρώπινου οστού σε κεφαλή κοτύλης από πορώδες ταντάλιο ,το οποίο παράγεται με τη χρήση της τεχνικής Trabecular Metal Technology για την κατασκευή λιγότερο δύσκαμπτων υλικών.

Επιπρόσθετα, γίνεται προσδιορισμός των μηχανικών ιδιοτήτων του πορώδους τανταλίου και του ιστού που αναπτύσσεται στην επιφάνειά του. Μέσω οπτικής μικροσκοπίας, χημικής ανάλυσης και μέτρησης μηχανικών ιδιοτήτων του ιστού, γίνεται η ταυτοποίηση του. Εξετάζεται τέλος η εξάρτηση της συμβατότητας του βιοϋλικού από τη σύγκλιση των προσδιορισμένων ιδιοτήτων του μετάλλου του εμφυτεύματος με τις αντίστοιχες του ιστού.

Ο προσδιορισμός της εξάρτησης αυτής μπορεί να βοηθήσει στο σχεδιασμό νέων βιοϋλικών με βελτιωμένες ιδιότητες ή ανάπτυξη των ήδη χρησιμοποιούμενων βιοϋλικών .

2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΥΠΟΒΑΘΡΟ

2.1 ΒΙΟΪΛΙΚΑ

Τα βιοϋλικά είναι ένας όρος που χρησιμοποιείται για να δείξει τα υλικά που αποτελούν τα μέρη των ιατρικών μοσχευμάτων, των εξωσωματικών συσκευών και των προϊόντων μίας χρήσης, που έχουν χρησιμοποιηθεί στην ιατρική, τη χειρουργική επέμβαση, την οδοντιατρική, καθώς επίσης και σε κάθε πτυχή της υγειονομικής περίθαλψης.

Οι πρώτες εφαρμογές ειδικών βιοϋλικών ξεκίνησαν με την ανάπτυξη της τεχνολογίας των πολυμερών και των προηγμένων υλικών. Ο πρώτος που πραγματοποίησε την τοποθέτηση, εντός του ανθρώπινου σώματος, εξαρτημάτων κατασκευασμένων από μεταλλικά βιοϋλικά είναι ο John Charnley στις αρχές της δεκαετίας του 1960. Συγκεκριμένα, τοποθέτησε τεχνητή άρθρωση του ισχίου από ανοξείδωτο χάλυβα εντός του μηριαίου οστού.

Τα υλικά που χρησιμοποιούνται αυτήν την περίοδο για τις βιοϊατρικές εφαρμογές περιλαμβάνουν τα μέταλλα και τα κράματά τους, τα πολυμερή, τα κεραμικά, καθώς επίσης και σύνθετα υλικά. Αδιαφιλονίκητα, σημαντικές πρόοδοι έχουν γίνει στην κλινική χρήση των ιατρικών μοσχευμάτων και άλλων συσκευών. Προς το παρόν, έμφαση δίνεται στο σχεδιασμό δυναμικών βιοϋλικών, δηλαδή υλικά που αποκρίνονται έγκαιρα στα περιβάλλοντα κύτταρα και τους ιστούς.

Όσον αφορά τα εμφυτεύματα σε οστά, μια διαδεδομένη εφαρμογή των βιοϋλικών είναι στην ορθοπεδική και στην αρθροπλαστική. Ιδιαίτερη περίπτωση είναι αυτή της αρθροπλαστικής ισχίου.

Πολλά από τα βιοϋλικά παρουσιάζουν καλές αντιδιαβρωτικές και μηχανικές ιδιότητες ώστε να είναι σε θέση να εκτελούν τις ίδιες λειτουργίες, τις οποίες εκτελούσε και το φυσικό υλικό, για παράδειγμα το οστό. Στην πράξη όμως, η χρήση ενός υλικού ως βιοϋλικό εξαρτάται και από άλλους παράγοντες, βιολογικής και φυσιολογικής κυρίως προέλευσης, που αποκλείουν τη χρήση κάποιων υλικών, ακόμα κι αν αυτά είναι ιδανικά από πλευράς μηχανικών ιδιοτήτων. Γι' αυτό και η επιστήμη των βιοϋλικών χαρακτηρίζεται ως διεπιστημονική, η οποία εμπλέκει τα γνωστικά αντικείμενα της μηχανολογίας, της επιστήμης των υλικών, της τοξικολογίας και της ορθοπεδικής.

2.1.1 ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΒΙΟΪΛΙΚΩΝ

Το βιολογικό περιβάλλον στο οποίο λειτουργούν τα διάφορα βιοϋλικά χαρακτηρίζεται από ακραίες ιδιότητες. Συγκεκριμένα η ύπαρξη χαμηλού pH καθιστά το ανθρώπινο σώμα εξαιρετικά όξινο και ως εκ τούτου είναι πιθανή η ταχύτατη διάβρωση και αποσύνθεση ενός βιοϋλικού με όλες τις ανεπιθύμητες συνέπειες που αυτό μπορεί να αποφέρει, όπως η αστοχία της λειτουργίας του εμφυτεύματος λόγω χαλάρωσης ή ο αναγκαστικός τερματισμός της λειτουργίας του. Άλλοι λόγοι αστοχίας των βιοϋλικών μπορεί να προέρχονται από μηχανικούς παράγοντες, όπως η θραύση αλλά και η φθορά των υλικών, που μπορεί να προέλθει από ποιοτικές ατέλειες των υλικών και από κόπωση ή και από παράγοντες που δεν σχετίζονται με τις ιδιότητες των υλικών αλλά έχουν να κάνουν με την εσφαλμένη τοποθέτησή τους από τους χειρουργούς.

Είναι ενδιαφέρον ότι η πιθανότητα αστοχίας ενός βιοϋλικού λόγω χαλάρωσης ή φθοράς αυξάνεται με την πάροδο του χρόνου, κι αυτό οφείλεται στο γεγονός ότι τα βιοϋλικά γηράσκουν, ενώ αντίθετα ο κίνδυνος αστοχίας από φλεγμονή είναι συνήθως μέγιστος κατά την πρώτη μετεγχειρητική περίοδο, όταν το βιολογικό περιβάλλον προσαρμόζεται ακόμα στο νέο εμφυτευμένο υλικό.

Μη μηχανικά χαρακτηριστικά

Ένας σημαντικός παράγοντας για την καταλληλότητα κι επιτυχία ενός βιοϋλικού είναι η βιοσυμβατότητα του ή αλλιώς η καλή ανοχή του από το βιολογικό περιβάλλον ώστε να μη δημιουργούνται τοξικές αντιδράσεις. Τα περισσότερα υλικά που χρησιμοποιούνται σήμερα στα εμφυτεύματα παρουσιάζουν μεγάλη συμβατότητα με τα βιολογικά περιβάλλοντα παρά το γεγονός ότι υπάρχουν ποικίλες αντιδράσεις εσωτερικά του σώματος ως συνέπεια της εμφύτευσής τους. Σε ορισμένες περιπτώσεις οι αντιδράσεις μπορεί να είναι τόσο έντονες που να προκαλούν διάφορες επιπλοκές. Η πιο συνηθισμένη που αναπτύσσεται κατά το πρώτο χρονικό διάστημα της εμφύτευσης, είναι η φλεγμονή, η οποία εμφανίζεται τόσο πρώιμα, λόγω του γεγονότος ότι η τοποθέτηση του βιοϋλικού απαιτεί τον τραυματισμό των ιστών, κάτι που από μόνο του προκαλεί πολλές αντιδράσεις στο ανοσοποιητικό σύστημα.

Ένα άλλο χαρακτηριστικό των βιοϋλικών είναι η βιοαδράνεια, που τα καθιστά τελείως αδρανή υλικά, δηλαδή μπορούν να βρίσκονται εμφυτευμένα στο σώμα και να μην προκαλούν καμία αντίδραση από βιολογικής πλευράς, αλλά ωστόσο να μην είναι αποικοδομήσιμα. Τέτοια υλικά είναι κυρίως τα κεραμικά που βρίσκουν εφαρμογές ως επιφάνειες τριβής για εμφυτεύματα αρθρώσεων. Τα πλεονεκτήματα αυτών των υλικών είναι η αδράνεια που παρουσιάζουν σε διάβρωση και συνεπώς η πολύ καλή συμβατότητά τους. Αυτή η συμβατότητα προκύπτει βεβαίως και από το γεγονός ότι τα υλικά αυτά παρουσιάζουν καλή αντοχή στη φθορά και δεν αποβάλλουν σωματίδια, τα οποία με τη σειρά τους θα μπορούσαν να προκαλέσουν αντιδράσεις του ανοσοποιητικού συστήματος. Η καλή αντοχή σε φθορά με τη σειρά της προκύπτει από τη μεγάλη σκληρότητά τους που δυσκολεύει την απόξεση ρινισμάτων από την επιφάνειά τους.

Το χαρακτηριστικό της βιοενεργότητας των βιοϋλικών επιτρέπει στα υλικά αυτά το σχηματισμό και την ανάπτυξη βιολογικών ιστών στην επιφάνειά τους. Το χαρακτηριστικό αυτό θα εξεταστεί στην παρούσα διπλωματική εργασία για το ταντάλιο που αποτελεί βιοϋλικό εμφυτεύματος ισχίου. Οι δεσμοί ανάμεσα στο υλικό και στο βιολογικό περιβάλλον μπορούν να επιτευχθούν κυρίως με τα οστά, αλλά σε ορισμένες περιπτώσεις είναι δυνατοί οι δεσμοί και με μαλακούς ιστούς. Μετά την εμφύτευση και υπό την επίδραση του βιολογικού περιβάλλοντος, σχηματίζονται υδροξυκαρβινικοί απατίτες που είναι ίδια με την κύρια δομή των οστών και ως εκ τούτου επιτρέπουν την ανάπτυξη ισχυρών δεσμών κολλαγόνου με την επιφάνειά του.

Μηχανικά χαρακτηριστικά βιοϋλικών

Προκειμένου να μελετηθεί η απόδοση και η μηχανική συμπεριφορά ενός εμφυτεύματος από κάποιο βιοϋλικό μέσα στο βιολογικό περιβάλλον ενός ζώντος οργανισμού, είναι απαραίτητη η μελέτη και κατανόηση των ιδιοτήτων του βιολογικού ιστού, και γενικά όλων αυτών των βιολογικών μερών που αντικαθίστανται από το βιοϋλικό ή έρχονται σε επαφή με αυτό. Κατά αυτό τον τρόπο είναι δυνατή η προσομοίωση της συμπεριφοράς του συστήματος ιστού-βιοϋλικού και ευκολότερος ο καθορισμός του βέλτιστου υλικού για την εκάστοτε εφαρμογή.

Οι μηχανικές ιδιότητες των βιοϋλικών που ενδιαφέρουν περισσότερο είναι η αντοχή σε εφελκυσμό και θλίψη, η αντοχή σε κόπωση, το μέτρο ελαστικότητας και η αντίσταση σε φθορά. Είναι δηλαδή οι ιδιότητες που αφορούν τον τρόπο με τον οποίο τα βιοϋλικά, όπως και οι βιολογικοί ιστοί, αντιδρούν στα φορτία και στην τριβή. Η απαραίτητη αντοχή σε εφελκυσμό και θλίψη των βιοϋλικών γίνεται γνωστή με μέτρηση αυτών των ιδιοτήτων στα οστά. Είναι αναγκαίο το βιοϋλικό να έχει τουλάχιστον την ικανότητα φόρτισης ενός οστού, αν και τα περισσότερα υλικά που χρησιμοποιούνται σήμερα ως αντικαταστάτες οστών έχουν πολύ μεγαλύτερες αντοχές σε εφελκυσμό και θλίψη.

Η αντοχή σε κόπωση είναι η κύρια ιδιότητα ενός βιοϋλικού όταν αυτό πρόκειται να αντικαταστήσει κάποιο οστό. Αυτό συμβαίνει γιατί τα οστά τα οποία συνήθως υποβάλλονται σε αντικατάσταση είναι το ισχίο, το γόνατο και η σπονδυλική στήλη, είναι δηλαδή μέρη του σώματος που βρίσκονται σε συνεχή φόρτιση και αποφόρτιση.

Οι μηχανικές ιδιότητες που μετρώνται κυρίως, όπως αναφέρθηκε, είναι η αντοχή σε εφελκυσμό και θλίψη, η αντοχή σε φθορά και σε κόπωση. Υπάρχουν όμως και κάποιες άλλες ιδιότητες πολύ σημαντικές, ανάλογα με τη χρήση των βιοϋλικών, όπως η αντοχή σε κρουστικά φορτία και η σκληρότητα.

Πολλές είναι οι ιδιότητες που χαρακτηρίζουν τη δομή των βιοϋλικών και έχουν μεγάλη σημασία για τον καθορισμό της καταλληλότητας των διαφόρων υλικών για χρήση τους σε διάφορες ιατρικές εφαρμογές. Οι ιδιότητες αυτές συμπεριλαμβάνουν την πυκνότητα, την τραχύτητα, την ευκολία διαβροχής της επιφάνειας (wet ability), τη χημική σύσταση και τις θερμικές ιδιότητες.

Στην παρούσα διπλωματική εργασία θα μελετηθεί η σκληρότητα του βιοϋλικού και του ιστού που σχηματίζεται στην επιφάνειά του. Σε επόμενη παράγραφο θα αναλυθεί η μεθοδολογία υπολογισμού της σκληρότητας, καθώς επίσης και του μέτρου ελαστικότητας [1,2,3].

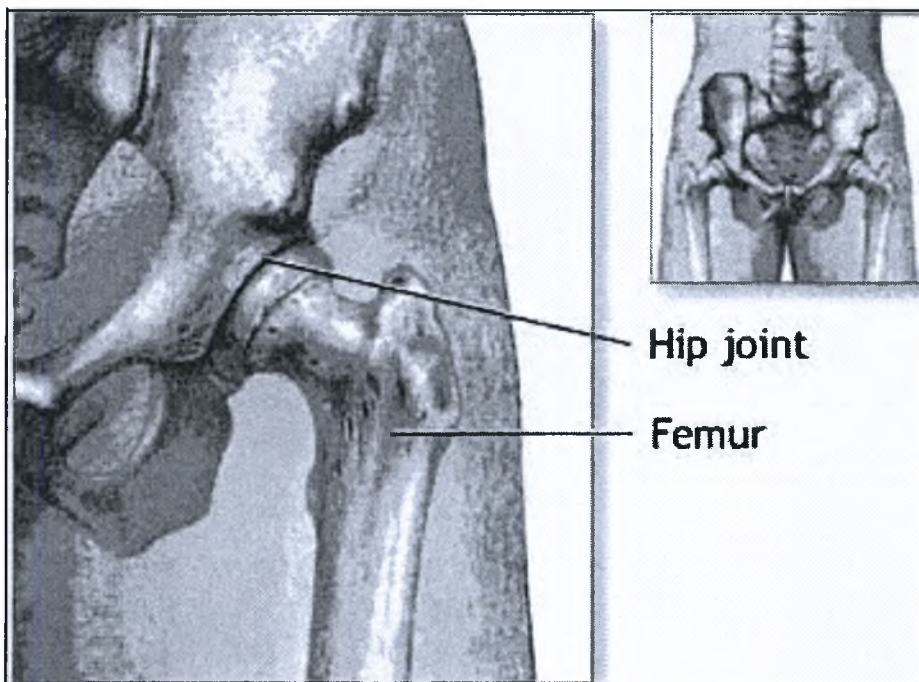
2.2 ΕΜΦΥΤΕΥΜΑΤΑ ΓΙΑ ΕΠΕΜΒΑΣΕΙΣ ΑΡΘΡΟΠΛΑΣΤΙΚΗΣ ΙΣΧΙΟΥ

2.2.1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Η άρθρωση του ισχίου είναι μία από τις κυριότερες αρθρώσεις που φέρουν βάρος στο σώμα και είναι σφαιροειδούς τύπου. Αποτελείται από δύο μέρη, μία σφαίρα (μηριαία κεφαλή) στην κορυφή του μηριαίου οστού και μία στρογγυλεμένη υποδοχή στη λεκάνη (κοτύλη), η σύνδεση των οποίων φαίνεται στο σχήμα 2.1.

Η μηριαία κεφαλή εφαρμόζει στην κοτύλη και συνδέονται με συνδέσμους, ώστε η άρθρωση να παραμένει σταθερή. Οι επιφάνειες της κεφαλής και της κοτύλης καλύπτονται με ένα λείο και άκαμπτο υλικό, τον αρθρικό χόνδρο που προστατεύει τα οστά από τις δυνάμεις και τους επιτρέπει να κινηθούν εύκολα.

Οι υπόλοιπες επιφάνειες της άρθρωσης του ισχίου καλύπτονται από λεπτό, μαλακό μεμβρανώδη ιστό, τον αρθρικό θύλακο, ο οποίος έχει ένα είδος υγρού που δρα σαν λιπαντικό ούτως ώστε τα οστά να μη φθείρονται από την τριβή λόγω της σχετικής τους κίνησης.



Σχήμα 2.1: Η άρθρωση του ισχίου [4].

2.2.2 ΑΡΘΡΟΠΛΑΣΤΙΚΗ ΙΣΧΙΟΥ

Παθολογικά προβλήματα όπως έντονος πόνος προερχόμενος από αρθρίτιδα στο ισχίο που περιορίζει την ικανότητα του ατόμου να είναι δραστήριο, κατάγματα στο λαιμό του μηριαίου οστού ή όγκοι στην άρθρωση, είναι κάποιοι από τους λόγους που συνηγορούν στη λύση της αρthroπλαστικής του ισχίου.

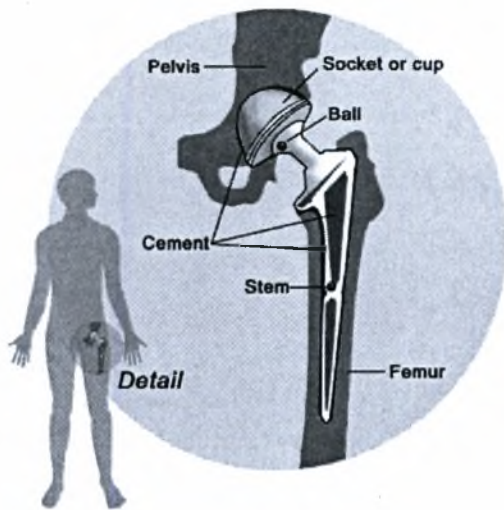
Η ολική αρthroπλαστική ισχίου είναι μία χειρουργική διαδικασία όπου ο πάσχων χόνδρος και το οστό της άρθρωσης του ισχίου αντικαθίστανται από τεχνητά υλικά. Η ολική αρthroπλαστική περιλαμβάνει την αφαίρεση της κεφαλής και της κοτύλης, οι οποίες αντικαθίστανται από μία πρόσθεση. Η πρόσθεση περιλαμβάνει τρία μέρη, τα οποία παρουσιάζονται στο σχήμα 2.2 :

- Ένα κυπέλλιο που αντικαθιστά την υποδοχή του ισχίου, το οποίο είναι συνήθως πλαστικό, κεραμικό ή μεταλλικό υλικό
- Μία μεταλλική ή κεραμική σφαίρα που αντικαθιστά τη θραυσμένη μηριαία κεφαλή
- Ένα μεταλλικό στέλεχος (στειλεός) που εισάγεται στο μηριαίο οστό για να συμβάλει στη σταθερότητα της πρόσθεσης.

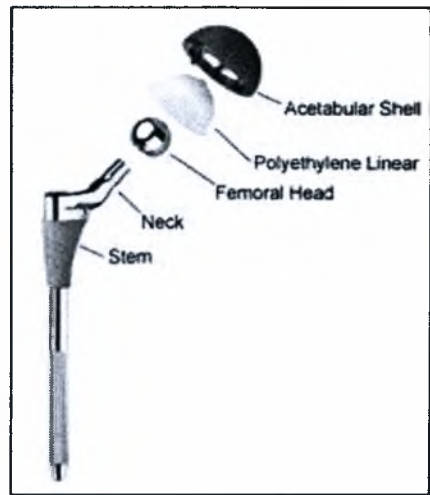
Κύριο μέλημα σε μία επέμβαση αρthroπλαστικής είναι η καλή στερέωση του εμφυτεύματος, αφού αυτό βρίσκεται στο πορώδες οστό και πρέπει να υποστηριχθούν τα μεγάλα φορτία που επιβάλλονται. Επίσης, η συγκέντρωση τάσεων του εμφυτεύματος στα σημεία οξείας επαφής καθιστά το ασθενές οστό νεκρωτικό. Ως εκ τούτου, κρίνεται αναγκαία η χρήση ενός υλικού που θα επιτρέπει την καλή εφαρμογή του στειλεού μέσα στο οστό.

Οι στόχοι της αντικατάστασης της άρθρωσης του ισχίου είναι η ανακούφιση του ασθενούς από τον πόνο, η αποκατάσταση της λειτουργικότητας της άρθρωσης και η διόρθωση της δυσμορφίας. Ένα χρόνο μετά την επέμβαση, το 95% των ασθενών εμφανίζει άριστα κλινικά αποτελέσματα, με ελάχιστο ή καθόλου πόνο, ικανότητα για βάδισμα σε απόσταση μεγαλύτερη του ενός χιλιομέτρου και αυξημένη ικανότητα κίνησης. Οι περισσότεροι ασθενείς μπορούν να επιστρέψουν σε ήπιες αθλητικές δραστηριότητες.

Εκτός από την ολική, γίνεται και μερική αρthroπλαστική, με τη διαφορά ότι αντικαθίσταται μόνο η μηριαία κεφαλή [1,3].



(α)



(β)

Σχήμα 2.2(α),(β) : Η συνηθέστερη μορφή εμφυτεύματος για την αρθροπλαστική ισχίου [5]

Υλικά για κατασκευή μηριαίων προσθέσεων

Τα υλικά που χρησιμοποιούνται για την κατασκευή και την τοποθέτηση των μηριαίων προσθέσεων για την αρθροπλαστική ισχίου είναι:

- Μεταλλικά κράματα (ανοξειδωτος χάλυβας, κράματα τιτανίου, κοβαλτίου-χρωμίου, ταντάλιο)
- Πολυμερή (UHMWPE)
- Κεραμικά

Βασικές ιδιότητες που πρέπει να διαθέτουν αυτά τα υλικά είναι αφενός η μηχανική αντοχή και αφετέρου η βιοσυμβατότητα. Τα υλικά πρέπει να έχουν μεγάλη αντοχή ώστε να ανθίστανται στις δυνάμεις και τις τάσεις που επιβάλλονται στο σώμα του ασθενούς, καθώς σύμφωνα με μετρήσεις που έχουν πραγματοποιηθεί οι τάσεις που επιβάλλονται στις προσθέσεις συχνά υπερβαίνουν σημαντικά το βάρος του ασθενούς. Το μέσο φορτίο που αναπτύσσεται στην ισχιακή άρθρωση, εκτιμάται περίπου τρεις φορές το βάρος του σώματος, ενώ η μέγιστη δύναμη που αναπτύσσεται κατά τη διάρκεια έντονης δραστηριότητας, μπορεί να φτάσει και δέκα φορές το βάρος του σώματος. Επιπροσθέτως, τα υλικά πρέπει να είναι βιοσυμβατά, δηλαδή να είναι καλώς ανεκτά από τους ιστούς του οργανισμού. Αυτό σημαίνει να μην είναι τοξικά, να μην επάγουν ανοσολογική απόκριση και να μην προκαλούν καρκινογένεση. Γενικά έχει παρατηρηθεί ότι τα συνήθως χρησιμοποιούμενα υλικά δεν προκαλούν ανεπιθύμητες ενέργειες όταν εφαρμόζονται σε μορφή μάζας.

2.2.3 ΜΕΤΑΛΛΙΚΑ ΚΡΑΜΑΤΑ ΩΣ ΕΜΦΥΤΕΥΜΑΤΑ ΙΣΧΙΟΥ

Τα μεταλλικά κράματα που κυριαρχούν στην αγορά των τεχνητών αρθρώσεων ισχίου είναι ο ανοξειδωτος χάλυβας, τα κράματα κοβαλτίου-χρωμίου, τιτανίου και τανταλίου. Ο βιοϊατρικός χάλυβας με τις περισσότερες εφαρμογές είναι το κράμα 316L, που αποτελείται περίπου από 65% σίδηρο (Fe) και 35% άλλα πρόσθετα. Από τα πρόσθετα που περιέχονται, μεγαλύτερο είναι το ποσοστό του χρωμίου (16-18% Cr) και ακολουθεί αυτό του νικελίου (10-14% Ni). Πολύ μικρότερα είναι τα ποσοστά των άλλων πρόσθετων, μεταξύ των οποίων είναι το μαγγάνιο, ο κασσίτερος, ο άνθρακας, ο φωσφόρος, το μολυβδαίνιο και το θείο.

Ενδιαφέρον για βιοϊατρικές εφαρμογές παρουσιάζουν τα χαρακτηριστικά του τιτανίου και των κραμάτων του. Κυριότερο είναι η χαμηλή του πυκνότητα, $4,54 \text{ g/cm}^3$, αλλά και ο λόγος μηχανικής αντοχής / πυκνότητας που είναι μεγαλύτερος από τον αντίστοιχο άλλων μετάλλων. Το τιτάνιο, επίσης, παρουσιάζει πολύ καλή αντίσταση στη διάβρωση, καλύτερη και από αυτή του ανοξειδωτου χάλυβα και είναι αδρανές σε χλωριούχες ενώσεις, ιδιότητες που το καθιστούν ιδανικό για υλικό μιας διάταξης που θα εμποτευθεί στο περιβάλλον του οργανισμού. Το κράμα TiAl6V είναι αυτό που χρησιμοποιείται ευρύτερα σε τέτοιες εφαρμογές, καθώς διακρίνεται για την υψηλή αντίσταση στη διάβρωση που εμφανίζει. Επειδή το βανάδιο θεωρείται ύποπτο για την πρόκληση καρκινογένεσης, αντικαθίσταται από νιόβιο. Η αντοχή σε εφελκυσμό του κράματος TiAl6V είναι 900 MPa και το όριο διαρροής του 830 MPa.

Το σημαντικότερο κράμα κοβαλτίου που χρησιμοποιείται για τα υποκατάστατα των αρθρώσεων του ισχίου είναι το κράμα κοβαλτίου- χρωμίου- μολυβδαίνιου, με σύσταση 61,18% Co, 27,32% Cr, 5,35% Mo, 3,10% Ni, 1,41% Fe, 0,83% Si, 0,56% Mn και 0,25% C. Το κράμα αυτό εμφανίζει πολύ καλές ελαστικές ιδιότητες και υψηλή αντοχή σε χημική διάβρωση, που αποδίδεται στην παρουσία του χρωμίου (παθητικοποίηση).

Στον πίνακα 2.1 παρουσιάζονται συγκεντρωτικά τα χαρακτηριστικά των τριών κραμάτων που χρησιμοποιούνται ως βιοϋλικά για εμφυτεύματα ισχίου.

Πίνακας 2.1 : Συγκριτικός πίνακας με τις ιδιότητες των μετάλλων για εμφυτεύματα αρθροπλαστικής ισχίου

ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ	ΑΝΟΞΕΙΔΩΤΟΣ ΧΑΛΥΒΑΣ	ΚΡΑΜΑ Co-Cr	Ti-6Al-4V
ΑΚΑΜΨΙΑ	Υψηλή	Μέτρια	Χαμηλή
ΑΝΤΟΧΗ	Μέτρια	Μέτρια	Υψηλή
ΑΝΤΟΧΗ ΣΕ ΔΙΑΒΡΩΣΗ	Χαμηλή	Μέτρια	Υψηλή
ΒΙΟΣΥΜΒΑΤΟΤΗΤΑ	Χαμηλή	Μέτρια	Υψηλή

2.2.4 ΑΠΑΙΤΗΣΕΙΣ ΓΙΑ ΤΑ ΕΜΦΥΤΕΥΜΑΤΑ ΙΣΧΙΟΥ

Κόπωση

Οι δραστηριότητες της καθημερινής ζωής θέτουν υψηλές απαιτήσεις στα υλικά της ολικής αρθροπλαστικής, καθώς αυτά υφίστανται κυκλικές καταπονήσεις λόγω των επαναλαμβανόμενων κύκλων φόρτισης- αποφόρτισης. Τα σύγχρονα εμφυτεύματα αντέχουν τα μεγάλα φορτία για τους μέσους ασθενείς, όταν αυτά συμβαίνουν περιστασιακά, ωστόσο, μπορούν να αστοχήσουν όταν συμβαίνουν πολύ συχνά και το κράμα υποκύψει στην κόπωση. Υπάρχει ένα όριο, εξειδικευμένο για κάθε τύπο πρόσθεσης, που καθορίζει πόσους επαναλαμβανόμενους κύκλους φόρτισης μπορεί να αντέξει το υλικό, καθώς πάνω από αυτό, θα επέλθει αστοχία. Σε υπέρβαρα άτομα, είναι υπαρκτός ο κίνδυνος αστοχίας ιδιαίτερα μετά από ατύχημα. Η μελέτη των θραυσμένων εμφυτευμάτων συχνά δείχνει ατέλειες που δημιουργήθηκαν κατά τη διάρκεια της χύτευσης ή ατέλειες στην επιφάνεια.

Διάδοση τάσεων

Το τεχνητό υποκατάστατο δέχεται ένα μέρος από την τάση που επιβάλλεται κατά τη βάρδια και τις άλλες καθημερινές δραστηριότητες στο άνω μέρος του μηριαίου οστού που συγκρατεί την πρόσθεση. Μία άκαμπτη πρόσθεση, επομένως, προφυλάσσει το άνω μέρος του οστού παραπάνω απ' ότι πρέπει, αφού το υλικό κατασκευής του εμφυτεύματος είναι πιο άκαμπτο από το οστό, με αποτέλεσμα αυτό να μην αναπτύσσεται, να χάνει τα συστατικά του και να εξασθενεί. Σε αυτή την περίπτωση, η άρθρωση δεν έχει καλή στήριξη πάνω στον εξασθενημένο σκελετό και κινδυνεύει να αστοχήσει.

Στόχος είναι η κατασκευή τεχνητών υποκατάστατων από μεταλλικά κράματα με δυσκαμψία ανάλογη του οστού. Μέχρι την εισαγωγή του πορώδους τανταλίου στις εφαρμογές της ορθοπεδικής, το κράμα τιτανίου παρουσίαζε τη χαμηλότερη δυσκαμψία απ' όλα τα ορθοπεδικά κράματα που είχαν μελετηθεί. Ωστόσο, η δυσκαμψία των εμφυτευμάτων δεν εξαρτάται μόνο από το υλικό, αλλά και από το σχήμα.

Μία προσφάτως χρησιμοποιούμενη τεχνική για την κατασκευή λιγότερο δύσκαμπτων προσθέσεων για ολική αρθροπλαστική είναι η Trabecular Metal Technology. Σε αυτήν χρησιμοποιείται ένας μεταλλικός αφρός από ταντάλιο, που έχει δυσκαμψία παρόμοια με του οστού. Αποτέλεσμα είναι να γίνεται με ομαλό τρόπο η μετάβαση από το δύσκαμπτο μέταλλο στο ασθενές οστό.

Αντοχή στη διάβρωση

Οι μεταλλικές επιφάνειες όταν έρχονται σε επαφή με τα υγρά του σώματος υφίστανται διάβρωση. Η επιφάνειά τους διαλύεται και τα ιόντα εισέρχονται στην κυκλοφορία, αυξάνοντας τη συγκέντρωση. Τα ορθοπεδικά κράματα είναι ιδιαίτερος ανθεκτικά στη διάβρωση [1,6,7] .

2.3 ΠΟΡΩΔΕΣ ΤΑΝΤΑΛΙΟ

Τα τελευταία χρόνια μια μεγάλη ποικιλία από πορώδεις επιφάνειες και μεταλλικά βιοϋλικά έχουν χρησιμοποιηθεί στην κατασκευή εμφυτευμάτων για να πετύχουν την ανάπτυξη του οστού. Στα πιο συνηθισμένα συμπεριλαμβάνονται το τιτάνιο, το κράμα κοβαλτίου-χρωμίου, ινώδη μέταλλα και σπρέι πλάσμα τιτανίου. Σύμφωνα με κλινικά αποτελέσματα, οι πορώδεις επιφάνειες υποστηρίζουν την ανάπτυξη του ιστού και είναι αποτελεσματικές στην σταθερότητα του εμφυτεύματος. Ωστόσο, τα συνηθισμένα πορώδη υλικά έχουν και κάποιες αδυναμίες. Για παράδειγμα, επικαλύψεις ινωδών μετάλλων παρουσιάζουν χαμηλό πορώδες που περιορίζεται στο ποσοστό 30-50% κατ' όγκο. Αυτός ο παράγοντας περιορίζει τη μέγιστη δύναμη συνάφειας που μπορεί να αναπτυχθεί με την αναδόμηση του οστού. Αυτά τα κοινά πορώδη μεταλλικά υλικά είναι καταλληλότερα για χρήση ως επικάλυψη εμφυτευμάτων διότι δεν έχουν τις απαιτούμενες μηχανικές ιδιότητες.

Το πορώδες ταντάλιο (Trabecular Metal TM) είναι ένα νέο βιοϋλικό με μοναδικές φυσικές και μηχανικές ιδιότητες το οποίο αναπτύχθηκε για την αναδομητική ορθοπεδική και άλλες χειρουργικές εφαρμογές. Trabecular Metal είναι εμπορική ονομασία της εταιρείας Zimmer, Inc., Warsaw, IN.

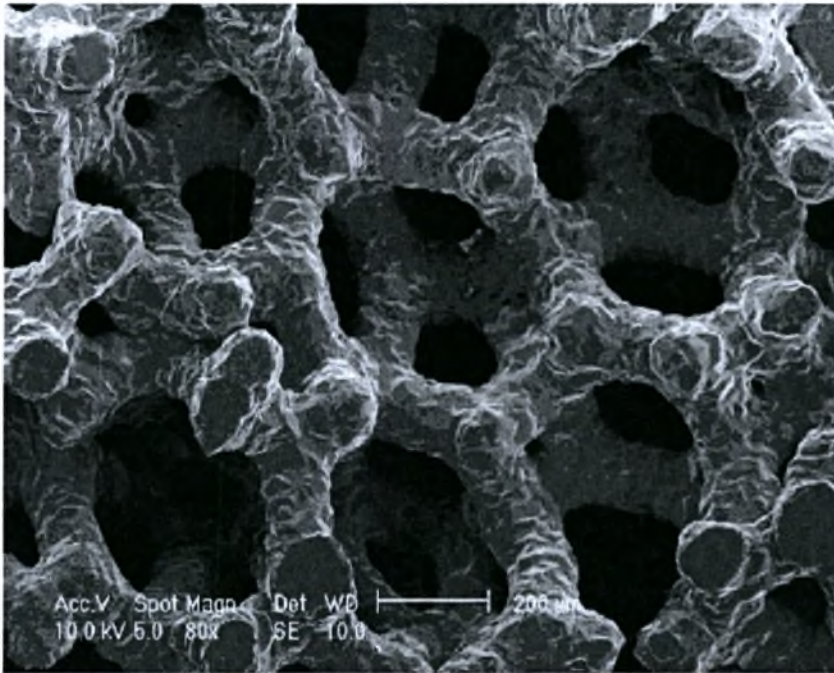
2.3.1 ΠΑΡΑΓΩΓΗ ΚΑΙ ΔΟΜΗ ΠΟΡΩΔΟΥΣ ΤΑΝΤΑΛΙΟΥ

Το πρώτο στάδιο παραγωγής του πορώδους τανταλίου είναι η πυρόλυση ενός πολυμερικού αφρού. Με αυτόν τον τρόπο επιτυγχάνεται ένας χαμηλής πυκνότητας σκελετός άνθρακα ο οποίος έχει μία επαναλαμβανόμενη δωδεκάεδρη σειρά από πόρους. Έπειτα εμπορικά καθαρό ταντάλιο εναποτίθεται μέσα και γύρω στον σκελετό του άνθρακα με χημική εναπόθεση ατμών (CVD) και χημική διείσδυση ατμών (CVI). Αυτό έχει ως αποτέλεσμα η δομή του πορώδους τανταλίου να αποτελείται από 99% καθαρό ταντάλιο και 1% άνθρακα κατά βάρος.

Το υλικό αυτό χαρακτηρίζεται από το υψηλό πορώδες και παρουσιάζει ανοιχτή δομή, η οποία απεικονίζεται στο σχήμα 2.3. Η μέση σχετική πυκνότητα του πορώδους τανταλίου είναι $19,1 \pm 0,5$ % (80,9 % πορώδες). Η τρισδιάστατη δομή του συγκροτείται από σειρές δωδεκάεδρων πόρων με ανοιχτή δομή με μέση διάμετρο 550 μm και μέσο πάχος δοκίδων 122 ± 6 μm.

Αυτό το μέγεθος πόρου θεωρείται κατάλληλο για την ανάπτυξη του οστού. Το μέγεθος των κόκκων του τανταλίου της επικάλυψης κυμαίνεται από 5 έως 20 μm σε διάμετρο.

Λεπτά φιλμ CVD/CVI 10 έως 100 μm μπορούν να προσδώσουν πολύ καλές μηχανικές ιδιότητες εξαιτίας της υψηλής πυκνότητας της εναπόθεσης και του μικρού μεγέθους του κόκκου.



Σχήμα 2.3 : Μικροφωτογραφία δομής πορώδους τανταλίου.

2.3.2 ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ-ΣΥΓΚΡΙΣΗ

Σύμφωνα με τα πειραματικά αποτελέσματα του D. J. Medlin που ασχολήθηκε με το χαρακτηρισμό του πορώδους τανταλίου, υλικού της κοτύλης της εταιρείας Zimmer, οι βασικές ιδιότητές του παρουσιάζονται στον πίνακα 2.2.

Πίνακας 2.2 : Ιδιότητες πορώδους τανταλίου.

ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ	ΕΥΡΟΣ ΤΙΜΩΝ
Όριο διαρροής	48,2±5,9 MPa
Μικροσκληρότητα Κnoop	240-393
Αντοχή σε Θλίψη	60±18 MPa
Αντοχή σε Εφελκυσμό	66,7±6,1 MPa
Αντοχή σε κάμψη	110,2±14.0 MPa
Μέτρο ελαστικότητας	3,1 GPa

Η τιμή της μικροσκληρότητας Κnoop, που αναφέρεται στην επικάλυψη τανταλίου βρίσκεται μεταξύ των τιμών σκληρότητας καθαρού τανταλίου (70-100HK) και τανταλίου με κραματικά στοιχεία (400-600HK), γεγονός που υποδηλώνει ότι η επικάλυψη τανταλίου περιέχει άτομα παρεμβολής οξυγόνου και αζώτου, που είναι σύμφωνο με τη χημεία του Trabecular Metal.

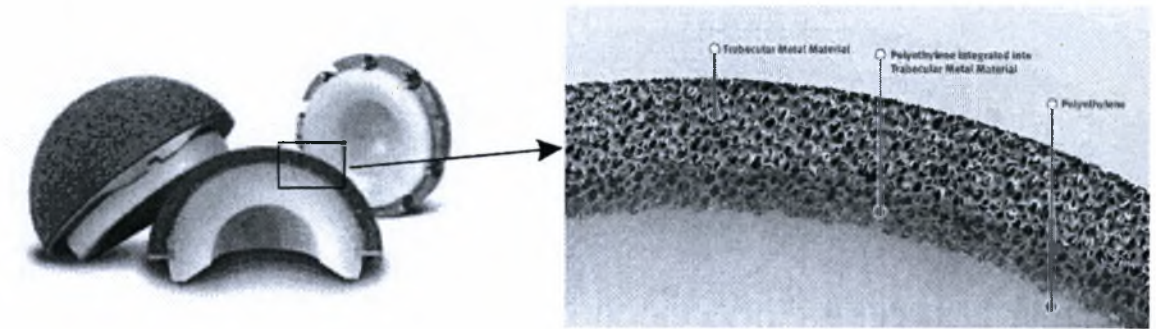
Αποτελέσματα μελετών έχουν δείξει ότι το πορώδες ταντάλιο παρουσιάζει πολύ καλή βιοσυμβατότητα, εξαιρετικά χαρακτηριστικά πορώδους, επαρκή στήριξη για ορθοπεδικές εφαρμογές και μέτρο ελαστικότητας παρόμοιο με του σπογγώδους οστού. Επίσης, το πορώδες ταντάλιο παρουσιάζει συντελεστή τριβής 0,88, αρκετά μεγαλύτερο από άλλα υλικά, ιδιότητα που εξασφαλίζει τη σταθερότητα του εμφυτεύματος.

Όπως αναφέρθηκε και παραπάνω, η ιδιότητα που επηρεάζει άμεσα την ανάπτυξη του οστού στην επιφάνεια του μεταλλικού εμφυτεύματος και την βιοσυμβατότητα του, είναι το μέτρο ελαστικότητας. Ένα σημαντικό μειονέκτημα των υλικών που έχουν χρησιμοποιηθεί στο παρελθόν για κατασκευή εμφυτευμάτων είναι το υψηλό μέτρο ελαστικότητας, πολύ μεγαλύτερο σε σχέση με του οστού.

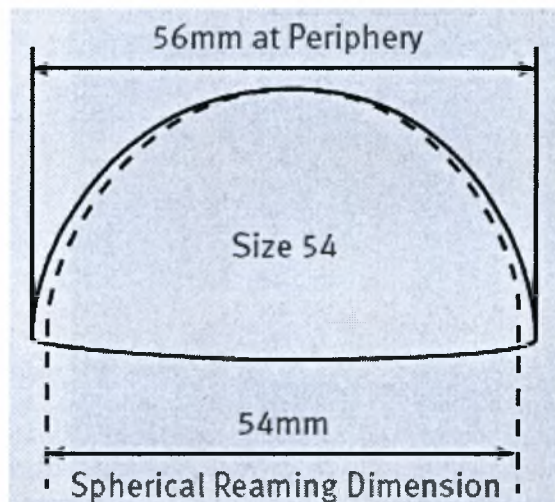
Το μέτρο ελαστικότητας του πορώδους τανταλίου που είναι 3,1 GPa είναι πιο κοντά με το αντίστοιχο του σπογγώδους οστού (0,1-1,5 GPa) και παρουσιάζει σημαντική διαφορά από το αντίστοιχο του τιτανίου (110 GPa) και των κραμάτων Co-Cr (220 GPa). Αυτά τα χαρακτηριστικά καθιστούν ικανή την αναδόμηση του οστού στο πορώδες ταντάλιο [9-13].

2.3.3 ΚΟΤΥΛΗ

Η κοτύλη από πορώδες ταντάλιο, που παράγεται στην αμερικάνικη εταιρεία Zimmer, παρουσιάζεται στο σχήμα 2.4 (α) ολόκληρη και σε τομή. Στο 2.4 (β) φαίνονται σε λεπτομέρεια τα τρία μέρη από τα οποία αποτελείται. Από το εσωτερικό της προς την εξωτερική της επιφάνεια παρατηρούνται πολυαιθυλένιο, πολυαιθυλένιο μέσα στους πόρους τανταλίου και πορώδες ταντάλιο. Κατασκευάζεται σε διάφορα μεγέθη με διαφορετικές γεωμετρικές λεπτομέρειες. Ωστόσο μια τυπική μορφή κοτύλης με τα γεωμετρικά της χαρακτηριστικά φαίνονται στο σχήμα 2.5.



α) β)
Σχήμα 2.4 (α) : Φωτογραφία κοτύλης Zimmer. (β) : Μεγέθυνση τομής κοτύλης.



Σχήμα 2.5 : Γεωμετρικά χαρακτηριστικά της κοτύλης Zimmer

2.3.4 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ ΓΙΑ ΤΟ ΠΟΡΩΔΕΣ ΤΑΝΤΑΛΙΟ

Τα τελευταία 20 χρόνια πολλές μελέτες έχουν πραγματοποιηθεί για την ανάπτυξη και διεύθυνση οστού σε εμφυτεύματα από πορώδες ταντάλιο χρησιμοποιώντας αποκλειστικά μοντέλα ζώων. Ο Bobyn [12,24] μελέτησε τα χαρακτηριστικά της ανάπτυξης του οστού στο πορώδες ταντάλιο σε σκυλί και προσδιόρισε το μέγιστο βαθμό ανάπτυξης του οστού. Σύμφωνα με μηχανικές δοκιμές προσδιορίστηκε η ελάχιστη δύναμη συνάφειας σημαντικά μεγαλύτερη από την αντίστοιχη άλλων πορώδων υλικών με μικρότερο ογκομετρικό πορώδες. Επίσης παρατηρήθηκε σχετικά χαμηλή δυσκαμψία, λόγω του υψηλού πορώδους του τανταλίου, παρόμοια με την αντίστοιχη του υποχόνδριου οστού, γεγονός που έχει θετική επίδραση στην αναδόμηση του οστού.

Επίσης η νανοδομή του οστού κοντά σε εμφυτεύματα από τιτάλιο και πορώδες ταντάλιο που εισήχθησαν σε χοίρους μελετήθηκε από τον Bungeer με συσκευή σάρωσης ακτίνων Χ. Ο σκοπός της μελέτης αυτής ήταν να εξερευνηθεί η δυνατότητα της χρήσης σάρωσης ακτίνων Χ για να αποκτηθούν πληροφορίες για το πάχος, τον προσανατολισμό και τη μορφή/σειρά των ανόργανων κρυστάλλων του οστού κοντά στην επιφάνεια του εμφυτεύματος. Ωστόσο δεν παρατηρήθηκαν σημαντικές διαφορές ανάμεσα στα δύο υλικά.

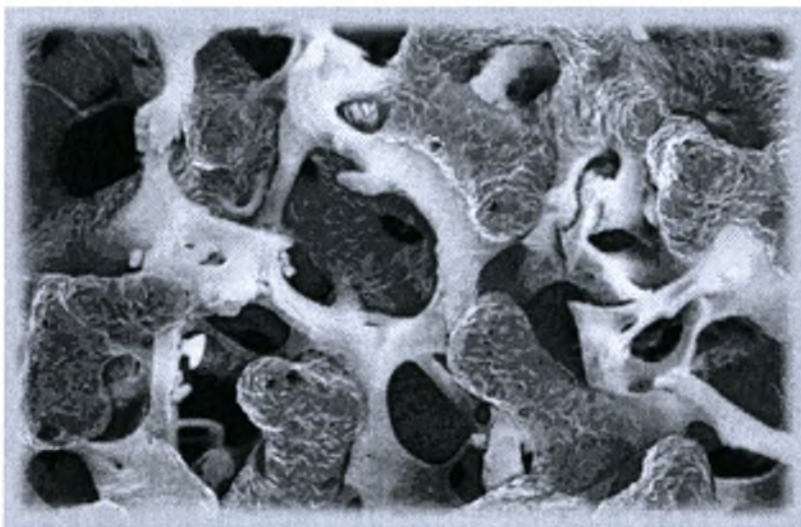
Ο P. Buma [23] απέδειξε ότι η μειωμένη δυσκαμψία του κορμού στα ορθοπεδικά εμφυτεύματα συμβάλλει σε μεγάλο κίνδυνο χαλάρωσης, αφού οι τάσεις στην κοινή επιφάνεια και οι σχετικές κινήσεις μπορεί να υπερβαίνουν το επιτρεπτό επίπεδο. Για τη μελέτη του χρησιμοποίησε τρία είδη εμφυτευμάτων με διαφορετική δυσκαμψία, από ανοξειδωτο χάλυβα, τιτάλιο και υπόστρωμα τιτανίου καλυμμένο με πολυακεταλική επικάλυψη (με αναλογία δυσκαμψίας 10 : 4 : 1), τα οποία εισήχθησαν σε οστό κνήμης προβάτου.

Η μελέτη του Xuenong Zou [9] πραγματοποιήθηκε για να αποτιμηθεί η ραδιολογική και ιστολογική απόδοση των διατάξεων από πορώδες ταντάλιο και ινώδες άνθρακα σε μοντέλο χοίρου για προοσφυϊκή ένωση. Τα δείγματα αποτιμήθηκαν με ραδιογραφία, συμβατική τομογραφία και ιστολογία.

Από τον Dan-Jae Lin [19] εξετάστηκε η βιοσυμβατότητα του κράματος Ti-7.5Mo, κράμα με υψηλό λόγο αντοχής/μέτρο ελαστικότητας και κατά συνέπεια υποψήφιο για ορθοπεδικές εφαρμογές. Η ανάλυση της βιωσιμότητας των κυττάρων αποκάλυψε ότι το Ti-7.5Mo δεν επέφερε φαινομενικό θάνατο κυττάρων, όταν τα κύτταρα αναπτύχθηκαν σε δίσκους κατασκευασμένους από το κράμα.

Στη βιβλιογραφία πολλές μελέτες επικεντρώθηκαν στο ταντάλιο και σε άλλα κράματα μετάλλων που χρησιμοποιήθηκαν ως εμφυτεύματα σε ζώα. Μέχρι στιγμής λίγες πληροφορίες είναι διαθέσιμες για τη μελέτη της διεπιφάνειας οστού-εμφυτευματος σε ανθρώπινο τεχνητό μέλος. Ωστόσο εκτίμηση της ιστολογίας της διεπιφάνειας οστού-εμφυτευματος σε ανθρώπινο δείγμα έγινε από τον F D' Angelo [10]. Η ανάπτυξη του οστού (σχήμα 2.6) μετρήθηκε με μέθοδο που βασίζεται σε απλούς υπολογισμούς επίπεδης γεωμετρίας.

Παρά το μεγάλο ενδιαφέρον και την πλούσια βιβλιογραφία πάνω στα μεταλλικά εμφυτεύματα, δεν έχει μελετηθεί ακόμη η ανάπτυξη ανθρώπινου οστού σε ανακτώμενα δείγματα σε σχέση με τις μηχανικές τους ιδιότητες. Στην παρούσα διπλωματική εργασία γίνεται προσπάθεια για τον προσδιορισμό των μηχανικών ιδιοτήτων του βιοϋλικού του εμφυτεύματος πορώδους τανταλίου και του ιστού που αναπτύσσεται στην επιφάνεια του που έχει αφαιρεθεί από 43χρονη ασθενή.



Σχήμα 2.6 : Ανάπτυξη οστού μέσα στους πόρους του μεταλλικού εμφυτεύματος [51]

2.4 ΟΣΤΟ

2.4.1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Το οστό είναι ένας ζωντανός αναπτυσσόμενος ιστός ο οποίος ανασχηματίζεται με ρυθμό περίπου 10% το χρόνο. Η κύρια δομική πρωτεΐνη του οστού είναι το κολλαγόνο τύπου I το οποίο σχηματίζει ένα πρωτεϊνικό δίκτυο που δημιουργεί το σκελετικό περίγραμμα, προσδίδοντας παράλληλα στο οστό ανθεκτικότητα και ελαστικότητα. Το οστό αποτελείται επίσης από το μεταλλικό σύμπλεγμα του υδροξυαπατίτη, που είναι ένυδρο άλας φωσφορικού ασβεστίου και το οποίο δίνει σκληρότητα στο σκελετικό περίγραμμα. Ο συνδυασμός αυτός του κολλαγόνου με το ασβέστιο προσφέρει στο οστό αφ' ενός μεν στιβαρότητα ούτως ώστε να δέχεται φόρτιση, αφ' ετέρου δε ελαστικότητα για να ανθίσταται στην πίεση χωρίς να σπάει. Πάνω από το 99% του ασβεστίου του σώματος περιέχεται στα οστά και στα δόντια. Το υπόλοιπο 1% βρίσκεται στο αίμα.

Καθ' όλη τη διάρκεια ζωής του ανθρώπου, το οστό υφίσταται συνεχή ανακατασκευή που συνίσταται στην απομάκρυνση-αντικατάσταση (οστική αποδόμηση) του παλιού οστού από νέο (οστικός σχηματισμός). Η ανακατασκευή αυτή συντελείται από ανατομικές μονάδες που ονομάζονται μονάδες οστικής ανακατασκευής οι οποίες αποτελούνται κυρίως από δύο είδη κυττάρων, τους οστεοκλάστες και τους οστεοβλάστες. Κατά τη διάρκεια της αποδόμησης ενεργοποιούνται και δρουν οι οστεοκλάστες οι οποίοι απορροφούν μικρές περιοχές παλιού οστίτη ιστού εκκρίνοντας διάφορα ένζυμα για να διαλύσουν το οργανικό τμήμα του οστού. Το τέλος της αποδόμησης σηματοδοτεί την έναρξη του οστικού σχηματισμού από τους οστεοβλάστες. Τα κύτταρα αυτά εκλύουν διάφορες ουσίες οι οποίες συντελούν στην παραγωγή του οστεοειδούς, δηλαδή του πρωτεϊνικού δικτύου, το οποίο στην συνέχεια επιμεταλλώνεται (ασβεστοποιείται) για να δημιουργηθεί τελικά νέο οστό. Αυτή η διαρκής διαδικασία λαμβάνει χώρα σε μικροσκοπική κλίμακα σε όλο το σώμα. Κατά την παιδική και εφηβική ηλικία ο ρυθμός σχηματισμού νέου οστού είναι γρηγορότερος από τον ρυθμό απομάκρυνσης του παλιού οστού (υπεροχή οστικού σχηματισμού). Αποτέλεσμα αυτού είναι η αύξηση της οστικής μάζας (τα οστά γίνονται μεγαλύτερα, βαρύτερα και πυκνότερα). Η αύξηση αυτή φθάνει την μέγιστη τιμή της περί την ηλικία των 25-30 ετών (κορυφαία οστική μάζα-μέγιστη οστική πυκνότητα και ανθεκτικότητα). Μετά την τιμή αυτή, αρχίζει η βαθμιαία αύξηση του ρυθμού αποδόμησης του οστού σε σχέση με τον ρυθμό οστικού σχηματισμού.

2.4.2 ΣΥΝΘΕΣΗ ΟΣΤΙΤΗ ΙΣΤΟΥ

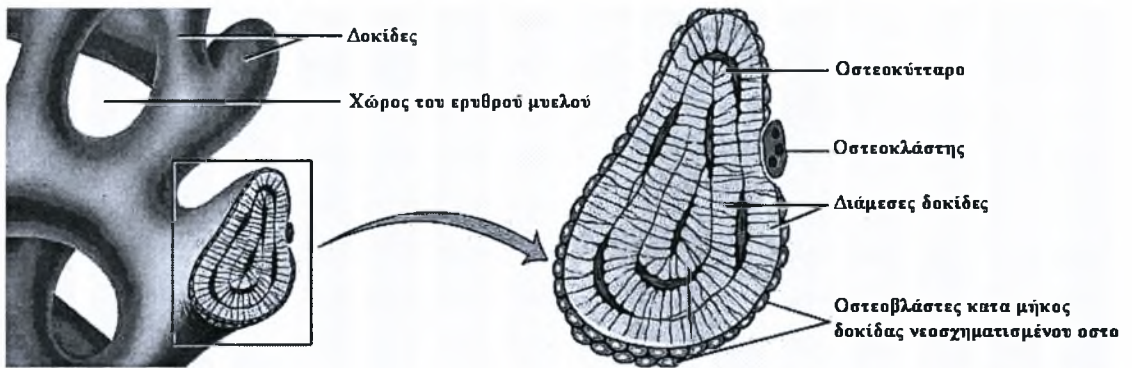
Ο οστίτης ιστός αποτελείται κατά τα 2/3 (65%), περίπου, από ανόργανα άλατα (inorganic component) και το υπόλοιπο 1/3 (35%) του οστίτη ιστού αποτελεί το οργανικό τμήμα του (organic component). Το ανόργανο τμήμα του οστού αποτελείται κυρίως από κρυστάλλους υδροξυαπατίτη $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Το στοιχείο αυτό αρχικά εναποτίθεται πάνω στο οργανικό υπόστρωμα του οστού με την μορφή αλάτων φωσφορικού ασβεστίου που στη συνέχεια μεταβάλλονται σε κρυστάλλους υδροξυαπατίτη. Το φωσφορικό ασβέστιο (CaP) είναι επομένως το κύριο ανόργανο συστατικό του οστού (80-90%), ενώ υπάρχουν σε μικρότερη αναλογία και άλατα ανθρακικού ασβεστίου (CaCO_3) (8-10%), φωσφορικού μαγνησίου (MgP) (1-2%), φθοριούχου (CaF) και χλωριούχου ασβεστίου (CaCl) καθώς και τα αλκαλικά άλατα.

Το νεοσχηματισμένο οστό, όμως, μπορεί να περιέχει πολύ μεγαλύτερη αναλογία οργανικού υποστρώματος. Το ασβέστιο και ο φώσφορος αποτελούν βασικά συστατικά των δοντιών και των οστών. Η αναλογία Ca/P σε υγιή οστά κυμαίνεται από 1,3 έως 2.

2.4.3 ΕΙΔΗ ΟΣΤΙΤΗ ΙΣΤΟΥ

Με βάση την υφή σε εγκάρσιες τομές, ο οστίτης ιστός διακρίνεται σε συμπαγή (compact bone, dense bone, cortical bone) και σε σπογγώδη (sponge bone, trabecular bone, cancellous bone). Ο συμπαγής οστίτης ιστός αποτελεί το κέλυφος πολλών οστών, περιβάλλει τον σπογγώδη και αποτελείται από δευτερογενείς οστεώνες. Από την άλλη πλευρά ο σπογγώδης αποτελείται από ένα δίκτυο οστικών δοκίδων οι οποίες ακολουθούν τη φορά των γραμμών πίεσης (stress) του οστού (σχήμα 2.7).

Με βάση τη διάταξη της θεμέλιας ουσίας και κατ' επέκταση της ωριμότητας του οστού διακρίνεται σε ώριμο, δοκιδωτό ή δευτερογενή οστίτη ιστό (lamellar bone, secondary bone tissue) και σε ανώριμο, πρωτογενή ή δικτυωτό οστίτη ιστό (woven bone, primary



Σχήμα 2.7 : Δομή σπογγώδους οστού [25].

2.4.4 ΙΣΤΟΓΕΝΕΣΗ

Η ιστογένεση του οστίτη ιστού ξεκινά από προϋπάρχοντα μεσεγγυματικό ιστό. Οι τύποι της οστεοποίησης είναι δύο : η ενδομεμβρανώδης και η ενδοχόνδρια. Και στις δύο περιπτώσεις ο οστίτης ιστός που εμφανίζεται αρχικά είναι πρωτογενής ή άωρος. Ο ιστός αυτός είναι προσωρινός και στη συνέχεια αντικαθίσταται από τον οριστικό, δοκιδώδη τύπο οστού, τον δευτερογενή. Με άλλα λόγια, ανεξάρτητα από το μηχανισμό που προηγείται, το οστό που προκύπτει είναι πανομοιότυπο και στις δύο περιπτώσεις.

Η διάκριση μεταξύ των δυο τύπων οστεοποίησης βασίζεται στην ύπαρξη ενός χόνδρινου μοντέλου που παίζει το ρόλο προτύπου για το σχηματισμό του οστού (ενδοχόνδρια οστεοποίηση) ή στο σχηματισμό με απλούστερο τρόπο, χωρίς την παρεμβολή χόνδρινου μοντέλου (ενδομεμβρανώδη οστεοποίηση). Τα οστά των άκρων και τα οστά του αξονικού σκελετού που δέχονται βάρος (π.χ. σπόνδυλοι) αναπτύσσονται με ενδοχόνδρια οστεοποίηση ενώ τα πλατιά οστά του κρανίου και του προσώπου, η κάτω γνάθος και η κλείδα με ενδομεμβρανώδη [2,8,25].

2.4.5 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ ΓΙΑ ΤΟ ΟΣΤΟ

Η σύσταση, η μικροδομή και οι μηχανικές ιδιότητες του ανθρώπινου οστού αποτέλεσαν αντικείμενο πολλών μελετών τα τελευταία χρόνια. Μεταξύ των μελετών αυτών ήταν η διερεύνηση των μηχανικών ιδιοτήτων του σπογγώδους και του φλοιώδους οστού.

Σύμφωνα με πειραματικά αποτελέσματα παλαιότερων μελετών το μέτρο ελαστικότητας του σπογγώδους οστού κυμαίνεται από 0,76 έως 20 GPa (Ryan και Williams, 1989) [26]. Πιο συγκεκριμένα ο Zysset [27] το 1999 υπολόγισε με τη μέθοδο της νανοδιείσδυσης τη σκληρότητα και το μέτρο ελαστικότητας σε ανθρώπινο μηριαίο οστό. Οι μετρήσεις αυτές αναφέρονται σε τέσσερις άνδρες και τέσσερις γυναίκες από 53 έως 93 ετών. Για το δοκιδωτό οστό της κεφαλής του μηριαίου οστού το μέτρο ελαστικότητας υπολογίστηκε $11,4 \pm 5,6$ GPa σε αντίθεση με το συμπαγές φλοιώδες οστό που το μέτρο ελαστικότητας μετρήθηκε $15,8 \pm 5,3$ GPa. Η σκληρότητα προσδιορίστηκε 0,234 έως 0,760 GPa. Επίσης, για 74χρονη γυναίκα το μέτρο ελαστικότητας του δοκιδωτού οστού μετρήθηκε $6,9 \pm 4,3$ GPa από τον Zysset (1999). Ο Yae-Young Rho [28] το 1997 μελέτησε σπόνδυλο από άνδρες 57 και 61 ετών. Το μέσο μέτρο ελαστικότητας στο δοκιδωτό οστό του σπονδύλου προσδιορίστηκε 13,4 GPa και η σκληρότητα 468 MPa. Πιο πρόσφατα (2001), ο Hengsberger [29] μετρήσε τις μηχανικές ιδιότητες του σπογγώδους οστού με τεχνική συνδυασμού μικροσκοπίας ατομικής δύναμης (AFM) και νανοδιείσδυσης. Το μέτρο ελαστικότητας προσδιορίστηκε $22,5 \pm 3,1$ GPa και η σκληρότητα $1,1 \pm 0,17$ GPa.

Επίσης, σε μια πρόσφατη μελέτη ο J. Weaver [33] (2010) διερεύνησε τον τρόπο που επιδρά το φύλο, η ηλικία και η κατεύθυνση των ινών κολλαγόνου στη μικροσκληρότητα του οστού [26-34].

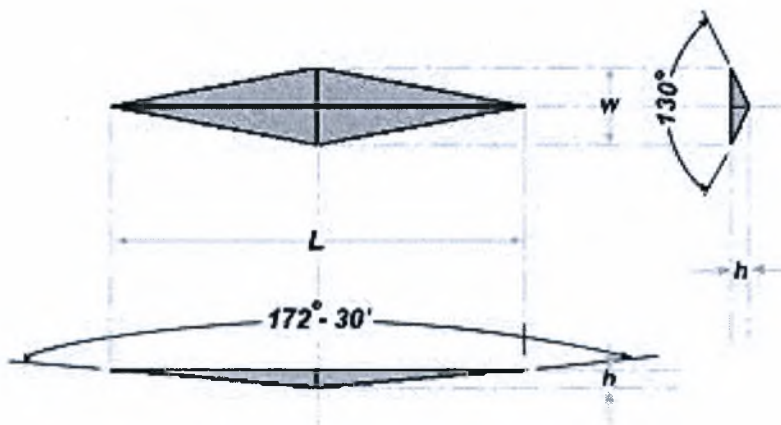
2.5 ΜΕΤΡΗΣΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ

Ο προσδιορισμός των διαφόρων μηχανικών ιδιοτήτων των υλικών απαιτεί την εφαρμογή εξειδικευμένων μεθόδων, οι οποίες θα σχολιαστούν στο παρόν κεφάλαιο. Πιο συγκεκριμένα θα περιγραφούν η μέθοδος σκληρομέτρησης Κνοορ καθώς επίσης και η μέθοδος νανοδιείσδυσης για τον προσδιορισμό της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας.

2.5.1 ΜΕΘΟΔΟΣ ΜΕΤΡΗΣΗΣ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ

Σκληρομέτρηση Κνοορ

Πρόκειται για μια στατική μέθοδο σκληρομέτρησης σύμφωνα με την οποία η διείσδυση γίνεται με εφαρμογή μικρών φορτίων από 10gr έως 1Kgr με έναν πυραμοειδούς μορφής διεισδυτή ο οποίος ονομάζεται διεισδυτής Κνοορ (σχήμα 2.8).



Σχήμα 2.8 : Γεωμετρία διεισδυτή Κνοορ.

Το μικροσκόπιο που θα χρησιμοποιηθεί για τη μέτρηση θα πρέπει να έχει τουλάχιστον μεγέθυνση X500 και ακρίβεια μέτρησης $\pm 0,5\mu\text{m}$ προκειμένου να είναι ορατό το αποτύπωμα (σχήμα 2.9).



Σχήμα 2.9 : Αποτύπωμα σκληρομέτρησης Κνοορ.

Ο μαθηματικός τύπος που δίνει τη σκληρότητα είναι :

$$HK = \frac{1450 \times F \cdot 10^3}{D^2} \quad (2.1)$$

όπου HK : αριθμός σκληρότητας Κνοορ

F : φορτίο σε N

D : μήκος της μεγαλύτερης διαγωνίου σε μm

Η μέτρηση σκληρότητας κατά Κνοορ έχει, για παράδειγμα, την εξής μορφή 200HK 500/15 όπου ερμηνεύεται ως σκληρότητα 200 Κνοορ με εφαρμογή φορτίου 500gr για χρόνο 15 δευτερολέπτων.

Η μικροσκληρομέτρηση χρησιμοποιείται σε περιπτώσεις όπου πρέπει να μελετηθεί η συμπεριφορά επικαλυμμένων επιφανειών. Επίσης χρησιμοποιείται σε περιπτώσεις όπου πρέπει να μελετηθούν παράγοντες που μετέβαλαν απότομα τη σκληρότητα ενός υλικού όπως για παράδειγμα η επιφανειακή βαφή. Ακόμα η μέθοδος Κνοορ επιτρέπει τη σκληρομέτρηση εύθραυστων υλικών όπως κεραμικά, υάλινα.

Απαραίτητη προϋπόθεση για την εφαρμογή της μεθόδου είναι το δοκίμιο να έχει υποστεί μια πάρα πολύ καλή προετοιμασία λείανσης [35].

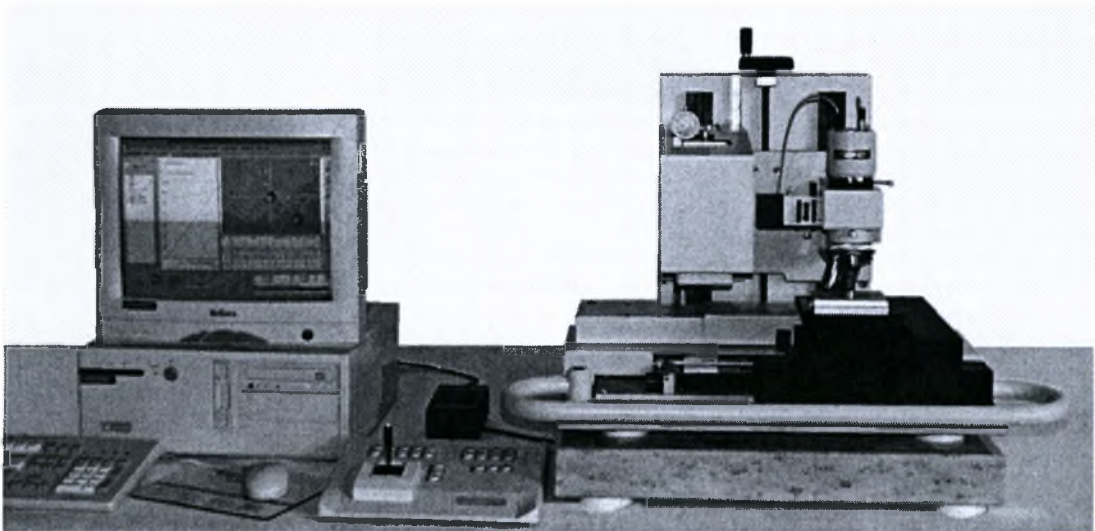
2.5.2 ΜΕΘΟΔΟΣ ΝΑΝΟΔΙΕΙΣΔΥΣΗΣ

Ο ακριβής προσδιορισμός της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας υλικών πάχους μερικών μικρομέτρων, διεξάγεται μέσω νανοδιεισδύσεων και αναλυτικής αξιολόγησης των σχετικών αποτελεσμάτων.

2.5.2.1 Διαδικασία νανοδιείσδυσης

Στις νανοδιεισδύσεις χρησιμοποιούνται μικρά φορτία και ακίδες, προκειμένου η περιοχή διείσδυσης να είναι μόνο λίγα τετραγωνικά μικρόμετρα ή ακόμη και νανόμετρα. Κατά τη διάρκεια της διείσδυσης του οργάνου, καταγράφονται συνεχώς η δύναμη και το προκύπτον βάθος, τόσο κατά τη διείσδυση του εισβολέα, όσο και κατά την έξοδό του από την εξεταζόμενη επιφάνεια. Το μέγιστο και το εναπομένον βάθος διείσδυσης είναι δύο μεγέθη, που χαρακτηρίζουν τη σκληρότητα και την ολκιμότητα αντίστοιχα, του υλικού. Η τάξη μεγέθους του βάθους διείσδυσης είναι των νανομέτρων (nm) ενώ της δύναμης των χιλιοστών του Newton (mN).

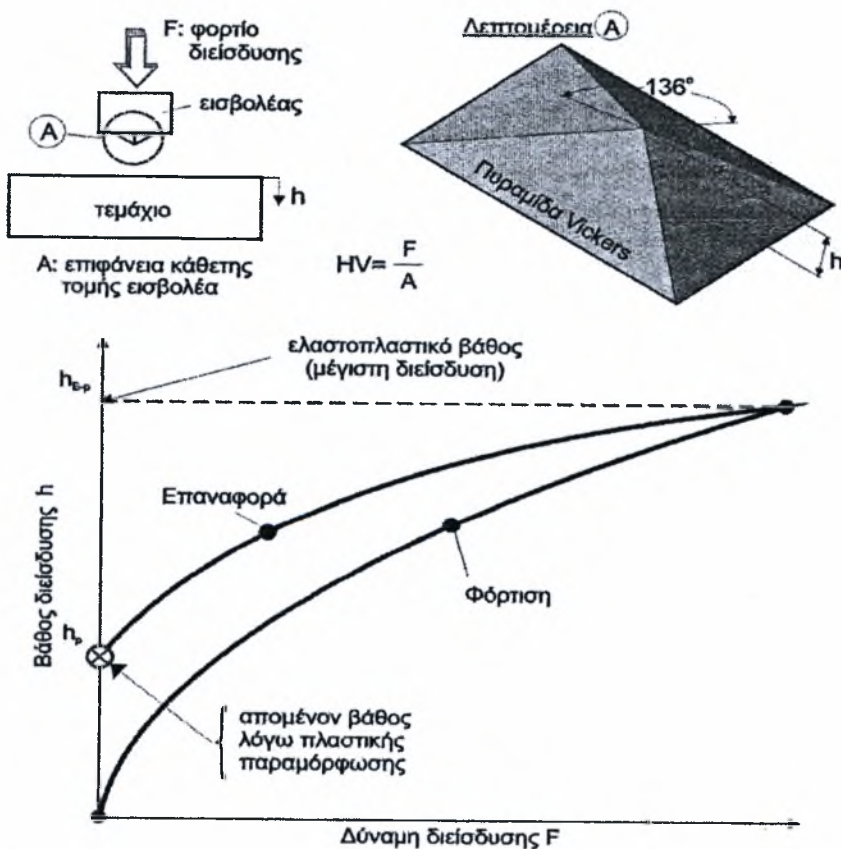
Τυπική συσκευή νανοδιείσδυσης είναι το σκληρόμετρο FISCHERSCOPE H100 και παρουσιάζεται στο σχήμα 2.10. Η συσκευή δέχεται αδαμάντινους εισβολείς τύπου Berkovick & Vickers ή μεταλλική σφαίρα διαμέτρου 0.5-2 mm. Η συσκευή είναι πλήρως αυτοματοποιημένη μέσω του ειδικού λογισμικού WIN-HCU. Η τράπεζα εργασίας μπορεί να μετακινηθεί σε περιοχή 50x50mm, ενώ η καθοδήγηση της γίνεται είτε μέσω υπολογιστή είτε με ειδικό χειριστήριο. Η ακρίβεια στην κατεύθυνση XY είναι τα τάξης των 10 μm. Το εφαρμοζόμενο φορτίο μπορεί να ποικίλει από 1 μέχρι 1000 mN με διακριτοποίηση 0.1 mN.



Σχήμα 2.10 : Νανοσκληρόμετρο FISCHERSCOPE H100 [36].

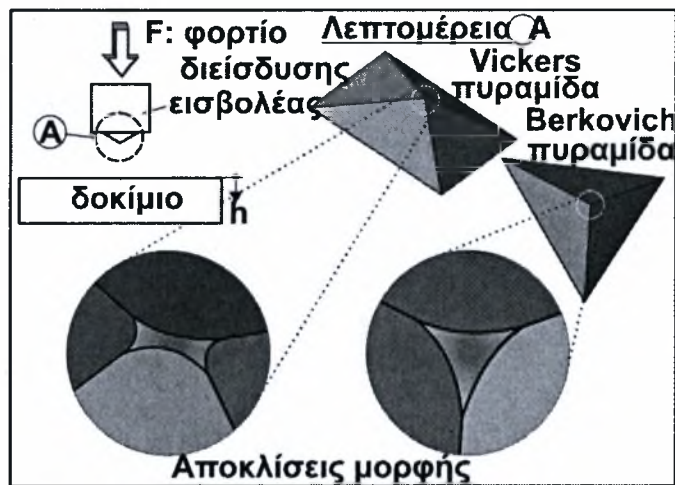
Ορισμένες από τις δυνατότητες της συσκευής είναι η εύρεση της Γενικευμένης Σκληρότητας (Universal Hardness HU), η οποία δύναται να μετατραπεί σε σκληρότητα Vickers σύμφωνα με τη διαδικασία που προδιαγράφεται από το DIN 50359, και η απευθείας μέτρηση της σκληρότητας Vickers με βάση το DIN 50153.

Στο σχήμα 2.11 παρουσιάζεται ένα σκαρίφημα της δοκιμασίας καθώς και ο διεισδυτής Vickers. Η μέτρηση αποτελείται από δύο στάδια, το στάδιο της φόρτισης και της αποφόρτισης. Κατά τη διάρκεια της φόρτισης εφαρμόζεται σταδιακά δύναμη στον αδαμάντινο εισβολέα και καθώς αυτός διεισδύει στο εξεταζόμενο τεμάχιο γίνεται καταγραφή της μέτρησης του βάθους. Κατά την αποφόρτιση, παραμένει ένα εναπομένον βάθος h_p , λόγω πλαστικής παραμόρφωσης, που εξαρτάται από τις ιδιότητες του υλικού, το μέγεθος της εφαρμοζόμενης δύναμης και τη γεωμετρία του διεισδυτή. Στο κάτω μέρος του σχήματος 2.11 παρουσιάζεται μια τυπική καμπύλη φόρτισης-αποφόρτισης, όπως προκύπτει από τη διαδικασία της νανοσκληρομέτρησης.



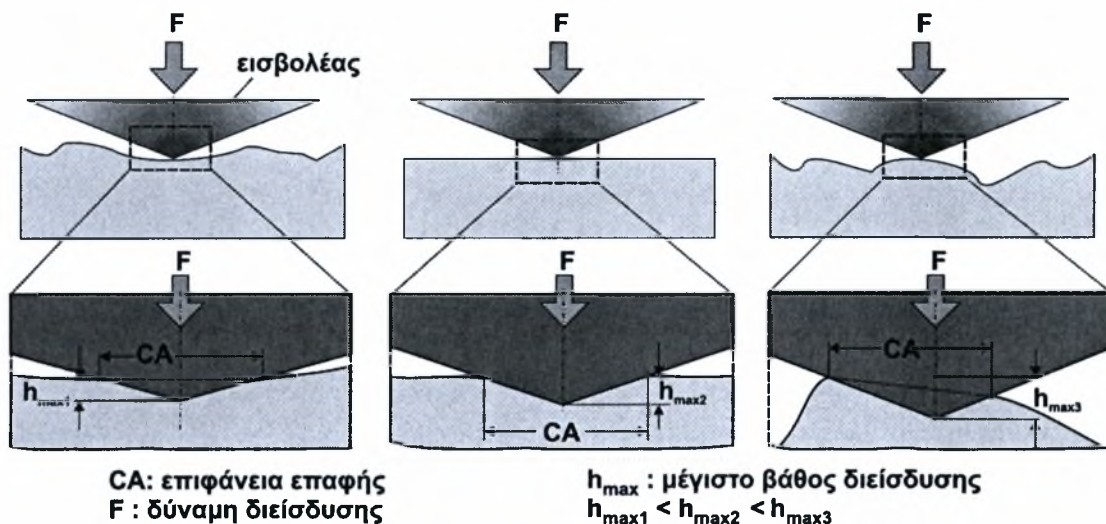
Σχήμα 2.11 : Πάνω αριστερά : Σκαρίφημα δοκιμασίας νανοδιείσδυσης. Πάνω δεξιά : Διεισδυτής Vickers. Κάτω : Τυπικό διάγραμμα αποτελεσμάτων νανοσκληρομέτρησης [37].

Για τη σωστή αξιολόγηση των αποτελεσμάτων ιδιαίτερη σημασία έχει η γνώση της ακριβούς γεωμετρίας της αιχμής του διεισδυτή διότι μια μικρή απόκλιση από την ιδανική γεωμετρία οδηγεί σε μεγάλα σφάλματα κατά την εκτίμηση των μηχανικών ιδιοτήτων. Για το λόγο αυτό οι κατασκευαστές έχουν δημιουργήσει κατάλληλες διαδικασίες βαθμονόμησης ώστε να λαμβάνεται υπόψη η απόκλιση της πραγματικής μορφής του διεισδυτή από την ιδανική. Με τη βοήθεια ενός αλγορίθμου, που βασίζεται στη μέθοδο των πεπερασμένων στοιχείων, προσεγγίζεται με ακρίβεια η πραγματική γεωμετρία των διεισδυτών, οδηγώντας έτσι στην εξαγωγή των πραγματικών ελαστοπλαστικών ιδιοτήτων των εξεταζόμενων υλικών. Στο σχήμα 2.12 παρουσιάζονται χαρακτηριστικές μορφές αποκλίσεων αιχμών εισβολέων.



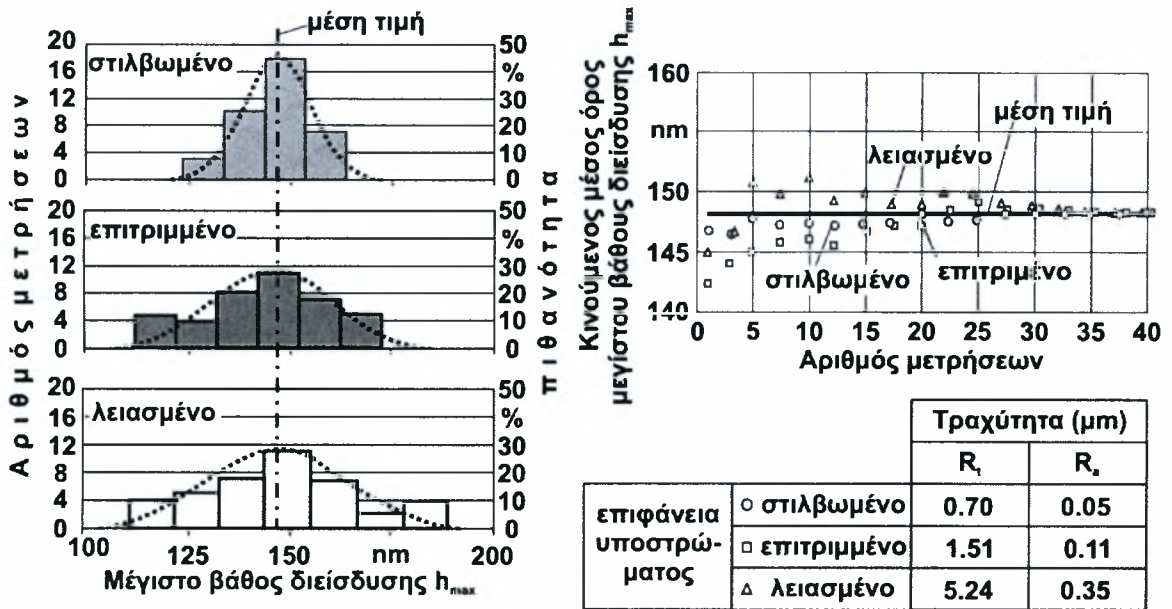
Σχήμα 2.12 : Χαρακτηριστικές μορφές αποκλίσεων αιχμών εισβολέων [37].

Κατά τις δοκιμές νανοδιεισδύσεων, δίδεται ιδιαίτερη προσοχή στην τραχύτητα των εξεταζόμενων επιφανειών. Όπως φαίνεται στο σχήμα 2.13, επαφή του εισβολέα με κοίλες επιφανειακές διαμορφώσεις λόγω τραχύτητας, οδηγούν σε μικρότερο βάθος διείσδυσης για την ίδια δύναμη διείσδυσης F και οριζόντια επιφάνεια CA , σε σχέση με την περίπτωση μιας χωρίς τραχύτητες επιφανείας. Από την άλλη πλευρά, επαφή του εισβολέα με κυρτά διαμορφωμένες τραχύτητες, επιτρέπει τη διείσδυσή του σε μεγαλύτερο βάθος για την ίδια δύναμη F , μέχρι την επίτευξη της ίδιας οριζόντιας επιφανείας επαφής CA . Και στις τρεις εξεταζόμενες περιπτώσεις, η διείσδυση του εισβολέα τερματίζεται, όταν η επιφανειακή πίεση, δηλαδή ο λόγος F/CA αποκτήσει την ίδια τιμή. Με αυτόν τον τρόπο, για το ίδιο υλικό και δύναμη του εισβολέα, λόγω επιφανειακών τραχυτήτων, καταγράφονται διαφορετικά βάθη διείσδυσης, γεγονός που περιορίζει την αξιοπιστία των μετρήσεων.



Σχήμα 2.13 : Τυπικές μορφές επιφανειακής τραχύτητας δοκιμών με διαφορετικές μεταλλογραφικές προετοιμασίες [37].

Για την αντιμετώπιση του προβλήματος αυτού είναι απαραίτητος ένας μεγάλος αριθμός μετρήσεων. Όπως είναι εμφανές στο σχήμα 2.14, οι διαφορετικές τραχύτητες επιφανειών προκαλούν διασπορά των αποτελεσμάτων του μέγιστου βάθους διείσδυσης h_{\max} . Οι σχετικές κατανομές είναι της μορφής καμπύλης Gauss, αυξανόμενου πλάτους με τη μεγέθυνση της επιφανειακής τραχύτητας, με σταθερή όμως μέση τιμή. Μετά από ορισμένο αριθμό μετρήσεων, διαφορετικού μεγέθους ανά περίπτωση επιφανειακής τραχύτητας, σταθεροποιείται ο κινούμενος μέσος όρος των μετρήσεων, που αντιστοιχεί σε ιδανικά επίπεδη επιφάνεια. Για το λόγο αυτό και για τον περιορισμό της επίδρασης της ποιότητας της εξεταζόμενης επιφάνειας, επί των αποτελεσμάτων της νανοδιείσδυσης, διεξάγονται μετρήσεις, μέχρι την σταθεροποίηση του μέσου όρου τους. Συνήθως ο αριθμός των μετρήσεων ανέρχεται στις 60 για την εξαγωγή ακριβών αποτελεσμάτων.



R_a: μέσος όρος των αποστάσεων μεταξύ κοιλάδων-κορυφών του προφίλ
 R_z: αριθμητική μέση τιμή της απόστασης των κορυφών από την μέση γραμμή

Σχήμα 2.14 : Τραχύτητα τριών δοκιμίων με διαφορετικές επεξεργασίες επιφάνειας [37].

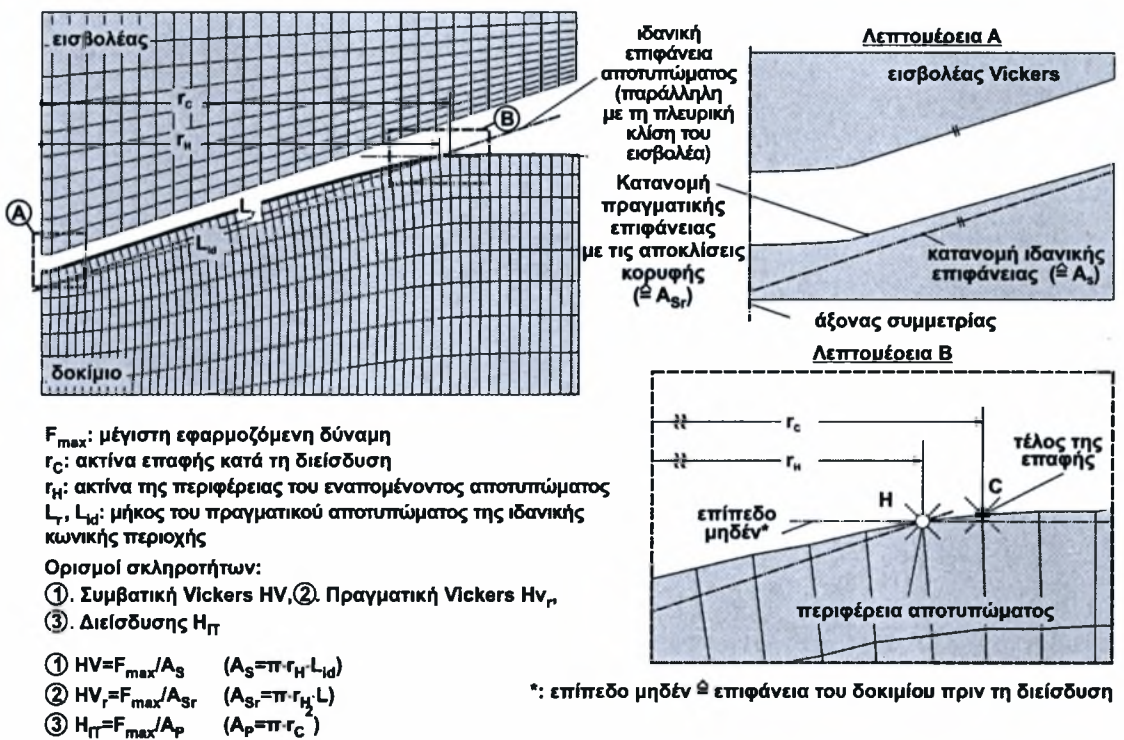
2.5.2.2 Πειραματικός και αναλυτικός προσδιορισμός σκληρότητας Νανοδιείσδυσης (Nanoindentation)

Σε μια τυπική δοκιμασία νανοδιείσδυσης, μια σκληρή ακίδα της οποίας οι μηχανικές ιδιότητες είναι γνωστές πιέζεται σε ένα δείγμα των οποίων οι ιδιότητες είναι άγνωστες. Το φορτίο που εφαρμόζεται στην ακίδα του διεισδυτή αυξάνεται καθώς η ακίδα διεισδύει περαιτέρω στο δείγμα και σύντομα φθάνει σε μία τιμή που ορίζεται από το χρήστη. Σε αυτό το σημείο, το φορτίο μπορεί να είναι σταθερό για χρονικό διάστημα ή να αφαιρεθεί. Μετράται η περιοχή της παραμένουσας διείσδυσης στο δοκίμιο και η σκληρότητα, H , ορίζεται ως το μέγιστο φορτίο, P_{max} , διαιρεμένο με την επιφάνεια διείσδυσης, A_r ,

$$H = \frac{P_{max}}{A_r} \quad (2.2)$$

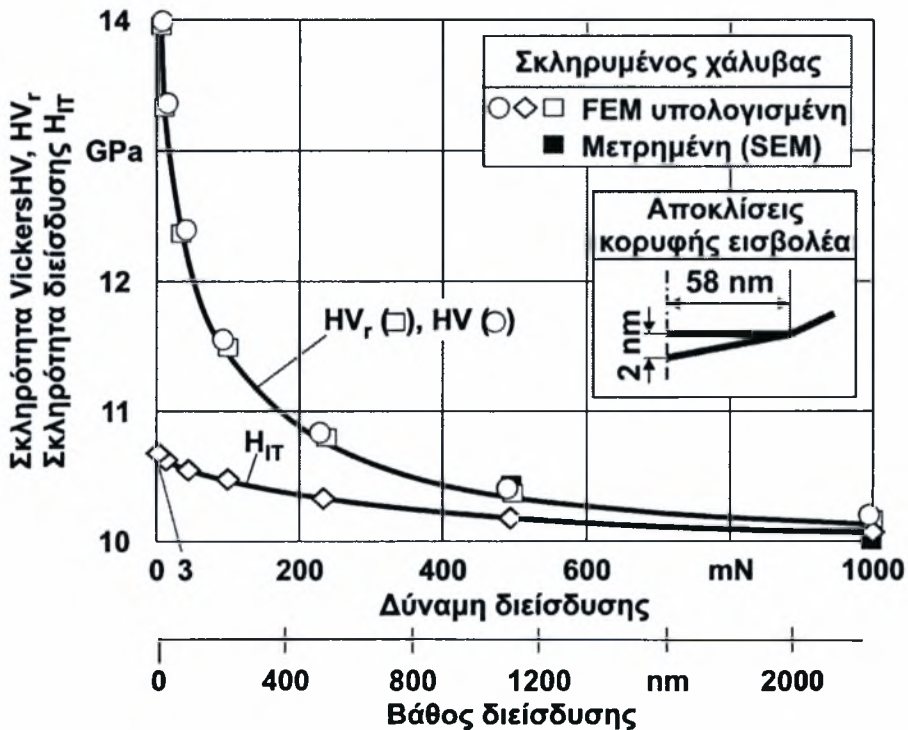
Στις πιο πολλές τεχνικές, η προβαλλόμενη περιοχή μπορεί να μετρηθεί άμεσα, χρησιμοποιώντας οπτικό μικροσκόπιο.

Στο σχήμα 2.15 παρουσιάζονται, οι κυρίως χρησιμοποιούμενες μέθοδοι χαρακτηρισμού της σκληρότητας. Η σκληρότητα που προσδιορίζεται με χρησιμοποίηση αδαμαντινών εισβολέων γεωμετρίας τετραγωνικής πυραμίδας Vickers, διακρίνεται στη συμβατική σκληρότητα HV και στην πραγματική HV_r. Όπως φαίνεται στο σχήμα, σαν συμβατική σκληρότητα Vickers HV ορίζεται ο λόγος της μέγιστης δύναμης διείσδυσης προς την ιδανική ισοδύναμη κωνική επιφάνεια επαφής του εισβολέα, δηλ. χωρίς να λαμβάνονται υπόψη και οι αποκλίσεις της κορυφής του εισβολέα. Κατά τον υπολογισμό της πραγματικής σκληρότητας HV_r, λαμβάνονται υπόψη οι αποκλίσεις της κορυφής από την ιδανική κωνική επιφάνεια, όπως γίνεται αντιληπτό στο εξεταζόμενο σχήμα. Τέλος σαν σκληρότητα διείσδυσης H_{IT} (Indentation Hardness) ορίζεται ο λόγος της μέγιστης δύναμης, προς την οριζόντια κυκλική ακτίνα.



Σχήμα 2.15 : Ορισμοί σκληροτήτων και υπολογισμός μεγεθών προσδιορισμού τους μέσω FEM προσομοίωσης [37].

Λόγω του μικρού μεγέθους του αποτυπώματος, οι σχετικές τιμές σκληρότητας, εξαρτώνται από το βάθος διείσδυσης (size effects). Αυτό εξηγείται μέσω της πιο έντονης, παραμόρφωσης μικρότερου όγκου υλικού κατά την ελάττωση της δύναμης διείσδυσης. Με αυτό τον τρόπο καταγράφεται μια αύξηση της σκληρότητας. Το γεγονός αυτό, οδήγησε στην εξέλιξη πλήθους εμπειρικών σχέσεων για την περιγραφή της αύξησης της σκληρότητας, σε βάθη διείσδυσης της τάξεως μεγέθους νανομέτρων. Οι τιμές αυτές, λόγω της εξάρτησής τους από το βάθος διείσδυσης, πρέπει να συνοδεύονται από την εφαρμοσθείσα κατά τις μετρήσεις δύναμη διείσδυσης. Στα παρουσιασθέντα στο σχήμα 2.16 αποτελέσματα, οι αποκλίσεις της γεωμετρίας της κορυφής του εισβολέα δεν επηρεάζουν την ακρίβεια των μετρήσεων, λόγω του μικρού βάθους t της σχετικής επιφανείας με τις αποκλίσεις από την ιδεατή γεωμετρία της κορυφής της πυραμίδας. Για το λόγο αυτό, οι τιμές της συμβατικής σκληρότητας Vickers HV και της πραγματικής HV_r πρακτικά ταυτίζονται [36-38].



Σχήμα 2.16 : Κατανομή της σκληρότητας Vickers (συμβατικής, πραγματικής) και της σκληρότητας διείσδυσης σε σχέση με το φορτίο και το βάθος διείσδυσης [37].

2.5.3 ΑΝΑΛΥΤΙΚΟΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ ΚΑΙ ΤΟΥ ΜΕΤΡΟΥ ΕΛΑΣΤΙΚΟΤΗΤΑΣ

2.5.3.1 Αναλυτικός προσδιορισμός σκληρότητας

Με τη βοήθεια της καμπύλης φόρτισης - βάρους διείδυσης κάποιου δείγματος μπορεί να πραγματοποιηθεί ο προσδιορισμός των μηχανικών ιδιοτήτων του υλικού. Η σκληρότητα μπορεί να προσδιοριστεί υπό τη δοκιμή φόρτισης και μετά την αποφόρτιση.

- I. Σκληρότητα υπό δοκιμή φόρτισης - Γενική σκληρότητα (Universal Hardness / Martens Hardness)

Από το πηλίκο της φόρτισης διείδυσης F προς την επιφάνεια αποτυπώματος που παράγεται υπό αυτήν την φόρτιση προσδιορίζεται η γενική σκληρότητα. Η σκληρότητα υπό το φορτίο διείδυσης περιλαμβάνει και πλαστικές και ελαστικές παραμορφώσεις και καθορίζεται από τις μετρήσεις της καμπύλης φόρτισης – βάρους διείδυσης κατά τη διάρκεια της φόρτισης, κατά προτίμηση αφού φτάσει σε μία καθορισμένη τιμή φόρτισης.

Ο ορισμός της σκληρότητας υπό δοκιμή φόρτισης προσδιορίζεται με δύο τρόπους.

A) Η σκληρότητα προσδιορίζεται από το φορτίο και την αντίστοιχη επιφάνεια που δημιουργεί με την εφαρμογή της σχέσης :

$$HU = \frac{\text{Φορτίο διείδυσης}}{\text{Επιφάνεια αποτυπώματος}} = \frac{F}{A(h)} \quad (2.3)$$

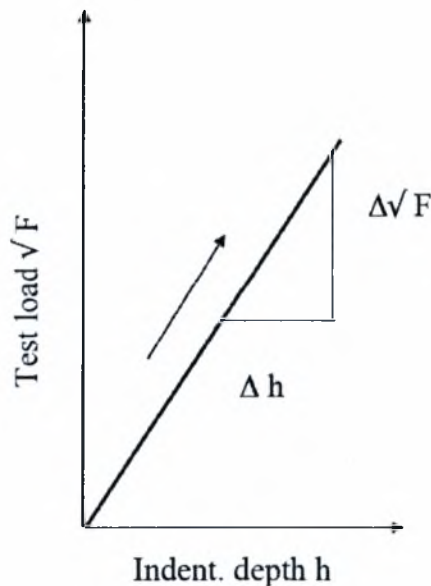
με $\frac{A(h)}{h^2} = 26,43$ για διείδυτη *Vickers* και
 $\frac{A(h)}{h^2} = 26,44$ για διείδυτη *Berkovich*

B) Η σκληρότητα προσδιορίζεται από την κλίση της καμπύλης βάθους διείδυσης – τετραγωνικής ρίζας φόρτισης. Η σχέση που χρησιμοποιείται είναι η παρακάτω :

$$HU = \frac{1}{m^2 A(h)/h^2} \quad (2.4)$$

με $A(h)/h^2 = 26,43$ για διείδυτη *Vickers* και
 $A(h)/h^2 = 26,44$ για διείδυτη *Berkovich*

Για τα ομογενή υλικά (στην επιφάνεια η ανομοιογένεια είναι μικρή σε σχέση με το βάθος διείδυσης), η εξίσωση της καμπύλης βάθους διείδυσης-τετραγωνικής ρίζας φόρτισης είναι $h = m\sqrt{F}$. Για τον προσδιορισμό της κλίσης της καμπύλης m είναι απαραίτητη η δημιουργία του διαγράμματος στο σχήμα 2.20. Συνήθως οι τιμές οι οποίες λαμβάνονται για τον προσδιορισμό του m είναι στο εύρος 40% F_{max} έως 90% F_{max} .



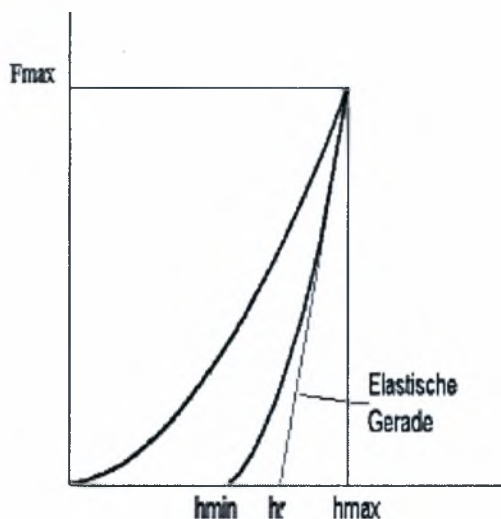
Σχήμα 2.20 : Διάγραμμα βάθους διείδυσης – τετραγωνικής ρίζας φόρτισης [38].

Η κλίση επίσης μπορεί να ληφθεί από το κάθε σημείο μέτρησης, έτσι ώστε οι καθορισμένες τιμές σκληρότητας να μπορούν να παρουσιαστούν ως συνάρτηση του βάθους διείσδυσης. Αυτός ο τύπος παρουσίασης βρίσκει εφαρμογή σε περιπτώσεις χαρακτηρισμού επικαλύψεων ή σκληρυμένων επιφανειών, ή για την ανίχνευση ανομοιογενειών στην κατεύθυνση του βάθους. Αυτή η μέθοδος υπολογισμού έχει το πλεονέκτημα ότι η σκληρότητα υπό φορτίο δεν επηρεάζεται από την τραχύτητα της επιφάνειας.

II. Σκληρότητα μετά την αποφόρτιση

Ακόμα μία τιμή σκληρότητας μπορεί να προσδιοριστεί από την καμπύλη φορτίου- βάθους διείσδυσης που βασίζεται στο μόνιμο αποτύπωμα μετά την αποφόρτιση, παρόμοια με την κλασσική στατική μέθοδο μέτρησης σκληρότητας. Κατά τη χρήση των Προτύπων για τη δοκιμή μεταλλικών υλικών, πρέπει πάντα να σημειώνεται ότι οι ορισμοί για τη σκληρότητα μετά την αποφόρτιση [πλαστική σκληρότητα (plastic hardness) / σκληρότητα διείσδυσης (indentation hardness)] είναι διαφορετικοί και επομένως, οδηγούν σε διαφορετικές τιμές σκληρότητας.

Το βάθος του αποτυπώματος αφού έχει επανέλθει το υλικό μετά την αποφόρτιση h_r , χρησιμοποιείται για τον υπολογισμό αυτής της σκληρότητας. Υποτίθεται ότι εμφανίζεται ελαστική επαναφορά. Για τον προσδιορισμό του h_r , σχεδιάζεται μια εφαπτόμενη στο ανώτερο γραμμικό μέρος της καμπύλης κατά το στάδιο της αποφόρτισης. Το σημείο τομής της εφαπτομένης με τον άξονα του βάθους διείσδυσης είναι το βάθος h_r , όπως φαίνεται και στο διάγραμμα του σχήματος 2.21.



Σχήμα 2.21 : Διάγραμμα βάθους – δύναμης διείδυσης για τον προσδιορισμό του εναπομένοντος βάθους [38].

Η σκληρότητα διείδυσης και η πλαστική σκληρότητα βασίζονται στην αποτίμηση του μόνιμου αποτυπώματος και αναμένεται συσχετισμός με τη σκληρότητα Vickers HV. Έχει διαπιστωθεί ότι η σκληρότητα που έχει προσδιοριστεί από το h_r του μόνιμου αποτυπώματος είναι μεγαλύτερη από τη σκληρότητα που υπολογίστηκε από τη μόνιμη διαγώνιο, δηλαδή ισχύει ότι $HV < HU_{plast}$. Η μετατροπή πρέπει να χρησιμοποιηθεί μόνο ως εκτίμηση και όχι να αντικαταστήσει την πραγματική τιμή της σκληρότητας Vickers.

Κατά το συσχετισμό της σκληρότητας διείδυσης H_{IT} με τη σκληρότητα Vickers, πρέπει επίσης να σημειωθεί ότι η σκληρότητα διείδυσης αναφέρεται στην προβαλλόμενη επιφάνεια επαφής του διεισδυτή. Ο ακόλουθος τύπος ισχύει για έναν ιδανικό διεισδυτή Vickers :

$$A_s = 1.08 \times A_p \quad \text{και} \quad HV = 0.0925 \times H_{IT} \quad (2.5)$$

Όπου A_s η επιφάνεια του αποτυπώματος και A_p προβαλλόμενη επιφάνεια επαφής.

Για την πλαστική σκληρότητα (plastic hardness) ισχύει :

$$HU_{plast} = \frac{F_{max}}{A(h_r)} \quad (2.6)$$

Όπου F_{\max} η μέγιστη φόρτιση διείσδυσης και $A(h_r)$ η επιφάνεια αποτυπώματος μετά την ελαστική επαναφορά.

Και αντίστοιχα η σκληρότητα διείσδυσης προσδιορίζεται από τη σχέση :

$$H_{IT} = \frac{F_{\max}}{A_p} \quad (2.7)$$

Όπου A_p η προβαλλόμενη επιφάνεια επαφής ανάμεσα στο διεισδυτή και το δείγμα, λαμβάνοντας υπόψη την πραγματική μορφή του διεισδυτή [38].

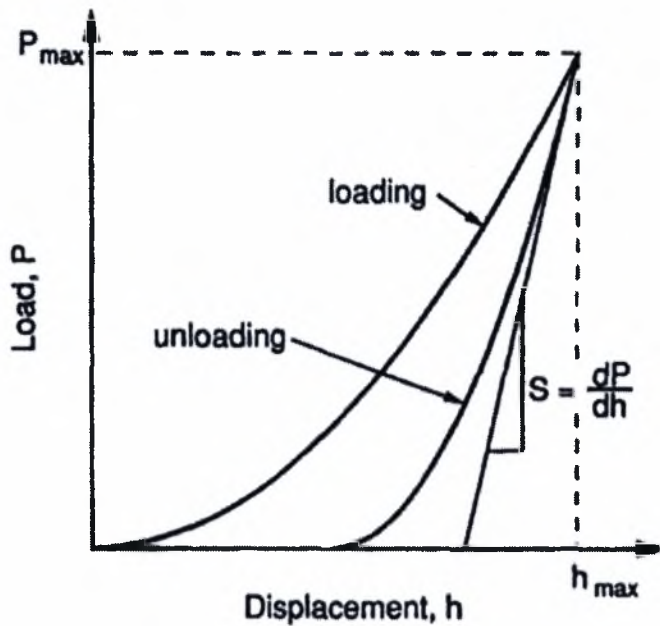
2.5.3.2 Αναλυτικός προσδιορισμός μέτρου ελαστικότητας

Το μέτρο ελαστικότητας μπορεί να προσδιοριστεί είτε άμεσα με τη μέθοδο της νανοδιείσδυσης που περιγράφηκε στην προηγούμενη παράγραφο με τη χρήση διεισδυτή Berkovich, είτε με αναλυτικό τρόπο. Η μέθοδος του αναλυτικού προσδιορισμού του μέτρου ελαστικότητας με χρήση δεδομένων δοκιμής νανοδιείσδυσης παρουσιάζεται παρακάτω.

Η κλίση της καμπύλης dP / dh , κατά την αποφόρτιση είναι ενδεικτική της δυσκαμψίας του υλικού. Το πρώτο βήμα στη διαδικασία της ανάλυσης είναι ο προσδιορισμός της δυσκαμψίας S , μια μονάδα αντίστασης του υλικού στην ελαστική παραμόρφωση. Όπως φαίνεται στο διάγραμμα του σχήματος 2.22 της τυπικής καμπύλης φόρτισης-μετατόπισης, η δυσκαμψία προσδιορίζεται πειραματικά ως η κλίση του ανώτερου σημείου στην καμπύλη αποφόρτισης, ανάμεσα στο 40% και 95% της μέγιστης φόρτισης.

Το μέτρο ελαστικότητας συνδέεται με τη δυσκαμψία με τη σχέση :

$$S(h_{\max}) = \frac{dP}{dh}(h_{\max}) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta \cdot E_r \sqrt{A_c(h_{\max})} \quad (2.8)$$



Σχήμα 2.22 : Τυπική καμπύλη φόρτισης – μετατόπισης κατά τα στάδια φόρτισης και αποφόρτισης. Ορισμός δυσκαμψίας [28].

Η εφαρμογή αυτής της επίλυσης κατά τη διαδικασία αποφόρτισης της νανοδιείσδυσης με διεισδυτή Berkovich προτάθηκε από τους Oliver και Pharr (1992).

Το E_r εξαρτάται από την παραμόρφωση του υλικού και την παραμόρφωση της διαμαντένιας ακίδας του διεισδυτή και ορίζεται :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_{specimen}^2}{E_{specimen}} + \frac{1 - \nu_{tip}^2}{E_{tip}} \quad (2.9)$$

Όπου E το μέτρο ελαστικότητας και ν ο λόγος Poisson. Οι ιδιότητες του υλικού της διαμαντένιας ακίδας είναι $\nu_{tip}=0.07$ και $E_{tip}=1140\text{GPa}$. Ο συντελεστής β είναι μία σταθερά που εξαρτάται από τη γεωμετρία του διεισδυτή. Για τον διεισδυτή Berkovich, $\beta=1.034$. Αυτή η σχέση ισχύει κατά την υπόθεση ότι το υλικό είναι ομογενές και ισότροπο όσον αφορά τις ελαστικές του ιδιότητες.

Το μέτρο ελαστικότητας διείσδυσης ορίζεται από :

$$E_{ind} = \frac{E_{specimen}}{1 - \nu_{specimen}^2} \quad (2.10)$$

Αυτή η μεταβλητή περιέχει μέτρο ελαστικότητας και λόγο Poisson. Συχνά, γίνεται μια θεώρηση για το λόγο Poisson του υλικού που εξετάζεται, αλλά προτιμάται να αναφέρεται το μέτρο ελαστικότητας του διεισδυτή για την αποφυγή αυτής της θεώρησης [28,38].

2.5.4 ΤΕΧΝΙΚΕΣ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΥ ΜΕΤΡΟΥ ΕΛΑΣΤΙΚΟΤΗΤΑΣ

Δύο τεχνικές διείσδυσης έχουν αναπτυχθεί για τη μέτρηση του λόγου σκληρότητας προς μέτρο ελαστικότητας. Ο πρώτος αναπτύχθηκε από τους Lawn και Howes (1981), οι οποίοι απέδειξαν ότι ο λόγος H/E σχετίζεται με την ελαστική επαναφορά του βάθους διεισδύσεων Vickers. Η δεύτερη τεχνική, που αναπτύχθηκε από τον Marshall (1982), συσχέτισε το λόγο H/E με τη διάσταση της μικρής διαγωνίου του εναπομένου αποτυπώματος από διείσδυση Knoop. Και οι δύο τεχνικές δείχνουν να δίνουν ακριβείς προβλέψεις του λόγου H/E μέσω των αποτελεσμάτων των πειραμάτων διείσδυσης που διεξήχθησαν σε επιλεγμένα υλικά. Τέλος, Ο Conway (1986) εφάρμοσε τη μεθοδολογία των Lawn και Howes στη διείσδυση Knoop και προσέγγισε το μοντέλο του Marshall. Το μοντέλο βασίζεται στην ελαστοπλαστική φόρτιση και στην ελαστική αποφόρτιση ή επαναφόρτιση, και ο λόγος H/E σχετίζεται με τη μικρή διαγώνιο του αποτυπώματος Knoop [39-44].

2.5.4.1 Μεθοδολογία Marshall

Η ανάπτυξη μίας απλής μεθόδου για τη μέτρηση του λόγου H/E για μικρά δείγματα έχει υποκινηθεί από την ανάγκη του προσδιορισμού του λόγου H/E για την αποτίμηση της δυσθραυστότητας χρησιμοποιώντας μεθόδους διείσδυσης. Ο Marshall το 1982 περιέγραψε μία μέθοδο που βασίζεται στη μέτρηση της ελαστικής επαναφοράς των διαστάσεων των διεισδύσεων Knoop. Στο στάδιο της πλήρους φόρτισης, ο λόγος των διαστάσεων των διαγωνίων, a και b , της επιφάνειας επαφής Knoop ορίζεται από τη γεωμετρία του διεισδυτή, $a/b=7.11$. Ωστόσο, στο στάδιο αποφόρτισης, η ελαστική επαναφορά μειώνει το μήκος της μικρότερης διαγωνίου (όσο και του βάθους), ενώ η μεγαλύτερη διαγώνιος παραμένει σχετικά ανεπηρέαστη. Το μέγεθος της επαναφοράς εξαρτάται από το λόγο σκληρότητας / μέτρου ελαστικότητας. Η επαναφορά είναι μεγαλύτερη σε πολύ ελαστικά υλικά (υψηλό H/E) και μηδενική σε άκαμπτα/πλαστικά υλικά (χαμηλό H/E).

Η μείωση του μήκους των διαγωνίων του αποτυπώματος προκαλείται από την ελαστική επαναφορά του υλικού και μπορεί να συσχετιστεί με το λόγο H/E με την ισότητα :

$$\frac{b'}{a'} = \frac{b}{a} - \alpha_i \frac{H}{E} \quad (2.11)$$

όπου b/a είναι ο λόγος των διαστάσεων των διαγωνίων a και b , στο στάδιο πλήρους φόρτισης, και δίνεται από την σταθερή τιμή 0,140646. Ο λόγος b'/a' είναι ο λόγος των μεταβληθέντων διαγωνίων αφού έχει επανέλθει το υλικό πλήρως.

Το σχετικό λάθος είναι μικρό για υλικά με υψηλούς λόγους H/E . για $H/E \geq 0.03$, ένα πεδίο που καλύπτει περισσότερο ψαθυρά υλικά, το λάθος είναι $<10\%$.

Ο συντελεστής α_i παίρνει τιμές :

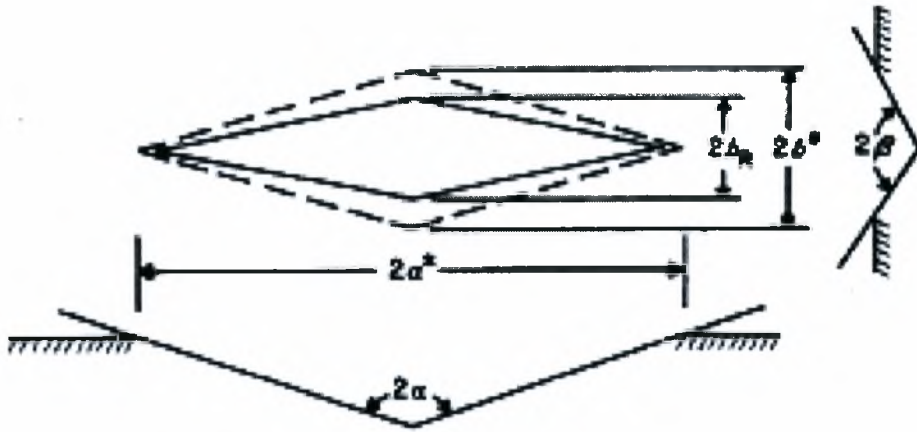
$\alpha_1=0,34$ (προσδιορίστηκε πειραματικά από το Marshal)

$\alpha_2= 0,45$ (προσδιορίστηκε πειραματικά)

$\alpha_3=1,5$ (η τιμή της σταθεράς υπολογίστηκε θεωρητικά από το Marshal βασισμένος σε αποτύπωμα ελλειπτικού σχήματος [40,42])

2.5.4.2 Μεθοδολογία Conway

Όπως παρουσιάζεται στο σχήμα 2.23, κατά τη φόρτιση το υλικό κοντά στο αποτύπωμα υποβάλλεται σε ελαστο-πλαστική παραμόρφωση με αποτέλεσμα να προκύπτουν οι χαρακτηριστικές διαστάσεις $2a^*$ και $2b^*$ στη μέγιστη φόρτιση διεύθυνσης P^* . Κατά την αποφόρτιση, η ελαστική επαναφορά λαμβάνει χώρα κατά μήκος της διάστασης της μικρής διαγωνίου με αποτέλεσμα να προκύπτει η διάσταση του εναπομένοντος αποτυπώματος $2b_R$. Σχετικά μικρή αλλαγή εμφανίζεται στη διάσταση της μεγάλης διαγωνίου κατά την αποφόρτιση.



Σχήμα 2.23 : Αποτυπώματα διείδυσης Κκοορ που παρουσιάζουν την ελαστική επαναφορά της μικρής διαγωνίου [41].

Κατά τη διείδυση, η προβαλλόμενη επιφάνεια είναι η $A_p=2a \cdot b$ και η μέση πίεση επαφής είναι $p_0=P/2a \cdot b$ με φόρτιση επαφής P . Υιοθετώντας τον συμβολισμό των Lawn και Howns, $a=7.11b$ και $p_0=H$ κατά τη φόρτιση,

$$P = 14.22 \cdot b_H^2 \quad (2.12)$$

Για την εξαγωγή αυτής της έκφρασης, οι κοιλότητες που προέκυψαν από την πλαστική παραμόρφωση του υλικού κοντά στη ζώνη επαφής θεωρήθηκαν αμελητέες. Όπως φαίνεται από τη σχέση (1), η μηχανική διείδυση ελέγχεται από τη σκληρότητα H κατά την ελαστο-πλαστική φόρτιση. Κατά την ελαστική αποφόρτιση ή επαναφόρτιση, η μέση πίεση επαφής που συνδέεται με την άκαμπτη γωνία γ προσδιορίστηκε ως

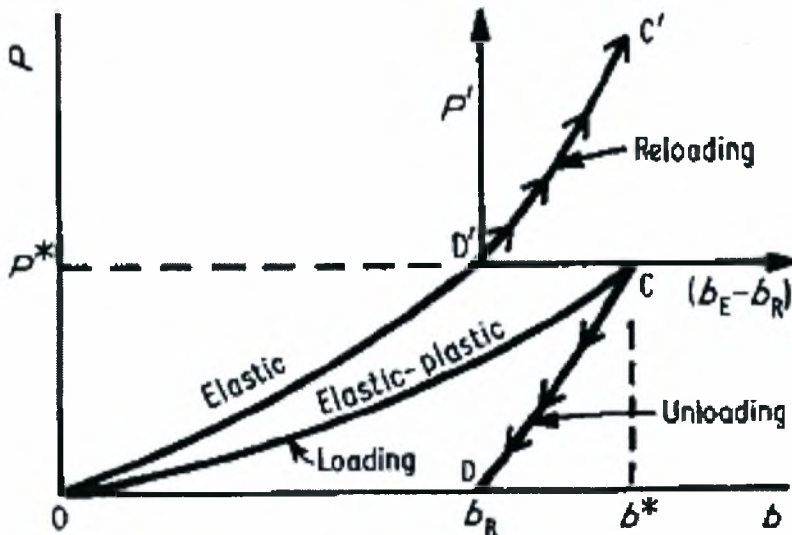
$$p_m = \frac{E \times \cot \gamma}{2(1-\nu^2)} \quad (2.13).$$

Σε αυτήν την έκφραση, E και ν είναι το μέτρο ελαστικότητας και ο λόγος Poisson του υλικού διείδυσης, αντίστοιχα και γ είναι η μέση μισή γωνία του διειδυτή Κκοορ $(\alpha+\beta)/2$. Η ελαστική φόρτιση τότε μπορεί γενικά να περιγραφεί ως

$$P_E = \left[\left(\frac{14.22E}{2(1-\nu^2)} \right) \cot \gamma \right] b_E^2 \quad (2.14)$$

όπου $2b_E$ είναι η διάσταση της μικρής διαγωνίου σε κάποια δοσμένη φόρτιση P_E .

Σύμφωνα με το διάγραμμα του σχήματος 2.24, η φόρτιση παρουσιάζεται ως OC και περιγράφεται από την σχέση (1). Η αποφόρτιση παρουσιάζεται ως CD, μετά την οποία προκύπτει η διάσταση της μικρής διαγωνίου του εναπομένοντος αποτυπώματος $2b_R$.



Σχήμα 2.24 : Φόρτιση, αποφόρτιση και επαναφορά. P είναι η φόρτιση και b η μικρή διαγώνιος. Καμπύλη φόρτισης από σχέση 2.12, καμπύλη αποφόρτισης από ισότητα 2.14 [41].

Αφού τα στάδια φόρτισης – αποφόρτισης είναι αντιστρεπτά, η επαναφόρτιση κατά μήκος της διαδρομής $D'C'$ θα χρησιμοποιηθεί για να περιγράψει την αποφόρτιση. Η επαναφόρτιση μπορεί να περιγραφεί από την ισότητα 2.14 μεταφέροντας με προσοχή σε σύστημα συντεταγμένων με αρχή το D' όπως

$$P' = \left[\left(\frac{14.22E}{2(1-\nu^2)} \right) \cot \gamma \right] (b_E^2 - b_R^2) \quad (2.15)$$

όπου $b_R < b_E < b^*$ κατά την επαναφόρτιση και $2b^*$ είναι η διάσταση της μικρής διαγωνίου στη μέγιστη φόρτιση P^* . Αυτό είναι ισοδύναμο με την υιοθέτηση του μοντέλου των Lawh και Howes. Οι συνθήκες συμβατότητας στο τέλος της φόρτισης στην επαναφόρτιση απαιτούν ότι στο $P=P^*$, $b_H=b_E=b^*$ έτσι οι σχέσεις (2.12) και (2.14) δίνουν

$$\left(\frac{b_R}{b^*}\right)^2 = 1 - \left[2(1-\nu^2)\tan\gamma\right]\left(\frac{H}{E}\right) \quad (2.16)$$

Αυτή η έκφραση μπορεί φυσικά να γραφεί σε σχέση με τη διάσταση της μεγάλης διαγωνίου στη μέγιστη φόρτιση $2a^*$ αφού $a^*=7.11b^*$. Στις διεξαγόμενες πραγματικές δοκιμές, αυτή μπορεί να είναι πιο κατάλληλη διατύπωση αφού το μήκος της μεγάλης διαγωνίου υποβάλλεται σε σχετικά μικρή αλλαγή διάστασης στην αποφόρτιση. Σε κάθε περίπτωση, η σχέση (2.16) υποδεικνύει ότι ο λόγος H/E μπορεί άμεσα να σχετιστεί με τη διάσταση της μικρής διαγωνίου του εναπομένοντος αποτυπώματος [41].

2.5.5 ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΜΕΤΑΛΛΙΚΩΝ ΑΦΡΩΝ

Οι μηχανικές ιδιότητες των πορωδών υλικών δεν είναι δυνατόν να προσδιοριστούν με τις συμβατικές μετρητικές διατάξεις. Για τη μέτρηση της σκληρότητας πορώδους υλικού είναι απαραίτητο η διάμετρος της ακίδας του δεισδυτή να είναι μεγαλύτερη από το μέγεθος του κελιού.

Λόγω της δυσκολίας αυτής αναπτύχθηκαν σχέσεις για τον προσδιορισμό των μηχανικών ιδιοτήτων των αφρών με βάση τις αντίστοιχες μηχανικές ιδιότητες των αντίστοιχων συμπαγών υλικών. Οι σχέσεις αυτές προήλθαν από μοντελοποίηση (Gibson και Ashby, 1997), οι περισσότερες από αυτές δοκιμάστηκαν σε πολυμερικούς αφρούς, καθώς επίσης και από εμπειρικά και πειραματικά δεδομένα [45].

Η σχέση που προσδιορίζει το μέτρο ελαστικότητας E του μεταλλικού αφρού με βάση το E_s του συμπαγούς υλικού και τη σχετική πυκνότητα ρ/ρ_s είναι η εξής :

$$E = (0,1 \square 4) E_s \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right)^2 \quad (2.17)$$

Για τον προσδιορισμό της σκληρότητας του αφρού χρησιμοποιείται η σχέση :

$$H = \sigma_c \left(1 + 2 \frac{\rho}{\rho_s} \right) \quad (2.18)$$

Όπου σ_c είναι η τάση θλίψης (compressive strength) του αφρού η οποία υπολογίζεται μέσω της τάσης θλίψης του συμπαγούς υλικού $\sigma_{c,s}$ με εφαρμογή της σχέσης :

$$\sigma_c = (0,1 \square 1) \sigma_{c,s} \left(\frac{\rho}{\rho_s} \right)^{3/2} \quad (2.19)$$

Αντίστοιχα η εφελκυστική τάση προσδιορίζεται από τη σχέση :

$$\sigma_t \approx (1,1 \square 1,4) \sigma_c \quad (2.20)$$

3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΕΣ ΚΑΙ ΜΕΘΟΔΟΛΟΓΙΑ

Στην παρούσα εργασία μελετήθηκε η μεταλλογραφία του πορώδους τανταλίου, που αποτελεί υλικό εμφυτευμάτων για ορθοπεδικές εφαρμογές και έγινε μέτρηση των μηχανικών ιδιοτήτων του. Προσδιορίστηκε η σκληρότητα και το μέτρο ελαστικότητας του τανταλίου με μικροσκληρομέτρηση και με μέθοδο νανοδιείσδυσης. Επίσης, έγινε ταυτοποίηση του ιστού που είχε καλύψει την εξωτερική επιφάνεια της κοτύλης πορώδους τανταλίου που μελετήθηκε, μέσω χημικής ανάλυσης (EDS) και μέτρησης μηχανικών ιδιοτήτων του. Τέλος, οι ιδιότητες των δύο υλικών συγκρίθηκαν και προέκυψαν συμπεράσματα για τη συμβατότητα τους. Η μεθοδολογία που εφαρμόστηκε παρουσιάζεται στη συνέχεια αναλυτικά.

Η πειραματική διαδικασία που ακολουθήθηκε περιλαμβάνει την επιλογή των δοκιμίων από την κοτύλη, τη μεταλλογραφική τους προετοιμασία, τη μεταλλογραφική τους εξέταση, τη μελέτη της διεπιφάνειας ιστού-τανταλίου και τη μέτρηση της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας σε περιοχές τανταλίου και ιστού. Τα στάδια αυτά περιγράφονται παρακάτω:

Η κοτύλη που χρησιμοποιήθηκε στην πειραματική διαδικασία δόθηκε από το Τμήμα Ορθοπεδικής του Πανεπιστημιακού Νοσοκομείου της Λάρισας. Εξήχθη από 43χρονη γυναίκα 3 χρόνια μετά την εισαγωγή του εμφυτεύματος. Η επέμβαση της εξαγωγής της έγινε πριν από 1 χρόνο στο Νοσοκομείο της Λάρισας.

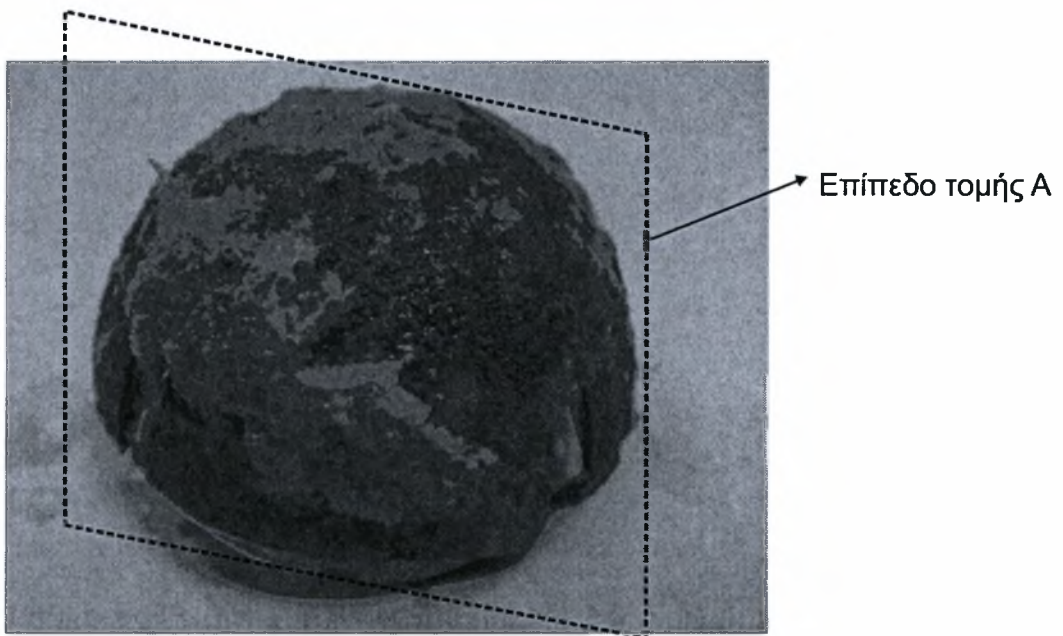
3.1 ΜΕΤΑΛΛΟΓΡΑΦΙΚΗ ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΔΟΚΙΜΙΟΥ

Τα δοκίμια που μελετήθηκαν προετοιμάστηκαν κατάλληλα για μεταλλογραφική εξέταση. Η προετοιμασία περιελάμβανε δειγματοληψία, κοπή, εγκιβωτισμό, λείανση και στίλβωση των δοκιμίων, καθώς επίσης και καθαρισμό τους.

Δειγματοληψία

Η αξιολόγηση ενός υλικού στο εργαστήριο προϋποθέτει την αφαίρεση ενός δείγματος από μια μάζα του υλικού το οποίο μπορεί να το χειριστεί ο μελετητής και να έχει κατάλληλες διαστάσεις για να τοποθετηθεί μέσα ή πάνω στα όργανα του εργαστηρίου που θα χρησιμοποιηθούν για τη μελέτη του.

Η κοτύλη από τη στιγμή της αφαίρεσής της από την ασθενή φυλάχθηκε στο Εργαστήριο Υλικών μέσα σε φυσιολογικό ορό. Στην εξωτερική της επιφάνεια παρατηρήθηκαν περιοχές με προσκολλημένο ιστό. Ο ιστός αυτός παρατηρήθηκε και μελετήθηκε ως προς τη δομή, τη σύσταση και τις μηχανικές του ιδιότητες. Τα δείγματα προήλθαν από τομή στο κέντρο της κοτύλης παράλληλα στον άξονα συμμετρίας της (σχήμα 3.1).

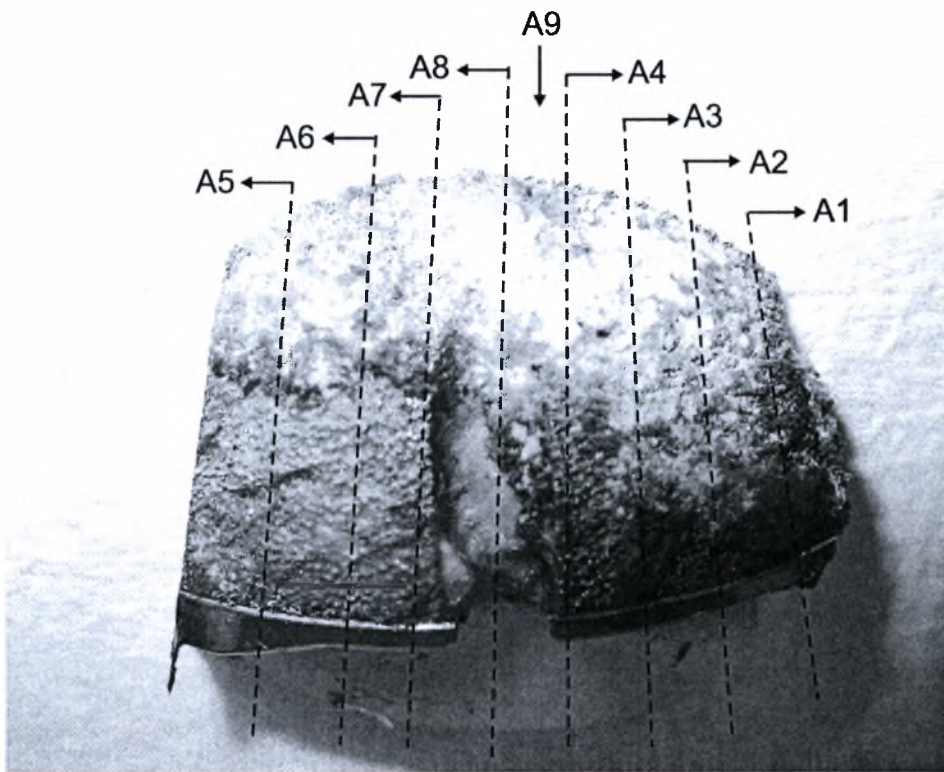


Σχήμα 3.1 : Κοτύλη πορώδους τανταλίου από την οποία προέκυψαν τα δοκίμια που εξετάστηκαν.

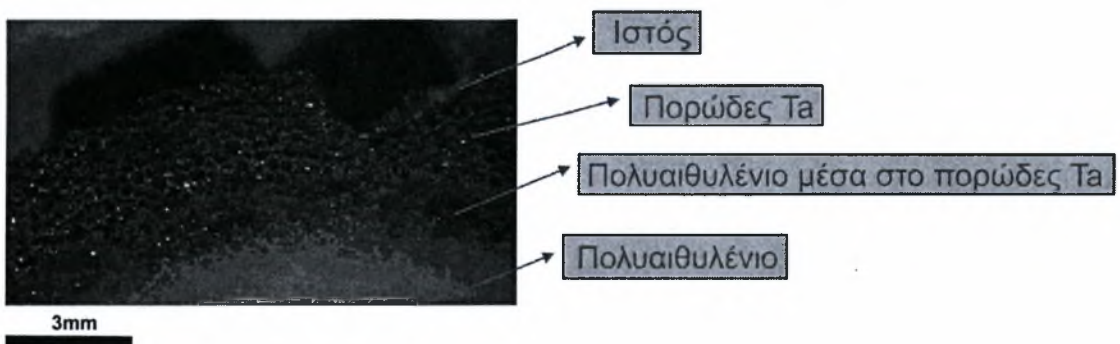
Κοπή δοκιμίων

Για την κοπή των δοκιμίων χρησιμοποιήθηκε ο Μικροτόμος Accutom-5 του Εργαστηρίου Υλικών. Αρχικά η κοτύλη κόπηκε στη μέση κατά μήκος του άξονα συμμετρίας της, στο επίπεδο τομής Α που φαίνεται στο σχήμα 3.1 και στη συνέχεια κόπηκαν μικρότερα δοκίμια, σε μέγεθος κατάλληλο ώστε να μπορούν να εγκιβωτιστούν. Συνολικά κόπηκαν εννέα δοκίμια περίπου ίδιων διαστάσεων, τα οποία κωδικοποιήθηκαν με την ονομασία Α1 έως Α9 (σχήμα 3.2).

Η κοπή έγινε με τέτοιο τρόπο ώστε στην επιφάνεια του κάθε δοκιμίου να διακρίνονται οι τρεις περιοχές, του πολυαιθυλενίου, του πολυαιθυλενίου μέσα στο πορώδες ταντάλιο και το πορώδες ταντάλιο στην εξωτερική επιφάνεια του οποίου παρατηρήθηκε ο ιστός (σχήμα 3.3.). Η κοπή έγινε με προσοχή ώστε να μην αφαιρεθεί και να μην καταστραφεί ο ιστός.



Σχήμα 3.2 : Δημιουργία 9 δοκιμίων από το επίπεδο τομής A.



Σχήμα 3.3 : Φωτογραφία επιφάνειας δοκιμίου A2 από στερεοσκόπιο (X 6,5).

Εγκιβωτισμός

Ο εγκιβωτισμός των δοκιμίων έγινε για να διευκολυνθεί το επόμενο στάδιο της προετοιμασίας, η λείανση. Η διαδικασία του εγκιβωτισμού δεν είναι πάντα απαραίτητη, αλλά στην περίπτωση των δοκιμίων της κοτύλης ήταν σημαντική για να μπορεί να παρατηρηθεί το δοκίμιο στο μικροσκόπιο και στις διατάξεις σκληρομέτρησης που η επιπεδότητα αποτελεί απαραίτητη προϋπόθεση.

Ανάλογα με το πάχος που προτιμάται να έχει το δοκίμιο προστίθεται και η αντίστοιχη ποσότητα υλικού. Στο εργαστήριο το υλικό που χρησιμοποιείται για τον εγκιβωτισμό είναι η ρητίνη.

Λείανση

Κατά τη διαδικασία της λείανσης πάνω στην επίπεδη περιστρεφόμενη βάση τοποθετήθηκαν τα λειαντικά χαρτιά με σκληρούς κόκκους SiC. Η χρήση λειαντικών δίσκων με ολοένα και μικρότερους κόκκους είχε σαν αποτέλεσμα σταδιακά καλύτερη ποιότητα επιφάνειας. Τα λειαντικά χαρτιά που χρησιμοποιήθηκαν ήταν : 220, 500, 800 και 1000 με ψυκτικό μέσο το νερό.

Στίλβωση

Στην ίδια λειαντική μηχανή πραγματοποιήθηκε επίσης και η στίλβωση των δοκιμίων. Χρησιμοποιήθηκε ειδικός δερμάτινος δίσκος για πορώδη μέταλλα πάνω στην περιστρεφόμενη βάση και με την προσθήκη ειδικού κολλοειδούς αιωρήματος αλουμίνας OP-U Suspension έγινε η στίλβωση. Σε αυτή τη διαδικασία δεν χρησιμοποιήθηκε η παροχή νερού της διάταξης, μόνο το διάλυμα.

Καθαρισμός των δοκιμίων

Πριν την οπτική παρατήρηση και σκληρομέτρηση ήταν απαραίτητος ο καθαρισμός των δοκιμίων λόγω επικαθίσεων του διαλύματος της στίλβωσης στις επιφάνειες τους. Ο καθαρισμός έγινε στη συσκευή υπερήχων του Εργαστηρίου. Τα δοκίμια τοποθετήθηκαν σε μικρά γυάλινα δοχεία με ακετόνη και εισήχθησαν στη συσκευή των υπερήχων για δέκα λεπτά. Η θερμοκρασία ρυθμίστηκε στους 30°C. Μετά την έξοδό τους από τη συσκευή ξεπλύθηκαν με ακετόνη και στέγνωσαν σε δυνατό αέρα.

3.2 ΠΑΡΑΤΗΡΗΣΗ ΣΤΟ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ

Παρατήρηση στο οπτικό μικροσκόπιο

Αφού ολοκληρώθηκε με επιτυχία η διαδικασία της προετοιμασίας των δοκιμίων, τα δοκίμια A2 και A9 εξετάστηκαν στο οπτικό μεταλλογραφικό μικροσκόπιο Leitz του εργαστηρίου Υλικών σε μεγεθύνσεις 50 – 1000X. Μελετήθηκαν η δομή του τανταλίου, του ιστού, καθώς επίσης και η διεπιφάνειά τους.

Παρατήρηση στο στερεοσκόπιο

Για την παρατήρηση στο στερεοσκόπιο χρησιμοποιήθηκαν τα δοκίμια A4, A6, A7 και A9. Παρατηρήθηκε η κοτύλη και σε τομές και επιφανειακά. Στα δοκίμια που πραγματοποιήθηκε παρατήρηση σε τομές προηγήθηκε λείανση και στίλβωση.

Παρατήρηση στο Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM)

Δύο δοκίμια κοτύλης παρατηρήθηκαν επίσης και στο Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) JEOL JSM-62100, εξοπλισμένο με μικροαναλυτή ακτίνων -X (EDS) για τις τοπικές χημικές αναλύσεις. Λήφθηκαν μικροφωτογραφίες από τομή του δοκιμίου B [46] και από την εξωτερική επιφάνεια του δοκιμίου A1. Επιλέχθηκαν τρεις περιοχές από τις επιφάνειες που φωτογραφήθηκαν για εξέταση χημικής ανάλυσης.

3.3 ΜΕΤΡΗΣΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ

Στην παρούσα διπλωματική εργασία μετρήθηκε η μικροσκληρότητα / νανοσκληρότητα και το μέτρο ελαστικότητας του πορώδους τανταλίου και του ιστού. Για το ταντάλιο χρησιμοποιήθηκαν οι μέθοδοι μικροσκληρομέτρησης Knoop και νανοδιείσδυσης. Επίσης, το μέτρο ελαστικότητάς του προσδιορίστηκε με εφαρμογή δύο μεθοδολογιών. Για τον ιστό χρησιμοποιήθηκε η μέθοδος της νανοδιείσδυσης για τη μέτρηση και των δύο εξεταζόμενων ιδιοτήτων.

Σκληρομέτρηση Κποορ

Για τη σκληρομέτρηση του τανταλίου χρησιμοποιήθηκε το μικροσκληρόμετρο του Εργαστηρίου Υλικών του Τμήματος Μηχανολόγων Μηχανικών του Π.Θ. Οι μετρήσεις έγιναν με διεισδυτή Κποορ, με εφαρμογή φορτίσεων 100 gf και 200 gf με χρόνο διείσδυσης 15 δευτερόλεπτα. Τα δοκίμια στα οποία πραγματοποιήθηκαν οι σκληρομετρήσεις ήταν τα A3 και A9.

Υπολογισμός μέτρου ελαστικότητας από τη μέτρηση σκληρότητας Κποορ

Από τις προσδιορισμένες τιμές σκληρότητας Κποορ του Ta, με την εφαρμογή δύο μεθόδων που περιγράφηκαν σε προηγούμενο κεφάλαιο (Marshall και Conway), προσδιορίστηκε το μέτρο ελαστικότητας του Ta.

Μέτρηση σκληρότητας με Νανοδιείσδυση (Nanoindentation)

Για τη μέτρηση των μηχανικών ιδιοτήτων του τανταλίου και του ιστού εφαρμόστηκε η μέθοδος της νανοδιείσδυσης στο Εργαστήριο Διαμορφωτικής Μηχανολογίας του Τμήματος Μηχανολόγων Μηχανικών του Α.Π.Θ. Για τον προσδιορισμό της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας χρησιμοποιήθηκε το νανοσκληρόμετρο, FISCHER SCOPE H100 με διεισδυτή Vickers και Berkovich αντίστοιχα. Επιλέχθηκαν 60 σημεία στην περιοχή του τανταλίου και η μέτρηση έγινε με φόρτιση 15 mN. Κατά την αρχική παρατήρηση του δοκιμίου A9 στη συσκευή νανοδιείσδυσης σχεδιάστηκαν πάνω στην επικάλυψη του Ta κάποιες γραμμές πάνω στις οποίες έγιναν οι διεισδύσεις. Η σχεδίαση των γραμμών αυτών έγινε με πολύ προσοχή ώστε να είναι όσο το δυνατό στο μέσο πάχος της επικάλυψης, ώστε να μην επηρεαστούν τα αποτελέσματα των μετρήσεων από τον άνθρακα ή το κενό.

Και για τις δύο μετρήσεις που πραγματοποιήθηκαν στον ιστό (στα δοκίμια A8 και A9), επιλέχθηκαν επίσης 60 σημεία για την κάθε μέτρηση και εφαρμόστηκε φόρτιση 15 mN.

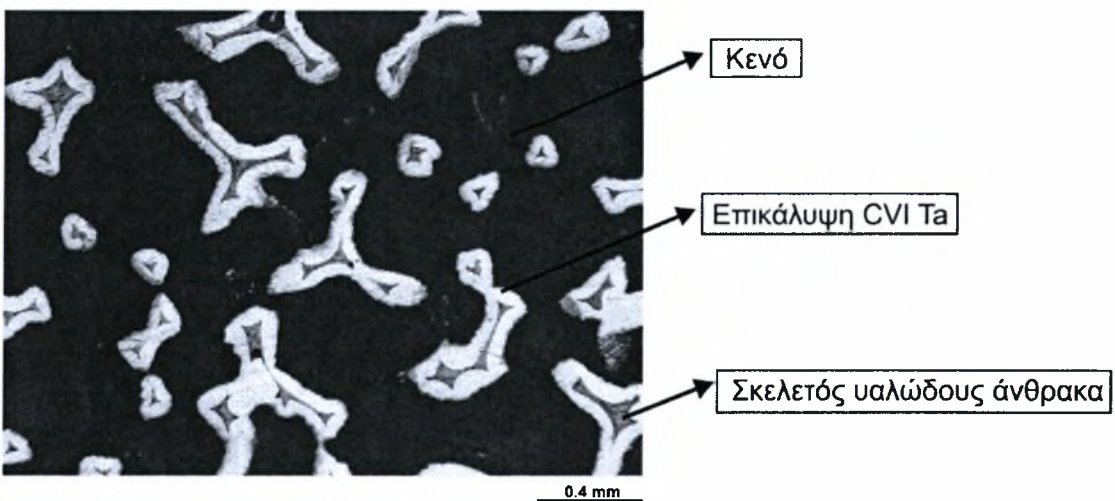
4. ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ – ΣΥΖΗΤΗΣΗ

Στο κεφάλαιο αυτό αναφέρονται τα αποτελέσματα της διπλωματικής εργασίας. Αρχικά, γίνεται η παρουσίαση των αποτελεσμάτων της μεταλλογραφίας του πορώδους τανταλίου και η μελέτη της διεπιφάνειας του εμφυτεύματος με τον ιστό. Στη συνέχεια παρουσιάζονται τα πειραματικά στοιχεία από τις μετρήσεις των ιδιοτήτων των δύο υλικών, καθώς επίσης και ο αναλυτικός προσδιορισμός τους. Ακολουθεί η σύγκριση των τιμών των πειραματικών αποτελεσμάτων με τα αντίστοιχα της βιβλιογραφίας. Μέσω της μελέτης της δομής, της σύστασης και των ιδιοτήτων του ιστού πραγματοποιείται η ταυτοποίηση του. Τέλος, συγκρίνονται οι μηχανικές ιδιότητες του πορώδους τανταλίου και του ιστού και γίνεται συσχέτιση τους με τη συμβατότητα τους.

4.1 ΜΕΤΑΛΛΟΓΡΑΦΙΑ ΤΑΝΤΑΛΙΟΥ-ΜΕΛΕΤΗ ΔΙΕΠΙΦΑΝΕΙΑΣ

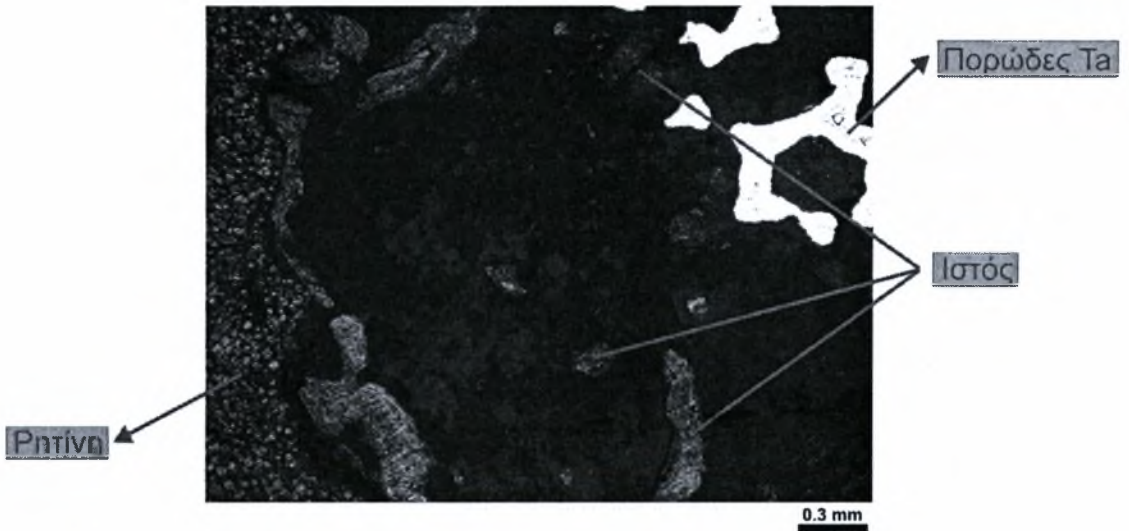
4.1.1 ΟΠΤΙΚΗ ΠΑΡΑΤΗΡΗΣΗ

Στο σχήμα 4.1 παρουσιάζεται η χαρακτηριστική πορώδης δομή του Ta. Με λευκό χρώμα απεικονίζεται η επικάλυψη Ta πάνω στο σκελετό του υαλώδους άνθρακα που παρουσιάζεται με γκρι χρώμα στη μικροφωτογραφία. Οι πόροι, δηλαδή το κενό, εμφανίζονται με σκούρο μαύρο χρώμα.

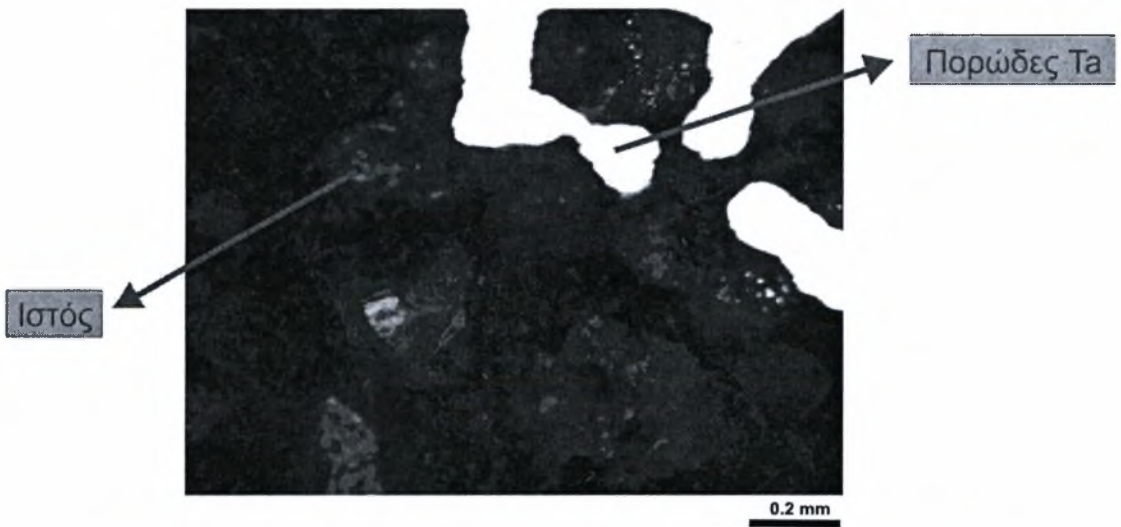


Σχήμα 4.1 : Οπτική μικροφωτογραφία της δομής του Ta του δοκιμίου A2 (X100).

Στο σχήμα 4.2 παρουσιάζεται η διεπιφάνεια πορώδους Τα-ιστού του δοκιμίου A9 και σημειώνονται οι περιοχές πορώδους ταντάλιου, ρητίνης και ιστού. Στο σχήμα 4.3 φαίνεται με μεγαλύτερη μεγέθυνση (X100) η ανάπτυξη του ιστού κοντά στο ταντάλιο.

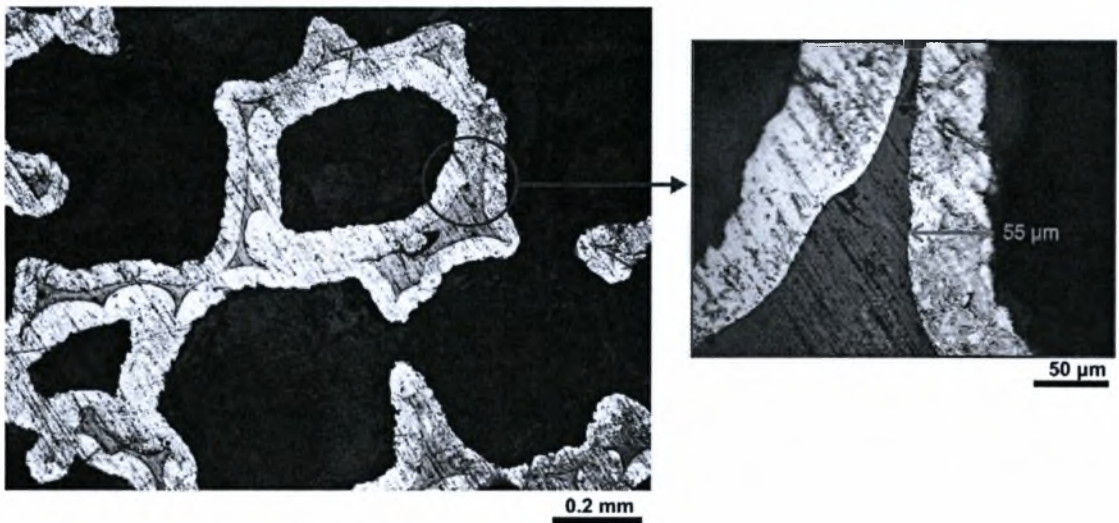


Σχήμα 4.2 : Οπτική μικροφωτογραφία της διεπιφάνειας πορώδους Τα-ιστού του δοκιμίου A9 (X50).

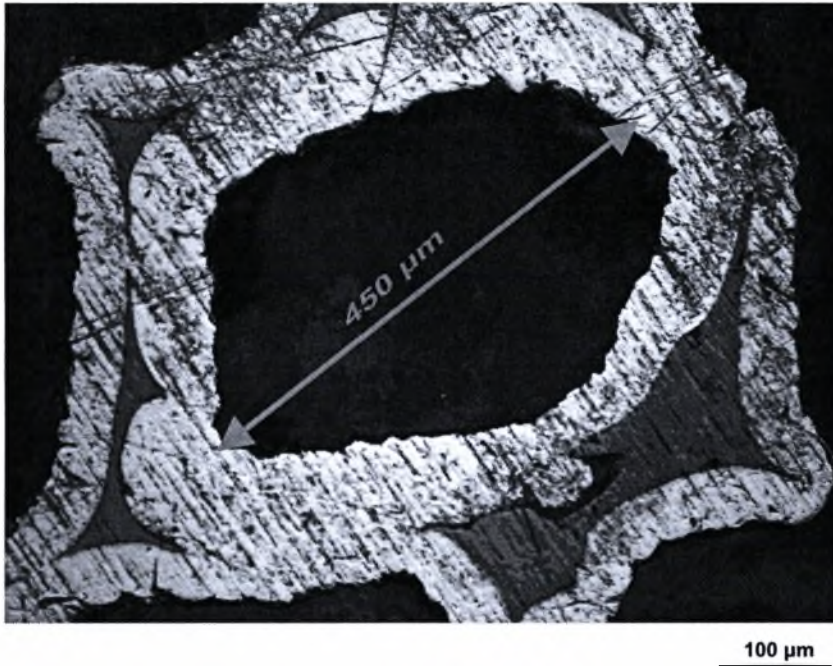


Σχήμα 4.3 : Οπτική μικροφωτογραφία του δοκιμίου A9 (X100).

Η δομή της κυψελίδας γίνεται εμφανής στα σχήματα 4.4. και 4.5. Μέσω μετρήσεων προσδιορίστηκε το πάχος της επικάλυψης τανταλίου πάνω στο σκελετό υαλώδους άνθρακα 45-60 μm . Μια ενδεικτική τιμή μέτρησης του πάχους φαίνεται στη μικροφωτογραφία Β του σχήματος 4.4. Επίσης, στο σχήμα 4.5 παρουσιάζεται η κυψελίδα του σχήματος 4.4 σε μεγέθυνση $\times 500$ και γίνεται μια ενδεικτική μέτρηση του μεγέθους της. Σύμφωνα με μετρήσεις που πραγματοποιήθηκαν πάνω στις μικροφωτογραφίες της δομής του τανταλίου, η διάμετρος της κυψελίδας προσδιορίστηκε 400-600 μm . Οι παραπάνω μετρήσεις είναι σύμφωνες με τα στοιχεία της βιβλιογραφίας που αναφέρονται στο θεωρητικό υπόβαθρο για το πορώδες ταντάλιο της κοτύλης Zimmer.

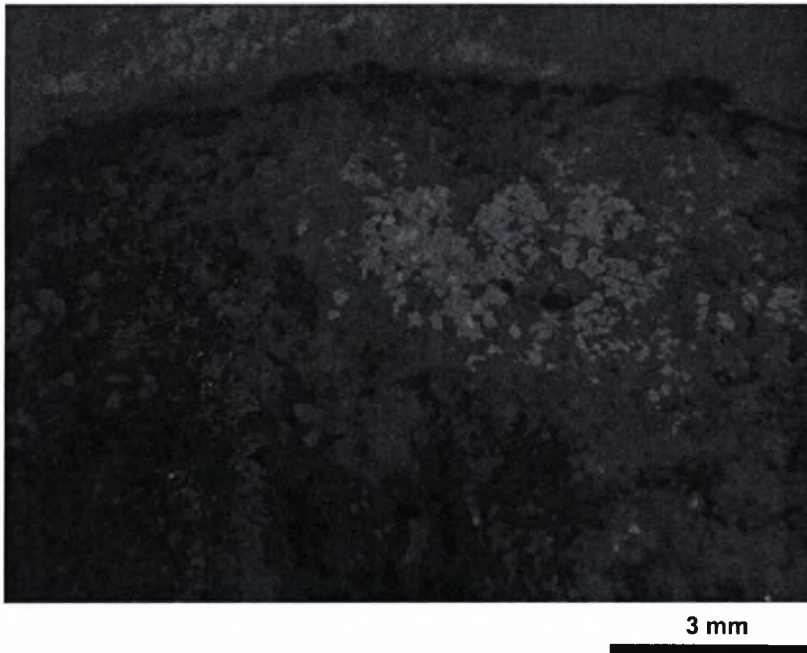


Σχήμα 4.4 : Οπτική μικροφωτογραφία του πορώδους Ta του δοκιμίου A9. A : ($\times 100$) και B : Λεπτομέρεια της ($\times 500$). Πάχος επικάλυψης Ta 55 μm .



Σχήμα 4.5 : Οπτική μικροφωτογραφία του πορώδους Ta του δοκιμίου A9 (X200), με διάμετρο πόρου περίπου 450μm.

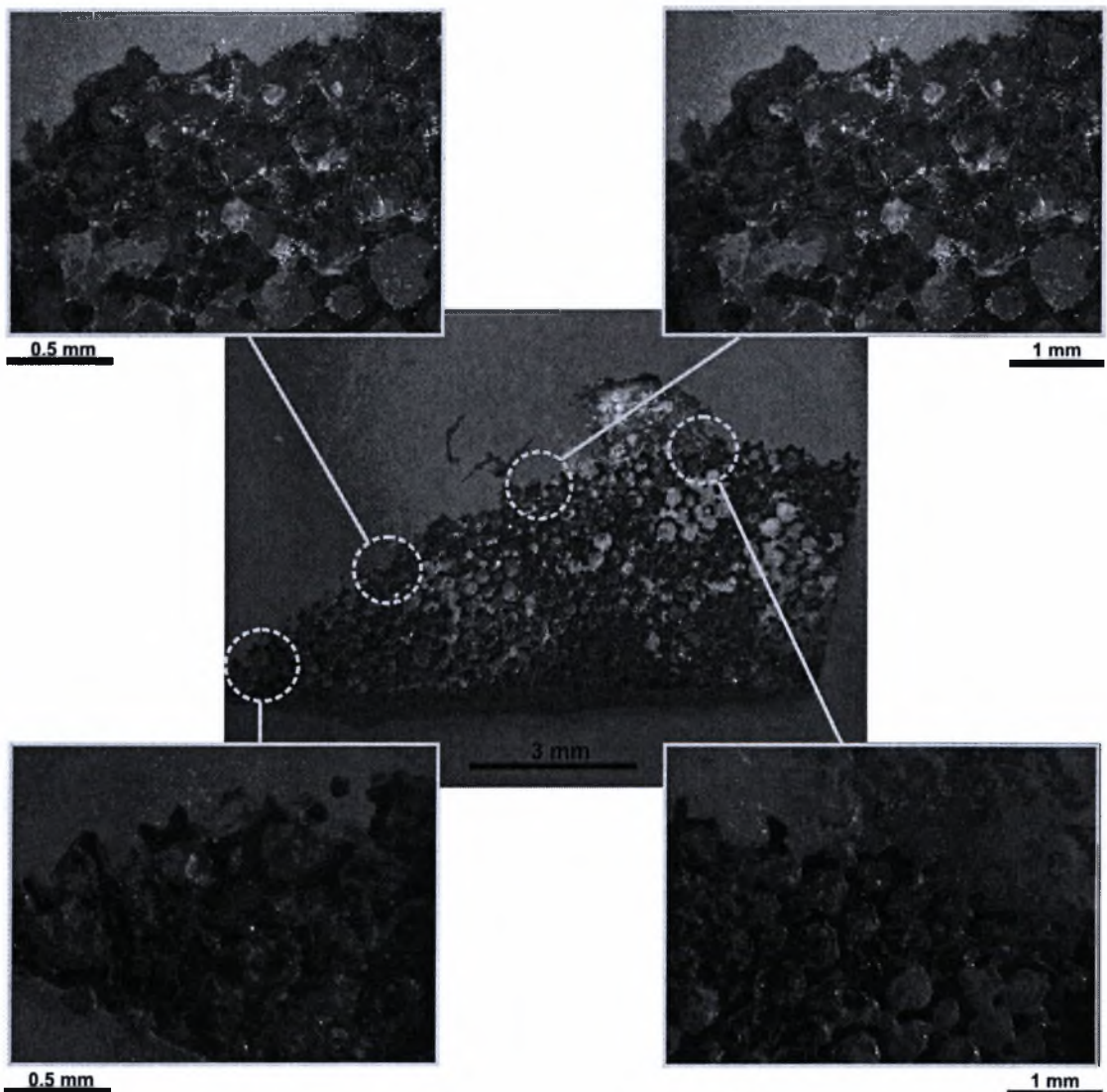
Στο σχήμα 4.6 παρουσιάζεται μικροφωτογραφία από στερεοσκόπιο της εξωτερικής επιφάνειας της κεφαλής της κοτύλης, η οποία σε ένα μεγάλο μέρος της επιφάνειας της καλύπτεται από ιστό.



Σχήμα 4.6 : Μικροφωτογραφία από στερεοσκόπιο της επιφάνειας της κοτύλης του δοκιμίου A6, η οποία είναι καλυμμένη με ιστό (X6,5).

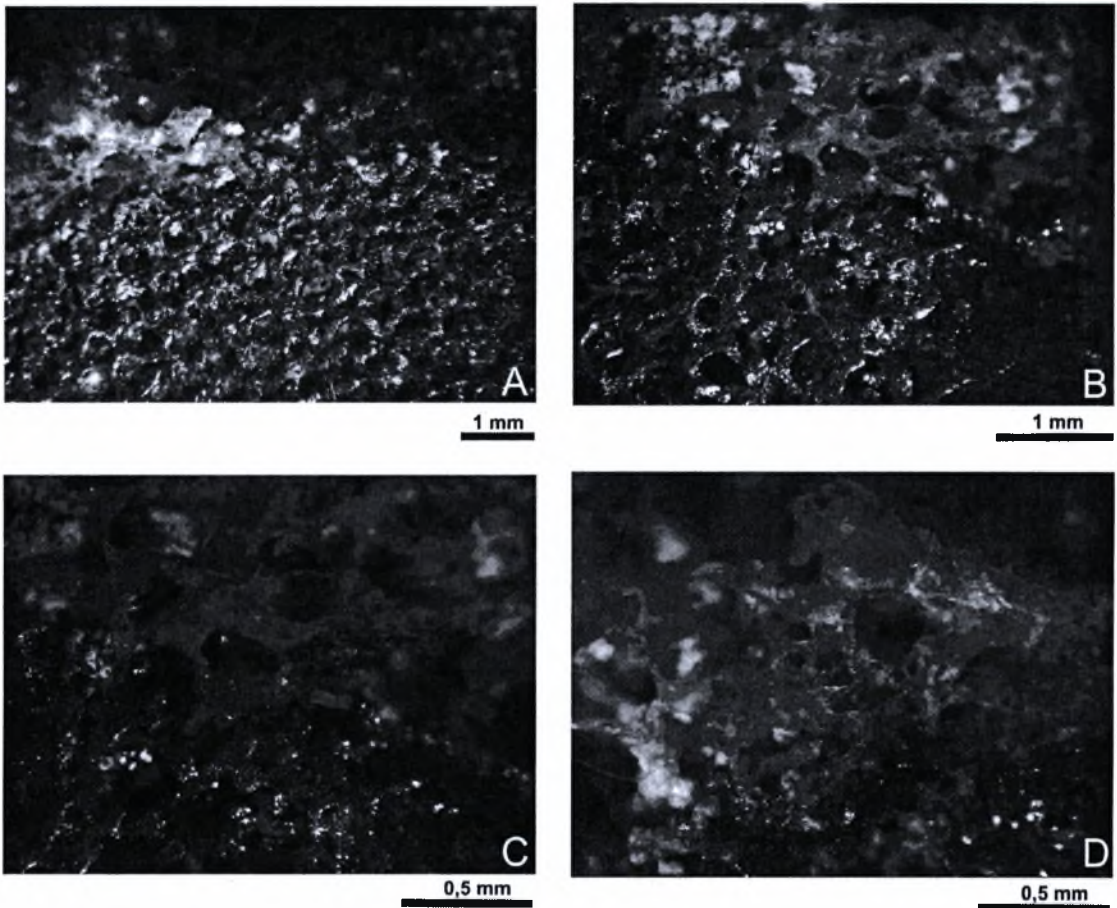
Για τη μελέτη του ιστού κατά μήκος όλης της διεπιφάνειας πορώδους Τα-ιστού, παρατηρήθηκαν περιοχές σε όλη την επιφάνεια της τομής, οι οποίες απεικονίζονται στο σχήμα 4.7. Το δοκίμιο A9 παρουσιάζεται στην κεντρική εικόνα του σχήματος (Χ6,5). Οι περιοχές της επιφάνειας που περικλείονται από κίτρινους κύκλους παρουσιάζονται με μεγαλύτερη μεγέθυνση στην αντίστοιχη μικροφωτογραφία.

Κάποιοι πόροι του τανταλίου είναι καλυμμένοι με το κολλώδες διάλυμα που χρησιμοποιήθηκε στο στάδιο της στίλβωσης. Η ύπαρξή του δεν εμποδίζει την οπτική παρατήρηση της διεπιφάνειας, ούτε τις μετρήσεις σκληρότητας στο ταντάλιο. Για ακριβή και αξιόπιστα αποτελέσματα μελετήθηκαν εννέα δοκίμια.



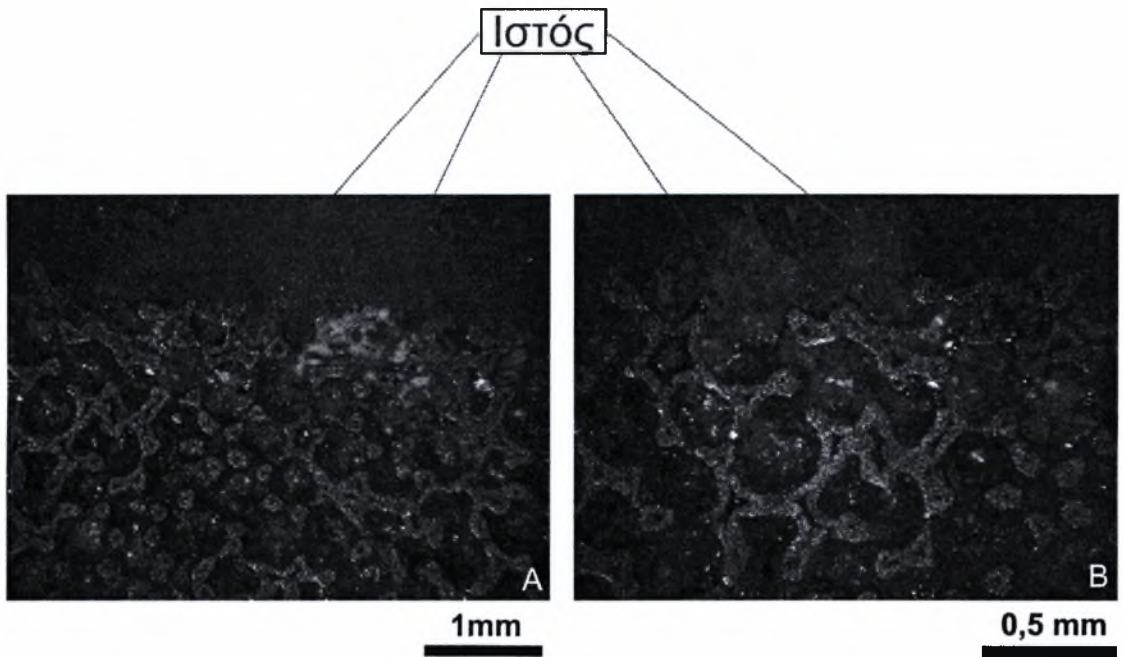
Σχήμα 4.7 : Μικροφωτογραφία από στερεοσκόπιο της επιφάνειας του δοκιμίου A9 (Χ6,5). Λεπτομέρειες των περιοχών των κίτρινων κύκλων σε μεγαλύτερη μεγέθυνση.

Στο σχήμα 4.8 παρουσιάζονται μικροφωτογραφίες από στερεοσκόπιο της επιφάνειας του δοκιμίου A4, στο οποίο δεν ακολουθήθηκε μεταλλογραφική προετοιμασία. Χωρίς τα στάδια της λείανσης και της στίλβωσης αποφεύγεται η απομάκρυνση και η καταστροφή του ιστού. Στις εικόνες του σχήματος 4.8, οι οποίες έχουν μεγέθυνση από X16 έως X40, είναι εμφανής η ύπαρξη του ιστού και η ανάπτυξή του μέσα στους πόρους του τανταλίου.



Σχήμα 4.8 : Μικροφωτογραφία από στερεοσκόπιο της διεπιφάνειας Ta-ιστού του δοκιμίου A4. A (X16), B (X25), C και D (X40).

Μικροφωτογραφίες του δοκιμίου A7 παρουσιάζονται στο σχήμα 4.9. Ενδεικτικές περιοχές ύπαρξης ιστού σημειώνονται με κόκκινους κύκλους. Στο δοκίμιο A7 η μεταλλογραφική προετοιμασία ολοκληρώθηκε με τη λείανση, χωρίς να στιλβωθεί.

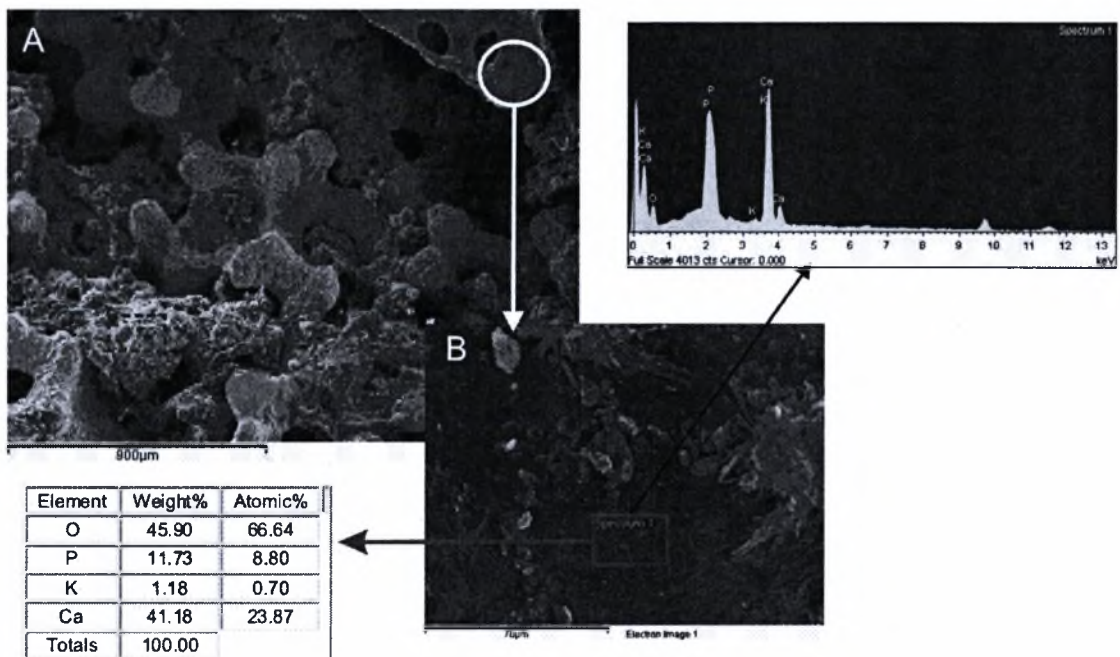


Σχήμα 4.9 : Μικροφωτογραφία από στερεοσκόπιο της διεπιφάνειας Ta –ιστού του δοκιμίου A7. A (X25), B (X40). Στις περιοχές που περικλύονται από κόκκινους κύκλους παρατηρείται ιστός.

4.1.2 ΠΑΡΑΤΗΡΗΣΗ ΣΕ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΟ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ SEM

4.1.2.1 Παρατήρηση στην επιφάνεια της κοτύλης

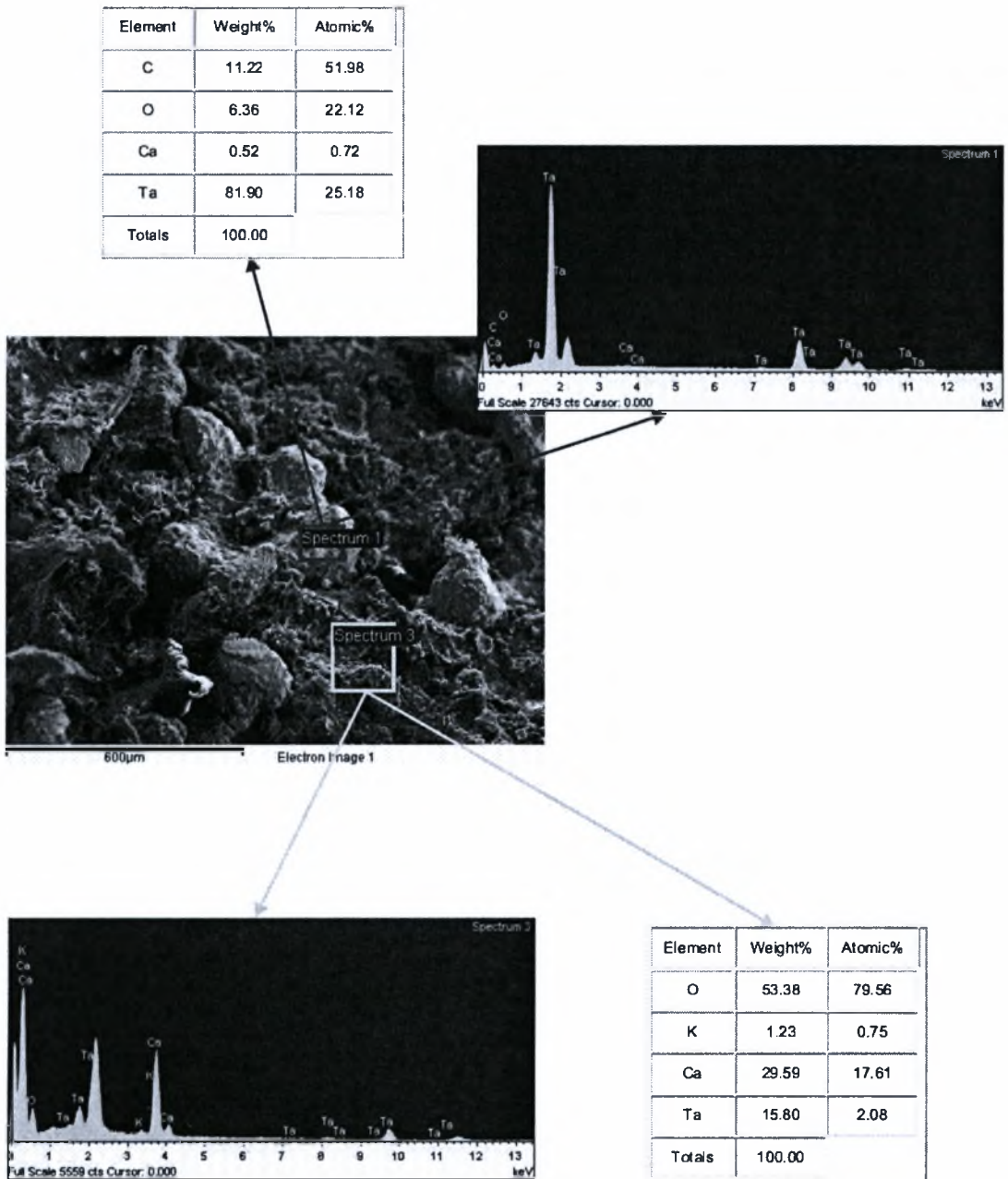
Στο σχήμα 4.10 παρουσιάζεται η ηλεκτρονική μικροφωτογραφία (SEM) της επιφάνειας της κοτύλης του δείγματος A1. Είναι εμφανής η χαρακτηριστική μορφή του αφρού τανταλίου. Επίσης παρατηρείται μεγάλο ποσοστό ιστού, που έχει εισχωρήσει μέσα στους πόρους του μετάλλου, όπως φαίνεται στις περιοχές που περικλείονται από τα μπλε πλαίσια.



Σχήμα 4.10 : Μικροφωτογραφία από SEM δοκιμίου A1, Ta1.A (X65), B (X850).

Στο σχήμα 4.10B παρουσιάζεται η ηλεκτρονική μικροφωτογραφία περιοχής τανταλίου-ιστού σε μεγαλύτερη μεγέθυνση (X850). Στην περιοχή που περιβάλλεται από το έγχρωμο πλαίσιο έγινε η χημική ανάλυση, τα αποτελέσματα της οποίας παρουσιάζονται στον πίνακα του ίδιου σχήματος, καθώς επίσης και το φάσμα EDS.

Στο σχήμα 4.11 παρουσιάζεται επίσης μικροφωτογραφία περιοχής τανταλίου-ιστού στην επιφάνεια της κοτύλης. Η περιοχή τανταλίου που περιβάλλεται από το κόκκινο πλαίσιο και η περιοχή ιστού που περιβάλλεται από το αντίστοιχο κίτρινο επιλέχθηκαν για να γίνει χημική ανάλυση, τα αποτελέσματα της οποίας παρουσιάζονται στους αντίστοιχους πίνακες, καθώς επίσης και τα φάσματα EDS.



Σχήμα 4.11 : Ηλεκτρονική μικροφωτογραφία του δείγματος A1 στην περιοχή Ta 4 (X95). Αντίστοιχοι πίνακες χημικής ανάλυσης και φάσματα EDS για τις δύο περιοχές 1 (κόκκινη) και 3 (κίτρινη).

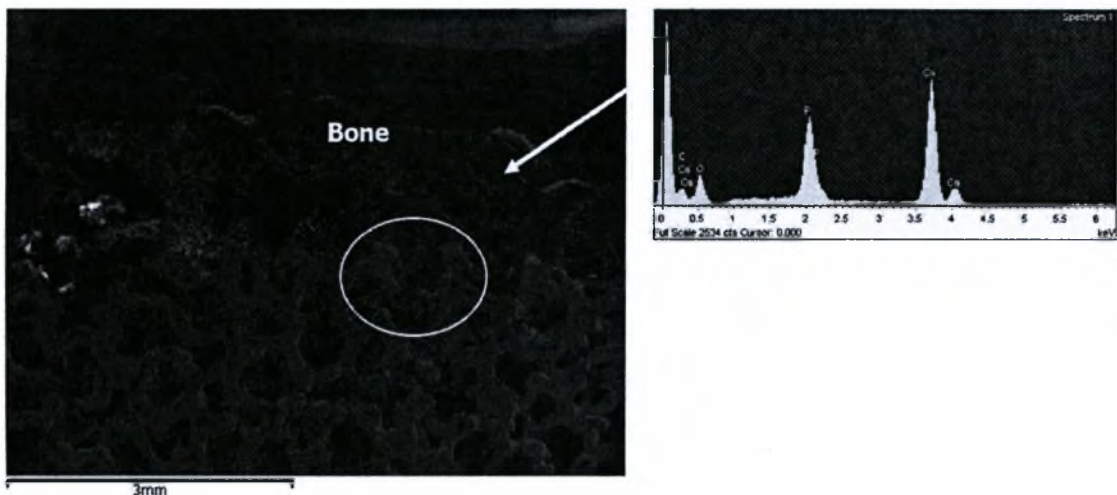
Για την περιοχή τανταλίου (spectrum 1) η χημική ανάλυση δείχνει μεγάλο ποσοστό Ta (81,90% κ.β) και πολύ μικρότερα ποσοστά C, O και Ca. Λόγω της διαδικασίας παρασκευής του μεταλλικού αφρού κατά την οποία εναποτίθεται το ταντάλιο σε σκελετό άνθρακα, δικαιολογείται η ύπαρξη άνθρακα σε σχετικά υψηλό ποσοστό (11,22% κ.β.).

Στην περιοχή του ιστού παρατηρούνται τα στοιχεία O, Ca, Ta και K χωρίς παρουσία όμως P. Γενικά τα στοιχεία Ca και P προαναγγέλλουν την οστεοσύνθεση, τη δημιουργία δηλαδή οστίτη ιστού.

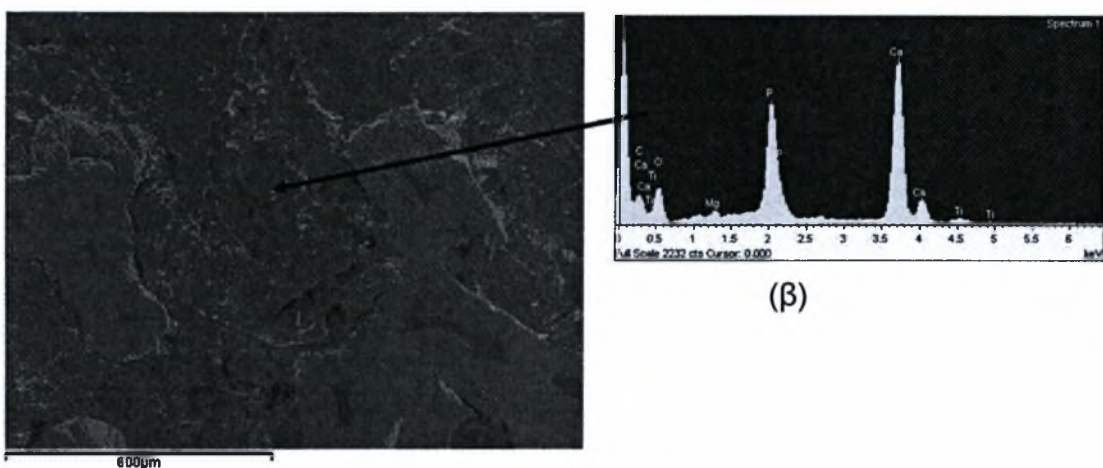
4.1.2.1 Εγκάρσια παρατήρηση σε τομή

Η παρατήρηση του δοκιμίου A1 στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο SEM πραγματοποιήθηκε, όπως αναφέρθηκε, στην εξωτερική επιφάνεια του δοκιμίου. Οι υπόλοιπες παρατηρήσεις όμως, στο οπτικό μικροσκόπιο, το στερεοσκόπιο, καθώς επίσης και οι μετρήσεις των μηχανικών ιδιοτήτων έγιναν σε τομές όπως περιγράφεται στο κεφάλαιο της πειραματικής διαδικασίας και χαρακτηριστικά απεικονίζεται στο σχήμα 3.3. Για τη δυνατότητα σύγκρισης των αποτελεσμάτων της παρούσας εργασίας, η παρατήρηση με ηλεκτρονικό μικροσκόπιο SEM και η χημική ανάλυση έπρεπε να γίνει και σε εγκάρσια τομή. Για το λόγο αυτό αναφέρονται και τα αποτελέσματα των Γ.Ν. Χαϊδεμενόπουλου, Κ.Ν. Μαλίζου και Α.Δ. Ζερβάκη [46], οι οποίοι μελέτησαν την διεπιφάνεια κοτύλης τανταλίου-ιστού σε εγκάρσια τομή σε 2 δείγματα B2 και B3.

Στο σχήμα 4.12 παρουσιάζεται εγκάρσια μεταλλογραφική τομή του δείγματος B2. Η ανάλυση με EDS (σχήματα 4.12, 4.13) στην περιοχή του ιστού δίνει Ca, P, και O. Η αναλογία Ca:P είναι 1:82 τιμή που ευρίσκεται πολύ κοντά σε εκείνη που αναφέρεται στη βιβλιογραφία για τον υδροξυαπατίτη. Η περιοχή της ανάπτυξης του ιστού που σημειώνεται στο σχήμα 4.12 παρουσιάζεται σε μεγαλύτερη λεπτομέρεια στο σχήμα. 4.13 μαζί με το αντίστοιχο φάσμα EDS. Η κυψελίδα του εμφυτεύματος έχει πληρωθεί σε ποσοστό 100% από τον ιστό, ο οποίος έχει εισχωρήσει και στην παρακάτω κυψελίδα. Η αναλογία Ca:P είναι σε αυτή την περίπτωση 1:69 τιμή πολύ κοντινή σε εκείνη του υδροξυαπατίτη, γεγονός που υποδεικνύει ότι η ανάπτυξη του νέου ιστού είναι πλήρης.

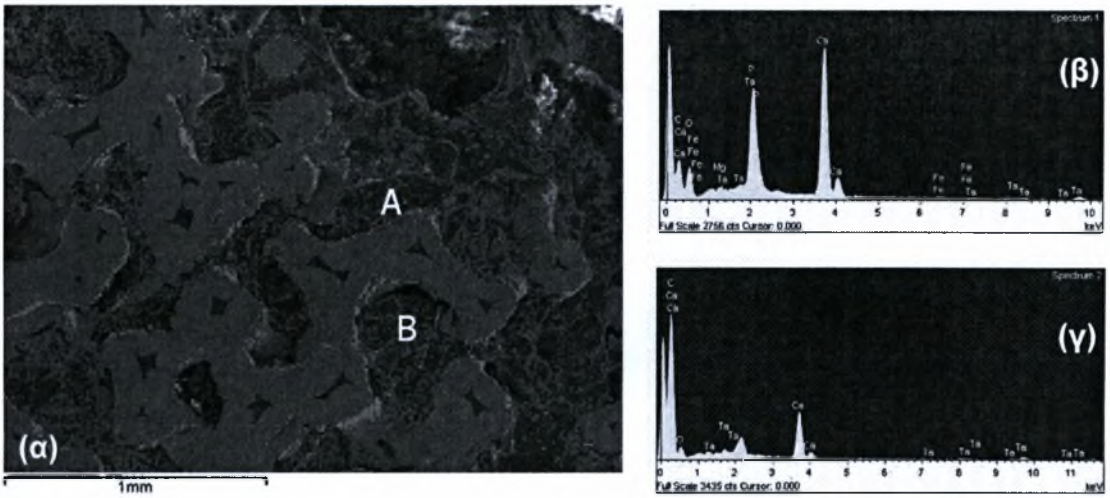


Σχήμα 4.12 : Εγκάρσια μεταλλογραφική τομή δείγματος B2, με περιοχές ανάπτυξης και διείσδυσης ιστού.



Σχήμα 4.13: (β) Λεπτομέρεια της περιοχής που σημειώνεται στο Σχ. 4.12, με διείσδυση οστού στην πρώτη ανοιχτή κυψελίδα του εμφυτεύματος. Σημειώνονται οι περιοχές από τις οποίες ελήφθησαν τα φάσματα EDS.

Αντίστοιχα με τα παραπάνω αποτελέσματα, προέκυψαν από την εργαστηριακή ανάλυση του δείγματος B3, το οποίο προήλθε από την περιοχή της κοτύλης που είχε το μεγαλύτερο πάχος ιστού. Η περιοχή της οστικής διείσδυσης προσδιορίζεται σε βάθος έως 1.5 mm από τη διεπιφάνεια ιστού/εμφυτεύματος, και παρουσιάζεται στο σχήμα. 4.14, όπου και δίδονται και τα φάσματα EDS από τις περιοχές A, B. Στην περιοχή A παρατηρείται ανάπτυξη νέου ιστού στην πρώτη ανοιχτή κυψελίδα του πορώδους Ta, όπως αποδεικνύεται από την παρουσία Ca, P, O. Στην περιοχή B η κυψελίδα φαίνεται ότι πληρούται με ιστό, εντούτοις οι αναλύσεις EDS δείχνουν παρουσία Ca όχι όμως P, γεγονός που αποδίδεται σε ατελή οστεοσύνθεση έως την αφαίρεση της κοτύλης.

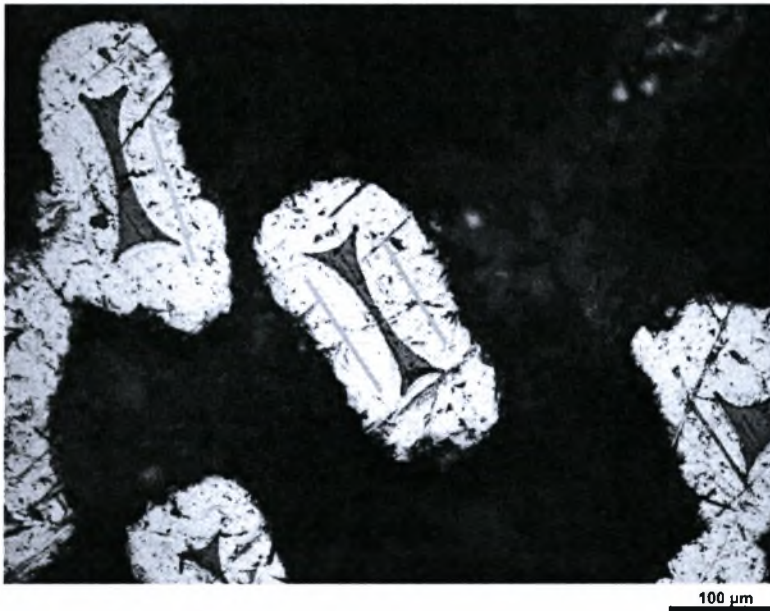


Σχήμα 4.14 : (α) Λεπτομέρεια της περιοχής οστικής διείσδυσης του δείγματος B3, (β) φάσμα EDS περιοχής A, (γ) φάσμα EDS περιοχής B.

4.2. ΕΛΑΣΤΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΤΑΝΤΑΛΙΟΥ

4.2.1 Πειραματική Μέτρηση μηχανικών ιδιοτήτων τανταλίου με νανοδιείσδυση

Μετά από τη μεταλλογραφική προετοιμασία και την παρατήρηση στο μικροσκόπιο, στο δοκίμιο A9 εφαρμόστηκε η μέθοδος της νανοδιείσδυσης για τον προσδιορισμό της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας. Στο σχήμα 4.15 παρουσιάζονται ενδεικτικά οι περιοχές στις οποίες επιλέχθηκαν τα 60 σημεία της μέτρησης. Κατά την αρχική παρατήρηση του δοκιμίου A9 στη συσκευή νανοδιείσδυσης σχεδιάστηκαν πάνω στην επικάλυψη του Τα κάποιες γραμμές πάνω στις οποίες έγιναν οι διεισδύσεις. Η σχεδίαση των γραμμών αυτών έγινε με πολύ προσοχή ώστε να είναι όσο το δυνατό στο μέσο πάχος της επικάλυψης, ώστε να μην επηρεαστούν τα αποτελέσματα των μετρήσεων από τον άνθρακα ή το κενό.

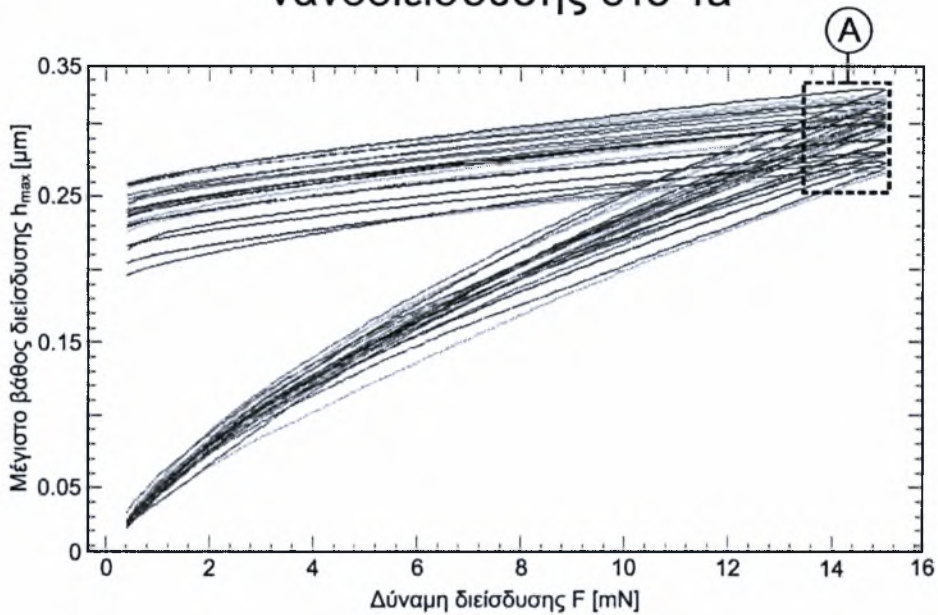


Σχήμα 4.15 : Μικροφωτογραφία του δοκιμίου A9 (X200). Ενδεικτικές γραμμές (κίτρινες) πάνω στις οποίες πραγματοποιήθηκαν οι διεισδύσεις.

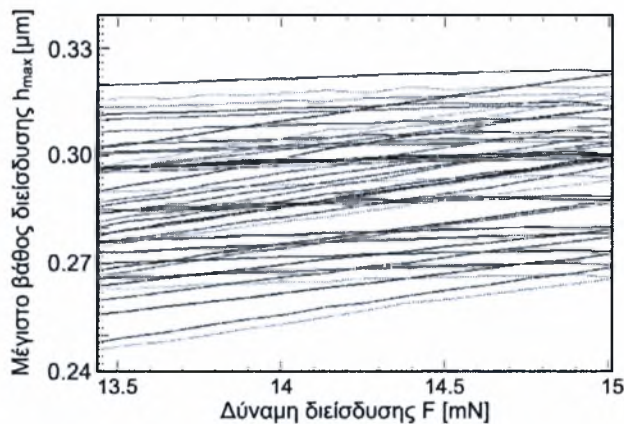
Συνολικά πραγματοποιήθηκαν 60 μετρήσεις. Κάθε μέτρηση έδωσε μία καμπύλη δύναμης διείσδυσης-βάθους διείσδυσης. Οι καμπύλες των 60 μετρήσεων παρουσιάζονται στο διάγραμμα του σχήματος 4.16. Κάθε μέτρηση απεικονίζεται με διαφορετικό χρώμα. Στο κάτω μέρος του διαγράμματος φαίνεται η λεπτομέρεια της περιοχής A (περιοχή μέγιστης φόρτισης).

Ένας πολύ μικρός αριθμός καμπύλων που παρέκλινε σημαντικά από τις υπόλοιπες, πιθανόν λόγω ατελειών της επιφάνειας, αφαιρέθηκε από τον υπολογισμό για να μην επηρεάσει τα αποτελέσματα.

Αποτελέσματα νανοδιείσδυσης στο Ta



Λεπτομέρεια (A)



Σχήμα 4.16 : Αποτελέσματα νανοδιείσδυσης από τις 60 μετρήσεις στην περιοχή τανταλίου του δοκιμίου A9.

Στον πίνακα 4.1 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της νανοδιείσδυσης στην περιοχή του τανταλίου. Τα αποτελέσματα αυτά προκύπτουν ως μέσες τιμές των δεδομένων των 60 μετρήσεων. Στην αριστερή πλευρά της κάθε στήλης φαίνονται οι τιμές φόρτισης σε mN και δεξιά το αντίστοιχο στην κάθε φόρτιση βάθος διείσδυσης σε μm . Η πρώτη τιμή φόρτισης που μετρήθηκε είναι 0.4182 mN με αντίστοιχο βάθος 0.0246 μm . Κατά το στάδιο της φόρτισης, η δύναμη διείσδυσης σταδιακά αυξάνεται φτάνοντας τη μέγιστη τιμή 15.0117 mN και δημιουργώντας αποτύπωμα βάθους 0.2978 μm . Κατά την αποφόρτιση η δύναμη ελαττώνεται σταδιακά μέχρι την ελάχιστη τιμή 0.4131 mN με τελικό αποτύπωμα βάθους 0.2346 μm .

Πίνακας 4.1 : Πίνακας αποτελεσμάτων νανοδιείσδυσης για το ταντάλιο.

F [mN]	h [μm]
0.4182	0.0246
0.4391	0.0256
0.4605	0.0265
0.4825	0.0274
0.5048	0.0284
0.5277	0.0294
0.5513	0.0305
0.5752	0.0315
0.5999	0.0324
0.6249	0.0334
0.6506	0.0343
0.6766	0.0352
0.7034	0.0361
0.7305	0.0372
0.7583	0.0381
0.7865	0.0392
0.8154	0.0403
0.8446	0.0414
0.8745	0.0425
0.9050	0.0436
0.9358	0.0449
0.9673	0.0459
0.9992	0.0470
1.0318	0.0479
1.0648	0.0490
1.0984	0.0500
1.1324	0.0511
1.1670	0.0521
1.2023	0.0533
1.2378	0.0544
1.2741	0.0555
1.3109	0.0568
1.3481	0.0578
1.3860	0.0591
1.4243	0.0602
1.4631	0.0614
1.5025	0.0627
1.5425	0.0638
1.5829	0.0650
1.6238	0.0663
1.6654	0.0676
1.7075	0.0687
1.7500	0.0700
1.7931	0.0713
1.8368	0.0726
1.8810	0.0738
1.9257	0.0751
1.9708	0.0764
2.0166	0.0777
2.0629	0.0789

F [mN]	h [μm]
2.1098	0.0801
2.1571	0.0815
2.2050	0.0827
2.2534	0.0841
2.3024	0.0854
2.3518	0.0867
2.4018	0.0880
2.4523	0.0894
2.5034	0.0907
2.5550	0.0921
2.6071	0.0933
2.6598	0.0948
2.7130	0.0961
2.7667	0.0974
2.8209	0.0988
2.8757	0.1002
2.9310	0.1017
2.9867	0.1029
3.0432	0.1043
3.1000	0.1055
3.1575	0.1069
3.2155	0.1083
3.2738	0.1095
3.3330	0.1109
3.3925	0.1122
3.4525	0.1136
3.5131	0.1148
3.5743	0.1162
3.6360	0.1175
3.6981	0.1188
3.7608	0.1203
3.8241	0.1215
3.8878	0.1229
3.9523	0.1242
4.0171	0.1256
4.0824	0.1269
4.1483	0.1283
4.2147	0.1298
4.2818	0.1311
4.3493	0.1326
4.4173	0.1339
4.4858	0.1354
4.5550	0.1368
4.6246	0.1382
4.6948	0.1396
4.7654	0.1411
4.8366	0.1426
4.9084	0.1439
4.9806	0.1454
5.0533	0.1469

F [mN]	h [μm]
5.1267	0.1482
5.2006	0.1496
5.2750	0.1510
5.3499	0.1524
5.4254	0.1538
5.5013	0.1552
5.5778	0.1567
5.6549	0.1581
5.7325	0.1595
5.8107	0.1609
5.8893	0.1624
5.9683	0.1637
6.0482	0.1652
6.1283	0.1666
6.2092	0.1681
6.2903	0.1695
6.3723	0.1709
6.4546	0.1724
6.5375	0.1738
6.6208	0.1752
6.7047	0.1767
6.7892	0.1782
6.8743	0.1796
6.9598	0.1811
7.0457	0.1826
7.1324	0.1840
7.2195	0.1855
7.3071	0.1869
7.3954	0.1884
7.4840	0.1900
7.5733	0.1914
7.6632	0.1930
7.7534	0.1945
7.8443	0.1959
7.9355	0.1975
8.0275	0.1989
8.1199	0.2005
8.2128	0.2020
8.3064	0.2035
8.4003	0.2050
8.4948	0.2066
8.5900	0.2081
8.6855	0.2096
8.7817	0.2111
8.8784	0.2125
8.9756	0.2141
9.0732	0.2156
9.1715	0.2171
9.2703	0.2187
9.3697	0.2202

F [mN]	h [μm]
9.4696	0.2217
9.5698	0.2232
9.6708	0.2247
9.7723	0.2263
9.8742	0.2278
9.9766	0.2294
10.0796	0.2309
10.1832	0.2324
10.2874	0.2339
10.3920	0.2354
10.4972	0.2369
10.6028	0.2384
10.7091	0.2399
10.8157	0.2414
10.9230	0.2429
11.0309	0.2445
11.1391	0.2460
11.2480	0.2474
11.3574	0.2490
11.4674	0.2505
11.5779	0.2520
11.6888	0.2536
11.8004	0.2551
11.9124	0.2565
12.0249	0.2581
12.1381	0.2595
12.2517	0.2612
12.3659	0.2626
12.4806	0.2642
12.5958	0.2658
12.7115	0.2673
12.8278	0.2688
12.9446	0.2703
13.0620	0.2720
13.1798	0.2736
13.2982	0.2751
13.4171	0.2767
13.5366	0.2783
13.6567	0.2797
13.7772	0.2813
13.8983	0.2829
14.0198	0.2845
14.1419	0.2861
14.2645	0.2876
14.3878	0.2894
14.5115	0.2908
14.6357	0.2923
14.7605	0.2939
14.8859	0.2954
15.0117	0.2969

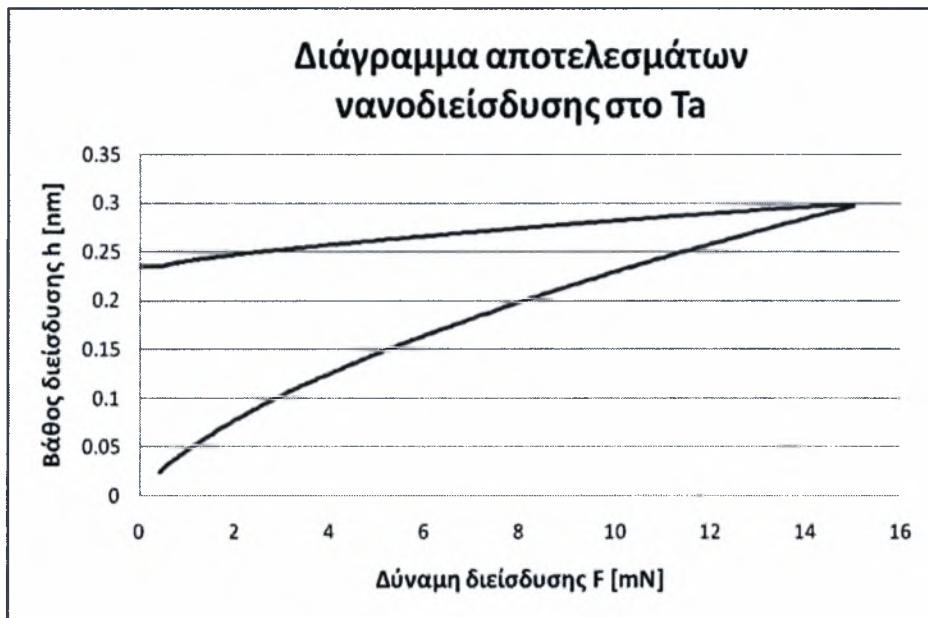
F [mN]	h [μm]
15.0117	0.2978
14.8858	0.2981
14.7604	0.2980
14.6356	0.2977
14.5114	0.2975
14.3876	0.2972
14.2643	0.2968
14.1417	0.2964
14.0195	0.2961
13.8980	0.2957
13.7769	0.2953
13.6564	0.2948
13.5362	0.2945
13.4167	0.2941
13.2977	0.2936
13.1793	0.2932
13.0615	0.2929
12.9440	0.2924
12.8272	0.2920
12.7109	0.2916
12.5952	0.2912
12.4799	0.2908
12.3652	0.2903
12.2510	0.2900
12.1374	0.2896
12.0241	0.2892
11.9116	0.2888
11.7996	0.2883
11.6880	0.2880
11.5770	0.2875
11.4665	0.2872
11.3565	0.2868
11.2471	0.2863
11.1382	0.2861
11.0299	0.2855
10.9220	0.2852
10.8146	0.2848
10.7080	0.2843
10.6016	0.2840
10.4961	0.2836
10.3908	0.2832
10.2862	0.2828
10.1820	0.2824
10.0784	0.2820
9.9753	0.2817
9.8729	0.2812
9.7709	0.2809
9.6694	0.2805
9.5685	0.2801
9.4681	0.2797

F [mN]	h [μm]
9.3683	0.2793
9.2688	0.2790
9.1700	0.2786
9.0717	0.2782
8.9740	0.2778
8.8768	0.2775
8.7801	0.2771
8.6839	0.2767
8.5883	0.2764
8.4931	0.2760
8.3985	0.2756
8.3046	0.2753
8.2111	0.2749
8.1181	0.2745
8.0256	0.2742
7.9336	0.2738
7.8424	0.2734
7.7514	0.2731
7.6612	0.2727
7.5713	0.2723
7.4820	0.2720
7.3934	0.2717
7.3051	0.2713
7.2174	0.2710
7.1303	0.2706
7.0436	0.2702
6.9576	0.2699
6.8721	0.2695
6.7870	0.2692
6.7025	0.2689
6.6186	0.2685
6.5352	0.2682
6.4522	0.2678
6.3699	0.2675
6.2879	0.2672
6.2068	0.2668
6.1258	0.2665
6.0457	0.2661
5.9658	0.2658
5.8868	0.2655
5.8081	0.2651
5.7299	0.2649
5.6523	0.2644
5.5752	0.2642
5.4987	0.2639
5.4227	0.2635
5.3472	0.2632
5.2722	0.2628
5.1979	0.2625
5.1239	0.2622

F [mN]	h [μm]
5.0505	0.2618
4.9778	0.2616
4.9055	0.2612
4.8337	0.2609
4.7625	0.2606
4.6918	0.2603
4.6216	0.2600
4.5520	0.2596
4.4828	0.2593
4.4142	0.2591
4.3462	0.2587
4.2787	0.2584
4.2116	0.2581
4.1451	0.2578
4.0792	0.2575
4.0139	0.2572
3.9491	0.2569
3.8846	0.2566
3.8208	0.2563
3.7575	0.2560
3.6947	0.2557
3.6326	0.2554
3.5709	0.2550
3.5097	0.2548
3.4491	0.2545
3.3891	0.2542
3.3295	0.2539
3.2703	0.2536
3.2119	0.2533
3.1539	0.2530
3.0964	0.2527
3.0396	0.2525
2.9831	0.2522
2.9273	0.2519
2.8720	0.2516
2.8172	0.2513
2.7629	0.2511
2.7092	0.2507
2.6560	0.2505
2.6033	0.2502
2.5512	0.2499
2.4995	0.2497
2.4484	0.2493
2.3978	0.2491
2.3478	0.2487
2.2984	0.2486
2.2494	0.2483
2.2010	0.2479
2.1531	0.2478
2.1057	0.2474

F [mN]	h [μm]
2.0588	0.2473
2.0125	0.2469
1.9667	0.2466
1.9216	0.2464
1.8768	0.2461
1.8326	0.2460
1.7889	0.2456
1.7457	0.2454
1.7032	0.2451
1.6611	0.2448
1.6195	0.2447
1.5785	0.2443
1.5381	0.2441
1.4981	0.2438
1.4586	0.2436
1.4198	0.2434
1.3815	0.2431
1.3436	0.2428
1.3063	0.2426
1.2696	0.2423
1.2332	0.2421
1.1977	0.2418
1.1624	0.2416
1.1277	0.2414
1.0937	0.2411
1.0601	0.2409
1.0271	0.2406
0.9945	0.2404
0.9626	0.2402
0.9311	0.2398
0.9002	0.2396
0.8697	0.2394
0.8398	0.2391
0.8105	0.2389
0.7816	0.2386
0.7535	0.2384
0.7256	0.2381
0.6984	0.2379
0.6717	0.2376
0.6456	0.2374
0.6199	0.2371
0.5949	0.2368
0.5702	0.2366
0.5463	0.2362
0.5227	0.2360
0.4998	0.2358
0.4774	0.2354
0.4554	0.2352
0.4340	0.2348
0.4131	0.2346

Στο σχήμα 4.17 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της νανοδιείσδυσης στο ταντάλιο που προέκυψαν από τις τιμές του πίνακα 4.1.

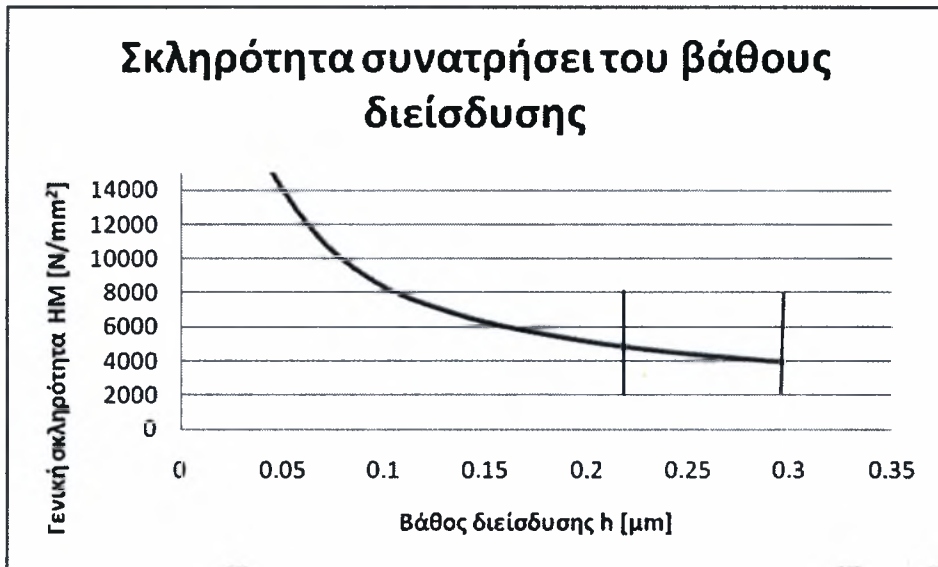


Σχήμα 4.17 : Αποτελέσματα νανοδιείσδυσης σε διάγραμμα δύναμης-βάθους διείσδυσης για το ταντάλιο με τιμές του πίνακα 4.1.

Από τα αποτελέσματα των 60 μετρήσεων στην περιοχή του τανταλίου και σύμφωνα με τις σχέσεις των Oliver-Pharr τις οποίες χρησιμοποιεί το λογισμικό του σκληρομέτρου FISCHERSCOPE H100 προσδιορίστηκε η γενική σκληρότητα του τανταλίου 3777 N/mm^2 , δηλαδή 3,7 GPa. Αντίστοιχα το μέτρο ελαστικότητας υπολογίστηκε 176 GPa.

4.2.2 Αναλυτικός προσδιορισμός της νανοσκληρότητας του τανταλίου

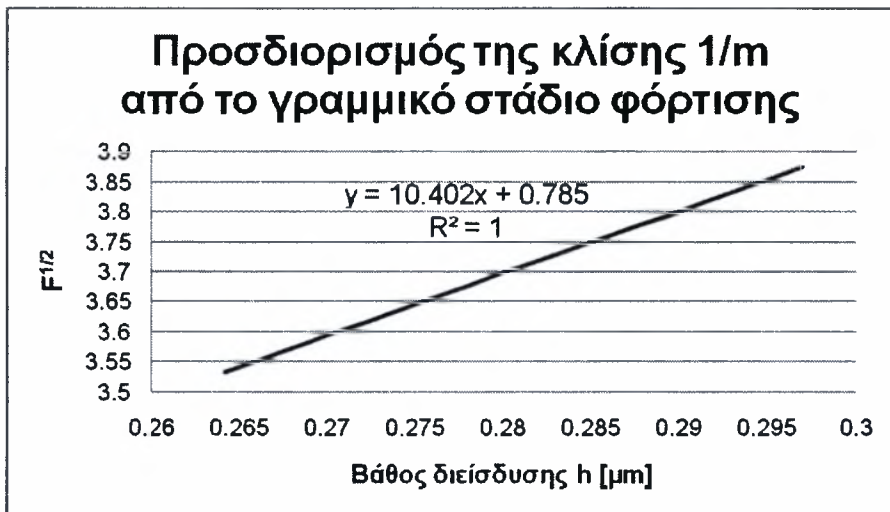
Σύμφωνα με τον πρώτο τρόπο ορισμού της σκληρότητας υπό δοκιμή φόρτισης, που αναλύθηκε στο κεφάλαιο 2, που προσδιορίζεται από το φορτίο και την αντίστοιχη επιφάνεια που δημιουργεί, προκύπτει το διάγραμμα του σχήματος 4.18 για το ταντάλιο. Το σχήμα 4.18 παρουσιάζει τα αποτελέσματα από τον αναλυτικό προσδιορισμό της σκληρότητας συναρτήσει του βάθους διείσδυσης, με τα δεδομένα της νανοδιείσδυσης που παρουσιάστηκαν στην προηγούμενη παράγραφο.



Σχήμα 4.18 : Αναλυτικός προσδιορισμός σκληρότητας T_a συνατρήσει βάθους διείσδυσης.

Σημειώνεται ότι η σκληρότητα προσδιορίζεται μόνο από το στάδιο φόρτισης. Παρατηρείται λοιπόν ότι καθώς αυξάνεται το βάθος διείσδυσης η σκληρότητα τείνει να σταθεροποιηθεί σε μια τιμή περίπου 3944 N/mm^2 . Η μέση τιμή σκληρότητας, που προσδιορίζεται από τις τιμές που αντιστοιχούν στο εύρος φορτίσεων από 9,5 έως 14,7 mN, προκύπτει $4071,344 \text{ N/mm}^2$, τιμή αρκετά κοντά στη τιμή 3777 N/mm^2 που εξήχθη από τη συσκευή νανοδιείσδυσης.

Σύμφωνα με τον δεύτερο τρόπο, η σκληρότητα προσδιορίζεται από την κλίση της καμπύλης βάθους διείσδυσης – τετραγωνικής ρίζας φόρτισης. Η εξίσωση της καμπύλης αυτής είναι $h = m\sqrt{F}$. Για τον προσδιορισμό της κλίσης της καμπύλης $1/m$ είναι απαραίτητη η δημιουργία του διαγράμματος 4.19. Συνήθως οι τιμές οι οποίες λαμβάνονται για τον προσδιορισμό του $1/m$ είναι στο εύρος $40\% F_{\max}$ έως $90\% F_{\max}$. Η κλίση $1/m$ προσδιορίζεται, για τα ίδια δεδομένα νανοδιείσδυσης που χρησιμοποιήθηκαν και παραπάνω, 10,402 για το εύρος των τιμών φόρτισης 12 έως 15 mN.

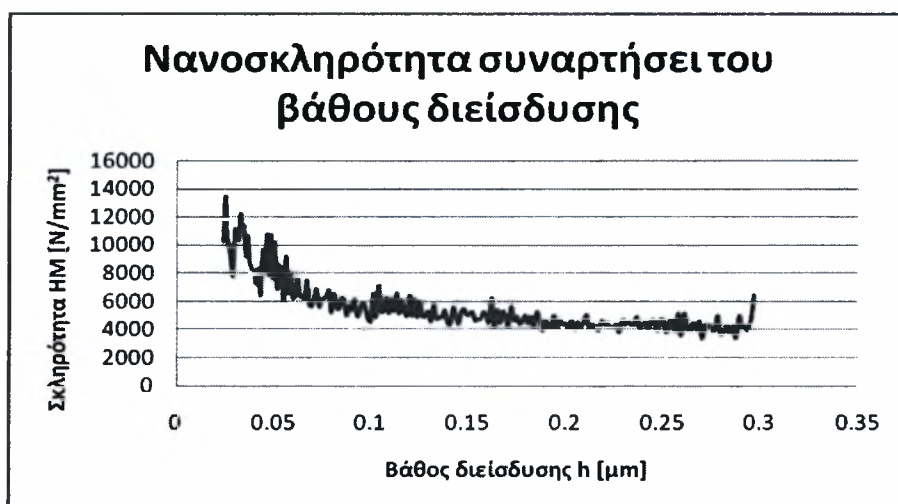


Σχήμα 4.19 : Προσδιορισμός της κλίσης 1/m από διάγραμμα βάθους διείσδυσης-τετραγωνικής ρίζας της δύναμης.

Για αυτήν την τιμή της κλίσης η σκληρότητα προσδιορίζεται $4093,92 \text{ N/mm}^2$. Αυτή η μέθοδος υπολογισμού έχει το πλεονέκτημα ότι η σκληρότητα υπό φορτίο δεν επηρεάζεται από την τραχύτητα της επιφάνειας.

Η κλίση επίσης μπορεί να ληφθεί από το κάθε σημείο μέτρησης, έτσι ώστε οι καθορισμένες τιμές σκληρότητας να μπορούν να παρουσιαστούν ως συνάρτηση του βάθους διείσδυσης, όπως φαίνεται στο διάγραμμα 4.20.

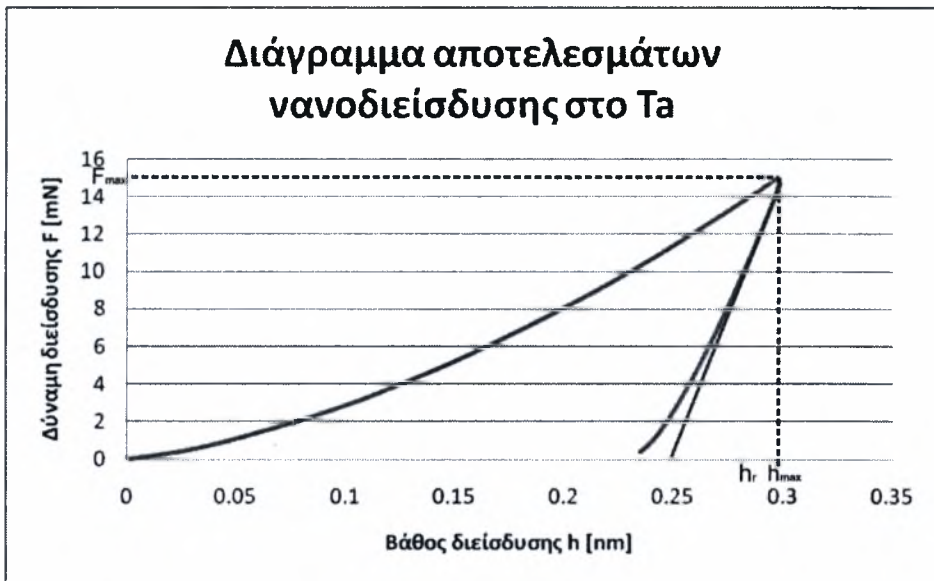
Η μέση τιμή σκληρότητας με τη μέθοδο αυτή προσδιορίζεται από τις τιμές που αντιστοιχούν στο εύρος φορτίσεων από 9,5 έως 14,7 mN $3932,35 \text{ N/mm}^2$. Η τιμή αυτή προσεγγίζει πολύ καλύτερα την τιμή μέτρησης 3777 N/mm^2 .



Σχήμα 4.20 : Σκληρότητα T_a που προσδιορίζεται από την κλίση της καμπύλης βάθους διείσδυσης – τετραγωνικής ρίζας φόρτισης συναρτήσει βάθους διείσδυσης.

4.2.3 Αναλυτικός προσδιορισμός του μέτρου ελαστικότητας του τανταλίου

Στο διάγραμμα του σχήματος 4.21 παρουσιάζονται τα ίδια αποτελέσματα νανοδιείσδυσης, με δεδομένα του πίνακα 4.1, αλλά σε διάγραμμα βάθους διείσδυσης-δύναμης. Η μορφή του διαγράμματος αυτού είναι απαραίτητη για τον αναλυτικό προσδιορισμό του μέτρου ελαστικότητας.



Σχήμα 4.21 : Αποτελέσματα νανοδιείσδυσης σε διάγραμμα βάθους-δύναμης διείσδυσης για το ταντάλιο με τιμές από τον πίνακα 4.1.

Από το σχήμα του διαγράμματος 4.21 προσδιορίζεται το βάθος του εναπομένοντος αποτυπώματος $h_r=0,246\mu\text{m}$.

Η κλίση της καμπύλης dF/dh , κατά την αποφόρτιση είναι ενδεικτική της δυσκαμψίας του τανταλίου. Η δυσκαμψία αποφόρτισης $S(h_{max})$, η οποία προσδιορίζεται προσαρμόζοντας την καμπύλη αποφόρτισης ανάμεσα στο 40% και 95% της μέγιστης φόρτισης (6 έως 13,5 mN) υπολογίζεται 295 mN/ μm .

Το μέτρο ελαστικότητας διείσδυσης προσδιορίζεται 171,63 GPa μέσω της δυσκαμψίας σύμφωνα με τη μέθοδο των Oliver-Pharr που περιγράφηκε σε προηγούμενο κεφάλαιο με τη σχέση :

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} \cdot S(h_{max})}{2 \cdot \beta \cdot \sqrt{A_c(h_{max})}} \quad (4.1)$$

Όπου $h_{\max}=0,2978 \mu\text{m}$, και $v_{\text{specimen}} = 0,34$

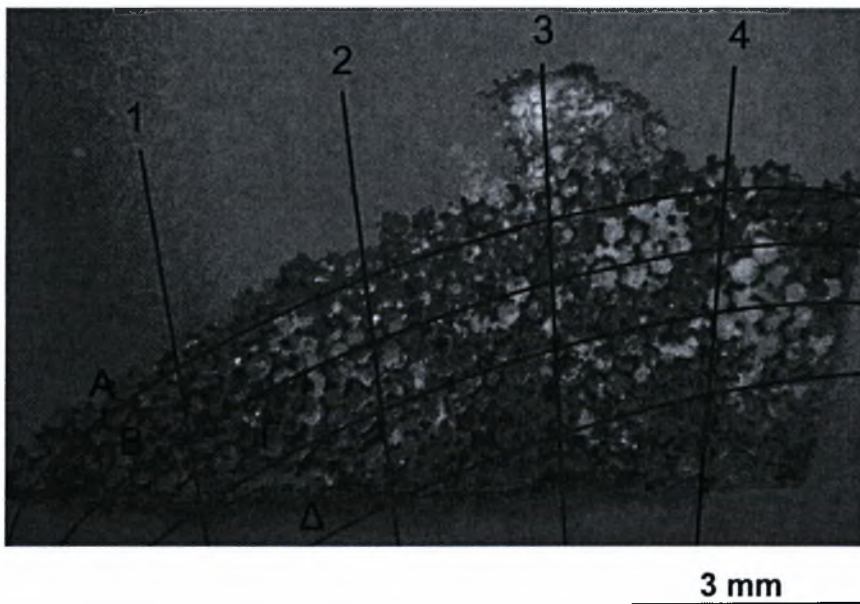
$$A_{C \max} = h_{\max}^2 \cdot 26,43 \Rightarrow A_{C \max} = 2,3486 \mu\text{m}^2 \quad (4.2)$$

$$A_{P \max} = A_{C \max} / 1,08 \Rightarrow A_{P \max} = 2,1702 \mu\text{m}^2 \quad (4.3)$$

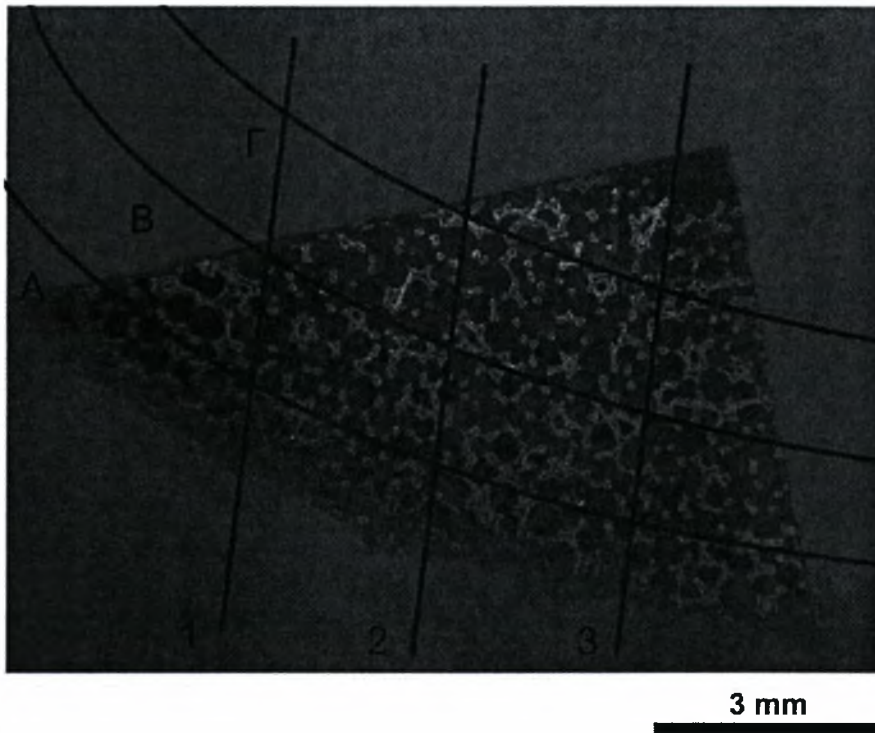
Το μέτρο ελαστικότητας του τανταλίου E_{Ta} , υπολογίζεται με τη μεθοδολογία αυτή 178,537 GPa, ίδια ακριβώς τιμή με την αντίστοιχη που εξήχθη από τη συσκευή νανοδιείσδυσης.

4.2.4 Μέτρηση μικροσκληρότητας Κnoop και προσδιορισμός μέτρου ελαστικότητας στο ταντάλιο

Οι μετρήσεις μικροσκληρότητας Κnoop έγιναν σε 2 δοκίμια, τα A9 και A3. Στα σχήματα 4.22 και 4.23 παρουσιάζεται τα δοκίμια A9 και A3 αντίστοιχα. Με τη βοήθεια των αξόνων μέτρησης (1, 2, 3 και 4) και των παράλληλων με την εξωτερική επιφάνεια καμπύλων (Α, Β, Γ και Δ) που σχεδιάστηκαν, προσδιορίστηκαν οι θέσεις στις οποίες πραγματοποιήθηκαν οι μετρήσεις.



Σχήμα 4.22 : Μικροφωτογραφία από στερεοσκόπιο του δοκιμίου A9 (X6,5). Οι αριθμημένες καμπύλες και γραμμές προσδιορίζουν τα σημεία των μετρήσεων.



Σχήμα 4.23 : Μικροφωτογραφία από στερεοσκόπιο του δοκιμίου A3 (X8). Οι αριθμημένες καμπύλες και γραμμές προσδιορίζουν τα σημεία των μετρήσεων.

Στους πίνακες 4.2 και 4.3 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα των μετρήσεων. Πιο συγκεκριμένα στον πίνακα 4.2 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα των μετρήσεων μικροσκληρότητας Knoop για τα δίκιμια A9 και A3. Πραγματοποιήθηκαν 60 μετρήσεις, οι θέσεις των οποίων περιγράφονται στην τρίτη στήλη με τον κωδικό ενός συνδυασμού αριθμού και γράμματος, που περιγράφηκε παραπάνω. Στην 4^η και 5^η στήλη αναφέρονται οι μετρήσεις των δύο διαγωνίων του αποτυπώματος του διεισδυτή Knoop, ενώ στην 6^η στήλη αναφέρεται η φόρτιση που χρησιμοποιήθηκε στην κάθε μέτρηση. Η τιμή της σκληρότητας Knoop υπολογίζεται στην 7^η στήλη σε [Kgf/mm²] και σε [GPa] στην 8^η. Στην τελευταία στήλη από αριστερά προσδιορίζεται το μέτρο ελαστικότητας σύμφωνα με τη μεθοδολογία του Marshall για $\alpha = 0,34$, $\alpha = 0,45$ και $\alpha = 1,5$. Οι πρώτες 36 μετρήσεις έγιναν στο δοκίμιο A9 και οι υπόλοιπες 24 στο A3.

Στον πίνακα 4.3 παρουσιάζονται οι ίδιες μετρήσεις των δοκιμίων A9 και A3 αλλά ο προσδιορισμός του μέτρου ελαστικότητας γίνεται με τη μεθοδολογία του Conway με λόγο Poisson του τανταλίου 0,34 και γωνία $\gamma = 75^\circ$.

Πίνακας 4.2 : Αποτελέσματα των μετρήσεων μικροσκληρότητας Κνoor και προσδιορισμός του μέτρου ελαστικότητας σύμφωνα με τον Marshall.

Δοκίμιο No	Αριθμός μέτρησης	Άξονας μετρήσεων	Μέτρηση μικροσκ/τρου a' (mm)	Μέτρηση μικροσκ/τρου b' (mm)	Load (Kgf)	HK (kgf/mm ²)	HK (GPa)	b/a	b'/a'	E (GPa)		
										α=0.34	α=0.45	α=1.5
A9	1	1 A	0.06077	0.00795	0.1	384.5	3.77	0.141	0.131	130.50	172.72	575.72
A9	2	1 A	0.05948	0.00781	0.1	401.4	3.94	0.141	0.131	143.27	189.62	632.07
A9	3	1 A	0.06136	0.00812	0.1	377.2	3.70	0.141	0.132	151.29	200.24	667.46
A9	4	1 B	0.06308	0.00819	0.1	356.9	3.50	0.141	0.130	110.07	145.68	485.59
A9	5	1 B	0.06061	0.00782	0.1	386.5	3.79	0.141	0.129	110.88	146.75	489.17
A9	6	1 B	0.06312	0.00819	0.1	356.4	3.50	0.141	0.130	109.10	144.39	481.31
A9	7	1 Γ	0.06601	0.00885	0.1	325.9	3.20	0.141	0.134	165.26	177.77	947.34
A9	8	1 Γ	0.06094	0.00808	0.1	382.4	3.75	0.141	0.133	158.25	209.45	698.17
A9	9	1 Γ	0.06176	0.00796	0.1	372.3	3.65	0.141	0.129	105.56	139.71	465.69
A9	10	2 A	0.05702	0.00748	0.1	436.8	4.28	0.141	0.131	153.88	203.66	678.87
A9	11	2 A	0.06812	0.00898	0.1	306.0	3.00	0.141	0.132	115.69	153.12	510.40
A9	12	2 A	0.06803	0.00905	0.1	306.8	3.01	0.141	0.133	134.32	177.78	592.60
A9	13	2 B	0.06512	0.00847	0.1	334.9	3.28	0.141	0.130	105.55	139.70	465.66
A9	14	2 B	0.06717	0.00897	0.1	314.7	3.09	0.141	0.134	147.72	195.51	651.70
A9	15	2 B	0.06806	0.00916	0.1	306.6	3.01	0.141	0.135	168.70	223.29	744.29
A9	16	2 Γ	0.05834	0.00752	0.1	417.2	4.09	0.141	0.129	118.43	156.75	522.49
A9	17	2 Γ	0.06097	0.00785	0.1	382.0	3.75	0.141	0.129	107.09	141.73	472.44
A9	18	2 Γ	0.06094	0.00817	0.1	382.4	3.75	0.141	0.134	193.77	256.46	854.88
A9	19	3 A	0.06525	0.0086	0.1	333.5	3.27	0.141	0.132	125.73	166.41	554.68
A9	20	3 A	0.06702	0.00865	0.1	316.1	3.10	0.141	0.129	91.03	120.48	401.60
A9	21	3 A	0.06514	0.00837	0.1	334.7	3.28	0.141	0.128	91.81	121.52	405.06
A9	22	3 B	0.06139	0.00801	0.1	376.8	3.70	0.141	0.130	123.55	163.52	545.07
A9	23	3 B	0.06043	0.00779	0.1	388.9	3.81	0.141	0.129	110.47	146.22	487.38
A9	24	3 B	0.06165	0.00789	0.1	373.6	3.66	0.141	0.128	98.36	130.18	433.94
A9	25	3 Γ	0.0659	0.00872	0.1	327.0	3.21	0.141	0.132	130.97	173.35	577.83
A9	26	3 Γ	0.06275	0.00831	0.1	360.6	3.54	0.141	0.132	146.36	193.72	645.72
A9	27	3 Γ	0.05809	0.0075	0.1	420.8	4.13	0.141	0.129	121.63	160.98	536.61
A9	28	3 Δ	0.05869	0.00767	0.1	412.2	4.04	0.141	0.131	138.02	182.67	608.92
A9	29	3 Δ	0.06413	0.00839	0.1	345.3	3.39	0.141	0.131	117.26	155.20	517.33
A9	30	3 Δ	0.08699	0.01164	0.2	375.3	3.68	0.141	0.134	183.02	242.23	807.44
A9	31	4 A	0.08686	0.01153	0.2	376.4	3.69	0.141	0.133	158.81	210.18	700.61
A9	32	4 A	0.06183	0.00797	0.1	371.4	3.64	0.141	0.129	105.46	139.58	465.26
A9	33	4 A	0.08468	0.01107	0.2	396.1	3.88	0.141	0.131	133.14	176.22	587.40
A9	34	4 B	0.08815	0.01173	0.2	365.5	3.58	0.141	0.133	160.83	212.86	709.55
A9	35	4 B	0.06192	0.00796	0.1	370.4	3.63	0.141	0.129	102.12	135.16	450.52
A9	36	4 B	0.05903	0.00775	0.1	407.5	4.00	0.141	0.131	145.22	192.20	640.68

Δοκίμιο Νο	Αριθμός μέτρησης	Άξονας μετρήσεων	Μέτρηση μικροσκλητρού a' (mm)	Μέτρηση μικροσκλητρού b' (mm)	Load (Kgf)	HK (kgf/mm ²)	HK (GPa)	b/a	b'/a'	E (GPa)		
										α=0.34	α=0.45	α=1.5
A3	37	4 Γ	0.05917	0.00753	0.1	405.6	3.98	0.141	0.127	101.03	133.72	445.73
A3	38	4 Γ	0.06729	0.00882	0.1	313.6	3.08	0.141	0.131	109.25	144.60	481.98
A3	39	4 Δ	0.06248	0.00822	0.1	363.8	3.57	0.141	0.132	133.52	176.72	589.06
A3	40	4 Δ	0.05993	0.00772	0.1	395.4	3.88	0.141	0.129	111.45	147.50	491.67
A3	41	1 A	0.05925	0.00776	0.1	404.5	3.97	0.141	0.131	139.40	184.50	614.98
A3	42	1 A	0.06352	0.00832	0.1	351.9	3.45	0.141	0.131	121.43	160.72	535.74
A3	43	1 A	0.0907	0.01208	0.2	345.2	3.39	0.141	0.133	154.31	204.24	680.79
A3	44	1 B	0.0884	0.01171	0.2	363.4	3.56	0.141	0.132	148.14	196.07	653.57
A3	45	1 B	0.06248	0.00796	0.1	363.8	3.57	0.141	0.127	91.57	121.20	403.99
A3	46	1 Γ	0.08919	0.01169	0.2	357.0	3.50	0.141	0.131	124.29	164.51	548.35
A3	47	1 Γ	0.08555	0.01099	0.2	388.0	3.81	0.141	0.128	106.20	140.56	468.54
A3	48	2 A	0.08826	0.01132	0.2	364.6	3.58	0.141	0.128	98.13	129.87	432.91
A3	49	2 A	0.08698	0.01165	0.2	375.4	3.68	0.141	0.134	186.62	247.00	823.32
A3	50	2 A	0.08552	0.01116	0.2	388.3	3.81	0.141	0.130	127.56	168.83	562.78
A3	51	2 B	0.06216	0.00797	0.1	367.5	3.60	0.141	0.128	98.60	130.50	434.99
A3	52	2 B	0.09536	0.01258	0.2	312.3	3.06	0.141	0.132	119.36	157.97	526.57
A3	53	2 Γ	0.08466	0.01113	0.2	396.2	3.89	0.141	0.131	143.94	190.51	635.03
A3	54	2 Γ	0.08375	0.01109	0.2	404.9	3.97	0.141	0.132	164.08	217.17	723.90
A3	55	3 A	0.0587	0.00738	0.1	412.1	4.04	0.141	0.126	92.09	121.88	406.27
A3	56	3 A	0.05964	0.00758	0.1	399.2	3.92	0.141	0.127	98.24	130.02	433.41
A3	57	3 B	0.08393	0.01105	0.2	403.2	3.95	0.141	0.132	149.56	197.94	659.81
A3	58	3 B	0.08956	0.01204	0.2	354.1	3.47	0.141	0.134	190.08	251.58	838.60
A3	59	3 Γ	0.09025	0.01164	0.2	348.7	3.42	0.141	0.129	99.62	131.85	439.49
A3	60	3 Γ	0.06378	0.00835	0.1	349.1	3.42	0.141	0.131	119.66	158.37	527.91

Πίνακας 4.3 : Αποτελέσματα των μετρήσεων μικροσκληρότητας Κnoop και προσδιορισμός του μέτρου ελαστικότητας σύμφωνα με τον Conway.

δοκίμιο Νο	αριθμός μέτρησης	αξονας μετρήσεων	Λόγος Poisson υλικού	γωνία γ διεισδυτή Κnoop	μέτρηση μικροσκλητρού a' (mm)	μέτρηση μικροσκλητρού b' (mm)	b στη max φόρτιση (mm)	Load (Kgf)	HK (kgf/mm ²)	HK (GPa)	E(GPa)
A9	1	1 A	0.34	1.308	0.06077	0.00795	0.0085	0.1	384.512	3.771	184.092
A9	2	1 A	0.34	1.308	0.05948	0.00781	0.0084	0.1	401.371	3.936	201.750
A9	3	1 A	0.34	1.308	0.06136	0.00812	0.0086	0.1	377.153	3.699	212.242
A9	4	1 B	0.34	1.308	0.06308	0.00819	0.0089	0.1	356.866	3.500	155.841
A9	5	1 B	0.34	1.308	0.06061	0.00782	0.0085	0.1	386.545	3.791	157.462
A9	6	1 B	0.34	1.308	0.06312	0.00819	0.0089	0.1	356.414	3.495	154.515
A9	7	1 Γ	0.34	1.308	0.06601	0.00885	0.0093	0.1	325.888	3.196	230.361
A9	8	1 Γ	0.34	1.308	0.06094	0.00808	0.0086	0.1	382.370	3.750	221.797
A9	9	1 Γ	0.34	1.308	0.06176	0.00796	0.0087	0.1	372.283	3.651	149.980
A9	10	2 A	0.34	1.308	0.05702	0.00748	0.0080	0.1	436.751	4.283	216.788
A9	11	2 A	0.34	1.308	0.06812	0.00898	0.0096	0.1	306.012	3.001	162.601
A9	12	2 A	0.34	1.308	0.06803	0.00905	0.0096	0.1	306.823	3.009	187.956
A9	13	2 B	0.34	1.308	0.06512	0.00847	0.0092	0.1	334.857	3.284	149.314
A9	14	2 B	0.34	1.308	0.06717	0.00897	0.0094	0.1	314.730	3.087	206.312
A9	15	2 B	0.34	1.308	0.06806	0.00916	0.0096	0.1	306.552	3.006	234.722
A9	16	2 Γ	0.34	1.308	0.05834	0.00752	0.0082	0.1	417.211	4.092	168.265
A9	17	2 Γ	0.34	1.308	0.06097	0.00785	0.0086	0.1	381.993	3.746	152.232
A9	18	2 Γ	0.34	1.308	0.06094	0.00817	0.0086	0.1	382.370	3.750	270.114
A9	19	3 A	0.34	1.308	0.06525	0.0086	0.0092	0.1	333.524	3.271	176.726
A9	20	3 A	0.34	1.308	0.06702	0.00865	0.0094	0.1	316.140	3.100	129.254
A9	21	3 A	0.34	1.308	0.06514	0.00837	0.0092	0.1	334.652	3.282	130.645
A9	22	3 B	0.34	1.308	0.06139	0.00801	0.0086	0.1	376.785	3.695	174.514
A9	23	3 B	0.34	1.308	0.06043	0.00779	0.0085	0.1	388.851	3.813	156.954
A9	24	3 B	0.34	1.308	0.06165	0.00789	0.0087	0.1	373.613	3.664	140.227
A9	25	3 Γ	0.34	1.308	0.0659	0.00872	0.0093	0.1	326.977	3.207	183.747
A9	26	3 Γ	0.34	1.308	0.06275	0.00831	0.0088	0.1	360.629	3.537	205.254
A9	27	3 Γ	0.34	1.308	0.05809	0.0075	0.0082	0.1	420.810	4.127	172.677
A9	28	3 Δ	0.34	1.308	0.05869	0.00767	0.0083	0.1	412.249	4.043	194.804
A9	29	3 Δ	0.34	1.308	0.06413	0.00839	0.0090	0.1	345.276	3.386	165.419
A9	30	3 Δ	0.34	1.308	0.08699	0.01164	0.0122	0.2	375.301	3.681	255.365
A9	31	4 A	0.34	1.308	0.08686	0.01153	0.0122	0.2	376.425	3.692	222.449
A9	32	4 A	0.34	1.308	0.06183	0.00797	0.0087	0.1	371.441	3.643	149.833
A9	33	4 A	0.34	1.308	0.08468	0.01107	0.0119	0.2	396.056	3.884	187.893
A9	34	4 B	0.34	1.308	0.08815	0.01173	0.0124	0.2	365.488	3.584	225.016
A9	35	4 B	0.34	1.308	0.06192	0.00796	0.0087	0.1	370.362	3.632	145.276
A9	36	4 B	0.34	1.308	0.05903	0.00775	0.0083	0.1	407.514	3.996	204.511

δοκίμιο Νο	αριθμός μέτρησης	αξονας μετρήσεων	Λόγος Poisson υλικού	γωνία γ διεισδυτή Κκοορ	μέτρηση μικροσκλητρού a' (mm)	μέτρηση μικροσκλητρού b' (mm)	b στη max φόρτιση (mm)	Load (Kgf)	HK (kgf/mm ²)	HK (GPa)	E (GPa)
A3	37	4 Γ	0.34	1.308	0.05917	0.00753	0.0083	0.1	405.588	3.978	144.426
A3	38	4 Γ	0.34	1.308	0.06729	0.00882	0.0095	0.1	313.608	3.076	153.975
A3	39	4 Δ	0.34	1.308	0.06248	0.00822	0.0088	0.1	363.753	3.567	187.845
A3	40	4 Δ	0.34	1.308	0.05993	0.00772	0.0084	0.1	395.366	3.877	158.390
A3	41	1 Α	0.34	1.308	0.05925	0.00776	0.0083	0.1	404.494	3.967	196.539
A3	42	1 Α	0.34	1.308	0.06352	0.00832	0.0089	0.1	351.939	3.451	171.207
A3	43	1 Α	0.34	1.308	0.0907	0.01208	0.0128	0.2	345.226	3.386	215.802
A3	44	1 Β	0.34	1.308	0.0884	0.01171	0.0124	0.2	363.424	3.564	207.723
A3	45	1 Β	0.34	1.308	0.06248	0.00796	0.0088	0.1	363.753	3.567	130.833
A3	46	1 Γ	0.34	1.308	0.08919	0.01169	0.0125	0.2	357.015	3.501	175.182
A3	47	1 Γ	0.34	1.308	0.08555	0.01099	0.0120	0.2	388.042	3.806	151.137
A3	48	2 Α	0.34	1.308	0.08826	0.01132	0.0124	0.2	364.578	3.575	139.750
A3	49	2 Α	0.34	1.308	0.08698	0.01165	0.0122	0.2	375.387	3.681	260.264
A3	50	2 Α	0.34	1.308	0.08552	0.01116	0.0120	0.2	388.314	3.808	180.170
A3	51	2 Β	0.34	1.308	0.06216	0.00797	0.0087	0.1	367.508	3.604	140.441
A3	52	2 Β	0.34	1.308	0.09536	0.01258	0.0134	0.2	312.310	3.063	167.694
A3	53	2 Γ	0.34	1.308	0.08466	0.01113	0.0119	0.2	396.243	3.886	202.575
A3	54	2 Γ	0.34	1.308	0.08375	0.01109	0.0118	0.2	404.901	3.971	230.116
A3	55	3 Α	0.34	1.308	0.0587	0.00738	0.0083	0.1	412.109	4.042	132.399
A3	56	3 Α	0.34	1.308	0.05964	0.00758	0.0084	0.1	399.221	3.915	140.519
A3	57	3 Β	0.34	1.308	0.08393	0.01105	0.0118	0.2	403.166	3.954	210.330
A3	58	3 Β	0.34	1.308	0.08956	0.01204	0.0126	0.2	354.071	3.472	264.614
A3	59	3 Γ	0.34	1.308	0.09025	0.01164	0.0127	0.2	348.677	3.419	141.495
A3	60	3 Γ	0.34	1.308	0.06378	0.00835	0.0090	0.1	349.075	3.423	168.743

Από τις μετρήσεις μικροσκληρότητας Κκοορ και με την εφαρμογή των δύο μεθοδολογιών, κατά Marshall και κατά Conway παρουσιάζονται οι προσδιορισμένες τιμές του μέτρου ελαστικότητας του συμπαγούς τανταλίου στον πίνακα 4.4. Είναι φανερό ότι καλύτερη προσέγγιση με τις τιμές κατά τον Conway αλλά και με αυτές της βιβλιογραφίας έχουν οι τιμές που προσδιορίστηκαν με τη μέθοδο του Marshall για $\alpha=0,45$.

Από τα πειραματικά αποτελέσματα παρατηρείται ότι η σκληρότητα και το μέτρο ελαστικότητας είναι ανεξάρτητα της θέσης που πραγματοποιήθηκαν οι μετρήσεις.

Πίνακας 4.4 : Σύγκριση των τιμών μέτρου ελαστικότητας που προσδιορίστηκαν με τις μεθοδολογίες Marshall και Conway.

δοκίμιο No	αριθμός μέτρησης	αξονας μετρήσεων	HK (kgf/mm ²)	HK (GPa)	E(GPa) Marshall			E(GPa) Conway
					$\alpha=0.34$	$\alpha=0.45$	$\alpha=1.5$	
A9	1	1 A	384.512	3.771	130.5	172.72	575.72	184.092
A9	2	1 A	401.371	3.936	143.27	189.62	632.07	201.750
A9	3	1 A	377.153	3.699	151.29	200.24	667.46	212.242
A9	4	1 B	356.866	3.500	110.07	145.68	485.59	155.841
A9	5	1 B	386.545	3.791	110.88	146.75	489.17	157.462
A9	6	1 B	356.414	3.495	109.1	144.39	481.31	154.515
A9	7	1 Γ	325.888	3.196	165.26	177.77	947.34	230.361
A9	8	1 Γ	382.370	3.750	158.25	209.45	698.17	221.797
A9	9	1 Γ	372.283	3.651	105.56	139.71	465.69	149.980
A9	10	2 A	436.751	4.283	153.88	203.66	678.87	216.788
A9	11	2 A	306.012	3.001	115.69	153.12	510.4	162.601
A9	12	2 A	306.823	3.009	134.32	177.78	592.6	187.956
A9	13	2 B	334.857	3.284	105.55	139.7	465.66	149.314
A9	14	2 B	314.730	3.087	147.72	195.51	651.7	206.312
A9	15	2 B	306.552	3.006	168.7	223.29	744.29	234.722
A9	16	2 Γ	417.211	4.092	118.43	156.75	522.49	168.265
A9	17	2 Γ	381.993	3.746	107.09	141.73	472.44	152.232
A9	18	2 Γ	382.370	3.750	193.77	256.46	854.88	270.114
A9	19	3 A	333.524	3.271	125.73	166.41	554.68	176.726
A9	20	3 A	316.140	3.100	91.03	120.48	401.6	129.254
A9	21	3 A	334.652	3.282	91.81	121.52	405.06	130.645
A9	22	3 B	376.785	3.695	123.55	163.52	545.07	174.514
A9	23	3 B	388.851	3.813	110.47	146.22	487.38	156.954
A9	24	3 B	373.613	3.664	98.36	130.18	433.94	140.227
A9	25	3 Γ	326.977	3.207	130.97	173.35	577.83	183.747
A9	26	3 Γ	360.629	3.537	146.36	193.72	645.72	205.254
A9	27	3 Γ	420.810	4.127	121.63	160.98	536.61	172.677
A9	28	3 Δ	412.249	4.043	138.02	182.67	608.92	194.804
A9	29	3 Δ	345.276	3.386	117.26	155.2	517.33	165.419
A9	30	3 Δ	375.301	3.681	183.02	242.23	807.44	255.365
A9	31	4 A	376.425	3.692	158.81	210.18	700.61	222.449
A9	32	4 A	371.441	3.643	105.46	139.58	465.26	149.833
A9	33	4 A	396.056	3.884	133.14	176.22	587.4	187.893
A9	34	4 B	365.488	3.584	160.83	212.86	709.55	225.016
A9	35	4 B	370.362	3.632	102.12	135.16	450.52	145.276
A9	36	4 B	407.514	3.996	145.22	192.2	640.68	204.511

δοκίμιο Νο	αριθμός μέτρησης	αξονας μετρήσεων	HK (kgf/mm ²)	HK (GPa)	E(GPa) Marshall			E(GPa) Conway
					α=0.34	α=0.45	α=1.5	
A3	37	4 Γ	405.588	3.978	101.03	133.72	445.73	144.426
A3	38	4 Γ	313.608	3.076	109.25	144.6	481.98	153.975
A3	39	4 Δ	363.753	3.567	133.52	176.72	589.06	187.845
A3	40	4 Δ	395.366	3.877	111.45	147.5	491.67	158.390
A3	41	1 Α	404.494	3.967	139.4	184.5	614.98	196.539
A3	42	1 Α	351.939	3.451	121.43	160.72	535.74	171.207
A3	43	1 Α	345.226	3.386	154.31	204.24	680.79	215.802
A3	44	1 Β	363.424	3.564	148.14	196.07	653.57	207.723
A3	45	1 Β	363.753	3.567	91.57	121.2	403.99	130.833
A3	46	1 Γ	357.015	3.501	124.29	164.51	548.35	175.182
A3	47	1 Γ	388.042	3.806	106.2	140.56	468.54	151.137
A3	48	2 Α	364.578	3.575	98.13	129.87	432.91	139.750
A3	49	2 Α	375.387	3.681	186.62	247	823.32	260.264
A3	50	2 Α	388.314	3.808	127.56	168.83	562.78	180.170
A3	51	2 Β	367.508	3.604	98.6	130.5	434.99	140.441
A3	52	2 Β	312.310	3.063	119.36	157.97	526.57	167.694
A3	53	2 Γ	396.243	3.886	143.94	190.51	635.03	202.575
A3	54	2 Γ	404.901	3.971	164.08	217.17	723.9	230.116
A3	55	3 Α	412.109	4.042	92.09	121.88	406.27	132.399
A3	56	3 Α	399.221	3.915	98.24	130.02	433.41	140.519
A3	57	3 Β	403.166	3.954	149.56	197.94	659.81	210.330
A3	58	3 Β	354.071	3.472	190.08	251.58	838.6	264.614
A3	59	3 Γ	348.677	3.419	99.62	131.85	439.49	141.495
A3	60	3 Γ	349.075	3.423	119.66	158.37	527.91	168.743

4.2.5 Σύγκριση αποτελεσμάτων για το Ταντάλιο

Στον πίνακα 4.5 παρουσιάζονται οι τιμές των μηχανικών ιδιοτήτων του συμπαγούς τανταλίου από βιβλιογραφικές πηγές και από τα αποτελέσματα της εργασίας. Είναι αξιοσημείωτη η σύγκλιση των τιμών της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας που προήλθαν από τη μέθοδο της νανοδιείσδυσης και από τη μικροσκληρομέτρηση Knoop. Για παράδειγμα η διαφορά των δύο μεθόδων προσδιορισμού της σκληρότητας βρέθηκε της τάξης του 4,15%.

Επιπροσθέτως, το μέσο μέτρο ελαστικότητας κατά τη μέθοδο του Marshall προσδιορίστηκε 169,6 GPa, 11,58 GPa μικρότερο απ' ό τι με τη μέθοδο του Conway. Για την τάξη μεγέθους του μέτρου ελαστικότητας του συμπαγούς τανταλίου η διαφορά δεν είναι μεγάλη, ανέρχεται μόλις στο 6,4%.

Όσον αφορά το μέτρο ελαστικότητας, με τη μέθοδο της μικροσκληρομέτρησης σε συνδυασμό με τη μεθοδολογία του Conway και με τη μέθοδο της νανοδιείσδυσης φαίνεται να προσεγγίζεται καλύτερα η τιμή που δίνεται από τη βιβλιογραφία. Αντίθετα, η τιμή που προσδιορίστηκε από τη μεθοδολογία του Marshall είναι και αυτή ικανοποιητική (για $\alpha=0,45$), αλλά παρουσιάζει λίγο μεγαλύτερη απόκλιση. Αυτό μπορεί να δικαιολογηθεί από τη χρήση του συντελεστή α κατά τη μεθοδολογία του Marshall, ο οποίος είναι εμπειρικός και εξαρτάται από το υλικό που εξετάζεται. Αντίθετα, κατά τον προσδιορισμό του μέτρου ελαστικότητας σύμφωνα με τον Conway γίνεται χρήση του λόγου του Poisson που αποτελεί ιδιότητα του υλικού. Στους υπολογισμούς χρησιμοποιήθηκε ως λόγος Poisson του τανταλίου 0,34, τιμή που αναφέρεται στη βιβλιογραφία.

Όσον αφορά τη σκληρότητα, με τη μέθοδο της νανοδιείσδυσης η τιμή που προσδιορίζεται είναι λίγο μεγαλύτερη. Γενικά, η μέθοδος της νανοδιείσδυσης είναι πιο ακριβής λόγω του ότι συνυπολογίζει και την ελαστική παραμόρφωση του υλικού, με αντίθεση με τη στατική μέθοδο σκληρομέτρησης Knoop που βασίζεται στο μόνιμο αποτύπωμα.

Τα βιβλιογραφικά στοιχεία για τις μηχανικές ιδιότητες του τανταλίου που μελετάται είναι περιορισμένα. Αυτό οφείλεται στο γεγονός ότι η σύσταση του υλικού της κοτύλης αποτελείται από καθαρό ταντάλιο, αλλά και από άλλα στερεά διαλύματα που σχηματίζει. Όπως αναφέρθηκε και στο θεωρητικό υπόβαθρο, η τιμή της μικροσκληρότητας της επικάλυψης τανταλίου βρίσκεται μεταξύ των τιμών σκληρότητας καθαρού τανταλίου (70-100 HK) και τανταλίου με κραματικά στοιχεία (400-600 HK).

Γενικά, οι τιμές σκληρότητας που προσδιορίστηκαν είναι μέσα στο εύρος τιμών της βιβλιογραφίας για το υλικό της κοτύλης. Σε σύγκριση όμως με τη βιβλιογραφία για το καθαρό ταντάλιο, παρατηρείται ότι οι τιμές σκληρότητας που προσδιορίστηκαν πειραματικά είναι αρκετά μεγαλύτερες, γεγονός που αποδεικνύει ότι το υλικό της κοτύλης που εξετάζεται περιέχει και κραματικά στοιχεία, κυρίως άτομα παρεμβολής, όπως αναφέρεται στη βιβλιογραφία, που το ισχυροποιούν.

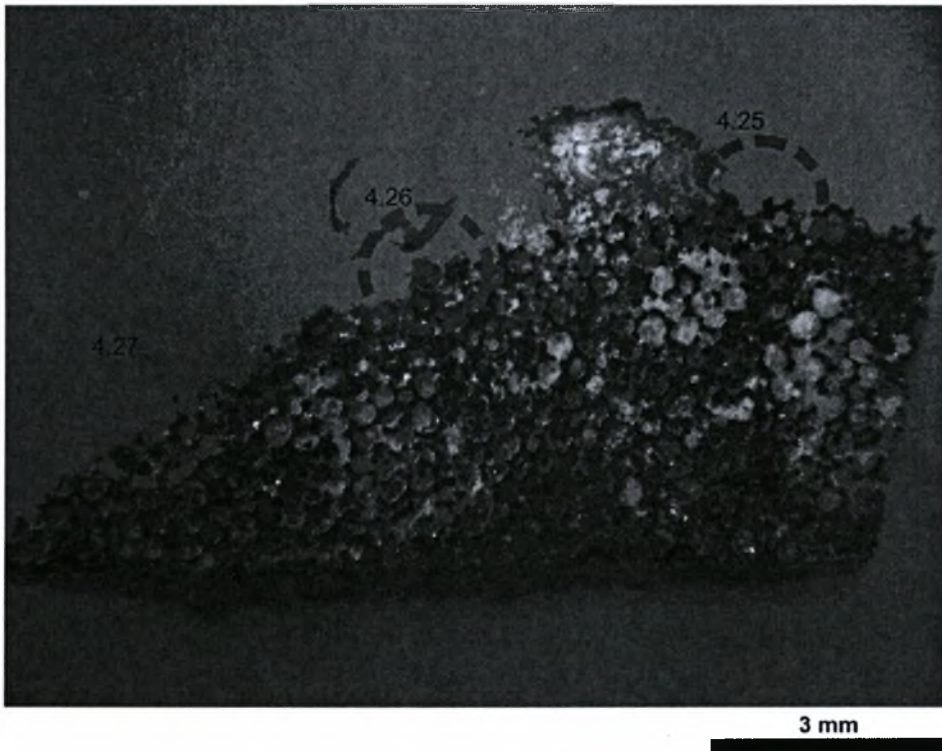
Πίνακας 4.5 : Σύγκριση των τιμών της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας του τανταλίου από τη βιβλιογραφία και από τα αποτελέσματα της εργασίας.

		ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ		ΜΕΤΡΟ ΕΛΑΣΤΙΚΟΤΗΤΑΣ	
		[Kgf/mm ²]	[GPa]	[GPa]	
	Medlin [17]	243±6		3,1 (για το πορώδες)	
Βιβλιογραφικά στοιχεία	Zardiackas[18]		2,353~3,853		
	Zimmer [51]	243	2,383		
	Guisbiers [14]		2,94	185	
	Matweb [47]	200		186	
Αποτελέσματα εργασίας	Νανοδιείσδυση	385,251	3,777	176	
	Κnoop	369.1	3.62	169.6 [Marshall] για α=0,45	181.183 [Conway]

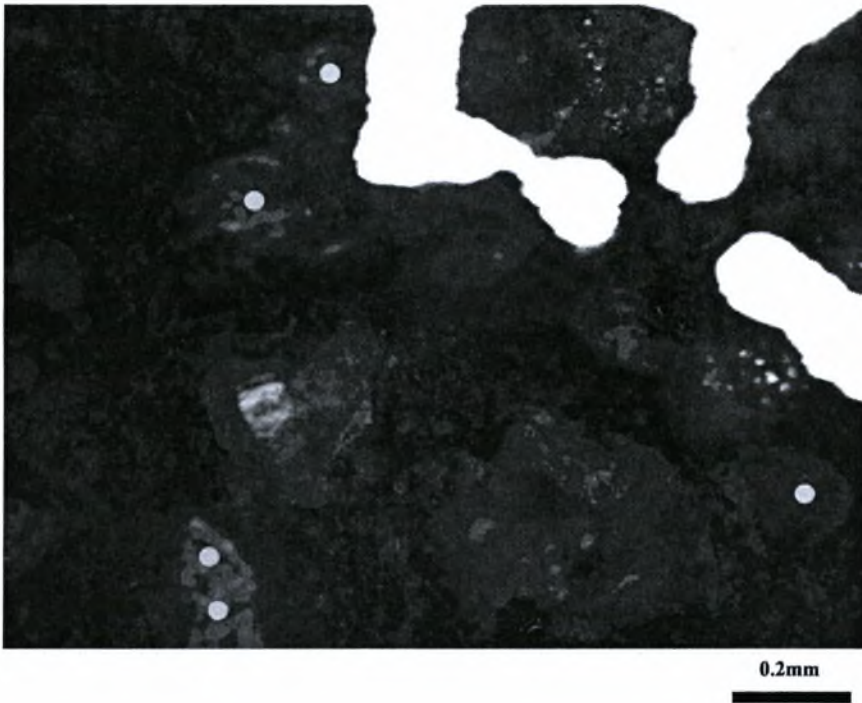
4.3 ΕΛΑΣΤΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΙΣΤΟΥ

4.3.1 Πειραματική μέτρηση μηχανικών ιδιοτήτων ιστού

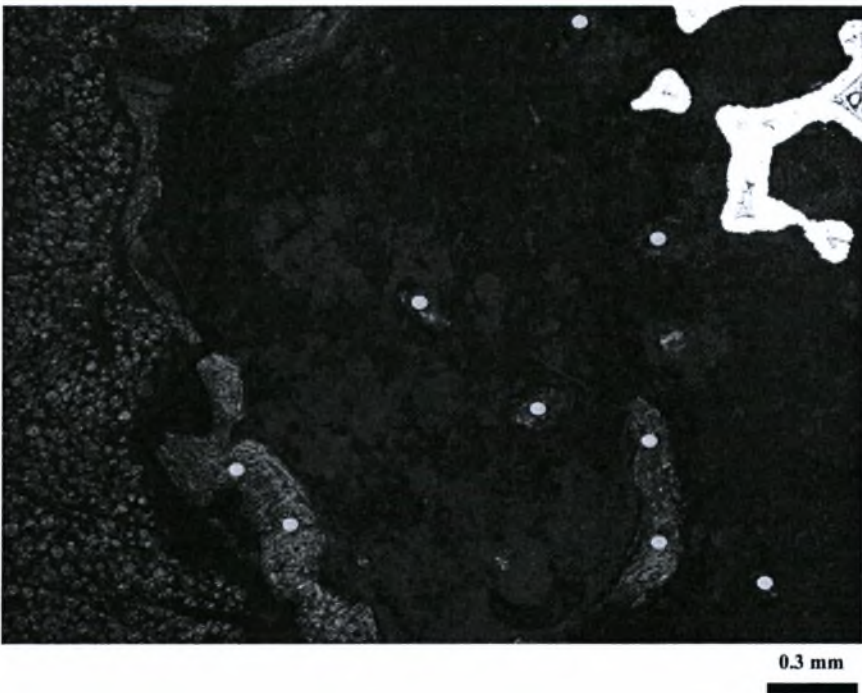
Στο σχήμα 4.24 παρουσιάζεται η μικροφωτογραφία από στερεοσκόπιο του δοκιμίου A9 στην επιφάνεια του οποίου πραγματοποιήθηκε η νανοδιείσδυση στην περιοχή του ιστού. Οι κόκκινοι διακεκομμένοι κύκλοι του σχήματος 4.24 περικλείουν τις περιοχές που απεικονίζονται στις μικροφωτογραφίες με μεγαλύτερη μεγέθυνση στα σχήματα 4.25, 4.26 και 4.27. Στις μικροφωτογραφίες 4.25, 4.26 και 4.27 απεικονίζονται ενδεικτικά με κίτρινο χρώμα τα επιλεγμένα σημεία στα οποία πραγματοποιήθηκαν οι 60 μετρήσεις για τον ιστό. Τα επιλεγμένα σημεία βρίσκονται κατά μήκος όλης της διεπιφάνειας του πορώδους τανταλίου με τον ιστό.



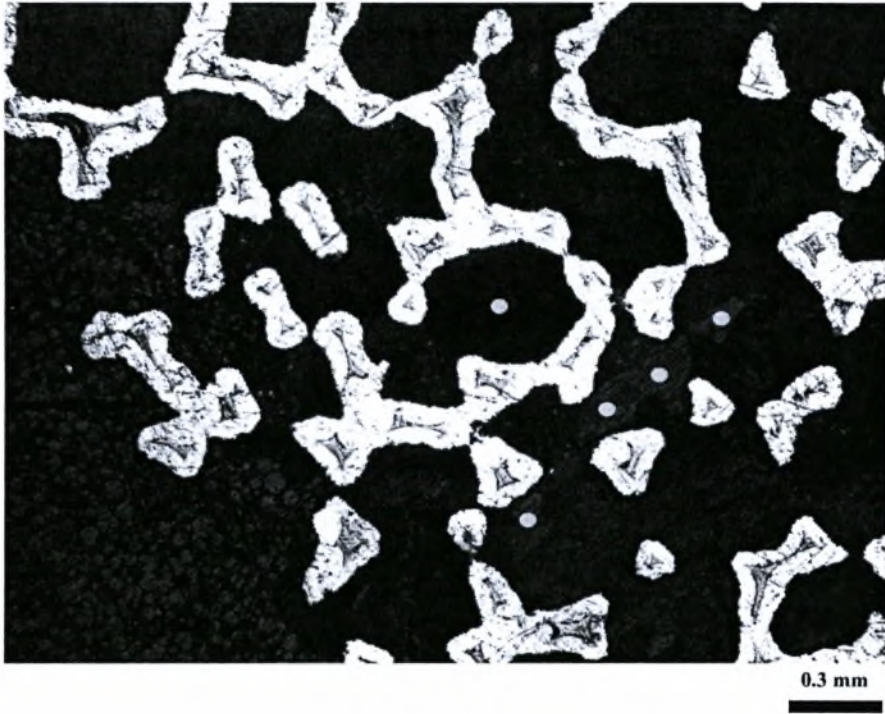
Σχήμα 4.24 : Μικροφωτογραφία στερεοσκοπίου δοκιμίου A9 (X 6,5).



Σχήμα 4.25 :Οπτική μικροφωτογραφία διεπιφάνειας πορώδους τανταλίου-ιστού δοκιμίου A9, λεπτομέρεια 4.25 του σχήματος 4.24 (δεξιά πλευρά της διεπιφάνειας) (X 100).



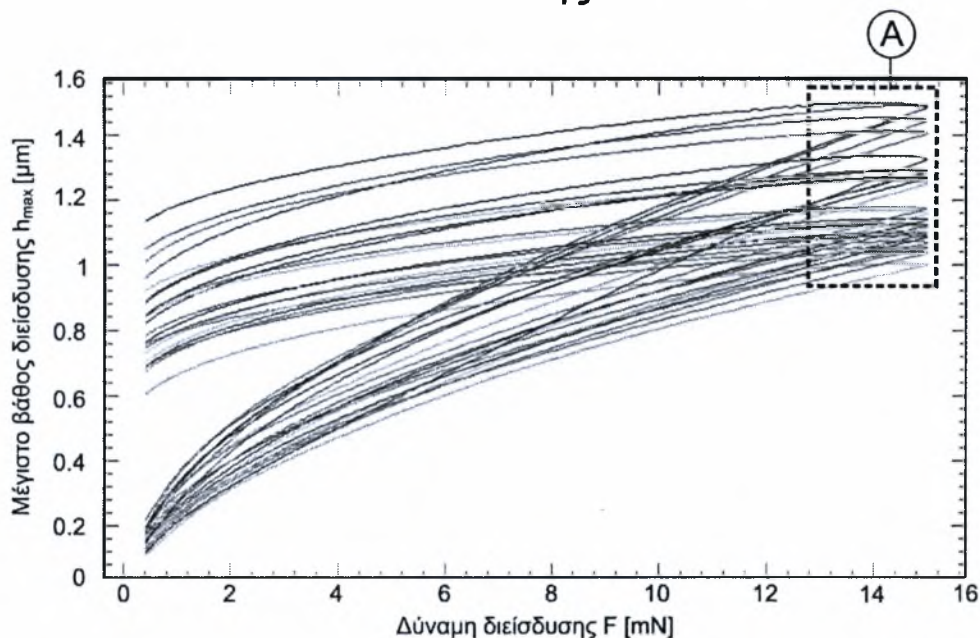
Σχήμα 4.26 :Οπτική μικροφωτογραφία διεπιφάνειας πορώδους τανταλίου-ιστού δοκιμίου A9, λεπτομέρεια 4.26 του σχήματος 4.24 (X 50).



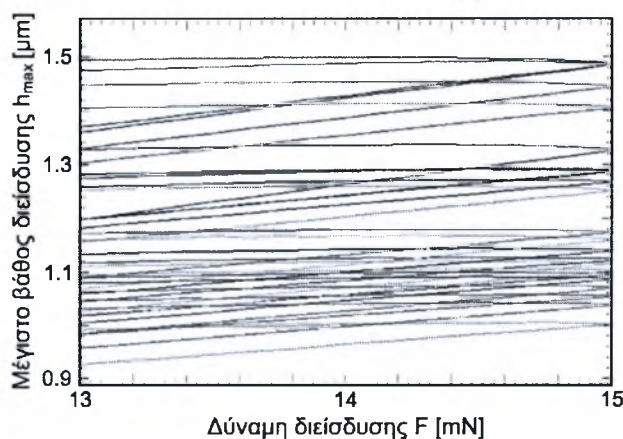
Σχήμα 4.27 :Οπτική μικροφωτογραφία διεπιφάνειας πορώδους τανταλίου-ιστού δοκιμίου A9, λεπτομέρεια 4.27 του σχήματος 4.24 (X 50).

Κάθε μέτρηση νανοδιείσδυσης, όπως περιγράφηκε σε προηγούμενο κεφάλαιο, δίνει μία καμπύλη δύναμης διείσδυσης-βάθους διείσδυσης. Οι καμπύλες των 60 μετρήσεων που έγιναν στον ιστό παρουσιάζονται στο σχήμα 4.28. Κάθε μέτρηση απεικονίζεται με διαφορετικό χρώμα. Στο κάτω μέρος του διαγράμματος φαίνεται η λεπτομέρεια της περιοχής A (περιοχή μέγιστης φόρτισης). Ένας πολύ μικρός αριθμός καμπύλων που παρέκλινε σημαντικά από τις υπόλοιπες, πιθανόν λόγω ατελειών της επιφάνειας, αφαιρέθηκε από τον υπολογισμό για να μην επηρεάσει τα αποτελέσματα.

Αποτελέσματα νανοδιείσδυσης στον Ιστό



Λεπτομέρεια (A)



Σχήμα 4.28 : Αποτελέσματα νανοδιείσδυσης από τις 60 μετρήσεις στην περιοχή ιστού του δοκιμίου A9.

Στον πίνακα 4.6 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της νανοδιείσδυσης στην περιοχή του ιστού. Τα αποτελέσματα αυτά προκύπτουν ως μέσες τιμές των δεδομένων των 60 μετρήσεων. Η πρώτη τιμή φόρτισης που μετρήθηκε είναι 0.414627 mN με αντίστοιχο βάθος 0.161716 μm . Κατά το στάδιο της φόρτισης, η δύναμη διείσδυσης σταδιακά αυξάνεται φτάνοντας τη μέγιστη τιμή 14.9892 mN και δημιουργώντας αποτύπωμα βάθους 1.20793 μm . Κατά την αποφόρτιση η δύναμη ελαττώνεται σταδιακά μέχρι την ελάχιστη τιμή 0.39844 mN με τελικό αποτύπωμα βάθους 0.824433 μm .

Πίνακας 4.6 : Πίνακας αποτελεσμάτων νανοδιείσδυσης για τον ιστό.

F [mN]	h [μ m]
0.41462	0.16171
0.43548	0.16679
0.45668	0.17183
0.47859	0.17686
0.50085	0.18182
0.52364	0.18694
0.54712	0.19218
0.57096	0.19722
0.59551	0.20206
0.62040	0.20708
0.64600	0.21217
0.67195	0.21686
0.69860	0.22193
0.72568	0.22702
0.75339	0.23198
0.78145	0.23686
0.81019	0.24223
0.83938	0.24733
0.86920	0.25218
0.89953	0.25733
0.93030	0.26242
0.96169	0.26742
0.99351	0.27255
1.02596	0.27784
1.05883	0.28288
1.09233	0.28795
1.12626	0.29321
1.1608	0.29840
1.19597	0.30324
1.2314	0.3083
1.26761	0.31350
1.30426	0.31874
1.34136	0.3236
1.37914	0.32905
1.41738	0.33405
1.45605	0.33900
1.49542	0.34431
1.53532	0.34943
1.57558	0.35439
1.61645	0.35930
1.65792	0.36470
1.69993	0.36976
1.7423	0.37456
1.78535	0.37981
1.82894	0.38501
1.87306	0.39002
1.9177	0.39489
1.96269	0.40026
2.00838	0.40526
2.05461	0.41012

F [mN]	h [μ m]
2.10136	0.415315
2.14862	0.420679
2.19643	0.425491
2.24476	0.43055
2.29361	0.435892
2.3429	0.441032
2.39281	0.445854
2.44324	0.45118
2.4942	0.456403
2.54578	0.461424
2.5978	0.466207
2.65032	0.472107
2.70348	0.476831
2.75708	0.481987
2.8112	0.487265
2.86593	0.492347
2.92111	0.497377
2.97671	0.502494
3.03311	0.507895
3.08978	0.512879
3.14724	0.518069
3.20512	0.523439
3.26336	0.52859
3.3224	0.533677
3.38188	0.538687
3.44178	0.544263
3.50232	0.549046
3.56337	0.554236
3.62494	0.559531
3.68697	0.56459
3.7496	0.56966
3.81276	0.574863
3.87644	0.580247
3.94083	0.585179
4.00549	0.590367
4.07075	0.595853
4.13654	0.600855
4.20287	0.60596
4.26989	0.611211
4.33725	0.61658
4.40516	0.62146
4.47358	0.626798
4.5427	0.632234
4.61219	0.637198
4.68228	0.642289
4.7528	0.64791
4.82386	0.652958
4.89563	0.65804
4.96773	0.663574
5.04038	0.668553

F [mN]	h [μ m]
5.11362	0.673932
5.18749	0.679029
5.26171	0.684472
5.33654	0.689603
5.41199	0.694567
5.48779	0.700063
5.5642	0.70529
5.64122	0.710635
5.71868	0.715905
5.79676	0.721262
5.87527	0.726628
5.95424	0.731501
6.03398	0.737119
6.11399	0.742301
6.19479	0.74751
6.27586	0.7528
6.35771	0.758173
6.43991	0.763477
6.52273	0.768543
6.60598	0.774081
6.68977	0.779265
6.77417	0.784535
6.85918	0.789904
6.94454	0.795072
7.03043	0.800595
7.11702	0.805626
7.20396	0.811195
7.29152	0.816461
7.3797	0.821742
7.46822	0.827054
7.55744	0.832393
7.64719	0.837765
7.7373	0.842906
7.8281	0.848466
7.91925	0.853783
8.01111	0.859004
8.1035	0.864475
8.19631	0.869842
8.28975	0.875201
8.38354	0.880467
8.47803	0.886046
8.57305	0.891245
8.6685	0.896601
8.76457	0.901986
8.86117	0.907443
8.95829	0.912804
9.05585	0.918062
9.15403	0.923509
9.25273	0.92898
9.35205	0.934265

F [mN]	h [μ m]
9.45181	0.939606
9.55199	0.94519
9.65281	0.950534
9.75423	0.955783
9.85609	0.96127
9.95839	0.966721
10.0613	0.972018
10.1648	0.977521
10.2689	0.983006
10.3734	0.988353
10.4785	0.993811
10.5839	0.999283
10.6902	1.00475
10.7967	1.01024
10.9039	1.0155
11.0117	1.02118
11.1199	1.02647
11.2286	1.03188
11.338	1.03758
11.4478	1.04283
11.5582	1.04833
11.6691	1.05379
11.7805	1.05926
11.8924	1.06476
12.0048	1.07026
12.1179	1.07564
12.2315	1.08127
12.3456	1.08652
12.4601	1.09208
12.5753	1.09759
12.6909	1.10299
12.8071	1.10843
12.9238	1.11388
13.0411	1.11947
13.1588	1.12482
13.2771	1.13042
13.3959	1.13586
13.5153	1.14141
13.6353	1.14686
13.7557	1.15246
13.8767	1.15799
13.9981	1.1634
14.1202	1.16905
14.2427	1.1746
14.3658	1.18014
14.4895	1.18571
14.6135	1.19126
14.7382	1.19683
14.8635	1.20227
14.9892	1.20793

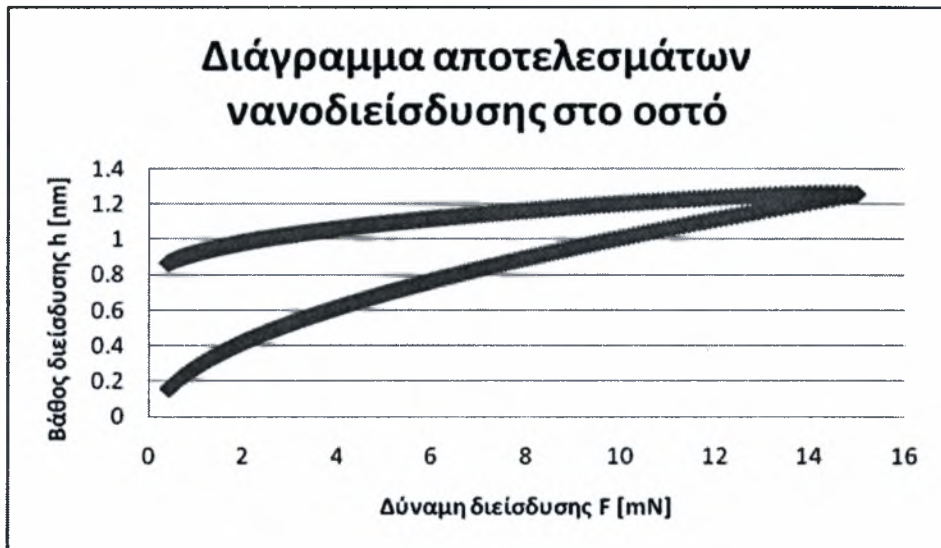
F [mN]	h [μ m]
14.9891	1.21162
14.8632	1.21304
14.7378	1.21411
14.613	1.21462
14.4888	1.21485
14.365	1.2148
14.2417	1.21472
14.1191	1.2142
13.9969	1.21356
13.8753	1.21293
13.7542	1.21223
13.6338	1.21099
13.5136	1.21003
13.3941	1.20911
13.2752	1.20774
13.1568	1.20661
13.039	1.20527
12.9216	1.20394
12.8048	1.20271
12.6885	1.20096
12.5728	1.19987
12.4575	1.19815
12.3429	1.19671
12.2287	1.19507
12.115	1.19367
12.0018	1.19197
11.8893	1.19014
11.7773	1.18886
11.6658	1.18689
11.5548	1.18543
11.4444	1.18363
11.3344	1.1821
11.225	1.18014
11.1161	1.1785
11.0079	1.1768
10.9	1.17501
10.7927	1.17329
10.6861	1.17152
10.5798	1.16977
10.4742	1.16787
10.369	1.16626
10.2645	1.16436
10.1603	1.16256
10.0567	1.16072
9.9537	1.15886
9.85131	1.15715
9.74936	1.1552
9.64785	1.15355
9.54695	1.15168
9.44667	1.14988

F [mN]	h [μ m]
9.34683	1.14796
9.24743	1.14617
9.14863	1.14435
9.05037	1.14233
8.95273	1.14057
8.85551	1.13883
8.75883	1.13683
8.66268	1.13495
8.56714	1.13329
8.47204	1.13132
8.37746	1.12935
8.28359	1.1275
8.19006	1.12585
8.09717	1.12362
8.00469	1.12182
7.91275	1.12
7.82151	1.11813
7.73063	1.11603
7.64044	1.11429
7.5506	1.11233
7.4613	1.11044
7.37269	1.10845
7.28444	1.10666
7.19679	1.10469
7.10977	1.10266
7.02309	1.10091
6.93712	1.09898
6.85168	1.0969
6.76659	1.09494
6.6821	1.09323
6.59824	1.09121
6.51491	1.08906
6.432	1.08735
6.34971	1.08541
6.26779	1.08326
6.18663	1.08147
6.10575	1.07958
6.02566	1.07746
5.94584	1.07539
5.8668	1.07365
5.7882	1.07164
5.71005	1.06948
5.63251	1.06749
5.55539	1.06575
5.47891	1.06338
5.40303	1.06142
5.3275	1.05948
5.25259	1.0576
5.1783	1.05528
5.10435	1.05348

F [mN]	h [μ m]
5.03103	1.0515
4.95831	1.04941
4.88613	1.04714
4.81428	1.04553
4.74314	1.04332
4.67254	1.04112
4.60237	1.03927
4.53281	1.03718
4.46361	1.03507
4.39511	1.03297
4.32713	1.03116
4.25968	1.02885
4.19259	1.0268
4.12619	1.02489
4.06032	1.0228
3.99498	1.02056
3.93025	1.01858
3.86578	1.01656
3.80203	1.01417
3.73879	1.01227
3.67609	1.01015
3.61399	1.00808
3.55234	1.00568
3.49121	1.00377
3.43061	1.00177
3.37063	0.99937
3.31107	0.997612
3.25197	0.995144
3.19365	0.993208
3.13569	0.990745
3.07815	0.988903
3.02142	0.986594
2.96495	0.98435
2.90926	0.982185
2.85401	0.980254
2.79921	0.977999
2.74502	0.97574
2.69135	0.973688
2.63813	0.971394
2.58552	0.969125
2.53343	0.96701
2.48179	0.964781
2.43075	0.962606
2.38025	0.960107
2.33027	0.958081
2.28092	0.955664
2.23199	0.953565
2.18359	0.95128
2.13572	0.949135
2.08838	0.946791

F [mN]	h [μ m]
2.04156	0.944453
1.99526	0.942412
1.9495	0.940018
1.90444	0.937752
1.85974	0.93535
1.81555	0.933178
1.7719	0.930782
1.72877	0.928411
1.68634	0.926295
1.64428	0.923511
1.60272	0.921593
1.56178	0.919185
1.52146	0.91676
1.4815	0.914437
1.44206	0.911974
1.40332	0.909764
1.36502	0.907315
1.32716	0.904877
1.29	0.902589
1.25328	0.900253
1.217	0.897802
1.18151	0.895335
1.14628	0.893045
1.11167	0.890494
1.07768	0.887976
1.04411	0.88564
1.01117	0.883353
0.978666	0.880625
0.946777	0.878244
0.91532	0.875934
0.884497	0.873092
0.854089	0.870939
0.82422	0.868301
0.794967	0.865849
0.766149	0.863314
0.738034	0.860774
0.710267	0.858343
0.683125	0.855733
0.656413	0.853265
0.630409	0.850538
0.604745	0.848295
0.579797	0.845499
0.555196	0.842833
0.531289	0.840531
0.507747	0.837705
0.4849	0.835116
0.462583	0.832441
0.440615	0.82986
0.41935	0.827205
0.39844	0.824433

Στο σχήμα 4.29 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της νανοδιείσδυσης στον ιστό που προέκυψαν από τις τιμές του πίνακα 4.6.



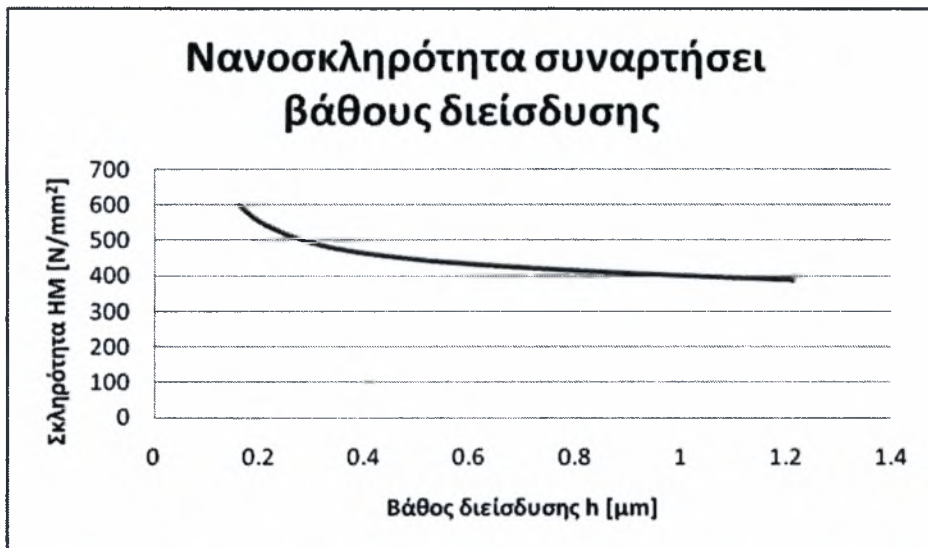
Σχήμα 4.29 : Αποτελέσματα νανοδιείσδυσης σε διάγραμμα δύναμης-βάθους διείσδυσης για τον ιστό με τιμές του πίνακα 4.6.

Από τα αποτελέσματα των 60 μετρήσεων στην περιοχή του ιστού και σύμφωνα με τις σχέσεις των Oliver-Pharr τις οποίες χρησιμοποιεί το λογισμικό του σκληρόμετρου FISCHERSCOPE H100 προσδιορίστηκε η γενική σκληρότητα του ιστού $272,3 \text{ N/mm}^2$, δηλαδή $0,2723 \text{ GPa}$. Αντίστοιχα το μέτρο ελαστικότητας υπολογίστηκε 8 GPa .

4.3.2 Αναλυτικός προσδιορισμός της σκληρότητας του ιστού

Η σκληρότητα του ιστού που προσδιορίστηκε από το φορτίο και την αντίστοιχη επιφάνεια που δημιούργησε, σύμφωνα με τον πρώτο τρόπο προσδιορισμού, υπολογίστηκε 380 MPa .

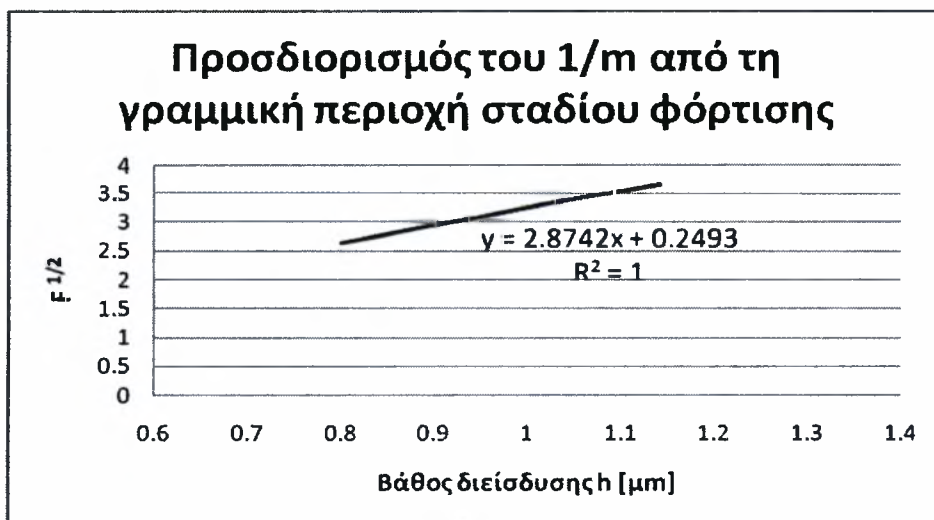
Τα αποτελέσματα από τον αναλυτικό προσδιορισμό της σκληρότητας συναρτήσει του βάθους διείσδυσης, παρουσιάζονται στο σχήμα 4.30.



Σχήμα 4.30 : Αναλυτικός προσδιορισμός σκληρότητας συναρτήσει βάθους διείσδυσης.

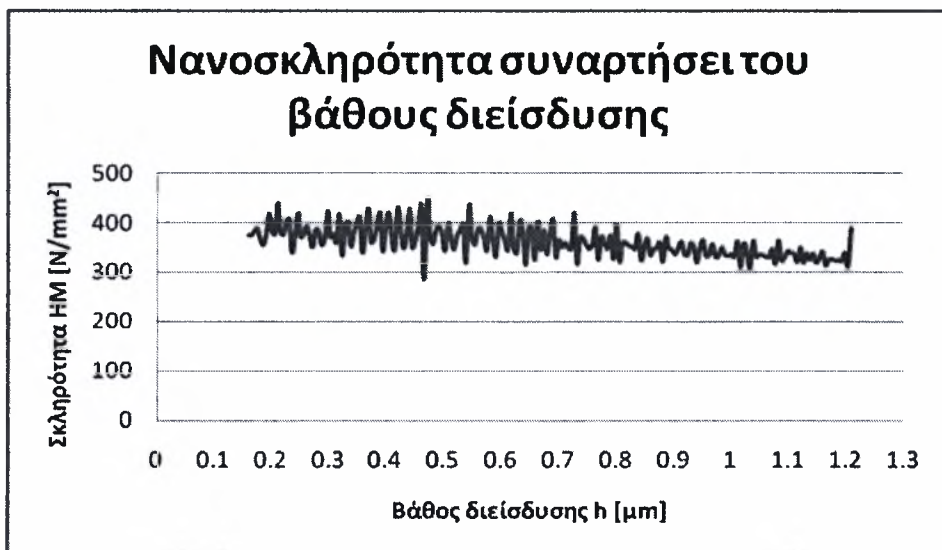
Σύμφωνα με τη δεύτερη μέθοδο, η σκληρότητα προσδιορίζεται από την κλίση της καμπύλης βάθους διείσδυσης – τετραγωνικής ρίζας φόρτισης.

Για τον προσδιορισμό της κλίσης της καμπύλης $1/m$ είναι απαραίτητη η δημιουργία του σχήματος 4.31. Οι τιμές οι οποίες εισάγονται στον προσδιορισμό του $1/m$ είναι στο εύρος 6 έως 13,5 mN (40% F_{max} έως 90% F_{max}).



Σχήμα 4.31 : Προσδιορισμός της κλίσης $1/m$ από διάγραμμα βάθους διείσδυσης-τετραγωνικής ρίζας της δύναμης.

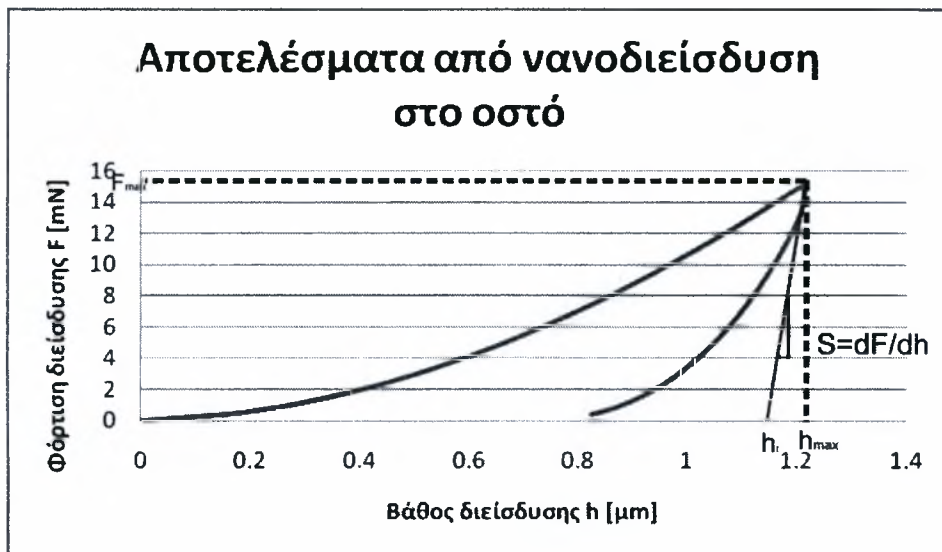
Η κλίση επίσης μπορεί να ληφθεί από το κάθε σημείο μέτρησης, έτσι ώστε οι καθορισμένες τιμές σκληρότητας να μπορούν να παρουσιαστούν ως συνάρτηση του βάθους διείσδυσης, όπως φαίνεται στο σχήμα 4.32.



Σχήμα 4.32 : Σκληρότητα που προσδιορίζεται από την κλίση της καμπύλης βάθους διείσδυσης – τετραγωνικής ρίζας φόρτισης συναρτήσει βάθους διείσδυσης.

4.3.3 Αναλυτικός προσδιορισμός του μέτρου ελαστικότητας του ιστού

Στο σχήμα 4.33 παρουσιάζονται τα ίδια αποτελέσματα νανοδιείσδυσης, με δεδομένα του πίνακα 4.6, αλλά σε διάγραμμα βάθους διείσδυσης-δύναμης. Η μορφή του διαγράμματος αυτού είναι απαραίτητη για τον αναλυτικό προσδιορισμό του μέτρου ελαστικότητας.



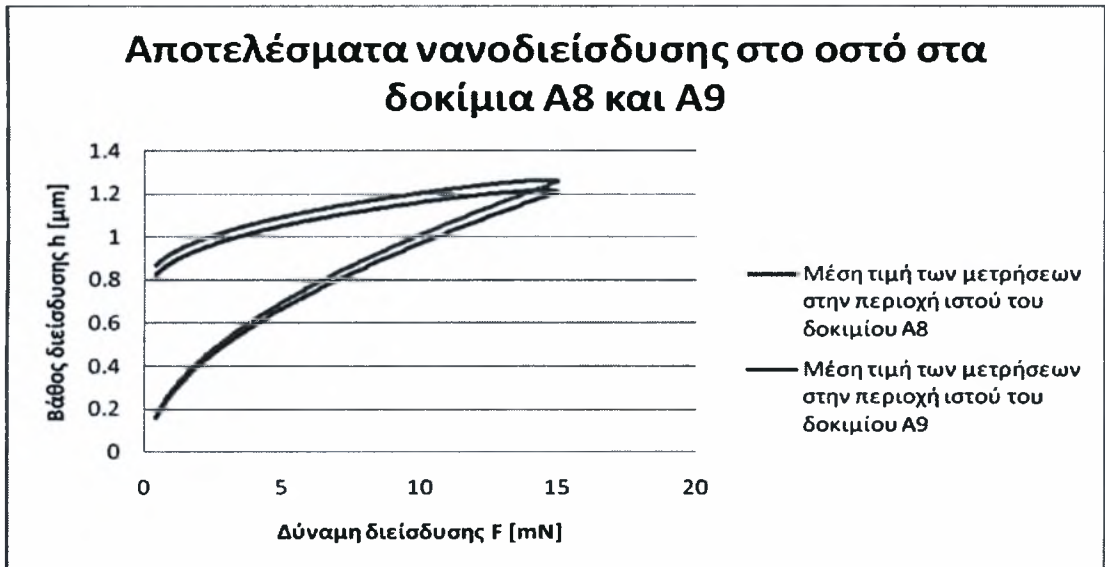
Σχήμα 4.33 : Αποτελέσματα νανοδιείσδυσης σε διάγραμμα βάθους-δύναμης διείσδυσης για τον ιστό με τιμές από τον πίνακα 4.6.

Η δυσκαμψία αποφόρτισης $S(h_{max})$, η οποία προσδιορίζεται προσαρμόζοντας την καμπύλη αποφόρτισης ανάμεσα στο 40% και 95% της μέγιστης φόρτισης (6 έως 13,5 mN) υπολογίστηκε 65,174 mN/μm.

Το μέτρο ελαστικότητας διείσδυσης προσδιορίστηκε 9,348 GPa μέσω της δυσκαμψίας σύμφωνα με τη μέθοδο των Oliver-Pharr. Στην εφαρμογή της μεθόδου ο λόγος Poisson θεωρείται 0,3 για τον ιστό οστού.

Από την παραπάνω μεθοδολογία προέκυψε η τιμή του μέτρου ελαστικότητας του ιστού 8,5766 GPa πολύ κοντά στην τιμή που προέκυψε από τη συσκευή νανοδιείσδυσης. Η σύγκλιση αυτή των αποτελεσμάτων επιβεβαιώνει ότι το λογισμικό του προγράμματος της συσκευής χρησιμοποιεί την ίδια μεθοδολογία, με αυτήν που εφαρμόστηκε για τον προσδιορισμό της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας.

Στο σχήμα 4.34 παρουσιάζονται τα αποτελέσματα των νανοδιεισδύσεων σε δύο δοκίμια. Η μπλε καμπύλη αναφέρεται στη μέτρηση που έγινε στο δοκίμιο A9 και αναλύθηκε παραπάνω, ενώ η κόκκινη στο δοκίμιο A8. Η δεύτερη μέτρηση στο δοκίμιο A8 έγινε για επιβεβαίωση των αποτελεσμάτων της πρώτης μέτρησης στο A9. Όπως φαίνεται από το διάγραμμα οι δύο καμπύλες σχεδόν συμπίπτουν, ισχυροποιώντας την ακρίβεια των αποτελεσμάτων.



Σχήμα 4.34 : Αποτελέσματα νανοδιείσδυσης στην περιοχή ιστού στα δοκίμια A8 και A9.

4.3.4 Σύγκριση αποτελεσμάτων για τον Ιστό

Στον πίνακα 4.7 παρουσιάζονται οι τιμές των μηχανικών ιδιοτήτων του οστού από βιβλιογραφικά δεδομένα, που αναφέρονται και στο θεωρητικό υπόβαθρο, καθώς επίσης και από τις μετρήσεις που έγιναν στα πλαίσια της εργασίας.

Κατ' αρχήν με την πραγματοποίηση της μέτρησης των μηχανικών ιδιοτήτων του ιστού ολοκληρώνεται η διαδικασία ταυτοποίησής του. Σύμφωνα με τα βιβλιογραφικά δεδομένα για το φλοιώδες και το δοκιδωτό οστό, (πίνακας 4.7) παρατηρείται ότι οι μετρήσεις του ιστού συγκλίνουν περισσότερο στις αντίστοιχες τιμές για το δοκιδωτό οστό. Επομένως, η ανάπτυξη του ιστού που παρατηρείται στην επιφάνεια της κοτύλης αποτελεί οστεοσύνθεση δοκιδωτού οστού, γεγονός που συμφωνεί και με βιβλιογραφικές πληροφορίες για την οστεοσύνθεση που αναφέρονται στο θεωρητικό υπόβαθρο.

Συγκρίνοντας τα αποτελέσματα της παρούσας εργασίας με αυτά της βιβλιογραφίας παρατηρείται ότι βρίσκονται στην ίδια τάξη μεγέθους. Υπάρχει όμως μια μικρή απόκλιση των μηχανικών ιδιοτήτων του οστού της 43χρονης γυναίκας που εξετάστηκε στην παρούσα εργασία. Αυτό μπορεί να δικαιολογηθεί με διάφορους τρόπους.

Μπορεί η ελαφρώς μειωμένη σκληρότητα που παρατηρείται να οφείλεται σε μη ολοκλήρωση της ιστογένεσης. Η ιστογένεση του οστίτη ιστού ξεκινά από προϋπάρχοντα μεσεγχυματικό ιστό. Ο οστίτης ιστός που εμφανίζεται αρχικά είναι πρωτογενής ή άωρος. Ο ιστός αυτός είναι προσωρινός και στη συνέχεια αντικαθίσταται από τον οριστικό, δοκιδωτό τύπο οστού, τον δευτερογενή. Ο προσωρινός αυτός ιστός δεν έχει τις μηχανικές ιδιότητες του τελικού οστού και ίσως στο γεγονός αυτό οφείλονται οι μειωμένες μηχανικές ιδιότητες που παρατηρούνται από τις μετρήσεις.

Πίνακας 4.7 : Σύγκριση των τιμών της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας του οστού από τη βιβλιογραφία και από τα αποτελέσματα της εργασίας.

		ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ		ΜΕΤΡΟ ΕΛΑΣΤΙΚΟΤΗΤΑ Σ
		[Kgf/mm ²]	[GPa]	[GPa]
Βιβλιογραφικά στοιχεία	Ryan και Williams [15]			0,76~20
	Zysset [27] [σπογγώδες οστό]		0,234~0,760	11,4±5,6
	Zysset [27] [φλοιώδες οστό]			15,8±5,3
	Zysset [27] [74χρονη γυναίκα]			6,9±4,3
	Yae-Young Rho [28]		0,468	13,4
	Hengsberger [29]		1,1±0,17	22,5±3,1
	Wesley [35]	42,7±0,3		
Αποτελέσματα εργασίας	Νανοδιείσδυση	27,774	0,2723	8

4.4 ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΕΛΑΣΤΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΤΟΥ ΠΟΡΩΔΟΥΣ ΤΑΝΤΑΛΙΟΥ

Σύμφωνα με τις σχέσεις προσδιορισμού μηχανικών ιδιοτήτων μεταλλικών αφρών από τις αντίστοιχες του συμπαγούς μετάλλου του Ashby (2.17-2.19), που αναφέρθηκαν στο θεωρητικό υπόβαθρο, η σκληρότητα του πορώδους τανταλίου προσδιορίζεται 4,025~40,25 MPa.

Το μέτρο ελαστικότητας του πορώδους τανταλίου προσδιορίζεται αντίστοιχα 0,712~28,48 με μέση τιμή 14,596 GPa.

Οι σχέσεις αυτές δίνουν μεγάλο εύρος τιμών και δεν είναι ακριβείς. Με την εφαρμογή τους όμως γίνονται γνωστές οι τιμές των ιδιοτήτων αυτών τουλάχιστον σε τάξη μεγέθους.

4.5 ΣΥΓΚΡΙΣΗ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΠΟΡΩΔΟΥΣ ΤΑΝΤΑΛΙΟΥ – ΟΣΤΟΥ

Όπως είναι αναμενόμενο, αποτελεί προϋπόθεση για τη συμβατότητα του εμφυτεύματος, ως αντικαταστάτης του οστού, να παρουσιάζει παρόμοιες ιδιότητες με αυτό. Σύμφωνα με τα πειραματικά αποτελέσματα της παρούσας εργασίας, διαπιστώθηκε το παρόμοιο μέτρο ελαστικότητας του πορώδους εμφυτεύματος με αυτό του σπογγώδους οστού. Συνεπώς ο αφρός από ταντάλιο παρουσιάζει ίδια δυσκαμψία με αυτή του οστού. Η χρήση λοιπόν του πορώδους τανταλίου έχει ως αποτέλεσμα την ομαλή μετάβαση από το δύσκαμπτο μέταλλο στο ασθενές οστό, με θετική επίδραση στη συμβατότητά τους.

Σε περίπτωση που τα δύο υλικά παρουσιάζουν μεγάλη διαφορά στη δυσκαμψία, αν για παράδειγμα χρησιμοποιηθεί συμπαγές ταντάλιο, υπάρχει μεγάλος κίνδυνος αστοχίας. Το τεχνητό υποκατάστατο δέχεται ένα μέρος από την τάση που επιβάλλεται κατά τη βάρδια και άλλες καθημερινές δραστηριότητες στο άνω μέρος του μηριαίου οστού που συγκρατεί την πρόσθεση. Η άκαμπτη πρόσθεση του συμπαγούς τανταλίου, επομένως, προφυλάσσει το άνω μέρος του οστού παραπάνω απ' ό τι πρέπει, αφού το ταντάλιο (186GPa) είναι πιο άκαμπτο από το οστό, με αποτέλεσμα αυτό να μην αναπτύσσεται, να χάνει τα συστατικά του και να εξασθενεί. Σε αυτή την περίπτωση, η άρθρωση δεν έχει καλή στήριξη πάνω στον εξασθενημένο σκελετό και κινδυνεύει να αστοχήσει. Έτσι εξηγείται η μεγάλη ανάπτυξη του πορώδους τανταλίου και άλλων μεταλλικών αφρών σε ορθοπεδικές εφαρμογές.

Είναι αξιοσημείωτο ότι το συμπαγές ταντάλιο έχει πολύ μεγαλύτερο μέτρο ελαστικότητας από αυτό του οστού με αποτέλεσμα στη σημειακή επαφή του εμφυτεύματος με το οστό να παρατηρείται πολύ μεγάλη διαφορά δυσκαμψίας. Αλλά επειδή τη φόρτιση τη δέχεται ολόκληρο το εμφύτευμα και όχι σημειακά, δεν επηρεάζει η διαφορά αυτή.

Αντίθετα, η αντοχή (σκληρότητα) του βιοϋλικού από το οποίο είναι κατασκευασμένο το εμφύτευμα είναι σημαντική παράμετρος. Το ταντάλιο παρουσιάζει 13 φορές σχεδόν μεγαλύτερη σκληρότητα από αυτή του οστού. Με την υψηλή αυτή αντοχή έχει την ικανότητα να ανθίσταται στις δυνάμεις και τις τάσεις που επιβάλλονται στο σώμα του ασθενούς.

5. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

- Από την παρατήρηση της διεπιφάνειας κοτύλης-οστού μελετήθηκε ο τρόπος ανάπτυξης του οστού στην επιφάνεια του πορώδους τανταλίου. Με τη μελέτη της δομής του αφρού τανταλίου προσδιορίστηκαν τα γεωμετρικά χαρακτηριστικά της μικροδομής του, με αποτέλεσμα τον προσδιορισμό του ελεύθερου χώρου στον οποίο έχει τη δυνατότητα το οστό να αναπτυχθεί.
- Πραγματοποιήθηκε η ταυτοποίηση του ιστού που παρατηρήθηκε στην επιφάνεια της κοτύλης. Αν και από τη βιβλιογραφία της επιστήμης της ιατρικής, είναι γνωστή η διαδικασία της ιστογένεσης, στα πλαίσια της εργασίας έγινε η ταυτοποίηση του ιστού που παρατηρήθηκε, με χρήση μεθόδων μελέτης υλικών στα πλαίσια της Επιστήμης των Υλικών. Με χημική ανάλυση που έδειξε το λόγο Ca/P επιβεβαιώθηκε η ύπαρξη οστίτη ιστού. Επιπρόσθετα, η μέτρηση των μηχανικών ιδιοτήτων και η σύγκριση τους με τα αντίστοιχα της βιβλιογραφίας για τα διάφορα είδη οστού απέδειξε ότι ο ιστός που παρατηρήθηκε αποτελεί σπογγώδες οστό.
- Όσον αφορά τις μεθόδους μέτρησης των μηχανικών ιδιοτήτων, οι τιμές των μετρήσεων που πραγματοποιήθηκαν με νανοδιείσδυση και με Κνοορ για το ταντάλιο και για το οστό παρουσίασαν ικανοποιητική σύγκλιση με τα στοιχεία της βιβλιογραφίας. Διαπιστώθηκε ότι η μέθοδος της νανοδιείσδυσης για τον προσδιορισμό της σκληρότητας του τανταλίου είναι πιο ακριβής λόγω του ότι συνυπολογίζει και την ελαστική παραμόρφωση του υλικού, με αντίθεση με τη στατική μέθοδο σκληρομέτρησης Κνοορ που βασίζεται στο μόνιμο αποτύπωμα και είναι πιο υποκειμενική λόγω της μέτρησης των διαγωνίων του αποτυπώματος από τον μελετητή.
- Οι τιμές των ιδιοτήτων που προσδιορίστηκαν είναι μέσα στο εύρος τιμών της βιβλιογραφίας για το υλικό της κοτύλης. Η σκληρότητα του συμπαγούς Ta μετρήθηκε με τη μέθοδο νανοδιείσδυσης 3,7 GPa Σε σύγκριση όμως με τη βιβλιογραφία για το καθαρό ταντάλιο, παρατηρείται ότι οι τιμές σκληρότητας που προσδιορίστηκαν πειραματικά είναι αρκετά μεγαλύτερες, γεγονός που αποδεικνύει ότι το υλικό της κοτύλης που εξετάζεται περιέχει και κραματικά στοιχεία, κυρίως άτομα παρεμβολής (C και O), που το ισχυροποιούν.

Το μέτρο ελαστικότητας του συμπαγούς Ta μετρήθηκε με τη μέθοδο της νανοδιείσδυσης 176 GPa, ενώ για το πορώδες Ta προσδιορίστηκε από τις σχέσεις του Ashby 14,5 GPa.

- Με την εφαρμογή των εμπειρικών σχέσεων του Ashby για τους αφρούς, διαπιστώθηκε η ικανοποιητική χρήση τους και στους μεταλλικούς αφρούς.
- Με τη μέθοδο της μικροσκληρομέτρησης Knoop σε συνδυασμό με τη μεθοδολογία του Conway, το μέτρο ελαστικότητας του Ta ($E_{Con}=181,2$ GPa) φαίνεται να προσεγγίζεται καλύτερα την τιμή που δίνεται από τη βιβλιογραφία ($E_{βιβλ}=186$ GPa). Αντίθετα, η τιμή που προσδιορίστηκε από τη μεθοδολογία του Marshall ($E_{Mar}=169,6$ GPa) είναι και αυτή ικανοποιητική για $\alpha=0,45$, αλλά παρουσιάζει λίγο μεγαλύτερη απόκλιση. Αυτό συμβαίνει λόγω της χρήσης του συντελεστή α κατά τη μεθοδολογία του Marshall, ο οποίος είναι εμπειρικός και εξαρτάται από το υλικό που εξετάζεται. Προσεγγιστικά για $\alpha=0,52$, η τιμή του μέτρου ελαστικότητας που προσδιορίζεται σύμφωνα με τη μεθοδολογία του Marshall θα ήταν ίση με της βιβλιογραφίας.
- Με τη μέθοδο Knoop δεν κατέστη δυνατό να μετρηθεί η μικροσκληρότητα του οστού, λόγω έλλειψης εστίασης με το μικροσκόπιο της συσκευής μικροσκληρομέτρησης. Η μέθοδος που χρησιμοποιήθηκε ήταν η νανοδιείσδυση, από την οποία εξήχθησαν αξιόπιστα αποτελέσματα. Η σκληρότητα του σπογγώδους οστού προσδιορίστηκε 272,3 MPa, ενώ το μέτρο ελαστικότητας 8 GPa. Τα αποτελέσματα αυτά βρίσκονται μέσα στο εύρος που δίνει η βιβλιογραφία, αλλά παρατηρείται ότι προσεγγίζουν το ελάχιστο όριο. Η ελαφρώς μειωμένη σκληρότητα που παρατηρείται πιθανώς οφείλεται σε μη ολοκλήρωση της ιστογένεσης.
- Επίσης, θα μπορούσε να εκτιμηθεί η ποιότητα του οστού από το λόγο ασβεστίου / φωσφόρου στα οστά. Η σκληρότητα των οστών σχετίζεται άμεσα με το λόγο αυτό και σύμφωνα με τους Zaichick και Tzaphlidou (2003) θα μπορούσε ο υπολογισμός του λόγου αυτού να παρέχει μεγάλη αξιοπιστία στη διάγνωση παθήσεων των οστών. Είναι αξιοσημείωτο ότι από την παρατήρηση των δειγμάτων αυτών και με τη συνεργασία των δύο επιστημών, της Επιστήμης των Υλικών και της Ιατρικής, μπορούν να προκύψουν συμπεράσματα για τους λόγους που προκάλεσαν προβλήματα στη λειτουργία του εμφυτεύματος και την εξαγωγή του.

- Σύμφωνα με τα πειραματικά αποτελέσματα της παρούσας εργασίας, διαπιστώθηκε το παρόμοιο μέτρο ελαστικότητας του πορώδους εμφυτεύματος με αυτό του σπογγώδους οστού. Συνεπώς ο αφρός από ταντάλιο παρουσιάζει ίδια δυσκαμψία με αυτή του οστού. Η χρήση λοιπόν του πορώδους τανταλίου έχει ως αποτέλεσμα την ομαλή μετάβαση από το δύσκαμπτο μέταλλο στο ασθενές οστό, με θετική επίδραση στη συμβατότητά τους.

- Και η αντοχή (σκληρότητα) του βιοϋλικού από το οποίο είναι κατασκευασμένο το εμφύτευμα έχει σημαντική επίδραση στη συμβατότητά του. Το ταντάλιο παρουσιάζει 13 φορές σχεδόν μεγαλύτερη σκληρότητα από αυτή του οστού. Με την υψηλή αυτή αντοχή έχει την ικανότητα να ανθίσταται στις δυνάμεις και τις τάσεις που επιβάλλονται στο σώμα του ασθενούς.

6. ΠΡΟΤΕΙΝΟΜΕΝΗ ΕΡΕΥΝΑ

- ❑ Πολύ χρήσιμο θα ήταν να πραγματοποιηθούν η οπτική παρατήρηση και οι μετρήσεις που έγιναν στα πλαίσια της εργασίας και σε άλλα ανακτώμενα ανθρώπινα δείγματα από ανθρώπους διαφορετικής ηλικίας και φύλου. Καθώς επίσης και από δείγματα εμφυτευμάτων που αφαιρέθηκαν μετά από διάφορες χρονικές περιόδους, για να προκύψουν συμπεράσματα για το χρόνο που χρειάζεται να πραγματοποιηθεί η οστεοσύνθεση με μέτρηση των μηχανικών ιδιοτήτων του οστού.

- ❑ Επιπρόσθετα, με τη μελέτη της επίδρασης των μηχανικών ιδιοτήτων του υλικού του εμφυτεύματος στη συμβατότητα και βιοενεργότητά του, μπορεί να βελτιστοποιηθούν οι ιδιότητες, σχεδιάζοντας για παράδειγμα αφρό τανταλίου με διαφορετική σχετική πυκνότητα (πορώδες) ή εξετάζοντας άλλα κράματα που μπορούν να παρουσιάσουν παρόμοια δυσκαμψία με το οστό διατηρώντας την αντοχή τους.

7. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

- [1] Τσιπά Δ., Σημειώσεις στο μάθημα Προηγμένα Υλικά (κεφάλαιο Βιοϋλικά). Πανεπιστημιακές Εκδόσεις (2008)
- [2] Γεωργιλέ Μαρία, Διπλωματική εργασία για το Διατμηματικό πρόγραμμα Μεταπτυχιακών Σπουδών στη Βιοϊατρική Τεχνολογία. Βιοϋλικά στα τεχνητά εμφυτεύματα και μετρήσεις ακριβείας των εμφυτευμάτων, Πανεπιστήμιο Πατρών (2007)
- [3] Παπαδάκη Σοφία, Παπαδημητρίου Ιωάννα, Διάβρωση ιατρικών ενθεμάτων
- [4] Τσιπινίδης Ηλίας, Πτυχιακή εργασία. Ολική αρθροπλαστική γόνατος. Ανώτερο τεχνολογικό εκπαιδευτικό ίδρυμα Θεσσαλονίκης, Σχολή επαγγελματιών Υγείας και Πρόνοιας, Τμήμα Φυσικοθεραπείας (2008)
- [8] Κασελούρης Ευάγγελος, Εμβιομηχανική μελέτη τάσεων και παραμορφώσεων σε μηριαίο οστό φέροντος ενδομυελικό ήλο τύπου Fi, με τη μέθοδο των πεπερασμένων στοιχείων (2008)
- [9] Xuenong Zou, Bone ingrowth characteristics of porous tantalum and carbon fiber interbody devices: an experimental study in pigs. *The Spine Journal* 4 (2004) [99–105]
- [10] D'Angelo, F., Analysis of bone ingrowth on a tantalum cup. Department of Orthopedics and Traumatology, University of Insubria, Varese, Italy (2008)
- [11] Mechanical Properties of Tantalum and Alloys, Cabot Supermetals, Boyertown, USA, www.cabot-corp.com

- [12] Bobyn J. D, Hacking S. A, Characterization of a new porous tantalum biomaterial for reconstructive surgery. Scientific Exhibition: 66th Annual Meeting of the American Academy of Orthopaedic Surgeons; 4-8, (1999); Anaheim, CA

- [13] Levine Brett Russell. Experimental and clinical performance of porous tantalum in orthopedic surgery. *Biomaterials* 27 (2006) [4671–4681]

- [14] Guisbiers G., Fracture toughness, hardness and Young' s Modulus of tantalum nanocrystalline films. *Applied Physics Letters* 97, (2010) [143115]

- [15] Garrett Ryan, Fabrication methods of porous metals for use in orthopaedic applications. *Biomaterials* 27 (2006) 2651–2670

- [16] Karageorgiou Vassilis, Porosity of 3D biomaterial scaffolds and osteogenesis. *Biomaterials* 26 (2005) [5474–5491]

- [17] Medlin D.J., Metallurgical characterization of a porous tantalum biomaterial (Trabecular Metal) for orthopaedic implant applications. Research and Biologics Department Zimmer, Inc. , Warsaw, IN (2003)

- [18] Zardiackas, Lyle D., Structure, Metallurgy, and Mechanical Properties of a Porous Tantalum Foam. School of Dentistry/Biomaterials, University of Mississippi Medical Center (2000)

- [19] Dan-Jae Lin, Bone formation at the surface of low modulus Ti–7.5Mo implants in rabbit femur. *Biomaterials* 28 (2007) [2582–2589]

- [20] Montse Charles-Harris Ferrer, Development and Characterisation of Completely Degradable Composite Tissue Engineering Scaffolds (2007)

- [21] Wang, James Y., Titanium, chromium and cobalt ions modulate the release of bone-associated cytokines by human monocytes/macrophages in vitro. *Biomaterials* 17 (1996) [2233-2240]

- [22] Goodman Stuart, Effect of amplitude of micromotion on bone ingrowth into titanium chambers implanted in the rabbit tibia, *Biomaterials*, Vol.13 No. 13 (1992)
- [23] Buma, P., Histological and biomechanical analysis of bone and interface reactions around hydroxyapatite-coated intramedullary implants of different stiffness: a pilot Study on the goat, *Biomaterials* 18 (1997) [1251-1260]
- [24] Bobyn J. D, Stackpool G. J, Hacking S. A, Tanzer M, Krygier JJ. Characteristics of bone in-growth and interface mechanics of a new porous tantalum biomaterial. *J Bone Joint Surg.* (1999); 81-B(5):[907-914]
- [25] Παπαθεοδώρου Χαράλαμπος, Διπλωματική εργασία στο πρόγραμμα Μεταπτυχιακών σπουδών στις Εφαρμογές Βασικών Ιατρικών Επιστημών, Μοριακοί μηχανισμοί οστικής μετάστασης, Τμήμα Ιατρικής Πανεπιστημίου Πατρών (2006)
- [26] Choplin H. Robert, Total Hip Arthroplasty in Patients with Bone Deficiency of the Acetabulum. *Radio Graphics*, (2008) Volume 28 Number 3
- [27] Zysset, P. K., Guo, X. E., Mechanical properties of human trabecular bone lamellae quantified by nanoindentation, *Technology and Health Care* 6 (1998) [429-432]
- [28] Jae-Young Rho, Ting Y., Elastic properties of human cortical and trabecular lamellar bone measured by nanoindentation, *Biomaterials* 18 (1997) [1325-1330]
- [29] Hengsberger, S., A combined atomic force microscopy and nanoindentation technique to investigate the elastic properties of bone structural units. *European Cells and Materials* Vol. 1 (2001) [12-17]
- [30] Ebenstein Donna M., Pruitt Lisa, A., Nanoindentation of biological materials. *Nanotoday* (2006) Vol. 1, Num. 3

- [31] Dicknson, M., Nanoindentation of biological composites. *Materials Science and Engineering* 4 (2009)
- [32] Michelle, L., Oyen, Nanoindentation hardness of mineralized tissues. *Journal of Biomaterials* 39 (2005) [2699-2702]
- [33] Weaver James K., The Microscopic Hardness of Bone. *The Journal of Bone and Joint Surgery* 48 (2010) [273-288]
- [34] Allen Tang, Nanoindentation of peri-implant bone and bone. B.A.Sc., University of British Columbia, Canada (2003)
- [35] Wesley M. Johnson, Microindentation in bone: Hardness variation with five independent variables. *J Mater Sci: Mater Med* 18 (2007) [591–597]
- [37] Μπουζάκης Κ. Δ., Μηχανική και τεχνολογία μηχανουργικών μορφοποιήσεων με αφαίρεση υλικού. Εκδόσεις ΖΗΤΗ. (2010) ISBN 978-960-456-232-9
- [38] Michalzik G., Determination of the Hardness and Other Characteristic Materials Parameters Using the Instrumented Indentation Test. Part 1: Fundamentals
- [39] Lawn B. R., Elastic recovery at hardness indentations, *Journal of Materials Science* 16 (1981) [2745-2752]
- [40] Marshall, D. B., A simple method for determining elastic-modulus-to-hardness ratio using Knoop indentation measurements. *Communications of the American Ceramic Society* 65 (1982) [175-176]
- [41] Conway, J. C., Determination of hardness to elastic modulus ratios using Knoop indentation measurements and a model based on loading and reloading half-cycles, *Journal of Materials Science* 2 (1986) [2525-2527]

- [42] Meredith, N., Sherriff, M., Measurement of the microhardness and Young' s modulus of human enamel and dentine using an indentation technique. *Archs oral Biol.* Vol. 41, No. 6 (1996) [539-545]
- [43] A.D.Zervaki¹, G.N. Haidemenopoulos, On the microhardness and Young' s modulus of human teeth. Department of Mechanical Engineering, University of Thessaly ,Volos
- [44] Y.W. Bao, Investigation of the relationship between elastic modulus and hardness based on depth-sensing indentation measurements, *Acta Materialia* 52 (2004) [5397–5404]
- [45] M.F. Ashby, *Metal Foams: A Design Guide*. Butterworth-Heinemann (2000)
- [46] Χαϊδεμενόπουλος Γ.Ν., Διείσδυση ανθρώπινου οστού σε κοτύλη από πορώδες ταντάλιο. Τμήμα Μηχανολόγων Μηχανικών, Πανεπιστήμιο Θεσσαλίας, Βόλος
- [48] Tzaphlidou, M., Zaichick, V., Calcium, phosphorus, calciumphosphorus ratio in rib bone of healthy humans. *Biological Trace Element Research* 93, (2003) [63–74].
- [49] Zaichick, V., Tzaphlidou, M., Calcium and phosphorus concentrations and the calcium/phosphorus ratio in trabecular bone from the femoral neck of healthy humans as determined by neutron activation analysis. *Applied Radiation Isotopes* 58, (2003) [623–627].
- [50] Tzaphlidou, M., Berillis, P., Bone calcium, phosphorus detection by Auger electron spectroscopy, *Micron* 36 (2005) [706-709]

Ιστοσελίδες

[5] <http://www.ocw.cn/OcwWeb/web/home/home/index.htm>

[6] [http://www.news-medical.net/health/Hip-Replacement-Problems-\(Greek\).aspx](http://www.news-medical.net/health/Hip-Replacement-Problems-(Greek).aspx)

[7] <http://www.biomet.gr/gr-patients/gr-hipreplacement/gr-hquestions>

[36] www.fischergb.co.uk

[47]<http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=638e0acc45ad481788d5ff142b1a7e0a>

[51] www.zimmer.com



ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΘΕΣΣΑΛΙΑΣ
ΒΙΒΛΙΟΘΗΚΗ



004000105740