

限空间自蔓延法制备多孔 NiTi 合金及性能表征

陈 峰^{1,2,3}, 闫志巧^{1,3}, 施 麒^{1,3}, 刘 咏², 刘 彬²

(1. 广东省科学院 广东省材料与加工研究所, 广东 广州 510650)

(2. 中南大学, 湖南 长沙 410083)

(3. 国家钛及稀有金属粉末冶金工程技术研究中心, 广东 广州 510650)

摘 要: 以 Ti 粉和 Ni 粉为原料, 对粉末进行预处理后, 采用限空间自蔓延工艺制备多孔 NiTi 合金, 对合金的孔隙结构、物相和超弹性等性能进行表征, 进一步通过体外细胞毒性试验(MTT 法)评价合金的生物安全性能。结果表明: 粉末未进行预处理时, 难以获得孔隙结构理想的多孔合金。对粉末进行适当的预处理后, 可以获得综合性能优异的多孔 NiTi 合金。合金中的孔隙分布均匀, 孔隙形状近球形, 孔隙率为 34%, 孔径为 100~500 μm 。合金物相由单一的 B2 相组成, 具有良好的超弹性, 在 2.5%和 4.0%应变下经过 3 次循环加载-卸载压缩测试, 未产生残余应变。2 种应变时对应的抗压强度分别为 250 和 363 MPa, 弹性模量为 15.4 GPa。MTT 试验显示细胞形态体征正常, 细胞毒性为 1 级, 表明制备的多孔 NiTi 合金具有良好的生物安全性能。

关键词: 多孔 NiTi 合金; 限空间自蔓延; 超弹性; 细胞毒性

中图分类号: TB383

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)03-1009-06

常用的致密医用金属植入材料(如不锈钢、钴铬合金、钛及钛合金)与人体硬组织之间往往存在严重的弹性模量不匹配现象, 导致植入体与人骨联接后易产生应力屏蔽效应, 引起植入体联接部位和临近区域严重的骨质疏松和骨吸收问题, 从而使植入体出现提前松动和失效断裂现象。二次翻修手术势必增加患者的痛苦和医疗成本。虽然近 10 年来世界各国开发出了多种低弹性模量的 β 型医用钛合金, 其最低弹性模量也只降到了 40~50 GPa, 仍显著高于人体骨组织的弹性模量(松质骨 < 3 GPa, 密质骨 10~20 GPa)^[1-5]。从组织工程的角度看, 植入体与人体组织之间的结合或生物整合是一个更为关键的衡量指标。致密、刚性的植入体表面通常使人骨组织的向内生长非常困难, 不利于植入体与自然骨组织的重建以及生物整合。

为解决上述问题, 一个可行的方法是研制多孔金属植入材料^[6-8]。在可用作医用植入体的多孔金属材料中, 多孔 NiTi 形状记忆合金^[9-14]的孔隙结构和力学性能与人体硬组织具有高度的相似性, 在植入时表现出了良好的生物活性及生物力学兼容性, 其多孔结构不仅可以促进骨组织向多孔材料的内生长、治疗药物的输送和营养交换等, 而且通过调节其孔隙结构及孔隙

率可以改善植入体与硬组织的力学性能匹配, 有效防止应力屏蔽效应。此外, 多孔 NiTi 形状记忆合金特有的超弹性与人体硬组织的超弹性变形能力(2%左右)也非常相似。这种超弹性可以使植入人体的多孔 NiTi 合金在承载时对自身所受各种外力作出响应, 通过产生较大变形消耗载荷, 卸载时又能完全恢复原状。这种特性可以有效减少应力集中和应力屏蔽对人体组织造成的细胞坏死和骨质疏松等危害, 而且多孔 NiTi 形状记忆合金的超弹性可以通过制备工艺调节, 从而改善临床适用性。

粉末冶金法是制备多孔 NiTi 形状记忆合金的主要方法, 通常包括常规烧结法(CS)^[15-18]、自蔓延高温合成法(SHS)^[19-23]和热等静压法(HIP)^[24, 25]等。其中 SHS 法是将 Ni、Ti 混合粉末成形后的生坯预热到一定温度, 借助外部能量点燃坯料, 使反应自发、快速进行, 所制备的多孔 NiTi 合金具有孔隙率和开孔率高、孔径大、产品纯度高特点, 是目前广泛应用的一种制备多孔 NiTi 合金的方法。

根据点燃坯料的方式, SHS 又可分为热爆式^[20]和点火式^[19]2 种。热爆式 SHS 的难点是引燃条件苛刻, 难以控制反应过程和产品性能; 点火式 SHS 的问题则

收稿日期: 2019-03-15

基金项目: 国家自然科学基金(51404077); 广东省自然科学基金(2015A030313775); 广东省科学院实施创新驱动发展能力建设专项(2019GDASYL-0402006, 2018GDASCX-0117); 广东省公益研究与能力建设项目(2017A070701029); 广东省重点领域研发计划项目(2018B090904004); 广州市科技计划项目(ZWY201704003, 201508030032)

作者简介: 陈 峰, 男, 1979 年生, 博士生, 高级工程师, 广东省科学院 广东省材料与加工研究所, 广东 广州 510650, 电话: 020-61086127, E-mail: chenfengcsu@163.com

是孔隙结构通常具有方向性, 杂相多, 导致多孔合金脆性大, 超弹性差。针对当前 SHS 法制备多孔 NiTi 合金存在的问题, 本研究采用自主设计的限空间高温自蔓延法制备了多孔 NiTi 合金, 并对合金的物相、孔隙结构、超弹性等性能进行表征, 同时考察合金的生物安全性能, 希望能够为多孔 NiTi 形状记忆合金在人体硬组织植入体及修复材料方面的应用提供参考。

1 实验

以平均粒径为 50 μm 的 Ti 粉和 30 μm 的 Ni 粉为原料, 按摩尔比 Ti:Ni=50.5:49.5 称取粉末, 在锥形混料机中混合 8 h, 得到 Ni/Ti 混合粉; 将所得 Ni/Ti 混合粉置入球磨罐中, 添加一定量的过程控制剂, 球料比为 10:1, 以 400 r/min 的转速球磨 20 h, 过 74 μm 筛, 得到 Ni/Ti 球磨粉; 将 Ni/Ti 球磨粉于 200 $^{\circ}\text{C}$ 真空脱脂 3 h, 得到 Ni/Ti 脱脂粉; 按质量比 Ni/Ti 脱脂粉: Ni/Ti 混合粉=30:70 称取粉末, 在锥形混料机中混合 8 h, 得到 Ni/Ti 工作粉; 将 Ni/Ti 工作粉装入低碳钢筒, 经振实后, 封焊钢筒端口, 制得装有 Ni/Ti 工作粉的低碳钢包套; 将热电偶固定在包套外壁, 沿水平方向推入炉温已经恒定为 960 $^{\circ}\text{C}$ 的管式炉中, 记录热电偶读数及时间。当热电偶温度发生突变时, 此时对应温度为自蔓延引燃温度。当热电偶读数开始下降, 可以判断自蔓延反应结束, 然后取出包套, 水冷至室温。车削加工去除包套, 得到多孔 NiTi 合金。

根据相对密度法计算样品的孔隙率。采用 JXA-8100 型电子探针(EPMA)观察粉末形貌。采用 GX51 型光学显微镜(OM)观察多孔 NiTi 合金的孔隙结构和细胞形态, 并通过图像分析法估算孔隙尺寸。

采用 D/max 2500 X 射线衍射(XRD)仪分析 Ni/Ti 脱脂粉和多孔 NiTi 合金的物相组成。借助 Instron 5567 力学试验机测试压缩性能, 样品尺寸为 $\Phi 6\text{ mm}\times 12\text{ mm}$, 实验时采用应变控制模式, 应变速率为 $3\times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ 。

按照标准 GB/T 16886.5-2003, 对多孔 NiTi 合金进行体外细胞毒性(MTT)评估。首先制备试验样品溶液、阳性对照溶液、阴性对照溶液、空白对照溶液, 其中试验样品溶液: 称量 $\Phi 6\text{ mm}$ 的多孔 NiTi 样品 2.0 g, 按 0.2 g/mL 加入培养液(5%血清的 MEM 培养基)10 mL, 在 37 $^{\circ}\text{C}$ 浸提 24 h; 阳性对照溶液: 含 3 g/L 苯酚的培养液, 在 37 $^{\circ}\text{C}$ 放置 24 h; 阴性对照溶液: 称取高密度聚乙烯 2.0 g, 按 0.2 g/mL 加入培养液, 在 37 $^{\circ}\text{C}$ 浸泡 24 h; 空白对照溶液: 培养液, 在 37 $^{\circ}\text{C}$ 放置 24 h。采用传代 48 h 生长旺盛小鼠成纤维细胞(L-929)细胞株; 使用 PBS 溶液对传代 2 次以上对数生长的 L-929 细胞进行润洗处理, 再用胰酶消化液使细胞脱壁, 在 37 $^{\circ}\text{C}$ 静置 3 min, 加入 10%血清的 MEM 培养基停止消化, 收集细胞液于 10 mL 离心管中, 以 1000 r/min 离心 3 min, 弃去上清液, 加入培养液制成细胞悬液, 并进行细胞计数; 根据细胞浓度, 加培养液稀释成 5×10^4 个/mL 的细胞悬液, 加入到 96 孔板中, 每孔 0.1 mL, 置于培养箱在 37 $^{\circ}\text{C}$ 培养 24 h, 弃去原培养液, 分组分别加入样品浸提液、阳性对照液、阴性对照液以及空白对照液, 每个组设 3 个复孔, 置于培养箱在 37 $^{\circ}\text{C}$ 继续培养 72 h。培养结束后通过光学显微镜观察细胞生长情况。观察完毕后, 每孔加入 10 μL 噻唑蓝(MTT), 继续培养 4 h, 然后去掉培养液, 每孔加入 100 μL 二甲基亚砜(DMSO)溶液, 作用 0.5 h, 置于酶标仪上, 采用 490 nm 波长测量吸光度, 计算细胞增长抑制率, 从而评价细胞毒性。

2 结果与分析

2.1 未预处理粉末的限空间自蔓延反应情况

将装有 Ni/Ti 混合粉末的低碳钢包套沿水平方向推入温度恒定为 960 $^{\circ}\text{C}$ 的管式炉中, 在包套升温过程中, 包套内部的粉末被引燃, 从而发生热爆式自蔓延反应。图 1 是未预处理粉末(即 Ni/Ti 混合粉)经限空间自蔓延反应制备样品的宏观形貌, 其中图 1a 中的包套

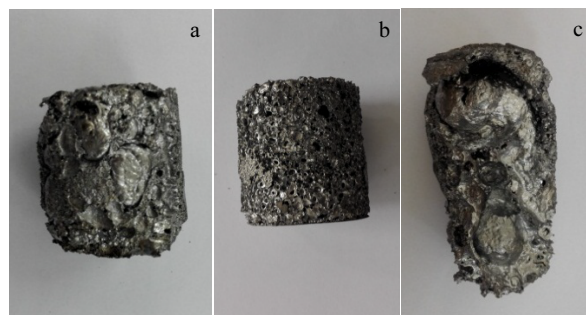


图 1 未预处理粉末(Ni/Ti 混合粉)经限空间自蔓延反应制备样品的宏观形貌

Fig.1 Macroscopic images of samples prepared by space-controlled self-propagating synthesis process with Ni/Ti mixed powders: (a) without preheating, (b) preheating at 300 $^{\circ}\text{C}$, and (c) preheating at 400 $^{\circ}\text{C}$

在推入管式炉前未经过预热处理, 图 1b 和 1c 中的包套均先在马弗炉中进行预热处理, 预热温度分别为 300 和 400 °C, 预热时间均为 1 h, 预热完成后迅速转移至管式炉中。图 1a 的样品基本为圆柱状, 但表面有大量液态金属凝固后形成的凹坑, 以及液态金属包裹气体形成的大小不一的鼓泡, 局部表面形成了 1~3 mm 大小的孔隙。图 1b 的样品为比较完整的圆柱状, 表面孔隙比较均匀, 孔隙形状主要为球形, 但孔隙尺寸较大, 为 1~3 mm。图 1c 的样品无法保持完整的圆柱状, 包套壁与块体出现了分离, 样品部分区域还形成了大尺寸的熔坑和鼓泡, 这应该是反应过程中产生了过量的液相, 一部分区域因重力作用向下塌陷, 另一部分区域形成大尺寸的鼓泡。

2.2 Ni/Ti 脱脂粉的物相组成和微观形貌

目前, 文献报道^[19-22]的常规 SHS 法制备多孔 NiTi 合金, 均使用 Ni、Ti 的混合粉, 无论采用点火式还是热爆式, 自蔓延反应程度都非常剧烈, 反应过程中容易产生大量液相, 导致孔隙结构塌陷, 较难获得孔隙结构均匀的大尺寸多孔材料。本研究采用限空间自蔓延工艺时, 也遇到了类似问题(见 2.1 部分)。由于通过

优化限空间自蔓延工艺参数难以获得理想的样品, 而对原料进行优化是可行的途径。因此, 本研究对粉末进行了预处理。

粉末预处理的核心工序是球磨, 具体过程是将 Ni/Ti 混合粉进行球磨, 然后在真空条件下脱除球磨时添加的过程控制剂。经球磨处理后粉末依然由单质 Ni 和 Ti 组成, 未生成 NiTi 合金相(图 2a)。脱脂粉主要由细小 (~10 μm) 的鳞片状或颗粒状 Ti 粉构成, 更细小 (~1 μm) 的 Ni 粉附着在 Ti 粉表面或被包裹在 Ti 粉中(图 2b)。

2.3 Ni/Ti 工作粉的限空间自蔓延反应过程

图 3 是热电偶在限空间自蔓延反应过程中测得的温度-时间曲线。从包套推入管式炉开始计时, 60 s 后温度迅速升至 680 °C, 400 s 后温度升至 905 °C, 达到 905 °C 时的升温速率约为 20 °C/min。随后温度出现蹿升, 并在 405 s 达到 950 °C, 即 5 s 内温度升高了 45 °C, 升温速率为 540 °C/min, 判断此时自蔓延反应被引发。在 465 s 后温度达到峰值 1042 °C, 观察到热电偶读数开始下降, 表明自蔓延反应结束, 即自蔓延反应持续时间约为 65 s, 随即将包套浸入水中。

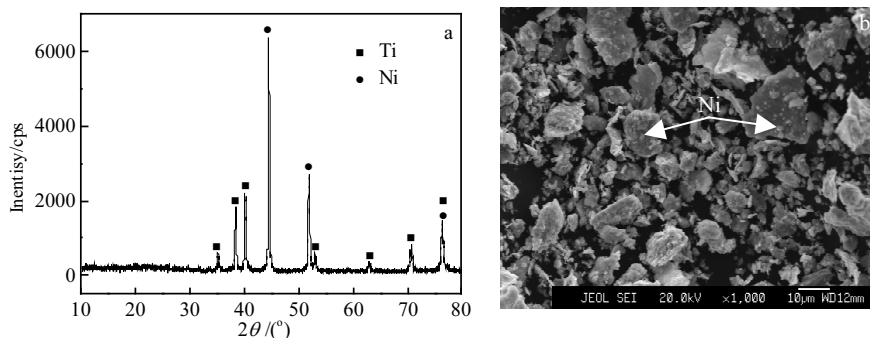


图 2 Ni/Ti 脱脂粉的 XRD 图谱和 SEM 照片

Fig.2 XRD pattern (a) and SEM image (b) of Ni/Ti degreased powder

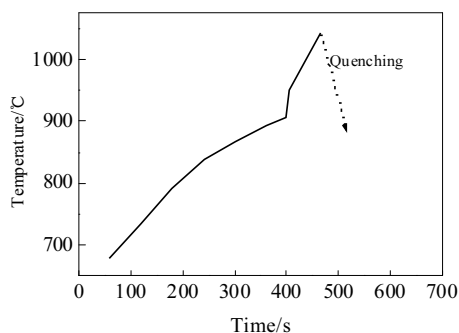


图 3 限空间自蔓延反应过程中的温度-时间曲线

Fig.3 Time-temperature profile during space-controlled self-propagating synthesis process

2.4 多孔 NiTi 合金的组织 and 力学性能

NiTi 合金的理论密度为 6.24 g/cm³, 计算制得多孔合金的孔隙率为 34%。图 4a 和 4b 分别为限空间自蔓延样品除去包套后的宏观照片和金相照片。从图 4a 可以看出, 样品颜色为暗金色, 在宏观尺度上, 样品形状完好, 孔隙分布均匀, 成功避免了自蔓延反应过程中易产生的孔隙塌陷现象。从图 4b 可以看出, 孔隙主要由近球形的初生孔以及由初生孔合并而成的次生孔构成。其中初生孔的平均孔径约为 100 μm。次生孔主体轮廓保留了球形孔的特征, 尖角较少, 孔径在 200~500 μm 之间。对于生物医用多孔材料而言^[12], 最

适合骨组织长入的孔隙尺寸为 100~600 μm 。本研究采用限空间自蔓延制得的合金的孔径主要分布在 100~500 μm 之间,表明合金的孔隙有利于骨组织的粘附生长。

孔隙结构对多孔 NiTi 合金的超弹性有很大影响。对于不规则孔隙,在孔隙的尖角处易产生应力集中。一方面在较低载荷下,尖角处会产生裂纹源,导致合金的抗压强度降低;另一方面,尖角处的应力集中也能诱发马氏体相变,并在载荷增大的过程中,使得马氏体相变在应力集中区域连续出现,使得多孔合金产生超弹性的应变范围变窄,甚至只表现为线性弹性行为。常规点火式自蔓延制得的多孔合金会沿着燃烧波传播方向产生长条状孔隙,多孔合金脆性大,超弹性较差。本研究采用限空间自蔓延的点火方式为整体热爆式,不会产生因燃烧波传播而造成的取向性孔隙。同时物料被密封在一个容积基本恒定的容器内,在反应过程中,容器内产生约 12 MPa 的气压,即在容器内部形成一个近似于等静压的环境,这有利于形成球形孔隙。相比之下,球形或近球形孔隙能避免尖角处的应力集中,有利于提高多孔 NiTi 合金的力学性能。

图 5 为多孔 NiTi 合金不同部位的 XRD 图谱。从图 5 可以看出,无论在合金的哪个部位,其物相均由单一的 B2 相构成,整个样品的相纯度非常高。研究表明^[19-22,24],采用自蔓延工艺制备多孔 NiTi 合金极易生成 Ni_3Ti 、 Ti_2Ni 和 Ni_4Ti_3 等杂相。这些富 Ni 相会导致 Ni 离子释放速度增加,降低材料的生物相容性。此外,这些杂相会对 NiTi 基体起到强化作用,提高基体

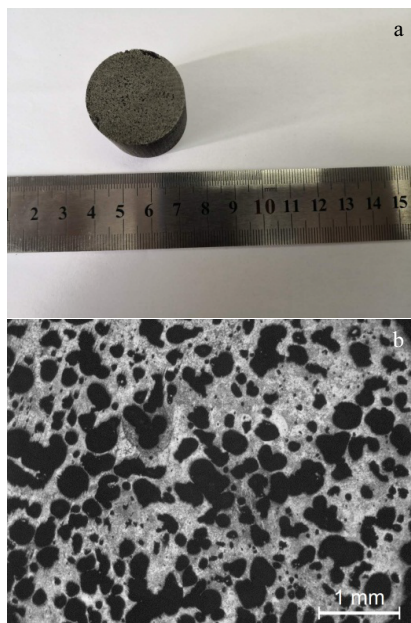


图 4 多孔 NiTi 合金的形貌照片

Fig.4 Macroscopic (a) and OM (b) images of porous NiTi alloys

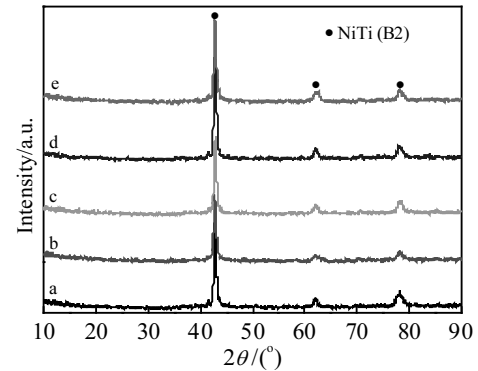


图 5 多孔 NiTi 合金不同部位的 XRD 图谱

Fig.5 XRD patterns of porous NiTi alloys at the upper center (a), one quarter of the upper center (b), the central center (c), the bottom center (d), and one quarter of the bottom center (e)

的稳定性,使基体在应力作用下很难发生应力诱发的马氏体相变,最终导致多孔合金超弹性变差。本研究采用限空间自蔓延工艺制得的多孔合金相纯度高,有利于获得良好的力学性能和生物相容性。

图 6a 和 6b 分别是多孔 NiTi 合金在 2.5%应变和 4%应变条件下循环加载-卸载的应力-应变曲线。由图可以看出,无论是 2.5%应变还是 4%应变,3 个循环加载-卸载的应力-应变曲线重合度都比较高,尤其是第 2 和第 3 循环的卸载曲线不仅可以回到起点,而且高度重合。这表明合金在 2.5%应变和 4%应变条件下都具有非常好的超弹性,经过多次加载-卸载,都没有产生明显的残余应变。2.5%和 4%应变时对应的抗压强度分别为 250 MPa 和 363 MPa,弹性模量为 15.4 GPa。文献[12]指出,用作密质骨植入体的多孔 NiTi 合金,其在 2%应变时对应的抗压强度至少要达到 100 MPa 以上,弹性模量应为 10~20 GPa。本研究制得的多孔 NiTi 合金在 2%应变时的抗压强度远超过 100 MPa,弹性模量为 15.4 GPa,可以满足密质骨的植入要求。

2.5 多孔 NiTi 合金的细胞毒性

图 7a~7d 分别为空白对照组、阴性对照组、阳性对照组和采用限空间自蔓延工艺制备多孔 NiTi 合金样品组的光学显微镜照片。空白对照组的细胞形态正常,细胞均呈梭形、多边形等形态,贴壁生长良好,胞浆内有离散型颗粒,无细胞溶解(图 7a)。阴性对照组中细胞贴壁生长良好,细胞形态正常饱满,密度较空白对照组略微减少,胞浆内有离散型颗粒,无细胞溶解(图 7b)。阳性对照中组细胞溶解,基本不贴壁,

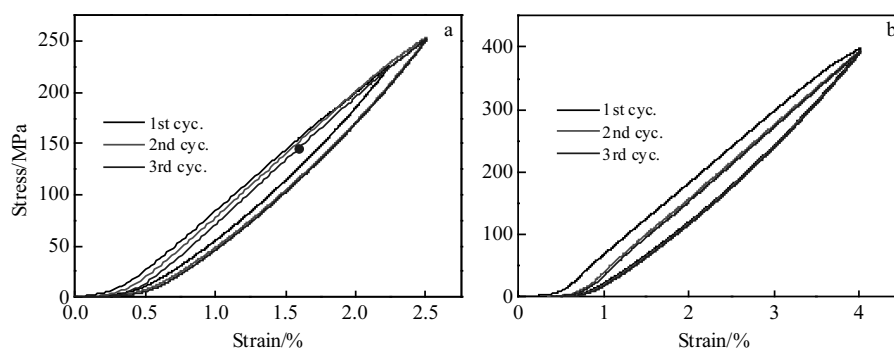


图6 多孔 NiTi 合金不同应变下循环加载-卸载的应力-应变曲线

Fig.6 Stress-strain curves of cyclic loading-unloading of porous NiTi alloys under 2.5% strain (a) and 4% strain (b)

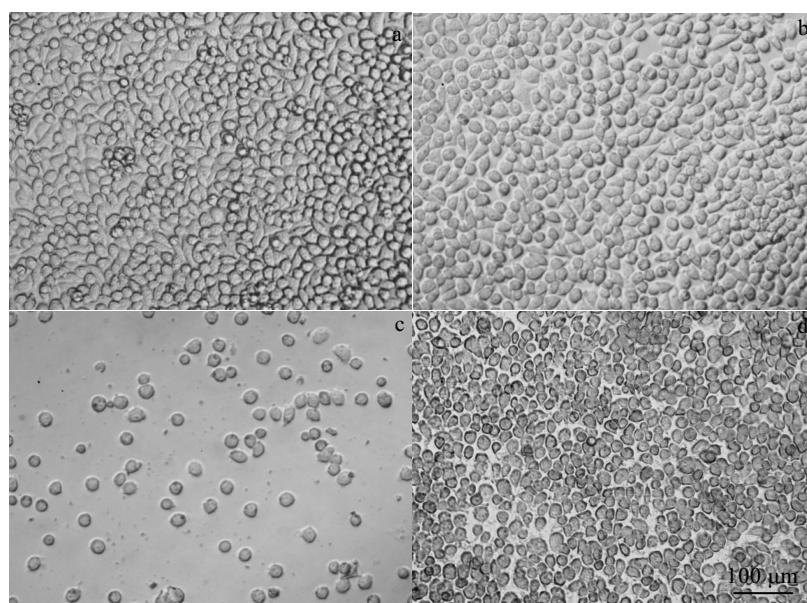


图7 细胞毒性试验的光学显微镜照片

Fig.7 OM images of blank control (a), negative control (b), positive control (c) and experiment control (d) in MTT tests

细胞层几乎完全破坏(图 7c)。样品组中细胞贴壁生长良好,细胞形态正常饱满,细胞密度较空白对照组略微减少,胞浆内有离散型颗粒,无细胞溶解(图 7d)。

测得样品组、空白孔和空白对照组的平均吸光度分别为 1.096、0.273 和 1.247。根据细胞增长抑制率计算公式(1)计算得出细胞增长抑制率为 15.5%。

$$\text{细胞增长抑制率}(\%) = [1 - (\text{样品组} - \text{空白孔}) / (\text{空白对照组} - \text{空白孔})] \times 100\% \quad (1)$$

综上所述可以看出,样品浸提液对细胞的影响仅限于对细胞产生轻微生长抑制,且细胞形态体征正常,样品的细胞增长抑制率为 15.5%。根据 GB/T 16886.5-2003(《医疗器械生物学评价 第 5 部分 体外细胞毒性试验》)的标准,判定细胞毒性等级为 1 级(细胞增长抑制率

≤24%),可以满足医疗器械的使用要求。

3 结论

1) 采用限空间自蔓延法制备出了形状完好、孔隙分布均匀、相纯度高的多孔 NiTi 合金。合金的孔隙率为 34%,孔隙形状近球形,由 100 μm 左右的初生孔和 200~500 μm 的次生孔组成,物相由单一的 B2 相组成。

2) 多孔 NiTi 合金超弹性优异,在 2.5%应变和 4%应变下进行 3 次循环加载-卸载,均未产生明显的残余应变,2 种应变下对应的抗压强度分别为 250 和 363 MPa,弹性模量为 15.4 GPa。

3) 多孔 NiTi 合金细胞毒性等级为 1 级,可以满足医疗器械的使用要求。

参考文献 References

- [1] Niinomi M, Nakai M, Hieda J. *Acta Biomaterialia*[J], 2012, 8: 3888
- [2] Andani M T, Moghaddam N S, Haberland C *et al. Acta Biomaterialia*[J], 2014, 10: 4058
- [3] Yu Zhentao(于振涛), Yu Sen(余 森), Zhang Minghua(张明华) *et al. Materials China*(中国材料进展)[J], 2010, 29(12): 35
- [4] Geetha M, Singh A K, Asokamani R *et al. Progress in Materials Science*[J], 2009, 54: 397
- [5] Gepreel M A, Niinomi M. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*[J], 2013, 20: 407
- [6] Krishna B V, Bose S, Bandyopadhyay A. *Acta Biomaterialia*[J], 2007, 3: 997
- [7] Balla V K, Bodhak S, Bose S A. *Acta Biomaterialia*[J], 2010, 6: 3349
- [8] Bandyopadhyay A, Espana F, Balla V K *et al. Acta Biomaterialia*[J], 2010, 6: 1640
- [9] Zhu S L, Yang X J, Chen M F *et al. Materials Science and Engineering C*[J], 2008, 28: 1271
- [10] Kujala S, Ryhanen J, Danilov A *et al. Biomaterials*[J], 2003, 24: 4691
- [11] Elahinia M H, Hashemi M, Tabesh M *et al. Progress in Materials Science*[J], 2012, 57: 911
- [12] Bansiddhi A, Sargeant T D, Stupp S I *et al. Acta Biomaterialia*[J], 2008, 4: 773
- [13] Liu X, Wu S, Yeung K K *et al. Biomaterials*[J], 2011, 32: 330
- [14] Zhang Xinping(张新平), Zhang Yupeng(张宇鹏). *Chinese Journal of Materials Research*(材料研究学报)[J], 2007, 21(6): 561
- [15] Yuan B, Zhang X P, Chung C Y *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2006, 37: 755
- [16] Sadrnezhad S K, Hosseini S A. *Materials Design*[J], 2009, 30: 4483
- [17] Li H, Yuan B, Gao Y *et al. Journal of Materials Science*[J], 2009, 44: 875
- [18] Aydogmus T, Bor S. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2009, 478: 705
- [19] Li B Y, Rong L J, Li Y Y *et al. Acta Materialia*[J], 2000, 48: 3895
- [20] Biswas A. *Acta Materialia*[J], 2005, 53: 1415
- [21] Tosun G, Orhan N, Ozler L. *Materials Letters*[J], 2012, 66: 138
- [22] Taya B Y, Goh C W, Gu Y W *et al. Journal of Materials Processing Technology*[J], 2008, 202: 359
- [23] Yeh C L, Sung W Y. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2004, 376: 79
- [24] Zhang Yupeng(张宇鹏), Zhang Xinping(张新平), Zhong Zhiyuan(钟志源). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2007, 43(11): 1221
- [25] Greiner C, Oppenheimer S M, Dunand D C. *Acta Biomaterialia*[J], 2005, 1: 705

Preparation and Performance Characterization of Porous NiTi Alloys by Space-controlled Self-propagating Method

Chen Feng^{1,2,3}, Yan Zhiqiao^{1,3}, Shi Qi^{1,3}, Liu Yong², Liu Bin²

(1. Guangdong Institute of Materials and Processing, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510650, China)

(2. Central South University, Changsha 410083, China)

(3. Engineering Research Center for Powder Metallurgy of Titanium & Rare Metals, Guangzhou 510650, China)

Abstract: A newly designed space-controlled self-propagating synthesis process was used to prepare porous NiTi shape memory alloys (SMAs) after the pretreatment of Ti powder and Ni powder. Properties including pore structures, phase composition and superelasticity of the alloys were characterized, and the biological safety was evaluated by in vitro cytotoxicity test (MTT). The results show that it is difficult to obtain SMAs with ideal pore structures without pretreating the mixed powders. After pretreating the raw powders properly, SMAs with excellent comprehensive properties can be fabricated. Nearly spherical pores with 34% porosity and diameters between 100 ~500 μm are homogeneously distributed in the alloys. The alloys are composed of single B2 and have good superelasticity. After three cyclic loading and unloading compression tests at the strains of 2.5% and 4.0%, no residual strain is generated. The corresponding compressive strength is 250 and 363 MPa, respectively, and the elastic modulus is 15.4 GPa. MTT tests show morphologies of cells in SMAs leaching solution are normal and the cytotoxicity is estimated level 1, indicating SMAs have good biological safety.

Key words: porous NiTi alloys; space-controlled self-propagating; superelasticity; cytotoxicity

Corresponding author: Yan Zhiqiao, Ph. D., Senior Engineer, Guangdong Institute of Materials and Processing, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510650, P. R. China, Tel: 0086-20-61086127, E-mail: zhiqiaoyan@163.com