اثر د مای تف جوشــی روی خواص کامپوز یت تیتانیوم ـآلومینا ـهیدروکسیآپاتیت ساخته شده به روش تفجوشی پلاسمای جرقهای

مهیا محمدطاهری^۱، آرش یزدانی^۲، منصور بزرگ^۳* ۱ دانشکده مهندسی شیمی و مواد، دانشگاه صنعتی شاهرود، شاهرود، ایران ۲ دانشکده مهندسی شیمی و مواد، دانشگاه صنعتی شاهرود، شاهرود، ایران ۳ دانشکده مهندسی شیمی و مواد، دانشگاه صنعتی شاهرود، شاهرود، ایران

* w.bozorg@shahroodut.ac.ir * دنویسنده مسئول:

تاریخ دریافت: ۱۳۹۹/۱۲/۲۸ تاریخ پذیرش: ۱٤٠٠/۰۳/۰۸

چکیدہ

در مقاله پیشرو، از روش تفجو شی پلاسمای جرقهای^۱ برای تولید کامپوزیت سه تایی HA-Ti-Al₂O₃-HA استفاده شد. بدین منظور پودرها تحت فشار F·MPa در دماهای ۱۲۰۰ و ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۵ دقیقه تفجوشی شدند. مشخصات میکروساختاری با کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی بررسی شد. به منظور بررسی خواص نمونهها آزمونهای سنجش دانسیته، سختی، امپدانس الکتروشیمیایی و پلاریزاسیون انجام شد. نتایج نشان داد که با افزایش دمای تفجوشی از ۲۰۰۷ به ۲۰۰۷ در ساخت کامپوزیت HA-Al₂O3-HA به ۲۰۱۷ و نتایج نشان داد که با افزایش دمای تفجوشی از ۲۰۰۷ به ۲۰۰۰ در با افزایش دما، سختی نمونهها از HV-Al₂O4 به ۲۲۲ و مودی، دانسیته نمونهها افزایش و تخلخل ظاهری کاهش می یابد. از طرفی تفجوشی مقاومت پلاریزاسیونی نمونه از ۲۰۹۲ به ۲۲۲ به ۹۹۶ یود یافته است. علاوه بر این دانسیته جریان خورد گی بر اساس آزمون پلاریزاسیونی الکتروشیمیایی از ۲۰۵۵ پا ۲۲۲ به ۱۶/۳۵ به ۱۶۰۰ به ۲۰

کلمات کلیدی: تفجوشمی پلاسمای جرقهای، کامپوزیت تیتانیوم- آلومینا- هیدرو کسمی آپاتیت، امپدانس الکتروشمیمیایی، پلاریزاسیون الکتروشیمیایی.

Effect of Sintering Temperature on the Properties of Titanium–Alumina– Hydroxyapatite Composite Prepared by Spark Plasma Sintering

M. Mohamadtahery¹, A. Yazdani², M. Bozorg³*

¹ Faculty of Chemical & Materials Engineering, Shahrood University of Technology, Shahrood, Iran.

² Faculty of Chemical & Materials Engineering, Shahrood University of Technology, Shahrood, Iran.

³ Faculty of Chemical & Materials Engineering, Shahrood University of Technology, Shahrood, Iran.

Corresponding Author: m.bozorg@shahroodut.ac.ir

Submission:2021/03/18

Acceptance: 2021/05/29

Abstract

In the present study, spark plasma sintering (SPS) technique was used to fabricate Ti-Al₂O₃-HA composite. Powders were sintered at 40 MPa pressure for 5 min at 1200 and 1300^oC. Microstructural characterisation was carried out using scanning electron microscopy (SEM). Density, hardness, electrochemical impedance and polarization test were performed to evaluate the properties of the samples. The results showed that by increasing the sintering temperature from 1200 to 1300 ^oC the density of the samples increases and the apparent prosity decreases. Also with increasing temperature the hardness of the samples increased from 528HV to 612HV. The result of electrochemical impedance test showed the polarization resistance of the sample enhanced from 222 Ω cm² to 996 Ω cm². Furthermore, according to polarization measurements, the corrosion current density was reduced from 16.35 μ A/cm² to 1.47 μ A/cm². The improvement in the corrosion resistance was attributed to the reduction of prosity and the formation of stronger passive film on the sample surface with increasing sintering temperature.

Keywords: Spark Plasma Sintering, Ti-Al₂O₃-HA Composite, Electrochemical Impedance Spectroscopy, Electrochemical Polarization

۱_ مقدمه

روش تفجوشی پلاسمای جرقهای(SPS)'یکی از روش های متداول جهت ساخت ايمپلنتهاي دنداني است. ايمپلنت ساختهشده با این روش خصوصیات مکانیکی بهتری در مقایسه با سایر روش های متالورژی یودر از خود نشان می دهد [1]. تفجوشي يلاسماي جرقهاي، يک روش يخت است که از جریان و فشار مستقیم پالس استفاده می کند، این روش به دلیل توانایی در کنترل ریزساختار ماده تفجوشی شده و انعطاف پذیری استثنایی از نظر میزان حرارت دهی و مدل گرمایش، موردتوجه قرارگرفته است [۲]. از دستگاهSPS می توان به عنوان کوره برای گرم کردن با سرعت بالا مواد استفاده كرد كه نمونه هايي با حداقل تخلخل و بالاترين دانسیته تولید کند [۵-۳]. در سالهای اخیر تحقیقات گوناگونی بر روی ساخت ایمیلنتها به کمک روش تف-جوشي پلاسماي جرقه اي انجام شده است [۱۱-۶]. موندال و همكارانش به مطالعه كامپوزيت تيتانيوم-كلسيم فسفات به دو روش تفجوشي پلاسماي جرقه اي و روش تفجوشي تحت خلاپرداخته اند. نتایج بیانگر این بود که روش تفجوشی پلاسماي جرقه اي روش مناسبتري بوده و نمونه ساخته شده به این روش زیست سازگاری بالاتری دارد [۱۲]. نتایج تست های گارسیا و همکارانش بیانگر این است که کامپوزیت زيركونيا-تيتانيوم به روش تفجوشي پلاسماي جرقه اي بيشترين ميزان تراكم نسبت به نمونه توليد شده با ساير روشها را دارد [۱۳]. امیدی و همکارانش به بررسی سنجش ميكروسختي كامپوزيت لايهاي تيتانيوم - هيدروكسي آپاتيت ساخته شده به روش تفجوشي پلاسماي جرقهاي پرداختند، مشاهده شد نمونه های آسیاب شده با آسیاب گلوله ای دارای میکروسختی بالاتر و مقاومت فشاری کمتری در مقایسه با نمونههای مخلوط سازی معمولی هستند [۱۴]. نتایج مطالعات بهرامی نسب و همکارانش بر روی رفتار الکتروشیمیایی بیوکامپوزیت تیتانیوم-آلومینا پس از ۱ و ۲۴ ساعت غوطهوري در محلول رینگر نشان داد مقاومت به خوردگی

برای کامپوزیت با ۲۵٪ وزنی آلومینا با افزایش زمان غوطهوری، افزایش یافته است [10]. گونزالز و همکارانش به بررسی خواص مکانیکی کامپوزیت تیتانیوم –آلومینا به روش تفجوشي پلاسماي جرقهاي پرداختند. نتايج تحقيقات نشان داد که در کامپوزیت ها با ۲۵ درصد Ti، چقرمگی کامپوزیت از ۴ تا ۸ مگا پاسکال تغییر کرده و دو برابر شده است [۱۶] . مییر و همکارانش با مطالعه خواص مکانیکی کامیوزیت تيتانيوم -آلومينا يافتند مقادير سختي و مدول يانگ كامپوزيت با افزودن آلومينا افزايش يافت، درحالي كه استحكام شكست کامپوزیت در درصدهای بالای آلومینا کاهش یافت [۱۷] . کیوو همکارانش به بررسی خواص مکانیکی و بیولوژیکی کامیوزیت تیتانیا- هیدروکسی آیاتیت پرداختند و گزارش كردند كه افزودن تيتانيا سبب بهبود سختي و مدول يانگ شده و وجود هیدروکسی آپاتیت زیست فعالی و پیوند به استخوان را بهبود داده است که ترکیب این دو باهم کامپوزیتی با خواص مناسب برای جایگزینی دندان ارائه میدهد [۱۸]. بررسی خواص مکانیکی و بیولوژیکی کامپوزیت لایهای تیتانیوم- هیدروکسی آپاتیت با سه روش گرمایش القایی با فركانس بالا، كوره برقى و تفجوشي پلاسماي جرقهاي توسط واتاري و همكارانش انجام شد. طبق نتایج بدست آمده زمانی که میزان هیدروکسی آپاتیت در لایه نزدیک استخوان بيشتر باشد رشد استخوان نيز بهتر خواهد بود و نيز روش تف-جوشی پلاسمای جرقهای به علت ایجاد کاشتنی با استحکام بالاتر، روش مناسبتری نسبت به دو روش دیگر است [۷]. نتايج تحقيقات انواتي و همكارانش بر روى خواص الكتروشيميايي و بيولوژيكى كامپوزيت تيتانيوم – هيدروكسي آپاتيت ساخته شده به روش تفجوشي پلاسماي جرقهای بیانگر این بود که کامپوزیت تیتانیوم با۱۰٪ وزنی هیدروکسی آپاتیت مقاومت به خوردگی بهتری نسبت به تيتانيوم خالص دارد ولي با افزودن مقدار بيشتر (۲۰ تا ۳۰درصد وزنی) مقاومت به خوردگی کاهش یافته و خصوصیات زیست فعالى افزايش مىيابد [١٩]. يوآن و همكارانش گزارش

کردند که در کامپوزیتهای Ti – 35Nb – 7Zr – xHA ساخته در کامپوزیتهای ساخته شده به روش تفجوشی پلاسمای جرقهای، با افزایش میزان AH، چگالی جریان خوردگی ابتدا افزایش و سپس کاهش مییابد [۶]. راستگو و همکارانش با مطالعه کامپوزیتهای تیتانیوم – هیدروکسی آپاتیت دریافتند با افزایش دما سختی نمونه ها افزایش مییابد [۲۰]. بووند و همکارانش بر روی کامپوزیت تیتانیوم – هیدروکسی آپاتیت مطالعه نموده و دریافتند افزودن هیدروکسی آپاتیت منجر به

در این تحقیق بر اساس مطالعات پیشین با توجه به اثر مثبت آلومینا روی سختی، مقاومت به سایش و چقرمگی شکست و از طرفی اثر هیدروکسی آپاتیت روی خواص زیست سازگاری تیتانیوم، کامپوزیت سه تایی HA-Ti-Al₂O3-HA تهیه شد و در فشار و زمان ثابت تفجوشی، اثر افزایش دما از شد. بدین منظور از میکرو سکوپ الکترونی روبشی، آزمون تخلخل، دانسیته سنجی و آزمونهای الکترو شیمیایی استفاده شد.

۲_ مواد و روشها ۲_1_ تهیه نمونه

برای ساخت نمونه ها پودر های تیتانیوم و آلومینا با دانه بندی میکرو و پودر هیدرو کسی آپاتیت برند مرک با دانه بندی نانو مورد استفاده قرار گرفت. جهت ساخت نمونه و مخلوط کردن پودرها از روش ارائه شده در سایر مقالات استفاده شد [۲،۲،۲۲،۲۳]. پس از توزین مقدار مشخصی از پودرهای اولیه با نسبت ۶۰ درصد وزنی تیتانیوم، ۳۰ درصد آلومینا و ۱۰ درصد وزنی نانو هیدرو کسی آپاتیت، مقدار کافی اتانول به گونه ای که کاملاً پودر را در بر گیرد، اضافه شد. به منظور مغناطیسی قرار گرفته و سپس مخلوط ایجاد شده توسط همزن اولتراسونیک به مدت ۵ دقیقه هم زده تا از آگلومره شدن پودرها (مخصوصاً پودر هیدرو کسی آپاتیت در ابعاد نانو)

جلو گیری شود. سپس مخلوط ایجاد شده جهت کامل شدن فرایند مخلوط سازی روی همزن مغناطیسی قرار داده شد. جهت خشک کردن کامل، مخلوط به مدت ده دقیقه درون آون در دمای ۱۰۰ درجه سانتی گراد قرار داده شد. از هاون جهت پودر کردن مخلوط استفاده شد [۲۴]. ساخت نمونه ها با دستگاه خلأ پو شان تولید ایران در مرکز صنعتی سازی نانو فناوری انجام شد. در این تحقیق قالب گرافیتی با قطر ۲/۵ فناوری انجام شد. در این تحقیق قالب گرافیتی با قطر ۲/۵ سانتی متر و ارتفاع ۸ میلی متر مورد استفاده قرار گرفت. تفجوشی نمونه ها در مدت زمان ۵ دقیقه و تحت فشار ساد ۱۳۰۰ تهیه گردید. در ادامه گرافیت روی سطح نمونه ها با میدادههای ۱۳۰۰ تا ۱۵۰۰ جهت دستیابی به سطح صاف و میقلی زدوده شد. جهت برر سی پراکندگی و توزیع پودرها در نمونه، سطح آنها با دستگاه کرافیت کشور آلمان مدل در نمونه، سطح آنها با دستگاه کرافیت کشور آلمان مدل

۲_۲_ محاسبه دانسیته و تخلخل

به منظور سنجش دانسیته نمونه های ساخته شده و مقایسه دانسیته اندازه گیری شده با دانسیته تئوری، چگالی نمونه ها به روش ارشمیدس با دستگاه Gravimetrics AG منعتی شاهرود سنجیده ساخت کشور سوئیس در دانشگاه صنعتی شاهرود سنجیده شد. بدین منظور وزن خشک نمو نه ها، وزن در حالت غوطه وری و وزن اشباع سنجیده و دانسیته اندازه گیری شد. با کمک داده های حاصل از تست سنجش دانسیته، مقدار دانسیته ظاهری و درصد تخلخل نیز محاسبه گردید. مقدار محاسبه در صد تخلخل نیز محاسبه گردید. مقدار محاسبه در صد تخلخل نیز محاسبه درید. مقدار محاسبه در صد تخلخل نیز محاسبه درید. مقدار محاسبه در صد تخلخل ظاهری برای نمونه های بالک با توجه اهمیت ویژه ای بر خوردار است. جهت محاسبه درصد تخلخل ظاهری نمونه ها از رابطه (۱) استفاده شد [۲۵]:

(۱)
$$\frac{m_r - m_1}{m_r - m_r} = crowtext{ ideal}$$

که در این رابطه m₁ وزن خشک، m₂ وزن غوطهوری و m₃ وزن اشباع است که با روش ارشمیدس اندازه گیری شده است.

۲-۳- آزمون میکروسختی تست سختی توسط دستگاه میکروسختیسنج ویکرز برند تست سختی توسط دستگاه میکروسختیسنج ویکرز برند Bareiss کشور آلمان در دانشگاه صنعتی شاهرود انجام شد. اندازه گیری میکرو سختی ویکرز انجام شد. سختی تئوری ۱۰۰۰ با کمک فرورونده ویکرز انجام شد. سختی تئوری ۱۰۰۰ با کمک فرورونده ویکرز انجام شد. سختی توری نمونههای کامپوزیتی با توجه به سختی مواد اولیه و درصد نمونههای کامپوزیتی با توجه به سختی مواد اولیه و درصد نمونه های کامپوزیتی با توجه به سختی مواد اولیه و درصد نمونه های کامپوزیتی با توجه به سختی مواد اولیه و درصد نمونه های کامپوزیتی با توجه به سختی مواد اولیه و ان با توجه به سختی مواد اولیه و درصد نمونه های کامپوزیتی با توجه به سختی مواد اولیه و نمونی آنها بر اساس رابطه (۲) محاسبه شد [۲۶] (۲)

که در این رابطه H_t سختی تئوری کامپوزیت، V کسر حجمی مواد اولیه و H سختی مواد اولیه میباشد.

۲_٤_ آزمون خوردگی

جهت انجام آزمونهای الکتروشیمیایی از دستگاه ivium مدل ور تکس همراه با سل سه الکترودی شامل الکترود مرجع کالو مل، الکترود کمکی پلاتین و نمو نه ها بهعنوان الکترو شیمیایی بازه فرکانسی ۱۰۰ کیلوهر تز تا ۱۰ میلی هر تز با دامنه پتانسیل ۱۰ میلی و لت انتخاب شد. در آزمون پلاریزا سیون الکترو شیمیایی نیز سطح نمونه در بازه پتانسیل مدا- تا ۲۰۰۰ میلی ولت نسبت به پتانسیل مدارباز با سرعت اسکن ۱ میلی ولت بر ثانیه روبش شد. به منظور پایداری پتانسیل قبل از آغاز آزمونها نمونه ها به مدت سی دقیقه در محلول به صورت غوطه ور قرار گرفت. برای انجام آزمونهای خوردگی از محلول رینگر استفاده شد که تر کیب آن در جدول ۱ قابل مشاهده است.

جدول ۱- ترکیب محلول رینگر

كلسيم	پتاسيم	سديم	ماده در ۱۰۰ میلی
کلريد(g)	كلرايد(g)	كلرايد(g)	ليتر
• / • ٣٣	•/•٣	• /\\9	مقدار

۳۔ نتایج و بحث

1-۳ بررسی ریز ساختار پودرهای اولیه و نمونهها در شکل ۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودرهای اولیه قابل مشاهده است. همانطور که در این تصاویر مشاهده می شود پودرهای اولیه تیتانیوم و آلومینا در دانه بندی میکرو و پودر هیدروکسیی آپاتیت در دانه بندی نانو میباشید. در شکل ۲ و شکل ۳ به ترتیب تصاویر میکرو سکوپ الکترونی از سیطح نمونه های تفجوشیی شیده در دمای ۱۲۰۰ و ۱۳۰۰درجه سانتی گراد ارائه شده است. همانطور که در این شكل ها مشاهده مي شود نمونه ها به خوبي تفجو شي شده اند و اتصال خوبی بین ذرات برقرار شده است ولی سطح نمونه ۱۲۰۰ دارای تخلخل بوده و حفراتی روی سطح قابل مشاهده است. با افزایش ۱۰۰ درجه ای دما، تفجو شی برای نمونه ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد بهتر صورت گرفته و همانطور که در شکل ۳ مشاهده می شود تخلخل ظاهری کاهش یافته ا ست. توزيع عنصري كلسيم، فسفات، تيتانيوم، آلومينيوم و اکسیژن و پراکندگی هر یک از عنا صر نیز در شکلها قابل مشاهده است. مشاهده می شود عناصر تشکیل دهنده به صورت يكنواخت در نمونه يراكنده شده اند.



شکل ۱- تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی پودرهای اولیه به ترتیب (a) پودر تیتانیوم (b) پودر آلومینا (c) پودر نانو هیدروکسی آپاتیت در بزرگنمایی ۵۰۰.



شکل ۲- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و نقشه عنصری نمونه تفجوشی شده در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد.





شکل ۳- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و نقشه عنصری نمونه تفجوشی شده در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد.

۲_۲_ دانسیته و تخلخل

یکی از پارامترهای مهم در بررسی خواص مواد بالک مانند ایمپلنتهای دندانی، دانسیته است. جدول ۲ نتایج حاصل از اندازه گیری دانسیته ها به روش ارشمیدس را نشان می دهد. نتایج نشان داد که با افزایش دما از ۲[°] ۲۰۰۰ به ۲[°] ۲۰۰۰ افزایش دانسیته نمونه ها از ۳/۸۸ gr/cm به ۴/۱۱ gr/cm افزایش یافته است. از طرفی مقدار دانسیته تئوری نیز با کمک قانون مخلوط ها ۴/۱۹ gr/cm محاسبه شد. مقایسه این عدد با مافزایش دمای تف جوشی دانسیته بهبودیافته و مقدار آن به با افزایش دمای تف جوشی دانسیته بهبودیافته و مقدار آن به کاهش تخلخل نمونه ها و اثر افزایش دمای تف جوشی نسبت داده شود. مییر و همکارانش با بررسی اثر افزایش دما بر دانسیته کامپوزیت Ti–Al₂O³ دانسیته با افزایش دما دانسیته

نمونه ها بهبود یافته و دانسیته نسبی به ۹۵٪ رسیده است [۱۷]. جدول ۳ نتایج حاصل از محاسبه درصد تخلخل ظاهری را نشان میدهد.

همان طور که در جدول ۳ مشاهده می شود درصد تخلخل در نمونه ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد، ۳/۶۴۶ بوده که این مقدار برای نمونه ۱۳۰۰ به میزان ۱/۴۴۱ کاهش یافته است. این امر بیانگر اینست که با افزایش دمای تفجوشی درصد تخلخل کاهش یافته و نمونه بهتر تفجوشی شده است. این موضوع به اتصال بهتر پودرها و کمتر شدن تخلخل در دمای بالاتر مربوط می شود. کاهش درصد تخلخل نمونه Ti5Mn-Ti مربوط می شود. کاهش درصد تخلخل نمونه از ۵۵٪ به میزان ۲۰٪ گزارش شده است که به اتصال بهتر دانه ها در نتیجه انجام بهتر تفجوشی و کاهش درصد تخلخل نمونه ها نسبت داده شده است [۲۵].

جدول ۲- دانسیته نمونه ها

دانسیته اندازه گیری شده	دانسيته تئوري	دماي تفجوشي نمونه
(g/cm ³)	(g/cm ³)	(.□)
۳/۸۸	4/19	17
۴/۱۱	4/19	۱۳۰۰

جدول ۳- درصد تخلخل ظاهری برای نمونهها

۱۳۰۰(⁰ C)	1 ٢ (⁰ C)	دماي تفجوشي نمونه
١٣/٨٧	10/49	وزن اشباع (g)
١٣/٨٢	10/47	وزن خشک (g)
۱۰/۴۶	11/47	وزن غوطهوري (g)
1/44	4/84	درصد تخلخل ظاهري

فصلنامه علوم و مهندسی خوردگی، شماره پیاپی ۳۵ (سال دهم ـ ۲۵)، بهار ۱۳۹۹ اثر دمای تف جوشی روی خواص کامپوزیت تیتانیوم ـ آلومینا ـ هیدروکسیآپاتیت ساخته شده به روش تفجوشی پلاسمای جرقهای

> ۳_۳ سختی تئوری و عملی با توجه به روابط ذکر شده در قسمت ۲-۳، سختی تئوری ۶۳۲/۹۴ HV بدست آمد. شکل ۴ مقایسهای از سختی تئوري و عملي نمونهها را نشان ميدهد. همانطور كه در اين شکل مشاهده می شود سختی نمونه ۱۲۰۰ کمتر از سختی نمونه ۱۳۰۰ است و با افزایش دما سختی نمونه ها نیز از مقدار ۵۲۸ HV به ۴۱۲ F۱۲ افزایش یافته است. علت این امر، بهبود تفجوشي نمونه و اتصال بهتر ذرات پودر با افزایش دما است. افزایش دما سبب بهبود دانسیته و کاهش تخلخل و در نهایت بهبود سختی نمونه ها شده است. نتایج مطالعات ژانگ و همکارانش بهبود سختی کامپوزیت دوتایی TiB -Ti را با افزایش دمای تفجوشی نشان داد [۲۷]. سلمان و همکارانش به بررسی سختی کامپوزیت تیتانیوم-هیدروکسی آپاتیت پرداختند و نتایج نشان داد با افزایش دمای تفجوشی خواص مکانیکی به خصوص سختی نمونه ها بهبود یافته است و از HV ۱۵۰ به ۲۵۰ HV رسیده است [۲۸]. همچنین نتایج مطالعات صباحی و همکارانش بر روی خواص مکانیکی و میکروساختار کامپوزیت Ti–Mo–B4C ساخته شده به روش SPS نشان داد سختي با افزايش دمايي در حدود ۳۰۰ درجه سانتي گراد تا دو برابر افزایش داشته است [۲۹].

2-3- نتايج آزمون الكتروشيميايي

بهمنظور بررسی رفتار فصل مشترک نمونهها با محلول اغلب از آزمون امپدانس الکتروشیمیایی استفاده میشود. در این

تحقیق نیز آزمون امپدانس الکتروشیمیایی روی نمونه های مختلف در دمای محیط در محلول رینگر انجام گرفت. شکل ۵ منحنی های نایکوئیست حاصل از این آزمون را نشان می دهد. همان طور که در این شکل پیداست منحنی های نایکوئیست الکتروشیمیایی از نیم دایره کا مل فشرده تشکیل شده اند که بیانگر رفتار خازنی سطح نمونه هاست اسی منحنی های مشابهی توسط سایر نویسندگان روی نمونه های تیتانیومی به دست آمده است [۳۱].

قطر بزرگ تر منحنی های نایکوئیست الکترو شیمیایی بیانگر تشکیل فیلم پسیو و محافظ ضخیم تر و نفوذ ناپذیر تر است [۳۲]. بر اساس شکل ۵ قطر نیم دایره با افزایش دمای تف جوشی از ۱۲۰۰ به ۱۳۰ درجه سانتی گراد افزایش یافته است. این موضوع می تواند بیانگر تشکیل فیلم قوی تر و مقاومت به خورد گی بالاتر نمونه های کامپوزیت باشد.

نتایج حاصل از امپدانس الکتروشیمیایی با مدار معادلی که توسط سایر محققین گزارششده بود شبیهسازی شدند [۳۳،۳۴].

در این مدار R_s بیانگر مقاومت محلول، R_{in} مقاومت لایه داخلی فشرده و متراکم و R_{out} نشاندهنده مقاومت لایه متخلخل خارجی است. C_{PE} بیانگر عنصر فاز ثابت است که به علت ایده آل نبودن رفتار سیستم جایگزین C_{dl} یا همان خازن لایه دو گانه شده است. در این مورد نیز اندیس in و out مربوط به لایه داخلی و خارجی است. نتایج حاصل از این شبیه سازی در جدول ۳ ارائه شده است.



شکل ٤- نمودار مقایسه سختی تئوری و عملی.

۴.



شکل ٥- منحنیهای نایکوئیست الکتروشیمیایی نمونهها در محلول رینگر.



شکل ۲- مدار معادل استفاده شده جهت شبیه سازی نتایج آزمون امپدانس الکتروشیمیایی.

جدول ۳- نتایج حاصل از آزمون امپدانس الکتروشیمیایی

Sintering Temperature ('D)	R _{out} (KΩcm ²)	CPE _{out} (µSs ⁿ cm ⁻²)	n	$\begin{array}{c} R_{in} \\ (M\Omega cm^2) \end{array}$	CPE _{in} (µSs ⁿ cm ⁻²)	n
17	١٢	40/VI	۰/V۶	•/٢١	۶ • /V	۰/۸۱
۱۳۰۰	٧۶	$\Lambda/\Delta\Delta$	• /٨٢	•/٩٢	14/2	۰/۸۴

نتایج ارائه داده شده در جدول ۳ نشان می دهد که مقاومت لایه فشرده داخلی به مراتب بیشتر از مقاومت لایه متخلخل خارجی است که بیانگر اثر بیشتر لایه داخلی روی مقاومت به خوردگی نمونه هاست. مقاومت بالاتر لایه اکسیدی داخلی برای نمونه تیتانیوم پیش از این نیز گزارش شده است [۳۴]. این مقاومت در فرکانس های پایین بیانگر تشکیل فیلم اکسیدی قوی روی سطح است.

شکل ۷ نمودار تغییرات مقاومت پلاریزاسیون (Rout + Rin) برای دو نمونه را نشان می دهد. همان طور که در این شکل نیز پیداست با افزایش دمای تفجوشی از ۱۲۰۰ به ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد مقاومت پلاریزاسیونی نمونه از ۲۳۵ ۲۲۲ به ۹۹۶ ۵۵۲ افزایش یافته است. با توجه به نتایج بدست آمده از مقادیر دانسیته و تخلخل نمونه ها، بهبود مقاومت پلاریزا سیونی کامپوزیت سه تایی HA-Ti-Rl₂O3-HA با افزایش محلول و از طرفی دیگر تشکیل فیلم پسیو متراکم تر و مقاوم تر روی سطح نمونه نسبت داد.

بهمنظور بررسی بیشتر رفتار الکتروشیمیایی نمونهها آزمون پلاریزاسیون الکتروشیمیایی، بعد از آزمون امپدانس

الکتروشیمیایی در محلول رینگر انجام گرفت. از نرم افزار ivium برای تحلیل منحنی ها استهاده شد. شکل ۸ منحنى هاى پلاريزاسيون مربوط به كامپوزيت هاى تهيه شده در دو دمای مختلف در نشان داده شده است. همان طور که در این شکل پیداست در شاخه آندی در ابتدا دانسبته جریان با افزایش ولتاژ اعمالشده، افزایش یافته و سیس به یک دانسيته جريان تقريباً ثابت رسيده است كه بيانگر رفتار پسیواسیون نمونههاست. بر اساس این شکل با افزایش دمای فرآيند تفجوشمي منحنى پلاريزاسيون الكتروشيميايي به سمت چپ انتقال ييداكر ده است. جهت بررسي دقيق تر، اين منحنيها با نرمافزار مورد آناليز قرار گرفتند. نتايج حاصل از آن درجدول ۴ ارائه شده است. بر اساس این جدول دانسیته جریان خوردگی با افزایش ۱۰۰ درجهای دمای تفجوشی از ۳/۱۶ μA/cm² به ۳/۱۶ μA/cm² کاهش ییداکرده است. از طرفي دانسيته جريان پسيو نيز براي نمونه توليد شده در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد به کم تر از ۰/۱ برابر نسبت به نمونه توليد شده در دماي تفجوشي ۱۲۰۰ درجه سانتي گراد رسیده است.



Sintering Temperature (⁰C)

شکل ۲- نمودار تغییرات مقاومت پلاریزاسیون نمونه ها در محلول رینگر.



شکل ۸- منحنی های پلاریز اسیون نمونه ها در محلول رینگر.

فاول ع صلاق محاصل الر العليو للمحصي لمالي يالاريو الشيول الملكو وسيلكيا يج	الكتر وشيميايے	یلاریز اسیون ا	منحنىهاي	از آناليز	٤- نتايج حاصل	جدول
--	----------------	----------------	----------	-----------	---------------	------

Sintering Temperature('D)	$i_{corr}(\mu A/cm^2)$	E_{corr} vs. $SCE(mV)$	$i_{passive}$ ($\mu A/cm^2$)
17	37/19	-0.1	18/30
۱۳۰۰	• /9٣	_~~ \$	١/٤٧

نتيجه گيري

در این مقاله اثر افزایش دمای تفجو شی بر رفتار الکترو شیمیایی کامپوزیت سه تایی تیتانیوم- آلومینا- هیدروکسی آپاتیت ساخته شده به روش تفجوشی پلاسمای جرقه ای برای کاربرد در محیط بدن مورد بررسی قرار گرفت و نتایج زیر بدست آمد:

- با بررسی نتایج حاصل از سنجش دانسیته نمونه ها و درصد تخلخل مشاهده شد افزایش ۱۰۰ درجه ای دما سبب افزایش دانسیته و کاهش در صد تخلخل شده است. همانطور که گفته شد با افزایش دما از ۲۰۰۵ به ۲۰۰۰ دانسیته نمونه ها از ۳/۸۸ gr/cm³ به ۴/۱۰۹ gr/cm³ افزایش و درصد تخلخل از ۳/۶۴ به ۱/۴۴ کاهش یافته است.
- سختی برای نمونه ۱۳۰۰، ۹۲/۲۵ HV و برای نمونه ۵۲۸ HV،۱۲۰۰ بد ست آمد که نشان دهنده اثر مطلوب افزایش دما بر سختی کامپوزیت میباشد.
- نتایج تست خوردگی نشان داد مقاومت پلاریزاسیونی نمونه تفجو شی شده در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد، بیش از
 ۴ برابر نمونه تفجوشی شده در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد بوده و از از ۲۲۲ Ωcm² به ۹۹۶ Ωcm افزایش یافته
 است که نشان دهنده تاثیر مثبت افزایش دما بر مقاومت پلاریزاسیونی نمونه ها است.
- دانسیته جریان خوردگی نمونه تولید شده در دمای C°۱۳۰۰ کاهش چشمگیری نسبت به نمونه C°۱۲۰۰۰ دا شته و مقدار آن از γ/۱۶ µA/cm² در نمونه ۱۲۰۰ به μΑ/cm² برای نمونه ۱۳۰۰ رسیده است که تاثیر مطلوب افزایش دما را نشان داد.

مراجع

- [1] A. Arifin, A.B. Sulong, N. Muhamad, J. Syarif, M.I. Ramli, Material processing of hydroxyapatite and titanium alloy (HA/Ti) composite as implant materials using powder metallurgy: A review, Mater. Des. 55 (2014) 165–175. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.09.045.
- [Y] S. Shaddel, A. Sabahi Namini, Y. Pazhouhanfar, S.A. Delbari, M. Fattahi, M. Shahedi Asl, A microstructural approach to the chemical reactions during the spark plasma sintering of novel TiC–BN ceramics, Ceram. Int. 46 (2020) 15982–15990. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.03.148.
- [r] T.P. Nguyen, Y. Pazhouhanfar, S.A. Delbari, Q. Van Le, S. Shaddel, M. Pazhouhanfar, A. Sabahi Namini,
 M. Shokouhimehr, M. Shahedi Asl, Characterization of spark plasma sintered TiC ceramics reinforced with graphene nano-platelets, Ceram. Int. 46 (2020) 18742–18749. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.04.189.
- [*] D. V. Dudina, B.B. Bokhonov, E.A. Olevsky, Fabrication of porous materials by spark plasma sintering: A review, Materials (Basel). 12 (2019). https://doi.org/10.3390/ma12030541.
- [5] I, C. Yu, R. Chen, J.J. Li, J.J. Li, M. Drahansky, M.. Paridah, A. Moradbak, A.. Mohamed, H. abdulwahab taiwo Owolabi, FolaLi, M. Asniza, S.H.. Abdul Khalid, T. Sharma, N. Dohare, M. Kumari, U.K. Singh, A.B. Khan, M.S. Borse, R. Patel, A. Paez, A. Howe, D. Goldschmidt, C. Corporation, J. Coates, F. Reading, We are IntechOpen, the world 's leading publisher of Open Access books Built by scientists, for scientists TOP 1 %, Intech. i (2012) 13. https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2011.12.014.
- [9] Z. yuan HE, L. ZHANG, W. rui SHAN, Y. qin ZHANG, R. ZHOU, Y. hua JIANG, J. TAN, Mechanical and corrosion properties of Ti-35Nb-7Zr-xHA composites fabricated by spark plasma sintering, Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed. 27 (2017) 848–856. https://doi.org/10.1016/S1003-6326(17)60097-9.
- [V] F. Watari, A. Yokoyama, M. Omori, T. Hirai, H. Kondo, M. Uo, T. Kawasaki, Biocompatibility of materials and development to functionally graded implant for bio-medical application, Compos. Sci. Technol. 64 (2004) 893–908. https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2003.09.005.
- [A] A. Warreth, N. Ibieyou, R.B. O'Leary, M. Cremonese, M. Abdulrahim, Dental implants: An overview, Dent. Update. 44 (2017) 596–620. https://doi.org/10.12968/denu.2017.44.7.596.
- [9] G. Zonfrillo, F. Pratesi, Mechanical strength of dental implants, J. Appl. Biomater. Biomech. 6 (2008) 110–118. https://doi.org/10.1177/228080000800600207.
- [1] F. Li, X. Jiang, Z. Shao, D. Zhu, Z. Luo, Microstructure and Mechanical Properties of Nano-Carbon Reinforced Titanium Matrix / Hydroxyapatite Biocomposites Prepared by Spark Plasma Sintering, (2018). https://doi.org/10.3390/nano8090729.
- [11] N. Xiong, M. Wang, H. Zhang, H. Xie, Journal of Adhesion Science and Sintering behavior and effect of silver nanoparticles on the resistivity of electrically conductive adhesives composed of silver flakes, (2014) 37–41. https://doi.org/10.1080/01694243.2014.967829.
- [Y] D. Mondal, S.K. Sarkar, I.H. Oh, B.T. Lee, Comparative study of microstructures and material properties in the vacuum and spark plasma sintered Ti-calcium phosphate composites, Mater. Trans. 52 (2011) 1436– 1442. https://doi.org/10.2320/matertrans.M2011017.
- [1٣] E. Fernandez-Garcia, C.F. Gutierrez-Gonzalez, A. Fernandez, R. Torrecillas, S. Lopez-Esteban, Processing and Spark Plasma Sintering of zirconia/titanium cermets, Ceram. Int. 39 (2013) 6931–6936. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.02.029.

- [14] N. Omidi, A.H. Jabbari, M. Sedighi, Mechanical and microstructural properties of titanium/hydroxyapatite functionally graded material fabricated by spark plasma sintering, Powder Metall. 61 (2018) 417–427. https://doi.org/10.1080/00325899.2018.1535391.
- [10] M. Bahraminasab, M. Bozorg, S. Ghaffari, F. Kavakebian, Electrochemical corrosion of Ti-Al2O3 biocomposites in Ringer's solution, J. Alloys Compd. 777 (2019) 34–43. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.09.313.
- [19] C.F. Gutierrez-Gonzalez, E. Fernandez-Garcia, A. Fernandez, R. Torrecillas, S. Lopez-Esteban, Processing, spark plasma sintering, and mechanical behavior of alumina/titanium composites, J. Mater. Sci. 49 (2014) 3823–3830. https://doi.org/10.1007/s10853-014-8095-5.
- [VV] S. Meir, S. Kalabukhov, N. Frage, S. Hayun, Mechanical properties of Al2O3\Ti composites fabricated by spark plasma sintering, Ceram. Int. 41 (2015) 4637–4643. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2014.12.008.
- [1A] W. Que, K.A. Khor, J.L. Xu, L.G. Yu, Hydroxyapatite/titania nanocomposites derived by combining highenergy ball milling with spark plasma sintering processes, J. Eur. Ceram. Soc. 28 (2008) 3083–3090. https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2008.05.016.
- [19] Anawati, H. Tanigawa, H. Asoh, T. Ohno, M. Kubota, S. Ono, Electrochemical corrosion and bioactivity of titanium-hydroxyapatite composites prepared by spark plasma sintering, Corros. Sci. 70 (2013) 212– 220. https://doi.org/10.1016/j.corsci.2013.01.032.
- [Y•] M.J. Rastgoo, M. Razavi, E. Salahi, I. Mobasherpour, Sprak plasma sintering behavior of hydroxyapatitetitanium nano-composite, J. Aust. Ceram. Soc. 53 (2017) 449–455. https://doi.org/10.1007/s41779-017-0054-6.
- [Y1] D. Bovand, M.R. Allazadeh, S. Rasouli, E. Khodadad, E. Borhani, Studying the effect of hydroxyapatite particles in osteoconductivity of Ti-HA bioceramic, J. Aust. Ceram. Soc. 55 (2019) 395–403. https://doi.org/10.1007/s41779-018-0247-7.
- [YY] A. Dudek, M. Klimas, Composites based on titanium alloy Ti-6Al-4V with an addition of inert ceramics and bioactive ceramics for medical applications fabricated by spark plasma sintering (SPS method), Materwiss. Werksttech. 46 (2015) 237–247. https://doi.org/10.1002/mawe.201500334.
- [YY] T. Fujii, K. Tohgo, M. Iwao, Y. Shimamura, Fabrication of alumina-titanium composites by spark plasma sintering and their mechanical properties, J. Alloys Compd. 744 (2018) 759–768. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.02.142.
- [YF] D. Wei, R. Dave, R. Pfeffer, Mixing and characterization of nanosized powders: An assessment of different techniques, J. Nanoparticle Res. 4 (2002) 21–41. https://doi.org/10.1023/A:1020184524538.
- [Yd] A. Ibrahim, F. Zhang, E. Otterstein, E. Burkel, Processing of porous Ti and Ti5Mn foams by spark plasma sintering, Mater. Des. 32 (2011) 146–153. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.06.019.
- [Y9] D.R. Askeland, P.P. Fulay, W.J. Wright, Materials Science and Engineerig: An intoduction, Dep. Metall. Eng. 6 (2009) 1–942.
- [YV] Z. Huang, X. Zhang, Z. Wang, Transverse crush of thin-walled rectangular section tubes, Int. J. Mech. Sci. 134 (2017) 144–157. https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2017.10.007.
- [YA] S. Salman, O. Gunduz, S. Yilmaz, M.L. Öveçoğlu, R.L. Snyder, S. Agathopoulos, F.N. Oktar, Sintering effect on mechanical properties of composites of natural hydroxyapatites and titanium, Ceram. Int. 35 (2009) 2965–2971. https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2009.04.004.
- [Y9] A. Sabahi Namini, M. Azadbeh, M. Shahedi Asl, Effect of TiB2 content on the characteristics of spark

plasma sintered Ti-TiBw composites, Adv. Powder Technol. 28 (2017) 1564-1572. https://doi.org/10.1016/j.apt.2017.03.028.

- [*•] M. Bahraminasab, M. Bozorg, S. Ghaffari, F. Kavakebian, Corrosion of Al2O3-Ti composites under inflammatory condition in simulated physiological solution, Mater. Sci. Eng. C. 102 (2019) 200–211. https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.04.047.
- [٣1] A. Fattah-alhosseini, A.R. Ansari, Y. Mazaheri, M.K. Keshavarz, Effect of immersion time on the passive and electrochemical response of annealed and nano-grained commercial pure titanium in Ringer's physiological solution at 37 °C, Mater. Sci. Eng. C. 71 (2017) 771–779. https://doi.org/10.1016/j.msec.2016.10.057.
- [YY] S. Tamilselvi, N. Rajendran, Electrochemical studies on the stability and corrosion resistance of Ti-5Al-2Nb-1Ta alloy for biomedical applications, Trends Biomater. Artif. Organs. 20 (2006) 49–52.
- [YY] M. Amirjan, M. Bozorg, Properties and corrosion behavior of Al based nanocomposite foams produced by the sintering-dissolution process, Int. J. Miner. Metall. Mater. 25 (2018) 94–101. https://doi.org/10.1007/s12613-018-1551-5.
- [٣۴] B. Sivakumar, L.C. Pathak, R. Singh, Role of surface roughness on corrosion and fretting corrosion behaviour of commercially pure titanium in Ringer's solution for bio-implant application, Appl. Surf. Sci. 401 (2017) 385–398. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.01.033.