اثر دمای تف جوشی روی خواص کامپوزیت تیتانیوم ـ آلومینا ـ هیدروکسی‌آپاتیت 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

***نویسنده مسئول:** m.bozorg@shahroodut.ac.ir

تاریخ دریافت: ۱۳۹۹/۱۲/۲۸ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۰/۰۳/۰۸

چکیده

در مقاله پیش‌رو، از روش تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای[۱] برای تولید کامپوزیت سه تایی $Ti-Al_2O_3-HA$ استفاده شد. بدین منظور پودرها تحت فشار ۴۰MPa در دماهای ۱۲۰۰ و ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد 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 ۱۲۰۰°C به ۱۳۰۰ °C در ساخت کامپوزیت $Ti-Al_2O_3-HA$، با توجه به بهبود تف‌جوشی، دانسیته نمونه‌ها افزایش و تخلخل ظاهری کاهش می‌یابد. از طرفی با افزایش دما، سختی نمونه‌ها از HV ۵۲۸ به HV ۶۱۲ افزایش یافت. نتایج آزمون امپدانس الکتروشیمیایی نشان داد با افزایش دمای تف‌جوشی مقاومت پلاریزاسیونی نمونه از Ωcm^2 ۲۲۲ به Ωcm^2 ۹۹۶ بهبود یافته است. علاوه بر این دانسیته جریان خوردگی بر اساس آزمون پلاریزاسیون الکتروشیمیایی از $\mu A/cm^2$ ۱۶/۳۵ به $\mu A/cm^2$ ۱/۴۷ تقلیل پیدا کرد. بهبود مقاومت به خوردگی به کاهش تخلخل و تشکیل فیلم پسیو مقاوم‌تر روی سطح نمونه با افزایش دمای تف‌جوشی نسبت داده شد.

کلمات کلیدی: تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای، کامپوزیت تیتانیوم- آلومینا- هیدروکسی‌آپاتیت، امپدانس الکتروشیمیایی، پلاریزاسیون الکتروشیمیایی.

[Downloaded from journal.ica.ir on 2025-07-26]

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

M. Mohamadtahery[1], A. Yazdani[2], M. Bozorg[3] *

[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-Al_2O_3-HA composite. Powders were sintered at 40 MPa pressure for 5 min at 1200 and 1300^{0}C. 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 ^{0}C 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 Ωcm^2 to 996 Ωcm^2. Furthermore, according to polarization measurements, the corrosion current density was reduced from 16.35 $\mu A/cm^2$ to 1.47 $\mu A/cm^2$. 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-Al_2O_3-HA Composite, Electrochemical Impedance Spectroscopy, Electrochemical Polarization

[Downloaded from journal.ica.ir on 2025-07-26]

۱ـ مقدمه

روش تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای(SPS)[1]یکی از روش‌های متداول جهت ساخت ایمپلنت‌های دندانی است. ایمپلنت ساخته‌شده با این روش خصوصیات مکانیکی بهتری در مقایسه با سایر روش‌های متالورژی پودر از خود نشان می‌دهد [۱]. تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای، یک روش پخت است که از جریان و فشار مستقیم پالس استفاده می‌کند، این روش به دلیل توانایی در کنترل ریزساختار ماده تف‌جوشی شده و انعطاف‌پذیری استثنایی از نظر میزان حرارت دهی و مدل گرمایش، موردتوجه قرارگرفته است [۲]. از دستگاهSPS می‌توان به‌عنوان کوره برای گرم کردن با سرعت‌بالا مواد استفاده کرد که نمونه هایی با حداقل تخلخل و بالاترین دانسیته تولید کند [۵–۳]. در سال‌های اخیر تحقیقات گوناگونی بر روی ساخت ایمپلنت‌ها به کمک روش تف-جوشی پلاسمای جرقه ای انجام شده است [۱۱–۶]. موندال و همکارانش به مطالعه کامپوزیت تیتانیوم-کلسیم فسفات به دو روش تف‌جوشی پلاسمای جرقه ای و روش تف‌جوشی تحت خلاپرداخته اند. نتایج بیانگر این بود که روش تف‌جوشی پلاسمای جرقه ای روش مناسبتری بوده و نمونه ساخته شده به این روش زیست سازگاری بالاتری دارد [۱۲]. نتایج تست های گارسیا و همکارانش بیانگر این است که کامپوزیت زیرکونیا-تیتانیوم به روش تف‌جوشی پلاسمای جرقه ای بیشترین میزان تراکم نسبت به نمونه تولید شده با سایر روش‌ها را دارد [۱۳]. امیدی و همکارانش به بررسی سنجش میکروسختی کامپوزیت لایه‌ای تیتانیوم - هیدروکسی‌آپاتیت ساخته شده به روش تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای پرداختند، مشاهده شد نمونه‌های آسیاب شده با آسیاب گلوله‌ای 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 غوطه‌وری در محلول رینگر نشان داد مقاومت به خوردگی برای کامپوزیت با ۲۵٪ وزنی آلومینا با افزایش زمان غوطه‌وری، افزایش‌یافته است [۱۵]. گونزالز و همکارانش به بررسی خواص مکانیکی کامپوزیت تیتانیوم -آلومینا به روش تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای پرداختند. نتایج تحقیقات نشان داد که در کامپوزیت‌ها با ۲۵ درصد Ti، چقرمگی کامپوزیت از ۴ تا ۸ مگا پاسکال تغییرکرده و دو برابر شده است [۱۶] . مییر و همکارانش با مطالعه خواص مکانیکی کامپوزیت تیتانیوم -آلومینا یافتند مقادیر سختی و مدول یانگ کامپوزیت با افزودن آلومینا افزایش یافت، درحالی‌که استحکام شکست کامپوزیت در درصدهای بالای آلومینا کاهش یافت [۱۷] . کیوو همکارانش به بررسی خواص مکانیکی و بیولوژیکی کامپوزیت تیتانیا- هیدروکسی‌آپاتیت پرداختند و گزارش کردند که افزودن تیتانیا سبب بهبود سختی و مدول یانگ شده و وجود هیدروکسی‌آپاتیت 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- هیدروکسی‌آپاتیت با سه روش گرمایش القایی با فرکانس بالا، کوره برقی و تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای توسط واتاری و همکارانش انجام شد. طبق نتایج بدست آمده زمانی که میزان هیدروکسی‌آپاتیت در لایه نزدیک استخوان بیشتر باشد رشد استخوان نیز بهتر خواهد بود و نیز روش تف-جوشی پلاسمای جرقه‌ای به علت ایجاد کاشتنی با استحکام بالاتر، روش مناسب‌تری نسبت به دو روش دیگر است [۷]. نتایج تحقیقات انواتی و همکارانش بر روی خواص الکتروشیمیایی و بیولوژیکی کامپوزیت تیتانیوم - هیدروکسی‌آپاتیت ساخته‌شده به روش تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای بیانگر این بود که کامپوزیت تیتانیوم با۱۰٪ وزنی هیدروکسی‌آپاتیت مقاومت به خوردگی بهتری نسبت به تیتانیوم خالص دارد ولی با افزودن مقدار بیشتر(۲۰ تا ۳۰درصد وزنی) مقاومت به خوردگی کاهش‌یافته و خصوصیات زیست فعالی افزایش می‌یابد [۱۹]. یوآن و همکارانش گزارش

[1] Spark Plasma Sintering

[Downloaded from journal.ica.ir on 2025-07-26]

کردند که در کامپوزیت‌های $Ti-35Nb-7Zr-xHA$ ساخته‌شده به روش تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای، با افزایش میزان HA، چگالی جریان خوردگی ابتدا افزایش و سپس کاهش می‌یابد [۶]. راستگو و همکارانش با مطالعه کامپوزیت‌های تیتانیوم- هیدروکسی آپاتیت دریافتند با افزایش دما سختی نمونه‌ها افزایش می‌یابد [۲۰]. بووند و همکارانش بر روی کامپوزیت تیتانیوم- هیدروکسی آپاتیت مطالعه نموده و دریافتند افزودن هیدروکسی آپاتیت منجر به کاهش چگالی شده است [۲۱].

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 $Ti-Al_2O_3-HA$ تهیه شد و در فشار و زمان ثابت تف‌جوشی، اثر افزایش دما از ۱۲۰۰ به ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد روی خواص نمونه برر سی شد. بدین منظور از میکرو سکوپ الکترونی روبشی، آزمون تخلخل، دانسیته سنجی و آزمون‌های الکترو شیمیایی استفاده شد.

۲ـ مواد و روش‌ها

۲ـ۱ـ تهیه نمونه

برای ساخت نمونه‌ها پودرهای تیتانیوم و آلومینا با دانه‌بندی میکرو و پودر هیدروکسی‌آپاتیت برند مرک با دانه‌بندی نانو مورد استفاده قرارگرفت. جهت ساخت نمونه و مخلوط کردن پودرها از روش ارائه شده در سایر مقالات استفاده شد [۴،۱۲،۲۲،۲۳]. پس از توزین مقدار مشخصی از پودرهای اولیه با نسبت ۶۰ درصد وزنی تیتانیوم، ۳۰ درصد آلومینا و ۱۰ درصد وزنی نانو هیدروکسی‌آپاتیت، مقدار کافی اتانول به‌گونه‌ای که کاملاً پودر را در برگیرد، ا ضافه شد. به منظور مخلوط سازی اولیه پودر ها، ۵ دقیقه بشر روی همزن مغناطیسی قرار گرفته و سپس مخلوط ایجادشده توسط همزن اولتراسونیک به مدت ۵ دقیقه هم زده تا از آگلومره شدن پودرها (مخصوصاً پودر هیدروکسی‌آپاتیت در ابعاد نانو) جلوگیری شود. سپس مخلوط ایجاد شده جهت کامل شدن فرایند مخلوط سازی روی همزن مغناطیسی قرار داده شد. جهت خشک‌کردن کامل، مخلوط به مدت ده دقیقه درون آون در دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد قرار داده شد. از هاون جهت پودر کردن مخلوط استفاده شد [۲۴]. ساخت نمونه ها با دستگاه خلأ پوشان تولید ایران در مرکز صنعتی سازی نانو فناوری انجام شد. در این تحقیق قالب گرافیتی با قطر ۲/۵ سانتی‌متر و ارتفاع ۸ میلی‌متر مورد استفاده قرار گرفت. تف‌جوشی نمونه‌ها در مدت زمان ۵ دقیقه و تحت فشار ۴۰MPa صورت گرفت. دو نمونه در دمای ۱۲۰۰°C و °C ۱۳۰۰ تهیه گردید. در ادامه گرافیت روی سطح نمونه‌ها با سمباده‌های ۱۰۰ تا ۱۵۰۰ جهت دست‌یابی به سطح صاف و صیقلی زدوده شد. جهت بررسی پراکندگی و توزیع پودرها در نمونه، سطح آن‌ها با دستگاه Zeiss کشور آلمان مدل Sigma 300-HV در دانشگاه صنعتی شاهرود بررسی شد.

۲ـ۲ـ محاسبه دانسیته و تخلخل

به منظور سنجش دانسیته نمونه‌های ساخته‌شده و مقایسه دانسیته اندازه‌گیری شده با دانسیته تئوری، چگالی نمونه‌ها به روش ارشمیدس با دستگاه Precisa Gravimetrics AG ساخت کشور سوئیس در دانشگاه صنعتی شاهرود سنجیده شد. بدین منظور وزن خشک نمونه ها، وزن در حالت غوطه‌وری و وزن اشباع سنجیده و دانسیته اندازه‌گیری شد. با کمک داده‌های حاصل از تست سنجش دانسیته، مقدار دانسیته ظاهری و درصد تخلخل نیز محاسبه گردید. مقدار دانسیته تئوری نیز با کمک قانون مخلوط‌ها محاسبه شد. محاسبه درصد تخلخل ظاهری برای نمونه‌های بالک با توجه به تأثیر آن بر روی خواص مکانیکی و الکتروشیمیایی از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. جهت محاسبه درصد تخلخل ظاهری نمونه‌ها از رابطه (۱) استفاده شد [۲۵]:

$$\text{درصد تخلخل ظاهری} = ۱۰۰ \times \frac{m_۳-m_۱}{m_۳-m_۲} \qquad (۱)$$

که در این رابطه m_1 وزن خشک، m_2 وزن غوطه‌وری و m_3 وزن اشباع است که با روش ارشمیدس اندازه گیری شده است.

[Downloaded from journal.ica.ir on 2025-07-26]

۲ـ۳ـ آزمون میکروسختی

تست سختی توسط دستگاه میکروسختی‌سنج ویکرز برند Bareiss کشور آلمان در دانشگاه صنعتی شاهرود انجام شد. اندازه‌گیری میکرو سختی ویکرز (Hv) با استفاده از بار gr ۱۰۰۰ با کمک فرورونده ویکرز انجام شد. سختی تئوری نمونه‌های کامپوزیتی با توجه به سختی مواد اولیه و درصد وزنی آن‌ها بر اساس رابطه (۲) محاسبه شد [۲۶] :

$$H_t = (V_{Ti} \times H_{Ti}) + (V_{Al2O3} \times H_{Al2O3}) + (V_{HA} \times H_{HA}) \quad (۲)$$

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

۲ـ٤ـ آزمون خوردگی

جهت انجام آزمون‌های الکتروشیمیایی از دستگاه ivium مدل ورتکس همراه با سل سه الکترودی شامل الکترود مرجع کالومل، الکترود کمکی پلاتین و نمونه ها به‌عنوان الکترود کار استفاده شد. برای آزمون امپدانس الکتروشیمیایی بازه فرکانسی ۱۰۰ کیلوهرتز تا ۱۰ میلی هرتز با دامنه پتانسیل ۱۰ میلی ولت انتخاب شد. در آزمون پلاریزاسیون الکتروشیمیایی نیز سطح نمونه در بازه پتانسیل ۲۵۰- تا ۲۰۰۰ میلی ولت نسبت به پتانسیل مدارباز با سرعت اسکن ۱ میلی ولت بر ثانیه روبش شد. به‌منظور پایداری پتانسیل قبل از آغاز آزمون‌ها نمونه‌ها به مدت سی دقیقه در محلول به‌صورت غوطه‌ور قرار گرفت. برای انجام آزمون‌های خوردگی از محلول رینگر استفاده شد که ترکیب آن در جدول ۱ قابل مشاهده است.

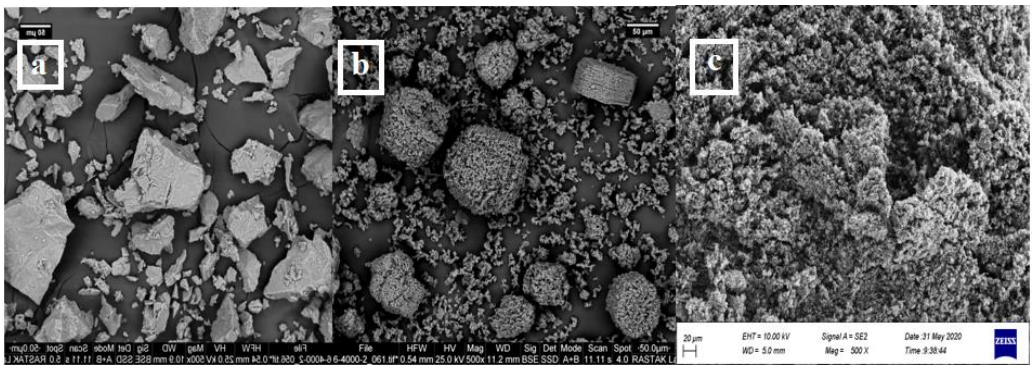
جدول ۱- ترکیب محلول رینگر

ماده در ۱۰۰ میلی لیتر	سدیم کلراید(g)	پتاسیم کلراید(g)	کلسیم کلرید(g)
مقدار	۰/۸۶	۰/۰۳	۰/۰۳۳

۳ـ نتایج و بحث

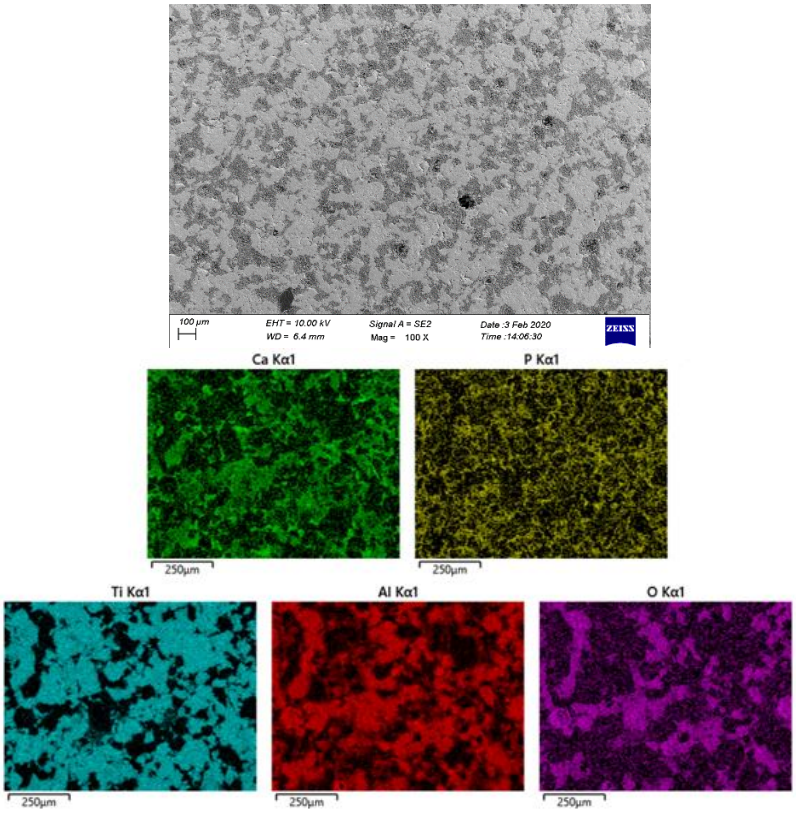
۳ـ۱ـ بررسی ریزساختار پودرهای اولیه و نمونه‌ها

در شکل ۱ تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی پودرهای اولیه قابل مشاهده است. همانطور که در این تصاویر مشاهده می‌شود پودرهای اولیه تیتانیوم و آلومینا در دانه بندی میکرو و پودر هیدروکسی آپاتیت در دانه بندی نانو می‌باشد. در شکل ۲ و شکل ۳ به ترتیب تصاویر میکروسکوپ الکترونی از سطح نمونه های تف‌جوشی شده در دمای ۱۲۰۰ و ۱۳۰۰درجه سانتی‌گراد ارائه شده است. همانطور که در این شکل‌ها مشاهده می شود نمونه‌ها به خوبی تف‌جوشی 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، تف‌جوشی برای نمونه ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد بهتر صورت گرفته و همانطور که در شکل ۳ مشاهده می شود تخلخل ظاهری کاهش یافته است. توزیع عنصری کلسیم، فسفات، تیتانیوم، آلومینیوم و اکسیژن و پراکندگی هر یک از عناصر نیز در شکل‌ها قابل مشاهده است. مشاهده می‌شود عناصر تشکیل دهنده به صورت یکنواخت در نمونه پراکنده شده اند.

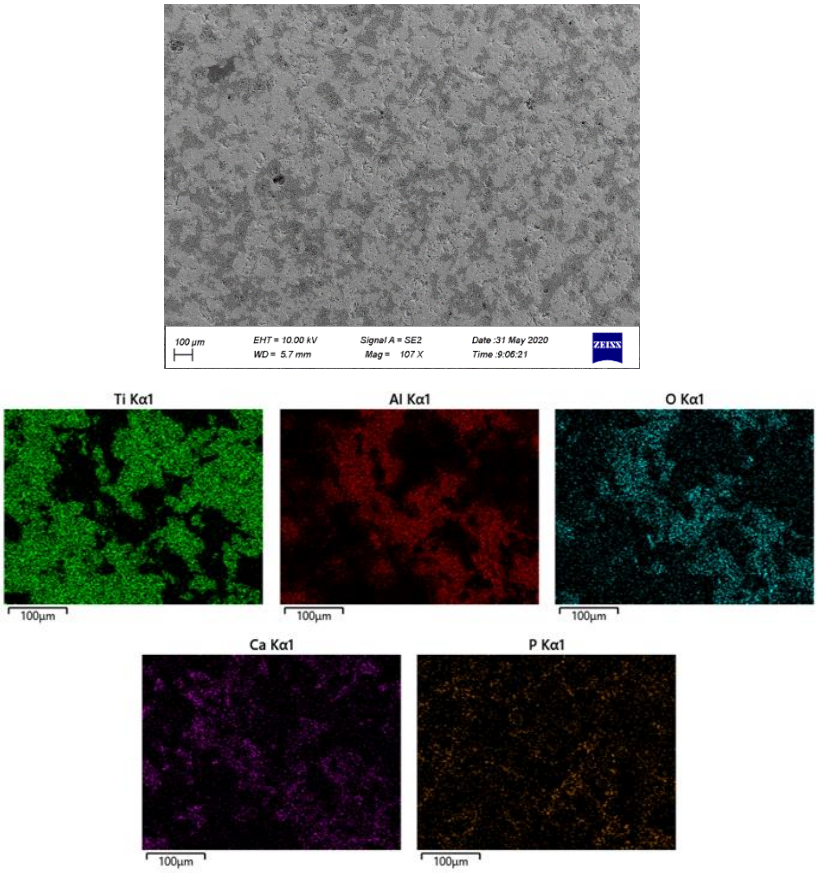


شکل ۱- تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی پودرهای اولیه به ترتیب (a) پودر تیتانیوم (b) پودر آلومینا (c) پودر نانو هیدروکسی آپاتیت در بزرگنمایی ۵۰۰.

[Downloaded from journal.ica.ir on 2025-07-26]



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



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

[Downloaded from journal.ica.ir on 2025-07-26]

۳ـ۲ـ دانسیته و تخلخل

یکی از پارامترهای مهم در بررسی خواص مواد بالک مانند ایمپلنت‌های دندانی، دانسیته است. جدول ۲ نتایج حاصل از اندازه‌گیری دانسیته ها به روش ارشمیدس را نشان می‌دهد. نتایج نشان داد که با افزایش دما از ۱۲۰۰ ^{o}C به ۱۳۰۰ ^{o}C دانسیته نمونه‌ها از ۳/۸۸ gr/cm^3 به ۴/۱۱ gr/cm^3 افزایش یافته است. از طرفی مقدار دانسیته تئوری نیز با کمک قانون مخلوط‌ها ۴/۱۹ gr/cm^3 محاسبه شد. مقایسه این عدد با دانسیته اندازه گیری شده مطابق جدول ۲ بیانگر این است که با افزایش دمای تف‌جوشی دانسیته بهبودیافته و مقدار آن به دانسیته تئوری نزدیک‌تر شده است. این بهبود می‌تواند به کاهش تخلخل نمونه ها و اثر افزایش دمای تف‌جوشی نسبت داده شود. میر و همکارانش با بررسی اثر افزایش دما بر دانسیته کامپوزیت $Ti-Al_2O_3$ دریافتند 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.

همان‌طور که درجدول ۳ مشاهده می‌شود درصد تخلخل در نمونه ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد، 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 کاهش‌یافته 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 با افزایش دمای تف جوشی از ۷۵۰^{o}C به ۱۱۰۰ ^{o}C از ۵۵٪ به میزان ۲۰٪ گزارش شده است که به اتصال بهتر دانه‌ها در نتیجه انجام بهتر تف‌جوشی و کاهش درصد تخلخل نمونه‌ها نسبت داده شده است [۲۵].

جدول ۲- دانسیته نمونه ها

دمای تف‌جوشی نمونه (°C)	دانسیته تئوری (g/cm^3)	دانسیته اندازه گیری شده (g/cm^3)
۱۲۰۰	۴/۱۹	۳/۸۸
۱۳۰۰	۴/۱۹	۴/۱۱

جدول ۳- درصد تخلخل ظاهری برای نمونه‌ها

دمای تف‌جوشی نمونه	۱۲۰۰ (^{o}C)	۱۳۰۰(^{o}C)
وزن اشباع (g)	۱۵/۴۶	۱۳/۸۷
وزن خشک (g)	۱۵/۳۲	۱۳/۸۲
وزن غوطه‌وری (g)	۱۱/۴۸	۱۰/۴۶
درصد تخلخل ظاهری	۳/۶۴	۱/۴۴

[Downloaded from journal.ica.ir on 2025-07-26]

۳ـ۳ـ 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 تئوری و عملی نمونه‌ها را نشان می‌دهد. همانطور که در این شکل مشاهده می‌شود سختی نمونه ۱۲۰۰ کمتر از سختی نمونه ۱۳۰۰ است و با افزایش دما سختی نمونه ها نیز از مقدار ۵۲۸ HV به ۶۱۲ HV افزایش یافته است. علت این امر، بهبود تف‌جوشی 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 ۱۵۰ HV به ۲۵۰ HV رسیده است [۲۸]. همچنین نتایج مطالعات صباحی و همکارانش بر روی خواص مکانیکی و میکروساختار کامپوزیت $Ti–Mo–B_4C$ ساخته شده به روش SPS نشان داد سختی با افزایش دمایی در حدود ۳۰۰ درجه سانتی گراد تا دو برابر افزایش داشته است [۲۹].

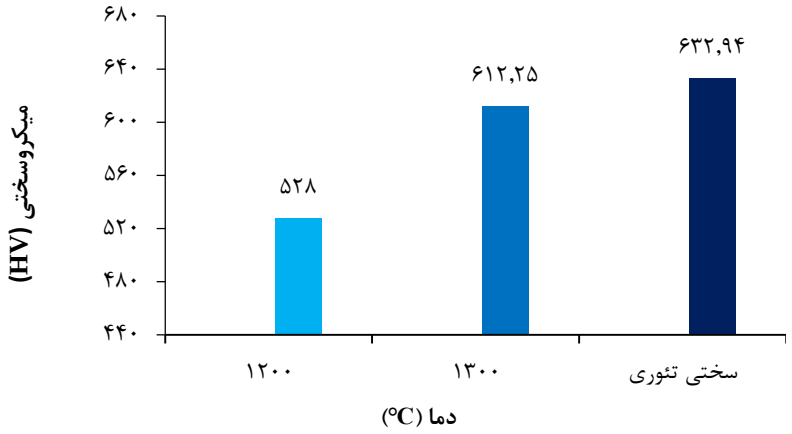
۳ـ٤ـ نتایج آزمون الکتروشیمیایی

به‌منظور بررسی رفتار فصل مشترک نمونه‌ها با محلول اغلب از آزمون امپدانس الکتروشیمیایی استفاده می‌شود. در این تحقیق نیز آزمون امپدانس الکتروشیمیایی روی نمونه‌های مختلف در دمای محیط در محلول رینگر انجام گرفت.شکل ۵ منحنی‌های نایکوئیست حاصل از این آزمون را نشان می‌دهد. همان‌طور که در این شکل پیداست منحنی‌های نایکوئیست الکتروشیمیایی از نیم‌دایره کامل فشرده تشکیل‌شده‌اند که بیانگر رفتار خازنی سطح نمونه‌هاست [۳۰]. منحنی‌های مشابهی توسط سایر نویسندگان روی نمونه‌های تیتانیومی به‌دست‌آمده است [۳۱].

قطر بزرگ‌تر منحنی‌های نایکوئیست الکتروشیمیایی بیانگر تشکیل فیلم پسیو و محافظ ضخیم‌تر و نفوذ ناپذیرتر است [۳۲]. بر اساس شکل ۵ قطر نیم‌دایره با افزایش دمای تف جوشی از ۱۲۰۰ به ۱۳۰ درجه سانتی‌گراد افزایش یافته است. این موضوع می‌تواند بیانگر تشکیل فیلم قوی‌تر و مقاومت به خوردگی بالاتر نمونه‌های کامپوزیت باشد.

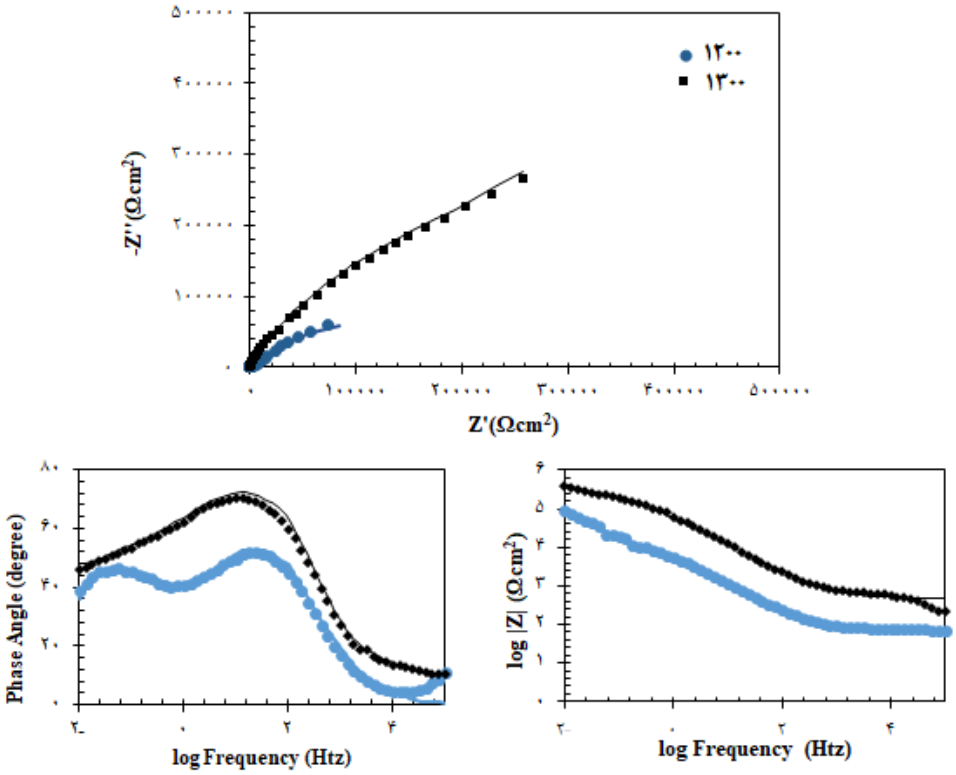
نتایج حاصل از امپدانس الکتروشیمیایی با مدار معادلی که توسط سایر محققین گزارش‌شده بود شبیه‌سازی شدند [۳۳،۳۴].

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 دوگانه شده است. در این مورد نیز اندیس in و out مربوط به لایه داخلی و خارجی است. نتایج حاصل از این شبیه‌سازی در جدول ۳ ارائه شده است.

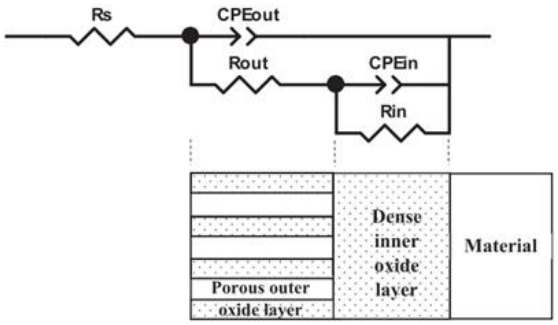


شکل ٤- نمودار مقایسه سختی تئوری و عملی.

[Downloaded from journal.ica.ir on 2025-07-26]



شکل ۵- منحنی‌های نایکوئیست الکتروشیمیایی نمونه‌ها در محلول رینگر.



شکل ٦- مدار معادل استفاده‌شده جهت شبیه‌سازی نتایج آزمون امپدانس الکتروشیمیایی.

جدول ۳- نتایج حاصل از آزمون امپدانس الکتروشیمیایی

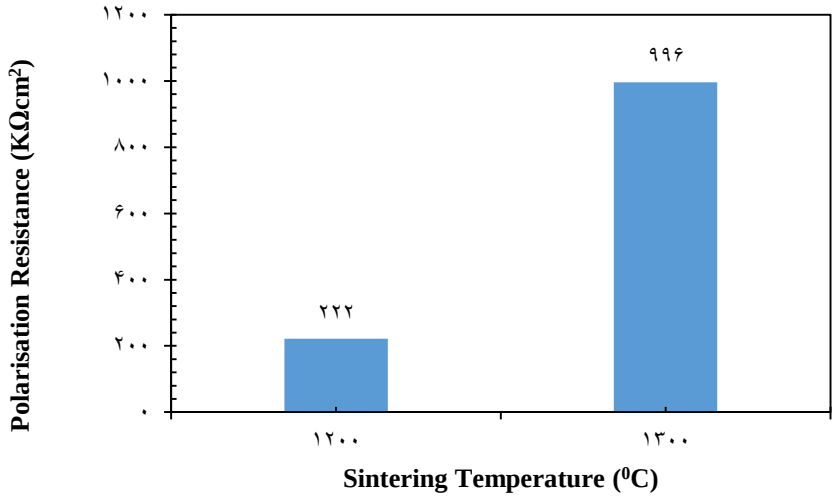
Sintering Temperature (°C)	R_{out} ($K\Omega cm^2$)	CPE_{out} ($\mu Ss^n cm^{-2}$)	n	R_{in} ($M\Omega cm^2$)	CPE_{in} ($\mu Ss^n cm^{-2}$)	n
۱۲۰۰	۱۲	۳۵/۷۱	۰/۷۶	۰/۲۱	۶۰/۷	۰/۸۱
۱۳۰۰	۷۶	۸/۵۵	۰/۸۲	۰/۹۲	۱۳/۲	۰/۸۴

[Downloaded from journal.ica.ir on 2025-07-26]

نتایج ارائه داده‌شده در جدول ۳ نشان می‌دهد که مقاومت لایه فشرده داخلی به مراتب بیشتر از مقاومت لایه متخلخل خارجی است که بیانگر اثر بیشتر لایه داخلی روی مقاومت به خوردگی نمونه‌هاست. مقاومت بالاتر لایه اکسیدی داخلی برای نمونه تیتانیوم پیش از این نیز گزارش‌شده است [۳۴]. این مقاومت در فرکانس‌های پایین بیانگر تشکیل فیلم اکسیدی قوی روی سطح است.

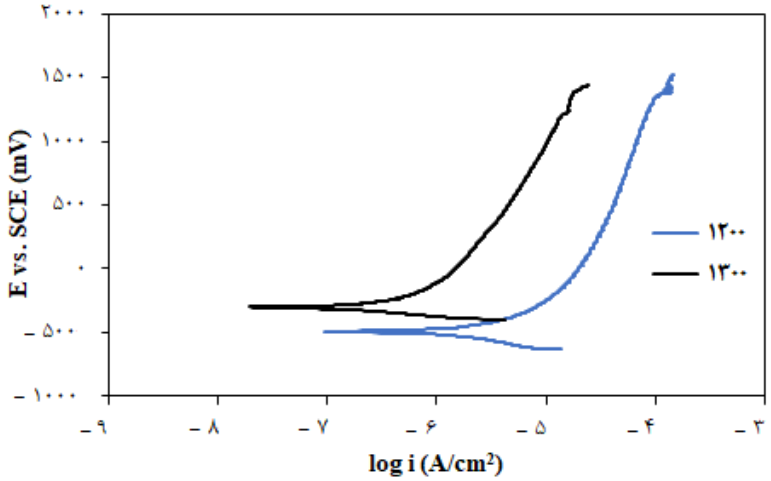
شکل ۷ نمودار تغییرات مقاومت پلاریزاسیون ($R_{out} + R_{in}$) برای دو نمونه را نشان می‌دهد. همان‌طور که در این شکل نیز پیداست با افزایش دمای تف‌جوشی از ۱۲۰۰ به ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد مقاومت پلاریزاسیونی نمونه از ۲۲۲ Ωcm^2 به ۹۹۶ Ωcm^2 افزایش یافته است. با توجه به نتایج بدست آمده از مقادیر دانسیته و تخلخل نمونه‌ها، بهبود مقاومت پلاریزاسیونی کامپوزیت سه تایی $Ti\text{-}Al_2O_3\text{-}HA$ با افزایش دما را می‌توان به کاهش تخلخل و سطح در تماس نمونه با محلول و از طرفی دیگر تشکیل فیلم پسیو متراکم‌تر و مقاوم‌تر 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 استفاده شد. شکل ۸ منحنی‌های پلاریزاسیون مربوط به کامپوزیت‌های تهیه شده در دو دمای مختلف در نشان داده شده است. همان‌طور که در این شکل پیداست در شاخه آندی در ابتدا دانسیته جریان با افزایش ولتاژ اعمال‌شده، افزایش یافته و سپس به یک دانسیته جریان تقریباً ثابت رسیده است که بیانگر رفتار پسیواسیون نمونه‌هاست. بر اساس این شکل با افزایش دمای فرآیند تف‌جوشی منحنی پلاریزاسیون الکتروشیمیایی به سمت چپ انتقال پیداکرده است. جهت بررسی دقیق‌تر، این منحنی‌ها با نرم‌افزار مورد آنالیز قرار گرفتند. نتایج حاصل از آن درجدول ۴ ارائه شده است. بر اساس این جدول دانسیته جریان خوردگی با افزایش ۱۰۰ درجه‌ای دمای تف‌جوشی از ۳/۱۶ $\mu A/cm^2$ به ۰/۶۳ $\mu A/cm^2$ کاهش پیداکرده است. از طرفی دانسیته جریان پسیو نیز برای نمونه تولید شده در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد به کم تر از ۰/۱ برابر نسبت به نمونه تولید شده در دمای تف‌جوشی ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد رسیده است.



شکل ۷- نمودار تغییرات مقاومت پلاریزاسیون نمونه ها در محلول رینگر.

[Downloaded from journal.ica.ir on 2025-07-26]



شکل ۸- منحنی‌های پلاریزاسیون نمونه‌ها در محلول رینگر.

جدول ٤- نتایج حاصل از آنالیز منحنی‌های پلاریزاسیون الکتروشیمیایی

Sintering Temperature(°C)	i_{corr}(μA/cm^2)	E_{corr} vs. SCE(mV)	$i_{passive}$ (μA/cm^2)
۱۲۰۰	۳/۱۶	-۵۰۱	۱۶/۳۵
۱۳۰۰	۰/۶۳	-۳۰۶	۱/۴۷

نتیجه‌گیری

در این مقاله اثر افزایش دمای تف‌جوشی بر رفتار الکتروشیمیایی 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 وکاهش در صد تخلخل شده است. همانطور که گفته شد با افزایش دما از ۱۲۰۰°C به ۱۳۰۰°C دانسیته نمونه‌ها از ۳/۸۸ gr/cm^3 به ۴/۱۰۹ gr/cm^3 افزایش و درصد تخلخل از ۳/۶۴ به ۱/۴۴ کاهش یافته است.
- سختی برای نمونه ۱۳۰۰، ۶۱۲/۲۵ HV و برای نمونه ۱۲۰۰، ۵۲۸ HV بد ست آمدکه نشان دهنده اثر مطلوب افزایش دما بر سختی کامپوزیت می‌باشد.
- نتایج تست خوردگی نشان داد مقاومت پلاریزاسیونی نمونه تف‌جوشی شده در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد، بیش از ۴ برابر نمونه تف‌جوشی شده در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد بوده و از از ۲۲۲ Ωcm^2 به ۹۹۶ Ωcm^2 افزایش یافته است که نشان دهنده تاثیر مثبت افزایش دما بر مقاومت پلاریزاسیونی نمونه ها است.
- دانسیته جریان خوردگی نمونه تولید شده در دمای ۱۳۰۰°C کاهش چشمگیری نسبت به نمونه ۱۲۰۰°C دا شته و مقدار آن از ۳/۱۶ μA/cm^2 در نمونه ۱۲۰۰ به ۰/۶۳ μA/cm^2 برای نمونه ۱۳۰۰ رسیده است که تاثیر مطلوب افزایش دما را نشان داد.

[Downloaded from journal.ica.ir on 2025-07-26]

مراجع

[۱] 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.

[۲] 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.

[۳] 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.

[۴] 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.

[۵] 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.

[۶] 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.

[۷] 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.

[۸] 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.

[۹] G. Zonfrillo, F. Pratesi, Mechanical strength of dental implants, J. Appl. Biomater. Biomech. 6 (2008) 110–118. https://doi.org/10.1177/228080000800600207.

[۱۰] 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.

[۱۱] 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.

[۱۲] 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.

[۱۳] 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.

[Downloaded from journal.ica.ir on 2025-07-26]

[۱۴] 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.

[۱۵] 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.

[۱۶] 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.

[۱۷] 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.

[۱۸] W. Que, K.A. Khor, J.L. Xu, L.G. Yu, Hydroxyapatite/titania nanocomposites derived by combining high-energy 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.

[۱۹] 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.

[۲۰] M.J. Rastgoo, M. Razavi, E. Salahi, I. Mobasherpour, Sprak plasma sintering behavior of hydroxyapatite-titanium nano-composite, J. Aust. Ceram. Soc. 53 (2017) 449–455. https://doi.org/10.1007/s41779-017-0054-6.

[۲۱] 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.

[۲۲] 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.

[۲۳] 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.

[۲۴] 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.

[۲۵] 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.

[۲۶] D.R. Askeland, P.P. Fulay, W.J. Wright, Materials Science and Engineerig: An intoduction, Dep. Metall. Eng. 6 (2009) 1–942.

[۲۷] 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.

[۲۸] 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.

[۲۹] A. Sabahi Namini, M. Azadbeh, M. Shahedi Asl, Effect of TiB2 content on the characteristics of spark

[Downloaded from journal.ica.ir on 2025-07-26]

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

[۳۰] 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.

[۳۱] 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.

[۳۲] 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.

[۳۳] 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.

[۳۴] 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.

[Downloaded from journal.ica.ir on 2025-07-26]