





دانشکده مهندسی شیمی و مواد

پایان نامه کارشناسی ارشد رشته مهندسی مواد-مواد مرکب

بررسی خواص کامپوزیت تیتانیوم- نانو هیدروکسی آپاتیت-آلومینا
ساخته شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای برای کاربردهای
دندانی

نگارنده: مهیا محمدطاهری

اساتید راهنما:

دکتر آرش یزدانی

دکتر منصور بزرگ

استاد مشاور:

دکتر مجید صالحی

شهریور ۱۳۹۹

شماره: ۸-۹۹/۹۹
تاریخ: ۹۹/۹/۱۵

باسمه تعالی



فرم شماره (۳) صورتجلسه نهایی دفاع از پایان نامه دوره کارشناسی ارشد

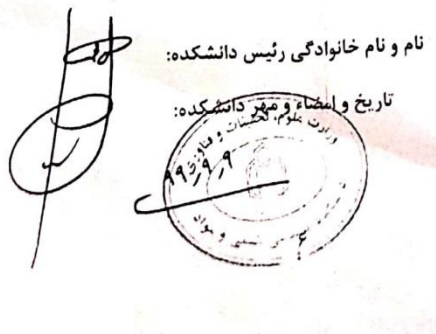
با نام و یاد خداوند متعال، ارزیابی جلسه دفاع از پایان نامه کارشناسی ارشد خانم مهیا محمدطاهری با شماره دانشجویی ۹۶۳۵۵۵۴ رشته مهندسی مواد گرایش مواد مرکب تحت عنوان بررسی خواص کامپوزیت تیتانیوم-نانو هیدروکسی آپاتیت- آلومینا به روش تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای برای کاربردهای دندان‌سازی که در تاریخ ۹۹/۰۷/۳۰ با حضور هیأت محترم داوران در دانشگاه صنعتی شاهرود برگزار گردید به شرح ذیل اعلام می‌گردد:

الف) درجه عالی: نمره ۱۹-۲۰ ☐ (ب) درجه خیلی خوب: نمره ۱۸/۹۹ - ۱۸ ☒
 ج) درجه خوب: نمره ۱۷/۹۹ - ۱۶ ☐ (د) درجه متوسط: نمره ۱۵/۹۹ - ۱۴ ☐
 ه) کمتر از ۱۴ غیر قابل قبول و نیاز به دفاع مجدد دارد ☐
 نوع تحقیق: نظری ☐ عملی ☒

اعضاء	مرتبه علمی	نام و نام خانوادگی	عضو هیأت داوران
	استادیار	دکتر آرش یزدانی	۱- استاد راهنمای اول
	استادیار	دکتر منصور بزرگ	۲- استاد راهنمای دوم
	استادیار	دکتر مجید صالحی	۳- استاد مشاور
	استادیار	دکتر محسن کریمی	۴- نماینده تحصیلات تکمیلی
	استادیار	دکتر مجید محمدی	۵- استاد ممتحن اول
	استادیار	دکتر مریم شجاعی بها آبادی	۶- استاد ممتحن دوم

نام و نام خانوادگی رئیس دانشکده:

تاریخ و امضاء و مهر دانشکده:



تقدیم بہ:

پیشگاہ حضرت دوست کہ ہرچہ هست و نیست از اوست.

تشکر و قدردانی

شکر بسیار به درگاه اینزد منان برای همراهی و محبتش که هر لحظه حضورش آرام بخش روح بوده و هر لحظه از زندگی ام را مدیون لطف بیکرانش هستم. تشکر فراوان از پدر و مادر عزیزم بابت همراهی و محبت بی اندازه ای که به بنده داشته و ثنیه ای از مهر و پشتیبانی دریغ نکرده اند. قدردانی و سپاس فراوان از اساتید راهنمای محترم، دکتر آرش یزدانی و دکتر منصور بزرگ که به شایستگی به راهنمایی اینجانب پرداخته و از هیچ زحمتی فروگذار نبوده اند. همچنین از استاد مشاور گران قدر جناب دکتر صالحی بابت زحمات بی دریغشان کمال تشکر را دارم.

تعهدنامه

اینجانب مهیا محمدطاهری دانشجوی دوره کارشناسی ارشد رشته مهندسی مواد گرایش مواد مرکب دانشکده مهندسی شیمی و مواد دانشگاه صنعتی شاهرود نویسنده پایان‌نامه کامپوزیت تیتانیوم-هیدروکسی‌آپاتیت -آلومینا ساخته‌شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای برای کاربردهای دندان‌ی تحت راهنمایی دکتر آرش یزدانی و دکتر منصور بزرگ متعهد می‌شوم.

- تحقیقات در این پایان‌نامه توسط این‌جانب انجام‌شده است و از صحت و اصالت برخوردار است.
- در استفاده از نتایج پژوهش‌های محققان دیگر به مرجع مورد استفاده استناد شده است.
- مطالب مندرج در پایان‌نامه تاکنون توسط خود یا فرد دیگری برای دریافت هیچ نوع مدرک یا امتیازی در هیچ جا ارائه نشده است.
- کلیه حقوق معنوی این اثر متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود است و مقالات مستخرج بانام "دانشگاه صنعتی شاهرود" و یا "**Shahrood University of Technology**" به چاپ خواهد رسید.
- حقوق معنوی تمام افرادی که در به دست آمدن نتایج اصلی پایان‌نامه تأثیرگذار بوده‌اند در مقالات مستخرج از پایان‌نامه رعایت می‌گردد.
- در کلیه مراحل انجام این پایان‌نامه، در مواردی که از موجود زنده (یا بافت‌های آن‌ها) استفاده‌شده است ضوابط و اصول اخلاقی رعایت شده است.
- در کلیه مراحل انجام این پایان‌نامه، در مواردی که به حوزه اطلاعات شخصی افراد دسترسی یافته یا استفاده‌شده است اصل رازداری، ضوابط و اصول اخلاق انسانی رعایت شده است.

تاریخ

امضای دانشجو

مالکیت نتایج و حق نشر

- کلیه حقوق معنوی این اثر و محصولات آن (مقالات مستخرج، کتاب، برنامه‌های رایانه‌ای، نرم افزارها و تجهیزات ساخته شده است) متعلق به دانشگاه صنعتی شاهرود است. این مطلب باید به نحو مقتضی در تولیدات علمی مربوطه ذکر شود.
- استفاده از اطلاعات و نتایج موجود در پایان‌نامه بدون ذکر مرجع مجاز نمی‌باشد.

چکیده

امروزه ایمپلنت یا کاشت دندان بهترین درمان دندان‌های ازدست‌رفته است. ایمپلنت دندان، یک پیچ فلزی به ویژه از جنس آلیاژهای تیتانیوم است که به‌عنوان ریشه دندان توسط یک دندانپزشک درون استخوان فک قرار داده شده و تاج دندان روی آن جایگذاری می‌شود. مواد مورد استفاده یکی از فاکتورهای مهم در ثبات و عمر درمان و استقامت دندان در بلند مدت است. خواص مکانیکی و زیست سازگاری و عمر مفید ایمپلنت‌ها متأثر از روش ساخت و شرایط سطح و جنس ایمپلنت‌ها می‌باشد. در این جا ابتدا نمونه تیتانیوم خالص و کامپوزیت‌های $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ و $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ به روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای در دمای 1200°C و 1300°C و فشار 40 MPa و زمان ۵ دقیقه ساخته شدند. به منظور بررسی خواص مکانیکی و بیولوژیکی کامپوزیت سه‌تایی تیتانیوم-آلومینا - نانو هیدروکسی‌آپاتیت ساخته‌شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای (SPS) برای کاربرد ایمپلنت دندان، آزمون‌های سنجش دانسیته، سختی، فشار، خوردگی و MTT انجام شد. نتایج نشان داد که با افزایش دمای تف جوشی برای ساخت کامپوزیت‌های $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ و $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ از 1200°C به 1300°C دانسیته نمونه‌ها افزایش و تخلخل ظاهری کاهش می‌یابد. همچنین افزودن آلومینا و هیدروکسی‌آپاتیت به تیتانیوم سبب بهبود مقاومت به خوردگی می‌شود. سختی در نمونه‌های حاوی سرامیک‌های آلومینا و هیدروکسی‌آپاتیت نسبت به نمونه تیتانیوم خالص بهبود یافته است. استحکام فشاری تیتانیوم در بالاترین میزان است و استحکام فشاری نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ نسبت به نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ بهبود یافته است. با توجه به نتایج تست MTT نمونه سه‌تایی بیشترین زیست سازگاری را در بین نمونه‌ها داشته و برای نمونه تیتانیوم خالص و نمونه دوتایی به ترتیب زیست سازگاری کاهش یافته است. افزودن هیدروکسی‌آپاتیت سبب بهبود زیست سازگاری شده است و میزان زنده ماندن سلول‌ها در مجاورت کامپوزیت حاوی هیدروکسی‌آپاتیت بسیار رضایت بخش بوده است.

کلید واژگان: ایمپلنت دندان، روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای، SPS، خوردگی ایمپلنت‌های دندان، MTT.

فهرست مطالب

فهرست	ح
فهرست اشکال	ک
فهرست جداول	ن
فصل اول: مقدمه	۱
فصل دوم: مروری بر پژوهش‌های پیشین	۵
۱-۲- تاریخچه ایمپلنت‌های دندانی	۶
۲-۲- انواع ایمپلنت‌های دندانی	۶
۳-۲- مهم‌ترین خواص ایمپلنت‌های دندانی	۷
۱-۳-۲- زیست سازگاری و معیار کاربرد بیولوژیکی ایمپلنت‌های دندانی	۸
۱-۳-۲-۱-۱-۳-۲ MTT آزمون	۹
۲-۳-۲- خواص مکانیکی ایمپلنت‌های دندانی	۱۰
۳-۳-۲- سختی	۱۱
۴-۲- مقاومت به خوردگی ایمپلنت‌های دندانی	۱۱
۵-۲- مهم‌ترین مواد تشکیل‌دهنده ایمپلنت‌های دندانی	۱۲
۱-۵-۲- تیتانیوم در ایمپلنت دندانی	۱۲
۲-۵-۲- هیدروکسی‌آپاتیت در ایمپلنت‌های دندانی	۱۳
۳-۵-۲- آلومینا در ایمپلنت‌های دندانی	۱۳
۴-۵-۲- کامپوزیت‌ها	۱۴
۶-۲- روش‌های تولید ایمپلنت‌های دندانی	۱۴
۱-۶-۲- روش CAD / CAM	۱۵

۱۵	۲-۶-۲- روش چاپ سه بعدی
۱۶	۳-۶-۲- روش متالورژی پودر
۱۶	۱-۳-۶-۲- روش SPS
۱۷	۷-۲- تاریخچه و قاعده کلی دستگاه SPS
۱۸	۸-۲- مروری بر مطالعات انجام شده
۱۸	۱-۸-۲- تیتانیوم
۲۱	۲-۸-۲- کامپوزیت های تیتانیوم/هیدروکسی آپاتیت
۲۹	۳-۸-۲- کامپوزیت های تیتانیوم/ آلومینا
۳۳	۴-۸-۲- کامپوزیت تیتانیوم-آلومینا و تیتانیوم-هیدروکسی آپاتیت
۳۵	فصل سوم: مواد و روش ها
۳۶	۱-۳- مواد مورد استفاده
۳۶	۲-۳- روش ساخت
۳۶	۱-۲-۳- ترکیب نمونه ها
۳۷	۲-۲-۳- مخلوط سازی پودرها
۳۸	۳-۲-۳- تهیه نمونه
۳۹	۴-۲-۳- اندازه گیری دانسیته
۴۰	۵-۲-۳- میکروسکوپ الکترون روبشی
۴۱	۶-۲-۳- آزمون فشار
۴۱	۷-۲-۳- آزمون خوردگی
۴۱	۸-۲-۳- آزمون میکرو سختی
۴۲	۹-۲-۳- آزمون MTT
۴۳	فصل چهارم: نتایج و بحث
۴۴	۱-۴- نتایج آزمون میکروسکوپ الکترون روبشی پودرهای اولیه
۴۶	۲-۴- نتایج آزمون میکروسکوپ الکترون روبشی مخلوط سازی

۴۹	۳-۴- دمای بهینه
۴۹	۱-۳-۴- دمای تف جوشی ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد
۵۴	۲-۳-۴- دمای تف جوشی ۱۳۰۰ درجه سانتیگراد
۶۶	۴-۴- نتایج آزمون فشار
۶۹	۵-۴- نتایج آزمون میکرو سختی
۷۲	۶-۴- نتایج آزمون‌های الکتروشیمیایی
۷۲	۱-۶-۴- آزمون امپدانس الکتروشیمیایی
۷۵	۲-۶-۴- آزمون پلاریزاسیون الکتروشیمیایی
۷۷	۷-۴- نتایج آزمون MTT
۸۳	فصل پنجم: نتیجه‌گیری
۸۵	۱-۵- پیشنهاد پژوهش‌های آینده

فهرست اشکال

- شکل ۱-۲- مقایسه میزان زنده ماندن سلول ها در روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای و تف جوشی تحت خلا [۳۲]..... ۱۹
- شکل ۲-۲- اندازه گیری سختی برای سه کامپوزیت/ مقادیر پیوسته خطی است که توسط قانون مخلوط پیش بینی شده [۳۴]..... ۲۰
- شکل ۳-۲- تراکم نسبی نمونه های $Ti-TiB_2$ ساخته شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای [۳۶]..... ۲۱
- شکل ۴-۲- مقایسه سختی برینل a. مربوط به نمونه ساخته شده در دمای $1300^{\circ}C$ در کوره الکتریکی، b نمونه ساخته شده در دمای $850^{\circ}C$ به روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای [۶]..... ۲۲
- شکل ۵-۲- تغییرات مدول یانگ به عنوان تابعی از دما [۲۵]..... ۲۳
- شکل ۶-۲- منحنی های پلاریزاسیون آندی آلیاژ $Ti-35Nb-7Zr-xHA$ و $Ti-35Nb-7Zr$ کامپوزیت $(x = 5, 10, 15, 20)$ ، در محلول Hank $pH=7.4$ / دمای $37^{\circ}C$ [۳۷]..... ۲۴
- شکل ۷-۲- سختی کامپوزیت های $Ti(5-20)-HAP$ در دمای $650^{\circ}C$ و $750^{\circ}C$ و با بارهای ۲ kg و ۱۰ kg [۳۸]..... ۲۵
- شکل ۸-۲- منحنی تنش- کرنش برای نمونه های تیتانیوم و تیتانیوم نانو هیدروکسی آپاتیت [۲۴]..... ۲۶
- شکل ۹-۲- تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی از نمونه های حاوی ۱۰ و ۳۰ درصد هیدروکسی آپاتیت و مشاهده سطح نمونه ها و میزان تخلخل [۳۹]..... ۲۷
- شکل ۱۰-۲- نمودار مقایسه سختی ویکرز نمونه های ۵ لایه FGM پودرهای مخلوط شده و آسیاب شده [۴۰]..... ۲۸
- شکل ۱۱-۲- نمودار تنش کرنش برای نمونه ۵ لایه با پودرهای مخلوط شده و آسیاب شده [۴۰]..... ۲۸
- شکل ۱۲-۲- میزان مقاومت فشاری برای نانو کامپوزیت سینتر شده در دمای $1000^{\circ}C$ [۴۱]..... ۲۹
- شکل ۱۳-۲- نحوه توزیع آلومینا در کامپوزیت شامل به ترتیب تصاویر (a) و (b) و (c) و (d) حاوی ۴۰ و ۶۰ و ۸۰ درصد آلومینا [۴۲]..... ۳۰
- شکل ۱۴-۲- (A) الگوهای XRD تیتانیوم و چهار کامپوزیت آلومینا - تیتانیوم ساخته شده با روش SPS. (b) مقایسه قله های تیتانیوم، با و بدون آلومینا [۴۲]..... ۳۰

- شکل ۲-۱۵- تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی از دو نمونه سینتر شده با روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای (a) آلومینا، (b) کامپوزیت آلومینا ۲۵ درصد تیتانیوم [۴]. ۳۱
- شکل ۲-۱۶- الگوهای XRD کامپوزیت‌های (a) $Al_2O_3 10Ti$ و (b) $Al_2O_3 30Ti$ [۴۳]. ۳۱
- شکل ۲-۱۷- منحنی پلاریزاسیون نمونه‌های حاوی صفر و ۵ و ۲۵ درصد آلومینا پس از ۲۴ ساعت غوطه‌وری در محلول رینگر [۲۰]. ۳۲
- شکل ۲-۱۸- سختی ویکرز به‌عنوان تابعی از کسر حجم تیتانیوم [۴۴]. ۳۳
- شکل ۲-۱۹- مقایسه سختی نمونه‌ها با درصد های وزنی متفاوت [۴۵]. ۳۴
- شکل ۴-۲- تصویر میکروسکوپ الکترون روبشی پودر تیتانیوم در بزرگنمایی ۵۰۰. ۴۴
- شکل ۴-۳- تصویر میکروسکوپ الکترون روبشی پودر آلومینا در بزرگنمایی ۵۰۰. ۴۴
- شکل ۴-۴- تصویر میکروسکوپ الکترون روبشی پودر نانو هیدروکسی‌آپاتیت در بزرگنمایی ۵۰۰. ۴۵
- شکل ۴-۵- تصویر میکروسکوپ الکترون روبشی پودر نانو هیدروکسی‌آپاتیت در بزرگنمایی ۵۰۰. ۴۵
- شکل ۴-۶- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مخلوط پودرها با روش مخلوط سازی مبتنی بر حلال در بزرگنمایی ۵۰۰. ۴۶
- شکل ۴-۷- تصاویر آنالیز صفحه ای حاصل از مخلوط پودرها با روش مخلوط سازی مبتنی بر حلال در بزرگنمایی ۵۰۰. ۴۷
- شکل ۴-۸- تصویر میکروسکوپ الکترون روبشی پودر مخلوط شده با دست در بزرگنمایی ۵۰۰. ۴۸
- شکل ۴-۹- تصویر آنالیز صفحه ای پودر مخلوط شده با دست در بزرگنمایی ۵۰۰. ۴۸
- شکل ۴-۱۰- تصاویر نمونه A در بزرگنمایی‌های ۱۰۰ تا ۱۰۰۰. ۵۰
- شکل ۴-۱۱- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه B در بزرگنمایی ۱۰۰ تا ۱۰۰۰. ۵۳
- شکل ۴-۱۲- تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی نمونه C. ۵۵
- شکل ۴-۱۳- آنالیز صفحه‌ای نمونه C. ۵۵
- شکل ۴-۱۴- توزیع عناصر در نمونه C. ۵۶
- شکل ۴-۱۵- نمودار توزیع عناصر در نمونه C. ۵۶
- شکل ۴-۱۶- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه Ti. ۵۸
- شکل ۴-۱۷- تصویر نمونه Ti. ۵۸
- شکل ۴-۱۸- توزیع عناصر در نمونه Ti. ۵۹
- شکل ۴-۱۹- نمودار توزیع عناصر در نمونه Ti. ۵۹
- شکل ۴-۲۰- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه شماره $Ti-Al_2O_3$ ۶۰

شکل ۴-۲۱- تصویر نمونه $Ti-Al_2O_3$	۶۱
شکل ۴-۲۲- تصویر توزیع عناصر مختلف در نمونه $Ti-Al_2O_3$	۶۱
شکل ۴-۲۳- نمودار توزیع عناصر در نمونه $Ti-Al_2O_3$	۶۱
شکل ۴-۲۴- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه $Ti-Al_2O_3-HA$	۶۲
شکل ۴-۲۵- تصویر نمونه $Ti-Al_2O_3-HA$ در بزرگنمایی ۵۰۰	۶۳
شکل ۴-۲۶- تصویر عناصر مختلف در نمونه $Ti-Al_2O_3-HA$	۶۳
شکل ۴-۲۷- نمودار میزان عناصر در نمونه $Ti-Al_2O_3-HA$	۶۳
شکل ۴-۲۸- مقایسه ارتباط دانسیته نسبی و میزان تیتانیوم هر نمونه	۶۶
شکل ۴-۲۹- نمودار تنش _ کرنش نمونه Ti	۶۷
شکل ۴-۳۰- نمودار تنش _ کرنش نمونه $Ti-Al_2O_3$	۶۷
شکل ۴-۳۱- نمودار تنش_کرنش نمونه $Ti-Al_2O_3-HA$	۶۸
شکل ۴-۳۲- مقایسه نمودار تنش _کرنش نمونه ها	۶۸
شکل ۴-۳۳- مقایسه استحکام فشاری نمونه ها	۶۹
شکل ۴-۳۴- نمودار مقایسه سختی نمونه های مختلف	۷۰
شکل ۴-۳۵- تصویر آزمون سختی نمونه Ti	۷۱
شکل ۴-۳۶- تصویر آزمون سختی نمونه $Ti-Al_2O_3$	۷۱
شکل ۴-۳۷- تصویر آزمون سختی نمونه $Ti-Al_2O_3-HA$	۷۱
شکل ۴-۳۸- منحنی های نایکوئیست الکتروشیمیایی نمونه های مختلف در محلول رینگر	۷۲
شکل ۴-۳۹- مدار معادل استفاده شده جهت شبیه سازی نتایج آزمون امپدانس الکتروشیمیایی	۷۳
شکل ۴-۴۰- نتایج حاصل از آزمون و فیتینگ منحنی های امپدانس الکتروشیمیایی برای نمونه $Ti-Al_2O_3$	۷۴
شکل ۴-۴۱- نمودار تغییرات مقاومت پلاریزاسیونی برای نمونه های مختلف	۷۵
شکل ۴-۴۲- منحنی های پلاریزاسیون نمونه های مختلف در محلول رینگر	۷۶
شکل ۴-۴۳- آنالیز منحنی پلاریزاسیون نمونه $Ti-Al_2O_3$	۷۷
شکل ۴-۴۴- میزان دانسیته نوری (OD) نمونه ها در ۲۴ ساعت	۷۹
شکل ۴-۴۵- میزان دانسیته نوری (OD) نمونه ها در ۷۲ ساعت	۷۹
شکل ۴-۴۶- درصد زنده ماندن سلول ها در ۲۴ ساعت	۸۱
شکل ۴-۴۷- درصد زنده ماندن سلول ها در ۷۲ ساعت	۸۱

فهرست جداول

جدول ۱-۲- مواد مورد استفاده در ساخت ایمپلنت دندانی [۸].....	۷
جدول ۱-۳- درصد وزنی عناصر مختلف در هر نمونه.....	۳۶
جدول ۲-۳- ترکیب محلول رینگر.....	۴۱
جدول ۱-۴- دانسیته تئوری و دانسیته اندازه‌گیری شده نمونه A.....	۵۰
جدول ۲-۴- وزن خشک، وزن غوطه‌وری، وزن اشباع و دانسیته ظاهری نمونه A.....	۵۱
جدول ۳-۴- دانسیته تئوری، ظاهری و نسبی نمونه A.....	۵۱
جدول ۴-۴- درصد تخلخل ظاهری برای نمونه A.....	۵۱
جدول ۵-۴- دانسیته تئوری و اندازه‌گیری شده نمونه B.....	۵۳
جدول ۶-۴- وزن خشک، وزن غوطه‌وری، وزن اشباع و دانسیته ظاهری نمونه B.....	۵۳
جدول ۷-۴- دانسیته تئوری، ظاهری و نسبی نمونه B.....	۵۴
جدول ۸-۴- درصد تخلخل ظاهری برای نمونه B.....	۵۴
جدول ۹-۴- درصد وزنی و درصد اتمی عناصر مختلف در نمونه C.....	۵۶
جدول ۱۰-۴- دانسیته نمونه C.....	۵۷
جدول ۱۱-۴- وزن خشک، وزن غوطه‌وری، وزن اشباع و دانسیته ظاهری نمونه C.....	۵۷
جدول ۱۲-۴- دانسیته تئوری، ظاهری و نسبی نمونه C.....	۵۷
جدول ۱۳-۴- درصد تخلخل نمونه C.....	۵۷
جدول ۱۴-۴- درصد وزنی و درصد اتمی عناصر مختلف در نمونه شماره Ti.....	۵۹
جدول ۱۵-۴- درصد اتمی و درصد وزنی عناصر مختلف در نمونه شماره $Ti-Al_2O_3$	۶۱
جدول ۱۶-۴- درصد اتمی و درصد اتمی عناصر مختلف در نمونه شماره $Ti-Al_2O_3-HA$	۶۴
جدول ۱۷-۴- دانسیته تئوری و ظاهری نمونه‌های مختلف.....	۶۴
جدول ۱۸-۴- مقدار دانسیته ظاهری نمونه‌ها.....	۶۵
جدول ۱۹-۴- درصد تخلخل ظاهری نمونه‌های Ti و $Ti-Al_2O_3$ و $Ti-Al_2O_3-HA$	۶۶
جدول ۲۰-۴- میزان سختی برای نمونه‌های Ti و $Ti-Al_2O_3$ و $Ti-Al_2O_3-HA$	۷۰
جدول ۲۱-۴- نتایج حاصل از آزمون امپدانس الکتروشیمیایی.....	۷۳
جدول ۲۲-۴- نتایج حاصل از آنالیز منحنی‌های پلاریزاسیون الکتروشیمیایی.....	۷۷
جدول ۲۳-۴- نتایج حاصل از تست MTT در ۲۴ ساعت.....	۷۸

جدول ۴-۲۴- نتایج حاصل از تست MTT در ۷۲ ساعت ۷۸

جدول ۴-۲۵- درصد زنده ماندن سلول ها برای نمونه ها و Blank در ۲۴ ساعت ۸۰

جدول ۴-۲۶- درصد زنده ماندن سلول ها برای نمونه ها و Blank در ۷۲ ساعت ۸۰

فصل اول: مقدمه

از دهه‌های پیش بشر به فکر جایگزینی دندان‌های از دست رفته بوده است. روش‌های مختلفی با مواد گوناگون امتحان گردید تا در پایان برانمارک^۱ سوئدی موفق گردید ایمپلنتی از جنس تیتانیوم را به‌عنوان پایه جایگزین کننده ریشه دندان به‌صورت عملی عرضه کند. قبل از معرفی بیوسرامیک به‌عنوان ایمپلنت‌های پزشکی در دهه ۱۹۶۰، ایمپلنت‌های فلزی مانند آلیاژ تیتانیوم، فولاد ضدزنگ، آلیاژهای کبالت و کروم به‌طور گسترده در کاربردهای پزشکی مورداستفاده قرار گرفته است [۱].

تمام پیشرفت‌های علمی در زمینه معطوف به طرح ایمپلنت و ویژگی‌های سطحی ایمپلنت گردید تا بیشترین موفقیت را در درازمدت داشته باشد. موفقیت کاشت ایمپلنت و میزان چسبندگی آن به بافت و سازگاری ایمپلنت با شرایط زیستی، به مقدار بسیار زیادی به خواص ماده و ویژگی‌های آن و شرایط سطحی آن وابسته است. از دیگر مباحث در خصوص ایمپلنت‌ها، روش ساخت ایمپلنت‌ها هست که با توجه به پیشرفت فناوری و اهمیت و ضرورت زمان و هزینه تولید و ساخت سریع قطعات و نمونه‌ها، توجه به این مورد امری ضروری و اجتناب‌ناپذیر است. در سال‌های اخیر با پیشرفت روش‌های نمونه‌سازی سریع، استفاده از چاپ سه‌بعدی به طرز گسترده‌ای در حال انجام است [۲]. افزایش بیشتر میزان استفاده از کاشت دندان در آینده و در نتیجه پیری جمعیت جهان و بهبود درمان‌های دندانپزشکی پیش‌بینی می‌شود. اگرچه میزان موفقیت زیاد است، اما ۵٪ تا ۱۱٪ از کاشتنی‌های دندانی در طی ۱۰-۱۵ سال از بین می‌روند و باید برداشته شوند [۳].

ایمپلنت فلزی دندانی معمولاً قطعه‌ای از فلز تیتانیوم است که به شکل ریشه دندان است و در استخوان فک قرار داده می‌شود. ایمپلنت دندانی به‌عنوان پایه‌ای جهت قرار دادن پروتز روی آن استفاده می‌شود و بازسازی تاج دندان‌های ازدست‌رفته با استفاده از پایه این ایمپلنت مقدور می‌گردد. همچنین سرامیک‌ها به دلیل مقاومت در برابر سایش و همچنین خواص عالی در دماهای بالا، برای کاربردهای زیادی مناسب می‌باشند. مواد سرامیکی از پیوند یونی و کووالانسی تشکیل می‌شوند به

1- Branmark

همین دلیل چقرمگی و تغییر شکل پلاستیک آن‌ها کم است. از این رو ترکیب سرامیکی آلومینا با مواد دیگر می‌تواند به بهبود چقرمگی، استحکام شکست و مقاومت به خوردگی آن‌ها کمک کند. یکی از کامپوزیت‌های موفق در زمینه ایمپلنت‌های دندانی کامپوزیت‌های سرامیک-فلز هست که به شکل مطلوب از خصوصیات متفاوت اجزای سرامیک و فلز در یک ماده بهره می‌برد. هنگام قرارگیری ذرات فلزی در یک زمینه سرامیکی، کامپوزیت با مکانیزم‌های تقویتی منجر به افزایش مقاومت به شکست می‌شود؛ که در برابر باز شدن بیشتر یا انتشار ترک مقاومت ایجاد می‌کنند. همچنین افزایش مقاومت در برابر شکستگی ویژگی تحمل آسیب را به مواد کامپوزیتی می‌بخشد و امکان توزیع ترک کم می‌کند [۴]. مقاومت در برابر خوردگی آلیاژهای مورد استفاده در کاربردهای دندانی بستگی به محیط دهان دارد که تحت تأثیر متغیرهای مختلفی از جمله میزان و کیفیت بزاق، pH مواد غذایی و نوشیدنی‌ها و نوسانات دما می‌باشد [۵].

در این پژوهش به مطالعه کامپوزیت سه‌تایی تیتانیوم/آلومینا/هیدروکسی‌آپاتیت ساخته شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای (Spark Plasma Sintering) پرداخته شده است. در فصل دوم به بررسی مطالعات صورت گرفته در خصوص کامپوزیت‌های ساخته شده به این روش در سال‌های اخیر می‌پردازیم. در فصل سوم روش‌های مورد استفاده جهت ساخت کامپوزیت را توضیح داده و در فصل چهارم به بررسی نتایج حاصل از آنالیزها خواص از جمله ریزساختار، استحکام فشاری، مقاومت به خوردگی و سنجش میزان سمیت سلولی بررسی خواهد شد و در نهایت در فصل پنجم نتیجه‌گیری صورت گرفته است.

فصل دوم: مروری بر پژوهش‌های پیشین

قبل از معرفی بیوسرامیک به عنوان ایمپلنت‌های پزشکی در دهه ۱۹۶۰، ایمپلنت‌های فلزی مانند آلیاژ تیتانیوم، فولاد ضدزنگ، آلیاژهای کبالت و کروم به‌طور گسترده در کاربردهای پزشکی مورد استفاده قرار گرفته است. در دوره اولیه توسعه ایمپلنت پزشکی، تنها معیار مناسب بودن مواد کاشتی، ایمنی مناسب فیزیکی و عدم سمیت بود. امروزه، علاوه بر خصوصیات زیستی مواد کاشتنی استخوان، توانایی تقویت رشد بافت بدن نیز مورد توجه قرار گرفته است [۱]. برای کاشت مواد لازم است که خواص همه‌جانبه مانند زیست سازگاری، استحکام و مقاومت در برابر خوردگی در نظر گرفته شود [۶]. ازجمله تحقیقاتی که در بهبود عملکرد ایمپلنت‌ها نقش داشته است می‌توان به تحقیقات در مورد نوع مواد انتخابی، شرایط سطحی، فرم بدنه ایمپلنت، روش ساخت و اندازه ایمپلنت‌ها اشاره کرد [۲].

۲-۱- تاریخچه ایمپلنت‌های دندانی

ایمپلنتولوژی (علم دندانپزشکی کاشت ایمپلنت‌های دندانی) بعد از علم جراحی دهان و دندان جز قدیمی‌ترین روش‌های دندانپزشکی است. در سال ۱۹۵۲ میلادی، جراح ارتوپدی سوئدی به نام برانمارک که علاقه‌مند به ترمیم و بازسازی استخوان بود، طی تحقیقاتی روی استخوان ران خرگوش، متوجه رشد استخوان در اطراف فلز تیتانیوم گردید. برانمارک تحقیقات خود را بر روی انسان و حیوان ادامه داد و توانست بعد از انجام آزمایش‌ها زیادی خواص خوب و مفید فلز تیتانیوم را ثابت کند. گرچه برانمارک ابتدا روی استخوان ران کار می‌کرد، اما در ادامه تصمیم گرفت که بر روی فضای دهان مطالعاتش را ادامه دهد زیرا دسترسی بیشتر و نیاز بیشتری را در این بخش احساس می‌کرد. برانمارک در سال ۱۹۶۵ میلادی اولین ایمپلنت دندانی را در دهان یک داوطلب قرارداد [۷].

۲-۲- انواع ایمپلنت‌های دندانی

به‌طور کلی ایمپلنت‌های دندانی بر اساس مواد و طراحی تقسیم‌بندی می‌شوند و از فلزات، سرامیک‌ها و پلیمرها در ساخت ایمپلنت‌های دندانی استفاده می‌شود. در جدول ۱-۲ مواد مورد استفاده برای ساخت ایمپلنت‌های دندانی نشان داده شده است. در میان فلزات تیتانیوم، آلیاژهای تیتانیوم، آلیاژهای

کروم کبالت و زیرکونیوم بیشتر مورد استفاده قرار می‌گیرند. تیتانیوم به دلیل خواص مناسب‌تر نسبت به سایر مواد بیشتر مورد استفاده است و اکثر ایمپلنت‌های دندانی از تیتانیوم ساخته شده است. مواد مورد استفاده یکی از فاکتورهای مهم در ثبات و عمر درمان و استقامت دندان در بلند مدت هستند [۸].

جدول ۲-۱- مواد مورد استفاده در ساخت ایمپلنت دندانی [۸]

نام متداول	مواد ایمپلنت‌ها
فلزات	
تیتانیوم خالص	تیتانیوم
Ti ₆ Al ₄ V	آلیاژهای تیتانیوم
L۳۱۶	فولاد زنگ نزن
کروم - کبالت - مولیبدن	آلیاژ کروم - کبالت
Ta	تانتالوم
سرامیک	
آلومینا آمورف	آلومینا
HA- Ca ₅ (PO ₄) ₁₀ (OH) ₂	هیدروکسی آپاتیت
B-TCP Ca ₃ (PO ₄) ₂	بتا تری کلسیم فسفات
انواع مختلف کربن	کربن
C-Si	کربن - سیلیکون
SiO ₂ / CaO/ Na ₂ O / P ₂ O ₅	بیوگلس
پلیمرها	
PMMA	پلی متیل متاکریلات
PTFE	پلی تترا فلورو اتیلن
PE	پلی اتیلن
PSF	پلی سولفون
PU	پلی یورتان

۲-۳- مهم‌ترین خواص ایمپلنت‌های دندانی

مواد مصرفی در بدن همواره از جنبه‌های مختلفی مانند خواص مکانیکی (استحکام، سختی، خستگی و...)، خواص شیمیایی (ترکیب،...) [۹] و خواص مرتبط با سازگاری زیستی و چگونگی رفتار ماده با بافت بدن و پیامدهای آن، مورد مطالعه قرار می‌گیرند. سازگاری زیستی مهم‌ترین جنبه انتخاب و

کاربرد مواد مصرفی در بدن است و حتی با داشتن بالاترین خواص فیزیکی - مکانیکی، بدون اطمینان کافی از سازگاری زیستی نمی‌توان از ماده در جهت کاشت در بدن استفاده کرد [۱۰].

به‌طور کلی جهت بررسی و بهبود خواص، عملکرد و افزایش عمر مفید ایمپلنت‌ها، دو دسته کلی آزمایش زیست سازگاری و آزمون مکانیکی بر روی آن‌ها صورت می‌گیرد. در طول عملکرد طبیعی خود، هر کاشتنی دندان تحت فشار و نیروهای متفاوتی قرار می‌گیرد که به ساختار آن منتقل می‌شود. سیستم باید در برابر این بارها، خستگی و سایش مقاومت کند، بدون اینکه آسیب ببیند. به‌طور خاص ارزیابی کمی از بار عمل شده بر روی کاشتنی‌های دندان دشوار است، زیرا توسط چندین عامل وابسته به یکدیگر تعیین می‌شود، از جمله:

- نیرویی که بر اثر جویدن به نقاط مختلف کاشتنی وارد می‌شود، با در نظر گرفتن سطوح

مختلف کاشتنی

- تعداد کاشتنی

- خصوصیات مکانیکی کاشتنی و هندسه آن‌ها

- خصوصیات آناتومیک و فیزیولوژیکی دندان [۱۱].

۲-۳-۱- زیست سازگاری و معیار کاربرد بیولوژیکی ایمپلنت‌های دندانی

در گذشته مفهوم زیست سازگاری، عدم وجود واکنش نامطلوب بین بافت‌های بدن و ماده کاشتنی بیان می‌شد ولی با توجه به اینکه تعداد موادی که واکنش نامطلوب با بافت‌های میزبان ایجاد می‌کند محدود است مفهوم زیست سازگاری تغییر کرده است. واکنش‌هایی که بین بافت و ایمپلنت صورت می‌گیرد ممکن است به بهبودی و ترمیم زودتر کمک کند. تعریف به‌روز از زیست سازگاری می‌تواند توانایی یک ماده ترمیم کننده برای القاء یک پاسخ مناسب به بافت میزبان در طول زمان استفاده از آن ماده باشد [۱۲، ۱۱].

موادی که به عنوان کاشتنی در بدن انسان کاشته می‌شوند، ابتدا باید توسط یک سری تست‌های درون آزمایشگاهی^۲ و درون بدنی^۳ ارزیابی شوند. اهداف اصلی تعیین پاسخی زیستی مواد مختلف است که کاشتنی از آن تشکیل شده است که به عنوان توانایی یک ماده برای پاسخ مناسب به بافت میزبان در یک موقعیت خاص و همچنین تجزیه و تحلیل پتانسیل ماده برای پاسخ به بافت می‌باشد. اثرات جانبی بیولوژیکی غیرقابل قبول ناشی از تعامل مواد بیولوژیکی با بافت‌های بدن نشان‌دهنده عدم زیست سازگاری ماده مورد آزمون است [۱۳]. همان‌گونه که ذکر شد بر اساس شرایط و ضروریاتی که مواد زیستی _ پزشکی باید داشته باشد و با توجه به مقاومت خوردگی و سازگاری زیستی فلزات و آلیاژها، فقط برخی از فلزات و آلیاژها از مقاومت خوردگی و سازگاری زیستی نسبی برخوردارند [۱۴]. تیتانیوم و آلیاژهای آن، آلیاژهای پایه کبالت و آلیاژهای فولاد زنگ نزن با گرید پزشکی از جمله فلزات معدودی هستند که در بدن بکار می‌روند. در بین فلزات و آلیاژهای مذکور تیتانیوم و آلیاژهای آن از مقاومت خوردگی، پایداری و سازگاری زیستی بالاتری برخوردارند [۱۵، ۱۶].

۲-۳-۱-۱- آزمون MTT

یکی از عوامل اصلی تعیین‌کننده زیست سازگاری، تأثیر یک ماده در بقای سلول است. اصطلاح سمیت سلولی برای توصیف حوادث مولکولی که در سنتز ماکرو مولکولی تداخل دارند، به کار می‌رود و باعث ایجاد صدمات غیرمترقبه سلولی و عملکردی و ساختاری می‌شود [۱۷]. توصیف یک فرآیند سمیت سلولی دشوار است زیرا عوامل نامحدودی برای ایجاد اختلال در سلول وجود دارد. با این حال، به عنوان بخشی از درمان دندان که به حفظ سلامت بافت کمک حداکثری می‌کند و از واکنش‌های سمی جلوگیری کند بسیار مؤثر است. از این رو سنجش تمام ترکیبات مورد استفاده در ترمیم دندان قبل از استفاده بالینی مورد نیاز است. راهنمایی عمومی برای آزمایش سمیت سلولی در ISO10993-5 ارائه شده است [۱۲، ۱۳].

2 - in vitro
3 - in vivo

آزمایش MTT یک روش رنگ سنجی است که بر اساس احیا شدن و شکسته شدن کریستال‌های زردرنگ تترازولیوم به وسیله‌ی آنزیم سوکسینات دهیدروژناز و تشکیل کریستال‌های بنفش رنگ نامحلول انجام می‌شود. در این روش برخلاف سایر روش‌ها مراحل شستشو و جمع‌آوری سلول که اغلب باعث از دست رفتن تعدادی از سلول‌ها و افزایش خطای کار می‌شود، حذف شده و تمام مراحل آزمایش از ابتدای کشت سلول تا خواندن نتایج با فوتومتر در یک میکرو پلیت انجام می‌شود؛ بنابراین تکرارپذیری، دقت و حساسیت آزمایش بالاست. در صورتی که آزمایش روی سلول‌های چسبیده به پلیت انجام شود، ابتدا باید تعداد مناسبی سلول (حدود ۲۰۰۰ سلول) را در هر یک از چاهک‌ها کشت داد و اجازه داد که سلول‌ها به کف پلیت بچسبند و به حالت پایدار برسند. سپس چاهک‌های کنترل و آزمایش را انتخاب کرده و مقدار مناسبی از ماده‌ی میتوژن یا داروی موردنظر به چاهک‌های آزمایش اضافه می‌شود و پلیت را تا زمان موردنیاز در انکوباتور قرار می‌گیرد تا ماده‌ی موردنظر روی سلول‌ها تأثیر کند. بعد از اتمام زمان انکوباسیون محیط کشت رویی را دور ریخته شده و به هر چاهک $200 \mu\text{l}$ محیط کشت حاوی 50 mg/ml محلول MTT اضافه کرده و مجدداً برای ۲ تا ۴ ساعت در انکوباتور با جو ۵٪ درصد دی‌اکسید کربن در 37°C قرار می‌گیرد. در طی زمان انکوباسیون MTT توسط سیستم سوکسینات دهیدروژناز که یکی از آنزیم‌های چرخه‌ی تنفسی میتوکندریها است احیا می‌شود. احیا و شکسته شدن این حلقه باعث تولید کریستال‌های بنفش-آبی رنگ فورمازان می‌شود که در زیر میکروسکوپ به راحتی قابل تشخیص هستند. میزان رنگ تولیدشده با تعداد سلول‌هایی که از نظر متابولیک فعال هستند (سلول‌های زنده) رابطه‌ی مستقیم دارد. بلوره‌های فورمازان در آب غیر محلول هستند و باید قبل از رنگ سنجی با ماده‌ی حلّالی مانند دی متیل سولفوکساید به حالت محلول دربیایند. در نهایت جذب نوری محلول به دست آمده را می‌توان در طول موج 570 nm خواند [۱۳].

۲-۳-۲- خواص مکانیکی ایمپلنت‌های دندانی

خواص مکانیکی شامل سختی، استحکام، مدول الاستیسیته، چقرمگی شکست، رفتار خستگی و خزشی خواصی هستند که تعیین کننده رفتار مواد در برابر نیروهای وارده هستند که توسط آزمون‌های

سایش، کشش، فشار، سختی، خستگی، ضربه و ... تعیین می گردند. چنانچه خواص مکانیکی قطعه‌ای با شکل و ترکیب مشخص مطابق با مقادیر مطلوب نباشد، به کمک تغییر در ترکیب ماده و به روش‌های مختلفی مانند مکانیزم‌های استحکام دهی می‌توان به مقادیر مطلوب دست پیدا نمود [۴].

با این حال، تیتانیوم خالص مقاومت خستگی کمتری نسبت به آلیاژهای تیتانیوم دارد. ایمپلنت‌های دندانی باید در برابر بارهای اعمالی مقاومت بالایی داشته باشند. به منظور غلبه بر شکستگی‌های احتمالی تیتانیوم خالص در هنگام قرار دادن و خارج کردن ایمپلنت‌ها در پروسه کاشت ایمپلنت، برای استحکام بیشتر و مقاومت در برابر خستگی به آن، آلومینیوم و وانادیوم اضافه می‌کنند [۵]. محافظت از تنش یک مشکل شایع در ماده بیولوژیکی است. این پدیده هنگامی رخ می‌دهد که مدول یانگ استخوان‌ها و مواد کاشتنی متفاوت باشد که باعث تحلیل رفتن استخوان می‌شود. تحقیقات زیادی در خصوص انتخاب مواد و فرآیندهای تولید برای رفع این مشکل انجام شده است. آلیاژهای تیتانیوم از جمله بهترین مواد برای ایمپلنت هستند زیرا مدول یانگ آن‌ها در مقایسه با سایر کاشتنی‌های فلزی بسیار نزدیک به استخوان ($10-30 \text{ GPa}$) است [۱].

۲-۳-۳- سختی

سختی، به عنوان یکی از خواص مکانیکی مواد طبقه‌بندی می‌شود و به عنوان مقاومت ارائه شده از مواد در برابر فرورفتگی، تغییر شکل و ترک خوردگی دائمی در اثر اعمال بار می‌باشد. تست سختی یک روش ساده، آسان و مخرب است که یک آزمایش مهم و پرکاربرد به منظور کمی سازی یا ارزیابی سریع خواص مکانیکی فلزات یکپارچه، نمونه‌های آلیاژی آن‌ها و حتی مواد ترکیبی بر اساس زمینه فلزی است [۱۸].

۲-۴- مقاومت به خوردگی ایمپلنت‌های دندانی

کاشتنی‌ها از فلزاتی با استحکام مکانیکی خوب و مقاومت خوردگی مناسب تولید می‌شود اما در هر حال کاشتنی فلزی که در بدن کار گذاشته می‌شود، یون‌های فلزی را داخل بافت آزاد می‌کند [۱۹]. حفره

دهان نه تنها محیطی بسیار تهاجمی است، بلکه یک محیط با خوردگی بالقوه نیز هست. مقاومت در برابر خوردگی آلیاژهای مورد استفاده در کاربردهای دندان بستگی به محیط دهان دارد که تحت تأثیر متغیرهای مختلفی از جمله میزان و کیفیت بزاق، pH مواد غذایی و نوشیدنی ها و نوسانات دما قرار دارد [۵]. خوردگی از بین رفتن تدریجی مواد به وسیله حملات الکتروشیمیایی انجام می شود به خصوص وقتی که یک ایمپلنت فلزی در محیط الکترولیت مخالف که به وسیله بدن انسان مهیا می شود قرار گیرد. نوع خوردگی به فرآیند تأثیر متقابل بین یک ماده جامد و محیط شیمیایی آن بستگی دارد که باعث کاهش ماده، تغییر در خواص ساختاری آن یا کاهش انسجام ساختار می شود. خوردگی بیومتریال ها به پارامترهای هندسی، متالورژیکی و محلول شیمیایی بستگی دارد [۲۰].

۲-۵- مهم ترین مواد تشکیل دهنده ایمپلنت های دندان

۲-۵-۱- تیتانیوم در ایمپلنت دندان

بیش از پنج دهه است که تیتانیوم به دلیل زیست سازگاری آن و همچنین خواص مکانیکی و فیزیکی مناسب مانند مقاومت در برابر خوردگی، استحکام بالا و وزن کم، شایع ترین ماده در ایمپلنت های دندان است [۲۱]. با این حال، برای ساخت ایمپلنت های دندان نیاز به استحکام بالاتر و مقاومت در برابر خوردگی و سایش است؛ بنابراین، سعی شده است با کامپوزیت سازی و ترکیب تیتانیوم با ماده های با عملکرد تریبولوژیکی بالا و خصوصیات خوردگی مناسب، سبب بهبود خواص مورد نظر تیتانیوم شود [۱۹]. تیتانیوم یک فلز غیر نجیب است که توانایی تشکیل لایه اکسید سطحی بسیار ترمیم کننده و محافظ چسبنده را دارد که از خوردگی بیشتر تیتانیوم جلوگیری می کند. این لایه بلافاصله وقتی تیتانیوم در معرض اکسیژن قرار می گیرد تشکیل می شود [۲، ۲۲]. لایه اکسید تشکیل شده بر روی تیتانیوم خالص شبیه لایه ای است که روی آلیاژهای تیتانیوم تشکیل شده است. دی اکسید تیتانیوم (TiO_2) ماده اصلی تشکیل دهنده است، اما ممکن است اکسیدهای دیگری مانند اکسید تیتانیوم (TiO) و پنتوکسید تیتانیوم (Ti_2O_5) نیز وجود داشته باشند [۲].

۲-۵-۲- هیدروکسی آپاتیت در ایمپلنت‌های دندانی

هیدروکسی آپاتیت ترکیبی با فرمول $(\text{Ca})_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$ با وزن مولکولی 502 gr/mol و $31/5$ دارای 38% کلسیم و $18/5\%$ فسفر است که ساختار بلورین دارد. بخش معدنی استخوان و دندان از فسفات کلسیم بلورین شبیه به هیدروکسی آپاتیت ساخته شده است [۱،۲۳]. مواد کلسیم فسفاتی و هیدروکسی آپاتیت به خاطر تشابه از نظر ترکیب شیمیایی با بافت استخوانی و زیست سازگاری و عدم ایجاد تورم و واکنش التهاب‌زا و داشتن استعداد در تولید سلول‌های استخوانی به‌طور ویژه‌ای برای استفاده به‌عنوان کاشتنی، ایده‌آل به نظر می‌رسند. خصوصیات شیمیایی و ساختاری HA شبیه به مواد معدنی استخوان است، از این طریق توانایی ایجاد پیوند بیولوژیکی قوی با استخوان طبیعی را دارد و باعث بازسازی بافت می‌شود [۲۳]. از این پودر جهت پوشش دهی بر روی ایمپلنت‌ها برای ایجاد چسبندگی بیشتر بین سطح و استخوان استفاده می‌شود [۲۴].

۲-۵-۳- آلومینا در ایمپلنت‌های دندانی

سرامیک‌ها به دلیل سازگاری با محیط فیزیولوژیکی و مقاومت در برابر سایش، از پتانسیل بالایی در زمینه زیست پزشکی برخوردار هستند. بیوسرامیک‌ها (مانند آلومینا، زیرکونیا و ...) عمدتاً برای بیومتریال‌های ارتوپدی و دندان استفاده می‌شوند. آلومینا که اکسید آلومینیوم نیز نامیده می‌شود، تنها فرم اکسید جامد آلومینیوم (Al_2O_3) است. منبع اصلی آلومینای خالص (اکسید آلومینیوم)، بوکسیت و کروندوم طبیعی است. بیوسرامیک‌ها با وجود اینکه، خواص و پتانسیل زیادی برای استفاده به‌عنوان بیومتریال‌ها را دارند ولی به دلیل مقاومت پایین در برابر شکستگی، در کاربردهای تحت بارگذاری قابل استفاده نمی‌باشند. ترک‌ها به راحتی در سرامیک‌ها گسترش می‌یابند بنابراین، آن‌ها در کاربردهای تحت بار و در حین ضربه حتی وقتی میزان بار ضربه کمتر از مقاومت مواد سرامیکی باشد، به راحتی دچار شکست می‌شوند. مقاومت در برابر رشد ترک با اعمال مکانیزم‌هایی مانند افزایش سفتی ماده با روش‌هایی مانند انحراف ترک قابل اجرا می‌باشد. محققان از فرمولاسیون‌ها و روش‌های فراوانی

با هدف بهبود مقاومت در برابر شکستگی و بهبود سایر خواص مکانیکی آلومینا استفاده کرده‌اند. این روش‌ها تحت دو رویکرد اساسی قرار می‌گیرند: اصلاح ریزساختار و کامپوزیت سازی آلومینا با زمینه‌های فلزی [۲۵].

۲-۵-۴- کامپوزیت‌ها

کامپوزیت‌های تیتانیوم-هیدروکسی‌آپاتیت به دلیل خواص مکانیکی مطلوب، زیست سازگاری عالی و زیست فعال بودن، پتانسیل زیادی برای کاربردهای ارتوپدی و دندان‌دانی دارند. ترکیب آلیاژ تیتانیوم با هیدروکسی‌آپاتیت ماده بیولوژیکی جدیدی با خواص مکانیکی و بیولوژیکی عالی ایجاد می‌کند؛ بنابراین، تحقیقات زیادی در مورد این ماده و روند آماده‌سازی و ساخت آن انجام شده است [۲۳]. کامپوزیت‌های تیتانیوم-آلومینا به دلیل مقاومت به خوردگی بالا و مقاومت فشاری و سختی بالاتر نسبت به تیتانیوم خالص برای کاربردهای دندان‌دانی مناسب هستند [۱۹].

۲-۶- روش‌های تولید ایمپلنت‌های دندان‌دانی

تکنیک‌های اصلی ساخت برای کامپوزیت‌های زمینه فلزی^۴ ساخت حالت مایع، فرآوری نیمه جامد و متالورژی پودر است. با این حال، کامپوزیت‌های تقویت‌شده با ذرات سرامیکی می‌توانند در حالت مایع به راحتی ساخته شوند. ریخته‌گری ذوبی یک روش فرآوری جذاب است زیرا نسبتاً ارزان است و انتخاب مواد و شرایط فرآوری در محدوده گسترده‌ای می‌باشد. لاستیک سیلیکون یک ماده قالب‌گیری عالی است که عمدتاً در مواردی که به جزئیات دقیق سطح نیاز است، همراه با دستگاه‌های برش عمیق، استفاده می‌شود. از این رو این روش برای ساخت کامپوزیت‌های زمینه فلزی در کاربرد ایمپلنت‌های دندان‌دانی نیز استفاده می‌شود زیرا برای ساخت این قطعات جزئیات دقیق سطح نیاز است و ساخت این قطعات پیچیده، دشواری‌های زیادی دارد [۲۶].

۲-۶-۱- روش CAD / CAM

این فناوری در بخش‌های مختلفی مانند ساخت قالب، ساخت قطعات فلزی، برش لیزری، چاپگرهای سه‌بعدی، تراشکاری، حفاری و غیره مورد استفاده قرار گرفته است. برش لیزری یا CNC یک ماشین معمولی است که اپراتور بسته به نوع محصول مورد نظر، چندین پارامتر آن از جمله تغذیه، عمق برش و زاویه را تعیین می‌کند و حرکات فرآیند را به صورت دستی کنترل می‌کند [۲۷]. فناوری‌های مبتنی بر CAD / CAM به طور معمول شامل سه عنصر اساسی است که در جریان کار دیجیتال قرار داده شده‌اند: ۱- جمع‌آوری یا دیجیتال‌سازی داده‌ها، ۲- پردازش داده‌ها (CAD) و ۳- ساخت (CAM). اگرچه امروزه ماشین‌کاری رایانه‌ای با کنترل عددی (CNC) رایج‌ترین فناوری‌های ساخت با هزینه پایین است، اما محدودیت‌های زیادی دارد، به عنوان مثال مقدار قابل توجهی از مواد اولیه در حین ساخت قطعه هدر می‌رود، بعد از تعدادی برش قسمتی از دستگاه که برای برش با قطعه تماس دارند به دلیل سایش زیاد دچار آسیب شده و نیاز به تعویض دارند. دسترسی به مناطق کوچک قطعه در حال ساخت محدود است. به همین دلیل تلاش‌های زیادی برای یافتن جایگزینی مناسب با روش‌های جدید صورت گرفته است [۲۸].

۲-۶-۲- روش چاپ سه‌بعدی

تکنیک‌های تولید افزودنی^۵ (AM) یا چاپ سه‌بعدی اخیراً به دلیل قابلیت تولید قطعات پیچیده با شکل نسبتاً کوتاه، بسیار رایج شده‌اند. یکی از ویژگی‌های جذاب این فرآیند عدم اتلاف مواد اولیه است. فرآیند چاپ سه‌بعدی هر ایمپلنت شامل یک سری مراحل است که با به دست آوردن تصویر اندام آغاز می‌شود. چندین تصویر دوبعدی به دست می‌آید سپس در کنار هم قرار می‌گیرد تا مدلی به دست آید. بر اساس تصویر اندام، ایمپلنت طراحی شده و سپس لایه به لایه ساخته می‌شود؛ که پس از تأیید با استفاده از چاپگر سه‌بعدی چاپ می‌شود [۲۸].

۲-۶-۳- روش متالورژی پودر

کامپوزیت های ماتریس فلز (MMC) به دلیل بهبود خواص مکانیکی نسبت به سیستم های یکپارچه ، مورد توجه بسیاری قرار می گیرند. در میان روش های ساخت کامپوزیت های زمینه فلزی روش متالورژی پودر یکی از پرکاربرد ترین تکنیک های ساخت است. متالورژی پودر یک روش متنوع و کارآمد برای تولید اجزا به طراحان و کاربران ارائه می دهد. این فرایند می تواند برای اشکال ساده و پیچیده مورد استفاده قرار گیرد و بدست آوردن طیف کاملی از خصوصیات شیمیایی ، فیزیکی و مکانیکی امکان پذیر است. این روش کارآمد است ائتلاف مواد اولیه بسیار کم است. در طول فرآیند ، پودرهای زمینه و ذرات تقویت کننده مخلوط می شوند تا یک توزیع همگن تولید کنند و در قالب به شکل دلخواه سینتر شوند. متالورژی پودر براساس پیشرفت در مواد ، فرآیند و تجهیزات ، توجه تولیدکنندگان قطعات را در دهه های گذشته جلب کرده است. فرآیند متالورژی پودر معمولی شامل سه مرحله اصلی است: اختلاط پودر ، فشرده سازی (پخت) و اکستروژن است. متالورژی پودر شامل چندین قسمت اصلی مانند قالب ، که در آن پودر وجود دارد ، سمبه هایی است که برای اعمال فشار و فشرده سازی و ایجاد گرما برای گرم کردن ذرات و همچنین منفذی برای بیرون ریختن مواد اضافی برای MMC استفاده می شود [۲۹]. روش تفجوشی پلاسمای جرقه ای نیز یکی از روش های زیر مجمعه متالورژی پودر است که د رادانه به توضیحان پرداخته شده است.

۲-۶-۳-۱- روش SPS

ساخت قطعات با روش تفجوشی پلاسمای جرقه ای همواره در حال توسعه است. این فرآیند به ویژه زمانی که گرمای زیادی برای ساخت نمونه نیاز است مناسب است. از این رو موادی که می توانند مدت کوتاهی در دمای بالا و یا در فرآیندهای نیاز به درجه حرارت بالا قرار بگیرند مناسب ساخت با این روش هستند. این روش برای ساخت قطعاتی با چگالی بالا و نزدیک به چگالی تئوری توصیه می شود. برای ساخت قطعات با این روش نیاز به فرآیند مکانیکی مجزا نمی باشد، به خصوص موادی که هنگام عملیات مکانیکی، دچار مشکلات اساسی می شوند [۲۷].

۲-۷- تاریخچه و قاعده کلی دستگاه SPS

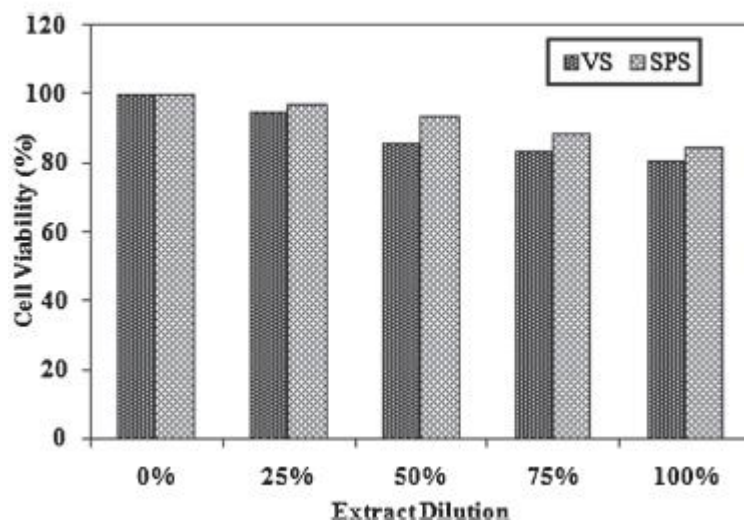
از لحاظ تاریخی، SPS در جستجوی راه‌هایی برای حفظ ساختار دانه‌ای مواد، هم‌زمان با از بین بردن تخلخل و رسیدن به تراکم نسبی بالا توسعه یافته است. دستگاه SPS به علت عبور جریان در بین پودرها روشی بسیار منحصربه‌فرد است. سطح ذرات گرم شده و پلاسما تولید می‌شود. سطح ذرات بازسازی شده و به علت گرمای ایجاد شده ناخالصی‌های ذرات تبخیر می‌شوند و بعد ذرات ذوب شده و به هم متصل می‌شوند. توزیع درجه حرارت باعث کاهش رشد دانه‌ها می‌شود. تغییر شکل پلاستیک در نتیجه اعمال فشار زمانی رخ می‌دهد که ماده گرم و نرم شده باشد. با این وجود پروفیل‌های دما در طی شبیه‌سازی نشان می‌دهد که در این روش در مقایسه با سایر روش‌ها گرادیان دمایی کوچکی تولید می‌شود. تغییرات اندکی در دما در لبه قالب و هسته در SPS وجود دارد. در مقایسه مواد ساخته شده با این روش با مواد روش پرس داغ، گرادیان حرارتی بزرگ در روش پرس داغ می‌تواند منجر به تنش‌های داخلی و رشد دانه‌ها شود که بر خواص مکانیکی ماده تأثیر می‌گذارد، در حالی که در روش SPS به دلیل گرادیان دمایی کم امکان رشد دانه به حداقل می‌رسد. این روش برای مواد تیتانیوم و مواد پایه تیتانیوم اهمیت بیشتری دارد [۳۰]. ویژگی مهم این روش تف جوشی فلزات و سرامیک‌ها به‌ویژه مواد دیرگداز تا نزدیک چگالی تئوری در زمانی اندک می‌باشد. روش SPS قادر به ایجاد دانسیته تئوری نزدیک به ۱۰۰٪ در هنگام پخت بدون چسب است. این روش با پخت همگن، سرعت گرمایش سریع، کارایی بالا، رشد دانه حداقلی، فعال شدن بهتر سطح پودر مزایای بسیاری در مقایسه با سایر روش‌ها دارد [۳۱، ۳۲].

۲-۸- مروری بر مطالعات انجام شده

۲-۸-۱- تیتانیوم

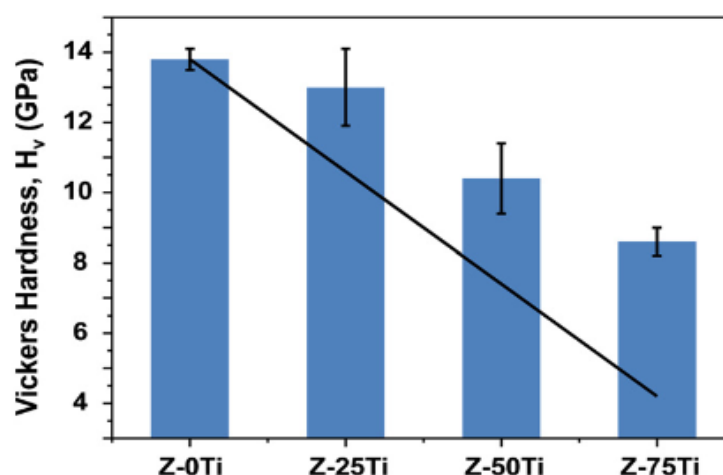
لی^۶ و همکاران در سال ۲۰۱۱ میلادی ریزساختار و خصوصیات کامپوزیت تیتانیوم-کلسیم فسفات ساخته شده به دو روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای و روش تف جوشی تحت خلأ را بررسی نمودند. در این مطالعه به بررسی و مقایسه تغییر فاز، ریزساختار و زیست سازگاری کامپوزیت‌های BCP-Ti با ۳۰ درصد وزنی بتا کلسیم فسفات پرداختند. به دلیل اکسیداسیون شدید تیتانیوم در حضور هوا، کامپوزیت‌های حاوی تیتانیوم به‌طور کلی در خلأ ساخته شدند. از طرف دیگر، به دلیل سرعت گرمایش بالا و خنک‌کنندگی سریع، مدت زمان پخت برای پخت پلاسمای جرقه کاملاً کم است که به کوتاه شدن زمان واکنش بین تیتانیوم و BCP کمک می‌کند. نتایج نشان می‌دهد که چقرمگی، استحکام و خواص بیولوژیکی در کامپوزیت تولیدشده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای نسبت به روش تف جوشی تحت خلأ بهبود یافته است و روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای روش مناسب‌تری است. نمودار مقایسه میزان زنده ماندن سلول در مجاورت دو کامپوزیت ساخته شده به دو روش متفاوت را نشان می‌دهد. همانطور که در نمودار مشخص است درصد زنده ماندن سلول‌ها در مجاورت کامپوزیت ساخته شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای بیشتر است که نشان دهنده زیست سازگاری بالاتر این کامپوزیت می‌باشد. در این مقاله به مقایسه خواص بیولوژیکی (به‌طور خاص چسبندگی سلولی) دو کامپوزیت پرداختند و مشاهده شد که چسبندگی و رشد سلولی پس از گذشت زمان‌های ۳۰ و ۶۰ دقیقه و یک روز در دو کامپوزیت مورد قبول بوده است. ابتدا پس از ۶۰ دقیقه در نقاط اندکی، مرز بین کاشتنی (نمونه کامپوزیتی) و سلول‌ها قابل مشاهده نیست و پس از ۲۴ ساعت به‌طور کامل سطح کاشتنی از سلول پوشیده شده است. ولی با توجه به خصوصیات سطحی، کامپوزیت ساخته شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای و مشاهده آنالیزهای انجام شده از نمونه‌ها مشخص شد که

کامپوزیت ساخته شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای خواص زیست سازگاری مطلوب تری نسبت به کامپوزیت سینتر شده تحت خلأ دارد [۳۱].



شکل ۱-۲- مقایسه میزان زنده ماندن سلول ها در روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای و تف جوشی تحت خلأ [۳۱].

در سال ۲۰۱۳ استبان^۷ و همکاران به مطالعه بر روی کامپوزیت های زیرکونیا / تیتانیوم با سه درصد وزنی مختلف از تیتانیوم (۲۵٪، ۵۰٪ و ۷۵٪) به روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای پرداختند. هدف آن ها رسیدن به بیشترین تراکم در فشرده سازی و بررسی ریزساختار و خواص مکانیکی (مقاومت خمشی، سختی و ویکرز و مقاومت در برابر شکست) ترکیبات مختلف بود که در برخی موارد مقادیر بالاتر از حد انتظار مخلوط به دست آمد. سختی هر سه کامپوزیت بالاتر از مقدار تعیین شده با قانون مخلوط ها (خط پیوسته در شکل ۲-۲) بدست آمده است. همچنین می توان مشاهده کرد که با افزایش میزان تیتانیوم سختی کاهش یافته است [۳۳].



شکل ۲-۲- اندازه‌گیری سختی برای سه کامپوزیت/مقادیر پیوسته خطی است که توسط قانون مخلوط پیش‌بینی شده [۳۳].

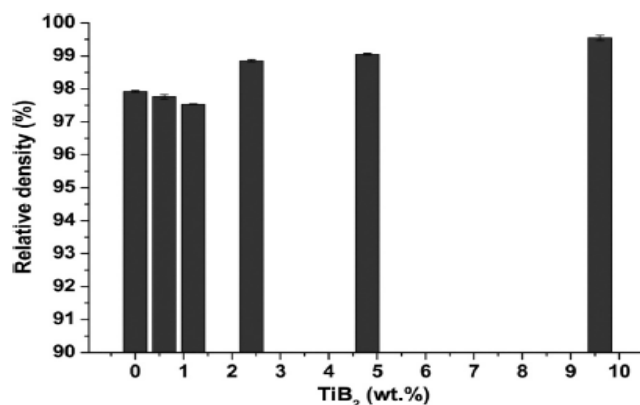
کیان^۸ و همکاران در سال ۲۰۱۵ به مطالعه تیتانیوم و آلیاژهای تیتانیوم ساخته‌شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای (SPS) و پرس داغ تک‌محوره^۹ (HP) پرداختند. هدف مقایسه خواص و رفتار نمونه‌های ساخته‌شده با دو روش متفاوت می‌باشد. هر دو روش برای تولید نمونه با دانسیته بالا و تخلخل پایین مؤثر هستند. چگالی اساساً مستقل از اندازه پودر است. هیچ تفاوتی در ساخت آلیاژ تیتانیوم توسط SPS و HP مشاهده نشده است. تفاوت عمده‌ای که بین SPS و HP مشاهده شد توانایی آن‌ها در تحقق همگن‌سازی عناصر در آلیاژ تیتانیوم است. جریان الکتریکی پالسی در روش SPS تأثیر کمی در متراکم سازی Ti-6Al-4V نشان داد [۳۴].

در سال ۲۰۱۷ صباحی و همکاران بر روی ویژگی‌های Ti و TiB_2 ساخته‌شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای مطالعه نمودند. فرآیند پخت در دمای $1050^\circ C$ به مدت ۵ دقیقه و در فشار ۵۰ MPa انجام شد. نتایج نشان داد که همه نمونه‌ها به‌طور مناسب توسط فرآیند SPS به قطعات تقریباً متراکم با دانسیته نسبی کمتر از ۹۷/۵٪ تبدیل شدند. تراکم نسبی نمونه‌ها با درصد وزنی متفاوت تقویت‌کننده در شکل ۲-۳ مشاهده می‌شود. با افزایش درصد تقویت‌کننده میزان دانسیته نیز

8 - Qian

9 - Hot Pressing

افزایش یافته است درحالی که مقاومت خمشی با افزایش محتوای TiB_2 کاهش یافته و سختی آن افزایش می یابد، نمونه با ۴/۸ درصد وزنی TiB_2 دارای حداکثر مقاومت کششی بوده است [۳۵].

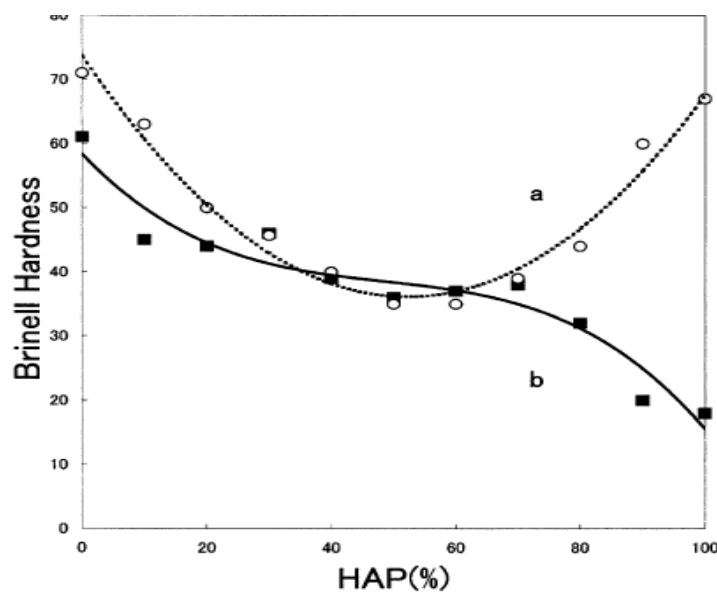


شکل ۳-۲- تراکم نسبی نمونه های $Ti-TiB_2$ ساخته شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای [۳۵].

۲-۸-۲- کامپوزیت های تیتانیوم/هیدروکسی آپاتیت

واتاری^{۱۰} و همکاران در سال ۲۰۰۴ میلادی بر روی زیست سازگاری ایمپلنت های درجه بندی شده کامپوزیت تیتانیوم- هیدروکسی آپاتیت برای کاربردهای زیستی مطالعه نمودند. ساخت نمونه ها با روش های گرمایش با کوره برقی، گرمایش القایی با فرکانس بالا و تف جوشی پلاسمای جرقه ای انجام شد. با مقایسه نمونه های ساخته شده به این سه روش نتایج نشان داد که پایداری خواص برای کامپوزیت ساخته شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای نسبت به سایر روش ها بیشتر بوده است. آزمون های بیولوژیکی در محیط آزمایشگاهی و درون بدن حیوان صورت گرفته است که نشان می دهد رشد و جوانه زنی سلول های استخوانی زمانی که لایه غنی از هیدروکسی آپاتیت به استخوان چسبیده باشد بیشتر است. با تغییر در میزان مواد و ایجاد شیب مناسب از مواد در لایه های مختلف می توان به خواص مکانیکی و بیولوژیکی مناسب تری دست یافت. شکل ۴-۲ مقایسه سختی برینل نمونه ها که قسمت a مربوط به نمونه ساخته شده در دمای $1300^{\circ}C$ در کوره الکتریکی، b نمونه ساخته شده در دمای $850^{\circ}C$ به روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای می باشد. نمودار میزان سختی در ۱۱ لایه

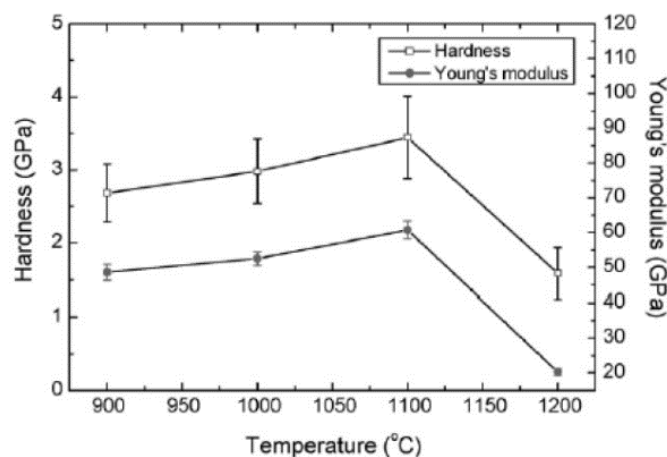
مختلف با اختلاف ۱۰٪ هیدروکسی آپاتیت را نشان می‌دهد. برای نمونه ساخته شده به روش گرمایش کوره الکتریکی سختی در هر دو ناحیه Ti و HAP حدود ۷۰ MPa بود و در ناحیه مرکزی که Ti و HAP مخلوط شدند سختی کاهش یافت. در نمونه ساخته شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای سختی برینل از ۶۱ MPa در تیتانیوم خالص به ۱۵ MPa در هیدروکسی آپاتیت خالص کاهش یافته است [۶].



شکل ۲-۴- مقایسه سختی برینل a. مربوط به نمونه ساخته شده در دمای ۱۳۰۰°C در کوره الکتریکی، b نمونه ساخته شده در دمای ۸۵۰ به روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای [۶].

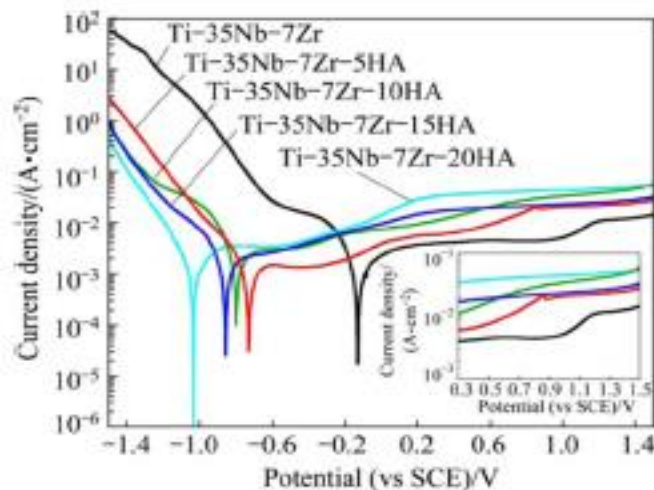
در سال ۲۰۰۸ میلادی خور^{۱۱} و همکاران به بررسی خصوصیات مکانیکی و بیولوژیکی نانو کامپوزیت هیدروکسی آپاتیت - TiO_2 ساخته شده با روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای پرداخته و نتایج نشان داد سختی و مدول یانگ با افزودن نانوکریستال های TiO_2 بهبود یافته است و به علت استفاده از روش تف جوشی پلاسمای جرقه ای دانسیته و تراکم نمونه ها بهبود یافته است. با افزودن مایع شبیه ساز بدن به نمونه ها جهت تست های بیولوژیکی، نمونه ها زیست فعالی و زیست سازگاری خوبی از خود نشان داده اند. در شکل ۲-۵ مدول یانگ نمونه های خالص HA و کامپوزیت های HA / TiO_2 را به عنوان تابعی از دما نشان می‌دهد. همان طور که در شکل مشاهده می‌شود سختی و مدول یانگ نمونه های

HA با افزایش درجه حرارت پخت از 900°C به 1100°C به بالاترین میزان سختی و مدول یانگ که به ترتیب $2/81\text{ GPa}$ و $45/33\text{ GPa}$ افزایش می یابد [۲۴].



شکل ۲-۵- تغییرات مدول یانگ به عنوان تابعی از دما [۲۴].

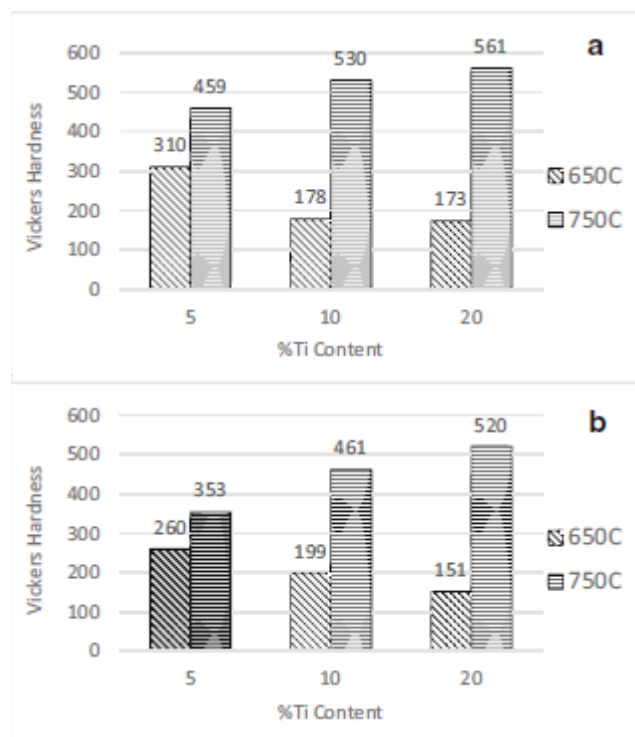
در سال ۲۰۱۶ ژانگ^{۱۲} و همکاران بر روی خواص مکانیکی و خوردگی کامپوزیت‌های $\text{Ti} - 35\text{Nb} - 7\text{Zr} - x\text{HA}$ ساخته شده به روش تف جوشی پلاسما جرقه‌ای تحقیق نمودند. در این مقاله به بررسی رفتار مکانیکی و خوردگی کامپوزیت ساخته شده با افزایش درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت پرداخته شده است. میزان افزودن هیدروکسی آپاتیت به این آلیاژ فلزی از ۵ تا ۲۰ درصد وزنی تغییر داشته است. افزودن HA منجر به ریز شدن دانه‌های کامپوزیت شد. مدول الاستیک کامپوزیت‌ها برای درصد وزنی متفاوت از ۵ تا ۱۵ هیدروکسی آپاتیت، متغیر است و تغییرات کوچک‌تری را بین 43 GPa تا 52 GPa ارائه می دهد و مقاومت فشاری می تواند به 1400 MPa برسد. با افزایش میزان HA، چگالی جریان خوردگی ابتدا افزایش یافته و سپس کاهش می یابد. کامپوزیت $\text{Ti} - 35\text{Nb} - 7\text{Zr} - 15\text{HA}$ دارای چگالی جریان پسیو به مراتب کمتری از $\text{Ti} - 35\text{Nb} - 7\text{Zr} - 20\text{HA}$ و چگالی جریان خوردگی مشابه با کامپوزیت $\text{Ti} - 35\text{Nb} - 7\text{Zr} - 5\text{HA}$ است. منحنی های پلاریزاسیون آندی آلیاژ $\text{Ti} - 35\text{Nb} - 7\text{Zr} - x\text{HA}$ و کامپوزیت $x = 5, 10, 15, 20$ ، در محلول Hank $\text{pH} = 7/4$ دمای 37°C در شکل ۲-۶ نشان داده شده است [۳۶].



شکل ۲-۶- منحنی‌های پلاریزاسیون آندی آلیاژ $\text{Ti} - 35\text{Nb} - 7\text{Zr} - x\text{HA}$ و $\text{Ti} - 35\text{Nb} - 7\text{Zr}$ کامپوزیت ($x =$

5, 10, 15, 20)، در محلول Hank / pH = 7/4 / دمای 37°C [۳۶].

راستگو و همکاران در سال ۲۰۱۷ میلادی بر روی کامپوزیت هیدروکسی آپاتیت- تیتانیوم مطالعه نموده‌اند و هدف آن‌ها بهبود خواص مکانیکی مانند مقاومت به شکست و سختی ماده بوده است. هیدروکسی آپاتیت به‌تنهایی خواص مکانیکی پایینی دارد و تیتانیوم به‌تنهایی قادر به برقراری ارتباط با بافت بدن نیست. به همین دلیل کامپوزیت سازی این مواد باعث بهبود خواص مکانیکی و رسیدن به خواص مطلوب می‌شود. در این تحقیق سختی، استحکام خمشی و تغییرات فاز کامپوزیت‌ها مورد بررسی قرار گرفت. با افزایش مقدار تیتانیوم از ۵٪ به ۲۰٪ در دمای 650°C خواص کاهش یافت ولی برای نمونه با ۲۰٪ وزنی تیتانیوم ساخته شده در دمای 750°C خواص مکانیکی بهبود یافت. شکل ۲-۷ سختی کامپوزیت‌های هیدروکسی آپاتیت-۵ تا ۲۰ درصد تیتانیوم در دما 650°C و 750°C و با بارهای ۲kg و ۱۰kg را نشان می‌دهد. سختی در نمونه‌های سینتر شده در دمای 750°C نسبت به نمونه‌های سینتر شده در دمای 650°C بیشتر است [۳۷].



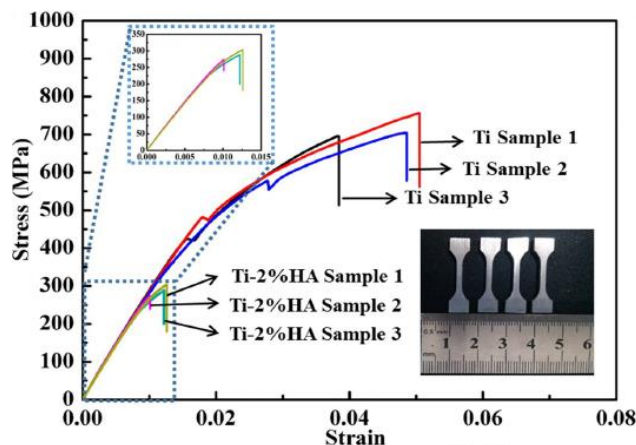
شکل ۲-۷- سختی کامپوزیت‌های Ti (5-20)-HAP در دمای ۶۵۰ °C و ۷۵۰ °C و با بارهای ۲ kg و ۱۰ kg [۳۷].

سونگ^{۱۳} و همکاران در سال ۲۰۱۷ میلادی بر روی خواص مکانیکی کامپوزیت تیتانیوم_نانو هیدروکسی آپاتیت ساخته شده به روش ذوب انتخابی لیزری^{۱۴} (SLM) مطالعه نموده‌اند. کامپوزیت‌های تیتانیوم هیدروکسی آپاتیت (HA) به دلیل خواص مکانیکی مطلوب، زیست سازگاری عالی و فعالیت زیستی مطلوب کاربرد فراوانی در زمینه ارتوپدی دارند. کامپوزیت ساخته شده نسبت به تیتانیوم خالص مدول الاستیک بالاتری دارد و مقاومت کامپوزیت بهبود می‌یابد. تست‌های کششی روی کامپوزیت‌های Ti-nHA ساخته شده به روش SLM انجام شد و نتایج آن با نتایج Ti خالص مقایسه شد. منحنی تنش- کرنش نمونه‌های Ti و Ti-2%HA در شکل ۲-۸ ارائه شده است. شکستگی کامپوزیت-Ti-2%HA در کرنش کمتری نسبت به Ti خالص ایجاد می‌شود که نشان‌دهنده کاهش قابل توجه شکل پذیری است. بعلاوه، کامپوزیت Ti-2%HA پس از مرحله تغییر شکل الاستیک، بازده بسیار

13 - Song

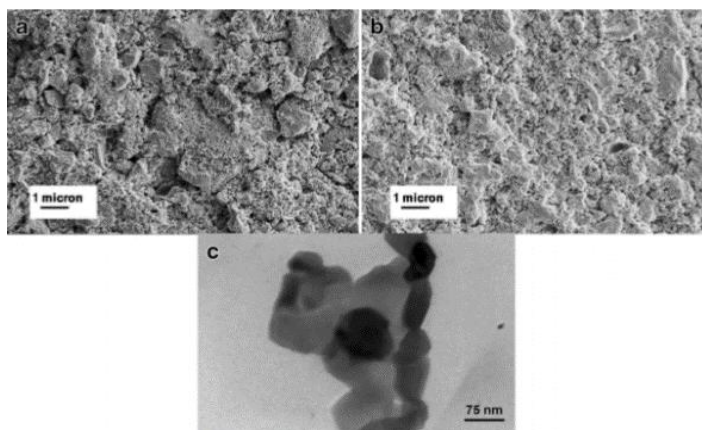
14 -selective laser melting

کمتری ارائه می‌دهد. می‌توان نشان داد که تغییر شکل پلاستیک کامپوزیت به‌طور قابل‌توجهی با افزودن nHA در ارتباط است [۲۳].



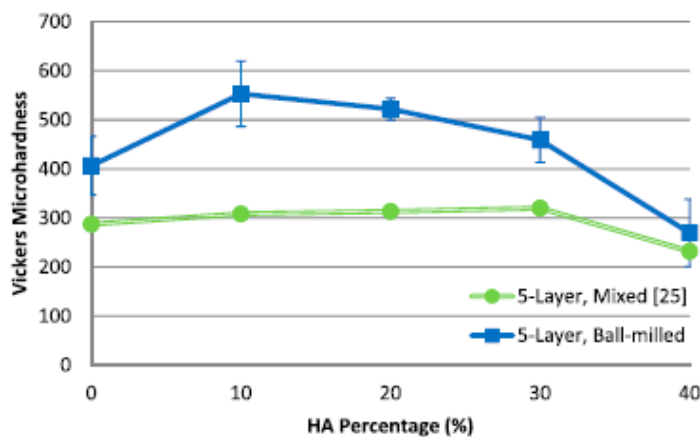
شکل ۸-۲- منحنی تنش- کرنش برای نمونه‌های تیتانیوم و تیتانیوم نانو هیدروکسی‌آپاتیت [۲۳].

در سال ۲۰۱۸ علزاده و همکاران بر روی کامپوزیت تیتانیوم- هیدروکسی‌آپاتیت با روش متالورژی پودر تحقیق کرده و نتیجه بر آن شد که کامپوزیت با ۳۰٪ وزنی هیدروکسی‌آپاتیت زیست فعالی بالاتر نسبت به تیتانیوم خالص و کامپوزیت حاوی ۱۰٪ وزنی هیدروکسی‌آپاتیت دارد. فعالیت زیستی در داخل بدن، کامپوزیت‌ها با غوطه‌ور شدن نمونه‌ها در محلول شبیه‌سازی شده بدن (SBF) موردبررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که افزایش HA باعث افزایش فعالیت زیستی کامپوزیت می‌شود. از آنجایی که نمونه حاوی ۳۰٪ وزنی HA، زیست سازگاری بهتری را در مقایسه با نمونه‌های ۱۰٪ وزنی و بدون HA نشان داد. نمونه حاوی ۳۰٪ وزنی HA نسبت به سایر نمونه‌ها خاصیت ترشوندگی بیشتری را نشان داد و بنابراین نتایج نشان داد که افزایش مقدار HA می‌تواند باعث افزایش ترشوندگی کامپوزیت شود. در شکل ۹-۲ مشاهده شد که کامپوزیت حاوی ۳۰ درصد وزنی هیدروکسی‌آپاتیت تخلخل بیشتری به نسبت کامپوزیت حاوی ۱۰ درصد وزنی هیدروکسی‌آپاتیت داشته و با افزودن هیدروکسی‌آپاتیت چگالی کامپوزیت کاهش می‌یابد [۳۸].

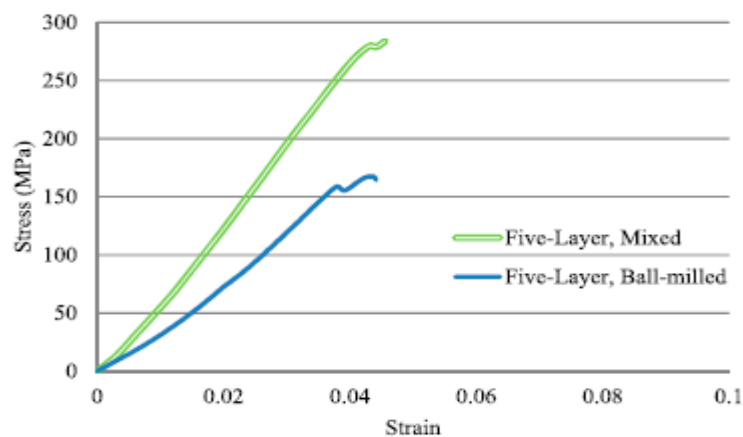


شکل ۲-۹- تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی از نمونه‌های حاوی ۱۰ و ۳۰ درصد هیدروکسی‌آپاتیت و مشاهده سطح نمونه‌ها و میزان تخلخل [۳۸].

امیدی و همکاران در سال ۲۰۱۸ به مطالعه کامپوزیت تیتانیوم _ هیدروکسی‌آپاتیت پرداختند. در این مقاله، نمونه‌های مختلف مواد درجه‌بندی شده از پودر تیتانیوم و ذرات زیر میکرون هیدروکسی‌آپاتیت با روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای ساخته شدند. مخلوط سازی پودرها به دو روش مخلوط سازی معمولی و مخلوط سازی با استفاده از آسیاب گلوله‌ای انجام شد. درصد افزودن هیدروکسی‌آپاتیت در لایه‌های مختلف از ۰ تا ۴۰ درصد تغییر یافت. نتایج نشان می‌دهد که با افزایش مقدار HA در لایه‌ها، اندازه دانه افزایش یافته است. در شکل ۲-۱۰ سختی ویکرز نمونه‌های میکس شده و آسیاب شده باهم مقایسه شدند. علاوه بر این، میکرو سختی با افزایش درصد HA اولین بار افزایش یافته است، درحالی‌که در لایه‌ها با مقدار بیشتری از هیدروکسی‌آپاتیت کاهش یافته است. همچنین، نمونه‌هایی که با آسیاب گلوله‌ای آسیاب شده‌اند دارای میکرو سختی بالاتر و مقاومت فشاری کمتری هستند. مقایسه مقاومت فشاری برای نمونه‌های ۵ لایه ساخته شده با پودرهای مخلوط شده و آسیاب شده در شکل ۲-۱۱ نشان داده شده است [۳۹].



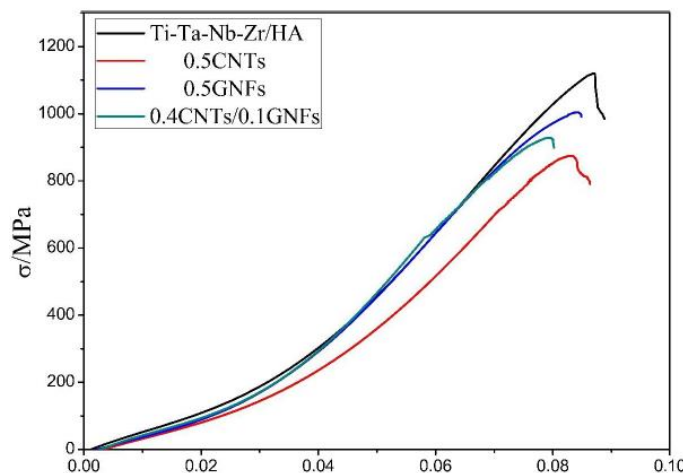
شکل ۲-۱۰- نمودار مقایسه سختی ویکرز نمونه‌های ۵ لایه FGM پودرهای مخلوط شده و آسیاب شده [۳۹].



شکل ۲-۱۱- نمودار تنش کرنش برای نمونه ۵ لایه با پودرهای مخلوط شده و آسیاب شده [۳۹].

در سال ۲۰۱۸ جیانگ^{۱۵} و همکاران بر روی کامپوزیت تیتانیوم، هیدروکسی آپاتیت، نانولوله‌های کربنی ساخته‌شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای مطالعه نمودند. هدف آن‌ها بررسی ریز ساختار و خصوصیات مکانیکی بیوکامپوزیت پایه تیتانیوم بوده است. در مقایسه با نتایج حاصل از کامپوزیت‌های تهیه‌شده به روش پرس گرم، خواص مکانیکی (مقاومت، استحکام فشاری و مقاومت برشی) کامپوزیت‌های تهیه‌شده با روش SPS به ترتیب در حدود ۲/۸، ۴/۸ و ۴/۱ برابر افزایش یافته است. علاوه بر بهبود استحکام در بیوکامپوزیت تیتانیوم با تقویت‌کننده‌های نانولوله‌های کربن و هیدروکسی آپاتیت خواص کامپوزیت مانند استحکام فاز ثانویه، استحکام مرز دانه، تقویت محلول، استخراج گرافن، پل زنی (اتصال) نانولوله‌های کربنی نیز بهبود یافته است. به علاوه، آزمایش زیست فعالی

در شرایط آزمایشگاهی نشان داد که افزودن نانو کربن برای افزایش چسبندگی و تکثیر سلول‌های روی سطح کامپوزیت آلیاژ تیتانیوم سودمند است، زیرا نانولوله‌های کربنی تشکیل فاز معدنی را افزایش داده و بعد از جوانه‌زنی، بازسازی استخوان را بهبود می‌بخشد. افزودن نانو کربن در کامپوزیت‌های ماتریس تیتانیوم/هیدروکسی‌آپاتیت برای تقویت چسبندگی و تکثیر سلول مفید بود. شکل ۲-۱۲ میزان مقاومت فشاری برای نانو کامپوزیت سینتر شده در دمای 1000°C نشان داده شده است [۴۰].

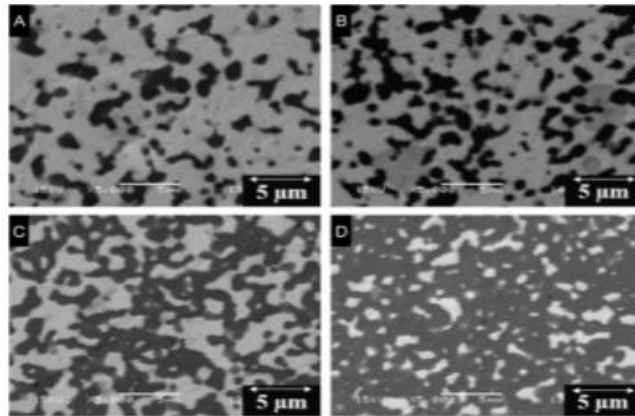


شکل ۲-۱۲- میزان مقاومت فشاری برای نانو کامپوزیت سینتر شده در دمای 1000°C [۴۰].

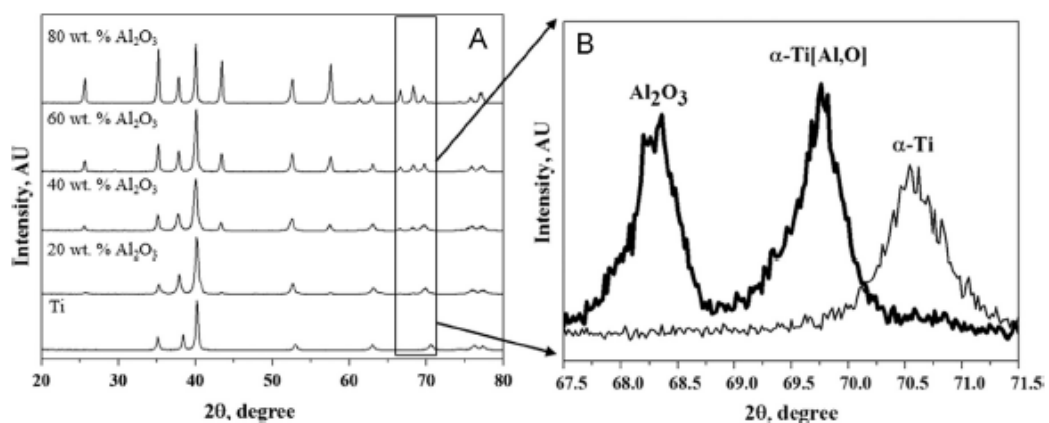
۲-۸-۳- کامپوزیت‌های تیتانیوم/ آلومینا

هایون^{۱۶} و همکاران در سال ۲۰۱۴ بر روی کامپوزیت تیتانیوم- آلومینا مطالعه نموده و به بررسی خواص مکانیکی کامپوزیت و تأثیر افزودن آلومینا پرداخته‌اند. در شکل ۲-۱۳ نحوه توزیع درصد‌های مختلف آلومینا در کامپوزیت قابل مشاهده است. مقادیر سختی و مدول ینگ به‌طور یکنواخت افزایش یافته، درحالی که سختی با افزایش درصد وزنی آلومینا در کامپوزیت‌ها کاهش یافته است. ترک‌هایی که از یک تورفتگی ویکرز سرچشمه گرفته، به‌راحتی از ماتریس تیتانیوم عبور کردند که بیشتر در اطراف دانه‌های آلومینا پخش شد که نشان‌دهنده فصل مشترک ضعیف بین سرامیک و فلز است. با این وجود، ریزساختار خوب کامپوزیت‌ها از ترک خوردن خودبه‌خود در هنگام خنک شدن جلوگیری می‌کند. در شکل ۲-۱۴ در قسمت (a) الگوهای XRD تیتانیوم و چهار کامپوزیت آلومینا -

تیتانیوم ساخته‌شده با روش SPS و در قسمت (b) مقایسه قله‌های تیتانیوم، با و بدون آلومینا نشان داده شده است [۴۱].

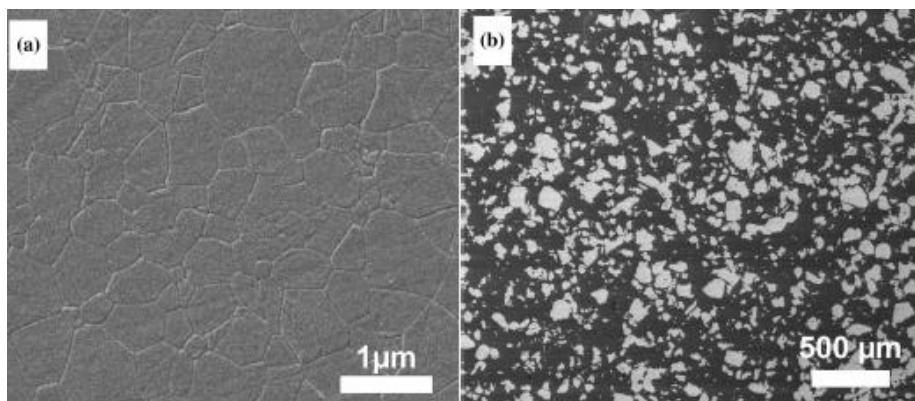


شکل ۲-۱۳- نحوه توزیع آلومینا در کامپوزیت شامل به ترتیب تصاویر (a) و (b) و (c) و (d) حاوی ۲۰ و ۴۰ و ۶۰ و ۸۰ درصد آلومینا [۴۱].



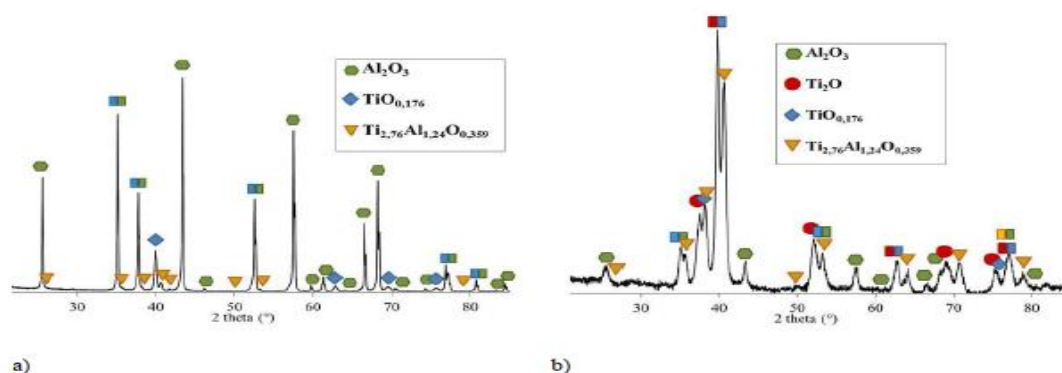
شکل ۲-۱۴- (A) الگوهای XRD تیتانیوم و چهار کامپوزیت آلومینا - تیتانیوم ساخته‌شده با روش SPS. (b) مقایسه قله‌های تیتانیوم، با و بدون آلومینا [۴۱].

در سال ۲۰۱۴ گونزالز^{۱۷} و همکاران به بررسی خواص مکانیکی کامپوزیت تیتانیوم-آلومینا با روش ساخت تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای پرداخته‌اند. تیتانیوم به میزان ۲۵ درصد وزنی افزوده‌شده و فقط یک پارامتر تغییر کرد. در کامپوزیت‌ها با غلظت ۲۵ درصد Ti، منحنی سختی به گونه‌ای حاصل شد که چقرمگی ۲ برابر شد و از $4 \text{ MPa/m}^{1/2}$ تا $8 \text{ MPa/m}^{1/2}$ تغییر داشت. در شکل ۲-۱۵ تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی دو نمونه آلومینا و کامپوزیت تیتانیوم-آلومینا نشان داده شده‌اند [۴].



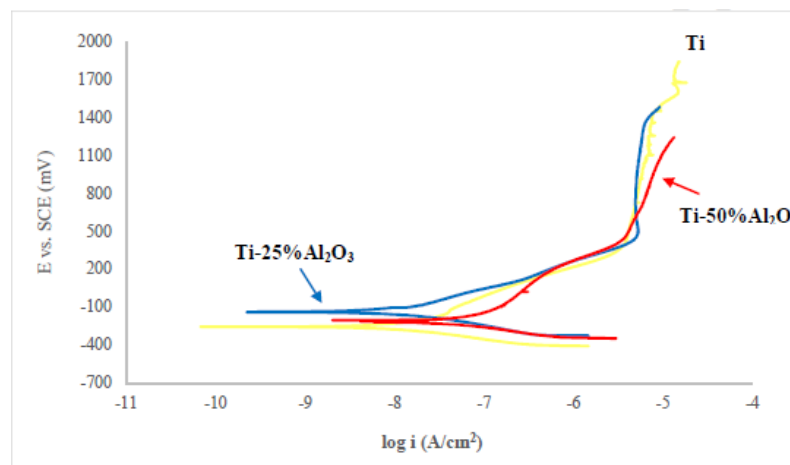
شکل ۲-۱۵- تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی از دو نمونه سینتر شده با روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای (a) آلومینا، (b) کامپوزیت آلومینا ۲۵ درصد تیتانیوم [۴].

در سال ۲۰۱۷ گالت^{۱۸} و همکاران بر روی کامپوزیت تیتانیوم، آلومینا ساخته شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای مطالعه نمودند. استفاده از روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای منجر به ایجاد کامپوزیت آلومینا با تراکم بالا و میزان سختی در حدود ۲۰۳۶ HV گزارش شده است. واکنش بین Al_2O_3 و Ti منجر به تشکیل Ti_3Al و ظاهر شدن محلول جامد TiO شد که در شکل ۲-۱۶ نشان داده شده است به همین دلیل میزان انعطاف پذیری به شدت کاهش یافته است. درصد کشیده شدن نمونه‌ها با آزمون کششی فقط ۱/۵٪ بود. چقرمگی مواد کامپوزیتی بین $7/2 \text{ MPa/m}^{1/2}$ و $4/1 \text{ MPa/m}^{1/2}$ بیان شده است که از میزان چقرمگی آلومینا که در حدود $4/1 \pm 0/4$ می باشد بیشتر است [۴۲].



شکل ۲-۱۶- الگوهای XRD کامپوزیت‌های (a) $\text{Al}_2\text{O}_3/10\text{Ti}$ و (b) $\text{Al}_2\text{O}_3/30\text{Ti}$ [۴۲].

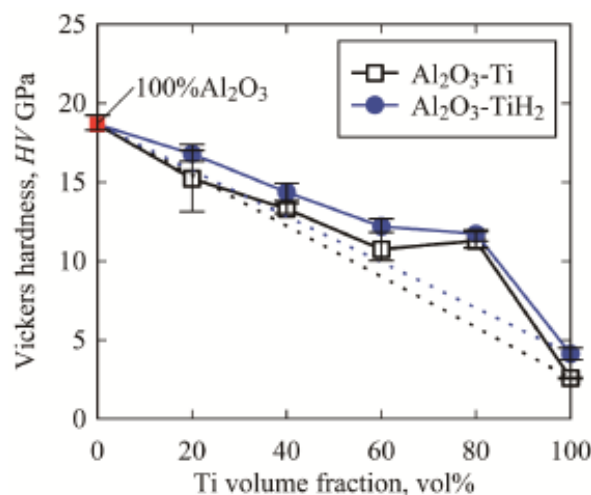
بهرامی نسب و همکاران در سال ۲۰۱۸ بر روی خوردگی الکتروشیمیایی بیوکامپوزیت تیتانیوم-آلومینا در محلول رینگر مطالعه نموده‌اند. نتایج نشان داد که برای کامپوزیت با ۲۵٪ وزنی آلومینا که به مدت زمان ۱ و ۲۴ ساعت در محلول رینگر غوطه‌ور بوده است مقاومت به خوردگی افزایش یافته است در صورتی که در کامپوزیتی که میزان ۵۰٪ وزنی آلومینا به مخلوط افزوده شده به دلیل ایجاد فاز جدید، سرعت خوردگی افزایش و مقاومت به خوردگی کاهش یافته است. شکل ۲-۱۷ منحنی پلاریزاسیون نمونه‌های حاوی صفر و ۵ و ۲۵ درصد آلومینا پس از ۲۴ ساعت غوطه‌وری در محلول رینگر نشان داده شده است. شاخه‌های آندی افزایش چگالی جریان را در یک محدوده ولتاژ نشان دادند که بسیار کم و باریک بود. پس از آن، یک چگالی جریان ثابت در یک محدوده ولتاژ بزرگ مشاهده شد، به این معنی که روی سطوح مواد در محلول فیزیولوژیکی رینگر یک لایه اکسید پسیو بسیار محافظ تشکیل شده است. با این حال، منطقه برای Ti و $\text{Ti-25\%Al}_2\text{O}_3$ بارزتر بود. این مربوط به تشکیل لایه اکسید محافظ پایدار بر روی مواد بستر است [۱۹].



شکل ۲-۱۷- منحنی پلاریزاسیون نمونه‌های حاوی صفر و ۵ و ۲۵ درصد آلومینا پس از ۲۴ ساعت غوطه‌وری در محلول رینگر [۱۹].

در سال ۲۰۱۸ فوجی^{۱۹} و همکاران به مطالعه کامپوزیت تیتانیوم - آلومینا به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای و بررسی خواص مکانیکی آن پرداختند. برای ساخت کامپوزیت‌ها، از پودرهای

$\text{TiH}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ و $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}$ به عنوان مواد اولیه استفاده شد و تأثیرات مواد خام بر روی حالت پخت و خواص مکانیکی آن‌ها مورد بحث قرار گرفت. مواد تشکیل دهنده فاز با تجزیه و تحلیل پراش پرتو ایکس مشخص شد و نتایج نشان داد که بدون توجه به مواد اولیه، کامپوزیت‌های $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}$ بدون هیچ واکنش و ایجاد فاز جدید ساخته شده‌اند. سپس، آزمون خمش سه نقطه‌ای و آزمایش سختی انجام شد و مقاومت خمشی و سختی کامپوزیت‌های ساخته شده از Al_2O_3 و TiH_2 در مقایسه با کامپوزیت‌های ساخته شده از Al_2O_3 و Ti بهبود یافت؛ بنابراین، استفاده از TiH_2 به عنوان ماده اولیه برای ساخت کامپوزیت‌های $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}$ برای افزایش مقاومت و سختی مؤثر بوده است. در شکل ۲-۱۸ میزان سختی به عنوان تابعی از کسر حجمی تیتانیوم برای دو نمونه بررسی شده است [۴۳].

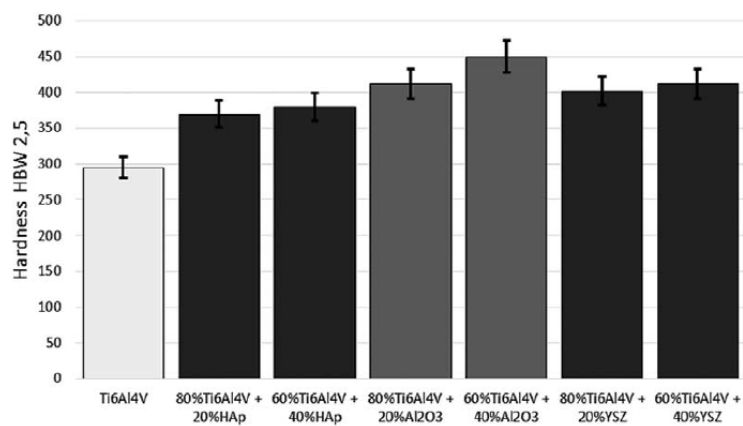


شکل ۲-۱۸- سختی ویکرز به عنوان تابعی از کسر حجم تیتانیوم [۴۳].

۲-۸-۴- کامپوزیت تیتانیوم-آلومینا و تیتانیوم-هیدروکسی آپاتیت

در سال ۲۰۱۵ دودک^{۲۰} و همکاران بر روی کامپوزیت پایه آلیاژ تیتانیوم با افزودن سرامیک‌های بی‌اثر و سرامیک‌های زیست فعال ساخته شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای برای کاربردهای پزشکی مطالعه نمودند. نمونه‌ها در فشار ۳۵ MPa و دما ۱۰۰۰°C به مدت ۲۵ دقیقه تهیه شدند. برای بررسی اثر سرامیک‌های بی‌اثر و زیست فعال، به آلیاژ تیتانیوم به میزان ۲۰ و ۴۰ درصد وزنی آلومینا و هیدروکسی آپاتیت افزوده شد. با افزودن این سرامیک‌ها دانسیته کاهش و تخلخل، جذب آب

و زبری سطح افزایش قابل توجه‌ای داشته است که این امر مستقیماً به فرآیندهای جذب مایعات فیزیولوژیکی نسبت داده می‌شود. مقایسه سختی نمونه‌ها در شکل ۱۹-۲ آورده شده است که نشان می‌دهد میزان سختی برای نمونه حاوی ۴۰ درصد وزنی آلومینا بیشترین مقدار را دارد [۴۴].



شکل ۱۹-۲- مقایسه سختی نمونه‌ها با درصد های وزنی متفاوت [۴۴].

فصل سوم: مواد و روش ها

با توجه به مطالعات صورت گرفته و مطالب ذکر شده در فصل دوم کامپوزیت سه جزئی متشکل از: تیتانیوم، آلومینا، هیدروکسی آپاتیت با روش SPS ساخته شد و خواص مکانیکی، الکتروشیمیایی و زیست سازگاری آن‌ها مورد بررسی قرار گرفت.

۳-۱- مواد مورد استفاده

در این تحقیق از پودر تیتانیوم خالص با دانه‌بندی حدوداً $50\mu\text{m}$ تا $100\mu\text{m}$ استفاده شد. این پودر از شرکت نانو بنیان آسیا تهیه گردید. آلومینا (گاما) برند مرک با دانه‌بندی حدوداً $30\mu\text{m}$ تا $70\mu\text{m}$ و خلوص ۹۸٪ از شرکت تماد کالا و پودر هیدروکسی آپاتیت با اندازه ذره نانو در حدود 15nm تا 30nm و برند مرک با خلوص ۹۸٪ مورد استفاده قرار گرفت.

۳-۲- روش ساخت

۳-۲-۱- ترکیب نمونه‌ها

با توجه به بررسی مقالات درصد بهینه برای آلومینا ۲۵ درصد وزنی در نظر گرفته شد. نمونه تیتانیوم خالص جهت مقایسه و نمونه سه تایی جهت اثر افزودن هیدروکسی آپاتیت بر خواص کامپوزیت در نظر گرفته شد. برای نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ درصد وزنی آلومینا را ۲۵ درصد در نظر گرفته، نمونه Ti تیتانیوم خالص بوده و نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ علاوه بر افزودن مقدار ۲۵ درصد وزنی آلومینا، ۱۰ درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت نیز افزوده است. درصد وزنی سه عنصر تیتانیوم آلومینا هیدروکسی آپاتیت برای نمونه‌های Ti و $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ و $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ در جدول ۳-۱ قابل مشاهده می‌باشد.

جدول ۳-۱- درصد وزنی عناصر مختلف در هر نمونه

نمونه	درصد وزنی تیتانیوم	درصد وزنی آلومینا	درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت
Ti	۱۰۰	۰	۰
Ti-Al ₂ O ₃	۷۵	۲۵	۰
Ti-Al ₂ O ₃ -HA	۶۵	۲۵	۱۰

۳-۲-۲- مخلوط سازی پودرها

پففر و همکارانش در سال ۲۰۰۱ به مطالعه روش‌های مختلف مخلوط سازی پرداختند. در این مقاله چند روش مخلوط سازی باهم مقایسه شده و مزایا و معایب هر یک مورد بحث و بررسی قرار گرفت. به‌طور کلی روش‌های مخلوط سازی به دو روش مخلوط سازی خشک و مرطوب تقسیم بندی شده‌اند. طبق بررسی‌های صورت گرفته مخلوط سازی پودرهای با ابعاد نانو (۱ nm تا ۱۰۰ nm) در روش مخلوط سازی مبتنی بر حلال پس از وزن‌کشی و اضافه کردن حلال که معمولاً متانول و هگزان هستند، مخلوط به مدت ۵ تا ۳۰ دقیقه با دستگاه اولتراسونیک مخلوط شده و بعد از آن با دستگاه‌های معمول (همزن مغناطیسی) هم زده‌شده تا حلال به طور کلی از سوسپانسیون حذف شده و پودر حاصل را مورد آنالیزهای مختلف قرار داده و با مقایسه روش‌های مختلف مخلوط سازی این نتیجه حاصل شد که در پودر حاصل از مخلوط سازی با روش مبتنی بر حلال (روش مرطوب) پراکندگی نسبت به سایر روش‌های تست‌شده همگن‌تر بوده است و پراکندگی بهتری را نشان می‌دهد [۳۰]. برای مخلوط سازی پودرها ابتدا مقدار مشخصی از پودرهای اولیه را وزن شده و درون بشر ریخته شد و مقدار کافی الکل به‌گونه‌ای که بالاتر از سطح پودر باشد و کاملاً پودر را در برگیرد اضافه شد. به مدت ۵ دقیقه بشر را بر روی دستگاه همزن مغناطیسی قرار گرفته که مخلوط سازی اولیه صورت گیرد. سپس مخلوط ایجادشده توسط همزن اولتراسونیک به مدت ۵ دقیقه هم زده شده که از آگلومره شدن پودرها مخصوصاً پودر هیدروکسی‌آپاتیت که در ابعاد نانو است جلوگیری شود. سپس مخلوط ایجادشده را به مدت ۴ ساعت بر روی هات پلیت با دمای 60°C قرار داده و سرعت به‌گونه‌ای تنظیم شد که در حین چرخش مخلوط به بیرون پرتاب نشود (حدود ۶۰ دور در دقیقه). زمانی که حلال به‌طور کامل از سوسپانسیون حذف شد و مخلوط گل‌مانند، تشکیل شد و مگنت قابلیت چرخش نداشت مخلوط آماده است. زمانی که پودر کاملاً خشک شد در هاون پودر را کمی سابیده که با این کار مقدار اندکی خردایش اتفاق می‌افتد، پودر برای تف جوشی آماده است. پودرها در ظروف درب دار بسته‌بندی شده و برای عملیات تف جوشی ارسال گردید.

این روش آماده‌سازی جایگزین روش آسیاب گلوله‌ای شده است زیرا تیتانیوم تحت فرآیند آسیاب به علت طولانی بودن زمان آسیاب اکسید شده و از کیفیت کامپوزیت ساخته‌شده کاسته می‌شود؛ بنابراین از روش جایگزین یعنی استفاده از دستگاه اولتراسونیک و همزن مغناطیسی جهت تهیه مخلوط پودرها استفاده شده است که علاوه بر کاهش میزان اکسیداسیون، سرعت انجام کار نیز بیشتر شده و از ورود ناخالصی‌های ناشی از کاپ و گلوله‌های دستگاه آسیاب گلوله نیز جلوگیری به عمل می‌آید. همچنین امیدی و همکاران گزارش کردند پودر حاصل از روش مخلوط سازی مبتنی بر حلال نسبت به پودر حاصل از مخلوط سازی به روش آسیاب گلوله‌ای مقاومت فشاری بالاتر دارد [۳۹].

۳-۲-۳- تهیه نمونه

برای انجام عملیات تف جوشی و ساخت نمونه بالک، در ابتدا پودر آماده‌شده با درصد وزنی ۶۰٪ تیتانیوم، ۳۰٪ آلومینا و ۱۰٪ هیدروکسی‌آپاتیت با روش مبتنی بر حلال و توضیح داده‌شده در بالا پس از آماده‌سازی به دانشگاه مالک اشتر اصفهان فرستاده شد. برای تولید نمونه‌ها قالبی از جنس گرافیت با قطر ۲/۵ cm و ارتفاع ۰/۸ cm ساخته شد. نمونه اول در دمای ۱۲۰۰°C و فشار ۴۰ MPa و به مدت ۵ دقیقه سینتر شد. در مرحله دوم پودر آماده‌شده با درصد وزنی و روش کار مشابه نمونه قبل آماده و برای انجام عملیات تف جوشی به مرکز صنعتی سازی نانو فناوری آیکن ارسال شد و در مرحله اول با دمای ۱۲۰۰°C فشار ۴۰ MPa و زمان ۵ دقیقه مشابه مراحل ساخت نمونه قبل برای نمونه دوم نیز کار انجام شد. قطر قالب ۲/۵ cm و ارتفاع آن ۰/۸ cm بود. برای ساخت نمونه با دمای بالاتر پودر به روش قبل آماده شده و به مرکز صنعتی سازی نانو فناوری آیکن ارسال شد. تف جوشی با روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای در دمای ۱۳۰۰°C با فشار ۴۰ MPa و به مدت ۵ دقیقه انجام شد. سپس نمونه‌ها از دستگاه خارج شده و بعد از سرد شدن کامل، نمونه‌ها مرحله سمباده زنی جهت دستیابی به سطح صاف و صیقلی و زدودن گرافیت از سطح نمونه انجام شد. ابتدا از سمباده ۱۰۰ جهت زدودن گرافیت استفاده شد و سپس جهت بهبود کیفیت سطح، از سمباده‌های نرم‌تر تا ۱۵۰۰ استفاده شد.

۳-۲-۴- اندازه گیری دانسیته

با هدف سنجش دانسیته نمونه‌های ساخته‌شده و مقایسه دانسیته اندازه‌گیری شده با دانسیته تئوری، پس از ساخت نمونه‌ها و زدودن گرافیت‌هایی که روی سطح نمونه‌ها به علت شرایط ساخت وجود داشت، چگالی نمونه‌ها به روش ارشمیدس با دستگاه Precisa Gravimetrics AG ساخت کشور سوئیس سنجیده شد. کار در دمای محیط در دانشگاه صنعتی شاهرود صورت گرفت. دانسیته تئوری و دانسیته اندازه‌گیری شده مقایسه گردید. برای این کار وزن خشک نمونه‌ها، وزن در حالت غوطه‌وری، وزن اشباع سنجیده و دانسیته گزارش شد. با کمک داده‌های حاصل از تست سنجش دانسیته مقدار دانسیته ظاهری و دانسیته نسبی نیز گزارش شد. مقدار دانسیته از فرمول زیر قابل محاسبه شد.

✓ D دانسیته

✓ m_1 و m_2 و m_3 جرم مولی مواد تشکیل‌دهنده

✓ V_1 و V_2 و V_3 حجم مواد تشکیل‌دهنده

$$D = \frac{m_1 + m_2 + m_3}{v_1 + v_2 + v_3} \quad (۱-۳)$$

→ D = دانسیته تئوری

$$V = \frac{m}{D}$$

برای محاسبه دانسیته ظاهری نمونه‌ها از فرمول زیر استفاده گردید.

$$D_a = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \times p \quad (۲-۳)$$

✓ D_a : دانسیته ظاهری

✓ m_1 : وزن خشک

✓ m_2 : وزن غوطه‌وری

✓ m_3 : وزن اشباع

برای محاسبه دانسیته نسبی نمونه‌ها از فرمول زیر استفاده شد.

(۳-۳)

$$D_r = \frac{Da}{D}$$

✓ D: دانسیته محاسبه‌شده از قانون مخلوط‌ها (دانسیته تئوری)

✓ D_a: دانسیته ظاهری.

درصد تخلخل ظاهری نیز با توجه به داده‌های تست دانسیته به روش ارشمیدس با فرمول زیر محاسبه گردید.

(۴-۳)

$$\text{درصد تخلخل} = 100 \times \frac{\text{وزن خشک} - \text{وزن اشباع}}{\text{وزن غوطه‌وری} - \text{وزن اشباع}}$$

۳-۲-۵- میکروسکوپ الکترون روبشی

در دو مرحله SEM انجام شد. در ابتدا از پودرهایی اولیه جهت بررسی ابعاد و شکل پودرها در پژوهشگاه مواد و انرژی کرج آنالیز SEM انجام شد. بعد از ساخت نمونه‌ها با توجه به ضرورت بررسی سطح و مطالعه مورفولوژی سطحی از سطح نمونه‌ها نیز آنالیز SEM صورت گرفت. جهت آماده‌سازی نمونه‌ها قبل از آنالیز SEM با سمباده‌های ۱۰۰ تا ۱۵۰۰ پولیش زده شدند. سطح نمونه‌ها با دستگاه اسپاترینگ شرکت پوشش‌های نانو ساختار ساخت ایران پوشش طلا داده شدند. سپس با دستگاه Zeiss کشور آلمان مدل Sigma 300-HV در دانشگاه صنعتی شاهرود تصاویری در بزرگنمایی‌های متفاوت ثبت گردید.

۳-۲-۶- آزمون فشار

برای انجام تست فشار، نیاز به برش نمونه‌ها در ابعاد مشخصی بود لذا نمونه‌ها به شرکت نوکاو صنعت سمنان ارسال گردید. طبق استاندارد STM09 نمونه‌ها با نسبت قطر به ارتفاع یک برش داده‌شد. تست فشار با دستگاه کشش و فشار یونیورسال- مدل STM-150 ساخت شرکت سنتام کشور ایران در دانشگاه صنعتی شاهرود در دمای محیط انجام شد. سرعت پایین آمدن فک در دستگاه تست فشار ۲mm/min بوده [۳۹] و نیروی ۲۵ KN اعمال شد.

۳-۲-۷- آزمون خوردگی

جهت انجام آزمون‌های الکتروشیمیایی از دستگاه ivium مدل ورتکس همراه با سل سه الکترودی شامل الکتروود مرجع کالومل، الکتروود کمکی پلاتین و نمونه‌ها به‌عنوان الکتروود کار استفاده شد. محلول مورد استفاده، محلول رینگر می‌باشد که ترکیب آن در جدول ۳-۲ نشان داده شده است. برای آزمون امپدانس الکتروشیمیایی بازه فرکانسی ۱۰۰ kHz تا ۱۰ mHz با دامنه پتانسیل ۱۰ mv انتخاب شد. در آزمون پلاریزاسیون الکتروشیمیایی نیز سطح نمونه در بازه پتانسیل ۲۵۰ mv تا ۲۰۰۰ mv نسبت به پتانسیل مدارباز با سرعت اسکن ۱ mv/s روبش شد. به‌منظور پایداری پتانسیل قبل از آغاز آزمون‌ها نمونه‌ها به مدت ۳۰ دقیقه در محلول به‌صورت غوطه‌ور قرار گرفت. سطح برای تمام نمونه‌ها با توجه به سل استفاده شده ۰/۲ سانتی‌متر مربع بود.

جدول ۳-۲- ترکیب محلول رینگر

ماده	سدیم کلراید (gr)	پتاسیم کلراید (gr)	کلسیم کلراید (gr)
مقدار در ۱۰۰ میلی‌لیتر	۰/۸۶	۰/۰۳	۰/۰۳۳

۳-۲-۸- آزمون میکرو سختی

جهت آماده‌سازی نمونه‌ها برای تست سختی، نمونه‌ها تا سمباده ۱۵۰۰ پولیش شدند. تست سختی توسط دستگاه میکروسختی‌سنج ویکرز برند Bareiss کشور آلمان در دانشگاه صنعتی شاهرود انجام

شد. اندازه‌گیری میکرو سختی ویکرز (Hv) با استفاده از یک بار ۱۰۰۰ gr با کمک فرورفتگی ابزار ویکرز انجام شد.

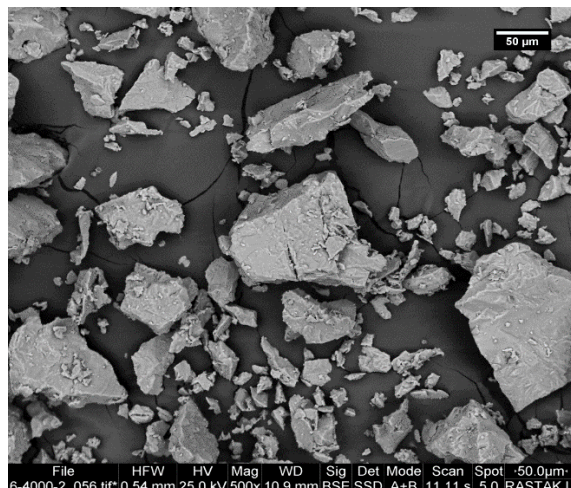
۳-۲-۹- آزمون MTT

یک روش رنگ سنجی است که بر اساس احیا شدن و شکسته شدن کریستال های زرد رنگ تترازولیوم به وسیله ی آنزیم سوکسینات دهیدروژناز و تشکیل کریستال های بنفش رنگ نا محلول انجام می شود. در این روش برخلاف سایر روش ها مراحل شستشو و جمع آوری سلول که اغلب باعث از دست رفتن تعدادی از سلول ها و افزایش خطای کار می شود، حذف شده و تمام مراحل آزمایش از ابتدای کشت سلول تا خواندن نتایج با فوتومتر و همچنین تفسیر این تست در یک میکرو پلیت انجام می شود، بنابراین تکرارپذیری، دقت و حساسیت آزمایش بالاست. جهت آماده سازی نمونه‌ها ابتدا با دستگاه وایرکات به قطر ۷ mm برش زده شدند و سپس هر سه نمونه تا سمباده ۱۵۰۰ پولیش شدند. نمونه‌ها قبل از استفاده با الکل تمیز شده تا سطح آنها از عاری هر گونه آلودگی شده و به مدت یک ساعت در مجاورت اشعه UV قرار داده شدند تا نمونه ها استریل شوند. جهت انجام تست میزان زنده ماندن سلول‌ها، تعداد ۷۰۰۰ سلول MG-63 انسانی Osteosarcoma به چاهک‌های میکروپلیت انتقال داده شد. مقدار ۱۰۰ میکرولیتر محیط کشت را به سلول‌ها اضافه کرده و میکروپلیت را در انکوباتور با دمای °C ۳۷ و ۵٪ دی اکسید کربن به مدت ۲۴ ساعت قرار داده شد. بعد از گذشت ۲۴ ساعت محیط کشت روی چاهک‌ها را تخلیه کرده سپس نمونه ها درون چاهک های میکروپلیت ۹۶ خانه قرار داده و به مدت ۲۴ ساعت با شرایط قبل انکوبه شدند. بعد از گذشت یک روز محیط کشت قبلی تخلیه و ۲۰۰ μl محیط کشت حاوی ۵ mg/ml محلول MTT (3-(4,5-dimethylthiazol-2-yl)-2,5- diphenyl tetrazolium bromide) اضافه شده و به مدت ۲ ساعت با شرایط قبل میکروپلیت را انکوبه شد. بعد از ۲ ساعت محلول MTT را حذف کرده و به هر چاهک میکروپلیت ۱۰۰ ml ایزوپروپانول اضافه کرده و میکروپلیت را به مدت ۳۰ دقیقه تکان داده شد. میزان جذب در طول موج ۵۷۰ nm با دستگاه الایزاریدر مدل Elx800 خوانده شد.

فصل چہارم: نتائج و بحث

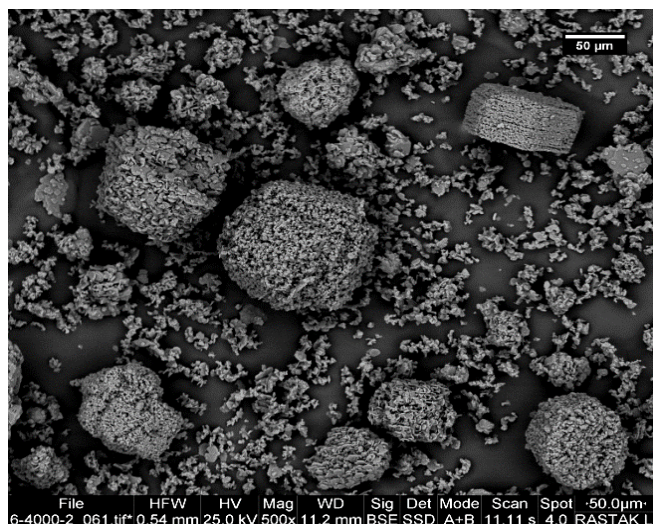
۱-۴- نتایج آزمون میکروسکوپ الکترون روبشی پودرهای اولیه

شکل ۱-۴ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از پودر تیتانیوم تهیه شده را نشان می‌دهد. همانطور که در شکل با بزرگنمایی ۵۰۰ مشاهده می‌شود ابعاد حدود $50\ \mu\text{m}$ تا $100\ \mu\text{m}$ است.



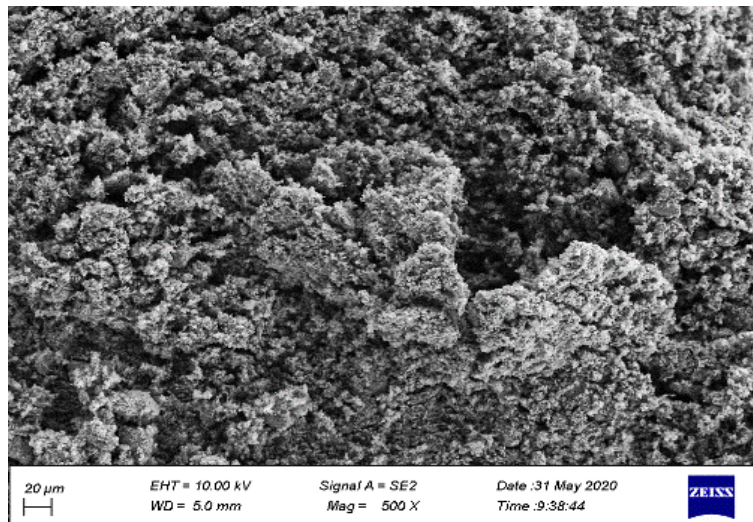
شکل ۱-۴- تصویر میکروسکوپ الکترون روبشی پودر تیتانیوم در بزرگنمایی ۵۰۰.

همان‌طور که در شکل ۲-۴ برای پودر اولیه آلومینا در بزرگنمایی ۵۰۰ قابل مشاهده است ابعاد پودرها در حدود $30\ \mu\text{m}$ تا $70\ \mu\text{m}$ است.

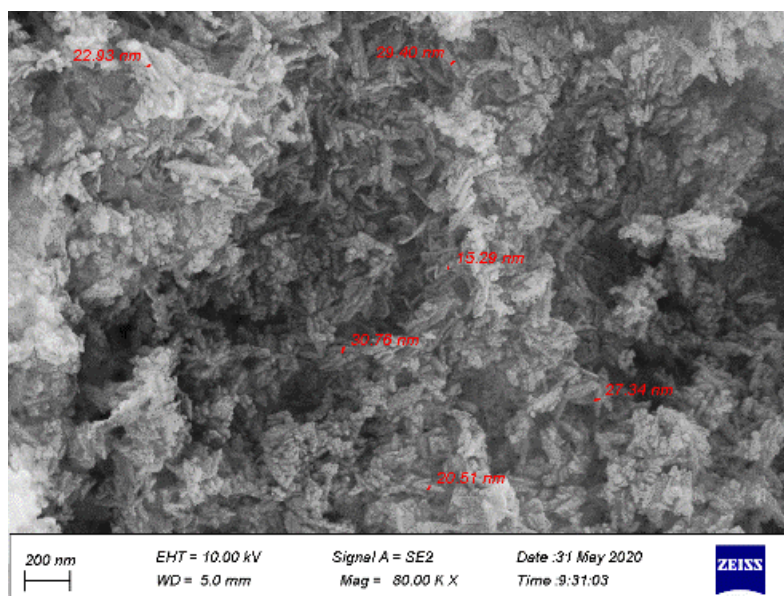


شکل ۲-۴- تصویر میکروسکوپ الکترون روبشی پودر آلومینا در بزرگنمایی ۵۰۰.

با توجه به نانو سایز بودن پودر هیدروکسی آپاتیت از پودر اولیه در بزرگنمایی‌های ۵۰۰ و ۵۰۰۰۰ آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی صورت گرفت تا به خوبی شکل ظاهری و ابعاد پودر قابل مشاهده باشد. همان‌طور که در شکل ۳-۴ و شکل ۴-۴ ارائه شده است اندازه پودر هیدروکسی آپاتیت در محدوده ۱۵ nm تا ۳۰ nm و استوانه‌ای شکل می‌باشد.



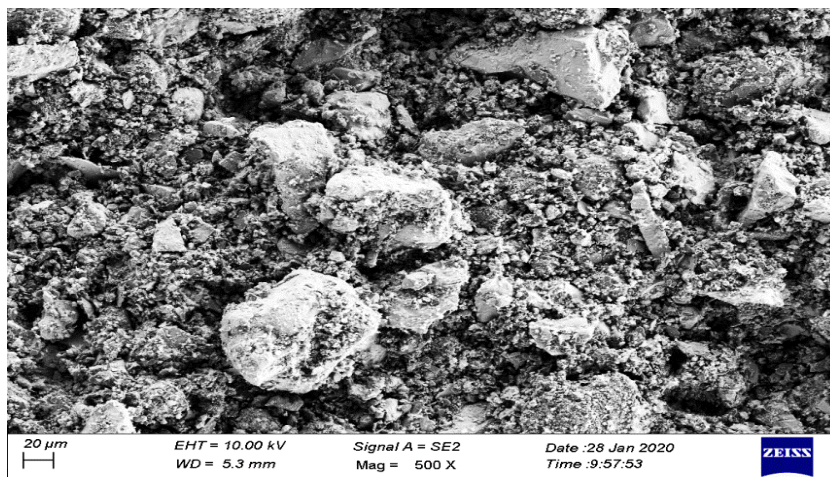
شکل ۳-۴- تصویر میکروسکوپ الکترون روبشی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت در بزرگنمایی ۵۰۰.



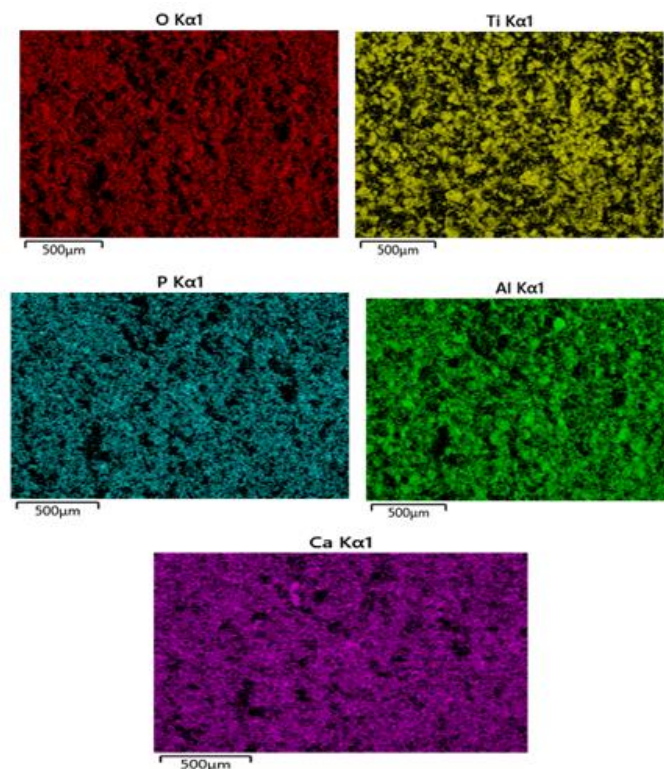
شکل ۴-۴- تصویر میکروسکوپ الکترون روبشی پودر نانو هیدروکسی آپاتیت در بزرگنمایی ۵۰۰۰.

۴-۲- نتایج آزمون میکروسکوپ الکترون روبشی مخلوط سازی

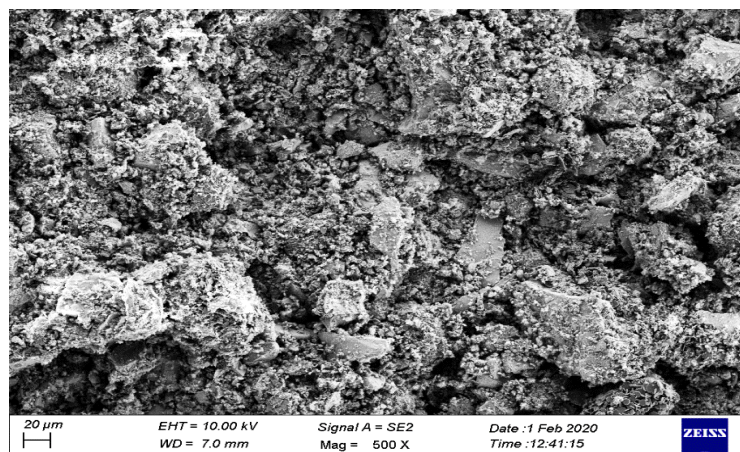
به منظور بررسی میزان پراکندگی ذرات بعد از مخلوط سازی با روش مبتنی بر حلال، از مخلوط پودرها نیز آنالیز میکروسکوپ الکترونی روبشی و آنالیز صفحه‌ای صورت گرفت که تصاویر آن در شکل ۴-۵ و شکل ۴-۶ در بزرگ‌نمایی ۵۰۰ قابل مشاهده است. همان‌طور که در شکل‌ها مشاهده می‌شود مخلوط سازی پودرها به خوبی انجام شده و میزان پراکندگی پودرهای اولیه به خوبی قابل مشاهده است. میزان تیتانیوم در این ترکیب نسبت به دو پودر دیگر بیشتر است که به خوبی در تصویر مشاهده می‌شود. در شکل ۴-۶ پراکندگی پودرها در هر تصویر برای عناصر مختلف به صورت جداگانه مشاهده می‌شود. امیدی و همکاران دو روش مخلوط سازی معمولی و مخلوط سازی با استفاده از آسیاب گلوله ای را با هم مقایسه نمودند. نمونه‌های آسیاب شده مقاومت فشاری کمتری نسبت به نمونه‌های مخلوط شده داشته و مخلوط کردن پودرها با آسیاب گلوله‌ای سبب آلوده شدن پودر و جذب آلودگی- های کاپ دستگاه و گلوله‌ها توسط پودر می‌شود و به علت بالا بودن زمان انجام کار احتمال اکسید شدن تیتانیوم در معرض هوا نیز وجود دارد [۳۹].



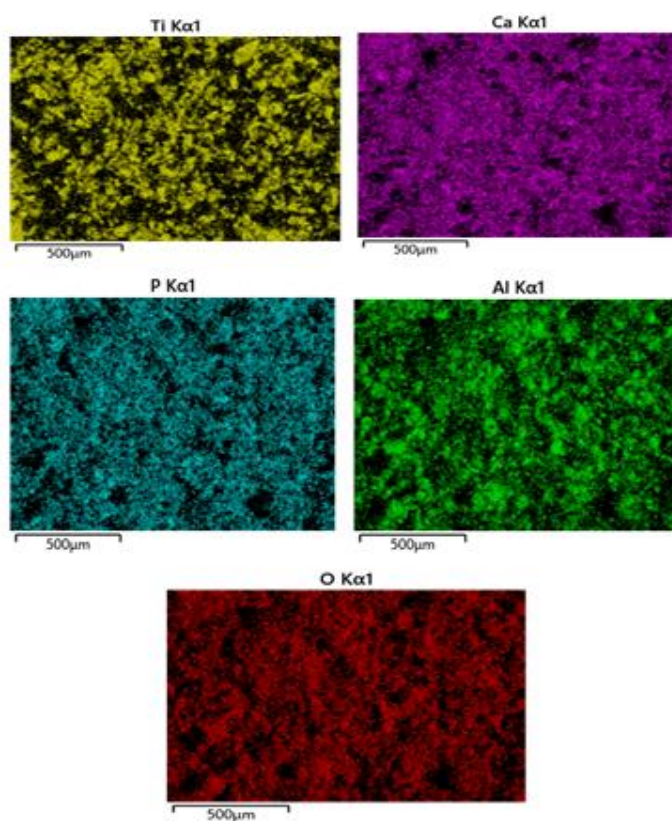
شکل ۴-۵- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از مخلوط پودرها با روش مخلوط سازی مبتنی بر حلال در بزرگ‌نمایی ۵۰۰.



شکل ۴-۶- تصاویر آنالیز صفحه‌ای حاصل از مخلوط پودرها با روش مخلوط سازی مبتنی بر حلال در بزرگنمایی ۵۰۰. جهت مقایسه فرآیند مخلوط سازی پیشنهادی با روند مخلوط سازی با دست از پودر حاصله با روش مخلوط سازی دستی نیز آنالیز میکروسکوپ الکترون روبشی صورت گرفت که تصاویر آن در شکل ۴-۷ و شکل ۴-۸ مشاهده می‌شود. همان‌طور که در شکل ۴-۷ مشاهده می‌شود میزان پراکندگی پودرها در روش مخلوط سازی دستی نسبت به روش مخلوط سازی مبتنی بر حلال کمتر شده است و در نقاطی آگلومره شدن پودرها مشاهده می‌شود. در شکل ۴-۸ تصویر آنالیز صفحه‌ای از عناصر مختلف به صورت جداگانه مشاهده می‌شود که مقایسه پراکندگی پودرها به تفکیک رنگ بهتر قابل‌رویت است.



شکل ۴-۷- تصویر میکروسکوپ الکترون روبشی پودر مخلوط شده با دست در بزرگنمایی ۵۰۰.

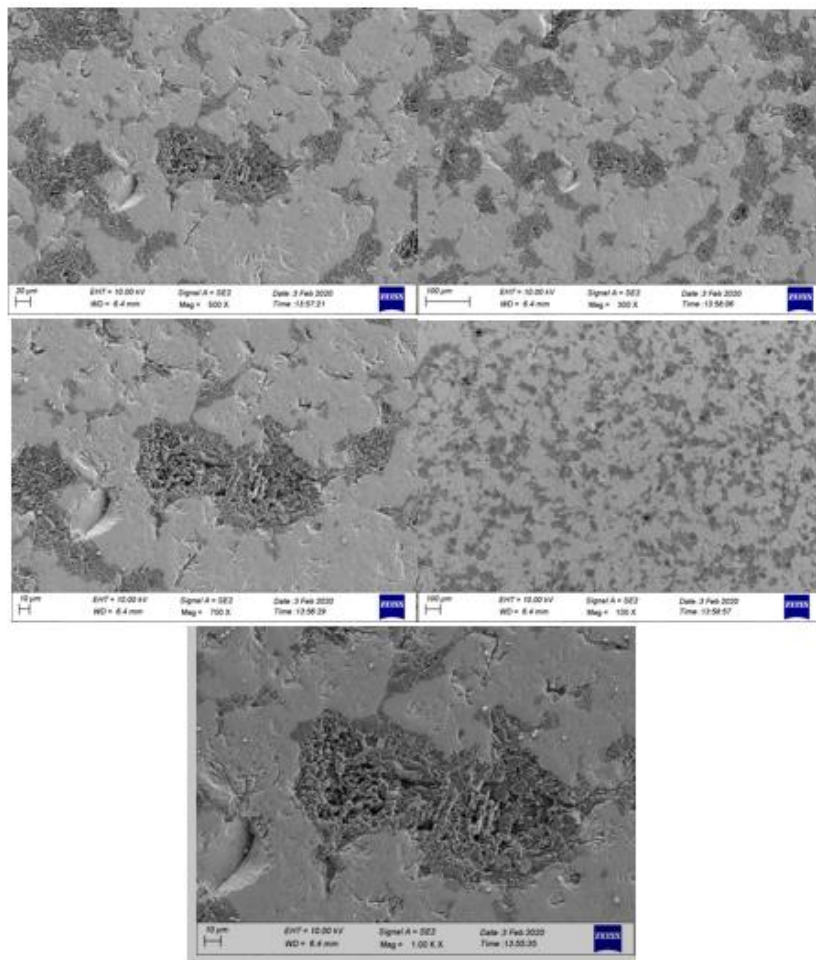


شکل ۴-۸- تصویر آنالیز صفحه ای پودر مخلوط شده با دست در بزرگنمایی ۵۰۰.

۴-۳- بهینه سازی دما

۴-۳-۱- دمای تف جوشی ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد

بعد از انجام عملیات تف جوشی به منظور بررسی سطح نمونه‌ها از سطح در بزرگنمایی‌های متفاوت تصویربرداری میکروسکوپ الکترون روبشی انجام شد. تصاویر حاصل از میکروسکوپ الکترونی روبشی برای نمونه A با درصد وزنی ۶۰ درصد تیتانیوم ۳۰ درصد آلومینا و ۱۰ درصد هیدروکسی‌آپاتیت سینتر شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای در دمای 1200°C با فشار ۴۰ و ۵ دقیقه زمان در دانشگاه مالک اشتر اصفهان در بزرگنمایی‌های متفاوت (۱۰۰ تا ۱۰۰۰) در شکل ۴-۹ قابل مشاهده است. همان‌طور که در شکل ۴-۹ مشاهده می‌شود پراکندگی پودرها در سطح نمونه بعد از تف جوشی نمونه قابل قبول است و تخلخل‌های باز و نسبتاً بزرگ و به هم پیوسته در سطح نمونه مشاهده می‌شود که علت آن مناسب نبودن دستگاه دانشگاه مالک اشتر اصفهان بیان شد. جهت بررسی دقیق‌تر نمونه‌ها دانسیته نیز اندازه‌گیری شد.



شکل ۴-۹- تصاویر نمونه A در بزرگنمایی‌های ۱۰۰ تا ۱۰۰۰.

دانسیتته یکی از پارامترهای مهم در بررسی خواص مواد بالک مانند ایمپلنت‌های دندانی است. در ابتدا به محاسبه دانسیتته تئوری با توجه به قانون مخلوط‌ها می‌پردازیم. روی نمونه A تست دانسیتته به روش ارشمیدس انجام شد. دانسیتته تئوری این نمونه ۴/۱۵ و دانسیتته اندازه‌گیری شده آن ۳/۹۱۶ محاسبه شد که در جدول ۴-۱ نشان داده شده است.

جدول ۴-۱- دانسیتته تئوری و دانسیتته اندازه‌گیری شده نمونه A

نمونه	دانسیتته تئوری (g/cm^3)	دانسیتته اندازه‌گیری شده (g/cm^3)
A	۴/۱۵	۳/۹۱۶

دانسیتة ظاهری برای نمونه A در جدول ۲-۴ مشاهده می‌شود.

جدول ۲-۴- وزن خشک، وزن غوطه‌وری، وزن اشباع و دانسیته ظاهری نمونه A

نمونه	وزن خشک m_1 (gr)	وزن غوطه‌وری m_2 (gr)	وزن اشباع m_3 (gr)	دانسیته ظاهری
A	۷/۱۹۶۸	۵/۳۶۲۱	۷/۲۸۵۱	۳/۷۴۲۴

دانسیته نسبی نمونه A در جدول ۳-۴ قابل مشاهده است.

جدول ۳-۴- دانسیته تئوری، ظاهری و نسبی نمونه A

نمونه	دانسیته تئوری D (g/cm^3)	دانسیته ظاهری Da (g/cm^3)	دانسیته نسبی (g/cm^3)
A	۴/۱۵	۳/۷۴۲۴	۰/۹۰۱۷

با توجه به میزان اهمیت دانسیته و تخلخل ظاهری برای نمونه‌های بالک و تأثیر آن بر روی خواص مکانیکی، الکتروشیمیایی و زیستی به محاسبه میزان تخلخل ظاهری نمونه‌ها پرداخته شد. جهت محاسبه درصد تخلخل ظاهری نمونه‌ها متغیرهای خواسته شده مانند وزن خشک، وزن اشباع و وزن غوطه‌وری توسط روش ارشمیدس قابل اندازه‌گیری بوده و درصد تخلخل ظاهری محاسبه می‌شود. درصد تخلخل ظاهری برای نمونه A در

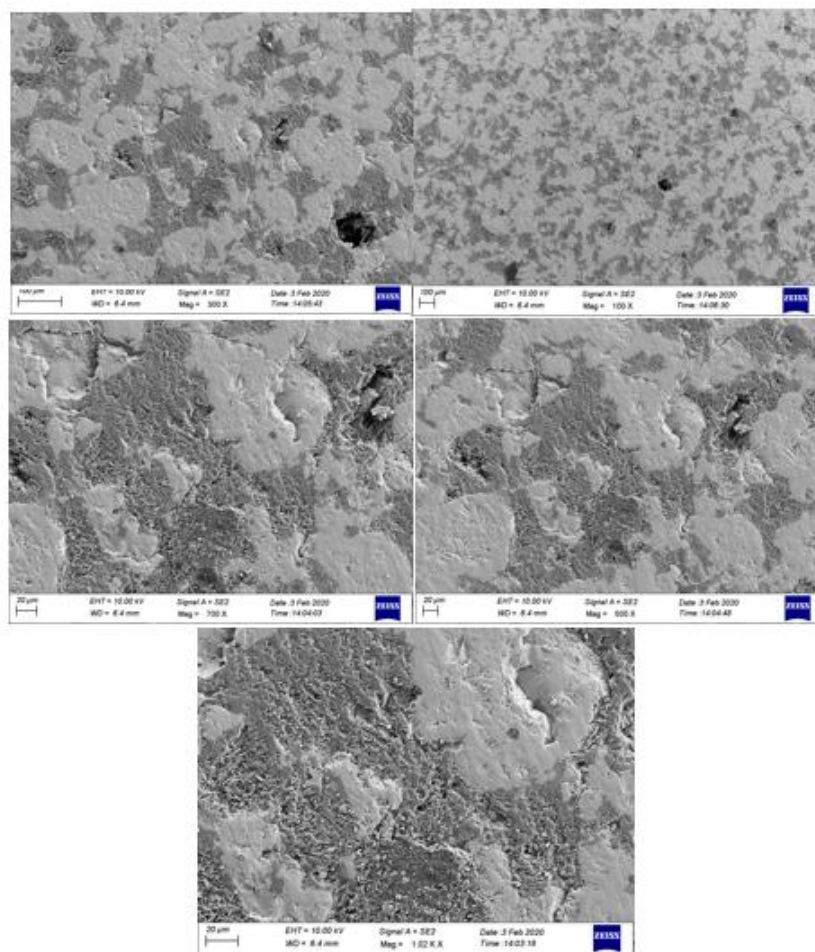
جدول ۴-۴ نشان داده شده است.

جدول ۴-۴- درصد تخلخل ظاهری برای نمونه A

نمونه A	
درصد تخلخل ظاهری	۴/۵۹

با توجه به مناسب نبودن دانسیته و مشاهده تخلخل بر روی سطح نمونه تصمیم به عوض کردن دستگاه تف جوشی گرفته شد. تصاویر حاصل از نمونه B سینترشده در مرکز صنعتی سازی نانو فناوری آیکن با درصد وزنی ۶۰ درصد تیتانیوم، ۳۰ درصد آلومینا و ۱۰ درصد هیدروکسی آپاتیت

سینتر شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای در دمای 1200°C با فشار 40 MPa و ۵ دقیقه زمان، در بزرگنمایی‌های ۱۰۰ تا ۱۰۰۰ در شکل ۴-۱۰ مشاهده می‌شود. همان‌طور که در شکل ۴-۱۰ دیده می‌شود، تخلخل‌ها و حفره‌هایی در سطح نمونه وجود دارد که تخلخل‌های ریز و به هم پیوسته هستند و بهبود اندکی نسبت به نمونه سینتر شده در اصفهان دیده شد. جهت بررسی دقیق‌تر اندازه-گیری چگالی و درصد تخلخل برای این نمونه نیز صورت گرفت و دانسیته $3/989\text{ g/cm}^3$ اندازه‌گیری شد. مشاهدات نشان داد مشکلات مربوط به چگالی پایین در این نمونه هم وجود دارد ولی با مقایسه دانسیته این نمونه و نمونه قبل بهبود اندک دانسیته مشاهده شد. برای نمونه B دانسیته $3/989$ اندازه‌گیری شد که نشان داد میزان تخلخل در نمونه B نیز بالا بوده و با دانسیته تئوری اختلاف دارد. همچنین در تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی گرفته‌شده از سطح حفره‌هایی روی سطح قابل مشاهده بود که نشان می‌دهد تخلخل‌های باز روی سطح نمونه B وجود دارد. دانسیته تئوری و اندازه‌گیری شده نمونه B در جدول ۴-۵ وزن خشک، وزن غوطه‌وری، وزن اشباع و دانسیته ظاهری نمونه B در جدول ۴-۶ نشان داده شده است.



شکل ۴-۱۰- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه B در بزرگنمایی ۱۰۰ تا ۱۰۰۰.

جدول ۴-۵- دانسیته تئوری و اندازه گیری شده نمونه B

نمونه	دانسیته تئوری (g/cm^3)	دانسیته اندازه گیری شده (g/cm^3)
B	۴/۱۵	۳/۹۸۹

جدول ۴-۶- وزن خشک، وزن غوطه وری، وزن اشباع و دانسیته ظاهری نمونه B

نمونه	وزن خشک m1 (gr)	وزن غوطه وری m2 (gr)	وزن اشباع m3 (gr)	دانسیته ظاهری
B	۱۵/۳۲۴۲	۱۱/۴۸۷۵	۱۵/۴۶۹۳	۳/۸۴۸۵

جدول ۷-۴- دانسیته تئوری، ظاهری و نسبی نمونه B

نمونه	دانسیته تئوری D	دانسیته ظاهری Da	دانسیته نسبی
B	۴/۱۵	۳/۸۴۸۵	۰/۹۲۷۳

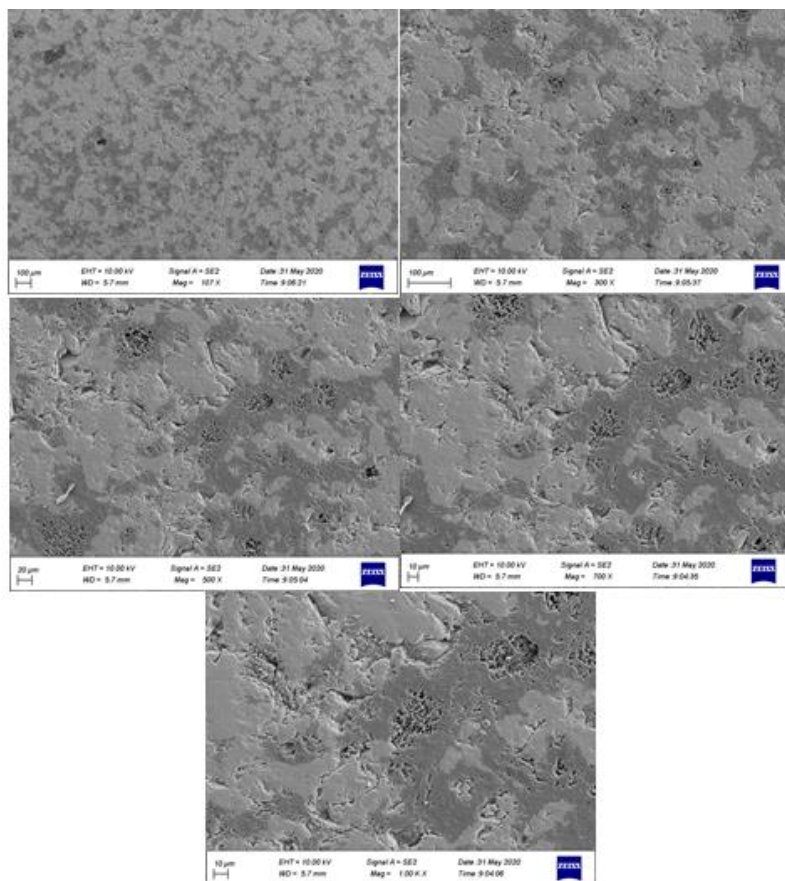
جدول ۸-۴- درصد تخلخل ظاهری برای نمونه B

نمونه B	
درصد تخلخل ظاهری (gr)	۳/۶۴

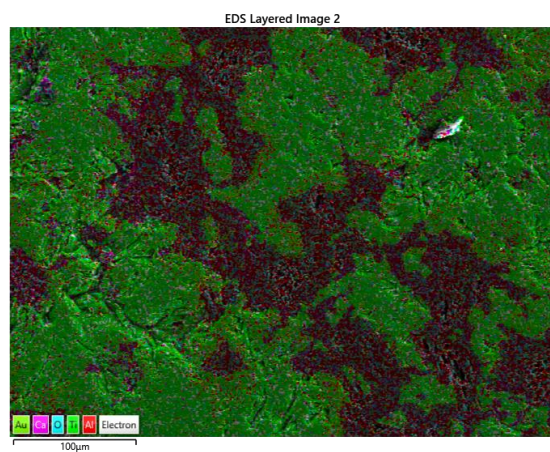
جهت بهبود چگالی و رسیدن به چگالی مطلوب و نزدیک شدن به چگالی تئوری، دمای کار را از دمای 1200°C به 1300°C تغییر داده نمونه‌ای با شرایط یکسان در دمای 1300°C سینتر شد.

۴-۳-۲- دمای تف جوشی 1300°C درجه سانتی‌گراد

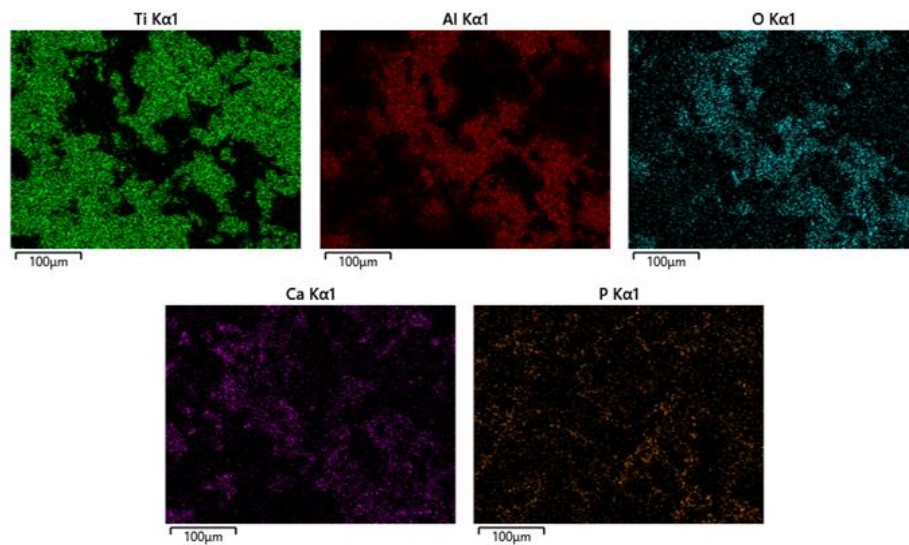
نمونه C با درصدهای وزنی و شرایط ساخت مشابه نمونه‌های A و B با دمای 1300°C در مرکز صنعتی سازی نانو فناوری آیکن ساخته شد. پس از بررسی سطح نمونه جدید مشاهده شده که افزایش دما تأثیر مثبتی بر روی نمونه جدید داشته و سبب بهبود سطح و کاهش تخلخل ظاهری نمونه شده است که تصاویر آن در شکل ۴-۱۱ نشان داده شده است. در شکل ۴-۱۲ آنالیز صفحه‌ای نمونه و توزیع عناصر به تفکیک رنگ مشاهده می‌شود. درصد توزیع عناصر و درصد وزنی عناصر نشان داده شده است. جهت بررسی مقدار دانسیته سنجش دانسیته برای نمونه C صورت گرفت و میزان دانسیته اندازه‌گیری شده $4/109$ گزارش شد که نشان دهنده بهبود دانسیته و نزدیک شده دانسیته به دانسیته تئوری است. میزان دانسیته تئوری و دانسیته اندازه‌گیری شده نمونه C در جدول ۴-۱۰ آورده شده است. وزن خشک، وزن غوطه‌وری، وزن اشباع و دانسیته ظاهری نمونه C در جدول ۴-۱۱ و دانسیته تئوری، ظاهری و نسبی نمونه C در جدول ۴-۱۲ و درصد تخلخل ظاهری نمونه C در جدول ۴-۱۳ قابل مشاهده است.



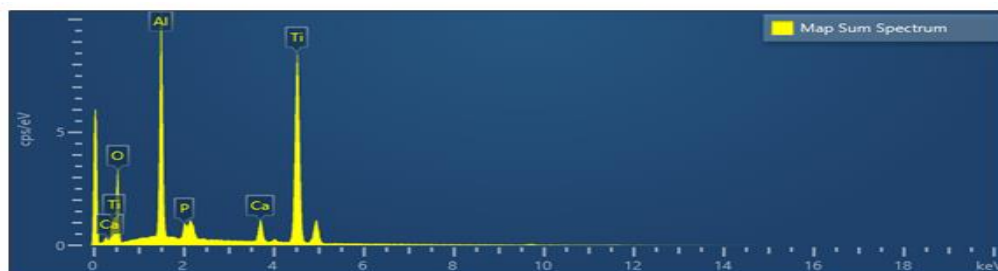
شکل ۴-۱۱- تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی نمونه C.



شکل ۴-۱۲- آنالیز صفحه‌ای نمونه C.



شکل ۴-۱۳- توزیع عناصر در نمونه C.



شکل ۴-۱۴- نمودار توزیع عناصر در نمونه C.

جدول ۴-۹- درصد وزنی و درصد اتمی عناصر مختلف در نمونه C

Map Sum Spectrum			
Element	Weight%	Weight% Sigma	Atomic%
O	37.81	0.45	60.08
Al	15.12	0.15	14.24
Ca	2.96	0.07	1.88
Ti	42.77	0.34	22.70
P	1.35	0.07	1.10
Total	100.00		100.00

جدول ۴-۱۰- دانسیته نمونه C

نمونه	دانسیته تئوری (g/cm^3)	دانسیته اندازه گیری شده (g/cm^3)
C	۴/۱۵	۴/۱۰۹

جدول ۴-۱۱- وزن خشک، وزن غوطه‌وری، وزن اشباع و دانسیته ظاهری نمونه C

نمونه	وزن خشک m_1 (gr)	وزن غوطه‌وری m_2 (gr)	وزن اشباع m_3 (gr)	دانسیته ظاهری
C	۱۳/۸۲	۱۰/۴۶	۱۳/۸۷	۴/۰۵۲۷

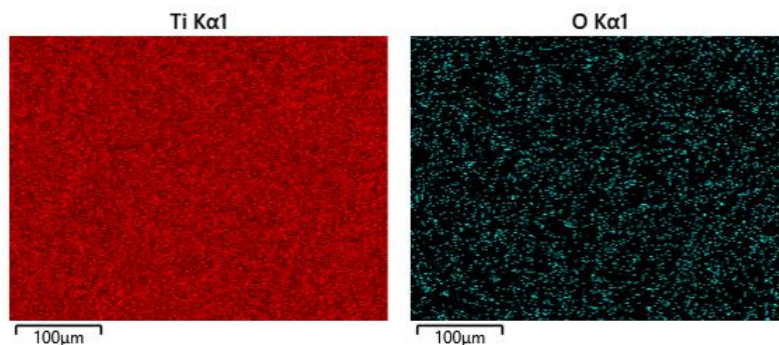
جدول ۴-۱۲- دانسیته تئوری، ظاهری و نسبی نمونه C

نمونه	دانسیته تئوری D (g/cm^3)	دانسیته ظاهری Da (g/cm^3)	دانسیته نسبی (g/cm^3)
C	۴/۱۵	۴/۰۵۲۷	۰/۹۷۶۵

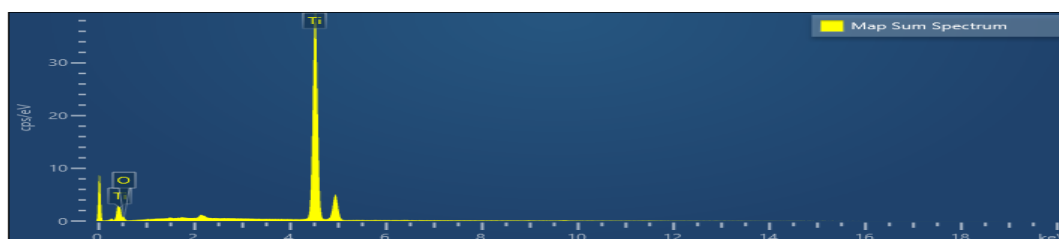
جدول ۴-۱۳- درصد تخلخل نمونه C

نمونه C	
درصد تخلخل ظاهری	۱/۴۶

بعد از بررسی نمونه C و مقایسه تخلخل‌های ظاهری و دانسیته این نمونه با دو نمونه‌ی ساخته شده در دمای 1200°C با توجه به بهبود دانسیته و سطح نمونه، نمونه‌های بعدی با شرایط نمونه C و در دمای 1300°C ساخته شدند. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه Ti در شکل ۴-۱۵ در بزرگنمایی‌های ۱۰۰ تا ۱۰۰۰ قابل مشاهده است. همان‌طور که در تصاویر مشاهده می‌شود تف جوشی به‌خوبی انجام شده است و روی سطح تخلخل دیده نمی‌شود.



شکل ۴-۱۷- توزیع عناصر در نمونه Ti.

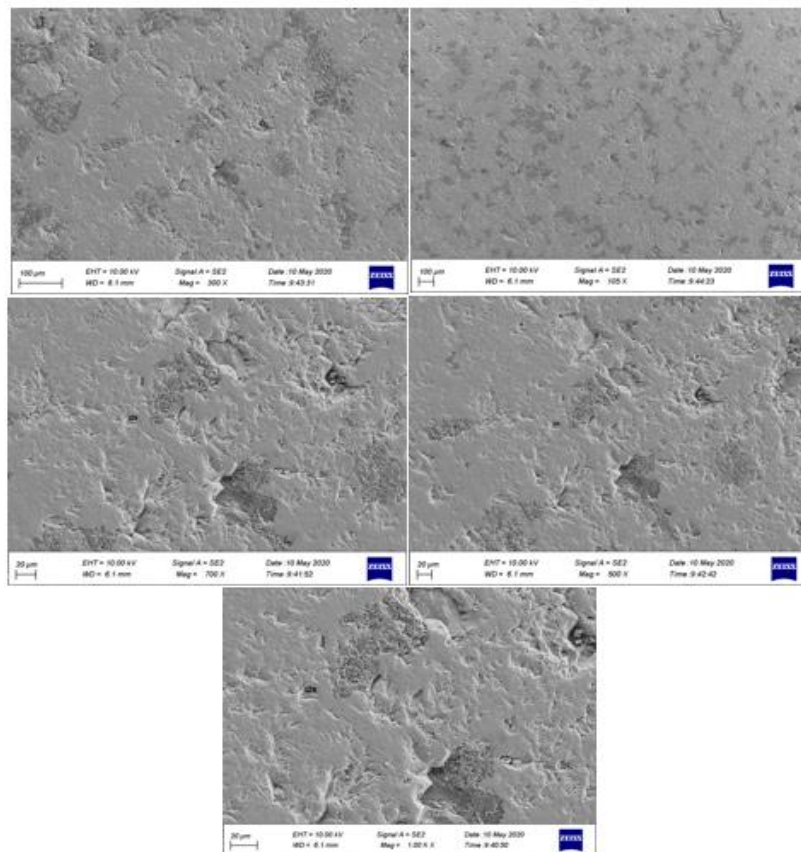


شکل ۴-۱۸- نمودار توزیع عناصر در نمونه Ti.

جدول ۴-۱۴- درصد وزنی و درصد اتمی عناصر مختلف در نمونه شماره Ti

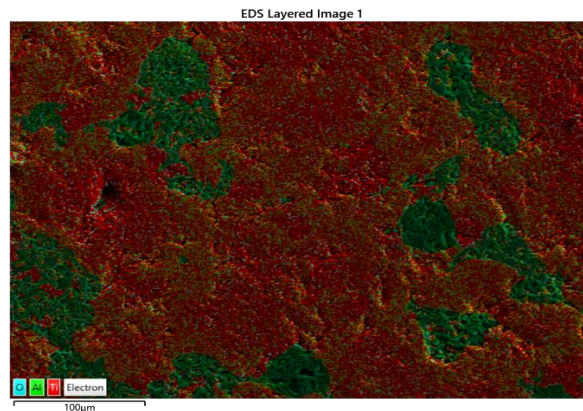
MapSumSpectrum			
Element	Weighe%	Weighe% sigma	Atomic%
Ti	88.47	0.59	71.93
O	11.53	0.59	28.07
Total	100.00		100.00

تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ با ترکیب ۷۵ درصد وزنی تیتانیوم ۲۵ درصد وزنی آلومینا است. نمونه در دمای 1300°C سینتر شده است. همان طور که در شکل ۴-۱۹ قابل مشاهده است سطح نمونه ها نشان می دهد که پودرهای اولیه بعد از تف جوشی هم از پراکندگی خوبی برخوردارند و ذرات به خوبی باهم اتصال برقرار کرده اند. تخلخل ها و حفرات روی سطح نمونه کاهش چشمگیری داشته و با سنجش دانسیته مشاهده شد که دانسیته بهبود داشته و به مقدار دانسیته تئوری نزدیک شده است. در این تصویر نقاط روشن تر مربوط به تیتانیوم و نقاط تیره تر مربوط به آلومینا می باشد.

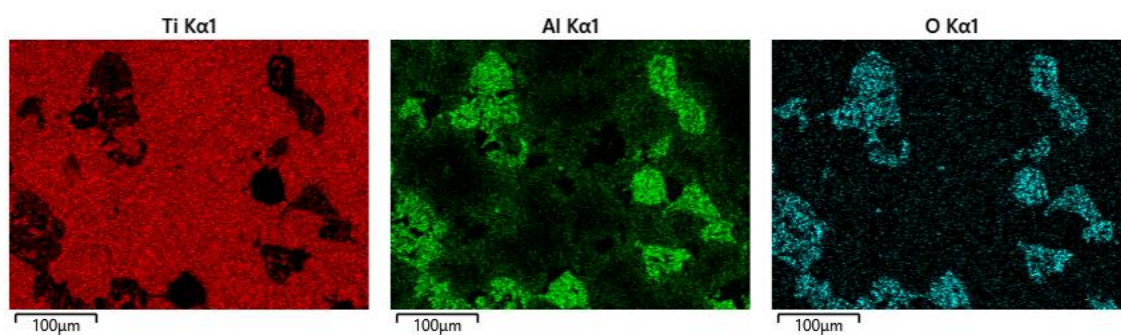


شکل ۴-۱۹- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه شماره $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$.

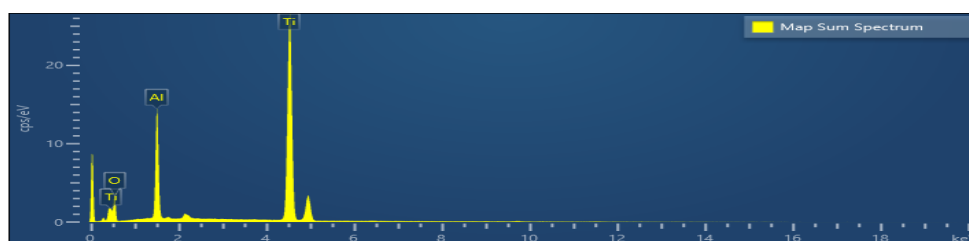
همان‌طور که در تصاویر طیف سنجی پراش پرتو ایکس نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ مشاهده می‌شود در این نمونه عناصر تیتانیوم و آلومینا با پراکندگی قابل قبولی در سطح، مشاهده می‌شود. در شکل ۴-۲۰ توزیع عناصر به‌صورت جداگانه برای تیتانیوم، آلومینا و اکسیژن در شکل ۴-۲۱ قابل مشاهده است و درصد توزیع عناصر در جدول ۴-۱۵ آورده شده است. در شکل ۴-۲۲ توزیع عناصر را در نمونه نشان می‌دهد.



شکل ۴-۲۰- تصویر نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$.



شکل ۴-۲۱- تصویر توزیع عناصر مختلف در نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$.

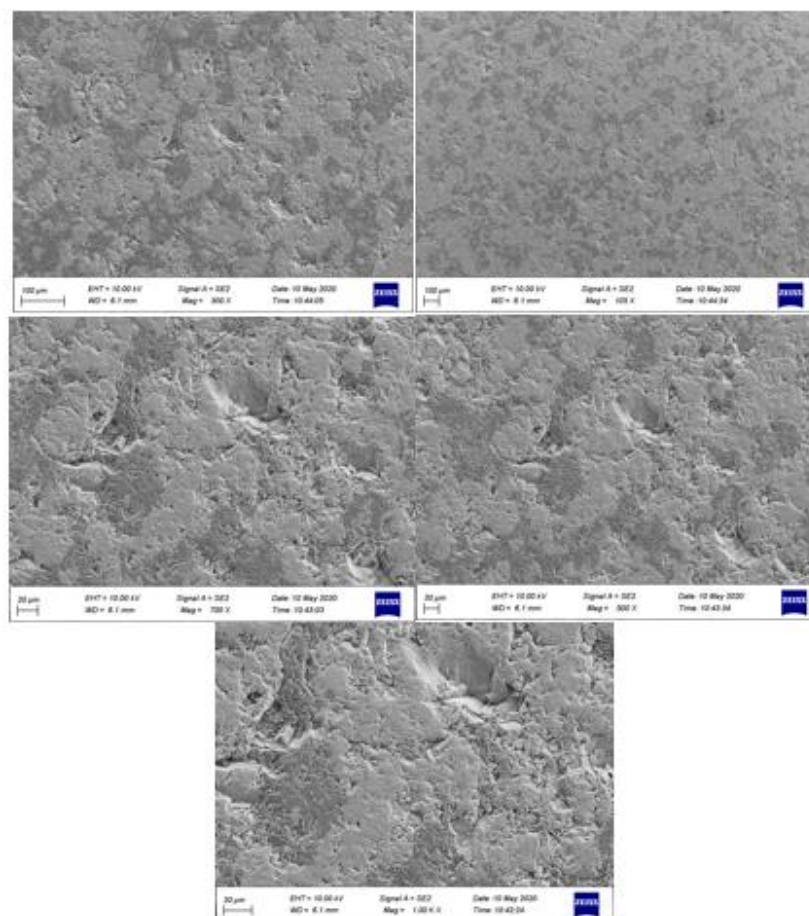


شکل ۴-۲۲ نمودار توزیع عناصر در نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$.

جدول ۴-۱۵- درصد اتمی و درصد وزنی عناصر مختلف در نمونه شماره $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$

MapSumSpectrum			
Element	Weighe%	Weighe% sigma	Atomic%
Al	13.06	0.09	12.74
Ti	50.92	0.28	27.98
O	36.02	0.35	59.28
Total	100.00		100.00

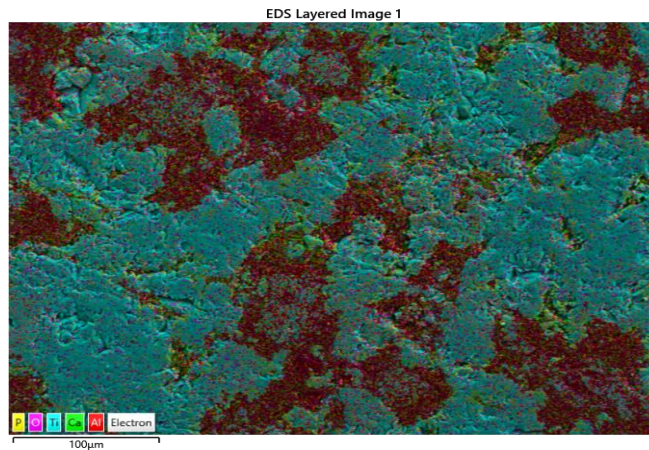
تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ شامل ۶۵ درصد وزنی تیتانیوم ۲۵ درصد آلومینا و ۱۰ درصد هیدروکسی آپاتیت است که در بزرگنمایی‌های ۱۰۰ تا ۱۰۰۰ قابل مشاهده است. همان‌طور که در شکل ۴-۲۳ مشاهده می‌شود تف جوشی نمونه‌ها به خوبی صورت گرفته است و پراکندگی پودرها نیز مناسب می‌باشد و حفره‌ای روی سطح مشاهده نمی‌شود. پودرها به خوبی سینتر شده‌اند و باهم اتصال برقرار کرده‌اند. در این تصویر نقاط روشن مربوط به تیتانیوم و نقاط تیره مربوط به پودرهای آلومینا و هیدروکسی آپاتیت می‌باشد.



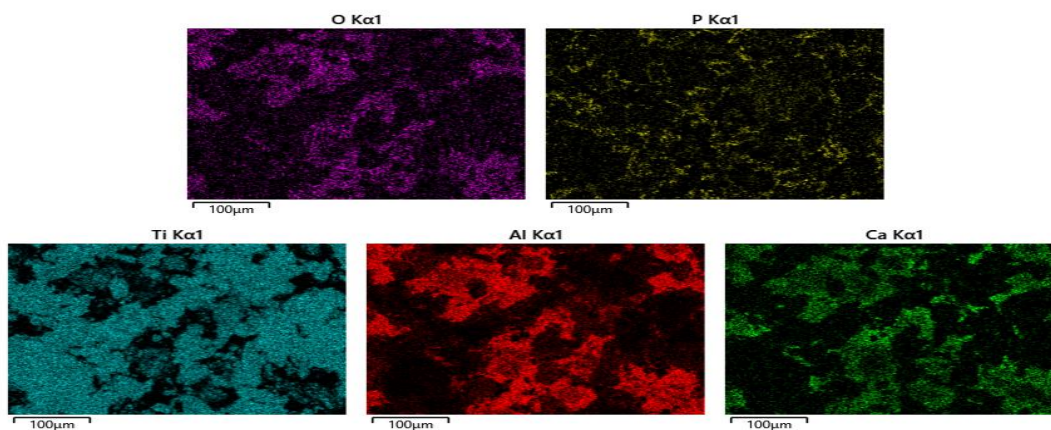
شکل ۴-۲۳- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$.

در شکل ۴-۲۴ و شکل ۴-۲۵ تصاویر مربوط به آنالیز طیف سنجی پراش انرژی پرتو ایکس نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ در توزیع مناسب پودرها در سطح نمونه مشاهده می‌شود. برای عناصر موجود در نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ تصاویر جداگانه‌ای در شکل ۴-۲۵ مشاهده می‌شود. در شکل ۴-۲۶ درصد عناصر

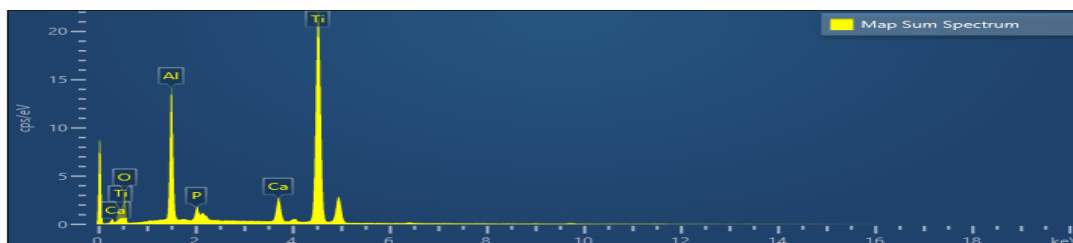
موجود در نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ قابل مشاهده است و در جدول ۴-۱۶ نیز درصد مربوط به هر عنصر به تفکیک بیان شده است.



شکل ۴-۲۴- تصویر نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ در بزرگنمایی ۵۰۰.



شکل ۴-۲۵- تصویر عناصر مختلف در نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$.



شکل ۴-۲۶- نمودار میزان عناصر در نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$.

جدول ۴-۱۶- درصد اتمی و درصد اتمی عناصر مختلف در نمونه شماره Ti-Al₂O₃-HA

MapSumSpectrum			
Element	Weighe%	Weighe% sigm	Atomic%
O	37.20	0.35	59.97
Al	13.06	0.09	12.49
P	1.42	0.04	1.19
Ca	3.22	0.04	2.07
Ti	45.10	0.26	24.28
Total	100.00	0.35	100.00

با افزایش دما به میزان ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد، نتیجه سنجش دانسیته بهبود یافته و دانسیته اندازه‌گیری شده نسبت به دانسیته تئوری اختلاف کمتری داشت و به میزان ۴/۱۰ بود. سایر نمونه‌های Ti و Ti-Al₂O₃ و Ti-Al₂O₃-HA نیز مانند نمونه A ساخته شدند و دانسیته نمونه‌ها با روش ارشمیدس اندازه‌گیری شد و نتایج آن در جدول ۴-۱۷ قابل مشاهده است. با توجه به ترکیب متفاوت هر یک از نمونه‌ها دانسیته تئوری متفاوت است و با مقایسه دانسیته تئوری و دانسیته حاصل از تست مشاهده می‌شود که اختلاف دانسیته بسیار اندک بوده و تمامی نمونه‌ها از دانسیته خوبی برخوردارند. دودک و همکاران با ساخت کامپوزیت آلیاژ تیتانیوم-آلومینا و کامپوزیت آلیاژ تیتانیوم-هیدروکسی‌آپاتیت با روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای به این نتیجه رسیدند که با افزودن آلومینا و هیدروکسی‌آپاتیت به آلیاژ تیتانیوم چگالی کامپوزیت ساخته شده نسبت به آلیاژ تیتانیوم به تنهایی کمتر بوده و میزان تخلخل نیز افزایش داشته است [۴۴].

جدول ۴-۱۷- دانسیته تئوری و اندازه‌گیری شده نمونه‌های مختلف

نمونه	دانسیته تئوری (g/cm ³)	دانسیته اندازه‌گیری شده (g/cm ³)
Ti	۴/۵۰	۴/۴۹
Ti-Al ₂ O ₃	۴/۳۵	۴/۴۲
Ti-Al ₂ O ₃ -HA	۴/۱۸	۴/۱۵

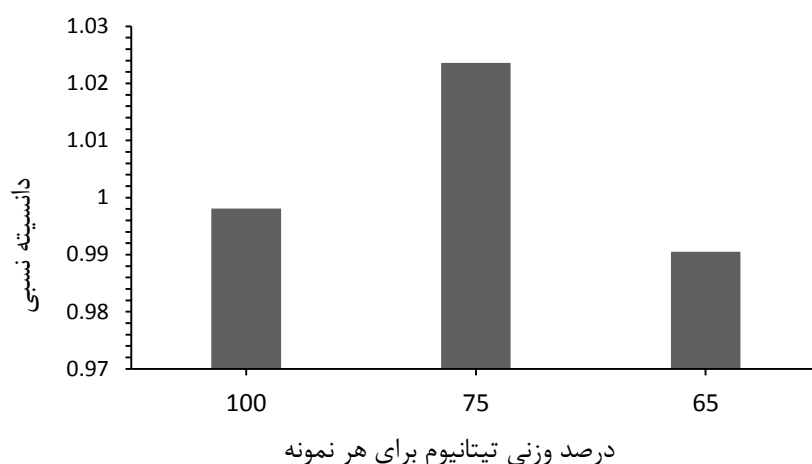
جدول ۴-۱۸- مقدار دانسیته ظاهری نمونه‌ها

نمونه	وزن خشک m_1 (gr)	وزن غوطه‌وری m_2 (gr)	وزن اشباع m_3 (gr)	دانسیته ظاهری
Ti	۱۳/۷۷۸۸	۱۰/۷۱۵۶	۱۳/۷۸۳۲	۴/۴۹۱۷
Ti-Al ₂ O ₃	۱۵/۴۲۸۴	۱۱/۹۶۱۷	۱۵/۴۲۶۴	۴/۴۵۳۰
Ti-Al ₂ O ₃ -HA	۱۵/۷۴۰۱	۱۱/۹۵۸۵	۱۵/۷۵۹۹	۴/۱۴۰۶

جدول ۴-۱۹- دانسیته تئوری، ظاهری و نسبی برای نمونه‌ها

نمونه	دانسیته تئوری D (g/cm ³)	دانسیته ظاهری D_a (g/cm ³)	دانسیته نسبی (g/cm ³)
Ti	۴/۵۰	۴/۴۹۱۷	۰/۹۹۸۱
Ti-Al ₂ O ₃	۴/۳۵	۴/۴۵۳۰	۱/۰۲۳۶
Ti-Al ₂ O ₃ -HA	۴/۱۸	۴/۱۴۰۶	۰/۹۹۰۵

فوجی و همکاران به ارتباط بین میزان تیتانیوم موجود در نمونه‌ها و دانسیته نسبی پرداختند [۴۳]. برای نمونه‌های ساخته شده در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد این مقایسه در شکل ۴-۲۷ نشان داده شد. همانطور که پیداست دانسیته نسبی برای نمونه Ti-Al₂O₃ بیشتر از دو نمونه دیگر است و افزودن آلومینا سبب بهبود دانسیته نسبی شده و با افزودن هیدروکسی آپاتیت دانسیته نسبی کاهش می‌یابد.



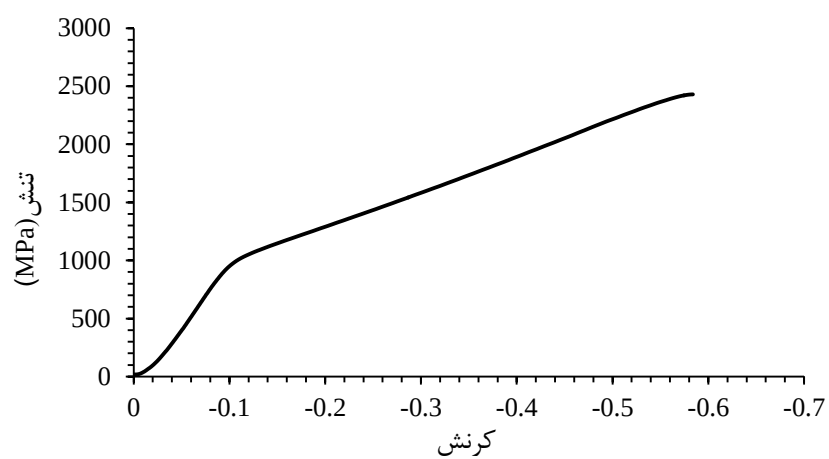
شکل ۴-۲۷- مقایسه ارتباط دانسیته نسبی و میزان تیتانیوم هر نمونه.

جدول ۴-۱۹- درصد تخلخل ظاهری نمونه‌های Ti و $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ و $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$

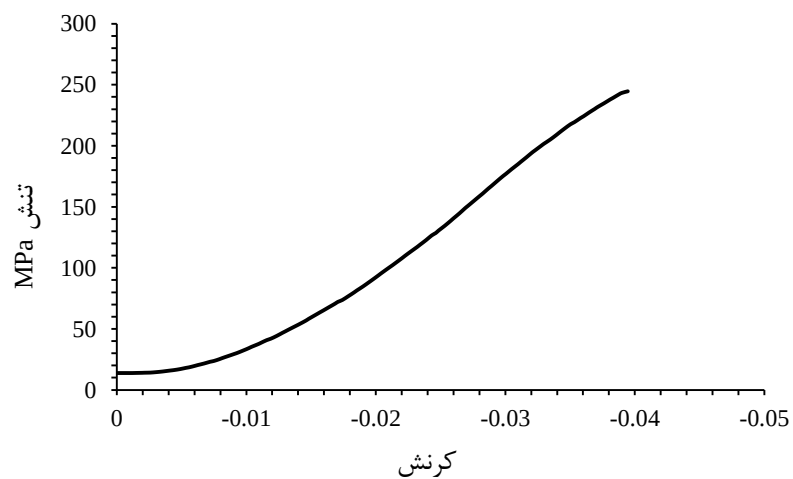
نمونه	درصد تخلخل ظاهری
Ti	۰/۳۲۵۷
$\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$	۰/۱۸۴۶
$\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$	۰/۵۲۰۸

۴-۴- نتایج آزمون فشار

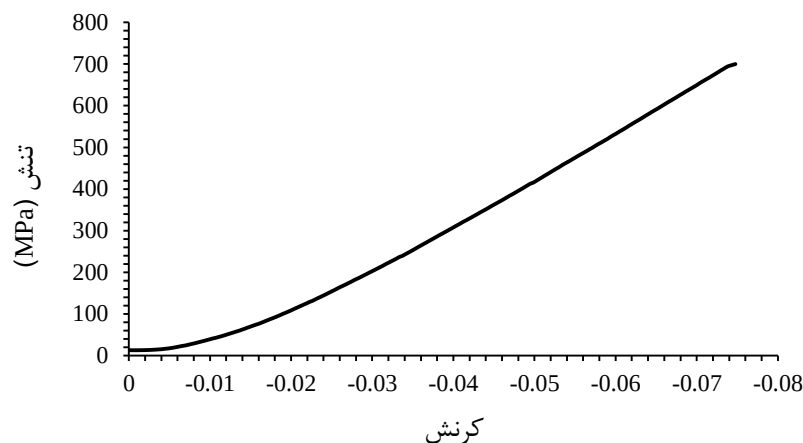
با توجه به اهمیت میزان استحکام فشاری برای نمونه های تحت بار، تست فشار بر روی نمونه‌ها صورت گرفت. در نتایج تست فشار مشاهده می‌شود میزان استحکام فشاری برای نمونه تیتانیوم خالص از دو نمونه کامپوزیت سازی شده بیشتر می‌باشد. در نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ با افزودن آلومینا به تیتانیوم میزان استحکام فشاری به میزان قابل توجهی کاهش داشته است. در نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ با افزودن HA به تیتانیوم و آلومینا میزان استحکام فشاری نسبت به نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ افزایش یافته است. نتایج تست فشار به صورت منحنی‌های تنش_کرنش برای هر نمونه به صورت جداگانه در نمودارهای زیر قابل مشاهده است.



شکل ۴-۲۸- نمودار تنش _ کرنش نمونه Ti.

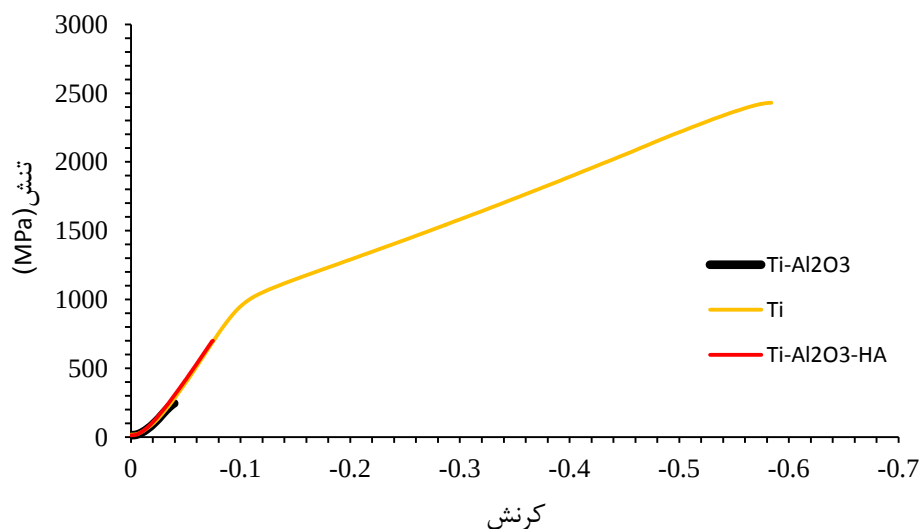


شکل ۴-۲۹- نمودار تنش _ کرنش نمونه Ti-Al₂O₃.



شکل ۳۰-۴- نمودار تنش_کرنش نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$.

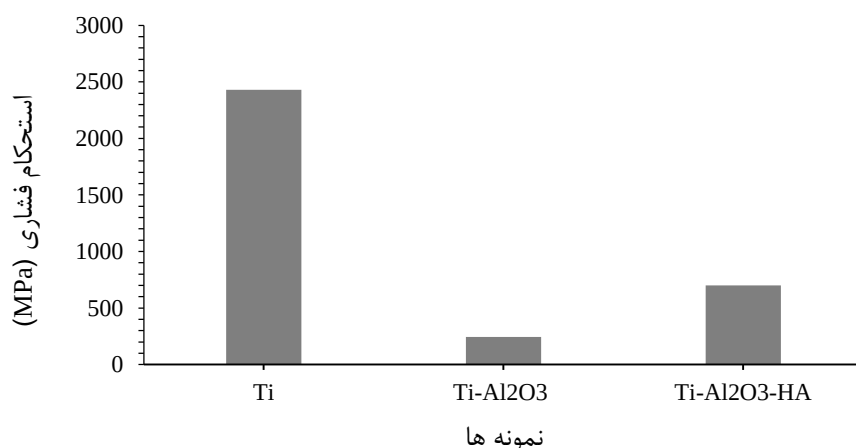
جهت مقایسه بهتر استحکام فشاری برای نمونه‌های Ti و $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ و $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ همه‌ی نمودارها بر روی یک نمودار نمایش داده شدند که در شکل ۳۱-۴ قابل مشاهده است.



شکل ۳۱-۴- مقایسه نمودار تنش_کرنش نمونه‌ها.

نتایج حاصل از مقایسه میزان استحکام فشاری در نمونه‌های Ti و $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ و $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ در شکل ۳۲-۴ مشاهده می‌شود. همان‌طور که در نمودار نیز مشخص است استحکام فشاری برای نمونه Ti بیشترین میزان 2429 MPa گزارش شد و با افزایش آلومینا برای نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ مقدار استحکام فشاری 244 MPa بدست آمد. برای نمونه سه تایی $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ با افزودن هیدروکسی آپاتیت میزان استحکام فشاری نسبت به نمونه دوتایی بهبود پیدا کرد و به میزان

۶۹۹ MPa رسید. امیدی و همکاران استحکام فشاری کامپوزیت تیتانیوم-هیدروکسی آپاتیت را ۲۸۴ MPa گزارش کرده و بیان شد که افزودن هیدروکسی آپاتیت به تیتانیوم سبب کاهش استحکام فشاری شده است [۳۹]. استحکام فشاری مینای دندان ۳۸۴ MPa و برای عاج دندان ۲۹۷ MPa گزارش شده است. اعداد حاصل از استحکام فشاری نمونه‌های کامپوزیتی ساخته شده اختلاف زیادی با استحکام فشاری دندان طبیعی ندارد و از این رو مورد قبول است.



شکل ۴-۳۲- مقایسه استحکام فشاری نمونه‌ها.

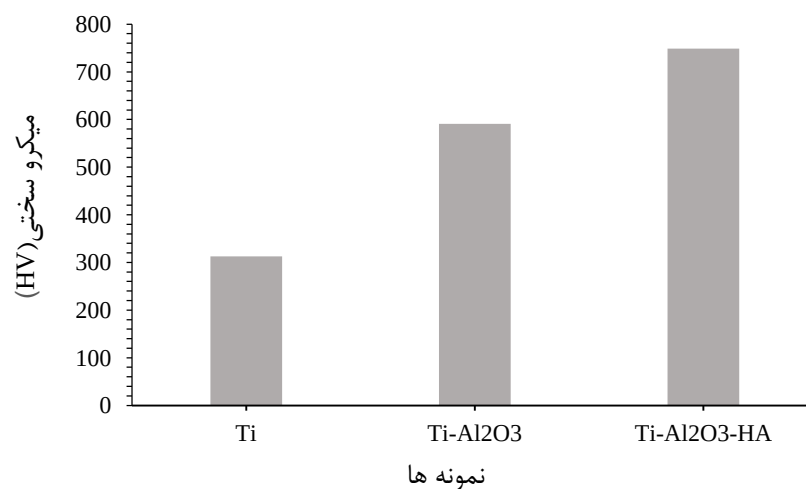
۴-۵- نتایج آزمون میکرو سختی

نتایج حاصل از تست سختی برای نمونه‌های Ti و Ti-Al₂O₃ و Ti-Al₂O₃-HA در جدول ۴-۲۰ قابل مشاهده است. بار به میزان ۱۰۰۰ گرم برای همه نمونه‌ها اعمال شد. برای نمونه Ti همان‌طور که در شکل ۴-۳۴ مشاهده می‌شود اثر پروب به خوبی قابل مشاهده می‌باشد. میزان سختی ویکرز برای نمونه تیتانیوم خالص ۳۱۳ به دست آمد. سونگ و همکاران نیز میزان استحکام فشاری برای تیتانیوم خالص را ۳۳۶ HV گزارش نموده‌اند [۲۳] که با میزان به دست آمده از نمونه تیتانیوم خالص این پژوهش اختلاف کمی دارد. برای نمونه Ti-Al₂O₃ میزان سختی اندازه‌گیری شده عدد HV ۵۹۱ را نشان می‌دهد که نسبت به نمونه تیتانیوم خالص به میزان HV ۳۱۳ افزایش زیادی داشته است و بیانگر تأثیر مثبت افزودن ۲۵٪ آلومینا به تیتانیوم می‌باشد. در مقاله استبان و همکاران نیز بیان شده است که با افزایش میزان تیتانیوم به کامپوزیت آلومینا-تیتانیوم سختی کاهش می‌یابد [۳۳] که

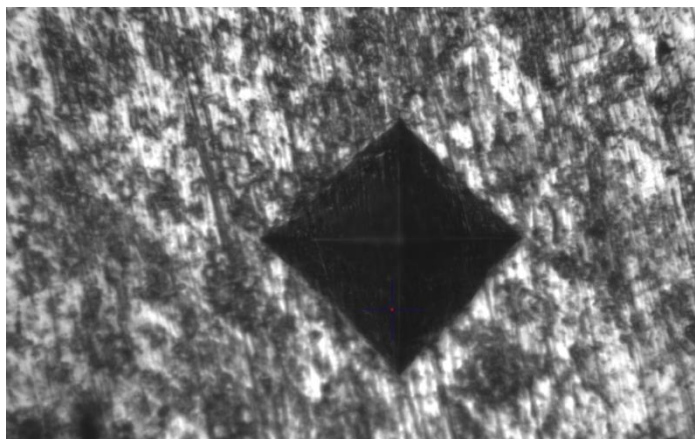
مطابق نتایج به دست آمده در این پژوهش می‌باشد. اثر پروب دستگاه بر روی نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ در شکل ۴-۳۵ مشاهده می‌شود. برای نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ مقدار سختی گزارش شده ۷۴۹ HV می‌باشد که در شکل ۴-۳۶ اثر پروب دستگاه بر روی نمونه قابل مشاهده است. میزان سختی برای نمونه سه‌تایی از سختی دو نمونه قبل بیشتر است که نشان‌دهنده افزایش سختی با افزودن هیدروکسی‌آپاتیت می‌باشد. جهت مقایسه بهتر داده‌های تست سختی در شکل ۴-۳۳ در قالب نمودار ستونی نشان داده شده است.

جدول ۴-۲۰-میزان سختی برای نمونه‌های Ti و $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ و $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$

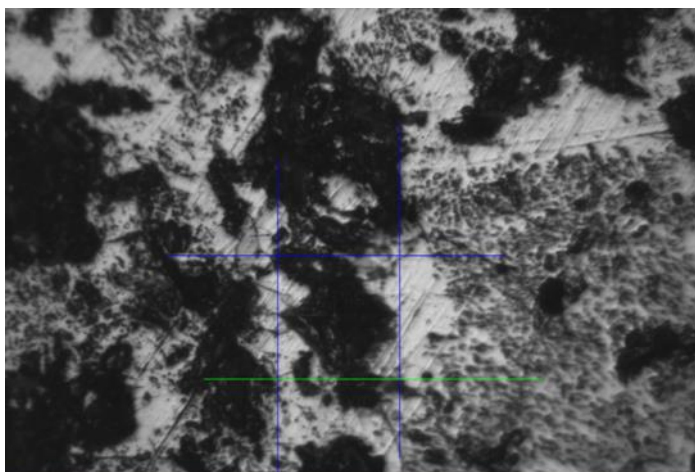
نمونه	میزان بارگذاری (gf)	سختی (GPa)	سختی (HV)
Ti	۱۰۰۰	۳/۰۷	۳۱۳
$\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$	۱۰۰۰	۵/۷۹۶	۵۹۱
$\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$	۱۰۰۰	۷/۳۴۵	۷۴۹



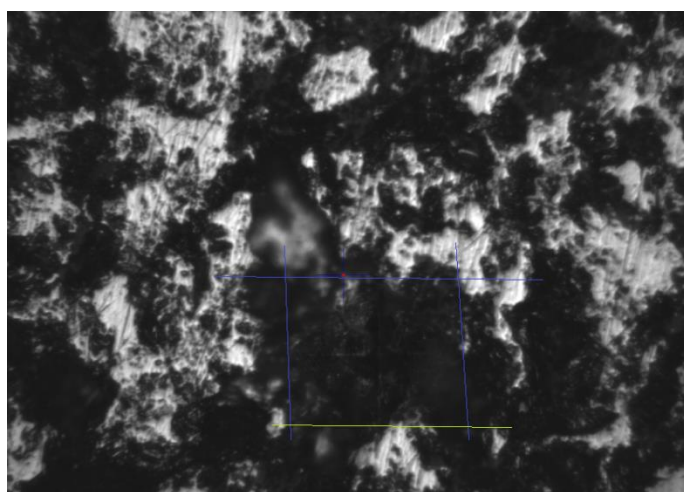
شکل ۴-۳۳-نمودار مقایسه سختی نمونه‌های مختلف.



شکل ۴-۳۴- تصویر آزمون سختی نمونه Ti.



شکل ۴-۳۵- تصویر آزمون سختی نمونه Ti-Al₂O₃.

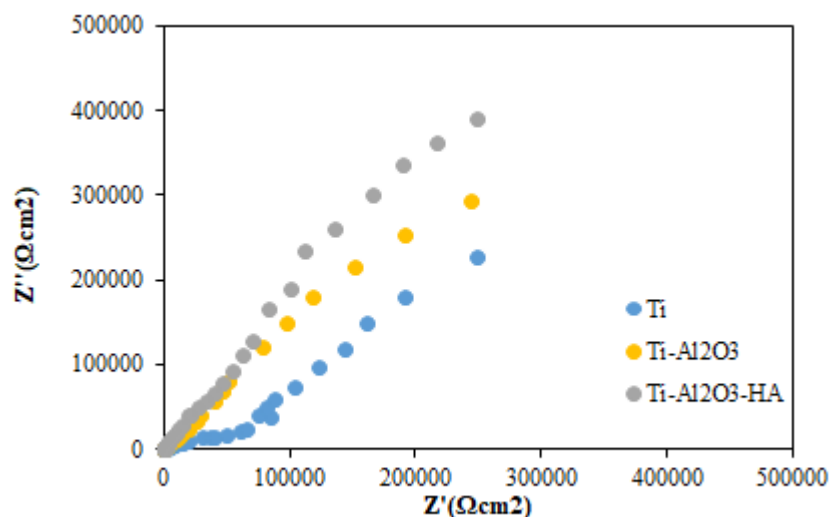


شکل ۴-۳۶- تصویر آزمون سختی نمونه Ti-Al₂O₃-HA.

۴-۶- نتایج آزمون‌های الکتروشیمیایی

۴-۶-۱- آزمون امپدانس 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 ۴-۳۷ منحنی‌های ناکوئیست حاصل از این آزمون را نشان می‌دهد. همان‌طور که در این شکل پیداست منحنی‌های ناکوئیست الکتروشیمیایی از دو نیم‌دایره کامل فشرده تشکیل شده‌اند که بیانگر رفتار خازنی سطح نمونه‌هاست [۴۵]. نتایج مشابهی توسط سایر نویسندگان روی نمونه‌های تیتانیومی به‌دست‌آمده است [۴۶].

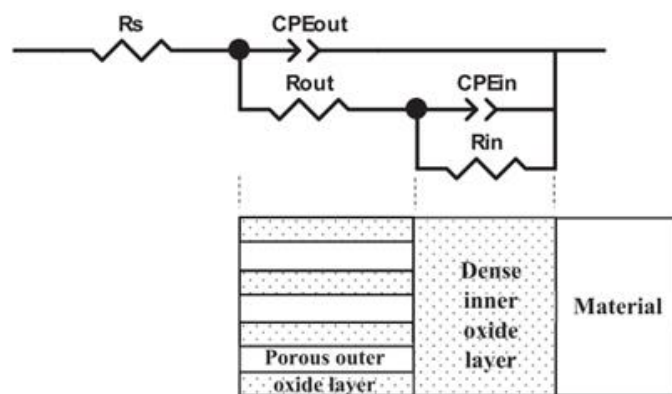


شکل ۴-۳۷- منحنی‌های ناکوئیست الکتروشیمیایی نمونه‌های مختلف در محلول رینگر.

قطر بزرگ‌تر منحنی‌های ناکوئیست الکتروشیمیایی بیانگر تشکیل فیلم پسیو و محافظ ضخیم‌تر و نفوذ ناپذیرتر است [۴۷]. بر اساس شکل ۴-۳۷ قطر نیم‌دایره نمونه Ti بعد از افزودن ۲۵٪ آلومینا افزایش یافته است. از طرف دیگر کامپوزیت سه‌تایی Ti-Al₂O₃-HA بیشترین قطر منحنی را داراست. این نتایج بیانگر تشکیل فیلم قوی‌تر و مقاومت به خوردگی بالاتر نمونه‌های کامپوزیت است. از طرفی

دیگر جایگزین شدن تیتانیوم با ذرات سرامیکی که عایق بوده و مقاومت به خوردگی بالایی دارند نقش مهمی در این رفتار نمونه‌ها دارد [۴۶،۴۸].

نتایج حاصل از امپدانس الکتروشیمیایی با مدار معادلی که توسط سایر محققین گزارش شده بود شبیه‌سازی شدند [۴۹،۵۰].



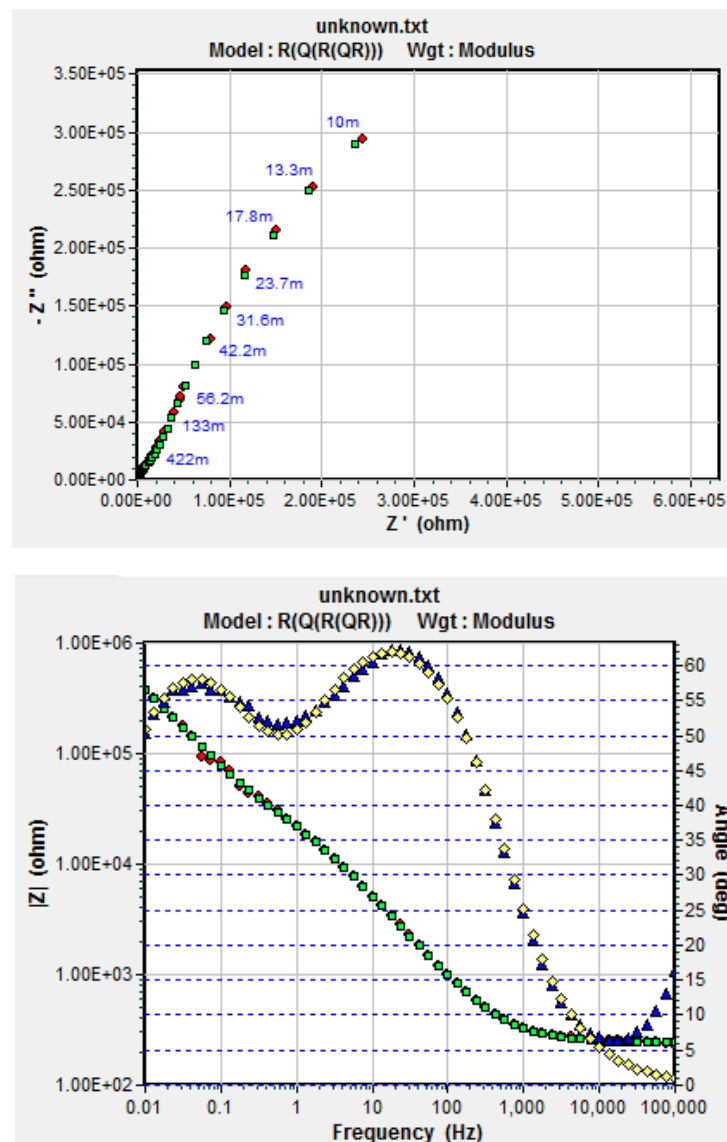
شکل ۴-۳۸- مدار معادل استفاده شده جهت شبیه‌سازی نتایج آزمون امپدانس الکتروشیمیایی.

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 ۴-۲۱ ارائه شده است.

جدول ۴-۲۱- نتایج حاصل از آزمون امپدانس الکتروشیمیایی

sample	R_s (Ωcm^2)	R_{out} ($K\Omega\text{cm}^2$)	CPE_{out} ($\mu\text{Ss}^n\text{cm}^{-2}$)	n	R_{in} ($M\Omega\text{cm}^2$)	CPE_{in} ($\mu\text{Ss}^n\text{cm}^{-2}$)	n
Ti	233	115	8.35	0.76	0.73	24.6	0.94
Ti-Al ₂ O ₃	245	44	7.75	0.77	1.11	12.7	0.78
Ti-Al ₂ O ₃ -HA	240	120	7.18	0.81	1.4	10.5	0.81

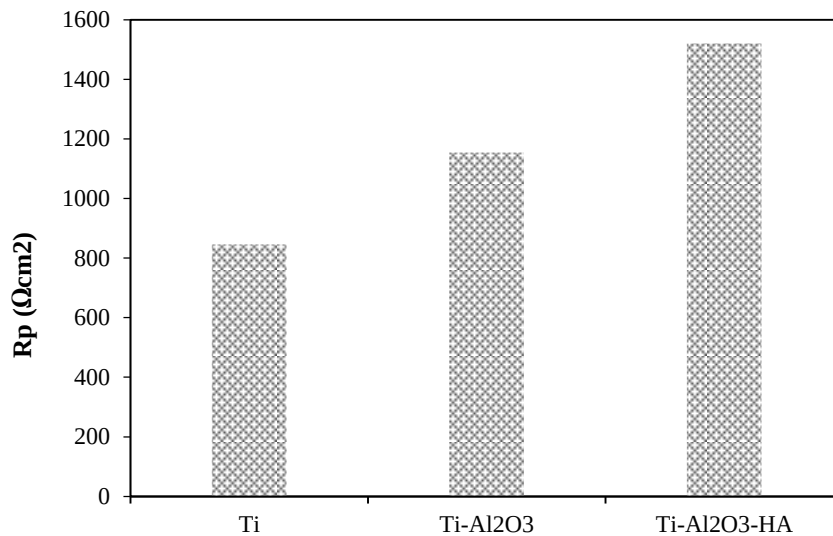
شکل ۴-۳۹ نمونه‌ای از این شیشه سازی روی کامپوزیت دوتایی $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ را نشان می‌دهد.



شکل ۴-۳۹- نتایج حاصل از آزمون و فیتینگ منحنی‌های امپدانس الکتروشیمیایی برای نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$.

نتایج نشان داده‌شده در جدول ۴-۲۱ 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 گزارش شده است [۵۰]. این مقاومت در فرکانس‌های پایین بیانگر تشکیل فیلم اکسیدی قوی روی سطح است.

شکل ۴-۴۰ نمودار تغییرات مقاومت پلاریزاسیون (R_{in} و R_{out}) برای نمونه‌های مختلف را نشان می‌دهد. همان‌طور که در این شکل پیداست در بین نمونه‌های تست‌شده، کامپوزیت سه‌تایی Ti- Al_2O_3 -HA بیشترین مقاومت پلاریزاسیونی نسبت به سایر نمونه‌ها (Ti و Ti- Al_2O_3) را نشان می‌دهد.

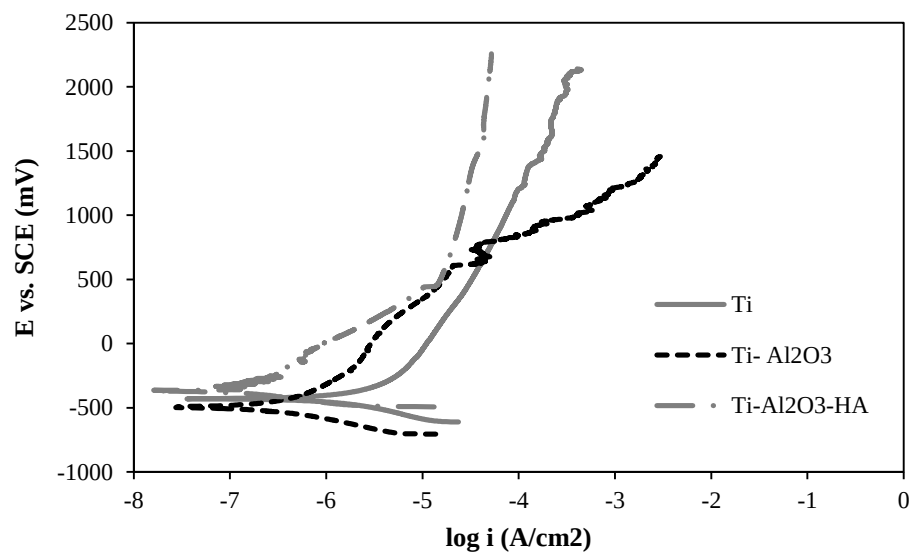


شکل ۴-۴۰- نمودار تغییرات مقاومت پلاریزاسیونی برای نمونه‌های مختلف.

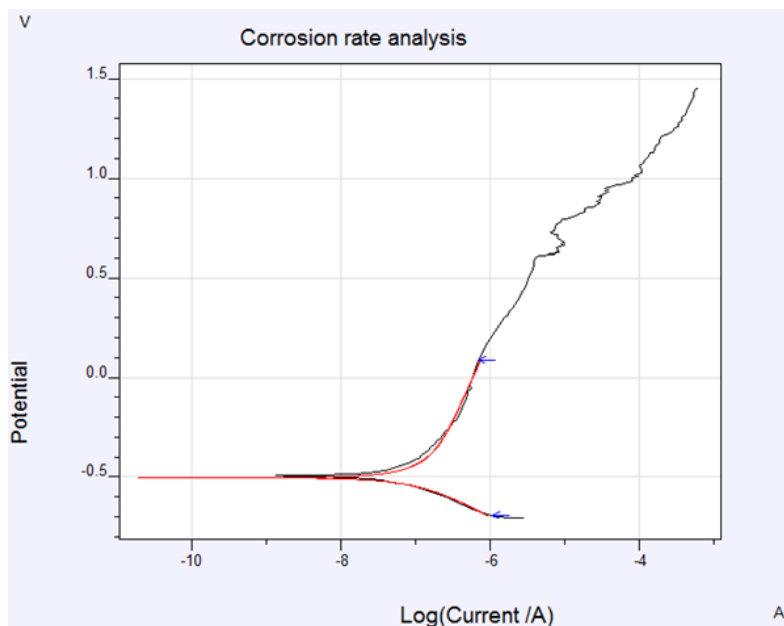
۴-۶-۲- آزمون پلاریزاسیون الکتروشیمیایی

به‌منظور بررسی رفتار الکتروشیمیایی نمونه‌های تولیدشده آزمون پلاریزاسیون الکتروشیمیایی، بعد از آزمون امپدانس الکتروشیمیایی و یک ساعت غوطه‌وری نمونه‌ها در محلول رینگر انجام شد. منحنی‌های پلاریزاسیون مربوط به نمونه تیتانیوم و دو کامپوزیت تهیه‌شده در شکل ۴-۴۱ نشان داده‌شده است. همان‌طور که در این شکل پیداست در شاخه آندی در ابتدا افزایش دانسیته جریان با افزایش ولتاژ اعمال‌شده و سپس یک دانسیته جریان تقریباً ثابت مشاهده شد که بیانگر رفتار پسیواسیون نمونه‌های مختلف است. بر اساس این شکل با افزایش آلومینا به تیتانیوم منحنی پلاریزاسیون الکتروشیمیایی به سمت چپ انتقال پیدا کرده است از طرفی دیگر کامپوزیت سه‌تایی نسبت به سایر منحنی‌ها کمترین دانسیته جریان خوردگی را داشته و در چپ‌ترین قسمت نمودار قرار دارد. جهت بررسی دقیق‌تر این منحنی‌ها با نرم‌افزار مورد آنالیز قرار گرفتند. نمونه‌ای از این آنالیز در

شکل ۴-۲ و نتایج حاصل از آن در جدول ۴-۲۲ ارائه شده است. بر اساس این جدول دانسیته جریان خوردگی با افزایش ۲۵٪ آلومینا به تیتانیوم از 1271 nA/cm^2 به 326 nA/cm^2 کاهش پیدا کرده است و با افزایش هیدروکسی آپاتیت به این نمونه و تشکیل کامپوزیت سه تایی دانسیته جریان خوردگی به 126 nA/cm^2 کاهش پیدا کرده است. در ضمن افزایش آلومینا و هیدروکسی آپاتیت به تیتانیوم مقدار پتانسیل خوردگی تغییرات یکنواختی از خود نشان نداد.



شکل ۴-۴- منحنی‌های پلاریزاسیون نمونه‌های مختلف در محلول رینگر.



شکل ۴-۲۲- آنالیز منحنی پلاریزاسیون نمونه $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$.

جدول ۴-۲۲- نتایج حاصل از آنالیز منحنی‌های پلاریزاسیون الکتروشیمیایی

Sample	i_{corr} (nA/cm^2)	E_{corr} (mV)
Ti	1271	-459
$\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$	326	-503
$\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$	126	-410

۴-۷- نتایج آزمون MTT

تست MTT برای نمونه‌های Ti، $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3$ و $\text{Ti-Al}_2\text{O}_3\text{-HA}$ و برای هر نمونه ۳ بار انجام شد و نتایج

برای تست در ۲۴ ساعت در جدول ۴-۲۳ و برای تست در ۷۲ ساعت در

جدول ۴-۲۴ نشان داده شده است. برای درک بهتر میانگین مقادیر اندازه‌گیری شده نیز در نمودارها

لحاظ شد. همانطور که از نتایج تست MTT برای نمونه‌ها در مدت ۲۴ ساعت در شکل ۴-۴۳ مشاهده

می‌شود میزان جذب نوری برای نمونه‌ها اختلاف بسیار اندکی دارد و مقدار میانگین آن‌ها بسیار

نزدیک به هم است. میزان جذب نوری در نمونه سه تایی در بیشترین مقدار و برای نمونه‌های تیتانیوم

خالص و دوتایی به ترتیب مقدار کمتری دارد. میزان جذب نوری در مدت زمان ۷۲ ساعت نسبت به مدت زمان ۲۴ ساعت افزایش داشته است و مشابه تست در مدت زمان ۲۴ ساعت اعداد بدست آمده بسیار نزدیک به هم هستند. میزان جذب نوری برای نمونه سه تایی افزایش بیشتری نسبت به نمونه سه تایی در مدت زمان ۲۴ ساعت داشته است. میزان جذب در نمونه سه تایی در بیشترین مقدار و برای نمونه‌های تیتانیوم خالص و دوتایی به ترتیب مقدار کمتری دارند که نتایج در شکل ۴-۴۴ نشان داده شده است. ۴ ستون آخر مربوط به چاهک‌های Blank می باشد که کنترل مثبت در نظر گرفته شده است. میزان جذب نوری برای هر نمونه با تعداد سلول‌هایی که از نظر متابولیک فعال هستند (سلول‌های زنده) ارتباط مستقیم دارد.

جدول ۴-۲۳- نتایج حاصل از تست MTT در ۲۴ ساعت

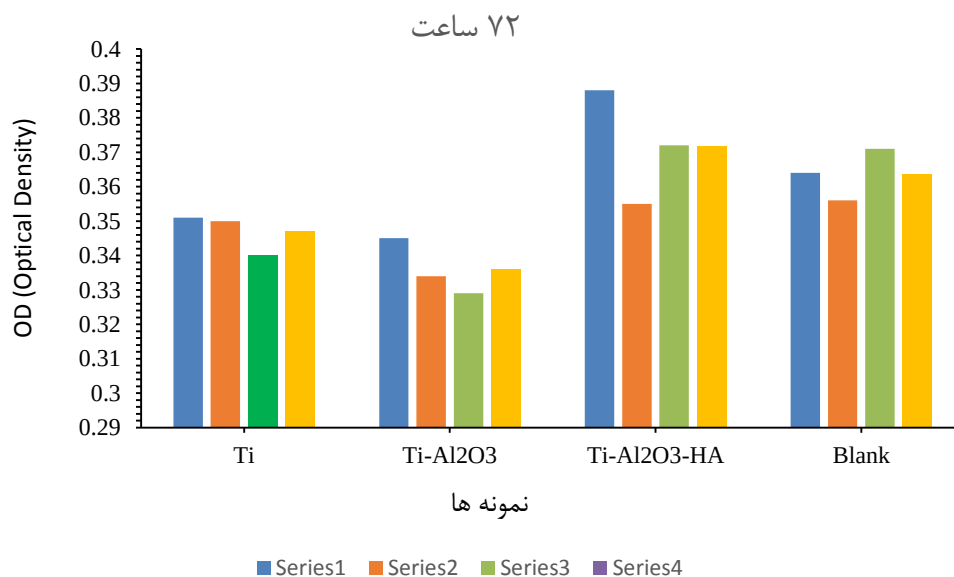
نمونه ها	۱	۲	۳	میانگین
Ti	۰/۲۲۳	۰/۲۴۵	۰/۲۲۷	۰/۲۳۱۶
Ti-Al ₂ O ₃	۰/۲۵	۰/۲۳۹	۰/۲۵۲	۰/۲۴۷
Ti-Al ₂ O ₃ -HA	۰/۲۴۴	۰/۲۶۸	۰/۲۵۹	۰/۲۵۷
Blank	۰/۲۴۶	۰/۲۶۷	۰/۲۵۲	۰/۲۵۵

جدول ۴-۲۴- نتایج حاصل از تست MTT در ۷۲ ساعت

نمونه ها	۱	۲	۳	میانگین
Ti	۰/۳۴۵	۰/۳۳۴	۰/۳۲۹	۰/۳۳۶
Ti-Al ₂ O ₃	۰/۳۵۱	۰/۳۵	۰/۳۴	۰/۳۴۷
Ti-Al ₂ O ₃ -HA	۰/۳۸۸	۰/۳۵۵	۰/۳۷۲	۰/۳۷۱
Blank	۰/۳۶۴	۰/۳۵۶	۰/۳۷۱	۰/۳۶۳



شکل ۴-۴۳- میزان دانسیته نوری (OD) نمونه ها در ۲۴ ساعت.



شکل ۴-۴۴- میزان دانسیته نوری (OD) نمونه ها در ۷۲ ساعت.

با توجه به میانگین جذب نوری برای نمونه‌ها و جذب نوری چاهک های Blank درصد زنده ماندن سلول‌ها از فرمول زیر محاسبه شده و در جدول ۴-۲۵ و

جدول ۴-۲۶ نشان داده شده است. اگر درصد زنده ماندن سلول‌ها بیش از ۷۰٪ باشد ماده مورد آزمون زیست سازگار است [۱۳].

$$V_{iab} = \frac{OD_e}{OD_b} \times 100 \quad (۴-۱)$$

✓ V_{iab} : درصد زنده ماندن سلول‌ها

✓ OD_e : میانگین دانسیته نوری نمونه

✓ OD_b : میانگین دانسیته نوری Blank

جدول ۴-۲۵- درصد زنده ماندن سلول‌ها برای نمونه‌ها و Blank در ۲۴ ساعت

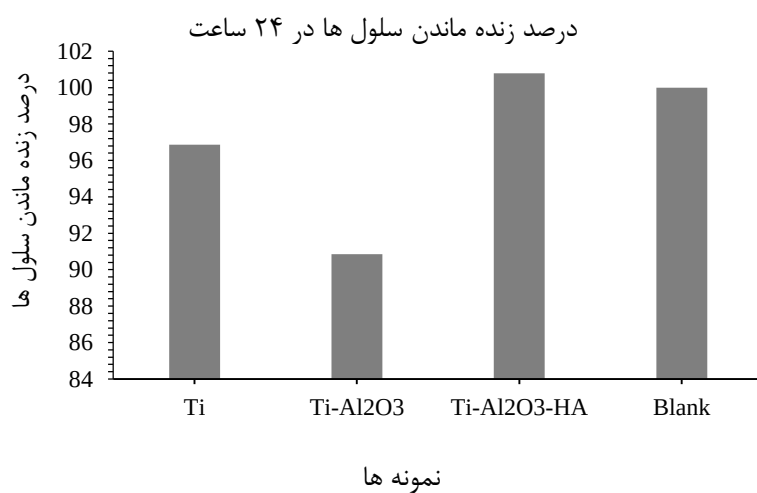
نمونه‌ها	میانگین دانسیته نوری	درصد زنده ماندن سلول‌ها
Ti	۰/۲۴۷	۹۶/۸۶
Ti-Al ₂ O ₃	۰/۲۳۱	۹۰/۸۴
Ti-Al ₂ O ₃ -HA	۰/۲۵۷	۱۰۰/۷۴
Blank	۰/۲۵۵	۱۰۰

جدول ۴-۲۶- درصد زنده ماندن سلول‌ها برای نمونه‌ها و Blank در ۷۲ ساعت

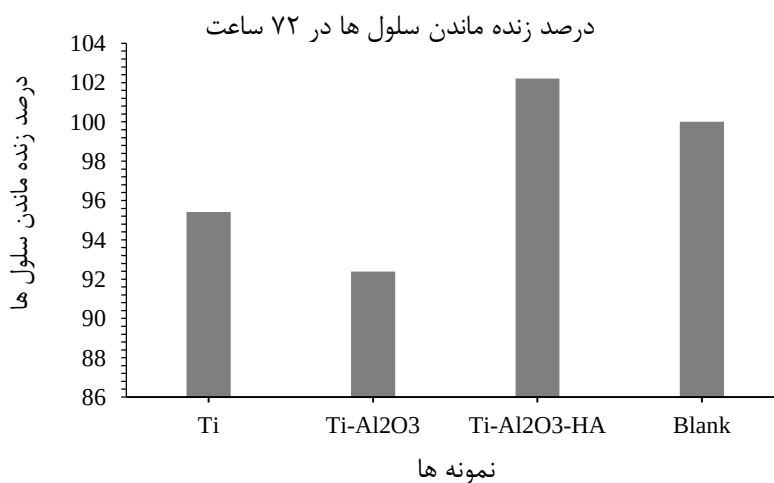
نمونه‌ها	میانگین دانسیته نوری	درصد زنده ماندن سلول‌ها
Ti	۰/۳۴۷	۹۵/۴۱
Ti-Al ₂ O ₃	۰/۳۳۶	۹۲/۳۹
Ti-Al ₂ O ₃ -HA	۰/۳۷۱	۱۰۲/۱۹
Blank	۰/۳۶۳	۱۰۰

با توجه به نتایج نشان داده شده در دو جدول بالا درصد زنده ماندن سلول‌ها بسیار رضایت بخش بوده و در تمام موارد بیش از ۹۰٪ سلول‌ها در مجاورت نمونه‌ها زنده مانده اند. درصد زنده ماندن سلول‌ها برای نمونه سه تایی در بالاترین میزان قرارداد و برای نمونه تیتانیوم خالص از نمونه دوتایی بهتراست. برای نمونه سه تایی میزان زنده ماندن سلول‌ها از چاهک های حاوی Blank بیشتر است که نشان

دهنده زیست سازگاری بسیار عالی نمونه سه تایی می‌باشد. زیست سازگاری برای نمونه‌های تیتانیوم خالص و نمونه دوتایی نیز مورد قبول است. برای مقایسه بهتر میزان زنده ماندن سلول‌ها در نمونه‌های مختلف نمودار ستونی در شکل ۴-۴۵ و شکل ۴-۴۶ نشان داده شده است. مرگ سلولی برای نمونه تیتانیوم خالص حدود ۵٪ و برای نمونه دوتایی حدود ۸٪ بدست آمد.



شکل ۴-۴۵- درصد زنده ماندن سلول‌ها در ۲۴ ساعت.



شکل ۴-۴۶- درصد زنده ماندن سلول‌ها در ۷۲ ساعت.

فصل پنجم: نتیجه گیری

نمونه‌های ساخته‌شده از مواد اولیه تیتانیوم آلومینا، هیدروکسی آپاتیت ساخته‌شده به روش تف جوشی پلاسمای جرقه‌ای با ترکیب‌های $Ti-Al_2O_3$ و $Ti-Al_2O_3-HA$ ساخته شدند و مورد آزمون‌های پراش پرتو ایکس، میکروسکوپ الکترونی روبشی، سنجش دانسیته، آزمون خوردگی، آزمون MTT قرار گرفتند که نتایج آزمون‌ها در فصل چهارم بیان‌شده است. در این فصل به آنالیز نتایج هر آزمون و نتیجه‌گیری کلی خواهیم پرداخت.

✓ با مشاهده نتایج حاصل از میکروسکوپ الکترون روبشی برای نمونه سینتر شده در دمای $1200^{\circ}C$ ، حفراتی بر روی سطح نمونه مشاهده شد که نشان‌دهنده عدم تف جوشی مناسب و نرسیدن به چگالی مطلوب است. از این رو جهت بهبود چگالی، دمای فرآیند ساخت را از $1200^{\circ}C$ به $1300^{\circ}C$ افزایش دادیم. همان‌طور که مشاهده شد با افزایش میزان دما، تف جوشی بهتر صورت گرفته و میزان حفرات روی سطح مطابق با تصاویر حاصل از آنالیز میکروسکوپ روبشی کاهش زیادی داشته است.

✓ با سنجش دانسیته برای نمونه‌های ساخته‌شده مشاهده شد که اختلاف دانسیته تئوری و دانسیته اندازه‌گیری شده در نمونه‌های سینترشده در دمای $1300^{\circ}C$ نسبت به نمونه‌های سینتر شده در دمای $1200^{\circ}C$ بهبود داشته و تخلخل کمتری در سطح نمونه‌های سینتر شده در دمای $1300^{\circ}C$ دیده شد.

✓ میزان استحکام فشاری در نمونه‌ی $Ti-Al_2O_3$ $2429/92$ MPa بدست آمد و با افزایش آلومینا برای نمونه $Ti-Al_2O_3$ مقدار استحکام فشاری $244/62$ MPa شد. برای نمونه سه تایی $Ti-Al_2O_3-HA$ با افزودن هیدروکسی آپاتیت میزان استحکام فشاری نسبت به نمونه دوتایی بهبود پیدا کرد و به میزان $699/94$ MPa رسید.

✓ با توجه به نتایج تست سختی مشاهده شد سختی برای نمونه تیتانیوم خالص نسبت به دو

نمونه کامپوزیت شده مقدار کمتری دارد. با افزودن آلومینا و هیدروکسی آپاتیت به تیتانیوم

سختی بهبود یافته و برای نمونه سه تایی به بیشترین میزان خود رسید.

✓ نتایج تست خوردگی نشان داد که دانسیته جریان خوردگی با افزایش ۲۵٪ آلومینا به تیتانیوم

از 1271 nA/cm^2 به 326 nA/cm^2 کاهش پیدا کرده است و با افزایش هیدروکسی آپاتیت به

این نمونه و تشکیل کامپوزیت سه تایی دانسیته جریان خوردگی به 126 nA/cm^2 کاهش یافته

است.

✓ نتایج تست MTT بیانگر این بود که نمونه سه تایی زیست سازگاری بالاتری نسبت به نمونه

دوتایی و تیتانیوم خالص دارد و میزان مرگ سلولی در نمونه دوتایی بیشتر از نمونه تیتانیوم

خالص است. نتایج نشان می دهد افزودن هیدروکسی آپاتیت سبب بهبود زیست سازگاری در

نمونه سه تایی شده است.

۵-۱- پیشنهاد پژوهش های آینده

در آینده پیشنهاد می شود به مطالعه کامپوزیت های ساخته شده با استفاده از روش تف جوشی

پلاسمای جرقه ای و استفاده از مواد تیتانیوم، آلومینا، هیدروکسی آپاتیت با درصدهای متفاوت و ساخت

نمونه های بیشتر به درصد بهینه ای با توجه به خواص نمونه ها پرداخته شود. همچنین با تغییر در

سطح قطعات و افزایش زبری سطحی با روش های مختلف تست های بیشتری مانند زبری سطحی و

بررسی رفتار زبری سطح و چسبندگی سلولی نیز می تواند صورت گیرد.

- [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>.
- [2] A. Warreth, N. Ibeyou, 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>.
- [3] M. Noronha Oliveira, W.V.H. Schunemann, M.T. Mathew, B. Henriques, R.S. Magini, W. Teughels, J.C.M. Souza, Can degradation products released from dental implants affect peri-implant tissues?, *J. Periodontal Res.* 53 (2018) 1–11. <https://doi.org/10.1111/jre.12479>.
- [4] 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>.
- [5] C.B.C. Alves, M.N. Segurado, M.C.L. Dorta, F.R. Dias, M.G. Lenza, M.A. Lenza, Evaluation of cytotoxicity and corrosion resistance of orthodontic mini-implants, *Dental Press J. Orthod.* 21 (2016) 39–46. <https://doi.org/10.1590/2177-6709.21.5.039-046.oar>.
- [6] 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>.
- [7] E. Buza, M. Dizdar, Cmbebi 2017, 62 (2017).
<https://doi.org/10.1007/978-981-10-4166-2>.
- [8] D. Velmurugan, A. Masilamani Santha, S. Gaurishankar Sarate, Dental Implant Materials, Implant Design, and Role of Fea- a Brief Review, J. Evol. Med. Dent. Sci. 6 (2017) 3487–3492.
<https://doi.org/10.14260/jemds/2017/753>.
- [9] A. Gunay, B. Sagbas, M.N. Durakbasa, Importance of measurement parameters for the dental implant surface characterization, Acta Phys. Pol. A. 125 (2014) 484–487.
<https://doi.org/10.12693/APhysPolA.125.484>.
- [10] N. Qosim, S. Supriadi, A.S. Saragih, Y. Whulanza, Surface treatments of Ti-alloy based bone implant manufactured by electrical discharge machining, Ing. y Univ. 22 (2018).
<https://doi.org/10.11144/Javeriana.iyu22-2.sttb>.
- [11] G. Zonfrillo, F. Pratesi, Mechanical strength of dental implants, J. Appl. Biomater. Biomech. 6 (2008) 110–118.
<https://doi.org/10.1177/228080000800600207>.
- [12] P.E. Murray, C. García Godoy, F. García Godoy, How is the biocompatibility of dental biomaterials evaluated?, Med. Oral Patol. Oral Cir. Bucal. 12 (2007).
- [13] M. Assad, N. Jackson, Biocompatibility Evaluation of Orthopedic Biomaterials and Medical Devices: A Review of Safety and Efficacy Models, Elsevier, 2018. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-801238-3.11104-3>.

- [14] I.M. Ulfah, K. Gibran, B.M. Bachtiar, M. Ibadurrohman, S. Slamet, MODIFICATION of Ti-6Al-4V ALLOYS for DENTAL IMPLANT and ITS CAPACITY to GROW HUMAN OSTEOBLAST ATCC, Biomed. Eng. - Appl. Basis Commun. 31 (2019) 1–9. <https://doi.org/10.4015/S1016237219500479>.
- [15] R. Article, EC DENTAL SCIENCE Review Article, 2 (2016) 758–766.
- [16] S. Chandar, R. Kotian, P. Madhyastha, S. Kabekkodu, P. Rao, In vitro evaluation of cytotoxicity and corrosion behavior of commercially pure titanium and Ti-6Al-4V alloy for dental implants, J. Indian Prosthodont. Soc. 17 (2017) 35–40. <https://doi.org/10.4103/0972-4052.197936>.
- [17] D.W. Jung, H.J. Kim, N.S. Choi, Aluminum-GFRP hybrid square tube beam reinforced by a thin composite skin layer, Compos. Part A Appl. Sci. Manuf. 40 (2009) 1558–1565. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2009.06.015>.
- [18] B. Kartick, S.K. Srivastava, I. Srivastava, Green synthesis of graphene, J. Nanosci. Nanotechnol. 13 (2013) 4320–4324. <https://doi.org/10.1166/jnn.2013.7461>.
- [19] 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>.
- [20] ISO 8894-2, International Standard International Standard, 61010-1 © Iec2001. 2006 (2006) 13.
- [21] C. Gardin, L. Ferroni, E. Bressan, J.L. Calvo-Guirado, M. Degidi, A.

- Piattelli, B. Zavan, Adult stem cells properties in terms of commitment, aging and biological safety of grit-blasted and Acid-etched ti dental implants surfaces., *Int. J. Mol. Cell. Med.* 3 (2014) 225–36.
<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/25635249>
<http://www.pubmedcentral.nih.gov/articlerender.fcgi?artid=PMC4293610>.
- [22] 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>.
- [23] C. Han, Q. Wang, B. Song, W. Li, Q. Wei, S. Wen, J. Liu, Y. Shi, Microstructure and property evolutions of titanium/nano-hydroxyapatite composites in-situ prepared by selective laser melting, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 71 (2017) 85–94. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2017.02.021>.
- [24] 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>.
- [25] A.A. Madfa, Alumina Ceramic for Dental Applications: A Review Article., *Am. J. Mater. Res.* (2014).
- [26] 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>.

- [27] S. Paz, N. Marcus, V. Americano, 4-Axis CNC Milling Machine for Production of Dental Prosthesis 4-Axis CNC Milling Machine for Production of Dental Prosthesis, (2020). <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.22965.50403>.
- [28] M. Kuruvilla, T.S. Srivatsan, M. Petraroli, L. Park, An investigation of microstructure, hardness, tensile behaviour of a titanium alloy: Role of orientation, Sadhana - Acad. Proc. Eng. Sci. 33 (2008) 235–250. <https://doi.org/10.1007/s12046-008-0017-2>.
- [29] J. Idris, M.A. Kabir, Powder Metallurgy Development For The Production Of Metal Matrix Composite, (2001) 921–931. https://doi.org/10.1142/9789812811431_0108.
- [30] 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>.
- [31] 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>.
- [32] خادمی داود، باباخانی ابوالفضل، بررسی خواص مکانیکی کامپوزیت $Al-Al_2O_3$ تولید شده به روش پلاسمای جرقه ای (SPS)، مجله مواد نوین. ۷ (۱۳۹۵) ۴۹–۵۷.
- [33] 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>.
- [34] Y.F. Yang, M. Qian, 13-Spark-plasma-sintering-and-hot-pressing-of-

- titanium-and-titanium-alloys_2015_Titanium-Powder-Metallurgy, Elsevier Inc., 2015. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-800054-0/00013-7>.
- [35] A. Sabahi Namini, M. Azadbeh, M. Shahedi Asl, Effect of TiB₂ content on the characteristics of spark plasma sintered Ti–TiB_w composites, *Adv. Powder Technol.* 28 (2017) 1564–1572. <https://doi.org/10.1016/j.appt.2017.03.028>.
- [36] 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](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(17)60097-9).
- [37] 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>.
- [38] 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>.
- [39] N. Omid, 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>.
- [40] F. Li, X. Jiang, Z. Shao, D. Zhu, Z. Luo, Research progress regarding interfacial characteristics and the strengthening mechanisms of

- titanium alloy/Hydroxyapatite composites, *Materials* (Basel). 11 (2018). <https://doi.org/10.3390/ma11081391>.
- [41] 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>.
- [42] N. Geoffroy, Alumina-Titanium Functionally Graded Composites produced by Spark Plasma Sintering, *J. Mater. Process. Tech.* (2017). <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.11.004>.
- [43] 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>.
- [44] 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>.
- [45] 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>.
- [46] 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>.

- [47] 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.
- [48] 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>.
- [49] 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>.
- [50] 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>.

Abstract

Today dental implants are one of the best methods in treatment of lost teeth. A dental implant is a metal screw especially made of titanium alloy that is inserted into the jawbone by a dentist as the root of the tooth and a crown is placed on it. The materials used are one of the important factors in the stability and lifelong treatment and the persistence of teeth in the long term. Mechanical and biocompatibility properties of implants are affected by the manufacturing method and surface conditions and material of the implants. Here, pure titanium samples and Ti-Al₂O₃ and Ti-Al₂O₃-HA composites were first fabricated by spark plasma sintering at 1200 °C and 1300 °C and 40 MPa pressure for 5 minutes. Titanium-Alumina-Nano hydroxyapatite composite made by spark plasma sintering (SPS) method for dental implant application, in order to investigate mechanical and biocompatibility properties density, hardness, pressure, corrosion and MTT tests. The results showed that by increasing the sintering temperature from 1200 C to 1300°C the density of the samples increases and the apparent porosity decreases for making Ti-Al₂O₃ and Ti-Al₂O₃-HA composites. Adding alumina and hydroxyapatite to titanium also improves corrosion resistance. Hardness has improved in samples containing alumina and hydroxyapatite ceramics compared to pure titanium. The compressive strength of titanium is at its highest rate and the compressive strength of Ti-Al₂O₃-HA is improved compared to Ti-Al₂O₃. According to the results of MTT test, the Ti-Al₂O₃-HA sample has the highest biocompatibility among the samples and for the pure titanium sample and the binary sample, the biocompatibility has decreased, respectively. Addition of hydroxyapatite has improved biocompatibility and the survival rate of cells in the presence of composites containing hydroxyapatite has been very satisfactory.

Keywords: dental implants, hydroxyapatite, spark plasma sintering, SPS, MTT, compressive strength, corrosion



Shahrood University of Technology

Faculty of Chemical and Materials Engineering

M.Sc Thesis in composite Engineering

Investigation of Titanium-nano Hydroxyapatite-Alumina Composite Properties Fabricated by Spark Plasma Sintering for Dental Applications

By : mahya mohamadtaheri

Supervisors:

Ph.D. Arash Yazdani

Ph.D. Mansor Bozorg

Advisor:

Ph.D. Majid Salehi

October 2020