

Fabrication of Titanium-Silver porous dental implant using spark plasma sintering method

Golsa Mousavi¹, *Jafar Javadpour², Bijan Eftekhari Yekta³, Hasan Saghafian⁴

- 1- PhD candidate, School of Metallurgical and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran.
- 2- Professor, Ceramic group, School of Metallurgical and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran. javadpourj@iust.ac.ir, (+98)9121254423.
- 3- Professor, Ceramic group, School of Metallurgical and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran.
- 4- Professor, industrial metallurgy group, School of Metallurgical and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran.

Citation: Mousavi G, Javadpour J, Eftekhari Yekta B, asan Saghafian H. Fabrication of Titanium-Silver porous dental implant using spark plasma sintering method. Metallurgical Engineering 2022: 24(4): 310-324 http://dx.doi.org/10.22076/ME.2023.561603.1366

doj : http://dx.doi.org/10.22076/ME.2023.561603.1366

ABSTRACT

Dental implants are one of the most common treatments in dentistry and Titanium is one of the most widely used materials to make a dental implant. Silver is also a good choice because of its antibacterial properties and reduced risk of infection after surgery. But a dental implant should have a lower Young modulus than the jawbone to prevent stress shielding. One way to reduce the Young modulus is to create porosity. The aim of this study was to make a Titanium-Silver dental implant using spark plasma sintering (SPS) method with 20-25% porosity. For this purpose, parts were made with Ti -1wt.% Ag and Ti -3wt.% Ag, under temperatures of 900 °C and 850 °C and pressures of 10 MPa and 30 MPa. Results of XRD and SEM showed that the samples had alpha-Titanium microstructure with pore size of less than 100 microns with spherical morphology. Also, the sample made at 850 °C and 10 MPa is the best sample because it has 20-25% porosity and compressive strength close to the jawbone, compared to other samples. Statistical data and modeling in Design Expert software showed that porosity increases with decreasing temperature and pressure; but decreasing temperature is more effective in creating pores. According to the three-dimensional diagrams, it can be concluded that, the highest porosity, while maintaining the mechanical properties, was obtained at a temperature of 850 °C, pressure of 10 MPa and 1% Silver.

Keywords: Titanium, Silver, Dental implants, Spark Plasma Sintering.

Received: 6 September 2022 Accepted: 29 April 2023

* Corresponding Author:

Jafar Javadpour, PhD

Address: Ceramic group, School of Metallurgical and Materials Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran. Tel: +98 (9121254423) E-mail: javadpourj@iust.ac.ir





ساخت کاشتنی دندانی متخلخل از جنس تیتانیم-نقره به روش تفجوشی به کمک جرقه پلاسما

گلسا موسوی'، *جعفر جوادپور'، بیژن افتخاری یکتا"، حسن ثقفیان ٔ

۱- دانشجوی دکتری رشته سرامیک، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران ، ایران. ۲- استاد گروه سرامیک، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران. ۳- استاد گروه سرامیک، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران، ۴- استاد گروه متالورژی صنعتی، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، تهران.

چکیدہ

کاشتنیهای دندانی جزو درمانهای متداول دندانپزشکی است و تیتانیم یکی از مواد پر کاربرد در این زمینه محسوب می شود. نقره نیز به دلیل داشتن خاصیت آنتیباکتریایی و کاهش احتمال عفونت پس از جراحی، یکی از گزینههای مطلوب است. اما یک کاشتنی دندانی باید مدول یانگ کمتر و یا در محدوده استخوان فک داشته باشد تا پدیده محافظت تنشی اتفاق نیفتد. یکی از رادهای کاهش مدول یانگ، ایجاد تخلخل است. هدف از این تحقیق، ساخت کاشتنی دندانی از جنس تیتانیم- نقره، به روش تف جوشی به کمک جرقه پلاسما (SPS) و با ۲۰–۲۵ درصد تخلخل است. برای این منظور، قطعاتی با ترکیب Ti-1wt.%A و Ti-1wt.%A و ۲۵ مه و ۲۵ مرا و ۲۵ میلی ۲۰ مول مگاپاسکال و ۳۰ مگاپاسکال ساخته شدند. نتایج SRD د SRD یا SR یا داری ریز ساختار آلفا تیتانیم به همراه حفرههایی در مرز، با اندازه کمتر از ۲۰۰ میکرون و با مورفولوژی کروی بودند. همچنین، نمونه ساخته شده تحت دمای ۲۵ م۸۰ و فشار ۱۰ مگاپاسکال دارای تخلخلی در حدود ۲۰ ماهای ۲۰ ماه و فشاری نزدیکتری به استخوان فک داشت. دادههای آماری و مدال ای منظور، قطعاتی نا ترکیب Boig تعالیم به همراه حفرههایی در مرز، با اندازه کمتر از ۲۰۰ میکرون و با در ایز از دریکتری به استخوان فک داشت. دادهای آماری و مدال ۱۰ مگاپاسکال دارای تخلخلی در حدود ۲۰–۲۵ درصد بود و نسبت به سایر نمونهها استحکام در ایجاد تخلخل تأثیر گذارتر است. دادهای آماری و مدل سازی در نرمافزار Design Expert نمان داد که با کاهش دما و فشار، تخلخل افزایش می یابد؛ اما کاهش دما در ایجاد تخلخل تأثیر گذارتر است. با توجه به نمودارها می توان نتیجه گرفت که بیشترین تخلخل، با حفظ خواص مکانیکی کاشتنی، در دمای ۲۰ مال داری می ای در ایم در ایجاد تخلی می در مای کرد می می است کاری در در می کردی و یا در در ایجاد تخلی گذار تراست. در مای کاری در در مای در در می کاری در در مان در می می در در مان داد که بیشترین تخلی با در در می در می مراد خوان می در دمانی در درمان داره می در در می ک و یک در در در می می می میزان در درمافزار کاری در درمافزار کاری در در مان داد که با کاهش دما و فشار، تخلخل افرای می در در می ۲۰ می در در در مان داد می در در می می در در مان داد می می در در مان مان داره می در در مان داد که بیشترین می در در می می در در می می در در می در م

واژههای کلیدی: تیتانیم، نقره، کاشتنی دندانی، تفجوشی به کمک جرقه پلاسما.

دریافت: ۱۴۰۱/۰۶/۱۵ پذیرش: ۱۴۰۲/۰۲/۰۹

۱. مقدمه

امروزه، از دست رفتن دندان در اثر کهولت سن، بیماریهای دهان و دندان و نیز حادثه، امری است که استفاده از کاشتنیهای دندانی را به عنوان یک درمان قابل قبول، اجتناب ناپذیر کرده است. در صورت بی دندانی و درمان نکردن آن، بافت استخوانی اطراف دندان دچار تحلیل شده و همچنین سیستم جویدن تضعیف می گردد. بنابراین، استفاده از کاشتنیهای دندانی، درمانی متعارف و قابل قبول برای بی دندانی است [۱ و ۲]. موادی که در ساخت کاشتنیهای دندانی مورد استفاده قرار مقاومت به خوردگی و زیست سازگاری داشته باشند [۳ و ۴]. مقاومت به خوردگی و زیست سازگاری داشته باشند [۳ و ۴]. که گزینه بسیار مناسبی برای ساخت کاشتنیهای دندانی

میباشد $[Y-\Delta]$. تاکنون آلیاژهای گوناگونی از تیتانیم برای ساخت کاشتنیهای دندانی در تحقیقات مورد بررسی قرار گرفتهاند. یکی از آلیاژهای پیشنهاد شده، آلیاژ تیتانیم- نقره است. نقره به دلیل داشتن خاصیت آنتیباکتریایی، کاهش احتمال عفونت پس از جراحی و نیز خواصی مثل قابلیت ماشینکاری خوب، مقاومت به خوردگی خوب، دمای ذوب کم و نیز قابلیت ترشوندگی بین نقره و تیتانیم یکی از گزینههای مطلوب است [11-A]. لازم به ذکر است که مدول یانگ یک کاشتنی دندانی باید در محدوده مدول یانگ استخوان فک باشد تا پدیده محافظت تنشی^۱ اتفاق نیفتد و استخوان به مرور زمان دچار تحلیل نشود. همچنین، اگر کاشتنی متخلخل

^{1.} Stress Shielding

^{......}

^{*} نویسنده مسئول:

دكتر جعفر جوادپور

نشانی: تهران، دانشگاه علم و صنعت ایران، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی. تلفن: (۹۱۲۱۲۵۴۴۲۳) ۹۸+ پست الکترونیکی: javadpourj@iust.ac.ir



باشد، علاوه بر كاهش مدول يانگ، موجب افزايش ميزان استخوانسازی و بازسازی مجدد استخوان، به واسطه عبور خون و مواد غذایی، نیز می گردد. برای اینکه مدول یانگ كاشتنى شبيه به استخوان فك شود بايد ميزان تخلخل آن نزدیک به میزان تخلخل استخوان فک باشد. ولی مسئله مهم این است که این تخلخلها در افراد مختلف و بین زن و مرد متفاوت است. همچنین، با افزایش سن نیز میزان تخلخل و اندازه خلل و فرج تغییر می کند. بنابراین، نمی توان اندازه حفرهها و میزان تخلخل مشخصی را برای کاشتنی ذکر کرد. لذا استانداردی برای اندازه حفرهها وجود ندارد و این عامل بستگی به کاربرد قطعه و محل قرار گیری آن دارد [۱۲]. با توجه به اندازه سلولها، بهتر است حداقل اندازه حفرهها ۱۰۰ μm باشد. تحقیقات و آزمایشهای درون تنی نشان داده است که برای داشتن استخوانسازی بیشتر، بهتر است اندازه حفرهها بیشتر از ۳۰۰ μm باشد زیرا تمایل بیشتری برای عبور خون و مواد غذایی به درون ساختار دارند. اما حفرههای بزرگ باعث کاهش خواص مکانیکی میشوند. پس باید با در نظر گرفتن خواص مکانیکی و نوع کاربرد، میانگینی از میزان تخلخل و اندازه حفرهها را انتخاب کرد به نحوی که خواص مکانیکی قطعه تضعيف نشود. تحقيقات نشان دادهاند كه براى جلوگيرى از پدیده حفاظت تنشی، باید میزان تخلخل حدود ۲۰ تا ۲۵ درصد و استحکام فشاری نمونهها نزدیک به استحکام فشاری استخوان فک (۲۰۹ MPa-۱۰۴) باشد [۱۵–۱۳].

روشهای گوناگونی برای ساخت کاشتنیهای دندانی وجود دارد. یکی از این روشها، تفجوشی به کمک جرقه پلاسما^۲ (SPS) است. این روش، یک فناوری جدید و سریع است. استفاده همزمان از دما و فشار در این روش منجر به تراکم زیاد شده و بنابراین دمای تفجوشی برای رسیدن به قطعه متراکم نسبت به روشهای تفجوشی معمولی ۲۰۰ تا ۲۵۰ درجه کمتر است [۱۶ و ۱۷]. از طرف دیگر، نرخ حرارتدهی بسیار زیاد باعث افزایش سرعت تفجوشی شده و قطعات با دانسیته نزدیک به ۱۰۰ درصد در عرض چند دقیقه تولید می شوند [۱۸]. همچنین، به علت نرخ حرارت دهی زیاد و زمان نگهداری کم، می توان واکنش های ناخواسته را محدود کرد و از تشکیل فازها و محصولات نامطلوب جلوگیری کرد. همچنین، دمای نسبتاً کم و انجام سریع فرایند، امکان کنترل میکروساختار و رشد دانهها را فراهم میکند [۱۹ و ۲۰]. تحقیق انجام شده توسط Yang در سال ۲۰۱۵ در زمینه ساخت نمونه تیتانیمی خالص به روش SPS، نشان داده است که با ترکیب فشار ۶۰ MPa، مدت زمان نگهداری ۵ دقیقه و دمای C° ۹۵۰ می توان ریزساختار بدون تخلخلی از تیتانیم با اندازه دانه μm ۴۵ به دست آورد [۲۱].

تحقیقات متعددی در زمینه افزودن نقره به تیتانیم انجام شده است. در تحقیقی که توسط Lei و همکاران [۹] در سال

۲۰۱۸ صورت گرفت، آلیاژ Ti-Ag با روش SPS ساخته شد. در این تحقیق، دما °C و فشار ۵۰ مگاپاسکال انتخاب شد. بعد از ساخت، نمونهها به مدت ۲۰ دقیقه در دمای اتاق در محلول اسیدی HF: HNO₃:H₂O با نسبت ۴:۱۴:۸۲ حکاکی شدند. نتایج حاصل از این تحقیق نشان داد که در نمونههای حاوی ۵ درصد وزنی نقره، فاز Ti₂Ag به وجود آمده، اما در نمونههای با درصد نقره کمتر، Ti₂Ag تشکیل نشده است. در ادامه، نتایج نشان داد که نمونههای %.Ti-3wt Ag و Ti-5wt.% Ag و Ag د Ti-5wt.% منها خاصیت آنتی باکتریایی دارند و باکتریها را از بین میبرند، بلکه از چسبیدن باکتریها به سطح نیز جلوگیری می کنند. اما به دلیل ویژگیهای ترکیبات بینفلزی و کاهش ترشوندگی با افزایش درصد نقره، نباید درصد نقره از حدی بیشتر شود، تا ویژگیهای زیستی مورد نیاز به دست آید [۹]. در تحقیق دیگری که توسط Shi و همکاران [۲۲] در سال ۲۰۲۰ انجام شد، آلیاژی از تیتانیم و نقره به نسبت ۷، ۹ و ۱۱ درصد وزنی نقره در کوره قوس الكتريكي تحت خلأ تهيه شد. سپس نمونههاي استوانهاي با ابعاد φ ۲ mm ×۱۵ mm و در دمای °C ۹۵۰ تحت خلأ به مدت ۵ ساعت عملیات حرارتی و سپس در آب، سرد شد. سپس در دمای C° ۷۰۰–۶۰۰ به مدت ۷۲ ساعت تحت خلاً قرار داده شد و در نهایت به آرامی سرد شد. نتایج این تحقیق نشان داد که آلیاژ Ti-Ag حتی در مقادیر کم يون نقره نيز ميتواند اثر آنتيباكتريايي از خود نشان دهد و مقادير زياد يون نقره مي تواند باعث سميت گردد [٢٢].

در تحقیق حاضر، آلیاژی از تیتانیم و نقره با دو درصد مختلف نقره، به روش SPS، تحت دماها و فشارهای مختلف ساخته شد. سپس درصد تخلخل نمونهها و خواص آنها بررسی گردید.

۲. مواد و روش تحقیق

مواد

ماده اولیه این تحقیق، پودر تیتانیم خالص (۹۹/۹۸) (Ti-Grade 4) تهیه شده از شرکت (Merck 112379) با اندازه کمتر از ۱۵۰ میکرومتر و نیز پودر نقره خالص (Sigma Aldrich 327093) با اندازه ذرات کمتر از ۵ میکرومتر بود.

روش تحقيق

برای ساخت قطعات، ابتدا مخلوطهای پودری تیتانیم و نقره (با نسبت ۲۱ ۳ درصد) Ti-1wt.% Ag و ۲i-3wt. Ag در Jar mill به مدت ۳ ساعت با یکدیگر مخلوط شدند. یک نمونه تیتانیم خالص نیز به عنوان نمونه شاهد در نظر گرفته شد. سپس، نمونهها به روش SPS (دستگاه با مدل 40. ° ۵۰ م ۵۰ و ۵۰ هو.

^{2.} Spark plasma sintering





شکل ۱. دیاگرام فازی تیتانیم- نقره [۲۳].

تحت فشارهای MPa و MPa، نرخ گرم کردن ۲۰ min/ ۵ دقیقه درون قالب گرافیتی ساخته شدند. سپس نمونههای به دست آمده سمباده و پولیش زده شده و آزمایشهای مختلف (XRD و ...) روی آنها انجام گرفت. شکل ۱، دیاگرام فازی تیتانیم و نقره را نشان میدهد. در این پژوهش، درصد نقره به نحوی انتخاب شده است که طبق دیاگرام، ترکیبات بین فلزی تشکیل نشود و درصد نقره در ناحیه تکفاز دیاگرام قرار داشته باشد.

مشخصهيابى

به منظور بررسی خواص و ویژگیهای قطعات ساخته شده، از آنالیزهای مختلفی استفاده شد. آنالیزهای استفاده شده شامل آنالیز فازی به وسیله پراش پرتو ایکس (XRD)، ساخت شرکت Bruker مدل BADVANCE ساخت کشور آلمان، بررسی ریزساختار به کمک میکروسکوپ نوری و بررسی مورفولوژی تخلخلها به وسیله دستگاه میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مدل TeScan – Mira III ساخت کشور جمهوری چک بود. همچنین، برای بررسی خواص مکانیکی، از آزمایش استحکام فشاری با استاندارد BASTM-E9 در دستگاه کشش– فشار Universal Testing Machine مدل با ظرفیت ۳۰ تن استفاده شد. برای تعیین سختی نمونهها، از آزمایش سختیسنجی ویکرز، با استاندارد ASTM-E9 و با استفاده از دستگاه سختیسنج مدل Macro hardness Tester

ساخت آلمان و نیروی ۱۰ kgf برای هر قطعه در سه نقطه انجام شد. برای به دست آوردن درصد تخلخل باز از روش ارشمیدس استفاده شد و برای بررسی تأثیر متقابل سه پارامتر مؤثر در تخلخل نمونههای حاصل از SPS و رسم نمودارهای سه بعدی، از روش طراحی آزمایش رویه پاسخ^۳ و نرمافزار Design Expert استفاده شد.

۳. نتایج و بحث

اندازه گیری درصد تخلخل

با استفاده از روش ارشمیدس، درصد تخلخل نمونههای SPS شده تحت دماهای C° ۸۵۰ و C° ۹۰۰، تحت فشارهای NPa و ۳۰ MPa به دست آمد. نتایج در جدول ۱ نشان داده شده است. همان طور که در این جدول دیده میشود، نمونه SPS شده تحت دمای C° ۸۵۰ و فشار ۱۰ MPa دارای تخلخلی در محدوده ۲۰–۲۵ درصد است که محدوده تخلخل استخوان فک و مورد هدف این پژوهش است.

بررسی فازها

در ادامه، تصاویر مربوط به پراش پرتو ایکس نمونههای ساخته شده با روش SPS، به صورت مقایسهای آورده شده است. جهت شناسایی فاز، از روی نتایج الگوی پراش پرتو Highscore plus X'Pert ایکس این نمونهها از نرمافزار

3. Response surface method



درصد تخلخل	فشار MPa) SPS)	دمای SPS (°C)	درصد نقره	
۵	٣٠	٩	١	
γ	۱.	٩	١	
١٢/۵	٣.	٨۵٠	١	
٢٢	۱.	٨۵٠	١	
۴/۷۳	٣.	٩	٣	
۶	۱.	٩	٣	
٨	٣.	٨۵٠	٣	
١٧	۱.	٨۵٠	٣	

جدول ۱. میزان تخلخل در نمونههای ساخته شده به روش SPS.



شکل ۲. الگوی پراش پرتو ایکس تیتانیم خالص و Ti-1wt.% Ag ساخته شده به روش SPS با فشارها و دماهای مختلف.

و همچنین با در نظر گرفتن نزدیک بودن الکترونگاتیویته و ظرفیت این دو عنصر، طبق قوانین هیوم-روتری، میتوان این طور نتیجه گرفت که اختلاط تیتانیم و نقره منجر به مشکیل محلول جامد از نوع محلول جامد جانشینی می شود. همچنین، قرار گیری اتم نقره در شبکه تیتانیم موجب اعوجاج و کمتر شدن فاصله بین صفحات می گردد [۲۴]. از طرفی، طبق رابطه (۱)، با ثابت بودن طول موج، افزایش 20 (جدول ۲) به معنی کاهش فاصله صفحات پراش (۵) است.

(1)

 $n\lambda=2dsin\theta$

Ti-3wt.% در ادامه، پراش پرتو ایکس نمونههای %.Ti-3wt شده به Ag که تحت دماها و فشارهای مختلف SPS شده به صورت مقایسهای در شکل ۳ نشان داده شده است. مطابق این شکل، مشخص است که در نمونهای که تحت عملیات SPS قرار گرفته، افزودن ۳ درصد نقره به

استفاده شده است. در شکل ۲، الگوهای مربوط به نمونههای Ti-1wt.% Ag، که تحت دماها و فشارهای مختلف SPS شده، به صورت مقایسهای نشان داده شده است. مطابق شکل ۲، مشخص است که در نمونهای که تحت عملیات SPS قرار گرفته، افزودن ۱ درصد نقره به ساختار تیتانیم، تغییری در فاز کریستالی ایجاد نکرده و همچنان تیتانیم با کد مرجع JCPDS No. 00-044-1294 دارای ساختار کریستالی هگزاگونال و گروه فضایی P63/mmc، فاز اصلی سازنده این نمونهها است. این بیانگر آن است که عنصر نقره کاملا در ساختار کریستالی تیتانیم حل شده است. برای اثبات این امر، در جدول ۲ میزان جابجایی پیکهای تیتانیم، در اثر انحلال نقره، نشان داده شده است. مقایسه بین پیکهای پراش نشان مىدهد كه افزودن نقره در اين نمونهها باعث تغيير پهناى بعضی از پیکها و جابجایی پیکها شده است. همچنین، تغییر دما و فشار باعث تغییر شدت (پیک (۰۰۲)) شده است. از آنجایی که شعاع اتمی نقره برابر A° ۱/۴۴ و شعاع اتمی تیتانیم برابر A° ۱/۴۷ است (اختلاف کمتر از ۱۵%)،

θ2					
СР Ті	Ti-1wt%Ag 850°C-10MPa	Ti-1wt%Ag 850°C-30MPa	Ti-1wt%Ag 900°C-10MPa	Ti-1wt%Ag 900°C-30MPa	
۳۵/۲۸	۳۵/۲۹	30/27	۳۵/۳۸	۳۵/۳۴	
۳۸/۵۹	۳۸/۶۰	۳۸/۶۹	۳۸/۶۵	۳۸/۶۷	
۴۰/۳۷	4 • /4 d	۴ • /۵۸	F • / F •	4.14.	
۵۳/۱۲	۵۴/۸۷	54/95	۵۳/۸۱	57/14	
۶۳/۱۳	۶۳/۹۹	83/94	<i>۶</i> ٣/۸۷	83/14	
٧٠/٧۵	۷۰/۸۲	V • /9 Y	۲۰/۸۶	۲۰/۸۴	
۲۶/۳۳	V8/87	Y8/Y8	٧۶/٩۵	V8/44	
٧٧/۵٠	VV/87	۲۷/۲۹	۷۷/۶۰	۲۷/۶۳	

جدول ۲. جابجایی پیکهای تیتانیم در نمونههای حاوی ۱ درصد نقره، ساخته شده به روش SPS در دماهای C° ۹۰۰ و C° ۸۵۰ .



شکل ۳. الگوی پراش پرتو ایکس تیتانیم خالص و Ti-3wt.% Ag ساخته شده به روش SPS با فشارها و دماهای مختلف.

ساختار تیتانیم، تغییری در فاز کریستالی ایجاد نکرده و همچنان تیتانیم، با کد مرجع JCPDS No. 00-044-1294 دارای ساختار کریستالی هگزاگونال و گروه فضایی P63/mmc فاز اصلی سازنده این نمونهها است. این بیانگر آن است که عنصر نقره کاملاً در ساختار کریستالی تیتانیم حل شده است منصر نقره کاملاً در ساختار کریستالی تیتانیم حل شده است و برای اثبات این امر، با مقایسه پیکهای پراش در نمودار، جابجایی پیکها به سمت زوایای بیشتر نسبت به نمونه تیتانیم خالص قابل مشاهده است؛ زیرا در این نمونهها، درصد نقره بیشتر از حالت قبل است. در ادامه مکانیزم انحلال نقره در تیتانیم آورده شده است.

در روش SPS، جرقههایی که بین ذرات پودر ایجاد میشود، دمای نمونه را به سرعت افزایش داده و منجر به انتقال جرم (نفوذ) آنی اتمها می گردد. زمانی که جرقه ناشی از تخلیه الکتریکی در محل اتصال یا در فاصله بین ذرات

پودر ایجاد میشود، حرارت موضعی ایجاد شده باعث افزایش آنی دما تا بیش از ۱۰۰۰ درجه میشود. این حرارت زیاد باعث تبخیر ناخالصیها و همچنین تبخیر سطحی ذرات پودر میشود. بلافاصله پس از این تبخیر، ناحیه ذوب سطحی ایجاد میگردد. این نواحی ذوب سطحی از طریق جریان الکترونها و ایجاد خلأ به سمت هم کشیده شده و ناحیه گلویی را تشکیل میدهند [۲۰]. افزایش مداوم تشعشعات حرارتی و فشار باعث میشود که ناحیه گلویی به تدریج رشد کرده و گسترش یابد. تشعشعات حرارتی همچنین باعث تغییر فرم پلاستیک در سطح ذرات پودر میشود. در واقع، با افزایش دما، استحکام تسلیم ذرات پودر کاهش مییابد و تغییرشکل ذرات سبب متراکم شدن نمونه شده، که این مسئله منجر به زرسیدن به دانسیتههای زیاد میگردد [۲].

📂 مهندسي متالور ژي

بررسی ریزساختار با میکروسکوپ نوری

در ادامه، تصاویر مربوط به میکروسکوپ نوری برای نمونههای مختلف نشان داده شده است. شکل ۴ (الف تا د) تصاویر مربوط به نمونههای حاوی ۱ درصد نقره و شکل ۵ (الف تا د) تصاویر مربوط به نمونههای حاوی ۳ درصد نقره، که تحت دماها و فشارهای مختلف SPS شده است را با بزرگنماییهای مختلف نشان میدهند. در تصاویر، ساختار سوزنی (در دو بعد صفحهای شکل) آلفا تیتانیم به همراه تخلخلهای ریز وجود دارد که همان ساختار مد نظر این پژوهش میباشد. اما باید درنظر گرفت که در قطعات ساخته شده در دمای °۵ این ساختار بسیار ریزتر است. همچنین، مشاهده میشود که با افزایش میزان نقره از ۱ به ۳ درصد، فاز آلفا باریکتر شده است. به علاوه، با مقایسه تصاویر نمونههای ساخته شده در دمای دو دما، مشاهده میشود که نمونههای ساخته شده در دمای ۲۰ ۸۵۰ دارای تخلخل بیشتری است.

بررسی ریز ساختار بامیکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) در این بخش، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی برای نمونههای SPS شده تحت دماها و فشارهای مختلف، حاوی ۱ و ۳ درصد نقره آورده شده است. شکل ۶ (الف تا ح) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونههای حاوی ۱ درصد نقره و شکل ۷ (الف تا ح) تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونههای حاوی ۳ درصد نقره را نشان میدهد.

همان طور که در تصاویر شکلهای ۶ و ۷ (الف تا ح) دیده می شود، تخلخلهای بسیار ریز با مورفولوژی نسبتاً کروی به صورت یکنواخت در مرز دانه ها پراکنده شده است. همچنین، این طور به نظر می رسد که با افزایش فشار SPS از MPa از ۹۰۰ ۳۰ MPa و نیز افزایش دمای SPS از ۲° ۸۵۰ به ۲° ۹۰۰ تخلخلها بسیار ریزتر و کمتر شدهاند. اما از آنجایی که هدف این پژوهش داشتن قطعهای با ۲۰ تا ۲۵ درصد تخلخل است، با در نظر گرفتن خواص مکانیکی، این طور می توان نتیجه گرفت که نمونه های SPS شده تحت دمای ۲° ۸۵۰ و فشار گرفت که نمونه های SPS شده تحت دمای ۲° ۸۵۰ و فشار خواص مکانیکی این نمونه ها و میزان تأثیر هر کدام از عوامل دما و فشار بر میزان تخلخل نمونه ها بررسی شده است.

أزمايش سختى سنجى

در آزمایش سختیسنجی، نتایج سختی نمونههای ساخته شده در دماهای C° ۸۵۰ و C° ۹۰۰ برای نمونه با میزان نقره یکسان تقریباً مشابه هم بود. لذا نتایج به صورت میانگین و بدون در نظر گرفتن دمای ساخت در شکل ۸ نشان داده شده است. طبق این تصویر، سختی آلیاژ تیتانیم- نقره نسبت به تیتانیم خالص، کمی بیشتر است. از آنجایی که شعاع اتمی نقره ۵° ۱/۴۴ و شعاع اتمی تیتانیم ۵° ۱/۴۴ است، اختلاط

تیتانیم و نقره منجر به تشکیل محلول جامد جانشینی و افزایش استحکام می شود. همچنین، به دلیل تشکیل محلول جامد، سختی آلیاژ Ti-xAg بیشتر از تیتانیم خالص است. اما با افزایش میزان نقره از ۱ به ۳ درصد، سختی تغییر چندانی نکرده است.

أزمايش استحكام فشارى

از آنجایی که حد تسلیم معیاری برای مقاومت ماده در مقابل تغییرشکل است، قطعاً برای کاشتنیهای دندانی پارامتر مهمی تلقی می شود. لذا، آزمایش استحکام فشاری برای بررسی این پارامتر، در دمای محیط انجام شد. نتایج آزمایش فشار به صورت نمودار تنش-کرنش مهندسی در شکل ۹ برای نمونههای حاوی ۱ درصد و ۳ درصد نقره به صورت میانگین و بدون در نظر گرفتن دمای ساخت آورده شده است. در شکل ۱۰، نمودار تنش-کرنش مهندسی برای نمونههای حاوی ۱ درصد نقره که تحت شرایط دما و فشار مختلف SPS شدهاند، نشان داده شده است. همان طور که در شکل ۹ دیده می شود، افزودن نقره به تيتانيم، به دليل تشكيل محلول جامد، موجب افزایش استحکام شده است. اما از آنجایی که هدف این پژوهش، ساخت قطعهای متناسب با ویژگیهای یک کاشتنی دندانی است و محدوده استحکام مورد نیاز برای پدیدار نشدن حفاظت تنشی در حدود MPa ۲۰۹ میباشد، لذا، نمونههای حاوی ۱ درصد نقره که تحت شرایط دمایی مختلف ساخته شدهاند، استحکام نزدیکتری به محدوده استحکامی هدف این پژوهش دارند. بنابراین، در ادامه، فقط برای قطعات حاوی ۱ درصد نقره آزمایش فشار انجام شده است.

همان طور که در شکل ۱۰ مشاهده می شود، نمونه های حاوی ۱ درصد نقره و ساخته شده در دمای ۲^{° ۹۰}۰ و فشار MPa ۳، دارای بیشترین میزان استحکام و نمونه ساخته شده در دمای ۲[°] ۵۵۰ و فشار MPa ۱۰، دارای کمترین میزان استحکام در بین این گروه از نمونه هاست. زیرا این نمونه دارای بیشترین میزان تخلخل نسبت به سایر نمونه هاست. لذا با در نظر گرفتن نتایج آزمون فشار تا اینجا می توان این طور نتیجه گرفت که نمونه حاوی ۱ درصد نقره ساخته شده در دمای ۲[°] ۸۵۰ و فشار MPa نمونه بهینه است. در ادامه، این موضوع با استفاده از نرم افزار Design Expert و ارائه مدل ثابت شده است.

ارائه مدل و آنالیز نتایج با نرمافزار Design Expert به منظور تعیین فاکتورهای اصلی و اثر متقابل بین آنها، از روش رویه پاسخ استفاده شد. از آنجایی که در این پژوهش، هدف، داشتن قطعهای با تخلخل بین ۲۰ تا ۲۵ درصد بود، برای سه پارامتر متغیر روش ساخت که بر درصد تخلخل تأثیرگذار بودند، یعنی دمای ساخت، فشار حین SPS و درصد

💹 مهندسی متالور ژی









شکل ۴. تصاویر میکروسکوپی نوری از قطعات حاوی Ti-1wt.% Ag ساخته شده به روش SPS: (الف) دما C° ۸۵۰، فشار ۱۰ MPa، (ب) دما C° ۸۵۰، فشار ۳۰ MPa ، (ج) دما C° ۹۰۰، فشار ۱۰ MPa و (د) دما C° ۹۰۰، فشار ۹۰۰ MPa.



شکل ۵. تصاویر میکروسکوپی نوری از قطعات حاوی Ti-3wt.% Ag ساخته شده به روش SPS: (الف) دما C° ۸۵۰، فشار ۱۰ MPa، (ب) دما C° ۸۵۰، فشار ۸۵۰، فشار ۳۰ MPa، فشار ۳۰ MPa، فشار ۳۰ MPa



زمستان ۱۴۰۰ . دوره ۲۴ . شماره ۴



شکل ۶. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونههای حاوی ۱ درصد نقره SPS شده: (الف و ب) دمای C° ۸۵۰ و فشار ۱۰ MPa (ج و د) دمای C° ۵۵۰ و فشار MPa ۳۰، (ه و و) دمای C° ۹۰۰ و فشار ۱۰۰ MPa، (ز و ح) دمای C° ۹۰۰ و فشار MPa.



شکل ۷. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونههای حاوی ۳ درصد نقره، SPS شده در (الف و ب) دمای C[°] ۸۵۰ و فشار ۱۰ MPa، (ج و د) دمای C[°] ۵۵۰ و فشار ۸۷۰ (ه و و) دمای C[°] ۹۰۰ و فشار ۱۰ MPa، (ز و ح) دمای C[°] ۹۰۰ و فشار ۳۰ MPa.



ساخت کاشتنی دندانی متخلخل از جنس تیتانیم- نقره به روش تفجوشی به کمک جرقه پلاسما



شکل ۸. نتایج آزمایش سختیسنجی تیتانیم و آلیاژهای تیتانیم-نقره در نمونههای SPS شده.



شکل ۱۰. نمودار تنش- کرنش مهندسی نمونههای حاوی ۱ درصد نقره و SPS شده تحت شرایط دما و فشارهای مختلف.

نقره، با استفاده از نرمافزار Design Expert ، مدلی پیشنهاد گردید و نتایج ارزیابی و تحلیل شد. در ابتدا، نتایج مربوط به درصد تخلخل ارزیابی شده است و پس از رسم نمودارها، تحلیل نتایج مربوط به اندازه تخلخلها آورده شده است.

طبق جدول ۳، هر چه ضریب تعیین (پارامتر R²) به ۱ نزدیکتر باشد آن مدل معتبرتر است. با توجه به ارقام R² موجود در جدول ۳، مدل 2FI Quadratic نسبت به مدل خطی برای تحلیل و ارزیابی نتایج مناسبتر میباشد.



جدول ۳. مدل پیشنهاد شده توسط نرمافزار Expert Design.

Source	Sequential p-value	Lack of Fit p-value	Adjusted R ²	Predicted R ²	
Linear	0.0319		0.7664	0.4661	
2 FI Quadratic	0.0147		0.9999	0.9989	Suggested
					Aliased



شکل ۱۱. منحنی سهبعدی تغییرات درصد تخلخل با فشار و دما.

مهمترین هدف در روش رویه پاسخ، تعیین و بررسی اثرات پارامترها به صورت جداگانه و همزمان است. زیرا تعیین اثر پارامترها، یکی از ابزارهای قدرتمند جهت ارزیابی نتایج حاصل از آزمایشها است. به کمک این نتایج میتوان پارامترهایی را که بیشترین تأثیر را در پاسخ دارند، شناسایی نمود و سطوح بهینه را جهت دستیابی به پاسخ مطلوب تعیین کرد. به همین منظور، در این قسمت، نمودارهای اثرات پارامترها مورد بررسی قرار گرفته است [۲۵].

(A) در جدول ۴، مقادیر پارامتر p-value در سه حالت (A) دما، (B) فشار و (C) درصد نقره، با استفاده از نرمافزار Design

Expert آورده شده است. برای یک متغیر، هرچقدر پارامتر p-value کمتر از ۲۰/۵ باشد تأثیر آن متغیر بیشتر است. در واقع اگر مقدار p-value کمتر یا مساوی ۲۰/۵ باشد میتوان با ۹۵% اطمینان گفت آن پارامتردر نتیجه اثر دارد. با توجه به اطلاعات به دست آمده از جدول ۴ و مقادیر p-value، مشخص است که تأثیر پارامترهای دما و فشار بر درصد تخلخل بسیار بیشتر از درصد نقره است. همچنین، برهمکنش بین پارامترهای دما – فشار (AB) و نیز دما – درصد نقره (AC) هم بر پاسخ اثر میگذارد. اما برهمکنش بین پارامتر فشار – درصد نقره (BC) بیتأثیر است.



		-				
Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F-value	p-value	
Model	280.73	6	46.79	9357.67	0.0079	significant
A-Temp	169.28	1	169.28	33856.00	0.0035	
B-Press	59.41	1	59.41	11881.00	0.0058	
C-Ag	14.58	1	14.58	2916.00	0.0118	
AB	28.88	1	28.88	5776.00	0.0084	
AC	8.41	1	8.41	1681.00	0.0155	
BC	0.1800	1	0.1800	36.00	0.1051	
Residual	0.0050	1	0.0050			
Total	280.73	7				

جدول ۴. تعیین درجهی تأثیر گذاری متغیرها در ایجاد تخلخل به دست آمده از روش SPS.



شکل ۱۲. منحنی سهبعدی تغییرات درصد تخلخل با دما و درصد نقره

در ادامه، منحنیهای سهبعدی تغییرات فشار، دما و درصد نقره در شکلهای ۱۱ تا ۱۳ آورده شده است. همان طور که تأثیر گذار است، زیرا شیب منحنی دمایی بیشتر است. اما در این شکلها ملاحظه می شود، با کاهش دما و فشار، درصد افزایش یا کاهش درصد نقره بر ایجاد تخلخل بی تأثیر است.

تخلخل افزایش می یابد؛ اما کاهش دما در ایجاد تخلخل بیشتر

زمستان ۱۴۰۰ . دوره ۲۴ . شماره ۴





شکل ۱۳. منحنی سهبعدی تغییرات درصد تخلخل با فشار و درصد نقره.

با توجه به این نمودارها، میتوان نتیجه گرفت که بهترین پاسخ یا در واقع بیشترین تخلخل، در دمای C° ۸۵۰ و فشار ۱۰ MPa و ۱ درصد نقره حاصل شده است.

۴. نتیجه گیری

- در قطعات تولید شده به روش SPS، فاز اکسیدی و نامطلوب مشاهده نشد. همچنین، نسبت به روشهای متداول تفجوشی تیتانیم، به علت حضور نقره و نیز استفاده از روش SPS، دما و زمان ساخت کاهش چشمگیری داشت.
- ۲. به دلیل نزدیک بودن شعاع اتمی نقره و تیتانیم، و همچنین با در نظر گرفتن نزدیک بودن الکترونگاتیویته و ظرفیت این دو عنصر، اختلاط تیتانیم و نقره منجر به تشکیل محلول جامد جانشینی و در نتیجه افزایش سختی و استحکام می شود.

- ۳. استحکام فشاری نمونه حاوی ۱ درصد نقره که در دمای ۸۵۰ °C و فشار ۱۰ MPa ساخته شده است به استحکام استخوان فک، که هدف این پژوهش است، نزدیکتر میباشد.
- ۴. دادههای آماری و مدلسازی در نرمافزار Design Expert نشان میدهد که با کاهش دما و فشار، درصد تخلخل افزایش مییابد؛ اما کاهش دما در ایجاد تخلخل تأثیرگذارتر است. اما افزایش یا کاهش درصد نقره بر ایجاد تخلخل بیتأثیر است. با توجه به نمودارهای سه بعدی میتوان نتیجه گرفت که بهترین پاسخ، یا در واقع بعدی میتوان نتیجه گرفت که بهترین پاسخ، یا در دمای بیشترین تخلخل، با حفظ خواص مکانیکی، در دمای مایت. ۵۰ ۸۵ و فشار ۱۰ MPa و ۱ درصد نقره حاصل شده است.



References

- [۱] هادیان، ۱. هادیان، ۱. و هادیان د.، "دنیای ایمپلنت"، انتشارات نشر آروین، چاپ اول،
 ۱۳۷۵، ص. ۱۹۳ ۲۷۸.
- [2] Pektas, O., "Design and mechanical analysis of a new dental implant that would mimic natural tooth with a periodontal ligament", Master thesis in Mechanical Engineering Department, Middle East Technical University, 2012, pp. 23.
- [3] Kayabası, O., Yuzbasıoglu, E. and Erzincanlı, F., "Static, dynamic and fatigue behaviors of dental implant using finite element method", Journal of Advances in Engineering Software, vol. 37, no. 10, 2006, pp. 649-658.

[۴] عمید، ر، "راهنمای بالینی کاربرد ایمپلنتهای دندانی به همراه معرفی سیستمهای معرفی شده"، انتشارات شایان نمودار، ۱۳۹۶.

- [5] Medvedev, E., Molotnikov, A., Lapovok, R., Zeller, R., Berner, S., Philippe Habersetzer, P. and Dalla Torre, F., "Microstructure and mechanical properties of Ti-15Zr alloy used as dental implant material", Journal of the Mechanical behavior of biomedical Materials, vol. 62, 2016, pp. 384-398. http://dx.doi. org/10.1016/j.jmbbm.2016.05.008
- [6] Singh, S., Ramakrishnab, S. and Singh, R., "Material issues in additive manufacturing: A review", Journal of Manufacturing Processes, vol. 25, 2017, pp. 185–200.
- [7] Cordeiro, M.J. and Bar`ao, V.A.R., "Is there scientific evidence favoring the substitution of commercially pure titanium with titanium alloys for the manufacture of dental implants?", Journal of Materials Science and Engineering, C, vol. 71, 2017, pp. 1201-1215. doi: 10.1016/j.msec.2016.10.025
- [8] Szaraniec, B. and Goryczka, T., "Structure and properties of Ti-Ag alloys produced by powder metallurgy", Journal of Alloys and Compounds, vol. 709, 2017, pp. 464-472.
- [9] Lei, Z., Zhang, H., Zhang, E., You, J., Ma, X. and Bai, X., "Antibacterial activities and biocompatibilities of Ti-Ag alloys prepared by spark plasma sintering and acid etching", Journal of Materials Science and Engineering, vol. 92, 2018, pp. 121-131.
- [10] Takahashi, M., Kikuchi, M., Takada, Y. and Okuno O., "Mechanical properties and microstructures of dental cast Ti-Ag and Ti-Cu alloys", Journal of Dental Materials, vol. 21, 2002, pp. 270-280.
- [11] Oh, K.T., Shim, H.M. and Kim, K.N., "Properties of Titanium-Silver alloys for dental application", Journal of Biomedical Materials Research, vol. 74, 2005, pp. 649- 658.
- [12] Arifin, A., Sulong, A.B., Muhamad, N., Syarif, J. and Ramli, M.I., "Material processing of hydroxyapatite and titanium alloy (HA/Ti) composite as implant materials using powder metallurgy: A review", Journal of Materials and Design, vol. 55, 2014, pp.165–175.
- [13] Fellah, B.H. and Layrolle, P., "Sol-gel synthesis and characterization of macroporous calcium phosphate bioceramics containing microporosity", Journal of Acta Biomaterialia, vol. 5, no. 2, 2009, pp. 735-742.

- [14] Basalah, A., Shanjani, Y., Esmaeili, S. and Toyserkani, E., "Characterizations of additive manufactured porous titanium implants", Journal of Biomedical Materials Research, Part B, vol. 100, no. 7, 2012, pp. 1970-1979.
- [15] Karageorgiou, V. and Kaplan, D., "Porosity of 3D biomaterial scaffolds and osteogenesis", Journal of Biomaterials, vol. 26, 2005, pp. 5474–5491.
- [16] Qian M. and Schaffer, G. B., "Sintering of advanced materials", Chapter 13: Sintering of Titanium and its alloys, Queensland, Australia and C. J. Bettles, Monash University, Australia, 2010, pp. 324-355.
- [17] Ayodele, O.O., Shongwe, M.B., Obadele, B.A. and Olubambi, P.A., "Spark plasma sintering of Titanium-based Materials", In: Cavaliere P. (Ed.), Spark Plasma Sintering of Materials. Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-030-05327-7_23, 2019, pp. 673-701.
- [18] Falodun, O.E., Obadele, B.A., Oke, S.R., Ige, O.O., Olubambi, P.A., Lethabane, M.L. and Bhero, S.W., "Influence of spark plasma sintering on microstructure and wear behaviour of Ti-6Al-4V reinforced with nanosized TiN", Transactions of Nonferrous Metals Society of China, vol. 28, 2018, pp. 47–54.
- [19] Shi, M., Liu, Sh., Wang, Q., Yang, X. and Zhang, G., "Preparation and properties of Titanium obtained by spark plasma sintering of a Ti powder-fiber mixture", Journal of Materials, vol. 11, 2018. pp. 1-10. doi: 10.3390/ma11122510
- [۲۰] احسانی، ن. و عبدالهی، ع، "زینترینگ قطعات متالورژی پودر به کمک قوس پلاسما (SPS)"، مجله مهندسی ساخت و تولید ایران، شماره ۲۶، ۱۳۹۲، ص. ۳۵ – ۴۲.
- [21] Yang, Y.F. and Qian, M., "Spark plasma sintering and hot pressing of titanium and titanium alloys". PP. 219-235, In: Qian, M. and Froes, F.H. (Eds.), Titanium Powder Metallurgy Science, Technology and Applications, Chapter 13, 2015.
- [22] Shi, A., Zhu, C., Fu, S., Wang, R., Qin, G., Chen D., and Zhang, E., "What controls the antibacterial activity of Ti-Ag alloy, Ag ion or Ti2Ag particles?", Journal of Materials Science and Engineering, part C, vol. 109, 2020, 110548.
- [23] Valenza, F., Artini, C., Passerone, A. and Luigia Muolo, M., "ZrB2-SiC/Ti6Al4V joints: Wettability studies using Ag- and Cu-based braze alloys", Journal of Materials Science, vol. 47, 2012, pp. 8439-8449.
- [24] Callister, W.D., and Rethwisch, D.G., "Materials Science and Engineering, an Introduction", 9th ed., John Wiley, 2014, Chapter 7, pp. 196.
- [۲۵] حقیقی، ف.، کریمی، ش.، سجادی، ز. و طالب پور، ز. ۱۳۹۲. " آشنایی با نرمافزارهای کاربردی در علم شیمی". هشتمین سمینار آموزش شیمی ایران، دانشکده شیمی، دانشگاه سمنان، شهریورماه.