

تهیه و ارزیابی مورفولوژی توده چگال نانو ساختار کامپوزیتی هیدروکسی آپاتیت - تیتانیا توسط روش نوین تف جوشی دو مرحله‌ای

علی فرزین^{۱*}، مهدی احمدیان^۲ و محمدحسین فتحی^۳

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی، اصفهان، ایران

۲- استادیار دانشگاه صنعتی، اصفهان، ایران

۳- استاد دانشگاه صنعتی، اصفهان، ایران

a.farzin@ma.iut.ac.ir*

(تاریخ دریافت: ۱۳۹۰/۰۲/۲۶، تاریخ پذیرش: ۱۳۹۰/۰۴/۲۳)

چکیده:

ساخت توده چگال کامپوزیت هیدروکسی آپاتیت (HA) از جمله روش‌های مناسب برای رفع محدودیت‌های مکانیکی این ماده زیست فعال جهت به کارگیری آن در نواحی تحت بارهای بالا در بدن می‌باشد. در این تحقیق، تف جوشی دو مرحله‌ای به منظور جلوگیری از رشد بی‌رویه دانه‌های هیدروکسی آپاتیت و تیتانیا (TiO_2) در دماهای بالا و رفع محدودیت‌های تف جوشی سنتی به کار گرفته شد. بدین منظور مورفولوژی و تغییرات فازی توده چگال حاصل از تف جوشی، توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی و الگوی تفرق اشعه ایکس مورد مطالعه قرار گرفت. نتایج نشان داد برای رسیدن به توده چگال با دانسیته بالاتر از ۹۷٪ دانسیته تئوری توسط این روش، اندازه نهائی دانه‌های جزء ناپیوسته کامپوزیت هیدروکسی آپاتیت-پانزده درصد وزنی تیتانیا در حد زیر ۱۰۰ نانومتر باقی می‌ماند در حالی که با به کارگیری تف جوشی سنتی این مقدار به بالاتر از ۱۰۰ نانومتر می‌رسد. فرآیند بهینه شامل حرارت دادن توده خام تا ۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد در مرحله اول تف جوشی، سرد کردن سریع تا ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد و نگهداری به مدت زمان ۲۵ ساعت در این مرحله می‌باشد.

کلمات کلیدی:

تف جوشی دو مرحله‌ای، کامپوزیت هیدروکسی آپاتیت، رشد دانه‌ها، نانو ساختار

۱- مقدمه

هیدروکسی آپاتیت به طور ذاتی دارای ساختار بسیار شکننده می‌باشد که کاربرد آن را در نواحی از بدن که تحت بارهای زیادی قرار می‌گیرد محدود می‌سازد. امروزه مطالعات بسیار زیادی در جهت بهبود خواص مکانیکی هیدروکسی آپاتیت

هیدروکسی آپاتیت (Hydroxyapatite)، به دلیل ساختار شیمیایی و رفتار بیولوژیکی مشابه با فاز معدنی استخوان و دندان، به طور گسترده در زمینه کاربردهای کلینیکی، مورد مطالعه قرار گرفته است [۱].

مهمترین مزایای این روش در ساخت کامپوزیت زمینه هیدروکسی آپاتیت، جهت کاربرد در فواصل استخوانی در موارد کلینیکی، به دست آوردن توده‌ای با دانسیته نزدیک به دانسیته تئوری، کنترل اندازه دانه‌ها و عدم تجزیه فازی شدید در دمای بالا می‌باشد. به طوری که با حصول دانسیته بالا و اندازه دانه‌های ریز، استخوان تطابق و سازگاری بالاتری با ماده جایگزین پیدا می‌کند و عدم تجزیه فازی شدید هیدروکسی آپاتیت در حین فرآیند تف‌جوشی به دلیل به کارگیری دماهای پائین‌تر، موجب پایداری بالاتر این ماده زیست فعال در فواصل خالی استخوانی می‌گردد. در حالی که در روش‌های قبلی به دلیل عدم کنترل دمائی، تجزیه فازی امری اجتناب ناپذیر بود [۵ و ۶]. در این تحقیق روش نوین تف‌جوشی دو مرحله‌ای جهت بدست آوردن بالک چگال با دانسیته بالاتر از ۹۵٪ دانسیته تئوری و بالک نانو ساختار بررسی می‌شود.

۲- مواد و روش تحقیق

هیدروکسی آپاتیت توسط روش سل ژل تهیه گردید [۱۱]. به این منظور مقدار مشخصی از پنتا اکسید فسفر (P_2O_5 , Merck) در مقدار مشخصی اتانول (Ethanol, Merck) برای بدست آوردن محلول 0.5 Mol/lit ، حل شد. مقدار مشخصی از کلسیم نیترات چهار آب (Merck $Ca(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$) برای بدست آوردن محلول 0.5 Mol/lit در اتانول حل شد. دو محلول به مدت زمان ۲۴ ساعت در دمای محیط در هم مخلوط و سپس به مدت زمان ۲۴ ساعت در دمای محیط مورد پیرسازی قرار گرفت. ژل حاصل از پیرسازی در دمای محیط، در خشک کن الکتریکی به مدت زمان ۲۴ ساعت خشک شد. ژل خشک شده با سرعت 5°C/min تا دمای 600°C گرم شد و بعد از 0.5 ساعت باقی ماندن در این دما، تا دمای محیط سرد شد. نانوپودر TiO_2 از شرکت Iolitec تهیه گردید. به منظور بدست آوردن مخلوط همگن، دو پودر با نسبت $HA-15\text{wt}\%TiO_2$ به مدت زمان ۱۰ دقیقه در کاپ زیر کونیا مورد آسیاب مکانیکی قرار گرفت. مخلوط همگن دو پودر تحت فشار مکانیکی 60 MPa قرار

انجام گرفته است [۲ و ۴]. یک راه برای غلبه بر این محدودیت هیدروکسی آپاتیت، استفاده از آن به عنوان زمینه در یک ماده کامپوزیتی و استفاده از یک ماده تقویت کننده زیست سازگار و یا زیست فعال می‌باشد. در سال‌های اخیر، محققان تحقیقات زیادی بر روی کامپوزیت‌های هیدروکسی آپاتیت- زیرکونیا [۵ و ۶]، هیدروکسی آپاتیت- آلومینا [۷] و هیدروکسی آپاتیت- شیشه زیست فعال [۸] انجام داده‌اند. اخیراً گزارش شده است که هیدروکسی آپاتیت- تیتانیا می‌تواند ترکیبی خوب و جالب از زیست فعالی و خواص مکانیکی حاصل نماید [۹]. علاوه بر این تیتانیا قادر است قابلیت چسبندگی و رشد سلول‌های استخوان ساز را افزایش دهد [۱۰]. روش‌های ساخت کامپوزیت‌های چگال نانو ساختار از زمان‌های نه‌چندان دور، تف‌جوشی فشار گرم و پلاسما می- جرقه‌ای می‌باشد. اما این روش‌ها به دلیل به کارگیری همزمان فشار و دمای بالا در مدت زمان کوتاه، فاقد صرفه اقتصادی می‌باشد. علاوه بر این قادر به ساخت قطعات با نواحی تیز و پیچیدگی ظاهری نمی‌باشند. در سال‌های اخیر، فرآیند تف‌جوشی دو مرحله‌ای (Two Step Sintering) که شامل حرارت دادن توده خام فشرده تا دمای معین بالای T_1 ، نگهداری در این دما به مدت زمان اندک، سرد کردن سریع تا دمای پائین‌تر T_2 ، نگهداری به مدت زمان نسبتاً طولانی در این دما و سرد کردن سریع تا دمای اتاق می‌باشد برای مواد اولیه متفاوت، کاربرد گسترده‌ای پیدا کرده است. اهداف اصلی از این تحقیق را به صورت زیر می‌توان خلاصه نمود:

۱- به کارگیری روش نوین تف‌جوشی دو مرحله‌ای جهت بدست آوردن بالک چگال با دانسیته بالاتر از ۹۵٪ دانسیته تئوری.

۲- استفاده از این روش نوین جهت توقف رشد دانه‌ها در حین فرآیند تف‌جوشی و بدست آوردن بالک نانو ساختار جهت حصول تطابق و سازگاری بالاتر با استخوان.

می‌بایست توجه کرد که تا به حال روش نوین تف‌جوشی دو مرحله‌ای برای ساخت کامپوزیت به کار گرفته نشده است. از

گرفت تا قرص‌هایی با قطر ۱۰mm و ضخامت ۴mm تهیه شود. دانسیته نسبی بالک خام در این مرحله، $55 \pm 2\%$ دانسیته تئوری اندازه‌گیری شد. تف جوشی سنتی توسط حرارت دادن بالک خام با سرعت $40^\circ\text{C}/\text{min}$ تا دمای مربوطه انجام گرفت. در این تحقیق پیک دمایی برای تف جوشی سنتی، $900 - 1300$ درجه سانتی‌گراد و با فاصله دمایی ۵۰ درجه سانتی‌گراد انجام گرفت. نمونه‌ها به مدت ۱۰ دقیقه در پیک دمایی قرار گرفتند. جهت تف جوشی دومرحله‌ای، سرعت گرم و سرد کردن در مرحله اول و دوم، $40^\circ\text{C}/\text{min}$ انتخاب شد.

$$d = \frac{0.9\lambda}{B \cos\theta} \quad (2)$$

$$\rho_{\text{Theoretical}} = (\text{vol.}\% \text{HA} \rho_{\text{HA}} + \text{vol.}\% \text{TiO}_2 \rho_{\text{TiO}_2}) / 100 \quad (3)$$

که در آن λ طول موج، θ زاویه تفرق و B عرض نصف پهنای پیک در الگوی پراش پرتو ایکس می‌باشد. دانسیته تئوری توسط قانون مخلوط و طبق رابطه (۳) اندازه‌گیری شد. که در آن vol. % درصد حجمی و ρ دانسیته می‌باشد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- مشخصه یابی پودر

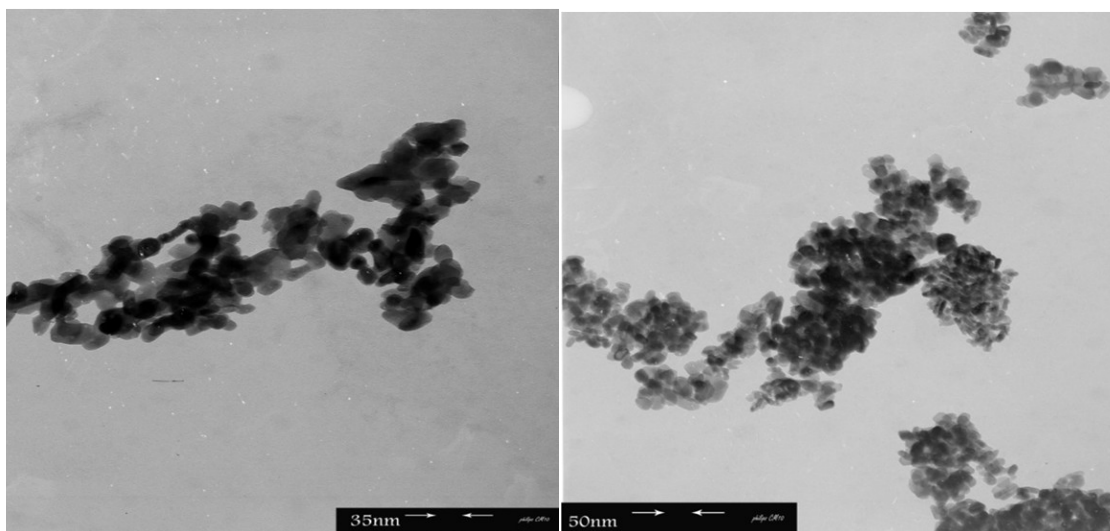
تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری برای پودر هیدروکسی آپاتیت و تیتانیا به ترتیب در اشکال (۱-الف) و (۱-ب) مشاهده می‌شود.

که در آن w_1 وزن خشک نمونه، w_2 وزن نمونه بعد از ۲۴ ساعت قرار گرفتن در آب و w_3 وزن نمونه در حالت غوطه‌وری می‌باشد. مورفولوژی بالک‌های حاصل توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM.Philips,xl:30:Eindhoven) مورد بررسی قرار گرفت. آنالیز ساختار فازی توسط دستگاه پراش پرتو ایکس (XRD, Philips,xpert) توسط لامپ $\lambda_{\text{CuK}\alpha} = 0.154186\text{nm}$ با زاویه‌ای $2\theta = 20 - 80^\circ$

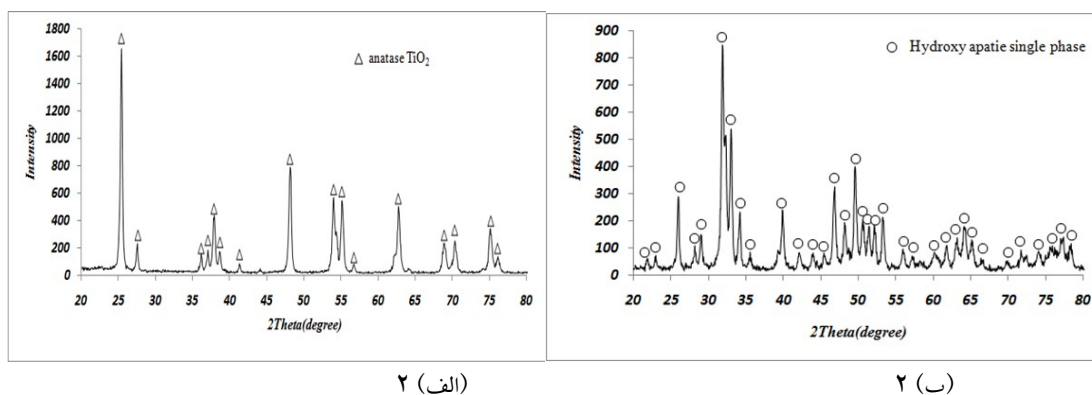
روش ارشمیدس و با استاندارد ISO 39231/1-1979(E) طریق رابطه (۱) محاسبه گردید.

$$B.D = \frac{w_1}{w_2 - w_3} \quad (1)$$

تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (الف): نانو پودر هیدروکسی آپاتیت و (ب): نانو پودر تیتانیا



شکل (۱): تصاویر میکروسکوپ الکترونی عبوری (الف): نانو پودر هیدروکسی آپاتیت و (ب): نانو پودر تیتانیا



شکل (۲): الگوی پراش پرتو ایکس الف): نانوپودر هیدروکسی آپاتیت و ب): نانوپودر تیتانیا

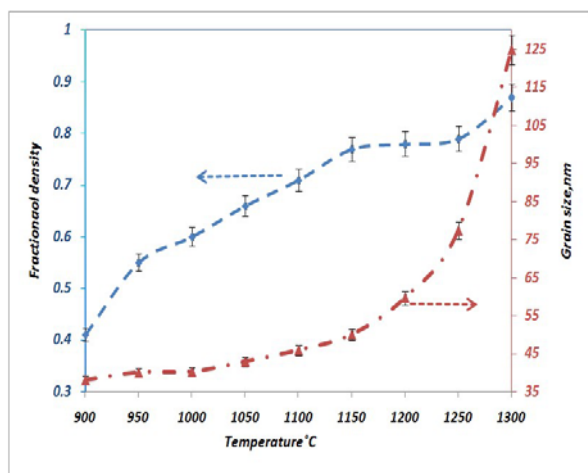
ناچیز متوسط اندازه دانه‌های هیدروکسی آپاتیت و تیتانیا، دانسیته نسبی رشد قابل توجهی نشان می‌دهد. این ناحیه به مرحله دوم تف‌جوشی مربوط می‌شود. طبق تئوری حالت جامد، مقاومت رشد دانه‌ها در مقابل افزایش دما به دلیل گرفتادن مرز دانه‌ها توسط حفرات متفرق شده می‌باشد. در این حالت حفرات گرفتاده در مرز دانه‌ها، از مهاجرت مرز دانه‌ای در مقابل افزایش دما جلوگیری می‌کند [۱۳].

همان‌گونه که در اشکال مشاهده می‌شود متوسط اندازه ذرات هیدروکسی آپاتیت و تیتانیا را می‌توان به ترتیب ۳۵ و ۲۰ نانومتر تخمین زد. الگوی پراش پرتو ایکس نانوپودر هیدروکسی آپاتیت و تیتانیا به ترتیب در شکل (۲-الف) و (۲-ب) مشاهده می‌شود. همان‌گونه که مشاهده می‌شود تمام پیک‌ها منطبق با هیدروکسی آپاتیت تک فازی و فاز anatase TiO_2 می‌باشد. متوسط اندازه دانه‌ها توسط روش پهنای پیک در الگوی پراش پرتو ایکس ۳۵ و ۲۵ نانومتر برای نانوذرات هیدروکسی آپاتیت و تیتانیا تخمین زده شد. مشاهده می‌شود که نتایج حاصل از میکروسکوپ الکترونی عبوری و الگوی پراش پرتو ایکس در تعیین اندازه دانه‌ها به خوبی یکدیگر را تصدیق می‌کنند.

۲-۳- تف‌جوشی سنتی

نمودار تغییرات دانسیته نسبی و متوسط اندازه دانه‌های هیدروکسی آپاتیت و تیتانیا برای نمونه‌هایی که تحت تف‌جوشی سنتی قرار گرفته‌اند در شکل (۳) مشاهده می‌شود.

همان‌گونه که در شکل (۳) مشاهده می‌شود، دو ناحیه‌ی دمایی از روی نمودار می‌توان تشخیص داد: یکی در ناحیه‌ی دمایی ۹۰۰-۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد و دیگری در محدوده‌ی دمایی ۱۱۵۰-۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد. در حین تف‌جوشی سنتی، در محدوده‌ی دمایی ۹۰۰-۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد در مقابل رشد



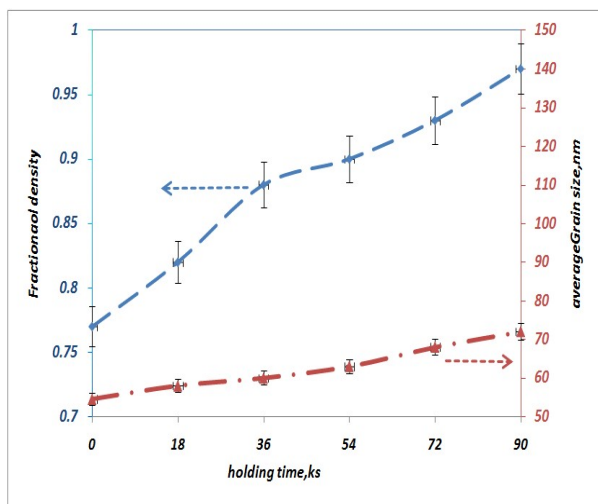
شکل (۳): تغییرات دانسیته نسبی و اندازه دانه‌های HA-15wt\%TiO_2 تف‌جوشی سنتی شده در دماهای مختلف

ناحیه‌ی دیگر ۱۳۰۰-۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد، محدوده‌ای است که در مقابل افزایش ناچیز دانسیته نسبی، متوسط اندازه دانه‌ها

حفرات در این مرحله قابل انقباض باشند. در این تحقیق دانسیته نمونه‌های HA-15%wtTiO₂ تف جوشی شده در ۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد به ۷۷٪ دانسیته تئوری می‌رسد. بنابراین دمای مرحله اول تف جوشی سنتی، ۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد انتخاب شد. علاوه بر این چن و وانگ گزارش کردند که نمونه‌ها بعد از نگهداری در مرحله اول به مدت زمان کم، می‌بایست سریعاً تا دمای مرحله دوم سرد شوند. لذا مدت زمان باقی ماندن در مرحله اول، تنها ۱۰ دقیقه انتخاب شد. انتخاب دمای مرحله دوم و زمان نگهداری در این مرحله می‌بایست به گونه‌ای باشد که علاوه بر افزایش چشمگیر دانسیته نسبی، متوسط اندازه دانه‌ها، رشد قابل توجهی نداشته باشد. در تف جوشی دو مرحله‌ای، اگر دمای مرحله دوم از مقدار بحرانی پائین‌تر باشد، نیروی محرکه ایجاد شده قادر به حذف حفرات در این مرحله نمی‌باشد. لذا در اکثر تحقیقات، دمای مرحله دوم براساس قانون سعی و خطا اندازه-گیری شده است. در این تحقیق دمای مرحله اول و مرحله دوم به ترتیب ۱۱۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد انتخاب شدند.

۳-۴- تعیین زمان مرحله دوم

شکل (۵)، تغییرات دانسیته نسبی و اندازه گیری دانه‌های نمونه HA-15%wtTiO₂ در مقابل زمان نگهداری در مرحله دوم را نشان می‌دهد.

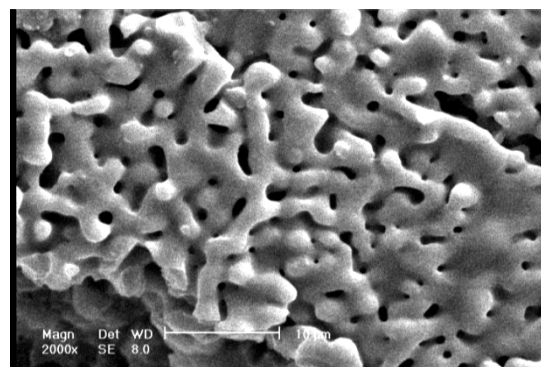


شکل (۵): تغییرات دانسیته نسبی اندازه‌های HA-15%wtTiO₂ در مقابل زمان نگهداری برای سیکل بهینه انتخابی (T₂=1050°C, T₁=1150°C)

رشد چشمگیری از خود نشان می‌دهد (از ۵۰ تا ۱۲۵ نانومتر، در حدود ۱۵۰٪).

در این ناحیه حفرات باز مربوط به مرحله میانی تف جوشی، متلاشی شده و اثر خود را در رکود مرز دانه‌ها در مقابل افزایش دما از دست می‌دهد. در نتیجه با افزایش دما، رشد قابل توجهی در متوسط اندازه دانه‌ها اتفاق می‌افتد.

شکل (۴)، مورفولوژی نمونه تف جوشی شده تحت شرایط سنتی جهت رسیدن به دانسیته بالاتر از ۹۴٪ دانسیته تئوری (۸ ساعت نگهداری در دمای ۱۳۰۰ °C) را نشان می‌دهد. همان‌گونه که در تصویر مشاهده می‌شود، بعد از مرحله ایجاد اتصال بین ذرات پودر و تشکیل مناطق گلوبی در حین فرآیند تف جوشی، به دلیل مهیا بودن شرایط نفوذ در دماهای بالا، مناطق گلوبی به شدت رشد کرده‌اند به گونه‌ای که روی مناطق جزء ناپیوسته (تیتانیا) را پوشانده و این مناطق به خوبی قابل مشاهده نمی‌باشند. رشد بی‌رویه دانه‌ها در دمای بالا به خوبی در این تصویر مشاهده می‌شود.

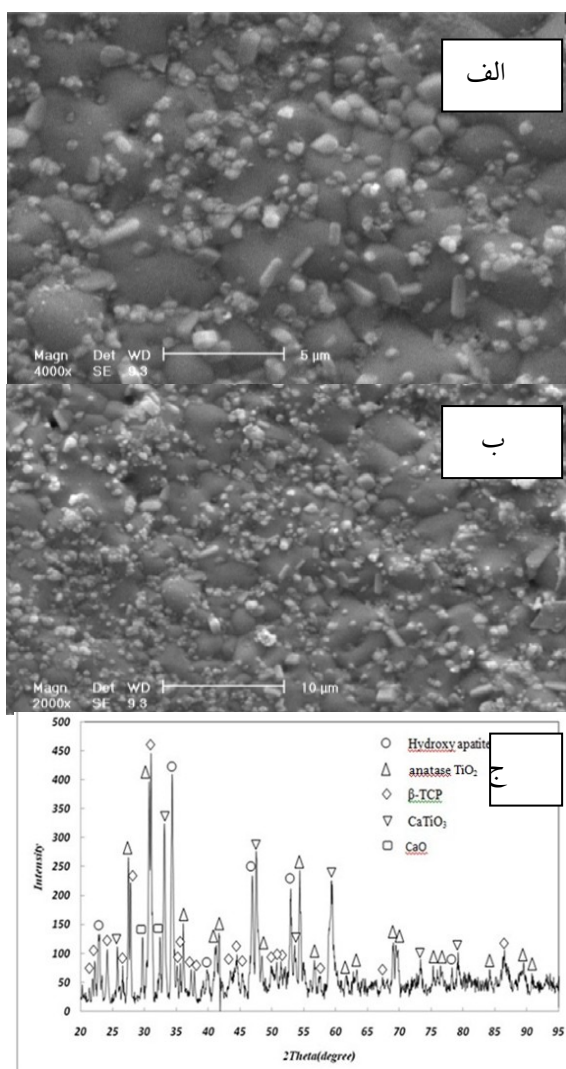


شکل (۴): مورفولوژی نمونه تف جوشی شده تحت شرایط سنتی (۸ ساعت نگهداری در دمای ۱۳۰۰ °C)

۳-۳- ارزیابی دماهای تف جوشی دو مرحله‌ای

مطابق با نتایج تئوری چن و وانگ [۱۴ و ۱۵]، موفقیت تف جوشی دو مرحله‌ای، قویاً به انتخاب دماهای T₁ و T₂ مربوط می‌شود. آن‌ها گزارش کردند که نمونه‌ها بعد از نگهداری در مرحله اول، می‌بایست به دانسیته بالاتر از ۷۵٪ دانسیته تئوری برسند تا طبق تئوری حالت جامد، به یک حالت ناپایداری از حفرات برسند و

الکترونی روبشی در دو بزرگنمایی مختلف و الگوی پراش پرتویکس نمونه تهیه شده تحت سیکل بهینه (دمای مرحله اول: ۱۱۵۰ درجه سانتی گراد، زمان دمای مرحله اول: ۱۰ دقیقه، دمای مرحله دوم: ۱۰۵۰ درجه سانتی گراد و زمان مرحله دوم: ۲۵ ساعت) را نشان می دهد. همان گونه که در تصویر مشاهده می شود، بر خلاف جزء پیوسته، جزء ناپیوسته رشد چشمگیری نداشته و می توان آن را در محدوده نانو تشخیص داد



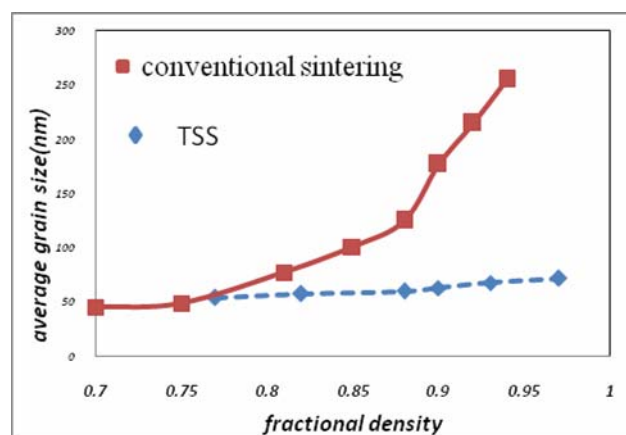
شکل (۷): (الف) و (ب) تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی در دو بزرگنمایی مختلف و (ج) الگوی پراش پرتویکس نمونه تف جوشی دومرحله ای شده تحت سیکل بهینه

طبق تعریف اخیر از مواد نانو کامپوزیتی، نانو کامپوزیت ماده ای چند فازی است دارای یک جزء ناپیوسته در بعد ۱۰۰ نانومتر یا

همان گونه که در شکل (۵) مشاهده می شود، بعد از تف جوشی نمونه ها در ۱۱۵۰ درجه سانتی گراد در مرحله اول و نگهداری به مدت ۹۰ ksec در ۱۰۵۰ درجه سانتی گراد در مرحله دوم، دانسیته نسبی به ۹۷٪ دانسیته تئوری می رسد در حالی که متوسط اندازه دانه ها در محدوده نانو باقی می ماند. چنین محدوده دمایی که در مقابل رشد ناچیز دانه ها، دانسیته نسبی رشد قابل توجهی نشان می دهد، توسط وانگ، «زمان رشد نهفته» نامیده شد.

۳-۵- مقایسه تف جوشی سنتی و سیکل بهینه تف جوشی دو مرحله ای

شکل (۶) نتایج مربوط به تف جوشی سنتی و سیکل بهینه تف جوشی دو مرحله ای را به صورت مقایسه ای نشان می دهد.



شکل (۶): متوسط اندازه دانه ها در مقابل دانسیته نسبی نمونه های تف جوشی شده تحت تف جوشی سنتی و سیکل بهینه تف جوشی دو مرحله ای

همان گونه که مشاهده می شود با به کارگیری سیکل بهینه تف جوشی دو مرحله ای در مقابل رسیدن به دانسیته در حد دانسیته تئوری و دانسیته در حد تف جوشی سنتی، اندازه دانه ها بر خلاف تف جوشی سنتی رشد چشمگیری از خود نشان نمی دهد.

۳-۶- ارزیابی مورفولوژی و ساختار نمونه بهینه بدست آمده

شکل (۷-الف)، (۷-ب) و (۷-ج)، تصویر میکروسکوپ

- Hydroxyapatite/Alumina Composites", *Ceram Int.*, Vol. 35, pp. 1647-1650, 2009.
- [5] H. Guo, K. Khor, Y. Boey, X. Miao, "Laminated and Functionally Graded Hydroxyapatite/Yttria Stabilized Tetragonal Zirconia Composites Fabricated By Spark Plasma Sintering", *Biomaterials.*, Vol. 24, pp. 667-675, 2003.
- [6] K. Ioku, M. Yoshimura, S. Sōmiya, "Microstructure and Mechanical Properties of Hydroxyapatite Ceramics With Zirconia Dispersion Prepared by Post-Sintering", *Biomaterials.*, vol. 11 pp. 57-61, 1990.
- [7] H. Juang, M. Hon, "Fabrication and Mechanical Properties of Hydroxyapatite-Alumina Composites", *Mater.Sci.Eng. C.*, Vol. 2, pp. 77-81, 1994.
- [8] R. Ravarian, F. Moztarzadeh, M. SolatiHashjin, S. M. Rabiee, P. Khoshakhlagh, M. Tahriri, "Synthesis, Characterization and Bioactivity Investigation of Bioglass/Hydroxyapatite Composite", *Ceram Int.*, Vol. 36, pp. 291-297, 2010.
- [9] T. Peltola, M. patsi, H. Rahiala, I. Kangasniemi, A. Yli-Urpo, "Calciumphosphate Induction by Sol-Gel-Derived Titania Coatings on Titanium Substrates in Vitro", *J. Biomed. Mater.Res.* Vol. 41, pp. 504-51, 1998.
- [10] T. anha vu, R.B. Heimann, "Influence of the CaO/TiO₂ Ratio on Thermal Stability of Hydroxyapatite in The System Ca₅(PO₄)₃OH-CaO-TiO₂", *J.Mater. Sci. Lett.*, Vol. 16, pp. 1680-1682, 1997.
- [11] M. H. Fathi, A. Hanifi, "Evaluation and Characterization Of Nanostructure Hydroxyapatite Powder Prepared by Simple Sol-Gel Method", *Mater Lett.*, Vol. 61, pp. 3978-3983, 2007.
- [12] B.D. Cullity, *Elements of X-ray Diffraction*, Third ed., Massachusetts, 1978.
- [13] J.L. Kang, "Sintering: Densification, Grain Growth and Microstructure". Elsevier, Oxford, 2005.
- [14] I.W. Chen, X.H. Wang, "Sintering Dense Nanocrystalline Ceramics Without Final-Stage Grain Growth", *Nature*, Vol. 404, pp.168-171, 2000.
- [15] X. H. Wang, P. L. Chen, I. W. Chen, "Two-step Sintering of Ceramics With Constant Grain-Size. I. Y₂O₃", *J. Am. Ceram. Soc.*, Vol. 89 pp. 431-437, 2006.
- [16] D. F. Williams, "The Relationship between Biomaterials And Nanotechnology", *Biomaterials*, Vol. 29, pp. 1737-8, 2008.

کتر باشد [۱۶]. با توجه به نتایج حاصل از الگوی پراش پرتو ایکس در تعیین اندازه دانه‌ها، می‌توان به توده چگال حاصل از سیکل بهینه تف جوشی دو مرحله‌ای، نانو کامپوزیت اطلاق نمود. الگوی پراش پرتو ایکس علاوه بر هیدروکسی آپاتیت و تیتانیا، وجود فازهای بتاتری کلسیم فسفات، کلسیم تیتانات را نیز نشان می‌دهد که حاصل از تجزیه فازی هیدروکسی آپاتیت و ترکیب هیدروکسی آپاتیت و تیتانیا در محدوده دمایی بالا می‌باشند.

۴- نتیجه گیری

کامپوزیت HA-15%wtTiO₂ توسط دو روش تف جوشی سنتی و دومرحله‌ای ساخته شد. نتایج نشان داد که روش نوین تف جوشی دومرحله‌ای دارای مزیت‌های متعددی نسبت به روش تف جوشی سنتی می‌باشد به نحوی که قادر به تهیه بالک چگال نزدیک به دانسیته تئوری و اندازه دانه‌ها در محدوده نانو می‌باشد. نشان داده شد که سیکل بهینه تف جوشی دومرحله‌ای شامل دمای مرحله اول ۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد، زمان نگهداری نمونه در مرحله اول ۱۰ دقیقه، دمای مرحله دوم ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد و زمان مرحله دوم ۲۵ ساعت می‌باشد. متوسط اندازه دانه‌ها برای بالک چگال تهیه شده به روش تف جوشی دومرحله‌ای ۷۲ نانومتر می‌باشد در حالی که این مقدار برای تف جوشی سنتی در محدوده بالاتر از ۱۰۰ نانومتر قرار می‌گیرد.

۵- مراجع

- [1] M. H. Fathi, E. MohammadiZahrani, "Fabrication and Characterization of Fluoridated Hydroxyapatite Nanopowders via Mechanical Alloying", *J. Alloys Compd.*, Vol. 475, pp. 408-414, 2009
- [2] A. Chib, S. Kimura, K. Raghukandan, Y. Morizono, "Effect of Alumina Addition on Hydroxyapatite Biocomposites Fabricated by Underwater-Shock Compaction", *Mater.Sci.Eng. A.*, Vol. 350, pp. 179-18, 2003.
- [3] X. Miao, Y. Chena, H. Guo, K. AikKhor, "Spark Plasma Sintered Hydroxyapatite-Yttria Stabilized Zirconia Composites", *Ceram Int.*, Vol. 30, pp. 1793-1796, 2004.
- [4] S. Kim, H. Bang, J. Song, S. Park, "Effect of Fluoride Additive on The Mechanical Properties of