

ساخت و مشخصه یابی ایمپلنت‌های نانوکامپوزیتی منیزیمی AZ31/HA-Zeolite به روش آلیاژ سازی مکانیکی و متالورژی پودر

حسن قیصری^{۱*}، ابراهیم کرمان^۲، محمد براتی سده^۳

* نویسنده مسئول: hassan.gh.d@gmail.com

واژه‌های کلیدی

نانوکامپوزیت، زئولیت، هیدروکسی
آپاتیت، منیزیم، متالورژی پودر، معادله
شرر.

تاریخ ارسال: ۹۵/۰۳/۰۵

تاریخ بازنگری: ۹۵/۰۵/۳۰

تاریخ پذیرش: ۹۵/۰۶/۲۲

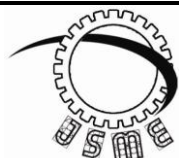
چکیده

قطعات منیزیمی (مانند آلیاژ AZ31) به علت مقاوم بودن به خوردگی در محیط‌های بیولوژیکی و همچنین دانسیته نزدیک به استخوان بدن کاربردهای پزشکی خاصی دارند. یکی از روش‌های تهیه آلیاژ، روش آلیاژ سازی مکانیکی است که به علت شرایط حاد ریخته گری این آلیاژ روش تولید متداولتری می باشد. روش متالورژی پودر (PM) یکی از روش‌های مطلوب در جهت تولید قطعات منیزیمی بوده که از جمله مجهولات، زمان و دمای زیتترینگ درمی‌باشد. هیدروکسی آپاتیت به دلیل زیست‌سازگاری و زیست‌فعالی بالا، ترکیبی مشابه با ترکیب استخوان و امکان رشد بافت به درون تخلخل‌ها و زئولیت به علت حضور یون Si که می‌تواند به عنوان جوانه زنی در آپاتیت سازی (استخوان سازی) عمل کند مورد توجه بسیار در مهندسی بافت استخوان فرار گرفته است. هدف از این پژوهش بررسی زمان و شرایط آسیاکاری جهت آلیاژ سازی، کامپوزیت سازی با نانو پودر سرامیکی و زیتترینگ مناسب در مرحله متالورژی پودر بوده که تاثیر آنها بر روی خواص مکانیکی (استحکام مکانیکی و سختی) بررسی گردید. لذا ابتدا هیدروکسی آپاتیت طبیعی (گرفته شده از استخوان گاو) توسط روش حالت جامد آسیا کاری پر انرژی HEBM و پودرزئولیت به نانو پودر کامپوزیتی هیدروکسی آپاتیت- پودرزئولیت HZ (با نسبت وزنی ۸۰ به ۲۰) تبدیل گردید. سپس نمونه‌های بالک آلیاژ منیزیم AZ31 محتوی ۰٪، ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ وزنی کامپوزیت سرامیکی HZ به روش متالورژی پودر متراکم سازی و زیتترینگ حرارتی گردد. جهت بررسی رفتار مکانیکی، آزمون اندازه گیری استحکام فشاری سرد CCS، سختی و همچنین بررسی سطح مقطع شکست بر روی نمونه‌های متراکم شده انجام گرفت. از طرفی جهت بررسی ساختار فازی (XRD)، بررسی ریزساختار و سطح مقطع شکست از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) انجام گرفت. بررسی نتایج نشان می‌دهد که بهترین خواص مکانیکی در نمونه کامپوزیتی منیزیمی محتوی ۲۰٪ وزنی کامپوزیت سرامیکی (AZ31/HZ20) مشاهده گردید. بنابراین این کامپوزیت منیزیمی می‌تواند به عنوان یک کاندیدای مناسب با خواص مکانیکی مطلوب در کاربرد های ارتوپدی معرفی می‌گردد.

۱- کالج آموزشی سما، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، ایران.

۲- مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، ایران.

۲- مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی، نجف آباد، ایران.



Journal of
Solid Mechanics in
Engineering

Journal of Solid Mechanics in Engineering

<http://jsme.iaukhsh.ac.ir>



AZ31/HA-Zeolite Nano Crystalline Biocomposite Fabricated by Mechanical Alloying and Powder Metallurgy: Mechanical Properties

Hasan Gheisari^{1,*}, Ebrahim Karamian², Mohammad Barati Sedeh³

*Corresponding Author: hassan.gh.d@gmail.com

Abstract:

Magnesium and its alloys are light, biodegradable, biocompatible metals that have promising applications as biomaterials. Magnesium is potentially useful for orthopedic and cardiovascular applications. However, the corrosion rate of this metal is so high that its degradation occurs before the end of the healing process. One of the ways to improve the corrosion rate is to compose it's with ceramic materials such as HA. In this study, at first the alloy with a nominal composition of Mg-3%Al-1%Zn (AZ31 alloy) was produced by high energy ball milling (HEBM) of Mg powder, Zn powder and Al powder under high purity argon. The ball milling parameters were chosen following: shaft rotation was 600 rpm, ratio of balls to powder was 20:1 and milling time was 2, 4 and 6 h under argon atmosphere. The Mg alloy powders obtained were pressed with different amounts of HA-Zeolite nano composite powder, weight ratio HA (Hydroxyapatite) to Zeolite 4:1 ,HZ, under 1000 MPa in steel die with 10 mm in diameter and 20 mm in height. The samples pressed were sintered for 1 h at 630 K in an inert atmosphere furnace. Microstructure characterization of as-milled powders and as-sintered alloys were carried out by SEM. An X-ray diffraction (XRD) was used for phase analysis. It means that powder obtained is nano structure. Mechanical strength and El. % improved up to approximately 50% and 40% by in AZ31/HZ biocomposite samples containing 20 wt. % HZ. So, this nano biocomposite is good candidate for orthopedic medical applications.

Key words:

Nano bio composite,
AZ31,
HA,
Zeolite,
Mechanical Alloying,
Mechanical Properties.

1- Sama Technical and Vocational Training College, Islamic Azad University, Najafabad Branch, Najafabad, Iran

2- Advanced Materials Research Center, School of Materials Engineering, Najafabad Branch, Islamic Azad University, Najafabad, Iran.

2- Advanced Materials Research Center, School of Materials Engineering, Najafabad Branch, Islamic Azad University, Najafabad, Iran.

۱-مقدمه

است. محصولات شکل داده شده منیزیم به راحتی در دسترس می‌باشند ولی ریخته‌گری شده آن محدودتر است. آلیاژهای شکل داده شده از فاکتورهای تجربی خوبی برخوردار می‌باشند. هرچند که آلیاژهای ریخته‌گری از لحاظ وزن و قیمت مقرون به صرفه هستند. ریخته‌گری تحت فشار ایزواستاتیک گرم می‌تواند محصولاتی در مقایسه با استحکام کاربردی محصولات شکل داده شده را برای بیشتر فلزات حاصل کند. آلیاژهای پودری خیلی بیشتر مورد قبول هستند. همچنین فرآیندهای پودر (متالورژی پودر) امکان ترکیب آلیاژهای نا متعارف تری را نسبت به هم می‌دهد [۴-۵].

آپاتیت‌های مصنوعی سنتز شده مانند هیدروکسی-آپاتیت $(\text{HA}:\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2)$ از جمله بیوسرامیک‌هایی می‌باشند که کاربرد وسیعی در ارتوپدی و جراحی ریشه دندان یافته‌اند که به دلیل شباهت این مواد از نظر ساختار کریستالی و شیمیایی با بافت معدنی استخوان می‌باشد. با وجود همه خواص عالی و مطلوب هیدروکسی‌آپاتیت، برخی نقاط ضعف این ماده باعث محدود شدن کاربرد آن شده است. انحلال بالای هیدروکسی‌آپاتیت، پایداری حرارتی و شیمیایی پایین و خواص مکانیکی ضعیف، جزو این موارد می‌باشد. همه‌ی خواص هیدروکسی‌آپاتیت می‌تواند در یک دامنه‌ی وسیع از راه تغییر ترکیب شیمیایی، توسط جانشینی یونی اصلاح شود [۶-۹].

هدف از این پژوهش بررسی زمان و شرایط آسیاکاری جهت آلیاژ سازی، کامپوزیت سازی با نانو پودر سرامیکی و زینترینگ مناسب در مرحله متالورژی پودر (PM) بوده که تاثیر آنها بر روی خواص مکانیکی (استحکام مکانیکی و سختی) و نوع شکست (ترد و نرم) بررسی گردید. لذا ابتدا هیدروکسی‌آپاتیت طبیعی (گرفته شده از استخوان گاو)

منیزیم عنصری است فلزی و از لحاظ مغناطیسی پارامگنتیک بوده و رسانایی الکتریکی و حرارتی نسبتاً کمی دارد. این فلز سبک (دارای وزن مخصوص ۱/۵۴ گرم بر سانتی متر مکعب که مقداری بین چگالی آلومینیوم و آهن است)، مقاوم (البته نه به سختی برخی از فولادهای حرارت دیده) و دارای جلای براق-نقره‌ای، عدد اتمی ۲۴، وزن اتمی ۸۸/۴۷، سختی در مقیاس موس ۶، دارای نقطه جوش ۳۲۸۷ درجه سانتی گراد و نقطه ذوب ۱۶۶۵ درجه سانتی گراد و با چگالی پایینی می‌باشد. نقطه ذوب نسبتاً بالا، آن را به عنوان فلز دیر گداز مفید می‌سازد. در دمای ۱۲۰۰ درجه خود به خود آتش می‌گیرد و به شدت اشتعال‌زا است. از لحاظ زمین‌شناسی ترکیب‌های منیزیم، پراکنده و استخراج آن دشوار است. نوع تجاری منیزیم (دارای خلوص ۲/۹۹ درصد) دارای مقاومت کششی نهایی ۶۳۰۰۰ پوند بر اینچ مربع (۴۳۴ مگاپاسکال) که تقریباً برابر مقاومت کششی آلیاژهای دارای عیار پایین فولاد می‌باشد اما به میزان ۴۵ درصد سبکتر از آن (چگالی آن ۶۰٪ چگالی آهن است) می‌باشد. [۳-۱].

AZ31 از آلیاژهای متداول منیزیمی متفاوت هستند زیرا آنها به طور اساسی ترکیباتی هستند که باعث افزایش استحکام و قابلیت شکل پذیری و دیگر خواص می‌شوند. AZ31 کاربردهای دمای بالاتر نسبت به آلیاژهای منیزیایی دارند اما قیمت تمام شده بیشتر و به طور کل داکتیلیته و قابلیت فرم پذیری کمتری خواهند داشت منیزیم و آلیاژهای آن پتانسیل بالایی در خیلی از کاربردهای خاص دارند ولی بایستی قبل از طراحی و استفاده از آن، برخی از واقعیتها را در مورد آن مطلع بوده و مد نظر داشت که بیشتر آن در ادامه آورده شده

پیک های پراش با اطلاعات موجود در کارت های استاندارد توسط نرم افزار X' Pert High Score صورت گرفت.

۲-۲-۲ تعیین اندازه کریستال ها روش اصلاح شده شرر

استفاده از عرض پیک موجود در الگوی پراش پرتو ایکس در نصف ارتفاع، یکی از روش های تعیین اندازه دانه می باشد، که به روش شرر موسوم است. شرر سهم کرنش شبکه را در پهن شدن پیک در نظر نگرفت و تمام پهن شدگی ذاتی را مربوط به ریز شدن دانه ها فرض کرد و رابطه (۱) را پیشنهاد داد.

$$t = 0.9 \lambda / \beta \cos \theta \quad (1)$$

۲-۳ روش تهیه هیدروکسی آپاتیت طبیعی NHA

جهت تامین هیدروکسی آپاتیت به عنوان مواد اولیه از استخوان ران گاو استفاده گردید که استخوان ها به ابعاد دو سانتیمتری ($2 \times 2 \text{ cm}$) در آورده و به مدت ۲ ساعت می جوشانیم و عملیات چربی زدایی را انجام میدهم سپس برای ۲ ساعت در خشک کن در دمای 110°C قرار میدهم و سپس نمونه های استخوان چربی زدایی شده در سه دمای 750°C ، 850°C و 950°C به مدت ۳ ساعت قرارداده شد. پس از انجام عملیات حرارتی نمونه ها پودر شده و آزمایش پرتو X یا XRD را انجام میدهم. با استفاده از رابطه شرر و نتایج XRD به اندازه گیری کریستالهای HA پرداخته شد که بر اساس آن نمونه ای که بر اساس آن نمونه ای که در 850°C درجه سانتیگراد به مدت ۳ ساعت عملیات حرارتی شده بود و دارای اندازه کریستال حدود 30 nm بود که به عنوان پودر هیدروکسی آپاتیت نانو ساختار (نانو کریستال) انتخاب گردید.

توسط روش حالت جامد آسیا کاری پر انرژی HEBM و پودر ژئولیت به نانو پودر کامپوزیتی هیدروکسی آپاتیت-پودر ژئولیت HZ (با نسبت وزنی ۸۰ به ۲۰) تبدیل گردید. سپس نمونه های بالک آلیاژ منیزیم AZ31 محتوی ۱۰٪، ۲۰٪ و ۳۰٪ وزنی کامپوزیت سرامیکی HZ تهیه گردید و جهت متراکم سازی توسط عملیات حرارتی زینترینگ قرار داده شد.

۲- مواد و روش انجام آزمایش

۲-۱- مواد اولیه

مواد مورد استفاده در این پژوهش هیدروکسی آپاتیت طبیعی می باشد که روش تهیه آن در بخش های آینده خواهد آمد و سایر مواد اولیه در جدول ۱ آورده شده است.

جدول ۱: مشخصات مواد اولیه

اندازه ذرات	خلوص	شرکت سازنده	مواد
۵۰	۹۹,۹۹	Merck	پودر روی
۷۰	۹۹,۹۹	Merck	پودر منیزیم منیزیم
۶۵	۹۹,۹۹	Merck	پودر آلومینیوم
۸۵	۹۹,۹۹	Daijoon	Zeolite

۲-۲ ارزیابی و مشخصه یابی مواد اولیه و

محصولات

۲-۲-۱ مطالعه ساختاری (آنالیز فازی)

مشخصه یابی فازی مواد پودری و نمونه ها توسط آزمون پراش پرتوی ایکس (XRD, Philips X 133) موجود در دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد با الگوی پراش با استفاده از لامپ $\text{Cu} - \text{K}\alpha$ با طول موج $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ در بازه $20 < 2\theta < 70^\circ$ ، گام 0.02° و زمان هر گام ۱ ثانیه به دست آمد. پس از الگوی پراش پرتو ایکس، فاز یابی از طریق مقایسه زاویه و شدت

۲-۴ آلیاژسازی مکانیکی

در این روش عناصر منیزیم و آلومینیوم، وروی مخلوط شدند. در این فرایند ۵ گرم روی، ۶ درصد وزنی آلومینیوم و ۴ درصد وزنی منیزیم وارد کاپ (محفظه) آسیا می گردد و با نسبت گلوله به پودر ۲۰ و سرعت چرخش ۶۰۰ دور بر دقیقه (rpm) در مدت زمانهای ۲،۴،۶ ساعت به آسیا کاری پرانرژی گلوله ای سیاره ای پرداخته شد.

۲-۵ کامپوزیت سازی

در این مرحله، نمونه پودری آماده سازی شده از هیدروکسی آپاتیت با پودر زئولیت را به مدت ۳ ساعت توسط دستگاه آسیا سیاره ای گلوله ای با سرعت ۶۰۰ rpm، کامپوزیت نموده سپس مخلوط پودر کامپوزیتی HA-Zeolite (HZ) را با پودر آلیاژی AZ31 به نسبتهای صفر و ۱۰، ۲۰ و ۳۰ درصد وزنی در آسیاب سیاره ای با نسبت گلوله به پودر ۲۰ و گلوله های آلومینیومی با سرعت ۶۰۰ دور بر دقیقه به مدت ۳۰ دقیقه کامپوزیت و جهت نمونه سازی آماده گردید. پودر کامپوزیتی هیدروکسی- زئولیت (HZ) شامل ۸۰٪ وزنی پودر هیدروکسی آپاتیت و ۲۰٪ وزنی زئولیت می باشد.

۲-۶ نمونه سازی

جهت بررسی خواص مکانیکی و رفتار شکست نمونه های کامپوزیتی از آلیز فلزی منیزیم و پودر نانو کامپوزیتی HZ ساخته شده، نمونه هایی به قطر ۱۰ میلیمتر و ارتفاع ۲۰ میلیمتر تحت نیروی اعمالی ۸ تن (تنش ۱۰۰۰ MPa) توسط پرس هیدرولیکی تهیه گردید.

۲-۷ اندازه گیری استحکام فشاری

بررسی خواص مکانیکی با اندازه گیری استحکام فشاری سرد (CCS) توسط دستگاه هیدرولیکی فشاری

STM150 انجام گردید. نمونه های استوانه ای با اندازه

گیری قطر آنها و توسط فرمول زیر استحکام مکانیکی فشاری آنها اندازه گیری شد.

$$CCS = \frac{F}{\pi D^2/4} \quad (2)$$

F: حداکثر نیروی اعمالی (نیروی اعمالی شکست فشاری) بر حسب نیوتن D: قطر نمونه ها بر حسب میلیمتر

۲-۸ اندازه گیری میکروسختی

از متداول ترین آزمون های ریزسختی سنجی است. اصول روش آزمایش ریزسختی ویکرز مانند آزمون ویکرز استاندارد است با این تفاوت که به جای نیروی فرورونده چند کیلوگرمی، نیروها در حد گرم هستند. این آزمون ها روی میکروسکوپ های متالورژیکی، که برای این کار طراحی شده اند، انجام می شوند. فرورونده هر نقطه اثر کوچک روی صفحه یک عدسی شیئی مخصوص جاسازی شده است. سطح نمونه آزمایش، پرداخت و بسیار براق شده و برای مطالعات میکروگراف اچ می شوند. مشاهده قطعه ها زیر میکروسکوپ با بزرگنمایی ۲۰۰ تا ۲۰۰۰، امکان متمرکز کردن عدسی روی دانه های مجزای ماده و فروکردن هر مالماسی با نیروی کم، در آن نقطه را فراهم می سازد. نیروی مورد استفاده معمولاً بین ۱ تا ۱۰۰ گرم است. پس از آن قطر لبه مربع شکل فرورفتگی به دقت اندازه گیری و طبق روش آزمون ویکرز محاسبه می شود. دقت متعارف اندازه گیری با میکروسکوپ الحاقی در حدود ۱.../۰.۱ میلیمتر است.

۳- نتایج مواد اولیه

۳-۱ نتایج پراش پرتو ایکس نمونه پودری NHA

نتایج پراش پرتو ایکس استخوان های حرارت دیده در دماهای مختلف در شکل ۱ آورده شده است.

نانومتر بدست می آید. محاسبات مربوط در زیر آورده شده است.

$$\ln B = \ln(k\lambda) \quad (2)$$

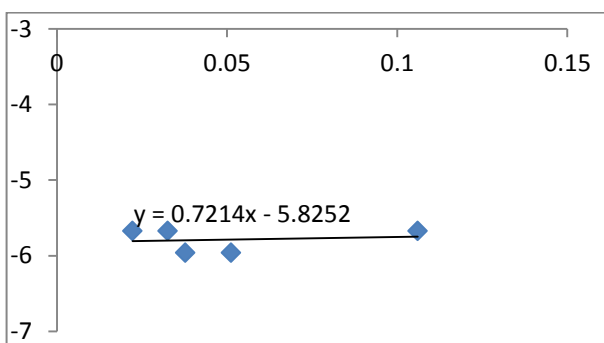
$$1) + \ln(1/\ln t) ==> x, -5.8252 = \ln(0.8 * 1.54 \text{ \AA})/L, L = 340 \text{ \AA} = 34 \text{ nm}$$

طول موج

B عرض پیک در نصف ارتفاع بر حسب رادیان

θ زاویه تفرق

k فاکتور شکل به مقدار ۰.۸۹

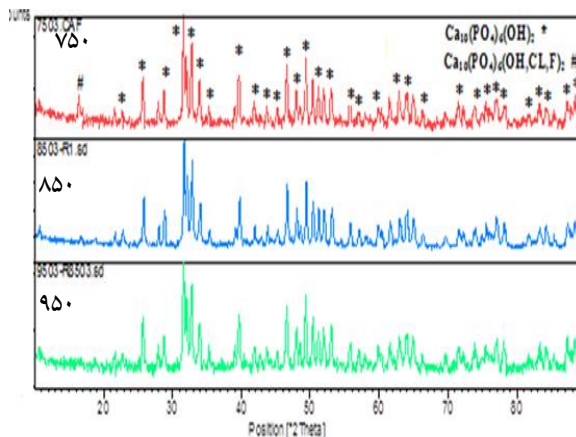


شکل ۲، نمودار lnβ بر حسب ln(1/Cosθ) بر اساس داده های XRD نمونه هیدروکسی آپاتیت طبیعی بدست آمده در ۸۵۰ C° به مدت ۳ ساعت

بنابراین هیدروکسی آپاتیت بدست آمده دارای ساختار نانو (نانو کریستال) که دارای متوسط اندازه کریستال های حدود ۳۴ نانومتر می باشد.

۳-۳ مشخصه یابی پودر زئولیت

نتایج آنالیز فازی (پراش پرتو ایکس) پودر زیولیت در شکل ۳ آورده شده است، که نشان دهنده فاز زیولیت پایه سدیمی می باشد.



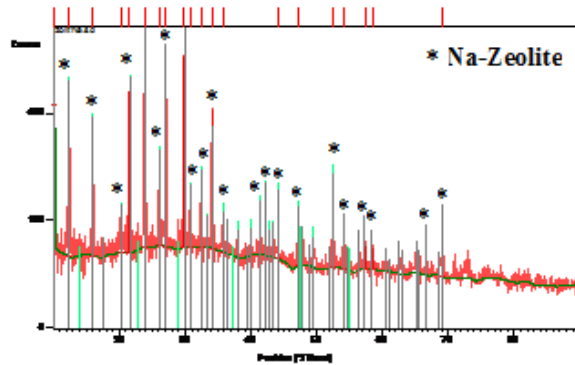
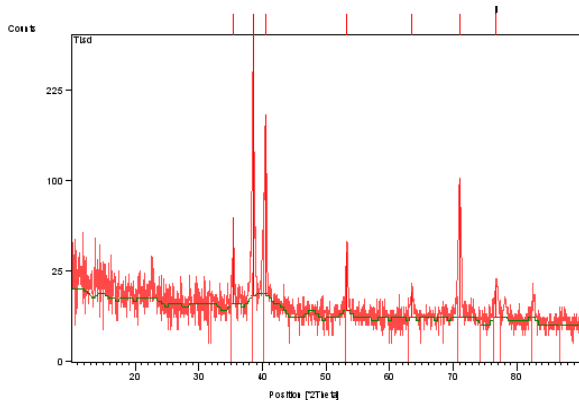
شکل ۱: الگوی پراش پرتوی ایکس استخوان حرارت دیده

همانطوریکه شکل ۱ ملاحظه می گردد دو نمونه که در دمای ۷۵۰ C° حرارت دیده شد. تجزیه حرارتی کامل صورت نگرفته است و در کنار فاز HA مقداری فاز فسفات کلسیم دیگر نیز مشاهده می گردد. ولی در دو نمونه هایی که در دمای ۸۵۰ C° و ۹۵۰ C° به مدت ۳ ساعت حرارت دیده اند فقط فاز HA مشاهده می گردد. ولی به علت پایین بودن دمای ۸۵۰ درجه سانتی گراد و ریزتر بودن کریستال ها نسبت به دمای ۹۵۰ درجه سانتی گراد، این دما جهت تجزیه حرارتی استخوان و تهیه HA انتخاب گردید.

۲-۳ اندازه گیری کریستالها

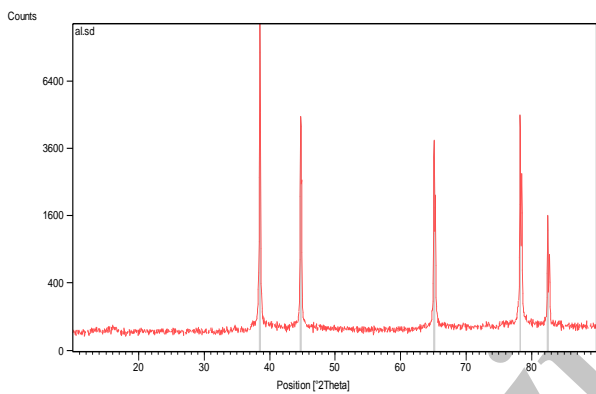
جهت اندازه گیری متوسط قطر کریستال ها (دانه ها) هیدروکسی آپاتیت بدست آمده، از روش اصلاح شده شرر استفاده گردید. در این روش با رسم نمودار ln B بر حسب ln(1/Cos θ) با استفاده از اطلاعات پیک های پراش پرتو ایکس XRD، می توان متوسط اندازه کریستال ها را با دقت بالاتر از روش میانگین گیری روش شرر بدست آورد. با توجه به معادله نمودار (شکل ۲) عرض از مبدا ۵/۸۲۵۲- می باشد. که برابر با ln(Kλ/L) می باشد. با توجه به اینکه مقادیر طول موج ۱/۵۴ آنگسترم و K فاکتور شکل ۰/۸۹ می باشد، لذا مقدار اندازه کریستال (L) برابر ۳۴

افزار X'pert High Score بیانگر حضور فازهای فلز آلومینیوم، منیزیم و روی بدون حضور فازهای ناخالص فلزی و غیرفلزی می باشد.

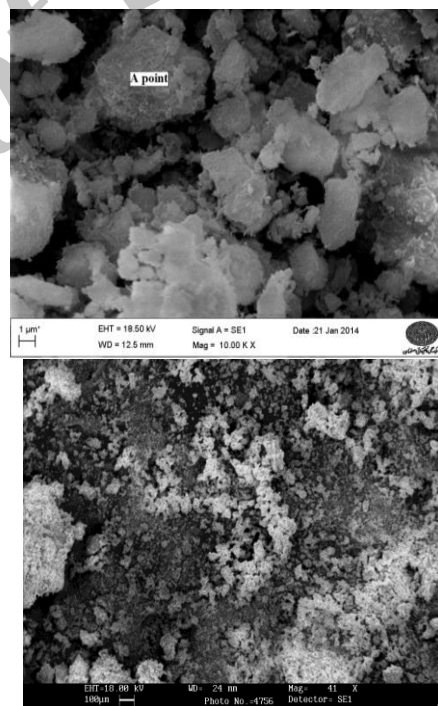


شکل ۳: الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) پودر زئولیت

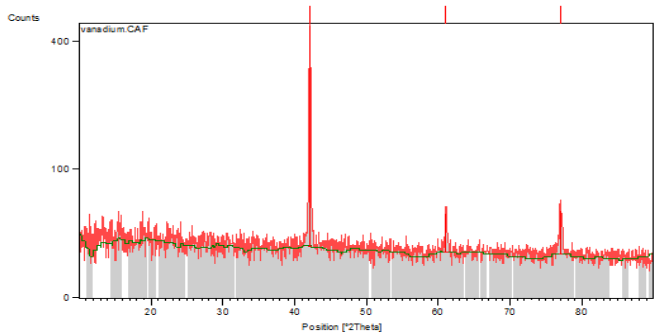
بررسی مورفولوژیکی ذرات پودر (شکل ذرات) در تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی SEM ذیل آورده شده است. بررسی ها بیانگر حضور ذرات کروی و غیر کروی با میانگین حدود ۳۰ میکرون می باشد.



شکل ۵: الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) پودر آلومینیوم (بالا) و پودر منیزیم (پایین)



شکل ۴: تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) پودر زئولیت



شکل ۷: الگوی پراش پرتو ایکس (XRD) پودر روی

۳-۴ مشخصه یابی پودر فلزات

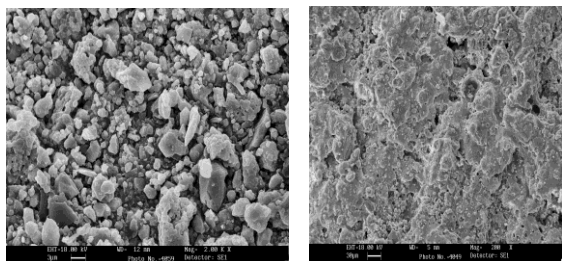
همانطوریکه ملاحظه می گردد موفولورژی ذرات مواد اولیه شامل کروی و غیر کروی می باشد، که مربوط به ذرات

در تصاویر ۵، ۶ و ۷ الگوی پراش پرتو ایکس نمونه پودری از آلومینیوم، منیزیم و روی به منظور فاز یابی در اشکال ذیل آورده شده است. بررسی فاز یابی (فاز شناسی) توسط نرم

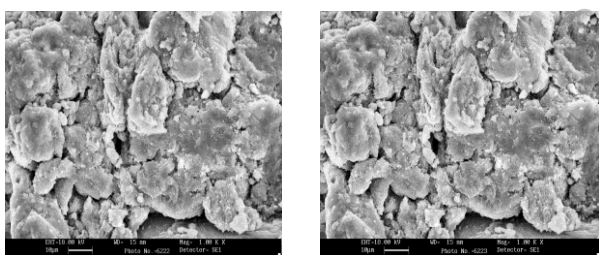
افزایش میکروسختی در نمونه های کامپوزیتی (به میزان ۱۰٪) بخاطر ازدیاد فاز سرامیکی (که دارای سختی بالاتری نسبت به فلز) می باشد.

۳-۷- بررسی رفتار شکست

تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی SEM مقطع شکست نمونه های فلزی و کامپوزیتی در اشکال ۹ آورده شده است.



شکل ۹ تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی SEM مقطع شکست نمونه فلزی منیزی AZ31



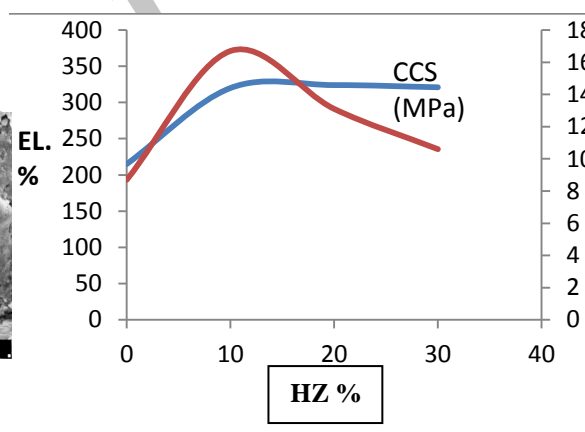
شکل ۱۰ تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی سطح مقطع شکست نمونه کامپوزیتی منیزی محتوی ۱۰٪ وزنی کامپوزیت سرامیکی (AZ31/HZ10)

همانطوریکه در تصاویر میکروسکوپ الکترونی سطح مقطع شکست نمونه فلزی پایه (بدون حضور فاز سرامیکی) ملاحظه می گردد. هیچگونه آثار صفحات و سطوح شکست صاف و براق و شرایط شکستی کلیواژ (سطوح صاف و یکنواخت) مشاهده نمی گردد. این موضوع شکست داکتیل (نرم) را در نمونه فلزی تایید می کند. که می تواند به علت عدم حضور فاز و ذرات سرامیکی که دارای شکست ترد می باشد، است.

فلزی و سرامیکی می باشد. متوسط اندازه ذرات حدود ۳۰ میکرون که بیانگر میکرونیزه بودن ذرات پودر مواد اولیه می باشد. جوش خوردن (زینترینگ) ذرات مواد به یکدیگر بعد از متراکم سازی توسط فشردن و زینترینگ حرارتی کاملاً مشخص می باشد.

۳-۵- نتایج استحکام فشاری

با توجه به نمودار استحکام فشاری و انعطاف پذیری که در شکل ۸ آورده شده است، بالاترین خواص مکانیکی (استحکام فشاری سرد) به میزان ۳۲۴ MPa در نمونه کامپوزیتی محتوی ۲۰٪ کامپوزیت سرامیکی هیدروکسی آپاتیت-زئولیت بدست آمده که حدود ۵۰٪ بیشتر از نمونه های دیگر می باشد.



شکل ۸ نتایج استحکام فشاری و انعطاف پذیری نمونه های فلزی و کامپوزیتی

۳-۶- نتایج میکروسختی

مقایسه نسبت سختی نمونه ها برحسب ویکرز (VHN) در جدول ۲ آمده است. که نشان دهنده سختی قابل قبول در کامپوزیتی با درصدهای مختلف AZ31 می باشد.

جدول ۲: میکروسختی (ریزسختی) نمونه های کامپوزیتی AZ31

درصد وزنی HZ	۰%	۱۰%	۲۰%	۳۰%
میکروسختی	520VHN	541VHN	560VHN	554VHN

۴- نتیجه گیری

۱- پودر هیدروکسی آپاتیت طبیعی (NHA) (گرفته از استخوان ران گوساله) توسط عملیات حرارتی ۸۵۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳ ساعت بدست آمده با اندازه کریستالهای فاز HA حدود ۳۴ نانومتر می باشد. در واقع پودر هیدروکسی آپاتیت طبیعی (NHA)، از نوع نانو کریستال یا نانو ساختاری می باشد.

۲- بالاترین خواص مکانیکی (استحکام فشاری سرد) به میزان ۳۲۴ MPa در نمونه کامپوزیتی محتوی ۲۰٪ کامپوزیت سرامیکی هیدروکسی آپاتیت- زئولیت بدست آمده که حدود ۵۰٪ بیشتر از نمونه های دیگر می باشد.

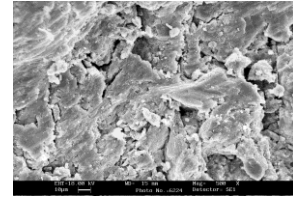
۳- افزایش میکرو سختی در نمونه های کامپوزیتی (به میزان حدود ۱۰٪) بخاطر ازدیاد فاز سرامیکی بر اثر کامپوزیت نمودن فلز می باشد.

۴- بررسی سطح مقاطع شکست نمونه ها بیانگر ازدیاد رفتار شکست ترد گردیده است. که به علت حضور ذرات سرامیکی در زمینه می باشد. بررسی نتایج انعطاف پذیری (EI.%) موید این موضوع نیز می باشد.

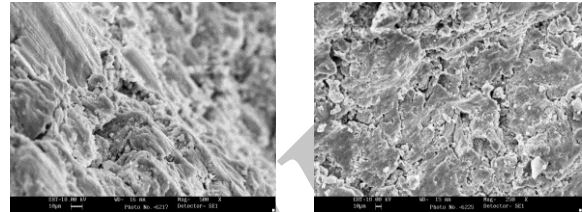
۵- بطور کلی با بررسی نتایج استحکام فشاری، سختی و تصاویر مقاطع شکست، می توان نتیجه گیری نمود که افزودن فاز سرامیکی (مقدار بهینه ۱۰-۲۰ درصد وزنی HZ) به بدنه فلزی منیزیمی و ایجاد کامپوزیت منیزیمی-سرامیکی در نمونه های AZ31/HZ می تواند منجر به بهبود رفتار و خواص مکانیکی گردد. در واقع می توان در کنار استحکام و سختی مناسب، رفتار شکست نسبتاً نرم نیز بدست آورد.

منابع و مراجع

- [۱] دکتر محمد حسین فتحی، خواص و کاربرد پزشکی بیوسرامیک ها، انتشارات ارکان دانش، ۱۳۸۸



شکل ۱۱ تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی سطح مقطع شکست نمونه کامپوزیتی منیزیمی محتوی ۲۰٪ وزنی کامپوزیت سرامیکی (AZ31/HZ۲۰)



همانطوریکه در تصاویر میکروسکوپ الکترونی سطح مقطع شکست نمونه کامپوزیت فلزی AZ31/HZ۱۰ (محتوی ۱۰٪ وزنی فاز سرامیکی) ملاحظه می گردد. تا حدودی نسبت به نمونه فلزی پایه آثار صفحات و سطوح شکست صاف و براق و شرایط شکستی کلیواژ (سطوح صاف و یکنواخت) مشاهده می گردد. این موضوع تا حدودی شکست ترد و شکننده را تایید می کند. که می تواند به علت حضور کمی فاز و ذرات سرامیکی می باشد. در صورتیکه در تصاویر میکروسکوپ الکترونی سطح مقطع شکست نمونه کامپوزیت فلزی AZ31/HZ۲۰ (محتوی ۲۰٪ وزنی فاز سرامیکی) و AZ31/HZ۳۰ (محتوی ۳۰٪ وزنی فاز سرامیکی) ملاحظه می گردد. نسبت به نمونه فلزی پایه آثار صفحات و سطوح شکست صاف و براق و شرایط شکستی کلیواژ (سطوح صاف و یکنواخت) بخوبی مشاهده می گردد. این موضوع شکست ترد و شکننده را تایید می کند. که می تواند به علت حضور بیشتر فاز و ذرات سرامیکی می باشد. بنابراین رفتار شکست از حالت نرم و داکتیل بسمت ترد و شکننده خواهد رفت. لازم بذکر است که این موضوع به عنوان عاملی که منجر به افت خواص مکانیکی می باشد. زیرا شکست ترد در مواد معمولاً مطلوب نیست و افت خواص مکانیکی را منجر می شود.

- Carbonated Fluorhydroxyapatite ", *Proceedings of the 2nd International Conference on Nanostructures (NS2008)*, P. 166, 11th-14th March 2008, Kish University, Kish Island, Iran.
- [8] Fathi. M. H., Mohammadi Zahrani. E., " Mechanochemical Synthesis of Fluoridated –
- [9] LeGeros RZ. *Calcium phosphates in oral biology and medicine*. In: Myers Karger H, editor. *Monographs in oral science*, vol. 15. Basel: AG Publishers, Switzerland, 1991.
- [10] Bonfield W., Gibson. I. R., "*Process for the preparation of magnesium and carbonate substituted hydroxyapatite*", Patent Application No. WO 99/32400; 1999.
- [11] Hassan Gheisari , Ebrahim Karamian and Majid Abdellahi, A novel hydroxyapatite – Hardystonite nano-composite ceramic, *Ceramics International*, 41(2015)5967–5975.
- [12] Hassan Gheisari, Ebrahim Karamian, "Preparation and characterization of hydroxyapatite reinforced with hardystonite as a novel bio-nanocomposite for tissue
- [۲] خواص و کاربرد پزشکی بیو فلزات ،فتحی / محمدحسین مرتضوی / وجیهه السادات، انتشارات ارکان دانش، ۱۳۸۲
- [۳] هیدروکسی آپاتیت : نانوذرات معدنی استخوان، مهدی سادات شجاعی، سازمان انتشارات جهاد دانشگاهی، ۱۳۸۹
- [۴] معرفی و کاربرد هیدروکسی آپاتیت (Interpore) در بیماریهای پریدنتال، یدالله سلیمانی شایسته / امیر قاسمی، جهاد دانشگاهی (دانشگاه تهران، دانشکده دندانپزشکی)، ۱۳۷۱
- [5] Ali Nadernezhad ; Bahman Torabinejad et al, Poly (lactic-co-glycolic)/nanostructured merwinite porous composites for bone tissue engineering: II. structural and in vitro characterization Volume 2, Issue 4, Autumn 2014, Page 13-24.
- [6] LeGeros, R. Z., Tung, M. S., "Chemical Stability of Carbonate and Fluoride Containing Apatites", *Caries. Res.*, 17, pp. 419-429, 1983.
- [7] Mohammadi Zahrani. E., Fathi. M. H., "Sintering and Mechanical Properties of Nanocrystalline

Archive of SID