

اثر مورفولوژی سطحی زیرلایه بر چسبندگی پوشش‌های هیدروکسی‌آپاتیت پلاسما اسپری شده*

زهرا محمدی^(۱)علی اکبر ضیایی مؤید^(۲)عبدالرضا شیخ‌مهدی مسگر^(۳)

چکیده چسبندگی پوشش‌های هیدروکسی‌آپاتیت پلاسما اسپری شده به زیرلایه آلایز تیتانیومی زیر شده در شرایط متفاوت، اما با زبری سطحی یکسان، به کمک دو روش آزمون کششی استاندارد و فرورفتگی ویکرز در فصل مشترک مورد ارزیابی قرار گرفته است. نتایج اندازه‌گیری با روش استاندارد، نشان دهنده پراکندگی ارقام استحکام و هم‌چنین، ایجاد انواع شیوه‌های جداشدگی پوشش (چسبنده، پیوسته و مخلوط) بود. با افزایش بعد فرکتال سطح زیر شده، استحکام کششی چسبندگی افزایش یافت. ارزیابی چسبندگی پوشش به زیرلایه از طریق روش فرورفتگی در فصل مشترک بر مبنای تعیین میزان بار بحرانی نشان داد که مابین روند تغییرات استحکام چسبندگی استاندارد و میزان بار بحرانی روش فرورفتگی ویکرز برای پوشش‌های با مورفولوژی سطحی متفاوت، یک رابطه مستقیم وجود دارد. در روش فرورفتگی ویکرز با بزرگتر شدن بعد فرکتال سطح زیر شده، مقدار بار بحرانی و چقرمگی شکست ظاهری فصل مشترک افزایش می‌یابد. روش فرورفتگی ویکرز در فصل مشترک می‌تواند به نحاطر دستیابی به یک تک‌مقدار مشخص برای بار بحرانی، شیوه جایگزین مناسبی برای آزمون استحکام کششی استاندارد به شمار آید. در ارزیابی چسبندگی پوشش‌های هیدروکسی‌آپاتیت پلاسما اسپری شده به روش فرورفتگی، مقدار بار بحرانی یا چقرمگی شکست ظاهری فصل مشترک را می‌توان به عنوان شاخص چسبندگی در نظر گرفت.

واژه‌های کلیدی پوشش‌های هیدروکسی‌آپاتیت، پلاسما اسپری، استحکام چسبندگی، روش فرورفتگی در فصل مشترک

Effect of Substrate Surface Morphology on Adhesion Properties of Plasma Sprayed Hydroxyapatite Coatings

Z. Mohammadi

A.A. Ziaie-Moaied

A. Sheikh-Mehdi Mesgar

Abstract Adhesion properties of plasma sprayed hydroxyapatite coatings to the Ti alloy roughened under different conditions, using standard tensile adhesion test as well as interfacial indentation method were evaluated. The measurement of adhesion strength based on the standard test showed scattered values for each group of specimens with identical surface morphology, and different failure modes (adhesive, cohesive or mixed one). Adhesion strength of hydroxyapatite coatings was increased by the increase of fractal dimension of the roughened surfaces. Interfacial indentation method was used to evaluate adhesion strength by determination of critical load as the index of adhesion properties. There was a direct relationship between the measured values of standard tensile strength and critical load in interfacial indentation method for the coating system with different surface morphologies of substrate. Interfacial indentation method presents advantages such as no require to use of a bonder as well as obtaining a single value for critical load and/or interfacial apparent fracture toughness, as compared with other methodologies. It can be considered as an alternative method to evaluate adhesion strength of plasma sprayed hydroxyapatite coatings.

Key Words Hydroxyapatite Coatings, Plasma Spray, Adhesion Strength, Interfacial Indentation Method

* نسخه‌اولیه مقاله در تاریخ ۸۴/۱۱/۱۰ و نسخه نهایی آن در تاریخ ۸۵/۸/۲۰ به دفتر نشریه رسیده‌است.

(۱) استادیار، دانشکده مهندسی علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف

(۲) دانشیار، دانشکده مهندسی علم مواد، دانشگاه صنعتی شریف

(۳) استادیار، دانشکده مهندسی پزشکی، دانشگاه علم و صنعت ایران

مقدمه

پوشش‌های اسپری حرارتی در کاربردهای متفاوتی همچون محافظت فلزات در برابر خوردگی، سایش و دمای بالا و همچنین ثابت‌سازی (fixation) ایمپلنت‌ها در بدن مورد استفاده قرار می‌گیرند [1]. پوشش‌های هیدروکسی‌آپاتیت به منظور ایجاد اتصال مستقیم میان بافت و سطح ایمپلنت‌ها به طور مرسوم توسط تکنیک پلازما اسپری، به عنوان یکی از روش‌های اسپری حرارتی؛ بر روی پروتزهای در تماس با بافت استخوانی نشانده می‌شوند [2]. از آنجا که ایمپلنت‌های دارای پوشش هیدروکسی‌آپاتیت در محیط بدن در معرض بارهای مختلف کششی و برشی قرار می‌گیرند، احتمال کنده شدن و / یا تکه‌تکه شدن پوشش به دلیل پیچیدگی‌های ریزساختاری پوشش‌های پلازما اسپری شده وجود خواهد داشت [2,3].

به طور کلی، تئوری‌های چسبندگی بین دو ماده مشتمل بر مکانیزم‌های بر پایه نفوذ (diffusion)، قفل‌شدگی مکانیکی، جذب الکتروستاتیک، جذب فیزیکی، اتصال شیمیایی و لایه‌های مرزی ضعیف می‌باشد [4]؛ هر چند که این تعریف کلی را نمی‌توان به طور کامل برای پوشش‌های اسپری حرارتی به کار برد چرا که این نوع پوشش‌ها در سطح ریزساختاری به صورت مخلوط یا کامپوزیت در نظر گرفته می‌شوند. مکانیزم‌های اصلی اتصال پوشش‌های اسپری حرارتی در سه گروه قفل‌شدگی مکانیکی، پیوند فلزی (نیروهای دیسپرژن، جذب شیمیایی، نفوذ) و پیوند شیمیایی (ترکیبات بین‌فلزی) طبقه‌بندی می‌شوند [4]. بررسی‌ها نشان داده است که در فصل مشترک زیرلایه-پوشش یعنی مابین لایه سطحی زیرلایه (TiO_2) و هیدروکسی-آپاتیت پلازما اسپری شده هیچ گونه فاز واکنشی تشکیل نمی‌شود [5]، از این رو، مکانیزم غالب در اتصال پوشش‌های پلازما اسپری شده به سطوح فلزی، قفل‌شدگی مکانیکی در نظر گرفته می‌شود [2,6]. به همین خاطر قبل از اعمال پوشش، سطح ایمپلنت توسط

عملیات دانه‌پاشی از طریق پاشش ذرات یک ماده سخت، زبر می‌گردد. این عمل سبب می‌شود تا سطح ایمپلنت از یک نوع توپوگرافی خاصی برخوردار گردد که غالباً شاخص چنین تغییری به وسیله "انحراف از میانگین حسابی" معروف به زبری سطحی، R_a ، بیان می‌شود [5]. مناسب‌ترین زبری سطحی برای سطح ایمپلنت‌های فلزی پوشش داده شده با هیدروکسی‌آپاتیت که به عنوان پروتزهای جایگزین مفصل ران به کار برده می‌شوند در محدوده $4-3 \mu\text{m}$ گزارش شده است [2,7]. آلیاژ تیتانیومی به دلیل برخورداری از خواص برجسته مکانیکی و زیست‌سازگاری، به عنوان زیرلایه پوشش‌های هیدروکسی‌آپاتیت برای کاربردهای ارتوپدی مورد استفاده قرار می‌گیرد [8].

چسبندگی پوشش به زیرلایه، از جمله معیارهایی است که به منظور ارزیابی عملکرد پوشش در کاربرد پیش‌بینی شده در نظر گرفته می‌شود. استحکام چسبندگی پوشش‌های هیدروکسی‌آپاتیت پلازما اسپری شده به صورت استاندارد توسط آزمون استحکام کششی اندازه‌گیری می‌گردد. بدین منظور غالباً استاندارد ASTM C633 به کار برده می‌شود [2]. اخیراً مؤسسه استانداردسازی ایزو نیز استاندارد ISO 13779-4 را برای اندازه‌گیری استحکام چسبندگی پوشش‌های هیدروکسی‌آپاتیت تدوین نموده است [9]. در این استاندارد، دو میله از جنس آلیاژ تیتانیومی با ابعادی مشخص، یکی دارای پوشش و دیگری فقط به صورت زبر شده، توسط چسب اپوکسی به هم متصل شده و مجموعه فوق، تحت بار کششی قرار می‌گیرد تا دو میله از هم جدا گردند. استحکام چسبندگی، حاصل تقسیم بار به سطح خواهد بود. مشکل اصلی این آزمون در این است که رشد ترک و شکست به توزیع عیوب موجود در لبه نمونه وابسته بوده که این منجر به پراکندگی ارقام استحکام به دست آمده می‌گردد [10]. از سوی دیگر، به دلیل استفاده از چسب برای اتصال دو میله، احتمال

مواد و روش‌ها

آلیاژ تیتانیومی (Ti-6Al-4V (ISO 5832-3) به صورت ورق و میله به عنوان زیرلایه انتخاب شد. پس از آماده‌سازی اولیه (چربی‌زدایی)، سطح آلیاژ در معرض عملیات دانه‌پاشی توسط دو نوع دانه آلومینا و سیلیکا با سیستم‌های مختلف پاشش فشاری و مکشی قرار گرفت. تنظیم پارامترهای عملیات دانه‌پاشی به منظور دستیابی به زبری سطحی مورد نظر از طریق به‌کارگیری دو روش فاکتوریال کامل (full factorial) و تاگوچی صورت پذیرفت [۱۶]. شرایط عملیات دانه‌پاشی در سه حالت مختلف در جدول (۱) نشان داده شده است. پس از عملیات دانه‌پاشی، سطح آلیاژ در معرض هوای فشرده قرار گرفت تا دانه‌های باقیمانده ماده زبرکننده از روی آن خارج گردد. سپس سطح آلیاژ با الکل، شسته و بلافاصله به وسیله سیستم پلاسما اسپری، پوشش داده شد. در فرآیند پلاسما اسپری از گاز آرگون به عنوان گاز اصلی پلاسما و گاز حامل پودر، و از هیدروژن به عنوان گاز ثانویه استفاده گردید. سیستم پلاسما اسپری مورد استفاده از نوع METCO 3MB ساخت شرکت Sulzer-Metco, USA بود.

جدول ۱ پارامترهای مختلف عملیات دانه‌پاشی برای ایجاد زبری سطحی یکسان بر روی سطح آلیاژ تیتانیومی (فشار ۵ بار و زاویه ۷۵ درجه)

| پارامتر | نمونه | | |
|-------------------------------------|---------|--------|--------|
| | A | B | C |
| متوسط اندازه دانه (μm) | ۲۱۴ | ۵۳۲ | ۱۰۵۵ |
| سیستم پاشش | مکشی | فشاری | مکشی |
| فاصله (cm) | ۲۰ | ۱۰ | ۵ |
| زمان (s) | ۵ | ۵ | ۱۵ |
| ماده پاشش | آلومینا | سیلیکا | سیلیکا |

برای اعمال پوشش هیدروکسی‌آپاتیت، از پودر

نفوذ چسب به داخل پوشش وجود داشته و در نتیجه، معمولاً مقادیر متفاوت استحکام و هم‌چنین شیوه‌های مختلف جداشدگی مشاهده می‌شود [11].

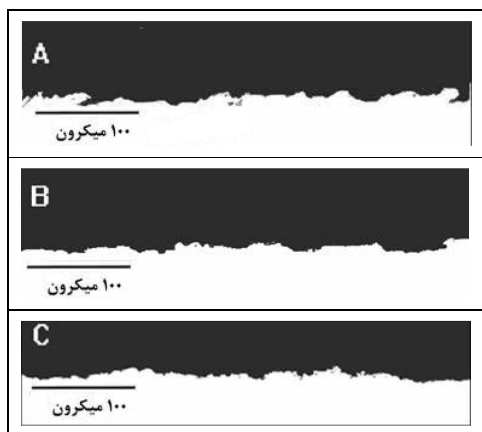
Tsui و همکاران پیشنهاد کرده‌اند که لازم است بررسی چسبندگی در فصل مشترک با نظریه مکانیک شکست توأم شود به طوری که به هنگام طراحی یک سیستم ایمپلنت/ لایه، علاوه بر استحکام باند باید چقرمگی شکست در فصل مشترک، K_{Ic} ، (و یا سرعت رهایش انرژی کرنشی بحرانی، G_{Ic}) در نظر گرفته شود [12]. این محققان با بررسی پوشش‌های هیدروکسی‌آپاتیتی که با تغییر پارامترهای سیستم پلاسما تهیه شده بودند، نشان دادند که مقادیر استحکام کششی استاندارد دارای پراکندگی زیادی بوده در حالی که، مقادیر K_{Ic} به دست آمده بر مبنای نظریه مکانیک شکست از قابلیت اعتماد بالایی برخوردار است [11]. اندازه‌گیری K_{Ic} برای پوشش‌های هیدروکسی‌آپاتیت پلاسما اسپری شده بر روی زیرلایه از جنس آلیاژ تیتانیومی زبر شده، در محدوده $0.16 - 1.41 \text{ MPa m}^{1/2}$ گزارش شده است [11,12].

در سال‌های اخیر، تلاش‌هایی برای اندازه‌گیری چقرمگی شکست در منطقه فصل مشترک پوشش‌های اسپری حرارتی توسط روش فرورفتگی ویکرز (Vickers Indentation) صورت گرفته است [13,15]. عدم نیاز به چسب، از محاسن این روش می‌باشد هر چند که، آماده‌سازی سطح مقطع نمونه پوشش‌دار، از موارد با اهمیت در این شیوه به شمار می‌رود.

در این تحقیق سعی گردیده است تا چسبندگی پوشش هیدروکسی‌آپاتیت پلاسما اسپری شده به زیرلایه آلیاژ تیتانیومی که در شرایط مختلف تحت عملیات دانه‌پاشی قرار گرفته (دارای زبری سطحی یکسان اما با مورفولوژی سطحی متفاوت)، به کمک دو روش آزمون استاندارد کششی و فرورفتگی ویکرز در فصل مشترک مورد ارزیابی قرار گیرد.

رابطه (۱) را می‌توان به صورت رابطه (۲) نوشت:

$$\log N(d) = -D \log d + \log a \quad (2)$$



شکل ۱ تصاویر میکروسکوپی سطح مقطع آلیاژ زیر شده در شرایط متفاوت اما با زبری سطحی مشابه

با تغییر پیوسته اندازه مربع‌ها، تعداد مربع‌هایی که پروفیل را می‌پوشانند شمارش می‌گردد و سپس داده‌های حاصله به صورت $\log N - \log d$ برای هر پروفیل رسم می‌شود. اگر رابطه میان این دو، خطی باشد پروفیل دارای خصوصیات فرکتال بوده و شیب آن، بعد فرکتال خواهد بود [14,17].

در این تحقیق، در مورد هر نمونه، ۵ مرتبه ارزیابی انجام پذیرفت و برای هر نمونه، ۱۰ موقعیت متفاوت از سطح جهت ارزیابی بعد فرکتال انتخاب گردید. بررسی‌ها نشان داد ارتباط میان $\log N$ و $\log d$ خطی بوده و شیب آن در محدوده $1/0.5$ - $1/0.1$ تغییر می‌کند.

برای اندازه‌گیری استحکام کششی پوشش بر اساس استاندارد ISO 13779-4 عمل گردید. مجموعه مورد نیاز جهت اندازه‌گیری استحکام چسبندگی در شکل (۲) مشاهده می‌شود. کلیه قسمت‌های لازم این مجموعه طراحی و ساخته شد. برای هر یک از

هیدروکسی آپاتیت Plasma Biotal استفاده شد. پارامترهای به کار رفته برای سیستم پلاسما اسپری، در جدول (۲) قابل مشاهده است. ضخامت پوشش به طور متوسط $200 \mu\text{m}$ بود.

جدول ۲ پارامترهای پلاسما اسپری برای ایجاد پوشش هیدروکسی آپاتیت

| مقدار | پارامتر | |
|-------|---------|----------------------|
| ۳۳/۵ | (kw) | توان |
| ۸ | (cm) | فاصله |
| ۷ | (l/min) | گاز ثانویه (هیدروژن) |
| ۵۰ | (l/min) | گاز پلاسما (آرگون) |
| ۱۰ | (g/min) | سرعت تزریق پودر |

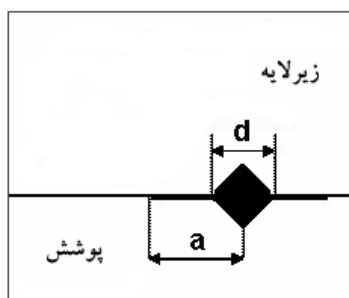
زبری سطحی توسط سیستم SURFOMETER SF200 اندازه‌گیری شد. اندازه‌گیری زبری سطحی در مورد هر نمونه ۵ بار تکرار گردید.

بر اساس پژوهش‌های انجام شده، بعد فرکتال را می‌توان به عنوان معرف توپوگرافی سطح زیرلایه پوشش‌ها در نظر گرفت. ارزیابی بعد فرکتال سطوح زبر شده نیازمند دستیابی به پروفیل سطح زیرلایه است. در شکل (۱)، تصاویر میکروسکوپی مقطع سطوح زبر شده با زبری یکسان قابل مشاهده است. در این تحقیق، از روش Box-Counting برای تعیین بعد فرکتال استفاده شد. اگر پروفیل سطح با مربع‌هایی به ضلع d ، و به طور کامل با تعداد N مربع پوشانده شود هندسه فرکتال از رابطه (۱) تبعیت می‌کند:

$$N(d) = a \times d^{-D} \quad (1)$$

که در آن a ، ثابت و D ، بعد فرکتال است.

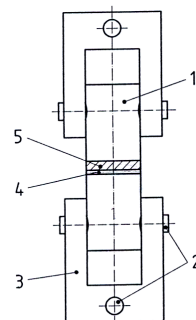
پولیش شد. در مورد هر نمونه و برای هر بار اعمالی، این آزمون ۵ بار تکرار گردید و نتیجه متوسط در تحلیل نتایج مورد استفاده قرار گرفت. در آزمون فرورفتگی ویکرز در فصل مشترک، هدف دستیابی به دو عامل P_c و a_c است. P_c مقدار باری است که در کمتر از آن، هیچ گونه ترکی در فصل مشترک در اثر آزمون فرورفتگی ویکرز به وجود نمی آید. a_c طول ترک مطابق با میزان بار P_c است. زمانی که هیچ گونه ترکی بوجود نیاید علی القاعده a_c برابر $d/2$ می گردد (شکل ۳). شیوه کار بدین صورت است که باید سطح مقطع نمونه پوشش داده شده کاملاً پولیش شود و سپس آزمون سختی سنجی ویکرز تحت بارهای مختلف در فصل مشترک انجام پذیرد. پس از آن، مقدار نصف قطر اثر فرورونده ($d/2$) و همچنین طول ترک ایجاد شده (a) اندازه گیری گردد. با رسم مقادیر بار اعمالی در مقابل دو مقدار اندازه گیری شده فوق به صورت لگاریتمی، دو خط به دست می آید. نقطه P_c و a_c نقطه برخورد این دو خط خواهد بود [13-15].



شکل ۳ شکلواره‌ای از اثر فرورونده ویکرز در فصل مشترک؛ a ، طول ترک و d اندازه فرورونده ویکرز

نتایج و بحث

در جدول (۱)، شرایط عملیات دانه پاشی برای ایجاد متوسط زبری سطحی یکسان ($3/51 \mu m$) بر روی زیرلایه آلایژ تیتانیومی نشان داده شده است. ملاحظه می گردد با استفاده از دو نوع دانه سیلیکا و آلومینا، و از



شکل ۲ مجموعه مورد نیاز برای آزمون استحکام چسبندگی بر اساس استاندارد ایزو به همراه نمونه‌های ساخته شده
 (۱): میله آلایژ تیتانیومی به قطر $2/54 \text{ cm}$ ، ۲: بین (جهت اتصال میله تیتانیومی به یوک و اتصال یوک به دستگاه آزمون)، ۳: یوک، ۴: چسب، ۵: پوشش)

حالت‌های مورد بررسی، تعداد پنج نمونه آزمایش گردید. جهت اتصال میله‌ها در آزمون کشش، یکی از میله‌ها پوشش داده شد و دیگری که فاقد پوشش بود توسط عملیات دانه پاشی (تحت شرایط یکسان) آماده-سازی گردید و سپس به کمک چسب اپوکسی و یک نگهدارنده، میله‌ها به هم متصل شد. آزمون کشش با سرعت 1 mm/min انجام پذیرفت.

به منظور انجام آزمون فرورفتگی ویکرز در فصل مشترک از دستگاه سختی سنجی ویکرز Unitek 400A تحت بارهای مختلف استفاده گردید. ورق از جنس آلایژ تیتانیومی پس از آماده سازی، پوشش داده شد و بعد از مان، سطح مقطع سیستم پوشش، توسط کاغذ SiC و در نهایت، به وسیله پودر ریز آلومینا

همان‌طور که در جدول (۴) مشاهده می‌شود مقادیر اندازه‌گیری شده استحکام از حداقل مقدار توصیه شده در استاندارد بیشتر است. در مورد هر سه گروه، از نمونه‌ها، زبری سطحی، ضخامت پوشش و شرایط پلازما اسپری یکسان بوده است. تفاوت این سه گروه، در مورفولوژی سطحی (بعد فرکتال) است. ملاحظه می‌گردد بالاترین مقادیر استحکام مربوط به نمونه‌هایی است که زیرلایه، توسط آلومینا زبر شده است. از سوی دیگر، مقدار انحراف معیار این گروه از بقیه کمتر است. پراکندگی ارقام استحکام در مورد نمونه‌هایی که زیرلایه توسط سیلیکا زبر شده است از نمونه‌های با زیرلایه زبر شده توسط آلومینا بیشتر است. بررسی الگوی شکست نمونه‌ها نشان داد هر سه حالت جداشدگی یعنی الگوی پیوسته (Cohesive)، چسبنده (Adhesive) و مخلوط (Adhesive/Cohesive) پدید می‌آید (شکل ۴). منظور از شکست پیوسته، جداشدگی در داخل پوشش می‌باشد در حالی که در شکست چسبنده، جداشدگی در فصل مشترک پوشش - زیرلایه رخ می‌دهد [11].

بر اساس جدول (۴)، شکست در تمام نمونه‌های گروه A از نوع مخلوط است در حالی که در دو گروه دیگر، هر سه حالت جداشدگی مشاهده می‌شود. با

طریق دو نوع سیستم پاشش فشاری و مکشی تحت شرایط متفاوت از لحاظ فاصله، زاویه و زمان پاشش، امکان تهیه سطوح با متوسط زبری سطحی یکسان و مطلوب وجود دارد. همان‌طور که در جدول (۳) ملاحظه می‌شود تفاوت سه گروه از سطوح تهیه شده تحت شرایط مختلف عملیات دانه‌پاشی، صرفاً در مورفولوژی سطحی یا بعد فرکتال آنها است.

جدول ۳ زبری سطحی متوسط سه گروه سطوح دانه‌پاشی شده

در شرایط مختلف، به همراه بعد فرکتال آنها

| نمونه | خصوصیات سطحی | زبری سطحی متوسط (μm) | بعد فرکتال |
|-------|--------------|-----------------------------------|------------|
| A | | 3.51 ± 0.38 | ۱/۰۵ |
| B | | 3.51 ± 0.41 | ۱/۰۳ |
| C | | 3.51 ± 0.22 | ۱/۰۱ |

در جدول (۴)، نتایج اندازه‌گیری استحکام چسبندگی بر اساس استاندارد ISO 13779-4 ارائه شده است. بر مبنای این استاندارد، باید تعداد نمونه‌های آزمایش شده، شیوه جداشدگی هر یک از آنها، مقادیر حداکثر، حداقل و متوسط استحکام و نیز میزان انحراف معیار گزارش شود. بر اساس استاندارد ISO 13779-2، استحکام چسبندگی پوشش‌های هیدروکسی‌آپاتیت باید از ۱۵ MPa کمتر نباشد [18].

جدول ۴ نتایج اندازه‌گیری استحکام چسبندگی پوشش هیدروکسی‌آپاتیت پلازما اسپری شده (MPa)

بر اساس استاندارد ISO 13779-4

| انحراف معیار | متوسط | شماره نمونه | | | | | استحکام نمونه |
|--------------|-------|-------------|----------|----------|----------|----------|---------------|
| | | ۱ | ۲ | ۳ | ۴ | ۵ | |
| ۲/۰ | ۲۴/۱ | $27/2^m$ | $23/7^m$ | $24/8^m$ | $23/4^m$ | $21/6^m$ | A |
| ۳/۴ | ۱۹/۱ | $22/5^c$ | $17/5^m$ | $16/1^m$ | $16/5^a$ | $23/1^m$ | B |
| ۳/۴ | ۱۸/۱ | $17/2^m$ | $21/5^m$ | $22/1^c$ | $15/1^a$ | $15/6^a$ | C |

a: شکست چسبنده، c: شکست پیوسته، m: مخلوط

احتمال متفاوت بودن استحکام پیوستگی پوشش‌ها وجود خواهد داشت ولیکن، امکان تفسیر نتایج به دلیل تفاوت در پیوستگی پوشش‌ها و همچنین چسبندگی آنها به زیرلایه وجود نخواهد داشت؛ هر چند که در این صورت استفاده از زیرلایه با شرایط آماده‌سازی کاملاً مشابه و اعمال پوشش‌های متفاوت، مقایسه استحکام پیوستگی پوشش‌ها با یکدیگر را محتمل می‌نماید.

در سال‌های اخیر، روش فرورفتگی ویکرز در فصل مشترک پوشش - زیرلایه به عنوان یکی از روش‌های اندازه‌گیری چقرمگی شکست منطقه فصل مشترک پیشنهاد شده است [13-15]. در اثر اعمال فرورونده ویکرز در فصل مشترک، منطقه پلاستیکی ایجاد می‌شود که معرف خواص تلفیقی موضعی پوشش و زیرلایه است. در این روش، طول ترک ایجاد شده در فصل مشترک پوشش - زیرلایه که در اثر اعمال بارهای مختلف به وجود می‌آید اندازه‌گیری می‌شود. استفاده از این روش، مستلزم داشتن پوشش با ضخامت بیشتر از $100 \mu\text{m}$ است [13-15]. در روش فرورفتگی ویکرز در فصل مشترک، چقرمگی شکست ظاهری فصل مشترک از رابطه (۳) به دست می‌آید [13]:

$$K_{ca} = 0.015 \frac{P_c}{a_c^{1.5}} \left[\frac{E}{H_V} \right]_I^{0.5} \quad (3)$$

در این رابطه $(E/H_V)_I$ ، نسبت مدول یانگ به سختی ویکرز منطقه فصل مشترک است که خود تابعی از مدول یانگ و سختی پوشش و زیرلایه می‌باشد. به-کارگیری این روش مستلزم انجام شرایط ویژه‌ای در آماده‌سازی سطح مقطع نمونه می‌باشد.

در شکل (۵)، تصویر میکروسکوپ الکترونی سطح مقطع، به منظور نشان دادن اثر فرورونده ویکرز و ترک ایجاد شده قابل مشاهده است.

مقدار P_c به عنوان معرف خواص چسبندگی پوشش به زیرلایه پیشنهاد شده است [20]. در شکل (۶)، نتایج

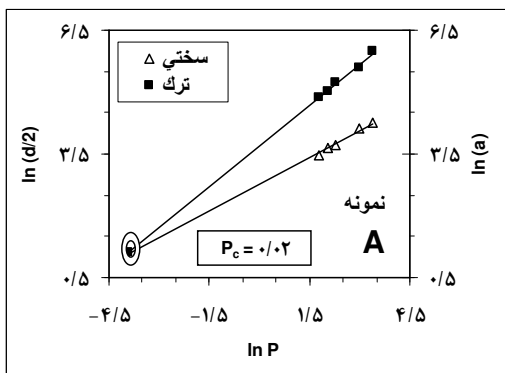
مقایسه شیوه جداشدگی نمونه‌های دو گروه B و C می‌توان نتیجه گرفت استحکام پیوستگی پوشش هیدروکسی‌آپاتیت در این دو گروه که زیرلایه آلایاز تیتانیومی در آنها با دانه‌های سیلیکا زبر شده‌اند، بالاتر از 20 MPa است؛ زیرا نمونه‌هایی که از خود الگوی جداشدگی پیوسته نشان می‌دهند دارای بالاترین مقادیر استحکام هستند. از سوی دیگر، پایین‌ترین مقادیر استحکام در مورد نمونه‌هایی ملاحظه می‌شود که الگوی شکست به صورت چسبنده (فصل مشترک پوشش - زیر لایه) بوده است. در هر سه گروه از نمونه‌ها، پارامترهای پلازما اسپری و ضخامت پوشش یکسان بوده است از این رو، انتظار می‌رود که استحکام پیوستگی تمام نمونه‌ها یکسان باشد. بر اساس جدول (۴)، ملاحظه می‌گردد در مورد نمونه‌های زبر شده با سیلیکا (B و C)، استحکام کششی پوشش‌های با الگوی شکست پیوسته تقریباً در حد هم هستند. Berndt پیشنهاد کرده است که به دلیل پراکندگی مقادیر استحکام کششی و هم‌چنین پیچیدگی در تفسیر نتایج



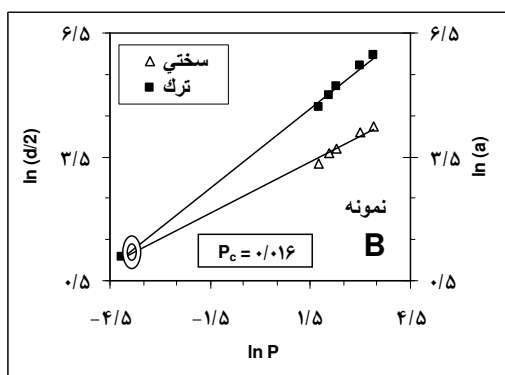
شکل ۴ الگوی شکست نمونه‌ها

بر اساس الگوی شکست، از توزیع وایبول داده‌های استحکام استفاده شود [19]. محدودیت اصلی این شیوه، نیاز به انجام آزمون بر روی حداقل ۳۰ نمونه برای دستیابی به مدول وایبول است [19]. به همین دلیل در استانداردهای آزمون استحکام کششی پوشش‌ها، بر گزارش نمودن هر یک از مقادیر اندازه‌گیری شده استحکام همراه با الگوی شکست آن تأکید شده است. خاطر نشان می‌سازد در صورتی که از پوشش‌های متفاوت برای مقایسه خواص چسبندگی استفاده شود

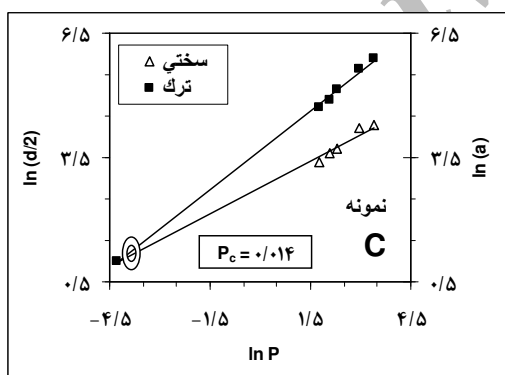
زیرلایه به دست می‌آید.



(الف)



(ب)

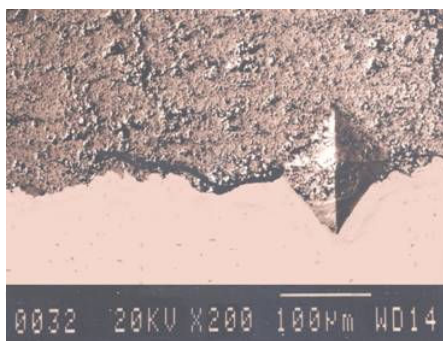


(ج)

شکل ۶ ارتباط لگاریتمی میان مقدار بار اعمالی با نصف قطر اثر فرورونده ویکرز و طول ترک ایجاد شده در فصل مشترک، جهت تعیین میزان بار بحرانی

(الف: نمونه A، ب: نمونه B و ج: نمونه C)

اندازه‌گیری طول ترک و نصف قطر اثر فرورونده ویکرز در مقابل بار اعمالی برای سه نمونه مورد بررسی در این تحقیق نشان داده شده است. با برون‌یابی خطوط حاصل از ارتباط میان $\ln P - \ln a$ و $\ln P - \ln (d/2)$ مقدار P_c برای هر یک از نمونه‌های مورد بررسی به دست می‌آید.

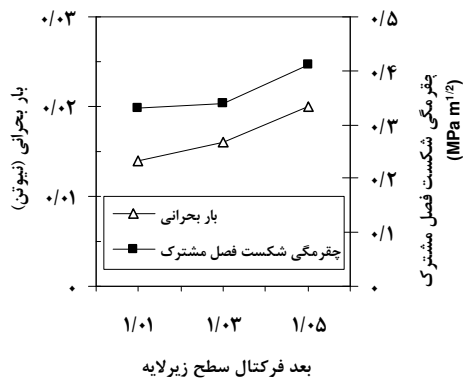


شکل ۵ تصویر میکروسکوپ الکترونی

سطح مقطع سیستم پوشش هیدروکسی‌آپاتیت - زیرلایه آلیاژ تیتانیومی و اثر فرورونده ویکرز در فصل مشترک

همان‌طور که در شکل (۶) دیده می‌شود بالاترین مقدار P_c در مورد نمونه‌ای به دست آمد که آماده‌سازی سطح آن از طریق عملیات دانه‌پاشی توسط آلومینا انجام شده بود. با مقایسه نتایج استحکام کششی جدول (۴) و شکل (۶) مشخص می‌گردد روند تغییرات استحکام کششی در آزمون کشش همانند مقادیر بار بحرانی در روش فرورفتگی است. بنابراین، بار بحرانی تعیین شده در روش فرورفتگی را می‌توان به عنوان معرف چسبندگی پوشش هیدروکسی‌آپاتیت به زیرلایه آلیاژ تیتانیومی در نظر گرفت. نکته قابل توجه، عدم نیاز به استفاده از چسب در روش فرورفتگی است. از سوی دیگر، همان‌گونه که مشاهده شد جدول (۴) پراکندگی ارقام استحکام چسبندگی کششی استاندارد نسبتاً بالاست در حالی که، به دلیل متدولوژی ویژه روش فرورفتگی ویکرز در فصل مشترک، صرفاً یک مقدار مشخص (P_c) به عنوان شاخص چسبندگی پوشش به

طریق فرورفتگی نوپ بر روی سطح مقطع پوشش هیدروکسی آپاتیت پلازما اسپری شده، مدول یانگ معادل ۲۴/۹۵ GPa به دست آورده‌اند [22]. از آنجا که در این تحقیق، شرایط پلازما اسپری و هم‌چنین میزان ضخامت پوشش، مشابه کار Khor بوده است لذا برای محاسبه نسبت مدول یانگ به سختی منطقه فصل مشترک بر اساس رابطه (۴) از مقدار ۲۴/۹۵ GPa به عنوان مدول یانگ پوشش استفاده شد.



شکل ۷ ارتباط میان بعد فرکتال سطح زیرلایه و مقدار بار بحرانی در آزمون فرورفتگی ویکرز، و چقرمگی شکست منطقه فصل مشترک

همان‌طور که در شکل (۷) مشاهده می‌گردد با افزایش بعد فرکتال سطح زیر شده، میزان چقرمگی شکست فصل مشترک افزایش یافته است، بنابراین، افزون بر میزان بار بحرانی، مقادیر چقرمگی شکست ظاهری در فصل مشترک پوشش- زیرلایه نیز می‌تواند به عنوان معیاری برای ارزیابی چسبندگی پوشش‌های پلازما اسپری شده به زیرلایه آلیاژی در نظر گرفته شود. شایان توجه است بر اساس بررسی‌های صورت گرفته تاکنون روش فرورفتگی ویکرز در فصل مشترک، برای ارزیابی چسبندگی پوشش‌های کاربردی و آلیاژی به کار برده شده است [14,15,20]. در این تحقیق، برای اولین بار روش فوق به منظور ارزیابی چسبندگی

همان‌طور که در رابطه (۱) دیده می‌شود برای تعیین چقرمگی شکست ظاهری فصل مشترک، باید علاوه بر بار بحرانی و طول ترک، نسبت مدول یانگ به سختی ویکرز در منطقه فصل مشترک نیز تعیین گردد. این نسبت از رابطه (۴) به دست می‌آید [15]:

$$\left[\frac{E}{H} \right]_I^{\frac{1}{2}} = \frac{\left[\frac{E}{H} \right]_S^{\frac{1}{2}}}{1 + \left[\frac{H_S}{H_C} \right]^{\frac{1}{2}}} + \frac{\left[\frac{E}{H} \right]_C^{\frac{1}{2}}}{1 + \left[\frac{H_C}{H_S} \right]^{\frac{1}{2}}} \quad (4)$$

در رابطه (۴)، حروف I، S و C به ترتیب معرف فصل مشترک، زیرلایه و پوشش می‌باشند. در شکل (۷)، مقادیر محاسبه شده چقرمگی شکست ظاهری در فصل مشترک به همراه بار بحرانی و طول ترک ظاهری برای سه حالت مورد بررسی نشان داده شده است. سختی ویکرز پوشش از طریق اعمال فرورونده ویکرز با بار ۳۰۰ gf بر سطح مقطع پوشش به دست آمد. متوسط سختی ویکرز پوشش ۲۷۱ kgf/mm² بود. سختی ویکرز زیرلایه آلیاژ تیتانیومی معادل ۳۱۲ kgf/mm² اندازه‌گیری شد. مدول یانگ زیرلایه آلیاژ تیتانیومی ۱۱۰ GPa در نظر گرفته شد [21]. بررسی‌ها نشان می‌دهد پژوهشگران برای تعیین مدول یانگ پوشش هیدروکسی آپاتیت پلازما اسپری شده از دو روش بارگذاری چهار نقطه‌ای و فرورفتگی نوپ استفاده کرده‌اند [11,22]. لازم به ذکر است مدول یانگ هیدروکسی آپاتیت بالک در محدوده ۳۵-۹۰ GPa گزارش شده است [23] در حالی که، اندازه‌گیری مدول یانگ پوشش‌های هیدروکسی آپاتیت پلازما اسپری شده به روش خمش چهار نقطه‌ای، در حد ۵/۵ GPa بوده است [11]. این اختلاف به پیچیدگی‌های ریزساختاری پوشش‌های پلازما اسپری شده که مشتمل بر ذرات ذوب شده و ذوب نشده و هم‌چنین تخلخل هستند نسبت داده شده است [11]. Khor و همکاران از

پوشش هیدروکسی آپاتیت استفاده شده است.

نتیجه گیری

چسبندگی پوشش برای هر یک از حالت‌های سطوح زیرلایه وجود دارد. روند تغییرات چسبندگی با بعد فرکتال سطح زیرلایه در هر دو آزمون؛ مشابه بود به طوری که با افزایش بعد فرکتال سطح زیر شده، استحکام چسبندگی در آزمون کششی، و مقدار بار بحرانی و هم‌چنین چقرمگی شکست ظاهری فصل مشترک در روش فرورفتگی و یکرز افزایش می‌یابد. بر اساس نتایج به دست آمده، روش فرورفتگی و یکرز در فصل مشترک را می‌توان به همراه آزمون استحکام کششی برای ارزیابی چسبندگی پوشش‌های هیدروکسی آپاتیت پلازما اسپری شده مورد استفاده قرار داد.

در این تحقیق، چسبندگی پوشش‌های هیدروکسی-آپاتیت پلازما اسپری شده به زیرلایه آلایژ تیتانیومی دارای زبری سطحی یکسان، اما زبر شده در شرایط متفاوت، برای اولین بار به کمک روش فرورفتگی و یکرز در فصل مشترک مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج اندازه‌گیری استحکام چسبندگی به روش کششی استاندارد نشان دهنده پراکندگی نسبتاً بالای مقادیر استحکام بود، در صورتی که به دلیل ماهیت روش فرورفتگی و یکرز در فصل مشترک، امکان دستیابی به یک مقدار مشخص بار بحرانی به عنوان معرف

مراجع

۱. محمدی، زهرا و شیخ‌مهدی‌مسگر، عبدالرضا، شرحی بر اولین سمینار پلازما اسپری در ایران، وزارت صنایع - جهاد دانشگاهی علم و صنعت، تیر (۱۳۷۶).
2. Sun, L., Berndt, C. C., Gross, K. A., and Kucuk, A., "Materials Fundamental and Clinical Performance of Plasma-Sprayed Hydroxyapatite Coatings", J. Biomed. Mater. Res., 58, pp. 570-592, (2001).
3. Gross, K. A., Walsh, W., and Swarts, E., "Analysis of Retrieved Hydroxyapatite-Coated Hip Prostheses", J. Therm. Spray Technol., 13(2), pp. 190-199, (2003).
4. Berndt, C. C., Lin, C. K., "Measurement of Adhesion for Thermally Sprayed Materials", J. Adhesion Sci. Technol., 12, pp. 1235-1264, (1993).
5. Park, E., Condrate, R.A., Hoelzer, D.T., and Fischman, G.S., "Interfacial Characterization of Plasma-Sprayed Coated Calcium Phosphate on Ti-6Al-4V", J. Mat. Sci.: Mat. in Med., 9, pp. 643-649, (1998).
6. Cheange, P., and Khor, K.A., "Addressing Processing Problems Associated with Plasma Spraying of Hydroxyapatite Coatings", Biomater., 17, pp. 537-544, (1996).
7. Yankee, S.J., "Quality Control of Hydroxyapatite Coatings", Proceeding of the Fourth National Thermal Spray Conference, Pittsburgh, PA, USA, pp. 475-479, (1991).
8. Donnely, W. J., Hydroxyapatite Coatings in "The Adult Hip" ed. by Callaghan, Lippincott-Raven Pub., pp. 1041-1056, (1998).

9. ISO 13779-4, "Implants for surgery- Hydroxyapatite- Determination of coating adhesion strength", (2002).
10. Lacombe, R., "Adhesion Measurement Methods", Published by Taylor & Francis Group, First edition, pp. 16-17, (2006).
11. Tsui, Y. C., Doyle, C., and Clyne, T.W., "Plasma Sprayed Hydroxyapatite Coatings on Titanium Substrate Part 1: Mechanical Properties", *Biomater*, 19, pp. 2015-2029, (1998).
12. Filiaggi, M. J., Coombs, N. A., and Pillar, R. M., "Characterization of the Interface in the Plasma Sprayed HA Coatings/Ti-6-Al-4V Implant System", *J. Biomed. Mater. Res.*, 25, pp. 1211-1219, (1991).
13. Lesage, J., and Chicot, D., "Models for Hardness and Adhesion of Coatings", *Surf. Eng*, 15 (6), pp. 447-453, (1999).
14. Staita, M. H., Ramos, E., Carrasquero, A., Roman, A., Lesage, J., Chicot, D., and Mesmacque, G., "Effect of Substrate Roughness induced by Grit Blasting upon Adhesion of WC-17% Co Thermal Sprayed Coatings", *Thin Solid Films*, 377-378, pp. 657-664, (2000).
15. Lesage, J., Staita, M. H., Chicot, D., Godoy, C., and De Miranda, P. E. V., "Effect of Thermal Treatments on Adhesive Properties of a NiCr Thermal Sprayed Coatings", *Thin Solid Films*, 377-378, pp. 681-686, (2000).
۱۶. محمدی زهرا، ضیایی مؤید علی اکبر، شیخ مهدی مسگر عبدالرضا، "تأثیر پارامترهای عملیات دانه پاشی بر زبری سطحی زیرلایه و استحکام اتصال پوشش های هیدروکسی آپاتیت پلاسما اسپری شده"، اولین همایش مهندسی مکانیک دانشگاه آزاد اسلامی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شهر ری، اسفند (۱۳۸۴).
17. Guessasma, S., Montavon, G., and Coddet, C., "On the Implementation of the Fractal Concept to Quantify Thermal Spray Deposit Surface Characteristics", *Surf. Coat. Technol.*, 173, pp. 24-28, (2003).
18. ISO 13779-2, "Implants for surgery- Hydroxyapatite- Part 2: Coatings of hydroxyapatite", (2000).
19. Berndt, C.C., "Tensile Adhesion Testing Methodology for Thermally Spray Coatings", *J. Mater. Eng.*, 12(2), pp. 151-158, (1990).
20. Chicote, D., Araujo, P., Horny, N, Tricoteaux, A., and Lesage, J., "Application of the Interfacial Indentation Test for Adhesion Toughness Determination"; *Surf. Coat. Technol.*, 200, pp. 174-177, (2005).
21. Helsen, J. A., and Breme, H.J., "Metals as Biomaterials", Published by John Wiley & Sons, First edition, pp. 56, (1998).
22. Khor, K. A., Gu, Y. W., Quek, C. H. and Cheang, P., "Plasma Spraying of Functionally Graded Hydroxyapatite/ Ti-6Al-4V Coatings"; *Surf. Coat. Technol.*, 168, pp. 195-201, (2003).

23. Suchanek, W., and Yoshmura, M., "Processing and Properties of HA based Biomaterials for use as Hard Tissue Replacement Implants"; J. Mater. Res., 13(1), pp. 94-117, (1998).

Archive of SID