

Research Paper

The effect of pin shape on microstructure and mechanical properties of HA-Ti surface composites produced by FSP method

Amirhosein Shahbaz¹, Mehrdad Abbasi^{2*}, Hamed Sabet³

1. PhD student of Materials Engineering, Department of Materials Engineering, Karaj Branch, Islamic Azad University, Karaj, Iran

2. Department of Materials Engineering, Karaj Branch, Islamic Azad University, Karaj, Iran

3. Department of Materials Engineering, Karaj Branch, Islamic Azad University, Karaj, Iran

Received: 2024/01/13

Revised: 2024/03/03

Accepted: 2024/03/14

Use your device to scan and read the article online



DOI:

[10.30495/jnm.2024.32961.2027](https://doi.org/10.30495/jnm.2024.32961.2027)

Keywords:

Friction stir welding process, Pin shape, Titanium, Hydroxyapatite, Mechanical properties.

Abstract

Introduction: Titanium and Hydroxyapatite (HA) are widely used in various industries, especially medicine and implants. The friction stir welding process (FSP) is one of the best methods for the fabrication of Ti/HA surface composites.

Methods: This research specifically examines the effect of pin shape in FSP on the microstructure and mechanical properties of Ti/HA surface composites. Process parameters including pin shape (triangular, square, and conical pins), speeds of 1150 and 1250 rpm, and traverse speeds of 30 and 45 mm/min were used. Characterization of Ti/HA surface composites was performed with the help of FESEM, X-ray diffraction analysis, energy dispersive spectrometer (EDS) analysis, and tensile test.

Findings: The results of the microstructure investigation showed that the triangular pin could not enter HA powder in the titanium substrate. At a higher rotational speed, fusion occurs to a greater extent in square and conical pins, reducing defects such as holes and cracks. The ultimate tensile strength values for the square pin with traverse speeds of 30 and 45 mm/min were 772 and 605 MPa, respectively. For the conical pin with traverse speeds of 30 and 45 mm/min, they were 894 and 747 MPa, respectively. Therefore, it was found that the ultimate tensile strength decreases with increasing traverse speed in both square and conical pins. Additionally, the ultimate tensile strength is always higher in samples processed with a conical pin than a square pin. These results show that process parameters significantly affect the mechanical properties of the specimens.

Citation: Amirhosein Shahbaz, Mehrdad Abbasi, Hamed Sabet, The effect of pin shape on microstructure and mechanical properties of HA-Ti surface composites produced by FSP method, Quarterly Journal of New Materials. 2023; 14 (52): 73-87.

***Corresponding author:** Mehrdad Abbasi

Address: Department of Materials Engineering, Karaj Branch, Islamic Azad University, Karaj, Iran

Tell: +989128181008

Email: mabbasi@kia.ac.ir

Extended Abstract

Introduction

Titanium is widely employed in orthopedic and dental implants due to its favorable properties. Nevertheless, titanium encounters challenges related to its weak bioactivity. In contemporary practice, diverse methods have been developed to augment the bioactivity of titanium implants, encompassing surface modification and coating with materials such as hydroxyapatite (HA). Notably, HA-Ti surface composites have emerged as a viable solution for enhancing the bioactivity of titanium implants.

Friction Stir Processing (FSP) represents one of the methodologies employed to enhance the bioactivity of titanium, particularly through the production of composite coatings on Ti surfaces. This technique facilitates the creation of stable coatings, demonstrating improved long-term outcomes for patients undergoing orthopedic implant surgery. Despite several studies investigating the utilization of FSP for producing these composite coatings, a comprehensive understanding of the influence of process parameters on these composites is lacking. Furthermore, no research has been conducted to explore the effects of varying process parameters on the mechanical properties of these composites.

Therefore, the primary objective of this study is to scrutinize the mechanical behavior of HA/Ti surface composite coatings on Ti substrates. The investigation will specifically focus on evaluating the impact of pin geometry under different rotational and traverse speeds on the mechanical properties of these composites.

In this investigation, sheets of CP-Ti grade 2 titanium were employed, and elemental analysis and surface polishing procedures were conducted. Subsequently, hydroxyapatite nanoparticles were incorporated into the titanium specimen using the Friction Stir Processing (FSP) technique.

Findings and Discussion

The phase analysis was performed through X-ray diffraction (XRD) and PANalytical HighScore Plus software. The microstructure and particle distribution were determined using Field-Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM) along with Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) analysis. Additionally, the mechanical properties were assessed through tensile testing, according to the ASTM E8M standard.

The results indicated that the samples produced with a triangular pin, had more defects, porosities, and

abundant empty holes compared to other samples produced with square and conical pins. Therefore, the triangular pin has not been able to provide proper fusion for HA and Ti. This phenomenon is attributed to the inability of the pin space to be filled by the tool shoulder, leaving the pre-existing groove in these samples.

On the other hand, another result is that the rotational speed of the pin at 1250 rpm has led to better fusion and surface quality compared to a rotational speed of 1150 rpm. Thus, increasing the rotational speed from 1150 rpm to 1250 rpm has significantly filled the voids left by the pin. Additionally, the Nugget Zone formed in these samples at 1250 rpm has a larger volume compared to samples created at 1150 rpm due to the increased heat generated by the higher rotational speed of the pin.

For a more in-depth examination of the microstructure, FESEM images of the cross-sectional surface of the samples' rotation zone were obtained. As evident, the traverse speed increase in FSP and the change in pin geometry have resulted in a more heterogenous distribution of HA particles in the Ti matrix. Furthermore, FESEM images show the presence of microstructural defects such as cracks and porosities in the SZ region of samples FSPed with square pins. These defects can have detrimental effects on the mechanical properties and performance of the component, indicating that a conical pin geometry provides advantages in reducing such defects during the FSP process.

Moreover, the ultimate strength values for samples with square pins at linear speeds of 30 and 45 millimeters per minute were obtained as 18 ± 772 and 16 ± 605 MPa, respectively, while for conical pins at the same traverse speeds, the values were 26 ± 894 and 24 ± 747 MPa.

It can be seen that FSPed samples with conical pins exhibit better yield strength and mechanical properties compared to FSPed samples with square pins (at both traverse speeds). Therefore, the presence of cavities and porosities, especially in samples FSPed with square pins, may reduce the available cross-sectional area for load-bearing applications and create vulnerable areas prone to initiating cracks. Consequently, FSPed samples with square pins showed weaker mechanical properties, including ultimate strength and yield strength, compared to FSPed samples with conical pins.

Conclusion

In conclusion, it can be seen that the higher the traverse speed, the lower the mechanical properties obtained in the sample. Also, it was found that when conical pin is used for FSP process, mechanical properties and fracture surface as well as more suitable dispersion of HA particles in Ti is

obtained. Therefore, in general, the FSPed sample with conical pin and a rotational speed of 1250 rpm and a traverse speed of 30 mm/min was identified as the optimal sample.

Ethical Considerations compliance with ethical guidelines

The cooperation of the participants in the present study was voluntary and accompanied by their consent.

Funding

No funding.

Authors' contributions

Results and Data analysis and initial writing:
Amirhosein Shahbaz
Supervision and final writing: Mehrdad Abbasi,
Hamed Sabet

Conflicts of interest

The authors declared no conflict of interest.

مقاله پژوهشی

اثر هندسه پین بر ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت‌های سطحی HA-Ti تولید شده به روش FSP

امیرحسین شهباز^۱، مهرداد عباسی^{۲*}، حامد ثابت^۳

۱- دانشجوی دکتری، گروه مهندسی مواد، واحد کرج، دانشگاه آزاد اسلامی، کرج، ایران

۲- استادیار، گروه مهندسی مواد، واحد کرج، دانشگاه آزاد اسلامی، کرج، ایران

۳- دانشیار، گروه مهندسی مواد، واحد کرج، دانشگاه آزاد اسلامی، کرج، ایران

چکیده

مقدمه: تیتانیوم و هیدروکسی آپاتیت (HA) به طور گسترده در صنایع مختلف به ویژه پزشکی و ایمپلنت‌ها استفاده می‌شوند. در این میان، فرآیند جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی (FSP) یکی از بهترین روش‌ها برای ساخت کامپوزیت‌های سطحی Ti/HA است.

روش: این تحقیق به طور خاص به بررسی تأثیر هندسه پین در فرآیند FSP بر ریزساختار و خواص مکانیکی کامپوزیت‌های سطحی Ti/HA می‌پردازد. در این راستا از پارامترهای فرآیند شامل پین‌های مثلثی، مربعی، و مخروط ناقص و سرعت‌های دورانی ۱۱۵۰ rpm و ۱۲۵۰ و سرعت خطی ۳۰ و ۴۵ میلی‌متر در دقیقه استفاده شد. مشخصه‌یابی کامپوزیت‌های سطحی Ti/HA با کمک FESEM، آزمون پراش اشعه ایکس، تحلیل طیف سنج پراکندگی انرژی (EDS) و آزمون کشش انجام شد.

یافته‌ها: نتایج بررسی ریزساختار نشان داد که هندسه پین به شکل مثلثی سبب عدم امتزاج پودر HA در بستر تیتانیوم می‌شود. همچنین مشخص شد که در سرعت دورانی بالاتر، در پین‌های مربعی و مخروطی ناقص، به دلیل کاهش نقص‌ها مانند حفره‌ها و ترک‌ها، امتزاج به میزان بیشتری رخ می‌دهد. مقادیر استحکام کشش نهایی برای پین مربعی با سرعت خطی ۳۰ mm/min و ۴۵ به ترتیب ۷۷۲ و ۶۰۵ مگاپاسکال، و در پین مخروطی ناقص با سرعت خطی ۳۰ mm/min و ۴۵ به ترتیب ۸۹۴ و ۷۴۷ مگاپاسکال به دست آمد. بنابراین مشخص شد که استحکام کششی نهایی با افزایش سرعت خطی، در هر دو هندسه پین مربعی و مخروط ناقص کاهش می‌یابد و همواره استحکام کششی نهایی در نمونه‌های FSP شده با پین مخروطی بیشتر از پین مربعی است.

نتیجه‌گیری: این نتایج نشان می‌دهند که پارامترهای فرآیند به طور قابل توجهی بر خواص مکانیکی قطعه تأثیرگذار است.

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۱۰/۲۳

تاریخ داوری: ۱۴۰۲/۱۲/۱۳

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۱۲/۲۴

از دستگاه خود برای اسکن و خواندن مقاله به صورت آنلاین استفاده کنید



DOI:

[10.30495/jnm.2024.32961.2027](https://doi.org/10.30495/jnm.2024.32961.2027)

واژه‌های کلیدی:

جوشکاری اصطکاکی اغتشاشی، هندسه پین، تیتانیوم، هیدروکسی آپاتیت، خواص مکانیکی.

* نویسنده مسئول: مهرداد عباسی

نشانی: دانشکده مهندس مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد کرج، البرز، ایران.

تلفن: ۰۹۱۲۸۱۸۱۰۰۸

پست الکترونیکی: mabbasi@kiau.ac.ir

مقدمه

تیتانیوم (Ti)، با توجه به ویژگی‌هایی نظیر زیست‌سازگاری مناسب، خواص مکانیکی عالی، و مقاومت به خوردگی خوب، به‌عنوان یک ماده فلزی، در ایمپلنت‌های ارتوپدی و دندان‌ها به صورت گسترده استفاده می‌شود [۱]. یکی از چالش‌های موجود در این دسته از ایمپلنت‌ها، زیست‌فعالیت پایین آن‌هاست. اگرچه تیتانیوم به‌طور کلی یک ماده زیست‌سازگار است، اما به تنهایی قادر به تحریک رشد و بازسازی استخوان نیست. به‌همین دلیل، ادغام ایمپلنت^۱ ممکن است به طول بینجامد یا حتی برخی اوقات اصلاً رخ ندهد [۲، ۳].

برای حل این مشکل، محققان به استفاده از روش‌های مختلف برای بهبود زیست‌فعالیت ایمپلنت‌های تیتانیومی پرداخته‌اند. یکی از رویکردها شامل اصلاح سطح ایمپلنت از طریق تکنیک‌هایی نظیر اچ کردن، اسپری پلاسما، و سندبلاست است [۴]. این روش‌ها سطح را زبرتر می‌کنند، و در نتیجه مساحت سطح کلی را افزایش می‌دهند و محیطی فراهم می‌آورند که سلول‌های استخوانی به چسبیدن و رشد در اطراف آن ترغیب می‌شوند. رویکرد دیگر شامل پوشش ایمپلنت با موادی است که رشد استخوان را تشویق می‌کنند که از جمله این مواد می‌توان به هیدروکسی آپاتیت^۲ (HA)، که از مواد معدنی مشابه استخوان طبیعی تشکیل شده است، اشاره نمود [۵، ۶].

پوشش سطح با HA، سلول‌های استخوانی را به خوبی تشویق به تشکیل بافت استخوانی جدید می‌کند و سبب ادغام استخوانی^۳ بین سطوح ایمپلنت و بافت‌های بومی می‌شود [۷]. به‌طور کلی، راه‌حل‌های معرفی شده به‌طور موثری با مشکلات زیست‌فعالیت کم مرتبط با ایمپلنت‌های ارتوپدی تیتانیومی مقابله کرده و بهبود قابل توجهی در عملکرد بیماران پس از جراحی ارائه می‌دهند.

هیدروکسی آپاتیت به‌عنوان یک ماده سرامیکی زیست‌سازگار، به‌طور گسترده در پوشش ایمپلنت‌های فلزی استفاده می‌شود تا یکپارچگی استخوانی آن‌ها را افزایش دهد و خطر شکستن ایمپلنت را کاهش دهد [۸]. با این وجود، خواص مکانیکی ناکافی پوشش‌های هیدروکسی آپاتیت خالص، استفاده آن‌ها را در مناطق تحت تنش^۴ و بارگذاری محدود می‌نماید. به‌منظور مقابله با این محدودیت، تحقیقات محدودی بر روی توسعه پوشش‌های کامپوزیتی با ترکیب هیدروکسی آپاتیت و مواد دیگر مثل Ti متمرکز شده است [۹].

کامپوزیت‌های سطحی HA-Ti به‌عنوان یک راه‌حل امیدبخش به منظور بهبود سطح ایمپلنت‌های Ti مطرح شده‌اند. این ترکیب بدلیل خواص زیست‌سازگاری HA، قابلیت زیادی برای افزایش زیست‌فعالیت ایمپلنت با بستر تیتانیومی فراهم می‌کند. همچنین، علاوه بر خواص زیست‌سازگاری، اثر کاهنده HA بر یون‌های فلزی آزاد شده از ایمپلنت‌های فلزی قدیمی را کاهش می‌دهد [۱۰]. بیمارانی که ایمپلنت‌های با پوشش HA دریافت می‌کنند، به دلیل افزایش احتمال انسجام استخوانی با بافت طبیعی استخوان، زمان بهبودی سریع‌تری را

تجربه می‌کنند [۱۱]. به‌طور کلی، مزایای کامپوزیت‌های HA-Ti این امر را به گزینه جذابی برای جراحان تبدیل کرده است که به دنبال بهینه‌سازی نتایج جراحی موفق پس از جراحی ایمپلنت ارتوپدی هستند. توسعه کامپوزیت‌های سطحی HA-Ti در زمینه ایمپلنتولوژی ارتوپدی با ترکیب HA بر روی سطوح Ti، زیست‌فعالیت ایمپلنت‌ها را بهبود می‌بخشد. فرایند اغتشاشی اصطکاکی^۵ (FSP) به‌عنوان یک روش منحصر به فرد، با تقویت پیوند سطحی و کاهش آسیب حرارتی، ساختار کریستالی ذرات HA را حفظ کرده و چسبندگی عالی را ارائه می‌دهد [۱۲-۱۵]. فرایند FSP، همچنین روشی مقرون به صرفه بوده و این فرایند، یک فرایند سبز و بدون آلاینده است و در عین حال بازدهی بالایی دارد [۱۶].

این روش، پوشش‌های ثابتی ارائه می‌دهد که نتایج طولانی مدت بهتری را برای بیماران تحت عمل جراحی ایمپلنت ارتوپدی به ارمغان می‌آورد [۱۷-۲۰]. فرایند FSP یک تکنیک حالت جامد است که برای ساخت پوشش‌های کامپوزیتی بر روی بسترهای فلزی استفاده می‌شود. تحقیقات متعددی با استفاده از Ti به‌عنوان ماده اولیه و پودرهای تقویت‌کننده در نانوکامپوزیت‌ها، به افزایش سختی و خواص سطحی نمونه‌ها با استفاده از FSP پرداخته‌اند. اخیراً، بررسی‌ها به استفاده از نانولوله‌های کربنی (CNTها) به‌عنوان مواد تقویت‌کننده برای زمینه تیتانیوم از طریق فرایند FSP متمرکز کرده‌اند، که نشان داده‌اند افزایش تعداد پاس‌ها سبب افزایش استحکام و سختی می‌شود [۱۹].

در برخی مطالعات نشان داده شده است که می‌توان با استفاده از روش جوشکاری اغتشاشی اصطکاکی، کامپوزیت‌های سطحی HA/Ti با خواص مکانیکی و بیولوژیکی بهبود یافته تولید نمود [۱۵، ۲۱، ۲۲]. خدابخشی و همکاران [۲۱] و رحمتی و همکاران [۱۵] در مطالعات خود، بر روی کامپوزیت سطحی HA/Ti متمرکز نمودند. آن‌ها با استفاده از FSP، خواص مکانیکی و جهت‌گیری فازی را بررسی کردند. این مطالعات اطلاعات کافی در مورد تأثیر پارامترهای فرایند بر روی این کامپوزیت‌ها ارائه نکردند و هیچ تحقیقی در زمینه تأثیر تغییر پارامترهای فرایند بر خواص مکانیکی این کامپوزیت‌ها انجام نشده است.

بنابراین، این مطالعه با هدف بررسی رفتار مکانیکی پوشش‌های کامپوزیت سطحی HA/Ti بر روی بسترهای Ti انجام شده و به بررسی اثر هندسه پین در دو سرعت دورانی و خطی مختلف بر این خواص پرداخته است.

مواد و روش‌ها

ورق تیتانیومی CP-Ti درجه ۲ به ابعاد $10 \times 200 \times 300$ mm^۳ تهیه و آنالیز عنصری آن با طیف‌سنجی انتشار نوری (OES) انجام شد (جدول ۱). سپس به منظور حذف لایه اکسید و سایر آلودگی‌ها، ورق تیتانیومی پولیش و آماده سازی شد. در این مطالعه از ذرات هیدروکسی آپاتیت دارای اندازه کمتر از ۲۵۰ نانومتر و خلوص ۹۹.۹٪ (تهیه شده از

^۴- load-bearing

^۵- Friction Stir Welding Process

^۱- implant integration

^۲- Hydroxyapatite

^۳- osseointegration



در امتداد شیار برای توزیع بهتر و همگن تر ذرات HA در بستر تیتانیومی انجام گردید؛ بدین صورت که دستگاه ۳ بار کل شیار را از ابتدا تا انتهای شیار طی نمود. فرایند FSP در سرعت‌های خطی مختلف ۳۰ و ۴۵ میلی‌متر بر دقیقه و با سرعت دورانی ۱۱۵۰ و ۱۲۵۰ دور در دقیقه با استفاده از ابزار مذکور انجام گردید. جدول ۲ نام‌گذاری نمونه‌ها را نشان می‌دهد.

جدول ۲- ترکیب شیمیایی تیتانیوم تهیه شده.

ردیف	نمونه	هندسه بین	سرعت دورانی (rpm)	سرعت خطی (mm/min)
۱	TH-T130	مثلثی	۱۱۵۰	۳۰
۲	TH-T145	مثلثی	۱۱۵۰	۴۵
۳	TH-T230	مثلثی	۱۲۵۰	۳۰
۴	TH-T245	مثلثی	۱۲۵۰	۴۵
۵	TH-S130	مربعی	۱۱۵۰	۳۰
۶	TH-S145	مربعی	۱۱۵۰	۴۵
۷	TH-S230	مربعی	۱۲۵۰	۳۰
۸	TH-S245	مربعی	۱۲۵۰	۴۵
۹	TH-C130	مخروط ناقص	۱۱۵۰	۳۰
۱۰	TH-C145	مخروط ناقص	۱۱۵۰	۴۵
۱۱	TH-C230	مخروط ناقص	۱۲۵۰	۳۰
۱۲	TH-C245	مخروط ناقص	۱۲۵۰	۴۵

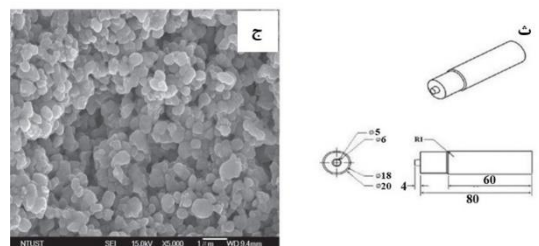
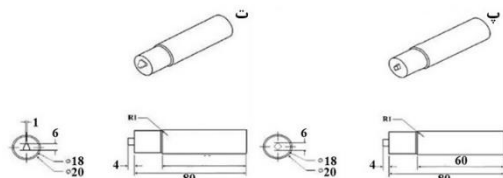
به منظور ارزیابی فازهای تشکیل دهنده نمونه‌ها، از پراش پرتو ایکس (Panalytical Xpert PRO :XRD) با منبع تابش Cu-ka با سرعت اسکن ۲ درجه در دقیقه و در محدوده ۲۰-۸۰ درجه، استفاده گردید. سپس فازهای تشکیل دهنده نمونه‌ها با استفاده از نرم افزار PANalytical HighScore Plus مورد شناسایی قرار گرفتند.

به منظور بررسی ریزساختار و بررسی توزیع ذرات هیدروکسی آپاتیت در زمینه تیتانیوم، تصاویر میکروسکوپ الکترونی گسیل میدانی (FESEM, TESCAN Mira3) از نمونه‌ها تهیه شدند. از آنالیز طیف سنجی پرتو ایکس پراکنده انرژی (EDS) نیز به منظور بررسی تغییرات عناصر موجود در نمونه‌ها و ترکیب شیمیایی آن‌ها استفاده گردید.

نانجینگ، چین) و از ابزار کاربرد تنگستن WC برای فرایند FSP استفاده شد. در این فرایند قطر شانه ۱۸ میلی‌متر بود و از سه بین مثلثی (با ارتفاع ۶ میلی‌متر)، مربعی (قطر ۶ میلی‌متر)، و مخروط ناقص (با قطر کوچک ۵mm، قطر بزرگ ۶mm و ارتفاع ۴mm) استفاده شد (شکل ۱).

جدول ۱- ترکیب شیمیایی تیتانیوم تهیه شده.

عنصر	درصدوزنی
Ti	پایه
Ni	>0.05
Sn	>0.2
Nb	>0.1
Mo	>0.1
Mn	>0.05
Fe	>0.2
Cr	>0.05
V	>0.1
Al	>0.05



شکل ۱- (الف) تصاویر واقعی بین‌ها و (ب) قطعه تیتانیومی و نقشه‌های بین‌های (پ) مربعی، (ت) مثلثی و (ث) مخروط ناقص مورد استفاده در فرایند FSP و (ج) تصویر SEM ذرات هیدروکسی آپاتیت

تعداد چهار شیار با عرض ۱/۵ mm و عمق ۳/۵ mm در طول ورق تیتانیومی ایجاد گردید و سپس شستشو و تمیز شد. ذرات هیدروکسی آپاتیت با استفاده از محلول آب-PVA به صورت خمیر درآورده شده و داخل شیار قرار داده شد. سپس، فرایند FSP شامل سه پاس (یا گذر)

در مقایسه با سمت پیشروی وجود دارد که سبب تخلخل بالاتر، ساختار دانه‌ای درشت‌تر، و استحکام کمتر نسبت به سمت پیشروی می‌شود [۲۳].

نتایج

شکل ۳ تصاویر میکروسکوپ نوری از ۱۲ نمونه کامپوزیت سطحی Ti/HA (جدول ۱) که با استفاده از فرایند FSP با هندسه پین مثلثی، مربعی و مخروط ناقص و سرعت‌های خطی ۳۰ و ۴۵ mm/min و سرعت دورانی ۱۱۵۰ و ۱۲۵۰ rpm تولید شده‌اند را نشان می‌دهد.

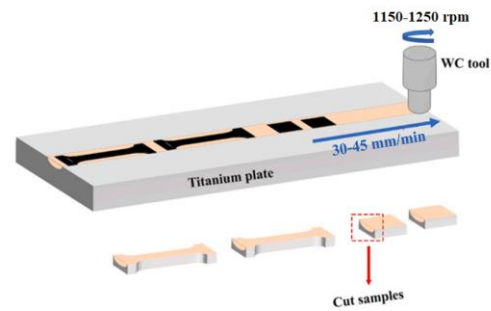
ریزساختار هر نمونه FSP شده را می‌توان به چند ناحیه تقسیم بندی نمود که هر یک ویژگی‌های جداگانه و متمایزی دارند. این نواحی در شکل ۳ نمایش داده شده است. در مرکز ناحیه FSP شده، که پین ابزار از آن رد شده است، ناحیه چرخش (SZ) قرار دارد. در این ناحیه، به دلیل دمای بالا ایجاد شده توسط گرمایش ناشی از اصطکاک و اختلاط مکانیکی مواد، تغییر شکل پلاستیک شدید رخ داده است.

همانطور که در شکل ۳ مشاهده می‌شود، در نمونه‌های TH-T130، TH-T145، TH-T230، و TH-T245 که با پین به شکل مثلث تولید شده‌اند، عیوب بیشتر و تخلخل‌ها و فضای خالی فراوان، نسبت به نمونه‌های دیگر (شامل TH-S130، TH-S145، TH-S230، TH-S245، TH-C130، TH-C145، TH-C230، و TH-C245) که با پین به شکل مربع و مخروط ناقص تولید شده‌اند، وجود دارد. بنابراین، پین مثلثی به خوبی نتوانسته است امتزاج مناسبی را برای HA و Ti فراهم کند. این پدیده به این دلیل است که جای پین توسط شانه ابزار نتوانسته پر شود و بنابراین شیار از پیش ایجاد شده در این نمونه‌ها باقی مانده است. این درحالی است که پین‌های مربعی و مخروطی ناقص از خلل و فرج زیادی برخوردار نبوده و امتزاج مناسبی را در نمونه‌ها ایجاد کرده‌اند. این امر نشان می‌دهد که هندسه پین مورد استفاده در فرایند FSP برای ترکیب ذرات HA بر روی سطوح Ti بسیار مهم است.

مشخص است که پین مثلثی به دلیل گوشه‌دار بودن منجر به اختلاط ضعیف مواد، بیرون ریختن مواد داخل شیار و تولید حرارت نامناسب در نمونه‌ها شده است. انتظار پرشدن فضای زیر پین با افزایش سرعت دورانی وجود داشت، اما در عمل یا یک سمت نمونه پر نشده و فضای زیر قسمت شانه ابزار در قسمت پیشروی پین نیز پر شده اما زیر آن ترک بزرگی شکل گرفته است. به عبارتی، علت این پدیده می‌تواند گوشه‌دار بودن و نامناسب بودن هندسه پین باشد که سبب خروج مواد از شیار گردیده است [۱۷، ۲۴، ۲۵].

شکل گیری متقارن ناحیه دکمه جوش در نمونه‌های FSP شده با پین دارای هندسه مربعی و مخروطی نشان می‌دهد که این پین‌ها به خصوص پین مخروطی جریان و اختلاط یکنواخت‌تری از مواد را تولید می‌کند و در نتیجه منطقه بدون نقصی ایجاد می‌کند. بنابراین از آنجایی

مطابق با استاندارد ASTM E8M، به منظور انجام تست کشش، نمونه‌های استخوانی شکل با طول گیج ۱۳ mm، عرض ۶ mm و عمق ۵ mm تهیه شدند (شکل ۲). همه آزمایش‌های تست کشش در دمای اتاق با سرعت ثابت ۰/۲ mm/min طبق آزمون با دستگاه Universal SANTAM انجام شد. به منظور اطمینان از صحت داده‌های به دست آمده، نتایج پس از سه تکرار به صورت میانگین گزارش شدند. در مرحله بعد، سطوح شکست نمونه‌ها با استفاده از آنالیز FESEM^۱ بررسی شد.



شکل ۲- شماتیک فرایند FSP و آماده‌سازی نمونه‌های کشش

در مجاورت ناحیه چرخش، ناحیه متأثر از حرارت^۲ (HAZ) است که به این ناحیه نیز دمای بالایی می‌رسد، اما همانند ناحیه چرخش دچار اختلاط یا تغییر شکل پلاستیکی شدیدی نمی‌شود. بنابراین، رشد دانه می‌تواند اتفاق بیفتد و سبب ایجاد دانه‌های درشت‌تری در مجاورت مرز آن با مواد پایه گردد.

ناحیه دیگر، ناحیه تحت تأثیر مکانیکی حرارتی^۳ (TMAZ) اطراف HAZ است، که میزان گرمای ورودی به آن کمتر از آنچه توسط HAZ است. به علاوه، این ناحیه مقادیری تغییر شکل پلاستیکی را تجربه می‌نماید که این امر به واسطه عمل چرخش است که سبب تغییر در ریزساختار می‌شود. ناحیه دیگری که در آن فشرده‌ترین فرایند مکانیکی انجام می‌شود و علاوه بر آن، محلی که بالاترین درجه حرارت وجود دارد، ناحیه دکمه جوش^۴ (NZ) است که به طور خاص به بخش مرکزی در SZ اشاره دارد. سمت پیشروی ابزار، محلی است که ابزار در همان راستای حرکت خود می‌چرخد، در حالی که سمت عقب نشینی^۵ ابزار مخالف حرکت خود می‌چرخد. این مورد سبب تفاوت در ریزساختار و ویژگی‌های میان این دو ناحیه می‌گردد. در سمت پیشروی، تغییر شکل پلاستیک مواد به دلیل نیروهای برشی زیاد اعمال شده به واسطه ابزار FSP رخ می‌دهد. این امر سبب ریزشدن دانه می‌شود. این دانه‌های ریزتر حاصل تبلور مجدد دینامیکی فلزاتی هستند که تحت دماهای بالا تولید شده توسط فرایند FSP دچار تغییر شکل پلاستیکی شدید شده‌اند. از سمت دیگر، در طرف‌های عقب نشینی، مقادیر نسبتاً کمتری از تنش

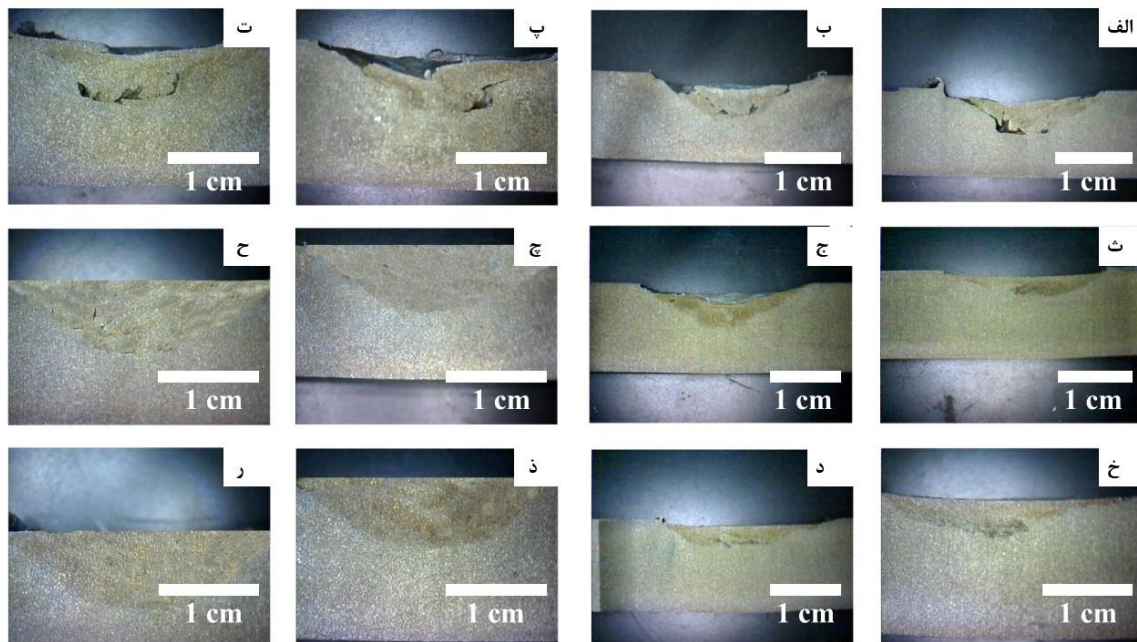
^۴ -Nugget Zone

^۵ -retreating sides

^۱ - Field Emission Scanning Electron Microscope

^۲ -heat-affected zone

^۳ - Thermo-mechanically affected zone



شکل ۳- تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های (الف) TH-T130، (ب) TH-T145، (پ) TH-T230، (ت) TH-T245، (ث) TH-S130، (ج) TH-S145، (چ) TH-S230، (ح) TH-S245، (خ) TH-C130، (د) TH-C145، (ذ) TH-C230، و (ر) TH-C245

گرفته‌اند. همانطور که مشخص است ذرات HA به صورت تقریباً همگن در ریزساختار نمونه‌های FSP شده TH-S245، TH-S230، TH-C230 و TH-C245 پراکنده شده است. با این حال، نمونه‌های FSP شده با پین مخروطی توزیع همگن‌تری از ذرات HA در بستر Ti نشان دادند. علاوه بر این، تصاویر FESEM وجود عیوب ریزساختاری مانند ترک‌ها و تخلخل را در ناحیه SZ نمونه‌های FSP شده با پین مربعی نشان می‌دهد. این عیوب می‌تواند اثرات مخربی بر خواص مکانیکی و عملکرد قطعه داشته باشد. این امر نشان می‌دهد که پین دارای هندسه مخروطی مزیت کاهش چنین نقص‌هایی در طول فرایند FSP ارائه می‌دهد.

در سرعت‌های خطی بالاتر (۴۵ mm/min)، زمان کمتری برای پراکنده شدن گرما از ناحیه چرخش وجود دارد که سبب دماهای پایین‌تر و زمان‌های در معرض قرارگیری کوتاه‌تر می‌شود. این مورد می‌تواند به دلایل مختلفی سبب ایجاد حفره گردد. یکی از این دلایل این است که سرعت خطی بالا (۴۵ mm/min) احتمال ادغام کامل بین نواحی مجاور را افزایش می‌دهد و در نتیجه فضاهای خالی ایجاد می‌گردد. به علاوه، در سرعت خطی بالاتر (۴۵ mm/min)، زمان کافی برای خروج حباب‌های گاز تولید شده در طول فرایند (قبل از انجام حالت خمیری)، وجود ندارد، که سبب محیوس شدن حباب‌های گاز در ناحیه FSP و در نتیجه ایجاد حفره می‌گردد. در نهایت، تنش‌های حرارتی ناشی از سیکل‌های گرمایش و سرمایش سریع مرتبط با سرعت خطی بالا (۴۵ mm/min) نیز می‌تواند منجر به تشکیل فضای خالی در ناحیه

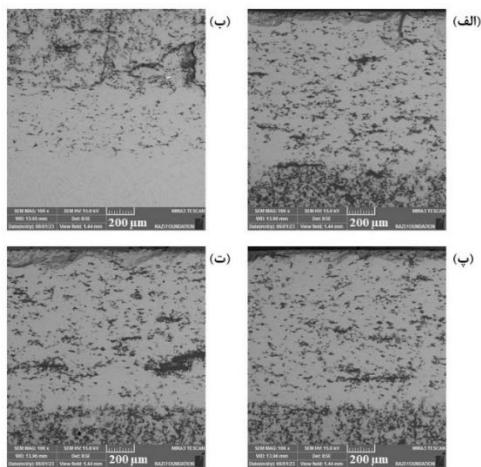
که استفاده از پین مثلثی نمونه‌های مناسبی ایجاد نکرد، در ادامه به بررسی نمونه‌های تولید شده با پین‌های مربعی و مخروط ناقص پرداخته شد.

از طرف دیگر، نتیجه دیگری که می‌توان از تصاویر موجود در شکل ۳ گرفت، آن است که سرعت دورانی پین در حالت ۱۲۵۰ دور بر دقیقه امتزاج بهتر و کیفیت سطحی را نسبت به سرعت دورانی ۱۱۵۰ ایجاد نموده است. بنابراین، با افزایش سرعت دورانی از ۱۱۵۰ rpm به ۱۲۵۰ rpm فضای به جا مانده از پین بسیار بهتر پر شده است. همچنین دکمه جوش تشکیل شده در این نمونه‌ها از حجم بیشتری در مقایسه با نمونه‌های ایجاد شده با سرعت دورانی ۱۱۵۰ rpm برخوردار است که به دلیل افزایش حرارت ناشی از افزایش سرعت دورانی پین است. لذا از آنجا که در نمونه‌های TH-C130، TH-S145، TH-S130 و TH-C145 نیز امتزاج مناسبی حاصل نشد، در ادامه نمونه‌های TH-S230، TH-S245، TH-C230، TH-C245 و TH-C245 مورد بررسی بیشتر قرار گرفتند. در این نمونه‌ها نیز با افزایش سرعت خطی از ۳۰ mm/min به ۴۵ mm/min افزایش میزان عیوب، فضاهای خالی و ترک‌ها تا حدودی مشاهده می‌شود که به بررسی بیشتر نیاز دارد.

برای بررسی عمیق‌تر ریزساختار، تصاویر FESEM از سطح مقطع ناحیه چرخش در نمونه‌های FSP شده TH-S245، TH-S230، TH-C230 و TH-C245 با استفاده از الکترون‌های پس-پراکنش^۱ تهیه شد (شکل ۴). به طور کلی، ذرات HA در این تصاویر تیره‌تر به نظر می‌رسند که در زمینه روشن‌تر تیتانیومی با پراکندگی مناسب قرار

^۱ - backscattered electrons

ریزساختار نمونه‌ها مشاهدات جالب دیگری نیز نشان داد. در سمت عقب نشینی نمونه‌ها تجمع بیشتری از ذرات HA مشاهده شد که توزیع ناهمگن تری را نسبت به مناطق دیگر نشان می‌دهد. این پدیده در شکل ۴ مشهود است. علاوه بر این، اثرات تجمع ذرات HA نیز در این نواحی قابل توجه بود. با این حال، از آنجایی که ابزار قبلاً از آن بخش عبور کرده است، در سمت عقب نشینی چنین عمل چرخش یا اتصال حالت جامد وجود ندارد. این امر می‌تواند به تجمع ذرات در این مناطق، به دلیل تفاوت در شرایط ریزساختاری موضعی در مقایسه با سایر مناطق، در طول ناحیه FSP منجر شود. همچنین، اثر تجمع در این نواحی به دلیل افزایش غلظت ذرات مشاهده شد [۲۸]. با این حال، افزایش سرعت خطی سبب تشکیل ترک در نمونه‌های FSP شده در سرعت ۴۵ mm/min گردید (شکل ۴).



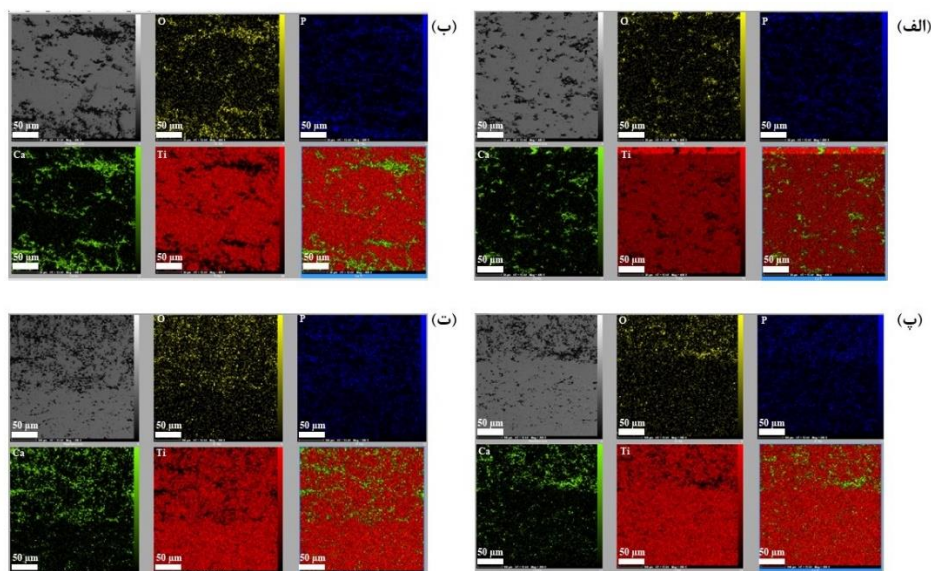
شکل ۴- تصاویر FESEM از سطح مقطع ناحیه چرخش در نمونه‌های (الف) TH-S230، (ب) TH-S245، (پ) TH-C230، و (ت) TH-C245

FSP شود. سرعت خطی بالا (۴۵ mm/min) همچنین می‌تواند سبب ایجاد ترک در ناحیه FSP به دلیل افزایش نرخ سرد شدن شود که سبب تنش‌های پسماند بیشتر و حساسیت بالاتر به ترک می‌گردد. این مورد به ویژه در ساخت کامپوزیت بسیار مهم است، زیرا شامل دو یا چند فاز با ضرایب انبساط متفاوت است و نرخ‌های سرد شدن بالا می‌تواند سبب تنش‌های حرارتی و ترک شود [۲۶].

علاوه بر این، تصاویر میکروسکوپی نشان می‌دهد که کسر ذرات HA در NZ بیشتر از سایر مناطق چرخش است. همچنین افزایش سرعت خطی (۴۵ mm/min) باعث کسر بیشتری از این ذرات در NZ شده است. از آنجا که NZ تغییر شکل پلاستیک شدید و گرمایش موضعی را در طول FSP تجربه می‌کند، مواد تحت تبلور مجدد دینامیکی قرار گرفته و سبب افزایش ریزدانه‌گی^۱ و توزیع مجدد ذرات در ناحیه FSP می‌شود.

این فرایند سبب توزیع یکنواخت‌تر ذرات در داخل جوش می‌شود و لذا سبب افزایش غلظت در این ناحیه از قطعه به دلیل نزدیکی آن به پین و شانه ابزار دوار می‌گردد. همچنین، زمانیکه مواد حین چرخش در اطراف پین ابزار جریان می‌یابند، یک ناحیه از فضای خالی به وجود می‌آید که در آن پیوند حالت جامد بین سطوح مجاور ایجاد می‌گردد. این امر بیشتر به افزایش محتوای ذرات HA در این ناحیه نسبت به سایر مناطق در طول ناحیه FSP کمک می‌نماید [۲۷].

ریزساختار نمونه TH-S230 (شکل ۴ الف) توزیع ناهمگن و همراه با تجمع ذرات هیدروکسی آپاتیت همراه با حالت آگلومره شدن قابل توجه آن را نشان می‌دهد. این امر نشان می‌دهد که پین دارای هندسه مربعی در دستیابی به پراکندگی یکنواخت ذرات HA در زمینه تیتانیوم، به صورت محدود عمل می‌کند.



شکل ۵- تصاویر FESEM همراه آزمایش نقشه EDS از سطح بالایی نمونه‌های (الف) TH-S230، (ب) TH-S245، (پ) TH-C230، و (ت) TH-C245

¹ - grain refinement

جرم کمتر HA (۸۷ سانتی متر مربع بر گرم) با Ti (۲۰۸ سانتیمتر مربع بر گرم) [۲۰]، می‌توان چنین استنباط کرد که زمینه Ti مقدار قابل توجهی از پرتو اشعه ایکس پراش شده را جذب نموده و لذا باعث می‌شود فاز HA و شدت پیک‌های HA کم به نظر برسد. همانطور که در الگوی XRD نمونه TH-S230 نشان داده شده است، پیک‌های HA قابل مشاهده نیستند. با بررسی دقیق‌تر الگوی XRD نمونه‌های FSP شده، آشکار شد که شدت قله‌های HA در سرعت‌های خطی بالاتر (TH-C245، TH-S245) برجسته‌تر می‌شود. این تغییر در شدت را می‌توان به توزیع متفاوت فازها در سطح نمونه نسبت داد که ناشی از سرعت خطی است. این امکان وجود دارد که سرعت خطی بالاتر باعث شده است که فاز HA به سمت سطح کامپوزیت برود و در نتیجه شدت پیک‌های مربوطه در الگوی XRD افزایش یابد. به عبارت دیگر، با توجه به نتایج XRD می‌توان دریافت که با افزایش سرعت خطی، قله‌های HA تشدید یافته است که تأییدی بر نتایج EDS است. این یافته نیز استنادی بر این امر است که توزیع فازهای روی سطح تحت تأثیر سرعت خطی در طول فرایند FSP تشدید قله‌های HA نشان می‌دهد که سرعت خطی بالاتر می‌تواند حرکت فاز HA به سمت سطح کامپوزیت را تسهیل نموده باشد.

این پدیده حاکی از آن است که برهمکنش بین فاز HA و زمینه Ti تحت تأثیر سرعت خطی قرار می‌گیرد و در نهایت بر ویژگی‌های سطح نمونه‌های کامپوزیتی تأثیر می‌گذارد. بنابراین، همبستگی بین سرعت خطی و تشدید قله‌های HA از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است که این پارامتر را به عنوان یک پارامتر کلیدی در تعیین خواص سطحی مواد کامپوزیتی تعیین می‌کند [۳۱].

همچنین مشاهده می‌شود که با تغییر بین از حالت مربعی به مخروطی (به خصوص در سرعت خطی ۳۰ mm/min)، تغییراتی در شدت پیک‌های مربوط به هیدروکسی آپاتیت رخ داده است. زمانیکه از بین مربعی استفاده می‌شود، به دلیل گوشه دار بودن آن، ممکن است برخی از مواد هیدروکسی آپاتیت به بیرون از شیار رفته و لذا سبب کاهش کسر حجمی آن در نمونه XRD شده باشد. بنابراین در این حالت پیک‌های مربوط به هیدروکسی آپاتیت قابل مشاهده نیست. علاوه بر این، می‌توان مشاهده نمود که پیک‌های مربوط به هیدروکسی آپاتیت در نمونه مربعی دچار کمی پهن شدن هستند که می‌تواند به دلیل کرنش شبکه در قطعه باشد. به علاوه، بین مخروطی استفاده شده در نمونه TH-C245 احتمالاً توزیع مطلوب‌تری از فاز HA را تسهیل کرده است که منجر به افزایش شدت پیک‌های مربوطه در الگوی XRD می‌شود. این مشاهده با مشاهدات FESEM نیز مطابقت خوبی دارد.

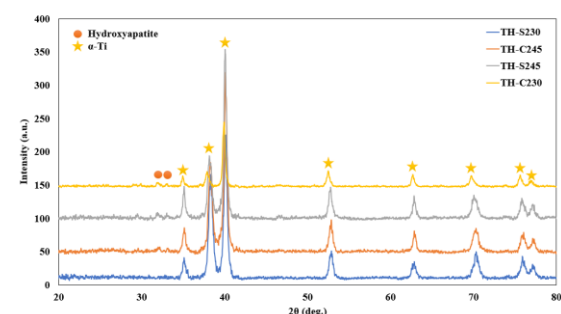
شکل ۷، نمودارها و رفتار تنش-کرنش کششی کامپوزیت‌های سطحی FSP شده Ti/HA شامل نمونه‌های TH-S230، TH-S245، TH-C230، TH-C245 و TH-C230 را نشان می‌دهد. همانطور که مشخص است، رفتار پلاستیک در تمام نمونه‌ها مشاهده می‌شود.

ترک‌ها به شیب‌های حرارتی بالا ناشی از سیکل‌های گرم و سرد شدن سریع در طول عملیات با سرعت خطی افزایش یافته، نسبت داده می‌شوند. این تنش‌های حرارتی می‌توانند در اثر انقباض مواد در هنگام انجماد باعث ترک خوردن قطعه شوند [۲۹].

به منظور ارزیابی دقیق نواحی تیره (HA) و روشن (Ti)، توزیع عناصر در نمونه‌ها و مقایسه سطح بالایی نمونه‌های TH-S230، TH-S245، TH-C230، TH-C245، و تصاویر FESEM همراه با آزمایش نقشه EDS از سطح بالایی نمونه‌ها تهیه شد که در شکل ۵ ارائه شده است. این تکنیک‌های مکمل بینش‌های ارزشمندی در مورد توزیع فضایی فاز HA و برهمکنش آن با زمینه Ti، در نتیجه درک جامع‌تری از نحوه تأثیر هندسه پین و سرعت خطی بر ویژگی‌های سطح نمونه‌های کامپوزیت Ti/HA ارائه می‌دهد.

بر اساس نتایج تجزیه و تحلیل نقشه عنصری از سطح بالایی نمونه‌ها، مشاهده شد که اثرات تراکم شدید در مناطق خاصی که غنی از کلسیم، فسفر و اکسیژن هستند وجود دارد. این اثر در سرعت خطی بالاتر (۴۵ mm/min) در طول FSP بیشتر از نمونه FSP شده با سرعت خطی ۳۰ mm/min بود. این مشاهدات نشان می‌دهد که بهینه سازی پارامترهای فرایند، مانند سرعت خطی، برای دستیابی به توزیع ذرات مورد نظر و به حداقل رساندن اثرات خوشه بندی یا تجمع در ناحیه FSP شده اهمیت بالایی دارد. در سرعت ۴۵ mm/min، به دلیل سیکل‌های گرمایش/سرمایش سریع یا الگوهای جریان ناشی از هندسه ابزار، زمان کافی برای توزیع مجدد یکنواخت ذرات در طول عملیات می‌تواند وجود نداشته باشد. این امر می‌تواند سبب الگوهای توزیع غیریکنواخت و خوشه بندی شود که در اینجا در توزیع ذرات HA دیده می‌شود.

برای به دست آوردن درک عمیق‌تر از آزمون EDS و همچنین تعیین فازهای تشکیل شده در نمونه‌ها، بررسی حضور فاز هیدروکسی آپاتیت در زمینه تیتانیومی و عدم حضور فازهای دیگر مانند اکسید تیتانیوم، الگوهای XRD از نمونه‌های TH-S230، TH-S245، TH-C230 و TH-C245 تهیه شد (شکل ۶).



شکل ۶- الگوهای پراش XRD نمونه‌های نمونه‌های TH-S230، TH-C245، TH-C230، و TH-C245

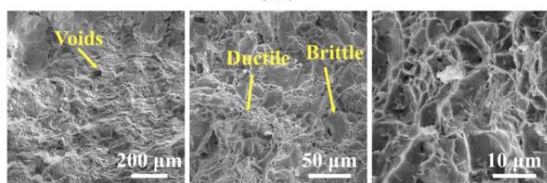
بر اساس الگوهای پراش نمونه‌ها در شکل ۶، می‌توان دید که پیک‌های HA در برابر پیک‌های Ti ضعیف هستند. با مقایسه ضریب تضعیف

¹- mass attenuation coefficient

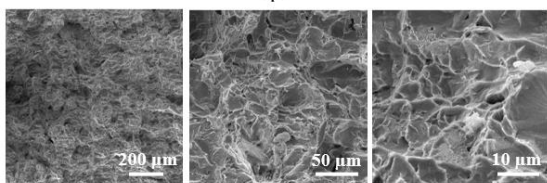
فاز زمینه Ti انعطاف‌پذیر نسبت داده شود. میزان این تغییر شکل پلاستیکی به عواملی مانند توزیع اندازه ذرات، نسبت کسر حجمی بین فازهای Ti و HA و همچنین پارامترهای فرایند مانند سرعت خطی بستگی دارد.

علاوه بر این، در رابطه با اثر هندسه پین، مشاهده می‌شود که نمونه‌های FSP شده با پین دارای هندسه مخروطی استحکام تسلیم و خواص مکانیکی بهتری نسبت به نمونه‌های FSP شده با پین دارای هندسه مربعی (در هر دو سرعت خطی) نشان می‌دهند. لذا می‌توان گفت با توجه به شکل ۴، وجود حفره‌ها و تخلخل، به‌ویژه در نمونه‌های FSP شده با پین‌های مربعی، می‌تواند سطح مقطع موجود برای کاربردهای بارگذاری را کاهش داده و مناطق آسیب‌پذیری را ایجاد کند که مستعد شروع ترک هستند. بنابراین نمونه‌های FSP شده با پین مربعی خواص مکانیکی از جمله استحکام نهایی و استحکام تسلیم ضعیف‌تری نسبت به نمونه‌های FSP شده با پین مخروطی نشان دادند. شکل ۸ تصاویر FESEM تهیه شده از سطح شکست نمونه‌های FSP شده نمونه‌های TH-S230، TH-S245، TH-C230، و TH-C245، و همچنین حالت شکست انعطاف پذیر غالب در زمینه Ti همراه با شکستگی ترد ذرات HA را نشان می‌دهد.

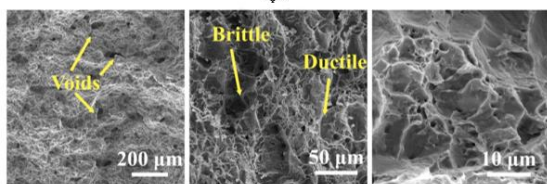
(الف)



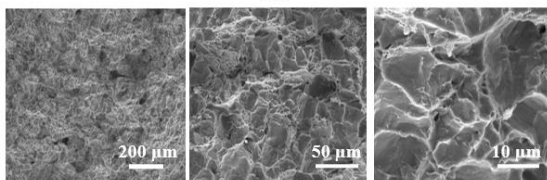
(ب)



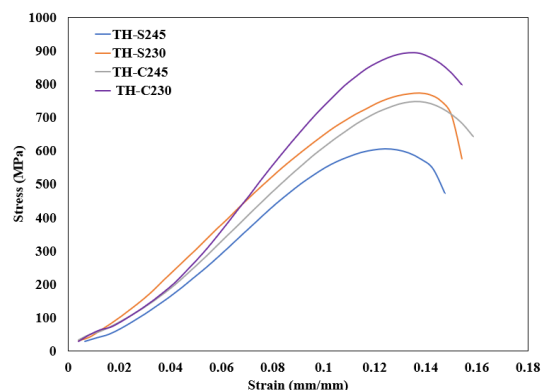
(پ)



(ت)



شکل ۸- تصاویر FESEM تهیه شده از سطح شکست ناحیه دکمه جوش در نمونه‌های FSP شده نمونه‌های (الف) TH-S230، (ب) TH-S245، (پ) TH-C230، و (ت) TH-C245



شکل ۷- نمودارهای تنش- کرنش کششی نمونه‌های کامپوزیت‌های سطحی TH-S245، TH-S230، TH-C245 و TH-C230

تیتانیوم، به واسطه ساختار کریستالی شش ضلعی بسته^۱ و خواص مکانیکی متمایز آن، کشش استثنایی در مقایسه با مواد فلزی معمولی نشان می‌دهد که این امر به خوبی در نمودار تنش-کرنش مشاهده می‌شود. این ظرفیت کشش قابل توجه در تیتانیوم باعث می‌شود قبل از رسیدن به استحکام تسلیم، تغییر شکل محسوس و قابل توجهی را تجربه نماید. بنابراین باید رفتار مکانیکی متمایز تیتانیوم را هنگام تحلیل منحنی‌های تنش-کرنش، در نظر بگیریم و ویژگی‌های منحصر به فرد آن را مد نظر قرار بدهیم. بنابراین ازدیاد طول مشاهده شده و ناحیه الاستیک گسترده در تیتانیوم با خواص مکانیکی آن، مطابقت دارد [۳۲]. مقادیر به ترتیب برای پین مربعی با سرعت خطی ۳۰ و ۴۵ میلی‌متر بر دقیقه به ترتیب ۱۸ ± ۷۷۲، ۱۶ ± ۶۰۵، و در پین مخروطی ناقص با سرعت خطی ۳۰ و ۴۵ میلی‌متر بر دقیقه ۲۶ ± ۸۹۴ و ۲۴ ± ۷۴۷ مگاپاسکال به دست آمد (جدول ۳). همانطور که مشخص است یک روند کاهشی در استحکام کشش نهایی با افزایش سرعت خطی در طول فرایند برای نمونه‌های FSP شده هم با پین مربعی و هم با پین مخروطی مشاهده می‌شود.

جدول ۳- استحکام و ازدیاد طول نمونه‌ها.

نمونه	میزان ازدیاد طول	استحکام نهایی
TH-S230	۶/۶۷	۷۷۲ ± ۱۸
TH-S245	۶/۶۳	۶۰۵ ± ۱۶
TH-C230	۶/۷	۸۹۴ ± ۲۶
TH-C245	۶/۷۲	۷۴۷ ± ۲۴

این نتایج نشان می‌دهد که سرعت خطی می‌تواند به دلیل عواملی مانند گرادبان‌های حرارتی بالاتر که سبب تشکیل حفره‌ها/ترک‌ها و الگوهای پراکنندگی غیریکنواخت ذرات HA در مناطق FSP شده می‌شود، و بر هر دو ویژگی استحکام و شکل‌پذیری تأثیر منفی بگذارد. با این حال، علی‌رغم این چالش‌ها، همه نمونه‌ها مقادیر از تغییر شکل پلاستیک را قبل از شکست از خود نشان دادند که این امر می‌تواند به دلیل حضور

^۱ - hexagonal close-packed

نتیجه گیری

در این مطالعه کامپوزیت‌های سطحی HA/Ti به روش FSP تولید شدند. به منظور بررسی اثر هندسه پین، سرعت خطی، و سرعت دورانی، نمونه‌های مختلفی تولید شدند. یافته‌ها نشان داد که پین با هندسه مثلثی به خوبی نمی‌تواند شیار را پر کند و بنابراین هندسه مناسبی برای فرایند FSP نمونه‌های کامپوزیت‌های سطحی HA/Ti نیست. علاوه بر این، مشخص شد که سرعت دورانی ۱۱۵۰ rpm نسبت به سرعت ۱۲۵۰ rpm سبب ایجاد حفراتی در قطعه می‌گردد. در اصل، در سرعت‌های دورانی بالاتر، توزیع ناهمگن ذرات HA در زمینه Ti به دلیل اثرات چرخش و نرخ سرد شدن بیشتر مشاهده می‌شود.

از مقایسه نتایج به دست آمده می‌توان دریافت که هرچه سرعت خطی بیشتر باشد، خواص مکانیکی به دست آمده در نمونه کمتر می‌شود، بطوریکه نمونه‌هایی که با سرعت خطی ۳۰ میلی‌متر بر دقیقه FSP شدند، خواص مکانیکی بسیار بالاتری نسبت به نمونه‌هایی که با سرعت خطی ۴۵ میلی‌متر بر دقیقه FSP شدند، در هر دو هندسه مربعی و مخروطی نشان دادند.

همچنین، مشخص شد زمانیکه پین با هندسه مخروطی به منظور فرایند FSP استفاده شود، خواص مکانیکی و سطح شکست و همچنین پراکندگی مناسب‌تری از ذرات هیدروکسی آپاتیت در زمینه تیتانیومی به دست می‌آید. بنابراین به طور کلی نمونه FSP شده با پین مخروط ناقص و سرعت دورانی ۱۲۵۰ دور بر دقیقه و سرعت خطی ۳۰ میلی‌متر بر دقیقه، به عنوان نمونه بهینه مشخص گردید.

ملاحظات اخلاقی پیروی از اصول اخلاق پژوهش

همکاری مشارکت‌کنندگان در تحقیق حاضر به صورت داوطلبانه و با رضایت آنان بوده است.

حامی مالی

هزینه تحقیق حاضر توسط نویسندگان مقاله تامین شده است.

مشارکت نویسندگان

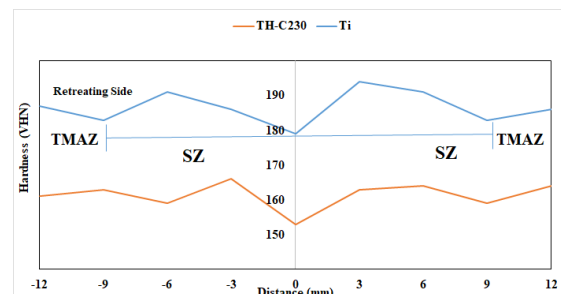
انجام آزمایش‌ها و تحلیل داده‌ها و نگارش اولیه: امیرحسین شهباز؛ اساتید راهنما و نگارش نهایی: مهرداد عباسی و حامد ثابت.

تعارض منافع

بنابر اظهار نویسندگان، مقاله حاضر فاقد هرگونه تعارض منافع بوده است.

وجود فضاهای خالی و تخلخل نیز به ویژه در سرعت‌های خطی بالاتر قابل توجه است. مکانیسم تقویتی برای کامپوزیت‌های HA/Ti تولید شده به روش FSP، شامل عوامل متعددی مانند توزیع اندازه ذرات، الگوهای پراکندگی، نسبت کسر حجمی بین فازهای مختلف و پارامترهای فرایند مانند هندسه پین و سرعت خطی می‌شود. در نمونه‌های مورد مطالعه در این پژوهش، می‌توان حالت شکست شکل پذیر را مشاهده نمود که این امر به دلیل حضور فاز زمینه Ti انعطاف پذیر است، که در این راستا رفتار تغییر شکل پلاستیک را تحت بارهای اعمال شده یا شرایط فرایند افزایش می‌دهد. از سمت دیگر، ذرات HA سبب ایجاد حالت‌های شکست ترد در قطعات می‌شود و نشان می‌دهد که این مناطق می‌تواند سطوح بالاتری از تمرکز تنش را به دلیل توزیع غیریکنواخت ذرات در سراسر ناحیه FSP شده تجربه کرده باشند. علاوه بر این، وجود تخلخل و حفره‌ها که در تصاویر FESEM (شکل ۸) قابل مشاهده است، می‌تواند خواص مکانیکی را با کاهش سطح مقطع موجود برای کاربردهای بارگذاری کاهش دهد و در عین حال مناطق مستعد شروع ترک را در طول بارگذاری ایجاد نماید [۳۳].

همانطور که در بررسی خواص مکانیکی هم ذکر شد، با توجه به شکل ۴ و ۸، وجود حفره‌ها و تخلخل، به ویژه در نمونه‌های FSP شده با پین‌های مربعی، می‌تواند سطح مقطع موجود برای کاربردهای بارگذاری را کاهش داده و مناطق آسیب‌پذیری را ایجاد کند که مستعد شروع ترک هستند. بنابراین نمونه‌های FSP شده با پین دارای هندسه مخروطی (شکل ۸، پ، ت) سطح شکل نرمی را نشان می‌دهند.



شکل ۹- تغییرات میکروسختی را در نمونه تیتانیوم خالص و TH-C230

شکل ۹، تغییرات میکروسختی را در نمونه TH-C230 نشان می‌دهد. همانطور که مشخص است به طور میانگین، میکروسختی این نمونه در نواحی مختلف بین ۱۵۰ تا ۱۶۵ ویکرز می‌باشد. این در حالی است که سختی تیتانیوم خالص در حدود بین ۱۸۰ تا ۲۰۰ ویکرز است [۳۴]. این امر نشان می‌دهد که حضور فاز هیدروکسی آپاتیت می‌تواند مقداری سختی قطعه را کاهش دهد که به خاطر سختی کمتر و فاز نرم‌تر هیدروکسی آپاتیت است.

References

- Lin M-H, Wang Y-H, Kuo C-H, Ou S-F, Huang P-Z, Song T-Y, et al. Hybrid ZnO/chitosan antimicrobial coatings with enhanced mechanical and bioactive properties for titanium implants. *Carbohydrate Polymers*. 2021;257:117639 DOI: 10.1016/j.carbpol.2021.117639.
- Priyadarshini B, Rama M, Chetan, Vijayalakshmi U. Bioactive coating as a surface modification technique for biocompatible metallic implants: a review. *Journal of Asian Ceramic Societies*. 2019;7(4):397-406 DOI: 10.1080/21870764.2019.1669861.
- López-Valverde N, Flores-Fraile J, Ramírez JM, Macedo de Sousa B, Herrero-Hernández S, López-Valverde A. Bioactive Surfaces vs. Conventional Surfaces in Titanium Dental Implants: A Comparative Systematic Review. *Journal of Clinical Medicine*. 2020;9(7) DOI: 10.3390/jcm9072047.
- Kurup A, Dhattrak P, Khasnis N. Surface modification techniques of titanium and titanium alloys for biomedical dental applications: A review. *Materials Today: Proceedings*. 2021;39:84-90 DOI: 10.1016/j.matpr.2020.06.163.
- Jaafar A, Hecker C, Árki P, Joseph Y. Sol-Gel Derived Hydroxyapatite Coatings for Titanium Implants: A Review. *Bioengineering*. 2020;7(4) DOI: 10.3390/bioengineering7040127.
- Fathi A, Ahmed M, Afifi M, Menazea A, Uskoković V. Taking hydroxyapatite-coated titanium implants two steps forward: surface modification using graphene mesolayers and a hydroxyapatite-reinforced polymeric scaffold. *ACS biomaterials science & engineering*. 2020;7(1):360-72 DOI: 10.1021/acsbiomaterials.0c01105.
- Ke D, Vu AA, Bandyopadhyay A, Bose S. Compositionally graded doped hydroxyapatite coating on titanium using laser and plasma spray deposition for bone implants. *Acta Biomaterialia*. 2019;84:414-23 DOI: 10.1016/j.actbio.2018.11.041.
- Bal Z, Kaito T, Korkusuz F, Yoshikawa H. Bone regeneration with hydroxyapatite-based biomaterials. *Emergent Materials*. 2020;3(4):521-44 DOI: 10.1007/s42247-019-00063-3.
- Ji G, Zou Y, Chen Q, Yao H, Bai X, Yang C, et al. Mechanical properties of warm sprayed HATi bio-ceramic composite coatings. *Ceramics International*. 2020;46(17):27021-30 DOI: 10.1016/j.ceramint.2020.07.179.
- Zhu L, Ye X, Tang G, Zhao N, Gong Y, Zhao Y, et al. Biomimetic coating of compound titania and hydroxyapatite on titanium. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*. 2007;83A(4):1165-75 DOI: 10.1002/jbm.a.31401.
- Rungcharassaeng K, Lozada JL, Kan JYK, Kim JS, Campagni WV, Munoz CA. Peri-implant tissue response of immediately loaded, threaded, HA-coated implants: 1-year results. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 2002;87(2):173-81 DOI: 10.1067/mpr.2002.121111.
- Zheng X, Huang M, Ding C. Bond strength of plasma-sprayed hydroxyapatite/Ti composite coatings. *Biomaterials*. 2000;21(8):841-9 DOI: 10.1016/S0142-9612(99)00255-0.
- Arifin A, Sulong AB, Muhamad N, Syarif J, Ramli MI. Material processing of hydroxyapatite and titanium alloy (HA/Ti) composite as implant materials using powder metallurgy: A review. *Materials & Design*. 2014;55:165-75 DOI: 10.1016/j.matdes.2013.09.045.
- Yang S, Li W, Man HC. Laser cladding of HA/Ti composite coating on NiTi alloy.

Surface engineering. 2013;29(6):409-31 DOI: 10.1179/1743294413Y.0000000115.

15. Rahmati R, Khodabakhshi F. Microstructural evolution and mechanical properties of a friction-stir processed Ti-hydroxyapatite (HA) nanocomposite. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. 2018;88:127-39 DOI: 10.1016/j.jmbbm.2018.08.025.

16. Molla Ramezani, N., Davoodi, B., Farahani, M. Surface integrity of metal matrix nanocomposite produced by friction stir processing (FSP). J Braz. Soc. Mech. Sci. Eng. 2019; 41:503. <https://doi.org/10.1007/s40430-019-2014-2>

17. Yousefpour F, Jamaati R, Jamshidi Aval H. Investigation of microstructure, crystallographic texture, and mechanical behavior of magnesium-based nanocomposite fabricated via multi-pass FSP for biomedical applications. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. 2022;125:104894 DOI: 10.1016/j.jmbbm.2021.104894.

18. Liu W, Liu S, Wang L. Surface Modification of Biomedical Titanium Alloy: Micromorphology, Microstructure Evolution and Biomedical Applications. Coatings. 2019;9(4) DOI: 10.3390/coatings9040249.

19. Hakakzadeh M, Jafarian HR, Seyedein SH, Eivani AR, Park N, Heidarzadeh A. Production of Ti-CNTs surface nanocomposites for biomedical applications by friction stir processing: Microstructure and mechanical properties. Materials Letters. 2021;300:130138 DOI: 10.1016/j.matlet.2021.130138.

۲۰- لطفی، بهنام، پورچینی، پوریا، صادقیان، زهره. (۱۳۹۸). تولید و مشخصه یابی کامپوزیت درجای Al-Al₃Ti تولید شده به روش

FSP با استفاده از پودر پیش فعال آسیاکاری شده. فصلنامه علمی - پژوهشی مواد نوین، ۱۰(۳۸)، ۱-۱۶.

21. Khodabakhshi F, Rahmati R, Nosko M, Orovčík L, Nagy Š, Gerlich AP. Orientation structural mapping and textural characterization of a CP-Ti/HA surface nanocomposite produced by friction-stir processing. Surface and Coatings Technology. 2019;374:460-75 DOI: 10.1016/j.surfcoat.2019.06.009.

22. Shahbaz A, Abbasi M, Sabet H. Effect of microstructure on mechanical, electrochemical, and biological properties of Ti/HA surface composites fabricated by FSP method. Materials Today Communications. 2023;37:107305 DOI: 10.1016/j.mtcomm.2023.107305.

23. El-Sayed MM, Shash AY, Abd-Rabou M, ElSherbiny MG. Welding and processing of metallic materials by using friction stir technique: A review. Journal of Advanced Joining Processes. 2021;3:100059 DOI: 10.1016/j.jajp.2021.100059.

24. Bharti S, Ghetiya ND, Patel KM. A review on manufacturing the surface composites by friction stir processing. Materials and Manufacturing Processes. 2021;36(2):135-70 DOI: 10.1080/10426914.2020.1813897.

25. García-Galvan FR, Fajardo S, Barranco V, Feliu S. Experimental Apparent Stern-Geary Coefficients for AZ31B Mg Alloy in Physiological Body Fluids for Accurate Corrosion Rate Determination. Metals. 2021;11(3) DOI: 10.3390/met11030391.

26. Dinaharan I, Murugan N, Akinlabi ET. Friction stir processing route for metallic matrix composite production. 2021.

27. Mishra RS, Ma ZY. Friction stir welding and processing. Materials Science and

Engineering: R: Reports. 2005;50(1):1-78 DOI: 10.1016/j.mser.2005.07.001.

pure and Ti-6Al-4V. Journal of Alloys and Compounds, 2009. 486(1): p. 162-167.

28. Rubtsov V, Chumaevskii A, Gusarova A, Knyazhev E, Gurianov D, Zykova A, et al. Macro- and Microstructure of In Situ Composites Prepared by Friction Stir Processing of AA5056 Admixed with Copper Powders. Materials. 2023;16(3) DOI: 10.3390/ma16031070.

29. Asadi P, Faraji G, Besharati MK. Producing of AZ91/SiC composite by friction stir processing (FSP). The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2010;51(1):247-60 DOI: 10.1007/s00170-010-2600-z.

30. Jenkins R, Snyder RL. Introduction to X-ray Powder Diffractometry (Volume 138): Wiley Online Library; 1996.

31. Raafat M, Mahmoud TS, Zakaria HM, Khalifa TA. Microstructural, mechanical and wear behavior of A390/graphite and A390/Al₂O₃ surface composites fabricated using FSP. Materials Science and Engineering: A. 2011;528(18):5741-6 DOI: 10.1016/j.msea.2011.03.097.

32. Chong Y, Tsuru T, Guo B, Gholizadeh R, Inoue K, Tsuji N. Ultrahigh yield strength and large uniform elongation achieved in ultrafine-grained titanium containing nitrogen. Acta Materialia. 2022;240:118356 DOI: 10.1016/j.actamat.2022.118356.

33. Zhang HJ, Liu HJ, Yu L. Microstructure and mechanical properties as a function of rotation speed in underwater friction stir welded aluminum alloy joints. Materials & Design. 2011;32(8):4402-7 DOI: 10.1016/j.matdes.2011.03.073.

34. Poondla, N., T.S. Srivatsan, A. Patnaik, and M. Petraroli, A study of the microstructure and hardness of two titanium alloys: Commercially