پژوهشگاه مواد و انرژی

لایه نشانی الکتروفورتیکی هیدروکسی آپاتیت بر روی ایمپلانتهای فلزی

پایان نامه

برای دریافت درجه کارشناسی ارشد

در رشته مهندسی مواد (سرامیک)

محمد اصفهانیان

۱۳۸۲ /۸/ ۲۰

استاد راهنما : دکتر فتح ا... مضطرزاده

استادان مشاور : دکتر بابک رئیسی دهکردی

دکتر مهران صولتی هشجین

اسفند ۱۳۷۹

سپاسنامه

اکنون که کار این پروژه به انجام خود رسیده است، نتایج بدست آمده را نه فقط دستاورد خویش که حاصل همکاری شمار زیادی از عزیزانی می‌دانم که به جای آوردن سپاسی که شایسته آنان باشد، براستی در این مقال نمی‌گنجد.

از دوستانم در پژوهشکده سرامیک که در تمام این مدت به انحاء مختلف مرا در انجام پروژه یاری کرده‌اند، آقایان، ابراهیم جباری، عباس کشاورز، سید نصرالله صفوی، ابوالحسن طلایی فر، و مسعود نصیری و همچنین از سرکار خانم مریم دهقان به خاطر کمکهایشان در امور اداری پژوهشکده و نیز از آقای مهندس سید بهـــــزاد طباطبائی و خانم مهندس ماندانا شیخـانی به خاطر آزمایشهای اندازه گیری خواص فیزیکی و حرارتی بسیار متشکرم.

بخاطر همیاری در تهیه اطلاعات و منابع لازم از جناب آقای دکتر اسفندیار افشاری، آقای مهندس شهرام عامری و همچنین خانمها دولت سامیا کلانتری و فاطمه مرادی تشکر فراوان دارم.

از خانمها، ساغر نصرت بخش و فاطمه خاکی به دلیل زحماتشان در امر تایپ و تنظیم گزارشهای مختلف و نیز متن اصلی پایان نامه و همچنین از آقایان علی آیتی و غلامرضا سلیمانی به خاطر همکاری صمیمانه در امر تکثیر و چاپ، از آقایان آرش رضایی و محمدرضا اعتبار در واحد تحصیلات تکمیلی و ایضاً از آقایان سید حسین بهزاد،محمدرضا حسن‌زاده و جواد حریری به دلیل کمکهایشان در تهیه نمونه‌ها و وسائل آزمایشگاهی و آقای مجید مصطفایی به جهت تهیه عکسهای رنگی، بسیار سپاسگزارم.

از سرکار خانم مهناز خنجری بخاطر تهیه تصاویر میکروسکوپ الکترونی وهمچنین از آقایان حسن کاویانی نیا به خاطر کمکهای ارزنده و آنالیزهای XRD بسیار متشکرم.

از جناب آقای دکتر محمدعلی بهره‌ور به دلیل راهنماییها و همکاریهایی که داشته‌اند صمیمانه متشکرم.

از کلیه اعضاء محترم هیئت علمی پژوهشکده سرامیک بویژه آقایان دکتر کاووس فلامکی، دکتر بیژن افتخاری یکتا ودکتر علیرضا آقایی به خاطر همفکریها و آموزشهای موثرشان سپاسگزارم.

از جناب آقای مهندس علی اکبر خشه‌چی،معاونت امور اداری و مالی پژوهشگاه بخاطر زحماتشان جهت تسریع امور اداری پروژه ممنون و متشکرم.

مراتب قدردانی را از جناب آقای دکتر رحیم یزدانی راد، معاون پژوهشی پژوهشگاه مواد و انرژی، به دلیل بذل توجه و کمکهایی که داشته‌اند بر خود لازم میدانم. همچنین یاد و خاطره استاد مرحوم، پروفسور رحیم نانی را به خاطر مساعدتها و راهنماییهای مفیدشان در مدت کوتاهی که در محضر ایشان بودم گرامی می‌دارم.

فرصت را مغتنم می‌شمرم و از جناب آقای دکتر واهاک مارقوسیان و جناب آقای دکتر فرهاد گلستانی فرد به پاس آموختن مفاهیم بنیادی سرامیک و ایجاد علاقه و انگیزه جهت ادامه تحصیل و کسب علم قدردانی میکنم.

از جناب آقای دکتر بابک رئیسی دهکردی و جناب آقای دکتر مهران صولتی هشجین، رئیس پژوهشکده سرامیک، که بزرگوارانه زحمت مشاوره این پروژه را برعهده داشته‌اند به خاطر کمکهای بیدریغ و راهنماییهای بموقع و کارسازشان سپاس و تشکر فراوان دارم.

مراتب امتنان و سپاس بیکـــران خود را از این طریق نسبت به استاد ارجمند جناب آقای دکتر فتح ا... مضطرزاده ریاست محترم پژوهشگاه مواد و انرژی ابراز میدارم. از ایشان به دلیل حمایتهای مستمر و موثرشان و آموخته‌های فراوانی که در طول ۷ سال اخیر چه در مقطع کارشناسی و چه اکنون از محضرشان کسب کرده‌ام کمال تشکر را دارم.

دستهای مهربان مادرم را به پاس محبتها و زحمات فداکارانه‌اش در تمام زندگیم، به نشانه قدر دانی، میبوسم و به روح بلند پدر مرحومم که نماند تا بار دیگر خوشحالی بی‌کلامش را از نگاهش بخوانم، در آستانه سالگرد درگذشتش، درود میفرستم.

در پایان برای تمامی عزیزان و سروران محترم آرزوی سلامت و سعادت روزافزون دارم.

محمد اصفهانیان

اسفند ۱۳۷۹

فهرست مطالب

فهرست مطالب		الف
فهرست جدولها		ه
فهرست شکلها		و
فهرست رابطه ها		ط
چکیده		ی
فصل اول : مقدمه		۳-۱
فصل دوم : مرور منابع مطالعاتی		٤-۳۸
۲-۱	هیدروکسی آپاتیت	٤
۲-۲	خواص مکانیکی هیدروکسی آپاتیت	۷
۲-۳	ایمپلانتهای پوشش دار	۹
۲-۳-۱	ایمپلانتهای فلزی	۹
۲-۳-۱	روشهای پوشش دادن	۱۲
۲-٤	لایه نشانی الکتروفورتیکی	۱۲
۲-٤-۱	معرفی روش	۱۲
۲-٤-۲	ساز و کار لایه نشانی	۱٦
۲-٤-۳	پارامترهای موثر بر EPD	۱۸
۲-٤-٤	مختصات سلول EPD	۲۱

۲-٤-٥	پارامترها و خواص ذرات	۲۲
۲-٤-٦	پارمترها و خواص محیط مایع	۲۳
۲-٤-۷	پارامترهای متغیر	۲۵
۲-٤-۷-۱	اثر میدان الکتریکی	۲٦
۲-٤-۷-۲	اثر غلظت سوسپانسیون	۲۷
۲-٤-۷-۳	اثر زمان لایه نشانی	۲۹
۲-٤-۸	کاربردها و جایگاه EPD	۳۱
۲-٤-۹	تاریخچه روش	۳۳

فصل سوم :	فعالیتهای تجربی	۳۹-٦۰
۳-۱	روش کار	۳۹
۳-۲	سلول الکتروفورزیس	٤۰
۳-۳	مدار الکتریکی	٤۲
۳-٤	مواد اولیه	٤٤
۳-٤-۱	هیدروکسی آپاتیت	٤٤
۳-٤-۲	استن	٤۹
۳-٥	آماده سازی سوسپانسیون	٥۰
۳-٦	شستشوی وسایل و ظروف	٥۲

۳-۷ توزین ۵۲

۳-۸ عملیات لایه نشانی ۵۳

۳-۸-۱ بررسی اثر جنس فلز پایه ۵۳

۳-۸-۲ بررسی اثر ولتاژ ۵٤

۳-۸-۳ بررسی اثر غلظت سوسپانسیون ۵٤

۳-۸-٤ بررسی اثر زمان لایه نشانی ۵۵

۳-۹ عملیات حرارتی ۵۵

۳-۱۰ مطالعات فازی ۵٦

۳-۱۱ مطالعات میکروسکوپی ۵۷

۳-۱۲ اندازه‌گیری سختی ۵۸

۳-۱۳ عملیات سطحی ۵۸

۳-۱٤ اندازه‌گیری مقاومت لایه‌ها در برابر سایش ٦۰

فصل چهارم : نتایج آزمایشها و بحث ٦۱-۹٤

٤-۱ عوامل موثر بر EPD هیدروکسی آپاتیت در محیط استن ٦۱

٤-۲ بررسی اثر جنس فلز پایه بر روی سرعت حرکت ذرات ٦۱

٤-۳ بررسی اثر میدان الکتریکی بر وزن نشست و دانسیته جریان عبوری ٦۳

٤-٤ بررسی اثر غلظت سوسپانسیون بر وزن نشست و دانسیته جریان عبوری ٦٤

۴-۵ بررسی اثر زمان لایه نشانی بر وزن نشست و دانسیته جریان عبوری ٦۸

۴-۶ سینتر پوشش و بررسی تحولات فازی ۷۳

۴-۷ آزمایشهای بررسی ریز ساختاری ۷۸

٤-۷-۱ بررسی لایه‌های خام ۷۹

٤-۷-۲ بررسی ریز ساختار و مورفولوژی نمونه‌ها پس از انجام عملیات حرارتی ۸٦

٤-۸ بررسی سختی لایه‌ها..... ۹۰

۴-۹ بررسی مقاومت در برابر سایش ۹۲

فصل پنجم :نتیجه‌گیری و پیشنهادها..... ۹۵-۹۸

فصل ششم : منابع ۹۹-۱۰۹

فهرست شکل‌ها

۲-۲ تصویر ساده شده یک سلول الکتروفورزیس ۱۳

۳-۲ پدیده‌های الکتروکینیتیکی ۱٤

۱-۳ سلول الکتروفورزیس ، الکترود فلزی و بشر شیشه‌ای دارای پوشش طلا..... ٤۱

۲-۳ مدار الکتریکی مورد استفاده جهت لایه نشانی هیدروکسی آپاتیت ٤۲

۳-۳ تصویر ساده شده از مدار الکتریکی مورد استفاده ٤۳

۵-۳ توزیع اندازه ذرات پودر هیدروکسی آپاتیت مصرفی ٤۵

٦-۳ الگوی پراش اشعه ایکس از پودر غیر کلسینه ٤۷

۷-۳ طیف IR از پودر غیر کلسینه ٤۷

۸-۳ الگوی پراش پرتو ایکس از پودر حرارت دیده تا دمای ۱۲۵۰ درجه سانتیگراد..... ٤۸

۹-۳ طیف IR از پودر حرارت دیده تا دمای ۱۳۰۰ درجه سانتیگراد..... ٤۸

۱۰-۳ اندازه ذرات سوسپانسیون کاملاً پایدار..... ۵۱

۱۱-۳ ترازوی الکترونیکی ، نحوه توزین الکترودهای پوشش گرفته ۵۳

۱۲-۳ سیستم عملیات حرارتی ، در حال کار..... ۵٦

۱۳-۳ الکترودهای فلزی ۵۷

۱٤-۳ ایمپلانت Ti6Al4V ، با پوشش هیدروکسی آپاتیت..... ۵۹

۱-٤ اثر ولتاژ اعمالی بر وزن نشست و دانسیته جریان عبوری ٦۳

۲-٤ اثر غلظت سوسپانسیون بر وزن نشست و دانسیته جریان عبوری ٦۵

٤-٤ تغییرات جریان الکتریکی عبوری از محیط استن خالص ٦۸

٤-٥ اثر زمان لایه نشانی بر وزن نشست ٦٩

٤-٦ تغییرات دانسیته جریان گذرنده از سوسپانسیون بر حسب زمان ٧٠

٤-٧ تغییرات متوسط جریان عبوری نسبت به زمان در آزمایشهای مختلف ٧١

٤-٨ وابستگی وزن نشست و دانسیته جریان عبوری به زمان ٧٢

٤-٩ الگوی پراش پرتو ایکس از نمونه ٩٩٠٦٠ ..... ٧٥

٤-١٠ الگوی پراش پرتو ایکس از نمونه ١٠٧٠٦٠ ..... ٧٥

٤-١١ الگوی پراش پرتو ایکس از نمونه ١١٤٠٦٠ ..... ٧٦

٤-١٢ الگوی پراش اشعه ایکس از نمونه ١١٨٠٦٠ ..... ٧٦

٤-١٣ تغییرات نسبت فازهای HAP و β- TCP با دما و زمان سینتر ٧٧

٤-١٤ تصویر SEM از رفتار نشست هیدروکسی آپاتیت ٨٠

٤-١٥ تصویر SEM از رفتار نشست هیدروکسی آپاتیت ٨١

٤-١٦ تصویر SEM از رفتار نشست هیدروکسی آپاتیت ٨١

٤-١٧ تصویر SEM از رفتار نشست هیدروکسی آپاتیت ٨٢

٤-١٨ تصویر SEM از رفتار نشست هیدروکسی آپاتیت ٨٣

٤-١٩ تصویر SEM از رفتار نشست هیدروکسی آپاتیت ٨٥

٤-٢٠ تصویر SEM از رفتار نشست هیدروکسی آپاتیت ٨٥

٤-٢١ تصویر SEM از لایه هیدروکسی آپاتیت سینتر شده ٨٦

٤-٢٢ تصویر SEM از لایه هیدروکسی آپاتیت سینتر شده ٨٧

٤-٢٣ تصویر SEM از لایه هیدروکسی آپاتیت سینتر شده ٨٧

فهرست رابطه ها صفحه

رابطه ۲-۱ ..... ۷

رابطه ۲-۲ ..... ۱۸

رابطه ۲-۳ ..... ۱۹

رابطه ۲-٤ ..... ۱۹

رابطه ۲-٥ ..... ۱۹

رابطه ۲-٦ ..... ۲۰

رابطه ۲-۷ ..... ۲۰

رابطه ۲-۸ ..... ۲۰

رابطه ۲-۹ ..... ۲۰

رابطه ۲-۱۰ ..... ۲۰

رابطه ۲-۱۱ ..... ۲۰

٤-٢٤ تصویر SEM از لایه هیدروکسی آپاتیت سینتر شده ٨٨

٤-٢٥ تصویر SEM از لایه هیدروکسی آپاتیت سینتر شده ٨٨

٤-٢٦ تصویر SEM از لایه هیدروکسی آپاتیت سینتر شده ٨٩

٤-٢٧ تصویر SEM از لایه هیدروکسی آپاتیت سینتر شده ٩٠

٤-٢٨ تغییرات شیمیایی سطح ایمپلانت تیتانیومی بر اثر عملیات سطحی ٩٣

فهرست جداول

۲-۱ مقایسه خواص مکانیکی HAp, β-TCP با مبنای دندان ۸

۳-۱ دانسیته و سطح ویژه پودر هیدروکسی آپاتیت ٤٤

٤-۱ مقایسه رفتار نشست بر روی الکترودهای مختلف (در محیط استن خالص)..... ٦۲

٤-۲ مقایسه رفتار نشست بر روی الکترودهای مختلف (در محیط استن صنعتی)..... ٦۲

٤-۳ تغییرات هدایت الکتریکی در اثر افزودن آب به عنوان ناخالصی..... ٦۷

٤-٤ مقادیر عدد میکروسختی به ازای نیروی ۵۰ گرم، برای نمونه‌های سینتر شده..... ۹۱

٤-۵ مقادیر عدد میکروسختی به ازای نیروی ۱۰۰ گرم، برای نمونه‌های فولاد و آلیاژ تیتانیوم.... ۹۲

٤-٦ مقدار مقاومت در برابر سایش پوشش HAp ۹٤

چکیده

از لایه‌نشانی الکتروفورتیکی به عنوان یک روش کم هزینه، به منظور تهیه ایمپلانتهای فلزی دارای پوشش هیدروکسی‌آپاتیت استفاده شد. با توجه به نتایج آزمایشات مشخص شد که لایه نشانی پودر HAp بر روی کاتد انجام می‌شود.

اثر پارامترهای مختلف نظیر ولتاژ اعمالی، زمان لایه‌نشانی و غلظت سوسپانسیون بر روی وزن نشست و جریان الکتریکی مورد بررسی قرار گرفت. مطابق نتایج، وزن نشست با این متغیرها به‌صورت خطی تغییر می‌کند. همچنین جریان الکتریکی به‌طور خطی در اثر افزایش ولتاژ افزایش می‌یابد اما در غلظتهای مختلف سوسپانسیون تقریباً ثابت می‌ماند. در اثر استفاده از فلزات با جنس مختلف به عنوان پایه، تفاوتی در رفتار نشست پودر HAp مشاهده نشد.

عملیات حرارتی بوسیله یک کوره الکتریکی تیوبی در اتمسفر گاز آرگـون با حداکثر دمای حدود ۱۲۰۰°C انجام شد. با استفاده از روشهایی نظیر XRD و SEM تحولات فازی نمونه‌های سینتر شده و همچنین ریز ساختار و مورفولوژی لایه‌های خام و سینتر شده مورد مطالعه قرار گرفت.

سختی و چسبندگی پوششهای به‌دست آمده از طریق آزمایشات ریزسختی سنجی و مقاومت در برابر سایش اندازه‌گیری شد. با در نظر گرفتن چسبندگی لایه‌ها و فازهای موجود در لایه، محدوده بهینه برای دما و زمان سینتر پیشنهاد گردید.

۱- مقدمه

تحقیقات بسیار در سالهای اخیر اهمیت فنآوری پوششها در سرامیک را روشن کرده‌اند. به دلیل امکان ترکیب خواص مواد مختلف به‌وسیله پوشش دادن و امکان کنترل خواص سطحی مواد به‌ویژه در کاربردهای مهندسی، قسمت وسیعی از تحقیقات و سرمایه گذاریهای جهانی در حوزه پوششها و به‌خصوص پوششهای سرامیکی انجام می‌گیرد.

پوششهای سرامیکی به دلیل خواص ویژه خود نظیر مقاومت خوب در برابر خوردگی و سایش و همچنین خواصی نظیر دیرگدازی، هدایت حرارتی، نارسانایی الکتریکی و شاید ابررسانایی، خواص مغناطیسی، زی‌سازگاری و عدم تمایل شدید به واکنش شیمیایی، افقهای جدیدی را در طراحی و ساخت مواد پیشرفته در فنآوریهای نظامی، هوافضا، الکترونیک و فنآوری زیستی بر روی تولید کنندگان گشوده‌اند. بازار جهانی پوششها در سال ۱۹۹۵ بالغ بر ۳ میلیارد دلار گزارش شده است که سهم عمده آن مربوط به کشور آمریکا می‌باشد.

امروزه پوششهای سرامیکی به جزء لاینفک صنایع تولیدی تبدیل شده‌اند. با استفاده از آنها می‌توان خواص سطحی بسیاری از مواد را به منظور بکارگیری آنها در کاربردهای ویژه کنترل کرد.موضوع مهندسی سطح در واقع کلید یافتن راه حلهای موثر و اقتصادی برای بسیاری از مسائل موجود در کاربرد مواد می‌باشد.

یکی از موارد کاربرد مهم پوششهای سرامیکی که در دهه اخیر گسترش قابل توجهی داشته است اعمال پوششهای بیوسرامیکی بر روی ایمپلانتها و قطعات مورد استفاده در مهندسی پزشکی می‌باشد.