

5th

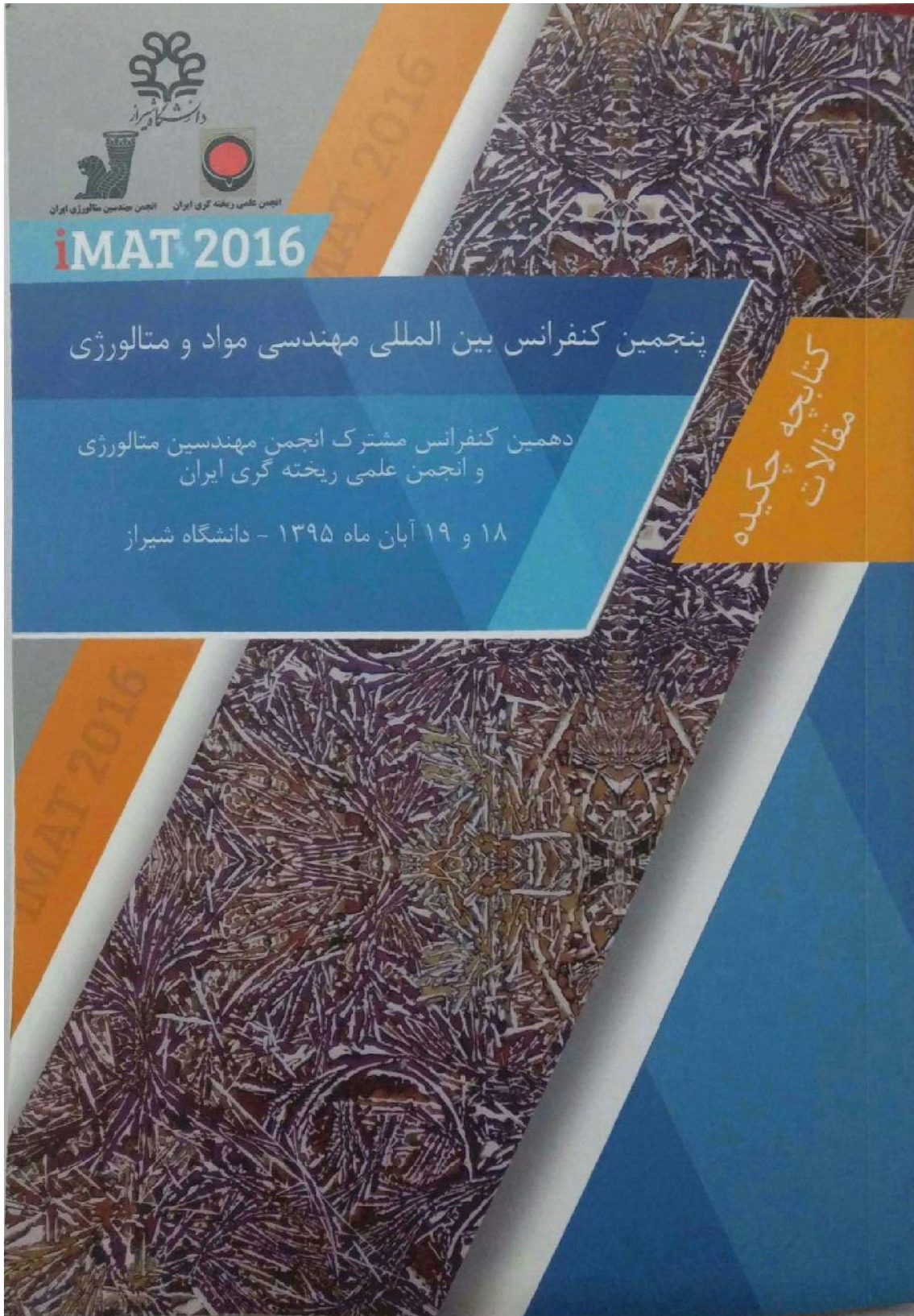
iMAT 2016



پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسين متالورژی ايران و انجمن علمی ریخته‌گری
INTERNATIONAL CONFERENCE ON MATERIALS ENGINEERING AND METALLURGY

8, 9 Nov. 2016 Shiraz University

۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵ - دانشگاه شیراز



5th

iMAT 2016



پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسیین متالورژی ایران و انجمن علمی ریخته‌گری

INTERNATIONAL CONFERENCE ON MATERIALS ENGINEERING AND METALLURGY

8, 9 Nov. 2016 Shiraz University

۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵ - دانشگاه شیراز



5th

iMAT 2016



پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسين متالورژی ايران و انجمن علمی ریخته‌گری

INTERNATIONAL CONFERENCE ON MATERIALS ENGINEERING AND METALLURGY

8, 9 Nov. 2016 Shiraz University

۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵ - دانشگاه شیراز



5th International Conference on Materials Engineering & Metallurgy
8 & 9 Nov. 2016 - Shiraz University

انجمن مهندسين متالورژی ايران
دانشگاه شیراز

پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسين متالورژی ايران و انجمن علمی ریخته‌گری

۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵
دانشگاه شیراز

کوباجی اراز مقال

ضمن تشکر و قدردانی از ارازان مقامات محترم
تأثیر نفع و سوخت و حال رقیب کننده بر مبادی حلالی ذرات بیدروکی آلیت تهیه شده روش
شتر استخراجی در محلول
و پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسين متالورژی ايران و انجمن علمی ریخته‌گری ایران -
امیر سعید غویان، علی سیرزاده، سحر لازاده میدشتی، عباس یوسفی، رائیه خوشحال
اعلامی کرد، موهبت روز افزون شماره شرف علم و فناوری از خداوند متعال خواستاریم.

دکتر ناصر ارازی
دبیر علمی کنفرانس

دکتر سعید تقی ساجی
رئیس کمیته باارزش سخنرانان

دکتر سعید تقی زاهد
رئیس کمیته باارزش سخنرانان



iMAT 2016



پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسی متالورژی و انجمن علمی ریخته‌گری ایران
۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵ - دانشگاه شیراز

استحکام مکانیکی و هدایت الکتریکی
همزمان افزایش می‌یابد.
واژه‌های کلیدی: آند، اکسید نیکل، استحکام
مکانیکی، هدایت الکتریکی

تأثیر نوع سوخت و عامل رقیق کننده بر
پایداری حرارتی ذرات هیدروکسی
آپاتیت تهیه شده به روش سنتز
احتراقی در محلول

امیرمسعود غرویان^۱، علی ببرزاده^۱، سحر
ملازاده بیدختی^۱، عباس یوسفی^۲، راضیه
خوشحال

۱- دانشگاه فردوسی مشهد-گروه مهندسی متالورژی
و مواد

۲- موسسه تحقیقاتی پیرطاووس

۳- دانشکده مهندسی مواد و مکانیک دانشگاه صنعتی
بیرجند

هیدروکسی آپاتیت یکی از مهم‌ترین مواد
سرامیکی مورد استفاده در مصارف پزشکی
می‌باشد. تولید نانو ذرات هیدروکسی آپاتیت
به روش سنتز احتراقی به دلیل سرعت زیاد
و هزینه کمتر نسبت به سایر روش‌ها، مورد
توجه قرار گرفته است. استفاده از این ذرات
نیازمند انجام فرایندهایی مانند زینتر
می‌باشد که سبب کاهش خواص مکانیکی به
دلیل پایداری حرارتی کم آن‌ها می‌شود.
مولایت یکی از موادی است که می‌تواند با
جلوگیری از رشد دانه ذرات هیدروکسی
آپاتیت، سبب افزایش پایداری حرارتی شود.
در این پژوهش سنتز پیش ماده مولایت به
روش سل-ژل صورت گرفت و در حین
فرایند سنتز احتراقی نانو پودر هیدروکسی
آپاتیت، در نسبت‌های مختلف به محلول
اضافه شد و تأثیر آن‌ها بر مورفولوژی و
پایداری حرارتی بررسی گردید. برای این
منظور از تتر اورتو سیلیکات و آلومینوم

بررسی و مقایسه تأثیر ذرات اکسید
نیکل نانومتری و میکرونی بر خواص
مکانیکی و الکتریکی لایه آند مورد
استفاده در پیل سوختی اکسید جامد

سارا پایدار، محمد حسین شریعت، سیروس
جوادیپور
دانشکده مهندسی، بخش مواد، دانشگاه شیراز

در این پژوهش برای بررسی اثر اندازه ذرات
پودرهای اکسید نیکل بر خواص آند،
کامپوزیت‌های آندی با درصد‌های وزنی
مختلفی از اکسید نیکل با اندازه نانومتری و
میکرونی و درصد وزنی یکسان از تخلخل‌زا
(گرافیت) تولید شدند. در این راستا تنها
تفاوت موجود بین کامپوزیت‌های آندی اندازه
ذرات اکسیدهای نیکل مورد استفاده می-
باشد جهت آماده سازی ترکیب آند،
پودرهای NiO و YSZ و گرافیت با
درصد‌های وزنی به ترتیب ۲۶/۸، ۴۰/۲ و ۳۳
به مدت ۴ ساعت توسط دستگاه آسیاب
سایشی با یکدیگر مخلوط شدند. درصد وزنی
اکسید نیکل با تغییرات کاهشی ۲۵ درصدی
از ۱۰۰ درصد اکسید نیکل با اندازه ذرات
میکرونی به ۱۰۰ درصد اکسید نیکل با اندازه
ذرات نانویی تغییر داده شد. بعد از فرآیند
خشک‌سازی پودرها، نمونه‌ها به روش پرس
خشک شکل‌دهی و در دمای ۱۴۵۰°C و
زمان ۲ ساعت سینتر شدند. استحکام
مکانیکی با استفاده از روش حلقه روی حلقه
و تکرارپذیری داده‌ها با تعیین مدول ویبال و
در نهایت هدایت الکتریکی کامپوزیت‌های
آندی بعد از احیا به روش تست چهارپروبی
در دمای محیط تعیین شد. نتایج استحکام
مکانیکی و هدایت الکتریکی آندهای
متخلخل نشان داد که با افزایش درصد
اکسید نیکل با اندازه ذرات نانومتری،



تأثیر نوع سوخت و عامل رقیق کننده بر پایداری حرارتی ذرات هیدروکسی آپاتیت تهیه شده به روش سنتز احتراقی در محلول

ارائه دهنده: امیرمسعود غروی‌ان^۱

امیرمسعود غروی‌ان^۱، علی ببرزاده^۲، سحر ملازاده بیدختی^۳، عباس یوسفی^۴،
راضیه خوشحال^۵

دانشگاه فردوسی مشهد-گروه مهندسی متالورژی و مواد

E-mail: Amirmasoud.gharavian@gmail.com

چکیده

هیدروکسی آپاتیت یکی از مهم‌ترین مواد سرامیکی مورد استفاده در مصارف پزشکی می‌باشد. تولید نانو ذرات هیدروکسی آپاتیت به روش سنتز احتراقی به دلیل سرعت زیاد و هزینه کمتر نسبت به سایر روش‌ها، مورد توجه قرار گرفته است. استفاده از این ذرات نیازمند انجام فرایندهایی مانند زینتر می‌باشد که سبب کاهش خواص مکانیکی به دلیل پایداری حرارتی کم آن‌ها می‌شود. مولایت یکی از موادی است که می‌تواند با جلوگیری از رشد دانه ذرات هیدروکسی آپاتیت، سبب افزایش پایداری حرارتی شود. در این پژوهش سنتز پیش ماده مولایت به روش سل-ژل صورت گرفت و در حین فرایند سنتز احتراقی نانو پودر هیدروکسی آپاتیت، در نسبت‌های مختلف به محلول اضافه شد و تأثیر آن‌ها بر مورفولوژی و پایداری حرارتی بررسی گردید. برای این منظور از تترا اورتو سیلیکات و آلومینیوم نیترات ۹ آب به برای تهیه مولایت و از کلسیم نیترات و آمونیوم هیدروژن فسفات به عنوان مواد اولیه و سوخت‌های گلیسین و اسید سیتریک استفاده شد. سپس با عملیات حرارتی در دو دمای مختلف، تأثیر نسبت مولایت و نوع سوخت بر پایداری حرارتی ذرات هیدروکسی آپاتیت مورد بررسی قرار گرفت. نتایج حاصل از بررسی‌ها نشان داد که نسبت مولایت و نوع سوخت، سبب افزایش پایداری حرارتی پودرهای هیدروکسی آپاتیت می‌شود. بهترین نتایج از نظر پایداری حرارتی از سوخت گلیسین با نسبت ۱/۹ بدست آمد.

کلمات کلیدی: هیدروکسی آپاتیت^۱، مولایت^۲، سنتز درجا^۳، پایداری حرارتی

۱- دانشجو، گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران

Amirmasoud.gharavian@gmail.com

^۱ Hydroxyapatite

^۲ Mullite

^۳ In situ synthesis



- ۲- دانشجوی کارشناسی ، گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه فردوسی مشهد
- ۳- استادیار، گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران
- ۴-دکتر ، مدیریت موسسه تحقیقاتی پر طاووس مشهد، ایران
- ۵- استادیار، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی مواد و مکانیک، دانشگاه صنعتی بیرجند

مقدمه

در سال‌های گذشته، پیشرفت‌های زیادی در زمینه تولید و استفاده بایوسرامیک‌ها با مصارف پزشکی صورت گرفته است. هیدروکسی آپاتیت با فرمول شیمیایی $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ به علت دارا بودن خواص قابل توجهی همچون زیست سازگاری عالی، تشکیل پیوند با استخوان و ایمپلنت های دندانی در بین بایوسرامیک‌ها توجهات زیادی را به خود جلب کرده است [۱-۳]. روش‌های مختلفی برای برای تولید هیدروکسی آپاتیت وجود دارد که می توان به رسوبگذاری شیمیایی-تر، واکنش‌های هیدروترمال، روش مکانوشیمیایی و سل ژل اشاره کرد. اگر چه این روش‌ها دارای مزیت‌هایی همچون کنترل دقیق اندازه ذرات ، دمای واکنش پایین و ... می‌باشند ولی دارای معایبی چون زمان بر بودن واکنش ، خلوص کم ، کنترل سخت pH تولید فازهای ثانویه می‌باشند [۴-۵]. روش دیگر برای تولید هیدروکسی آپاتیت سنتز احتراقی^۴ است که روشی تطبیق‌پذیر بوده و برای شروع واکنش نیازمند سوخت (اسید سیتریک ، اوره ، گلیسین و...) می‌باشد. در این روش پودرها با سرعت تهیه شده و تا هنگامی که دمای احتراق بالا باشد ، ناخالصی‌ها حذف شده و محصول نهایی نسبت به دیگر روش‌ها خالص‌تر خواهد بود . همچنین مواد اولیه ارزان و همگن بودن از دیگر مزیت‌های سنتز احتراقی محلول می‌باشد [۶-۷]. یکی از مهمترین مشکلات استفاده از هیدروکسی آپاتیت پایداری حرارتی و قابلیت زینتر کردن آن می‌باشد در نتیجه هیدروکسی آپاتیت به تنهایی نمی‌تواند برای ایمپلنت‌های ارتوپدی یا دندانی مورد استفاده قرار گیرد [۸-۱۰]. لذا بیوکامپوزیت‌های دارای هیدروکسی آپاتیت و فازهای تقویت کننده ثانویه متفاوت جهت بهبود خواص فیزیکی و زیست-

^۴ solution combustion



سازگاری هیدروکسی آپاتیت مورد بررسی قرار گرفته اند [۱۱]-
 [۱۲]. برای فاز دوم بیوسرامیک‌هایی همچون اکسید آلومینیوم ،
 دی‌اکسید سیلیسیوم ، دی‌اکسید زیرکونیوم ، دی‌اکسید
 تیتانیوم و بیوشیشه‌ها می‌توانند مورد استفاده قرار گیرند
 [۱۳]. دی‌اکسید سیلیسیوم اتصال و رشد سلول‌های استخوانی را
 بهبود می‌بخشد. با استفاده از دی‌اکسید آلومینیوم ، خواص
 مکانیکی بدون تاثیر منفی بر زیست سازگاری بهبود خواهد
 یافت [۱۴]. مولایت یکی از اصلی‌ترین گزینه‌ها به عنوان
 تقویت‌کننده برای هیدروکسی آپاتیت می‌باشد [۱۵].
 بر اساس آنچه بیان گردید هدف از این پژوهش سنتز نانو
 کامپوزیت هیدروکسی آپاتیت - آلومینو سیلیکات به روش
 احتراقی در محلول و بررسی تاثیر نسبت‌های مختلف پیش ماده
 آلومینوسیلیکات بر مورفولوژی و پایداری حرارتی نانوذرات
 آپاتیت است.

مواد و روش تحقیق

در این تحقیق، از تترا اتیل اورتو سیلیکات^۱ و آمونیوم
 نیترات آبدار^۲ به عنوان مواد اولیه برای سنتز آلومینو-
 سیلیکات استفاده شده است. در آغاز، مقادیر مناسبی از
 مخلوط آب و اسید نیتریک به مخلوط TEOS و اتانول اضافه
 شد. همچنین محلولی حاوی اسید نیتریک و آلومینیوم نیترات
 و ۱۰ سی سی اتانول تهیه گردید. سپس محلول‌های حاصل به
 مدت ۲۴ ساعت در ظروف سر بسته به ترتیب در دمای اتاق و
 ۸۰°C هم زده شدند. پس از آن، با افزودن آمونیاک میزان پی
 هاش محلول حاوی TEOS به ۱۰ افزایش یافت و در دمای ۶۰°C
 هم زده شد. در همین حین، محلول حاوی آلومینیوم نیترات
 بصورت قطره قطره اضافه شد و محلول در همان دما به مدت ۲
 ساعت هم خورد و سپس به مدت ۲۴ ساعت در دمای ۶۰°C در خشک-
 کن قرار گرفت. در ادامه آمونیاک اضافه شد و پس از قرار
 گرفتن در خشک کن به مدت ۲ ساعت، ظرف بصورت سرباز به مدت
 ۷۲ ساعت در دمای اتاق قرار گرفت.

^۱ (SiC₄H₁₀O₄)

^۲ (Al(NO₃)₃.H₂O)



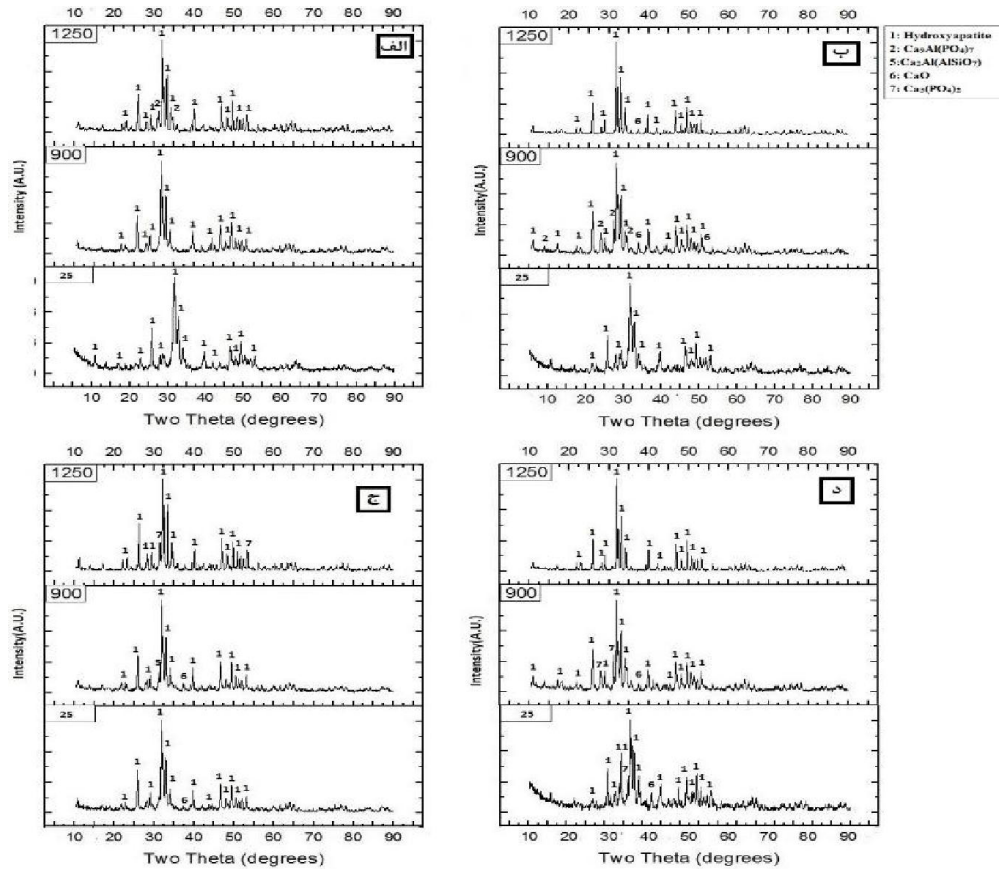
به منظور سنتر کامپوزیت هیدروکسی آپاتیت-آلومینا سیلیکات، کلسیم نیترات و آمونیوم هیدروژن فسفات به عنوان مواد اولیه استفاده شده‌اند. در ابتدا مقادیر مناسب از کلسیم نیترات و آمونیوم هیدروژن فسفات بصورت جداگانه در آب حل شدند و پی هاش محلول کلسیم نیترات با افزودن آمونیاک به ۱۲ افزایش پیدا کرد. در قدم بعد، با مخلوط کردن دو محلول، محلولی غلیظ و سفید رنگ حاصل شد که در دمای ۶۰ درجه سانتیگراد هم‌زده شد. پس از افزودن سوخت های گلیسین و اسید سیتریک به صورت جداگانه، محلول در دمای ۹۰ درجه سانتیگراد هم‌زده شد و هنگامی که محلول ویسکوز شد، مقادیر مشخصی از پیش ماده آلومینا سیلیکات به گونه ای به نمونه ها اضافه گردید که نمونه هایی با دو نسبت مختلف ۷:۳ و ۹:۱ آلومینوسیلیکات - هیدروکسی آپاتیت ایجاد شود. در مرحله پایانی، محلول درون ظرف در دمای ۳۶۰ درجه سانتیگراد قرار گرفت، همچنین از یک ترموکوپل به منظور ثبت تغییرات دما استفاده شد. نمونه های تهیه شده با برنامه عملیات حرارتی مشخص در دماهای ۹۰۰ و ۱۲۵۰ درجه سانتی گراد عملیات حرارتی شدند. به منظور شناسایی فازهای تشکیل شده و درجه کریستالینیتی از دستگاه پراش اشعه ایکس استفاده شد و مورفولوژی فازهای متبلور شده به وسیله SEM بررسی شد.

نتایج و بحث

نتایج تست‌های XRD نمونه‌ها که در دماهای مختلف سنتز شده‌اند در نمودارهای زیر نمایش داده شده است. نمودار نمونه‌هایی که با سوخت اسید سیتریک و نسبت ۷:۳ تحت عملیات حرارتی قرار گرفته‌اند در شکل ۱ الف) نشان داده شده است. در ۹۰۰°C پیکها به دلیل افزایش بلورینگی ظریف تر شده‌اند و شدت آنها افزایش پیدا کرده‌اند. با انجام عملیات حرارتی در ۱۲۵۰°C علاوه بر حضور فاز هیدروکسی آپاتیت که درصد زیادی از نمونه را تشکیل می‌دهد، فاز Ca_۹Al(PO_۴)_۷ مشاهده شد. این پیکهای اضافه ناشی از تجزیه هیدروکسی آپاتیت و واکنش آن با Al_۲O_۳



متبلور شده می‌باشد. همچنین در این دما پیک‌ها ظریفتر و تیزتر شده‌اند.



شکل ۱. الگوی پراش XRD برای (الف) سوخت اسید سیتریک و نسبت ۷:۳ (ب) سوخت اسید سیتریک و نسبت ۹:۱ (ج) سوخت گلاسیسین و نسبت ۷:۳ (د) سوخت گلاسیسین و نسبت ۹:۱

با تغییر نسبت به ۹:۱ (شکل ۱ ب)، پیک مربوط به CaO در هر دو دمای مختلف عملیات حرارتی مشاهده شد. زیرا با کاهش میزان $Al_2O_3 \cdot SiO_2$ و در نتیجه کاهش میزان Al_2O_3 موجود در نمونه و همچنین مناسب نبودن شرایط برای تبلور آلومینا، فازهای CaO و $Ca_9Al(PO_4)_7$ به دلیل تجزیه جزئی هیدروکسی آپاتیت در $900^\circ C$ تشکیل شده‌اند. در دمای عملیات حرارتی $1250^\circ C$ ، نمودار شامل پیک‌های هیدروکسی آپاتیت و یک پیک با شدت کمتر از CaO می‌باشد زیرا در این دما شرایط برای تبلور آلومینا و واکنش آن با CaO فراهم می‌شود و میزان



فاز CaO کاهش می‌یابد. در نتیجه با افزایش میزان نسبت $\text{Al}_2\text{O}_3.\text{SiO}_2$ نمونه‌های خالص تری از هیدروکسی آپاتیت در 900°C مشاهده شد.

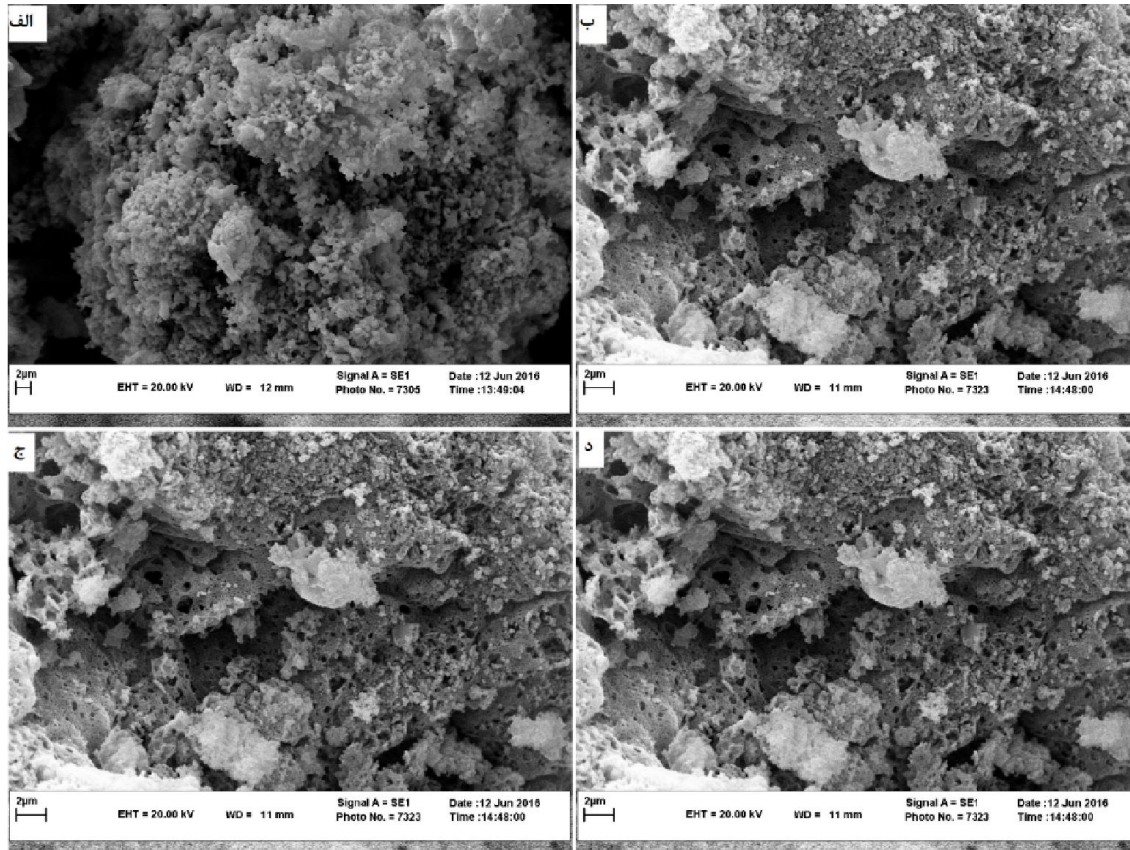
نمودار نمونه‌هایی که با سوخت گلايسين و نسبت ۷:۳ تحت عملیات حرارتی قرار گرفته‌اند در شکل ۱ ج) نشان داده شده است. در 900°C ، علاوه بر فاز ناخالصی CaO ، فاز جدید $\text{Ca}_2\text{Al}(\text{AlSiO}_4)$ ناشی از تبلور $\text{Al}_2\text{O}_3.\text{SiO}_2$ و تجزیه هیدروکسی آپاتیت می‌باشد. در سیکل عملیات حرارتی با دمای 1250°C پیکهای مربوط به فاز هیدروکسی آپاتیت به دلیل افزایش بلورینگی ناشی از افزایش دما، ظریف‌تر و شدت آنها بیشتر شده است. فاز $\text{Ca}_2(\text{PO}_4)_2$ نیز در اثر تجزیه جزئی هیدروکسی آپاتیت قابل مشاهده است.

در نمودارهای شکل ۱ د) که نسبت به ۹:۱ تغییر یافته است، حضور پیکهای مربوط به فازهای CaO و $\text{Ca}_2(\text{PO}_4)_2$ ناشی از فرایند تجزیه در کنار پیکهای ظریف‌تر فاز هیدروکسی آپاتیت قابل مشاهده می‌باشد. با افزایش دمای عملیات حرارتی به 1250°C ، تنها پیکهای هیدروکسی آپاتیت خالص قابل مشاهده می‌باشد.

بررسی تصاویر SEM در شکل ۲ نشان می‌دهد که با انجام عملیات حرارتی بر روی نمونه‌ها، افزایش میزان تخلخل ناشی از سوختن سوخت‌های باقیمانده و آزاد شدن گاز به خوبی مشاهده می‌شود. در سیستم اسید سیتریک و دمای 900°C با سوختن کامل اسید سیتریک موجود در نمونه، فرایند تجزیه سوخت کامل شده است و میزان تخلخل افزایش یافته و ساختاری کاملاً متخلخل مشاهده می‌شود. پس از آن بدلیل شروع فرایند ذوب در دمای 1250°C ، درصد تخلخل کاهش یافته زیرا در این دما ذرات نرم شده و به یکدیگر متصل شده‌اند. با تغییر نسبت به ۹:۱ همانطور که قبلاً ذکر شد مولهای گازی بیشتری در اثر تجزیه سوخت آزاد می‌شود که افزایش درصد تخلخل را در پی دارد. در این نسبت نیز با افزایش دمای عملیات حرارتی، افزایش میزان تخلخل مشاهده می‌شود ولی در دمای



۱۲۵۰°C ذرات رشد می‌کنند و به یکدیگر می‌پیوندند که سبب کاهش درصد تخلخل می‌شود.

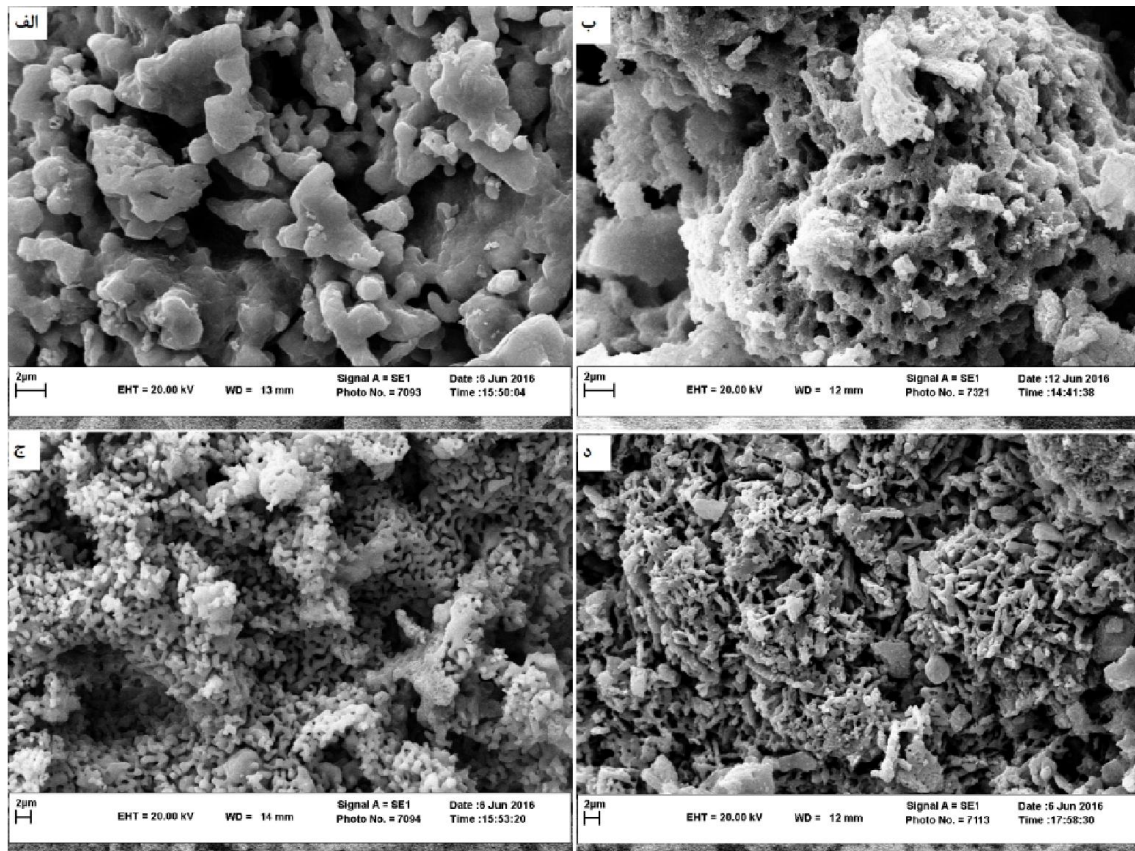


شکل ۲. تصاویر SEM برای نمونه های با سوخت اسید سیتریک (الف) نسبت ۷:۳ دمای ۱۲۵۰ (ب) نسبت ۷:۳ دمای ۹۰۰ (ج) نسبت ۹:۱ دمای ۱۲۵۰ (د) نسبت ۹:۱ دمای ۹۰۰

با توجه به تصاویر در شکل ۳ بطور کلی در نمونه‌هایی که با سوخت گلیسین سنتز شده‌اند کاهش درصد تخلخل در آنها قابل مشاهده می‌باشد. زیرا ذرات هیدروکسی آپاتیت در دمای پایین تری تشکیل شده‌اند که باعث می‌شود در حین عملیات حرارتی فرصت بیشتری برای رشد داشته باشند همچنین در اثر افزایش دمای عملیات حرارتی، رشد ذرات بخوبی قابل مشاهده می‌باشد. در ۹۰۰°C درصد تخلخل در ساختار کلوخه‌ای شکل به دلیل کامل شدن تجزیه سوخت باقیمانده افزایش یافته است. در دمای ۱۲۵۰°C ذرات در اثر نرم شدن و ذوب شدن به یکدیگر



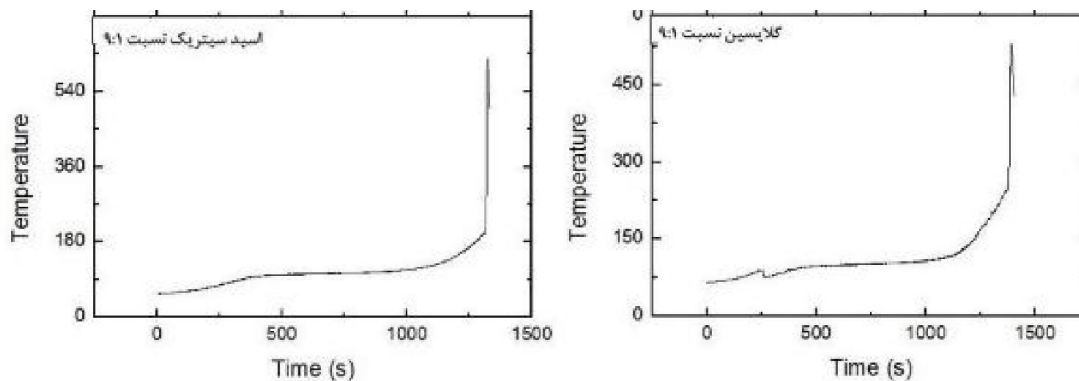
متصل شده‌اند و باعث کاهش تخلخل شده است. در نسبت ۹:۱ و 900°C ساختاری سوزنی شکل از هیدروکسی آپاتیت ناشی از تجزیه سوخت مشاهده می‌شود که در تمامی جهات رشد کرده‌اند. با افزایش دما به 1250°C ذرات نرم و بصورت جزیی ذوب شده‌اند ولی از طرفی ساختاری سوزنی شکل که بسیار ظریف هستند هم قابل مشاهده می‌باشد که ناشی از جوانه‌زنی و تشکیل کریستال‌های سوزنی در بعضی مناطق پس از ذوب شدن می‌باشد. مشاهده مورفولوژی سوزنی و کریستالیتی بیشتر در 900°C و 1250°C ناشی از کامل شدن فرایند تجزیه سوخت و سنتز می‌باشد. از طرفی در بعضی مناطق ساختار به کلی آمورف و ذرات ذوب شده‌اند.



شکل ۳. تصاویر SEM برای نمونه‌های با سوخت گلیسین (الف) نسبت ۷:۳ دمای 1250°C (ب) نسبت ۷:۳ دمای 900°C (ج) نسبت ۹:۱ دمای 1250°C (د) نسبت ۹:۱ دمای 900°C

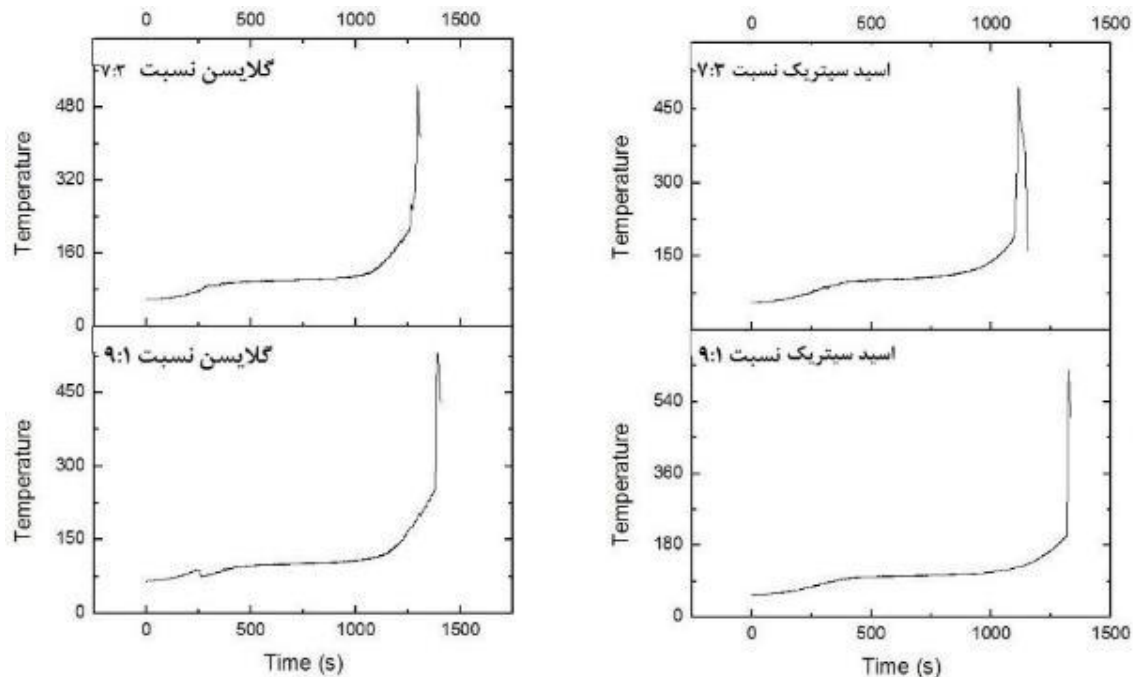


نمودارهای دما-زمان برای سیستم های، گلیسین و اسیدسیتریک در شکل ۴ نشان داده شده است. در ابتدا، دما به دلیل تبخیر حلال به آرامی افزایش پیدا می کند. در یک دمای مشخص برای هر سیستم (دمای شروع واکنش)، دمایی که در آن گرمای تولید شده توسط واکنش از گرمای اتلاف شده به محیط بیشتر می شود و ماده سیال ما توسط شعله ای تابان محترق می شود که این دما در نمودار به صورت یک پیک نمایان شده است. همانطور که از نمودارها مشاهده می شود این دما برای برای گلیسین حدود ۵۴۰ درجه و برای اسید سیتریک حدود ۶۲۰ درجه می باشد. این دماها قابل انتظار می باشند زیرا گرمای واکنش (ΔH_c) برای گلیسین (۹۷۵-) و برای استیک اسید (-۱۹۶۰) می باشد. و هر چه گرمای واکنش بیشتر باشد، گرمای بیشتری در حین احتراق تولید شده و در نمودار دما زمان پیک بالاتری را نشان می دهد.



شکل ۴. نمودارهای دما زمان برای سوخت های اوره و گلیسین در نسبت ۹:۱

همچنین در شکل ۵ نمودارهای دما-زمان برای نسبت ۷ به ۳ و نسبت ۹ به ۱ هیدروکسی آپاتیت به مولایت نشان داده شده است.



شکل ۵. مقایسه نمودارهای دما-زمان برای سوخت های گلیسین و استیک اسید

با مقایسه نمودارهای مربوط به نسبت ۹ به ۱ و نسبت ۷ به ۳ برای سوخت های گلیسین و استیک اسید مشاهده می شود که پیک مربوط به دمای شروع واکنش در نسبت ۷ به ۳ در زمان های کمتری نسبت به نسبت ۹ به ۱ برای هر دو سوخت ایجاد می شود که دلیل این پدیده را می توان به افزایش مقدار مولایت نسبت داد. همچنین دمای شروع واکنش برای گلیسین با افزایش مقدار مولایت تفاوت چندانی نداشته ولی برای استیک اسید دما حدود ۱۰۰ درجه کاهش یافته است.

نتیجه گیری

در این پژوهش تولید کامپوزیت با استفاده از سنتز احتراقی ذرات هیدروکسی آپاتیت و پیش ماده مولایت با نسبت های مختلف و دو نوع سوخت به منظور بررسی پایداری حرارتی صورت گرفت. با انجام عملیات حرارتی در دو دمای مختلف، مشاهده شد که افزایش نسبت مولایت سبب افزایش پایداری حرارتی و خلوص ذرات هیدروکسی آپاتیت و همچنین کاهش روند تجزیه آنها و زمان انجام فرایند سنتز می شود. از طرفی کاهش این نسبت باعث افزایش تخلخل ذرات می شود.

5th

iMAT 2016



پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسين متالورژی ايران و انجمن علمی ریخته‌گری

INTERNATIONAL CONFERENCE ON MATERIALS ENGINEERING AND METALLURGY

8, 9 Nov. 2016 Shiraz University

۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵ - دانشگاه شیراز



بررسی نوع سوخت بر مورفولوژی ذرات نیز نشان دهنده بیشتر بودن میزان تخلخل در سیستم اسید سیتریک می‌باشد.

مراجع

- ۱-Samir Kumar Ghosha and Sujit Kumar Royb,:"Synthesis of nano-sized hydroxyapatite powders through solution combustion route under different reaction conditions", Materials Science and Engineering B ۱۷۶ (۲۰۱۱) ۱۴-۲۱
- ۲-Samir K. Ghosh, Asit Prakash,:" Effect of fuel characteristics on synthesis of calcium hydroxyapatite by solution combustion route", Bulletin of Materials Science (۲۰۱۰) ۳۳: ۷
- ۳-Dhanaraj Gopi, Louis Kavitha,:" Chapter ۱۵ - Chemical and green routes for the synthesis of multifunctional pure and substituted nanohydroxyapatite for biomedical applications", Engineering of Nanobiomaterials, ۲۰۱۶, Pages ۴۸۵-۵۲۱
- ۴-Zhen-Lin Luo, Bin Geng,:" Parallel Solution Combustion Synthesis for Combinatorial Materials Studies", J. Comb. Chem. ۲۰۰۵, ۷, ۹۴۲-۹۴۶
- ۵-M. Kavitha, R. Subramanian,:" Optimization of process parameters for solution combustion synthesis of Strontium substituted Hydroxyapatite nanocrystals using Design of Experiments approach", Powder Technology, Volume ۲۷۱, February ۲۰۱۵, Pages ۱۶۷-۱۸۱
- ۶-Junjie Zhao, Xiaochen Dong,:" Solution combustion method for synthesis of nanostructured hydroxyapatite, fluorapatite and chlorapatite", Applied Surface Science, Volume ۳۱۴, ۳۰ September ۲۰۱۴, Pages ۱۰۲۶-۱۰۳۳
- ۷-M. Kavitha, R. Subramanian,:" Solution combustion synthesis and characterization of strontium substituted hydroxyapatite nanocrystals", Powder Technology ۲۵۳ (۲۰۱۴) ۱۲۹-۱۳۷
- ۸-Shekhar Nath, z Krishanu Biswas,:" Sintering, Phase Stability, and Properties of Calcium Phosphate-Mullite Composites", J. Am. Ceram. Soc., ۹۳ [۶] ۱۶۳۹-۱۶۴۹ (۲۰۱۰)
- ۹-Ashutosh Kumar Dubey, Geet Sitesh,:" Spark plasma sintering to restrict sintering reactions and enhance properties of hydroxyapatite-mullite biocomposites", Ceramics International ۳۷ (۲۰۱۱) ۲۷۵۵-۲۷۶۱
- ۱۰-S. Khorsand, M.H. Fathi,:" Hydroxyapatite/alumina nanocrystalline composite powders synthesized by sol-gel process for biomedical applications", International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, Volume ۲۱, Number ۱۰, October ۲۰۱۴, Page ۱۰۳۳
- ۱۱-Shekhar Nath, A. Dey,:" Nanoindentation response of novel hydroxyapatite-mullite composites", Materials Science and Engineering A ۵۱۳-۵۱۴ (۲۰۰۹) ۱۹۷-۲۰۱

5th

iMAT 2016



پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسين متالورژی ايران و انجمن علمی ریخته‌گری

INTERNATIONAL CONFERENCE ON MATERIALS ENGINEERING AND METALLURGY

8, 9 Nov. 2016 Shiraz University

۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵ - دانشگاه شیراز



۱۲-T. Ebadzadeh , A. Behnamghader,:" Preparation of porous hydroxyapatite ceramics containing mullite by reaction sintering of clay, alumina and hydroxyapatite", *Ceramics International* ۳۷ (۲۰۱۱) ۲۸۸۷-۲۸۸۹

۱۳-R. Ramachandra Rao, T.S. Kannan,:" Synthesis and sintering of hydroxyapatite-zirconia composites", *Materials Science and Engineering C* ۲۰ (۲۰۰۲) ۱۸۷-۱۹۳

۱۴-Horng Yih Juang, Min Hsiung Hon,:" Fabrication and mechanical properties of hydroxyapatite-alumina composites", *Materials Science and Engineering C* ۲ (۱۹۹۴) ۷۷-۸۱

۱۵-Mohammad Atif Faiz Afzal a, Pallavi Kesarwani,:" Functionally graded hydroxyapatite-alumina-zirconia biocomposite: Synergy of toughness and biocompatibility", *Materials Science and Engineering C* ۳۲ (۲۰۱۲) ۱۱۶۴-۱۱۷۳

۱۶-Shekhar Nath, Krishanu Biswas and Bikramjit Basu,:" Phase stability and microstructure development in hydroxyapatite-mullite system", *Scripta Materialia* ۵۸ (۲۰۰۸) ۱۰۵۴-۱۰۵۷

۱۷-Congyi Zhanga, XihuaZhang,:" Nano-alumina/hydroxyapatite composite powders prepared by in-situ chemical precipitation", *Ceramics International* ۴۲(۲۰۱۶)۲۷۹-۲۸۵

The effect of different fuels and thinner agent on thermal stability of hydroxyapatite particles synthesized by solution combustion method

Amirmasoud gharavian*, Ali babrzade , Sahar Mollazade Beidokhti , Abas Yusefi , Razie Khoshhal

* *Department of Metallurgy and Materials Science, Ferdowsi University of mashhad, Khorasan razavi, Iran.*
Amirmasoud.gharavian@gmail.com

Abstract

Hydroxyapatite is one of the most important ceramic materials for medical applications. The production of calcium phosphate by solution combustion synthesis has gotten the most attention among the other methods due to its lower cost and fast processing. Using these powders requires some further processing like sintering which cause decreasing in mechanical properties due to their poor thermal stability. Mullite is one of the compositions which can enhance the thermal stability by inhibiting Hydroxyapatite particles growth. In this study, Mullite precursor was synthesized by sol-gel method and added to the solution with different ratios during the process of Calcium Phosphate powder solution combustion synthesis and their effects on morphology and thermal stability were investigated. For this purpose, tetraethyl Orthosilicate and aluminum nitrate nonohydrate for Mullite production and Calcium Nitrate Tetrahydrate and Ammonium dihydrogen phosphate as starting materials and also glycine and acid citric as fuels were used. In order to investigate the effects of mullite ratios and fuel factor on thermal stability of hydroxyapatite particles, two different Heat treatments were operated at different

5th

iMAT 2016



پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسیین متالورژی ایران و انجمن علمی ریخته‌گری

INTERNATIONAL CONFERENCE ON MATERIALS ENGINEERING AND METALLURGY

8, 9 Nov. 2016 Shiraz University

۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵ - دانشگاه شیراز



temperatures. The results revealed that mullite ratios and fuel factor increase thermal stability of hydroxyapatite powders. The best results in terms of thermal stability were observed for glycine with ۹:۱ ratio.

Keywords: hydroxyapatite , mullite , In situ synthesis , thermal stability