

اثر متغیرهای دما و فشار در فرایند تفجوشی پلاسمایی جرقه ای بر چگالی نسبی، ریزساختار و خواص مکانیکی تیتانیوم خالص تجاری

پریا پلمه

دانشجوی دکتری، گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه تبریز، تبریز، ایران.
parya_palmeh@yahoo.com

علی رسولی*

دانشیار، گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه تبریز، تبریز، ایران، a.rasooli@tabrizu.ac.ir

چکیده

ساخت تیتانیوم خالص تجاری به دلیل ترکیب منحصر به فرد سبکی، استحکام بالا، و مقاومت عالی در برابر خوردگی، برای کاربردهای صنعتی و پزشکی اهمیت زیادی دارد. تولید تیتانیوم خالص با استفاده از روش تفجوشی قوس پلازما (SPS) به دلیل توانایی آن در ایجاد ترکیبی بهینه از خواص مکانیکی و ریزساختار، اهمیت ویژه ای دارد. هدف از پژوهش حاضر، ارزیابی اثرات متغیرهای دما و فشار فرایند تفجوشی قوس پلازما بر چگالی نسبی، ریزساختار و رفتار مکانیکی تیتانیوم خالص بود. بدین منظور، نمونه هایی از جنس تیتانیوم خالص تجاری به روش تفجوشی قوس پلازما در محدوده فشار 5-70MPa و دمای °C ۱۱۵۰ ساخته شدند. براساس نتایج، چگالی نسبی نقش اصلی در تعیین خواص مکانیکی داشت. در مجموع حداکثر چگالی نسبی، سختی، استحکام کششی و استحکام خمشی ۹۹/۶۷٪، ۲۹۳HV₃₀، ۷۶۲MPa و ۱۳۳۲ MPa به ترتیب برای تیتانیوم خالص تفجوشی شده در فشار 30MPa و دمای °C 1150 حاصل شد. یافته های این پژوهش نشان داد که دما و فشار در فرایند تفجوشی قوس پلازما نقشی حیاتی در تعیین عملکرد نهایی تیتانیوم خالص دارند؛ به طوریکه افزایش فشار و یا دمای تفجوشی بهبود چشم گیری در خواص مکانیکی ایجاد نمی کند.

واژه های کلیدی: تیتانیوم خالص تجاری، تفجوشی پلاسمایی جرقه ای، چگالی نسبی، ریزساختار، عملکرد مکانیکی.

Effect of temperature and pressure in the spark plasma sintering process on the relative density, microstructure, and mechanical properties of commercially pure titanium

P. Palmeh
A. Rasooli

Department of Materials Engineering, Faculty of Mechanical Engineering, University of Tabriz, Tabriz, Iran
Department of Materials Engineering, Faculty of Mechanical Engineering, University of Tabriz, Tabriz, Iran

Abstract

The fabrication of commercially pure (CP) titanium is important due to its low density, high strength, and excellent corrosion resistance, making it suitable for industrial and biomedical applications. Spark plasma sintering (SPS) offers an effective technique for producing CP-Ti with optimized microstructure and mechanical properties. This study investigates the influence of sintering temperature and pressure on the relative density, microstructure, tensile, and bending properties of CP-Ti. Samples were fabricated using SPS under pressures ranging from 5 to 70 MPa at temperatures between 1050 °C and 1250 °C. The results demonstrated that relative density has a dominant effect on mechanical performance. The sample sintered at 30 MPa and 1150 °C exhibited the highest values of relative density (99.67%), hardness (HV 30 293), tensile strength (762 MPa), and flexural strength (1332 MPa). However, increasing pressure or temperature beyond certain values did not significantly improve these properties. Overall, the study highlights the critical role of process parameters in tailoring the final properties of CP-Ti and indicates that optimal mechanical performance can be achieved without extreme sintering conditions.

Keywords: Commercially pure titanium, Spark plasma sintering, Relative density, Microstructure, Mechanical performance.

در سال های اخیر روش تفجوشی قوس پلازما (SPS)^۲ به عنوان یک فناوری پیشرفته در زمینه تفجوشی فلزات و تولید آلیاژها، به طور گسترده ای مورد توجه قرار گرفته است. در این فرایند تخلیه الکتریکی^۱ و تولید جرقه های پلازما^۴ با دمای بیش از ۱۰۰۰°C به وسیله پالس های جریان با آمپر بالا (۳۰۰-۱۰۰۰ آمپر) و ولتاژ کم در حد ۱۰ ولت انجام می شود [۳]. در کل فرایند تفجوشی قوس پلازما، در چهار مرحله اصلی انجام می شود. مرحله اول، برای حذف گازها و ایجاد خلأ صورت می گیرد. سپس فشار در مرحله دوم و به دنبال آن

۱- مقدمه

تیتانیوم و آلیاژهای آن به دلیل دارا بودن خواصی نظیر نسبت استحکام به چگالی بالا، مقاومت در برابر خوردگی عالی و زیست سازگاری^۵ مطلوب به عنوان یک ماده پرتقاضا برای صنایع مهم نظیر هوافضا، تولید نیرو و همچنین پزشکی مطرح هستند [۱]. با این حال، ساخت قطعات از این جنس به دلیل تمایل بالای این فلز به واکنش با اکسیژن پیچیده و گران قیمت است و نیازمند محیط های کنترل شده و فناوری های پیشرفته برای حفظ خلوص و خواص مکانیکی مطلوب آن است [۲].

^۱ spark plasma sintering

^۲ Electricity discharge

^۳ Plasma sparks

^۵ Biocompatibility

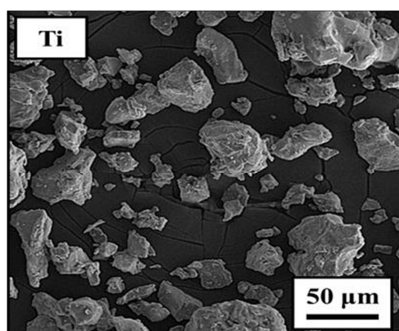
گرمایش مقاومتی^۱ در مرحله سوم و در نهایت در مرحله چهارم خنک سازی انجام می شود. یکی از مزایای برجسته این روش، افزایش سرعت فرآیند تفجوشی است که به کاهش زمان تولید و بهبود بهره وری کمک می کند. [۳۴]. در این فرآیند، پارامترهای مختلف فرایند از جمله زمان نگهداری، نرخ گرمایش، فشار، جریان و ولتاژ تأثیر قابل توجهی بر ریزساختار و خواص قطعه تولید شده دارند [۵]. در این راستا اریکسونو همکارانش [۶] به بررسی تاثیر تغییرات نرخ گرمایش و فشار فرایند تفجوشی قوس پلاسما در دمای ۹۵۰°C بر چگالی نمونه های تیتانیومی پرداخته است. آن ها نرخ گرمایش حین فرایند را از ۱ min^{-۱} به ۲۵°C به ۲۰۰ min^{-۱} و فشار را از ۱۰ MPa تا ۱۰۰ MPa تغییر دادند. نتایج این تحقیق نشان داد که افزایش نرخ گرمایش منجر به بهبود تراکم در دماهای پایین تر می شود. علاوه بر این، افزایش فشار در این فرایند منجر به دستیابی به نمونه با تراکم بالای ۹۹٪ شد. در مطالعه ای دیگر، زادرا و همکارانش [۷] به بررسی تاثیر دمای فرایند تفجوشی قوس پلاسما (۷۰۰-۱۱۵۰°C) بر چگالی، ریزساختار و خواص کششی قطعات تیتانیوم تجاری پرداختند. یافته های آن ها نشان داد که افزایش دمای فرایند به بیشتر از دمای انتقال فاز آلفا به بتا به دلیل ایجاد یک ریزساختار ناهمگن حاوی دانه های نامنظم و بزرگ منجر به کاهش شکل پذیری قطعه شد. در یک پژوهش دیگر، تاثیر دمای تفجوشی (۱۱۰۰-۱۰۵۰°C) و مدت زمان (۲۰-۱۵-۱۰ دقیقه) فرایند تفجوشی قوس پلاسما بر عملکرد نمونه های تیتانیوم تفجوشی شده با هدف کاربردهای پزشکی مورد بررسی قرار گرفت. نتایج این مطالعه نشان داد که با افزایش دما و زمان تفجوشی، تخلخل نمونه ها کاهش می یابد، بطوریکه در دمای ۱۱۰۰°C به مدت زمان ۱۰ دقیقه به چگالش تقریباً کامل دست یافته اند. این کاهش تخلخل در کاربردهای حیاتی مانند کاشتنی های پزشکی^۲ از اهمیت ویژه ای برخوردار است [۸]. در مطالعه ای دیگر دیگوله و همکارانش اثر دمای فرایند تفجوشی قوس پلاسما بر تغییرات ریزساختاری و خواص کششی قطعات تیتانیوم تولید شده بررسی کردند. یافته های این پژوهش نشان داد که با افزایش دما از ۸۰۰°C به ۱۴۰۰°C، چگالی نمونه ها به طور پیوسته افزایش می یابد. بطوریکه نمونه های تفجوشی شده در دمای بیش از ۱۰۰۰°C، چگالی بیشتر از ۹۹/۵٪ نشان دادند. با این حال، افزایش دما به بیش از ۱۲۰۰°C همراه با رشد دانه های موجود در ریزساختار و ایجاد فاز سخت و ترد TiC بود، که می تواند بر خواص مکانیکی تأثیر منفی داشته باشد [۹]. این مطالعات حاکی از آن است که کنترل دقیق پارامترهای فرایند تفجوشی قوس پلاسما، به ویژه دما و فشار اعمالی، در دستیابی به خواص نهایی مطلوب بسیار حیاتی است. از این رو، بررسی تاثیر پارامترهای مختلف در فرایند تفجوشی قوس پلاسما بر خواص قطعات تولید شده از اهمیت ویژه ای برخوردار است [۹-۱۳]. با توجه به اهمیت این موضوع، پژوهش حاضر به بررسی تاثیر تغییرات دما و فشار در فرایند تفجوشی قوس پلاسما بر چگالی و ریزساختار نمونه های تیتانیوم خالص تجاری پرداخته است. همچنین نتایج ارزیابی مکانیکی با توجه به تغییرات چگالی و ریزساختار مورد

بحث قرار گرفته و بهترین شرایط فرایند برای دستیابی به خواص مکانیکی مطلوب تعیین شده است.

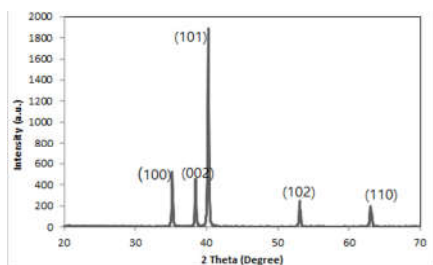
۲- مواد و روش تحقیق

۲-۱- ماده اولیه

در پژوهش حاضر از پودر تیتانیوم خالص (اندازه ذرات کمتر از ۵۰ μm، خلوص حدوداً ۹۹/۹٪) تهیه شده از شرکت مرک^۳ برای ساخت نمونه ها استفاده شد. براساس تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) پودر تیتانیوم شکل ۱ مشاهده می شود که ذرات پودر دارای شکل نامنظم بودند و میانگین اندازه آن ها در حدود ۸ μm ± ۳۵ بود. با توجه به الگوی پراش پرتو ایکس^۴ (XRD) پودر تیتانیوم در شکل ۲ می توان خلوص ماده اولیه را تایید کرد. این تایید به واسطه تطابق نتایج آنالیز XRD با الگوهای مورد انتظار برای ماده اولیه انجام شده است، که نشان دهنده کیفیت و خلوص بالای نمونه ها است.



شکل ۱- تصویر SEM پودر تیتانیوم مورد استفاده در پژوهش



شکل ۲- الگوی پراش اشعه ایکس پودر اولیه

۲-۲- ساخت نمونه ها

ساخت نمونه های نهایی با استفاده از فرایند تفجوشی قوس پلاسما توسط دستگاه مستقر در دانشگاه آزاد اسلامی واحد نجف آباد اصفهان انجام شد. این دستگاه توسط شرکت صنعت بارز آفرین طراحی و ساخته شده است. ولتاژ کاری دستگاه (۱۵-۰) ولت، حداکثر قدرت جریان ۳۰۰۰ آمپر، حداکثر فشار ۱۰۰ تن و فرکانس ۲۰۰ هرتز می باشد. به منظور ساخت نمونه ها، پودر اولیه در داخل قالب گرافیتی به شکل استوانه با قطر ۸mm ریخته شد. شایان ذکر است که پیش از

^۱ Merck Group

^۴ X-ray diffraction spectroscopy

^۳ Resistance Heating

^۴ Implant

و تحلیل قرار گرفت. به منظور ارزیابی ریزساختار نمونه های ساخته شده از میکروسکوپ نوری الیمپوس^۶ و دوربین خودکار نیکون استفاده شد.

۲-۵- ریزسختی سنجی

سختی نمونه های تفجوشی شده با استفاده از دستگاه ریزسختی سنج مدل M4U-250 ساخت شرکت امکو تست^۷ واقع در دانشگاه صنعتی اصفهان مطابق استاندارد ASTM E۳۸۴ مورد ارزیابی قرار گرفت. هر نمونه ۵ بار آزمون ریزسختی سنجی در فواصل مشخص انجام شده و در نهایت مقدار میانگین به عنوان سختی نمونه ها گزارش گردید.

۲-۶- ارزیابی رفتار خمشی

به منظور تعیین استحکام خمشی^۸ نمونه ها از آزمون خمش سه نقطه ای با استفاده از دستگاه پرس هیدرولیکی دیجیتالی مدل (H25KS, Hounsfield) استفاده شد. پیش از آزمون، نمونه ها در ابعاد مناسب مطابق با استاندارد C1161-02 توسط وایرکات به ابعاد $3 \times 4 \times 22 \text{ mm}^3$ با فاصله دو تکیه گاه 16 mm برش داده شد. شایان ذکر است که برای هر نمونه، آزمون خمش سه بار انجام شد و مقدار استحکام خمشی میانگین به عنوان استحکام خمشی نمونه گزارش شد. به منظور محاسبه استحکام خمشی نمونه ها از رابطه (۲) استفاده شد.

$$\sigma_b = 3FL/2bd^2 \quad (2)$$

۲-۷- ارزیابی رفتار کششی

رفتار کششی نمونه های تفجوشی شده با استفاده از آزمون کشش تک محوری با دستگاه هانسفیلد^۹ واقع در دانشگاه صنعتی اصفهان مورد ارزیابی قرار گرفت. بدین منظور ابتدا نمونه ها مطابق استاندارد ASTM D1708 به وسیله وایرکات برش داده شده و در ابعاد مناسب آماده سازی شدند. در تمامی آزمایشات کشش، نیروی اعمالی برابر با ۲۵KN و نرخ کرنش برابر با 0.5 mm/min در نظر گرفته شد. آزمون کشش برای هر نمونه سه بار انجام و مشخصه های مکانیکی میانگین به عنوان مشخصه های هر نمونه گزارش شد.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- چگالی و چگالی نسبی نمونه ها

محاسبه تراکم نمونه های ساخته شده توسط فرایند تفجوشی قوس پلاسما اهمیت زیادی دارد، زیرا تراکم بالا نشان دهنده چگالی بیشتر و کاهش تخلخل های داخلی است که منجر به بهبود خواص مکانیکی قطعه می شود. همچنین، تراکم مناسب می تواند به بررسی کیفیت فرایند تفجوشی قوس پلاسما و میزان همگنی نمونه کمک کند. از این رو در شکل ۳ اثر دما و فشار فرایند بر چگالی و چگالی نسبی نمونه تیتانیوم خالص تفجوشی شده نشان داده شده است. بدیهی است که هر

ریختن پودر به داخل قالب، جداره قالب و همچنین سطح پانچ دستگاه با استفاده از فویل های گرافیتی نازک پوشانیده شد. در تمامی مراحل ساخت، نرخ گرمایش 100°C/min در نظر گرفته شد. همچنین، فرایند تفجوشی قوس پلاسمایی برای تمامی نمونه ها در محیط خلا به مدت زمان ۱۰min انجام شد. در جدول ۱ عنوان نمونه های ساخته شده و همچنین پارامترهای عملیات تفجوشی قوس پلاسما برای ساخت آنها ارائه شده است. ستون "علامت نمونه ها" در جدول ۱ به کدهای اختصاص یافته به هر نمونه اشاره دارد.

جدول ۱- عنوان نمونه های ساخته شده و همچنین پارامترهای عملیات تفجوشی قوس پلاسما برای ساخت آنها.

علامت نمونه ها	پارامترهای فرایند	
	فشار (MPa)	دما ($^\circ\text{C}$)
Ti-۵۰-۱۱۵۰	۵	۱۱۵۰
Ti-۱۰-۱۱۵۰	۱۰	۱۱۵۰
Ti-۳۰-۱۰۵۰	۳۰	۱۰۵۰
Ti-۳۰-۱۱۵۰	۳۰	۱۱۵۰
Ti-۳۰-۱۲۵۰	۳۰	۱۲۵۰
Ti-۵۰-۱۱۵۰	۵۰	۱۱۵۰
Ti-۷۰-۱۱۵۰	۷۰	۱۱۵۰

۳-۲- تعیین چگالی و چگالی نسبی

به منظور محاسبه تخلخل و چگالی نمونه های تفجوشی شده، از روش ارشمیدس^۱ مطابق استاندارد ۸۸-۳۷۳ ASTM C استفاده شد [۱۴]. پس از محاسبه چگالی، چگالی نسبی^۲ نمونه ها به عنوان معیاری برای بررسی تراکم آنها با استفاده از رابطه (۱) محاسبه گردید [۱۵].

(۱) چگالی نظری / چگالی محاسبه شده = چگالی نسبی
به منظور محاسبه چگالی نظری، چگالی تیتانیوم $4.5 \frac{\text{gr}}{\text{cm}^3}$ در نظر گرفته شد [۱۶].

۳-۴- ارزیابی فازی و ریزساختاری

به منظور ارزیابی فازی و ریزساختاری براساس استانداردهای متالوگرافی، نمونه ها سنباده زنی شدند. در نهایت، نمونه های صیقل داده شده با محلول اچ کروول^۳ (۲ میلی لیتر HF + ۶ میلی لیتر HNO_3 + ۹۲ میلی لیتر آب دوبار تقطیر) اچ شیمیایی شدند. آنالیز فازی نمونه ها با استفاده از طیف سنج پراش پرتو ایکس (XRD) انجام شد. بدین منظور از دستگاه XRD مدل فیلیپس اکسپرت^۴ MPD تحت ولتاژ ۴۰KV و جریان ۳۰mA استفاده شد. در نهایت الگوی XRD نمونه ها با استفاده از نرم افزار اکسپرت های اسکور پلاس^۵ مورد تجزیه

^۶ Olympus

^۷ Emco-test

^۸ Bending strength

^۹ Hounsfield tensile testing machine

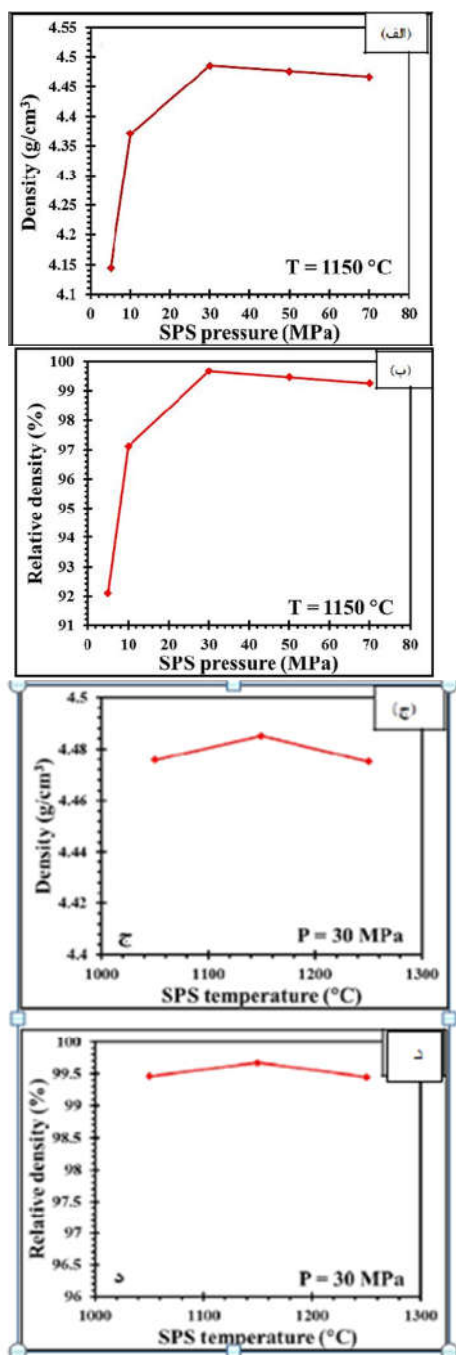
^۱ Archimedes method

^۲ Relative density

^۳ Kroll's Reagent

^۴ Philips Xpert

^۵ Xpert highscore plus



شکل ۳- اثر فشار فرایند تفجوشی قوس پلاسما بر (الف) چگالی و (ب) چگالی نسبی تیتانیوم خالص، اثر دمای فرایند بر (ج) چگالی و (د) چگالی نسبی تیتانیوم خالص.

با توجه به شکل ۴ می‌توان مشاهده کرد که صرف نظر از دما و فشار فرایند، فاز غالب تمامی نمونه‌ها α بوده و تنها یک قله در زوایای حدوداً $38/5^\circ$ وجود دارد که می‌تواند به فاز β نیز تعلق داشته باشد. با توجه به شکل ۴ (الف) مشخص است که با افزایش فشار به ۳۰ MPa، پیک‌ها به سمت زوایای بیشتر جابجا شده‌اند. گزارش شده است

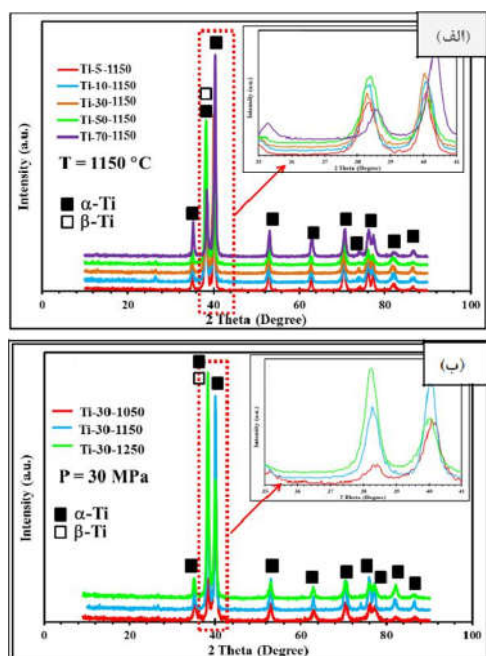
چقدر مقدار چگالی ماده بیشتر باشد، می‌توان ادعا کرد که بازدهی فرایند تفجوشی قوس پلاسما در تولید یک ماده بدون تخلخل و عیب و با تراکم بالا، بیشتر بوده است [۱۷]. با توجه به شکل ۳ (الف) مشخص است که در دمای ثابت 1150°C ، با افزایش فشار چگالی نمونه با یک روند بسیار سریع افزایش یافته و در فشار برابر با ۳۰ MPa به حداکثر مقدار خود رسیده است. در فشار بیش از ۳۰ MPa، مقدار چگالی نمونه تغییر چندانی از خود نشان نداده و تقریباً یک روند هموار را دنبال کرده است. همچنین، چگالی نسبی نمونه‌های تیتانیوم خالص (شکل ۳ (ب)) در فشارهای برابر و بیشتر از ۳۰ MPa، به مقدار ۱۰۰ نزدیک‌تر شده است. نتایج نشان داد که در فشار برابر با ۳۰ MPa، مقدار چگالی نمونه تیتانیوم خالص برابر با $4/48 \text{ g/cm}^3$ بوده که متناسب با چگالی نسبی برابر با $99/67\%$ برای نمونه مذکور است. از این رو، با توجه به شکل ۳ (الف و ب) می‌توان پیشنهاد کرد که برای شرایط موجود در پژوهش حاضر، بهترین فشار برای ساخت نمونه تیتانیوم خالص از طریق فرایند تفجوشی قوس پلاسما، فشار ۳۰ MPa است. با در نظر گرفتن فشار برابر با ۳۰ MPa، اثر دمای فرایند تفجوشی قوس پلاسما نیز بر چگالی و چگالی نسبی تیتانیوم خالص مورد مطالعه قرار گرفت. با توجه به شکل ۳ (ج و د) مشخص است که در فشار ثابت (۳۰ MPa)، با افزایش دما، چگالی و چگالی نسبی روند مشابهی را از خود نشان داده‌اند به گونه‌ای که ابتدا چگالی و چگالی نسبی نمونه تیتانیوم خالص، افزایش یافته و سپس کاهش یافته است. نتایج نشان داد که در دمای 1150°C بیشترین چگالی و چگالی نسبی حاصل شده است. با این حال، مشخص است که تغییر دما در این محدوده دمایی (1050 ؛ 1250°C) سبب تغییر قابل‌توجهی در مقدار چگالی نشده است. با این وجود می‌توان گفت که در دماهای پایین فرایند تفجوشی قوس پلاسما، به احتمال زیاد پیوند ذرات در فصل مشترک به طور کامل انجام نشده و همین موضوع سبب کاهش اندک در تراکم ماده شده است. در سوی مقابل، در دماهای بسیار بالا، نیز ممکن است افزایش موضعی بیش از اندازه دما در برخی نواحی سبب تبخیر ذرات و ایجاد حفرات گازی در ماده شود که سبب کاهش چگالی ماده خواهد شد [۱۸]. بر اساس نتایج به‌دست‌آمده از این پژوهش، دستیابی به بالاترین چگالی برای نمونه تیتانیوم خالص تولید شده به روش تفجوشی قوس پلاسما در دمای 1150°C و فشار ۳۰ MPa حاصل شد.

۳-۲- ریزساختار نمونه‌های ساخته شده به روش

تفجوشی قوس پلاسما

دما و زمان فرایند تفجوشی قوس پلاسما می‌تواند منجر به تغییرات فازی و وقوع استتال در تیتانیوم و آلیاژهای آن شده که نقش حیاتی در تعیین خواص نمونه‌های ساخته شده دارد [۹]. از این رو، الگوی XRD نمونه تیتانیوم خالص تفجوشی شده در فشارها و دماهای مختلف SPS در شکل ۴ نشان داده شده است. عموماً، در آلیاژهای تیتانیوم، بسته به فرایند تولید و نرخهای گرمایش و سرمایش، دو فاز اصلی α و β به عنوان فازهای اصلی تشکیل می‌شوند [۱۹].

تولید نمونه تیتانیوم خالص در شرایط عملیاتی مذکور داشت. با توجه به شکل ۵ می‌توان پی برد که افزایش فشار تا حدودی سبب رشد لایه‌های فازهای α و β شده است.



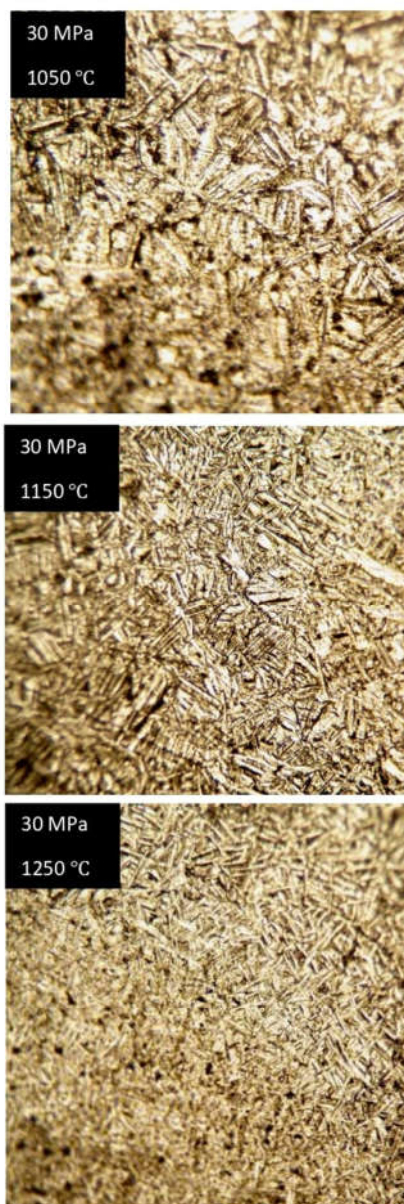
شکل ۴- الگوهای XRD نمونه تیتانیوم خالص تفجوشی شده در (الف) فشارها و (ب) دماهای مختلف فرایند تفجوشی قوس پلاسما.

شکل ۶ نیز اثر دما بر ریزساختار نمونه خالص تفجوشی شده در دماهای مختلف و تحت فشار ۳۰ MPa را نشان می‌دهد. همانگونه که مشاهده می‌شود مطابق انتظار، با افزایش دمای فرایند اندازه لایه های α و β تاحدودی رشد کرده است. گزارش شده است که با توجه به شبکه بازتر فاز β با ساختار بلوری مکعبی مرکزدار (bcc) در مقایسه با شبکه فشرده تر فاز α با ساختار شش وجهی فشرده (hcp) نفوذ در فاز β آسان تر رخ داده و در نتیجه رشد لایه های فاز β بیشتر باشد.

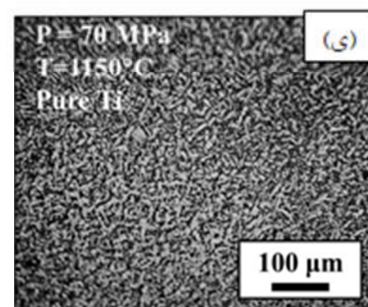
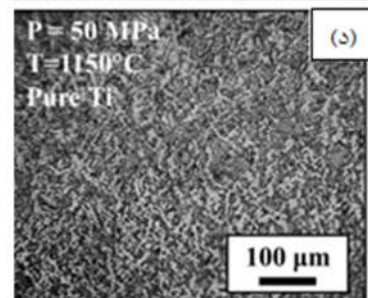
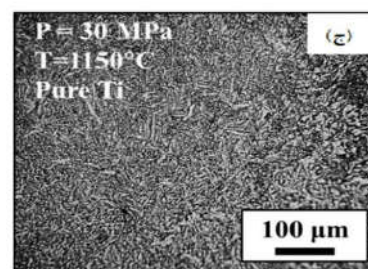
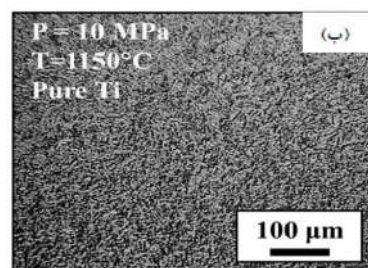
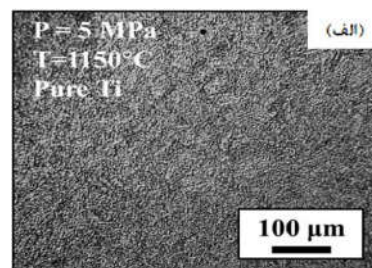
که دلیل این جابجایی پیک با افزایش فشار، کاهش پارامتر شبکه و کوچکتر شدن سلول واحد تیتانیوم به واسطه فشار بالا بود [۲۰]. در شکل ۴ (ب) مشاهده می‌شود که با افزایش دما، جابجایی قله به سمت زوایای کمتر رخ داده است که آن را می‌توان به افزایش پارامتر شبکه و در نتیجه انبساط سلول واحد زمینه در اثر افزایش دما نسبت داد [۲۰]. همچنین، با توجه به الگوی XRD نمونه‌ها در دماهای مختلف، می‌توان پی برد که با افزایش دمای فرایند، نسبت شدت قله در زاویه $38/5^\circ$ نسبت به شدت قله موجود در زاویه حدوداً 40° افزایش یافته است (قله‌های به ترتیب متناسب به فازهای β و α). از این رو، می‌توان بیان کرد که به نظر می‌رسد با افزایش دمای تفجوشی، مقدار فاز β افزایش یافته است (شکل ۴ (ب)). مطالعات نشان داد که استحاله آلوتروپیک تیتانیوم خالص یعنی تبدیل α -Ti به β -Ti در دمای حدوداً 882°C رخ می‌دهد، پس در دماهای مورد بررسی؛ حین گرمایش، استحاله $\alpha \rightarrow \beta$ رخ می‌دهد. با این حال، به دلیل نرخ سرمایش بالا حین فرایند SPS (خنک‌سازی سریع)، استحاله برگشت ($\beta \rightarrow \alpha$) به طور کامل انجام نشده و از این رو، مقداری از فازهای β همراه با α -Ti در ساختار باقی می‌ماند [۲۱]. در اینجا، می‌توان بیان کرد که هر چقدر دمای فرایند تفجوشی قوس پلاسما بیشتر باشد، انجام واکنش رفت $\alpha \rightarrow \beta$ به میزان بیشتری رخ داده و در نتیجه هنگام استحاله برگشت، به دلیل کسر بالاتر فاز β مقدار β بیشتری در ساختار باقی می‌ماند که با نتایج حاصل از الگوی پراش نمونه تیتانیوم خالص تفجوشی شده در دماهای مختلف در تطابق است. همچنین، با توجه به شکل ۴ (الف) می‌توان مشاهده کرد که با افزایش فشار از ۵ MPa به فشار ۵۰ MPa، شدت قله موجود در زاویه حدوداً 40° کاهش می‌یابد که می‌تواند نشانی بر حضور بیشتر فاز β در ساختار نمونه‌ها با افزایش فشار باشد. با این حال، با افزایش فشار به ۷۰ MPa، مجدداً شدت قله فاز β در مقایسه با قله فاز α کمتر می‌گردد. دلیل این تغییر، می‌تواند این باشد که در فشارهای بالا، احتمال انجام استحاله نفوذی $\beta \rightarrow \alpha$ حین سرمایش از دمای بالا به دلیل افزایش نرخ نفوذ به واسطه فشار بالاتر، بیشتر شده و در نتیجه مقدار فاز β باقیمانده در ساختار کمتر خواهد بود [۲۲].

تصاویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار نمونه تیتانیوم خالص تفجوشی شده در دمای 1150°C و تحت فشارهای مختلف در شکل ۵ نشان داده شده است. همانگونه که در شکل ۵ به خوبی قابل تشخیص است، ریزساختار نمونه‌ها در تمامی فشارها متشکل از دو فاز $\alpha + \beta$ شامل نواحی روشن α و نواحی تیره تر β بود و تقریباً در تمامی نمونه‌ها یک ساختار شبه‌لایه‌ای^۱ حاصل شده است. با توجه به تصاویر ریزساختاری، هیچ گونه تخلخل مشهودی در نمونه‌ها مشاهده نشده است که با داده های حاصل از بررسی چگالی نسبی نمونه‌ها مطابقت داشته که نشان از موفقیت آمیز بودن فرایند تفجوشی قوس پلاسما در

^۱ Quasi-lamellar structure



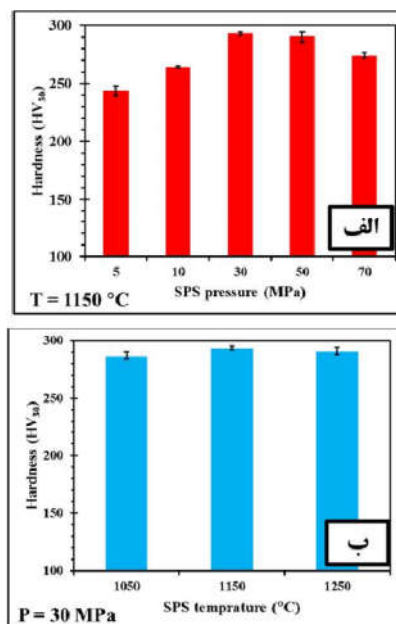
شکل ۶- تصاویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار نمونه تیتانیوم خالص تفجوشی شده تحت فشار ۳۰ MPa و در دماهای مختلف.



شکل ۵- تصاویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار نمونه تیتانیوم خالص تفجوشی شده در دمای ۱۱۵۰ °C و تحت فشارهای مختلف.

۳-۳- سختی

در شکل ۷ اثر دما و فشار فرایند SPS بر مقدار سختی نمونه‌های تیتانیوم خالص نشان داده شده است. سختی نمونه‌های SPS به پارامترهای مختلفی از جمله چگالی، ریزساختار، اندازه دانه و ترکیب شیمیایی وابسته است [۲۳]. با توجه به شکل ۷ (الف) مشاهده می‌شود که با افزایش فشار در دمای ثابت 1150°C ، سختی ابتدا تا فشار 30 MPa افزایش یافته و سپس مقدار آن روند کاهشی از خود نشان داده است. با توجه به مطالبی که پیش از این بیان شد، می‌توان چنین اظهار کرد که نمونه تیتانیوم تفجوشی شده در فشار 30 MPa که بیشترین سختی را از خود نشان داده است ($293\text{ HV}_{0.05}$)، موازنه مناسبی از اندازه لایه‌های فاز α و β و همچنین چگالی را داشته است، در نتیجه سختی آن در بیشترین مقدار بوده است. در واقع، سختی کمتر در فشارهای زیر 30 MPa را می‌توان به چگالی پایین‌تر آنها و سختی کمتر نمونه‌ها در فشارهای بیشتر را به درشت بودن لایه‌های فاز α در آنها نسبت داد. در شکل ۷ (ب) نیز اثر دمای فرایند در فشار ثابت 30 MPa بر سختی نمونه تیتانیوم خالص نشان شده است. نمونه تفجوشی شده در دمای 1150°C بیشترین سختی را از خود نشان داده است. می‌توان بیان کرد که در دمای (1050°C) چگالی کمتر نمونه و در دمای (1250°C) نیز چگالی کمتر و رشد دانه‌ها سبب کاهش مقدار سختی شده است. مطابق با رابطه هال-پچ^۱، استحکام تسلیم به اندازه دانه وابسته بوده و از سویی دیگر، در فرورونده ویکرز^۲، سختی با استحکام تسلیم مطابق با رابطه $\text{HV}/\sigma_{ys} = 3$ در ارتباط است (σ_{ys} : تنش تسلیم، HV: سختی ویکرز). از این رو، می‌توان چنین گفت که افزایش در اندازه دانه، سختی کاهش خواهد یافت [۲۴].



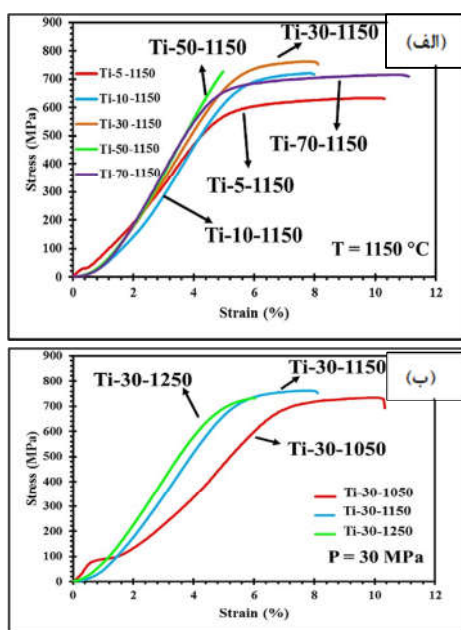
شکل ۷- الف) اثر فشار و ب) اثر دمای فرایند تفجوشی قوس پلاسما بر سختی نمونه تیتانیوم خالص.

۴-۳- رفتار خمشی

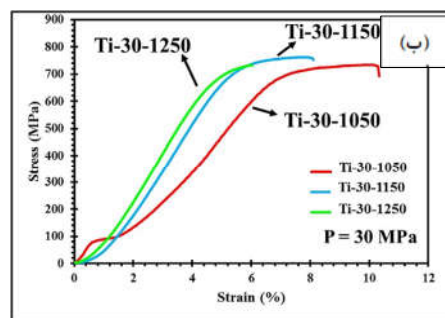
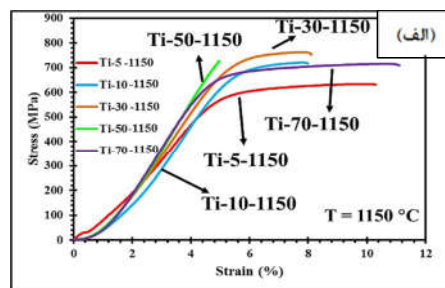
مطالعات نشان داد که در تعیین خواص مکانیکی محصول، چگالی نسبی (به عبارتی میزان تخلخل ماده) و ریزساختار نقش بسیار مهمی را ایفا می‌کنند [۲۲، ۲۳، ۲۴]. در شکل ۸ (الف و ب) اثر دما و فشار فرایند بر منحنی‌های تنش خمشی- کرنش خمشی نمونه‌های تیتانیوم خالص تفجوشی شده نشان داده شده است. همچنین، در جدول ۲ مقدار استحکام خمشی استخراج شده از منحنی‌های تنش-کرنش مربوطه لیست شده است. با توجه به شکل ۸ (الف) و همچنین جدول ۲، مشخص است که در دمای ثابت 1150°C ، با افزایش فشار از 10 MPa به 30 MPa ، استحکام خمشی، یک روند افزایش سریع را از خود نشان داده و سپس با افزایش بیشتر فشار، استحکام خمشی با یک روند تقریباً هموار افزایش یافته است. بیشترین مقدار استحکام خمشی در فشار 70 MPa بوده که برابر با 1341 MPa است. چنین رفتاری تقریباً با روند تغییرات چگالی نمونه‌ها در تطابق است. از این رو، می‌توان نتیجه گرفت که در زمینه اثر فشار بر استحکام خمشی نمونه‌ها، چگالی نمونه‌ها و کمتر بودن مقدار تخلخل در ساختار آنها، نقش غالب را در تعیین مقدار استحکام خمشی نمونه‌ها داشته است. در مورد کرنش شکست می‌توان با توجه به الگوهای XRD نمونه‌ها چنین پیشنهاد کرد که با افزایش فشار به 50 MPa ، کسر فاز β روند رو به افزایشی داشته است، از طرفی می‌دانیم که فاز β در مقایسه با فاز α از انعطاف پذیری بیشتری برخوردار است. با این حال، مشاهده شد که با افزایش فشار از 50 MPa به 70 MPa مقدار کرنش شکست به طور چشم‌گیری کاهش پیدا کرد. همانگونه که بیان شد احتمالاً افزایش بیش از اندازه فشار نه تنها سبب کاهش کسر حجمی فاز β باقیمانده در این گروه از نمونه‌ها شده بلکه، سبب رشد ساختار نیز گردیده که مجموع آنها منجر به کاهش کرنش شکست در این فشار شده است [۲۶، ۲۵]. با توجه به شکل ۸ (ب) و جدول ۳ می‌توان مشاهده کرد که با افزایش دمای فرایند در فشار ثابت، از 1050°C به 1150°C ، استحکام خمشی افزایش یافته و مجدداً با افزایش دما از 1150°C به 1250°C ، استحکام خمشی کاهش یافته است. چنین رفتاری را می‌توان به دو مشخصه چگالی نسبی و اندازه دانه ربط داد. در نگاه اول، مطابق انتظار این روند تغییرات با تغییرات چگالی نسبی نمونه تیتانیوم تفجوشی شده در فشار 30 MPa در دماهای مختلف متناسب است. از سویی دیگر، می‌توان کاهش استحکام نمونه تفجوشی شده در دمای 1250°C را به درشت شدن لایه‌ها در این دما نیز نسبت داد.

مشخصه‌های مکانیکی استخراج شده از این منحنی‌ها نیز در جدول ۳ ارائه شده است. با توجه به شکل ۹ (الف) مشخص است که نمونه تیتانیوم تفجوشی شده در فشار ۳۰ MPa، بیشترین استحکام را دارد. همانگونه که پیش از این تشریح شد، نمونه تفجوشی شده در فشار ۳۰ MPa به دلیل چگالی بیشتر و داشتن کمترین تخلخل، مطابق انتظار بیشترین استحکام را از خود نشان داده است. از این رو، می‌توان استحکام کم نمونه‌های تفجوشی شده در فشارهای کمتر از ۳۰ MPa را به چگالی کمتر آنها ربط داد. از سویی دیگر، استحکام کمتر در فشارهای بیش از ۳۰ MPa را نیز می‌توان به رشد لایه‌های فازی و به عبارتی درشت‌تر شدن ساختار با افزایش فشار نسبت داد. شکل ۹ (ب) نیز اثر دمای فرایند بر رفتار کششی نمونه تیتانیوم خالص تفجوشی شده در فشار ثابت مشابه از خود نشان داده‌اند و افزایش میزان چگالی سبب بیشتر شدن مدول کشسان شده و در مقابل، رشد ساختار، مدول کشسان را کاهش داده است.

کرنش شکست نمونه‌ها، روند چندان مشخصی با تغییر فشار از خود نشان نداده است و با افزایش دما نیز، کرنش شکست کاهش یافته است. مطالعات نشان داد که اندازه دانه (ریز و درشت بودن ساختار) و میزان تخلخل می‌توانند نقش اصلی را در جوانه‌زنی و رشد ترک ایفا کنند، به گونه‌ای که تخلخل بیشتر می‌تواند احتمال جوانه‌زنی ترک را بیشتر کرده و اندازه دانه درشت‌تر نیز می‌تواند رشد ترک‌ها را سریع‌تر کند [۳۰، ۲۹]. از این رو، می‌توان بیان کرد که در نمونه‌های تیتانیوم خالص تفجوشی شده، نقش رقابتی و/یا هم‌افزایی این دو عامل در کنار هم میزان کرنش شکست را برای هر یک از نمونه‌ها مشخص کرده است.



شکل ۹- (الف) اثر فشار و (ب) اثر دمای فرایند تفجوشی قوس پلاسما بر رفتار کششی نمونه تیتانیوم خالص.



شکل ۸- (الف) اثر فشار و (ب) دمای فرایند بر رفتار خمشی تیتانیوم خالص.

جدول ۲- اثر فشار و دمای فرایند تفجوشی قوس پلاسما بر استحکام خمشی تیتانیوم خالص

نمونه دما ثابت	استحکام خمشی (MPa)	کرنش شکست خمشی (%)
۵-۱۱۵۰	۱۲۴۱±۲۵	۳/۶۲±۰/۶
۱۰-۱۱۵۰	۱۲۴۹±۲۳	۳/۹۷±۰/۴
۳۰-۱۱۵۰	۱۳۳۲±۱۶	۵/۴۸±۰/۲
۵۰-۱۱۵۰	۱۳۳۷±۲۹	۱۳/۶۶±۰/۶
۷۰-۱۱۵۰	۱۳۴۱±۱۸	۶/۴۲±۰/۸
نمونه فشار ثابت	استحکام خمشی (MPa)	کرنش شکست خمشی (%)
۳۰-۱۰۵۰	۱۱۸۲±۱۹	۲/۷۸±۰/۳
۳۰-۱۱۵۰	۱۳۳۲±۱۶	۵/۴۸±۰/۲
۳۰-۱۲۵۰	۱۲۴۸±۲۰	۲/۷۵±۰/۲

۳-۵- رفتار کششی

در نمونه‌های تیتانیوم خالص تفجوشی‌شده، رفتار کششی نشان‌دهنده توانایی ماده در تحمل نیروهای کششی و مقاومت در برابر شکست است. دما و فشار بالای تفجوشی قوس پلاسما با کاهش حفره‌ها و بهبود تراکم باعث افزایش استحکام کششی تیتانیوم می‌شود، که می‌تواند طول عمر و ایمنی این قطعات را بهبود بخشد [۲۸، ۲۷]. در شکل ۹ اثر فشار و دمای فرایند بر رفتار کششی نمونه‌های تیتانیوم خالص تفجوشی شده در شرایط عملیاتی مختلف نشان داده شده است.

- [2] Annur D, Kartika I, Supriadi S, Suharno B. Titanium and titanium based alloy prepared by spark plasma sintering method for biomedical implant applications—A review. *Materials Research Express*. 2021 Jan 20;8(1):012001.
- [3] Abedi M, Sovizi S, Azamiya A, Giuntini D, Seraji ME, Hosseini HR, Amutha C, Ramakrishna S, Mukasyan A. An analytical review on Spark Plasma Sintering of metals and alloys: From processing window, phase transformation, and property perspective. *Critical reviews in solid state and materials sciences*. 2023 Mar 4;48(2):169-214.
- [4] Kubota M, Cizek P. Synthesis of Al₃BC from mechanically milled and spark plasma sintered Al–MgB₂ composite materials. *Journal of alloys and compounds*. 2008 Jun 12;457(1-2):209-15.
- [5] Ayodele OO, Shongwe MB, Obadele BA, Olubambi PA. Spark plasma sintering of titanium-based materials. In *Spark Plasma Sintering of Materials: Advances in Processing and Applications 2019 Feb 19* (pp. 673-701). Cham: Springer International Publishing.
- [6] Eriksson M, Shen Z, Nygren M. Fast densification and deformation of titanium powder. *Powder metallurgy*. 2005 Sep 1;48(3):231-6.
- [7] Zadra M, Casari F, Girardini L, Molinari A. Microstructure and mechanical properties of cp-titanium produced by spark plasma sintering. *Powder Metallurgy*. 2008 Mar 1;51(1):59-65.
- [8] Pascu CI, Gingu O, Rotaru P, Vida-Simiti I, Harabor A, Lupu N. Bulk titanium for structural and biomedical applications obtaining by spark plasma sintering (SPS) from titanium hydride powder. *Journal of thermal analysis and calorimetry*. 2013 Aug;113(2):849-57.
- [9] Digole S, Karki S, Mugale M, Choudhari A, Gupta RK, Borkar T. Spark Plasma Sintering of Pure Titanium: Microstructure and Mechanical Characteristics. *Materials*. 2024 Jul 13;17(14):3469.
- [10] Ogunmefun OA, Bayode BL, Jamiru T, Olubambi PA. A critical review of dispersion strengthened titanium alloy fabricated through spark plasma sintering techniques. *Journal of alloys and compounds*. 2023 Oct 15;960:170407.
- [11] Walunj G, Desai J, Bohara S, Contieri R, Kothapalli C, Ivanov E, Borkar T. Light weight-low modulus biocompatible titanium alloys processed via spark plasma sintering. *Journal of Alloys and Metallurgical Systems*. 2023 Sep 1;3:100018.
- [12] Cai Q, Xu C, Chen X, Xi W, Cheng J, Chen Z, Chen J. Effect of Mn and Mo on the microstructure and electrical resistivity of Ti–Al alloy prepared by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Journal of Alloys and Compounds*. 2023 Jun 25;947:169608.
- [13] Rominini AL, Mashinini PM. Spark plasma sintering of discontinuously reinforced titanium matrix composites: densification, microstructure and mechanical properties—a review. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2023 Jan;124(3):709-36.
- [14] Ayodele OO, Babalola BJ, Olubambi PA. Evaluation of the wear and mechanical properties of titanium diboride-reinforced titanium matrix composites prepared by spark plasma sintering. *Materials*. 2023 Mar 3;16(5):2078.
- [15] Behrens BA, Brunotte K, Peddinghaus J, Heymann A. Influence of dwell time and pressure on SPS process with titanium aluminides. *Metals*. 2022 Jan 4;12(1):83.
- [16] Welsch G, Boyer R, Collings EW, editors. *Materials properties handbook: titanium alloys*. ASM international; 1993 Dec 31.
- [17] Sayyadi-Shahraki A, Rafiaei SM, Ghadami S, Nekouee KA. Densification and mechanical properties of spark plasma sintered Si₃N₄/ZrO₂ nano-composites. *Journal of Alloys and Compounds*. 2019 Mar 5;776:798-806.
- [18] Yanagisawa O. Recent research on spark sintering process. *Bulletin Japan Inst. Metals*. 1994;33:1489-96.
- [19] Suesawadwanid N, Khantachawana A, Srirussamee K, Kondoh K. Effect of Nb Content and water quenching on microstructure and mechanical properties of Ti–Nb alloys fabricated by spark plasma sintering. *Powder Metallurgy*. 2022 Dec;65(5):426-38.
- [20] Sadat T, Hayashi K, Haugou G, Morvan H, Markiewicz E, Dubar L, Bigerelle M, Ameyama K, Dirras G. Mechanical properties of spark plasma sintering-processed pure Ti and Ti–

جدول ۳- اثر فشار و دمای فرایند تفجوشی قوس پلاسما بر رفتار کششی نمونه تیتانیوم خالص.

نمونه دما ثابت	استحکام تسلیم (MPa)	استحکام کششی (MPa)	کرنش شکست (%)	مدول کشسانی (GPa)
۵-۱۱۵۰	۶۰۲±۱۱	۶۷۷±۱۴	۱۰/۳±۰/۹	۱۴۲/۷ ± ۲/۶۵
۱۰-۱۱۵۰	۶۴۰±۱۴	۷۲۰±۱۸	۸/۰۳±۰/۷	۱۶۶/۰ ± ۱/۸۴
۳۰-۱۱۵۰	۶۸۰±۱۰	۷۶۲±۱۱	۸/۱۱±۰/۶	۱۵۶/۸ ± ۲/۵۰
۵۰-۱۱۵۰	۶۳۴±۱۷	۷۲۶±۱۹	۴/۹۶±۰/۵	۱۸۲/۴ ± ۱/۴۶
۷۰-۱۱۵۰	۶۲۴±۱۲	۷۱۵±۱۳	۱۱/۱±۱/۲	۱۷۴/۵ ± ۱/۲۳

نمونه فشار ثابت	استحکام تسلیم (MPa)	استحکام کششی (MPa)	کرنش شکست (%)	مدول کشسانی (GPa)
۱۰۵۰-۳۰	۷۳۶۷۷	۱۵۵۷۳۳	۱،۱±۱۰،۳۳	۱،۵۵±۱۳۹،۸
۱۱۵۰-۳۰	۱۰۳۶۸۰	۱۱۵۷۶۲	۰،۶±۸،۱۱	۱،۹۵±۱۵۷،۲
۱۲۵۰-۳۰	۹۳۶۴۶	۱۳±۷۳۱	۰،۱±۶،۰۶	۲،۹۷±۱۵۲،۴

۴- نتیجه گیری

در پژوهش حاضر، اثر تغییرات دما و فشار تفجوشی قوس پلاسما بر چگالی، ریزساختار و رفتار مکانیکی تیتانیوم خالص بررسی شد. بدین منظور، دما در محدوده ۱۰۵۰-۱۲۵۰ °C و فشار در بازه ۵-۷۰ MPa انتخاب شد. نتایج نشان داد که نمونه تیتانیوم که در فشار ۳۰ MPa، در دمای ۱۱۵۰ °C تفجوشی شد، بیشترین میزان چگالی و چگالی نسبی را در میان تمامی شرایط آزمایش دارد. ریزساختار نمونه های تیتانیوم خالص در تمامی فشارها و دماها متشکل از دو فاز $\alpha+\beta$ بود. افزایش فشار تا حدودی سبب رشد فازهای α و β گردیده است. نمونه تفجوشی شده در فشار ۳۰ MPa که بیشترین سختی را از خود نشان داده است (HV₃₀ ۲۹۳)، موازنه مناسبی از اندازه لایه های α و β و چگالی را داشت. از نظر استحکام کششی، نمونه تفجوشی شده در فشار ۳۰ MPa و دمای ۱۱۵۰ °C به دلیل چگالی بالای آن و داشتن کمترین تخلخل، بیشترین استحکام را از خود نشان داد. در نهایت، بهترین عملکرد مکانیکی از نظر سختی، استحکام خمشی و استحکام کششی برای نمونه تفجوشی شده در فشار ۳۰ MPa و دمای ۱۱۵۰ °C حاصل شد. در مجموع، این مطالعه اهمیت بهینه سازی پارامترهای فرایند تفجوشی قوس پلاسما برای تولید قطعات با چگالی بالا و ویژگی های مکانیکی مطلوب برای کاربردهای مختلف صنعتی و پزشکی را برجسته می کند. همچنین نتایج این پژوهش می تواند مسیر را برای استفاده بهینه از فرایند تفجوشی قوس پلاسما به عنوان یک روش موثر و کارآمد برای تولید تیتانیوم یا آلیاژهای آن هموار می سازد.

۵- مراجع

- [1] Kishawy H.A, Hosseini A. Titanium and titanium alloys, in: *Mach. Difficult-To-Cut Mater. Basic Princ. Challenges*, Springer, 2019 August.

- 6Al-4V alloys: a comparative study between harmonic and non-harmonic microstructures. *Compounds*. 2021 May 17;1(1):41-57.
- [21] Hussein MA, Suryanarayana C, Al-Aqeeli N. Fabrication of nano-grained Ti-Nb-Zr biomaterials using spark plasma sintering. *Materials & Design*. 2015 Dec 15;87:693-700.
- [22] Xu K, Xue Y, Zhang Z, Wang Q, Yan J, Liu H, Zhang J. The effect of heat treatment on α/β phases evolution of TC4 titanium alloy fabricated by spark plasma sintering. *Procedia Manufacturing*. 2020 Jan 1;50:713-8.
- [23] Kalita D, Rogal Ł, Czeppe T, Wójcik A, Kolano-Burian A, Zackiewicz P, Kania B, Dutkiewicz J. Microstructure and mechanical properties of Ti-Nb alloys prepared by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2020 Mar;29(3):1445-52.
- [24] Asl MS, Namini AS, Motallebzadeh A, Azadbeh M. Effects of sintering temperature on microstructure and mechanical properties of spark plasma sintered titanium. *Materials Chemistry and Physics*. 2018 Jan 1;203:266-73.
- [25] Jeong YH, Kim EJ, Brantley WA, Choe HC. Morphology of hydroxyapatite nanoparticles in coatings on nanotube-formed Ti-Nb-Zr alloys for dental implants. *Vacuum*. 2014 Sep 1;107:297-303.
- [26] Mohammed MT, Khan ZA, Siddiquee AN. Beta titanium alloys: the lowest elastic modulus for biomedical applications: a review. *Int. J. Chem. Mol. Nucl. Mater. Metall. Eng*. 2014 Aug 1;8(8):726-31.
- [27] Palmeh P, Rasooli A, Nekouee K. Microstructural characterization and mechanical behaviors of Ti-xNb alloys (x= 34-44. at%) fabricated by spark plasma sintering: The role of sintering temperature and Nb content. *Journal of Materials Research*. 2024 Apr 14;39(7):1096-107.
- [28] Fujii T, Tohgo K, Iwao M, Shimamura Y. Fabrication of alumina-titanium composites by spark plasma sintering and their mechanical properties. *Journal of Alloys and Compounds*. 2018 May 5;744:759-68.
- [29] Thoemmes A, Ivanov IV, Kashimbetova AA. Comparison of mechanical properties and microstructure of annealed and quenched Ti-Nb alloys. *Key Engineering Materials*. 2018 Jun 27;769:29-34.
- [30] Thoemmes A, Bataev IA, Belousova NS, Lazurenko DV. Microstructure and mechanical properties of binary Ti-Nb alloys for application in medicine. In 2016 11th International Forum on Strategic Technology (IFOST) 2016 Jun 1 (pp. 26-29). IEEE.