

EFFECT OF PRESSURE ON THE PROPERTIES OF TI POROUS MATERIALS FABRICATED BY SPARK PLASMA SINTERING METHOD

Pham Van Hao^{1,2}, Nguyen Thi Hoang Oanh¹, Vu Thi Ngoc Minh³,
 Nguyen Thi Nguyet⁴, Pham Hung Vuong^{1,5}, Dang Quoc Khanh^{1,5*}

¹ School of Materials Science and Engineering - Hanoi University of Science and Technology (HUST)

² Hanoi Pedagogical University 2

³ School of Chemistry and Life Science - Hanoi University of Science and Technology (HUST)

⁴ Hung Yen University of Technology and Education

⁵ Laboratory of Biomedical Materials, Hanoi University of Science and Technology (HUST)

ARTICLE INFO	ABSTRACT
Received: 26/02/2024	Porous titanium is one of the leading biomedical materials with high biocompatibility, durability, high stability, and non-toxic to the human body. In this article, we study the effect of pressure on the structure and surface morphology, pore size distribution and porosity and compressive strength of the sample. Sample analyzes used including XRD, EDX, determination of porosity and compressive strength. Samples are sintered at 625 °C with pressure from 20 to 50 MPa. The results showed that the porosity of the samples gradually increases when the pressure increases from 20 - 40 MPa. However, as the pressure continues to increase, the porosity of the sample decreases and the compressive strength increases significantly. Samples at 625 °C with 40 MPa pressure reached the highest porosity of 61.5%, pore size concentrated in the range of 200 - 350 μm and compressive strength completely suitable for them to be able to apply this material in the field of biomedicine with suitable pore size for the development of bone cells.
Revised: 29/5/2024	
Published: 29/5/2024	
KEYWORDS	
Porous titanium	
SPS	
Pressure	
Porosity	
Compressive strength	

ẢNH HƯỞNG ÁP LỰC ÉP ĐẾN CƠ TÍNH CỦA VẬT LIỆU TITAN XÓP ĐƯỢC CHẾ TẠO BẰNG PHƯƠNG PHÁP THIÊU KẾT XUNG ĐIỆN PLASMA

Phạm Văn Hào^{1,2}, Nguyễn Thị Hoàng Oanh¹, Vũ Thị Ngọc Minh³,
 Nguyễn Thị Nguyệt⁴, Phạm Hùng Vương^{1,5}, Đặng Quốc Khánh^{1,5*}

¹ Trường Vật liệu - Đại học Bách khoa Hà Nội, ² Trường Đại học Sư phạm Hà Nội 2,

³ Trường Hóa và Khoa học sự sống - Đại học Bách khoa Hà Nội, ⁴ Trường Đại học Sư phạm Kỹ thuật Hưng Yên

⁵ Phòng Thí nghiệm Vật liệu y sinh, Trường Vật liệu - Đại học Bách khoa Hà Nội

THÔNG TIN BÀI BÁO	TÓM TẮT
Ngày nhận bài: 26/02/2024	Titan xốp đang là một trong những vật liệu y sinh hàng đầu với tính tương thích sinh học cao, bền và độ ổn định cao, không gây độc với cơ thể người. Trong bài báo này, chúng tôi nghiên cứu ảnh hưởng áp lực ép đến cấu trúc và hình thái bề mặt, sự phân bố kích thước các lỗ xốp và độ xốp, độ bền nén của mẫu. Các phép phân tích mẫu được sử dụng như: XRD, EDX, xác định độ xốp và độ bền nén. Các mẫu thiêu kết ở cùng 625 °C với áp lực ép từ 20 đến 50 MPa. Kết quả cho thấy độ xốp của các mẫu tăng dần khi lực ép tăng từ 20 - 40 MPa. Tuy nhiên khi áp lực ép tiếp tục tăng thì độ xốp của mẫu lại giảm và độ bền nén tăng lên đáng kể. Mẫu ở 625 °C với lực ép 40 MPa đạt độ xốp cao nhất là 61,5%, kích thước lỗ xốp tập trung trong giải 200 - 350 μm và độ bền nén hoàn toàn phù hợp để có thể ứng dụng vật liệu này trong lĩnh vực y sinh với kích thước lỗ xốp phù hợp cho sự phát triển các tế bào xương.
Ngày hoàn thiện: 29/5/2024	
Ngày đăng: 29/5/2024	
TỪ KHÓA	
Titan xốp	
Thiêu kết xung plasma	
Áp lực ép	
Độ xốp	
Độ bền nén	

DOI: <https://doi.org/10.34238/tnu-jst.9789>

* Corresponding author. Email: khanh.dangquoc@hust.edu.vn

1. Giới thiệu

Hiện nay, vật liệu kim loại tương thích sinh học đang được sử dụng rộng rãi trong ngành phẫu thuật chỉnh hình. Các vật liệu này có tính tương thích sinh học và sự tương đồng về tính chất vật lý với mô tự nhiên. Nhu cầu về các vật liệu cấy ghép hiệu suất cao nhằm giải quyết những vấn đề về tim mạch, chấn thương, chỉnh hình, cột sống và nha khoa đã tăng lên đáng kể. Thị trường vật liệu cấy ghép sinh học trên toàn thế giới đạt khoảng 94,1 tỷ USD vào năm 2012 và tăng lên khoảng 134,3 tỷ USD vào năm 2017 [1]. Nhằm phục vụ cho nhu cầu xã hội, các nhà khoa học đang tập trung nghiên cứu để tạo ra các loại vật liệu y sinh mới có tính năng tốt. Trong kỹ thuật chỉnh hình, các mô cấy ghép thường được chế tạo bằng vật liệu kim loại hoặc hợp kim do có độ cứng và độ bền cơ học cao hơn so với vật liệu hữu cơ. Các loại kim loại phổ biến được sử dụng trong kỹ thuật chỉnh hình bao gồm kim loại vĩnh cửu (hợp kim của titan, thép không gỉ, hợp kim crom-coban...) và kim loại phân hủy sinh học (trên cơ sở hợp kim của ma-giê). Các mô cấy ghép sử dụng trong khớp gối, khớp cổ tay, xương đùi... thường được làm bằng các vật liệu kim loại vĩnh cửu [2]. Trong khi đó, các vật liệu có khả năng phân hủy sinh học thường được sử dụng cho các mô cấy ghép tạm thời và các phụ kiện sử dụng trong một khoảng thời gian nhất định [3]. Trong số những vật liệu mô cấy ghép, vật liệu titan xốp có nhiều ưu điểm nhất vì không chỉ có khả năng chống ăn mòn, mài mòn và tính chất cơ học tốt, mà mô đun đàn hồi và tỷ trọng của nó còn gần giống với xương người, tính tương thích sinh học cao, ổn định trong môi trường sinh lý của vật chất... [2], [4], [5].

Bên cạnh đó, vật liệu titan xốp chứa các lỗ xốp với các kích thước cỡ micro cho sự phát triển của mô xương, sự phân bố của các mạch máu, đường vận chuyển chất dinh dưỡng, chất thải. Ngoài ra, sự tồn tại của các lỗ xốp kín hoặc hở trong titan xốp không những giữ được độ bền cao, biến dạng dẻo lớn mà còn tạo ra mô đun đàn hồi thấp để tránh tạo ra chênh lệch ứng suất giữa xương tự nhiên và mô cấy ghép.

Trong các phương pháp chế tạo titan xốp ngày nay, kỹ thuật thường được sử dụng là luyện kim bột [6] - [8]. So với các phương pháp luyện kim bột thông thường để chế tạo các kim loại có mật độ cao như ép nóng, thiêu kết xung điện plasma (SPS) được biết đến như một phương pháp hiện đại giúp nhanh chóng tạo ra sản phẩm ở nhiệt độ thấp hơn. Đồng thời SPS có những ưu điểm vượt trội như thời gian thiêu kết ngắn, tốc độ nâng nhiệt nhanh là một phương pháp hiệu quả để nghiên cứu và sử dụng chế tạo vật liệu xốp hiện nay [9], [10]. Việc sử dụng quy trình thiêu kết trong thời gian ngắn rất hữu ích khi có yêu cầu cao về cấu trúc vi mô hạt mịn và độ xốp đồng đều. Trong quy trình SPS, một dòng điện xung được đưa vào trong khi tải bên ngoài được ghép nối, sau khi đặt bột vào khuôn graphite. Sau đó, hiện tượng chuyển giao và khuếch tán vật chất được tăng tốc do tạo ra plasma giữa các hạt ban đầu dẫn đến sự phân hủy và làm sạch các tạp chất oxit khỏi các lớp bề mặt. Hơn nữa, hiệu ứng Jun và biến dạng dẻo được hỗ trợ bởi áp suất dẫn đến khả năng cô đặc và thiêu kết tốt hơn [11], [12].

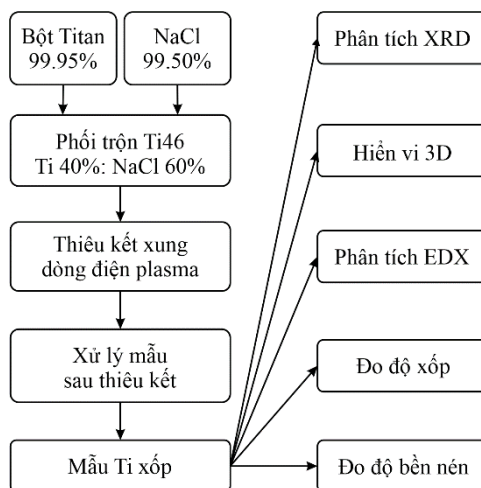
Ngoài yêu cầu cao về chất lượng của titan xốp thì thiêu kết cũng là một công đoạn vô cùng quan trọng. Thiêu kết là công đoạn cuối cùng của việc chế tạo titan xốp, ảnh hưởng của các thông số công nghệ như nhiệt độ thiêu kết, tốc độ nâng nhiệt, áp lực ép và thời gian thiêu kết là rất lớn. Mẫu thu được cần phải đạt độ xốp, cấu trúc và kích thước lỗ xốp phù hợp để các mô xương bám vào và phát triển.

Mỗi năm, nước ta phải nhập ngoại hàng trăm nghìn chi tiết cấy ghép các loại như: nẹp xương, răng giả, khớp giả, đinh vít, van tim, stent thông mạch máu, thậm chí làm vỏ não với giá thành cao và không chủ động được. Để phục vụ nhu cầu nội địa hóa, phát triển sản phẩm và giảm giá thành, nhóm chúng tôi đã lựa chọn nghiên cứu ảnh hưởng áp lực ép đến tính chất vật liệu Titan xốp chế tạo bằng phương pháp thiêu kết xung điện plasma.

2. Phương pháp nghiên cứu

2.1. Chế tạo vật liệu xốp

Vật liệu Titan xốp được chế tạo bằng phương pháp luyện kim bột, quy trình chế tạo được mô tả trong Hình 1. Trong đó bột Titan có kích thước trung bình nhỏ hơn 50 μm và đạt độ tinh khiết lớn hơn 99,95% (Fisher Scientific, Phần Lan), muối NaCl có độ sạch trên 99,5% (Macklin, Trung Quốc) với các hạt muối dạng lập phương nằm trong khoảng 200 - 250 μm .

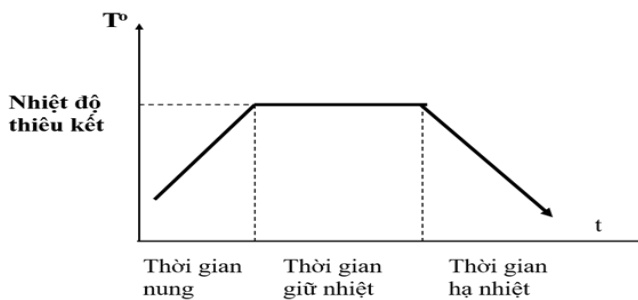


Hình 1. Quy trình chế tạo vật liệu titan xốp

Hỗn hợp bột Titan và NaCl (tỷ lệ Ti:NaCl tương ứng là 40:60% về khối lượng, được viết tắt là Ti46) được phối trộn bằng máy nghiền tang trống ngang trong môi trường có khí Ar bảo vệ, với các thông số được trình bày trong Bảng 1. Mục đích của phần công việc này nhằm trộn đồng đều bột Ti và NaCl, tăng diện tích tiếp xúc giữa chúng, để các lỗ xốp sau quá trình xử lý được đồng đều thuận lợi cho khả năng phát triển tế bào sau này.

Bảng 1. Các thông số phối trộn mẫu Ti46

Tỷ lệ bi:bột	3:1
Tốc độ vòng quay	50 vòng/ph
Thời gian trộn	5 h
Môi trường bảo vệ	Khí Argon



Hình 2. Sơ đồ thực nghiệm quá trình thiêu kết

Các mẫu bột hỗn hợp Ti46 sau khi phối trộn được đưa vào SPS bằng thiết bị LABOX - 625F (Sinterland, Nhật Bản, dự án SAHEP, Đại học Bách khoa Hà Nội). Trong đó, khuôn ép graphite hình trụ có đường kính trong 10 mm, hỗn hợp bột Ti46 được thiêu kết ở cùng một nhiệt độ 625 °C, tốc độ nâng nhiệt 100°/phút, giữ nhiệt trong 10 phút, áp lực ép lần lượt thay đổi là 20, 30, 40 và 50 Mpa. Các mẫu thiêu kết được tiến hành trong môi trường chân không (áp suất < 5 Pa); dòng 1 chiều có điện áp < 5 V, cường độ dòng điện trong khoảng 1000 - 2000 A. Sau thiêu kết, các mẫu được khuấy từ bằng nước khử ion tại 80 °C trong thời gian 6 - 8 h nhằm loại bỏ hoàn toàn muối NaCl trong mẫu thiêu kết. Sơ đồ thực nghiệm quá trình SPS được biểu diễn trong Hình 2.

2.2. Các phép phân tích

Cấu trúc pha, định hướng tinh thể và độ kết tinh của mẫu Ti46 được nghiên cứu trên máy nhiễu xạ tia X (XRD) của hãng PANalytical AERIS, Hà Lan (dự án SAHEP, Đại học Bách khoa Hà Nội). Đặc tính hình thái học bề mặt, cấu trúc xốp, hình dạng và kích thước lỗ xốp; phân tích thành phần nguyên tố bằng phổ tán xạ năng lượng tia X (EDX) được thực hiện bằng kính hiển vi điện tử quét (SEM), (JSM-200, JEOL, Nhật Bản, dự án SAHEP, Đại học Bách khoa Hà Nội) và kính hiển vi 3D kỹ thuật số VHX-7000, KEYENCE, Nhật Bản (dự án SAHEP, Đại học Bách khoa Hà Nội). Độ xốp của mẫu được xác định tại Trung tâm kiểm định Vật liệu xây dựng (VILAS 003) bằng phương pháp cân thủy tĩnh.

Các mẫu Ti46 đường kính 10 mm, chiều cao 12 mm được khảo sát độ bền nén bằng máy đo MTS, Mỹ (dự án SAHEP, Đại học Bách khoa Hà Nội).

Độ bền nén được xác định theo công thức:

$$\sigma_c = \frac{P}{S} \text{ (MPa)} \quad (1)$$

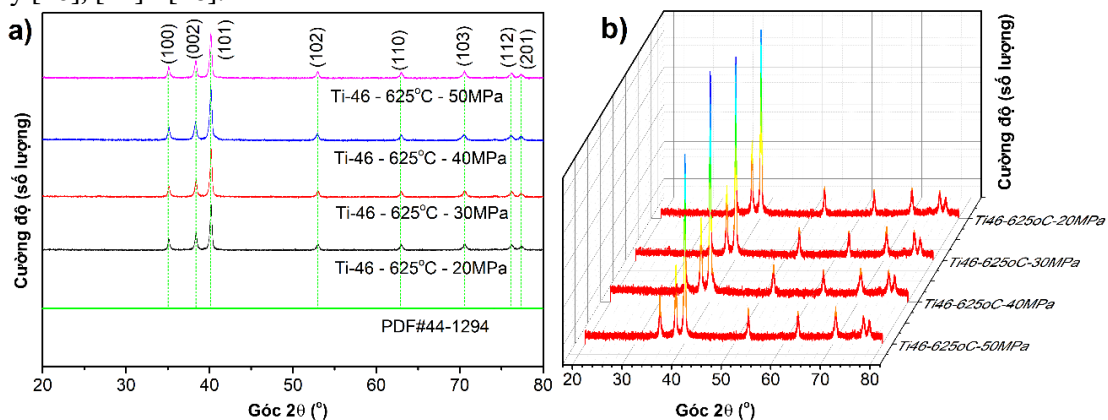
P: tải trọng đặt lên mẫu (N)

S: diện tích bề mặt (mm^2)

3. Kết quả thảo luận

3.1. Đặc trưng cấu trúc vật liệu titan xốp

Hình 3a là phổ nhiễu xạ tia X của các mẫu Ti46 được chế tạo bằng phương pháp SPS ở 625°C với các áp lực ép khác nhau. Tất cả các mẫu đều có các đỉnh nhiễu xạ tại các vị trí góc 2 θ : 35,093°; 38,421°; 40,17°; 53,004°; 62,949°; 70,66°; 76,218° và 77,368°. So sánh vị trí các đỉnh nhiễu xạ này hoàn toàn trùng hợp với phổ XRD của thẻ PDF#44-129. Tương ứng vị trí các đỉnh nhiễu xạ trên là định hướng của các mặt phẳng mạng tinh thể (100), (002), (101), (102), (110), (103), (112) và (201) được biểu diễn trong Hình 3a. Điều này cho thấy pha tinh thể duy nhất trong mẫu chế tạo được là pha α -Ti. Đồng thời các đỉnh nhiễu xạ có hình dạng khá sắc nét, có thể chỉ ra rằng các mẫu có độ kết tinh cao [13]. Trong các mẫu không thấy xuất hiện pha β -Ti khi nhiệt độ thiêu kết dưới 882 °C, các kết quả này là hoàn toàn phù hợp với những nghiên cứu trước đây [10], [14] - [16].



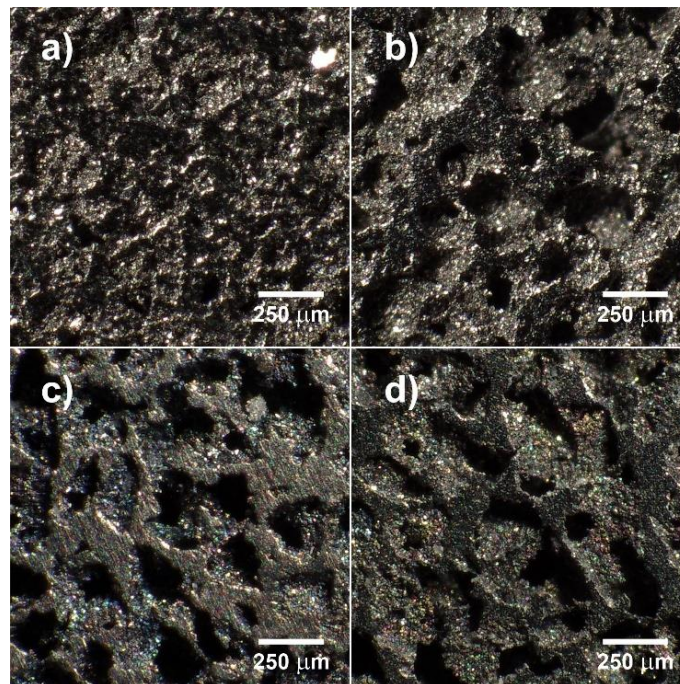
Hình 3. Phổ XRD của mẫu Ti46 chế tạo bằng phương pháp SPS ở nhiệt độ 625°C với các áp lực ép 20, 30, 40 và 50 MPa

Phổ XRD của các mẫu Ti46 được chế tạo bằng phương pháp SPS ở nhiệt độ thiêu kết 625 °C với các áp lực ép khác nhau từ 20 đến 50 MPa được biểu diễn trong Hình 3a cho thấy mẫu không có pha tạp, chỉ có pha tinh thể α -Ti và do đó, không có sự biến đổi pha rõ ràng nào xảy ra trong quá trình thiêu kết với các lực ép khác nhau. Trong Hình 3b, biểu diễn phổ XRD của các mẫu trong không gian 3D, các đỉnh nhiễu xạ không thay đổi vị trí (góc 2 θ), tuy nhiên, cường độ của

chúng tăng dần khi áp lực ép thiêu kết tăng từ 20 MPa, đạt giá trị lớn nhất ở 40 MPa sau đó giảm dần khi áp lực ép thiêu kết ở 50 MPa. Đặc điểm này cho thấy mẫu thiêu kết ở áp lực ép 40 MPa có độ kết tinh cao nhất. Thông thường nhiệt độ giữa bề mặt khuôn và thực tế bên trong mẫu luôn có sự chênh lệch nhất định trong quá trình thiêu kết. Độ dốc nhiệt độ xuyên tâm trong các mẫu dẫn điện là khoảng 79 °C tương ứng cho đường kính mẫu 20 mm [17], đồng thời việc kiểm soát nhiệt độ thiêu kết do sự chênh lệch nhiệt độ giữa tâm mẫu và nhiệt kế được không chế ở mức dưới 5 °C [16], [18]. Bột Titan là vật liệu dẫn điện với đường kính mẫu 10 mm, nhiệt độ thiêu kết là 625 °C, cộng với nhiệt độ chênh lệch kiểm soát 5°C và gradient nhiệt độ nhỏ hơn 79 °C vẫn thấp hơn nhiệt độ nóng chảy của NaCl (802 °C). Như vậy trong quá trình thiêu kết, khi áp lực ép thấp, muối NaCl chưa nóng chảy và không có bất cứ phản ứng kết hợp nào giữa Ti với oxy và làm phân ly Cl trong NaCl. Khi tăng dần áp lực ép thiêu kết, giúp cho việc kết tinh Ti được diễn ra tốt hơn. Tuy nhiên, khi lực ép đủ lớn, cùng với tốc độ nâng nhiệt là 100 °C/phút, ở vị trí cổ khuôn có thể dẫn đến việc các hạt Ti bị quá mức do điện trở tiếp xúc cục bộ cao, cao hơn nhiệt độ nóng chảy của NaCl. Vì thế, tại vị trí này, NaCl có thể bị nóng chảy cục bộ, làm ảnh hưởng trực tiếp đến quá trình kết tinh của Ti. Như vậy, với áp lực ép thiêu kết 40 MPa ở nhiệt độ 625 °C, mẫu có độ kết tinh cao nhất.

3.2. Đặc trưng hình thái bề mặt

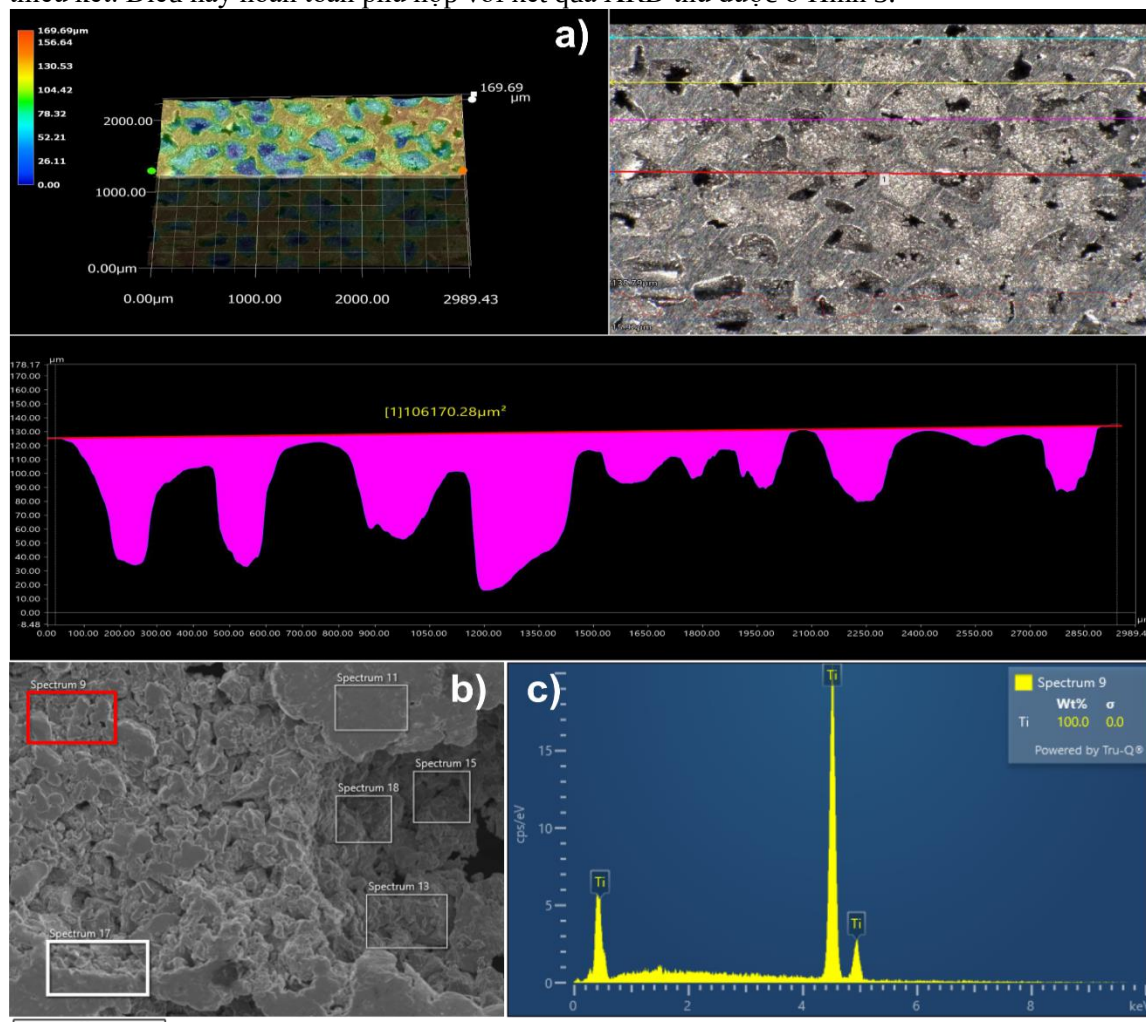
Hình 4 là ảnh hiển vi kỹ thuật số của bề mặt các mẫu thiêu kết Ti46 ở cùng nhiệt độ 625 °C với các áp lực ép khác nhau 20 MPa (Hình 4a), 30 MPa (Hình 4b), 40 MPa (Hình 4c) và 50 MPa (Hình 4d). Tất cả các ảnh trong Hình 3 có cùng độ phóng đại được biểu diễn với thang đo 250 μm . Nhận thấy các mẫu sau khi xử lý loại bỏ muối NaCl đều có cấu trúc xốp, các lỗ xốp được phân bố đều trong khối vật liệu, kích thước của chúng tăng dần ở các mẫu khi áp lực ép thiêu kết tăng.



Hình 4. Ảnh hiển vi kỹ thuật số của bề mặt mẫu Ti46 thiêu kết ở cùng nhiệt độ 625 °C với các áp lực ép khác nhau: a) 20 MPa, b) 30 MPa, c) 40 MPa và d) 50 MPa

Hình thái bề mặt của các mẫu được xử lý trực tiếp trên thiết bị hiển vi 3D kỹ thuật số. Việc xác định kích thước các lỗ xốp (bao gồm cả chiều sâu của các lỗ xốp) trên bề mặt mẫu, được biểu diễn trong Hình 5a. Thành phần các chất trong mẫu thiêu kết sau xử lý được phân tích bằng phổ

EDX (Hình 5b và c). Phổ EDX cho thấy các mẫu sau khi xử lý chỉ có Ti, không có sự xuất hiện các chất pha tạp, đồng thời trong mẫu không có các phản ứng giữa Ti với Na, Cl trong quá trình thiêu kết. Điều này hoàn toàn phù hợp với kết quả XRD thu được ở Hình 3.

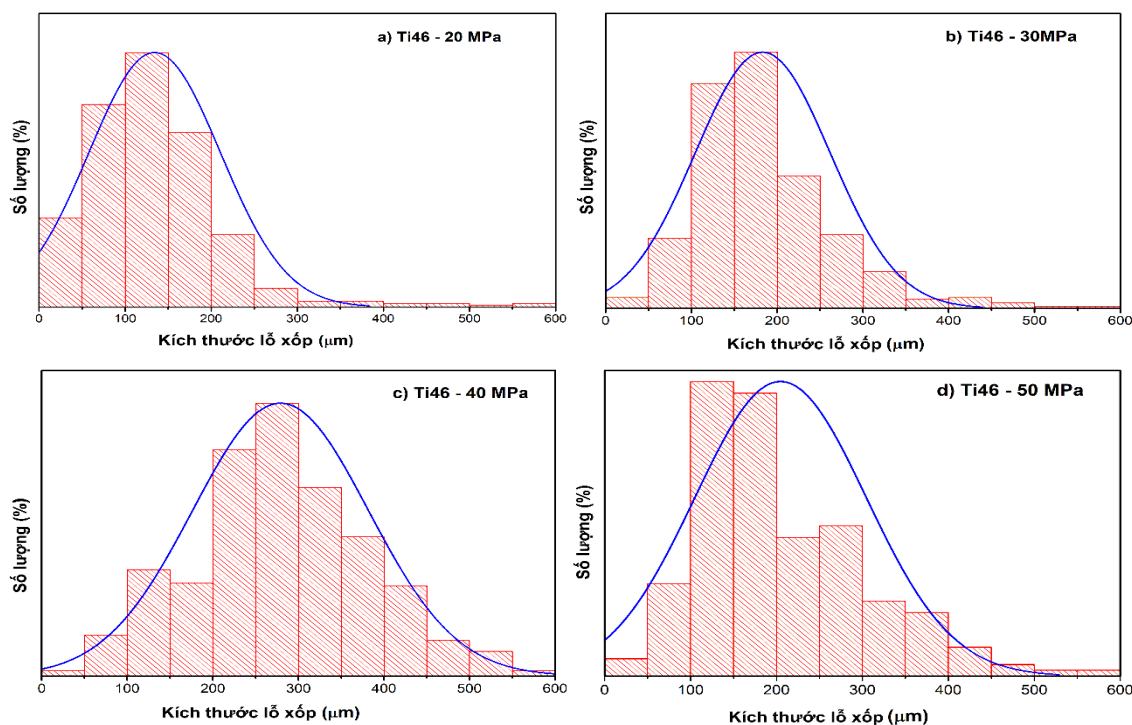


Hình 5. a) Ảnh hiển vi kỹ thuật số 3D, b) Ảnh SEM và c) Phổ EDX tương ứng vị trí hình chữ nhật màu đỏ trong ảnh b của mẫu Ti46 thiêu kết ở 625 °C với áp lực ép 40 MPa

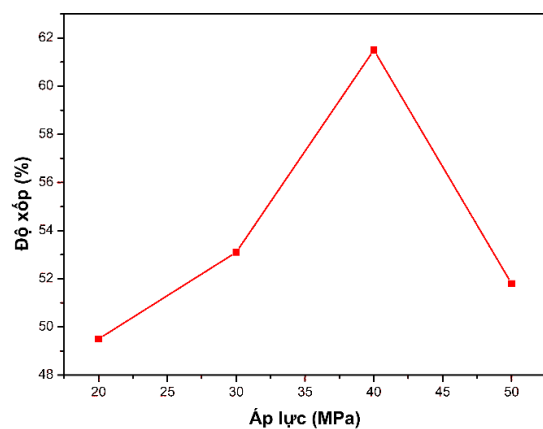
3.3. Phân bố kích thước lỗ xốp và độ xốp của mẫu

Để xác định độ xốp của mẫu có đường kính 10 mm, các lỗ xốp được xác định kích thước, hình dạng và chiều sâu tương ứng bằng thiết bị hiển vi 3D, sau đó chúng tôi sử dụng phần mềm ImageJ xác định kích thước và phân tích phân bố kích thước của các lỗ xốp trên bề mặt mẫu, kết quả được biểu diễn trong Hình 6, tương ứng với mẫu Ti46 - 20 MPa (Hình 6a), Ti46 - 30 MPa (Hình 6b), Ti46 - 40 MPa (Hình 6c) và Ti46 - 50 MPa (Hình 6d). Các kết quả cho thấy, với điều kiện thiêu kết ở 40 MPa, các lỗ xốp có kích thước nằm trong khoảng 200 - 300 μm chiếm ưu thế, đồng thời tỷ lệ lỗ xốp liên thông đạt trên 60%. Với cấu trúc vi mô của các lỗ xốp tối ưu cho hệ thống được sử dụng trong cấy ghép xương có kích thước lớn hơn 200 μm. Như vậy với các mẫu Ti46 thiêu kết ở lực ép 40 MPa là phù hợp cho tiềm năng ứng dụng trong cấy ghép xương.

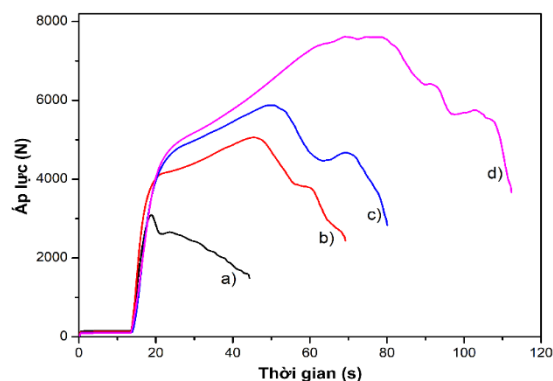
Độ xốp của mẫu sau thiêu kết ở cùng nhiệt độ 625 °C với các áp lực ép khác nhau được biểu diễn trên Hình 7. Kết quả cho thấy rằng, các mẫu Ti46 xốp sau thiêu kết có độ xốp tăng dần (từ 49,5 đến 61,5%) khi tăng áp lực ép tương ứng từ 20 đến 40 MPa. Tuy nhiên, khi áp lực ép tiếp tục tăng đến 50 MPa, độ xốp của mẫu Ti46 lại giảm.



Hình 6. Phân bố kích thước lỗ xốp bề mặt các mẫu Ti46 thiêu kết ở cùng nhiệt độ 625°C với các áp lực ép khác nhau: a) 20 MPa, b) 30 MPa, c) 40 MPa và d) 50 MPa



Hình 7. Ảnh hưởng của áp lực ép thiêu kết đến độ xốp của mẫu thiêu kết Ti46



Hình 8. Đường cong ứng suất bền nén của các mẫu Ti46 thiêu kết ở nhiệt độ 625 °C, tương ứng với các áp lực ép khác nhau: a) 20 MPa, b) 30 MPa, c) 40 MPa và d) 50 MPa

Giải thích cho điều này, khi áp lực ép tăng, tốc độ khuếch tán nguyên tử giảm làm cho các lỗ xốp có kích thước lớn dần đồng thời số lỗ xốp cũng nhiều hơn. Tuy nhiên áp lực ép tiếp tục tăng quá mức, khi đó các hạt bột bị biến dạng dẻo làm tăng diện tích tiếp xúc và làm giảm kích thước khoảng trống, từ đó độ xốp giảm đồng thời kích thước các lỗ xốp cũng giảm đáng kể. Với độ xốp lớn hơn 60% này, mẫu Ti46 - 40 MPa phù hợp với tiềm năng ứng dụng trong y sinh.

3.4. Độ bền nén của mẫu

Hình 8 cho thấy biểu đồ ứng suất bền nén của các mẫu Ti46 ở nhiệt độ 625 °C, tương ứng với các áp lực ép khác nhau: a) 20 MPa, b) 30 MPa, c) 40 MPa và d) 50 MPa. Kết quả cho thấy độ bền nén của mẫu Ti46 - 50 MPa có giá trị lớn nhất (cỡ 95,5 MPa) và của mẫu Ti46 - 20 MPa là

nhỏ nhất (cỡ 38,2 MPa), trong khi đó, các mẫu Ti46 - 30 MPa và Ti46 - 40 MPa có độ bền nén nằm trong khoảng 63,7 MPa. Điều này là hoàn toàn phù hợp với các kết quả thu được của kích thước lỗ xốp và độ xốp đã phân tích ở trên. Các mẫu Ti46 - 30 MPa, Ti46 - 40 MPa có cấu trúc xốp cao và độ bền cao nên có tính tương thích trong lĩnh vực cấy ghép xương.

Ngoài độ bền nén, mô đun đàn hồi cũng là một đặc trưng cơ tính quan trọng, nó là thước đo độ cứng của vật liệu. Trên đường cong ứng suất biến dạng, mô đun đàn hồi là độ dốc của đường cong ứng suất biến dạng trong phạm vi tỷ lệ tuyến tính của ứng suất và biến dạng (vùng biến dạng đàn hồi). Vật liệu càng cứng, mô đun đàn hồi càng cao. Kết quả mô đun đàn hồi của mẫu Ti46 thiêu kết tại nhiệt độ 625 °C với các áp lực ép khác nhau được trình bày trong bảng 2.

Bảng 2. Mô đun đàn hồi của mẫu Ti46 thiêu kết ở nhiệt độ 625 °C, tương ứng với các áp lực ép khác nhau: a) 20 MPa, b) 30 MPa, c) 40 MPa và d) 50 MPa

Mẫu thí nghiệm	Nhiệt độ thiêu kết (T, °C)	Áp lực ép (P, MPa)	Mô đun đàn hồi (GPa)
a	625	20	0,384
b		30	0,420
c		40	0,426
d		50	0,441

Từ kết quả trên Bảng 2, ta thấy mô đun đàn hồi các mẫu Ti46 tăng dần trong khoảng 0,384 - 0,441 GPa khi áp lực ép tăng dần, tỷ trọng vật liệu thiêu kết tăng dần và do đó mô đun đàn hồi của chúng tăng dần. Có thể nhận thấy rằng áp lực ép ảnh hưởng lớn đến mô đun đàn hồi của mẫu.

Mô đun đàn hồi và độ bền nén của xương người lần lượt nằm trong khoảng từ 0,01 đến 30 GPa và 0,2 đến 200 MPa. Các kết quả trong nghiên cứu này cho thấy vật liệu Ti46 được thiêu kết ở nhiệt độ 625 °C hoàn toàn đáp ứng được yêu cầu ứng dụng trong lĩnh vực cấy ghép mô tế bào xương.

4. Kết luận

Trong bài báo này, chúng tôi đã nghiên cứu ảnh hưởng của áp lực ép đến cấu trúc và hình thái bề mặt, sự phân bố kích thước các lỗ xốp và độ xốp, độ bền nén của mẫu. Các mẫu thiêu kết ở cùng 625 °C với tốc độ nâng nhiệt 100 °C/phút với áp lực ép thay đổi từ 20 đến 50 MPa. Kết quả cho thấy độ xốp của các mẫu tăng dần khi áp lực ép tăng từ 20 - 40 MPa. Tuy nhiên khi áp lực ép tiếp tục tăng thì độ xốp của mẫu lại giảm và độ bền nén tăng lên đáng kể. Mẫu ở 625 °C với lực ép 40 MPa đạt độ xốp cao nhất là 61,5%, kích thước lỗ xốp tập trung trong khoảng 200 - 350 µm. Đồng thời độ bền nén và mô đun đàn hồi của vật liệu chế tạo được lần lượt trong khoảng 38,2 - 95,5 MPa và 0,384 - 0,441 GPa là hoàn toàn phù hợp để có thể ứng dụng vật liệu này trong lĩnh vực y sinh với độ tương thích sinh học cao, lỗ xốp phù hợp cho sự phát triển các tế bào xương.

Lời cảm ơn

Nghiên cứu này được tài trợ bởi Bộ Giáo dục và Đào tạo thông qua đề tài Mã số CT2022.03.BKA.02.

TÀI LIỆU THAM KHẢO/ REFERENCES

- [1] K. Prasad *et al.*, "Metallic biomaterials: Current challenges and opportunities," *Materials*, vol. 10, no. 8, 2017, doi: 10.3390/ma10080884.
- [2] M. Prakasam, J. Locs, K. Salma-Ancane, D. Loca, A. Largeteau, and L. Berzina-Cimdina, "Biodegradable materials and metallic implants-A review," *Journal of Functional Biomaterials*, vol. 8, no. 4, Sep. 26, 2017, doi: 10.3390/jfb8040044.
- [3] Y. F. Zheng, X. N. Gu, and F. Witte, "Biodegradable metals," *Materials Science and Engineering R: Reports*, vol. 77, pp. 1–34, 2014, doi: 10.1016/j.mser.2014.01.001.
- [4] A. Kumar, Y. Gori, A. Kumar, C. S. Meena, and N. Dutt, *Advanced Materials for Biomedical Applications*. Boca Raton: CRC Press, 2022, doi: 10.1201/9781003344810.

-
- [5] H. Li, S. M. Oppenheimer, S. I. Stupp, D. C. Dunand, and L. C. Brinson, "Effects of Pore Morphology and Bone Ingrowth on Mechanical Properties of Microporous Titanium as an Orthopaedic Implant Material," *Mater Trans*, vol. 45, no. 4, pp. 1124–1131, 2004, doi: 10.2320/matertrans.45.1124.
- [6] Z. H. Zhang, Z. F. Liu, J. F. Lu, X. B. Shen, F. C. Wang, and Y. D. Wang, "The sintering mechanism in spark plasma sintering - Proof of the occurrence of spark discharge," *Scr. Mater.*, vol. 81, pp. 56–59, 2014, doi: 10.1016/j.scriptamat.2014.03.011.
- [7] T. Borkar, S. Nag, Y. Ren, J. Tileý, and R. Banerjee, "Reactive spark plasma sintering (SPS) of nitride reinforced titanium alloy composites," *J. Alloys Compd.*, vol. 617, pp. 933–945, 2014, doi: 10.1016/j.jallcom.2014.08.049.
- [8] A. S. Namini, S. N. S. Gogani, M. S. Asl, K. Farhadi, M. G. Kakroudi, and A. Mohammadzadeh, "Microstructural development and mechanical properties of hot pressed SiC reinforced TiB₂ based composite," *Int. J. Refract. Metals Hard Mater.*, vol. 51, pp. 169–179, 2015, doi: 10.1016/j.ijrmhm.2015.03.014.
- [9] M. Eriksson, Z. Shen, and M. Nygren, "Fast densification and deformation of titanium powder," *Powder Metallurgy*, vol. 48, no. 3, pp. 231–236, 2005, doi: 10.1179/174329005X71939.
- [10] M. Zadra, F. Casari, L. Girardini, and A. Molinari, "Microstructure and mechanical properties of cp-titanium produced by spark plasma sintering," *Powder Metallurgy*, vol. 51, no. 1, pp. 59–65, 2008, doi: 10.1179/174329008X277000.
- [11] R. Chaudhari and R. Bauri, "Reaction mechanism, microstructure and properties of Ti-TiB in situ composite processed by spark plasma sintering," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 587, pp. 161–167, 2013, doi: 10.1016/j.msea.2013.08.069.
- [12] A. S. Namini, M. Azadbeh, and M. S. Asl, "Effect of TiB₂ content on the characteristics of spark plasma sintered Ti-TiB_w composites," *Advanced Powder Technology*, vol. 28, no. 6, pp. 1564–1572, 2017, doi: 10.1016/j.appt.2017.03.028.
- [13] M. S. Asl, A. S. Namini, A. Motallebzadeh, and M. Azadbeh, "Effects of sintering temperature on microstructure and mechanical properties of spark plasma sintered titanium," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 203, pp. 266–273, 2018, doi: 10.1016/j.matchemphys.2017.09.069.
- [14] N. Lou, B. Zhu, L. Luo, Y. Zhang, and Z. Meng, "Enhancement of In Vitro Bioactivity of One-Step Spark Plasma Sintered Porous Titanium by Alkali-Treatment," *Metals (Basel)*, vol. 12, no. 12, 2022, doi: 10.3390/met12122004.
- [15] I. M. Makena, M. B. Shongwe, R. Machaka, and M. S. Masete, "Effect of spark plasma sintering temperature on the pore characteristics, porosity and compression strength of porous titanium foams," *SN Appl. Sci.*, vol. 2, no. 4, pp. 1–8, 2020, doi: 10.1007/s42452-020-2258-6.
- [16] F. Zhang, E. Otterstein, and E. Burkel, "Spark plasma sintering, microstructures, and mechanical properties of macroporous titanium foams," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 12, no. 9, pp. 863–872, 2010, doi: 10.1002/adem.201000106.
- [17] S. G. Huang, K. Vanmeensel, O. V. D. Biest, and J. Vleugels, "Development of ZrO₂-WC composites by pulsed electric current sintering," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 27, no. 10, pp. 3269–3275, 2007, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2006.11.079.
- [18] K. Vanmeensel, A. Laptev, J. Hennicke, J. Vleugels, and O. V. D. Biest, "Modelling of the temperature distribution during field assisted sintering," *Acta Mater.*, vol. 53, no. 16, pp. 4379–4388, 2005, doi: 10.1016/j.actamat.2005.05.042.