

سیزدهمین سمینار سالانه جامعه ریخته‌گران ایران

۲۸ تا ۳۰ خرداد ۱۳۸۰

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی

دانشگاه علم و صنعت ایران

تأثیر روش ساخت بر ریز ساختار و خواص مکانیکی آلیاژ نایتینول

سید حامد میرابوالقاسمی^(۱)، علیرضا سلاجی^(۲)، احسان حائری^(۳)، سید خطیب‌الاسلام صدرنژاد^(۴)

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی و علم مواد دانشگاه صنعتی شریف

۲- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی و علم مواد دانشگاه صنعتی شریف

۳- دانشجوی کارشناسی، دانشکده مهندسی و علم مواد دانشگاه صنعتی شریف

۴- استاد دانشکده مهندسی و علم مواد دانشگاه صنعتی شریف

چکیده:

پرکاربردترین آلیاژ حافظه دار، نایتینول نام دارد. مهمترین مشکل این آلیاژ، کم بودن کارپذیری و دشواری شکل‌دهی گرم است. از آنجائیکه کارپذیری، تابع ریز ساختار و آلیاژ است و این دو به روش ساخت بستگی دارند، لذا بررسی روش ساخت این آلیاژ، اهمیت بسزایی دارد. در این مقاله، تأثیر دو روش ذوب و ریخته‌گری تحت خلاء (VIM) و آلیاژ سازی مکانیکی، همراه با زینتر سازی بعدی، بر ریز ساختار و خواص مکانیکی این آلیاژ، بررسی شده‌اند. لذا، این نوشتار شامل دو قسمت عمده است، یک قسمت شامل نتایج مطالعه ساختار متالوگرافیک حاصل از ریخته‌گری و یافتن عوامل شکست حین نورد و بررسی اثر کار ترمومکانیکی برای غلبه بر خواص نامطلوب رسوبها و قسمت دیگر، شامل نتایج مطالعه بر روی ریز ساختار حاصل از روش آلیاژ سازی مکانیکی و مقایسه آن با نتایج حاصل از ریخته‌گری می باشد.

مقدمه

حضور فازهای تعادلی و غیر تعادلی در زمینه آلیاژ Ni-Ti، منشاء آثار متفاوتی است. کارهای انجام گرفته، تاکنون بیشتر بر مطالعه روی اثر رسوبها بر حافظه داری [۱، ۲]، تأثیر آنها بر ایجاد فاز میانی موسوم به فاز "R" [۳]، ساختار کریستالی و الکترونی رسوبها [۴] و کاهش عمر خستگی (بخاطر حضور ذرات TiC) [۵] و تأثیر آنها بر دماهای تغییر حالت [۲]، متمرکز بوده است. در این میان کار روی اثر این فازها بر کارپذیری این آلیاژ بسیار کم بوده است. در تحقیق حاضر، رابطه بین رسوبهای تعادلی و غیر تعادلی و مکانیزم تأثیر آنها بر کارپذیری جستجو شده است و از آنجائیکه روشهای ساخت متفاوت برای این آلیاژ وجود دارد، میزان این ذرات در نمونه های تهیه شده به روش آلیاژ سازی مکانیکی با میران ذرات در نمونه های ریخته‌گری شده، مقایسه شده است.

روش تحقیق

ابتدا نمونه ها به روش ریخته‌گری تحت خلاء (VIM) تولید شدند. (جدول ۱) سپس نمونه ها در دمای ۱۰۰۰ °C در خلاء، به مدت ۵ ساعت آنبیل و در دمای ۸۵۰ °C نورد شدند. سپس نمونه های مشابهی تحت عملیات ترمومکانیکی (سیکل همدم شدن تا ۸۰۰ °C و چکش کاری پس از خروج از کوره تا دمای سرخی نمونه)، قرار گرفتند. همچنین، نمونه‌های مشابهی، تست فشار تهیه شد. این تست، در دمای محیط صورت گرفت. از سوی دیگر برای تهیه نمونه به

روس آلیاژ سازی مکانیکی، پودرهای نیکل و تیتانیم با نسبت ۵۰/۵۰ اتمی با هم مخلوط و به مدت ۱۰، ۱۲، ۱۴، ۱۶ و ۱۸ ساعت آسیاب کاری شدند تا عملیات آمرف شدن، کاملاً صورت بگیرد. سپس تحت فشار ۵۰۰ مگاپاسکال، نمونه تهیه و در کوره خلاء 5×10^{-5} torr در دمای 1000°C و به مدت ۴ ساعت تفجوشی صورت گرفت. در نهایت، از نمونه ها در مراحل مختلف ذکر شده در بالا، نمونه های متاگرافی تهیه و مطالعه شدند. محلول اچ $\text{H}_2\text{O}:\text{HNO}_3:\text{HF}$ destilled به نسبت ۵:۴:۱ و مدت زمان اچ، از ۱۰ تا ۱۵ ثانیه بود.

نتایج و بحث

نمونه های تهیه شده به روش ریخته گری و آنیل شده، در دمای 850°C نورد شدند، اما همه در پاسهای اول و دوم ترک طولی و عرضی خوردند (شکل ۱ و ۲). نمونه هایی که تحت عملیات ترمومکانیکی قرار گرفتند، حدود ۲۰٪ کاهش (Reduction) از خود نشان دادند (پس از حدود ۱۰ سیکل). نمونه های تست فشار شده که از نمونه های نورد شده تهیه شدند، اصلاً از خود، کارپذیری نشان نداده و در ناحیه الاستیک شکستند (شکل ۳). با متالوگرافی، در زمینه نمونه ها چهار نوع ذره مشاهده شد که این ذرات (A, B, C, D) در شکل های ۴ تا ۶ مشخص شده اند. حضور ذرات (تعادلی و غیر تعادلی) در آلیاژ، علل مختلفی دارد. اولین علت حضور ذرات ناخواسته تعادلی، خروج ترکیب آلیاژ از ترکیب کلی (Overall) مشخص شده روی دیگرام فاز است. انحراف از ترکیب استوکیومتری (۵۰/۵۰ اتمی)، به چپ یا راست، باعث حضور ذرات Ti_2Ni و Ni_3Ti تعادلی در زمینه می گردد. علت دوم حضور این ذرات، زمان و دمای آنیل است. با توجه به اینکه تشکیل ذرات Ni_3Ti و Ti_2Ni در اثر تجزیه فاز گاما (B2) صورت می گیرد، [۶] همانند سایر تغییر فازهای نفوذی در حالت جامد، زمان آنیل کردن و دمای آن نقش مهمی در تشکیل این ذرات، ایفا می کنند. در دماهای آنیل بالا، در مراحل اولیه، ترکیبات غیر تعادلی Ti_3Ni و Ni_3Ti_2 به وجود می آیند. به عنوان مثال، وقتی یک آلیاژ پر نیکل پیر سازی شود، فاز Ni_3Ti_4 تشکیل خواهد شد که با حرارت دادن بیشتر به Ni_3Ti تعادلی تبدیل می شود [۷ و ۸]. علت سوم، محیط ساخت است. به عنوان مثال، نوع اتمسفر ریخته گری و میزان تمیزی آن، اثر مهمی بر حضور رسوبهای بین فلزی مثل $\text{Ti}_4\text{Ni}_2\text{O}$ و $\text{Ti}_4\text{Ni}_2\text{N}$ دارد [۹].

از میان این چهار ذره مشاهده شده (A, B, C, D)، ذرات سفید درشت A، $\text{Ti}_4\text{Ni}_2\text{O}$ و ذرات دندربیتی D، $\text{Ti}_4\text{Ni}_2\text{N}$ می باشند [۹]. مقدار زیاد ذرات A در یک نمونه باعث ترد شدن شدید آلیاژ می شود، برخلاف آن، ذرات دندربیتی D در تردی آلیاژ اثری ندارند و تحت کار ترمومکانیکی خرد می شوند [۹]. اما در صد حجمی این ذرات، در این آلیاژهای بسیار کم بود و تردی زیاد نمونه ها نمی توانست بدلیل وجود فاز A باشد (شکل ۷). در میان چهار نوع ذره ذکر شده، در صد رسوبهای B بسیار بیشتر از سایرین است. این ذرات در نمونه های عملیات حرارتی نشده، بسیار پراکنده اند، اما عکسهای گرفته شده حکایت از نزدیک شدن، بهم پیوستن و افزایش میزان این ذرات دارد (شکل ۸).

برای بررسی ارتباط بین این ذرات و کارپذیری، تست ریزسختی روی این ذرات صورت گرفت که نتایج آن در جدول ۲ آمده است. همانطور که از داده های جدول پیداست، سختی این ذرات بسیار بیشتر از زمینه است. از طرف دیگر، عکسهای بدست آمده حاکی از رشد ترک از طریق این فاز در نمونه است (شکل ۹ و ۱۰). برای تشخیص جنس این ذرات تست EPMA (Electron Prop Micro Analyselectron) انجام شد (جدول ۳). همانطور که از ترکیب ذرات سفید B پیداست این ذرات Ni_3Ti هستند.

ذرات Ni_3Ti ، ساختار کریستالی رومبوهدرال دارند [۱۰]. تفاوت در ساختار فاز Ni_3Ti و فاز مادر (B2)، باعث بوجود آمدن تنش در اطراف رسوبهای می شود. به عبارتی، توزیع تنش در کل حجم یکنواخت نیست [۱۱]. این تمرکز تنش باعث به وجود آمدن ترکهایی در فصل مشترک با زمینه، در اثر کار گرم می شود [۱۲]. که عامل مهمی در جوانه زنی ترک،

است. از طرف دیگر سختی این ذرات بسیار بالاست و به علاوه تردند (جدول ۳)، که باعث می شود مسیر مناسبی برای رشد ترک، فراهم گردد. به علاوه تجزیه فاز مادر به Ni_3Ti_4 باعث بوجود آمدن نابجایی های Misfit در سطح مشترک رسوب/زمینه می شود و انرژی نقص چیده شدن (Stacking Fault Energy) را کم می کند [۶] و مکان مناسبی برای رسوب گذاری رسوبهای غیر تعادلی Ti_3Ni_4 در اطراف رسوبهای قبلی می شود [۲]. به علاوه، با آنیل کردن در دماهای بالای $500^{\circ}C$ علاوه بر امکان رسوب ذرات غیر تعادلی Ti_3Ni_4 ، رسوب ذرات غیر تعادلی Ti_2Ni_3 نیز ممکن است بوجود آید [۱۳]، که هر دو در دماهای بالا به فاز Ni_3Ti تبدیل می شوند [۲ و ۳] و این می تواند عامل بیشتر شدن و پیوسته شدن این فاز بعد از آنیل در دماهای حدود $1000^{\circ}C$ نسبت به نمونه های قبل از آنیل باشد. با مشاهده این زنجیره، به نظر رسید که با عملیات ترمومکانیکی مناسب، می توان بر پیوستگی آن غلبه کرد. این کار صورت گرفت که اثر آن در خرد کردن و پراکنده کردن ذرات، مشهود است (شکل ۱۱). کاهش حدود ۲۰ درصدی (Reduction) در نمونه ها در اثر چکش کاری، اثر نسبتاً مناسب سیکل ترمومکانیکی را نشان می دهد. از طرف دیگر، در نمونه های بدست آمده از روش آلیاژ سازی مکانیکی، دو نوع رسوب در زمینه مشاهده می شود (رسوبهای گوشه دار و رسوبهای گرد). برای تشخیص این ذرات تست EPMA صورت گرفت که نتایج آن در جدول ۴ آمده است. شکل های ۱۲ تا ۱۶ عکسهای مربوط به نمونه های 10° ، 12° ، 14° ، 16° و 18° ساعت آسیاب کاری شده را نشان می دهند. همانطور که از جدول پیداست، عمده ترین رسوبهای Ni_3Ti (گوشه دار B) و ترکیب غیر تعادلی Ni_3Ti_2 (تیره تر ریز، I) اند، که در اثر حرارت بیشتر به Ni_3Ti تبدیل می شوند [۹ و ۱۰]. همانطور که از عکسهای پیداست (در مساحت یکسان) میزان این رسوبها در مقایسه با روش ریخته گری، بسیار کمتر است، اما کاهش دادن بیشتر اینها، عامل مهمی در بهبود هر چه بیشتر خواص این آلیاژ است و لذا اثر زمان آسیاب کاری بر میزان رسوبها با استفاده از روشهای آنالیز تصویری محاسبه گردید که نتایج آن را در شکل ۱۷ مشاهده می شود. همانطور که پیداست افزایش زمان آسیاب کاری از 15 تا 18 ساعت از میزان این رسوبها می کاهد، در اینجا البته مکانیزم حضور این ذرات در قطعات آلیاژ سازی مکانیکی شده با قطعات ریخته گری شده، کاملاً متفاوت است. در اثر انجام عملیات آلیاژ سازی مکانیکی، در اثر وقوع فرآیند نفوذ، ترکیب شیمیایی پودرها تغییر کرده و به سمت ترکیب استوکیومتری اولیه یعنی $50-50$ می رود، که حین فرآیند تفتوشی نیز ادامه خواهد یافت، لذا با توجه به یکسان نبودن حرکت ترکیب شیمیایی تمام ذرات به سمت ترکیب $50-50$ ، برخی از آنها در نزدیکی Ni_3Ti یا ترکیبات دیگر متوقف می شود. با افزایش زمان آسیاب کاری تعداد بیشتری از ذرات پودر موفق می شوند که از این ترکیب فرار کرده و خود را به ترکیب $50-50$ نزدیک کنند، لذا با افزایش زمان آسیاب کاری، میزان رسوبها کمتر خواهد شد. البته روند غیر عادی افزایش ذرات برای زمانهای 10 تا 12 ساعت آسیاب کاری، بدلیل بیشتر بودن نسبت وزن گلوله به پودر برای نمونه های آسیاب کاری شده بمدت 10 ساعت نسبت به نمونه های 12 ساعت آسیاب کاری شده است. این نشان می دهد که تغییر نسبت وزن گلوله به پودر هم عامل مهمی در کاهش این رسوبهاست [۱۴]. در مجموع، در روش آلیاژ سازی میزان این رسوبها و خروج از ترکیب استوکیومتری بسیار کمتر است و باینجه سازی زمان آسیاب کاری و نسبت وزنه گلوله به پودر می توان همین مقدار را نیز به حداقل ممکن رساند.

نتیجه گیری

۱. مهمترین عامل شکست نمونه های ریخته گری شده تحت خلاء، رشد و بهم پیوستن رسوبهای Ni_3Ti در دماهای بالاست.
۲. با توجه به ریخته گری مشکل این آلیاژ و خروج از ترکیب استوکیومتری، سیکل ترمومکانیکی بعدی، قبل از عملیات شکل دادن مثل نورد، می تواند عامل مهمی در بازیابی کار پذیری این آلیاژ باشد.

۳. در آلیاژ سازی مکانیکی، خروج از ترکیب استوکیومتری کمتر و میزان رسوبهای Ni₃Ti کمتر است، که با افزایش زمان آسیاب کاری می توان این رسوبها را به حداقل رساند
۴. در روش آلیاژ سازی مکانیکی ذرات اکسیژن دار و نیتروژن دار دیده نمی شود.

تشکر و قدردانی

بدین وسیله از همکاری صمیمانه آقای دلیر صوفی احمدی که بخشی از این تحقیق مدیون زحمات ایشان است و نیز آقایان احمدیان، نسودی و دانش مسلک، مسئولین محترم آزمایشگاههای دانشکده مهندسی و علم مواد دانشگاه صنعتی شریف، تشکر و قدردانی مینمائیم.

منابع و مراجع

- 1- S.Miyazaki,Otsuka, *Met. trans.* , 17A , 1986,P 53
۲. فرامرز مشهدی، پروژه کارشناسی ارشد، دانشکده متالورژی دانشگاه صنعتی شریف، تابستان ۱۳۷۴
- 3- M.Nishida , T.Honma , *Scripta Metall.* , 18 , 1984 ,P 1293
- 4- T.Fukuda ,T. Kakeshita , H. Houjon,S. Shirashi , T. saburi , *Matsic& Eng. A* 273 -275,P166-169, 1999.
- 5- Miyazaki , *Proc. SMA Tech . conf.*, 15 -17 Aug 1988.Michigan state university, Couner Int.Ltd ,P394.
- 6- D. Koskimaki , M. G. Marcinkowski , A. S.Saburi , *Trans. AIME* 245 , 1969,P 1883.
- 7- T. Fukuda , T. Kakeshita , H.Hojouh , s. shirashi , T. saburi , *Mat. sci & Eng A*273 -275, 1999 ,P 166-169.
- 8- k. Otsuka ,X .Ren, *Mat. Sci & Eng. A*273-275, 1999,P 89 -109.
- 9- Rozner , Heintzelman, Buehler & Gilfrich , *Trans . of ASM*, Vol 58 , 1965,P 415-418.
- 10- M.Nishida , C.M Weyman , T . Honma , *Met.trans.* 17(A), 1986,P 1505.
- 11- M.J.Hytc , ph. Vermaut , J. malarria , R. portier , *Mat. sci. & Eng. A* 273 -275, 1999,P 266-270.
- 12- R.N Melton,*ProcSMA Tech.Conf.*P21,15-17 Aug,1998.Michigan state university ,Courier Luter.Ltd.
- 13- C.Y.Xie.et al., *Ser.Metall.* 23 ,1989,P2131.
۱۴. علیرضا سلاجی، پروژه کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی و علم مواد دانشگاه صنعتی شریف، زمستان، ۱۳۷۹.

جدول ۱. مشخصات نمونه‌های ریخته‌گری شده

نمونه‌ها	مواد اولیه	زمان ذوب (دقیقه)	فشار خلا (Torr)
۱	تیتانیم اسفنجی خلوص بالا و نیکل کاندی	۲۵	۱۰ ^{-۲}
۲	شمش تیتانیم با اضافه نیکل کاندی	۷	۱۰ ^{-۲}
۳	شمش تیتانیم با اضافه نیکل کاندی	۵	۱۰ ^{-۳}

جدول ۲. نتایج تست ریزسختی

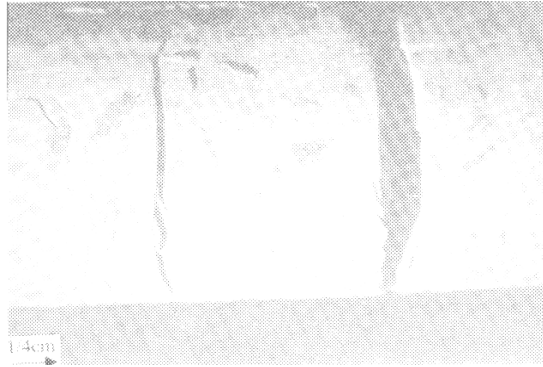
فاز	میزان بار	عدد ریزسختی (Knoop)	انحراف معیار
سفتید (B)	۲۵P	۷۲۴/۱۷	۱۶/۸
سفتید (B)	۵۰P	۷۳۶/۵	۲۳/۸۷
زمینه	۵۰P	۴۵۲	۳۴/۱۳

جدول ۳. نتایج تست EPMA برای نمونه‌های ریخته‌گری شده

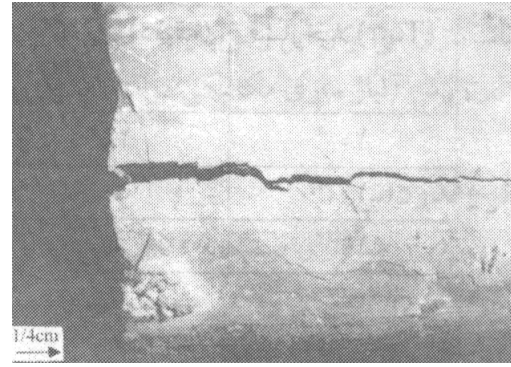
ذرات	درصد اتمی نیکل	درصد اتمی تیتانیم
B	۷۳/۹۱۵	۲۶/۰۲
زمینه	۵۱/۷۳۵	۴۸/۱۵۱

جدول ۴. نتایج تست EPMA برای نمونه‌های آلباز ساری مکانیکی شده

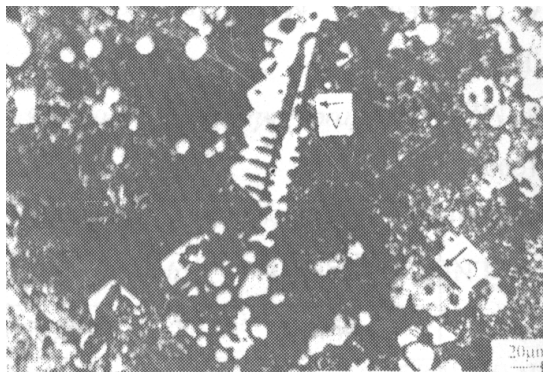
فاز	درصد اتمی نیکل	درصد اتمی تیتانیم
رسوبهای گوشه دار B	۷۵/۶	۲۷/۲
رسوبهای گرد E	۵۷/۷۶	۴۲/۵۷
زمینه	۴۹/۳۶۱	۵۰/۶۹۳



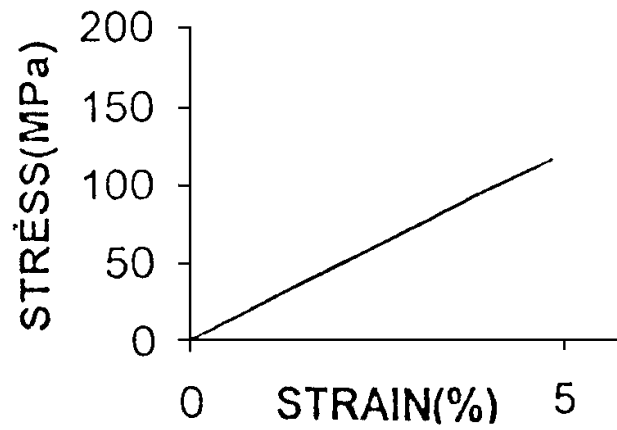
شکل ۲ ترکهای عرضی در نمونه ریخته گری و نورد شده



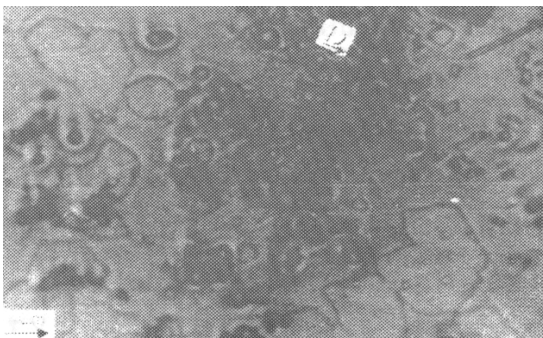
شکل ۱ ترک طولی در نمونه ریخته گری و نورد شده



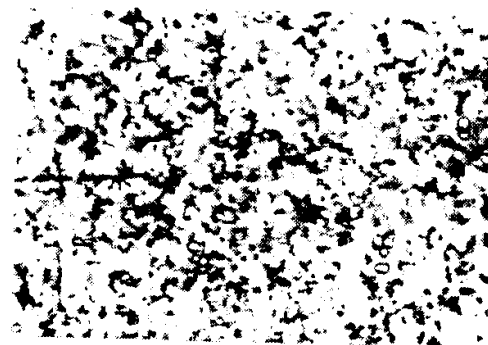
شکل ۴ ذرات A و B در ریز ساختار نمونه



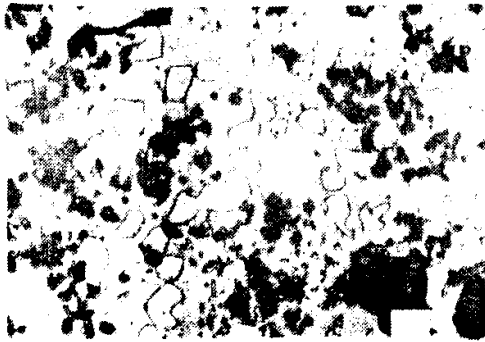
شکل ۳ منحنی تنش کرنش در تست فشار



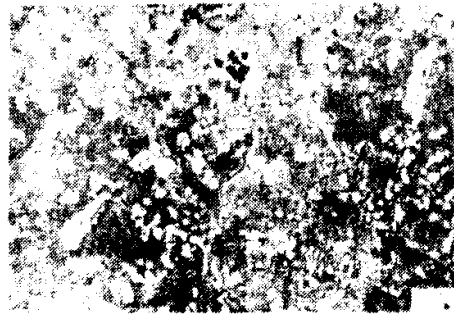
شکل ۶ ذرات D در ریز ساختار نمونه



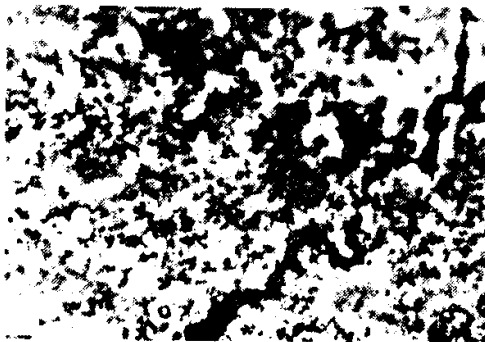
شکل ۵ ذرات B (سفید) در ریز ساختار نمونه



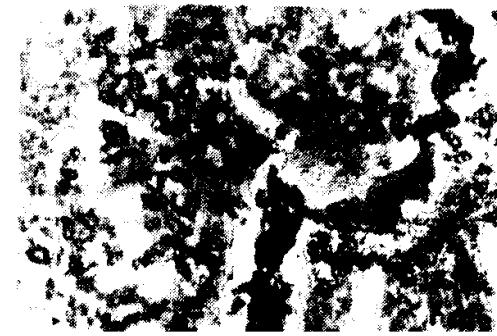
شکل ۸ به هم پیوستن ذرات B



شکل ۷ ذرات در ریزساختار نمونه (میزان ذرات ۸ در زمینه بسیار کم است)



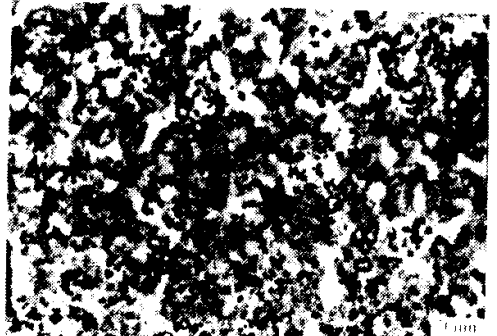
شکل ۱۰ رشد ترک از طریق ذرات B



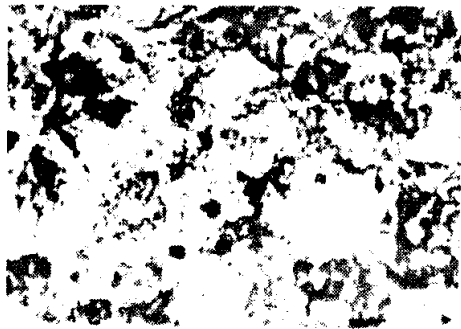
شکل ۹ - رشد ترک از طریق ذرات B



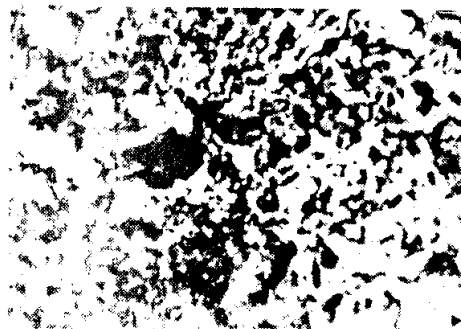
شکل ۱۲ - نمونه آلیاژ سازی مکانیکی شده با زمان آسیابکاری ۱۰ ساعت



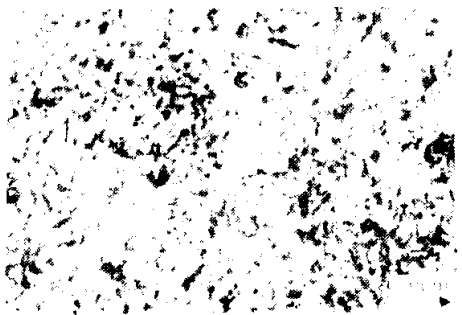
شکل ۱۱ - ذرات B پس از عملیات ترمو مکانیکی



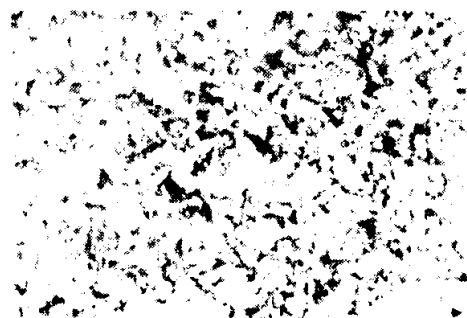
شکل ۱۴. نمونه آلیاژ سازی مکانیکی شده با زمان آسیابکاری ۱۴ ساعت



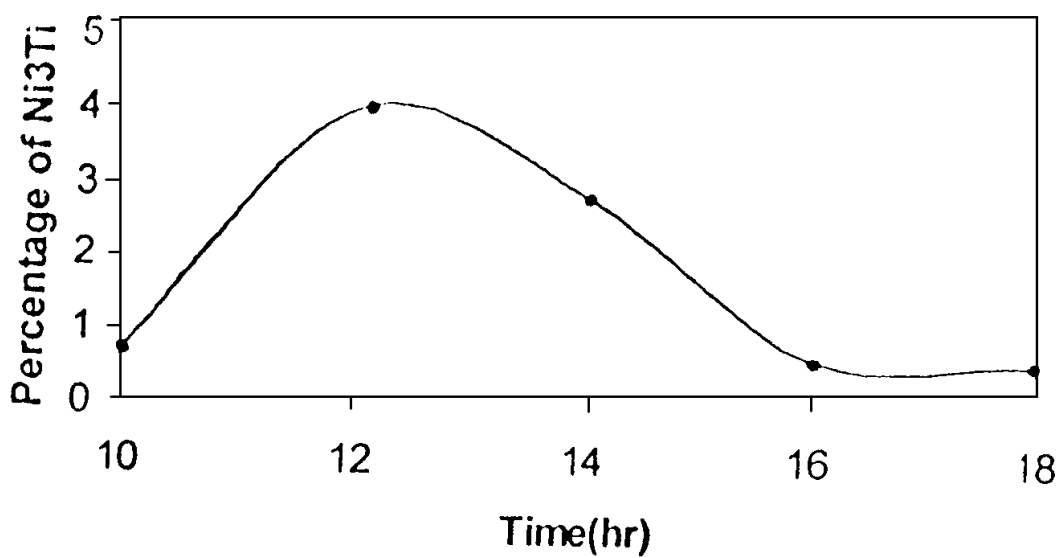
شکل ۱۳. نمونه آلیاژ سازی مکانیکی شده با زمان آسیابکاری ۱۲ ساعت



شکل ۱۶. نمونه آلیاژ سازی مکانیکی شده با زمان آسیابکاری ۱۸ ساعت



شکل ۱۵. نمونه آلیاژ سازی مکانیکی شده با زمان آسیابکاری ۱۶ ساعت



شکل ۱۷. اثر زمان آسیابکاری بر میزان رسوبها در نمونه های آلیاژ سازی مکانیکی شده