

تأثیر آلیاژسازی مکانیکی بر خواص آلیاژ نایتینول تفجوشی شده برای ساخت قطعات حافظه دار شکلی و سوپرالاستیک

سید خطیب الاسلام صدرنژاد (استاد)

چکیده

در این تحقیق روش تفجوشی در فاز مایع برای ساخت نمونه هایی از آلیاژ حافظه دار نیکل - تیتانیوم (نایتینول) با استفاده از (الف) پودر ساخته شده از طریق آلیاژ سازی مکانیکی و (ب) مخلوط پودرهای نیکل و تیتانیوم آسیاب نشده مورد استفاده قرار گرفت. تاثیر عواملی همچون فشار پرس، تثیت کننده حجم و دما، زمان تفجوشی و عملیات آلیاژسازی مکانیکی بر درصد تخلخل و درصد ترکیب NiTi تولید شده طی عملیات تفجوشی تعیین گردید. نتایج بدست آمده نشان داد که تاثیر دما و زمان تفجوشی بر درصد تخلخل به شروع و خاتمه واکنشهای تشکیل ترکیبات فازی در درون آلیاژ در حین تفجوشی و نیز فشار پرس بستگی دارد. لذا برای کاهش تخلخل و جلوگیری از تغییر ابعاد نمونه، بهتر است آلیاژ سلزی مکانیکی پودر قبل از پرس و زینتر انجام شود. علاوه بر آلیاژ سازی مکانیکی، از تثیت کننده حجم نیز می توان استفاده کرد. اگر چه تثیت کننده می تواند جلوی افزایش حجم را تا حدی بگیرد، اما تشکیل فازهای جدید در حین تفجوشی و انقباض بعد از انجاماد که موجب افزایش تخلخل می شود را بلا تغییر باقی می گذارد.

کلمات کلیدی: آلیاژسازی مکانیکی، پودر، حافظه دار ، تفجوشی، نایتینول

مقدمه

تلاشهای فراوانی برای ایجاد فاز بین فلزی TiNi از طریق تفجوشی در گذشته به عمل آمده که بسیاری از آنها با شکست مواجه شده است. مثلا Uehara S. و همکارانش [۱] پودر تیتانیوم ۱۵۰ میکرونی و پودر نیکل ۷ تا ۲۷ میکرونی را با نسبت اتمی مساوی در الكل اتیلیک (به منظور جلوگیری از اکسیداسیون Ti در هوای آزاد) مخلوط کرده و به شکل قرص با قطر ۱۲ میلی متر و ارتفاع ۱۰ میلی متر فشردن. این نمونه ها تحت خلاء 10^{-6} پاسکال و دمای ۹۷۳ تا ۱۲۷۳ درجه کلوین به مدت ۱۰ ساعت تفجوشی شد. نتیجه تشکیل ترکیبات بین فلزی نامطلوب بود. ایشان قرصها را تحت عملیات HIP قرار دادند و فشار چند جانبی از ۲۰۳ الی ۸۱۰ مگا پاسکال در دمای ۱۲۲۳ درجه کلوین به مدت یک ساعت بر آنها اعمال کردند. بعد از عملیات HIP نمونه ها به مدت ۱۰ ساعت در دمای ۱۲۷۳ درجه کلوین تحت خلاء تفجوشی شدند. نتایج نشان داد که در ۹۷۳ و ۱۰۷۳ درجه کلوین تنها مقادیر اندکی از فاز TiNi تشکیل می شود. ولی در دمای ۱۱۷۳ درجه کلوین، نسبت فاز TiNi زیاد شده و بعد از ۱۰ ساعت تنها مقادیر اندکی از



فازهای ناخواسته مشاهده شد. در دمای ۱۲۷۳ درجه کلوین بعد از ۱۰ ساعت تنها فاز بین فلزی TiNi وجود داشت. افزایش دما و زمان آنیلینگ بعد از فرایند HIP به دلیل افزایش درصد فاز TiNi در ساختار آلیاژ، دمای M_s را از زیر صفر درجه سانتیگراد تغییر داده و به دمای محیط نزدیک کرد. نتایج این محققین دما و زمان بهینه تفجوشی را به ترتیب K ۱۲۷۳ و ۱۰ ساعت برای دستیابی به فاز TiNi ضروری برای حافظه داری و سوپر الاستیسیته مشخص ساخت. اما حضور ۱۵ درصد تخلخل در ساختار اجتناب ناپذیر بود.

محققین دیگر به نامهای م. ایقارو و ج. و. وود (J.V. Wood و M. Igharo) [۲] در تحقیقی نسبتاً کامل به بررسی متغیرهای متالورژیکی پودر در ترکیب TiNi پرداختند. ایشان ضمن مخلوط کردن پودر اسفنجی Ti با پودر نیکل با نسبت اتمی مساوی و سپس پرس کردن و تفجوشی مخلوط فشرده، نشان دادند که هر چه اندازه ذرات Ti کاهش یابد، چگالی نمونه های تفجوشی شده بیشتر می شود. ایشان تفجوشی فاز مایع را در تفاوت مورفولوژی و شکل گیری تخلخل در ساختار درونی آلیاژ بسیار موثر یافتند. DSC، دماهای استحاله را برابر با C، $M_s = 79.2$ C، $M_f = 31.2$ C، $A_s = 122$ A_f نشان داد. هیسترزیس کوچکی نیز بین M_s و A_f مشاهده شد که ناشی از حضور حفره های تخلخل در نمونه تفجوشی شده بود. د. ج. موریس (D.G. Morris) و همکارش [۳] نیز طی یک تحقیق علمی، اثر فرآیند آسیاب کردن پودرها را بر همگنی آلیاژ نهایی و کاهش تخلخل درونی ساختار بررسی کردند. ایشان نشان دادند که تفجوشی در کمتر از ۹۵۰ درجه سانتیگراد با مشکلات نفوذ و تشکیل فاز TiNi همراه است بطوريکه اکستروژن گرم مخلوط پودری اگر چه تخلخل درونی را کاهش می دهد، اما حفره های تخلخل حاصل از زوجهای نفوذی درون ساختار را بطور کامل حذف نمی کند. افزایش دمای تفجوشی، اندازه حفره های تخلخل را افزایش داده و تشکیل $TiNi_3$ و $TiNi_2$ را به حداقل می رساند؛ اثر بال میل کاهش حفره های تخلخل و افزایش چگالی آلیاژ در دماهای بیش از ۹۵۰ درجه سانتیگراد بود. همین تاثیر در مورد سختی آلیاژ نهایی نیز صادق بود. نتایج این تحقیق روش تفجوشی فاز مایع را سبب همگنی آلیاژ بوجود آمده نشان می داد. اما حضور تخلخل اجتناب ناپذیر بود.

دو پژوهشگر دیگر به نامهای ج. سی. هی و الف. پ. جاردین (A.P. Jardine و J.C. Hey) [۴] فعالیت تحقیقی خود را بر پودرهای خالص و هم اندازه ۴۰ میکرونی متمرکز کردند. ایشان به این جمعبندی رسیدند که حصول Ni در دمای ۱۰۰۰ درجه بعد از ۶ ساعت یا در ۹۰۰ درجه سانتیگراد بعد از ۲۴ ساعت بخوبی امکان پذیر است بطوريکه تحت این شرایط تنها مقادیر کمی از Ni و فاز $TiNi_3$ در ساختار مشاهده می شود. محققین دیگر مانند S.M. Green و همکارانش [۵] با بررسی پروفیل های مختلف حرارتی در عملیات تفجوشی آلیاژ TiNi، خواص حافظه داری را به حداقل رساندند. ایشان ضمن مخلوط کردن پودرهای نیکل با اندازه ذرات ۷ میکرون و تیتانیم با اندازه ذرات ۱۵۰ میکرون به نسبت مساوی، مخلوط را به مدت یک ساعت در دستگاه لرزاننده و درون ظرفی عایق بندی شده کاملاً مخلوط نمودند. سپس نمونه های قرص به قطر ۱ سانتی متر و وزن ۱/۵ گرم با فشار ۶۴۵ مگا پاسگال تولید کردند. عملیات حرارتی با پروفیل های مختلف تحت گاز آرگن و کوره تونلی بر نمونه های خام انجام شد. در تمام شرایط، افزایش شعاع و کاهش طول در جهت محوری مشاهده شد. این موضوع در شرایط تفجوشی فاز مایع شدت بیشتری نشان داد. تغییرات ابعاد نمونه ها در این شرایط بسیار زیاد بود و بدون ماشینکاری نهایی نمونه ای بوجود نیامد. نتایج XRD نشان داد که درصد TiNi در این شرایط افزایش یافته و درصد بین فلزیها کاهش می یابد. انجام آزمایش DSC نشان داد که رفتار حافظه داری قطعات متالورژی پودر قابل مقایسه با قطعات نورد شده است.

در این تحقیق تاثیر شرایط تفجوشی و آلیاژسازی مکانیکی را بر بازدهی تولید و خواص آلیاژ نایتینول ساخته شده به روشن متالورژی پودر را مورد بررسی قرار داده ایم. تاثیر عوامل مهم فرایند بر خواص مخلوط خام و آلیاژ حافظه دار و سوپر الاستیک



حاصل تعیین شده است. عملیات تفجوشی در دماها و زمانهای مختلف بر نمونه های پرس شده تحت فشارهای گوناگون پرس انجام شده است. پودر آلیاژ مکانیکی شده نیز از طریق آسیابکاری به مدت های ۲ تا ۲۴ ساعت در دورهای مختلف آسیاب تهیه شده و مورد استفاده قرار گرفته است. تاثیر پارامترهای گوناگون از طریق مقایسه نتایج استنتاج و سپس تحلیل شده است.

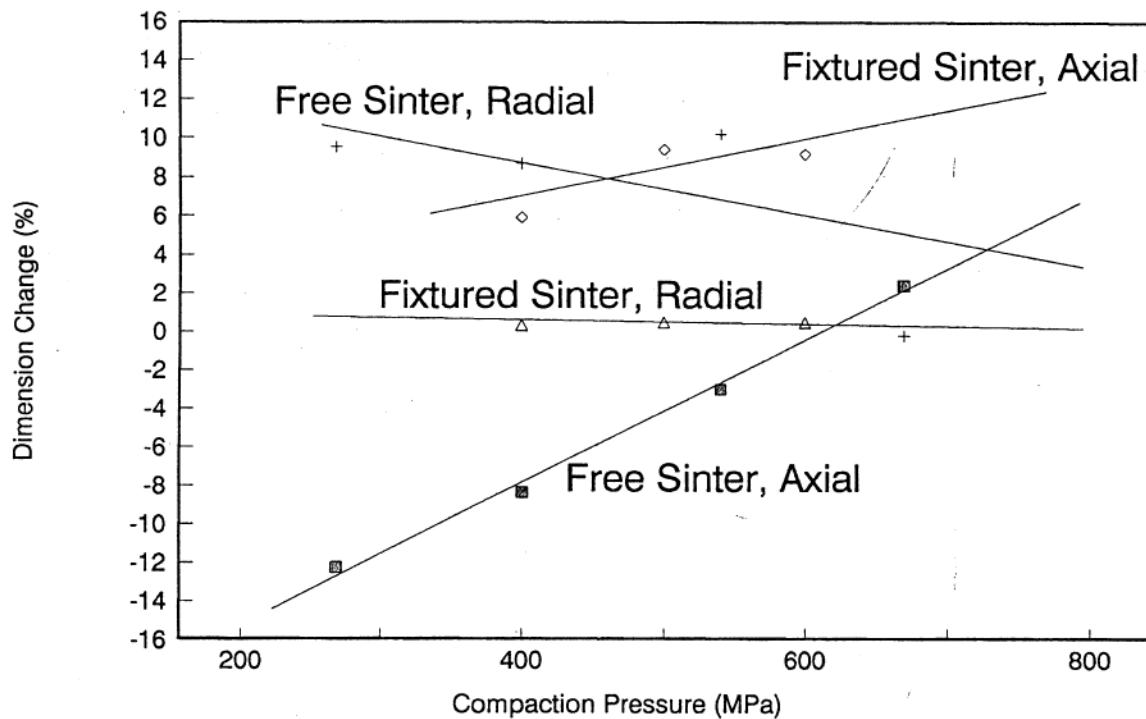
روش تحقیق

در این تحقیق از پنج نوع پودر برای ساخت نمونه استفاده شد: (۱) پودر تیتانیم با خلوص ۹۹/۹ درصد و اندازه ذره ۲۱ میکرون ساخت شرکت مرک آلمان، (۲) پودر نیکل با خلوص ۹۹/۶ درصد و اندازه ذره ۷-۳ میکرون ساخت شرکت فولوکای سوئیس، (۳) پودر ساخته شده در آزمایشگاه از طریق آسیابکاری تیتانیوم اسفنجی، (۴) پودر نیکل ساخته شده از طریق برآده برداری شمشهای نیکل کاتدی و سپس آسیابکاری در آسیاب استوانه ای دوار و (۵) پودر کیالت ساخت شرکت مرک آلمان.

برای ساخت نمونه قرصی شکل به قطر ۱۵ میلی متر و ضخامت ۱/۹ الی ۲/۳ میلی متر، پودرها ابتدا به دقت توزین شده و سپس با نسبتها میعنی برای ایجاد خصوصیات حافظه داری و سوپر الاستیسیته با یکدیگر مخلوط شدند. نمونه های ۲۰ گرمی از مخلوط درون آسیاب اتریتور بمدت ۱۰، ۱۴، ۱۸، ۲۰ و ۲۴ ساعت آسیاب شد. از پودرهای آسیاب شده و آسیاب نشده، نمونه های ۲ گرمی درون قالب استوانه ای فولادی ریخته شده و توسط سنبه ماتریس شناور تا ۴۰۰ و ۵۰۰ و ۶۰۰ مگاپاسکال فشرده شد. تفجوشی در دماهای ۹۵۰، ۱۰۰۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتیگراد به مدت های ۲، ۳، ۴ و ۵ ساعت انجام شد. هر نمونه در داخل فیکسچری از جنس فولاد نسوز با استاندارد DIN 1.4828 پوشش داده شده توسط آلومینا محبوس شده و عملیات تفجوشی تحت خلاء 10^{-5} تور انجام شد.

بعد از تفجوشی، نمونه ها مانند گرم و پولیش شدند. سپس به کمک محلول اسیدی (۱۰ سی سی HF، ۱۵ سی سی HNO_3 ، ۷۵ سی سی آب) در دمای محیط و به مدت ۴ الی ۶ دقیقه اج شدند. از نمونه ها عکس های متالوگرافی تهیه شد. به منظور محاسبه تغییر ابعاد، نمونه ها قبل و بعد از تفجوشی با کوییس بعد سنجی شدند. نتیجه بدست آمده برای حالت های تفجوشی آزاد و تفجوشی با فیکسچر با یکدیگر مقایسه شد. سختی ویکرز تحت بار ۵ کیلو گرم از ۵ نقطه هر نمونه گرفته شد. سختی میکرو برای فاز مارتنتیت در ۳ نقطه از هر نمونه با استفاده از بار ۱۰۰ گرم تعیین شد. درصد تخلخل نمونه های قرص بوسیله دستگاه آنالیز تصویری ساخت شرکت BOHLER انگلستان محاسبه گردید. بدین منظور دستگاه در بزرگنمایی ۴۰۰ برابر قرار گرفت و از ۵ نقطه مختلف از سطح هر نمونه، تصویربرداری و میانگین گیری به عمل آمد. نمونه ها به کمک دستگاه XRD دارای لامپ کیالت با طول موج ۱/۷۹۰۳ آنگستروم ساخت شرکت PHILIPS بین زاویه های ۴۰ تا ۸۰ درجه آنالیز شدند. آزمایش DSC از ۲۵ الی ۱۵۰ درجه سانتیگراد با نرخ گرم و سردد شدن ۵ درجه سانتیگراد انجام شد. اثر دما و زمان تفجوشی در تغییر دماهای M_f , M_s , A_f و A_s بررسی شد. تست کشش با دستگاه کشش اونیورسال Instorn طبق استاندارد نمونه های پودر انجام شد [۶].

خصوصیات مکانیکی، متالوگرافی، ریزساختاری، شیمیایی و شکل پذیری نمونه های ساخته شده از پودر طبق شیوه های استاندارد و ابتکاری بررسی شد. نتیجه آزمایشها برای چند پودر مختلف مقایسه شد و محصولات بدست آمده از طریق روشهای متداول کیفی و کمی همچون تفرق اشعه ایکس، تخلخل سنجی و غوطه ور سازی برای تعیین چگالی، تست شد. دستگاه ساده ای برای تعیین میزان حافظه داری آلیاژ از طریق اندازه گیری زاویه خم شدگی طراحی و ساخته شد. این دستگاه برای نمونه های طویل اندازه های نسبتاً دقیقی را می تواند بدست دهد. میزان حافظه داری چند نمونه تولید شده به روش ذوب و نورد برای مقایسه با نمونه های متالورژی پودر اندازه گیری و ثبت شد. تاثیر چرخه های ترمومکانیکی بر میزان کرنش برگشت پذیر و خاصیت حافظه داری



شکل ۱ - تغییرات ابعادی نمونه های تفجوشی شده این تحقیق

دو طرفه و حداقل کرنش شبه الاستیک چند نمونه طویل تعیین شد.

نتایج و بحث

تغییرات ابعادی نمونه ها پس از عملیات تفجوشی در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت برای دو حالت آزاد و درون فیکسچر در شکل ۱ نشان شده است. همانطور که ملاحظه می شود، استفاده از فیکسچر می تواند جلوی تغییر ابعاد را تا حد زیادی بگیرد. اما حذف کامل تغییر ابعاد حتی با استفاده از سیستم حجم ثابت نیز میسر نیست. بر اساس داده های شکل، افزایش فشار پرس باعث کاهش شعاع و افزایش طول نمونه در هنگام تفجوشی آزاد شده؛ در حالیکه این تاثیرات بر شعاع و طول نمونه در شرایط تفجوشی با فیکسچر به مراتب کمتر شده و میزان آن در راستای شعاع، تقریباً به صفر گراییده است.

دلیل اصلی تغییر ابعاد نمونه ها، تفجوشی فاز مایع است. از آنجا که ترکیب مورد استفاده در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد چندین فاز زود ذوب تشکیل می دهد، نمونه ها بصورت خمیری در می آیند. لذا به سادگی شکل می پذیرند. نمونه های قرص در این شرایط، در جهت شعاعی دچار افزایش و در جهت محوری با کاهش مواجه می شوند. نمونه ها می توان انبوهی از ذرات دو عنصری دانست که هر یک بصورت زوج نفوذ عمل می کند. در دمای تفجوشی، دو عنصر در یکدیگر نفوذ کرده و ترکیب بین فلزی بوجود می آورند. این موضوع با مشاهدات محققین قبلی که حضور Ni خالص در یک طرف، Ti خالص در طرف دیگر و فضاهای مابین حاوی ترکیبات بین فلزی $TiNi_3$ و Ti_2Ni بعد از ۶۶ ساعت آنیلینگ در ۹۰۰ درجه سانتیگراد را گزارش کرده اند [۷]، انطباق دارد. از آنجا که ضریب نفوذ Ni در محدوده ۵۰ درصد اتمی بیش از ضریب نفوذ Ti است [۸]، لذا حرکت مرز زوج نفوذ به سمت نیکل طبیعی بنظر می رسد. در نتیجه جاهای خالی ناشی از فرآیند نفوذ اتمی در محل فصل مشترک تجمع کرده و

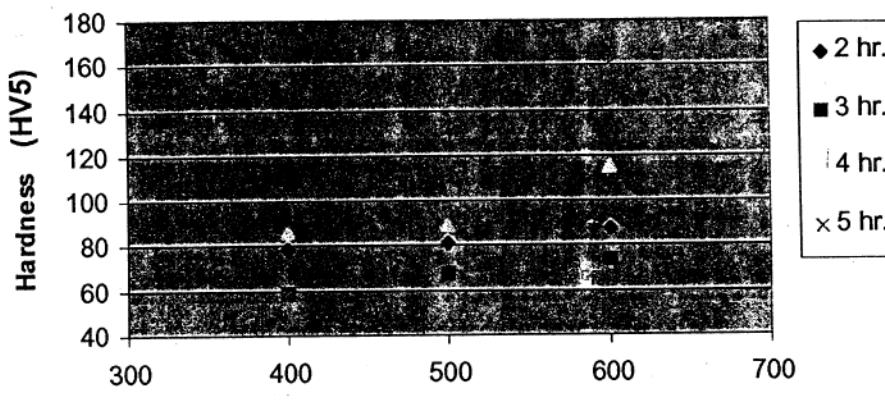


بصورت تخلخل در ساختار مشاهده می گردد. پس قسمتی از تخلخل درون ساختار را می توان ناشی از اثر زوج نفوذ دانست. عامل اصلی پدیده تجویشی، نفوذ اتمی بین ذرات پودر است. نگهداری پودرهای فشرده در دمایی زیر نقطه ذوب، باعث تبدیل پیوندهای مکانیکی حاصل از فشار پرس به پیوندهای فلزی بین عناصر می شود. در نتیجه اولاً استحکام قطعه به حد مطلوب می رسد و ثانیاً ترکیب بین فلزی بوجود می آید. به دلیل اینکه سرعت پدیده نفوذ، کاملاً به دما و زمان وابسته است، لذا حد بهینه این عوامل باید تعیین گردد. افزایش فشار تولید تا مقداری معین سبب تولید قطعه نهایی با چگالی بیشتر، سختی بالاتر، تخلخل کمتر و خواص مکانیکی بهتر می شود. هر چه ذرات پودر ریزتر باشند، درصد تخلخل کمتر و خواص نهایی آلیاژ مطلوبتر می گردد. در پودرهایی که از چند اندازه مختلف تهیه شده اند، تفاوت اندازه ذرات سبب پرشدن فضاهای خالی توسط ذرات ریز شده و چگالی افزایش می یابد. پودرهای کروی در مقایسه با پودرهای دارای شکل غیر مشخص، چگالی کمتری داشته و فضای خالی بیشتری بوجود می آورند. این پودرها هنگام اعمال فشار، توزیع مناسبتری را پدیدار ساخته و خواص قطعه را تحت تأثیر قرار می دهند. تحقیقات قبلی نشاندهنده نقش باز دارنده اکسیژن به سبب مشارکت در اشغال محلهای شبکه و کند کردن حرکت در شبکه بوده است. این فرایند سبب قفل شدن محلهای شبکه و کاهش فرایند نفوذ می شود. فرایند آلیاژسازی تحت اکسیژن، سبب چسیدن اتمهای اکسیژن به فضول مشترک فازهای آمورف تولید شده مانند $\text{Ni}_x\text{Ti}_{1-x}/\text{Ti}$ ، $\alpha\text{-Ni}_x\text{Ti}_{1-x}/\text{Ni}$ و Ni/Ti در هنگام عملیات جوش سرد و شکست پی در پی ذرات حین آلیاژسازی می شود. قبل از نهایی تصور می شد که سرعت نفوذ در هم اتمهای نیکل و تیتانیوم و نفوذ آنها در فاز آمورف $\text{x-Ni}_x\text{Ti}_{1-x}\text{-}\alpha\text{-Ni}_x\text{Ti}_{1-x}$ تحت تأثیر اتمهای کم تحرک اکسیژن بشدت کند می شود. در حالی که تحقیقات اخیر در باره جوش خورده‌گی و بهم پیوستن حین آسیاب کردن ذرات تحت اکسیژن، دلالت بر وقوع فرایندهای پیچیده تری در درون محفظه آسیاب و بین ذرات پودر دارد.

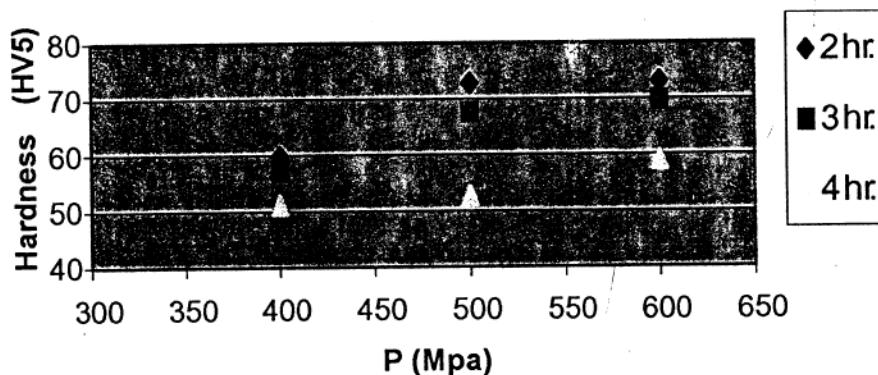
عامل اصلی پدیده تجویشی، نفوذ اتمی بین ذرات پودر است. نگهداری پودرهای فشرده در دمایی زیر نقطه ذوب، باعث تبدیل پیوندهای مکانیکی حاصل از آسیابکاری و فشار پرس به پیوندهای فلزی بین عناصر می شود. در نتیجه اولاً استحکام قطعه به حد مطلوب می رسد و ثانیاً ترکیب بین فلزی بوجود می آید. به دلیل اینکه سرعت پدیده نفوذ، کاملاً به دما و زمان وابسته است، لذا حد بهینه این عوامل باید تعیین گردد. افزایش فشار تولید تا مقداری معین سبب تولید قطعه نهایی با چگالی بیشتر، سختی بالاتر، تخلخل کمتر و خواص مکانیکی بهتر می شود. هر چه ذرات پودر ریزتر باشند، درصد تخلخل کمتر و خواص نهایی آلیاژ مطلوبتر خواهد بود. در پودرهایی که از چند اندازه مختلف تهیه شده اند، تفاوت اندازه ذرات سبب پرشدن فضاهای خالی توسط ذرات ریز شده و چگالی افزایش می یابد. پودرهای کروی در مقایسه با پودرهای دارای شکل غیر مشخص، چگالی کمتری داشته و فضای خالی بیشتری بوجود می آورند. این پودرها هنگام اعمال فشار، توزیع مناسبتری را پدیدار ساخته و خواص قطعه را تحت تأثیر قرار می دهند.

نتایج بدست آمده از طریق متالوگرافی توسط میکروسکوپ نوری در دو بزرگنمایی ۵۰ و ۱۰۰۰ برابر نشاندهنده تشکیل رسوبات گوش دار تیز روشن که در حجم نمونه پراکنده شده و فازهای گردی که به صورت مجمع الجزایر در کنار هم مجتمع شده اند می باشد. پیکهای XRD و تصاویر بدست آمده قبلی نشانگر تولید فازهای بین فلزی اکسیدی همچون $\text{Ti}_4\text{Ni}_5\text{O}$ و ترکیبات بین فلزی نیتروزن دار و نیز اکسید تیتانیوم می باشد که بر وجود مقادیر ولو جزئی اکسیژن و نیتروزن در آرگون مورد استفاده که سبب انجام واکنشهای اگزوترمیک طی عملیات آلیاژسازی شده و سبب تولید مقادیر فراوانی حرارت می شود دلالت دارد.

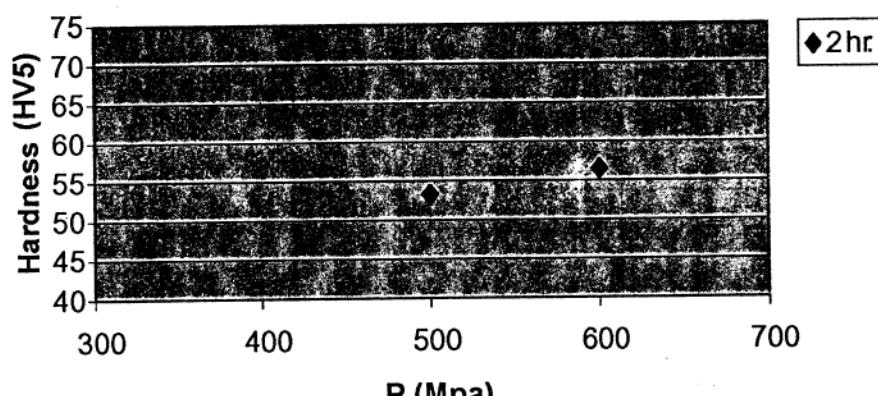
فشارپرس تاثیری مستقیم بر میزان تخلخل و سختی نمونه هادرد. نتایج اندازه گیری سختی نمونه های پرس شده که توسط روش ویکرباره ۵ کیلوگرم بدست آمده در شکل ۲ نمایش داده است. همانطور که دیده می شود سختی نمونه های افزایش فشار



(الف)



(ب)



(ج)

شکل ۲ - تأثیر فشار پرس و زمان و دمای تفجوشی بر سختی و یکرز نمونه های تفجوشی شده در (الف) ۹۵۰ و (ب) ۱۰۰۰ و (ج) ۱۰۵۰ درجه سانتیگرد.



جدول ۱- در صد تخلخل نمونه پس از ۲ ساعت تفجوشی در ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد.

با فیکسچر	بدون فیکسچر	فشار پرس (مگا پاسکال)
۲۲/۷۷۳	۴۷/۱۴۶	۴۰۰
۲۱/۷۶۱	۴۱/۹۷۲	۵۰۰

بین فلزی در طول فرایند تفجوشی باید جستجو کرد. افزایش زمان آسیابکاری از ۱۰ تا ۱۸ ساعت از میزان این رسوها می کاهد. دلیل این امر واضح است. در اثر انجام عملیات آلیاژسازی مکانیکی در اثر وقوع فرآیند نفوذ، ترکیب شیمیایی پودرها تغییر کرده و به سمت ترکیب استوکیومتری اولیه یعنی $50-50$ می رود. این فرآیند در حین فرآیند تفجوشی نیز ادامه خواهد یافت. لذا با توجه به اینکه حرکت ترکیب شیمیایی تمام ذرات یکسان نیست، برخی از آنها در نزدیکی ترکیب $TiNi$ یا ترکیبات دیگر متوقف خواهند شد. با افزایش زمان آسیابکاری تعداد بیشتری از ذرات پودر موفق می شوند که از این ترکیب فرار کرده و خود را به ترکیب $50-50$ برسانند. لذا با افزایش زمان آسیابکاری از میزان این رسوها کاسته شده و سختی نمونه ها کاهش خواهد یافت.

فعالیتهای وسیعی برای ساخت نمونه های حافظه دار و سوپرالاستیک تحت اتمسفر آرگون معمولی برای مدت زمانهای متفاوت، نسبت گلوله به پودر مختلف و دورهای آسیاب از 360 تا 710 RPM و سپس تفجوشی مخلوط پرس شده در این پروژه اجرا شد. تاثیر فاکتورهایی همچون زمان آسیاب کاری، دور آسیاب، اندازه پودر و ترکیب پودر بر کیفیت محصول و بازدهی عملیات تا حد قابل توجهی مشخص شد. ملاحظه شد که افزایش دور آسیاب و نسبت گلوله به پودر ابتدا سبب افزایش چگالی و در صد آمورفیزاسیون و سپس کاهش نسبی مقادیر آنها می شود. ضمناً میزان تخلخل با افزایش زمان آسیاب کاری ابتدا بیشتر شده و سپس کاهش می یابد.

جدول ۱ تاثیر استفاده از فیکسچر را در میزان تخلخل درونی آلیاژ نشان می دهد. همانطور که مشاهده می شود استفاده از فیکسچر در صد تخلخل را به بیش از نصف تقلیل داده. جدول ۲ تاثیر دما، زمان و فشار تولید را بر میزان تخلخل در نمونه های تفجوشی شده با فیکسچر نشان می دهد. هر یک از ارقام ذکر شده، میانگین 5 اندازه گیری است که بصورت جدولی ارائه شده. همانطور که از شکل دیده می شود، افزایش فشار پرس عموماً موجب کاهش در صد تخلخل نهایی بعد از تفجوشی می شود. علت این امر کاهش فضاهای خالی بین ذرات پودر است. اما افزایش فشار همیشه کاهش یکسان تخلخل را به همراه ندارد؛ بلکه با افزایش فشار، روند تاثیر آن کاهش می یابد. برای مثال اگر میزان تخلخل در فشارهای 400 ، 500 و 600 مگاپاسکال را با یکدیگر مقایسه کنید، ملاحظه خواهید کرد که تخلخل بین فشارهای 500 و 600 مگاپاسکال کمتر از نرخ آن بین فشارهای 400 و 500 مگاپاسکال است.

جدول ۲ نشان می دهد که افزایش دمای تفجوشی موجب افزایش تخلخل شده است. علت این موضوع تسریع واکنشهای درون آلیاژ است که باعث آزاد شدن حرارت و انبساط نمونه می گردد. این افزایش حجم در شرایط عادی خود را بصورت افزایش تخلخل نشان می دهد. اگرچه استفاده از فیکسچر سبب می شود که افزایش حجم نمونه محدود شود، اما تشکیل فازهای جدید، با انتباش فلز و افزایش تخلخل همراه است. بعد از تکمیل واکنشهای درونی، در صد تخلخل با افزایش دما کاهش می یابد. بنابراین متغیر زمان دارای اهمیت است. چنانچه زمان برای انجام واکنشهای تشکیل فاز کافی نباشد، در صد تخلخل با افزایش زمان اضافه خواهد شد. اما اگر زمان کافی برای انجام واکنشها سپری شده باشد، مرور بیشتر زمان موجب کاهش در صد تخلخل درونی آلیاژ



جدول ۲ - تأثیر فشار پرس و زمان تفجوشی با فیکسچر بر درصد تخلخل.

(الف) ۹۵۰ درجه سانتیگراد

فشار (مگاپاسکال)	۲ ساعت	۳ ساعت	۴ ساعت	۵ ساعت
۴۰۰	۱۹/۰۹۸	۲۲/۵۲۹	۲۱/۱۴۹	---
۵۰۰	۱۸/۲۴۲	۲۲/۳۹۱	۱۹/۸۳۹	۱۸/۴۱
۶۰۰	۱۷/۹۹۸	۲۱/۵۵۷	۱۹/۳۳۴	۱۶/۶۰۵

(ب) ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد

فشار (مگاپاسکال)	۲ ساعت	۳ ساعت	۴ ساعت	۵ ساعت
۴۰۰	۲۲/۷۷۳	۲۲/۳۴۳	۱۹/۶۰۹	---
۵۰۰	- ۲۱/۷۶۱	۲۱/۲۳	۱۸/۳۷۵	---
۶۰۰	۲۱/۳۱	۲۰/۷۱۲	۱۷/۰۰۰	---

(ج) ۱۰۵۰ درجه سانتیگراد

فشار (مگاپاسکال)	۲ ساعت	۳ ساعت	۴ ساعت	۵ ساعت
۴۰۰	---	---	---	---
۵۰۰	۲۳/۴۸۱	---	---	---
۶۰۰	۲۲/۰۰۷	---	---	---

خواهد شد. برای مثال ۲ ساعت تفجوشی در دمای ۹۵۰ درجه سانتیگراد بر اساس داده های جدول ۲، زمانی کوتاه محاسبه می شود. در حالیکه ۳ ساعت، زمان اوج حرارت زایی و ایجاد حداکثر تخلخل است. زمانهای ۴ و ۵ ساعت، زمان آرامش واکنشها است. لذا با کاهش حرارت تولید شده، هیجانات درونی افت کرده و از درصد تخلخل کاسته می شود. در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد، زمان اوج واکنشهای تشکیل فاز، ۲ ساعت است. پس درصد تخلخل نمونه در این زمان به حد اکثر خود می رسد. اما پس از ۳ و ۴ ساعت، تخلخل کاهش می یابد زیرا واکنشها به تکمیل نزدیک شده اند. اگرچه اطلاعات آزمایشی ما برای دمای ۱۰۵۰ درجه سانتیگراد کامل نیست، اما در مقایسه با دمای ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد، چنین بنظر می رسد که ساعت زمانی کافی برای تکمیل واکنشها بوده است. لذا پس از ۲ ساعت، درصد تخلخل کاهش یافته است. تخلخل بیشتر نمونه ها، در ۱۰۵۰ درجه سانتیگراد ناشی از سرعت بالای واکنشها و در نتیجه هیجانات درونی آلیاز است.

تسريع واکنشها در اثر افزایش دما پدیده شناخته شده ای است که در ستر احتراقی آلیاز نایتینول بارها دیده شده است. در این واکنشها چنان افزایش حرارتی درون آلیاز بوجود می آید که واکنشهای تبدیلی، حالتی انفجاری به خود می گیرند. در نتیجه آلیاز



مذاب به اطراف پراکنده می شود. نمونه های تولید شده به این روش بسیار متخلخلند و امکان استفاده برای ساخت مستقیم قطعه از آنها معمولاً وجود ندارد. تغییرات غلظت فازهای بین فلزی بگونه ایست که تشکیل فازهای Ti_2Ni و Ti_3Ni_3 را آسانتر از $TiNi$ می کند. از این لحاظ تولید فاز $TiNi$ تنها در شرایط نفوذ سریع فراهم می گردد. اگر چه تفجوشی فاز جامد می تواند قطعه ای با حداقل تخلخل پدید آورد و ابعاد نهایی مطلوب را ایجاد کند، اما انرژی لازم برای تشکیل $TiNi$ را پدید نمی آورد. در عوض تفجوشی فاز مایع، فلز را به این شرایط نزدیکتر می کند. بجز مورد خاص تولید ایمپلتهای متخلخل حافظه دار، وجود تخلخل در آلیاژ مطلوب نیست. با این وجود، دستیابی به فاز بین فلزی $TiNi$ آن قدر مهم هست که تفجوشی در فاز مایع را بتوان به عنوان یک روش بهینه برای تولید آلیاژ نایتینول بدون ذوب ذکر کرد. با کاهش میزان تخلخل، آلیاژسازی مکانیکی قبلی، تحقق اهداف این فرایند را بشدت می تواند تسهیل نماید.

روش دیگر برای ایجاد شرایط تفجوشی در فاز مایع، اضافه کردن یک ماده دارای نقطه ذوب پایین به مخلوط پودرهای است. این کار سبب می شود که به واسطه ذوب ماده افزوده شده، ذرات در دمای تفجوشی به یکدیگر متصل شوند. این شیوه به منظور حصول استحکام بالا و حداقل تخلخل در ساختاری قابل استفاده است [۹-۱۰]. اما چنانچه در ترکیب پودر هیچ عنصر زود ذوبی وجود نداشته باشد، لازم است حرارت تولید شده در اثر واکنش بین ذرات باعث حصول انرژی لازم برای دستیابی به نفوذ سریع و فاز دلخواه شود. در اینجا قطعه نهایی از ابعاد خود خارج شده و تخلخل درونی ساختار بسیار زیاد خواهد شد. علاوه بر حفره های تخلخل بین ذرات پودر، کشیدگی های انقباضی بعد از انجاماد نیز بر درصد تخلخل نهایی نمونه خواهند افزود. مشکل تخلخل را می توان از طریق اصلاح تکنولوژی تولید رفع کرد. در این صورت، تفجوشی در فاز مایع پودرهای آسیاب کاری شده می تواند به عنوان روشی مناسب برای حصول فاز بین فلزی $TiNi$ در نظر گرفته شود.

نتیجه گیری

برای تولید آلیاژ همگن $TiNi$ برای ساخت قطعه ای نزدیک به شکل نهایی همراه با حداقل عملیات ماشین کاری، حداقل جذب عناصر آلاینده، حداقل ترکیبات غیر دلخواه همچون Ti_2Ni و Ti_3Ni_3 ، کاهش هزینه تولید، کاهش مواد اولیه مصرفی و کترول دقیق ترکیب شیمیایی، تلفیق دو روش تفجوشی فاز مایع و آلیاژسازی مکانیکی امکان پذیر است. بهترین دمای برای حصول ترکیب بین فلزی $TiNi$ ، ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد است. اگر چه بعد از تفجوشی فاز مایع، تغییراتی در ابعاد قطعه بوجود می آید، ولی روشی برای جلوگیری یا کاهش تغییر ابعاد وجود دارد. افزایش فشار تولید نمونه های خام، کاهش اندازه ذرات پودر تیتانیم، افزایش نرخ حرارت دادن برای تفجوشی نمونه ها و استفاده از روشهای فشار همه جانبه در حین تفجوشی از راههای کاهش درصد تخلخل و افزایش چگالی نمونه های تولید شده است. افزایش توان آسیاب کاری و زمان تفجوشی در فاز مایع، سبب کاهش درصد تخلخل درونی نمونه می شود.

روش ریخته گری تحت خلاء به سبب ایجاد زمینه ای غیریکنواخت همراه با رسوبات گوناگون اکسیژن دار مانند O , $TiNi_2O$, Ti_2Ni_3N , Ti_4Ni_2N , تعادلی مانند $TiNi_3$ و غیرتعادلی مانند Ti_4Ni_4 و Ti_3Ni_4 و Ti_2Ni_3 می شود؛ در حالیکه آلیاژسازی مکانیکی همراه با تفجوشی فاز مایع، کاهش قابل توجه رسوبات ناخواسته، تنزل میزان انحراف از ترکیب استوکیومتری و بهبود خواص مکانیکی آلیاژ را تا حد محسوسی سبب می شود. ادبیات رشته نشان می دهد که رسوب ترکیبات ناخواسته در زمینه آلیاژ نه تنها بر خصوصیات مکانیکی همچون کار پذیری آلیاژ تأثیر منفی دارد، بلکه ترکیب آلیاژ را نیز دستخوش تغییرات نامطلوب می نماید؛ اما استفاده از روش آلیاژسازی مکانیکی همراه با زینتر سازی فاز مایع، امکان دستیابی به قطعه دارای شکل نیمه نهایی را در حد اقل تعداد مراحل میسر می سازد. وجود تخلخل در نمونه های آلیاژسازی مکانیکی همراه با زینتر سازی فاز مایع شده، اگر چه



به عنوان یک مشکل محدود کننده غالباً مطرح می‌شود، اما در ساخت ایمپلنتهای اتصال استخوان و ساخت پودرهای حافظه دار و سوپر الاستیک متخلخل اکنون به عنوان مزیت نسبی نیز قابل طرح است. چنین به نظر می‌رسد که وجود تخلخل در نمونه‌های آلیاژ سازی مکانیکی همراه با زینتر سازی فاز مایع شده در هنگام نورد بتواند سبب کاهش سختی عمومی و افزایش قابلیت نورد نیز بشود. بنابراین جایگزینی روش آلیاژ سازی مکانیکی همراه با زینتر سازی فاز مایع بجای روش متداول ذوب و ریخته گری، عوامل اصلی شکست نمونه‌های Ni-Ti ریخته شده یعنی به هم پیوستن و رشد رسوبهای Ti_3Ni_3 در دماهای بالا را حذف نموده و در نتیجه شکل پذیری آلیاژ ساخته شده را می‌تواند افزایش دهد. بعلاوه تنزل خروج از ترکیب استوکیومتری و کاهش رسوبهای غیر تعادلی و رسوبهای اکسیژن دار و نیتروژن دار با کاهش دمای عملیات در عین افزایش انرژی آسیابکاری میسر بوده و مزیت عدمه ای را برای آلیاژ سازی مکانیکی همراه با زینتر سازی فاز مایع نسبت به روش متداول ذوب و ریخته گری معروفی می‌نماید.

تشکر و قدردانی

از معاون پژوهشی دانشگاه صنعتی شریف به خاطر حمایت مالی تحقیق قدردانی می‌شود. از آقایان مهندس علیرضا سلاحی، مهندس امید لشکری، مهندس سید حامد میر ابوالقاسمی، حامد کیوان و امیر فرزاد فر به سبب همکاری در انجام آزمایشها و کمک به رسم نمودار قدردانی می‌شود.

مراجع

- Uehara, S., Sasano, H., Kaiedo, Y., Suzuki, T., Effect of Hydrostatic Pressure on The Sintering Behavior and Density of Blended Elemental TiNi Compacts, Powder Met. Inter., Vol. 17, No. 5, 1985, pp 229-232.
- Igharo M. and Wood, J. V., Compaction and Sintering Phenomena in Titanium- Nickel Shape Memory Alloys, Powder Met., Vol. 28, No. 3, 1985, pp 131-139.
- Morris, D.G. and Morris, M.A., NiTi Intermetallic by Mixing, Milling and Interdiffusing Elemental Components, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 110, 1989, pp 139-149.
- Hey, J.C. and Jardine, A.P., Shape Memory TiNi Synthesis from Elemental Powders, Mater. Sci. Eng., Vol. A188, 1994, pp 291-300.
- Green, S.M., Grant, D.M. and Kelly, N.R., Powder Metallurgical Processing of Ni-Ti Shape Memory Alloy, Powder Met., Vol. 40, No. 1, 1997, pp 43-47.
- Annual Book of ASTM Standard Metals Test Methods and Analytical Procedures, ASTM, NY, Vol. 03, No. 01, 1990.
- Bastin, G.F. and Rieck, G.D., Diffusion in the Titanium Nickel System Part 1, Metal. Trans. A, Vol. 5, 1974, pp 1817-1826.
- Bastin, G.F. and Rieck, G.D., Diffusion in the Titanium Nickel System Part 2, Metal. Trans. A, Vol. 5, 1974, pp 1827-1831.
- Preusse, H. and Bolton, J.D., Use of Phosphate Phase Addition to Promote Liquid Phase Sintering in 316L Stainless Steel, Powder Met., Vol. 42, No. 1, 1999, pp 58-65.
- Liu, J., Cardamone, A., Potter, T., German, R.M. and Semel, F.J., Liquid Phase Sintering of Iron Carbon Alloys with Boron Addition, Powder Met., Vol. 43, No. 1, 2000, pp 32-33.