ششمین کنفرانس مهندسی ساخت و تولید ایران
یکم تا چهارم دی ماه ۱۳۸۲

تاثیر چرخه های گرم و سرد کردن بر دما های استحاله در آلیاژ حافظه دار TiNi

سید خطیب الاسلام صدر نژاد[۱]، سلماز ترابی[۲]
دانشکده مهندسی مواد – دانشگاه صنعتی شریف
sadrnezh@yahoo.com

چکیده

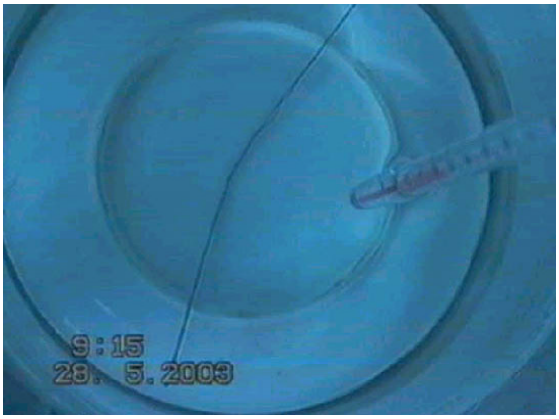
کاربرد های جدید و متنوع آلیاژهای حافظه دار(Shape Memory Alloy) موجب افزایش روز افزون فعالیتهای پژوهشی در باره این مواد شده است. ازجمله تحقیق برای یافتن مشخصات دقیق این آلیاژ ها مانند میزان حافظه داری، کرنش قابل بازگشت و اثر بخشی چرخه های گرم و سرد کردن بر کرنش قابل بازگشت و حافظه داری دوطرفه سوژه های مطلوب و نویی هستند که در سطح جهان در حال بررسی و موشکافی می باشند. شبیه سازی تغییر شکل آلیاژ حافظه دار بر حسب تغییر دما و تاثیر تعداد چرخه گرم و سرد کردن بر حافظه داری دو طرفه به منظور ایجاد روندی برای پیش بینی عملکرد آلیاژ در حین کاربرد و در هنگام چرخه های تکراری گرم و سرد شدن مفید به نظر می رسد. این پژوهش با بررسی تاثیر چرخه های گرم و سرد کردن بر خواص آلیاژ TiNi و از جمله حافظه داری یک طرفه و دو طرفه و ارتباط آن با دما های تغیر حالت (M_s، M_f، A_s و A_f)، سعی بر شناخت طرز تاثیر عوامل موثر مانند دما و میزان کرنش ذخیره شده دارد. برای این منظور یک آلیاژ حافظه دار یک طرفه نایتینول ساخته شده در آزمایشگاه متالورژی استخراجی دانشگاه صنعتی شریف مورد بررسی قرار گرفت. تعداد ۳۷۰ چرخه شامل گرم کردن از زیر دمای شروع تشکیل مارتنزیت (M_s) تا بالای دمای خاتمه تولید استنیت (A_f) بر آلیاژ انجام شد. نتایج نشان داد که چرخه های حرارتی سبب افزایش دماهای تغیر حالت A_s, A_f و افزایش خاصیت دو طرفه شدن می شود. مطالعات دماسنجی نشان داد که با افزایش تعداد چرخه ها، حلقه های پسماند حرارتی کوچکتر و خاصیت بازگشت شکل(Shape Recovery) کمتر می شود.

واژه های کلیدی: آلیاژ NiTi - حافظه داری یک طرفه - چرخه های حرارتی - تربیت کردن

مقدمه

طی دو دهه اخیر، آلیاژ نیکل – تیتانیم (ناتینیول) به لحاظ برخورداری از خصوصیات منحصر به فردی از قبیل کرنش برگشت پذیر مطلوب، امکان انتقال دمای تغییر حالت به محدوده دماهای بدن، مقاوم بودن در برابر سایش و خوردگی و قابلیت انطباق با شرایط بدن موجود زنده (Bio Compatibility)، شهرت زیادی کسب کرده است [۱-۷]. استفاده از این آلیاژ در ساخت بست های حافظه دار برای جراحی فک و صورت و استخوانهای شکسته و ریز و نیز برای طراحی و ساخت اعضا و عضلات مصنوعی، فصل جدیدی را در زمینه مواد زیستی به خود اختصاص داده است [۸-۹].
تنوع کاربردهای بالقوه و نیاز روز افزون بشر به استفاده از آلیاژ حافظه دار در زمینه های مختلف مهندسی و پزشکی، هم اکنون تا حد زیادی آشکار شده است. لذا انگیزه مطالعه پیرامون روشهای ساخت و بکار گیری این دسته از مواد

۱ استاد
۲ فارغ التحصیل دوره کارشناسی



شکل ۱ - استفاده از دوربین فیلم برداری برای ثبت تغییرات زاویه قطعه.

همراه با رفتار شناسی دقیق آنها نزد جامعه علمی جهانی بخوبی فراهم گردیده است. کاربرد های جدید و متنوع آلیاژهای حافظه دار موجب شده که این مواد در سالهای اخیر بیشتر از قبل مورد توجه قرار گیرند. بطوریکه امروزه کاربرد آلیاژ حافظه دار در صنایع پزشکی، خودرو سازی، نظامی و سیستمهای هوشمند توسط محققین رشته های مختلف و تقریبا در همه جا در حال بررسی است [۱-۱۰].

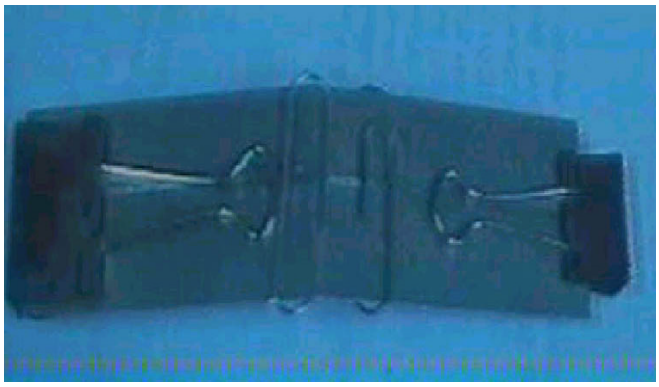
تاثیر چرخه های گرمایی بر کرنش برگشت پذیر و خصوصیت حافظه داری در آلیاژهای مختلف حافظه دار و از جمله آلیاژهای پایه مس توسط تعدادی از محققین قبلا بررسی شده است [۱۱-۱۳]. تعداد مقالات چاپ شده در باره اثر عملیات حرارتی و مکانیکی بر خصوصیات حافظه داری دو طرفه، کرنش برگشت پذیر و دماهای تغییر حالت آلیاژ حافظه دار نایتینول، در عین حال، بسیار اندک بوده و ناکافی بنظر می رسد. لذا شبیه سازی تغییر شکل آلیاژ بر حسب دما و تاثیر تعداد چرخه های گرم و سرد کردن، به منظور ایجاد روندی برای پیش بینی عملکرد آلیاژ در حین کاربرد و در هنگام چرخه های تکراری گرم و سرد شدن نه تنها مفید بلکه ضروری به نظر می رسد. در این مقاله نتایج بدست آمده از آزمایشهای انجام شده برای تعیین تاثیر چرخه های گرمایی بر کرنش برگشت پذیر و خاصیتت حافظه داری دو طرفه در آلیاژ حافظه دار نایتینول ارائه شده و با تعیین دماهای تغیر حالت، سعی در تحلیل عوامل موثر بر شبیه سازی و پیش بینی تغییر زاویه خم شدگی بر حسب تعداد چرخه‌ها و دما انجام شده و به علت مشابه بودن فرایند حرارت دهی با فرایند دو طرفه سازی، پدیده اخیر نیز بررسی شده است.

روش پژوهش

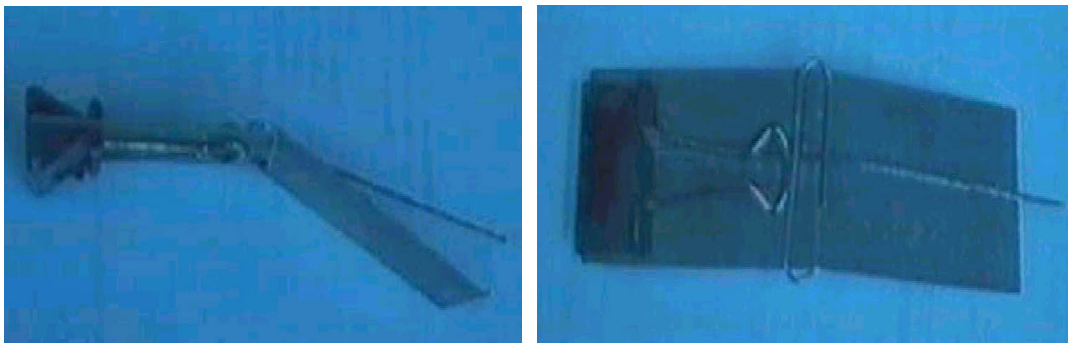
برای تولید آلیاژ حافظه دار روش های متنوعی مانند ذوب و ریخته گری، متالورژی پودر و اتصال نفوذی قابل استفاده است. روش ذوب و ریخته گری در مقایسه با دیگر روش ها، ساده تر است. برای مثال، عناصر سازنده را در یک کوره برقی القایی یا قوسی می توان بار کرده و تحت اتمسفر کنترل شده، ذوب و سپس ریخته گری نمود. استفاده از روش متالورژی پودر و اتصال نفوذی به علت گرانی نسبی پودر و زمان بر بودن عملیات آلیاژ سازی، از نظر اقتصادی چندان مقرون به صرفه نیست.

برای تعیین تغییرات دما های دگرگونی فازها بر حسب تعداد سیکل های حرارتی، از یک تسمه نایتینول دارای ۵۰ درصد اتمی نیکل با ابعاد ۵ mm × ۱۰۰ mm ساخته شده به روش ذوب القایی تحت خلا و نورد گرم و سپس سرد دارای خاصیت حافظه داری یک طرفه استفاده شد. ابتدا نمونه را در زیر دمای Ms به میزان ۲۵ درجه خم کرده، سپس با اعمال حرارت تغییرات زاویه را بر حسب دما اندازه گیری نمودیم (شکل ۱). از آنجا که دمای M_s بین دو دمای A_s, A_f و زیر دمای محیط قرار داشت، لذا از مخلوط آب و یخ برای مارتنزیتی کردن نمونه استفاده شد. برای ثبت تغییرات زاویه از ۲۵ درجه به سمت شکل اولیه (زاویه ۱۰ درجه) از یک سیستم فیلم برداری استفاده شد (شکل

۱). برای گرما دهی، نمونه را در ظرفی حاوی آب گرم فرو بردیم.
نمونه را در دمای صفر درجه سانتیگراد (در ظرف حاوی مخلوط آب و یخ) به میزان ۲۵ درجه خم کرده و به مدت ۲ دقیقه در آب صفر درجه سانتیگراد به همان حالت نگه داشتیم. برای این کار از یک ورق فلزی خم شده که نمونه با گیره به آن تثبیت می شد استفاده نمودیم (شکل های ۲ و ۳). سپس یک طرف نمونه را رها کرده آن را تا ۹۰ درجه سانتیگراد گرم کردیم و برای اطمینان از تک فاز شدن ساختار به مدت ۳ دقیقه در ۹۰ درجه سانتیگراد ثابت نگه داشتیم. این عملیات به دفعات تکرار شد و تغییر زاویه بر حسب دما هر بار اندازه گیری و ثبت گردید. شکل ۴ مشخصات چرخه های حرارتی اعمال شده بر آلیاژ را نشان می دهد.

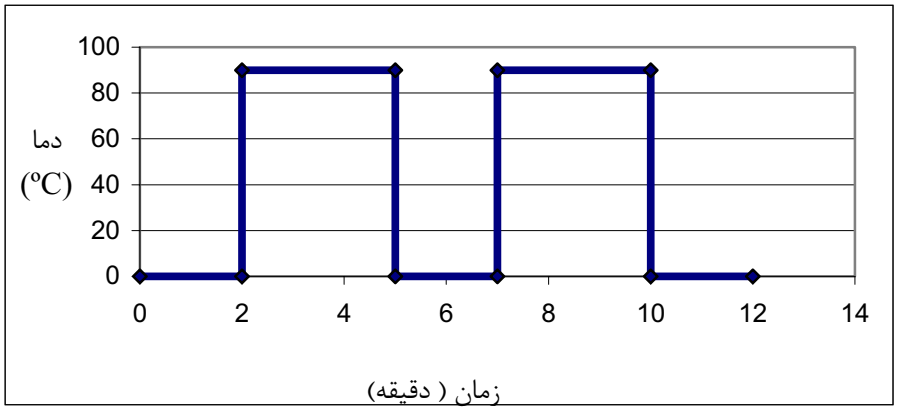


شکل ۲ – خم کردن نمونه به اندازه ۲۵ درجه و نگه داشتن در این زاویه با استفاده از گیره های فلزی.

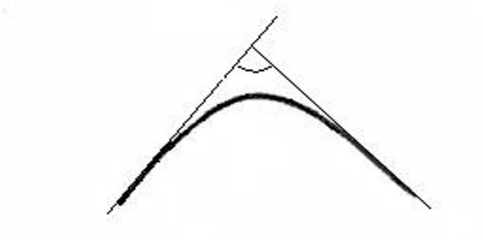


(الف) **(ب)**

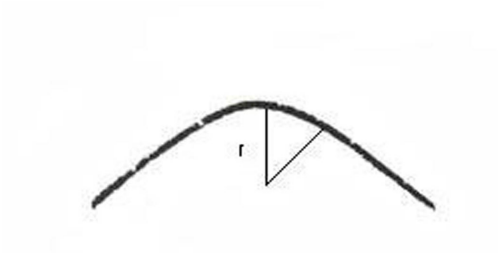
شکل ۳ – تثبیت تسمه حافظه دار به کمک ورق دارای زاویه ۲۵ درجه:(الف) تصویر از بالا و (ب) تصویر از رو برو .



شکل ۴ - چرخه حرارتی انجام شده بر آلیاژ حافظه دار نایتینول.



شکل ۵ - چگونگی اندازه گیری تغییر زاویه نمونه.



شکل ۶ - نحوه اندازه گیری تغییر شعاع در راس گوشه.

در مرحله بعد تصاویر بدست آمده در دما های مختلف ظاهر شده و مورد بررسی قرار گرفت. برای اندازه گیری زاویه بازگشت، بر دو ضلع گوشه دو خط مماس شد (شکل ۵) و سپس زاویه بازگشت را نسبت به زاویه اعمال شده اولیه سنجیده و نتیجه را بصورت درصد زاویه اولیه اعلام نمودیم. با توجه به وجود زاویه ۱۰ درجه در حافظه آلیاژ داغ (حالت استنیت)، میزان این زاویه نیز در محاسبه درصد بازگشت زاویه منظور شد. برای این کار از فرمول (۱) استفاده شد.

$$\text{درصد زاویه بازگشتی} = \frac{\text{زاویه اندازه گیری شده} - \text{زاویه اعمال گشته اولیه}}{\text{زاویه اعمال گشته اولیه}} \times ۱۰۰ \qquad (۱)$$

از آنجا که امکان ایجاد گوشه ۲۵ درجه در عمل وجود نداشت و معمولا گوشه ای با شعاع r بوجود می آمد، لذا بررسی دقیق تغییر شعاع با دما نیز انجام شد (شکل ۶). مقایسه نتایج درصد تغییر شکل بازگشتی نسبت به زاویه اعمالی اولیه مطابق فرمول ۱ و روش اندازه گیری زاویه، برای اطمینان از درستی نتایج آزمایش بکار گرفته شد. علاوه بر این، در

زمان هاییکه چرخه ای اعمال نمی شد، نمونه در دمای محیط نگه داشته می شد.

نتاج بدست آمده از تکرار چرخه های حرارتی

نتایج بصورت جداول ۱-۴ بدست آمد. در این جداول حرف C نمایانگر تعداد چرخه های حرارتی و حرف T نمایانگر دما بر حسب ساتیگراد می باشد.

T(ºC)	C = 20	C = 70	C = 120	C = 220	C =370
5	0	0	0	0	0
10	0	0	0	0	0
11	3	2	1	0.5	0
12	7	5	3	1.5	1
13	13	7	4	2	1.1
16	15	8	5	3	2.113
19	20	10	8	4	2.899
20	25	11	9.52381	5	3.87
22	30	12.19512	9.52381	4.82	4.1
25	33	24.39024	14.28571	5	4
26	36.66667	26.82927	19.04762	9.52381	6
29	38	35	23.80952	11	8
30	40	37	26.19048	19.04762	15
33	53.33333	46.34146	38.09524	20	17
34	56.66667	51.21951	45.2381	23.80952	20
36	60	56.09756	50	35.71429	25
37	66.66667	58.53659	55	40	30
38	68	63.41463	60	47.61905	36
39	70	65.85366	62	52.38095	43
40	73.33333	68.29268	66	52.38095	51
41	83.33333	73.17073	70	57.14286	55
43	90	75.60976	71	61.90476	59
44	93.33333	76	73	61.90476	60
45	93.33333	80	76	71.42857	65
46	96.66667	85	78	72	69
48	98	90	85	73	70
50	100	95	90	80	76
55	100	96	94	85	81
60	100	100	100	90	84
65	100	100	100	95	90
70	100	100	100	97	95
75	100	100	100	100	99
85	100	100	100	100	100
90	100	100	100	100	100

جدول ۱ – در صد زاویه بازگشت بر حسب مقادیر دما و تعداد چرخه های حرارتی.

بحث و نتیجه گیری

تاثیر چرخه های حرارتی بر دما های تبدیل

با توجه به جدول ۱، نمودار ۷ به عنوان نتیجه مستقیم آزمایشها بدست آمد. این نمودار درصد زاویه بازگشتی را نسبت به تغییر شکل اولیه در اثر دما و تعداد چرخه های حرارتی نمایش می دهد. مشخصه یک آلیاژ حافظه دار یک طرفه نمودار S شکلی است که در شکل ۷ دیده می شود. این نمودار دارای سه منطقه است. در منطقه ۱ با افزایش دما، تغییرات شکل آلیاژ اندک می باشد. در منطقه ۲ که با دمای A_s شروع می شود، با افزایش دما تغییر شکل بزرگی اتفاق می افتد بگونه ای که اکثر بازگشت زاویه در این منطقه رخ می دهد. محدوده منطقه ۲ در دمای A_f پایان می پذیرد. در منطقه ۳ نیز مشابه منطقه ۱، تغییرات شکل بر حسب دما بسیار اندک است. با توجه به شکل ۷ می توان تقریبی برای دما های A_s, A_f بر حسب تعداد چرخه ها بدست آورد (جدول ۲). تغییرات دماهای شروع و خاتمه تشکیل آستنیت در شکل ۸ نشان داده شده است. این اطلاعات در جدول ۲ بطور کمی ارائه گردیده است. تفاضل دماهای شروع و پایان تشکیل مارتنزیت بعنوان معیاری برای تشخیص پهنای حلقه هیسترزیس در جدول ۲ بر حسب تعداد چرخه ها ارائه شده است.

تعداد سیکل ها	As (c)	Af (c)	Af-As (c)
20	17	45	28
70	20	46	26
120	24	47	23
220	28	50	22
370	30	51	21

جدول ۲ - دما های A_s و A_f تقریب زده شده از روی نمودار ۷.

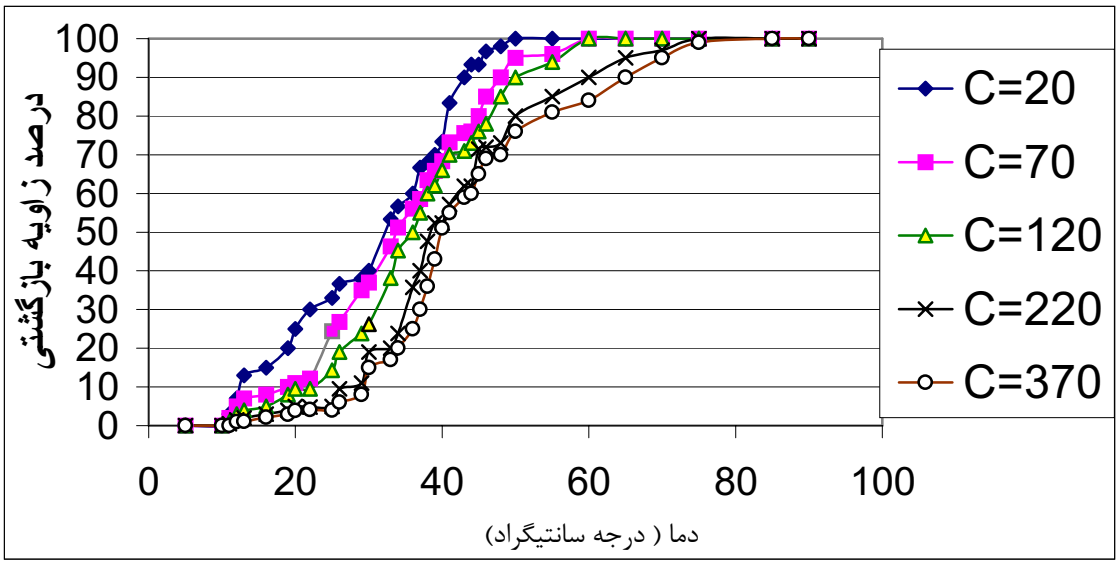
تعداد سیکل ها	زاویه نهایی فاز استنیت
20	10
70	10
120	10.5
220	10.5
370	11

جدول ۳ - تغییرات زاویه نهایی فاز استنیت بر حسب تعداد چرخه‌های حرارتی.

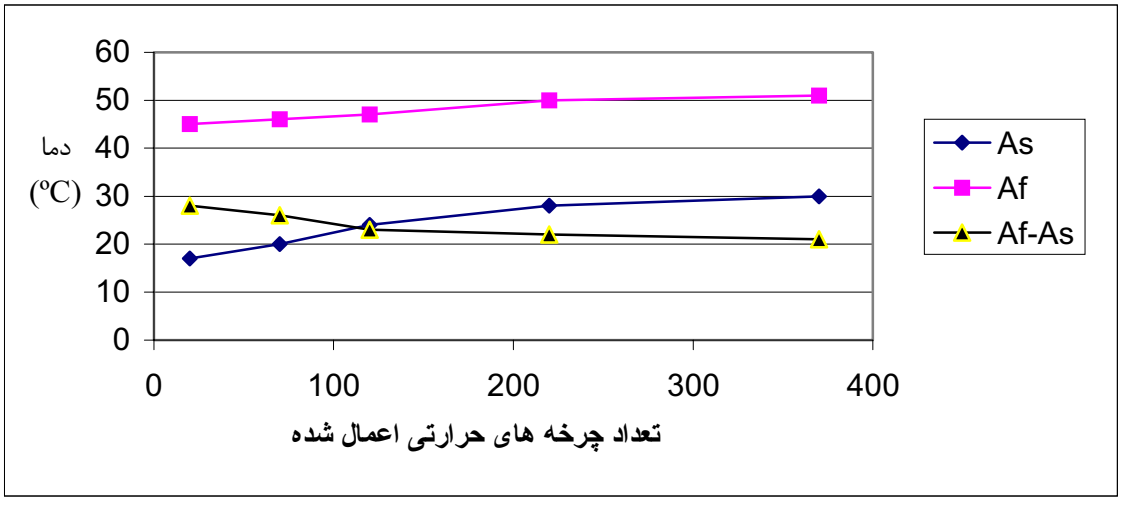
تعداد سیکل ها	زاویه نهایی فاز مارتنزیت
20	10
70	10
120	10
220	11
370	12

جدول ۴ - تغییرات زاویه نهایی فاز مارتنزیت بر حسب تعداد چرخه های حرارتی.

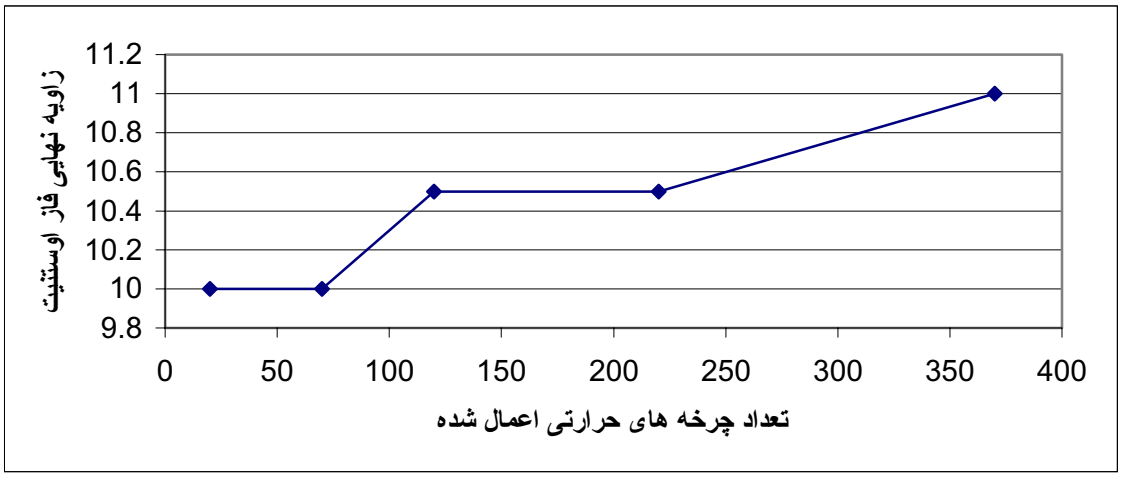
شکل ۷ نشان می دهد که با افزایش تعداد چرخه ها، نمودار S شکل به سمت راست یعنی دما های بالاتر جا بجا می شود. این جابجایی بیانگر افزایش دما های تبدیل A_s و A_f در اثر افزایش تعداد چرخه های حرارتی است. البته میزان افزایش دمای A_f از میزان افزایش دمای A_s کمتر بوده و در نهایت با افزایش تعداد چرخه های حرارتی این دو دما به یکدیگر نزدیک می شوند و تفاوتشان اندکی کاهش می یابد (شکل ۸). البته انتظار می‌رود در یک تعداد چرخه معین به بعد تغییری در این دماها رخ ندهد و آلیاژ به حالت پایدار خود برسد. رسیدن به این حالت پایدار هنگام کاربرد آلیاژ حافظه دار دارای اهمیت بوده و بر دقت دستگاهی که طراحی آن بر اساس استفاده از آلیاژ انجام می شود تاثیر می گذارد.



شکل ۷- تغییرت درصد زاویه بازگشتی بر حسب دما برای تعداد سیکل های مختلف.



شکل۸ – نحوه تغییرات دما های تبدیل فازی آلیاژ نایتینول با افزایش تعداد چرخه های حرارتی.



شکل۹ - تاثیر چرخه های حرارتی بر میزان بر گشت‌پذیری آلیاژ نایتینول.

تاثیر چرخه های حرارتی بر زاویه قابل برگشت آلیاژ

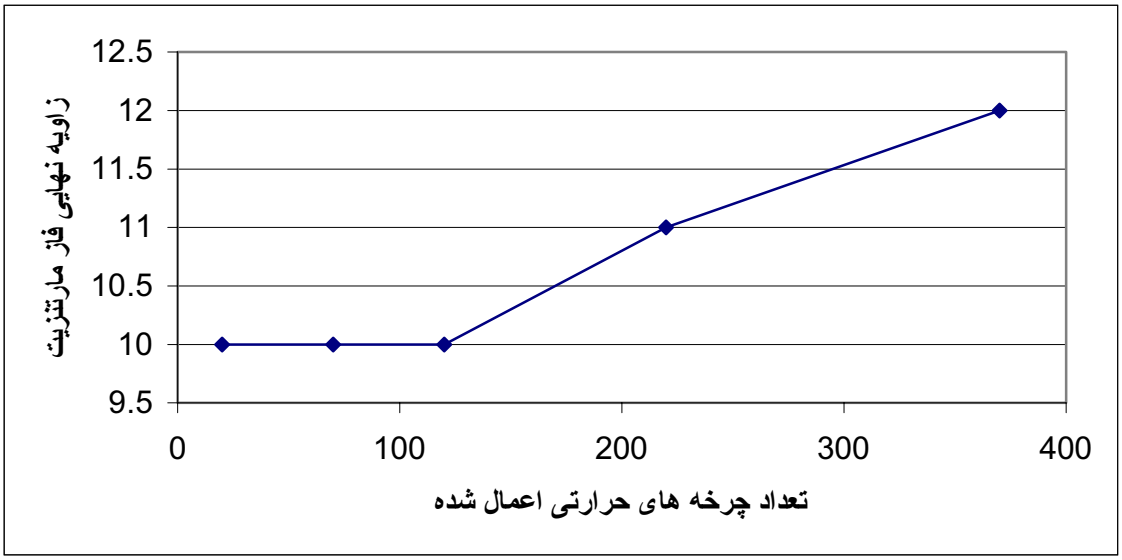
داده های جدول ۳ نشان می دهد که زاویه نهایی فاز اوستنیت در اثر افزایش تعداد چرخه های حرارتی تغییر می کند. بگونه ای که درصد بازگشت زاویه نسبت به تغییر شکل اولیه که در این پژوهش ۲۵ درجه بوده است، کاهش می یابد. برای مثال زاویه آلیاژ یک طرفه اولیه در دماهای با لا تر از A_f برابر ۱۰ درجه بوده است. ولی این زاویه در انتهای ۳۷۰ سیکل به ۱۱ درجه افزایش یافته است (شکل ۹). این تغییرزاویه نشان دهنده کاهش میزان بازگشت پذیری آلیاژ حافظه دار با افزایس تعداد چرخه های حرارتی می باشد. توجه به این تغییر نقش مهمی در تعیین عمر مفید آلیاژ در زمان بکار گیری و نیز طراحی نحوه انجام عملیات حرارتی و ترمومکانیکی مربوط به تربیت کردن آلیاژ برای دستیابی به خصوصیات دوطرفه گی و تماما مدور دارد.

تاثیر چرخه های حرارتی – مکانیکی تربیت کردن (Thermo Mechanical Training) بر دوطرفه شدن آلیاژ حافظه دار یک طرفه

با توجه به مشابهت عملیات حراتی با فرآیند تربیت کردن، انتظار می رود آلیاژ حافظه دار نایتینول بعد از انجام چرخه های حرارتی- مکانیکی دارای خصوصیات دو طرفه گی شود. همانطور که قبلا توضیح داده شد، در حافظه داری یک طرفه، شکل نهایی فاز استنیت پس از سرد شدن تغییر نمی کند، ولی در حافظه داری دو طرفه شکل آلیاژ در حین سرد شدن تغییر کرده و شکل فاز مارتنزیت یا حافظه دوم را به خود می گیرد. در نتیجه این تحقیق دیده شد که تا زمانی که تعداد سیکل ها کمتر از ۲۰۰ است، دو طرفه شدن رخ نمی دهد (جدول ۴)، اما با افزایش تعداد چرخه ها، از سیکل ۲۰۰ به بعد تغییر فوق نمایان می گردد. در نهایت پس از ۳۷۰ سیکل مشاهده شد که در سرد شدن آلیاژ از دمای A_f به دمای محیط شکل قطعه از ۱۱ درجه (زاویه جدید فاز اوستنبت پس از ۳۷۰ سیکل) به ۱۲ درجه تغییر می کند. این تغییر گویای این واقعیت است که آلیاژ در حال دوطرفه شدن می باشد (شکل ۹). در اینصورت انتظار می رود که با افزایش تعداد سیکل‌ها، آلیاژ در زیر دمای M_s دارای حافظه دوم ۲۵ درجه شود.

خلاصه نتایج

پدیده حافظه داری و خاصیت مارتنزیت ترموالاستیک در بسیاری از آلیاژ ها و از جمله در آلیاژ نایتینول مورد تحقیق



شکل ۱۰ - تاثیر چرخه های حرارتی – مکانیکی بر دوطرفه شدن آلیاژ حافظه دار یک طرفه.

قرار گرفته است. حافظه داری مربوط به تبدیل استنیت به مارتنزیت و بالعکس است. اگر بر نمونه آلیاژ حافظه دار در حالت کاملا مارتنزیتی تغییر شکل معینی اعمال شود، با برگشت به حالت استنیتی، کرنش ذخیره شده آزاد شده و به شکل اولیه خود بر می‌گردد.

طی یک دهه اخیر، کاربرد آلیاژهای حافظه دار نایتینول افزایش چشمگیری یافته است، لذا بررسی رفتار این آلیاژ ضروری است. تاکنون نتایج کامل و نظام مندی در خصوص تاثیر چرخه های حرارتی بر دما های تبدیل آلیاژ نایتینول گزارش نشده است. بسته به نوع سیستم آلیاژی، ترکیب شیمیایی نمونه، تاریخچه عملیات حرارتی و یک طرفه یا دو طرفه بودن آلیاژ، تاثیر چرخه های حرارتی بر آلیاژ های حافظه دار و از جمله نایتینول متفاوت است.

با افزایش تعداد چرخه های حرارتی تا ۳۷۰ چرخه بر آلیاژ نایتینول این نتایج بدست آمد: ۱- افزایش دمای تبدیل ، A_s، ۲ - افزایش دمای تبدیل A_f، ۳ نزدیک شدن دو دمای A_s و A_f به هم، ۴ - کاهش خاصیت برگشت پذیری، ۵ - دو طرفه شدن آلیاژ و ۶ – کاهش تفاوت زاویه های اولیه استنیت و مارتنزیت.

مراجع

1. J. H. Chern Lin, "Biocorrosion Study of Titanium-Nickel Alloys", J. of Oral Rehabilitation, 23, 1996, 129-134.
2. M. D. Schctky, "The Current Status of Industrial Applications for Shape Memory Alloys", Trans. Mat. Res. Soc. Jpn., Vol. 18B, 1994, 1131-1141.
3. J. H. Westbrook and R. L. Fleischer, “Intermetallic Compound: Structural Applications”, John Wiley and Sons, New York, 2000, 17-47.
4. K. Escher, C. Haastert, E. Hornbogen and M. Mertmann, "A Gripper Based on NiTi-Silicon-Composite Materials with Reversible Shape Memory Effect", Trans. Mat. Res. Soc. Jpn., Vol. 18B, 1994, 1167-1170.
5. P. Abrahamsson and R. Bjamemo, "The Need for Product Design Tools in

Shape Memory Technology", Trans. Mat. Res. Soc. Jpn., Vol. 18B, (1994), 1171-1174.

6. K. Yamauchi, M. Izumida, I. Maruyama, T. Inaba., M. Nishida and K. Kaneko, "Practical Application of Static Rock Breaker Using TiNi Shape Memory Alloy Under Water", Trans. Mat. Res. Soc. Jpn., Vol. 18B, 1994, 1159-1162.
7. K. Kato, "Application of Ti-Ni-Cu Alloy", Trans. Mat. Res. Soc. Jpn., Vol. 18B, 1994, 1163-1166.
8. J. Huang, M, Genshan, W. Jinliang and M. Wenzhu, "Primary Experimental Study on Occlusion Arterials Blood Flow by Implantation of Nitinol Alloy Stent", Trans. Mat. Res. Soc. Jpn., Vol. 18B, 1994, 1183-1186.
9. R. Buamemo and A. Burman, "On the Implementation of Shape Memory Effects in a General FE-Code", Trans. Mat. Res. Soc. Jpn., Vol. 18B, 1994, 1175-1178.

۱۰. سید خطیب الاسلام صدر نژاد و حمید احمدیان، "خواص حافظه داری در آلیاژ مس - روی - آلومینیوم"، مجله استقلال، جلد ۱۷، شماره ۲، ۱۳۷۷، ص ص ۱۳۹-۱۵۳.

11. J. C. Li and G. S. Ansell, "The Effect of Thermal Cycling on the Thermoelastic Martensitic Transformation in a Cu-Zn-Al Alloy", Metallurgical Transactions A, Vol. 14A, 1983, 1293-1297.

۱۲. سید خطیب الاسلام صدر نژاد، حمید خرسند، عبدالرضا نانگیر، "تاثیر چرخه های حرارتی بر دمای تبدیل در آلیاژ حافظه دار 69.85 wt% Cu, 27.08 wt% Zn, 2.29 wt% Al, 0.05 wt% Ti " ، مجله شریف، شماره نوزدهم، ص ص ۴۴-۴۹.

13. J. Uchil, K. Ganeshkamara and K. Mahesh, "Effect of Thermal Cycling on R-Phase Stability in a NiTi Shape Memory Alloy", Materials Science and Engineering A, 332, 2002, 25-28.
14. B. Erbstoeszer, B. Armstrong, M. Taya, and K. Inoue, "Stabilazation of the Shape Memory Effect in TiNi", Elsevier, Vol. 42, No.12, 2000, 1145-1150.