# تاثیر شرایط ذوب آلیاژ حافظه دار نایتینول بر ریزساختار

*شایگان ریاضتی: دانشجوی رشته متالورژی دانشگاه آزاد واحد علوم و تحقیقات*
*دکتر سید خطیب الاسلام صدرنژاد: استاد دانشکده مهندسی و علم مواد دانشگاه صنعتی شریف و قطب تحقیقات فرایندهای پیشرفته شکل دهی مواد*

## چکیده

در این مقاله به بررسی شرایط ذوب و نکات فنی لازم الاجرا برای ساخت آلیاژ حافظه دار نیکل تیتانیم با ریزساختار قابل قبول پرداخته ایم. با توجه به اینکه گروه آلیاژهای حافظه دار برای اولین بار در سال ۱۹۳۲ میلادی کشف و ثبت شده و در سال ۱۹۶۲ این اثر در آلیاژ نایتینول دیده شد که این آلیاژ کابردهای وسیع و خواص منحصر بفردی از جمله در زمینه پزشکی، سیستمهای تحریک حرارتی و مکانیرمهای خودکار دارد، لذا تولید آن در داخل در مقیاس صنعتی لازم به نظر می رسد.در این مقاله به فرایند ذوب و ریختگری که یکی از فرایندهای مهم تولید آلیاژ است پرداخته که دارای نتایج بهتری در مقایسه با سایر روشها است. در این مقاله به شرایط ذوب که شامل کوره های مورد استفاده ، نوع شارژ، طریقه بار کردن، فشار اتمسفر، جنس بوته و ... می پردازیم ، که این عوامل نقش مهمی در کیفیت آلیاژ و بروزخاصیت حافظه داری بطور مستقیم ویا با ایجاد فازهای ناخواسته مانند فازهای اکسیدی، نیتریدی و بین فلزی ایفا می کنند. با استفاده از تصاویر حاصل از متالوگرافی ومقایسه خواص، شرایط بهینه ساخت نمونه معرفی می شود.

**کلید واژه ها :** *ذوب نایتینول، آلیاژ حافظه دار، نایتینول، ریزساختار نایتینول*

## مقدمه

در طی ده سال گذشته آلیاژ نیکل- تیتانیم کابرد وسیعی در بسیاری از مراکز مهندسی و پزشکی پیدا کرده است. هم اکنون این آلیاژ که به نایتینول نیز معروف است از شهرت بسیار خوبی به عنوان فلزی که خاصیت حافظه داری دارد برخوردار است. منظور از فلز ترکیب بین فلزی است که با درصد یکسان اتمی در سیستم آلیاژی نیکل- تیتانیم می باشد. عبارت حافظه داری نیز به توانایی برگشت به شکل یا اندازه اولیه از پیش تعریف شده ، در طی یک چرخه حرارتی اطلاق می شود. به عبارت دیگر چنانچه در دمایی پایینتر از دمای خاتمه تحول ماتنزیتی یک تغییر شکل پلاستیک در آلیاژحافظه دار ایجاد شود , با افزایش دما تا دمایی بالاتر از دمای خاتمه تحول آستنیتی آلیاژ قادر به بازیابی شکل اولیه خود خواهد بود. بر این اساس مواد یا آلیاژهای حافظه دار به دو دسته عمده تقسیم می شوند؛ در دسته اول تغییر شکل ایجاد شده در دمای پایین فقط با گرم شدن قابل بازیابی است و با سرد شدن مجدد تغییر شکلی در آلیاژ ایجاد نخواهد شد. این گروه تحت عنوان آلیاژهای حافظه دار یکطرفه شناخته می شوند. دسته دوم از آلیاژها قادرند تا با سرد و گرم شدن در یک محدوده معینی از درجه حرارت شکل خود را در دماهای بالا و پایین بطور خود بخودی بازیابی کرده و به شکل از پیش تعریف شده خود در هر کدام از دماهای فوق برگردند, که به این گروه اصطلاحا آلیاژهای حافظه دار دوطرفه می گوییم. [۳]

## روش تحقیق

مواد اولیه که تیتانیم اسفنجی با خلوص ۹۹,۹۹٪ و نیکل الکترولیتی با خلوص ۹۹,۹٪ باهم مخلوط و توسط کوره القایی با فرکانس اسمی ۴,۵ کیلوهرتز تحت اتمسفر خنثی (گاز آرگون) ذوب انجام شد.قبل از ذوب مواد اولیه سنگ و سنباده زده تا لایه اکسیدی یا ذرات دیگر کنده و سپس با استون شستشو داده و با فشار هوا خشک و پیش گرم و ذوب شد.سپس نمونه سنگ زده و سطح پولیش و صیقلی شده و اچ شد توسط محلولی شامل آب اکسیژنه ، اسید فلوریدریک و آب مقطر با نسبت ۱۰ ، ۵ و ۸۵ درصد حجمی و بعد ازمتالوگرافی تست میکروسختی (ویکرز) برای گرفتن اندازه سختی فازها انجام شد.

در این مقاله مطالب با توجه به کار آزمایشگاهی و عملی و بررسی و مقایسه نتایج حاصل از ذوب و عکس حاصل از متالوگرافی،سختی سنجی و ... با منابع و مراجع مختلف بدست آمد.

## مراحل ساخت آلیاژ

مراحل ساخت آلیاژحافظه دار را می توان به سه بخش تولید فلز،کار مکانیکی و عملیات حرارتی تقسیم کرد. فرآیند ذوب یکی از متداولترین روشها برای تولید آلیاژ در مقیاس صنعتی است.[۱] در این فرآیند از کوره های القایی یا قوس الکتریکی تحت خلاء یا با اتمسفر کنترل شده می توان استفاده کرد. هدف دسته اول بالا بردن

یکنواختی در ترکیب شیمیایی از طریق ایجاد تلاطم در حین ذوب و کوتاه کردن زمان ذوب از طریق افزایش توان کوره می باشد. اما اگر افزایش تجهیزات برای تولید آلیاژ توجیه اقتصادی نداشته باشد استفاده از کوره های قوس الکتریکی مطلوبتر است. به لحاظ پیچیدگی و هزینه بالای سیستمهای تخلیه ، استفاده از کوره های القایی تحت خلاء مستلزم افزایش سرمایه گذاری و تعدد تجهیزات است. از طرف دیگر ضعف کوره های قوس الکتریکی در یکنواخت نشدن ترکیب شیمیایی به لحاظ تجمع حرارت در منطقه برقراری قوس می باشد که برای برطرف کردن آن ، نیاز به ذوب مجدد دارد که حتی تا هفت بار ذوب مجدد نیز پیشنهاد شده است[۴]. عناصر سازنده آلیاژ حافظه دار به علت میل ترکیبی شدید ، غالبا در هنگام ذوب با عناصر موجود در محیط مانند اکسیژن ، نیتروژن ، هیدروژن و کربن ترکیب شده و خواص آلیاژ را دستخوش تغییرات نامطلوبی می سازد.

## ساختار و سطح آلیاژ

سه نوع فاز در این آلیاژ وجود دارد که عبارتند از آستنیت،مارتنزیت و فاز R و رسوباتی از فازهای ثانویه.
که در حالت ایده ال و برای رسیدن به شرایط مطلوب از لحاظ حافظه داری دو فاز یعنی آستنست و مارتنریت و بعضی از رسوبات تعیین کننده است و فاز R فاز حد واسطی است که بین دو فاز اصلی تشکیل شده و در مواردی از قبیل آلیاژهای پرنیکل ایجاد و فاز اول تبدیل به آن و سپس به فاز نهایی می رسد.
رسوبات موجود در ساختار آلیاژ در زیر آورده شده است:

Ti2Ni ,Ti3Ni4,TiNi3,TiNi3(AL),TiNi3(D024), TiNi3(Pm3m 221), Ni3Ti(Hex), Ti2Ni3

TiNi3(Pm3m) , Ni3Ti(new) , Ni9Ti , , NiTi2(cubic) , NiTi2b , Ti11Ni14(in aging)

و ساختار زمینه به بصورتهای زیر یافت می شود :

TiNi , TiNi B19 – martensite , TiNi R- Phase , TiNi (B19') NiTi (Cubic), NiTi (Monoclinic)

تنوع این فازها بخاطر انحراف از درصد خاص آلیاژ از آنچه باید باشد و یا در حین سیکلهای بارگذاری و عملیات حرارتی های نامناسب ایجاد می شوند. برای مثال در یک آلیاژ غنی از نیکل در اثر پیرکردن فاز اولیه رسوبات غنی از نیکل که غیرتعادلی و نیمه پایدار است رسوب می کنند و داریم :

B0 ---> B1 + Ti11Ni14 ---> B2 + Ti2Ni3 ---> B2 + TiNi3

که B0 آلیاژ اولیه فوق اشباع از نیکل است، B1 ترکیب زمینه در تعادل با $Ti_{11}Ni_{14}$ است و ... که در پایان به ساختار آستنیت و فاز بین فلزی مد نظر رسیدیم.

## بررسی و نتیجه گیری از سطح نمونه

از بررسی تصاویر حاصل از متالوگرافی و مقایسه آنها با نمونه های قبلی و شرایط ترمودینامیکی ۵ نوع فاز شناسایی و مورد مطالعه قرار گرفت که شامل فاز زمینهNiTi و رسوبات(TiNi3,Ti2Ni) وفازهای ناخواسته ونامطلوب شامل ذرات اکسیدی(Ti4Ni2O)
، فاز نیتریدی و ناخالصیهای دیگر.

با توجه به فعالیت شدید عناصر آلیاژی بخصوص تیتانیم، باعث احیا و تجزیه بوته سرامیکی از نوع اکسیدی شده (آلومینا) و باعث خوردگی و شکست آن می شود و در نتیجه آن مقداری اکسیژن وارد ترکیب آلیاژ شد که فازهای اکسیدی نیز دلیلی براین مدعی است و بدلیل وجود ناخالصی در گاز آرگون ایرانی ناخالصی وارد ذوب شد و در یک نمونه که ذوب وارد قالب شد نیتروژن موجود در اتمسفر قالب (بدلیل محافظت ناقص قالب توسط گاز آرگون) وارد آلیاژ شد که فاز نیتریدی در شکل مشخص است.

فازهای اکسیدی بصورت اشکال گوشه دار بصورت چندضلعیهایی وجود دارد و فاز نیتریدی بصورت اشکال صلیبی و دندریتی مشخص است که با فازشناسی آنها مشخص شد.زمینه ای از آستنیت وجود دارد وترکیبات بین فلزی شامل ، فازTi2Ni به صورت کشیده و زنجیروار و فازTiNi3 بصورت یکپارچه و با پهنای بیشتر به چشم می خورد.

نتایج حاصل از سختی سنجی نیز این مطالب را تصدیق کرد چنانچه که در تست میکروسختی با بار اکیلوگرم فازهای اکسیدی بیشترین سختی یعنی چیزی خدود ۱۱۳۰ - ۱۱۶۰ ویکرز و فاز نیتریدی بعد از آن با سختی بین ۷۰۰ – ۸۰۰ ویکرز و فازهای دیگر مانند زمینه و ترکیبات بین فلزی سختی حدود ۱۵۰ ویکرز را دارند که با تست سختی این فازها به خاطر نزدیکی اعداد سختی قابل تمایز نیستند.

## نتیجه گیری و پیشنهادات

این آلیاژ نسبت به تغییر ترکیب شیمیایی و ترکیبات و فازهای نامطلوب که در بالا ذکر شد بسیار حساس است و اثر مستقیم روی خاصیت حافظه داری آلیاژ (کاهش این اثر) و ترد و شکننده شدن آن دارد. پس لازم است در محاسبه وزن شارژ و ترازوی مورد استفاده دقت شود و از بوته گرافیتی و یا بوته مسی آبگرد و کوره القایی با اتمسفر خلاء یا اتمسفر خنثی (گازآرگون) و یا برای کاهش هزینه از کوره قوس الکتریکی با اتمسفر خلاء استفاده

شود که در این صورت برای همگنی بیشتر از چندین بار ذوب مجدد کمک گزفته می شود.از مواد با خلوص بالا استفاده شود و سعی شود از کوره های القایی فرکانس و توان بالا و یا کوره های قوس با ولتاژ و آمپراژ بالا استفاده شود تا زمان ذوب حداقل و در نتیجه تاثیر پارامترهای نامطلوب بر روی خواص و ریزساختار آلیاژ به حداقل رسد.
در صورت استفاده از اتمسفر کنترل شده از فشار کل ۱ اتمسفر و دبی ۳۰۰ لیتر بر دقیقه استفاده شود. مواد اولیه و محفظه کوره کاملا تمیز و عاری از هرگونه آلودگی باشد و برای متالوگرافی از مانت سرد استفاده شود چون این آلیاژ در اثر تغییر دما و یا وارد آودن فشار و استرس بخاصر خاصیت حافظه داری تغییر فاز می دهد پس بجای پولیش مکانیکی از الکتروپولیش باید استفاده کرد.

## مراجع


[۱] رضا شرقی و دکترخطیب الاسلام صدرنژاد ، "ساخت و تربیت یک آلیاژ حافظه دار" ، پنجمین کنفرانس مهندسی پزشکی

[۲] پایان نامه دکترای آقای رضا شرقی

[3] Metal hand book vol 4,5,15

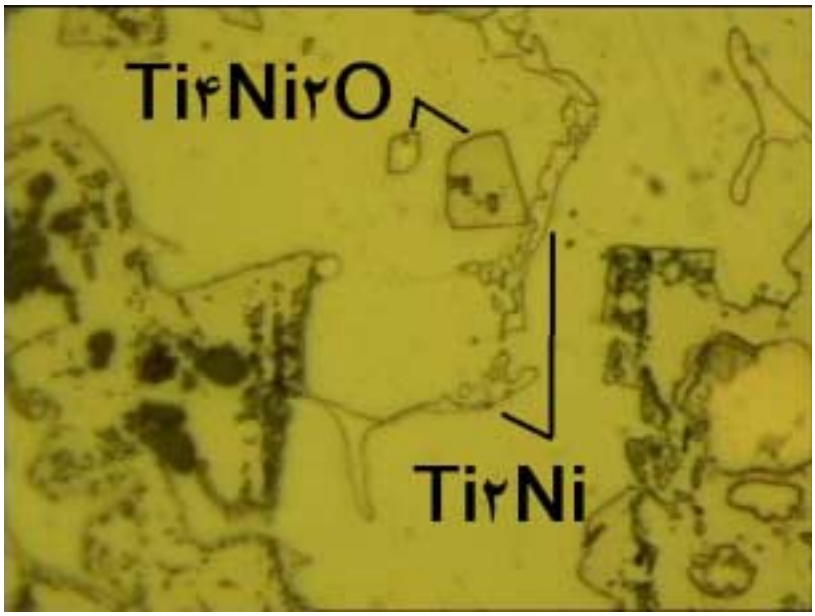
[4] Melting method for high-homogeneity precise-composition Nickle-Titanium alloys , united states patent

[5] darel e.hodgson , ming h.wu , Robert j.biermann ,"shape memory alloy"

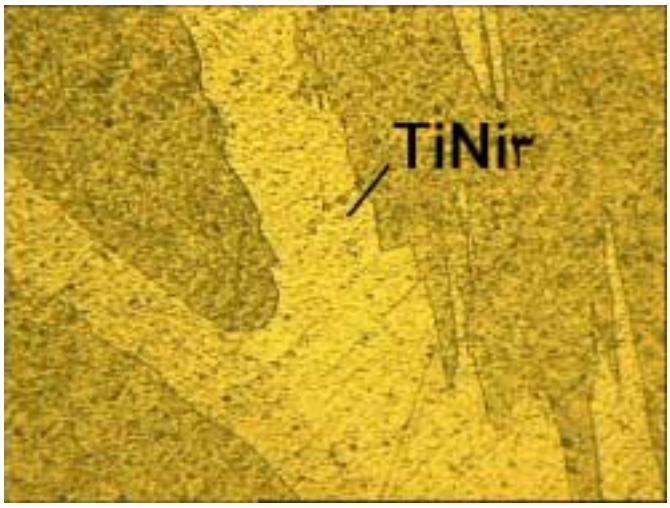
[6] fujio miura , masakuni mogi , yoshiaki ohura , hitoshi hamanaka , " the super-elastic property of the Japanese NiTi alloy wire for use in orthodontics"

## اشکال

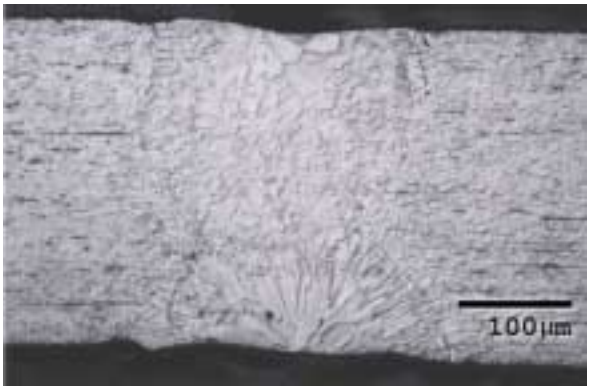
شکل ۱- فازهای نیتریدی با ساختار صلیبی در آلیاژ با بزرگنمایی ۱۰۰۰




شکل ۲- فازهای اکسیدی و ترکیب بین فلزی با بزرگنمایی ۱۰۰۰




شکل ۳- ترکیب بین فلزی با بزرگنمایی ۵۰۰




شکل ۴- تصاویر سطح ناینینول مطلوب نورد شده

جدول۱- بعضی مشخصات فلزات تشکیل دهنده آلیاژ [۲]

| خصوصیت / فلز | نقطه ذوب | وزن اتمی | gr/cm3 جرم حجمی | GN/m2 مدول الاستیسیته | شبکه کریستالی |
|---|---|---|---|---|---|
| تیتانیم | ۱۶۶۰ | ۴۷,۹ | 4.5 | 107 | Hcp |
| نیکل | ۱۴۵۳ | ۵۸,۷ | 8.9 | 202 | Fcc |